

THIAGO ALEXANDRE MINTO

**Influência do tratamento superficial 3IP na vida em
fadiga da liga de alumínio AA7050-T7451 para
aplicação aeronáutica**

Guaratinguetá

2016

THIAGO ALEXANDRE MINTO

**Influência do tratamento superficial 3IP na vida em
fadiga da liga de alumínio AA7050-T7451 para
aplicação aeronáutica**

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica na área de Materiais.

Orientador: Herman Jacobus Cornelis Voorwald

Coorientador(a): Midori Yoshikawa Pitanga

Guaratinguetá

2016

M667i Minto, Thiago Alexandre
Influência do tratamento superficial 3IP na vida em fadiga da liga de alumínio AA7050-T7451 para aplicação aeronáutica / Thiago Alexandre Minto – Guaratinguetá, 2016
162 f. : il.
Bibliografia: f. 141-162

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016.

Orientador: Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Midori Yoshikawa Pitanga

1. Alumínio. 2. Fadiga. 3. Corrosão. Título


CDU 669.71(043)

THIAGO ALEXANDRE MINTO

ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”

PROGRAMA: ENGENHARIA MECÂNICA
ÁREA: MATERIAIS

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO


Prof. Dr. José Antonio Perrella Balestieri
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. HERMAN JACOBUS CORNELIS VOORWALD
Orientador / UNESP/FEG


Profa. Dra. VERÔNICA MARA DE OLIVEIRA VELLOSO
UNESP/FEG


Prof. Dr. MARCELINO PEREIRA DO NASCIMENTO
UNESP/FEG


Prof. Dr. LUIZ FÁBIO DOS SANTOS VIEIRA


Prof. Dr. MIGUEL JUSTINO RIBEIRO BARBOZA
EN/USP

Agosto de 2016

DADOS CURRICULARES

THIAGO ALEXANDRE MINTO

NASCIMENTO	09.06.1985 – São Carlos/SP
FILIAÇÃO	Ricardo Eugênio Minto Rita de Cássia Collacinio Minto
2005/2009	Curso de Graduação em Engenharia de Materiais Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2010/2012	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Mestrado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.
2012/2016	Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, nível de Doutorado, na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista.

Dedico esse trabalho aos meus pais Rita e Ricardo, que dignamente me ensinaram à importância da família, honestidade e ética. À minha avó Lourdes e aos meus irmãos Bruna e Lucas Minto.

À minha esposa Josiane pelo apoio incondicional nos momentos de incertezas, tão comuns para quem trilha novos caminhos.

AGRADECIMENTOS

Expresso meus sinceros agradecimentos a quem pude contar durante mais uma etapa concluída na minha vida.

Meu maior agradecimento é aos meus pais, por estarem constantemente me apoiando, incentivando, ensinando-me, principalmente a importância dos valores éticos e morais. Afirmando que serei eternamente grato à vocês por toda educação recebida. Hoje, agradeço em especial o orgulho que sentem por minhas conquistas. Já que estamos em família, não posso deixar de mencionar meus irmãos, Bruna Minto e Lucas Minto. Sem eles essa batalha seria ainda mais difícil. E por fim, a minha avó Lourdes, pessoa maravilhosa a quem devo minha criação.

Gostaria de agradecer também à minha esposa Josiane pela paciência e compreensão em todos os momentos durante o desenvolvimento desse projeto.

Agradeço também, no âmbito acadêmico, ao meu orientador Prof^o Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald, por toda sabedoria, compreensão, exigência, conferindo prestígio, valor ao meu trabalho de doutorado e pela confiança em mim depositada.

À minha coorientadora Dra. Midori Yoshikawa Pitanga.

À Dra. Verônica Oliveira pela rica contribuição para esse trabalho.

Agradeço também a todo Grupo de Fadiga e Materiais Aeronáuticos do Departamento de Materiais e Tecnologia, FEG-UNESP principalmente a Prof^a Dra. Maria Odila Hilário Cioffi.

Ao Prof^o Dr. Roberto Zenhei Nakazato, pela atenção durante todas as análises e por contribuir com seu conhecimento.

Ao Prof^o Dr. Rogerio Hein.

Ao Prof^o Dr. Paulo Suzuki da Escola de Engenharia de Lorena (EEL).

Ao Vitor Ribeiro do IEAv pelas análises de nanoindentação

Amigos, à todos que me acompanharam por todos esses anos de estudo e desenvolvimento sempre me apoiando.

À empresa METROLAB pela realização do tratamento superficial 3IP.

À Metinjo, pela realização da anodização sulfúrica;

À Universidade Federal Fluminense – UFF, em especial à Prof^a Maria Cindra Fonseca.

Este trabalho contou com o apoio da seguinte entidade.

- CNPq: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. Número do processo 303832/2014-2.

MINTO, T. A. **Influência do tratamento superficial 3IP na vida em fadiga da liga de alumínio AA7050-T7451 para aplicação aeronáutica.** 162f. (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

RESUMO

O estudo do comportamento em fadiga e corrosão dos materiais é de extrema importância para a indústria aeronáutica, considerando componentes estruturais que estão submetidos a carregamentos cíclicos constantemente. As ligas de alumínio desempenham papel fundamental nesse ramo, principalmente as ligas da série 7xxx de alta resistência. Como esses componentes também operam em ambientes marítimos, os revestimentos anticorrosivos são utilizados como proteção. Dos processos de revestimentos disponíveis atualmente, a substituição dos processos de anodização é considerado como urgente no meio acadêmico e nos setores industriais, devido à liberação de resíduos prejudiciais à saúde e ao meio ambiente gerados na aplicação dos revestimentos. O objetivo deste trabalho é estudar a influência do tratamento de implantação iônica por imersão a plasma (3IP) na vida em fadiga e corrosão da liga AA7050-T7451. Os ensaios de fadiga e corrosão com diferentes condições de tratamento 3IP permitiram uma análise comparativa, estabelecendo uma relação entre os parâmetros de tratamento como: voltagem x frequência x tempo. Observou-se uma grande interferência nas taxas de aquecimento, temperatura máxima, microdurezas e nanodureza superficiais, rugosidade, potenciais de corrosão, análises de EDS, DRX e fadiga principalmente quando há uma variação da frequência do processo 3IP. Os melhores resultados obtidos de resistência à fadiga e à corrosão dentre todas as combinações voltagem x frequência estudadas nesse trabalho, foram obtidos através de procedimentos com menores temperaturas por consequência da menor frequência de impacto.

PALAVRAS-CHAVE: Alumínio AA7050-T7451. Fadiga. Corrosão. Tratamento 3IP.

MINTO, T. A. **Influence of surface treatment 3IP on the fatigue resistance of aluminum alloy AA7050-T7451 for aerospace application.** 162f. (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

ABSTRACT

The fatigue and corrosion behavior study of high strength materials are very important for the aeronautical industry, considering that structural components are constantly loaded to variable amplitude loading. Aluminum alloys play an important role in this subject, especially 7xxx alloys. These components also operate in marina environments, and then coatings are used as protection. The replacement of anodizing processes is considered urgent in the academic and industrial sectors, due to the release of waste and harmful conditions to health and the environment generated from the application of the coatings. The objective of this work is to study the influence of plasma immersion ion implantation (PIII) on the fatigue life of AA7050-T7451 aluminum alloy. Fatigue and corrosion tests with different PIII treatments, established a relationship between treatment parameters such as voltage x frequency x time. It was observed a large interference on heating rate, maximum temperature, surface microhardness, nanohardness, roughness, corrosion potential, EDS, XRD and fatigue resistance especially with the frequency variation on the PIII process. The best results of fatigue resistance and corrosion with all combinations in this work, were obtained by procedures with lower temperature as a consequence the low impact frequency.

KEYWORDS: Aluminum AA7050-T7451. Fatigue. Corrosion. Treatment 3IP.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Aeronave com identificação das ligas de alumínio utilizadas em sua fabricação. ...	29
Figura 2 - Estágios da propagação da trinca na superfície do material	42
Figura 3 - Fadiga de baixo ciclo (a) e alto ciclo (b) de carregamento.	43
Figura 4 - Superfície de fratura de uma falha por fadiga a qual a nucleação acontece na região da chaveta.	43
Figura 5 - Aspecto macroscópico de uma superfície de fratura por fadiga.	44
Figura 6 - Modos fundamentais de carregamento.	44
Figura 7- Parâmetros de carregamento com amplitude constante.	45
Figura 8 - Representação de um carregamento de fadiga cíclica com amplitude variável.	46
Figura 9 - Microtrincas geradas pelo processo de anodização crômica.	49
Figura 10 - Bandas de escorregamento: (a) solicitação monotônica, deformação estática; (b) solicitação de fadiga, extrusão e intrusão.	51
Figura 11 - Típica curva S/N de ligas ferrosas e não ferrosas e limite de fadiga.	52
Figura 12 - Representação esquemática do fenômeno 3IP.	59
Figura 13 -Imagem esquemática do tratamento 3IP.	59
Figura 14 - Rota de tratamento térmico da liga AA7050-T7451 realizado pela empresa Bralco Metals.	62
Figura 15 - Equipamento tratamento 3IP (câmara de vácuo).	63
Figura 16 - Bomba de vácuo acoplada na câmara de tratamento.	63
Figura 17 - Dispositivo de fixação dos corpos de prova.	64
Figura 18 - Válvula de pressurização.	65
Figura 19 - Válvula Gaveta.	65
Figura 20 - Gráfico da padronização da temperatura no tratamento 3IP.	68
Figura 21 – Osciloscópio.	69
Figura 22 - Controlador de fluxo de gás N ₂	69
Figura 23 - Controlador de fluxo de gás H ₂	69
Figura 24 - Equipamento utilizado para a o ensaio de microindentação.	70
Figura 25 - Nanoindentador Anton Paar NHT2.	71
Figura 26 - Esquema de preparação das amostras para ensaios de nanoindenação.	72
Figura 27 – (a) Equipamento de Difração de Raios X <i>PANalytical</i> , modelo <i>Empyrean</i> . (b) CDP AA7050-T7451 no porta amostra para ensaio.	72
Figura 28 - CDP para o ensaio de tração segundo a norma ASTM E8/E8M.	73

Figura 29 - Rugosímetro DIGIMESS modelo TR200 (Manual do Equipamento).....	74
Figura 30 - Posicionamento do Rugosímetro Portátil.	74
Figura 31 - Posicionamento da ponteira.	75
Figura 32 - Ajuste fino do posicionamento da ponteira de análise.	75
Figura 33 - Equipamento utilizado nos ensaios de fadiga por flexão rotativa - INSTRON®- modelo R.R.Moore.	76
Figura 34 - Esquema da fixação dos CDP's na máquina de fadiga por flexão rotativa.....	76
Figura 35 - Equipamento Potentiostat/Galvanostat Model 283 e software 352 Soft Corr III. .	79
Figura 36 - Equipamento utilizado para medição de tensão residual. (a) vista geral do equipamento utilizado para análise, (b) vista do colimador e de uma amostra de alumínio. ...	81
Figura 37 - Curvas de temperatura dos tratamentos utilizados em corpos de prova de fadiga por flexão rotativa.	89
Figura 38 - Perfil de microdureza (HV0,025).	91
Figura 39 - Gráfico Dureza (GPa) vs. Profundidade (μm) obtido pela indentação instrumentada para a liga de alumínio AA7050-T7451.	93
Figura 40 - Análise por DRX: material base (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h).	95
Figura 41 - Curvas de fadiga por flexão rotativa.	102
Figura 42 – Curvas de fadiga do material base e anodizações sulfúrica e crômica.	103
Figura 43 - Comparação entre os valores das curvas de fadiga das amostras anodizadas da Tese (CAMARGO, 2007) e as obtidas neste trabalho.	105
Figura 44 - Curvas S/N de fadiga por flexão rotativa com tratamento 3IP.	107
Figura 45 - Curvas S/N do Material base x Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h).....	107
Figura 46 - Curvas S/N. Interferência na vida em fadiga do tempo de tratamento para a condição (6 kV/0,2 kHz/1 h).....	108
Figura 47 - Curvas S/N. Interferência da limpeza com argônio na vida em fadiga para a condição de tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h).....	110
Figura 48 - Curvas S/N. Interferência do resfriamento na condição de tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h).....	111
Figura 49 - Curvas S/N - Tratamento 3IP com 6 kV e frequência 0,2 e 0,5 kHz.....	112
Figura 50 - Curvas S/N. Interferência na vida em fadiga para casos com mesma frequência de impacto.	113
Figura 51 - Curvas S/N. Interferência dos diferentes parâmetros de voltagens e frequências para o mesmo tempo de tratamento.....	114
Figura 52 - Curvas S/N. Melhores condição de fadiga para cada nível de voltagem.....	115

Figura 53 - Curvas de Polarização para o Material Base AA7050-T7451 e com Tratamento 3IP.	118
Figura 54 - Espessura da camada de Anodização Crômica.....	119
Figura 55 - Espessura da camada de Anodização Sulfúrica.....	119
Figura 56 - Superfície de Fratura do Material Base. $\sigma = 234$ MPa. $N = 147361$ Ciclos.....	122
Figura 57 - Superfície de Fratura do Material Base com Anodização Sulfúrica. $\sigma = 234$ MPa. $N = 47487$ Ciclos.....	123
Figura 58 - Superfície de Fratura do Material Base com Anodização Crômica. $\sigma = 234$ MPa. $N =$ 75648 Ciclos.....	124
Figura 59 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 62117$ Ciclos.....	124
Figura 60 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 41040$ Ciclos.....	125
Figura 61 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/2 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 72483$ Ciclos.....	126
Figura 62 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 35918$ Ciclos.....	127
Figura 63 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 150709$ Ciclos.....	127
Figura 64 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento). $\sigma = 234$ MPa. $N = 180661$ Ciclos.....	128
Figura 65 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 134912$ Ciclos.....	128
Figura 66 - Espectro - Amostra Material Base.....	130
Figura 67 – Material Base AA7050-T7451.....	131
Figura 68 - Amostra Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h).....	133
Figura 69 – Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/ 2 h).....	133
Figura 70 - Amostra Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h).....	135
Figura 71 – Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/ 2 h).....	137

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades físicas do alumínio comercialmente puro.....	27
Tabela 2 - Propriedades mecânicas do alumínio puro em temperatura ambiente.	28
Tabela 3 - Classificação das ligas de alumínio trabalhadas, segundo a Aluminum Association	30
Tabela 4 - Classificação das ligas de alumínio fundidas, segundo a Aluminum Association..	30
Tabela 5 - As designações básicas de têmpera das ligas tratáveis.....	31
Tabela 6 - Subdivisões da condição de tratamento “H” de endurecimento por deformação à frio	32
Tabela 7 - Subdivisões da condição de tratamento "T".	32
Tabela 8 - Terminologia, definição e relação entre os parâmetros de um carregamento cíclico de fadiga.	46
Tabela 9 - Modalidades de solicitações de fadiga.	47
Tabela 10 - Composição química da Liga de Alumínio AA7050-T7451 segundo especificação.	60
Tabela 11 - Parâmetros do Tratamento Térmico na Liga AA7050 na condição T7451.	61
. Tabela 12 - Propriedades mecânicas da liga AA7050-T7451 segundo especificação AMS 4050J (2014) e UNS A97050.	62
Tabela 13 - Padronização tratamento 3IP.....	67
Tabela 14 - Parâmetros da anodização sulfúrica.	80
Tabela 15 - Parâmetros da anodização crômica.	80
Tabela 16 - Parâmetros utilizados no sistema de análise das tensões residuais.	82
Tabela 17 - Composição Química da Liga AA7050-T7451 (% em massa).....	85
Tabela 18 - Temperaturas dos tratamentos de implantação iônica por imersão a plasma.....	88
Tabela 19 - Perfil de Microdureza (HV) do MB e com tratamentos 3IP.	91
Tabela 20 – Valores de Nanodureza (GPa) das amostras ensaiadas.	92
Tabela 21 - Valores médios dos ensaios de tração da liga AA7050-T7451.....	96
Tabela 22 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h).	97
Tabela 23 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/1 h).	97
Tabela 24 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h).	98
Tabela 25 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h) com resfriamento.	99
Tabela 26 - Valores dos ensaios de fadiga por flexão rotativa.	100

Tabela 27 - Comparativo entre os valores da Tese CAMARGO (2007) e o estudo.	104
Tabela 28 - Efeito da espessura de camada anodizada na vida em fadiga.	106
Tabela 29 - Resistência à fadiga ABNT 4340 (36-39 HRc) com tratamento 3IP - 10 ⁶ Ciclos	109
Tabela 30 - Interferência nas temperaturas e microdureza com a variação na frequência no tratamento 3IP.	112
Tabela 31 - Interferência nas temperaturas e microdureza com a variação da voltagem no tratamento 3IP.	113
Tabela 32 - Efeito da Voltagem e Frequência nas temperaturas, microdureza e Fadiga nos tratamentos 3IP.	115
Tabela 33- Potencial de corrosão e corrente de corrosão.	116
Tabela 34 - Resultados de Tensões Residuais	120

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3IP	-	Implantação Iônica por Imersão a Plasma
ABAL	-	Associação Brasileira de Alumínio
ABNT	-	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ALCOA	-	<i>Aluminum Company of América</i>
ASM	-	<i>American Society for Metals</i>
ASTM	-	<i>American Society for Testing and Materials</i>
SAE	-	<i>Society of Automotive Engineers</i>
MB	-	Material Base
SP	-	<i>Shot Peening</i>
AN	-	Anodizado
PVD	-	<i>Physical Vapor Deposition</i>
CVD	-	<i>Chemical Vapor Deposition</i>
HVOF	-	<i>High Velocity Oxygen Fuel</i>
CDP	-	Corpo de Prova
MB-L	-	Material Base – Longitudinal
AC-L	-	Anodização Crômica - Longitudinal
AS-L	-	Anodização Sulfúrica - Longitudinal
AC	-	Anodização Crômica
AS	-	Anodização Sulfúrica
RRA	-	<i>Retgression and reaging</i>

- EFC* - *Exfoliation Corrosion*
- IGC* - *Intergranular Corrosion*
- SCC* - *Stress Corrosion Crack*
- GBPs* - *Grain-Boundary Precipitates*

LISTA DE SÍMBOLOS

$\sigma_{\text{máx.}}$	Tensão máxima	MPa
$\sigma_{\text{mín.}}$	Tensão mínima	MPa
$\Delta\sigma$	Intervalo de tensão	
σ_m	Tensão média	
σ_a	Amplitude de tensão	
σ_e	Tensão de escoamento	
σ_t	Limite de resistência à tração	
E	Módulo de elasticidade	
R	Razão de carga	
K	Constância de carga	
MB	Material Base	
E	Deformação	
M	Coefficiente de Poisson	
Σ	Tensões principais	
φ	Ângulo azimutal	
Ψ	Ângulo polar	
Λ	Comprimento de onda	
k_t	Concentrador de tensão	
kg/m^3	Massa específica teórica	
$^{\circ}\text{C}$	Temperatura (grau Celsius)	
J/kg.K	Calor específico	
kJ/kg	Calor latente de fusão	
W/m.k	Condutividade térmica	
$n\Omega.m$	Resistividade elétrica	
%IACS	Condutividade elétrica	
c.f.c	Cúbico de face centrada	

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	20
2.	OBJETIVO.....	25
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	26
3.1.	ALUMÍNIO	26
3.1.1.	Ligas de alumínio da série 7xxx: Características microestruturais	33
3.2.	CORROSÃO.....	35
3.2.1.	Aspectos Gerais.....	35
3.2.2.	Comportamento das ligas de alumínio 7xxx submetidas à corrosão.....	37
3.3.	FADIGA	39
3.3.1.	Conceitos Gerais.....	39
3.3.2.	Formação das Trincas por Fadiga	48
3.3.3.	Curva S/N ou curva de Wöhler	51
3.3.4.	Filosofias de Fadiga.....	53
3.3.5.	Comportamento das ligas de alumínio 7xxx submetidas à fadiga	54
3.4.	IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA	56
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	60
4.1.	ALUMÍNIO	60
4.2.	TRATAMENTO TÉRMICO	61
4.3.	TRATAMENTO – IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA (3IP)	62
4.3.1.	Obtenção dos Parâmetros de Tratamento	64
4.4.	MICROINDENTAÇÃO	69
4.5.	NANOINDENTAÇÃO.....	70
4.6.	DIFRAÇÃO DE RAIO-X.....	72
4.7.	ENSAIO DE TRAÇÃO	73
4.8.	ANÁLISE DE RUGOSIDADE	73

4.9.	ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA	75
4.10.	CURVAS DE POLARIZAÇÃO.....	78
4.11.	ESPESSURA DA CAMADA ANODIZADA.....	79
4.12.	PROCESSOS DE ANODIZAÇÃO SULFÚRICA E CRÔMICA.....	80
4.13.	TENSÃO RESIDUAL.....	81
4.14.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV	83
4.14.1.	Análise Fractográfica	83
4.14.2.	Análise Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	83
5.	DISCUSSÃO DE RESULTADOS	85
5.1.	LIGA AA7050-T7451	85
5.2.	TRATAMENTO IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA.....	85
5.3.	MICROINDENTAÇÃO	90
5.4.	NANOINDENTAÇÃO.....	92
5.5.	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	94
5.6.	ENSAIO DE TRAÇÃO	96
5.7.	ENSAIO DE RUGOSIDADE	96
5.8.	ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA	99
5.9.	CURVAS DE POLARIZAÇÃO.....	116
5.10.	ESPESSURA DA CAMADA ANODIZADA.....	118
5.11.	TENSÃO RESIDUAL.....	120
5.12.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV	121
5.12.1.	Análise Fractográfica	121
5.12.2.	Análise Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	129
6.	CONCLUSÕES.....	138
7.	REFERÊNCIAS	141

1. INTRODUÇÃO

Fadiga, palavra que passou a fazer parte do vocabulário dos engenheiros no século XIX, a partir do primeiro registro de acidente na linha ferroviária Liverpool-Manchester, no dia 15 de setembro de 1830, data de sua inauguração oficial (ADAMS, 1879).

Antes da Primeira Guerra mundial, as estruturas aeronáuticas eram basicamente construídas com tecidos e madeira, que por suas características de anisotropia, absorção de umidade, instabilidade dimensional e vulnerabilidade, impulsionaram o desenvolvimento de novos materiais, principalmente as ligas de alumínio de alta resistência. Dentre essas ligas, destacam-se as ligas de alumínio da série 7000, que engloba a liga AA7050-T7451 estudada nesse trabalho. Essas ligas foram desenvolvidas para apresentar maior resistência mecânica específica, fator importante para o setor aeronáutico (CARVALHO, 1999; GUIMARÃES, 1994; PEEL, 1996).

O avanço da engenharia aeronáutica não se deu apenas com relação aos materiais. Também se fez necessário entender de que maneira as falhas ocorriam, principalmente as falhas por fadiga do material, devido aos ciclos envolvidos durante todas as etapas de deslocamento do avião. A performance da fadiga é o parâmetro mais crítico para a segurança das estruturas e para a confiabilidade dos componentes sujeitos a carregamentos dinâmicos. Segundo alguns autores a fadiga é responsável por cerca de 90% dos acidentes causados na aviação (CAMARGO; TORRES; VOORWALD et al., 2002; VOORWALD et al., 2007; WILLEMS, et al., 1983).

Variáveis metalúrgicas, mecânicas, de projetos e ambientais podem influenciar de maneira negativa na resistência à fadiga de um componente. Esse tipo de falha ocorre abaixo das tensões de escoamento do material, ou seja, menores do que aquelas necessárias para ocasionarem a falha em um carregamento estático. Das três etapas que fazem parte do processo de fadiga (nucleação, propagação e ruptura) as duas primeiras são as mais importantes a serem determinadas e controladas em projetos (CAMARGO, 1995; NASCIMENTO et al., 2001; TORRES, 2002).

A fadiga associada ao processo de corrosão acelera a falha dos componentes aeronáuticos pois estão constantemente sendo solicitados a carregamentos dinâmicos, em contato com ambientes marítimos e a poluição dos centros urbanos. Os danos causados pela maresia e poluição afetam diretamente na etapa de nucleação do processo de fadiga, agindo como concentradores de tensões (NASCIMENTO et al., 2001).

Nos casos das ligas de alumínio aeronáuticos a resistência à corrosão está associada às propriedades de condutividade elétrica do material. O ganho de resistência à corrosão para esses materiais se dá através da aplicação de filmes anódicos (ROUT et al., 2015). A influência desses recobrimentos no comportamento em fadiga ocorre no sentido de reduzir significativamente a vida em fadiga dos materiais com recobrimento em relação ao material base. O efeito é ainda mais sensível quando se trata de maiores espessuras das camadas anodizadas, devido às tensões residuais do tipo trativas e as microtrincas geradas nos processos.

Para reduzir os efeitos negativos gerados pelos processos de recobrimentos, são induzidas nas superfícies dos materiais tratadas tensões residuais do tipo compressivas através de um processo de deformação plástica localizada, como o *shot peening* (ABAL, 2016; CAMARGO, 2007; TORRES; VOORWALD et al., 2002; WANG et al., 1996; WANG et al., 1998).

Esse trabalho faz parte da linha de pesquisa que o Grupo “Fadiga de Materiais Aeronáuticos” desenvolve há anos. São trabalhos de caracterizações de materiais e revestimentos que garantam melhores resistências à fadiga, ao desgaste e à corrosão, sem perder o foco em questões ambientais e a saúde dos trabalhadores. Com base nesses quesitos os estudos do grupo iniciaram avaliando os efeitos da identificação eletrolítica na resistência à fadiga do aço de alta resistência mecânica 35NCD16. Observou-se uma redução significativa na vida em fadiga do material (VIEIRA, 1991).

Outros revestimentos foram estudados baseados nos comportamentos em fadiga, resistência ao desgaste e à corrosão. Foi realizado um estudo do aço aeronáutico ABNT 4340, comparando entre os métodos de aspersão térmica HVOF/HP e cromo duro eletro-depositado. Ambos os casos tiveram uma queda na vida em fadiga com relação ao material base. Contudo, os revestimentos melhoraram os parâmetros de desgaste abrasivo, mas não evitaram a ação corrosiva em ambiente salino. Em uma análise fractográfica, o carbeto de tungstênio apresentou nucleação de trincas na interface da camada revestida, enquanto que o cromo eletro-depositado apresentou nucleação na superfície (SOUZA, 1998).

Em busca de melhorar a queda na vida em fadiga gerada pelos revestimentos, a solução adotada foi o método de deformação plástica induzida na superfície dos materiais, conhecido como *shot peening*. Essas deformações induzidas geraram nas superfícies das amostras tensões residuais do tipo compressiva, recuperando a vida em fadiga do material. (BONORA, 2011; CAMARGO, 1995; CAMARGO, 2007; CARVALHO, 1999; MINTO, 2012; NASCIMENTO, 1999; SILVA JUNIOR, 2011; TONOLI, 2009; TORRES, 2002; VIEIRA, 2011).

Além do processo de *shot peening* (*SP*), outras técnicas foram adotadas para melhorar a vida em fadiga do material metálico ABNT 4340. Como base no revestimento de cromo duro, foi aplicado uma camada intermediária mais dúctil que é o níquel químico, entre o substrato e o cromo duro. Essa camada intermediária foi capaz de inibir ou reter a propagação de trincas originadas das camadas externas de cromo duro aditivado. Com isso, o conjunto de cromo duro e a camada de níquel químico adotados garantiram ao material boa resistência à corrosão e uma melhora na vida em fadiga dos componentes (NASCIMENTO, 1999).

As ligas de alumínio da série 7xxx e seus revestimentos de anodização crômica, dura e sulfúrica, além dos revestimentos eletro-depositados. Também foram estudadas pelo grupo. Em todos os casos tiveram sua resistência à fadiga reduzida quando comparados com material base. E mais uma vez, o processo de deformação plástica de *shot peening* recuperou a vida em fadiga a níveis do material base. O conjunto anodização e *shot peening* é uma alternativa para melhorar a resistência à corrosão do alumínio sem perder dados de vida em fadiga. A queda na vida em fadiga é proveniente das tensões residuais trativas e pré-trincas geradas pelo processo de recobrimento (CAMARGO, 2007; MINTO, 2012).

As ligas de titânio também fizeram parte dos estudos do grupo de pesquisa. A liga Ti-6Al-4V foi tratada pelos processos de anodização, HVOF com carbeto de tungstênio, revestida por TiN, CrN e WC via PVD e *shot peening*. Em todos os casos houve uma redução na vida em fadiga do material, e o processo de *shot peening* recuperou essa queda. Em relação ao desgaste, alguns revestimentos aplicados na liga tiveram melhorias, em outros casos não (COSTA, 2009).

No aço ABNT 4340 foi feito uma avaliação com revestimentos de níquel eletro-depositado pelo processo sulfamato e aplicado como inter-camada do revestimento de cromo duro. Ambos os casos reduziram a fadiga do material (ROCHA, 2005).

Uma comparação entre o aço ABNT 4340 e Custom 465 revestidos pela deposição de cádmio eletro-depositado também foi avaliada pelo grupo. No âmbito da fadiga, os materiais apresentaram valores parecidos de resistência quando comparados entre si, e uma redução na vida em fadiga quando comparados ao material base sem revestimento. A queda na vida em fadiga foi eficientemente recuperada pelo processo *shot peening* (BONORA, 2011).

O aço inoxidável 15-5PH foi estudado com revestimento de carbeto de tungstênio WC-13Co-4Cr aplicado pelo processo de aspersão térmica HVOF. Esse processo de deposição também reduziu a vida em fadiga quando comparado ao material base 15-5PH, redução essa recuperada pelo processo de *SP* (SILVA JUNIOR, 2011).

O processo de HVOF foi utilizado para depositar os revestimentos WC-Cr-Ni, WC-10Ni, Ni-20Cr, Ni-Cr-B-Si-Fe e Cr₃C₂-NiCr sobre o aço ABNT 4340 que reduziu a vida em

fadiga quando comparado ao material base sem revestimento, recuperado com *shot peening*. Porém os valores de resistência ao desgaste e corrosão sob o ensaio de névoa salina tiveram melhoras, principalmente aqueles com maior concentração de cromo no revestimento (VIEIRA, 2011).

Saindo da linha de revestimentos depositados, estudos foram feitos com base no tratamento de implantação, conhecido como implantação iônica por imersão a plasma (3IP) com gás nitrogênio. O primeiro trabalho realizado pelo grupo, o tratamento 3IP foi aplicado nos aços ABNT 4340 e inox 15-5PH, já estudados anteriormente com outros tratamentos superficiais. Esse tratamento superficial de implantação foi o primeiro tratamento do grupo de pesquisa em que o revestimento possibilitou uma melhora na vida em fadiga dos materiais, eliminando o processo de *shot peening*, antes utilizado para recuperação da vida em fadiga em materiais com recobrimentos.

A conclusão foi que os aços ABNT 4340 e 15-5PH tiveram resultados de fadiga melhores do que o material base, com um ganho de 20 e 14%, respectivamente. Esse ganho na vida em fadiga foi gerado pelas tensões residuais compressivas induzidas pelo bombardeamento durante o tratamento. Não só a vida em fadiga teve um incremento com o tratamento 3IP, valores de resistência ao desgaste também tiveram uma variação positiva com relação aos materiais sem tratamento. Com relação à resistência a corrosão em névoa salina o tratamento não foi eficiente para os dois materiais (BONORA, 2015).

Tendo em vista os resultados positivos gerados pelo processo 3IP na vida em fadiga dos aços ABNT 4340 e 15-5PH, o grande desafio deste trabalho foi desenvolver parâmetros de tratamento que combinassem uma melhor resistência à fadiga e corrosão na liga de alumínio AA7050-T7451, sem reduzir os valores de microdureza superficial. Esse tratamento de implantação iônica por imersão a plasma é uma pesquisa alternativa ambientalmente limpa e segura quando comparada aos revestimentos aeronáuticos utilizados até o momento. O tratamento de implantação iônica por imersão a plasma tem sido bastante usado para aumentar a dureza dos materiais e consequentemente reduzir os danos por desgaste nos metais, além da possibilidade de tratamento em componentes com geometrias complexas (FERNANDES et al., 2014; KOSTOV et al., 2004; LIU et al., 2007; TIAN et al., 2002; WANG et al., 1998; WILBUR, 1996).

Foi observado por Liu um aumento de 236,3% na vida em fadiga como resultado do tratamento 3IP com gás nitrogênio. O tratamento também possibilitou resultados positivos na microdureza do material e reduziu a rugosidade do aço AISI 52100 em até 83,3% (LIU et al., 2007).

Segundo López-Callejas a diferença na tensão aplicada durante o tratamento de implantação pode gerar diferentes resultados na superfície implantada. Em tratamentos cujas tensões de trabalhos são mais altas, maiores temperaturas durante o tratamento são atingidas, aumentando a espessura da camada superficial modificada e a microdureza localizada. Porém, a resistência à corrosão é adversamente afetada (LÓPEZ-CALLEJAS, 2005). Quan-zhang e Leandro também verificaram que o tratamento de implantação iônica por imersão a plasma pode gerar mudanças na superfície das amostras tratadas interferindo de maneira positiva na microdureza e na resistência à corrosão (LEANDRO, 2005; QUAN-ZHANG, 2015).

Esse trabalho de implantação iônica por imersão a plasma na liga de alumínio AA7050-T7451 é pioneiro na avaliação da resistência à fadiga e corrosão, e de grande importância para a indústria aeronáutica nacional, de tal forma que esse tratamento superficial possa substituir os revestimentos atualmente utilizados em componentes aeronáuticos, proporcionando a eliminação do processo de *shot peening* utilizado na recuperação da queda na vida em fadiga, além de ser ambientalmente seguro e não causar danos aos trabalhadores.

2. OBJETIVO

O objetivo dessa tese de doutorado é analisar o comportamento da liga AA7050-T7451 submetida ao processo de Implantação Iônica por Imersão a Plasma (3IP) e encontrar os melhores parâmetros que garantam resistência à fadiga e à corrosão nos componentes durante sua operação.

Para tanto é importante:

1. Obter as curvas S/N;
2. Medir os potenciais de corrosão do material base e com tratamento 3IP;
3. Avaliar a composição das camadas superficiais via EDS e DRX;
4. Avaliar o campo de tensões residuais induzidas nas superfícies após os tratamentos de implantação iônica por imersão a plasma;
5. Verificar resistência mecânica após o tratamento 3IP;
6. Identificar os mecanismos de nucleação e propagação de trincas de fadiga nos corpos-de-prova para material base, material base com as anodizações sulfúrica e crômica e processos de tratamento por imersão iônica a plasma com gás nitrogênio.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. ALUMÍNIO

No setor aeronáutico, para se determinar os materiais a serem aplicados nos projetos não podemos estimar somente suas propriedades mecânicas. Outros fatores importantes devem ser levados em consideração, como por exemplo, custo, densidade, qualidade, capacidade de fabricação e capacidade de certificar fornecedores, resistência à corrosão, entre outros (CHUMSKI, 2003).

Motores e estruturas de aeronaves modernas têm que ser leves, confiáveis e eficientes a fim de atender as questões ambientais globais. Estudos buscam aprimorar a relação resistência x peso dos materiais e revestimentos alternativos para melhorar a resistência à corrosão. Com isso é possível reduzir o consumo de combustível, beneficiando o meio ambiente e compensando a carga útil a ser transportada com passageiros e bagagens (CHUMSKI, 2003; SAVARIA et al., 2016).

O alumínio é um dos metais não-ferrosos mais produzidos no mundo, e vem se tornando o metal mais importante após o aço. Porém, o alumínio não é encontrado na natureza em seu estado metálico. O processo primário de transformação do alumínio é feito pela mineração da bauxita, para obtenção da alumina mais pura possível, seguida de redução da alumina em alumínio metálico pelo processo de eletrólise (ABAL, 2006; CHUMSKI, 2003).

Atualmente, o Brasil encontra-se em uma posição de destaque na produção de alumínio, sendo a terceira maior reserva de bauxita do mundo com cerca de 2,4 bilhões de toneladas (ABAL, 2016). O país ocupa a sexta colocação na produção de alumínio primário e está entre os cinco maiores exportadores de alumínio primário/ligas do mundo. No mercado interno, a maior parte da produção está destinada ao setor de embalagens e transportes (ABAL, 2016).

Em 1808, o químico Inglês Humphry Davy, pioneiro na eletroquímica, conseguiu provar a existência do alumínio, e pouco tempo depois, em 1825, o físico alemão Hans Christian Ørsted contribuiu com os químicos isolando o alumínio pela primeira vez pelo processo de redução, obtendo uma pequena quantidade do material metálico (ABAL, 2016). O desenvolvimento dos processos de obtenção do alumínio teve, em 1869, uma redução significativa no seu preço. Em 1880, o metal foi considerado como semiprecioso (ALCOA, 2016). Em 1886, o americano Hall e o francês Héroult descobriram e patentearam, quase que simultaneamente, o processo de obtenção do alumínio através da redução eletroquímica do metal, processo que é utilizado até hoje (ABAL, 2016; CARVALHO, 1999).

O alumínio é utilizado em diversos setores industriais, sua vantagem em relação a outros materiais é devido a sua boa relação resistência x peso, adquirido através dos avanços dos tratamentos térmicos, conformações mecânicas e seus elementos de liga. Impermeabilidade, maleabilidade e soldabilidade também são características importantes das ligas de alumínio além de outras características importantes que podem ser vistas na Tabela 1 (AA, 2000; AA, 2001; ABAL, 2016; ASM, 1979; CHUMSKI, 2003; MIL, 1998). Sua boa resistência à corrosão está relacionada com a estabilidade do seu principal óxido Al_2O_3 que se forma na superfície do metal. Essa resistência à corrosão é melhorada através de recobrimentos como anodização (CHUMSKI, 2003).

A sucata desse metal não-ferroso tem alto valor econômico, e sua reciclagem gera uma redução de custo em energia de aproximadamente 95% em relação a obtenção do alumínio primário a partir da bauxita (ABAL, 2016; CHUMSKI, 2003).

Tabela 1 - Propriedades físicas do alumínio comercialmente puro.

Número atômico	13		
Massa específica teórica	2698	kg/m^3	
Temperatura de ebulição	1979-2477	$^{\circ}C$	
Temperatura de fusão	660	$^{\circ}C$	
Calor específico	400	$J/kg.K$	(25 $^{\circ}C$)
Calor latente de fusão	397	kJ/kg	
Condutividade térmica	247	$W/m.K$	(25 $^{\circ}C$)
Condutividade elétrica	64,55	$\%IACS$	
Estrutura cristalina	c.f.c.		

Fonte: AA (2000); AA (2001); ASM (1979).

Na década de 60 iniciaram-se os estudos da análise da Mecânica da Fratura Linear Elástica. Em meados da década de 70 o mundo ocidental concentrou-se em pesquisas de novas ligas de alumínio conduzido pelos três maiores produtores de alumínio do mundo: Alcan, Alcoa e Pechiney (MIL, 1998).

A necessidade de melhoria do desempenho e na redução do peso das aeronaves levou ao desenvolvimento das primeiras ligas da série 2xxx (Al-Cu-Mg/Si) (MIL, 1998).

As características físico-químicas do alumínio unidas ao desenvolvimento de suas ligas, fizeram com que a Boeing utilizasse grandes placas de ligas de alumínio para revestir suas

aeronaves, além de milhões de fixadores presentes nos Boeing 787 e também nos Airbus A380 (ABAL, 2016; ALCOA, 2016; CHUMSKI, 2003).

O peso específico desse material é de cerca de $2,7\text{g/cm}^3$, aproximadamente 35% do peso do aço e 30% do peso do cobre, porém, o alumínio em seu estado puro (99,99% Al) apresenta baixa resistência mecânica, em torno de 10 a 30 MPa, conforme Tabela 2. Por causa de sua baixa resistência foi necessário desenvolver suas ligas de alta resistência (CHIAVERINI, 1986; MIL, 1998).

Tabela 2 - Propriedades mecânicas do alumínio puro em temperatura ambiente.

Pureza (%)	Tensão de escoamento		Resistência à tração		Alongamento %	
	MPa	Ksi	MPa	Ksi		
99,99 (a)	10	1,4	45	6,5	50	65
99,80 (a)	20	2,9	60	8,7	45	55
99,60 (a)	30	4,4	70	10,2	43	...

Fonte: MIL (1998).

A partir dessas pesquisas, desenvolveram-se as ligas da série 7xxx e, em particular, a liga AA7050-T7451 de alta resistência, composta principalmente por Al-Zn-Mg-Cu, onde o zinco é o elemento principal depois do alumínio. O principal foco da obtenção das ligas 7xxx foi suprir a necessidade de um material de alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão, boa tenacidade à fratura e à fadiga. Em média, essa liga pode alcançar à temperatura ambiente $\sigma_t = 525\text{ MPa}$, $\sigma_e = 470\text{ MPa}$, um alongamento de 11% e $E = 72\text{ GPa}$ (ASM, 1990; MIL, 1998).

A Figura 1 foi utilizada para ilustrar a grande utilização da liga e indica que a mesma está presente em todas as principais partes da aeronave. Na condição de tratamento T7451, esta liga está presente nas longarinas dos estabilizadores verticais e horizontais, nas asas, (parte do revestimento superior) e nos trens-de-pouso (nas partes dos suportes) (CHEN et al., 2013; DENG et al., 2012; DURSUN, SOUTIS, 2014; MA, 2016).

As propriedades mecânicas e de resistência à corrosão das ligas 7xxx são afetadas pelos componentes químicos presentes nas ligas, formas, tamanhos e orientações dos precipitados desenvolvidos através dos tratamentos térmicos de envelhecimento (JIANG et al., 2016).

Figura 1 - Aeronave com identificação das ligas de alumínio utilizadas em sua fabricação.



Fonte: Concepção artística do Embraer E175-E2 [Foto: Embraer]; SILVA (2007a).

A suscetibilidade dessas ligas ao processo de fadiga e corrosão sob tensão é bem conhecida por ser afetada pelas características microestruturais, principalmente quando há um aumento de precipitados nos contornos de grãos, atuando como ânodo de sacrifício ou armazenando átomos de hidrogênio, reduzindo a vida dos componentes quando submetidos à ambientes corrosivos (SHI et al., 2015; SUN, 2013; TSAI, CHUANG, 1996; TSAI, CHUANG, 1997).

Segundo a *Aluminum Association* as ligas de alumínio podem ser classificadas em dois grandes grupos: as ligas de alumínio forjadas (*Wrought Alloy*), conforme Tabela 3, e as ligas fundidas (*Casting Alloy*), conforme Tabela 4.

As ligas trabalhadas podem ser do tipo tratáveis termicamente ou não tratáveis termicamente. As ligas tratáveis termicamente, cujo desenvolvimento foi inicialmente feito para atender as exigências da indústria aeronáutica mundial, têm suas mudanças de propriedades mecânicas e microestruturais através de aquecimento e resfriamento, enquanto as não tratáveis tem sua resistência melhorada pelo processo de encruamento (AA, 2000; ASM, 1990; CHIAVERINI, 1986).

Tabela 3 - Classificação das ligas de alumínio trabalhadas, segundo a *Aluminum Association*

Série	Elementos com maior % em massa	Tratável termicamente
1xxx	Comercialmente puro	Não
2xxx	Al-Cu (-Mg)	Sim
3xxx	Al-Mn (-Mg)	Não
4xxx	Al-Si	Não
5xxx	Al-Mg	Não
6xxx	Al – Mg – Si	Sim
7xxx	Al-Zn – Mg (-Cu)	Sim
8xxx	Al – Li (-outro)	Não

Fonte: AA (2000).

Tabela 4 - Classificação das ligas de alumínio fundidas, segundo a *Aluminum Association*

Série	Elementos com maior porcentagem em massa	Símbolo atômico
1xx.x	Alumínio comercialmente puro	
2xx.x	Alumínio – Cobre	Al-Cu
3xx.x	Alumínio – Silício – Cobre e/ou Magnésio	Al-Mn (-Cu/Mg)
4xx.x	Alumínio – Silício	Al-Si
5xx.x	Alumínio – Magnésio	Al-Mg
6xx.x	Série não utilizada	
7xx.x	Alumínio – Zinco	Al-Zn
8xx.x	Alumínio - Estanho	Al - Sn
9xx.x	Outros elementos	

Fonte: AA (2000).

As ligas de alumínio forjadas apresentam quatro dígitos em sua designação. O primeiro deles indica o elemento que apresenta a maior concentração (% em massa) depois do elemento principal alumínio. O segundo dígito indica, quando diferente de zero, as modificações sofridas pela liga básica, ou os limites de impurezas. O terceiro e o quarto dígitos indicam para o alumínio o teor mínimo desse metal, e, para as ligas, identificam as composições específicas. As ligas de alumínio fundidas, assim como os alumínios forjados, também são representadas por quatro dígitos, sendo um deles decimal (AA, 2000; BARILE, 1981; CHIAVERINI, 1986; MIL, 1998).

Para as ligas 2xx.x até 8xx.x, o primeiro número determina o elemento ligante com maior porcentagem em massa presente na liga. Quando dois elementos de liga apresentam a mesma quantidade média percentual, o dígito representa o próximo elemento ligante. Na sequência, o segundo e o terceiro dígitos identificam a liga específica de alumínio. Os dígitos das ligas da série 1xx.x indicam a pureza do metal. Por fim, o último dígito decimal tem como função indicar a forma do produto, se é fundido ou lingote. Para esses tipos de ligas de alumínio existe também a representação alfanumérica acompanhando os quatro dígitos, e tem como finalidade identificar se o alumínio apresenta alguma modificação do original (AA, 2000; ASM, 1990; MIL, 1998).

De acordo com as especificações da ANSI H35.1, deve-se diferenciar as ligas termicamente tratáveis das séries 2xxx, 6xxx, 7xxx, e a maioria das 8xxx, das não tratáveis, das séries 1xxx, 3xxx, 4xxx e 5xxx, que são endurecíveis apenas por trabalho mecânico. As ligas 5XXX (AlMg) com até 2% de Mg não podem ser solubilizadas, nem envelhecidas. As ligas que contem de 2 a 8% de Mg, embora possam, não devem ser tratadas termicamente, pois o ganho nas propriedades mecânicas é desprezível. Por esse motivo, ligas com até 8% de magnésio são classificadas como não tratáveis termicamente (AA, 2000; BARILE, 1981; NASCIMENTO, 2015).

A Tabela 5 indica as designações básicas de têmpera das ligas tratáveis e suas condições de tratamento térmico. A condição de tratamento de endurecimento por deformação à frio “H” possui subdivisões que variam de 1 a 3 e indicam as operações específicas básicas. Um segundo dígito “Y” que segue esta designação: H1Y, H2Y e H3Y em ordem crescente de 1 a 8, indica o grau de endurecimento por deformação sofrido. Essas subdivisões podem ser vistas nas Tabela 6 (ASM, 1990; CHUMSKI, 2003; NASCIMENTO, 2015).

Tabela 5 - As designações básicas de têmpera das ligas tratáveis.

Siglas	Condições
F	Material como fabricado: Não existe controle sobre o grau de endurecimento.
O	Material recozido: Condição que fornece menor resistência e maior ductilidade.
H	Indica que a liga foi endurecida por deformação a frio.
W	Material em condição instável – solubilizado.
T	Material tratado termicamente, para produzir uma têmpera estável e diferente da condição “W”.

Fonte: AA (2000); ABA (2016); MIL (1998).

Tabela 6 - Subdivisões da condição de tratamento “H” de endurecimento por deformação à frio

Siglas	Condições
H1	Endurecida por deformação sem tratamento posterior.
H2	Endurecida por deformação e parcialmente recozida.
H3	Endurecida por deformação e estabilizada.
HX1	Grau 1: 1/8 duro (~15% no grau de redução na deformação plástica).
HX2	Grau 2: 1/4 duro (~20%).
HX4	Grau 4: 1/2 duro (~35%).
HX6	Grau 6: 3/4 duro (~60%).
HX8	Totalmente endurecido (~75%).
HX9	Condição extra endurecida (~85%).

Fontes: CHUMSKI (2003); ASM (1990).

A condição “T” das ligas tratáveis, cujo material sofreu um tratamento térmico também possui subdivisões, que variam de um a dez, conforme mostra na Tabela 7 (ABAL, 2003).

Tabela 7 - Subdivisões da condição de tratamento "T".

Siglas	Condições
T1	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação e envelhecimento naturalmente até uma condição substancialmente estável.
T2	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação, seguido de deformação plástica a frio e envelhecimento naturalmente até uma condição substancialmente estável.
T3	Solubilizado, deformado plasticamente a frio e envelhecido naturalmente até uma condição estável.
T4	Solubilizado e envelhecido naturalmente até uma condição estável.
T5	Resfriado de uma temperatura elevada e envelhecido artificialmente.
T6	Solubilizado e envelhecido artificialmente.
T7	Solubilizado e estabilizado (superenvelhecimento).
T8	Solubilizado, deformado plasticamente a frio, e então envelhecido artificialmente.
T9	Solubilizado, envelhecido artificialmente, seguida de deformação plástica a frio.
T10	Resfriado de uma temperatura elevada em um processo de conformação, deformada plasticamente a frio e então envelhecido artificialmente.

Fontes: ABAL (2003).

Muitos estudos são desenvolvidos para obter uma boa relação de alta resistência e corrosão sob tensão, para isso foi desenvolvido o envelhecimento em duas etapas, nas condições de tratamento térmico T76, T74 e T73. A principal diferença entre os tratamentos T6 e T7 está na distribuição e deslocamento dos precipitados. Apesar do aumento na resistência à corrosão para esses tratamentos térmicos de duplo envelhecimento, é observado uma queda de cerca de 10 a 15% na resistência mecânica (DENG et al., 2012; OLIVEIRA et al., 2004; PARKER, ARDELL, 1984; TALIANKER, 1989; THOMPSON et al., 1987; VIANA et al., 1999).

No entanto, o tratamento térmico (*RRA*) é uma tentativa de adquirir uma satisfatória resistência à corrosão, sem perder ou quase não perder resistência mecânica, através da formação de precipitados finos no interior dos grãos primários e precipitados grosseiros em contornos de grãos (MARLAUD et al., 2011; SONG, 2014a; WANG et al., 2014; XIAO et al., 2011; XU et al., 2012; YANG et al., 2015).

3.1.1. Ligas de alumínio da série 7xxx: Características microestruturais

As ligas de alumínio da série 7xxx de composição Al-Zn-Mg-Cu são, como já mencionado acima, utilizadas no setor aeronáutico para produção de componentes industriais devido a sua alta resistência específica na condição envelhecida (BUHA et al., 2008).

Os elementos de liga Al-Zn-Mg-Cu estão presentes para promoverem um aumento na resistência mecânica, seja por trabalho à frio ou por tratamentos térmicos que alteram a microestrutura do material. Quando esses elementos estão presentes em concentrações abaixo dos limites de solubilidade, os elementos na liga constituem uma única fase. Enquanto que em condições de concentrações maiores que o limite de solubilidade da liga, esses elementos ligantes ficam dispostos como segunda fase, que podem ser o elemento ligante puro ou uma fase composta intermetálica. As partículas de segunda fase formadas durante o tratamento térmico de envelhecimento são divididas em quatro classes: partículas primárias, constituintes, dispersóides e precipitados (ASM, 2004a; ASM, 2004b; DAVIS, 1993; TOTTEN, MACKENZIE, 2003).

Nas ligas 7050, as principais partículas constituintes são Al_7Cu_2Fe , Mg_2Si e Al_2CuMg , como partículas de segunda fase dispersóides a liga possui como principal composto Al_3Zr (TOTTEN, MACKENZIE, 2003).

Cada condição de tratamento pode resultar em combinações de resistência, tenacidade e microestrutura. Buha e colaboradores estudaram a microestrutura da liga 7050, via microscopia eletrônica de transmissão, envelhecida nas condições T6, T6I4-22, T6I4-65, T4-

22 e T4-65. Os autores reportaram que, de acordo com a temperatura de envelhecimento de cada um dos tratamentos, houve uma tendência de formação de zonas *Guinier-Preston* (GP) e da fase metaestável η' , endurecedora. As zonas GP são conhecidas como camadas atômicas coerentes de Zn e Mg encontradas na matriz de alumínio, mais especificamente na família de planos $\{100\}_{Al}$ e apresentam morfologia esférica. Já a fase metaestável η' tem formato de plaquetas, apresenta uma variação da fórmula química $MgZn_2$ e encontra-se distribuída na matriz metálica de alumínio, especificamente na família de planos $\{111\}_{Al}$. A combinação ótima dessas fases levou a um aumento da tenacidade a fratura na condição de tratamento T6I4-65 (BUHA et al., 2008).

A maior resistência mecânica, relacionada com a resistência ao movimento das discordâncias, é adquirida quando a liga contém precipitados grandes o suficiente para resistirem ao cisalhamento por discordâncias e finos o suficiente, dispersos na rede, de modo que não sejam transpostos pelo mecanismo de Orowan (ESMAEILI et al., 2005; MEYERS, CHAWLA, 2009; SMALLAMAN, NGAN, 2007).

Li e colaboradores avaliaram a microestrutura da liga Al-Zn-Mg-Cu durante os resfriamentos não lineares. Segundo os autores nos casos de tratamentos térmicos com resfriamento mais rápido, a partir de temperaturas mais elevadas, a difusão dos átomos Zn e Mg promoveu a formação de fases ρ_e . Para os casos em que o resfriamento acontece de forma mais lenta, o tratamento favoreceu a formação da fase $S-Al_2CuMg$.

Em casos de temperaturas intermediárias, a fase η pode ser observada nucleando do dispersóide Al_3Zr ou dos contornos de grãos. Devido a essa precipitação heterogênea, ocorreu uma significativa deterioração da resistência mecânica e ductilidade na liga AA7050 (LI et al., 2016).

Segundo Chen et al., a liga de alumínio AA7050 durante as etapas de envelhecimento, quando submetidos à tensão sofrem um alongamento dos grãos e migração dos contornos, esse efeito diminui quando ocorre um aumento no tempo de envelhecimento, interferindo na resistência do material (CHEN et al., 2015).

Na condição de tratamento térmico T7451, a primeira etapa de envelhecimento, que ocorre entre as temperaturas 100 e 110 °C, tem como objetivo priorizar a taxa de nucleação e desenvolver as zonas GP, estáveis em altas temperaturas, proporcionando locais favoráveis para a formação da fase metaestável η' . Por outro lado, o segundo envelhecimento que acontece entre as temperaturas 150 e 160 °C prioriza a cinética da reação e o crescimento dos precipitados. A função do duplo envelhecimento artificial na liga AA7050 é reduzir os efeitos do envelhecimento natural, reduzir o tempo de tratamento e garantir melhoras significativas nas

propriedades de resistência mecânica e à corrosão (BUHA, et al., 2008; CHEN, ZHENG, 2009; SMALLAMAN, NGAN, 2007; TOTTEN, MACKENZIE, 2003)

Pode-se observar que as propriedades mecânicas das ligas de alumínio da família 7xxx estão diretamente ligadas à sua microestrutura, distribuição de precipitados e suas interações com as discordâncias. Por sua vez, esta microestrutura e distribuição estão diretamente ligadas às rotas de tratamento térmico, ou seja, o parâmetro da temperatura de tratamento é determinante no comportamento de um componente estrutural produzido a base de uma liga de alumínio.

3.2. CORROÇÃO

3.2.1. Aspectos Gerais

A maioria dos materiais, principalmente os materiais metálicos e suas ligas, sofrem algum tipo de interação prejudicial com o meio ambiente ao qual estão submetidos. Por isso, a seleção dos materiais apropriados junto aos seus revestimentos superficiais é de extrema importância para todos os ramos da engenharia, especialmente quando se trata de aeronaves que sobrevoam ambientes hostis sujeitos a maresia e poluição (CALLISTER, 2008; GENTIL, 2012; SHREIR, 1963).

A resistência do material em suportar mais ou menos à corrosão em ambientes propícios a esse tipo de dano está associada à passivação do material, que consiste na formação espontânea de uma película superficial de óxido. Essa passivação depende da presença de alguns elementos de liga que formam a camada passiva melhorando o desempenho dos componentes quanto à corrosão, por exemplo, alumínio, cromo, titânio e níquel (ABRACO, 2016; CHIAVERINI, 1986).

O conceito de corrosão pode variar de acordo com os autores. Para alguns deles o processo de corrosão nada mais é que um processo de oxidação. Para outros autores é caracterizado como ataque químico e, por fim, por um processo de eletrólise. Sendo a corrosão, em geral, um processo espontâneo de deterioração dos componentes, de modo que a durabilidade e desempenho dos mesmos deixam de satisfazer os fins para os quais foram destinados. (ABRACO, 2016; GENTIL, 2012; SHREIR, 1963).

O processo de corrosão na maioria das vezes ocorre na superfície dos materiais. Essa deterioração espontânea é responsável por cerca de 5% dos gastos de manutenção e prevenção

nas indústrias do país. Porém, a corrosão ocasionalmente é usada intencionalmente para proveito e benefício, como por exemplo o ataque químico para evidenciar as fases dos materiais e os contornos de grãos em uma superfície polida, através da reatividade química seletiva. (CALLISTER, 2008; GENTIL, 2012).

O alumínio e suas ligas possuem boa resistência à corrosão. Porém, suas propriedades anticorrosivas podem melhorar através da utilização de técnicas de proteções superficiais, com o propósito de aumentar de maneira significativa a vida útil dos componentes. No caso do alumínio a maneira mais comum utilizada para melhorar as propriedades anticorrosivas são os processos de anodização, muito utilizados na indústria aeronáutica (ABAL, 2016).

Materiais considerados bastante resistentes à corrosão como o alumínio podem sofrer corrosão acentuada em contato com algumas soluções. Esses materiais são resistentes aos ácidos oxidantes como o nítrico, bastante utilizados para ataque químico em aço carbono e suas ligas. Porém, não resistem ao ácido clorídrico e às soluções aquosas de bases fortes, como por exemplo, hidróxido de sódio. Também são rapidamente corroídos na presença de mercúrio ou sais de mercúrio (GENTIL, 2012).

A alta resistência à corrosão do alumínio em diversos ambientes ocorre devido ao processo de passivação sofrido na superfície, resultado de uma fina película de óxido muito aderente que serve como barreira de proteção contra uma corrosão adicional. Essa película quando danificada se regenera com facilidade (CALLISTER, 2008).

Cada liga de alumínio apresenta um potencial anticorrosivo diferente. Isso ocorre devido aos diferentes elementos de liga presentes em cada uma delas e aos tratamentos térmicos a que são submetidas (ABAL, 2016).

Um dos métodos utilizados para aumentar a resistência à corrosão dos materiais metálicos é a aplicação de películas protetoras sobre a superfície. Essa película impede a difusão do oxigênio ou outro elemento reativo até o substrato. Esse tipo de proteção perde sua eficiência quando alguma falha ou descontinuidade permite o acesso do agente agressor ao substrato (AMORIM, 2003).

Os revestimentos devem ser estudados de acordo com os materiais e o ambiente ao qual serão expostos, pois podem se tornar prejudiciais dependendo de sua aplicação (SHREIR, 1963).

Praticamente, todas as partes de um avião estão sujeitas à corrosão; porém, certas áreas são mais suscetíveis a esse tipo de dano, por exemplo: bico do avião, compartimento de bateria, lavatórios e compartimentos de trem-de-pouso, por isso requerem um cuidado maior (CAMARGO, 2007).

3.2.2. Comportamento das ligas de alumínio 7xxx submetidas à corrosão

O estudo da corrosão em ligas da série 7xxx (Al-Zn-Mg-(Cu)) é considerado de extremo interesse devido sua importância tecnológica, pois essas ligas são utilizadas como matéria prima nas indústrias aeronáuticas militares e comerciais, por sua excelente combinação de alta resistência específica, resistência à fadiga, dureza e resistência à corrosão sob tensão. Porém, a corrosão sob tensão necessita de atenção no meio aeronáutico, pois leva a falha dos componentes. Para isso, novas técnicas de tratamentos térmicos são desenvolvidas (KAMP et al., 2002; LI et al., 2008).

Sua resistência à corrosão em ambientes industriais, marítimos e em contato com água sob valores de pH entre 4 e 8 é consequência da existência de um filme fino e aderente de óxidos (Al_2O_3), formado espontaneamente na superfície dos componentes (FAN et al., 2006; LI et al., 2011; HAN et al., 2011; XU et al., 2011).

A afinidade do alumínio com o oxigênio, exerce um papel fundamental nas reações de corrosão, especialmente na reação de redução: $\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4e^- \rightarrow 4\text{OH}^-$. Se o acesso do oxigênio for limitado, a reação catódica será restringida e, conseqüentemente, a reação de corrosão. Portanto, sua presença no meio é fundamental para a formação e manutenção da camada protetora do alumínio (SZKLARSKA-SMIALOWSKA, 1992).

Elementos como: cromo, manganês, tântalo, zircônio e nióbio são adicionados para aumentar sua resistência, restringindo o acesso dos ânions através dos filmes e deslocando o potencial de ruptura para valores mais positivos. A presença de grãos heterogêneos decorrentes dos processos de fundição, tratamentos térmicos e termomecânicos afetam a descontinuidade da camada superficial, prejudicando sua resistência, e por isso a importância do controle no tratamento térmico. As partículas intermetálicas endurecedoras, principalmente aquelas com maior concentração de Mg, são relativamente mais fáceis de se dissolverem em meios aquosos salinos, isso promove o aparecimento de cavidades onde os pites podem nuclear ou trincas de fadiga podem se iniciar (FOLEY, 1986; MENG, FRANKEL, 2004; SZLARSKA-SMIALOWSKA, 1999).

Avaliar o potencial de corrosão é importante para determinar o caráter anódico ou catódico da liga associado a microestrutura e aos elementos de liga presentes. Nas ligas de alumínio o cromo, manganês e o magnésio exercem um efeito enobecedor, enquanto que o cobre, ferro, níquel, chumbo e cobalto exercem efeito contrário. No caso dos elementos silício, titânio, antimônio, cádmio e zircônio o efeito em relação a resistência à corrosão é pouco acentuado (JONES, 1996; KRIVIÁN, 1991; MAZZOLANI, 1994; VARGEL, 1979).

As ligas da série 2xxx (Al-Cu) são mais nobres do que as 7xxx (Al-Zn) em relação ao potencial de corrosão. No entanto, esses potenciais dependem do acabamento superficial, do pH, tempo, temperatura e a concentração de oxigênio no meio. Essa variação também pode ocorrer para as fases intermetálicas das ligas, pois seus valores variam de acordo com a natureza e a concentração de cada um dos elementos constituintes (BUCHHEIT et al., 1997; VARGEL, 1979).

As ligas da série 7xxx, dependendo do processo de resfriamento, serão susceptíveis à corrosão localizada por pite, corrosão intergranular (*IGC*), corrosão por esfoliação (*EFC*) ou corrosão sob tensão (*SCC*). No caso da *SCC*, que aumenta com o teor de soluto, deve-se fazer um controle das estruturas dos grãos, incluindo precipitados nos contornos de grão e sua segregação. Para isso, as ligas são submetidas ao superenvelhecimento na condição de tratamento térmico T7. O tratamento térmico na condição T77 proporciona resistência à esfoliação sem perder resistência mecânica, enquanto que os tratamentos T76, T74 e T73 podem proporcionar uma perda de até 20% de sua resistência mecânica (LI et al., 2008; LI et al., 2010; VIRTANEN, 2007; WILLIAMS; STARKE, 2003).

Chen e colaboradores estudaram o efeito dos precipitados na liga 7050. Os autores concluíram que a resistência à corrosão foi melhor para os casos em que precipitados finos foram melhor distribuídos na matriz com relação aos precipitados grosseiros. Foi também salientado que, esses precipitados deveriam manter alta concentração do soluto Cu coerente na matriz. Além disso, a presença de descontinuidades nos precipitados, ricos em cobre, dos contornos de grãos deve proporcionar uma excelente resistência à corrosão sob tensão (CHEN et al., 2016).

No caso das ligas (Al-Zn-Mg-Cu), as condições de tratamento T3 e T6 para as ligas com mais de 1,25% de cobre são utilizadas para aumentar a resistência à corrosão por esfoliação e a corrosão sob tensão. Porém, quando é adotado o superenvelhecimento na liga, esse tratamento também pode melhorar a resistência à fratura e reduzir as taxas de propagação de trinca (ASM, 1991).

No caso das ligas 2024-T3 e 7050-T6 a corrosão acontece preferencialmente na forma de pite quando, em seu processo de fabricação, são adotadas taxas de resfriamento rápidas. A diminuição da velocidade promove um aumento na susceptibilidade à corrosão intergranular. Se a taxa de resfriamento diminuir ainda mais, o modo de corrosão reverte novamente ao pite. Porém, para o autor Song et al. (2004b) a forma de resfriamento mais lenta acarretará na precipitação nos contornos de grãos. Na fase seguinte, de envelhecimento, esses precipitados podem aumentar de tamanho e, o crescimento desses precipitados nos contornos de grão (*GBPs*)

devem melhorar a resistência à corrosão intergranular (*IGC*) (ASM, 1991; LIANG et al., 2008; STARKE, STALEY, 1996).

Os precipitados podem desempenhar um papel crítico nas propriedades de corrosão das ligas 7xxx. Por isso, o controle dos elementos de liga na composição química do alumínio e o controle dos tratamentos térmicos são importantes para garantir aos componentes boa resistência à corrosão. Desta forma, evita-se o efeito negativo provocado durante o resfriamento da liga, pois a sensibilidade das ligas 7xxx à tempera muitas vezes resulta na queda das propriedades mecânicas.

3.3. FADIGA

3.3.1. Conceitos Gerais

Componentes submetidos a carregamentos cíclicos, com intensidade constante ou variável, que resultem em um processo progressivo de alteração estrutural localizada e permanente, estão sujeitos à fratura por fadiga. Mesmo que essas cargas sejam inferiores à resistência estática ou a tensão de escoamento do material, o processo de deformação localizada poderá ocorrer. A condição para tal fenômeno ocorrer é que as tensões e deformações flutuantes em alguns pontos no material sejam repetidas inúmeras vezes. A esse fenômeno atribui-se o nome de fadiga ou fraturas progressivas (CALLISTER, 2008; CHIAVERINI, 1997; DIETER, 1961; SURESH, 1998).

Atualmente vários estudos estão sendo desenvolvidos para melhorar as propriedades mecânicas, transformações de fase, fluência, fadiga, fratura dinâmica e estática dos metais e suas ligas para melhorar a interação dos componentes com o meio ambiente e evitar os danos causados durante o serviço dos equipamentos (NASCIMENTO et al., 2001; VOORWALD et al., 2004).

O entendimento do processo de fadiga é o fator essencial para reduzir os acidentes aeronáuticos. É sabido que, em serviço, muito mais componentes falham por carregamentos cíclicos do que por carregamentos estáticos, esses danos gerados pelos processos de fadiga são responsáveis por mais de 90% dos acidentes aeronáuticos. Essas falhas catastróficas dos componentes podem ser evitadas com reparos ou substituição dos componentes danificados de modo preliminar, para isso o estudo e desenvolvimento da mecânica da fratura é fundamental. (DIETER, 1961; WANG et al., 1998).

Considerando que o início das fraturas nos processos de fadiga ocorre especialmente nas superfícies dos componentes, principalmente quando são avaliados em processos de fadiga por flexão rotativa, o controle das tensões residuais compressivas na superfície é de extrema importância. Para isso, uma das técnicas bastante conhecida pelos pesquisadores para melhorar a resistência à fadiga é o processo de *shot peening*. Essa técnica é particularmente utilizada na indústria aeronáutica e o processo de ganho de resistência à fadiga está atribuído à deformação plástica localizada gerando uma tensão residual do tipo compressiva, provocado pelo impacto das granalhas na superfície dos componentes (LEVERS, PRIOR, 1998; WANG et al., 1998).

Esse processo provoca nas camadas próximas da superfície algumas alterações como: mudança da estrutura na camada superficial, variação na rugosidade, encruamento, aumento na dureza e o desenvolvimento de um perfil característicos de tensão residual compressiva (CURTIS, 2003; WANG et al., 1998).

Levando em consideração os danos causados pelo processo de fadiga, a rugosidade na superfície pode acelerar o processo de nucleação e propagação da falha por fadiga. O encruamento localizado irá retardar a propagação das trincas através do aumento da resistência à deformação plástica e o perfil de tensão residual compressiva possibilitará o fechamento da ponta da trinca que reduzirá a força motriz de propagação da trinca (CURTIS, 2003).

A tensão residual compressiva induzida produzida pela deformação plástica na superfície é considerada como o principal mecanismo responsável pelo aumento na vida em fadiga do material (BIGNONNET, 1987; LI, 1989; WANG, 1994, 1998; YAO, 1993;).

O controle dos parâmetros de *shot peening* é de extrema importância, pois o excesso de *peening* pode gerar na superfície danos localizados, agindo como concentradores de tensão acarretando numa queda na vida em fadiga do componente (MUTOH et al., 1987; TEKELI, 2002; TORRES, 2002).

Alguns autores estabelecem que as fraturas por fadiga só ocorrem pela ação simultânea de três fatores (BAPTISTA, 2000, DIETER, 1961).

- Uma tensão máxima de tração de valor suficientemente elevado;
- Uma variação ou flutuação suficientemente grande de tensão aplicada;
- Um número suficientemente grande de ciclos de tensões aplicadas.

O processo de fadiga é basicamente dividido em três estágios (CHIAVERINI, 1977; DIETER, 1961; GROSS, LAMPMAN, 1996; HERTZBERG, 1996; SCHIJVE, 2003; SURESH, 1998; ZANGRANDI, 2004):

Estágio I: Os pontos em que se iniciam as falhas são conhecidos como nucleação ou também podem ser chamados de “origens de tensões”. A nucleação e a taxa de crescimento da

trinca (d_a/d_N) são funções das falhas superficiais e/ou internas, do tipo de material, geometria, do ambiente e do valor do carregamento aplicado. Ocorrem pelo processo de deformação plástica localizada, vinculada ao crescimento inicial ao longo dos planos de escorregamentos sob influência de tensão de cisalhamento confinado em alguns grãos, conforme Figura 2 (CHAVES et al., 2015; HERTZBERG, 1996; MEYERS, CHAWLA, 1982).

Esse estágio apresenta algumas características peculiares descritas a seguir:

- Não são vistas sem ajuda de equipamentos de ampliação e não são perceptíveis na superfície de fratura;
- A propagação da trinca é muito lenta e acontece ao longo de planos cristalográficos orientados a 45° da direção de tensão de tração;
- De maneira geral, esse estágio nunca vai além de duas a cinco vezes o diâmetro dos grãos em torno da sua origem;
- A taxa de propagação da trinca nessa fase é da ordem de angstroms e pode representar até 90% do tempo de vida da peça;

Estágio II: Corresponde ao crescimento da trinca num plano perpendicular ao da direção da tensão de tração (tensões de compressão não geram falhas por fadiga), e ocorre de forma estável. Para ligas dúcteis a superfície forma estrias de fadiga por um mecanismo repetitivo de abaulamento plástico e afilamento na ponta da trinca (CHAVES et al., 2015; HERTZBERG, 1996; MEYERS, CHAWLA, 1982).

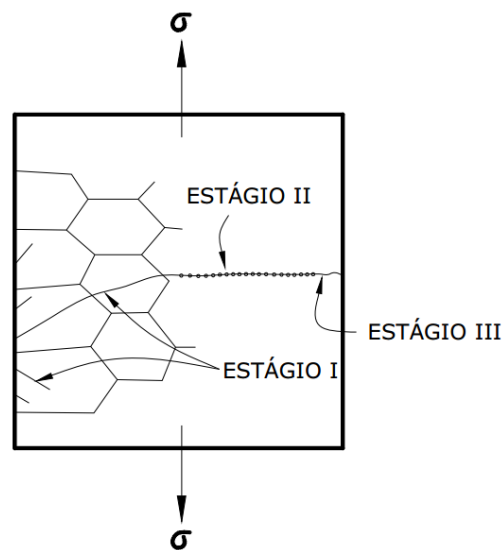
- Ao contrário do estágio I, esse estágio pode ser visto sem auxílio de equipamentos de ampliação e pode representar a maior região da superfície de fratura e depende da tensão de carregamento aplicada durante o processo de fadiga. O fato desse estágio poder ser visto sem ampliação, não significa que essa maior área represente o maior número de ciclos da vida em fadiga;
- A taxa de propagação da trinca nesse estágio é da ordem de micrometros por ciclo;
- A propagação da trinca não depende da orientação dos grãos, uma vez que a propagação é preferencialmente transgranular;
- Nesse estágio são formadas as estrias de fadiga para materiais dúcteis e as marcas de praia;

Estágio III: O estágio final da fadiga é caracterizado pela fratura brusca, de aspecto frágil, onde a trinca atinge um tamanho crítico e se propaga de modo instável, nesse momento nada pode ser feito para evitar a fratura. (CHIAVERINI, 1977; DIETER, 1961; MEYERS, CHAWLA, 1982).

- Também pode ser visto sem auxílio de equipamentos de ampliação;
- Apresenta uma característica rugosa na superfície;
- Ocorre quando a área resistiva do componente não suporta a tensão do ciclo e se rompe.

A Figura 2 observa-se uma representação esquemática dos estágios da fadiga.

Figura 2 - Estágios da propagação da trinca na superfície do material

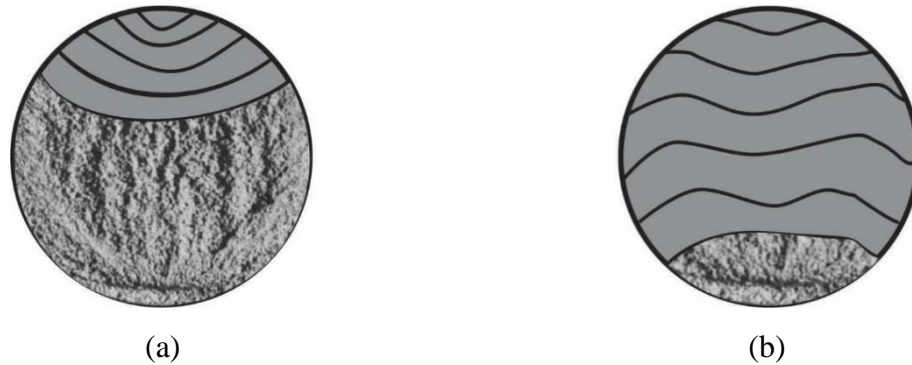


Fonte: Adaptado de MEYERS, CHAWLA (1982).

Os concentradores de tensão k_t são responsáveis por tornarem danos físicos de níveis microscópicos em danos irreversíveis até a fratura final. Componentes sujeitos a carregamentos flutuantes, podem acelerar o processo de nucleação da trinca, contribuindo para uma queda na vida em fadiga do material. Visto que, o processo de nucleação da trinca pode levar um tempo considerável (DIETER, 1988; MEYERS; CHAWLA, 1982; SCHIJVE, 2001; SURISH, 1998).

A aplicação e remoção contínua de um carregamento até sua falha de um componente pode ocorrer sob número de ciclos elevado ou reduzido. Quando o número de ciclos de carregamento necessários para causar dano por fadiga é menor que 10^4 ciclos, a fadiga é denominada de baixo ciclo. Quando o número de ciclos supera esta faixa, a fadiga é denominada de alto ciclo. Essa diferença de ciclos pode ser vista de modo macroscópico na superfície de fratura, interferindo de maneira direta nos três estágios da fadiga (SURESH, 1998).

Figura 3 - Fadiga de baixo ciclo (a) e alto ciclo (b) de carregamento.

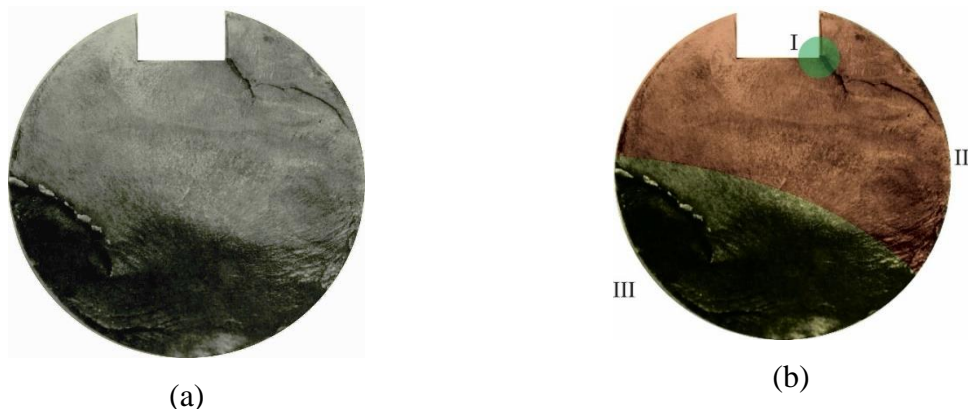


Fonte: Próprio autor.

A Figura 3 (a) representa uma fadiga de baixo ciclo, onde a tensão aplicada é relativamente alta. Nesse caso a região de propagação estável da trinca, conhecida como estágio II é pequena e a região de fratura final, propagação instável da trinca é grande. Na Figura 3 (b) observa-se uma representação de fadiga de alto ciclo, onde a carga de carregamento é relativamente baixa. Nesse caso a região de propagação estável da trinca, conhecida como estágio II, é maior. Já a região de fratura final, propagação instável da trinca, é menor quando comparado ao estágio de propagação estável da trinca (DIETER, 1984; SOUZA, 1982).

Com uma característica muito peculiar de fratura por fadiga é possível observar na Figura 4 uma superfície de falha real. Nota-se claramente os diferentes estágios da falha mencionados anteriormente. A nucleação da trinca nesse caso partiu da região da chaveta, que serviu como concentrador de tensão k_t , indicado pela região I da Figura 4 (b). (DIETER, 1984; SOUZA, 1982).

Figura 4 - Superfície de fratura de uma falha por fadiga a qual a nucleação acontece na região da chaveta.

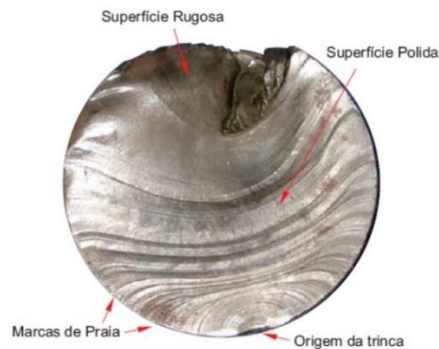


Fonte: DIETER (1961).

No âmbito microscópico, a fratura final pode ter quatro aspectos diferentes, são eles: alveolar (*dimples*), clivagem, quase clivagem e intergranular (JOGI et al., 2008).

Em um aspecto macroscópico, outra característica importante para definir o estágio II do processo de fadiga são as marcas de praia. Marcas de praia são originadas dos diferentes graus de oxidação, produzidas nas sucessivas paradas para repouso do equipamento ou pela variação das condições de carregamento. Essas marcas de características semicirculares representam milhares ou milhões de carregamentos e podem ser vistas sem ajuda de equipamento, conforme Figura 5 (SOUZA, 1982).

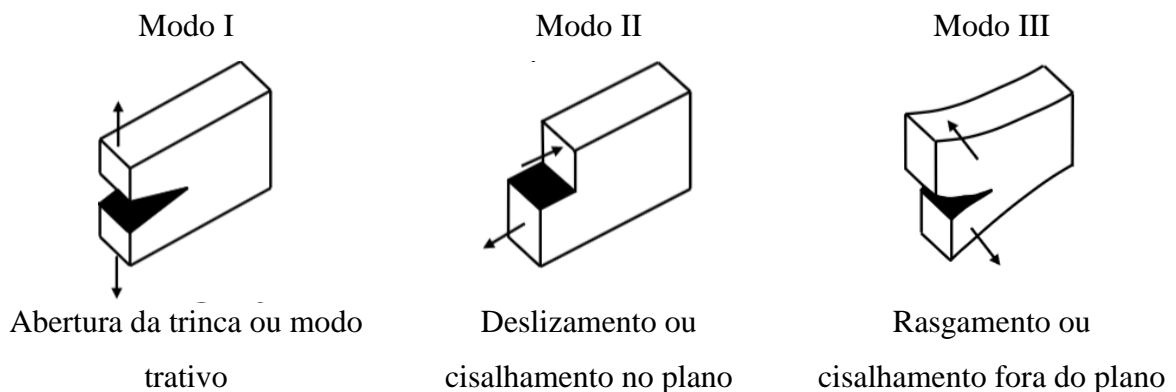
Figura 5 - Aspecto macroscópico de uma superfície de fratura por fadiga.



Fonte: SOUZA (1982).

Segundo a Figura 6 existem três modos de carregamento fundamentais (modo I, modo II e modo III) segundo às quais as cargas podem operar sobre a trinca durante o carregamento de um componente e, cada um desses modos de carregamento irá afetar um deslocamento diferente na superfície da trinca. Porém, o modo I é encontrado com maior frequência (CALLISTER, 2008; CAMARGO, 1995).

Figura 6 - Modos fundamentais de carregamento.

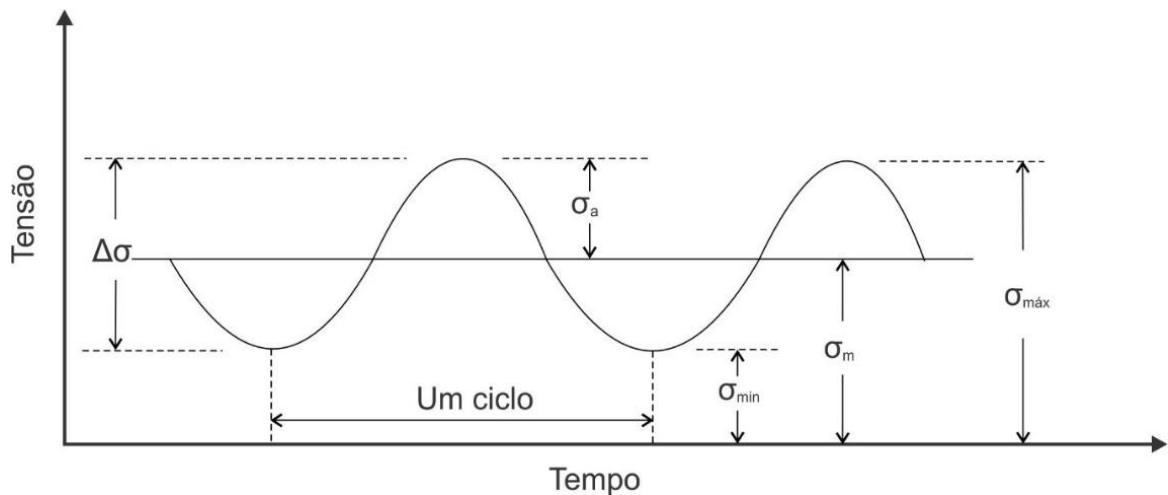


Fonte: CALLISTER (2008).

Os ciclos de carregamento podem ser divididos em constantes ou variáveis. Aqueles sob amplitude de carga constante ocorrem, geralmente, em peças de máquinas que apresentam movimentos rotativos, tais como eixos, engrenagens e ensaios por flexão rotativa. Por outro lado, as ondas batendo nos navios, a vibração nas asas de aeronaves durante o voo, a força gerada em um trem de pouso durante sua decolagem, aterrissagem e taxiamento, o tráfego em pontes e transientes térmicos são exemplos de carregamentos variáveis em amplitude e frequência (CAMARGO, 1995; CHUMSKI, 2003).

Os parâmetros que caracterizam um ciclo de carregamento com amplitude constante estão indicados na Figura 7. Por convenção, a tensão de tração é considerada positiva e a tensão de compressão, negativa (PADILHA, 2004).

Figura 7- Parâmetros de carregamento com amplitude constante.

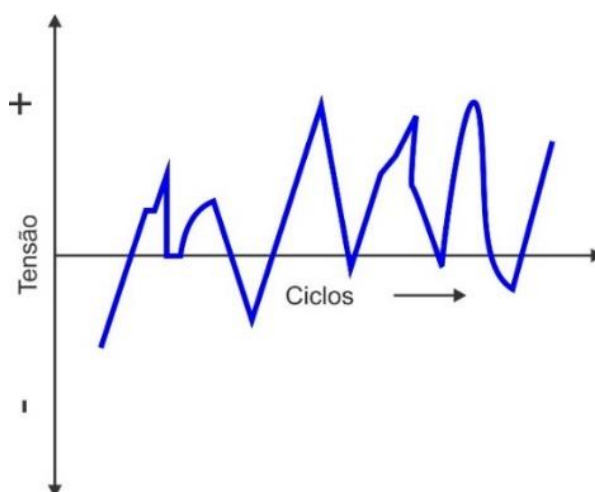


Fonte: Adaptado de CHIAVERINI (1977).

Na prática, estruturas e componentes sujeitos a carregamentos cíclicos, na maioria das vezes, apresentam carregamentos de fadiga com amplitudes variáveis. Para esses casos, os intervalos de tempo entre uma sollicitação e outra não são iguais. A Figura 8 representa um gráfico de carregamento de fadiga semelhante do que pode ocorrer na prática (CALLISTER, 2008; SURESH, 1998).

A Tabela 8 apresenta as terminologias usadas, definições e relações entre os parâmetros para carregamentos cíclicos de amplitudes constantes, conforme ilustrado na Figura 7 (HERTZBERG, 1996; PADILHA, 2004).

Figura 8 - Representação de um carregamento de fadiga cíclica com amplitude variável.



Fonte: PADILHA (2004); HERTZBERG (1996).

Tabela 8 - Terminologia, definição e relação entre os parâmetros de um carregamento cíclico de fadiga.

TERMOLOGIA	DEFINIÇÃO	RELAÇÃO
$\sigma_{\text{máx}}$	Tensão máxima (maior tensão do ciclo em módulo)	-
$\sigma_{\text{mín}}$	Tensão mínima (menor tensão do ciclo em módulo)	-
σ_m	Tensão média das tensões	$\sigma_m = (\sigma_{\text{máx}} + \sigma_{\text{mín}})/2$
σ_a	Tensão alternada	$\sigma_a = (\sigma_{\text{máx}} - \sigma_{\text{mín}})/2$
$\Delta\sigma$	Amplitude das tensões (diferença das tensões em módulo)	$A = \Delta\sigma = \sigma_{\text{máx}} - \sigma_{\text{mín}}$
R	Razão das tensões (razão entre a tensão mínima e a máxima)	$R = \sigma_{\text{mín}}/\sigma_{\text{máx}}$
K	Constância de carga (razão entre as tensões máxima e mínima)	$K = \sigma_{\text{máx}}/\sigma_{\text{mín}}$

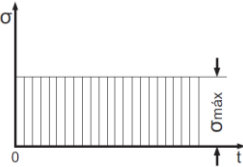
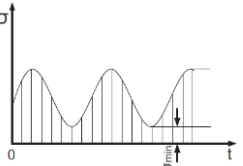

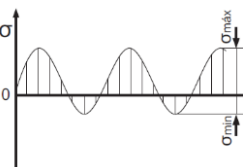
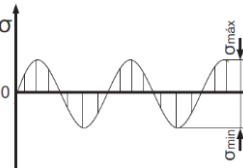
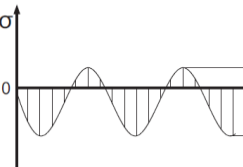
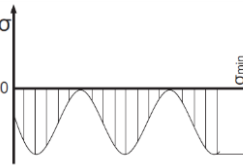
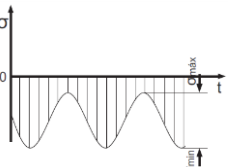
Fonte: PADILHA (2004).

A Tabela 9 apresenta as modalidades de solicitações cíclicas senoidais e os respectivos valores dos parâmetros do ciclo (DOWLING, 1998).

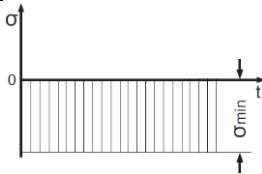
O limite de resistência à fadiga, ou apenas resistência à fadiga, é determinado para diferentes modalidades de solicitações, embora seja mais frequente determiná-lo para solicitações alternadas simétricas e, mais raramente, para ciclos pulsantes (DOWLING, 1998).

Tabela 9 - Modalidades de solicitações de fadiga.

(continua)

Solicitação $\sigma = f(t)$	Nome	Tensões			Coeficientes	
		$\sigma_{\text{máx}}$ e $\sigma_{\text{mín}}$	σ_m	σ_a	$R = \frac{\sigma_{\text{mín}}}{\sigma_{\text{máx}}}$	$K = \frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_m}$
	Constante (positiva)	$\sigma_{\text{máx}} = \sigma_{\text{mín}} > 0$	$\sigma_{\text{máx}} = \sigma_{\text{mín}}$	0	1	1
	Flutuante (tração)	$\sigma_{\text{máx}} > 0$ $\sigma_{\text{mín}} > 0$	> 0	$\neq 0$	$0 < R < 1$	$1 < K < 2$
	Pulsante (tração)	$\sigma_{\text{máx}} > 0$ $\sigma_{\text{mín}} = 0$	$\frac{1}{2} \sigma_{\text{máx}}$	$\frac{1}{2} \sigma_{\text{máx}}$	0	2
	Alternada	$\sigma_{\text{máx}} > 0$ $\sigma_{\text{mín}} < 0$ $\sigma_{\text{máx}} > \sigma_{\text{mín}} $	> 0	$\neq 0$	$-1 < R < 0$	$2 < K < \infty$
	Alternada (simétrica)	$\sigma_{\text{máx}} > 0$ $\sigma_{\text{mín}} < 0$ $\sigma_{\text{máx}} = \sigma_{\text{mín}} $	0	$\frac{\sigma_{\text{máx}}}{ \sigma_{\text{mín}} }$	-1	∞
	Alternada	$\sigma_{\text{máx}} > 0$ $\sigma_{\text{mín}} < 0$ $\sigma_{\text{máx}} < \sigma_{\text{mín}} $	< 0	$\neq 0$	$-1 < R < 0$	$2 < K < \infty$
	Pulsante (compressão)	$\sigma_{\text{máx}} < 0$ $\sigma_{\text{mín}} = 0$	$\frac{1}{2} \sigma_{\text{máx}}$	$\frac{1}{2} \sigma_{\text{máx}}$	0	2
	Flutuante (compressão)	$\sigma_{\text{máx}} < 0$ $\sigma_{\text{mín}} < 0$	< 0	$\neq 0$	$0 < R < 1$	$1 < K < 2$

(conclusão)

Solicitação $\sigma = f(t)$	Nome	Tensões			Coeficientes	
		$\sigma_{\text{máx}}$ e $\sigma_{\text{mín}}$	σ_m	σ_a	$R = \frac{\sigma_{\text{mín}}}{\sigma_{\text{máx}}}$	$K = \frac{\sigma_{\text{máx}}}{\sigma_m}$
	Constante (negativa)	$\sigma_{\text{máx}} = \sigma_{\text{mín}} < 0$	$\sigma_{\text{máx}} = \sigma_{\text{mín}}$	0	1	1

Fonte: KOCANDA (1978).

3.3.2. Formação das Trincas por Fadiga

Do ponto de vista científico, não é clara a fronteira entre o estágio I da fratura (nucleação da trinca) e o estágio II (propagação da trinca). Não existe um único mecanismo capaz de explicar a fase do processo inicial de falha por fadiga em todos os materiais. Essa complexidade em estabelecer parâmetros que possam padronizar e quantificar o estágio I, como é feito no estágio seguinte de propagação de trinca, acontece pelos diferentes fatores envolvidos no processo, como as características de escorregamento do material, meio e condições de ensaio (MILLER, GALLAGHER, 1981).

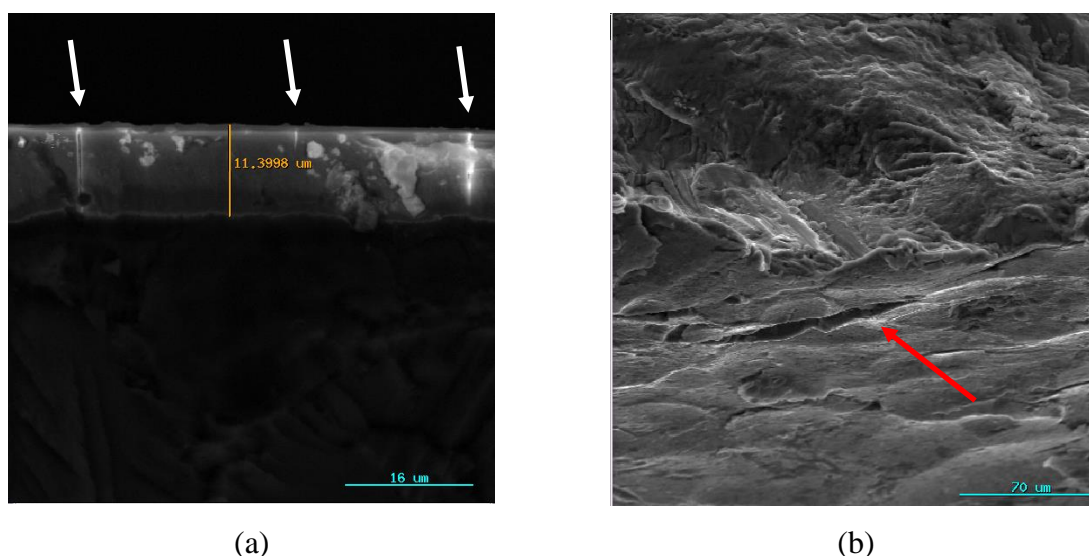
Define-se N_0 o número de ciclos necessários para completar o estágio de nucleação, e N_f como o número de ciclos até a fratura. Então, a razão N_0/N_f é a medida da duração do estágio de nucleação em termos de vida em fadiga. O valor da razão N_0/N_f depende principalmente da amplitude do carregamento cíclico, do tipo de amostra, dos parâmetros do material, acabamento superficial, temperatura e condições do meio onde se processa a fadiga. O valor de N_0/N_f diminui com o aumento da amplitude de tensão e a razão de carregamento. Geralmente, os entalhes, pontos de concentração de tensão, reduzem consideravelmente os valores de N_0/N_f (VENKATARAMAN et al., 1990).

A grande maioria das fraturas por fadiga tem início em descontinuidades na superfície ou próximos à superfície do material, como consequência das microtrincas presentes no material antes mesmo da solicitação por fadiga, resultados de operações de solda, tratamentos térmicos, tratamentos superficiais, acabamento da superfície, existência de partículas de segunda fase, ou conformação mecânica. Assim, é importante que os fatores que influenciam a

resistência à fadiga sejam analisados nas regiões próximas à superfície (BAPTISTA, 2000; CAMARGO, 1995; SCHUTZ, 1996).

Os processos de recobrimento dos materiais metálicos para ganho de resistência à corrosão na maioria das vezes diminuem sua resistência à fadiga consideravelmente. No caso do alumínio, revestimentos anódicos são utilizados. As aplicações desses processos produzem efeitos na superfície do material, inserindo tensões residuais do tipo trativa e uma alta densidade de microtrincas presentes no revestimento, conforme pode ser visto na Figura 9. Com isso o valor de N_0 diminui consideravelmente reduzindo o número de total de ciclos até a fratura final do componente (SOUZA, 1998).

Figura 9 - Microtrincas geradas pelo processo de anodização crômica.



Fonte: MINTO (2012).

Na Figura 9 (a) é possível observar na camada de anodização crômica, indicada por setas, as trincas superficiais geradas pelo processo de recobrimento. Na Figura 9 (b) uma trinca na superfície do componente é vista de outra perspectiva.

Para os aços de aplicação aeronáutica, são utilizados outros mecanismos de recobrimento que garantem boa resistência à corrosão ao material. No caso do aço AISI 4340 o revestimento de cromo eletrodepositado é o mais utilizado na indústria aeronáutica e automobilística, garantindo além de uma boa resistência à corrosão, alta dureza, resistência ao desgaste e baixo coeficiente de fricção (BODGER et al., 1997; BOLLES, 1995; LEGG et al., 1996; TYLER, 1995).

Uma característica similar ao processo de anodização utilizado nas ligas de alumínio encontrado no processo de eletrodeposição de cromo é a presença de altas tensões residuais

internas originadas durante o processo de eletrodeposição. Quanto maior for a espessura da camada eletrodepositada, maior será as tensões residuais internas, e conseqüentemente o número de microtrincas será maior. Essa alta densidade de microtrincas geradas na superfície dos componentes reduz a vida em fadiga do material (DUBPERNELL, LOWENHEIM, 1968; JONES, 1989; KUO, WU, 1996; LIN, 1992).

Para casos de uma superfície livre de concentradores de tensão, o próprio carregamento cíclico pode produzir concentradores de tensões superficiais. Esse tipo de concentradores de tensão é gerado durante a deformação plástica do material, devido ao carregamento cíclico externo. Essa situação é gerada por linhas de escorregamento heterogêneo, nos diversos grãos do material. (COTTRELL, 1957; MILLER, GALLAGHER, 1981; WOOD, 1959).

Dentro de cada cristal ou grão do agregado policristalino, os átomos encontram-se arranjados de maneira ordenada de acordo com o modelo de célula unitária de cada material. Os grãos possuem propriedades mecânicas distintas e pode haver alguns grãos nos quais as orientações dos planos atômicos de fácil escorregamento estão na mesma direção da tensão máxima de cisalhamento (COTTRELL, 1957; DIETER, 1984; FUCHS, STEPHENS, 1980; WOOD, 1959).

O fato das linhas de escorregamento ocorrerem sob carregamento cíclico, indica que o escorregamento que acontece em meio ciclo não é revertido pelo meio ciclo reverso. Esse fenômeno gera ressaltos e reentrâncias, denominados de extrusões e intrusões, respectivamente, como pode ser visto na

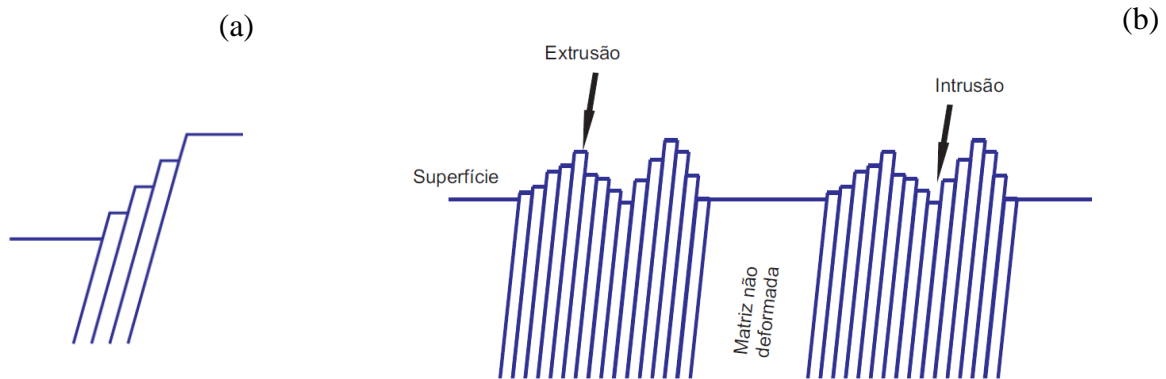
Figura 10, o que resulta na deformação plástica localizada, que pode crescer e se propagar como uma trinca de fadiga (COTTRELL, 1957; DIETER, 1984; FUCHS, STEPHENS, 1980; WOOD, 1959).

A reversibilidade do movimento de bandas de escorregamento não ocorre por duas razões (SCHIJVE, 2003):

- Após o endurecimento por deformação cíclica, nem todas as discordâncias retornam à posição inicial;
- Um incremento de escorregamento exposto ao ambiente não inerte pode interagir quimicamente, criando finas camadas oxidadas no novo material exposto ou por adsorção química dos átomos do ambiente.

Na Figura 10 (a) estão ilustradas solicitações do tipo monotônicas. A Figura 10 (b) apresenta uma solicitação de fadiga. A diferença visível entre as bandas de escorregamento produzidas por carregamentos monotônicos e de fadiga está na topografia da superfície polida.

Figura 10 - Bandas de escorregamento: (a) solicitação monotônica, deformação estática; (b) solicitação de fadiga, extrusão e intrusão.



Fonte: Adaptado de WOOD (1959).

Durante o carregamento do tipo monotônico, o deslizamento ocorre num plano de deslizamento favoravelmente orientado e, desse modo, a superfície apresenta aspecto de degraus, durante parte do descarregamento do ciclo. O deslizamento reverso ocorre num plano paralelo porque o deslizamento no primeiro plano é inibido devido ao encruamento e talvez pela oxidação da superfície livre recém-criada, onde o aspecto da superfície fica disposto na forma de vales e picos (CAMARGO, 1995; GIORDANI, 2001; KOCANDA, 1978).

Uma intrusão pode crescer e formar uma trinca por continuidade de deformação plástica durante os ciclos subsequentes, metalografias realizadas cuidadosamente nas seções transversais de corpos de prova comprovaram que as trincas de fadiga têm início em intrusões e extrusões (SCHIJVE, 2003).

3.3.3. Curva S/N ou curva de Wöhler

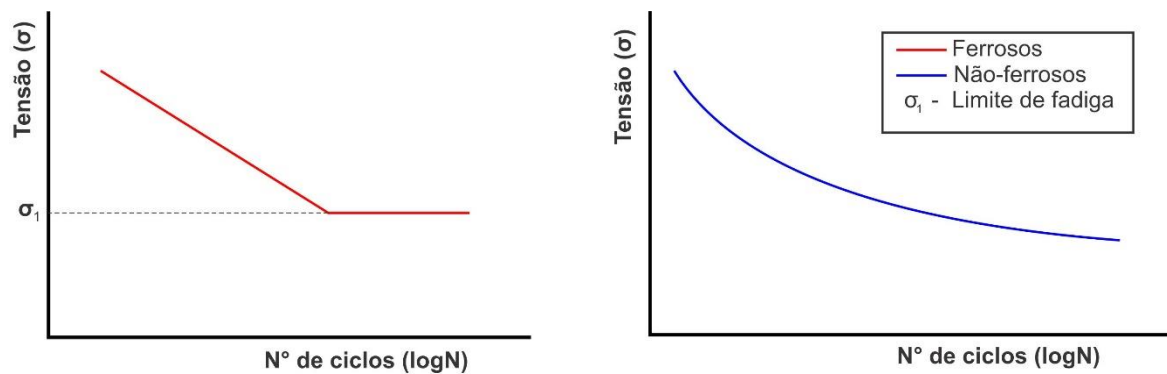
O método utilizado para avaliação da vida em fadiga de componentes sujeitos a carregamentos cíclicos constantes a partir de dados experimentais é por meio da curva S/N ou curva de Wöhler (DOWLING, 1998).

O valor da tensão lançada na ordenada pode ser σ_a , $\sigma_{m\acute{a}x}$ ou $\sigma_{m\acute{i}n}$, e são geralmente tensões nominais com amplitude constante, isto é, não há um ajuste para concentrações de tensões. Os valores que descrevem o número de ciclos N_f até a fratura completa são representados no eixo das abscissas, que são estabelecidos geralmente na escala logarítmica ($\log N$). Em qualquer curva S/N o número de ciclos de tensão que um material pode suportar antes de se romper por

fadiga aumenta com decréscimo da tensão. Em outras palavras, quando a tensão de carregamento é relativamente alta o número de ciclos é baixo, conhecido como fadiga de baixo ciclo (ASM, 1986; DIETER, 1984).

A curva de fadiga apresenta características diferentes dependendo do tipo de material, como pode ser visto na Figura 11.

Figura 11 - Típica curva S/N de ligas ferrosas e não ferrosas e limite de fadiga.



Fonte: MAGNABOSCO (2001); SCHIJVE (2003).

Materiais não ferrosos não apresentam um limite de resistência à fadiga bem definido como os materiais ferrosos. Para os materiais ferrosos é considerada vida infinita quando se atingem 10^6 ciclos. Já a grande maioria dos materiais não ferrosos, por exemplo, ligas à base de alumínio, cobre e magnésio, não apresentam um limite de resistência à fadiga horizontal. Portanto, nestes, as falhas por fadiga sempre ocorrem, independente da intensidade de tensão. Nesse caso, a propriedade em fadiga ou a resposta do material submetido a esse tipo de solicitação é especificada como uma resistência à fadiga que corresponde ao valor da tensão para o qual a falha por fadiga não irá ocorrer em um determinado número pré-estabelecido de ciclos, da ordem de 10^6 ciclos (DIETER, 1984; FUCHS, STEPHENS, 1980; KLESNIL, LUKÁS, 1992).

O termo resistência à fadiga é aplicado para determinar o valor de tensão específico associado à vida em fadiga de interesse. O comportamento em fadiga de um material está relacionado com fatores importantes, como geometria do componente, tensão média aplicada, meio ambiente de aplicação, aplicação de revestimentos anti-corrosivos, deformação plástica induzida na superfície, temperatura, frequência de ciclagem, razão de carregamento (em caso de fadiga axial) e tensão residual (ASM, 1986; DIETER, 1984; DOWLING, 1998).

Materiais metálicos são policristalinos, assim, quando submetidos a uma solicitação de fadiga possuem em alguns de seus cristais uma deformação plástica localizada por escorregamento. Existem pontos de concentração de tensões, que contribuem para o aparecimento de microtrincas, e início da falha por fadiga (FUCHS, STEPHENS, 1980).

As microtrincas propagam-se através de sucessivas repetições das tensões até atingirem um tamanho crítico após certo tempo, culminando na fratura (SURESH, 1998).

3.3.4. Filosofias de Fadiga

Diferentes casos de falhas na indústria aeronáutica exigiram o desenvolvimento de ações de projetos, manutenções e controles de qualidade de componentes industriais na previsão da vida em fadiga. Para isso, a indústria aeronáutica moderna desenvolveu três filosofias de projetos para vida em fadiga baseados em: vida segura, falha segura e tolerância ao dano. Nenhuma dessas três filosofias de projeto é usada isoladamente no planejamento de uma aeronave, cada aplicação requer um plano diferente de controle à fratura para se chegar a um critério seguro e que seja economicamente viável (DOWLING, 1998; SOUZA, 1998; WILLIAMS, 2003).

O projeto desenvolvido com base no conceito de vida segura concebe componentes com uma vida em serviço com aceitável probabilidade de falha para um dado nível de tensão. Considera-se que qualquer defeito existente irá crescer apenas até uma dimensão que permita ser detectada numa próxima inspeção. Geralmente, utilizam-se as curvas de Wöhler para medir a velocidade de crescimento da trinca e também a regra de Miner para prever a vida em carregamentos com amplitudes variáveis (DOWLING, 1998).

Na filosofia falha segura, a principal característica de projeto é a redundância. No caso da falha, o componente ou sistema estrutural mantém a capacidade de suportar carregamento sem provocar o colapso da aeronave. A principal diferença entre as filosofias vida segura e falha segura é que esta pode manter a aeronave em atividade mesmo com a presença de uma trinca ou componente danificado (COSTA, 2009).

Dois aspectos são analisados na filosofia tolerância ao dano: propagação lenta da trinca e falha segura. O primeiro é caracterizado por considerar defeitos nas estruturas em operação, menores do que os limites designados para inspeções não destrutivas, que ocorrerão em posições críticas e crescerão previsivelmente segundo os princípios da Mecânica da Fratura. Estes defeitos não irão causar a falha da estrutura num determinado intervalo previsto entre inspeções. No segundo, a falha segura é abordada de forma mais ampla do que anteriormente

descrita, considerando um crescimento de trinca permissível na estrutura redundante e que a falha desta estrutura redundante seja detectável em uma inspeção visual durante o ciclo operacional (COSTA, 2009; SOUZA, 2002).

Para os elementos que compõem os trens de pouso de uma aeronave, por exemplo, é adotado o conceito de projeto de fadiga baseado na filosofia “vida segura” quando são realizadas as inspeções e manutenções de seus componentes, visto que, o comprimento de trinca crítico suficiente para ocasionar a fratura é relativamente muito pequeno devido aos elevados níveis de tensões durante sua vida operacional, principalmente nos momentos de aterrissagem e decolagem do avião, exigindo que os materiais adotados tenham principalmente elevadas resistência mecânica e tenacidade, além de uma boa resistência a fadiga. Portanto, o entendimento do comportamento em fadiga da liga estudada nesse trabalho é de extrema importância para o desenvolvimento da indústria do setor (COSTA, 2009; DOWLING, 1998; SOUZA, 2002).

3.3.5. Comportamento das ligas de alumínio 7xxx submetidas à fadiga

É conhecido que o comportamento da vida em fadiga das ligas da série 7xxx são bastantes estudados para serem aplicadas em componentes aeronáuticos. Também foi mencionado anteriormente a capacidade dessas ligas em protegerem naturalmente o material contra os processos de corrosão, através da formação de um filme fino de óxido (ESMAEILI et al., 2005; MEYERS, CHAWLA, 2009; SMALLAMAN, NGAN, 2007). Porém, para essas ligas é indispensável o uso de recobrimentos para melhorar suas propriedades de resistência à corrosão, pois as camadas de óxidos formadas naturalmente não apresentam espessura suficiente para resistir à corrosão por longos períodos de tempo. A anodização é frequentemente adotada como forma de recobrimento nas ligas Al-Zn-Mg-Cu por formarem camadas mais espessas de óxidos de alumínio amorfos através de um processo eletrolítico (ASM, 1992).

Apesar do benefício gerado na resistência à corrosão, o que ocorre na fadiga é um resultado desfavorável, quando esses recobrimentos são aplicados. Por isso, muitos autores, como Chaussumier et al. (2013), estudaram o efeito da combinação ligas de alumínio, recobrimentos e resistência à fadiga (CAMARGO et al., 2007; CREE, WEIDMANN, 1997; KERMANIDIS et al., 2005; LONYUK et al., 2007; SADELER, 2006).

Autores como Lonyuk et al. (2007); Camargo e Voorwald (2007) e Shahzad et al. (2012) atribuem a queda da resistência à fadiga em materiais com recobrimento ao fato de apresentarem uma camada quebradiça e porosa de óxidos, ou que essas camadas apresentam

uma tensão residual do tipo trativa, induzida durante o processo de anodização. O *shot peening* é utilizado para reverter esse quadro negativo de tensão trativa (CAMARGO et al., 2007; TORRES, VOORWALD et al., 2002; WANG et al., 1996; WANG et al., 1998). Enquanto que os autores Rokhlin et al. (1998), Pao et al. (1998), Dolley e Wei (2000) e Rateick et al. (2005) reportam que essa queda é por consequência de defeitos superficiais. Os defeitos superficiais, na maioria das vezes, são pites gerados no processo de decapagem que antecede o processo de oxidação anódica, através da dissolução das partículas intermetálicas ou da própria matriz do alumínio (CHAUSSUMIER et al., 2013; LIU et al., 2009; THOMPSON et al., 1999; SNOGAN et al., 2002).

A formação desses pites atuam como concentradores de tensões superficiais, onde são nucleadas as trincas, reduzindo a vida em fadiga das ligas de alumínio pois eliminaram a primeira fase do processo de fratura. Na prática todos os componentes de fabricação dos aviões possuem algum tipo de defeito superficial (ISIDA et al., 1990; MURAKAMI, NEMAT-NASSER, 1982; SMITH, 2012).

Entre as ligas de alumínio quaternárias Al-Zn-Mg-Cu, 7050 é uma das mais utilizadas na indústria, por isso há um grande interesse dos pesquisadores em estudar esse material. Wei e colaboradores fizeram um estudo cristalográfico baseado na lei de Schmid e sugeriram que o comportamento de fadiga, incluindo propagação inter/intragranular, deflexão e bifurcação da trinca dependem das orientações cristalográficas e da geometria microestrutural local, juntamente com as bandas de deslizamento e as tensões de carregamento aplicadas (WEI, et al., 2014).

A presença de fases secundárias, como por exemplo, os precipitados, também interferem na resistência à fadiga dos componentes, pois a partir deles pode-se nuclear as trincas de fadiga, crescer e coalescer vazios aumentando a pré-deformação e a carga de fadiga aplicada. Esses precipitados também podem gerar uma dispersão nos resultados de fadiga devido à falta de homogeneidade por conta das fases secundárias presentes (AL-RUBAIE et al., 2007).

Chen et al. (2013) revelaram que os contornos de grãos e suas orientações podem afetar de modo muito intenso o comportamento de propagação das trincas. Kamp et al. (2007) desenvolveram um modelo semi-quantitativo para determinar a relação entre o caminho da trinca e a microestrutura.

Como pode ser visto, o processo de fadiga em componentes da série 7xxx podem sofrer influência de vários fatores internos ou externos. O aumento ou a redução da vida em fadiga pode ser decorrente de fatores microestruturais que vão depender dos elementos químicos presentes e a maneira em que os processos de tratamento térmico são conduzidos. Interferem

também os recobrimentos utilizados para garantir uma melhor resistência à corrosão, pois induzem tensões residuais na superfície, e os concentradores de tensão como pites que se desenvolvem através da dissolução de alguns elementos ou da matriz.

3.4. IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA

As indústrias de alta tecnologia buscam a cada dia melhorar as propriedades físicas e químicas de seus componentes. Esse ganho pode acontecer através de revestimentos a plasma aplicado em diversas áreas da indústria siderúrgica, biomédica, aeroespacial, microeletrônica e no tratamento de resíduos tóxicos (BONORA, 2015; LIU et al., 2007; SILVA, 2007a).

Dentre eles, a implantação iônica por imersão a plasma com gás nitrogênio é uma técnica bastante estudada para melhorar características como: microdureza, rugosidade, fadiga e resistência à corrosão em metais e não metais (NA et al., 2015; LIU et al., 2007).

A técnica de tratamento por imersão a plasma (3IP ou IIIP) é uma técnica relativamente nova, criada e desenvolvida na Universidade de Wisconsin (EUA) na década de 1980. É praticamente um avanço tecnológico do processo de nitretação a plasma. No mundo existem diversos grupos de pesquisa que desenvolvem esse tratamento. No Brasil existem alguns grupos atuando no aprimoramento dessa técnica. O primeiro grupo a desenvolver essa técnica no país foi o LAP/INPE, atuando desde 1995 principalmente no desenvolvimento de métodos híbridos aplicados a materiais metálicos, semicondutores e dielétricos. Na UFRGS existe um grupo atuando principalmente na área de microeletrônica. E por fim, a Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá FEG/UNESP com o tratamento 3IP em filmes de polímeros produzidos a plasma (LEANDRO, 2005; SILVA, 2007a).

Nas últimas décadas houve um grande desenvolvimento nas técnicas de modificação de superfície sem que se modifiquem as propriedades do seu volume. Muitas vezes, essa modificação localizada pode ser em uma escala nanométrica. O aumento das propriedades mecânicas e químicas são atribuídas ao aumento da difusão por radiação, reações químicas por indução, refino de grão e geração de defeitos. Essas mudanças superficiais geradas pelo processo de implantação iônica por imersão a plasma podem aumentar a tensão residual compressiva na superfície dos componentes sujeitos a esse tratamento, proporcionando um aumento na resistência à fadiga (NA et al., 2015; LIU et al., 2007).

Além da técnica de implantação iônica por imersão em plasma (3IP) para ganho de resistência, existem outras técnicas a plasma que também são muito utilizadas e estudadas,

como por exemplo: Deposição Química em Vapor (CVD) e Deposição Física por Vapor (PVD) (ALVES JR, 2001; RIERSON, 1992).

No processo CVD ocorre uma deposição de material na superfície através de uma reação química localizada, devido ao efeito térmico entre o material e o substrato. Já no processo PVD, ocorre a evaporação de um alvo sólido, as espécies geradas na evaporação são conduzidas à superfície do substrato onde ocorre o agrupamento. Para que esse procedimento ocorra é necessário que a pressão seja suficientemente baixa. Ambos os métodos (CVD e PVD) geram camadas e uma interface entre o substrato e o revestimento. As deposições do tipo PVD e CVD geram uma tensão residual do tipo trativa na superfície o que diminui a vida em fadiga do componente (ALVES JR, 2001; RIERSON, 1992).

Além das vantagens geradas nas propriedades mecânicas, existem outros motivos para a grande aplicação e desenvolvimento de técnicas de revestimento a plasma. São as seguintes: (NA et al., 2015; SILVA, 2007a; SILVA, 2007b; WILBUR, 1996).

- Produção com gasto mínimo de materiais;
- Produção com geração mínima de poluentes e resíduos tóxicos;
- Baixo custo de produção e consumo de energia quando comparado a outros processos, principalmente aqueles que envolvem tratamentos térmicos e termoquímicos;
- Possibilidade de executar processamentos impossíveis de se conseguir por outros meios;
- Capacidade de tratar peças com geometrias complexas;
- Não induz mudanças nas dimensões do material;
- Redução do coeficiente de atrito na superfície das amostras;
- Aumento da resistência ao desgaste.

As características essenciais que envolvem o processo de implantação iônica por imersão em plasma é a formação de íons positivos e a aceleração deles em encontro a superfície de um material base. Essa aceleração pode acontecer em um sistema com média e alta energia. A energia do sistema é diretamente proporcional à velocidade de bombardeamento dos íons em uma amostra e, portanto, à capacidade de difundir os íons na superfície do material. Com isso, a região implantada próxima da superfície pode ser modificada independentemente de variáveis termodinâmicas, além de poder ser feita em temperaturas relativamente baixas (WILBUR, 1996).

O componente a ser tratado é pulsado com uma tensão negativa, fazendo com que o íon nitrogênio ionizado se mova diretamente para a superfície da peça, colidindo com uma energia

$E = V_0$ (V_0 – Potencial aplicado na bainha de plasma), mantendo-se uma bainha uniformemente fina, é possível obter um bombardeamento bastante uniforme. Essa uniformidade do processo dentro da câmara permite que o tratamento aconteça sem haver a necessidade de rotacionar a peça durante o tratamento. É através da bainha de plasma que os íons são acelerados em direção à peça para serem implantados (LEANDRO, 2005; SILVA, 2007b).

A tensão pulsada pode variar de 5 até 150 kV com duração de dezenas de microssegundos e frequência de pulso de 100 a 3000 kHz. O fato da tensão ser pulsada evita que o sistema superaqueça e a bainha de plasma aumente sua espessura, o que seria prejudicial em alguns casos. Também evita a formação de arcos elétricos entre o substrato e o plasma, ou com as paredes internas dos dispositivos de fixação das amostras. Quando isso ocorre, o sistema pode estar com alguma contaminação externa indesejada. Para acabar com esses arcos elétricos, o sistema deve passar novamente pelo processo de limpeza com gás argônio, ou, em casos de maior densidade de arcos elétricos, refazer a limpeza das amostras e dispositivos pelos processos adotados antes de colocar os componentes na câmara de tratamento 3IP (LEANDRO, 2005; SILVA, 2007b).

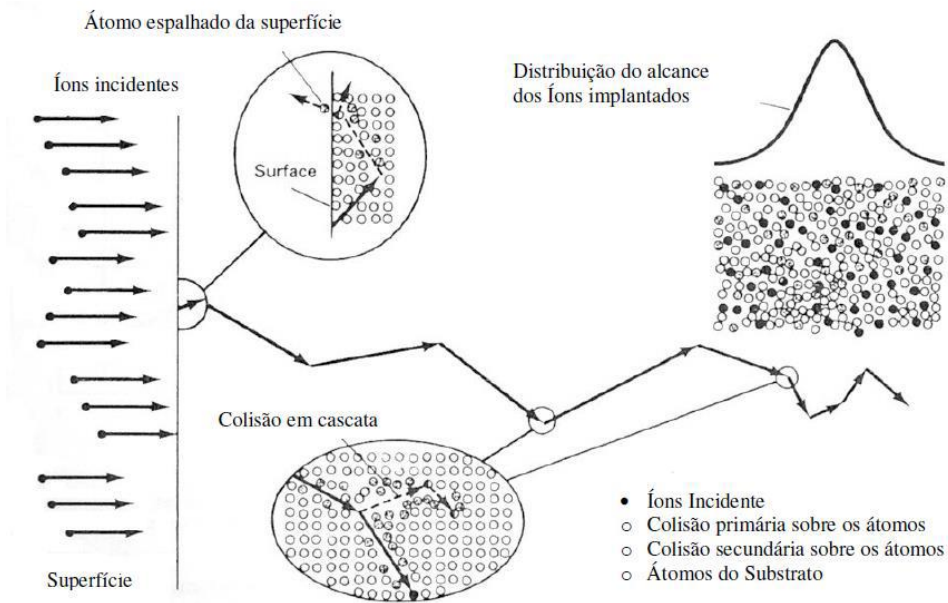
Combinações dos parâmetros de tratamentos são utilizadas para controlar e estabelecer a energia do sistema, a fim de obter uma combinação que gere os parâmetros desejados de implantação (quantidade de energia, densidade de corrente, tempo de tratamento, frequência de pulso e temperatura). A temperatura é um fator muito importante a ser controlado nesse caso, pois as temperaturas de tratamento térmico da liga AA7050-T7451 são relativamente baixas, quando comparado aos outros materiais, como é o caso do aço ABNT 4340. (LEANDRO, 2005; WILBUR, 1996).

No instante em que os íons colidem com a superfície do material tratado, ocorre a desaceleração das partículas, com um tempo inferior à 1×10^{-12} s. Com isso, os elétrons perdem rapidamente sua energia e novos componentes e ligas superficiais podem ser obtidos, de um modo que não seria possível pelas técnicas convencionais de tratamento, em temperaturas relativamente baixas e que envolvem um equilíbrio termodinâmico (HIRVONEN, SARTWELL, 1992).

O íon que está em processo de desaceleração ao encontrar a superfície do componente tratado não percorre um caminho reto até parar. A cada nova colisão entre as partículas da rede cristalina sua rota muda de sentido. A força dos átomos que penetram no substrato é suficiente para colidir nos átomos do material, deslocando-os com energia suficiente para que novas colisões e deslocamentos ocorram com outros átomos da rede, caracterizando um processo de colisões em cascata, conforme Figura 12. Portanto, no 3IP, o processo de transporte do

nitrogênio é caracterizado pela colisão e difusão simultâneas (LEANDRO, 2005; ZIEGLER et al., 1978).

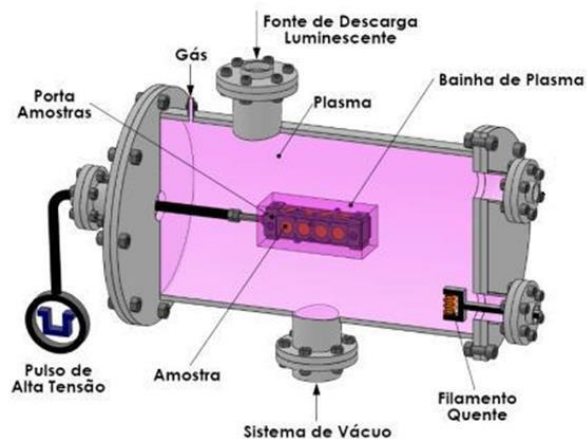
Figura 12 - Representação esquemática do fenômeno 3IP.



Fonte: (ZIEGLER et al., 1978).

No tratamento 3IP, a amostra é imersa num plasma e polarizada em altas voltagens pulsadas negativas. Devido à alta voltagem aplicada os elétrons são acelerados para longe da peça e ao mesmo tempo acelera íons presentes no plasma em sua direção. É possível observar o sistema na Figura 13 (MATENSE, 1996; SILVA, 2007b).

Figura 13 -Imagem esquemática do tratamento 3IP.



Fonte: CARRERI (2012).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. ALUMÍNIO

A liga de alumínio utilizada nesse trabalho faz parte das ligas da série 7xxx de alta resistência.

Para as análises de fadiga, barras de Ø 12,7 mm foram utilizadas para confeccionar corpos de prova de fadiga por flexão rotativa, segundo normas DIN 50113, 1982 e ISO 1143 e manual do equipamento INSTRON® R.R.Moore.

De acordo com a especificação AMS 4050J (2014), a liga AA7050-T7451 apresenta a composição química apresentada na Tabela 10.

Tabela 10 - Composição química da Liga de Alumínio AA7050-T7451 segundo especificação.

Elemento	(%) Mín.	(%) Máx.
Al	87,3	90,3
Cr	-	0,04
Cu	2	2,6
Fe	-	0,15
Mg	1,9	2,6
Mn	-	0,1
Si	-	0,12
Ti	-	0,06
Zn	5,7	6,7
Zr	0,08	0,15

Fonte: AMS 4050J (2014).

A análise química foi realizada via espectrometria óptica no laboratório LABOTESTE Análises e Ensaio de Materiais Metálicos Ltda., localizada em Santa Bárbara d'Oeste/SP, segundo norma ASTM A751-11, nas condições ambientais a seguir:

- Temperatura: 23°C
- Umidade: 44%.

4.2. TRATAMENTO TÉRMICO

A liga AA7050 foi submetida ao processo de ganho de resistência mecânica e à corrosão através do tratamento térmico T7451, segundo norma ASTM B918/B918M-09. Esse processo de envelhecimento através da precipitação dos elementos de liga é um procedimento bastante utilizado nas séries das ligas de alumínio 7xxx para obtenção do desempenho desejado, dando características específicas à liga (CHEN et al., 2013; PENG et al., 2011; MARLAUD et al., 2010; JIANG et al., 2014).

O tratamento térmico utilizado na liga consiste em três etapas: solubilização e duplo envelhecimento. Na primeira etapa do procedimento o material foi submetido à solubilização em uma temperatura entre 470 – 480 °C, seguido de têmpera em água fria ou fluido a uma temperatura máxima de 43 °C. O tempo na temperatura de solubilização deve ser o suficiente para que ocorra toda a dissolução das fases solúveis, e depende da microestrutura prévia do material a ser solubilizado.

A etapa seguinte de envelhecimento do material foi feita a uma temperatura entre 115-125°C durante 3 a 6 horas, e por fim o material foi aquecido a uma temperatura entre 160-170°C durante 24-30 horas, conforme Tabela 11 e Figura 14.

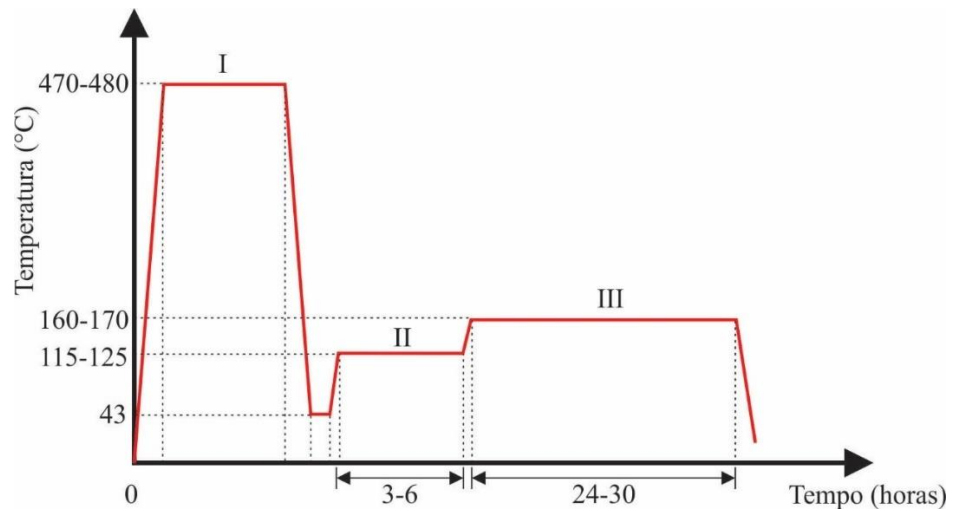
Tabela 11 - Parâmetros do Tratamento Térmico na Liga AA7050 na condição T7451.

Solubilização		1° Envelhecimento		2° Envelhecimento	
Temperatura	Tratamento Térmico	Temperatura	Tempo na Temperatura	Temperatura	Tempo na Temperatura
470-480 °C	W51	115-125°C	3-6 horas	160-170°C	24-30 horas

Fonte: Próprio autor.

As propriedades mecânicas do material estão representadas na Tabela 12. A liga deve apresentar segundo norma AMS 4050J e UNS A97050 uma dureza de aproximadamente 162 HV, limite de resistência à tração de 524 MPa, limite de escoamento de 469 MPa e alongamento de 11% após a rota de tratamento térmico descrita anteriormente

Figura 14 - Rota de tratamento térmico da liga AA7050-T7451 realizado pela empresa Bralco Metals.



Fonte: Próprio autor.

. Tabela 12 - Propriedades mecânicas da liga AA7050-T7451 segundo especificação AMS 4050J (2014) e UNS A97050.

Propriedades mecânicas	Valores Especificados
Limite de resistência à tração	524 MPa
Limite de escoamento	469 MPa
Alongamento	11%
Dureza	162 HV

Fonte: AMS 4050J (2014).

4.3. TRATAMENTO – IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA (3IP)

Para a realização desse trabalho foi utilizado a técnica de Implantação Iônica por Imersão em Plasma conhecida como 3IP ou IIIP. O equipamento encontra-se na empresa Metrolab Calibrações, localizada em São José dos Campos/SP.

O sistema consiste basicamente em uma câmara e bomba de vácuo onde é inserido uma porta amostra de aço inoxidável, uma fonte de plasma e um modulador de pulsos de alta voltagem conforme, Figura 15 e Figura 16.

Figura 15 - Equipamento tratamento 3IP (câmara de vácuo).



Fonte: Cortesia Metrolab.

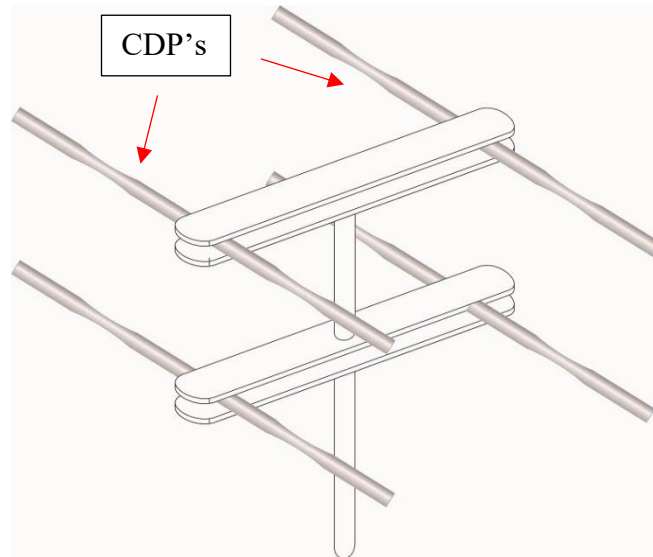
Figura 16 - Bomba de vácuo acoplada na câmara de tratamento.



Fonte: Cortesia Metrolab.

A porta amostra utilizado no tratamento foi desenvolvido para atender às necessidades dos tratamentos da liga AA7050-T7451. O dispositivo foi produzido com uma liga de aço inoxidável, com a menor quantidade de massa possível, para evitar um aquecimento excessivo dentro da câmara durante o tratamento, gerado pelo impacto das partículas na superfície do dispositivo. A haste assemelhasse a uma “antena”, projetado de maneira que todos as amostras fossem tratadas simultaneamente em cada condição de voltagem e frequência, conforme Figura 17, respeitando as distâncias necessárias entre os componentes e sua bainha de plasma, de modo que, não ocorra arco elétrico entre eles.

Figura 17 - Dispositivo de fixação dos corpos de prova.



Fonte: Próprio autor.

4.3.1. Obtenção dos Parâmetros de Tratamento

Para o tratamento 3IP foi necessário primeiramente realizar tratamentos com diferentes parâmetros de voltagem e frequência de pulsos, para obter o comportamento das curvas de aquecimento durante o período de tratamento para cada condição estudada.

Foram inseridos na câmara de tratamento dezesseis corpos de provas para padronização do processo, pois os tratamentos futuros foram realizados com a mesma quantidade de cdp's utilizados na padronização. Essa quantidade de amostras é suficiente para obter dados das curvas de fadiga por flexão rotativa, ensaios de corrosão, análise metalográfica, microindentação, tensão residual, análise fractográfica e rugosidade.

É importante que a padronização da temperatura aconteça com as mesmas condições dos tratamentos realizados posteriormente. Condições de porta amostra, dimensões e quantidades dos cdp's interferem diretamente na quantidade de massa dentro da câmara e no volume de impacto das partículas ionizadas gerando um aumento da temperatura durante o processo de tratamento.

A padronização do processo de limpeza das amostras, dispositivos e câmara, também interferem nas condições do tratamento. Uma boa limpeza no conjunto é essencial para realizar os tratamentos 3IP. Para isso, foi determinada a seguinte rotina de limpeza: Limpeza das amostras e componentes do dispositivo com água corrente e detergente. Em seguida, as

amostras passaram por um banho ultrassônico durante 15 minutos com água e detergente. Após o banho, as amostras foram secas em estufa e limpas com álcool isopropílico.

Após as primeiras etapas de limpeza as amostras foram colocadas em um porta amostra com auxílio de luvas cirúrgicas para de evitar qualquer contaminação.

Antes de introduzir os cdp's na câmara, devidamente fixados, todo conjunto (amostras, porta amostras e câmara) é novamente limpo com álcool isopropílico e acomodado sobre os cristais de isolamento dentro da câmara de tratamento.

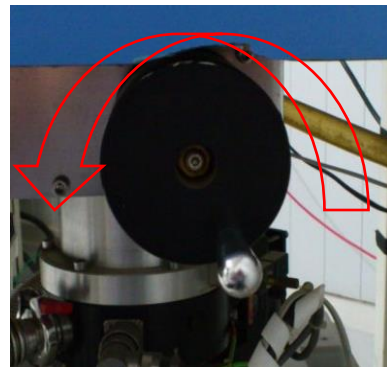
Finalmente, o porta amostra é ligado por uma haste metálica no sistema e a câmara é fechada.

Na parte lateral da câmara de tratamento é fechada a válvula de pressurização (Figura 18) e a válvula gaveta (Figura 19) é aberta totalmente para dar início ao processo de vácuo, até que a pressão interna atinja 5×10^{-5} mbar (essa pressão só é adotada antes do início do tratamento. Durante o tratamento, devido à presença do N_2 , a pressão aumenta para 2×10^{-2} mbar).

Figura 18 - Válvula de pressurização.



Figura 19 - Válvula Gaveta.



Fonte: Cortesia Metrolab.

Por se tratar de um processo que trabalha com alta tensão pulsada, não é possível utilizar termopares de contato para medir a temperatura das amostras que estão sendo beneficiadas com o tratamento 3IP dentro da câmara. Pois nesse caso, como o termopar de contato estaria também ligado ao sistema, o mesmo receberia o bombardeamento das partículas aceleradas e a temperatura medida não seria a real, além de contaminar a câmara com a queima do termopar.

Nesse caso, a maneira adotada para medir a temperatura das peças, durante o procedimento de implantação iônica, foi com o auxílio de um pirômetro portátil, que capta através do campo infravermelho, o calor irradiado pelas peças que estão sendo tratadas.

A utilização do pirômetro portátil requer uma adaptação na câmara de tratamento onde são feitas as medidas de temperatura, nesse local o pirômetro de infravermelho é direcionado

na região onde são retiradas as medidas de temperatura dentro da câmara de vácuo; para isso é necessário colocar em um dos flanges um vidro especial revestido com uma proteção com a propriedade antirreflexo, composta de seleneto de zinco. Sem ele as radiações liberadas pelas peças não passarão totalmente pelo vidro, e o valor da temperatura medida não será a real.

Com o tempo, foi observado que o próprio tratamento de implantação iônica por imersão a plasma danifica a camada antirreflexo de 1 μ m de seleneto de zinco. Devido ao alto custo para troca desse vidro, foi desenvolvido um procedimento para tomada de temperatura do tratamento com auxílio de termopares de contato.

A utilização do termopar de contato só foi possível na padronização porque a voltagem de trabalho utilizada foi de 1 kV e contínua, não pulsada. Depois de meses, a padronização foi concluída com sucesso, e foi determinado um fator de correção que relaciona a temperatura medida no pirômetro de infravermelho e o termopar de contato, eliminando a diferença que a falta da camada de seleneto de zinco gera, essa relação é indicada a seguir:

Equação 1 - Fator de correção Temperatura Real x Temperatura Pirômetro de infravermelho.

$$\text{Temperatura Real} = 1,8 \times \text{Temperatura Pirômetro}$$

Durante o processo de padronização do tratamento 3IP, conforme visto na Tabela 13, foram feitas diversas análises com diferentes tensões e frequências de pulso.

Na Figura 20 um gráfico com os valores da Tabela 13, onde o eixo das ordenadas (y) representa as temperaturas dos processos, enquanto que o eixo da abscissa (x), o tempo durante cada tratamento 3IP. Nos casos em que as frequências de impacto foram maiores, os valores das temperaturas iniciais também foram maiores. Nas condições de tratamento em que foram adotadas maiores voltagens e frequências de impacto, as taxas de aquecimento e as temperaturas máximas do sistema foram maiores.

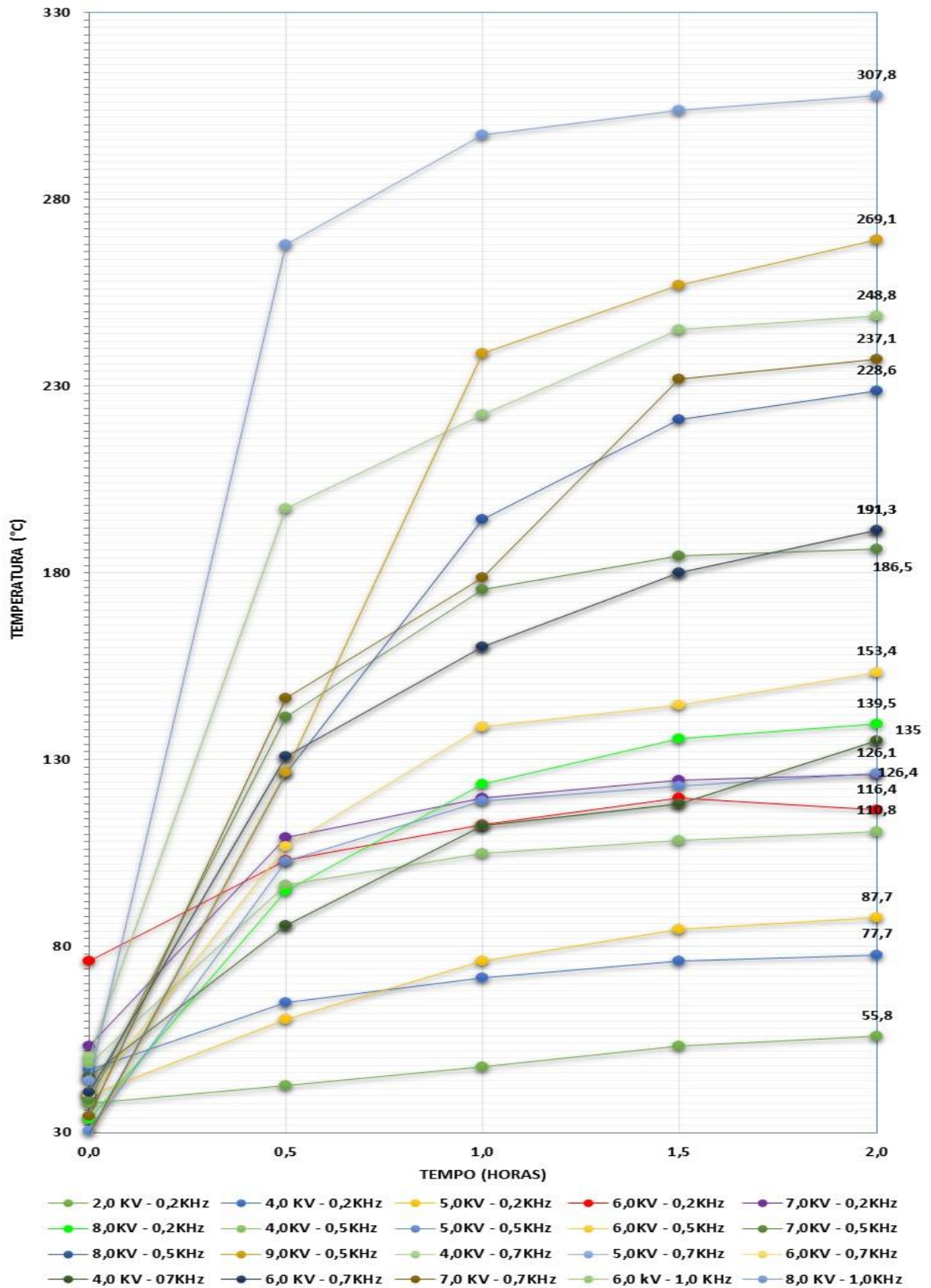
Tabela 13 - Padronização tratamento 3IP.

Parâmetro	Voltagem kV	Frequência kHz	Temperatura °C				
			0 min	30 min	60 min	90 min	120 min
1	2	0,2	37,8	42,8	47,8	53,3	55,8
2	4	0,2	46,9	64,8	71,6	76,1	77,7
3	5	0,2	39,9	60,5	76,1	84,6	87,7
4	6	0,2	76,1	103,0	112,5	119,7	116,4
5	7	0,2	53,3	109,1	119,7	124,4	126,1
6	8	0,2	33,7	94,9	123,3	135,5	139,5
7	4	0,5	48,6	96,3	104,8	108,2	110,8
8	5	0,5	30,6	102,8	119,0	122,8	126,4
9	6	0,5	40,1	106,7	138,8	144,5	153,4
10	7	0,5	38,7	141,5	175,5	184,5	186,5
11	8	0,5	29,8	126,4	194,4	221,1	228,6
12	9	0,5	29,0	126,5	238,7	257,1	269,1
13	4	0,7	45,0	85,5	112,4	118,1	135,0
14	6	0,7	40,7	130,9	160,3	180,1	191,3
15	7	0,7	34,6	146,3	178,7	231,8	237,1
16	6	1,0	50,3	197,1	222,3	245,2	248,8
17	8	1,0	44,1	267,8	297,3	303,9	307,8

Fonte: Próprio autor.

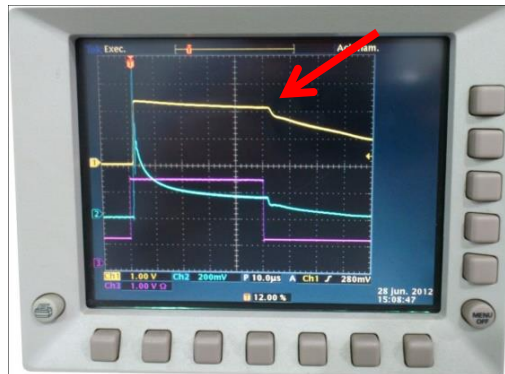
Alguns desses tratamentos foram realizados com tensões abaixo de 5 kV. Foi observado que durante os tratamentos com tensões abaixo de 5 kV as partículas não foram implantadas no material, o que se confirma pela curva amarela destacada na Figura 21. A condição de implantação só é eficiente quando existe na curva esse “degrau”, quanto mais suave for esse degrau, menor é a eficiência do processo e mais baixa a voltagem.

Figura 20 - Gráfico da padronização da temperatura no tratamento 3IP.



Fonte: Próprio autor.

Figura 21 – Osciloscópio.



Fonte: Cortesia Metrolab..

Para todos os parâmetros de tratamentos realizados, a largura de pulso foi de $50\mu\text{s}$, o fluxo de nitrogênio (Figura 22) e hidrogênio (Figura 23) foram $10\text{ cm}^3/\text{s}$ e $5\text{ cm}^3/\text{s}$, respectivamente. A pressão de vácuo média foi de $2 \times 10^{-2}\text{ mbar}$ durante o processo de implantação.

Figura 22 - Controlador de fluxo de gás N_2 .



Figura 23 - Controlador de fluxo de gás H_2 .



Fonte: Cortesia Metrolab..

4.4. MICROINDENTAÇÃO

Os ensaios de microindentação foram realizados segundo a norma ASTM E384 (2011) para determinar a dureza do material base e os materiais tratados pela técnica de implantação iônica por imersão a plasma, fornecendo um perfil de dureza do material com alta sensibilidade, na ordem de micrômetros. O perfil de microdureza foi obtido com 5 (cinco) indentações. Para essa análise foi utilizado o microindentador digital HMV-2T Shimadzu, Figura 24, disponível

no Laboratório de Fadiga da Universidade Estadual Paulista, Campus de Guaratinguetá – FEG/UNESP.

Esse equipamento utiliza um penetrador de diamante com base piramidal preso a suportes e controlado eletronicamente para aumentar a precisão das medidas. O deslocamento foi feito com ajuda de um micrômetro acoplado na base do equipamento, garantindo um deslocamento preciso.

Figura 24 - Equipamento utilizado para a o ensaio de microindentação.



Fonte: Próprio autor.

Através da ponta de diamante foi aplicada uma carga de 0,245 N sobre a superfície polida do material com tempo de penetração de dez segundos para cada medida. Baseado na deformação sofrida pelo material durante o ensaio de microindentação e auxílio de um microscópio do próprio equipamento, foram feitas as medidas das duas diagonais da marcação da microindentação, de onde foram calculados os valores das microdurezas dos perfis do material base e das amostras com tratamento 3IP na escala Vickers, para determinar a influência do processo de implantação ao longo da seção transversal das amostras.

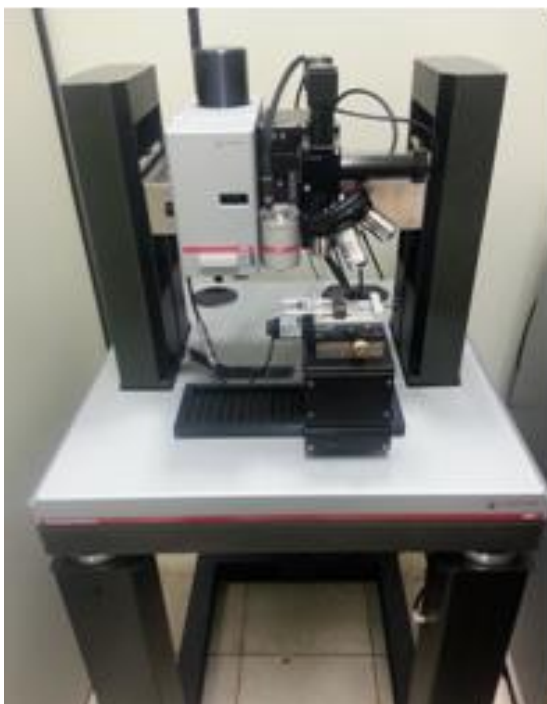
4.5. NANOINDENTAÇÃO

Os testes de nanoindentação foram realizados no Laboratório de Micro e Nanoindentação do Instituto de Estudos Avançados IEAv – São José dos Campos/SP,

utilizando o equipamento de nanoindentação Anton Paar NHT2 com limites de força entre 0,1mN e 500mN, e profundidade máxima de 200 μ m, representado na Figura 25. As análises foram realizadas com a intuito de avaliar o perfil de nanodureza das amostras do Material Base, com tratamento 3IP nas condições (5 kV/1 kHz/2 h) e (10 kV/ 0,1 kHz/ 2 h). O objetivo foi identificar o efeito causado pelo tratamento 3IP na superfície das amostras da liga AA7050-T7451.

A dureza foi determinada pelo método de Oliver & Pharr utilizando uma ponta de diamante do tipo Berkovich (piramidal de base triangular). A carga máxima utilizada no ensaio foi de 5 mN com taxa de carregamento e descarregamento de 10 mN/min e pausa de 10 s por nanoindentação.

Figura 25 - Nanoindentador Anton Paar NHT2.

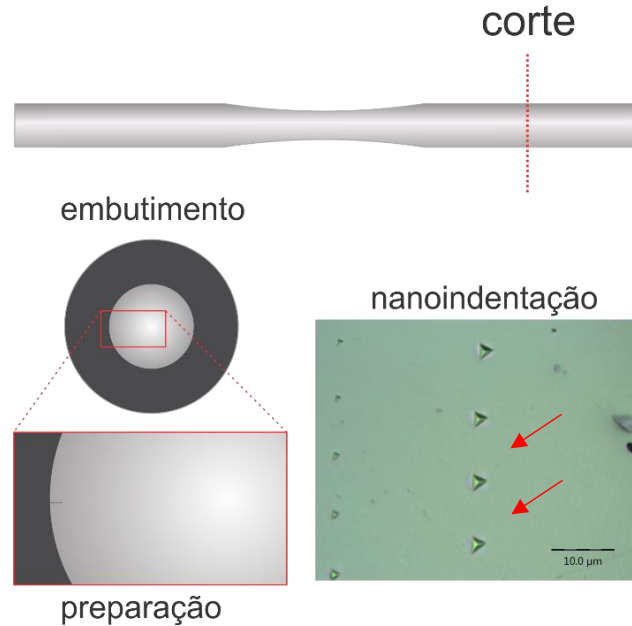


Fonte: Laboratório Micro e Nanoindentação do Instituto de Estudos Avançados IEAv – São José dos Campos/SP.

Na Figura 26, uma representação esquemática da metodologia adotada para verificação dos perfis de nanodureza das amostras. Na primeira etapa, os corpos de prova de fadiga foram seccionados na região destacada (corte). Em seguida, foi feito o embutimento da seção transversal e a preparação com lixas de diferentes granulometrias (220, 400, 600 e 1200) e polimento até 0,05 μ m com sílica coloidal.

As medidas foram realizadas partindo da região mais próxima da superfície até completar 10 indentações. A distância entre cada marcação foi de 10 μ m.

Figura 26 - Esquema de preparação das amostras para ensaios de nanoindenação.



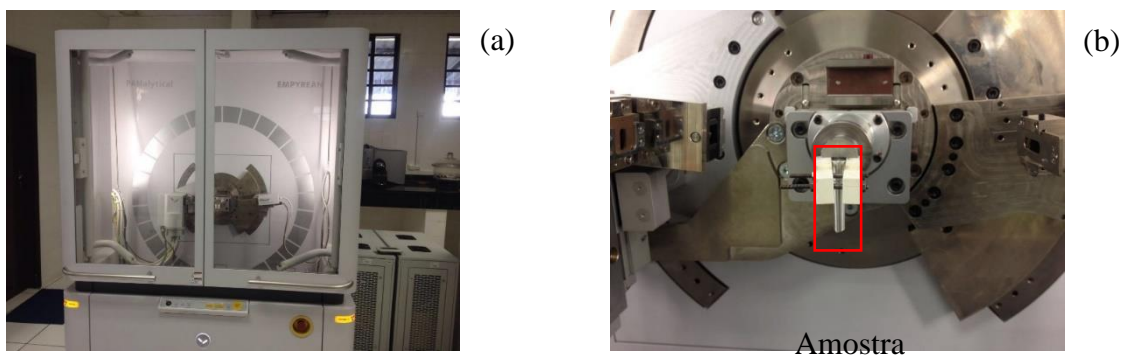
Fonte: Próprio autor.

4.6. DIFRAÇÃO DE RAIO-X

Os espectros de Difractometria de Raio-X (DRX) foram realizados no Laboratório de Fluorescência e Difração de Raios X (espectrômetro) do DEMAR da Escola de Engenharia de Lorena EEL/USP. Foi utilizado o difratômetro *PANalytical*, modelo *Empyrean* com radiação $\text{MoK}\alpha$ e filtro de Zircônio, conforme Figura 27. A varredura foi realizada no intervalo angular (2θ) de $10^\circ - 70^\circ$ e, utilizou-se passo de $0,02^\circ/\text{s}$ e tempo de contagem (aquisição) de 50 s.

As fases foram identificadas utilizando o programa *PowderCell 2.4* e o banco de dados *Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)*.

Figura 27 – (a) Equipamento de Difração de Raios X *PANalytical*, modelo *Empyrean*. (b) CDP AA7050-T7451 no porta amostra para ensaio.



Fonte: Próprio autor.

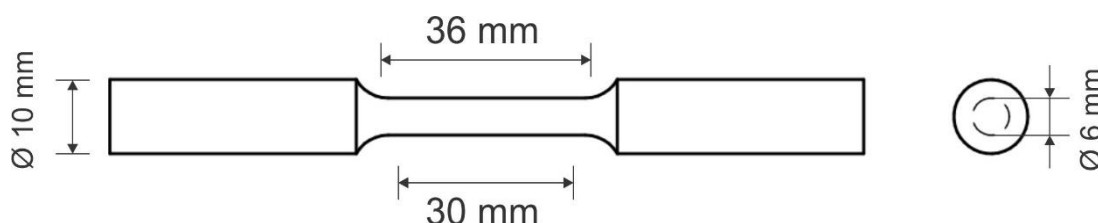
4.7. ENSAIO DE TRAÇÃO

Os corpos-de-prova para ensaio de tração foram confeccionados e ensaiados no Laboratório de Fadiga da Universidade Estadual Paulista, Campus de Guaratinguetá – FEG/UNESP, seguindo a norma ASTM E8/ E8M. O corpo-de-prova está representado na Figura 28 (ASTM E8/E8M, 2008).

Os ensaios de tração foram realizados pelo método de controle de deslocamento, utilizando uma velocidade de ensaio de 5 mm/min. Os corpos-de-prova foram ensaiados até a ruptura total das amostras.

O ensaio de tração tem como objetivo caracterizar o comportamento mecânico do material, quando submetidos a aplicação de carga monotônica crescente. O resultado do ensaio de tração é dado em forma de um gráfico de tensão versus deformação, a partir da qual é possível obter propriedades mecânicas importantes do material, como limite de escoamento, limite de resistência à tração e tensão de ruptura.

Figura 28 - CDP para o ensaio de tração segundo a norma ASTM E8/E8M.



Fonte: Norma ASTM E8/E8M (2008).

Os resultados de tração auxiliam a obtenção da curva S/N, pois os valores de escoamento do material servem de base para determinar os valores de tensão aplicados nos ensaios de fadiga por flexão rotativa, método utilizado nesse trabalho.

4.8. ANÁLISE DE RUGOSIDADE

Para as análises de rugosidade foi utilizado um rugosímetro portátil da marca DIGIMESS e modelo TR200 do laboratório Labmetal em São José dos Campos/SP.

Os testes foram realizados nas superfícies polidas dos alumínios Al 7050-T7451 antes e após o tratamento 3IP nas condições a seguir:

- 5 kV/1,0 kHz/2 h;
- 6 kV/0,5 kHz/1 h;
- 6 kV/0,2 kHz/1 h;
- 6 kV/0,2 kHz/1 h com resfriamento.

As amostras para essa análise foram retiradas de barras de \varnothing 12,7 mm e cortadas com aproximadamente 20 mm de comprimento. A preparação foi realizada na superfície da seção transversal da barra, seguido dos processos de lixamento e polimento.

Esse teste tem como finalidade avaliar a diferença da rugosidade superficial antes e depois dos tratamentos 3IP. A Figura 29 apresenta o modelo do equipamento utilizado para as análises de rugosidade, na qual foram definidos os valores da média aritmética da medições de rugosidade (Ra).

Figura 29 - Rugosímetro DIGIMESS modelo TR200 (Manual do Equipamento).

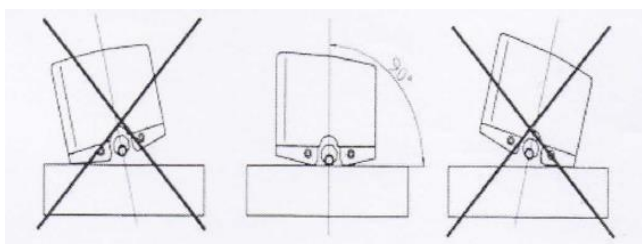


Fonte: Manual do Equipamento.

Após polida a superfície do material a ser analisada, as amostras foram limpas em banho de ultrassom e, em seguida, foram cuidadosamente feitas as limpezas com álcool isopropílico, com o propósito de eliminar todos os resíduos das etapas anteriores.

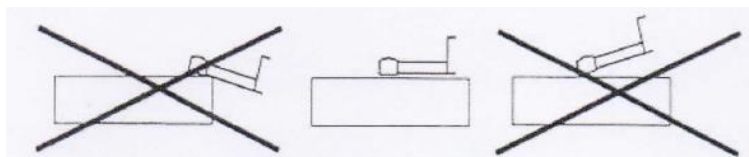
Em uma bancada as amostras e o equipamento foram posicionados seguindo a orientação, indicada nas Figura 30 e Figura 31.

Figura 30 - Posicionamento do Rugosímetro Portátil.



Fonte: Manual do Equipamento.

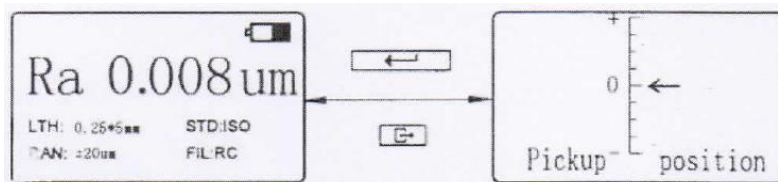
Figura 31 - Posicionamento da ponteira.



Fonte: Manual do Equipamento.

Para garantir que o posicionamento da ponteira em relação à superfície das amostras analisadas esteja correto, foi feito o ajuste fino no visor do equipamento, conforme Figura 32, em que a amostra é posicionada abaixando-a ou levantando-a em relação a ponteira, de modo que a seta que indica o nível esteja zerada, garantindo a confiabilidade dos resultados no teste.

Figura 32 - Ajuste fino do posicionamento da ponteira de análise.



Fonte: Manual do Equipamento.

As medidas de rugosidade das amostras foram feitas segundo escala R_a do equipamento (R_a é a média aritmética dos valores absolutos dos desvios do traço (Y_i) em relação à linha média, dentro do percurso de medição).

O comprimento da medição ou Cut-off utilizado foi de 0,25 mm e o número de Cut-off por análise foi dois. Nesse caso, para um Cut-off sendo 0,25 mm e o n° de Cut-off dois, o percurso total de medição por análise foi de $0,25 \times 2 = 0,50$ mm.

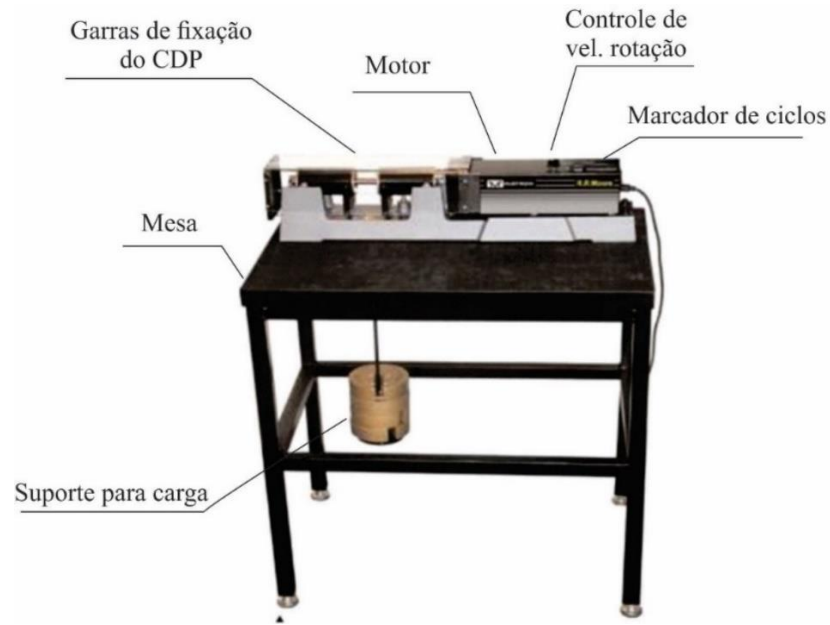
Depois de realizadas as medidas antes do tratamento, as amostras 1 e 2 de cada condição foram posicionadas dentro da câmara de implantação iônica e submetidas ao tratamento superficial. Em seguida, foram feitas novas medidas nas amostras tratadas para verificar a diferença na rugosidade gerada pelo processo.

4.9. ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

Os ensaios de fadiga por flexão rotativa para a obtenção das curvas S/N foram realizados no equipamento INSTRON® modelo R.R.Moore; esse modelo de equipamento segue as normas DIN 50113,1982 e ISO 1143, 2010.

Esse equipamento está disponível no Laboratório de Fadiga da Universidade Estadual Paulista, Campus de Guaratinguetá – FEG/UNESP, e pode ser visto na Figura 33.

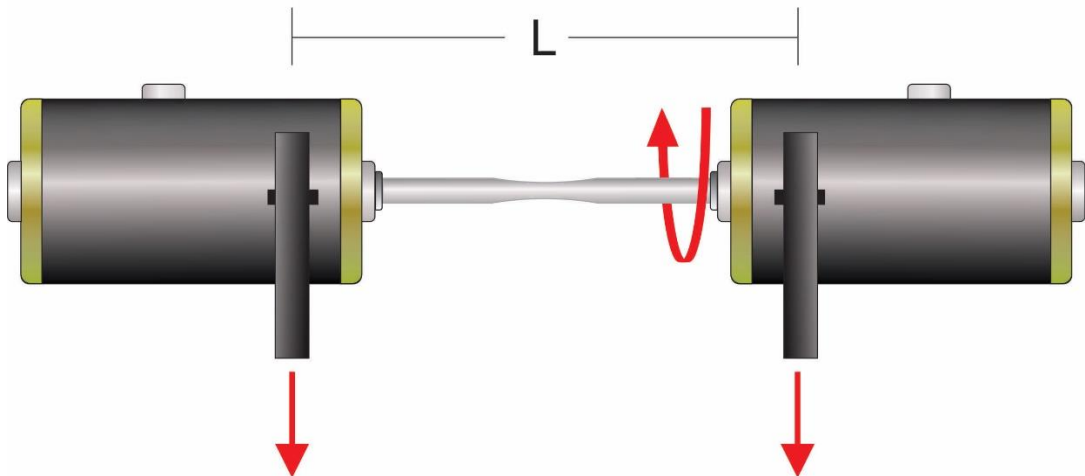
Figura 33 - Equipamento utilizado nos ensaios de fadiga por flexão rotativa - INSTRON®- modelo R.R.Moore.



Fonte: Manual do equipamento.

Para os ensaios de fadiga, os corpos de prova foram colocados nas garras de fixação do equipamento, conforme Figura 34. A dimensão “L” é a distância entre os pontos de aplicação de carga nas amostras.

Figura 34 - Esquema da fixação dos CDP's na máquina de fadiga por flexão rotativa.



Fonte: Próprio autor.

Esse ensaio consiste em um corpo de prova cilíndrico submetido a solicitações de flexão, enquanto o mesmo é rotacionado em torno do seu eixo, através de uma força motriz do equipamento. A flexão sofrida pelas amostras durante os ensaios é gerada pela aplicação de carga, indicadas nas setas da Figura 34, e podem variar de acordo com o peso adicionado no sistema e a condição a ser analisada.

A tensão aplicada durante o ensaio varia de acordo com a seguinte equação:

$$S = 16WL/\pi D^3$$

Sendo:

- S: Tensão (PSI);
- W: Total de carregamento das amostras, soma do suporte e o peso (libras);
- Distância entre a aplicação de força (polegadas);
- Diâmetro mínimo do corpo de prova (polegadas).

Os ensaios de fadiga por flexão rotativa foram realizados com razão de carregamento $R = -1$, o que significa que os cdp's ensaiados sofreram tensões de compressão e tração de maneira alternada a cada ciclo de carregamento. Conforme Figura 34, enquanto a região superior sofre uma tensão de compressão, a região inferior do cdp ocorre uma tensão de tração, devido à flexão gerada pelo peso do dispositivo e o movimento de rotação sobre um determinado eixo com rotação de 3500 rpm.

Os testes de fadiga para cada condição de tratamento (Material base, tratamento 3IP e anodização sulfúrica e crômica) foram realizados em quatro patamares de tensões de carregamento pré-estabelecidas, que foram definidos com base na tensão de escoamento (σ_e) teórica da liga de alumínio AA7050-T7451 e são os seguintes:

- 70% da σ_e da liga AA7050-T7451 = 328 MPa;
- 60% da σ_e da liga AA7050-T7451 = 281 MPa;
- 50% da σ_e da liga AA7050-T7451 = 234 MPa;
- 40% da σ_e da liga AA7050-T7451 = 188 MPa.

Os ensaios de fadiga foram conduzidos até a fratura total ou até completarem 10^6 ciclos. As curvas S/N foram obtidas a partir das condições a seguir:

- Material Base;
- Anodização sulfúrica;
- Anodização crômica;
- Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h);

- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h) sem pré limpeza com Argônio.
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h) com resfriamento;
- Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h);

Para os tratamentos 3IP, além das diferentes combinações de voltagem x frequência de impacto, foram realizados tratamentos com diferentes tempos de processos. Visto que, em outros trabalhos observou-se que diferentes tempos de tratamento com os mesmos parâmetros de voltagem e frequência de impacto podem gerar diferentes resultados nas curvas de fadiga. Conforme observou Bonora (2015), o aumento do tempo de tratamento promove um efeito negativo na curva S/N do material para determinadas condições para os aços ABNT 4340 e 15-5PH (BONORA, 2015).

4.10. CURVAS DE POLARIZAÇÃO

Para as análises das curvas de polarização os corpos de prova de fadiga por flexão rotativa foram submetidos a tratamentos superficiais. Após os ensaios de fadiga, os corpos de prova fraturados foram preparados para se obterem as curvas de polarização em ambiente aerado de cada condição. O objetivo dessa análise foi avaliar a eficiência dos tratamentos superficiais de 3IP em solução aquosa de 3,5% de NaCl na superfície do alumínio AA7050-T7451.

Após os ensaios de fadiga os corpos de prova foram preparados para análise. Em cada amostra foi feito um furo com rosca interna para inserir um parafuso de cobre que servisse de contato para o ensaio (eletrodo de trabalho). Em seguida, os corpos de prova foram imersos em álcool isopropílico em um dispositivo de ultra-som. A limpeza das amostras foi realizada durante 20 minutos.

Os experimentos eletroquímicos foram realizados em temperatura ambiente de 25°C, em uma célula contendo três eletrodos. O eletrodo de trabalho foi a liga de alumínio AA7050-T7451, revestida por anodização sulfúrica e com tratamento 3IP envolvidos por Teflon® e com área exposta 3,1cm². O eletrodo auxiliar utilizado foi uma haste de grafite e o eletrodo de referência foi Hg/Hg₂Cl₂ (KCl) saturado – KCl 3,5molar. Foi utilizado para análise o

equipamento Potentiostat/Galvanostat Model 283 e software 352 Soft Corr III, conforme Figura 35 pertencente ao Laboratório de Química da FEG/UNESP.

Os ensaios de corrosão para as superfícies de alumínio apenas polido e recobertas por anodização e tratamento 3IP (em diversas condições) foram realizados em meio aquoso contendo NaCl 1,0 mol L⁻¹ a temperatura 25°C, cujo pH= 6,0 da solução foi ajustado com solução de HCl ou com NaOH. A velocidade de varredura dos ensaios foi 10 mVs⁻¹. A partir dos ensaios de polarização foram obtidas as curvas de Tafel das amostras, das quais foram determinados parâmetros eletroquímicos (potencial de corrosão e densidades de correntes) que permitem avaliar a proteção contra a corrosão do material base e das amostras tratadas.

Figura 35 - Equipamento Potentiostat/Galvanostat Model 283 e software 352 Soft Corr III.



Fonte: Próprio autor.

4.11. ESPESSURA DA CAMADA ANODIZADA

As análises por microscopia óptica para verificar as espessuras das camadas de anodizações sulfúrica e crômica foram realizadas em um microscópio Nikon EPIPHOT 200, segundo normas ASTM E3, ASTM E7, ASTM E407 e ASTM E883, no Departamento de Materiais e Tecnologia na FEG/UNESP do campus de Guaratinguetá no LAIMat, Laboratório de Análise de Imagens.

No Laboratório Metalográfico do departamento DMT/FEG/UNESP foram adotadas as seguintes etapas para análise metalográfica:

- Seccionamento: Equipamento utilizado ISOMET 1000;
- Embutimento: Equipamento utilizado AROTEC PRE30M;
- Lixamento: Equipamento utilizado politriz STRUERS Labpol-5 e lixas de óxido de alumínio com granulometrias 220, 320, 400, 600 e 1000 mesh e água corrente;

- Polimento: Equipamento utilizado politriz STRUERS Labpol-5, lubrificante à base de óleo (Green lube), e rotação média de 300 rpm. Para auxiliar o polimento foram utilizadas suspensões de diamantes de 9 μm e 3 μm e pano de polimento correspondente (Pano DiaMat da marca Allied). Para finalizar, a superfície da amostra foi polida com sílica coloidal 0,05 μm com pano de polimento correspondente (Pano Chem-Pol da marca Allied) e novamente o auxílio de água corrente;
- Captura de imagens: as imagens realizadas foram feitas no equipamento Nikon EPIPHOT 200 com ampliação de 500X.

4.12. PROCESSOS DE ANODIZAÇÃO SULFÚRICA E CRÔMICA

Os processos de anodização sulfúrica e crômica foram realizados pela empresa Metinjo Metalização Industrial Joseense Ltda., sobre toda a superfície do corpo de prova, com parâmetros da Tabela 14 e Tabela 15.

As selagens foram realizadas pela imersão da peça em uma solução aquosa com acetato de níquel, a uma temperatura entre 90 e 98 °C, durante 40 minutos.

Tabela 14 - Parâmetros da anodização sulfúrica.

Eletrólito	Ácido sulfúrico 98%
Concentração de eletrólito (g/L)	225 a 235 g/L
Volume	7.200 L
Anodização Sulfúrica	Incolor Tipo I Classe I
Temperatura	17°C
Espessura da camada	12 a 15 μm

Fonte: Próprio autor.

Tabela 15 - Parâmetros da anodização crômica.

Eletrólito	Acromação em escamas – Crometo diluído
Concentração de eletrólito (g/L)	50 a 60 g/L
Volume	7.050 L
Anodização Crômica	Classe II – Selada
Temperatura	33°C
Espessura da camada	2 a 6 μm

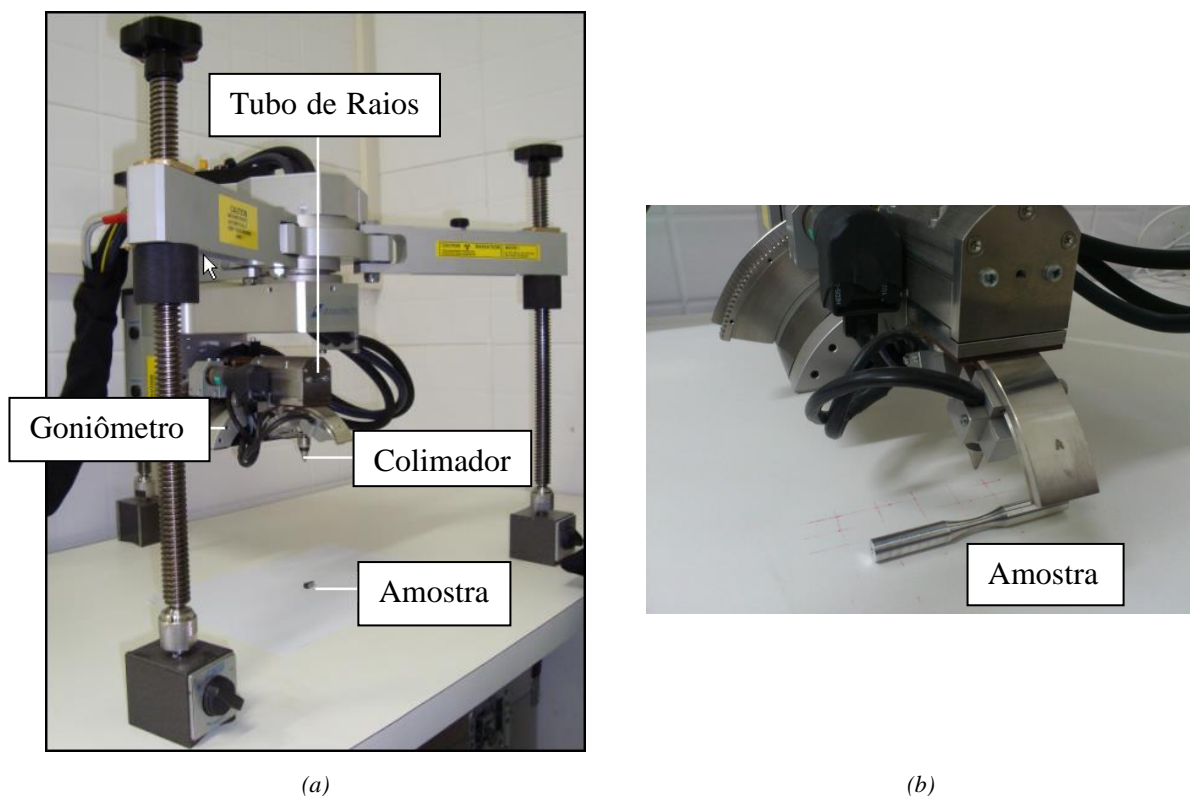
Fonte: Próprio autor.

4.13. TENSÃO RESIDUAL

As medições do valor absoluto das tensões residuais foram realizadas por método de difração de raios X utilizando equipamento *X Stress 3000*. Esse método é bem estabelecido e eficaz para determinar as tensões, residuais e aplicadas, em materiais cristalinos. O método permite qualificar e quantificar em magnitude e direção as tensões superficiais existentes em dado ponto da amostra analisada.

O equipamento mede as tensões residuais com base na lei de Bragg. Na Figura 36 é possível visualizar o equipamento utilizado para a análise realizada no Laboratório de Análise de Tensões - LAT - UFF.

Figura 36 - Equipamento utilizado para medição de tensão residual. (a) vista geral do equipamento utilizado para análise, (b) vista do colimador e de uma amostra de alumínio.



Fonte: Próprio autor.

O aparelho utilizado para a análise de tensão residual possui os seguintes componentes:

- Unidade de controle com fonte de alta tensão;
- Sistema de arrefecimento;
- Fonte de alta tensão e tubo de raios x;

- Tubo de raios x;
- Colimador;
- Goniômetro.

No Laboratório de Análise de Tensões (LAT/UFF) foram medidas as tensões residuais dos corpos de prova de fadiga da liga de alumínio AA7050-T7451 com e sem tratamentos superficiais nas condições a seguir:

- Material Base;
- Anodização sulfúrica;
- Anodização crômica;
- Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h).
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/1 h) sem limpeza de Argônio;
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento);

Foram analisadas por difração de raios-X, nas direções, longitudinal (L) e transversal (T), no centro de cada CDP, com os parâmetros de análises apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 - Parâmetros utilizados no sistema de análise das tensões residuais.

Diâmetro do Colimador (mm)	2
Ângulo de incidência (2Θ)	156,98
Plano de difração (hkl)	(222)
Radiação	CrK α
Comprimento de onda (λ) CrK α	2,2909Å
Corrente (mA)	6,7
Tensão (kV)	30
Inclinação Ψ	0°; 20,7°; 30°; 37,7°; 45°
Tempo de exposição por ângulo Ψ (s)	10

Fonte: Próprio autor.

4.14. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV

4.14.1. Análise Fractográfica

Após os ensaios de fadiga por flexão rotativa foram feitas análises da superfície de fratura para determinar o mecanismo de falha nas seguintes condições:

- Material Base;
- Anodização crômica;
- Anodização sulfúrica;
- Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h);
- Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento);
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h);

Para realizar as análises superficiais foram feitos cortes transversais nas amostras ensaiadas na região da fratura. Em seguida, as amostras passaram por limpeza em banho ultrassônico com auxílio de álcool isopropílico.

As fraturas foram examinadas em microscópios eletrônicos de varredura ZEISS EVO LS15, disponível na Universidade Estadual Paulista FEG/UNESP - Campus de Guaratinguetá. Outras análises de MEV foram realizadas no Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento da Universidade do Vale do Paraíba/UNIVAP no microscópio eletrônico de varredura ZEISS EVO LS15.

4.14.2. Análise Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

As análises de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) foram realizadas nas superfícies amostras nas seguintes condições:

- Material base;
- Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h);
- Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h).

Com o objetivo de identificar a interferência do tratamento de implantação iônica por imersão a plasma na liga AA7050-T7451, em relação a distribuição dos elementos na matriz e regiões superficiais em cada condição. Para isso as amostras do material base e com tratamento foram seccionadas na seção transversal. Em seguida, foram embutidas e preparadas com os processos de lixamento e polimento, por fim, foram atacadas com reagente Keller.

As análises de EDS foram examinadas em microscópios eletrônicos de varredura ZEISS EVO LS15, disponível na Universidade Estadual Paulista FEG/UNESP - Campus de Guaratinguetá.

5. DISCUSSÃO DE RESULTADOS

5.1. LIGA AA7050-T7451

Observa-se na Tabela 17 os valores da composição química (% em massa) da liga de alumínio AA7050-T7451 obtidos via espectrometria óptica, segundo norma ASTM A751-11.

Tabela 17 - Composição Química da Liga AA7050-T7451 (% em massa)

Elementos	Al Alumínio	Cr Cromo	Cu Cobre	Fe Ferro	Mg Magnésio
Concentração média obtida (%)	≅ 89,6	0,023	2,15	0,12	1,90

Elementos	Mn Manganês	Si Silício	Ti Titânio	Zn Zinco	Zr Zircônio
Concentração média obtida (%)	0,013	0,08	0,037	5,99	0,10

Fonte: Próprio autor.

Conforme especificação AMS 4050J (2014) e UNS A97050, a liga AA 7050-T7451 apresenta como principais elementos: Al-Zn-Mg-Cu. Sendo o Zinco (Zn), o elemento de liga com maior porcentagem (em massa) depois do Al, caracterizando a liga 7xxx. Essa liga pertence à série das ligas de alumínio que apresenta os maiores níveis de resistência mecânica, tenacidade à fratura e com boa resistência à corrosão (AA, 2000).

5.2. TRATAMENTO IMPLANTAÇÃO IÔNICA POR IMERSÃO A PLASMA

Após definir as temperaturas de tratamento durante os processos de implantação iônica realizados, foram adotados parâmetros de voltagem e frequência de pulso, para que os tratamentos de 3IP não atingissem temperaturas superiores ao segundo envelhecimento da liga (SILVA, 2007a).

Notou-se que as temperaturas iniciais das implantações realizadas não são iguais, isso acontece pois antes da etapa de implantação com nitrogênio, todo o conjunto passa por um processo de limpeza com gás argônio dentro da câmara. Esse processo é feito com os mesmos parâmetros de frequência de impacto adotados durante o procedimento de implantação que ocorre posteriormente, e com voltagem de 5 kV em todos os casos. E por isso, o aumento de

frequência aumenta diretamente o volume de colisões das partículas, variando assim a temperaturas iniciais dos tratamentos que começam após os quinze minutos de limpeza, essa variação na temperatura inicial interfere nas propriedades das amostras tratadas.

Temperaturas iniciais muito próximas são observadas na Tabela 18 e Figura 37 para as condições de tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h/sem argônio), (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/resfriamento) e (10 kV/0,1 kHz/2 h) com 58,5, 57,6, 59,4 e 51,8 °C, respectivamente.

Observa-se para as condições de tratamento (6 kV/0,5 kHz/3 h) e (6 kV/0,5 kHz/2 h) temperaturas iniciais semelhantes, 80,1 e 66,8 °C, respectivamente. Essas temperaturas são maiores do que as temperaturas iniciais dos tratamentos realizados com 0,2 kHz e 0,1 kHz, associado ao aumento das colisões de partículas. Apesar da frequência de tratamento para a condição (5 kV/1,0 kHz/2 h/sem argônio) ser a mais alta, como o material não passou pela etapa de limpeza com argônio, a medição da temperatura inicial nessa condição foi mais baixa.

Por fim, as temperaturas iniciais das condições de tratamento (9 kV/0,2 kHz/3 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h) foram 94,1 e 111,3 °C, respectivamente.

O primeiro tratamento superficial realizado foi com maiores níveis de energia de pulso, adotando uma combinação que não ultrapasse a temperatura do segundo envelhecimento da liga AA7050-T7451. O par adotado de voltagem e frequência foi (9 kV/0,2 kHz/3 h). A temperatura da câmara se manteve praticamente constante após 90 minutos de tratamento, com pico de 148,7 °C e permaneceu entre as duas faixas de temperaturas de envelhecimentos do material de acordo com a condição T7451.

Para as condições (6 kV/0,5 kHz/3 h) e (6 kV/0,5 kHz/2 h), os picos de temperatura aconteceram na última meia hora de tratamento, com patamares em torno de 148,7 e 175,8 °C, respectivamente. Para (6 kV/0,5 kHz/2 h) a temperatura máxima atingida ficou entre a primeira (115-125 °C) e a segunda temperatura de envelhecimento (160-170 °C). Na condição de tratamento com 3 horas a temperatura máxima ultrapassou o segundo envelhecimento da liga. Ou seja, o tempo de tratamento interfere na máxima temperatura dentro da câmara durante o processo.

O tratamento na condição (6 kV/0,5 kHz/1 h), apesar de ter sido realizado com frequência de 0,5 kHz, atingiu a maior temperatura inicial entre os tratamentos estudados, chegando à 117 °C até atingir o valor máximo de 152 °C. O aumento da temperatura inicial nessa condição está relacionado a problemas com o sistema, que pela presença de impureza gerou arco elétrico e tornou necessário um tempo maior de limpeza com argônio, que foi de trinta minutos nessa condição.

Na implantação realizada com os parâmetros (5 kV/1,0 kHz/2 h) o pico de temperatura foi observado após 60 minutos. Logo após 30 minutos de tratamento, a câmara ultrapassou o patamar de temperatura do segundo envelhecimento da liga (160-170 °C) e se manteve acima até o fim do tratamento. A temperatura máxima atingida nessa condição foi de 251,1 °C.

Para a condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) não foi realizado o procedimento de limpeza com argônio, o intuito era diminuir a temperatura inicial do sistema, visto que, durante a limpeza de argônio a câmara sofre aquecimento. A temperatura inicial sofreu uma queda de 50 °C, porém, a temperatura de tratamento ultrapassou o segundo envelhecimento após 120 minutos e atingiu o valor máximo de 256,5 °C.

Conforme indicado na Tabela 18 e Figura 37 a temperatura mais alta para a condição (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento) foi de 75,6 °C. Onde houve paradas de resfriamento do sistema a cada 30 minutos de tratamento. O objetivo foi diminuir a temperatura dentro da câmara durante a implantação. A temperatura mais elevada nessa condição foi medida após 210 minutos de tratamento, 16 °C mais baixa do que a obtida no tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h) que foi de 91,8 °C. Ambos os casos apresentam temperaturas máximas menores do que a primeira faixa de temperatura de tratamento térmico de envelhecimento da liga (115-125 °C).

Para a condição (10 kV/0,1 kHz/2 h), a temperatura inicial medida foi de 51,8 °C, a menor quando comparada às demais condições. A redução da frequência de 0,2 kHz para 0,1 kHz proporcionou uma queda na temperatura inicial em torno de 10%.

Assim como na maioria dos tratamentos a temperatura mais alta foi obtida na última tomada de temperatura do sistema, cerca de 116,9 °C, dentro da faixa do primeiro tratamento térmico de envelhecimento (115-125 °C).

As temperaturas finais de tratamento 3IP mais elevadas do que a referência do segundo tratamento térmico de envelhecimento (160-170 °C) foram obtidas por (5 kV/1,0 kHz/2 h/sem argônio), (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (6 kV/0,5 kHz/3 h). Com base na Tabela 18 e Figura 37, pode-se afirmar que as temperaturas mais altas de tratamento resultaram da maior frequência de impacto (1,0 kHz). Também se observou que a taxa de aquecimento, ou inclinação da curva da Figura 37, está diretamente associada à frequência de impacto. Quando nos tratamentos são adotadas frequências equivalentes, as taxas de aquecimentos são semelhantes, porém a temperatura máxima durante o tratamento é maior nos casos em que a voltagem é maior.

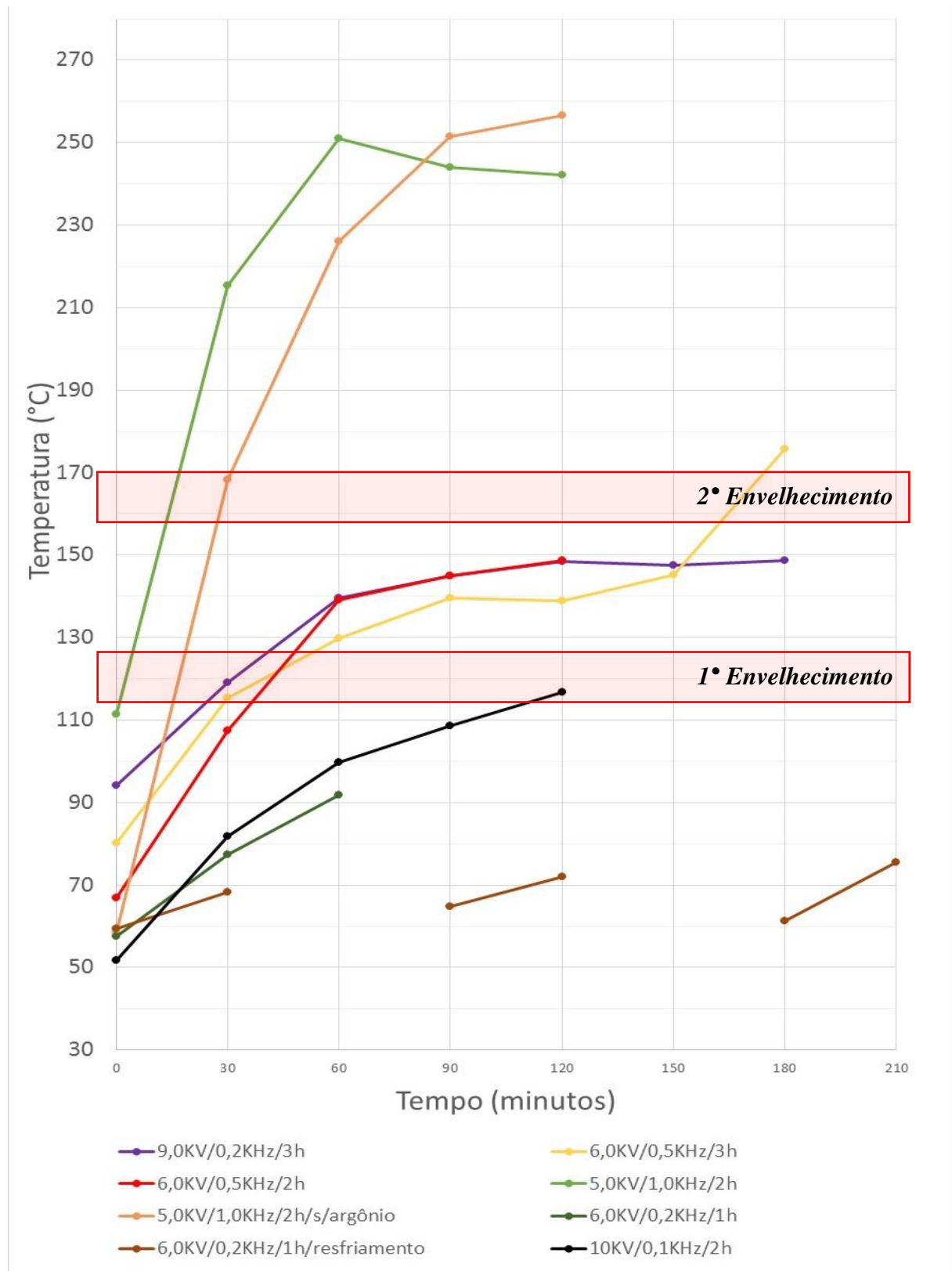
Tabela 18 - Temperaturas dos tratamentos de implantação iônica por imersão a plasma.

Parâmetro	Voltagem kV	Frequência kHz	Temperatura °C							
			0 min	30 min	60 min	90 min	120 min	150 min	180 min	210 min
1	9	0,2	94,14	119,0	139,7	144,9	148,5	147,6	148,7	-
2	6	0,5	80,1	115,4	129,8	139,7	139,0	145,1	175,8	-
3	6	0,5	66,8	107,5	139,1	144,9	148,7	-	-	-
4	6	0,5	117,0	139,0	152,0	-	-	-	-	-
5	5	1,0	111,3	215,3	251,1	243,9	242,1	-	-	-
6	5*	1,0	58,5	168,3	226,1	251,5	256,5	-	-	-
7	6	0,2	57,6	77,4	91,8	-	-	-	-	-
8	6	0,2	59,4	68,4	-	64,8	72,0	-	61,2	75,6
9	10	0,1	51,8	81,7	99,7	108,7	116,9	-	-	-

* Sem pré limpeza com gás argônio.

Fonte: Próprio autor.

Figura 37 - Curvas de temperatura dos tratamentos utilizados em corpos de prova de fadiga por flexão rotativa.



Fonte: Próprio autor.

5.3. MICROINDENTAÇÃO

Os valores de microdureza foram obtidos das microindentações efetuadas para analisar os efeitos gerados pelos diferentes parâmetros de tratamento 3IP em relação ao comportamento mecânico da liga de alumínio AA7050-T7451.

De modo geral, as microdurezas mantiveram-se constantes nos núcleos das amostras com e sem tratamento 3IP. Isso significa que o tratamento 3IP alterou os valores de microdurezas na região da superfície dos materiais tratados.

Os valores de microdureza da liga de alumínio AA7050-T7451 mantiveram-se constantes em toda região de análise da superfície polida. O valor médio com desvio padrão do material base foi igual $154 \pm 1,9$ HV. Esse valor está de acordo com as medidas reportadas por AMS 4050 (2014) e Camargo (2007).

Para as condições de tratamento (9 kV/0,2 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/1 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h) os valores de microdureza, na região da superfície, foram os menores comparados ao material base: 136, 134, 135 e 139 HV, respectivamente. Porém, os valores aumentaram a medida que as microindentações foram se aproximando do núcleo até atingirem 153, 149, 149 e 153 HV. Relacionando a Tabela 18 e Tabela 19, verifica-se que nestas condições os valores das temperaturas iniciais dos tratamentos 3IP foram os maiores, sendo 94, 80, 117 e 111 °C, respectivamente. A alta temperatura interferiu de maneira negativa na resistência mecânica da superfície da liga, região onde ocorre as nucleações das trincas nos ensaios de fadiga.

Para as condições de tratamento (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h/sem Argônio) os valores de microdurezas estão mais próximos dos valores do material base, sendo 143 HV em ambos os casos. Suas temperaturas iniciais foram 66,8 e 58,5 °C, respectivamente. Enquanto que as temperaturas mais altas atingidas durante o tratamento foram 148,7 e 256,5 °C.

Os parâmetros de tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/resfriamento) tiveram valores de microdureza na superfície ligeiramente maiores (6%) quando comparados ao material base, 164 e 165 HV, respectivamente. Sendo que, as temperaturas iniciais dos processos foram 57,6 e 59,4 °C, respectivamente.

O tratamento 3IP realizado com a combinação maior voltagem e menor frequência de impacto de trabalho (10 kV/0,1 kHz/2 h) gerou a temperatura inicial mais baixa e um ganho de 18% da microdureza (181 HV) em relação ao material base.

Tabela 19 - Perfil de Microdureza (HV) do MB e com tratamentos 3IP.

Ponto (mm)	Material base	9 kV 0,2 kHz 3 h	6 kV 0,5 kHz 3 h	6 kV 0,5 kHz 2 h	6 kV 0,5 kHz 1 h	5 kV 1,0 kHz 2 h	5 kV* 1,0 kHz 2 h	6 kV 0,2 kHz 1 h	6 kV 0,2 kHz 1h **	10 kV 0,1 kHz 2 h
0	155	136	134	143	135	139	143	164	165	181
0,05	152	138	137	150	138	138	147	159	163	168
0,10	155	142	142	149	143	142	149	157	159	178
0,15	152	146	142	153	147	146	154	150	156	168
Núcleo	156	153	149	152	149	153	155	153	153	155

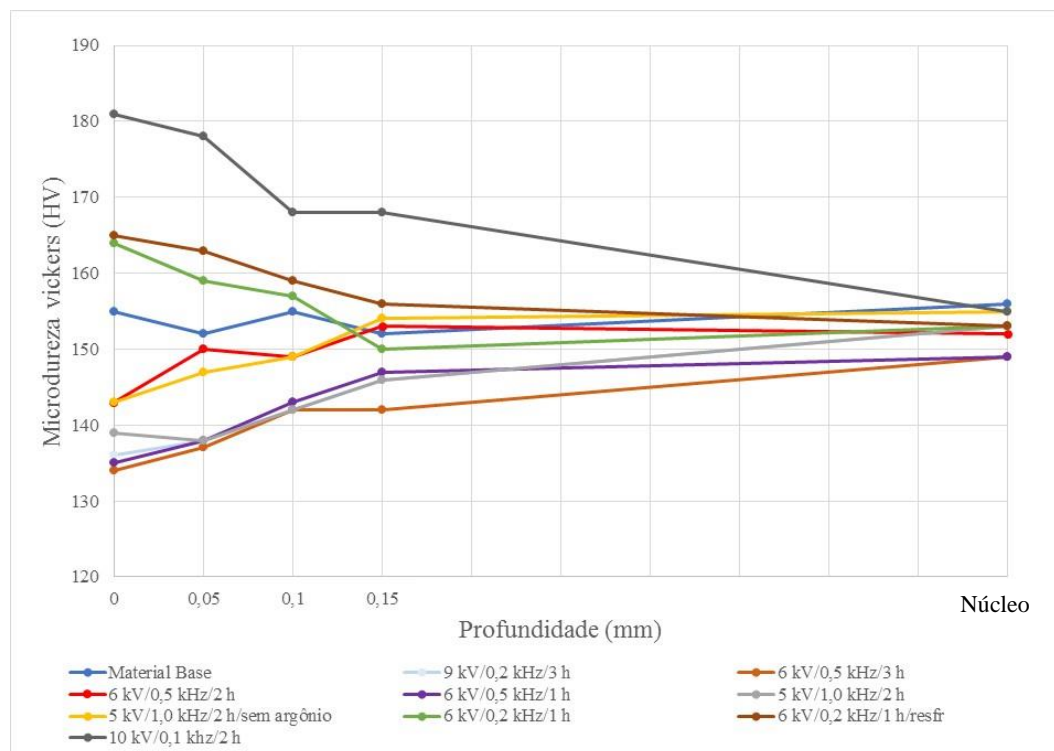
* Sem limpeza de argônio

** Com parada de resfriamento durante o tratamento.

Fonte: Próprio autor.

Na Figura 38 é possível observar o perfil de microindentação do material base e das amostras tratadas com 3IP, nota-se que em todas as condições de tratamento os valores de microdureza na superfície foram diferentes em relação ao material base. O processo 3IP gerou uma interferência apenas nas camadas superficiais do material.

Figura 38 - Perfil de microdureza (HV0,025).



Fonte: Próprio autor.

5.4. NANOINDENTAÇÃO

A Tabela 20 e Figura 39 apresentam os valores dos ensaios de nanoindentação (GPa) vs. profundidade (μm) das amostras nas condições: Material Base e tratados nas condições (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h).

Tabela 20 – Valores de Nanodureza (GPa) das amostras ensaiadas.

Profundidade (μm)	Material base (MB)	5 kV/1,0 kHz/2 h	10 kV/0,1 kHz/2 h
0	1,88	1,37	3,25
10	1,98	1,66	2,57
20	2,01	1,76	2,62
30	1,91	1,81	2,60
40	1,92	1,70	3,19
50	1,92	1,74	3,31
60	2,29	1,79	3,75
70	2,00	1,74	3,87
80	1,87	1,74	4,16
90	1,86	1,76	4,56

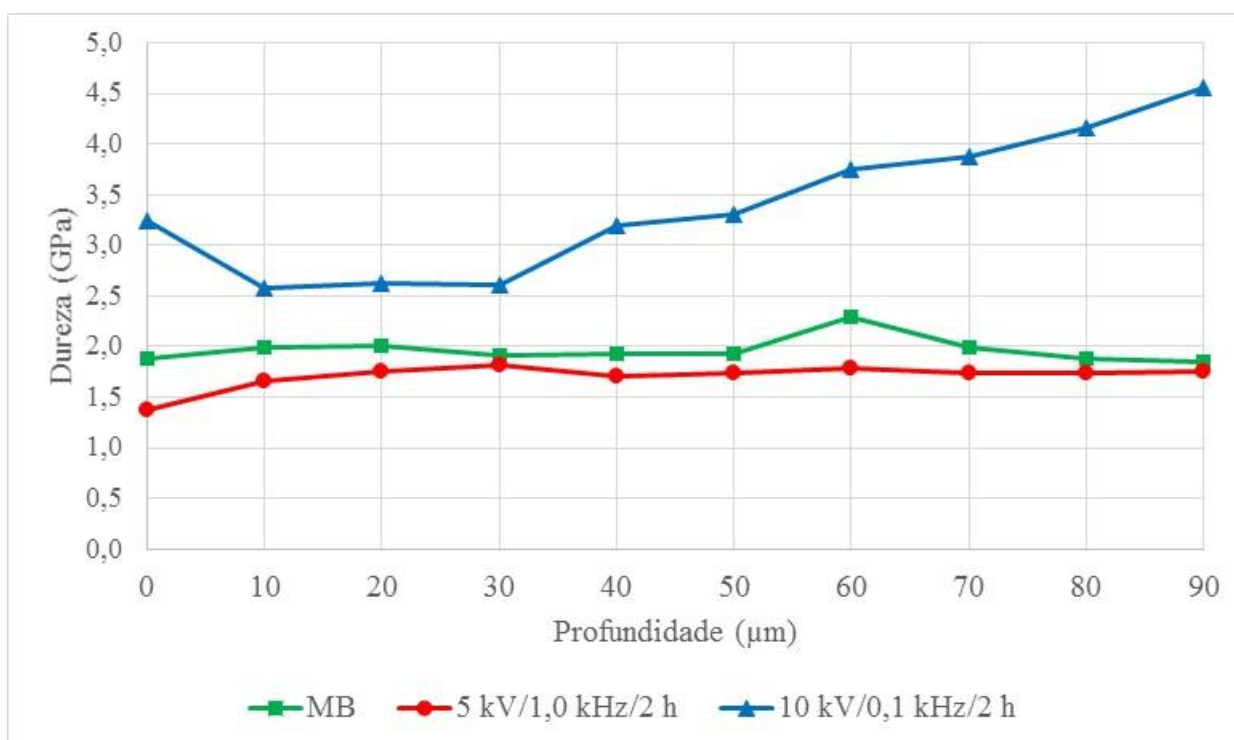
Fonte: Próprio autor.

Tomando como base os valores de nanodureza do MB, percebe-se que, por toda a extensão da superfície de análise, os valores de nanodureza mantiveram-se constantes. O valor médio foi de $1,96 \pm 0,13$ GPa.

Na condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) houve uma ligeira queda na resistência mecânica do material em todos os pontos analisados, quando comparados ao material base.

Nessa condição de menor voltagem (5 kV) e maior frequência de pulso (1,0 kHz), obtiveram-se as maiores temperaturas iniciais ($111,3$ °C) e máximas ($251,1$ °C), comparado aos outros tratamentos de implantação iônica. Esse aumento na temperatura gerou uma queda de 1,88 GPa para 1,37 GPa (27%) na nanodureza próxima da superfície, quando comparado ao material base.

Figura 39 - Gráfico Dureza (GPa) vs. Profundidade (μm) obtido pela indentação instrumentada para a liga de alumínio AA7050-T7451.



Fonte: Próprio autor.

No caso do tratamento realizado com a maior voltagem (10 kV) e menor frequência de pulso (0,1 kHz), os valores de nanodureza foram maiores quando comparados aos do material base. Nota-se que, na superfície da amostra, o valor de dureza foi 3,25 GPa, um aumento de 73% em relação ao valor de dureza da superfície do MB. Os próximos 3 pontos analisados tiveram valores próximos à 2,60 GPa. Em seguida, na profundidade de 40 μm o valor obtido foi 3,19 GPa. A partir daí os valores aumentaram gradativamente até atingir 4,56 GPa na distância de 90 μm em relação à superfície. Esse valor é 145% maior que o valor da amostra do MB e cerca de 159% maior do que o material com tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/ 2h).

O tratamento 3IP na condição (10 kV/0,1 kHz/2 h) possibilitou uma implantação de íons de nitrogênio nas regiões mais próximas da superfície dos materiais e o rearranjo dos precipitados através da difusão geradas com a variação da temperatura. Dessa forma, ocorreu uma reordenação na estrutura cristalina do material pela implantação de átomos de nitrogênio e pela formação e ou aglomeração de precipitados. Essa reorganização de precipitados somada à distorção da rede cristalina pelos átomos de nitrogênio atuou como barreira à movimentação das discordâncias durante o processo de deformação plástica, de forma que a interação entre os campos de tensão dos precipitados e das discordâncias conduziu ao aumento de resistência

mecânica depois do tratamento 3IP (ASM, 2004b; ESKIN, 2003; MEYERS, CHAWLA, 2009; SILVA, 2007a; STARKE, STALEY, 1996; TOTTEN, MACKENZIE, 2003).

5.5. DIFRAÇÃO DE RAIO-X

A Figura 40 apresenta análises por DRX com picos característicos relacionados aos compostos de alumínio (Al), AlN e Al₂O₃ nas condições material base, (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h).

Analisados entre $10^\circ < 2\Theta < 70^\circ$ foram observados no material base picos em $2\Theta = 17,43^\circ$; $20,21^\circ$; $33,79^\circ$; $35,33^\circ$; $41,09^\circ$; $54,18^\circ$ e $63,45^\circ$ relacionados respectivamente aos planos (111), (200), (311), (222), (400), (511) e (600) do elemento Al. O óxido de alumínio Al₂O₃ tem seu pico característico localizado na mesma posição do plano (111)_{Al} e, portanto, foi considerado que este pico representa uma contribuição dos dois compostos, Al e Al₂O₃.

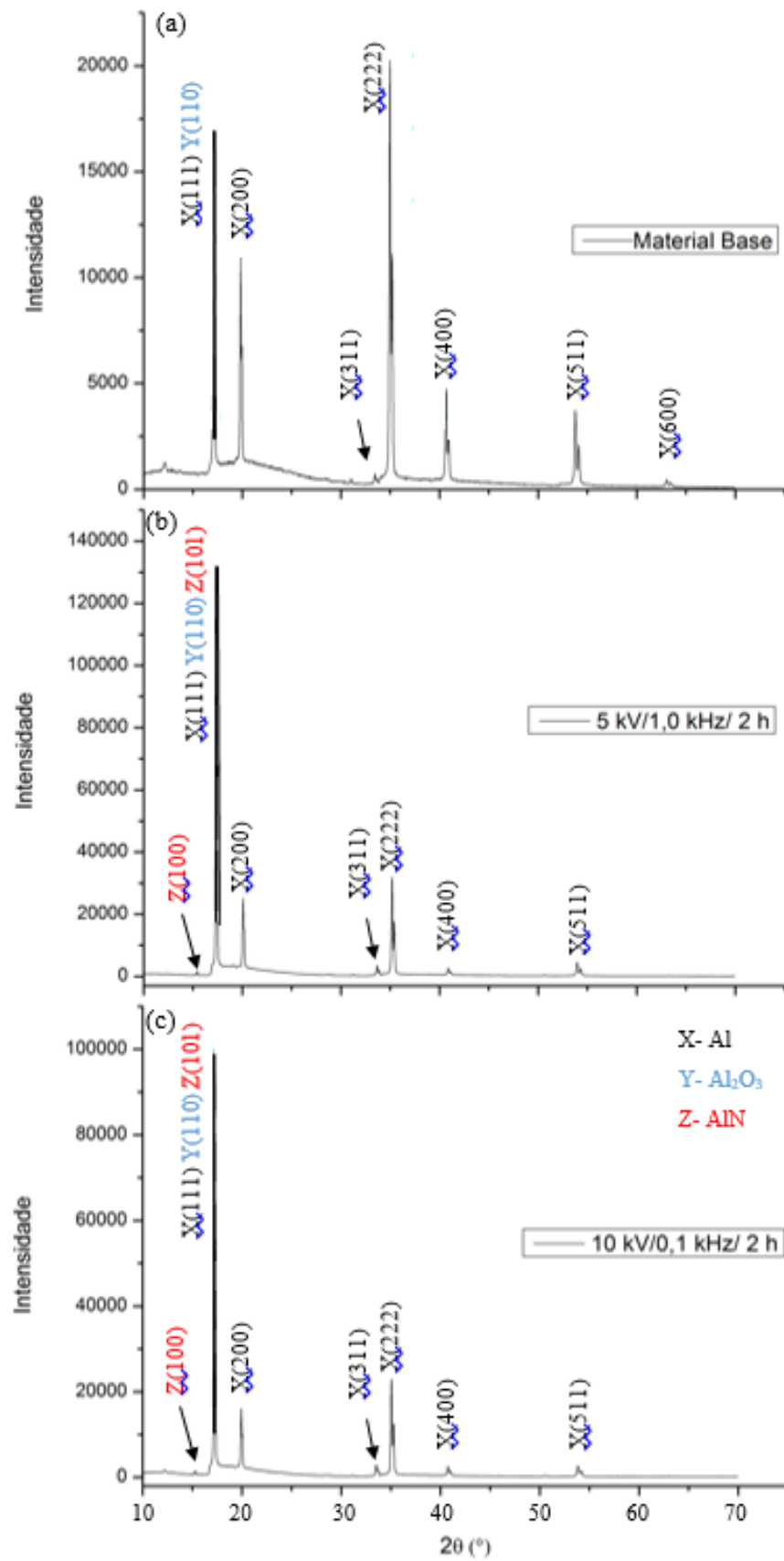
Nas condições (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h) pode se observar (além dos compostos indexados no material base) em $2\Theta = 15,13^\circ$ e $17,40^\circ$, picos relacionados aos planos de difração (100) e (101) pela presença do nitreto de alumínio AlN.

Na Figura 40 é possível observar que os tratamentos 3IP proporcionaram uma mudança cristalográfica no material, confirmada pela presença de diferentes intensidades relativas de picos nos espectros. Nota-se a formação de picos referentes à AlN nos planos cristalográficos (100) e (101) e Al₂O₃ nos planos cristalográficos (110). A formação da camada de nitreto de alumínio pode contribuir para o aumento da resistência mecânica do material.

Condições diferentes de tratamento 3IP atuaram de maneiras diferentes na liga AA7050-T7451, na condição (5 kV/1,0 kHz/2 h), por conta das altas temperaturas atingidas, o tratamento proporcionou uma maior difusão e aglomeração das partículas, reduzindo a resistência do material. Para o tratamento (10 kV/0,1 kHz/2 h) a alta energia de impacto e a baixa temperatura do processo favoreceu a formação de nitretos de alumínio, aumentando a resistência mecânica na superfície, verificado nos ensaios de micro e nanodureza

Camilo (2013) observou os mesmos planos cristalográficos para a liga de alumínio AA7050 encontrados nesse trabalho relacionados aos planos (111), (200), (311) e (222) do composto Al.

Figura 40 - Análise por DRX: material base (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h).



Fonte: Próprio autor.

5.6. ENSAIO DE TRAÇÃO

Os ensaios mecânicos de tração foram realizados à temperatura ambiente para determinar as propriedades do material referente a: limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento percentual. A Tabela 21 apresenta os valores dos ensaios de tração da liga AA7050-T7451 realizados em três corpos de prova e a média entre eles.

Tabela 21 - Valores médios dos ensaios de tração da liga AA7050-T7451.

	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência (MPa)	Alongamento (%)
Especificado	469	524	11
CDP 1	480	535,2	11,3
CDP 2	466	518,6	12,6
CDP 3	470	534,1	11,7
Média	472 ± 7	529 ± 9	12 ± 1

Fonte: Próprio autor.

Conforme observado na Tabela 21 a média dos ensaios de tração foram: limite de escoamento 472 MPa ± 7; Limite de resistência à tração 529 MPa ± 9 e Alongamento 12% ± 1. A liga de alumínio ensaiada está dentro das especificações segundo os valores indicados pelas normas AMS 4050 (2014) e UNS A97050, onde o limite de escoamento do material deve ser 469 MPa, resistência à tração de 524 MPa e alongamento 11%.

5.7. ENSAIO DE RUGOSIDADE

Com os ensaios de rugosidade realizados antes e depois do tratamento de implantação iônica por imersão a plasma em duas amostras por condição de tratamento 3IP. Foi possível analisar que em todos as condições de tratamentos houve uma tendência em reduzir as rugosidades medidas nas superfícies polidas. O intuito dessa análise foi verificar se as implantações modificariam as superfícies dos materiais de modo que prejudicassem os valores das curvas S/N.

A Tabela 22 mostra que os valores de rugosidade para a condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) tiveram uma redução média nas rugosidades de 26,5%.

Tabela 22 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h).

5 kV/1,0 kHz/2 h	CDP 1		CDP 2	
	Material Polido	Material Tratado	Material Polido	Material Tratado
1	0,233	0,133	0,158	0,124
2	0,249	0,176	0,179	0,167
3	0,301	0,209	0,204	0,149
4	0,189	0,213	0,252	0,231
5	0,252	0,177	0,298	0,121
Média	0,245	0,182	0,218	0,158
Desvio Padrão	0,040	0,032	0,057	0,045
Redução	26%		27%	

Fonte: Próprio autor.

Tabela 23 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/1 h).

6 kV/0,5 kHz/1 h	CDP 1		CDP 2	
	Material Polido	Material Tratado	Material Polido	Material Tratado
1	0,246	0,224	0,176	0,044
2	0,255	0,208	0,296	0,033
3	0,032	0,038	0,020	0,144
4	0,395	0,198	0,194	0,034
5	0,033	0,284	0,035	0,146
6	0,409	0,169	0,031	0,118
7	0,095	0,243	0,356	0,022
8	0,283	0,112	0,156	0,024
9	0,066	0,060	0,230	0,068
10	0,338	0,052	0,041	0,176
Média	0,215	0,159	0,154	0,081
Desvio Padrão	0,147	0,088	0,120	0,059
Redução	26%		47%	

Fonte: Próprio autor.

Para a condição de tratamento (6 kV/0,5 kHz/1 h) a Tabela 23 apresenta queda da rugosidade R_a após tratamento, com valor médio de 36,5%.

A Tabela 24 apresenta os valores de rugosidade da condição de tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h). A média na queda de rugosidade das amostras analisadas foi de 45,5%.

A Tabela 25 mostra uma queda de valor médio igual a 65,6%.

Tabela 24 - Rugosidade R_a (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h).

6,0 kV/0,2 kHz/1 h	CDP 1		CDP 2	
	Material Polido	Material Tratado	Material Polido	Material Tratado
1	0,040	0,041	0,100	0,198
2	0,031	0,095	0,105	0,133
3	0,121	0,097	0,582	0,101
4	0,129	0,040	0,317	0,149
5	0,214	0,054	0,362	0,118
Média	0,107	0,065	0,293	0,140
Desvio Padrão	0,075	0,028	0,201	0,037
Redução	39%		52%	

Fonte: Próprio autor.

Das tabelas de rugosidades é possível observar que todos os tratamentos 3IP proporcionaram reduções nos valores de rugosidade nas superfícies das amostras tratadas. O bom acabamento na superfície das amostras é importante para os ensaios de fadiga por flexão rotativa, visto que a nucleação da trinca no ensaio parte da superfície do material, região com maior tensão aplicada.

De acordo com as tabelas de rugosidade há uma tendência na redução de frequência de impacto e maior diminuição na rugosidade dos materiais tratados. Os valores de redução na rugosidade R_a variaram de 26% na condição com frequência de 1,0 kHz até 85% de redução para a condição de tratamento com 0,2 kHz com paradas de resfriamento. Outros autores também observaram essa redução na rugosidade das amostras após o tratamento 3IP. Segundo Liu o tratamento 3IP proporcionou uma queda de 83,3% na rugosidade do aço AISI 52100, aumento na microdureza e melhora de 236,3% na resistência à fadiga quando tratado com uma voltagem de 35 kV e frequência de pulso de 80 Hz (LIU et al., 2007)

Tabela 25 - Rugosidade Ra (μm) antes e depois do tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h) com resfriamento.

6,0 kV/0,2 kHz/1 h c/ resfriamento	CDP 1		CDP 2	
	Material Polido	Material Tratado	Material Polido	Material Tratado
1	0,437	0,203	0,683	0,040
2	0,154	0,240	0,387	0,011
3	0,480	0,218	0,218	0,180
4	0,215	0,156	0,222	0,086
5	0,641	0,071	0,297	0,020
6	0,153	0,152	0,797	0,086
7	0,110	0,150	0,409	0,044
Média	0,313	0,170	0,430	0,067
Desvio Padrão	0,205	0,056	0,226	0,058
Redução	46%		85%	

Fonte: Próprio autor.

5.8. ENSAIO DE FADIGA POR FLEXÃO ROTATIVA

Os resultados de fadiga por flexão rotativa dos grupos de corpos-de-prova nas condições material base, com revestimento de anodização sulfúrica, com revestimento de anodização crômica e com tratamento 3IP em diversas condições estão representados na Tabela 26.

Tabela 26 - Valores dos ensaios de fadiga por flexão rotativa.

(continua)

Tensão (MPa)	Material Base	Anodização Sulfúrica	Anodização Crômica	Tratamento 3IP		
				9 kV 0,2 kHz 3 h	6 kV 0,5 kHz 3 h	6 kV 0,5 kHz 2 h
				Número de ciclos (N)		
	12698	10076	11007	13518	4779	16991
328	14253	8210	8607	11683	10973	12800
	12372	-	-	-	-	-
Média	13107,7	9143	9807	12600,5	7876	14895,5
Desvio Padrão	1005,2	1319,5	1697,1	1297,5	4379,8	2963,5
	49777	12444	21257	20509	22667	10395
281	32347	19616	14557	31854	41040	32688
	-	-	-	-	-	29562
Média	41062,0	16030	17907	26181,5	31853,5	24215
Desvio Padrão	12324,9	5071,4	4737,6	8022,1	12991,7	12070,1
	147361	52641	75648	38620	40786	85131
234	153069	47487	92557	62117	41040	64191
	-	-	-	69311	-	72483
Média	150215	50064	84102,5	56682,7	40913	73935
Desvio Padrão	4036,2	3644,4	11956,5	16051,0	179,6	10545,2
	900928	274346	551263	313098	88233	366855
188	925609	124474	740630	994106	280525	501586
	-	-	-	285263	-	-
Média	913268,5	199410	645946,5	530822,3	184379	434220,5
Desvio Padrão	17452,1	105975,5	133902,7	401456,7	135970,9	95269,2

Fonte: Próprio autor.

Tabela 26 - Valores dos ensaios de fadiga por flexão rotativa.

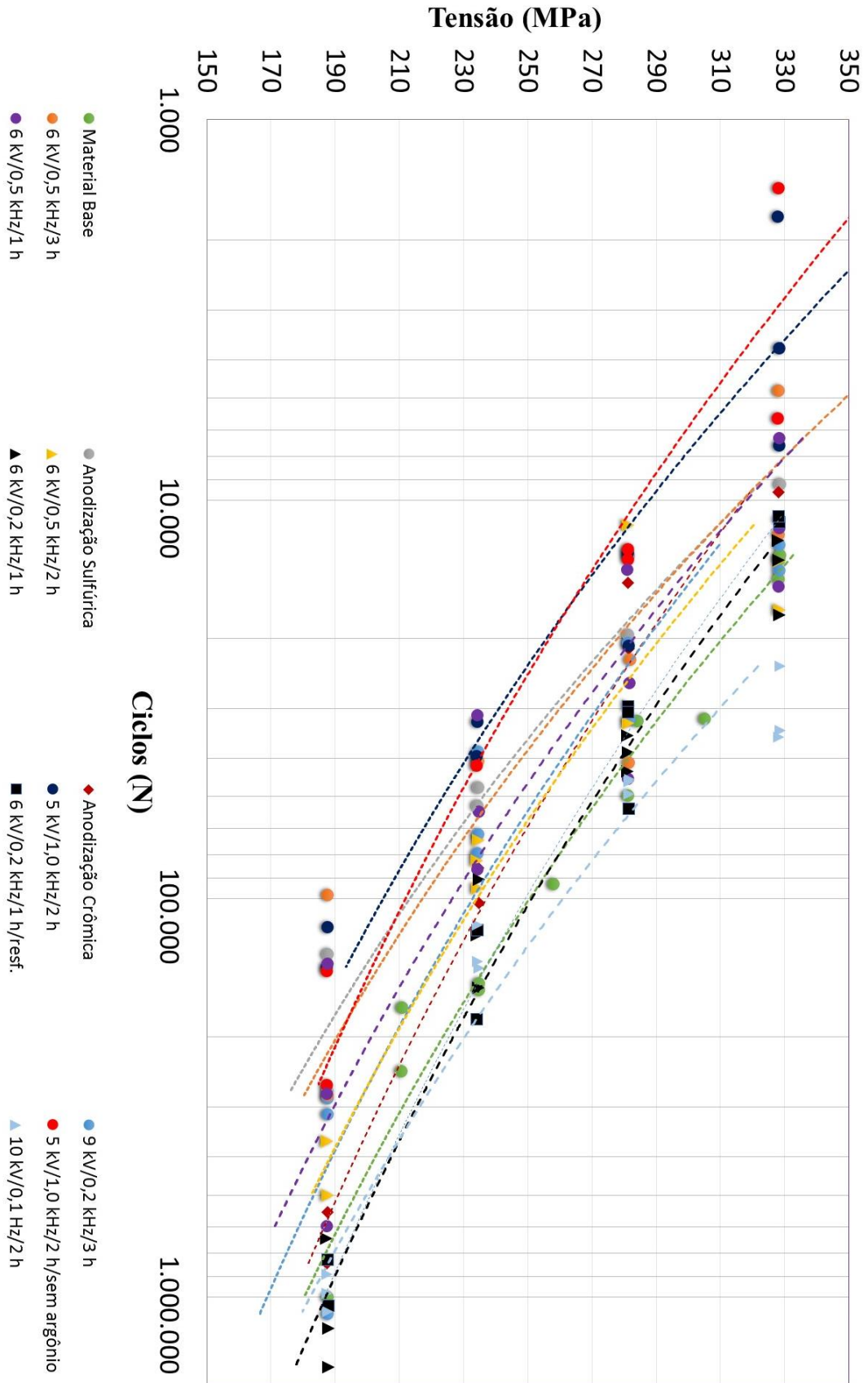
(conclusão)

Tensão (MPa)	5 kV 1,0 kHz 2 h	6 kV 0,5 kHz 1 h	5 kV 1,0 kHz 2 h sem Argônio	6 kV 0,2 kHz 1 h	6 kV 0,2 kHz 1 h c/ resfriamento	10 kV 0,1 kHz 2 h
	Número de ciclos (N)					
	3742	10569	1480	12753	10240	23570
328	6562	6298	5612	17526	9912	34159
	1744	14814	-	11396	-	35433
Média	4016	10560,3	3546	13891,7	10076	31054
Desvio Padrão	2420,7	4258,0	2921,8	3219,7	231,9	6512,6
	12214	25978	12655	35095	29721	45209
281	20873	13476	11938	38794	53646	45894
	-	45064	-	43177	30706	49310
Média	16543	28172,7	12296,5	39022	38024,3	46804,3
Desvio Padrão	6122,8	15907,9	507,0	4045,8	13537,7	2196,8
	39468	76028	41696	80604	83344	134912
234	32368	54453	-	150709	180661	105093
	-	31219	-	111340	108290	129589
Média	35918	53900	41696	114217,7	124098,3	123198
Desvio Padrão	5020,5	22409,6	-	35141,0	50547,8	15903,7
	133517	278138	136643	1352980	946455	790773
188	105941	131410	263832	643723	726274	980763
	-	598841	-	1081542	-	884178
Média	119729	336129,7	200237,5	1026081,7	836364,5	885238
Desvio Padrão	19499,2	239050,6	89936,2	357866,3	155691,5	94999,4

Fonte: Próprio autor.

A Figura 41 apresenta as curvas geradas a partir dos dados do ensaio de fadiga por flexão rotativa (Tabela 26).

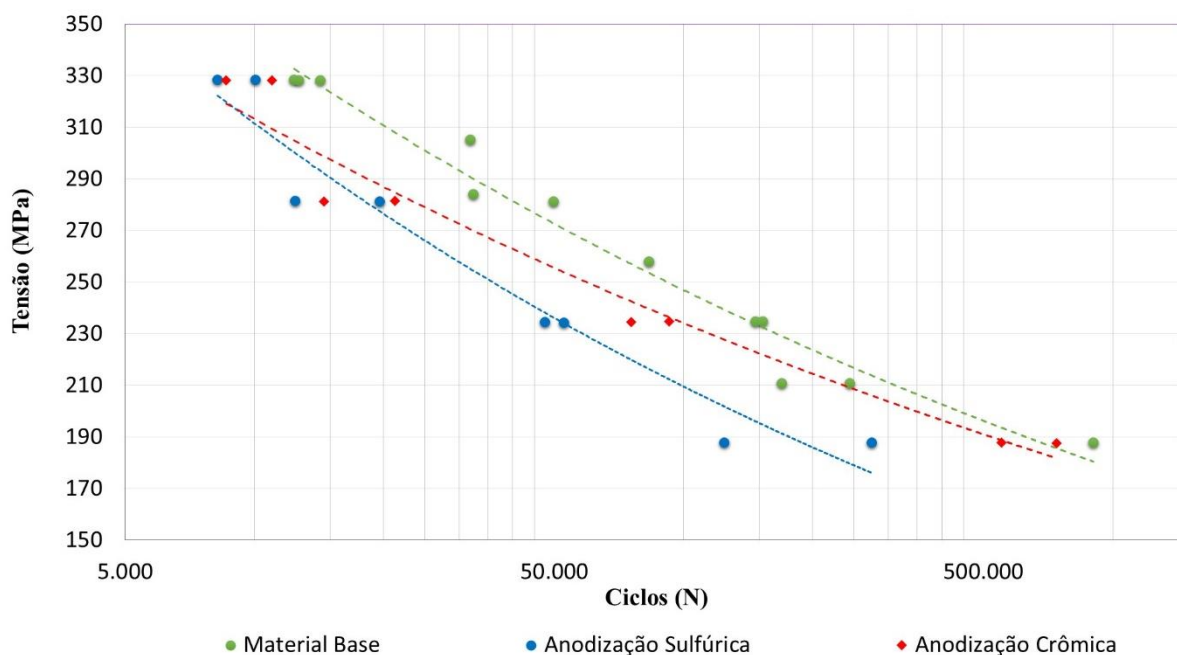
Figura 41 - Curvas de fadiga por flexão rotativa.



Fonte: Próprio autor.

Pelas curvas de fadiga por flexão rotativa apresentadas na Figura 42 é possível observar que as anodizações provocam queda na resistência à fadiga do material base. Já o tratamento 3IP pode gerar resultados positivos na vida em fadiga do material dependendo da combinação Voltagem x Frequência adotada.

Figura 42 – Curvas de fadiga do material base e anodizações sulfúrica e crômica.



Fonte: Próprio autor.

Na Figura 42 é possível observar que os processos de anodização sulfúrica e crômica reduzem a resistência à fadiga do material quando comparados ao material base. Nota-se que a queda na curva de fadiga no processo anodização sulfúrica é maior em todos os patamares de tensões em relação à curva do material base e anodização crômica.

Em uma análise entre o material base e amostras com anodização sulfúrica, os níveis de tensões estudados foram 328, 281, 234 e 188 MPa. Em todos os casos os valores médios de ciclos foram menores nas amostras anodizadas. Para tensão de 328 MPa a média do número de ciclos do material base foi 13107,7, enquanto que na condição anodizada foi de 9143 ciclos, 30 % menor.

No segundo nível de tensão (281 MPa) avaliado, a diferença foi ainda maior. Com queda em torno de 61% na vida em fadiga os valores médios passaram de 41062 para 16030 ciclos quando anodizado. Com 234 MPa, o MB e anodizado apresentaram valores médios de 150215 e 50064 ciclos, respectivamente, queda de 67%. Por fim, com nível de tensão de 188 MPa a

queda foi de 78% (900928 ciclos para MB e 199410 ciclos quando anodizado), a maior diferença entre os números de ciclos.

Da análise entre os valores de fadiga do material base e anodização sulfúrica é possível observar que na medida em que os valores de carga aumentam nos ensaios de fadiga, maior é a diferença na queda no número de ciclos, também observado por autores como Shahzad e Camargo (CAMARGO, 2007; SHAHZAD et al., 2011).

Ao comparar os efeitos causados no material com anodização crômica em relação ao material base, observa-se que a 328 MPa o tempo de vida do material anodizado com relação ao material base passou de 13107 para 9807 ciclos, uma redução de 25%. Para tensão 281 MPa, os valores médios reduziram para 23155 ciclos, uma queda de 44%. Quando a carga de ensaio foi 234 MPa os valores passaram de 150215 para 84102, reduzindo a vida em fadiga em 56%. Finalmente, a 188 MPa os valores médios apresentaram queda de 28% no tempo de vida com relação ao material base.

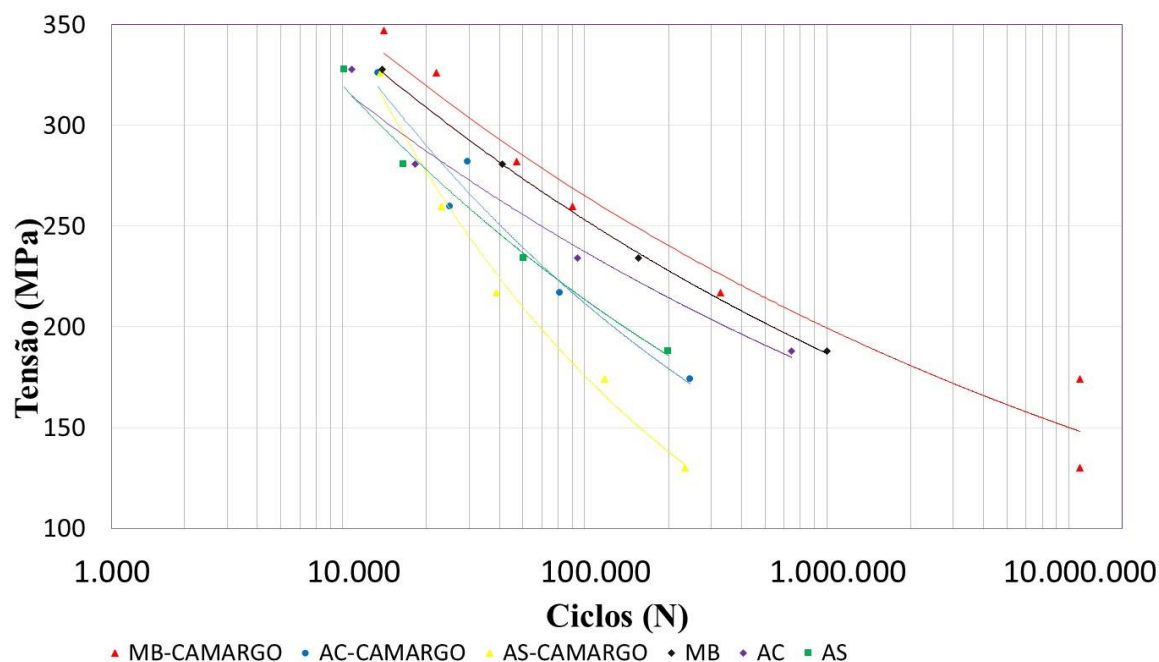
É possível observar que o processo de anodização interfere de forma negativa na vida em fadiga do alumínio AA7050-T7451, isso ocorre devido às tensões residuais tratativas e às microtrincas encontradas na superfície do tratamento. Esse efeito é mais negativo quanto maior for a espessura da camada depositada, o que pode ser visto em uma comparação dos dois processos de anodização estudados por Camargo (CAMARGO, 2007) apresentados na Tabela 27. No presente trabalho, a anodização sulfúrica atingiu uma camada de espessura de 17,4 μm enquanto a anodização crômica 12,98 μm .

Tabela 27 - Comparativo entre os valores da Tese CAMARGO (2007) e o estudo.

σ (MPa)	MB-L*	AC-L*	AS-L*	MB	AC	AS
347	13350	-	-	-	-	-
328	-	-	-	13108	9807	9143
326	21900	12567	12867	-	-	-
282	47300	29450	-	-	-	-
281	-	-	-	41062	17907	16030
260	79833	25000	23000	-	-	-
234	-	-	-	150215	84103	50064
217	328917	71133	38900	-	-	-
188	-	-	-	900928	645947	199410
174	10E+07	246000	108533	-	-	-
130	10E+07	-	232835	-	-	-

Fonte: Produção do próprio autor. *Valores de referência CAMARGO (2007).

Figura 43 - Comparação entre os valores das curvas de fadiga das amostras anodizadas da Tese (CAMARGO, 2007) e as obtidas neste trabalho.



Fonte: Próprio autor.

Comparando os valores de fadiga do material base e curvas de anodização crômica e sulfúrica deste trabalho com a tese de CAMARGO (2007). Nota-se que as curvas do material base apresentaram valores bem próximos e que a linha de tendência entre eles foram parecidas, mantendo-se uma diferença constante ao longo das curvas conforme Figura 43. Também é possível notar que na tese referenciada que nos casos de recobrimentos anódicos os valores tiveram uma queda significativa. No trabalho de Camargo (2007) os valores médios da espessura da camada de anodização crômica foi de 3,832 μm enquanto que na anodização sulfúrica os valores foram maiores, cerca de 14,170 μm . Comprovando o efeito negativo que a espessura da camada gera na vida em fadiga do alumínio nos ensaios de fadiga.

Nos dois trabalhos, o efeito negativo gerado pela espessura da camada anodizada foi mais prejudicial quando comparado ao material base nos patamares de baixos níveis de carregamentos. Dessa forma é possível identificar que o efeito da tensão trativa na superfície e a alta concentração de defeitos gerados pela deposição são mais prejudiciais na vida de alto ciclo.

De acordo com a Tabela 28 e Figura 43 podemos identificar que o efeito negativo das camadas anodizadas no trabalho Camargo (2007) foi mais prejudicial quando comparado aos valores desse trabalho. No caso da anodização crômica, mesmo com uma camada de 3,8 μm e

uma tensão de 174 MPa o número de ciclos foi menor (246000) do que os valores reportados por Camargo, onde a espessura foi de 13,0 μm e com carregamento de fadiga maior (188 MPa), atingindo 645947 ciclos.

Tabela 28 - Efeito da espessura de camada anodizada na vida em fadiga.

Condição	Espessura (μm)	Tensão (MPa)	Número de ciclos
MB (7050-T7451)	-	188	900928
*MB	-	174	1000000
An. Crômica	13,0	188	645947
*An. Crômica	3,8	174	246000
An. Sulfúrica	17,4	188	199410
*An. Sulfúrica	14,2	174	108533

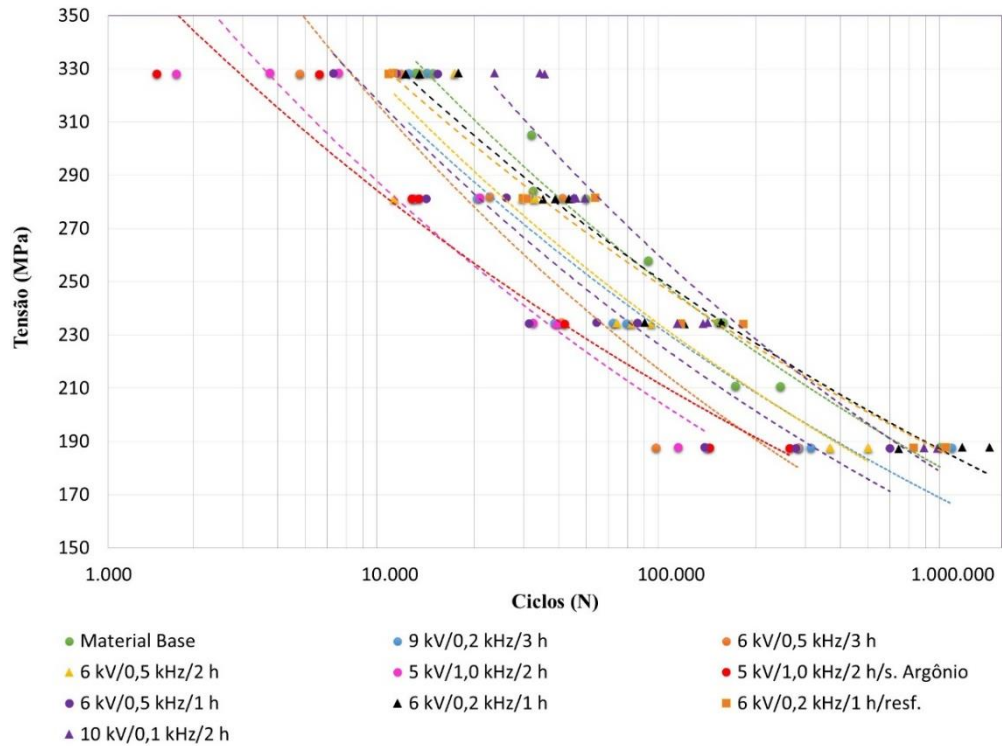
Fonte: Produção do próprio autor. *Valores de referência (CAMARGO, 2007).

No caso da anodização sulfúrica a diferença entre as espessuras e número de ciclos foram menores. Camargo (2007) reportou espessura da camada igual a 14,2 μm comparado com 17,4 μm . As tensões foram respectivamente 174 e 188 MPa e o número de ciclos 108533 e 199410 (CAMARGO, 2007).

Pela Figura 44 é possível notar a interferência dos tratamentos 3IP na vida em fadiga do alumínio AA7050-T7451. Nas condições (5 kV/1,0 kHz/2 h) com e sem a pré limpeza de argônio ocorreram as maiores quedas nas curvas de fadiga quando comparados ao material base. Nas condições de tratamento analisadas as temperaturas atingiram os maiores valores quando comparadas aos demais tratamentos de implantação iônica por imersão a plasma.

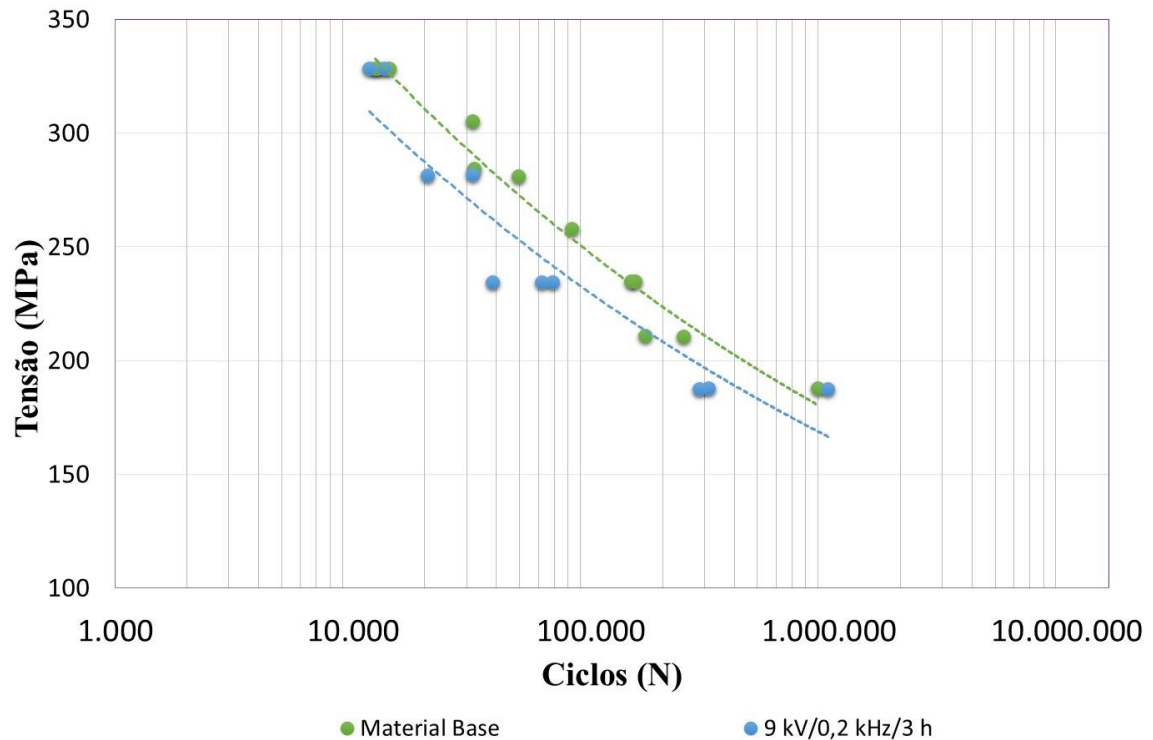
Com e sem a pré limpeza de gás argônio os tratamentos 3IP tiveram picos de 251,1 e 256,5 $^{\circ}\text{C}$, respectivamente. O alto valor de temperatura está relacionado a frequência de impacto de íons de nitrogênio na superfície das amostras durante o tratamento. Correlacionando os valores de temperatura atingido e microdureza superficial do material, houve uma queda na microdureza quando a temperatura alcançou maiores valores.

Figura 44 - Curvas S/N de fadiga por flexão rotativa com tratamento 3IP.



Fonte: Próprio autor.

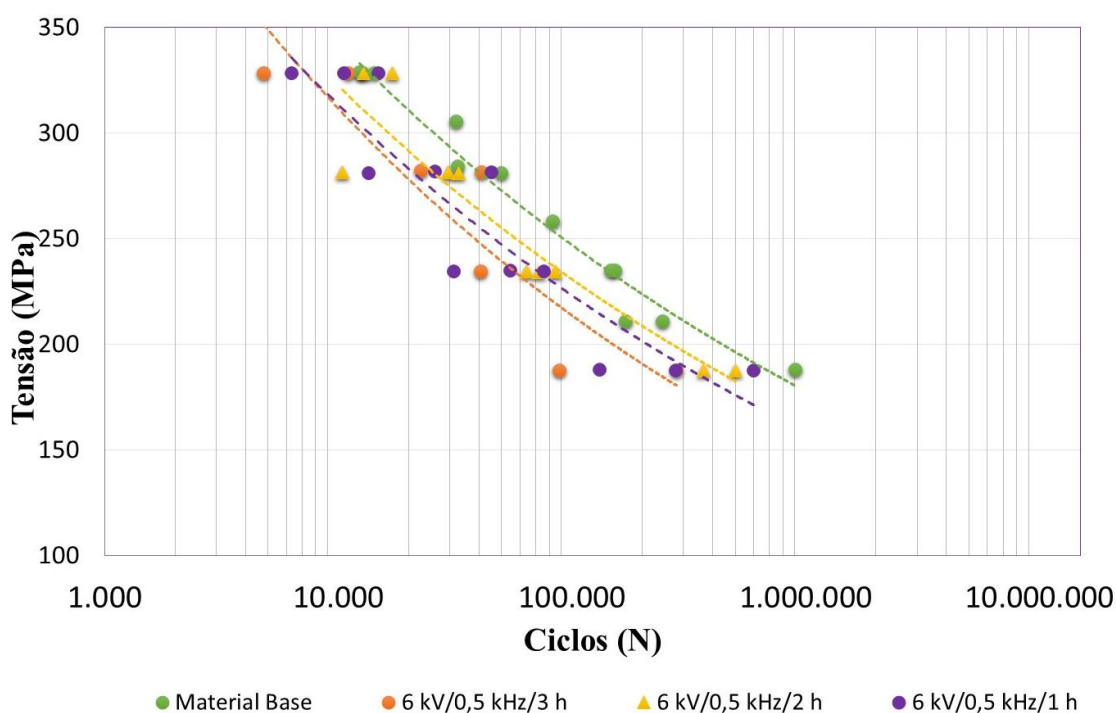
Figura 45 - Curvas S/N do Material base x Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h).



Fonte: Próprio autor.

A Figura 45 apresenta uma análise comparando as curvas de fadiga do material base e a condição (9 kV/0,2 kHz/3 h). Analisou-se que a curva com o tratamento superficial teve uma queda em relação à curva do material base, menos agressiva que nos casos de anodizações. Nota-se que alguns pontos na vida em fadiga de baixo ciclo apresentaram valores próximos ao material base, o mesmo observa-se na vida em fadiga de alto ciclo, alguns ensaios atingiram valores próximos ou superiores ao matéria base. Porém de uma maneira geral, de acordo com a curva de tendência houve a queda. Ainda em uma análise da curva de tendência dos dois casos, elas se aproximam à medida que o valor da tensão de carregamento diminui.

Figura 46 - Curvas S/N. Interferência na vida em fadiga do tempo de tratamento para a condição (6 kV/0,2 kHz/1 h).



Fonte: Próprio autor.

Através da Figura 46 é possível observar na condição (6 kV/0,5 kHz) que o tempo de tratamento de implantação iônica por imersão a plasma (3IP) interfere na vida em fadiga do alumínio 7050-T7451. No caso das curvas de tendência de fadiga os resultados foram melhores na condição de tratamento com duas horas de tratamento, seguido pelos tratamentos com uma e três horas.

Nas condições de uma e duas horas as curvas de tendência apresentam uma variação constante em relação ao material base.

Para o tratamento de implantação realizado durante 3 horas a curva de tendência não se manteve constante como nos outros casos. Nas condições de carregamento de baixo ciclo, a curva aproxima-se da condição de uma hora de tratamento, à medida que a tensão de carregamento diminui, as variações entre as curvas aumentam. Apesar da necessidade de maiores investigações, acredita-se que o motivo da queda da resistência à fadiga da liga está relacionada ao aumento da temperatura máxima (176 °C), acima do segundo envelhecimento da liga (160-170 °C), isso pode ter gerado uma camada de óxido de alumínio reduzindo a vida em fadiga, como ocorreu com as amostras tratadas com 5 kV, visto na análise por DRX.

Nota-se nessas três condições de tratamento que a microdureza superficial das amostras tiveram uma queda em relação ao material base, acompanhada de uma queda na vida em fadiga, conforme Tabela 19 e Tabela 26. Os valores de microdureza na superfície nas condições (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (6,0 kV/0,5 kHz/1 h) foram 134, 143 e 135 HV, respectivamente. O aumento da temperatura inicial interferiu de maneira negativa na microdureza superficial das amostras tratadas com 3IP.

Bonora também observou a interferência do tempo de tratamento na vida em fadiga do aço ABNT 4340. Nesse caso a melhor condição atingida também ocorreu nos tratamentos realizados durante duas horas, seguido pelo tratamento de três e uma hora, conforme Tabela 29 (BONORA, 2015).

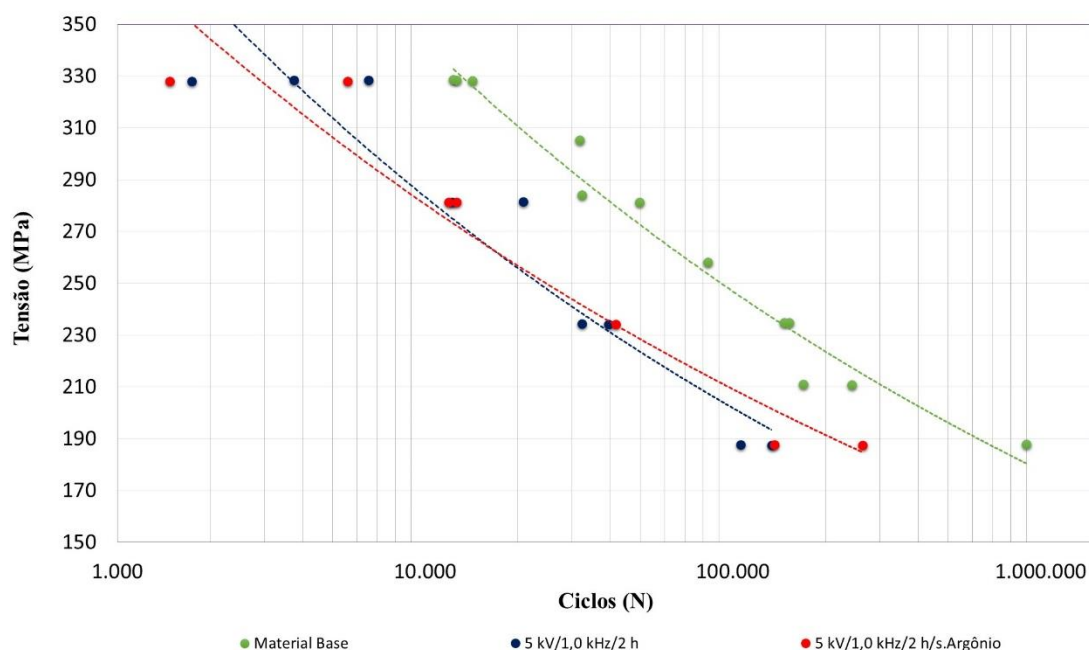
Tabela 29 - Resistência à fadiga ABNT 4340 (36-39 HRc) com tratamento 3IP - 10^6 Ciclos

Material	Tensão (MPa)
4340 MB	580
4340 3IP 1Hr	640
4340 3IP 2Hr	700
4340 3IP 3Hr	670

Fonte: BONORA (2015).

De acordo com as curvas S/N da Figura 47 é possível observar que os tratamentos 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h) com e sem a limpeza de argônio não tiveram diferenças significativas entre elas mesmo com a queda da temperatura inicial do processo. Porém, ambos tiveram uma redução da vida em fadiga do material comparadas à curva do MB. Nessas condições de tratamento os valores de fadiga foram também inferiores aos valores dos recobrimentos de anodização sulfúrica e crômica.

Figura 47 - Curvas S/N. Interferência da limpeza com argônio na vida em fadiga para a condição de tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h).



Fonte: Próprio autor.

De acordo com a Tabela 18, Tabela 26 e Figura 47 observa-se que apesar da temperatura inicial do processo ter sido menor na condição sem o pré tratamento de gás argônio, as inclinações das curvas de temperatura foram as maiores, isso ocorre por conta da alta frequência de impacto, contribuindo para que as temperaturas mais altas tenham sido atingidas mais rapidamente nesses tratamentos. Na condição com pré limpeza de gás argônio atingiu 242 °C enquanto que a condição sem a pré limpeza atingiu 256 °C, a maior dentre todos os tratamentos.

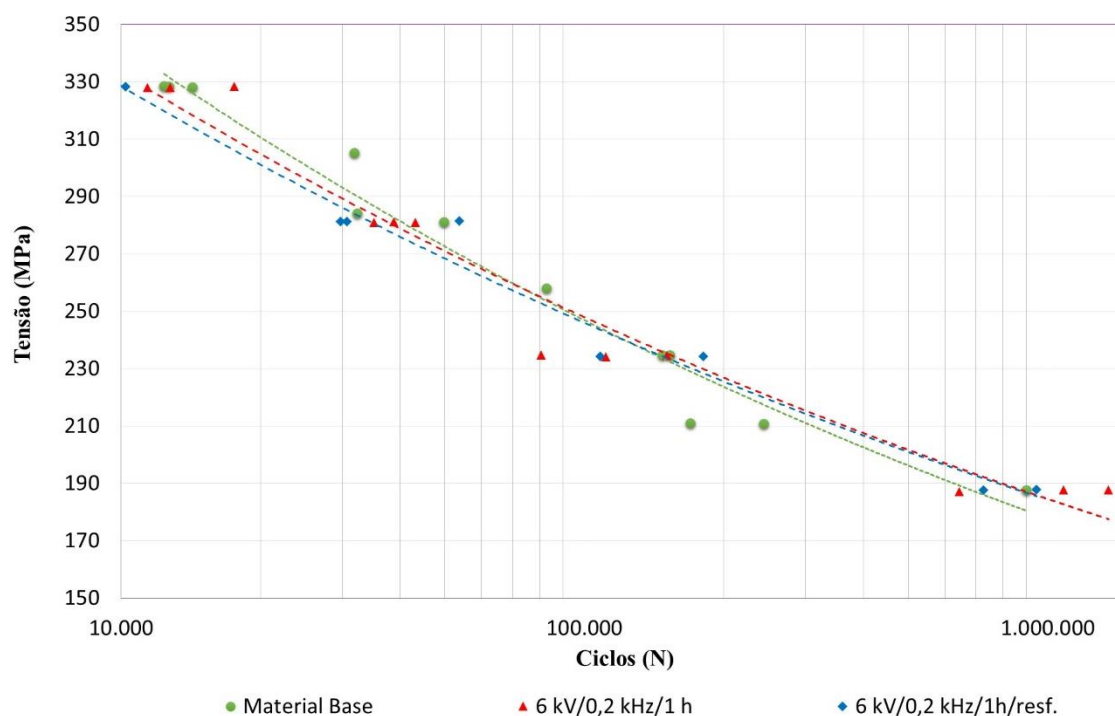
Conforme Figura 48 para a condição de tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h) foram adotados dois procedimentos experimentais diferentes, a primeira condição o tratamento foi feito durante 1 hora sem interrupção. Por outro lado, o segundo tratamento foi realizado nas mesmas condições de voltagem e frequência de impacto com a diferença que a cada determinado tempo era feito uma parada de 30 minutos de arrefecimento do sistema, afim de diminuir a temperatura máxima dentro da câmara durante o processo.

Nesses dois parâmetros adotados de tratamento 3IP os resultados das curvas S/N na vida em fadiga do material não tiveram influência negativa com relação ao material base, sendo elas melhores condições quando comparadas com os processos já utilizados de anodização sulfúrica e crômica, pois tiveram grande queda na resistência à fadiga.

As condições de tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h) com e sem paradas de resfriamento tiveram os menores aquecimentos do sistema durante o processo, sendo 75,6 e 91,8 °C,

respectivamente. Também foi observado que a microdureza na superfície teve um aumento em torno de 10% comparados ao material, mas não foi suficiente para gerar um ganho na vida em fadiga.

Figura 48 - Curvas S/N. Interferência do resfriamento na condição de tratamento (6 kV/0,2 khz/1 h).



Fonte: Próprio autor.

Na Figura 49 observa-se as curvas S/N do material base e tratamentos 3IP com tensões de 6 kV durante 1 hora de processo, variando a frequência entre elas. Nota-se que para frequência de trabalho menores, os valores de fadiga atingiram melhores condições. Quando as amostras foram tratadas com frequências de impacto 0,5 kHz as temperaturas dentro da câmara atingiram maiores patamares, cerca de 152,0 °C, uma grande variação quando comparado à 91,8 °C na condição de 0,2 kHz sem parada de resfriamento e 75,6 °C com frequência de 0,2 kHz e com parada para resfriamento da câmara.

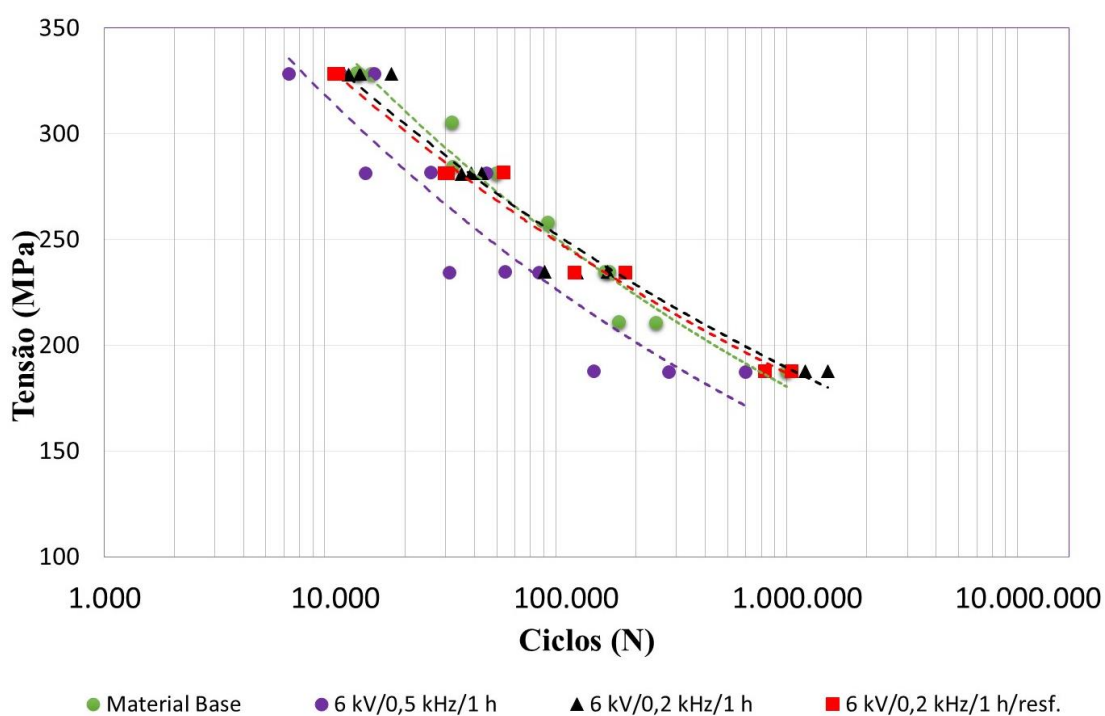
Conforme Tabela 30 as altas temperaturas atingidas durante o tratamento (6 kV/0,5 kHz/1 h) fizeram com que a microdureza na superfície da amostra tivesse uma queda de 13% em relação ao material base. Enquanto que os tratamentos com 0,2 kHz a microdureza na superfície aumentou em torno de 6% nos dois casos. Porém, esse aumento na microdureza superficial não foi o suficiente para gerar resultados positivos na vida em fadiga.

Tabela 30 - Interferência nas temperaturas e microdureza com a variação na frequência no tratamento 3IP.

Tratamento 3IP	Microdureza na superfície (HV)	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Máxima (°C)
6 kV/0,5 kHz/1 h	135	117,0	152,0
6 kV/0,2 kHz/1 h	164	57,6	91,8
6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento	165	59,4	75,6

Fonte: Próprio autor.

Figura 49 - Curvas S/N - Tratamento 3IP com 6 kV e frequência 0,2 e 0,5 kHz.



Fonte: Próprio autor.

Em uma análise da interferência da voltagem de tratamento na resistência à fadiga do material em relação ao metal base. Nota-se pela Figura 50 que a força de impacto gerada pelo aumento da voltagem no processo também é um fator determinante na vida em fadiga do alumínio AA7050-T7451. Para a curva com maior voltagem, onde os íons são mais acelerados devido a maior diferença de potencial, o impacto das partículas na superfície do material dentro da câmara gera um aumento na temperatura máxima durante o processo, como consequência disso uma redução da microdureza e a vida em fadiga do material são observados na Tabela 26 e Tabela 31.

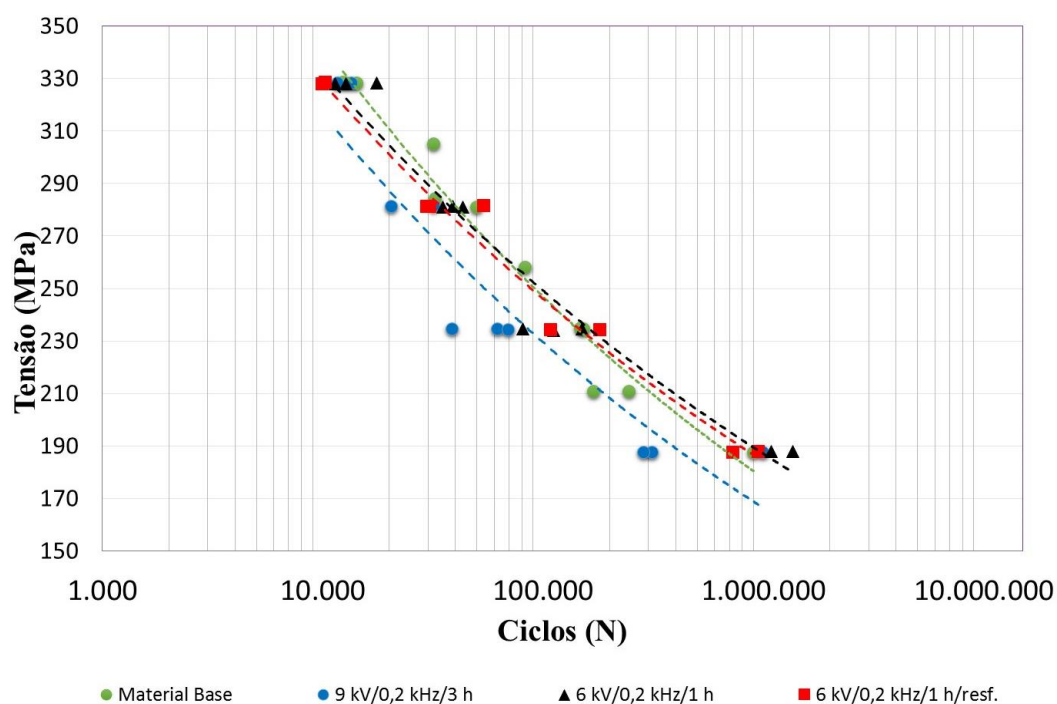
Um aumento de 30% na voltagem de tratamento comparado à (6 kV/0,2 kHz/1 h) gerou um aumento de até 37% na temperatura inicial e de até 96% na temperatura máxima dentro da câmara de implantação.

Tabela 31 - Interferência nas temperaturas e microdureza com a variação da voltagem no tratamento 3IP.

Tratamento 3IP	Microdureza na superfície (HV)	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Máxima (°C)
9 kV/0,2 kHz/3 h	136	94,1	148,7
6 kV/0,2 kHz/1 h	164	57,6	91,8
6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento	165	59,4	75,6

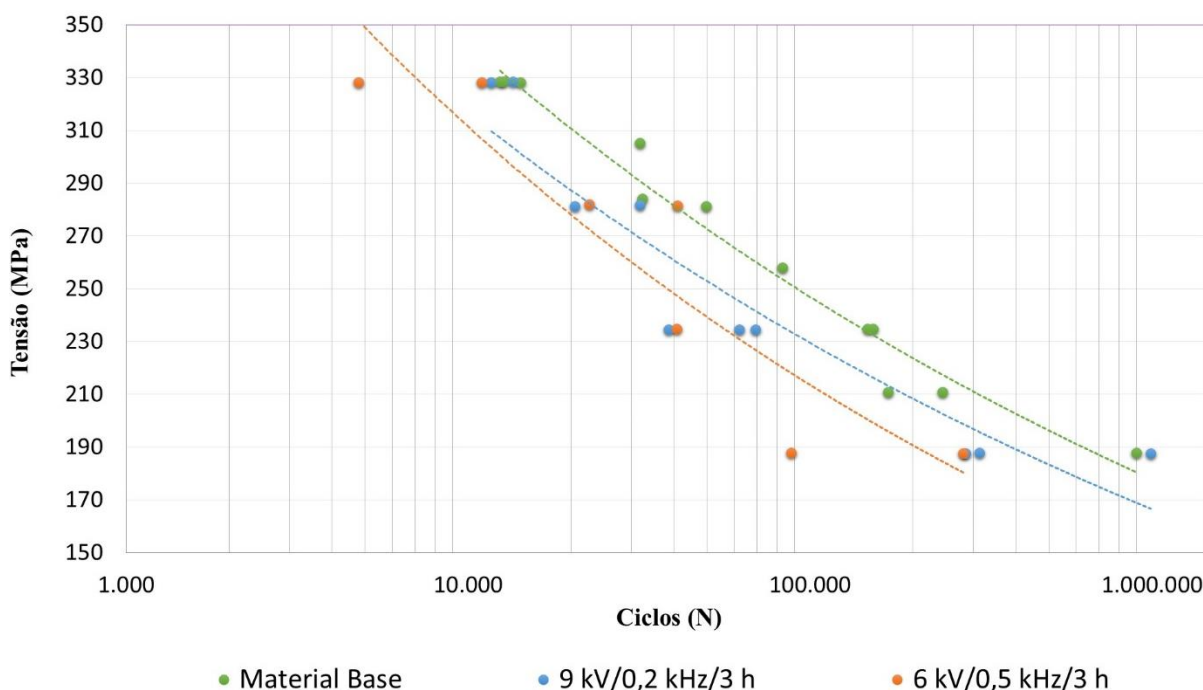
Fonte: Próprio autor.

Figura 50 - Curvas S/N. Interferência na vida em fadiga para casos com mesma frequência de impacto.



Fonte: Próprio autor.

Figura 51 - Curvas S/N. Interferência dos diferentes parâmetros de voltagens e frequências para o mesmo tempo de tratamento.



Fonte: Próprio autor.

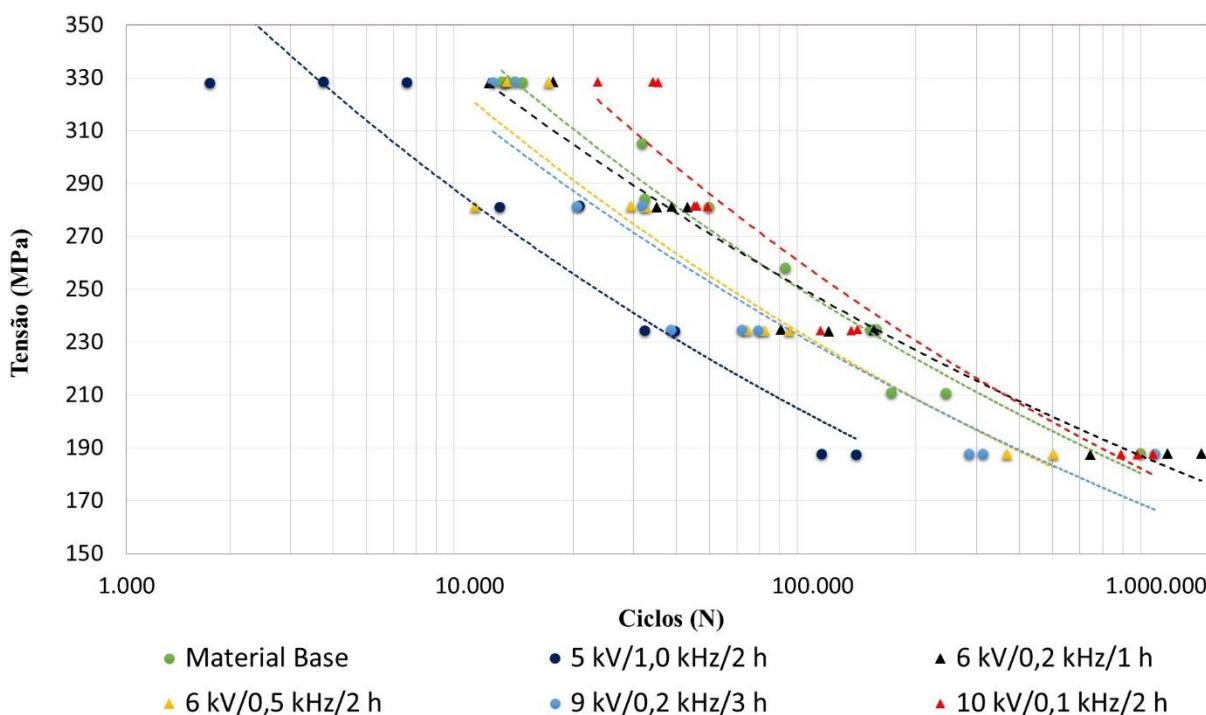
Na Figura 51 um gráfico de fadiga que representa o material base e duas condições de tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h e 6 kV/0,5 kHz/3 h), tendo em comum o tempo de tratamento. Observa-se que as curvas apresentam comportamentos na vida em fadiga diferentes. A condição de carregamento cuja frequência de bombardeamento foi 0,2 kHz, apresentou maiores níveis de fadiga quando comparados a curva cuja frequência foi 0,5 kHz. Esse comportamento foi observado mesmo com o aumento da voltagem no tratamento de 6 kV para 9 kV.

A condição de tratamento 9 kV/0,2 kHz foi a que mais se aproximou da curva do material base e, à medida que a tensão de carregamento de ensaio diminuiu, a curva se aproxima ainda mais do material base.

Após diversos tratamentos 3IP com diferentes parâmetros de voltagem, frequência e tempo de tratamento foi realizado o tratamento na condição (10 kV/0,1 kHz/2 h).

De acordo com a Figura 52 e Tabela 32 o conjunto de parâmetros interfere na temperatura dentro da câmara de implantação como pode ser visto. Para temperaturas mais altas os valores de micro e nanodureza superficial tiveram queda quando comparados à liga AA7050-T7451. Com a queda a micro e nanodureza superficial a fadiga também tem seus valores modificados de forma negativa.

Figura 52 - Curvas S/N. Melhores condição de fadiga para cada nível de voltagem.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 32 - Efeito da Voltagem e Frequência nas temperaturas, microdureza e Fadiga nos tratamentos 3IP.

Condição	Microdureza na superfície (HV)	Temperatura Inicial (°C)	Temperatura Máxima (°C)	(N) ciclos 328 MPa Média	(N) ciclos 188 MPa Média
Material Base	155	-	-	13108	913269
5 kV/1,0 kHz/2 h	139	111,3	242,1	4016	119729
6 kV/0,2 kHz/1 h	164	57,6	91,8	13892	827390
6 kV/0,5 kHz/2 h	135	66,8	148,7	14896	326931
9 kV/0,2 kHz/3 h	136	94,1	148,7	9173	530822
10 kV/0,1 kHz/2 h	181	51,8	116,8	31054	885364

Fonte: Próprio autor.

O tratamento (10 kV/0,1 kHz/2 h) possibilitou uma queda de 56% na temperatura inicial em relação ao parâmetro (6 kV/0,5 kHz/2 h), uma queda de 54% na temperatura máxima comparado ao tratamento (5 kV/1,0 kHz/1 h/ sem argônio). Um aumento de 35% na microdureza superficial comparado ao procedimento com (6 kV/0,5 kHz/3 h) e 17% com relação ao material base. O aumento na microdureza e nanodureza estão relacionadas com a

formação de uma camada de nitreto de alumínio, identificado na análise de DRX. Essa camada formada de AlN é mais resistente que o substrato. Com isso o material tratado torna-se mais resistente a nucleação das trincas na superfície, melhorando as propriedades de fadiga.

O conjunto de benefícios gerados pela combinação maior voltagem (10 kV) e menor frequência (0,1 kHz) fez com que a fadiga tivesse seus melhores resultados, ultrapassando os níveis da curva do material base AA7050-T7451 ao longo de toda linha de tendência. Observa-se que de acordo com a Tabela 26 para os níveis de tensão de carregamento 328 e 281 MPa o aumento em relação ao material base foram de 137 e 14%, respectivamente.

5.9. CURVAS DE POLARIZAÇÃO

Nesse item, serão apresentadas as curvas de polarização em solução de NaCl obtidas para as condições do Material Base AA7050-T7451, anodização sulfúrica e tratadas nas condições (10 kV/0,1 kHz/2 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,5 kHz/1 h), (5 kV/1,0 kHz/2 h), (9 kV/0,2 kHz/3 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento).

Tabela 33- Potencial de corrosão e corrente de corrosão.

Condição	E_{corr} (V vs Hg/Hg ₂)	$\log i_{\text{corr}}$ (A/cm ²)
Material base	- 0,71	10 ⁻⁷
Anodização sulfúrica	- 0,84	10 ⁻¹⁰
10 kV/0,1 kHz/2 h	- 0,70	10 ⁻⁶
6 kV/0,2 kHz/1 h	- 0,61	10 ⁻⁷
6 kV/0,5 kHz/1 h	- 0,88	10 ⁻⁶
5 kV/1,0 kHz/2 h	- 0,90	10 ⁻⁷
9 kV/0,2 kHz/3 h	- 0,90	10 ⁻⁶
6 kV/0,2 kHz/1 h/resfr.	- 0,68	10 ⁻⁶

Fonte: Próprio autor.

Da Figura 53 é reportado curvas de polarização potenciodinâmica típicas do alumínio da série 7xxx e estão de acordo com as observações feitas por Rout, que realizou ensaios de corrosão em uma liga Al-Zn-Mg-(Cu) envelhecida em solução de NaCl. Também pode-se concluir que as curvas não indicaram a formação de pites nos materiais testados, e que apresentaram um comportamento passivo em solução de NaCl (ROUT et al., 2014).

A condição de tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h) de acordo com a Figura 53 e Tabela 33 apresentou potencial de corrosão mais negativo (E_{corr} -0,90 V vs Hg/Hg₂) e corrente de

corrosão ($i_{\text{corr}} 10^{-6} \text{ A/cm}^2$), portanto, esse material nessa condição de tratamento é o menos nobre e o que sofre mais rapidamente o processo de corrosão. Em seguida a condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) obteve o mesmo valor de potencial E_{corr} , porém a condição (9 kV/0,2 kHz/3 h) apresentou maior corrente de corrosão. Em relação ao E_{corr} (-0,71 V vs Hg/Hg₂) do material base as duas condições mencionadas acima foram 27% mais negativos. Na condição (9 kV/0,2 kHz/3 h) a corrente de corrosão foi dez vezes maior do que o material base, enquanto que a condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) foi obtido o mesmo valor do material base.

Os valores intermediários de potencial E_{corr} com tratamento 3IP foram (-0,70 V vs Hg/Hg₂) e (-0,68 V vs Hg/Hg₂) para os casos (10 kV/0,2 kHz/2 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/resf.), respectivamente. Sendo que os valores de corrente de corrosão i_{corr} foram 10^{-6} A/cm^2 e 10^{-6} A/cm^2 , respectivamente. A condição (6 kV/0,5 kHz/1 h) obteve os valores -0,88 V vs Hg/Hg₂ e $\times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$.

O tratamento superficial de anodização sulfúrica apresentou a menor corrente de corrosão (10^{-10} A/cm^2) quando comparado às outras análises, isso significa que o processo corrosivo é menos intenso para esse caso. Porém, seu valor de potencial de corrosão (-0,84 V vs Hg/Hg₂) o torna menos nobre do que o material base e os parâmetros de implantação (10 kV/0,2 kHz/2 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/resf).

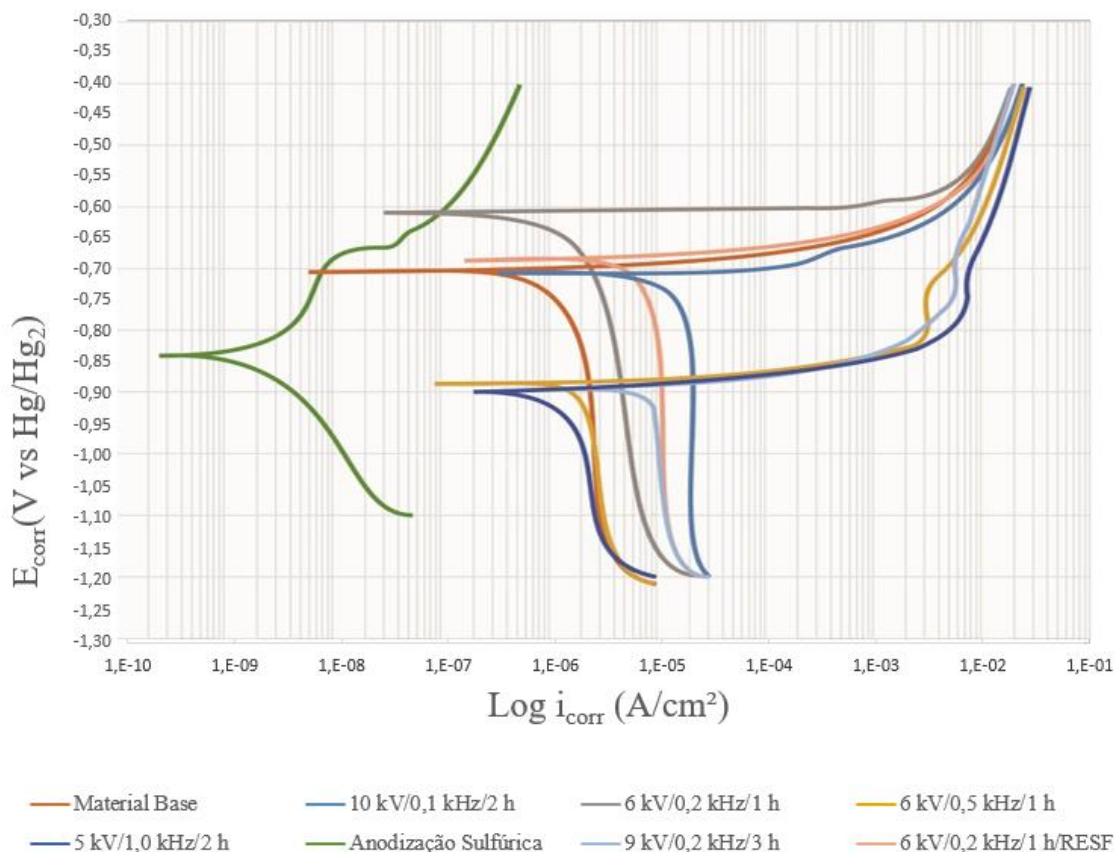
O tratamento realizado com baixa frequência nos parâmetros (6 kV/0,2 kHz/1 h) proporcionou a liga AA7050-T7451 uma maior nobreza, sendo que o potencial de corrosão obtido foi (E_{corr} -0,61 V vs Hg/Hg₂), 14% menos negativo do que o material base. Sua corrente de corrosão (10^{-7} A/cm^2) é a mesma do que o material base.

Nas condições de tratamento com menores frequências de trabalho (10 kV/0,2 kHz/2 h) (6 kV/0,2 kHz/1 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/resf), consequentemente temperaturas menores do que a primeira temperatura de envelhecimento da liga AA7050-T451 (115-125 °C), mantiveram ou melhoraram a estabilidade da liga em solução corrosiva (NaCl) após o tratamento 3IP, atingindo menores potenciais de corrosão e tornando o material mais nobre. No entanto, a formação de uma camada cerâmica defeituosa de nitreto de alumínio (AlN) na superfície serviu como caminho para a solução aquosa atingir o substrato metálico, criando uma pilha entre o material cerâmico nobre e o outro metálico menos nobre. Com isso, o aumento da corrente de corrosão (menor resistência à corrosão) aumentou a velocidade de corrosão do material.

Com frequências e temperaturas maiores de tratamento, as condições (6 kV/0,5 kHz/1 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h) tiveram um detrimento no potencial de corrosão, tornando o material menos estável na solução corrosiva. Com relação à corrente de corrosão, o material tratado na condição (6 kV/0,5 kHz/1 h) aumentou sua velocidade do processo corrosivo.

Os valores de E_{corr} e i_{corr} obtidos para a liga AA 7050-T7451 são semelhantes aos encontrados por Moreto et al. (2014) que foram $-0,72 \text{ V vs Hg/Hg}_2$ e 10^{-6} A/cm^2 , respectivamente.

Figura 53 - Curvas de Polarização para o Material Base AA7050-T7451 e com Tratamento 3IP.



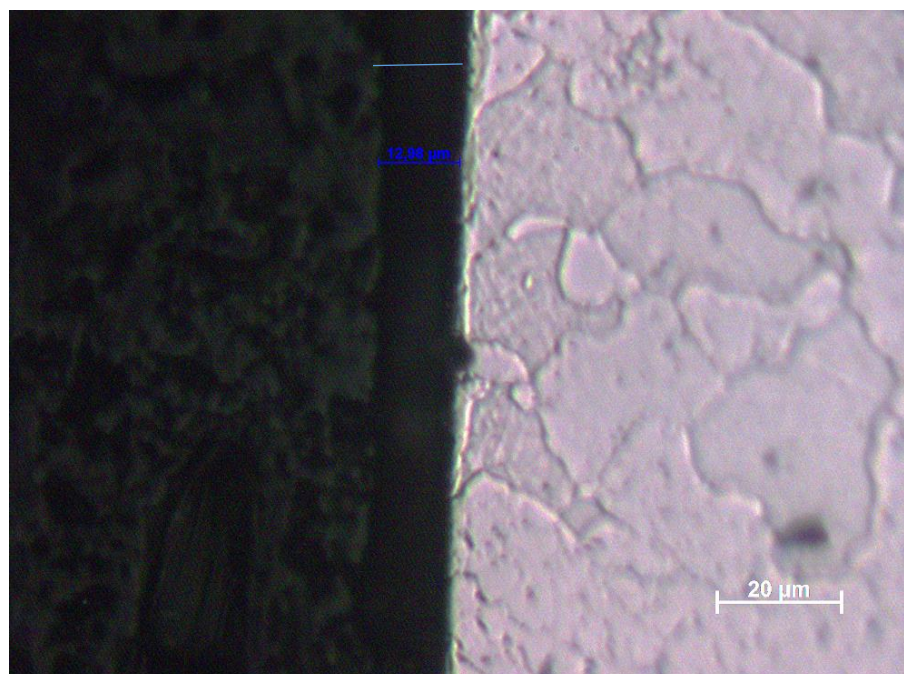
Fonte: Próprio autor.

5.10. ESPESSURA DA CAMADA ANODIZADA

A seguir nas Figura 54 e Figura 55 observa-se as camadas de anodização crômica e sulfúrica depositadas na liga de alumínio AA7050-T7451. Nota-se que há entre elas uma diferença nas espessuras das camadas. O processo de anodização sulfúrica apresentou uma deposição de uma camada maior do que no processo de anodização crômica. Essa diferença é prejudicial quando analisados nos ensaios de fadiga, à medida que a camada anodizada aumenta, reduz a vida em fadiga do material, isso acontece por conta dos defeitos gerados no processo e pela tensão residual induzida do tipo trativa na superfície, região onde nucleiam as trincas nos ensaios de fadiga por flexão rotativa essas características também foram observadas

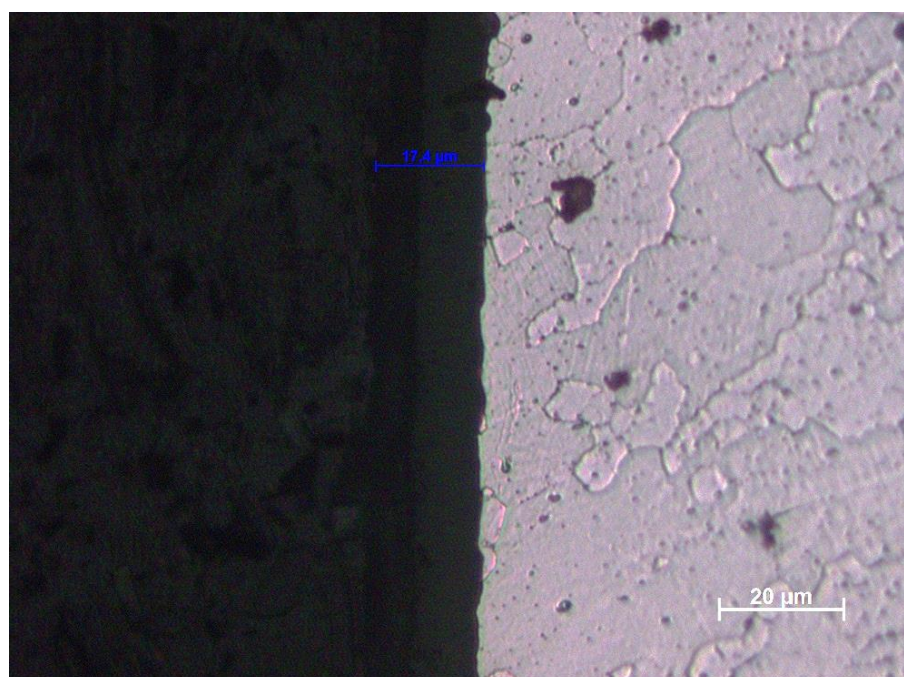
por Camargo e está presente na Tabela 28 conforme mencionado anteriormente (CAMARGO, 2007).

Figura 54 - Espessura da camada de Anodização Crômica.



Fonte: Próprio autor.

Figura 55 - Espessura da camada de Anodização Sulfúrica.



Fonte: Próprio autor.

5.11. TENSÃO RESIDUAL

Na Tabela 34 são indicados os valores de tensões residuais longitudinais e transversais.

Tabela 34 - Resultados de Tensões Residuais

Condição	Tensões Residuais (MPa)	
	Longitudinal	Transversal
Material Base AA7050-T7451	110±4	-10±1
Anodização sulfúrica	100±7	-35±5
Anodização crômica	-65±8	-50±3
9 kV/0,2 kHz/3 h	60±15	70±12
6 kV/0,5 kHz/3 h	-10±2	-60±1
6 kV/0,5 kHz/2 h	-80±6	-15±5
5 kV/1,0 kHz/2 h	-45±5	-112±15
6 kV/0,5 kHz/1 h	90±9	-145±0
5 kV/1,0 kHz/1 h – s/Argônio	-72±2	-110±2
6 kV/0,2 kHz/1 h	20±8	20±0
6 kV/0,2 kHz/1 h – c/resfriamento	-10±0	115±0

Fonte: Próprio autor.

Da Tabela 34, as tensões residuais longitudinais do material base, anodizações sulfúrica e crômica foram 110±4 MPa, 100±7 MPa e -65±8 MPa, respectivamente.

As tensões residuais trativas podem induzir nucleações das trincas de fadiga e propagação nas camadas dos recobrimentos. As trincas geradas na superfície das camadas anodizadas podem ser vistas na sessão 5.12.1.

Tensões residuais longitudinais e transversais compressivas foram observadas no material AA7050-T7451 com anodização crômica e transversais compressivas na amostra com anodização sulfúrica. Em ambos os casos, mesmo com a presença das tensões residuais do tipo compressiva na superfície os revestimentos reduziram a vida em fadiga do material quando comparado ao material base sem tratamento. Isso ocorre devido a microdureza, a presença de defeitos e microtrincas na superfície. A queda na vida em fadiga é mais evidente nos casos em que a espessura da camada anodizada é maior.

Tensões residuais associadas ao tratamento 3IP mostram uma interessante tendência. Tensões residuais longitudinais e transversais são compressivas na maioria dos casos em que

as frequências de trabalho foram 0,5 kHz e 1,0 kHz. Mesmo com tensões compressivas geradas em processo de maior frequência, houve uma queda na resistência à fadiga devido à queda na microdureza superficial por conta do aquecimento na câmara durante os tratamentos.

Em uma análise em relação ao tempo de tratamento 3IP na condição (6 kV/0,5 kHz) observa-se que a implantação realizada durante duas horas gerou a maior tensão residual compressiva longitudinal (-80 ± 6). A combinação maior tensão residual longitudinal e maior microdureza superficial fez com que a amostra (6 kV/0,5 kHz/2 h) tivesse os melhores resultados de fadiga quando comparado aos demais casos de uma e três horas de tratamento.

Experimentos realizados com frequências de impacto igual a 0,2 kHz resultou em uma tensão residual longitudinal compressiva e uma tensão residual transversal trativa no tratamento (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) ou ambas tensões residuais trativas para as condições (9 kV/0,2 kHz/3 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h).

Observa-se que as tensões residuais do tipo compressivas agem de maneira positiva na vida em fadiga dos materiais tratados. Esse efeito positivo ocorre desde que fatores como microdureza, defeitos e microtrincas superficiais não interfiram de modo mais negativo nos materiais tratados (CAMARGO, 2007; BONORA, 2015).

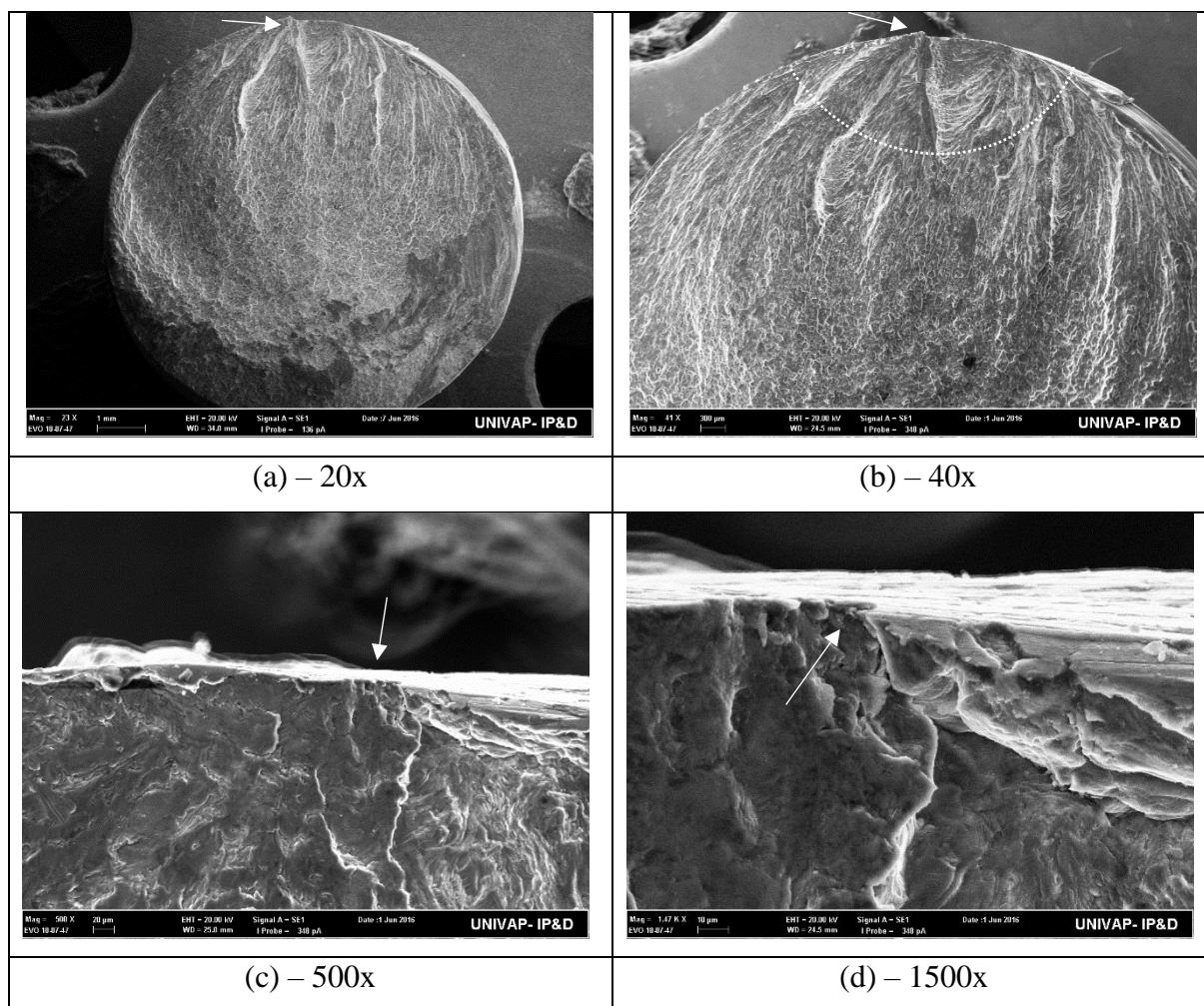
5.12. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA – MEV

5.12.1. Análise Fractográfica

Neste capítulo é possível observar as regiões das fraturas dos corpos de provas de fadiga por flexão rotativa ensaiados. Através das figuras é possível identificar os mecanismos de falhas e os pontos de nucleações. Todas as amostras analisadas foram ensaiadas com tensão de carregamento igual a 234 MPa.

Na Figura 56 (a) verifica-se uma vista geral da superfície de fratura de uma amostra do material base AA7050-T7451 ensaiada por flexão rotativa com tensão de carregamento 234 MPa e 147361 ciclos. Com ampliação de 20x a região em destaque apresenta o ponto de nucleação da trinca partindo da superfície do material, região de maior tensão quando se trata desse tipo de ensaio. Nas imagens (b), (c) e (d) é possível notar a mesma região de nucleação da trinca, estágio I da fadiga, com maiores ampliações. Indicada pela seta na figura (d) a trinca está partindo da superfície da amostra.

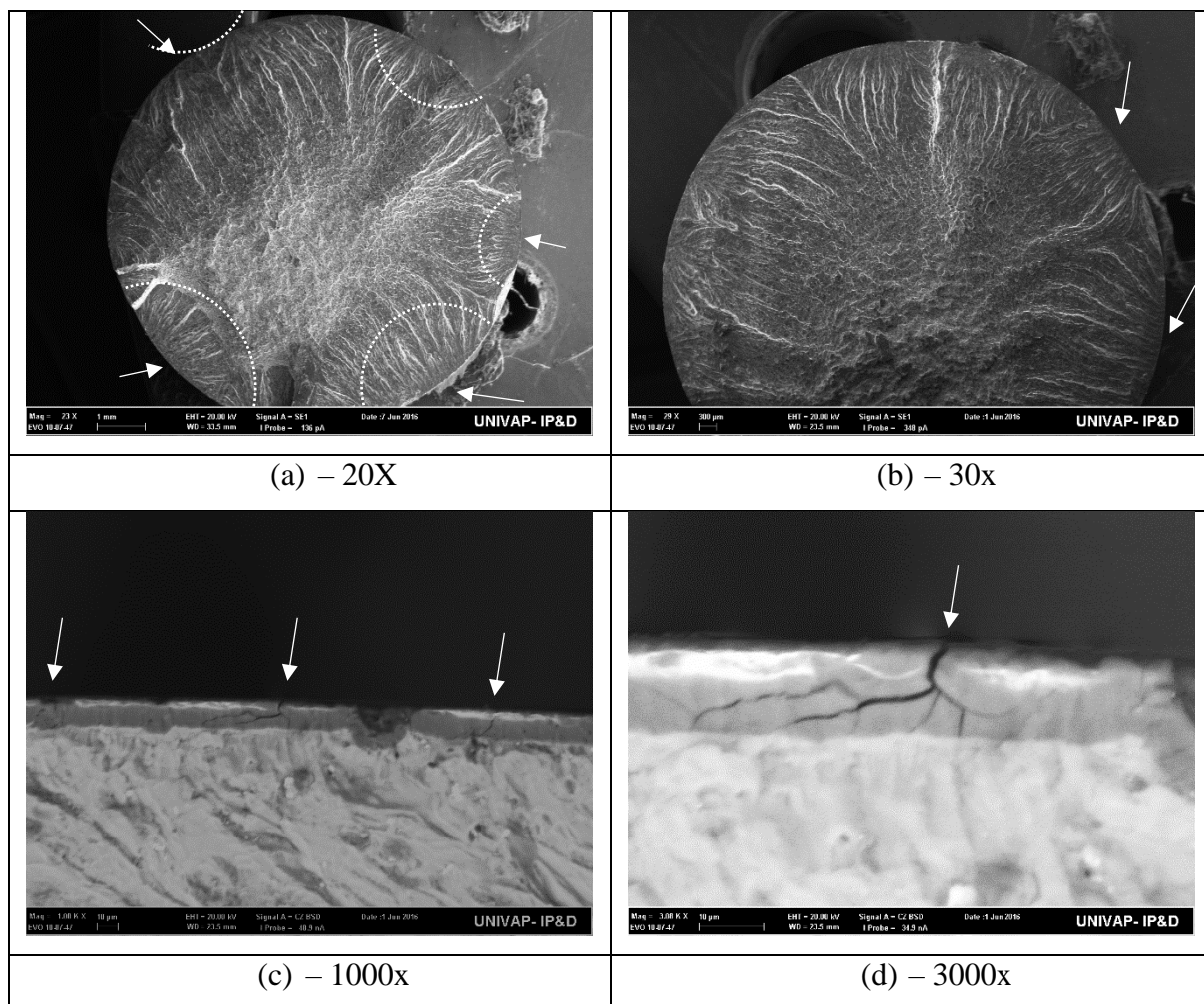
Figura 56 - Superfície de Fratura do Material Base. $\sigma = 234$ MPa. $N = 147361$ Ciclos.



Fonte: Próprio autor.

A Figura 57 apresenta a superfície de fratura de um corpo de prova de fadiga por flexão rotativa do material base com anodização sulfúrica (234 MPa e 47487 ciclos). A micrografia (a) apresenta uma vista geral com ampliação de 20x da região de fratura e, nela é possível identificar mais que um ponto de nucleação das trincas. Além dos estágios II de propagação estável e a região de fratura final, estágio III da fadiga. Todos os pontos de nucleação da trinca de fadiga acontecem na superfície do cdp.

Figura 57 - Superfície de Fratura do Material Base com Anodização Sulfúrica. $\sigma = 234$ MPa. $N = 47487$ Ciclos.

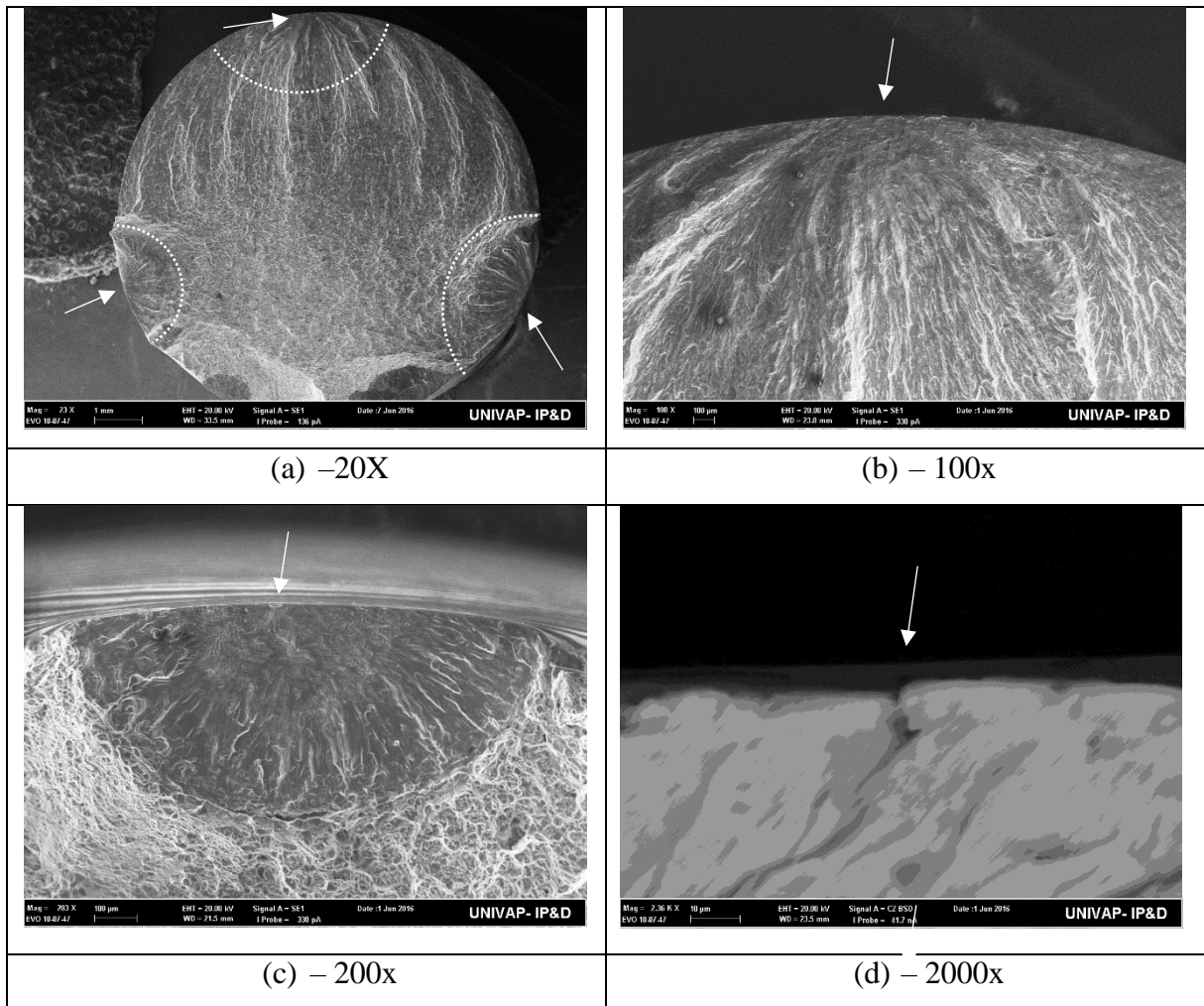


Fonte: Próprio autor.

Na fractografia (c) e (d) da Figura 57, com ampliações de 1000x e 3000x, respectivamente, verifica-se, com mais clareza, as trincas surgindo da superfície do material. Nota-se que as trincas foram nucleadas na camada anodizada devido às pré-trincas geradas pelo processo e às tensões residuais trativas. Essas trincas caminham direto para o substrato, e continuam se propagando até a fratura final do material analisado. Isso justifica a queda dos valores de vida em fadiga para essa condição.

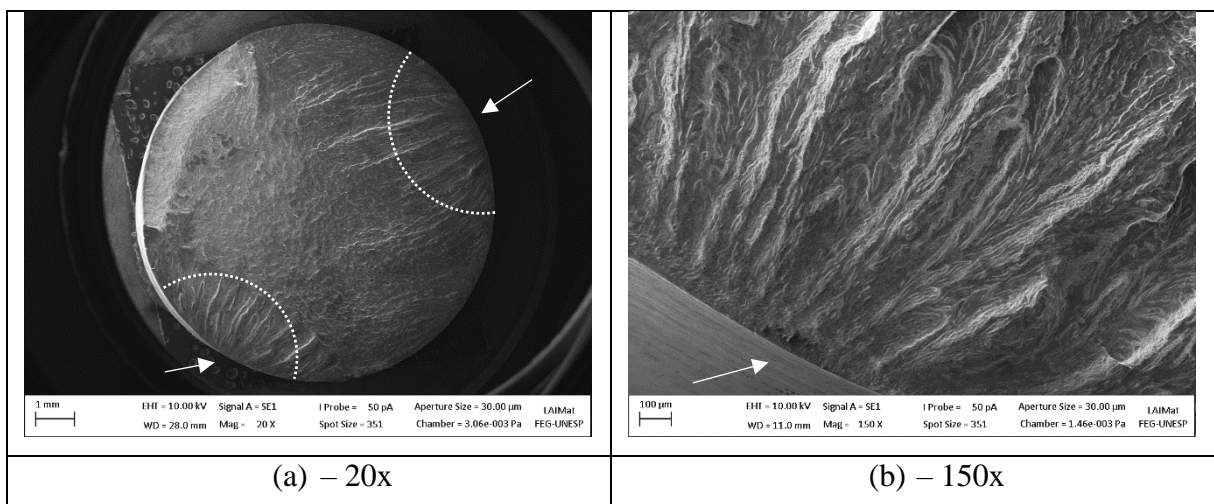
As fractografias da Figura 58 apresentam a fratura da amostra com anodização crômica com tensão de ensaio de 234 MPa e 75648 ciclos. Assim como na fratura da amostra com anodização sulfúrica existem vários pontos de nucleação da trinca que partem da camada anodizada e se propagam para o substrato conforme a imagem (d), agindo de forma negativa na curva S/N do material.

Figura 58 - Superfície de Fratura do Material Base com Anodização Crômica. $\sigma = 234$ MPa. $N = 75648$ Ciclos.



Fonte: Próprio autor.

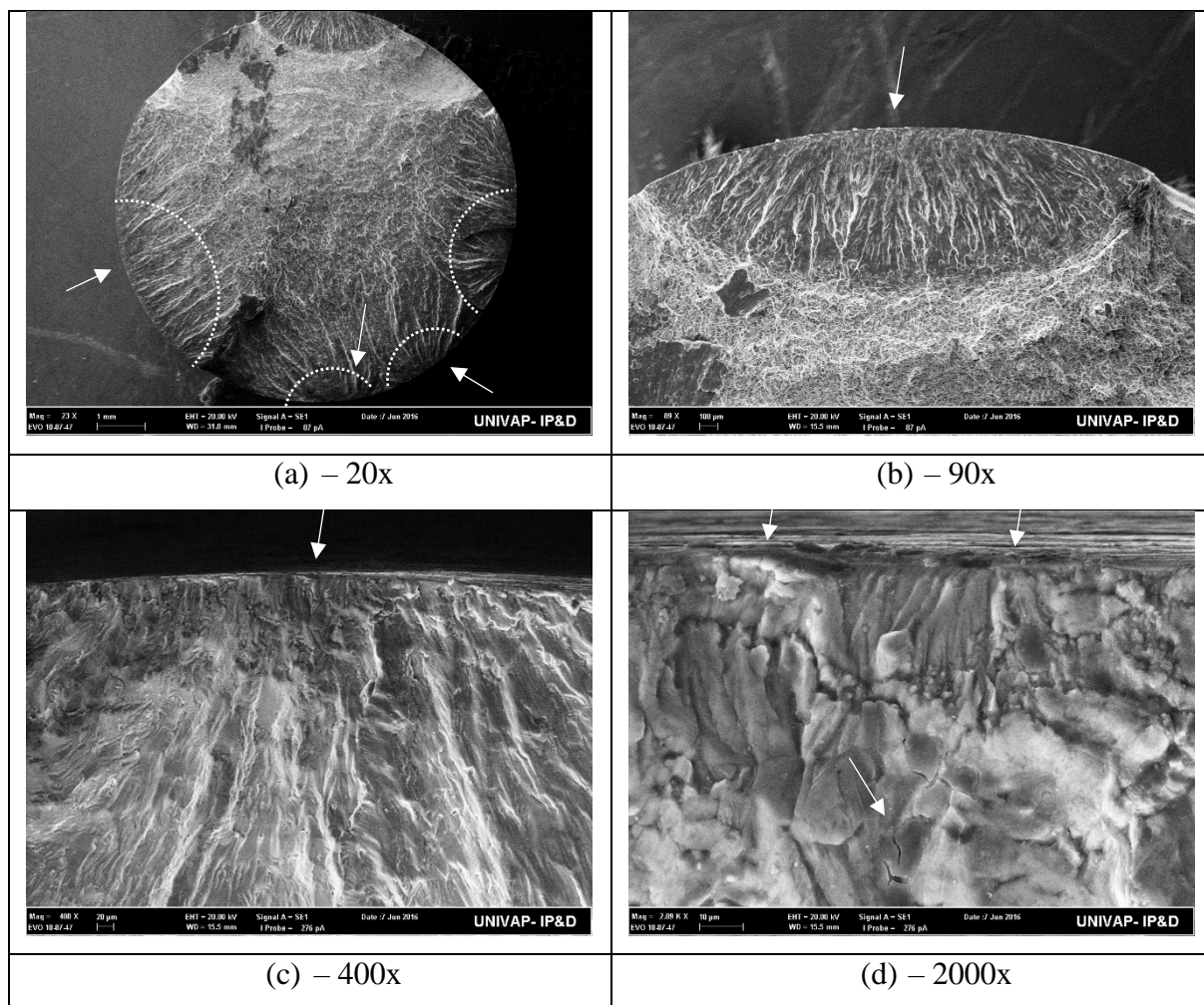
Figura 59 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (9 kV/0,2 kHz/3 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 62117$ Ciclos.



Fonte: Próprio autor.

Na fractografia Figura 59 é possível observar a propagação de duas trincas partindo da superfície da amostra (9 kV/0,2 kHz/3 h).

Figura 60 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 41040$ Ciclos.

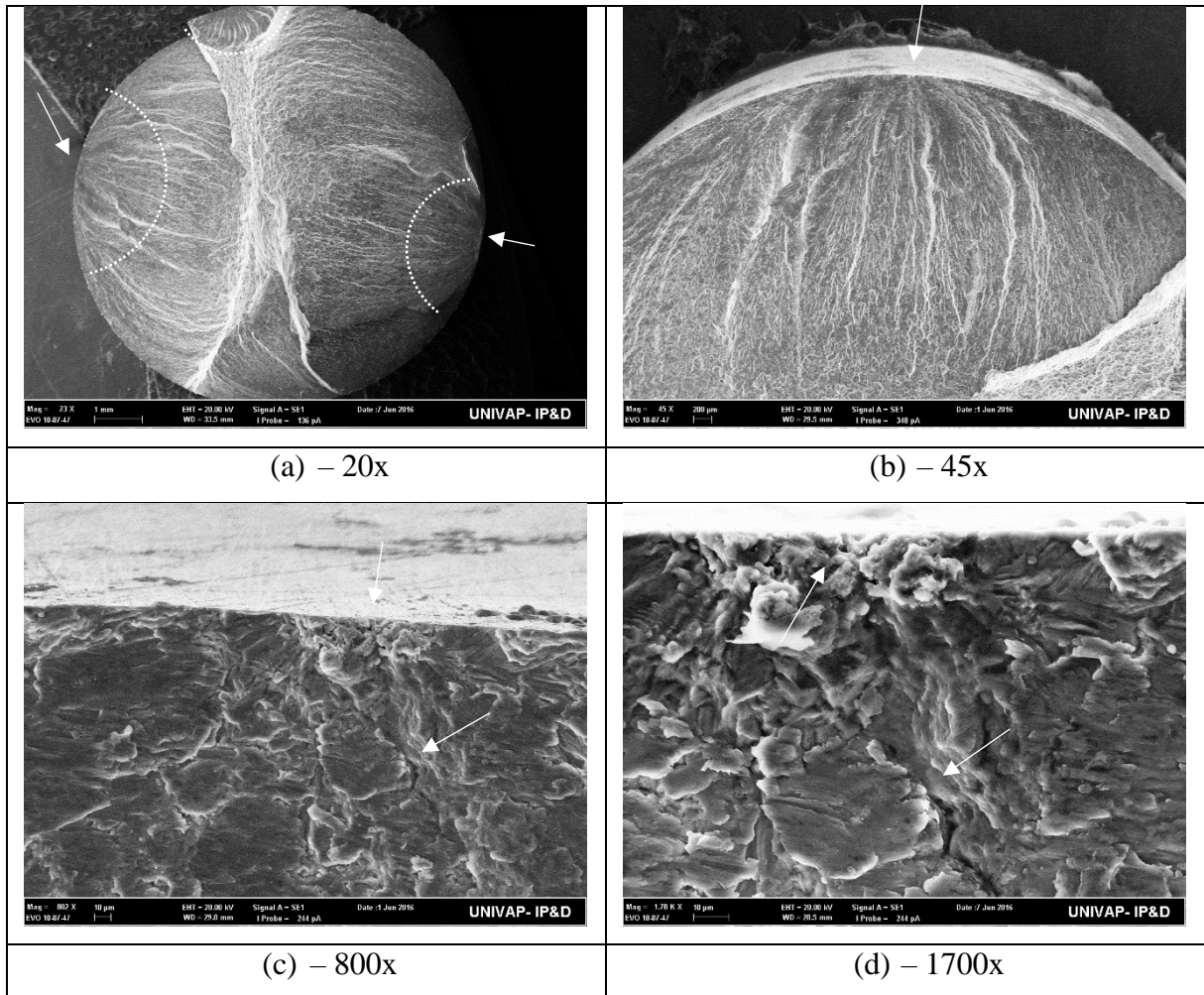


Fonte: Próprio autor.

Analisando as superfícies de fraturas das Figura 60 a 62, nas condições de tratamento (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h), nota-se que houve mais que um ponto de nucleação. O estágio I do processo de fadiga de um material corresponde ao maior número de ciclos dentre as três etapas da fratura do material. Muitos autores utilizam de recursos, como por exemplo o processo de deformação plástica localizada, conhecido como *shot peening*, para aumentar o número de ciclos até a nucleação da trinca no material. A microdureza e nanodureza superficial combinada com a nucleação e propagação simultâneas de inúmeras trincas podem ter atuado de forma negativa na vida em fadiga das amostras com

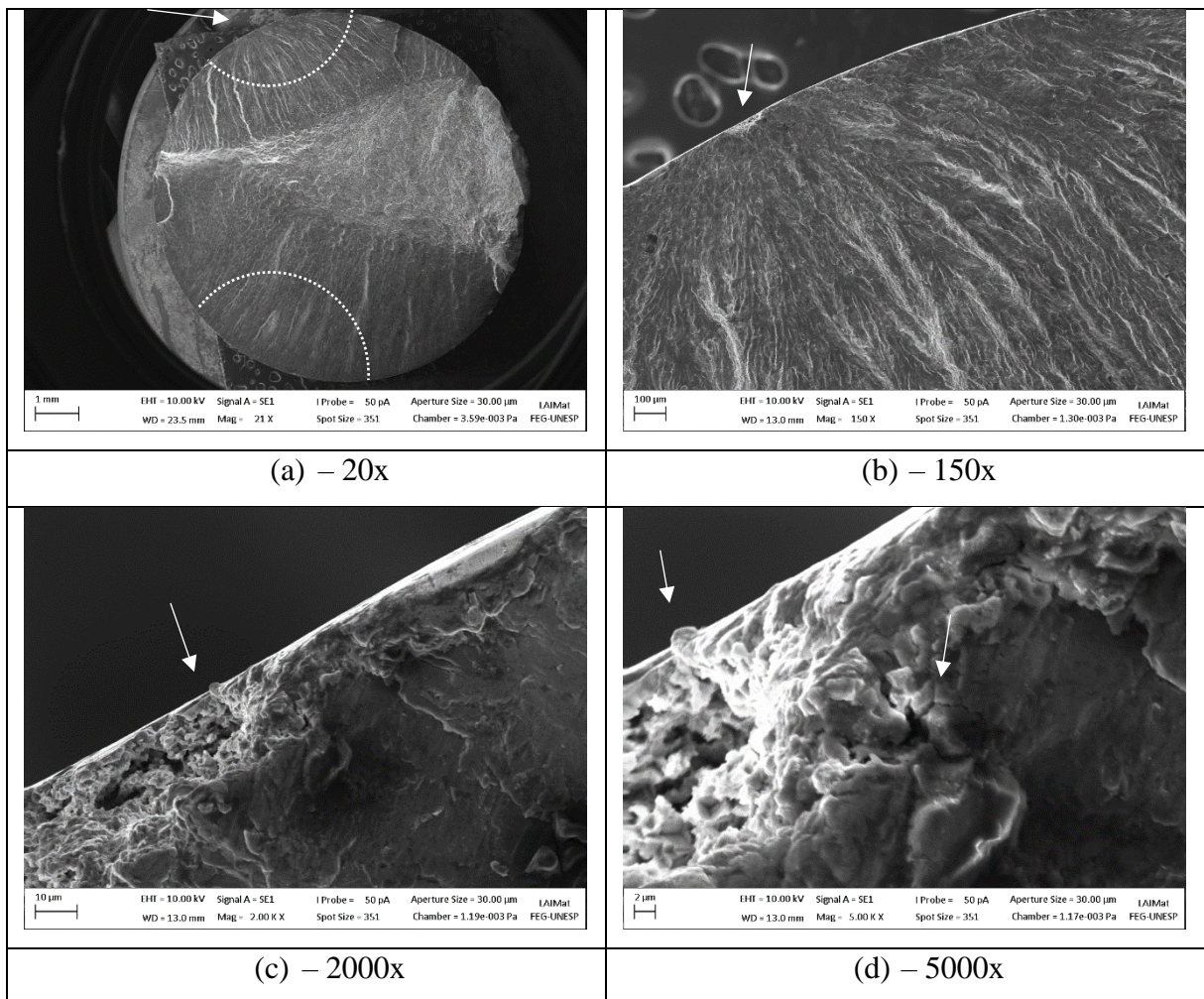
frequências 0,5 kHz e 1,0 kHz, mesmo que nesses casos a maioria das tensões residuais nas superfícies tenham sido compressivas.

Figura 61 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,5 kHz/2 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 72483$ Ciclos.



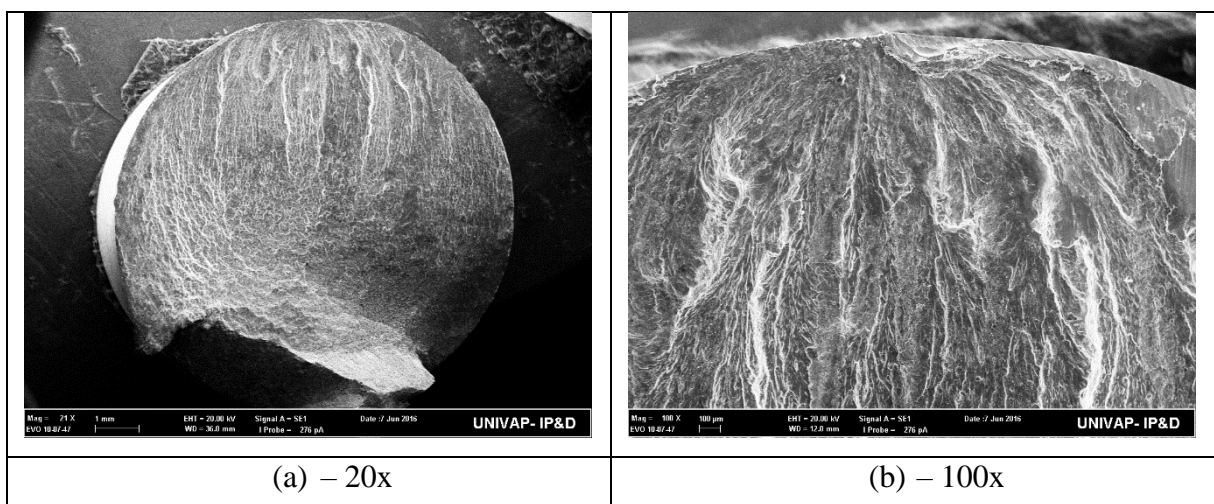
Fonte: Próprio autor.

Figura 62 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2h). $\sigma = 234$ MPa. N= 35918 Ciclos.



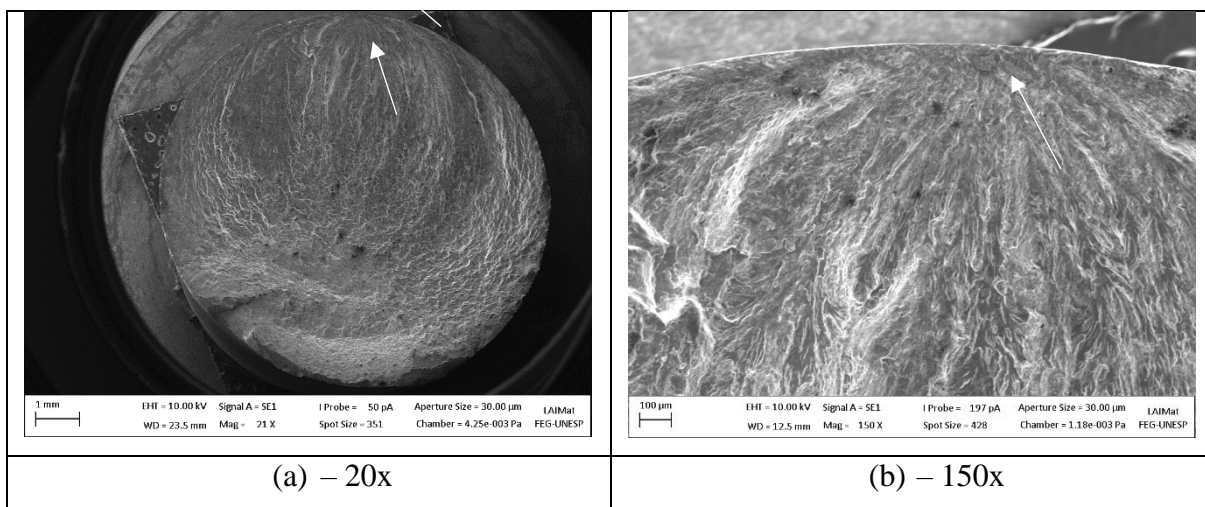
Fonte: Próprio autor.

Figura 63 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h). $\sigma = 234$ MPa. N= 150709 Ciclos.



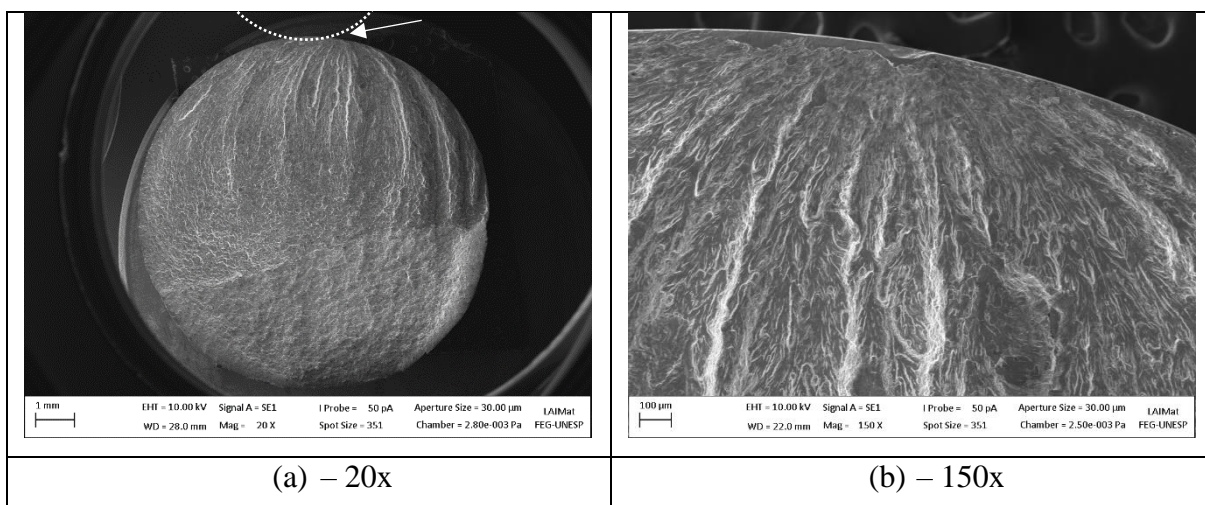
Fonte: Próprio autor.

Figura 64 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento). $\sigma = 234$ MPa. $N = 180661$ Ciclos.



Fonte: Próprio autor.

Figura 65 - Superfície de Fratura Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h). $\sigma = 234$ MPa. $N = 134912$ Ciclos.



Fonte: Próprio autor.

As melhores condições de vida em fadiga entre todos os tratamentos 3IP realizados foram com menores níveis de frequência de impacto de bombardeamento. Observa-se nas Figura 63, Figura 64 e Figura 65 os tratamentos (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) e (10 kV/0,1 kHz/2 h) e números de ciclos 150709, 180661 e 134912, respectivamente. Diferente dos tratamentos 3IP (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h) essas amostras apresentaram uma superfície de fratura contendo apenas um ponto de nucleação da trinca. Comparando o primeiro conjunto de amostras com mais de um ponto de nucleação de trinca com o conjunto de amostras com um único ponto de nucleação,

as médias do número de ciclos para carregamento de 234 MPa conforme Tabela 26 foram 50225 e 120504, respectivamente. Um aumento na vida em fadiga em torno de 140%.

O aumento na microdureza superficial em torno de 6% para as amostras (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) e 17% para a amostra (10 kV/0,1 kHz/2 h) geradas pela implantação iônica gerou fraturas com apenas um ponto de nucleação, conseqüentemente melhor a vida em fadiga do material AA7050-T7451 tratado. O aumento na microdureza e nanodureza estão relacionadas com a formação de uma camada de nitreto de alumínio, visto na análise de DRX. A presença de AlN dificulta a nucleação das trincas, aumentando o número de ciclos no primeiro estágio, e conseqüentemente a vida em fadiga.

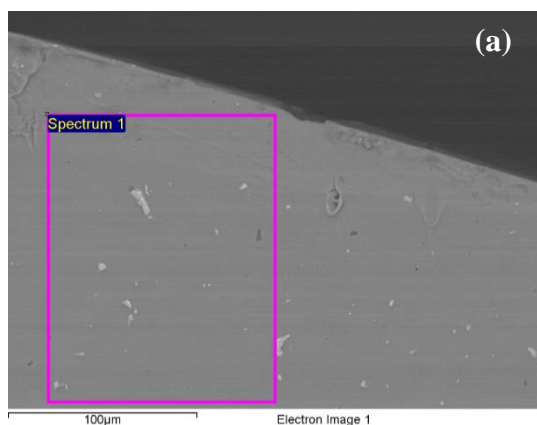
5.12.2. Análise Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Foram feitas análises por EDS nas amostras tratadas por 3IP com os parâmetros (5 kV/1,0 kHz/2 h), (10 kV/0,1 kHz/2 h) e material base para caracterizar as superfícies dos materiais tratados em relação as suas propriedades e composição química.

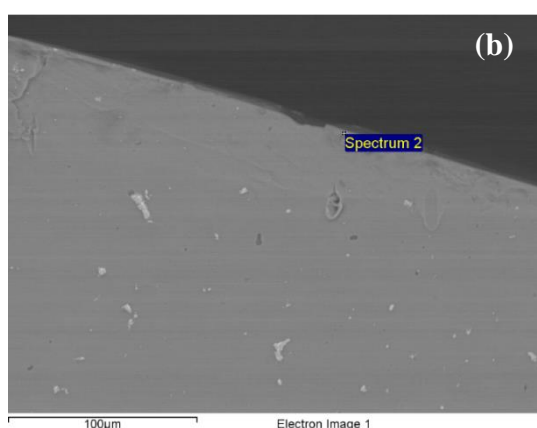
Na Figura 66 pode-se observar as análises de EDS de algumas regiões da amostra material base e seus precipitados. Na Figura 66 (a) os valores de percentuais em peso e atômico dos elementos correspondem aos valores aproximados da análise química realizada no material por espectrometria óptica, visto anteriormente. É possível observar também na análise via EDS que o elemento que caracteriza a liga 7xxx (Zn) apresenta-se em maior quantidade em relação aos demais elementos de liga.

No espectro da Figura 66 (b) a análise foi realizada em uma região próxima da superfície, nota-se que os valores e os elementos de liga presentes mantiveram bem próximos do espectro (a). Observa-se nas análises das Figura 66 (c) e (e) a presença de precipitados que possivelmente são Al₂CuMg arredondadas e partículas de Al₇Cu₂Fe alongadas, enquanto que (d) contém apenas precipitados Al₇Cu₂Fe (LIU et al., 2015).

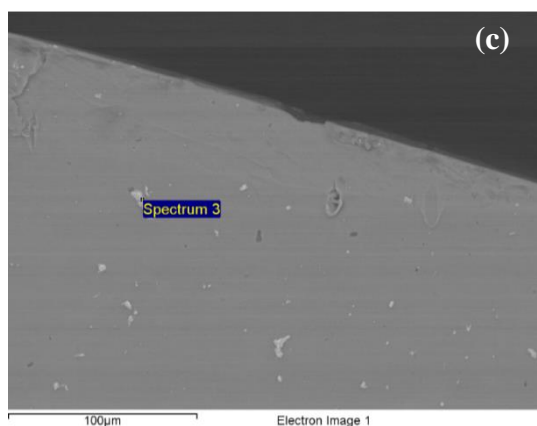
Figura 66 - Espectro - Amostra Material Base.



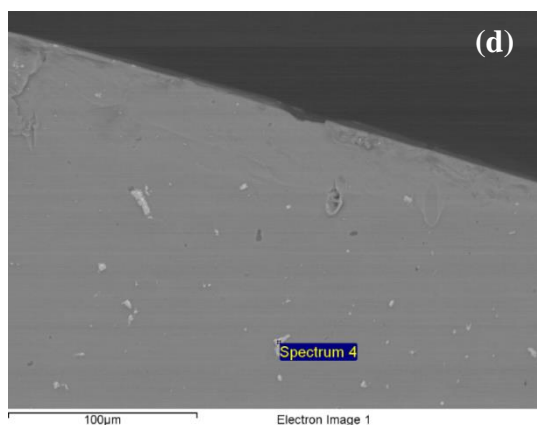
Elemento	% Peso	% Atômica
O K	0,95	1,67
Mg K	2,04	2,36
Al K	88,69	92,37
Cu K	2,03	0,90
Zn K	6,29	2,70



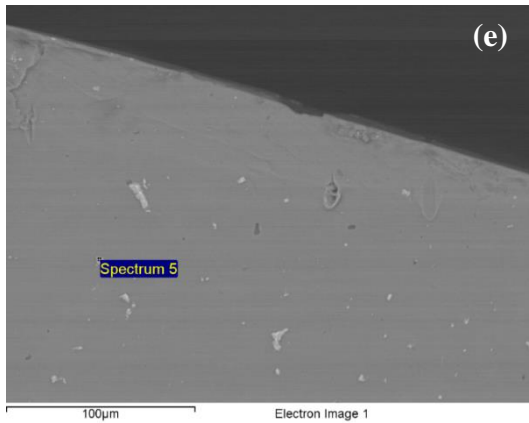
Elemento	% Peso	% Atômica
O K	1,94	3,35
Mg K	1,94	2,20
Al K	89,28	91,54
Cu K	1,48	0,65
Zn K	5,36	2,27



Elemento	% Peso	% Atômica
O K	1,77	3,57
Mg K	0,72	0,95
Al K	66,17	78,93
Si K	0,16	0,19
Fe K	8,49	4,89
Ni K	0,24	0,13
Cu K	20,46	10,37
Zn K	1,98	0,97



Elemento	% Peso	% Atômica
Al K	56,35	74,55
Fe K	12,13	7,75
Ni K	0,41	0,25
Cu K	29,6	16,66
Zn K	1,45	0,79

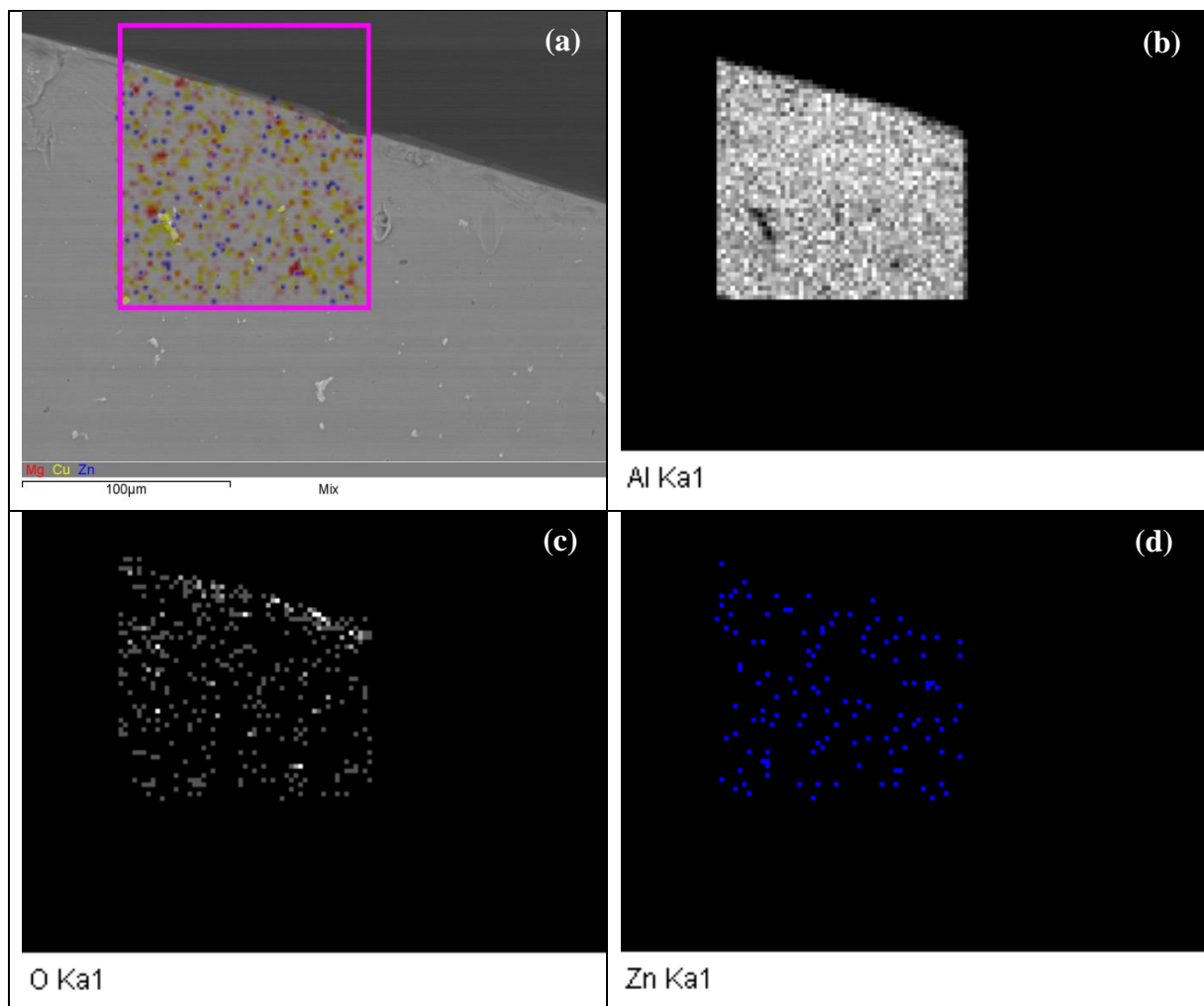


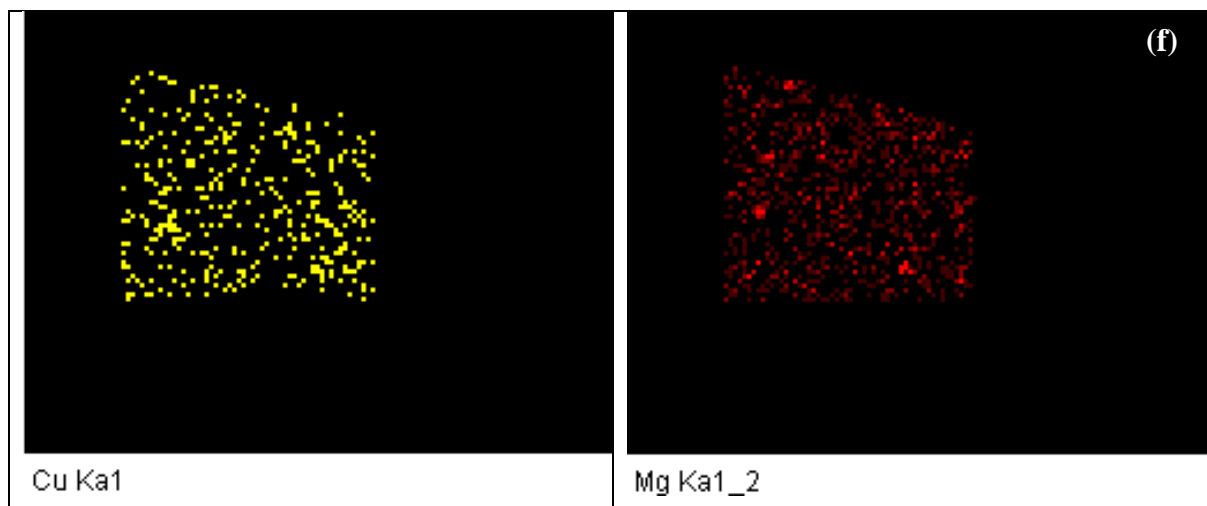
Elemento	% Peso	% Atômica
O K	1,40	2,74
Mg K	1,13	1,45
Al K	70,83	82,23
Fe K	6,94	3,89
Ni K	0,31	0,16
Cu K	16,69	8,23
Zn K	2,71	1,30

Fonte: Próprio autor.

É possível observar na Figura 67 que os elementos de liga estão distribuídos de forma homogênea por toda região analisada.

Figura 67 – Material Base AA7050-T7451.





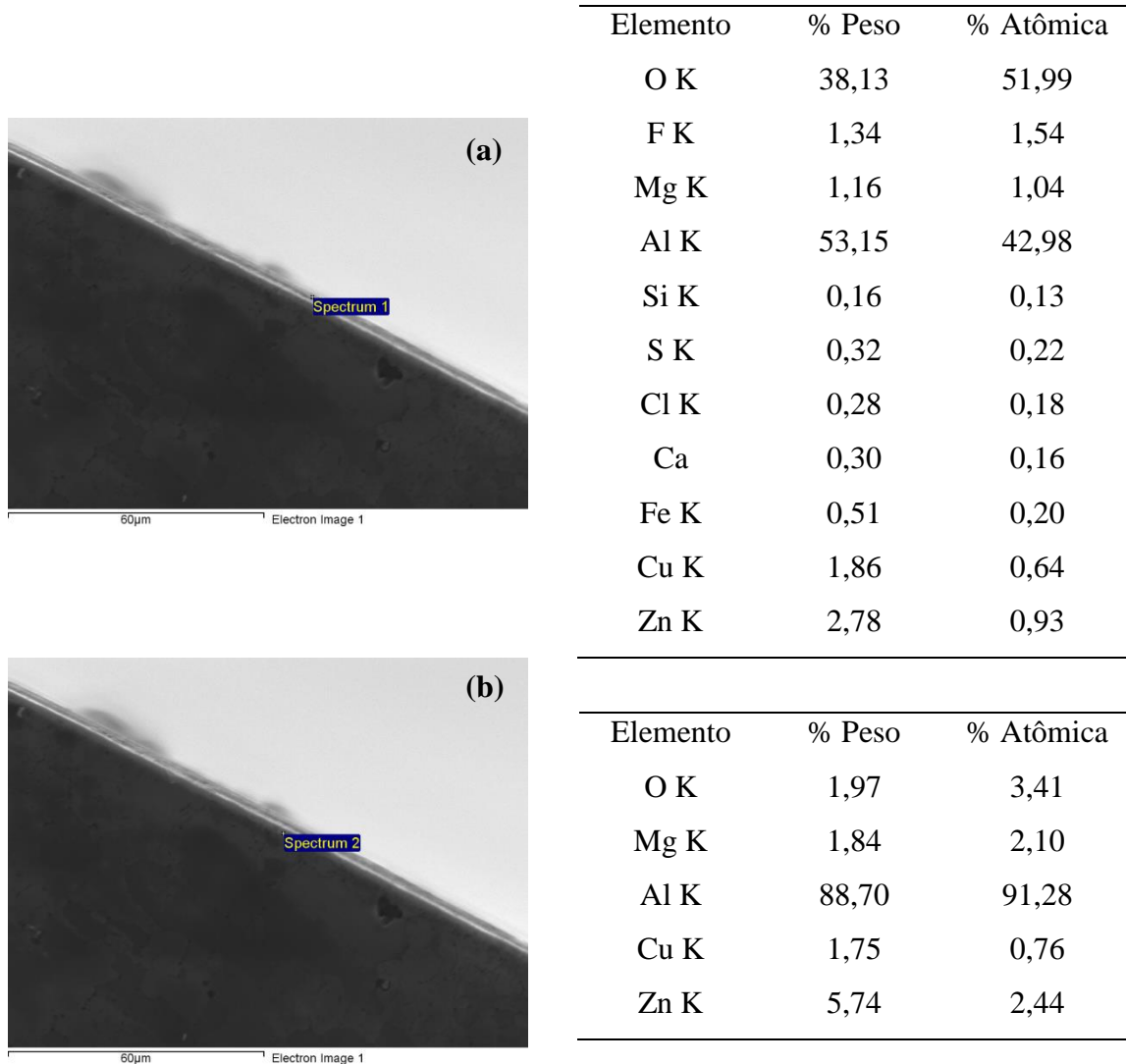
Fonte: Próprio autor.

Nas Figura 68 e Figura 69 foram feitas as análises da superfície polida da condição de tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h). Nessa condição a temperatura de tratamento atingiu o maior valor inicial (111 °C) e a maior temperatura máxima (242 °C) quando comparado aos outros tratamentos. As altas temperaturas facilitaram a difusão dos precipitados e do oxigênio na superfície do material, formando uma camada heterogênea de óxido de alumínio (Al_2O_3) e nitreto de alumínio (AlN), que contribuíram para a nucleação de trincas superficiais. Pela análise de DRX também é possível verificar a presença de óxidos de alumínio com orientação cristalográfica preferencial em (110). A queda na resistência à fadiga está associada ao aumento da difusão atômica e a formação de uma camada cerâmica heterogênea, consequentemente proporcionando um rearranjo na superfície reduzindo a micro e nanodureza dos materiais tratados (DENG et al., 2016).

Com a difusão dos precipitados houve uma queda da microdureza e nanodureza do material. Nessa condição (5 kV/1,0 kHz/2 h) os valores de microdureza passaram de 155 para 139 HV (Tabela 19 - Perfil de Microdureza (HV) do MB e com tratamentos 3IP.Tabela 19) e a nanodureza foi de 1,88 para 1,37 GPa (Tabela 20) quando comparado ao valor do material base.

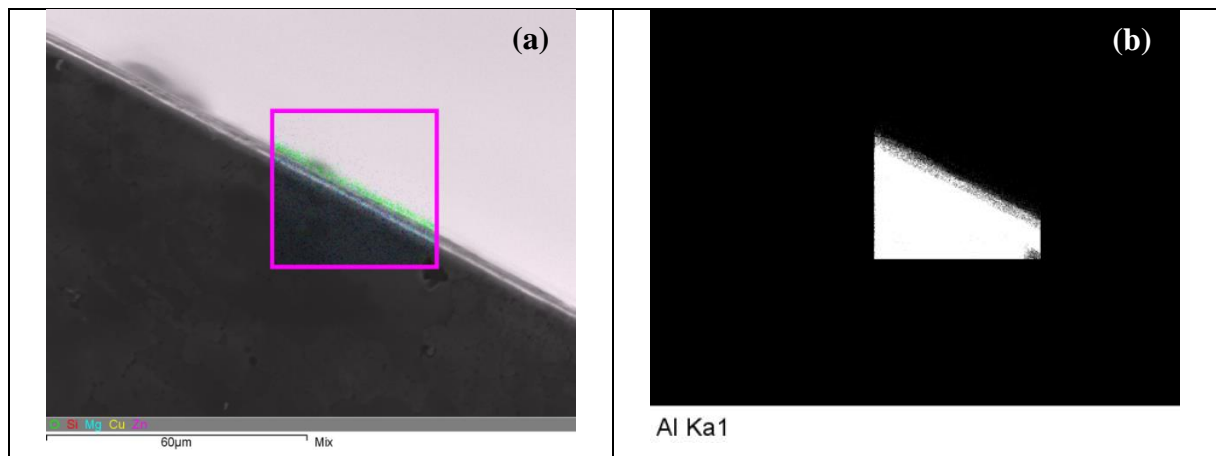
A fadiga também foi afetada nessa condição de tratamento, de acordo com a Tabela 26 os valores de ciclos obtidos em todos os patamares de análise foram menores do que na condição do material base, em alguns casos inferiores aos processos de anodização crônica e sulfúrica. Deng et al. (2016) também observou uma queda da vida em fadiga da liga AA7050-T7451 gerada pela presença de óxidos de alumínio (Al_2O_3). Nas análises fractográficas do autor algumas fraturas foram nucleadas a partir dessas inclusões.

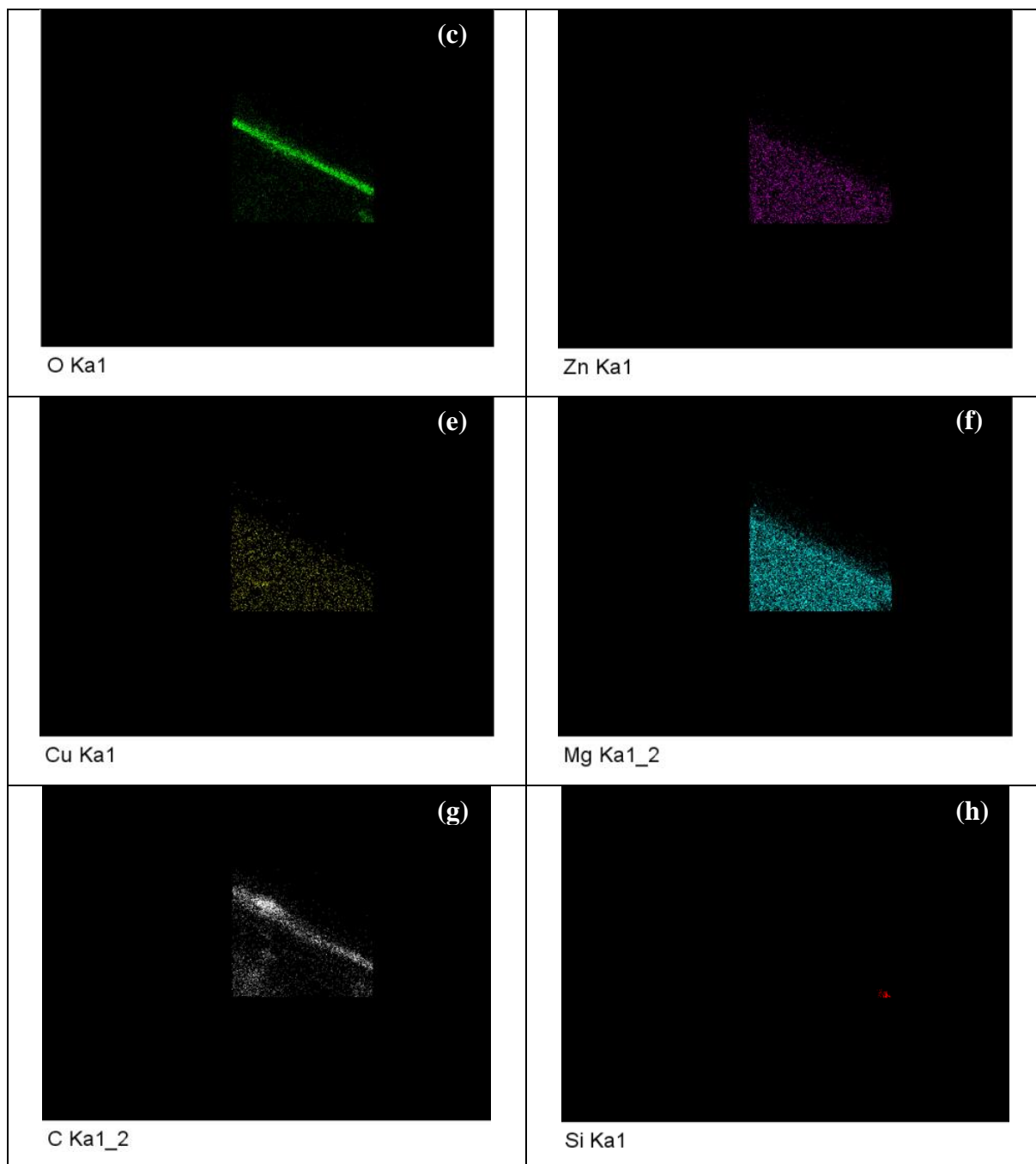
Figura 68 - Amostra Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h).



Fonte: Próprio autor.

Figura 69 – Tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/ 2 h).





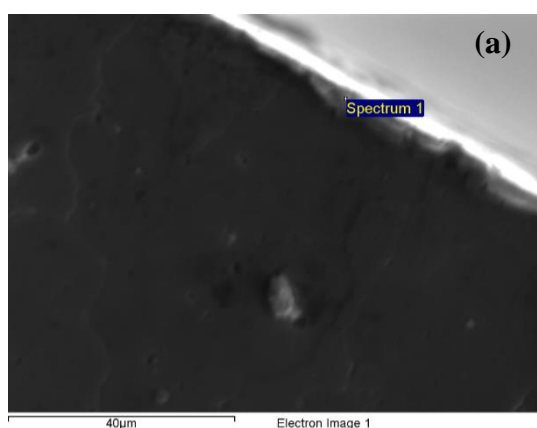
Fonte: Próprio autor.

Dos espectros das Figura 70 e Figura 71 nota-se que o processo de difusão na condição (10 kV/0,1 kHz/2 h) foi menos intenso do que na condição (5 kV/1,0 kHz/2 h), por conta das menores temperaturas atingidas durante o processo. Na condição com voltagem 10 kV a temperatura máxima atingiu 119 °C, em torno de 51% menor do que na condição 5 kV. Pelas figuras é possível observar que as distribuições dos elementos na rede são mais homogêneas.

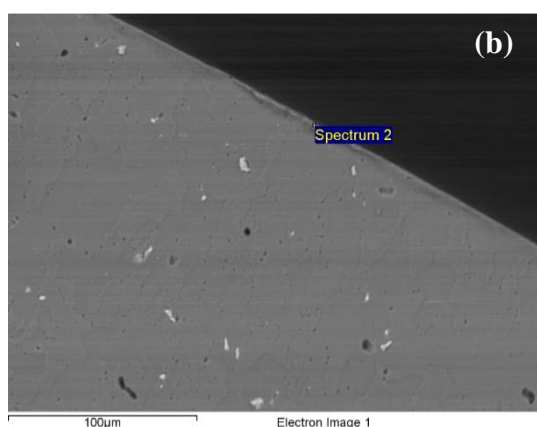
As análises de EDS juntamente com DRX para a condição de tratamento com 10 kV mostra a formação de nitretos de alumínio (AlN) na camada superficial da amostra, a presença

desses nitretos aumentam a microdureza e nanodureza superficial resultando em aumento na vida em fadiga. Os resultados de fadiga para a condição de maior voltagem (10 kV) e menor frequência de impacto (0,1 kHz) ultrapassaram os valores da amostra do material base em até 137% para carregamento de 328 MPa.

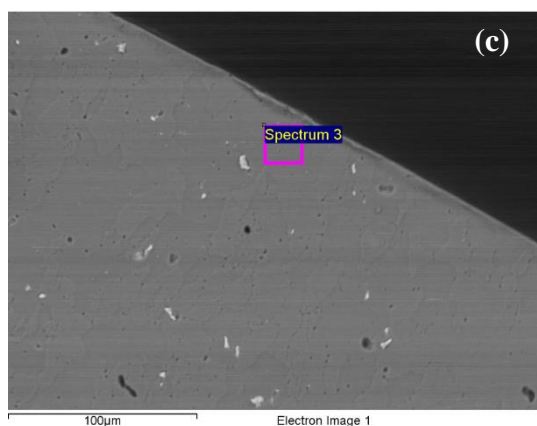
Figura 70 - Amostra Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/2 h).



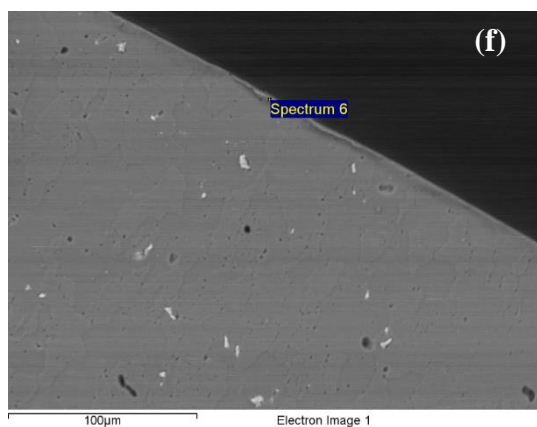
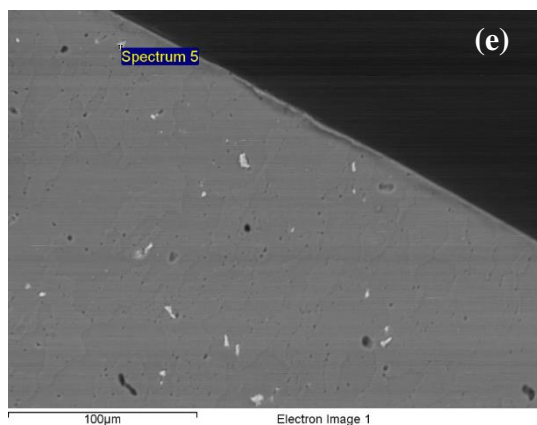
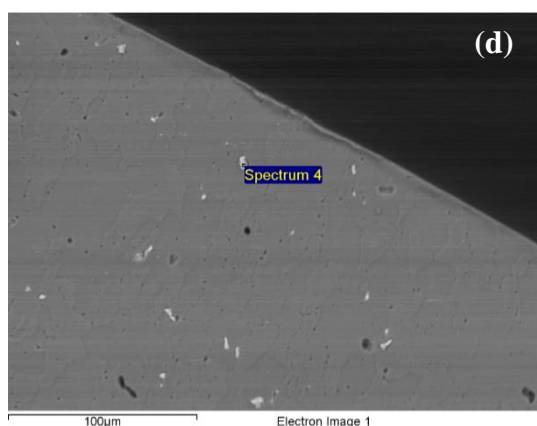
Elemento	% Peso	% Atômica
O K	4,02	6,92
Mg K	1,88	2,13
Al K	85,30	87,08
Cl K	0,27	0,21
Fe K	0,45	0,22
Cu K	2,64	1,15
Zn K	5,44	2,29



Elemento	% Peso	% Atômica
O K	22,25	33,43
Mg K	1,53	1,51
Al K	70,34	62,65
Si K	0,10	0,08
S K	0,18	0,13
Cl K	0,38	0,26
Cu K	1,20	0,45
Zn K	4,02	1,48



Elemento	% Peso	% Atômica
O K	0,74	1,31
Mg K	1,99	2,30
Al K	89,20	92,90
Cu K	1,93	0,85
Zn K	6,15	0,85



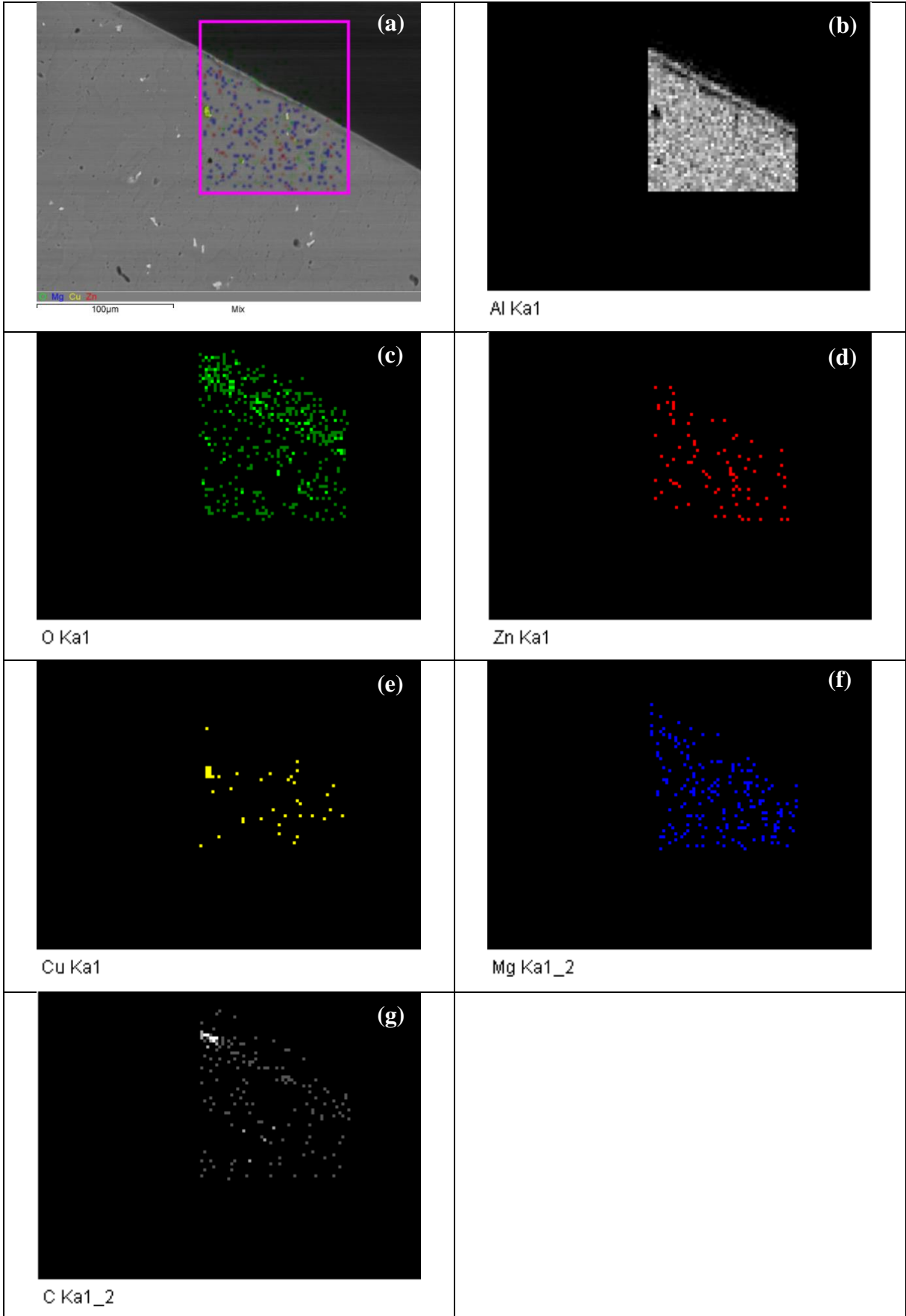
Elemento	% Peso	% Atômica
O K	6,48	15,26
Mg K	0,71	1,10
Al K	34,53	48,24
Si K	0,40	0,53
S K	0,33	0,38
Cl K	0,31	0,33
Ca K	0,22	0,20
Fe K	1,80	1,21
Ni K	0,26	0,17
Cu K	52,75	31,29
Zn K	2,21	1,28

Elemento	% Peso	% Atômica
O K	1,60	2,81
Mg K	1,86	2,16
Al K	87,27	90,99
Fe K	0,31	0,16
Cu K	2,89	1,28
Zn K	6,06	2,61

Elemento	% Peso	% Atômica
O K	5,67	10,01
Mg K	1,98	2,30
Al K	76,96	80,51
Cl K	0,15	0,12
Fe K	0,43	0,22
Ni K	9,03	4,34
Cu K	1,31	0,58
Zn K	4,47	1,93

Fonte: Próprio autor.

Figura 71 – Tratamento 3IP (10 kV/0,1 kHz/ 2 h).



Fonte: Próprio autor.

6. CONCLUSÕES

Os tratamentos de anodização sulfúrica e crômica viabilizaram uma espessura de camada de 17,4 e 12,9 μm , respectivamente. Observou-se uma queda na resistência à fadiga em relação ao material base, mais intensa para a anodização sulfúrica, considerando-se fundamentalmente a presença de microtrincas e tensões residuais trativas induzidas pelo processo.

Nos casos dos tratamentos 3IP, observou-se uma relação direta entre as taxas de aquecimento dentro da câmara e as frequências de implantações adotadas nos experimentos. As temperaturas iniciais, após os processos de limpeza com argônio do sistema, também são maiores quando são adotadas maiores frequências de implantações.

Nos casos das diversas condições de 3IP estudadas existem diferenças significativas nas temperaturas finais dos tratamentos. Pode-se observar que nas condições de menores frequências de impacto (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento) e (10 kV/0,1 kHz/2 h) as temperaturas máximas estiveram abaixo da primeira temperatura de envelhecimento (115-125 °C) da liga AA7050-T7451. As condições (9 kV/0,2 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (6 kV/0,5 kHz/1 h) entre a primeira e segunda (160-170 °C) temperatura de envelhecimento e também os casos de maior frequência de impacto (6 kV/0,5 kHz/3 h), (5 kV/1,0 kHz/2h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h/ sem argônio) em que ultrapassaram a segunda temperatura de envelhecimento.

O perfil de microdureza para todas as condições de 3IP estudadas indicou uma variação nas microdurezas próximas das superfícies. Houve queda nas microdurezas superficiais em relação ao material base nos casos (9 kV/0,2 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h), (6 kV/0,5 kHz/1 h), (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h/ sem argônio) e incremento neste valor para os seguintes casos (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento) e (10 kV/0,1 kHz/2 h).

Em todas as condições de tratamento 3IP no centro da amostra a microdureza Vickers manteve o valor do material base sem tratamento.

Na análise de nanodureza para as condições de tratamento 3IP (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (10 kV/0,1 kHz/2 h) também foi observado uma variação na resistência nas camadas superficiais das amostras. No tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h) em que a temperatura atingiu valores maiores do que a temperatura do segundo envelhecimento, observou uma queda na resistência. Enquanto que para (10 kV/0,1 kHz/2 h), condição de menor temperatura, notou-se um ganho de resistência pela formação de AlN.

É possível observar uma relação entre o comportamento da microdureza, nanodureza e a temperatura resultante do tratamento e o tempo de processo.

Das análises de difração de raios-x (DRX), para a condição de tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h), a alta temperatura atingida durante o tratamento (acima da temperatura do segundo envelhecimento) aumentou a taxa de difusão no alumínio, gerando uma aglomeração de partículas na superfície da amostra. Esse aglomerado reduziu as propriedades mecânicas, principalmente a resistência à fadiga da liga. Já para a condição (10 kV/0,1 kHz/2 h) a alta voltagem e a baixa frequência utilizadas no procedimento, possibilitou um tratamento com temperaturas mais baixas (não ultrapassando a temperatura do primeiro envelhecimento) em relação as outras condições. A combinação desses parâmetros resultou num aumento da resistência mecânica superficial através da formação de AlN nos planos cristalográficos (100) e (101) e Al₂O₃ nos planos cristalográficos (110), proporcionando a melhor condição de resistência à fadiga em relação aos outros tratamentos realizados.

Nota-se na análise por EDS da amostra (5 kV/1,0 kHz/2 h) a formação de uma camada heterogênea de óxido de alumínio (Al₂O₃) e nitreto de alumínio (AlN), que contribuíram para a nucleação de trincas superficiais. A queda na resistência à fadiga está associada ao aumento da difusão atômica e a formação de uma camada cerâmica heterogênea. Já para a condição (10 kV/0,1 kHz/2 h) a baixa temperatura não favoreceu a difusão no material, com isso as distribuições dos elementos na rede e a camada cerâmica formada pelo impacto das partículas na superfície foram mais homogêneas

Os valores de tensão residual indicaram valores negativos longitudinal e transversal para os experimentos com alta frequência.

Com relação aos resultados de fadiga por flexão rotativa os experimentos (5 kV/1,0 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h/ sem argônio) apresentaram números de ciclos da curva S/N para baixo e alto ciclo menores do que os processos de anodização sulfúrica e crômica.

Nos casos dos experimentos de (6 kV/0,2 kHz/1 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/com resfriamento) os ensaios de fadiga tiveram resultados próximos ao material base para baixo e alto ciclo de carregamento.

Já para o experimento (10 kV/0,1 kHz/2 h) pode ser observado um incremento significativo em relação a fadiga de baixo ciclo e se manteve praticamente constante quando analisado em alto ciclo em comparação ao material base.

As análises das superfícies de fratura indicaram múltiplas iniciações de trincas nos casos de maior frequência de impacto (6 kV/0,5 kHz/3 h), (6 kV/0,5 kHz/2 h) e (5 kV/1,0 kHz/2 h), nos processos de anodização sulfúrica e crômica. Nucleação de trinca localizada ocorreu nos

casos de menor frequência das condições (6 kV/0,2 kHz/1 h), (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) e no material base.

Nota-se também que houve uma tendência de variação positiva nos resultados de rugosidade R_a nas amostras tratadas com baixa frequência de pulso. Os valores médios da rugosidade para a condição de tratamento (5 kV/1,0 kHz/2 h) foi de 26%, enquanto que o incremento para a condição de menor frequência (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) foi em torno de 65%.

Das curvas de polarização os tratamentos 3IP nas condições (6 kV/0,2 kHz/1 h) e (6 kV/0,2 kHz/1 h/ com resfriamento) tiveram os melhores resultados de potencial de corrosão, tornando o material mais nobre. A condição de melhor resistência à fadiga (10 kV/0,1 kHz/2 h) teve potencial de corrosão semelhante ao material base mas um incremento na intensidade de corrente de corrosão em dez vezes..

7. REFERÊNCIAS

AA - Aluminum Association. **Alloy and temper designation system for aluminum** – AA H35.1. 2000.

AA - Aluminum Standards and Data 2000, **The Aluminum Association**, Washington D.C – U.S.A, 2001.

ABAL. **Associação Brasileira do Alumínio**. Disponível em < <http://www.abal.org.br/>>. Acesso em: Jan. 2016.

ABAL, Guia Técnico do Alumínio: Tratamento Térmico. São Paulo: Associação Brasileira do Alumínio, 2003.

ABRACO – Associação Brasileira de Corrosão. Disponível em: < <http://www.abraco.org.br/>>. Acesso em: Mar. 2016.

ADAMS, C. H. **Notes on Railroad Accidents**. New York: G. P. Putnam's Sons, 1879, cap. 6, p. 52-65.

ALCOA. **Aluminum Company of América**. Disponível em < <https://www.alcoa.com/global/en/home.asp>>. Acesso em: Jan. 2016.

AI-RUBAIE K. S.; DEL GRANDE, M. A.; TRAVESSA, D. N.; CARDOSO, K. R. Effect of pre-strain on the fatigue life of 7050-T7451 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 464, n. 1-2, p. 141-150, aug. 2007.

AMORIM, C. E. S. **Análise dos recobrimentos anticorrosivos aplicados sobre um aço aeronáutico de alta resistência no comportamento em fadiga**. 2003. 280 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2003.

AMS. **4050J**: Aluminum Alloy, Plate, 6,2Zn – 2.3Cu – 2.2Mg – 0.12Zr (7050-T7451), **Solution Heat Treated**, Stress Relieved, and Overaged, 2014

AN, Q.; FENG, K; LÜ, H.; CAI, X.; SUN, T.; CHU, P. Effects of Al and N plasma immersion ion implantation on surface microhardness, oxidation resistance and antibacterial characteristics of Cu. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 25, n. 6, p. 1944-1949, june 2015.

ASM Handbook. American Society for Metals. **Atlas for fatigue curve, metals part**. Metals Handbook, 1986.

ASM Metals handbook, vol.2, **Properties and selection: nonferrous alloys and pure metals**, ASM, M. Park, 9 ed., pp- 32-36, 1979.

ASM Metals handbook, vol. 4, **Heat Treating**. ASM International Handbook Committee, 2004a.

ASM Metals handbook, vol. 9, **Metallography and Microstructures**. ASM International Handbook Committee, 2004b.

ASM Metals handbook, vol. 13, **Corrosion**. ASM International Handbook Committee, 1992.

ASM Handbook. American Society for Metals. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. 10 ed. 1990. v. 2, 3470 p.

ASM Handbook. American Society for Metals. **Heat Treatment**. 10 ed. 1991. V. 4, 2173 p.

ASTM **A751**: Standard Test Methods, **Practices, and Terminology for Chemical Analysis of Steel Products**, 2011.

ASTM. **B918/B918M**: Standard Practice for Heat Treatment of Wrought Aluminum Alloys, 2009.

ASTM. **E3**: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, 2011.

ASTM. **E7**: Standard Terminology Relating to Metallography, 2015.

ASTM. **E8/E8M**: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, United States, 2008.

ASTM. **E384**: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. United States, 2011.

ASTM. **E407**: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys, 2007.

ASTM. **E883**: Standard Guide for Reflected-Light Photomicrography, 2011.

BALDACIM, S. A.; SILVA, O. M. M.; SANTOS, C.; SILVA, C. R. M. Estudo do nitreto de alumínio para aplicação termo-mecânicas. **Cerâmica**, v. 51, p. 349-353, 2005.

BARILE, N. V. Curso de Princípios de Metalurgia, Alcan Alumínio do Brasil Ltda., 1981.

BAPTISTA, C. A. R. P. **Modelagem preditiva do comportamento de trincas de fadiga com aplicação ao titânio de pureza comercial**. 2000. 120 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais – Materiais Refratários) – FAENQUIL, Lorena, 2000.

BODGER, B. E.; MCGRANN, R. T. R.; SOMERVILLE, D. A. The evaluation of tungsten carbide thermal spray coatings as replacement for electrodeposited chrome plating in aircraft landing gear. **Plating and Surface Finishing**, p. 28-31, 1997.

BOLLES, D. C. HVOF thermal spraying and alternative to hard chrome plating. *Welding journal*, p. 31-34, 1995.

BONORA, R. G. **Fadiga e corrosão do aço inoxidável CUSTOM 465 de aplicação aeronáutica**. 2011. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

BONORA, R. G; VOORWALD, H. J. C; CIOFFI, M. O. H; JUNIOR, G. S; SANTOS, L. F. V. Fatigue in AISI 4340 steel thermal spray coating by HVOF for aeronautic application, **Procedia Engineering**, v. 2, n. 1, p. 1617-1623, apr. 2010.

BONORA, R. G. **Influência do Tratamento Superficial 3IP na Vida em Fadiga dos Aços ABNT 4340 e 15-5 PH para Aplicação Aeronáutica**. 2015. 125 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2015.

BUCHHEIT, R. G.; GRANT, P.; HLAVA, P. F.; MCKENZIE, B.; ZENDER, G. L. Local dissolution phenomena associated with S phase (Al₂CuMg) particles in aluminum alloy 2024-T3. **Journal of the Electrochemical Society**, v. 144, n. 8, p. 2621-2628, 1997.

BUHA, J.; LUMLEY, R. N.; CROSKY, A. G. Secondary ageing in an aluminium alloy 7050. **Materials Science and Engineering**, v. 492, n. 1-2, p. 1-10, sept. 2008.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e engenharia de materiais: Uma Introdução**. 6. ed, Rio de Janeiro, LTC. 2008.

CAMARGO, J. A. M. **A Influência do shot peening e das anodizações crômica, sulfúrica e dura sobre a resistência à fadiga da liga Al 7050 – T 7451 de uso aeronáutico**. 2007. 213 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

CAMARGO, J. A. M. **Propagação de trinca por fadiga na liga de alumínio 7475-T761 submetida a carregamento de amplitude constante e variável**. 1995. 162 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1995.

CAMARGO, J. A. M.; VOORWALD, H. J. C.; CIOFFI, M. O. H.; COSTA, M. Y. P. Coating residual stress effects on fatigue performance of 7050-T7451 aluminum alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 24, p. 9448-9455, oct. 2007.

CAMARGO, J. A. M.; VOORWALD, H. J. C. Influence of anodization on the fatigue strength of 7050-T7451 aluminum alloy. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 30, n. 11, p. 993-1007, oct. 2007.

CAMILO, D. C. **Estudo da laminação criogênica e do envelhecimento natural na liga AA7050-T7451: Microestrutura e propriedades.** 2013. 126 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2013.

CARRERI, F. C. **Estudo do processo de implantação iônica por imersão em plasma em dielétricos através de técnicas experimentais e de simulação computacional.** 2012. 77 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais INPE, São José dos Campos, 2012.

CARVALHO, A. L. M. **Comportamento mecânico em fadiga das ligas de alumínio 7010-T4 e 7050-T4 de aplicação aeronáutica.** 1999. 120 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Campus de Guaratinguetá, 1999.

CHAUSSUMIER, M.; MABRU, C.; CHIERAGATTI, R.; SHAHZAD, M. **Procedia Engineering**, v. 66, p. 300-312, 2013.

CHAVES, V.; NAVARRO, A; MADRIGAL, C. Stage I crack diretions under in-phase axial-torsion fatigue loadgin for AISI 304L stainless steel. **International Journal of Fatigue**, v. 80, p. 10-21, nov. 2015.

CHEN, S.; CHEN, K.; DONG, P.; YE, S.; HUANG, L. Effects of recrystallization and heat treatment on strength and SCC of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 581, p. 705-709, dec. 2013.

CHEN, J.; ZHANG, X.; ZOU, L.; YU, Y.; LI, Q. Effects of precipitate state on the stress corrosion behavior of 7050 aluminum alloy. **Materials Characterization**, v. 114, p. 1-8, 2016.

CHEN, J.; ZHEN, L.; YANG, S.; SHAO, W.; DAI, S. Investigation of precipitation behavior and related hardening in AA 7055 aluminum alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 500, n. 1-2, p. 34-42, jan. 2009.

CHEN, J.; ZOU, L.; LI, Q.; CHEN, Y. Microstructure evolution of 7050 Al alloy during age-forming. **Materials Characterization**, v. 102, p. 114-121, apr. 2015.

CHEN, Y. Q.; PAN, S. P.; ZHOU, M. Z.; YI, D. Q.; XU, D. Z.; XU, Y. F. Effects of inclusions, grain boundaries and grain orientations on the fatigue crack initiation and propagation behavior of 2524-T3 Al alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 580, p. 150-158, sep. 2013.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica. Estrutura e Propriedades das Ligas Metálicas**. 1977. 2ª Edição. São Paulo: McGraw-Hill, 1986. Volume I, 266 p.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica. Processos de Fabricação e Tratamento**. 1986. 2ª Edição. São Paulo: McGraw-Hill, 1977. Volume III, 388 p.

CHUMSKI, V. **Estudo do comportamento das ligas de alumínio- magnésio AlMg5083 e AlMg5182, sob Solicitações em fadiga axial**. 2003. 110 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica Projetos e Materiais) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá. 2003.

COSTA, M. Y. P. **Fadiga em titânio aeronáutico revestido por PVD**. 2009. 122 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 2009.

COTTRELL, A.; HULL, D. **A discussion on work hardening and fatigue**. Proc R. Soc., A 242, 211, 1957.

CREE, A. M.; WEIDMANN, G. W. Effect of anodized coatings on fatigue cracks rates of aluminum alloy. **Surface Engineering**, v. 13, n. 1, p. 51-55, 1997.

DAVIS, J. ASM Specialty Handbook: Aluminum and aluminum alloys. OH, EUA, jan. 1993 784 p.

DENG, C.; WANG, H.; GONGO, B.; LI, X.; LEI, Z. Effects of microstructural heterogeneity on very high cycle fatigue properties of 7050-T7451 aluminum alloy friction stir butt welds. **International Journal of Fatigue**, v. 83, p. 100-108, 2016.

DENG, Y.; YIN, ZHIMIN, Y.; DUAN, J.; HU, J.; HE, ZHENBO. Effects of Sc and Zr microalloying additions and aging time at 120 °C on the corrosion behavior of an Al-Zn-Mg alloy. **Corrosion Science**, v. 65, p. 288-298, de. 2012.

DIETER, G. E. **Fatigue of Metals. In: Mechanical Metallurgy**. 1984. 2^a ed. New York: McGraw Hill. 1984, p403-450.

DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy** (SI metric edition), McGraw Hill Book Co. 3 ed., 1988.

DIETER, G. E. **Metallurgy and Metallurgical Engineering Series. In: Mechanical Metallurgy**. 1961. New York: McGraw Hill. 1961, 605p.

DIN. **50113**: Testing of Metals, Rotating Bar Bending Fatigue Test, Alemanha, 1982.

DOLLEY, E. J.; WEI, R. P. The effect of pitting corrosion on fatigue life. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, v. 23, n. 7, p. 555-560, jul 2000.

DOWLING, N. E. Mechanical Behavior of Materials – Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue. 3. ed., Pearson Prentice Hall, New Jersey, 1998.

DUBPERNELL, G.; LOWENHEIM, F. A. Modern Electroplating, ed. 2 p. 80-129, 1998

DURSUN, T.; SOUTIS, C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys, **Materials & Design**, v. 56 p. 862-871, 2014.

FAN, X.; JIANG, D.; MENG, Q.; ZHONG, Q. The microstructural evolution of an Al-Zn-Mg-Cu alloy during homogenization. **Materials Letters**, v. 60, n. 12, p. 1475-1479, june 2006.

FERNANDES, B. B.; MANDL, S.; OLIVEIRA, R. M.; UEDA, M. Mechanical properties of nitrogen-rich surface layers on SS304 treated by plasma immersion ion implantation. **Applied Surface Science**, v. 310, n. 15, p. 278-283, aug. 2014.

FOLEY, R.T. Localized corrosion of aluminium alloys-A Review. **Corrosion**, Houston, v. 42, n. 5, p. 277-288, may 1986.

FUCHS, H. O.; STEPHENS, R. I. **Metal Fatigue Engineering**. John Wiley & Sons, EUA, 318p, 1980.

GENTIL, V. **Corrosão**. 6^a ed. Rio de Janeiro: GEN Grupo Editorial Nacional, 2012. 360p.

GIORDANI, E. J. **Propriedades, microestrutura e mecanismos de nucleação de trincas por fadiga de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados como biomateriais**. 2001. 300 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2001.

GROSS, T.S.; LAMPMAN, S. **Micromechanisms of Monotonic and Cyclic Crack Growth**. In: AMERICAN SOCIETY FOR METALS INTERNATIONAL. ASM Handbook. Materials Park, OH: ASM, 1996. v.19, 42-60.

GUIMARÃES, A. V. **Estudo comparativo da deformação a frio sobre as propriedades mecânicas de uma liga de alumínio 7475-T761**. 1994. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 1994.

HAN, N. M.; ZHANG, X. M.; LIU, S. D.; HE, D. G.; ZHANG, R. Effect of solution treatment on the strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050. **Jornal od Alloys and Compounds**, v. 509, n. 10, p. 4138-4145, mar. 2011.

HERTZBERG, U. G. **Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Material**. 1976. 40^a ed. New York. John Wiley and Sons. 1996, 786p.

HIRVONEN, J. K.; SARTWELL, B. D. Ion implantation. In: **ASM Handbook: surface engineering**. [S.l.]: ASM International, The Materials Society, v. 5, 1056 p., 1992.

ISIDA, M.; YOSHIDA, T.; NOGUCHI, H. Tension of finite-thickness plate with a pair of semi-elliptical surface cracks. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 35, n. 6, p. 961-965, 1990.

JIANG, J. T.; TANG, Q. J.; YANG, L.; ZHANG, K.; YUAN, S. J.; ZHEN, L. Non-isothermal ageing of an Al-8Zn-2Mg-2Cu alloy for enhanced properties. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 227, p. 110-116, jan. 2016.

JIANG, J. T.; XIAO, W. Q.; YANG, L.; SHAO, W. Z.; YUAN, S. J.; ZHEN, L. Ageing behavior and stress corrosion cracking resistance of a non-isothermally aged Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Science and Engineering:A**, v. 605 p. 167-175, may. 2014.

JOGI, B. F.; BRAHMANKAR, P. K.; NANDA, V. S.; PRASAD, R. C. Some studies on fatigue crack growth rate of aluminum. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 20, n. 1-3, p. 380-384, 2008.

JONES, A. R. **Microcracks in hard chromium electrodeposits**. Plating and Surface Finishing, 1989. 66 p.

JONES, D. A. **Principles and prevention of corrosion**. 2nd ed. New Jersey: Prentice-Hall, 1996. 572 p.

KAMP, N.; GAO, N.; STARINK, I.; SINCLAIR, I. Influence of grain structure and slip planarity on fatigue crack growth in low alloying artificially aged 2xxx aluminum alloys. **International Journal of Fatigue**, v. 29, n. 5, p. 869-878, may. 2007.

KAMP, N.; SINCLAIR, I.; STARINK, M. J. Toughness-strength relations in the overaged 7449 Al-base alloy. **Metallurgical and materials Transactions A**, v. 33, p. 1125-1136, 2002.

KERMANIDIS, A. T.; PETROYIANNIS, P. V.; PANTELAKIS, S. G. Fatigue and damage tolerance behaviour of corroded 2024-T351 aircraft aluminum alloy. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v. 43, n. 1, p. 121-132, mar. 2005;

KLESNIL, M.; LUKÁS, P. **Fatigue of Metallic Materials**, 2. ed. (revised), Elsevier, Amsterdam, 1992.

KOCANDA, S. **Fatigue Failure of Metals**. Warsaw: Sythoff Noordhoff Int. Publishers. 1978, v.I, 368p.

KOSTOV, K. G.; UEDA, M.; TAN, I. H.; LEITE, N. F.; BELOTO, A. F.; et al. Structural effect of nitrogen plasma-based ion implantation on ultra-high molecular weight polyethylene. **Surface and Coatings Technology**, v. 186, n. 1-2, p. 287-290, aug. 2004.

KRIVIÁN, L. Meaning and measurement of corrosion potential. **British Corrosion Journal**, v. 26, n. 3, p. 191-194, 1991.

KUO, H. S.; WU, J. K. Passivation treatment for inhibition of hydrogen absorption in chromium-plated steel, v. 31 p. 6095-6098, 1996.

LEANDRO, C. A. S. **Efeito da implantação iônica por imersão em plasma no aço ferramenta tipo H13**. 2005. 128 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica – Área de Projetos e Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 2005.

LEGG, K. O.; GRAHAM, M.; CHANG, P.; RASTAGAR, F.; GONZALES, A.; SARTWELL, B. The replacement of electroplating. **Surface and Coatings Technology**, v. 81, n. 1, p. 99-105, may. 1996.

LEVERS, A.; PRIOR, A. Finite element analysis of shot peening. *Mater Process Technol*, v. 80-81, p. 304-308, 1998.

LIANG, W.; PAN, Q.; HE, Y.; LI, Y. C.; ZHOU, Y.; LU, C. Effect of aging on the mechanical properties and corrosion susceptibility of an Al-Cu-Li-Zr alloy containing Sc, **Rare Metals**, v. 27, n. 2, p. 146-152, apr. 2008.

LI, G.; ZHANG, X.; LI, P.; YOU, J. Effects of retrogression heating rate on microstructures and mechanical properties of aluminum alloy 7050. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 20, n. 6, p. 935-941, 2010.

LI, J. F.; BIRBILIS, N.; LI, C. X.; JIA, Z. Q.; CAI, B.; ZHENG, Z. Q. Influence of retrogression temperature and time on the mechanical properties and exfoliation corrosion behavior of aluminum alloy AA7150. **Materials Characterization**, v. 60, n. 11, p. 1334-1341, nov. 2009.

LI, J.; PENG, Z.; LI, C.; JIA, Z.; CHEN, W.; ZHENG, Z. Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 18, n. 4, p. 755-762, aug. 2008.

LIU, H.; TANG, B.; WANG, L.; WANG, X.; JIANG, B. Fatigue life and mechanical behaviors of bearing steel by nitrogen plasma immersion ion implantation. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 9-11, p. 5273-5277, feb. 2007.

LIU, H.; LIU, J.; YU, W.; ZHAO, H.; LI, D. Microstructure evolution of Al-Zn-Mg-Cu alloy during non-linear cooling process. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 26, n. 5, p. 1191-1200, may. 2016.

LIU, J.; LI, M.; LI, S.; HUANG, M. Effect of the microstructure of Al 7050-T7451 on anodic oxide formation in sulfuric acid. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 16, n. 4, p. 432-438, aug. 2009.

LIU, K. L.; HSU, C. J.; HSU, I. M.; CHANG, J. T. Electroplating of Ni-Cr on steel with pulse plating, **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 1, n.3, p. 359-361, jan. 1992.

LIU, Y.; LI, W.; JIANG, D. The effect of pre-ageing on the microstructure and properties of 7050 alloy. **Journal of Materials Research**, v. 30, n. 24, p. 3803-3810, dec. 2015.

LI, X. M.; STARINK, M. J. Effect of compositional variations on characteristics of coarse intermetallic particles in overaged 7000 aluminum alloys. **Materials Science and Technology**, v. 17, n. 11, p. 1324-1328, 2001.

LONYUK, B.; APACHITEI, I.; DUSZCZYK, J. The effect of oxide coatings on fatigue properties of 7475-T6 aluminum alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 21, p. 8688-8694, aug. 2007.

LÓPEZ-CALLEJAS, R.; VALENCIA-ALVARADO, R.; BAORICO, S. R.; MUÑOZ-CASTRO, A. E.; MERCADO-CABRERA, A. et al. Dependence of nitrogen implantation by the PIII process at low energy on pressure and temperature. **Vacuum**, v. 78, n. 2-4, p. 115-118, may. 2005.

LU, J. **Handbook of Measurement of Residual Stresses**. Society of Experimental Mechanics, pp 1, Inc U.S. 1996

MA, K.; HU, T.; YANG, H.; TOPPING, T.; YOUSEFIANI, A.; LAVERNIA, E. J.; MAGNABOSCO, R. **Previsão da vida em fadiga de materiais metálicos** – DEM/FEI, 2001.

MARLAUD, T.; DESCHAMPS, A.; BLEY, F.; LEFEBVRE, W.; BAROUX, B. Evolution of precipitate microstructures during the retrogression and re-ageing heat treatment of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Acta Materialia**, v. 58, n. 14, p. 4814-4826, aug. 2010.

MARLAUD, T.; MALKI, B.; HENON, C.; DESCHAMPS, A.; BAROUX, B. Relationship between alloy composition, microstructure and exfoliation corrosion in Al-Zn-Mg-Cu alloys. **Corrosion Science**, v. 53, n. 10, p. 3139-3149, oct. 2011.

MATENSE, J. V. et. al. **Plasma-immersion Ion Implantation** MRS Bulletin, p. 52-56, 1996.

MAZZOLANI, F. M. **Aluminium alloy structures**. 2nd ed. London: E&FN SPON, Chapman & Hall, 1994. 720 p.

MENG, Q. J.; FRANKEL, G. S. Effect of Cu content on corrosion behavior of 7xxx series aluminum alloys. **Electrochem**, v. 151, n. 151, p. 271-283, 2004.

MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K. **Mechanical Behavior of Materials**, 2 ed. New York: Cambridge University Press, p. 558-593, 2009

MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K., **Princípios de Metalurgia Mecânica**, Editora Edgard Blücher Ltda, 1982.

MIL. Military Handbook. **Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle and Structures**. n. 5. v. H. p. 647, 1998.

MILLER, M. S.; GALLAGHER, J. P. **An Analysis of Several Fatigue Crack Growth Measurement and Data Analysis**. American Society for Testing and Materials, ASTM-STP738, pp.-205-251, 1981.

MINTO, T. A. **Influência da anodização sulfúrica na resistência à fadiga da liga de alumínio 7175-T74**. 2012. 100 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 2012.

MORETO, J. A.; MARINO, C. E. B.; BOSE FILHO, W. W.; ROCHA, L. A.; FERNANDES, J. C. S. SVET, SKP and EIS study of the corrosion behavior of high strength Al and Al-Li alloys used in aircraft fabrication. **Corrosion Science**, v. 84, p. 30-41, 2014.

MURAKAMI, Y.; NEMAT-NASSER, S. Interacting dissimilar semi-elliptical surface flaws under tension bending. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 16, n. 3, p. 373-386, 1982.

MUTOH, Y.; FAIR, G. H.; NOBLE, B.; WATERHOUSE, R. B. The effect of residual stresses induced by shot-peening on fatigue crack propagation in two high strength aluminum alloys. **Fatigue & Fracture of Engineering materials & Structures**, v. 10, n. 4, p. 216-272, 1987.

NASCIMENTO, D. F. L. **Estudo do comportamento em fadiga de baixo ciclo e fadiga sob cargas multiaxiais das ligas de alumínio AA6005, AA6063 e AA6351**. 2015. 204 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena, 2015.

NASCIMENTO, M. P. **Determinação da vida em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com cromo duro sobre níquel químico**. 1999. 156 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 1999.

NASCIMENTO, M. P.; VOORWALD, H. J. C.; SOUZA, R. C.; PIGATIN, W. L. Effects of Surface Treatments on the Fatigue Strength of AISI 4340 Aeronautical Steel. **International Journal of Fatigue**, v. 23, n. 7, p 607-618, aug. 2001.

NASCIMENTO, M. P.; SOUZA, R. C.; MIGUEL, I. M.; PIGATIN, W. L.; VOORWALD, H. J. C. Effects of tungsten carbide thermal spray coating by HP/HVOF and hard chromium electroplating on AISI 4340 high strength steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 138, n. 2-3, p. 113-124, apr. 2001.

OLIVEIRA, A. F.; BARROS, M. C.; CARDOSO, K. R.; TRAVESSA, D. N. The effect of RRA on the strength and SCC resistance on AA7050 and AA7150 aluminum alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 379, n. 1-2, p. 321-326, aug. 2004.

PADILHA, R. Q. **Influência na vida em fadiga da espessura das camadas de níquel e cromo duro em aço ABNT 4340**. 2004. 176 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 2004.

PAO, P. S.; GIL, S. J.; FENG, C. R. On fatigue crack initiation from corrosion pits in 7075-T7351 aluminum alloy. **Scripta Materialia**, v. 43, n. 5, p. 391-406, 1998.

PARKER, J. K.; ARDELL, A. J. Effect of retrogression and re-aging treatments on the microstructure of A1-7075-T651. *Metallurgical Transactions*, v. 15 p. 1531, 1984).

PEEL, C. J. Aluminum Alloys for Airframes-Limitations and Developments, *Materials Science and Technology*. p. 1169-1175, 1986.

PENG, G.; CHEN, K.; CHEN, S.; FANG, H. Influence of repetitious-RRA treatment on the strength and SCC resistance of Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Material Science and Engineering: A**, v. 528, n. 12, p. 4014-4018, may. 2011.

RATEICK, R. G.; GRIFFITH, R. J.; HALL, D. A.; THOMPSON, K. A. Relationship of microstructure to fatigue strength loss in anodized aluminum-copper alloys. **Materials Science and Technology**, v. 21, n. 10, p. 1227-1235, 2005.

ROCHA, P. C. F. **Estudo dos efeitos no comportamento em fadiga das camadas de níquel eletrolítico, processo sulfamato, em aço de alta resistência**. 2005. 101 f. Dissertação

(Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista. Guaratinguetá, 2005.

ROKHLIN, S. I.; KIM, J. Y.; NAGY, H.; ZOOFAN, B. Effect pitting corrosion on fatigue crack initiation and fatigue life. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 62, n. 4-5, p. 425-444, mar. 1999.

ROUT, P. K.; GHOSH, M. M.; GHOSH, K. S. Effect of solution pH on electrochemical and stress corrosion cracking behavior of a 7150 Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials Science & Engineering A**, v. 604, p. 156-165, 2014.

ROUT, P. K.; GHOSH, M. M.; GHOSH, K. S. Microstructural, mechanical and electrochemical behavior of a 7017 Al-Zn-Mg alloy of different tempers. **Materials Characterization**, v. 104, p. 49-60, June 2015.

SADELER, R. Effect of a commercial hard anodizing on the property of a 2024-T6 aluminum alloy. **Journal of Materials Science**, v. 41, p. 5803-5809, 2006.

SAVARIA, V.; BRIDIER, F.; BOCHER, P. Predicting the effects of material properties gradient and residual stresses on the bending fatigue strength of induction hardened aeronautical gears. **International Journal of Fatigue**, Montreal, v. 85, p. 70-84, Apr. 2016.

SCHIJVE, J. Fatigue of structures and materials in the 20th century and the state of the art. **International Journal of Fatigue**, v. 25, n. 8, p. 679-702, Aug. 2003.

SCHIJVE, J. **Fatigue of Structures and Materials: Residual Stress**. Chapter 41. Kluwer Academic Publishers, Holland, p. 71-83, 2001.

SCHUTZ, W. A history of fatigue. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 54, n. 2, p. 263-300, 1996.

SHAHZAD, M.; CHAUSSUMIER, M.; CHIERAGATTI, R.; MABRU, C.; REZAI-ARIA, F. Effect of sealed anodic film on fatigue performance of 2214-T6 aluminum alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 206, n. 11-12, p. 2733-2739, Feb. 2012.

SHAHZAD, M.; CHAUSSUMIER, M.; CHIERAGATTI, R.; MABRU, C.; REZAI-ARIA, F. Surface characterization and influence of anodizing process on fatigue life of Al 7050 alloy. **Materials and Design**, v. 32, n. 6, p. 3328-3335, June 2011.

SHI, Y.; PAN, Q.; LI, M.; HUANG, X.; BO LI. Influence of alloyed Sc and Zr, and heat treatment on microstructure and stress corrosion cracking of Al-Z-Mg-Cu alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 621, p. 173-181, 2015.

SHREIR, L. L. **Corrosion of Metals and Alloys**. New York: Jhon Wiley & Sons, INC, 1963. Volume I.

SILVA, G. **Implantação iônica por imersão em plasma em ligas de alumínio**. 2007. 148 f. Tese (Mestrado em Ciências no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Aeronáutica e Mecânica, na Área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA, São José dos Campos, 2007a.

SILVA JUNIOR, G. **Fadiga no aço inox 15-5PH revestido por HVOF: Aplicação em trem de pouso**. 2011. 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

SILVA JUNIOR, A. R. **Tratamento de materiais metálicos via implantação iônica por imersão a plasma de nitrogênio em ambiente com baixa concentração de oxigênio**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores). – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, 2010.

SILVA, M. M. **Modificação de propriedades superficiais da liga Ti-6Al-4V por processos assistidos a plasma, em baixa e altas temperaturas**. 2007. 213 f. Tese (Doutorado em Ciências no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Aeronáutica e Mecânica, na Área Física e Química dos Materiais Aeroespaciais) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, ITA, São José dos Campos, 2007b.

SMALLAMAN, R. E.; NGAN, A. W. *Physical Metallurgy and Advanced Materials*, ed. 7, Amsterdam, Elsevier p. 385-409, 2007

SMITH, CATHY. Fatigue crack initiation from pitting introduced during the anodizing process. **Air Vehicles Division, Defence Science and Technology Organisation**, DSTO-TR-2729, Australian Government, 2012

SNOGAN, F.; CHRISTINE, B.; MANKOWSKI, G.; PÉBÈRE, N. Characterisation of sealed anodic films on 7050-T74 and 2214-T6 aluminum alloys. **Surface and Coatings Technology**, v. 154, n. 1; p. 94-103, may. 2002.

SONG, F.; ZHANG, X.; LIU, S.; TAN, Q.; LI, D. The effect of quench rate and overaging temper on the corrosion behavior of AA705. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 78, p. 276-286, 2014a.

SONG, F.; ZHANG, X.; LIU, S.; TAN, Q.; LI, D. Exfoliation corrosion behavior of 7050-T6 aluminum alloy treated with various quench transfer time. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 24, p. 2258-2265, 2014b.

SOUZA, R. C. **Estudo do comportamento em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com carbeto de tungstênio pelo sistema HVOF/HP**. 1998. 158 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá 1998.

SOUZA, R. C. **Estudo do comportamento em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com WC-12Co, WC-17Co, WC-10Co-4Cr, CrC-25NiCr e WC-10Ni pelo sistema HVOF/HP**. 2002. 119 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais – Materiais Refratários) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena – FAENQUIL. Lorena, 2002.

SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Fundamentos Teóricos e Práticos**. 5ª ed., Ed. Edgard Blücher, 1982.

STARKE JUNIOR, E. A.; STALEY, J. T. Application of modern aluminium alloys to aircraft. **Progress Aerospace Science**, v. 32, n. 2-3, p. 131-172, 1996.

SUN, X. Y.; ZHANG, B.; LIN, H. Q.; ZHOU, Y.; SUN, L.; WANG, J. Q.; HAN, E. H.; KE, W. Correlations between stress corrosion cracking susceptibility and grain boundary microstructures for an Al-Zn-Mg alloy. **Corrosion Science**, v. 77, p. 103-112, dec. 2013.

SURESH, S. **Fatigue of materials**, 2. ed., Cambridge University Press, 1998.

SURISH, S. **Fatigue of Metals**, 2 Ed., Cambridge University Press, Inglaterra, 1998.

SZKLARSKA-SMIALOWSKA, Z. Insight into the pitting corrosion behavior of aluminum alloys. **Corrosion Science**, v. 33, n. 8, p. 1193-1202, 1992.

TALIANKER, M.; CINA, B. Retrogression and reaging and the role of dislocations in the stress corrosion of 7000-type aluminum alloys. **Metallurgical Transactions**, v. 20, p. 2087-2092, 1989.

TEKELI, S. Enhancement of fatigue strength of SAE 9245 steel by shot peening, v. 57 p. 604-608, 2002.

THOMPSON, G. E.; ZHANG, L. C.; SMITH, J. E. SKELDON, P. Boric/sulphuric acid anodizing of aluminum alloys 2024 and 7075: film growth and corrosion resistance. **Corrosion Science**, v. 55, p. 1052-1060, may. 1999.

THOMPSON, J. J.; TANKINS, E. S.; AGARWALA, V. S. Heat treatment for reducing corrosion and stress corrosion cracking susceptibilities in 7xxx aluminum alloys. **Materials Performance**, v. 26, p. 45-52, 1987.

TIAN, X; FU, R. Y. Y.; CHU, P. K. Effects of bias voltage on the corrosion resistance of titanium nitride thin films fabricated by dynamic plasma immersion ion implantation-deposition. **Journal of Vacuum Science and Technology: A**, v. 20, 2002.

TONOLI, C. S. **Estudo sobre os efeitos de tensões residuais na vida em fadiga da liga de alumínio 6013-T6, em perfil tubular, submetida a shot-peening**. 2009. 151 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2009.

TORRES, M. A S. **Uma avaliação do efeito do shot peening na vida em fadiga do aço ABNT 4340 com e sem revestimento de cromo duro.** 2002. 223 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2002.

TORRES, M. A. S; VOORWALD, H. J. C. An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel. **International Journal of Fatigue**, v. 24, n. 8, p 877-886, aug. 2002.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. Handbook of Aluminum: Physical metallurgy and processes. New York, EUA, v. 1, 2003.

TSAI, T. C.; CHUANG, T. H. Role of grain size on the stress corrosion cracking of 7475 aluminum alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 225, n.1-2, p. 135-144, apr. 1997.

TSAI, T. C.; CHUANG, T. H. Atmospheric stress corrosion cracking of a superplastic 7475 aluminum alloy. **Metallurgical and Materials Transactions: A**,v. 27, p. 2617-2627, 1996.

TYLER, J. M. Automotive applications for chromium. *Metal Finishing*, p. 11-14, 1995.

VARGEL, C. **Le comportement de l'aluminium et de ses alliages.** 1^a Ed. Paris: Dunod Technique, 1979. 267 p.

VENKATARAMAN, G.; SRIRAM, T. S.; FINE, M. E.; CHUNG, Y. W. STM and surface analytical study of the effects of environment on fatigue crack initiation in silver single crystals I: Surface chemical effects. **Scripta Metallurgica et Materiala**, v. 24, n. 2, p. 279, 1990.

VIANA, F.; PINTO, A. M. P.; SANTOS, H. M. C.; LOPES, A. B. Retrogression and re-ageing of 7075 aluminium alloy: microstructural characterization. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 92-93, n. 30, p. 54-59, 1999.

VIEIRA, L. F. S. **Estudo sobre a influência da identificação eletrolítica no comportamento em fadiga de um aço de alta resistência mecânica.** 1991. Dissertação (Mestrado em

Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 1991.

VIEIRA, L. F. S. **Comportamento mecânico do aço ABNT 4340 revestido com WC-CrC-Ni; WC-10Ni; Ni-20Cr; Ni-Cr-B-Si-Fe; Cr₃C₂-NiCr pelo processo de HVOF.** 2011. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2011.

VOORWALD, H. J. C.; SOUZA, R. C.; PIGATIN, W. L.; CIOFFI, M. O. H. Evaluation of WC-17Co and WC-10Co-4Cr thermal spray coatings by HVOF on the fatigue and corrosion strength of AISI 4340 steel. **Surface and Coatings Technology**, v.190, n. 2-3, p.155-164, jan. 2005.

VOORWALD, H. J. C.; VIEIRA, L. F. S.; CIOFFI, M. O. H. Evaluation of WC-10Ni Thermal Spraying Coating by HVOF on the fatigue and corrosion AISI 4340 Steel. **Procedia Engineering**, v.2, n. 1, p. 331-340, apr. 2010.

VOORWALD, H. J. C.; ZOUZA, R. C.; PITAGIN, W. L.; CIOFFI, M. O. H. Evaluation of WC-17Co and WC-10Co-4Cr thermal spray coatings by HVOF on the fatigue and corrosion strength of AISI 4340 steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 190, n. 2-3, p. 155-164, jan. 2005.

WANG, S. Y.; CHU, P. K.; TANG, B. Y.; YAN, J. C.; ZENG, X. C. Improvement of wear and corrosion resistance of oil pump materials using immersion ion implantation. **Surface and Coatings Technology**, v. 98, n. 1-3, p. 897-900, jan. 1998.

WANG, S.; LI, Y.; YAO, M.; WANG, R. Compressive residual stress introduced by shot peening. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 73, n. 1-3, p. 64-73, jan.1998.

WANG, S.; LI, Y.; YAO, M.; WANG, R. Fatigue limits of shot-peened metals. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 73, n. 1-3, p. 57-63, jan. 1998.

WANG, Y.; PAN, Q.; WEI, L. L.; LI, B.; WANG, Y. Effect retrogression and reaging treatment on the microstructure and fatigue crack growth behavior of 7050 aluminum alloy thick plate. **Materials & Design**, v. 55, p. 857-863, mar. 2014.

WEI, L.; PAN, Q.; HUANG, H.; FENG, LEI, F.; WANG, Y. Influence of grain structure and crystallographic orientation on fatigue crack propagation behavior of 7050 alloy thick plate. **International Journal of Fatigue**, v. 66, p. 55-64, 2014.

WILLIAMS, J. C.; STARKE, E. A. Jr. Progress in Structural Materials for Aerospace Systems. **Acta Materialia**,- Materials Science & Engineering Department, The Ohio State University, v. 51, n. 19, p. 5775–5799, nov. 2003.

WOOD, W. A. Phil. Mag. 3, 692 (1958); Fracture, p.142. Technology Press, Wiley, New York, 1959

XIAO, Y.; PAN, Q.; LI, W.; LIU, X.; HE, Y. Influence of retrogression and re-aging treatment on corrosion behavior of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. **Materials & Design**, v. 32, n. 4, p. 2149-2156, apr. 2011.

XU, D. K.; BIRBILIS, N.; LASHANSKY, D.; ROMETSCH, P. A.; MUDDLE, B. C. Effect of solution treatment on the corrosion behavior of aluminum alloy AA7150: Optimisation for corrosion resistance. **Corrosion Science**, v. 53, n. 1, p. 217-225, jan. 2011.

XU, D. K.; BIRBILIS, N.; ROMETSCH, P. A. The effect of pre-ageing temperature and retrogression heating rate on the strength and corrosion behavior of AA7150. **Corrosion Science**, v. 54, p. 17-25, jan. 2012.

YANG, W.; SHOUXUN, J.; ZHANG, Q; WANG, M. Investigation of mechanical and corrosion properties of an Al-Zn-Mg-Cu alloy under various ageing conditions and interface analysis of η' precipitate, **Materials and Design**, v. 85, p. 752-761, mar. 2015.

ZANGRANDI, A. **Fadiga dos Materiais Metálicos**. 2004. 1. ed. Guaratinguetá: UNESP, 2004. 39p.

ZIEGLER, J. F., BIRSACK, J. P., LITTMARK, U., **The Stopping and Range of Ions in Solids**, New York: Pergamon Press, 1978.