

DOUGLAS DOS SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DO AÇO 300M
TRATADO TERMOQUIMICAMENTE A PLASMA E A LASER**

Guaratinguetá – SP

2016

DOUGLAS DOS SANTOS

**CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DO AÇO 300M
TRATADO TERMOQUIMICAMENTE A PLASMA E A LASER**

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

Orientador: Prof. Dr. Antônio Jorge Abdalla
Coorientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Guaratinguetá – SP

2016

S237c

Santos, Douglas dos

Caracterização microestrutural e mecânica do aço 300M tratado termiquimicamente a plasma e a laser / Douglas dos Santos – Guaratinguetá, 2017

150 f. : il.

Bibliografia: f. 139-150

Tese (doutorado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2017.

Orientador: Prof. Dr. Jorge Abdalla

Coorientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

1. Microestrutura. 2. Aço de alta resistência. 3. Aço –estruturas.
Título

CDU 620.18(043)

DOUGLAS DOS SANTOS

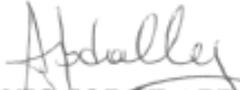
ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
“DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA”

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. ANTONIO JORGE ABDALLA
Orientador / IAE/CTA


Prof. Dr. MARCELINO PEREIRA DO NASCIMENTO
UNESP/FEG


Prof. Dr. HUMBERTO LOPES RODRIGUES
UNESP/FEG


PROF. DR. RAFAEL HUMBERTO MOTA DE SIQUEIRA
IEAv/DCTA


Prof.ª Dr.ª CRISTINA DE CARVALHO ARES ELISEI
FATEC/Pindamonhangaba

Dezembro de 2016

DADOS CURRICULARES

DOUGLAS DOS SANTOS

NASCIMENTO 20.03.1969 – São Paulo / SP

FILIAÇÃO Joaquim Albino dos Santos
Aidesulema Pirola dos Santos

1984/1986 Curso Técnico Mecânico
Escola Dr. Alfredo José Balbi - UNITAU

1987/1992 Engenharia Mecânica
UNITAU – Universidade de Taubaté.

2003/2005 Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – nível Mestrado,
na Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá da
Universidade Estadual Paulista.

Dedico este trabalho de modo especial, à
milha família.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, fonte da vida e da graça. Agradeço pela minha vida, minha inteligência, minha família e meus amigos.

Aos meus orientadores, Prof. Dr. Antonio Jorge Abdalla e Marcelo dos Santos Pereira que jamais deixaram de me incentivar. Sem esta orientação, dedicação paciência, incentivo e amizade, o estudo aqui apresentado seria praticamente impossível.

Aos meus falecidos pais Joaquim Albino dos Santos e Aidesulema Pirola dos Santos, que deram a oportunidade de estar realizando este trabalho.

Aos funcionários da **Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá** pela dedicação no atendimento e apoio ao meu trabalho.

Ao Professor Luis Rogerio de Oliveira Hein pela disponibilidade de utilização do microscópio eletrônico de varredura do **DMT/FEG**.

Ao Técnico Douglas Henrique da Silva Costa da **Divisão de Sistemas Aeronáuticos - ASA Subdivisão de Ensaios Estruturais - ASA-E / I.A.E / D.C.T.A**, pelos ensaios mecânicos realizados.

Ao Dr. Vladimir Henrique Baggio Scheid do **I.E.Av/D.C.T.A**. pelo tratamento termoquímico de Nitretação. Ao Dr. Getulio de Vasconcelos pela grande contribuição e pelos conhecimentos transmitidos na realização dos tratamentos a Laser.

Ao professor Paulo Atsushi Suzuki **USP/Lorena** pela realização da Difração de Raios-X e pela ajuda na interpretação dos resultados.

A **Escola SENAI Felix Guisard** em especial ao Professor Msc Julio Cesar dos Santos, pelo apoio nas etapas de preparação dos corpos de provas e pela disponibilidade de seus laboratórios e oficinas.

E em especial a minha querida esposa Maria Andrea e meu adorado filho Joaquim Rafael que me suportaram nos dias difíceis, e que sempre me apoiaram para que eu pudesse alcançar este grande objetivo.

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes.”

Marthin Luther King

SANTOS, D. **Caracterização microestrutural e mecânica do aço 300M tratado termoquimicamente a plasma e a laser**. 2016. 150 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

RESUMO

O aço 300M surgiu como uma melhoria do aço de alta resistência SAE 4340, este foi desenvolvido para adquirir melhor tenacidade e soldabilidade em aplicações que exigem melhores propriedades mecânicas, foram feitas pequenas alterações nos elementos de liga como a adição de vanádio e elevação no teor de silício. Este trabalho realizou tratamentos de superfície de nitretação a Plasma e de carbonetação a Laser na superfície de um aço 300M com estrutura bainítica. A microestrutura bainítica foi obtida por resfriamento isotérmico na temperatura de 300°C durante 60 minutos, a partir da região de austenitização, elevando a dureza de 380 para 474 HV. O tratamento de superfície de carbonetação, utilizando um laser de CO₂ de baixa potência (125 W) utilizou como revestimento negro de fumo, com objetivo de adicionar carbono e criar uma camada protetora. O tratamento de superfície por nitretação a plasma ocorreu na temperatura de 500°C durante 3 horas, em uma atmosfera com mistura de gases N₂ e H₂. As amostras foram caracterizadas por microscopia óptica. Foram analisadas as espessuras da camada de compostos formada na superfície, em torno de 20 µm, e da zona termicamente afetada pelo calor (ZTA), em torno de 45 µm, para tratamento a laser. Pelo tratamento de nitretação, a camada formada na superfície do aço, apresentou uma região branca com aproximadamente 3 µm e uma camada de difusão atômica endurecida com cerca de 20 µm. As propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de ensaios de tração e fadiga uniaxial. Os resultados mostraram que o comportamento mecânico em tração foi fortemente afetado pela microestrutura bainítica, aumentando os níveis do limite de escoamento e de resistência. Estas propriedades em tração não foram afetadas pelos tratamentos de superfície. No desempenho da vida em fadiga, o tratamento de superfície a plasma apresentou melhor comportamento, melhorando significativamente as propriedades em fadiga.

Palavras Chave: aços aeronáuticos, tratamento isotérmico, tratamento de superfície, carbonetação a laser, nitretação a plasma.

SANTOS, D. **Microstructural and mechanical Characterization of steel 300M thermochimically treated with plasma and laser.** 2016. 150 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2016.

ABSTRACT

300M steel was developed from high-strength steel SAE 4340, the goal of this improvement was get better toughness and weldability in applications requiring improved mechanical properties; with small changes in alloy elements, addition of vanadium and especially the silicon content. This work uses low-power laser CO₂ (125 W) for introducing carbon into the surface of 300M steel with bainitic structure. The bainitic microstructure was obtained by isothermal cooling at 300 °C for 60 minutes after austenitizing at 850 °C for 30 minutes; this heat treatment increased the hardness of 360 HV for 474 HV. The CO₂ laser parameters as resolution and power were kept constant and the speed is varied. It was used as carbon black coating to better the absorption of light laser. Treatment plasma nitriding surface was at a temperature of 500° C for 3 hours in atmosphere having a gas mixture N₂ e H₂. The samples were characterized by optical microscopy. They were analyzed thicknesses of the layers formed on the surface around 20 µm, and the heat affected zone (HAZ) about 45 µm, for laser treatment. To nitriding treatment, the layer formed on the surface of the steel showed a white area of approximately 3 µm and 20 µm near HAZ. The mechanical properties were analyzed using tensile and fatigue tests. The results showed that the mechanical properties in tensile tests was strongly affected by the bainitic microstructure. The steel that received the nitriding surface plasma treatment showed better fatigue behavior.

Keywords: aeronautical steel; isotherm treatment; surface treatment; laser carburizing; plasma nitriding.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Processamento de materiais com a utilização de laser correlacionando tempo de interação e intensidade de incidência.	22
Figura 2 - Tratamento térmico típico dos aços Maraging.	26
Figura 3 - Algumas aplicações dos aços Maraging : (a) envelope motor de foguete; (b) carcaça de submarino; (c) tubeira; (d) braços robóticos; (e) taco de golfe; e (f) trem de pouso.	28
Figura 4 - Ciclo do tratamento térmico para envelopes motores de 300M.	30
Figura 5 - Microestrutura martensítica do aço 300M tratado termicamente.	30
Figura 6 - Ensaio do Envelope Motor em 300M no banco de provas.	31
Figura 7 - Comparação das propriedades entre aços de ultra-alta resistência (a) tenacidade à fratura (K_{Ic}); (b) energia ao impacto (Charpy, entalhe em “V”); (c) intensidade de tensão crítica (K_{Icss}) para corrosão sob tensão fraturante; (d) ductilidade.	32
Figura 8 - Fotomicrografia MEV Transformação isotérmica à 350 °C por 20 segundos. Ampliação: 7000x. Ataque químico: Nital 3%.	35
Figura 9 - Diagrama esquemático da formação da bainita.	37
Figura 10 - Fotomicrografia MEV. Condição: Transformação isotérmica à 350 °C por 180 segundos. Ampliação: 7000x. Ataque químico: Nital 3%.	41
Figura 11 - Curvas de vida em fadiga do aço 4340.	44
Figura 12 - - Curvas de vida em fadiga do aço 300M.	45
Figura 13 - Curvas S/N do aço com e sem nitretação a plasma.	46
Figura 14 - Esquema do processo de nitretação a plasma.	49
Figura 15 – Microscopia de Varredura mostrando a formação de camadas nitretadas em diferentes temperaturas.	50
Figura 16 - Difrátogramas de raios-X para amostras de aço AISI 1020 nitretadas durante 30 min em (a) 773 K em H2-50% N2, (b) 773 K em H2-75% N2 e (c) 873 K em H275% N.	50
Figura 17 - Análise em MEV(a) e MO(b) da CN e CD, do aço 300M, soldado e nitretado a plasma a 500°C.	53
Figura 18 - Imagem da superfície tratada NP 500°C, com formação de trincas no aço 300M.	54
Figura 19 - Esquema do tratamento IIP em regime pulsando, no qual a amostra mantém se imersa em plasma.	56
Figura 20 - Curvas mostrando a influência do tempo e da temperatura à penetração superficial de carbono.	57

Figura 21 - Representação esquemática da região tratada durante processamento de tempera a laser.....	60
Figura 22 - Diagrama do processo de aquecimento de uma superfície via laser.....	61
Figura 23 - Diagrama de transformação de um aço hipoeutetóide temperado superficialmente a laser. As trilhas claras são as regiões de alta concentração da martensita.....	62
Figura 24 - Microscopia Óptica (MO): Zonas típicas formadas após aspersão com negro de fumo e irradiação a laser.....	63
Figura 25 - Esquema das atividades realizadas neste trabalho.....	67
Figura 26 - Diagrama TTT para o aço 300M, adaptado.....	68
Figura 27 - Representação esquemática das condições do Tratamento Térmico.....	68
Figura 28 - Reator a plasma da empresa Metal Plasma (cortesia da empresa).	69
Figura 29 - Laser de CO ₂ (IEAv-DCTA).....	70
Figura 30 – Figura esquemática do desenvolvimento experimental.	71
Figura 31 - Moinho de bolas utilizado na preparação do negro de fumo.....	72
Figura 32 – Corpos de Prova cobertos com a camada de negro de fumo para: (a) mostrando a largura do CDP e (b) mostrando a espessura do CDP de aço 300M.....	73
Figura 33 - Superfície irradiada por laser CO ₂	74
Figura 34 - Camada revestida por laser de CO ₂ , aplicadas em diferente velocidade, V = 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400 mm/s (de 1 a 7, respectivamente).....	74
Figura 35 – Rugosímetro (IEAv/DCTA).....	75
Figura 36 - Embutidor Arotec (IEAv/DCTA).	77
Figura 37 - Corte transversal feito nas amostras.	78
Figura 38 - Amostra embutida para preparação metalografica.	78
Figura 39 - Fotografia do Microdurômetro (IEAv/DCTA).	79
Figura 40 - Indentação na amostra.	79
Figura 41 - Corpo-de-prova para tração conforme norma ASTM E8M.....	80
Figura 42 - Corpo-de-prova para fadiga conforme norma ASTM E466.....	81
Figura 43 – Equipamento para ensaios mecânicos de tração e fadiga, MTS 810.23 M, com célula de carga de 250 kN.....	81
Figura 44 - Microscopia óptica (MO), aço 300M como recebido.....	83
Figura 45 - Microscopia eletrônica (MEV), aço 300M como recebido.	84
Figura 46 – Aço 300M com estrutura bainítica ataque nital 2%, ampliação 1000x, MO.....	86
Figura 47 - Aço 300M, obtido por MEV: Ampliação 2000x Ataque químico: Nital 2%.	86
Figura 48– Zonas típicas formadas após aspersão com negro de fumo e irradiação a laser. ...	87

Figura 49 – Camada revestida por Laser de CO ₂ , aplicação em diferente da velocidade, V = 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400 mm/s (de 1 a 7, respectivamente).	88
Figura 50 - Medida da espessura da ZR em função das diferentes velocidades de varredura. 88	
Figura 51 - Microscopia Óptica (MO): perfil transversal para todas velocidades analisadas, ampliação 200x.....	89
Figura 52 – Microscopia Óptica (MO): (a) velocidade de 200 mm/s; (b) velocidade de 1400 mm/s.	90
Figura 53 – Microscopia Óptica (MO): velocidade de 800 mm/s, (a) ampliação 200x (b) ampliação 1000x.....	91
Figura 54 - Variação da dureza devido as diferentes velocidades de varredura do feixe de laser.....	92
Figura 55 - Análise em MO do aço 300M ataque nital 2%. (a) CL600 ampliação 500x, (b) CL800 ampliação 200x.....	94
Figura 56 – Micrografia da região da superfície (ZR) analisada por EDS.....	95
Figura 57 - – EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.....	95
Figura 58 - - Micrografia da região da transição entre a camada e o ZTA (spectrum 2) analisada por EDS.	96
Figura 59 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.....	96
Figura 60 - Micrografia da região do MB analisada por EDS.....	97
Figura 61 EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.....	97
Figura 62 (a) e (b) - Análise do aço 300M, após a nitretação a plasma a 500°C.	99
Figura 63 - Micrografia da região da superfície (ZR) analisada por EDS.	100
Figura 64 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.....	101
Figura 65 - Micrografia da região da CD, analisada por EDS.	101
Figura 66 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.....	102
Figura 67 - Difrátogramas de raios X para amostras do aço 300M com estrutura bainítica e das tratadas a plasma e a laser.	104
Figura 68 - Direção das Medidas de dureza Vickers.....	105
Figura 69 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - aço com tratamento a laser (600 mm/s).	107
Figura 70 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - aço com tratamento a laser (800mm/s).	107
Figura 71 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - o aço com tratamento a plasma.	108

Figura 72 - Gráfico de dureza X distância da superfície.	109
Figura 73 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: na condição como fornecido.	110
Figura 74 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Carbonetado a laser velocidades de 600 mm/s (CL600).	111
Figura 75 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Carbonetado a laser velocidades de 800 mm/s (CL800).	111
Figura 76 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Nitretado a plasma (NP).....	112
Figura 77 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M para todas as condições.....	113
Figura 78 – Curva S-N do aço 300M com microestrutura bainítica.	115
Figura 79 – Curva S-N do aço 300M Carbonetado a Laser – LC600.	116
Figura 80 – Curva S-N do aço 300M Carbonetado a Laser – LC800.	116
Figura 81 – Curva S-N do aço 300M Nitretado a Plasma.	118
Figura 82– Curva S-N referente aos ensaios de fadiga, do aço 300M, nas condições.	119
Figura 83 – Macrografia (a) do início da fratura e mecanismo de fratura (b) do aço 300M, conforme recebido.	121
Figura 84 – Micrografia (a) do micromecanismo (b,c) do início da fratura do aço 300M, CR.	122
Figura 85 – Aspectos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.	123
Figura 86 – Nucleação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.....	124
Figura 87 – Nucleação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.....	124
Figura 88 – Propagação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.	125
Figura 89 – Final da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.....	125
Figura 90 - Final da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.	126
Figura 91 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 800 mm/s.	127
Figura 92 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 600 mm/s.	127
Figura 93 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 800 mm/s.	128
Figura 94 – Micrografia da região de propagação da fratura para velocidade 600 mm/s.	129
Figura 95 – Micrografia da região de propagação da fratura para velocidade 800 mm/s.	129
Figura 96 – Micrografia da região final da fratura para velocidade 600 mm/s.	130
Figura 97 – Micrografia da região de final da fratura para velocidade 600 mm/s.	130
Figura 98 – Micrografia da região final da fratura para velocidade 800 mm/s.	131
Figura 99 – Micrografia da região de final da fratura para velocidade 800 mm/s.	131

Figura 100 – Aspectos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M Nitretado a Plasma.	132
Figura 101 – Micrografia do início da fratura para aço Nitretado a Plasma.	133
Figura 102 – Micrografia do início da fratura para aço Nitretado a Plasma.	133
Figura 103 – Micrografia da propagação da fratura e mecanismo de fratura para aço Nitretado a Plasma.	134
Figura 104 – Micrografia da propagação da fratura para aço Nitretado a Plasma.	135
Figura 105– Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.	135
Figura 106 – Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.	136
Figura 107 – Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.	136

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição média de aços de ultra-alta resistência.....	29
Tabela 2 - Nomenclaturas usadas para classificar as diversas morfologias da microestrutura bainítica.	38
Tabela 3 - Ilustração da resolução, número de pulsos por unidade de área.	66
Tabela 4 - Composição química do aço 300M no metal base (MB) - % em peso.	82
Tabela 5 - Análise de EDS, referente ao meio do aço 300M. (a) matéria como fornecido CF, (b) um carboneto com formato circular.	85
Tabela 6 – Dureza media da superfície para o aço 300M, em função da velocidade de varredura.	93
Tabela 7 – Composição química obtida por EDS amostra carbonetada a laser.	98
Tabela 8 - Composição química obtida por EDS amostra nitretada a plasma.	102
Tabela 9 – Rugosidade das amostras diferentes condições.	103
Tabela 10 - Dureza Vickers (HV) no aço 300M das condições estudadas.....	109
Tabela 11 – Propriedades mecânicas do aço 300M: todas as condições.....	114
Tabela 12 – Valores da vida em fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.....	115
Tabela 13 – valores da vida em fadiga do aço 300M tratado superficialmente a laser CO2, com: (a) velocidades 600 mm/s e (b) velocidades de 800 mm/s.	117
Tabela 14 – Valores da vida em fadiga do aço 300M tratado superficialmente a Plasma.	118
Tabela 15- Resistencia a fadiga para diferentes níveis de vida.	120

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	20
1.1 OBJETIVO GERAL	23
1.1.1 Objetivos específicos	23
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
2.1 AÇOS DE ULTRA-ALTA RESISTÊNCIA (UHSS).....	24
2.2 AÇO 300M	29
2.2.1 Microestruturas multifásicas do aço 300M.....	33
2.2.1.1 Bainita.....	36
2.2.2 Propriedades Mecânicas do aço 300M	42
2.2.2.1 Tração	42
2.2.2.3 Fadiga	43
2.3 TRATAMENTOS TERMOQUÍMICOS DE SUPERFÍCIES.....	46
2.3.1 Nitretação a plasma.....	48
2.3.2 Carbonetação	57
2.3.2.1 Carbonetação a laser	59
3 MATERIAIS E MÉTODOS	67
3.1 TRATAMENTO TÉRMICO	67
3.2 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE	69
3.2.1 Nitretação a plasma.....	69
3.2.2 Carbonetação a laser.	70
3.2.2.1 Definição das velocidades de varredura do laser de CO ₂	71
3.2.2.1.1 Preparação dos corpos de prova	72
3.2.2.1.2 Preparação e aspersão do negro de fumo.....	72
3.2.2.1.3 Irradiação do laser CO ₂	74
3.4 MEDIDAS DE RUGOSIDADE.....	75
3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X	76
3.6 CARACTERIZAÇÃO Microestrutural.....	76
3.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	78
3.5.1 Ensaio de dureza Vickers (HV)	78
3.5.2 Ensaio de tração	80
3.5.3 Ensaio de fadiga.....	80
4 RESULTADOS E DISCUSSAO	82

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA	82
4.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....	82
4.2.1 Aço 300M	83
4.2.2 Tratamento Térmico - Bainítico (B)	85
4.2.3 Carbonetação a laser	87
4.2.3.1 Resultados para definição da Velocidade de varredura	87
4.2.3.2 Microestruturas da Carbonetação a LASER de CO2	93
4.2.4 Nitretação a Plasma	98
4.3 MEDIDAS DE RUGOSIDADE.....	103
4.4 RESULTADOS DRX	104
4.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS	105
4.5.1 Ensaio de dureza Vickers (microindentação)	105
4.5.1.1 Medida de dureza realizada nas diferentes condições	106
4.5.2 Ensaio de tração	110
4.5.3 Ensaio de fadiga.....	114
4.5.4 Análise fractográfica dos ensaios de fadiga.....	121
4.5.4.1 Aço 300 recozido – como fornecido.....	121
4.5.4.2 Aço 300M com estrutura bainítica	122
4.5.4.3 Aço 300M Carbonetado a Laser	126
4.5.4.4 Nitretado a plasma (NP)	132
5 CONCLUSÃO.....	137
6 TRABALHOS FUTUROS.....	138
REFERÊNCIAS	139

1 INTRODUÇÃO

O aço SAE (*Society of Automotive Engineers*) 300M pode ser classificado como aço ARBL (alta resistência e baixa liga), utilizado em trens de pouso de aeronaves, envelopes motores para foguetes, em junções de algumas partes de veículos lançadores de satélites e outros fins estruturais, nas indústrias de equipamentos e automotiva (ABDALLA, 2012).

O Brasil desenvolveu o aço 300M, como uma evolução tecnológica do aço 4340. Este possui uma maior resistência à tração e excelente combinação entre resistência mecânica, tenacidade, resistência à fadiga e ductilidade, mostrando potencial para substituição do aço 4340 (ANAZAWA, 2007). Os aços estruturais da série 4XXX, entre eles o 4340, são empregados em aplicações que anteriormente eram restritas a aços mais nobres como os aços ferramentas (ASM, 1990; LEE, 1997).

O aço 300M é basicamente uma modificação do aço SAE 4340 pelo teor de silício (tipicamente: 300M – 1,60% p. Si; 4340 - 0,27% p. Si) e pela introdução de vanádio (V), com teores de carbono (C) e molibdênio (Mo) ligeiramente superiores (GRAÇA, 2009). Seu maior teor de silício aumenta a profundidade de têmpera, aumenta o endurecimento por solução sólida e diminui a tendência ao amolecimento em temperaturas elevadas (TOMITA, 1993).

Nos tratamentos térmicos, outras fases tais como a martensita e/ou bainita, além da austenita retida, apresentam-se como alternativas na microestrutura comum de um aço médio carbono, que em equilíbrio, é composto por matriz perlítica com ferrita nos contornos de grão (ANAZAWA, 2008). A microestrutura multifásica, combinando microconstituintes duros e dúcteis, permite ajustar a resistência mecânica e a ductilidade de forma a otimizar a tenacidade dos aços (PIVATO, 2006).

A microestrutura bainítica, por sua vez, em quantidades significativas, tem demonstrado exercer uma importante influência nas propriedades de novos aços multifásicos.

O que tem sido descrito prioritariamente de um modo enfático em diversos trabalhos recentes que desenvolveram uma série de aços bainíticos como os bainíticos livres de carbonetos. Os quais são constituídos de ferrita bainítica e austenita enriquecida em carbono na microestrutura, e revelam extraordinárias propriedades mecânicas (YOOZBASHI, 2011).

Outro fator de interesse é a possibilidade de associar a boa qualidade estrutural desses aços aos processos de tratamentos de superfície, promovendo diversas características: proteção contra a corrosão, aumento da dureza superficial e da resistência ao desgaste, bem como a melhoria das propriedades em fadiga (SOUZA, 1998). Processos termoquímicos como a nitretação a plasma têm se mostrado eficientes para estas finalidades. Entretanto, estes

tratamentos introduzem alterações na microestrutura dos aços em questão, uma vez que atuam como um ciclo de tratamento térmico, devido ao tempo de permanência nas temperaturas utilizadas durante o processo possibilitando fragilização destes materiais (CARDOSO, 2015).

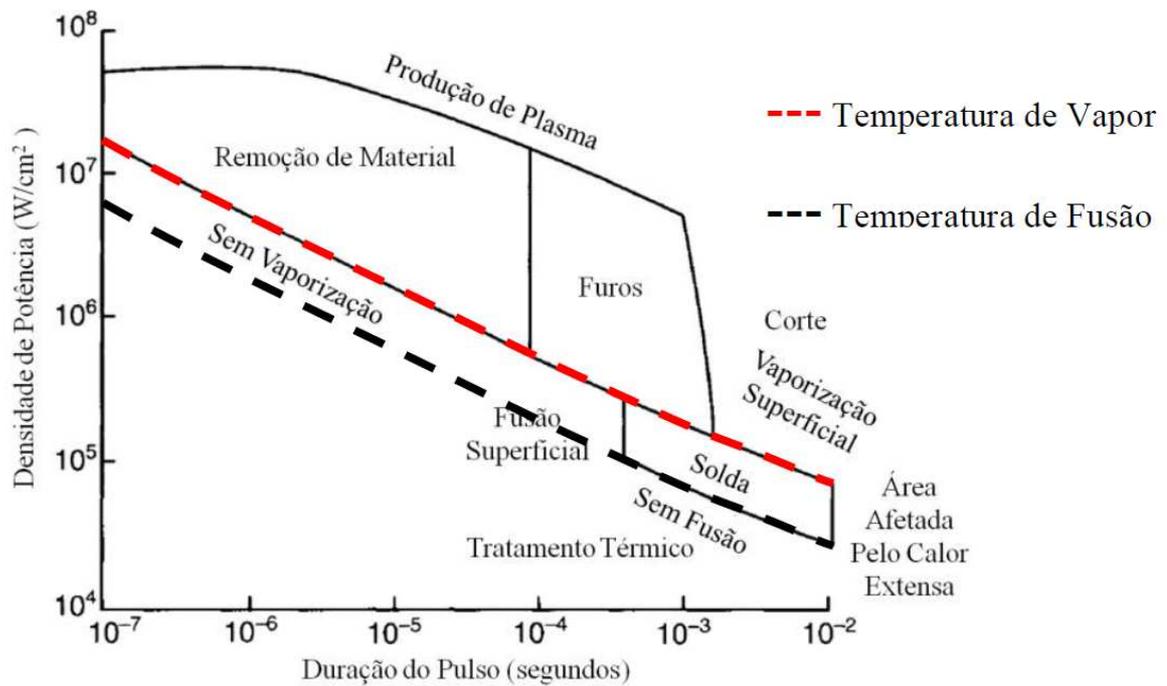
Existem tratamentos que são térmicos e cineticamente ativados, tal como a implantação iônica por imersão em plasma, que favorece a introdução de íons de nitrogênio por impacto e difusão, podendo ser eficiente no tratamento e melhoria de propriedades desses aços, sem favorecer a fragilização ocorrida por movimentação e precipitação de elementos existentes na superfície (UEDA, 2003, 2007).

MAHBOUBI e colaboradores (1995), por exemplo, avaliaram o efeito da temperatura do tratamento de nitretação a plasma na microestrutura e dureza de um aço ARBL laminado a quente.

Sirin e colaboradores (2008) avaliaram o efeito da temperatura e do tempo de nitretação na dureza superficial e resistência à fadiga de um aço SAE 4340, temperado e revenido. No entanto, não foi encontrado na literatura um estudo sistemático sobre o efeito da nitretação, no *bulk* de aços ARBL e ultra-alta resistência, correlacionando com a microestrutura martensítica ou multifásica e a presença de elementos como o silício, vanádio, cromo e molibdênio. Em face do exposto, conclui-se que é de grande interesse avaliar e comparar as propriedades mecânicas do aço SAE 300M.

As aplicações de laser na área aeroespacial são mais recentes. Existem lasers de diversos tamanhos e potências, capazes de emitir diversos comprimentos de onda. A Figura 1 mostra uma gama de possibilidades para a utilização do laser em função da intensidade e pulso temporal (CARDOSO, 2010, 2013; LIMA, 2008).

Figura 1 - Processamento de materiais com a utilização de laser correlacionando tempo de interação e intensidade de incidência.



Fonte: SIQUEIRA, 2016.

Por suas propriedades especiais, o laser é hoje utilizado nas mais diversas aplicações tais como microprocessamento, corte, solda, tratamento de superfície, deposição, entre outros.

Companhias como a Airbus, utilizam esta tecnologia principalmente para o processo de soldagem, por exemplo, ao invés de rebitar os painéis laterais e inferiores de aviões da classe 300, estes são soldados. Pode-se reduzir o tempo de manufatura e o peso dos elementos através deste processo. Este mesmo tipo de tecnologia tem sido aplicado há anos na soldagem de *tailored-blanks* (TWB) para a indústria automotiva (CARDOSO, 2010).

Aproximadamente 40% das aplicações mundiais de lasers industriais situam-se na marcação ou gravação de peças. No Brasil não existem estatísticas a respeito. No entanto, a experiência aponta para uma taxa acima de 50%, inclusive em vista da entrada massiva no país de máquinas de marcação a laser de origem asiáticas (CARDOSO, 2010).

Porém, a utilização do laser para tratamentos de superfície, vem sendo pouco utilizado no Brasil. Possibilitando assim um grande campo de pesquisa para esta nova tecnologia.

Os tratamentos de superfície a laser, pouco utilizados pela indústria nacional, se mostram com relação aos processos tradicionais de nitretação vantagem como: a redução no consumo de energia; não causa dano ao ambiente ou à saúde. A proteção de superfícies por

laser pode representar grande economia de recursos ao aumentar a vida de peças e ferramentas e a segurança de equipamentos.

O controle dos parâmetros envolvidos nos processos a laser, como tipo e concentração da mistura gasosa, tempo e temperatura de tratamento, além da limpeza da superfície, é de fundamental importância para o sucesso dos tratamentos de superfície a laser. Ressalta-se, ainda, a importância da escolha do material a ser utilizada na camada protetora, a potência do laser, e número de passes na varredura sobre a superfície tratada (REIS, 2009).

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo desta pesquisa é analisar os efeitos dos tratamentos termoquímicos de carbonetação a laser e nitretação a plasma sobre as propriedades mecânicas de tração, dureza e fadiga, em um aço 300M, com microestrutura bainítica, utilizado para aplicações aeronáuticas. Ao final pretende-se correlacionar a microestrutura do aço, as características das camadas de proteção formadas e as variações observadas nas propriedades mecânicas devido aos tratamentos aplicados.

1.1.1 Objetivos específicos

- Produzir uma melhoria nas propriedades mecânicas do aço com a aplicação de tratamento térmico de austêmpera para transformar a estrutura inicial do aço 300 m em uma estrutura bainítica;
- Realizar os tratamentos de superfície de nitretação a plasma e de carbonetação a laser e estudar as características destas camadas formadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura, difração de raios-X e dureza por microindentação;
- Estudar as propriedades mecânicas em tração e fadiga do aço com estrutura bainítica e deste mesmo aço após receber os tratamentos térmicos de superfície propostos;
- Correlacionar os tratamentos aplicados, a análise microestrutural e as propriedades mecânicas observadas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇOS DE ULTRA-ALTA RESISTÊNCIA (UHSS)

Aços de ultra-alta resistência são projetados para serem usados em aplicações estruturais onde cargas elevadas são aplicadas e frequentemente uma boa relação entre peso e resistência é necessária. O desempenho desses materiais é medido principalmente pelas suas propriedades de tenacidade à fratura, ductilidade e resistência mecânica. Não existe um valor mínimo de resistência estabelecido para que um aço seja classificado como material de ultra-alta resistência. Porém, essas ligas costumam apresentar limite de escoamento superior a 1400 MPa (ASM HANDBOOK, 2014). A classe de materiais de ultra-alta resistência é bem ampla e inclui diversas famílias de aços. Esses aços podem ser divididos em quatro categorias:

- ✓ Aços de médio carbono e baixa liga;
- ✓ Aços de média liga endurecíveis ao ar;
- ✓ Aços de alta tenacidade à fratura;
- ✓ Aços Maraging.

A família de aços ultra resistentes de médio carbono e baixa liga incluem os aços SAE-AISI 4130, 4140 e 4340. Diversas modificações dos aços 4340 foram desenvolvidas. Em uma delas, conhecida como 300M, o teor de silício é aumentado para reduzir o efeito de fragilização por revenido (CARDOSO, 2015)

Os aços 4340 possuem alta temperabilidade, alta resistência mecânica, elevada tenacidade, contudo, usinabilidade e soldabilidade ruins. É possível se obter neste aço boa forjabilidade, facilidade para tratamento térmico, baixa susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio e boa resistência à fadiga. A dureza na condição temperada varia de 54 a 59 HRC, são considerados de baixo custo e alta relação resistência/massa específica. No processo de têmpera encontram-se alguns efeitos indesejáveis, a redução da ductilidade (baixos valores de alongamento e estrição), da tenacidade e o aparecimento de apreciáveis tensões internas (CARDOSO, 2015).

Como a soldagem envolve altas taxas de resfriamento, boa parte da zona fundida e parte da zona termicamente afetada pelo calor transformam-se em martensita. Tais inconvenientes são atenuados ou eliminados pelo revenimento que pode ser realizado em diferentes temperaturas para obtenção da melhor relação entre propriedade mecânica e microestrutura (CARDOSO, 2010; CARDOSO, 2013). Em tração e fadiga com deformação

constante, que quanto maior a temperatura e tempo de revenimento menor a resistência mecânica e dureza, contudo a ductilidade aumenta, sendo que as falhas apresentaram-se de modo dúctil exceto na temperatura de 300° C, onde se observa fragilização por revenimento em determinados aços.

Dentro da família de aços de média liga endurecíveis ao ar temos as ligas de ultra-alta resistência H11 modificado (H11 mod) e H13. Além de serem usados para fabricação de moldes, esses aços são amplamente usados em aplicações estruturais, contudo concorrem com novas ligas mais baratas e com melhores valores de tenacidade a fratura e resistência equivalente. Entretanto, os aços H11 mod e H13 possuem características atrativas. Ambos podem ser endurecidos, mesmo em grandes volumes, em resfriamento ao ar (ASM HANDBOOK, 1990).

Na família de aços de alta tenacidade à fratura, pode-se citar os aços HP-9-4-30, AF1410 e AerMet100. Todos esses aços possuem boas características de soldabilidade. Para obter o máximo em tenacidade, esses aços requerem o uso de processos de fusão a arco sob vácuo e controle de elementos residuais em níveis baixos (ASM HANDBOOK, 2014).

A ultra-alta resistência mecânica dos aços é obtida por tratamentos térmicos. Por meio de um resfriamento adequado promoverá uma estrutura de alta dureza conhecida como martensita, no qual as dimensões das estruturas no reticulado tencionam o material. Então, faz-se o revenimento para melhorar a ductilidade e a tenacidade (CARVALHO, 2009). A adição de elementos liga e taxas de resfriamento alteram a temperatura de transformação da martensita (M_s), contudo não alteram as características de transformação (CARVALHO, 2009).

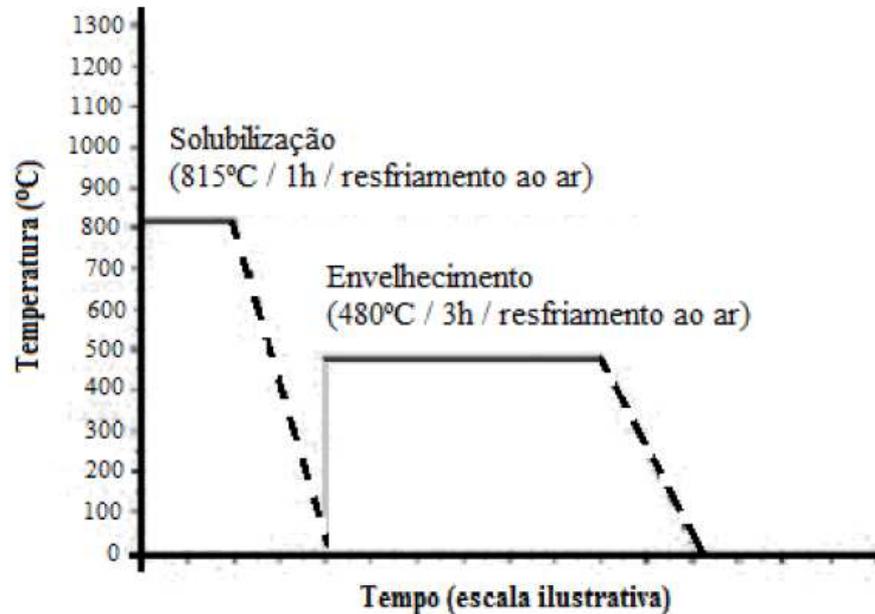
A família dos aços maraging compreende uma classe especial de aços de ultra-alta resistência que se difere dos aços convencionais pelo fato de ser endurecido por uma reação metalúrgica que não envolve carbono, neste caso o endurecimento não é obtido pela formação de martensita ou bainita, mas sim por envelhecimento em uma temperatura adequada, em torno de 350 a 500° C (FANTON, 2014).

Esse tipo de aço possui uma matriz martensítica com baixo teor de carbono ($< 0,03\%$), proporcionando-lhes propriedades diferenciadas em relação aos aços convencionais. O nome “Maraging” vem da aglutinação das palavras “Martensite” e “Aging”, ou seja, martensita envelhecida (BRANDÃO, 2007).

O tratamento térmico consiste na solubilização, que ocorre, tipicamente, acima dos 800°C por 1 hora, seguida de resfriamento ao ar, no qual a transformação de austenita em martensita, na maioria dos aços maraging, ocorre em temperaturas da ordem de 200-300°C. A

segunda etapa do tratamento térmico é o envelhecimento, realizado por volta de 480°C (LOMBARDO, 2015). A Figura 2 ilustra um diagrama típico do tratamento térmico dos aços Maraging.

Figura 2 - Tratamento térmico típico dos aços Maraging.



Fonte: adaptado de PEKTAS e ATALA, 1998

O endurecimento por precipitação é responsável por aproximadamente 45% do endurecimento total apresentado por esse tipo de aço. Assim, os estudos de endurecimento dos aços maraging tendem a se concentrar na adição de novos elementos, a fim de influenciar no fenômeno de precipitação (LOPES, 2007).

O elevado teor de níquel permite a formação de uma estrutura totalmente austenítica em temperaturas superiores a 750°C, inibindo a formação de ferrita durante o resfriamento, gerando uma martensita dúctil, com elevada densidade de discordâncias e alto teor de elementos de liga em solução sólida (LOPES, 2007).

Os aumentos de dureza, limite de escoamento e limite de resistência, por meio, por exemplo, de modificações microestruturais, estão frequentemente associados com a perda de tenacidade.

Os aços Maraging possuem um grande potencial de aplicação na indústria devido as suas excelentes propriedades atribuídas a uma estrutura martensítica pobre em carbono e ao fato de serem extremamente deformáveis e endurecíveis por solução sólida ou precipitação.. Algumas das principais aplicações dos aços Maraging são: (OLIVEIRA, 2015)

- a) Fabricação de envelope de motor foguete (Figura 3.a), devido à combinação de alta relação resistência/peso aliado a uma boa tenacidade à fratura, boa soldabilidade e um tratamento térmico efetuado em baixa temperatura. Menor peso significa maior capacidade de levar propelente, logo maior autonomia e alcance do artefato (DINAMIC METALS, 2013);
- b) Construção de carcaça de veículos submarinos (Figura 3.b), não só devido sua alta tenacidade à fratura, mas também pela sua ótima resistência à fratura em corrosão sob tensão e pouca susceptibilidade à fragilização por hidrogênio (DINAMIC METALS, 2013);
- c) É um material essencial na fabricação de percussores, blocos da culatra, tubeiras (Figura 3.c) e diversos outros itens que compõem equipamentos de defesa, com alta confiabilidade. Mesmo em ambientes agressivos, sob alto calor e pressão, os aços Maraging mantêm a sua resistência mecânica e sofrem o mínimo de deformação e deterioração. (DINAMIC METALS, 2013);
- d) A capacidade de dilatação sem trincar, torna-o ideal para produção de mandris para broca. Sua usinabilidade e durabilidade, bem como sua resistência ao desgaste, são características ideais para a produção de engrenagens e garras de braços robóticos em linhas de automação (Figura 3.d) (DINAMIC METALS, 2013);
- e) A densidade do aço Maraging permite a fabricação de excelentes tacos de golfe (Figura 3.e). A previsível e uniforme contração durante o tratamento térmico propicia a não necessidade de retrabalho do item. Sua dureza e resistência permitem maior vida útil da ferramenta, que suporta as repetidas pressões de moldagem por compressão, com um excelente acabamento superficial (DINAMIC METALS, 2013);
- f) Produção de peças forjadas da indústria aeronáutica, trens de pouso (Figura 3.f), eixos de transmissão, acoplamentos, rebites, parafusos, punções, matrizes e ferramentas em geral, itens estes beneficiados pela boa usinabilidade e soldabilidade com pré ou pós-aquecimento (DINAMIC METALS, 2013). A Figura 3 (a-f) ilustra as aplicações acima descritas:

Figura 3 - Algumas aplicações dos aços Maraging : (a) envelope motor de foguete; (b) carcaça de submarino; (c) tubeira; (d) braços robóticos; (e) taco de golfe; e (f) trem de pouso.



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

Fonte: DINAMIC METALS, 2013.

A corrosão é uma das maiores preocupações para as indústrias quando o assunto refere-se aos elementos estruturais. Os aços Maraging apresentam alta resistência à corrosão, mesmo em ambientes favoráveis a esse fenômeno, o que os diferem dos aços convencionais.

2.2 AÇO 300M

Os aços AISI 300M são aços de ultra-alta resistência mecânica utilizados na indústria aeroespacial. Esses aços possuem uma boa combinação entre resistência mecânica e tenacidade, com elevados valores de resistência à tração e de limite de escoamento (ABDALLA, 2007). Segundo ASM Handbook (V. 1, 1993), a designação de aço de ultra-alta resistência é arbitrária, pois não há uma faixa de valores estabelecida.

O aço 300M é uma modificação do aço 4340, diferenciando-se, basicamente, pelo maior teor de silício (1,6% ante 0,3% do aço 4340), pelo teor ligeiramente maior de carbono (0,43% ante 0,40%), além da adição de vanádio (>0,05%) e de molibdênio (0,37%), elevando assim os valores do limite de escoamento e de resistência à tração do aço 300M. O aumento na quantidade de silício tem por objetivo prevenir a fragilização durante o seu tratamento térmico (ABDALLA, 2007 e ASM HB, V. 1, 1993). A Tabela 1 apresenta a composição média de alguns aços de ultra-alta resistência, médio carbono e baixa liga.

Tabela 1 – Composição média de aços de ultra-alta resistência.

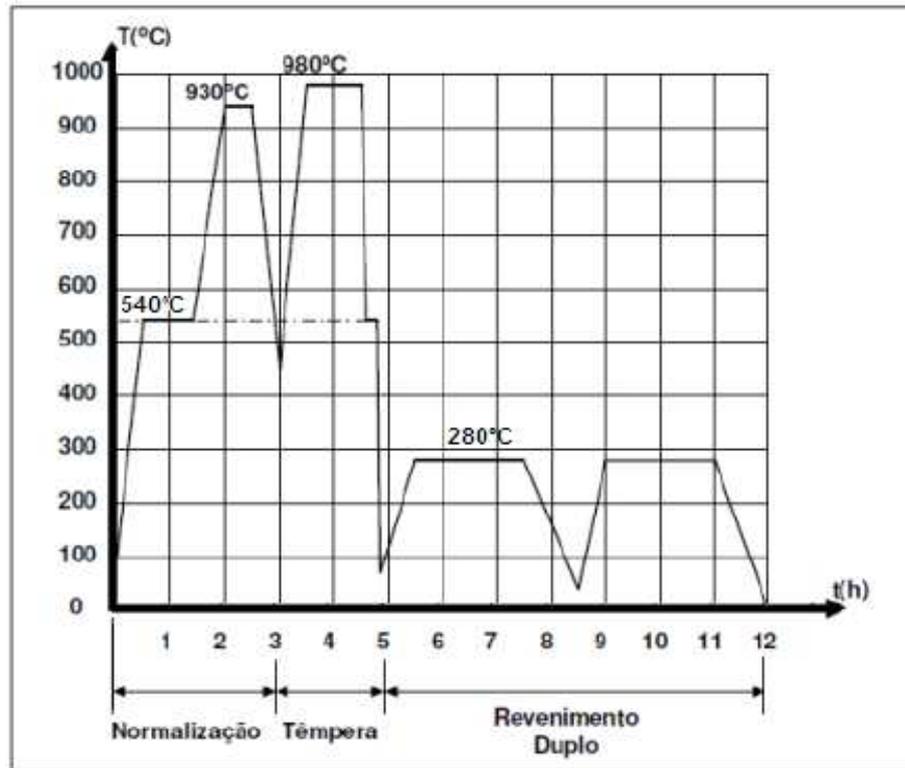
Designação do aço	Composição (%) ^(a)							
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Co
4130	0,31	0,50	0,27	0,95	...	0,20
4140	0,41	0,87	0,27	0,95	...	0,20
4340	0,41	0,70	0,27	0,80	1,82	0,25
300M	0,43	0,77	1,62	0,82	1,82	0,37	0,05 min	...

(a) A quantidade de fósforo (P) e enxofre (S) pode variar de acordo com o processo de fabricação. Geralmente, esses aços possuem menos de 0,035% de P e 0,0405 de S.

Fonte: adaptado de ASM HB, V. 1, 1993.

O aço 300M utilizado na indústria aeroespacial é austenitizado a 930° C por 40 minutos e normalizados, em seguida a sua temperatura é elevada a 980° C e mantida por 60 minutos, quando então sofre um resfriamento em banho de sal (têmpera), o qual inicialmente encontra-se a 180° C. Na última etapa do tratamento térmico, o aço 300M passa por um revenimento duplo a 280° C, para garantir o alívio das tensões geradas, sendo mantido por duas horas em cada um, ambos com resfriamento ao ar. A Figura 4 apresenta um gráfico com o ciclo térmico empregado no tratamento do aço 300M e a Figura 5 a sua respectiva microestrutura resultante desse tratamento, que é predominantemente martensítica.

Figura 4 - Ciclo do tratamento térmico para envelopes motores de 300M.



Fonte: OLIVEIRA, 2015.

Figura 5 - Microestrutura martensítica do aço 300M tratado termicamente.



Fonte: OLIVEIRA, 2015.

Com o tratamento térmico, espera-se que o aço 300M atinja um limite de escoamento superior a 1.400 MPa, boa tenacidade, elevada resistência à fadiga, boa soldabilidade, excelente temperabilidade e ductilidade, com limite de resistência à tração variando entre 1.860 e 2.070 (ASM HB. V. 1. 1993).

Algumas propriedades dos aços 300M são similares às encontradas nos aços 4340, excetuando-se pela temperabilidade mais profunda, atribuída pela maior porcentagem de silício na liga, o aumento do endurecimento por solução sólida, uma maior resistência ao desgaste devido ao refino de grãos causado pela adição de vanádio (>0,05%) e também por uma maior resistência ao amolecimento em altas temperaturas. Esse aço possui excelente temperabilidade e ductilidade, além de um limite de resistência à tração entre 1860 e 2070 MPa (270 e 300 ksi) (ASM HB, V. 1, 1993).

A quantidade de silício (1,6 %) e de molibdênio (0,37 %) provocam uma tendência a decarbonização, podendo reduzir, principalmente, a dureza superficial, devendo-se, durante o tratamento térmico, ter uma especial atenção a fim de se evitar tal fenômeno. Há também de se atentar para a tendência do 300M sofrer uma fragilização por hidrogênio, causando uma redução da ductilidade e possibilidade de surgimento de trincas.

É possível encontrar no mercado o aço 300M em diversas formas como barras, laminados, fios, tubos, forjados e fundidos, aplicáveis em diferentes áreas. Na área aeroespacial é comum vê-lo aplicado em trens de pouso, peças de fuselagem, rebite e parafusos, bem como em envelopes motores (Figura 6) do Veículo Lançador de Satélites (VLS) e alguns veículos de sondagem, como os projetados pelo IAE (ANAZAWA, 2007).

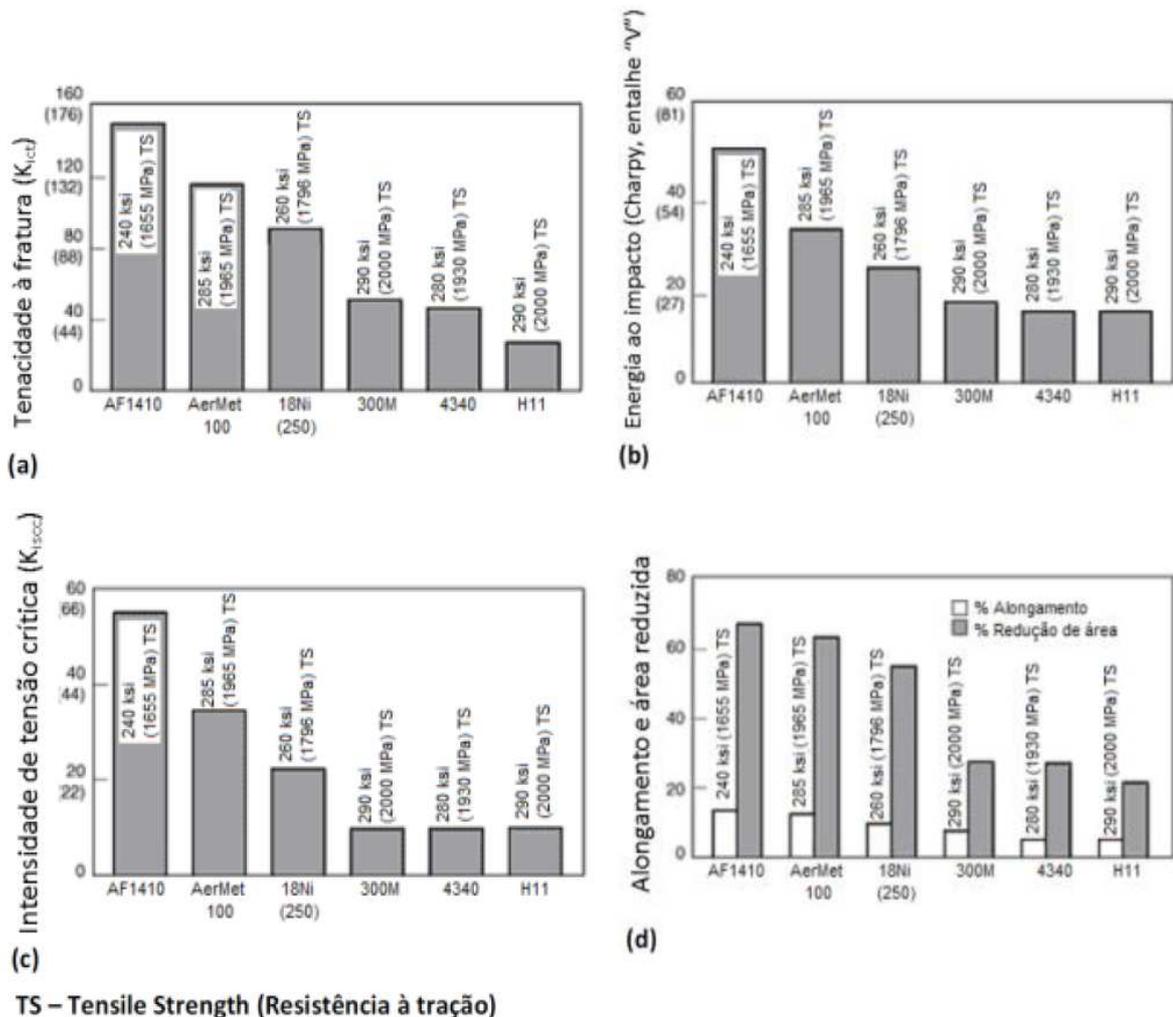
Figura 6 - Ensaio do Envelope Motor em 300M no banco de provas.



Fonte: GONÇALVES, 2007.

Quando se comparam aços de ultra-alta resistência, observa-se que a tenacidade, a resistência à fadiga e à corrosão sob tensão são maiores nos aços níquel-cobalto e Maraging; porém, estes são mais caros e têm sua disponibilidade às vezes restrita. A Figura 7 mostra diagramas comparativos de propriedades de seis diferentes tipos de aço, incluindo o aço Maraging 18Ni 250 e o aço 300M (ASM HB Desk Edition, 1998).

Figura 7 - Comparação das propriedades entre aços de ultra-alta resistência (a) tenacidade à fratura (K_{Ic}); (b) energia ao impacto (Charpy, entalhe em “V”); (c) intensidade de tensão crítica (K_{Icss}) para corrosão sob tensão fraturante; (d) ductilidade.



Fonte: adaptada de ASM HB Desk Edition, 1998.

2.2.1 Microestruturas multifásicas do aço 300M

Em setores industriais como o aeronáutico e o automobilístico, várias peças são submetidas a um ciclo de fadiga superior a 10^8 ciclos, em alguns casos podendo-se alcançar 10^{11} ciclos, devido às piores condições do ambiente de serviço e estado de tensão, a que estão sujeitas. Assim, para melhorar o comportamento e as propriedades de fadiga em aços de alta resistência podem ser utilizados processos de refinamento de grão, dentre os quais, os tratamentos termomecânicos que combinam tratamento térmico com deformação, permitindo o efetivo refinamento da microestrutura através do controle do parâmetro de deformação em altas temperaturas, visto que a influência da temperatura de deformação na microestrutura e nas propriedades é um dos mais importantes parâmetros dos tratamentos termomecânicos (XU, 2010; WENG, 2003).

Uma combinação de fases na microestrutura dos aços multifásicos, com morfologia e proporção adequadas na formação da estrutura pode levar a ganhos de resistência sem perdas significativas na ductilidade. Assim, uma combinação de martensita e bainita (microconstituintes duros) pode contribuir para elevar a resistência mecânica, a martensita de forma mais significativa, as fases ferrita e austenita, em menor proporção e bem distribuídas podem contribuir para manter os níveis de ductilidade. Esta combinação pode elevar a tenacidade, propriedade desejada para a maioria das aplicações industriais (CARRER, 2010; SOUZA, 2008).

Como já mencionado, em diversos setores industriais como o aeronáutico e o automobilístico, várias peças são forçadas a suportar um ciclo de vida em fadiga superior aquele para o qual foram projetadas, devido às condições críticas do ambiente de serviço e estado de tensão, a que estão submetidas, o que reduz sua vida útil e pode provocar acidentes. Então, para suprir esta necessidade, aços de ultra-alta resistência multifásicos, com estrutura bainítica/martensítica livre de carbonetos, foram projetados, apresentando uma melhor resistência à propagação da trinca por fadiga, por causa do efeito de restrição promovido pelo silício sobre a precipitação de carbonetos oriundos da ferrita bainítica (XU, 2010).

Também, em aços multifásicos, a resistência à tração pode ser aumentada com a presença de uma maior fração volumétrica dos microconstituintes duros (bainita + martensita), pois estes atuam como barreira ao movimento de discordâncias, aumentando o encruamento da fase dúctil durante o processo de deformação. Já a combinação entre os microconstituintes austenita e bainita permite alcançar uma melhoria da tenacidade, mantendo o aço com alta resistência e uma boa ductilidade (SANTOS, 2005).

Aços multifásicos modernos se baseiam principalmente em refino de grãos e uso de compósitos endurecidos para alcançar uma boa relação entre resistência e ductilidade. Mas, a adição de elementos microligados pode ser um modo eficaz para aumentar a resistência pela melhoria do refinamento de grão e/ou precipitação, mantendo-se um aceitável nível de tenacidade (TIRUMALASETTY, 2011).

Adicionando-se nióbio ao aço, durante a realização do processo de laminação a quente, há formação de precipitados de carbeto de nióbio NbC, os quais agem inibindo o crescimento dos grãos e proporcionam um refino na microestrutura final, o que induz a um aumento do limite de escoamento e da resistência à tração. Tais precipitados também formam um obstáculo para o movimento das discordâncias e um aumento na resistência é alcançado em concomitância com a manutenção de uma tenacidade satisfatória (TIRUMALASETTY, 2011).

Sabe-se que em função dos tratamentos térmicos aplicados, diferentes microestruturas são obtidas, o que, por sua vez, conduz a diferentes propriedades mecânicas (KWON, 2011).

Para a formação de microestruturas multifásicas diversificadas, diferentes rotas de tratamentos térmicos podem ser escolhidas com a finalidade de se formar microestruturas contendo variadas frações volumétricas de ferrita, bainita, martensita e austenita retida. A contribuição destas fases é importante para proporcionar melhorias nas propriedades mecânicas e conforme a exigência requerida nos projetos específicos pode-se adequar a resistência e a ductilidade de forma a obter-se a tenacidade desejada.

Assim sendo, uma melhor compreensão da importante contribuição das fases presentes em uma estrutura multifásica, as quais são produzidas pelo estabelecimento de uma composição química e de rotas de processamento adequadas, torna-se possível quando se percebe que a retenção ou obtenção de uma maior fração de determinada fase, como a austenita retida, por exemplo, é imprescindível para a produção de um determinado efeito, como permitir que o efeito TRIP seja significativo em uma estrutura multifásica. Isto ocorre, porque, como visto, o efeito TRIP está diretamente associado, ou seja, possui uma relação de correspondência com a quantidade de austenita retida presente no aço antes da deformação plástica (KWON, 2011).

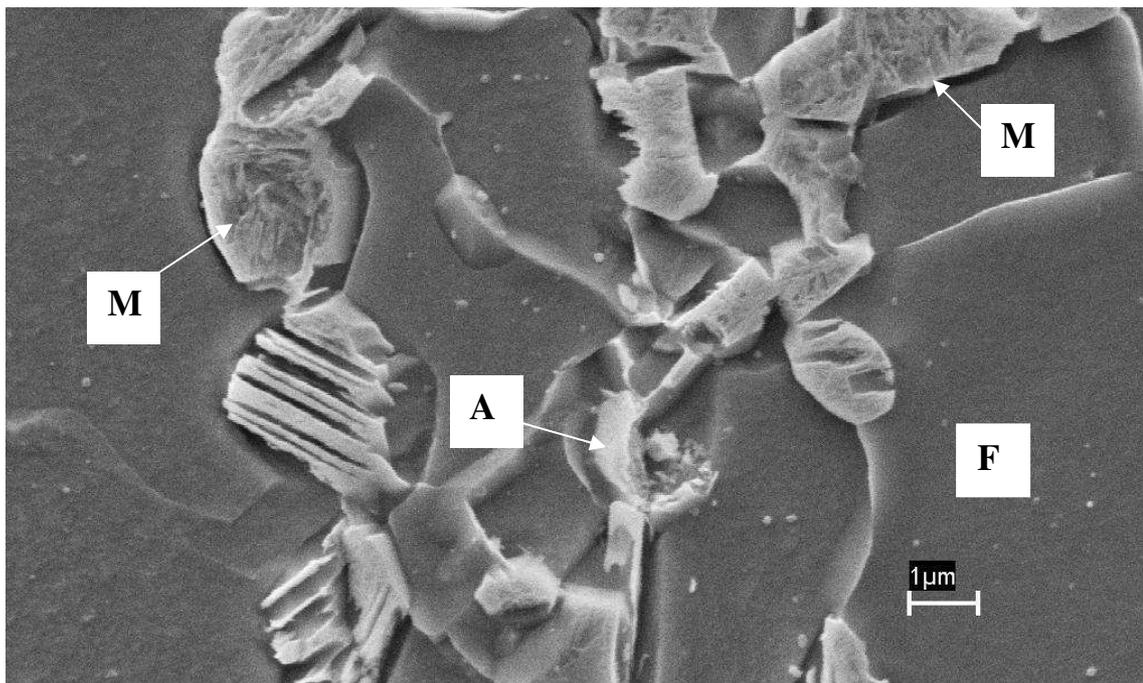
A estrutura multifásica pode ser obtida, por exemplo, por tratamentos térmicos realizados em dois estágios: o primeiro estágio consiste de um aquecimento, até a região intercrítica, como para os aços bifásicos, durante o qual um volume controlado de austenita é formado junto com a ferrita intercrítica; ou um aquecimento até a região de austenitização completa; o segundo estágio ocorre pelo resfriamento e manutenção na faixa de temperatura

da transformação bainítica. Durante este último estágio, parte da austenita se transforma em bainita, enquanto a austenita residual não transformada em bainita, pode tornar-se suficientemente estabilizada pelo carbono rejeitado pela ferrita bainítica, não se transformando em martensita durante o resfriamento final, até a temperatura ambiente (JACQUES, 2001b; SILVA, 2006).

Silício e alumínio são retardadores da formação de carbonetos, favorecendo o enriquecimento de carbono da austenita durante a formação da bainita, e aumentam a fração de austenita retida (GIRAULT et al., 2001).

A Figura 8 mostra a imagem obtida após tratamento isotérmico a 350 °C por 20 segundo onde são observadas as microestruturas sem a presença da microestrutura bainítica devido a curto tempo de manutenção na temperatura de transformação isotérmica.

Figura 8 - Fotomicrografia MEV Transformação isotérmica à 350 °C por 20 segundos. Ampliação: 7000x. Ataque químico: Nital 3%.



Fonte: SANTOS 2005

O microconstituente ferrita (F), também definida como ferro puro (Ferro α), apresenta uma estrutura cristalina CCC (cúbica de corpo centrado), é um material de baixa dureza e alta ductilidade apresenta morfologia equiaxial na cor cinza. A austenita retida (AR) é uma fase sólida paramagnética do aço e estável em temperaturas acima de aproximadamente 727° C, que apresenta uma estrutura cristalina CFC (cúbica de face centrada), a qual possui espaços

interatômicos, ou seja, vãos intersticiais maiores e, portanto, maior capacidade de dissolver carbono do que a estrutura cristalina CCC (cúbica de corpo centrado) presente na ferrita.

Pesquisas recentes afirmam que a fração volumétrica de austenita, a qual pode permanecer retida à temperatura ambiente na estrutura dos modernos aços multifásicos assistidos por efeito TRIP (Transformação Induzida por Deformação), é imprescindível para se obter uma melhoria na relação entre as propriedades mecânicas como resistência e tenacidade. Sabe-se que a quantidade desta austenita retida presente, em temperaturas abaixo de A_{c1} , é fortemente influenciada por sua morfologia e distribuição, pelo tamanho de grão, e principalmente pela quantidade de carbono aprisionado, o qual age de modo a saturar esta austenita provocando assim a sua estabilização (KWON, 2011; AVISHAN, 2013; WANG, 2006).

A martensita é uma fase metaestável supersaturada com carbono, que apresenta uma estrutura cristalina TCC (tetragonal de corpo centrado), e que se forma quase instantaneamente quando há uma transformação por cisalhamento, ou seja, sem difusão como ocorre com as outras fases, apresentando também maior dureza.

A martensita pode se originar com a transformação da austenita, que se encontra em temperaturas acima de A_{c1} , quando há uma rápida velocidade ou taxa de resfriamento partindo-se assim de um patamar que se encontra em altas temperaturas até atingir a temperatura ambiente, como ocorre no tratamento térmico de têmpera.

Também é possível a formação da fase martensítica (M) em um aço que se encontra à temperatura ambiente, quando a fase austenita retida, que é uma estrutura metaestável nesta condição, sofre uma deformação plástica (KWON, 2011).

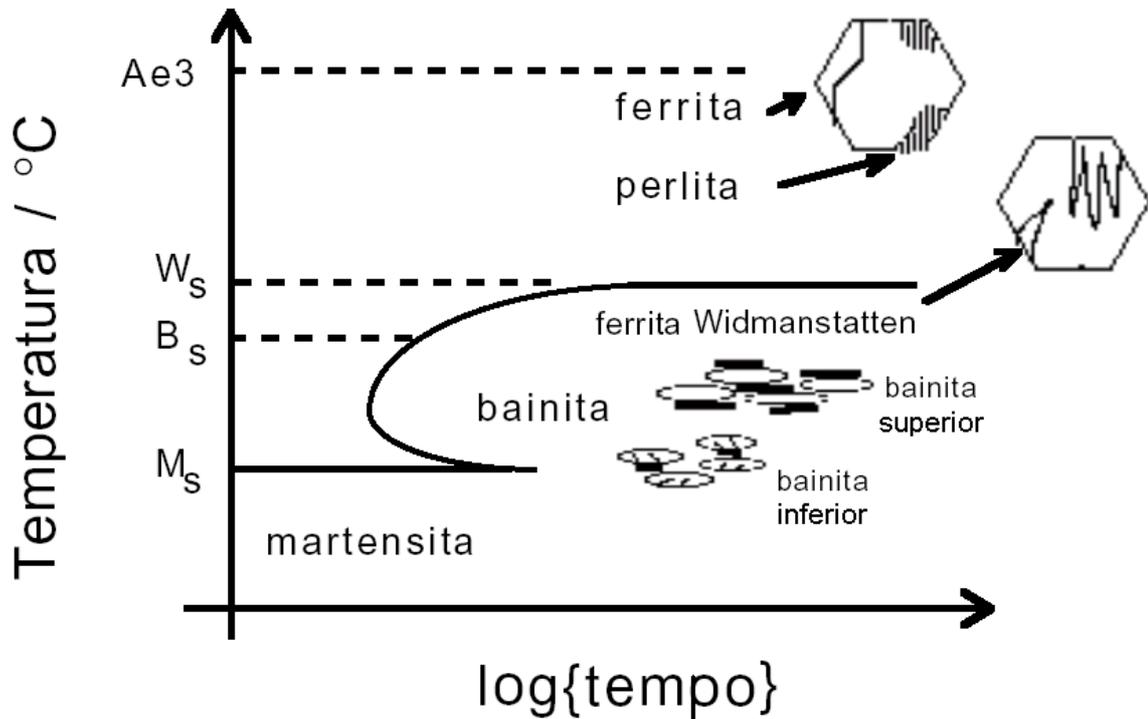
2.2.1.1 Bainita

Na década de 1920, os pesquisadores Davenport e Bain descobriram uma nova microestrutura consistindo de um agregado acicular escuro, composto por ferrita com morfologia acicular e por carbonetos como partículas discretas, e sendo esta estrutura diferente da perlita e da martensita, recebeu a denominação de bainita em 1934, em homenagem a Bain (YOOZBASHI, 2011).

De acordo com Bhadeshia (2001), uma forma mais apropriada para classificar a original microestrutura do aço bainítico é a que corresponde a uma estrutura formada por um agregado metaestável não lamelar de ferrita e carbonetos como a cementita, produzido a partir

da transformação da austenita que ocorre em temperaturas abaixo da formação da perlita, e variando até temperaturas acima da temperatura de início da formação da martensita, como ilustra as Figura 9.

Figura 9 - Diagrama esquemático da formação da bainita.



Fonte: Bhadeshia, 2001.

E, enquanto os aços perlíticos obtêm sua resistência dos finos grãos de perlita, os aços bainíticos derivam sua resistência da estrutura ultrafina que possui uma grande quantidade de discordâncias, as quais lhes conferem uma alta resistência (AGLAN, 2004).

Como a microestrutura bainítica é muito complexa, bastante refinada, e pode ainda revelar diferentes morfologias, é imprescindível o uso de microscopia eletrônica para sua melhor caracterização microestrutural. Contudo, o desenvolvimento destas diferentes morfologias depende da composição química e do tratamento térmico realizado, ou seja, das condições de processamento (ZHU, 2010; AGLAN, 2004).

Por meio da microscopia eletrônica de transmissão (M.E.T.), o exame bem detalhado da estrutura de aços bainíticos revelou que estes aços podem ser aproximadamente classificados como:

- ✓ B1 – ferrita acicular associada com partículas de cementita entre as ripas e dentro destas (denominada “**bainita inferior**”);
- ✓ B2 – ferrita acicular associada com partículas ou filmes de cementita e/ou austenita entre as ripas (denominada “**bainita superior**”);
- ✓ B3 – ferrita acicular associada com um constituinte de ilhas discretas de austenita e/ou martensita (AGLAN et al., 2004).

Outras terminologias usadas para classificar a ampla variedade de estruturas bainíticas abordadas na literatura foram apresentadas no trabalho de SOUZA (2008), e podem ser visualizadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Nomenclaturas usadas para classificar as diversas morfologias da microestrutura bainítica.

NOMENCLATURAS PARA A ESTRUTURA BAINÍTICA	
Bainita Superior	Bainita Baixo Carbono e Baixa Liga
Bainita Inferior	Bainita I
Bainita de Alta Temperatura	Bainita II
Bainita de Baixa Temperatura	Bainita III
Bainita em Bloco de Coluna	Bainita Comum
Bainita em Bloco	Bainita Aparente
Bainita Colunar	Bainita como Formada
Bainita Granular	Bainita Revenida
Ilha de Bainita	Bainita Superior Revenida
Bainita Lenticular	Bainita Inferior Revenida
Bainita Massiva	Bainita Livre de Carbonetos
Bainita Acicular	Bainita Incompleta
Bainita Baixo Carbono	Bainita Clara
Bainita Médio Carbono	Bainita Contorno de Grão
Bainita Alto Carbono	Bainita Inversa

Fonte: adaptado SOUZA, 2008.

Atualmente, a microestrutura bainítica tem recebido especial atenção, pois algumas investigações científicas indicam a relevante contribuição que o predomínio de determinada microestrutura bainítica pode exercer no excepcional desempenho dos aços modernos, proporcionando uma excelente relação entre resistência, tenacidade e conformabilidade, quando comparada a outras estruturas com prevalência de qualquer das demais fases, como ferrita, austenita retida, ou martensita.

Isto porque nestes aços sua resistência origina-se da mistura entre grãos finos ou ultrafinos de ferrita bainítica com finas estruturas das fases secundárias distribuídas uniformemente (ZHU, 2011). Esta situação fica fortemente evidenciada com a crescente

demanda atual pela produção de uma ampla variedade de aços bainíticos comerciais, incluindo-se dentre estes os de média até ultra-alta resistência, os resistentes à deformação por fluência, por resfriamento acelerado e os com ferrita acicular inoculada, os quais têm sido projetados para atender a um amplo espectro de aplicações como o desenvolvimento de partes estruturais leves (YOOZBASHI, 2011; LUO, 2010).

Dentre estes novos aços bainíticos encontram-se os bainíticos livres de carbonetos, que possuem propriedades mecânicas comparáveis às dos aços maraging, que são muito mais caros, e revelam um limite de resistência à tração variando entre 1,6 GPa a 2,5 GPa, um limite de escoamento entre 1534 – 1955 MPa, com valores de dureza entre 600 HV- 700 HV, um notável alongamento uniforme, ou seja, uma ductilidade na escala de 5% a 30% e valores de tenacidade à fratura entre 26-51 MPa m^{1/2}. (YANG, 2012; LEIRO, 2013).

Isto porque, nestes aços é possível atingir uma microestrutura em nanoescala através do enriquecimento de carbono da austenita, sendo este alto percentual de carbono um forte estabilizador da austenita e responsável por abaixar a temperatura de início da transformação bainítica, a qual é necessária para se atingir uma microestrutura nanométrica (YOOZBASHI, 2011).

De acordo com Singh e Bhadeshia (1998), a redução na temperatura de início da transformação bainítica implica na espessura extremamente fina das placas de ferrita bainítica, que é o fator determinante para se atingir uma alta resistência, de cerca de 2000 MPa, onde a tenacidade da austenita retida e sua alta percentagem de carbono permitem a obtenção de uma alta tenacidade ao impacto em torno de 35 J . E desta forma, estas placas de bainita com uma fina espessura, as quais possuem um pequeno caminho livre médio para o deslizamento de discordâncias geram uma alta resistência (SINGH, BHADESHIA, 1998; YOOZBASHI, 2011).

Mas, não se pode desprezar o efeito que a morfologia e a quantidade de austenita retida provocam na resistência. Assim, a austenita em bloco aumenta a resistência da microestrutura pela transformação em martensita durante o resfriamento até a temperatura ambiente. Já, quando a austenita que se apresenta na forma de filmes é submetida à deformação, estes filmes de austenita, se transformam de um modo progressivo em martensita, conduzindo a um reforço por retardar o fenômeno de empescoamento, sendo o aumento de resistência por meio deste comportamento muito mais proeminente para altas quantidades de carbono da austenita retida, a qual possui alta estabilidade mecânica (YOOZBASHI, 2011).

Singh e Bhadeshia (1998) também relataram que em baixas temperaturas, a austenita se fortalece por causa da grande resistência ao movimento da interface e a grande força de arraste devido ao aumento da taxa de nucleação, o que conduz ao refino microestrutural. Neste modelo termodinâmico, o limite de escoamento da austenita é uma função da temperatura de transformação. E a força de arraste da nucleação, mudança da energia química livre calculada, aumenta com o decréscimo da temperatura.

Por sua vez, por causa da austenita ser mecanicamente muito estável não se transformando facilmente em martensita, que é uma estrutura frágil, durante o resfriamento até a temperatura ambiente, os filmes de austenita podem propiciar adicional melhoria da tenacidade, a qual também pode ser influenciada pela espessura das placas de bainita, visto que, quanto mais finas as placas de bainita, menor o caminho livre médio para o deslizamento de discordâncias e, melhores os valores de tenacidade alcançados (YOOZBASHI, 2011).

Entretanto, por muito tempo, quando os aspectos considerados foram os valores de resistência atingidos, os aços bainíticos não apresentaram um desempenho satisfatório se comparados aos aços temperados e revenidos, o que por sua vez restringiu o seu uso.

Atualmente, sabe-se que dentre as causas apontadas como responsáveis, por impedir os aços bainíticos de alcançar uma alta resistência, podem estar a presença de carbonetos grosseiros, como a cementita, e de blocos de austenita em sua microestrutura. Pois, por ser frágil, a cementita sofre o processo de trinca quando submetida à influência das tensões geradas pelos empilhamentos de discordâncias, e a trinca pode então se propagar para dentro da ferrita bainítica, sob condições apropriadas de tensão e temperatura (CABALLERO, 2009b).

Uma possibilidade de solucionar parcialmente, senão resolver completamente este problema pode ser pela adição de elementos de liga como silício, que na quantidade de 1,5% a 2%, em peso, de acordo com alguns trabalhos, pode suprimir a precipitação de cementita a partir da austenita, durante a transformação bainítica, desde que a força de arraste para a precipitação seja dramaticamente reduzida quando a cementita é forçada a herdar o silício presente na fase original (KOZESCHNIK; BHADESHIA, 2008).

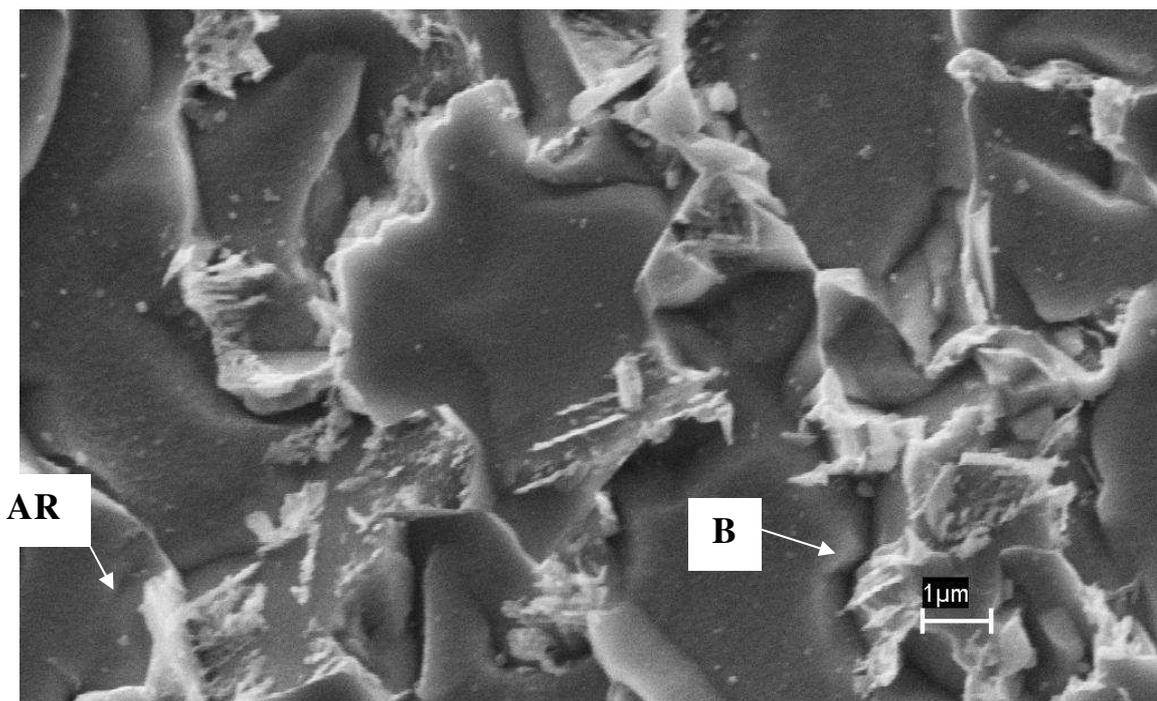
Nestes aços com altas porcentagens de silício ou pela co-adição de silício e alumínio, a microestrutura bainítica é constituída de finas placas de ferrita bainítica livre de carbonetos, ou seja, ferrita acicular, separadas por regiões constituídas de finos filmes de austenita retida enriquecida com carbono, sendo também possível encontrar a presença parcial de martensita (QIAN, 2012; CABALLERO, 2009a; CABALLERO, 2010).

Mas mesmo em baixas quantidades, o silício e o alumínio são suficientes para retardar a formação de carbonetos, e propiciam o enriquecimento de carbono da austenita residual durante a formação da bainita, aumentando-se assim a fração de austenita retida (DE COCK, 2006).

Também uma especial atenção tem sido reportada aos aços projetados para possuir uma estrutura duplex constituída prioritariamente por bainita/martensita livre de carbonetos quando sob resfriamento ao ar, demonstrando um valor de tenacidade considerado excelente com uma resistência igual ou superior a 1500 MPa (XU, 2011).

A Figura 10 mostra a micrografia da transformação isotérmica por 180 segundos observa-se uma matriz ferrítica com formação da microestrutura bainítica no contorno de grãos e ainda a austenita retida em algumas regiões.

Figura 10 - Fotomicrografia MEV. Condição: Transformação isotérmica à 350 °C por 180 segundos. Ampliação: 7000x. Ataque químico: Nital 3%.



Fonte: SANTOS, 2005.

2.2.2 Propriedades Mecânicas do aço 300M

2.2.2.1 Tração

Para o aço 300M, vários pesquisadores como ANAZAWA (2007), PIVATO (2006), ABDALLA (2012), SANTOS (2015) realizaram diferentes estudos alterados as propriedades mecânicas e microestruturas através de tratamentos térmicos resultando em significativo aumento dos valores obtidos nos ensaios de tração.

PIVATO (2006) realizou um estudo comparando as propriedades mecânicas e microestruturas do aço 300M na condição de recozido, tratamentos isotérmico na faixa de 320° C (IT) e tratamento intercrítico (IC) (austenitizado – resfriado a 760° C por 10 minutos - temperado em óleo). As microestruturas recozidas apresentam-se bastante complexas, sendo constituídas de martensita, bainita e carbonetos, contendo ainda porções de ferrita e austenita retida. O tratamento IC, que privilegiou a formação da martensita, resultou ainda na formação da fase ferrítica, além da bainita formada no resfriamento contínuo. A microestrutura obtida através do tratamento IT é uma matriz complexa formada principalmente por bainita e ferrita acicular.

Os resultados dos ensaios de tração mostram que o tratamento intercrítico (IC) promoveu aumentos importantes dos limites de escoamento (de 1531 MPa para 2035 MPa) e resistência a tração (de 1673 MPa para 2154 MPa), em relação ao material recozido, e sem perda significativa da ductilidade medida pelo alongamento (de 17,7 % para 14,8%). Observa-se, porém, que o tratamento isotérmico IT promoveu uma diminuição nos limites de escoamento e resistência deste aço, acompanhada também por perda de ductilidade em relação ao material recozido (PIVATO, 2006).

Outro estudo confirmou que o aço 300M submetido a diferentes tratamentos térmicos atingem altos valores de limite de resistência, porém ocorre uma redução da ductilidade, medida pelo alongamento e estrição. Uma combinação interessante parece ter ocorrido no aço submetido ao tratamento térmico na temperatura intercrítica de 760° C, este propicia a formação da fase ferrítica além da martensita e bainita formadas no resfriamento. Este tratamento permite ao aço atingir altos valores de resistência sem uma perda acentuada da ductilidade. Esta propriedade é de grande valor, pois reduz o risco de uma indesejável fratura frágil. (ANAZAWA, 2007).

2.2.2.3 Fadiga

Cerca de 80 a 90% das falhas que ocorrem em componentes e estruturas são causadas por fadiga, tais como: automóveis nas estradas, aviões (principalmente as asas e a junção dessas com a fuselagem) em pleno vôo, pontes sob veículos, navios em alto mar, sob o impacto das ondas, etc. (CAMARINHA, 2013; ARCANJO, 2008).

A falha por fadiga é provocada pela nucleação e propagação da trinca ou fenda, devido aos esforços repetidos das cargas dinâmicas. Este processo pode ser dividido em quatro fases: nucleação da trinca; crescimento microscópico da trinca; propagação da trinca e fratura final (ARCANJO, 2008).

A presença de defeitos pode reduzir a vida em fadiga, sendo assim, uma superfície mal acabada contendo irregularidades pode funcionar como concentrador de tensões (entalhes), resultando em tensões residuais que tendem a diminuir a vida em fadiga (CAMARINHA, 2013; SOUZA, 1982).

A ocorrência de falhas por fadiga é uma das principais preocupações relacionadas ao emprego estrutural de materiais. Novas pesquisas são conduzidas na tentativa de encontrar novas alternativas para melhorar a vida em fadiga. Os aço de ultra-alta resistência se mostram extremamente favoráveis a esta situação. HORTA (2004) demonstrou que a vida em fadiga (avaliada por meio de curvas S/N) do aço ultra-alta resistência AISI 4140, submetido a diferentes tratamentos térmicos de têmpera e revenido, pode elevar em até duas ordens de grandeza a vida em fadiga, comparada com o mesmo aço sem este tratamento.

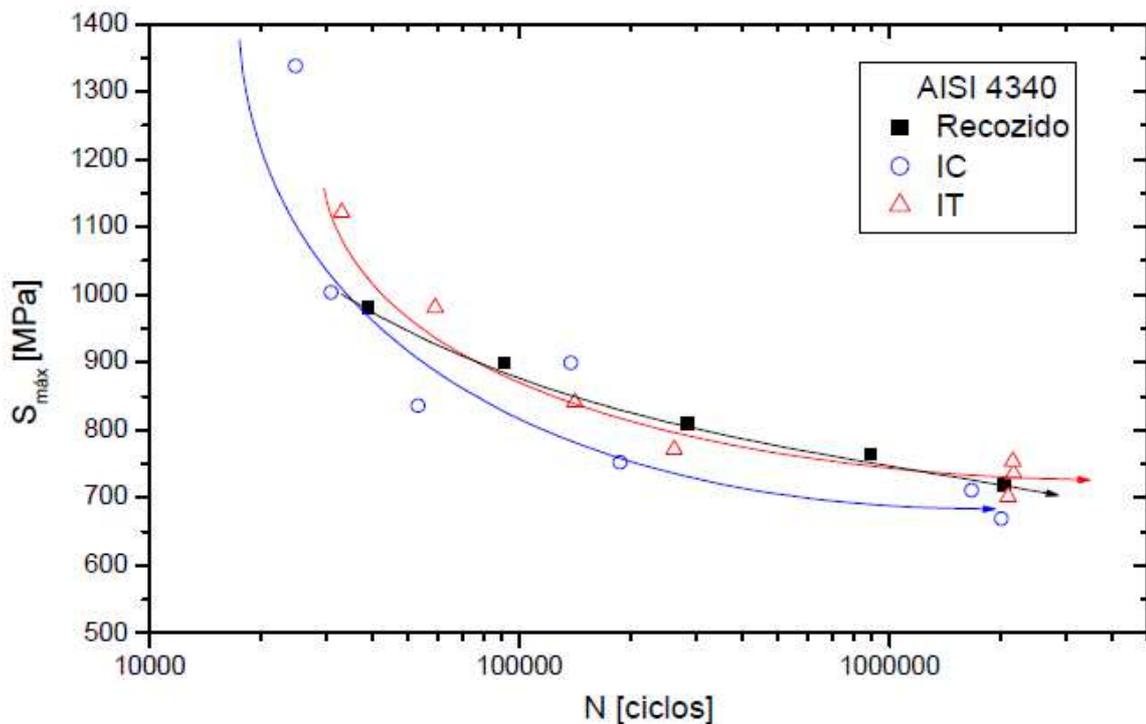
Os aços maraging mostram muito alta resistência, combinada com uma boa dureza, praticamente nenhuma alteração dimensão e sem fissuras durante o tratamento térmico de endurecimento, qualidades favoráveis para uma alta vida em fadiga (MAYER, 2014).

Para obtenção de melhores resultados do comportamento em fadiga pode se produzir diferentes tratamentos térmicos (isotérmicos e intercríticos), que possibilitam obter uma microestrutura multifásica composta, de martensita e fases ferrita e/ou bainita, contendo ainda teores expressivos de austenita retida. Além da fração volumétrica das fases, esses tratamentos são empregados para controlar sua morfologia e o tamanho de grão, (THOMPSON, 1996, ABDALLA, 2012).

A microestrutura multifásica combina microconstituintes duros e dúcteis, abrindo um novo leque de possibilidades ao permitir ajustar os níveis de resistência e ductilidade visando melhorar as propriedades mecânicas como tenacidade e resistência à fadiga do aço (ABDALLA, 2012, WANG, 1989).

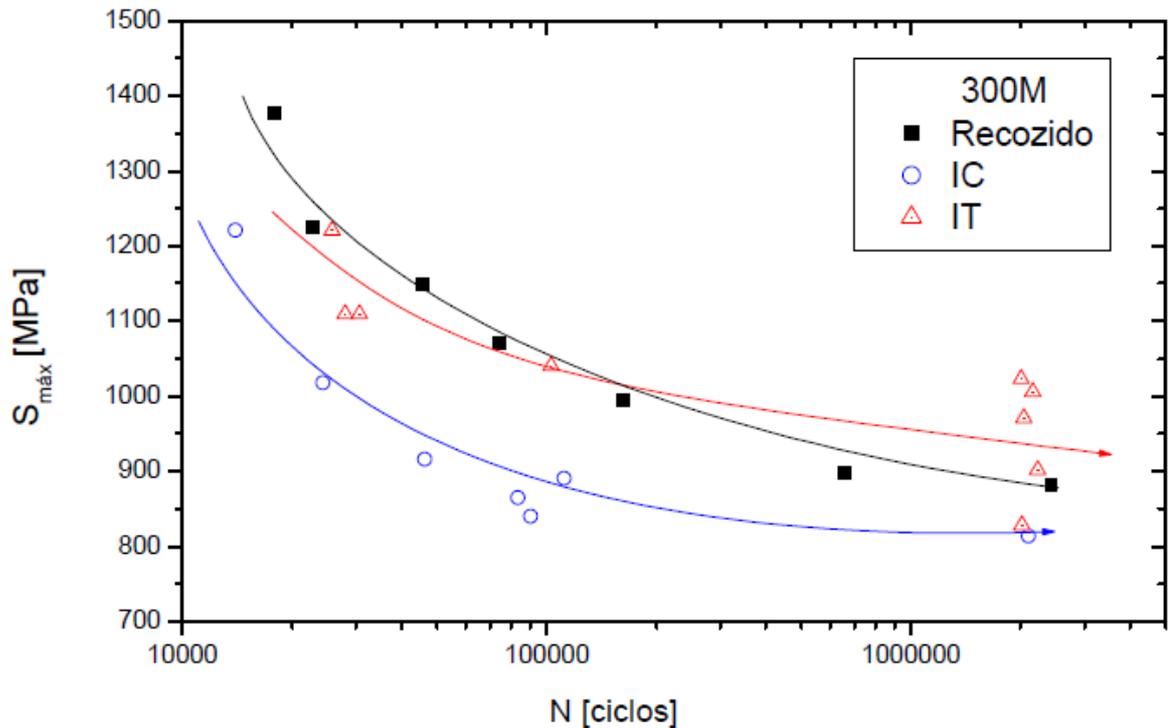
Curvas de ensaio de fadiga dos aços 4340 e 300M, são apresentadas respectivamente nas Figuras 11 e 12, foram aplicadas diferentes condições de tratamento térmico e comparada a condição recozida. Pode-se observar que ambos os aços sofreram alterações semelhantes na resistência à fadiga em decorrência dos tratamentos térmicos. Pode-se observar que ambos os aços sofreram alterações semelhantes na resistência à fadiga em decorrência dos tratamentos térmicos. O tratamento intercrítico IC promoveu uma queda na curva S/N em relação à condição recozida, sendo possível ainda observar que este efeito é mais acentuado para o aço 300M. Por outro lado, o comportamento dos aços após o tratamento isotérmico a 320° C IT é muito semelhante ao dos materiais recozidos. Relacionando-se esses resultados com as propriedades em tração, fica evidente que a microestrutura formada através do tratamento IC, apesar de apresentar a melhor combinação de resistência e ductilidade, é a que possui o pior desempenho em fadiga. (PIVATO, 2006)

Figura 11 - Curvas de vida em fadiga do aço 4340.



Fonte: PIVATO, 2006

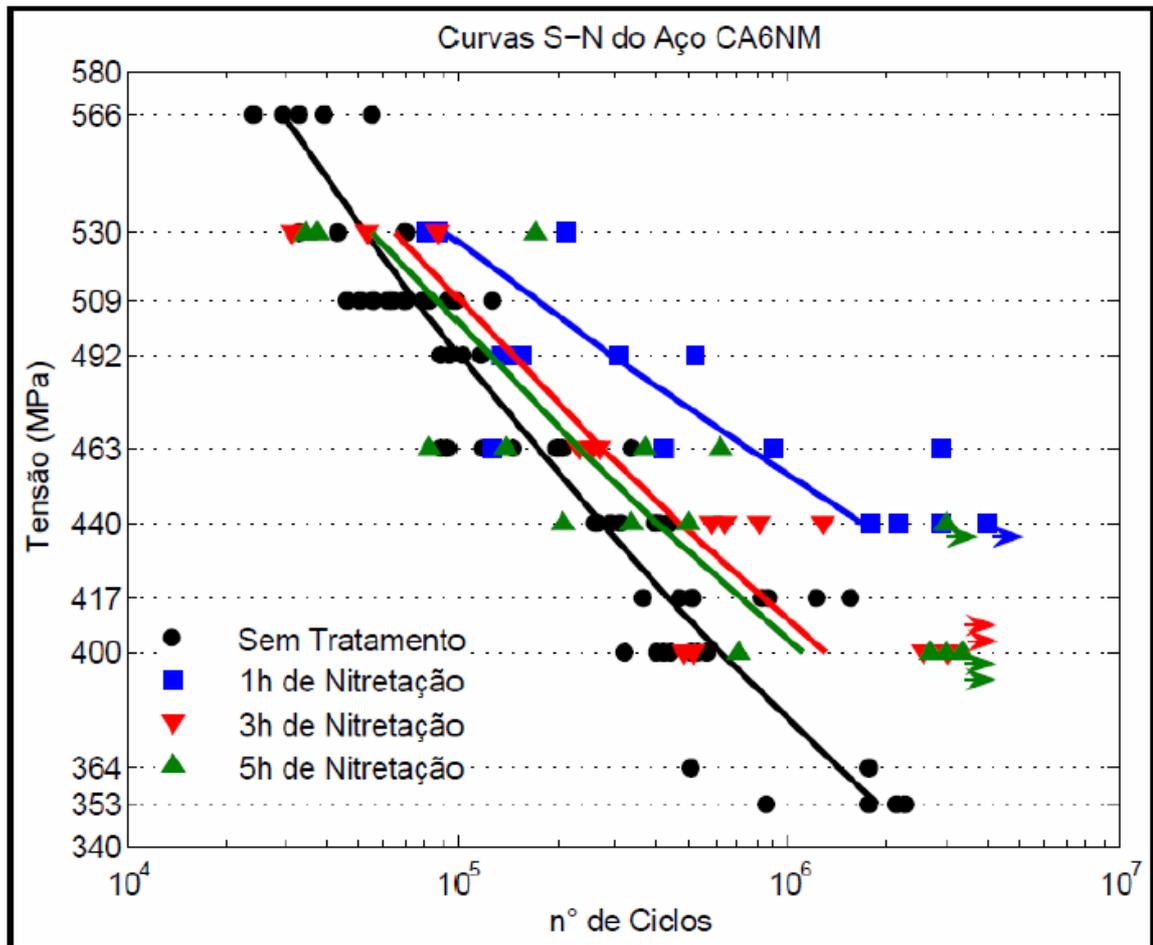
Figura 12 - - Curvas de vida em fadiga do aço 300M.



Fonte: PIVATO, 2006.

A Figura 13 mostra o resultado do estudo em um aço inoxidável ASTM 743 TIPO CA6NM nitretado a plasma. A nitretação a plasma tem sido largamente utilizada em muitas aplicações industriais por apresentar melhora nas propriedades tribológicas e químicas resultando, entre outras a melhora do comportamento em fadiga. Observa-se que em todos os tempos de nitretação a plasma houve uma melhora no comportamento em fadiga deste aço. Ainda se observa que com a diminuição das vidas em fadiga ($\sim 10^5$ Ciclos), diminui-se também a diferença das tensões de falha dos materiais com e sem tratamento, ou seja, pela inclinação das curvas nota-se que, supostamente, o tratamento de nitretação não tem grande influência em tempos menores de vidas em fadiga. A maior influência na vida em fadiga de alto ciclo deve-se, provavelmente, porque grande porcentagem desta vida esta relacionada à nucleação da trinca na superfície. Devido a formação de nitretos na camada de superfície e consecutivo aumento da dureza e introdução de tensões residuais compressivas, há um retardo no processo de nucleação de trinca por fadiga (WINCK, 2011).

Figura 13 - Curvas S/N do aço com e sem nitretação a plasma.



Fonte: WINCK, 2011.

2.3 TRATAMENTOS TERMOQUÍMICOS DE SUPERFÍCIES

A melhoria das propriedades de superfície, como fadiga, corrosão, desgaste e também a capacidade para suportar cargas de contato dinâmicas, tem sido obtidas através de tratamentos termoquímicos como a nitretação, nitrocarbonetação e carbonetação (SIRIN, 2008; PODGORNIK, 2001).

Os tratamentos termoquímicos são aqueles que combinam a ação do calor com a ação química e o resultado é o enriquecimento de uma camada, ou mesmo todo o volume, de uma peça com um elemento metálico ou não metálico geralmente difusivos tais como: carbono, nitrogênio e boro (SCHEID, 2006).

As técnicas de endurecimento de superfície de peças e ferramentas são largamente empregadas na indústria por proporcionar ao material elevadas durezas superficiais ao mesmo

tempo em que mantém um núcleo relativamente tenaz (LAMPMAN, 1991; DAVIS, 2002; KRAUSS, 2005).

Dentre os processos empregados, destaca-se a nitretação, que consiste na difusão do nitrogênio atômico na superfície do metal (SCHEID, 2006). Na nitretação o nitrogênio atômico penetra na superfície do metal e se difunde para o seu interior, formando com os elementos de liga, como cromo e alumínio, finas dispersões de nitretos. Estes precipitados elevam a dureza superficial e introduz uma tensão de compressão na superfície, propriedades estas benéficas tanto para redução do desgaste, quanto para o aumento da vida em fadiga (NICOLETTO, 1996; ROCHA, 2000).

Alguns métodos são empregados para endurecimento superficial tais como: adição de camadas, recobrimento metálico por camadas soldadas, recobrimento sem solda, revestimento, deposição química a vapor e outros. Além dos métodos convencionais de endurecimento por difusão temos: métodos de endurecimento seletivo por chama direta, por indução, por laser, por implantação iônica, carbonetação ou nitretação e métodos difusivos de endurecimento (métodos que envolvem a modificação química da superfície e que necessitam de aquecimento para aumentar a difusão dos elementos na superfície da peça) (UEDA, 2007; ABDALLA; SHEID, 2006).

Nas últimas duas décadas tem havido diversos progressos na tecnologia utilizada nos processos de tratamentos de superfície, principalmente com o desenvolvimento do método de nitretação por plasma em forno a vácuo e métodos de implantação iônica.

Apresentando muitas vantagens, a Nitretação sob Plasma é uma tecnologia utilizada de forma crescente em todo o mundo e particularmente em crescimento no Brasil. Existem vários processos de tratamento termoquímico de nitretação disponível industrialmente, contudo a nitretação a plasma mostra vantagem, por sua versatilidade, precisão e reprodutibilidade no controle sobre a metalurgia da superfície nitretada (ABDALLA, 2006).

A nitretação a plasma é uma tecnologia realizada em temperaturas relativamente baixas (~550°C) e representa uma nova alternativa aos processos convencionais. A técnica é limpa, segura e relativamente simples de usar, sendo cada vez mais comum em aplicações industriais, envolvendo nitretação de aços-carbono, ligas, materiais sinterizados, podendo inclusive ser combinada com carburização, oxidação, a formação de filmes finos tais como nitreto de titânio, contudo tratamentos com heterogeneidades na temperatura, ou nos gases de limpeza ou processo presente na câmara/reator, podem levar a fragilização da superfície de materiais ligados, pois a precipitação e difusão de fases com raio atômico de grande dimensão precipitarão nos contornos levando a formação de defeitos de alto ângulo e até mesmo

trincamento na superfície (SKONIESK, 2008). Algumas das principais aplicações são nitretação de ferramentas de corte, peças sinterizadas, eixos, matrizes e estampas (ABDALLA, 2007).

2.3.1 Nitretação a plasma

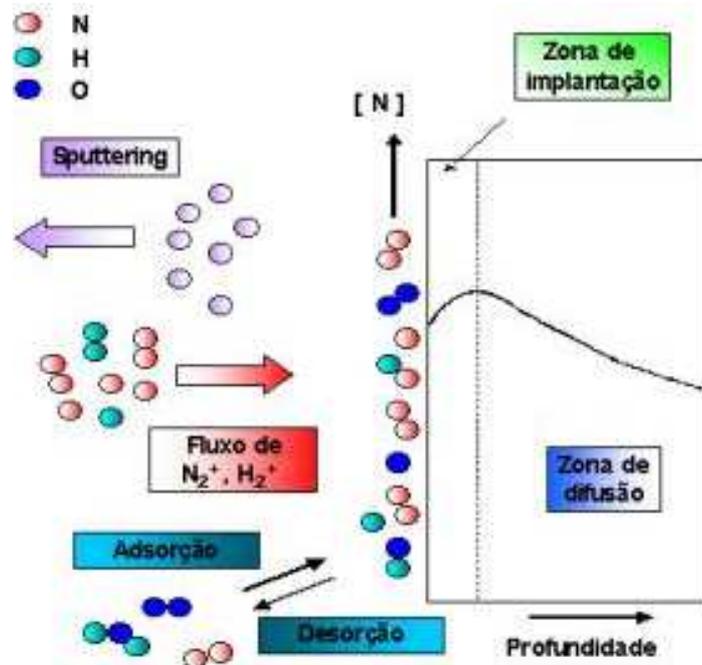
Diferentemente de outras técnicas, tais como nitretação gasosa e banhos de sais, a nitretação a plasma permite um controle apurado das espécies precursoras do processo resultando em um produto de alta qualidade. O processo de nitretação sob plasma foi desenvolvido por Berghaus no início dos anos 30, do século XX, não tendo sido continuado em função das restrições tecnológicas encontradas na época em controlar os principais parâmetros do processo (ABDALLA, 2007).

Os avanços tecnológicos, principalmente relacionados à eletrônica, automação e informatização, permitiram o pleno desenvolvimento da tecnologia de plasma, a partir do final do século XX. Esse processo é realizado em níveis de vácuo que variam entre 100 Pa e 1.000 Pa. A tensão de operação, da ordem de 0,2 kV a 1 kV (bombeamento é de 100 a 1000 eV,) que é fornecida ao sistema por uma fonte pulsada, com forma de onda quadrada de duração entre 50 s e 200 s e repetição do ciclo entre 50 s e 2.000 s. A tecnologia da descarga incandescente, que introduz nitrogênio na superfície do aço, emprega a energia elétrica de alta voltagem para excitar o gás e ionizá-lo. Forma-se então um plasma no vácuo, através do qual os íons de nitrogênio são acelerados com objetivo de bombardear a superfície do aço, ocorrendo a absorção do nitrogênio e difusão com direção ao núcleo (CHIAVERINI, 2008; COLLINS, 1994).

O processo de nitretação inicia-se pela aplicação de uma diferença de potencial entre dois eletrodos (PINEDO, 2004). Quando a diferença de potencial é aplicada entre o catodo e o anodo, na presença de uma mistura gasosa composta basicamente de N_2 e H_2 parcialmente ionizados, o sistema mantém a neutralidade globalmente em condições de temperatura e pressão específicas, e ocorre a geração de uma descarga brilhante (*glow discharge*), que determina a ocorrência do plasma. Nesse processo, as moléculas gasosas são dissociadas, os íons carregados positivamente são acelerados para a superfície do anodo (peça) e os elétrons são direcionados para o catodo (carça). A aceleração dos íons na direção do material ocorre devido a aplicação de um campo elétrico negativo nas peças a serem tratadas. Após implantação, estes íons neutralizam-se e penetram por difusão térmica no corpo do material, lembrando que a presença de oxigênio/ar residual deve ser controlada para permitir uma boa

formação da camada nitretada (PINEDO, 2004). A Figura 14 mostra os vários processos que podem ocorrer na nitretação a plasma.

Figura 14 - Esquema do processo de nitretação a plasma.

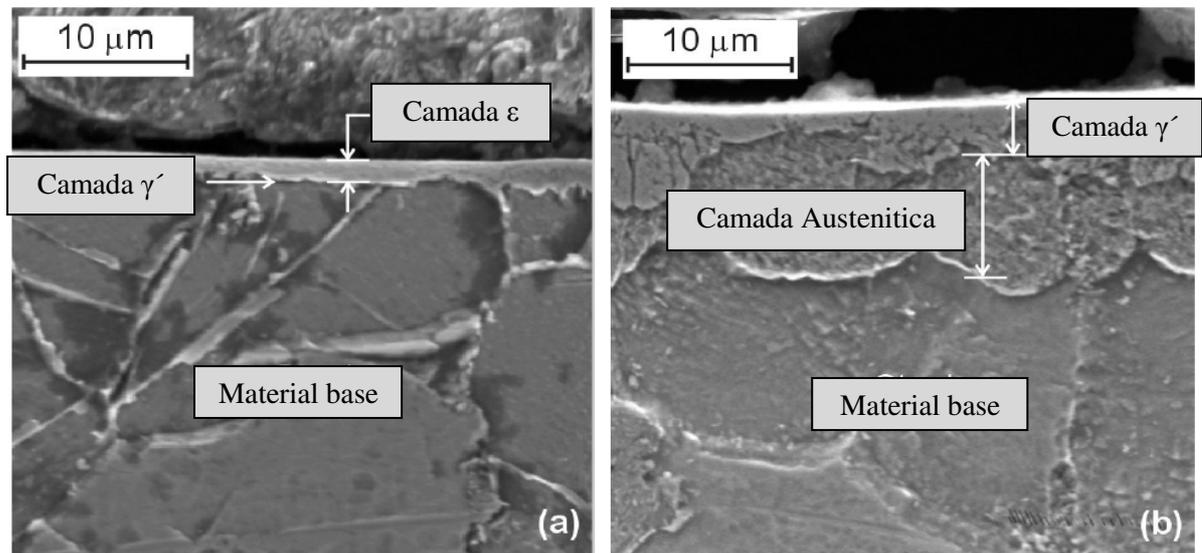


Fonte: PINEDO, 2009.

A energia proveniente desse bombardeamento iônico é suficiente para promover o aquecimento das peças e intensifica o processo de difusão. Na nitretação por plasma, o controle sobre a metalurgia da camada nitretada é, sem dúvida, a vantagem mais importante no processo. Um sistema computadorizado permite a introdução individual e precisa dos gases (PINEDO, 2004, ABDALLA, 2006, 2007).

A camada nitretada é geralmente composta por duas fases metalúrgicas, sendo que, o material base (perlita com ferrita nos contornos) dos aços ARBL, geralmente mudam para uma mistura entre a fase épsilon (ϵ , Fe_{2-3}N) e a componente γ' (Fe_4N). A Figura 15 (a) ilustra a formação de uma camada de nitretos (ϵ - Fe_{2-3}N) em um aço 4340 e a Figura 15 (b) mostra a formação de uma camada γ (Fe_4N) no mesmo material (SHEID, 2006; SIRIN, 2008).

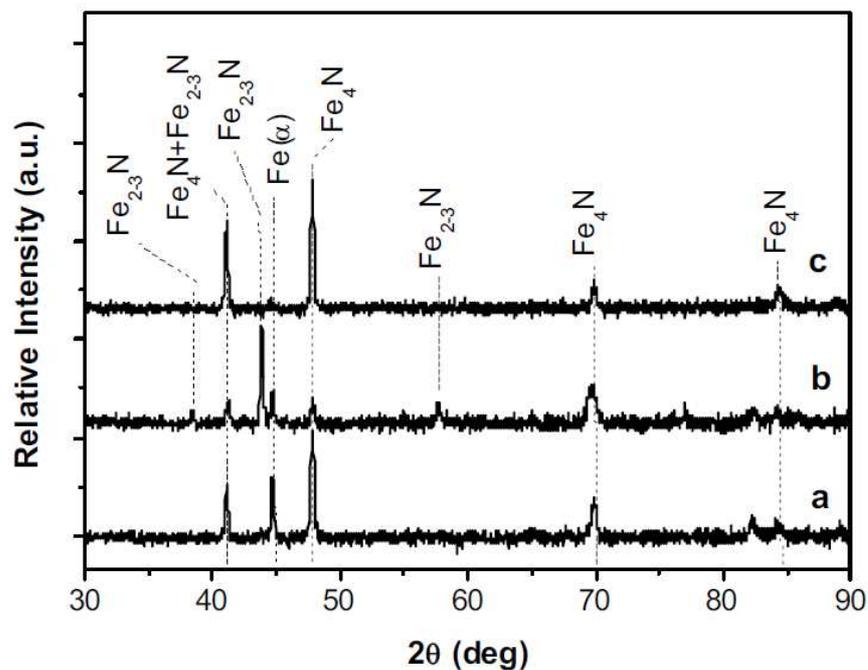
Figura 15 – Microscopia de Varredura mostrando a formação de camadas nitretadas em diferentes temperaturas.



Fonte: ABDALLA, 2010.

As camadas nitretadas foram analisadas por difração de raio-X (DRX). Os padrões de raios-X mostram a formação de nitretos Fe_4N (γ') e Fe_{2-3}N (ϵ) como mostrado na Figura 16.

Figura 16 - Difratogramas de raios-X para amostras de aço AISI 1020 nitretadas durante 30 min em (a) 773 K em H₂-50% N₂, (b) 773 K em H₂-75% N₂ e (c) 873 K em H₂75% N.



Fonte: ABDALLA, 2010

Os padrões de raios X indicam a formação de uma única fase γ' , como pode ser visto na Figura 16. Embora deva ser formada uma fase ϵ , predominantemente durante o processo de nitretação, durante o resfriamento lento do forno ocorre a precipitação de ferro e a transformação da fase ϵ em fase γ' . (ABDALLA, 2010)

No tratamento de nitretação a plasma é possível controlar a obtenção da camada difundida, obtendo boa dureza e tenacidade da camada em função dos precipitados nos contornos dos grãos sem formação de camada branca, sendo recomendada para situações onde o material sofrerá solicitações dinâmicas e altas tensões compressivas, melhorando assim, dureza, resistência ao desgaste e corrosão (CHANG, 1999).

A nitretação por plasma é ainda, um processo compatível às novas exigências ambientais, pois além de utilizar menor tempo e energia, não produz rejeitos pós-tratamento. Este processo não causa dano ambiental e não produz misturas gasosas explosivas ou prejudiciais à saúde, podendo ser instalado em áreas normais do fluxo produtivo sem preocupação adicional. No futuro, este processo terá um papel importante por ser um processo que não causa qualquer impacto negativo ao meio ambiente e ao ser humano, portanto dentro da filosofia da NBR ISO 14.001 (PINEDO, 2004; ABDALLA, 2007).

O tratamento termoquímico a plasma, quando comparado a métodos tradicionais de nitretação banho de sal ou nitretação gasosa, oferece diversas vantagens como (PINEDO, 2004):

- ✓ É realizado a vácuo e com uma temperatura inferior aos métodos convencionais de nitretação, proporcionando uma menor distorção do reticulado, camada uniforme, eliminação ou minimização no trabalho de acabamento das peças;
- ✓ Permite conseguir melhores propriedades metalúrgicas com materiais de custo menor e maior dureza superficial;
- ✓ Enquanto que a nitretação gasosa produz na superfície uma camada composta de características quebradiças (denominada camada branca), a nitretação com plasma produz uma camada densa, não porosa, muito dura, mas não quebradiça e com um baixo coeficiente de atrito, ao que se soma uma excelente resistência ao desgaste;
- ✓ Permite a proteção de regiões que não devem ser tratadas através do uso de uma técnica de máscara que é simples e de baixo custo;
- ✓ Permite resultados reprodutíveis e de qualidade constante devido ao controle microprocessado dos parâmetros do processo;

- ✓ Não produz contaminação ambiental, pois o processo de nitretação com plasma usa baixa quantidade de gases neutros, enquanto que os processos convencionais usam sais tóxicos ou grandes quantidades de gases tóxicos;
- ✓ Apresenta menor custo se comparado aos processos convencionais, por ser um processo mais rápido, que usa menores quantidades de produtos químicos, sem necessidade de retrabalho e com menor refugo;
- ✓ Possibilita a combinação da ação termoquímica com o processo de deposição;
- ✓ Incremento de vida útil das peças tratadas;
- ✓ Mínima alteração dimensional das peças;
- ✓ Boa penetração do plasma em orifícios permitindo nitretação uniforme;
- ✓ Redução do custo de manufatura, eliminando operações de retífica e usinagem para correção de deformações estruturais;
- ✓ Economia de energia elétrica;
- ✓ Maior controle do suprimento de nitrogênio.

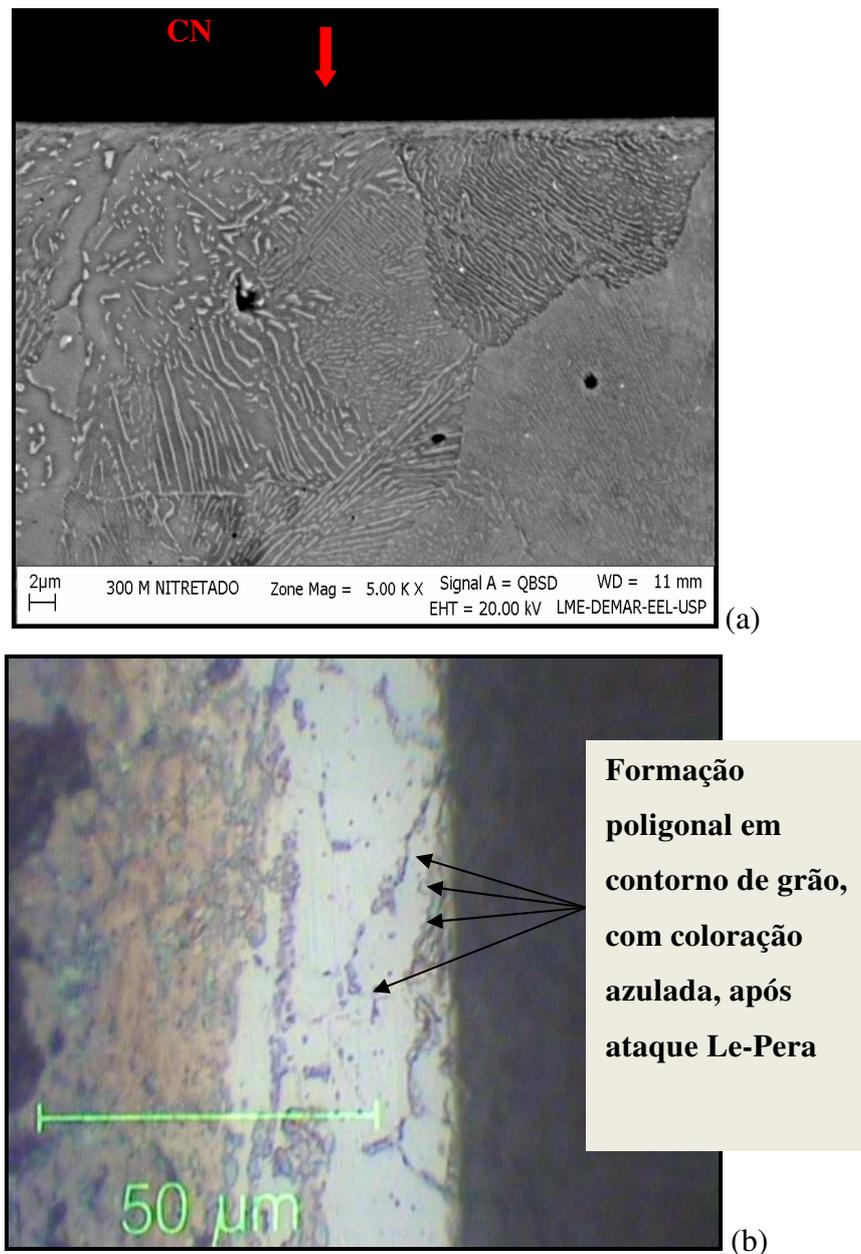
Há também cuidados que devem ser observados para que não se transformem em desvantagens neste processo, tais como:

- ✓ A presença de heterogeneidade de temperaturas nas peças por serem alocadas em diferentes regiões da câmara, pois existe uma diferença de temperaturas entre o conjunto peças/base e as paredes da câmara. O aquecimento das peças se dá pelo bombardeamento iônico sobre as peças (na região catódica do sistema) e não pelo aquecimento de resistências externas. Dessa forma, estabelece-se um gradiente de temperaturas no interior da câmara que interfere nas trocas térmicas sejam elas vinculadas a radiação ou a convecção, podendo gerar diferenças significativas de temperatura (SKONIESKI, 2008).
- ✓ Pode ocasionar superaquecimento localizado (CHIAVERINI, 2008).
- ✓ A ocorrência de descargas diferenciadas entre picos (maior intensidade) e vales (menor intensidade), pode gerar heterogeneidades na camada formada.

A Figura 17 mostra imagens obtidas por MEV e MO que possibilitam a visualização da camada nitretada (CN) na superfície do aço. A Figura 17 (b) apresenta uma região branca com aproximadamente 25 μm , logo abaixo, observa-se grande formação circular nos contornos com coloração azulada, lembrando que a presença de silício estabiliza a austenita, promove difusão intergranular de elementos contaminantes e favorece a formação de

estruturas aciculares ou de maior dimensão molecular (relaciona-se com a temperatura de tratamento) e após ataque químico LePera, pode-se concluir que, esta região apresenta formação de diferentes estruturas podendo levar a fragilização do material. Também foi observada a formação não homogênea da camada branca na região soldada, conforme mostra a Figura 17(a). (CARDOSO, 2015)

Figura 17 - Análise em MEV(a) e MO(b) da CN e CD, do aço 300M, soldado e nitretado a plasma a 500°C.



Fonte: CARDOSO, 2015.

No tratamento NP a 500°C realizado nas amostras iniciais, não foi observado homogeneidade na formação de camada branca, contudo pode-se notar a formação de trincas na superfície (Figura 18).

Para o entendimento das características observadas na superfície tratada a 500°C, alguns estudos foram realizados, no qual se observou na literatura que a esse fenômeno pode estar relacionado com a maior concentração de silício nesta liga de aço 300M. (CARDOSO, 2015)

Figura 18 - Imagem da superfície tratada NP 500°C, com formação de trincas no aço 300M.



Fonte: CARDOSO, 2015.

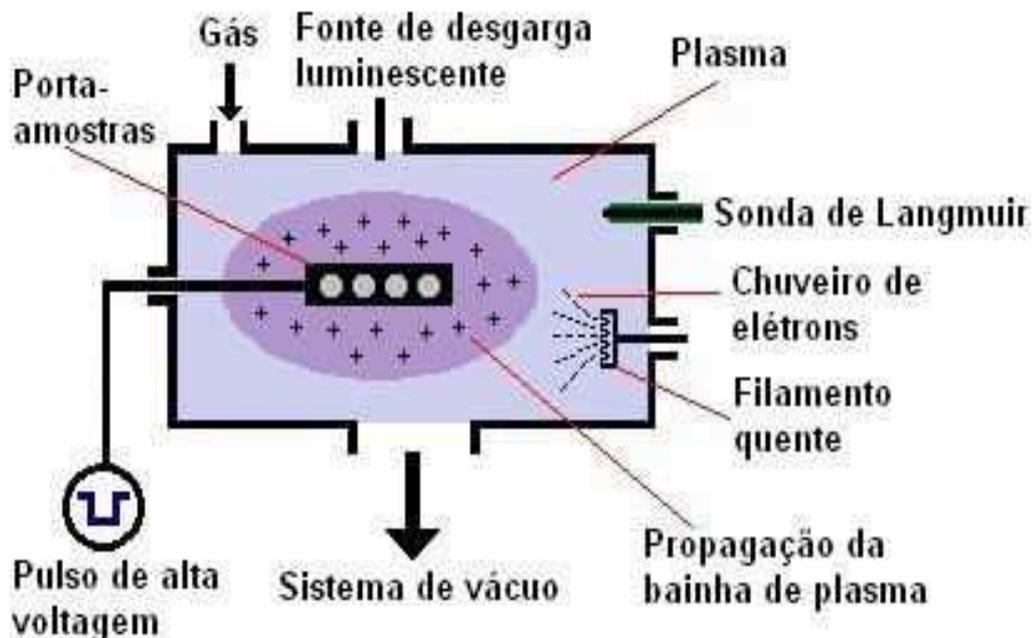
Mesquita e colaboradores (2008) vêm pesquisando a relação de silício com a fragilização em revenimento, no qual correlaciona a redução do teor de silício com a formação da cementita e carbonetos. O menor teor de silício no material favorece a formação da cementita e facilita a formação dos carbonetos de liga (M_6C , M_3C), em temperaturas inferiores a 600°C, dificultando o surgimento dos carbonetos finos e agulhados tipo M_2C , que em geral precipitam apenas em alta temperatura. Quanto menor o teor de silício, menor a tendência de fragilização por revenimento e com isso a presença de fratura intergranular é minimizada, já que a precipitação de carbonetos M_3C é favorecida, assim como, o efeito de solução sólida, mantendo esse elemento na matriz (MESQUITA, 2006).

Existem três tipos de processos de nitretação ou implantação de íons em peças utilizadas industrialmente: a nitretação líquida com sais fundidos, a gasosa com amônia e a que utiliza como meio nitretante plasma contendo nitrogênio (nitretação iônica). A Implantação Iônica por Imersão em Plasma (IIIP) é uma técnica com altas energias cinética, onde átomos são injetados na superfície de materiais, em contraste às técnicas convencionais na implantação, o alvo é imerso em plasma e então é feita a polarização pulsada a altas voltagens (aplica-se sobre a amostra uma descarga elétrica negativa), resultando em implantação iônica tridimensional. Esta técnica mostrou-se eficiente para tratamentos mais delicados, em estruturas de geometrias complexas, que necessitam de pequena camada difusa ou implantada, sendo uma vertente dos tratamentos de superfície a plasma (COLLINS, 1994).

Conrad e colaboradores desenvolveram os primeiros estudos sobre este tratamento que podem ter diferentes denominações (*Plasma Source Implantation, Plasma Based Ion Implantation, Plasma Ion Implantation*, entre outros) (SARKISSIAN, 1998; SILVA, 2007).

O IIIP é uma tecnologia emergente para a engenharia de superfícies de semicondutores, metais e dielétricos. Essa técnica tem recebido atenção redobrada de pesquisadores da área, por possibilitar o tratamento superficial de peças tridimensionais, o que não é possível por meio da implantação convencional por feixes (conforme Figura 19 que mostra *um dispositivo IIIP, no qual o plasma é gerado por microondas ou descargas luminescentes e o potencial de plasma é controlado por um "chuveiro" de elétrons*). Em IIIP, a amostra a ser tratada é colocada numa câmara de vácuo, onde é produzido o plasma, contendo íons de espécies a serem implantadas. O sistema de implantação por plasma não utiliza métodos de extração e aceleração de íons como nos métodos de implantação convencionais. A amostra é repetidamente pulsada a altas voltagens negativas (10 a 400 k eV), para implantar a superfície com fluxo de íons que constituem o plasma energético (SILVA, 2007).

Figura 19 - Esquema do tratamento IIP em regime pulsando, no qual a amostra mantém se imersa em plasma.



Fonte: LAP/INPE (SILVA, 2007).

Os tempos e temperaturas de tratamento, neste processo, são inferiores aos processos de nitretação a plasma, promovendo resultados favoráveis na formação de camadas tratadas, apresentando resistência ao desgaste superior aos processos de nitretação a plasma em temperaturas próximas, contudo em função da colisão dos íons na superfície a ser tratada, ocorre introdução e também arrancamento (efeito cinético), semelhante a um processo de *sputtering* aumentando a rugosidade superficial (SILVA, 2007).

Segundo Fouquet e colaboradores, a difusão em um tratamento de nitretação segue a lei de Fick unidirecional, no qual têm se a dependência dos coeficientes de difusão em relação a temperatura (FOUQUET, 2004). No caso da implantação iônica, vários defeitos podem ser oriundos da irradiação iônica, sendo assim, induzindo um aumento do coeficiente de difusão principalmente em temperaturas acima de 500°C (UEDA, 2003; FOUQUET, 2004).

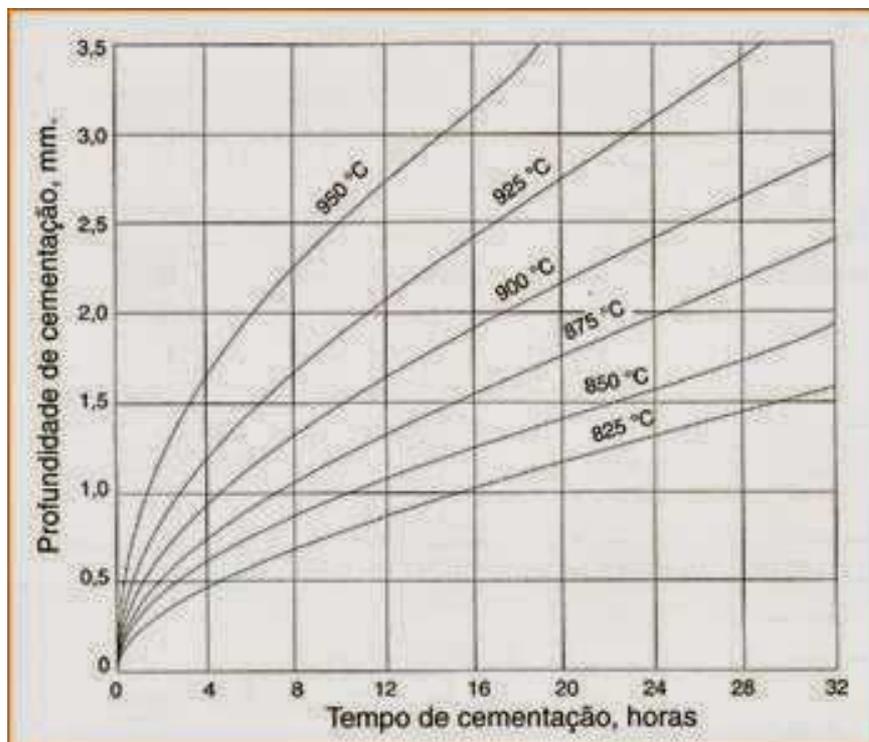
Os tratamentos de superfície a plasma têm mostrado eficiência no tratamento de materiais com fragilidade, pois é um processo ativado térmica e cineticamente, onde a implantação ou difusão de íons mostra-se efetiva para os aços ARBL em temperaturas entre 350° e 550°C, em que encontramos a formação de camadas finas de nitretos (γ e ϵ) (MAHBOUBI, 1996; MAHBOUBI, 1995), possuindo boa adesão entre o substrato e a superfície modificada, bom acabamento, não ocorre grande alteração dimensional, melhorando comprovadamente a resistência desses aços (NOLAN, 2006).

2.3.2 Carbonetação

A cementação é um processo clássico de endurecimento superficial, ou seja, há o enriquecimento e aquecimento da superfície do aço com uma substância carbonácea e uma fonte de calor, onde o carbono através da difusão penetra no aço. Na cementação tradicional, a temperatura deve ser superior à da zona crítica (850° a 950° C), para favorecer a formação da camada cementada e penetração do carbono no interior da microestrutura do metal base. Os processos de cementação elevam o teor superficial de carbono até 0,8% ou 1,0% (CHIAVERINI, 2008).

A profundidade de penetração do carbono depende principalmente da temperatura, do tempo e do teor de carbono inicial da superfície do meio carbonetante. As temperaturas mais elevadas favorecem o processo de difusão do carbono. A princípio a penetração é rápida e decresce posteriormente como mostra a Figura 20.

Figura 20 - Curvas mostrando a influência do tempo e da temperatura à penetração superficial de carbono.



Fonte: CHIAVERINI, 2008.

Portanto, os principais fatores que influenciam sobre a velocidade de enriquecimento de carbono na superfície dos aços são os seguintes (CHIAVERINI, 2008):

- ✓ Teor inicial de carbono no aço: quanto menor o teor de carbono no aço, maior a velocidade de carbonetação;
- ✓ Coeficiente de difusão do carbono no aço: depende da temperatura e da concentração de carbono;
- ✓ Temperatura: afeta a difusão, ou seja, a concentração de carbono na austenita e na velocidade de reação;
- ✓ Concentração de carbono na superfície: a velocidade de difusão aumenta com o aumento da concentração de carbono, já que a difusão do carbono começa da concentração mais alta para a mais baixa;
- ✓ Natureza do agente carbonetante ou do gás de carbonetação: os gases mais importantes são o CO e CH₄;
- ✓ Velocidade de fluxo de gás: influência na velocidade de reação na superfície.

Existem vários processos de cementação e os mais comuns são: por via sólida (também chamado “cementação em caixa”), por via gasosa e por via líquida (CHIAVERINI, 1986).

A cementação sólida ou em caixa visa em inserir as peças de aço em caixas metálicas na presença de misturas carburizantes e expostas a temperaturas elevadas. Obtém-se carbono superficial acima do teor eutetóide, mas nunca acima de 1,15% para não precipitar carbonetos.

A cementação a gás método mais usado; componentes a serem tratados são carregados cestos e colocados em fornos contínuos ou intermitentes. A atmosfera rica em carbono resulta de um gás endotérmico enriquecido com metano ou propano. A têmpera posterior é feita em óleo; muitos componentes cementados são submetidos a martêmpera que ocorre a temperaturas mais elevadas.

Já na cementação líquida o metal é colocado num banho de sal fundido, com composição adequada para promover o enriquecimento superficial de carbono.

Neste estudo utilizou-se a cementação a laser que é um processo o qual utiliza um feixe de laser para o aquecimento da superfície enriquecida com uma substância carbonácea. Há o processo de difusão do carbono na superfície do aço e com isso o endurecimento superficial. Os principais fatores que influenciam a velocidade de enriquecimento de carbono na superfície são os mesmos anteriormente citados para os demais processos de cementação.

2.3.2.1 Carbonetação a laser

Uma das muitas aplicações do laser em processamento de materiais é o tratamento de superfície entre essas aplicações esta a carbonetação. A alta densidade de potência do feixe de laser permite aquecer a superfície muito mais rapidamente do que fontes convencionais, não há a necessidade de vácuo e proporciona altas taxas de resfriamento devido ao aquecimento localizado. Os equipamentos para processamento de materiais com laser são facilmente automatizados, proporcionando o tratamento nas regiões de interesse com economia de tempo e custos de operação.

No processo a laser a fonte de energia que promove o aquecimento é a radiação incidente á superfície da amostra. Parte da radiação é absorvida na superfície do substrato e esta é a responsável pelo aquecimento. O aumento da temperatura é extremamente rápido até a faixa de austenitização, em decorrência da concentração de energia em finas camadas da amostra. O resfriamento, também ocorrerá rapidamente, produzindo o efeito de têmpera, sem a necessidade de utilizar um líquido refrigerante (ASSUMPCÃO, 2009; ABDALLA, 2006; ASSUMPCÃO, 2008).

Se a densidade da potencia for relativamente alta, uma camada fina na superfície do aço atingirá a temperatura de austenitização (durante o aquecimento), e posteriormente com o resfriamento rápido, ocorrerá a formação de martensita. A profundidade de tempera irá depender da variação de temperatura (ΔT) na superfície do material.

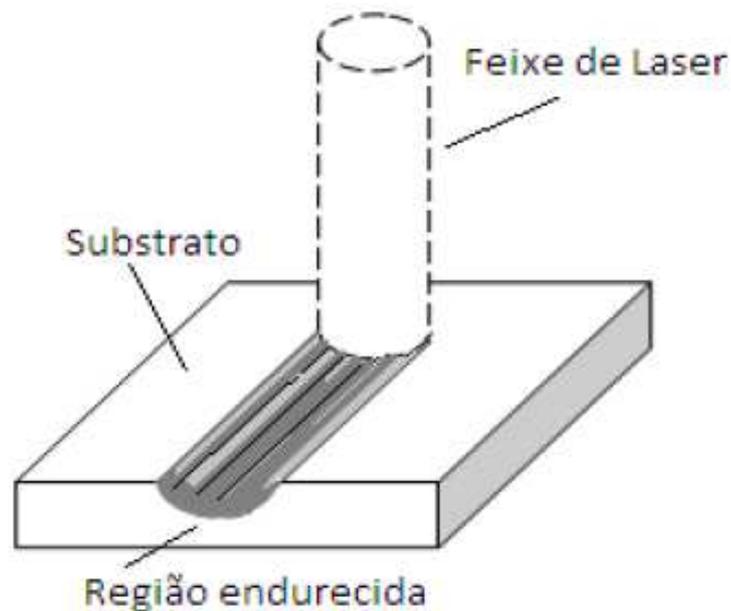
A têmpera a laser permite o endurecimento superficial com profundidade controlada, alcançada em altas temperaturas, de áreas específicas e ou pequenas regiões de uma peça, com deformações mínimas na superfície quando comparado a outros métodos (ABDALLA, 2012).

Neste processo, a temperatura na superfície do metal pode ser controlada pela densidade de potencia e pela velocidade de processo, exemplificado pela Figura 21. Pois a velocidade do processo esta relacionado com o tempo (t) de residência do feixe. Para um laser pulsado o tempo de residência é o tempo de pulso e para um laser continuo (CW) é definido pela razão entre o diâmetro do feixe e a velocidade.

Com a vantagem de que não haverá a necessidade de gastar energia para o aquecimento do volume total da peça, tornando o processo mais econômico. Através da tempera, pode-se observar que em grande parte de aplicações praticas se obtém propriedades diferenciadas quando expostas aos fenômenos térmicos (desgaste e corrosão). Há um

favorecimento de melhores propriedades mecânicas como resistência a fadiga, tração, desgaste (redução do fator de atrito) e aumento da resistência a corrosão (ABDALLA, 2012).

Figura 21 - Representação esquemática da região tratada durante processamento de tempera a laser.

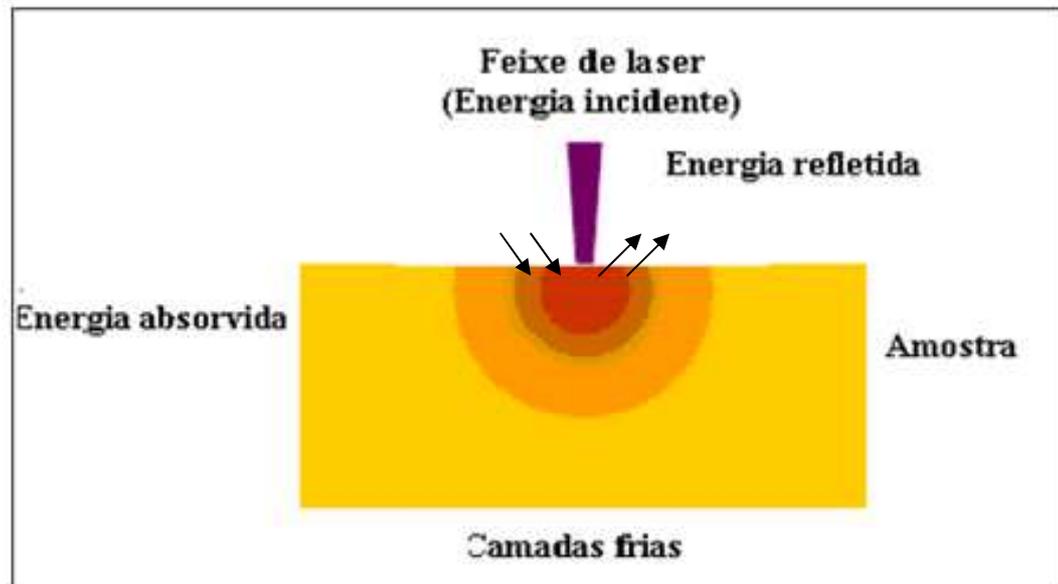


Fonte: PORTELA, 2011.

A têmpera a laser tem vantagens em comparação a outros processos como: operar em altas velocidades, tratar áreas específicas e de maior complexidade, e um controle maior sobre a zona termicamente afetada, onde em outros processos não são uniformes. A alta taxa de reflexão do feixe de laser CO₂, cujo comprimento de onda é de 10,6 μm , a refletividade na maioria das ligas metálicas é superior a 90%, podendo chegar a aproximadamente a 100% para o Al e Cu. Para diminuir essa taxa de reflexão utilizam-se materiais absorvedores, como o Negro de fumo. (GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011)

No processo de tempera a laser o feixe e o laser atinge a superfície do material, a energia absorvida é a responsável pelo aquecimento da superfície conforme demonstrado na Figura 22.

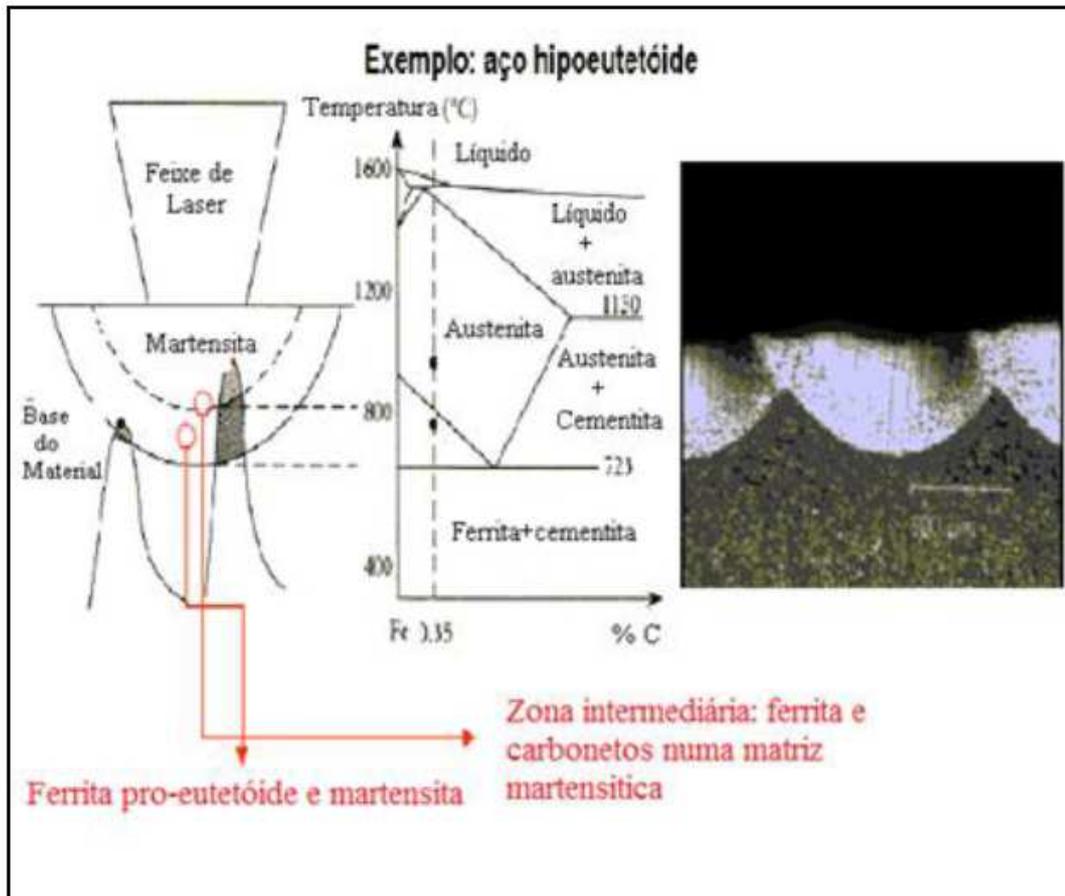
Figura 22 - Diagrama do processo de aquecimento de uma superfície via laser.



Fonte: GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011,

A têmpera a laser acontece quando a taxa de resfriamento, que é rápida o suficiente para dar um endurecimento devido a formação de martensita. É utilizada para modificar propriedades mecânicas e metalúrgicas da peça. Como vantagens têm-se a precisão da camada tratada, pode ser realizado em peças acabadas, o calor é concentrado na região de interesse gerando assim baixa distorção na peça, alta velocidade de processamento além de uma microestrutura refinada e uma superfície com maior dureza. (GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011). Como demonstrado na Figura 23.

Figura 23 - Diagrama de transformação de um aço hipoeutetóide temperado superficialmente a laser. As trilhas claras são as regiões de alta concentração da martensita.



Fonte: GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011.

A profundidade de penetração pode ser controlada com precisão ajustando os parâmetros do laser (BENEDEK, 1980).

Os efeitos que ocorrem na superfície do material tratado constituem a base para o desenvolvimento de numerosos métodos de tratamento superficial de materiais a laser, melhorando o desempenho de componentes e máquinas. Todos esses efeitos dependem tanto do laser usado, como do mecanismo pelo qual a radiação interage com o material (PORTELA, 2011).

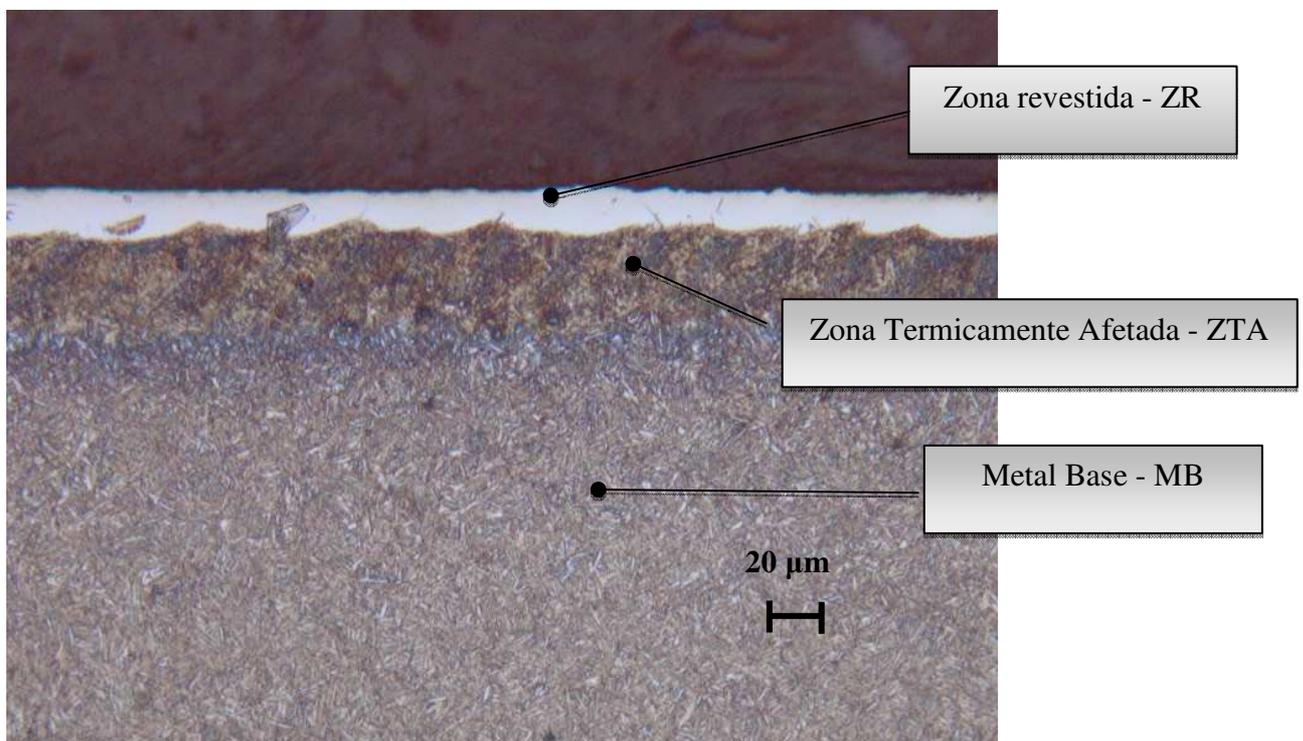
A interação laser/material depende da capacidade da superfície em absorver a energia correspondente ao comprimento de onda e do tempo de interação entre o laser e o substrato (PORTELA, 2011).

Todos os aços e ferros fundidos que são endurecíveis por métodos convencionais também o são por lasers. Embora o tempo de difusão para o carbono seja extremamente curto, aços e ferros fundidos com uma distribuição fina e homogênea de carbono são mais adequados para tratamento a laser (PORTELA, 2011).

Neste trabalho, o laser de CO₂ foi utilizado e uma fina camada de negro de fumo foi depositada na superfície como fonte de carbono (BENEDEK, 1980). Após a irradiação é formada uma camada de carbonetos de ferro com dureza elevada na superfície e, abaixo desta, uma região endurecida devido ao processo de transformação de fases provocado pelo rápido aquecimento e resfriamento.

As regiões decorrentes ao tratamento de superfície a laser de CO₂ são identificadas na Figura 24, na superfície há uma camada branca com alta concentração de carbono e ferro (Zona Revestida - ZR), e abaixo há a região afetada pelo calor produzido pelo laser – ZTA (Zona Afetada pelo Calor - ZTA), na qual se observa a ocorrência de têmpera parcial localizada, após estas regiões encontra-se o metal base (MB) com estrutura bainítica.

Figura 24 - Microscopia Óptica (MO): Zonas típicas formadas após aspersão com negro de fumo e irradiação a laser.



O laser CO₂ (10-15%), podendo ser operado em regime contínuo ou pulsado, dependendo do dispositivo (DESTRO, 2010).

Suas aplicações variam quanto aos níveis de potência de pouco watts até 15 kW. Quando a mistura gasosa contém partes de N₂ e He, pode-se obter maior potência do feixe emitido em comparação com os equipamentos isentos dessa adição (ASSUMPCÃO, 2009).

O laser de dióxido de carbono (CO₂) é o mais importante dos lasers a gás e fornece potências contínuas que vão de fração de watt até dezenas de quilowatts para aplicações em processamento de materiais em um grande número de comprimentos de ondas contido na trilha de 9,6 a 10,6 μm, devido às transições entre níveis rotacionais-vibracionais da molécula de CO₂.

Atualmente existe uma grande variedade de equipamentos a laser, com cada um possuindo suas próprias características construtivas, torna-se extremamente complexo definir uma configuração geral de parâmetros operacionais que possa ser aplicada de forma ampla. Pesquisadores como SOARES, 2005; ABDALLA, 2012 e outros, citam que as principais variáveis de um processo a laser são:

1. Potência
2. Velocidade de varredura do feixe
3. Resolução (Número de pulsos de laser por unidade de área)

i. Potência do laser

A potência está relacionada com o tipo do feixe do laser que pode ser contínuo ou pulsado e cuja influência na potência é descrita a seguir:

- ✓ **Efeitos na potência contínua** – Em um laser de potência contínua existe a possibilidade de se controlar a potência de saída. A partir do momento em que entra em operação, a potência do laser ascende linearmente para um valor nominal de potência P. Existem dois problemas principais neste tipo laser: uma penetração profunda ou a falta de penetração. A velocidade de tratamento máxima para uma dada espessura aumenta com o crescimento da potência. A profundidade do tratamento é inversamente proporcional à velocidade para um dado modo, tamanho de diâmetro do foco, e potência.
- ✓ **Efeitos na potência pulsada** – Para um laser do tipo pulsado a potência média é menor do que de um laser de potência contínua, pois a potência depende da duração do pulso e do intervalo entre os pulsos. O uso de potência pulsada permite mais duas variáveis: frequência de repetição de pulso (FRP) e percentual de cobertura, que são fatores que devem ser considerados. A velocidade de tratamento em função da potência é

determinada pela relação entre o tamanho do ponto focal, a FRP e o percentual de cobertura. Neste caso, a velocidade é independente da potência. Já a profundidade é função da potência. Todavia, uma potência muito elevada ocasionará a evaporação e ejeção de material e até mesmo a perfuração, se a chapa for fina. Porém, independente do tipo de laser, o valor médio da potência pode ser controlado eletronicamente e ser condicionado ao tipo de operação a laser se assim for necessária.

ii. Velocidade de varredura do feixe

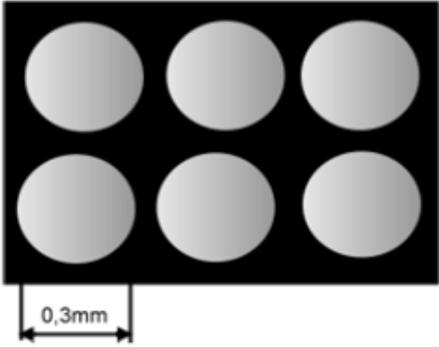
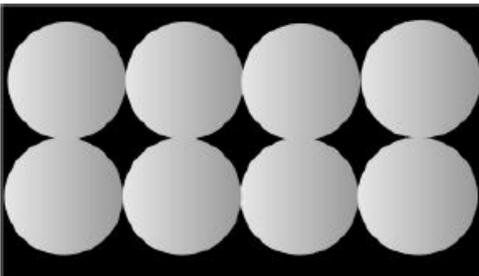
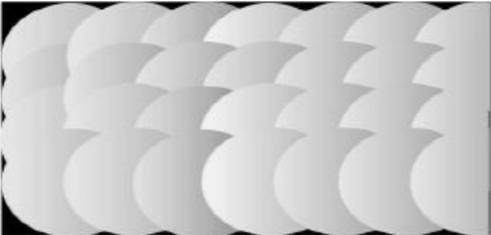
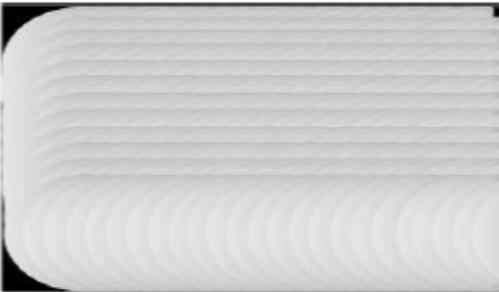
Os efeitos da velocidade de varredura do feixe sobre o processamento a laser são descritos, principalmente através da equação geral do balanço de calor. Porém, além destes efeitos principais há alguns outros. Primeiramente haverá o efeito da velocidade do feixe sobre a trilha sendo que a altas velocidades haverá baixa penetração e em baixas, evaporação de material e, em segundo lugar haverá o problema da proteção gasosa sobre a trilha em altas velocidades, pois a partir de um determinado valor de velocidade a proteção poderá começar a perder sua eficiência por não acompanhar o deslocamento do feixe.

iii. Resolução (Número de pulsos de laser por unidade de área)

Outro parâmetro que influencia no tratamento térmico a laser é a resolução do feixe de varredura. A resolução é dada em números de pulsos do laser por polegada (PPP). A seguir, na Tabela 3, apresenta-se um modelo do parâmetro resolução (GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011).

Considere uma área quadrada de lado 25,4 mm. O interesse está em irradiar toda esta superfície com o feixe de laser que tem 0,3 mm de diâmetro. Com o parâmetro de resolução, que varia de 50 a 900 pontos por polegada, pode-se selecionar como a área em questão será preenchida ou irradiada (GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011).

Tabela 3 - Ilustração da resolução, número de pulsos por unidade de área.

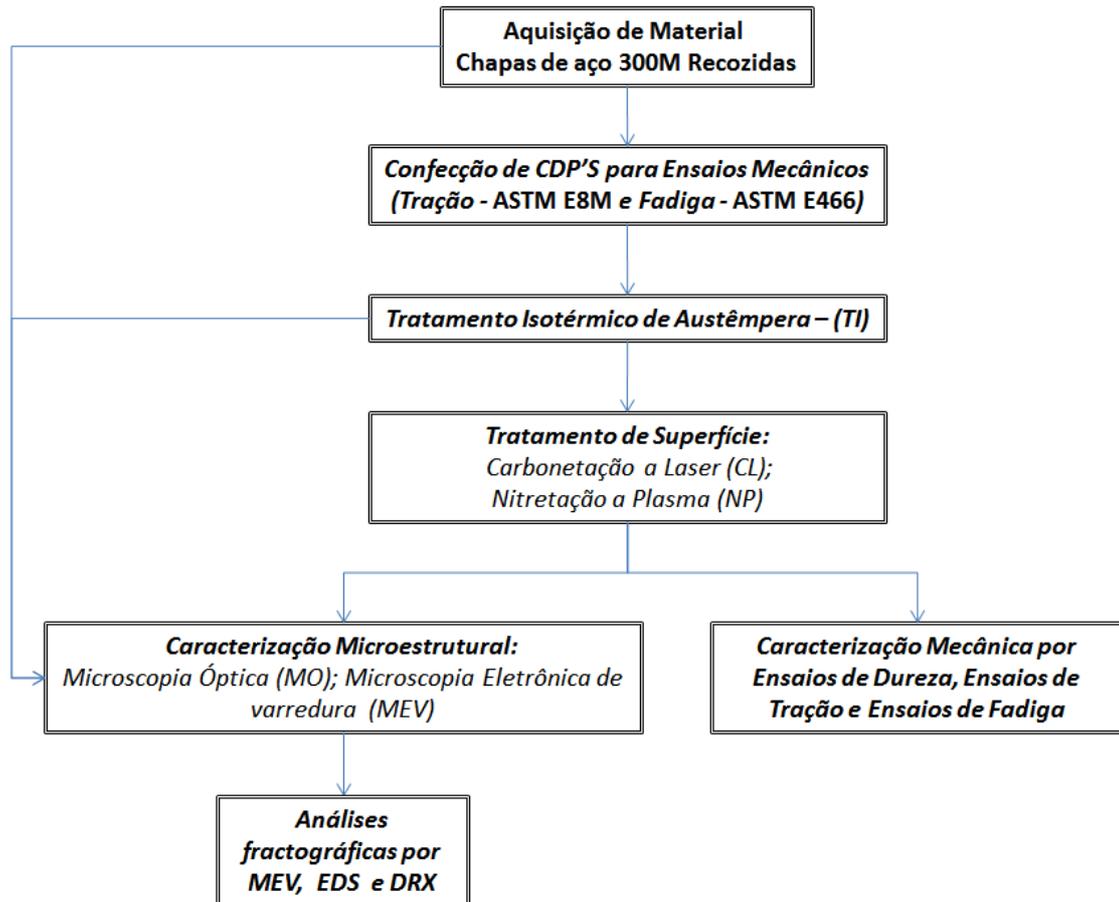
RESOLUÇÃO	DESCRIÇÃO
	<p>Selecionando-se a “Resolução(R)” =50, cada lado de 25,4 mm, será irradiado com 50 pulsos, totalizando 2500 pulsos do laser na área total. Com esta resolução não haverá recobrimento total da superfície e com isto poderá ocorrer pontos sem a transformação de fase desejada.</p>
	<p>Selecionando-se R=85, significa que cada lado de 25,4 mm será irradiado com 85 pulsos e a área total com 852 pulsos. Com esta resolução os pontos serão tangentes um ao outro não ocorrendo recobrimento total da superfície e com isto poderá ocorrer pontos sem a transformação de fase desejada.</p>
	<p>Selecionando-se R=150, significa que cada lado de 25,4 mm será irradiado com 150 pulsos e a área total com 1502 pulsos. Com isto haverá uma sobreposição de 43% do diâmetro de cada pulso.</p>
	<p>Selecionando-se R=300, cada lado de 25,4 mm será irradiado com 300 pulsos e a área total com 3002 pulsos. Com isto haverá uma sobreposição de 71% do diâmetro de cada pulso.</p>
	<p>Selecionando-se R=600, cada lado de 25,4 mm será irradiado com 600 pulsos e a área total com 6002 pulsos. Com isto haverá uma sobreposição de 87% do diâmetro de cada pulso, obtendo-se um recobrimento suficiente para a concentração ideal de energia para as transformações de fase desejada. Experimentalmente observou-se que as transformações foram uniformes com 600 ppp.</p>

Fonte: GUERREIRO, 2008 apud PORTELA, 2011 apud

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O Fluxograma da Figura 25 mostra as atividades que foram desenvolvidas durante a pesquisa.

Figura 25 - Esquema das atividades realizadas neste trabalho.



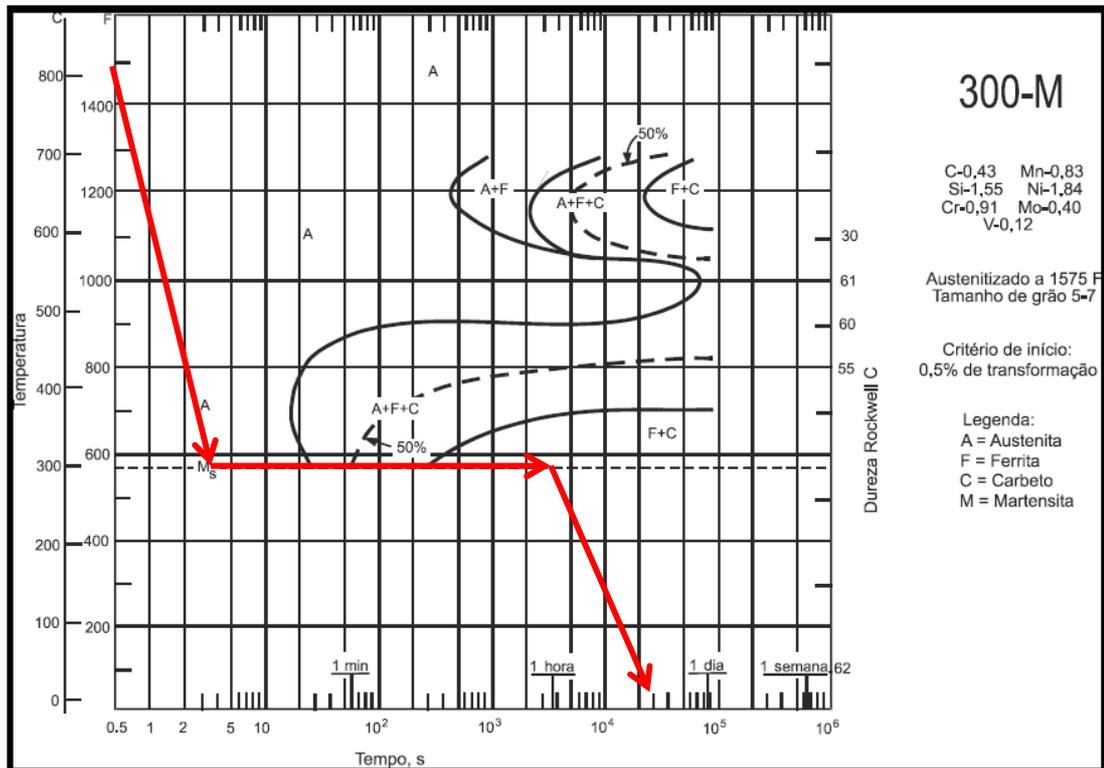
Fonte: Autor.

3.1 TRATAMENTO TÉRMICO

Os cdps foram divididos em cinco lotes. Cada lote com 05 cdps de tração e 10 cdps de fadiga. As amostras foram submetidas ao tratamento térmico de austêmpera com o objetivo de obter a estrutura bainítica, descrito neste trabalho como o tratamento isotérmico - TI, este se deu a partir da austenitização dos corpos de prova a 850°C por 30 minutos, e resfriamento isotérmico em banho de sais a 300°C por 60 minutos.

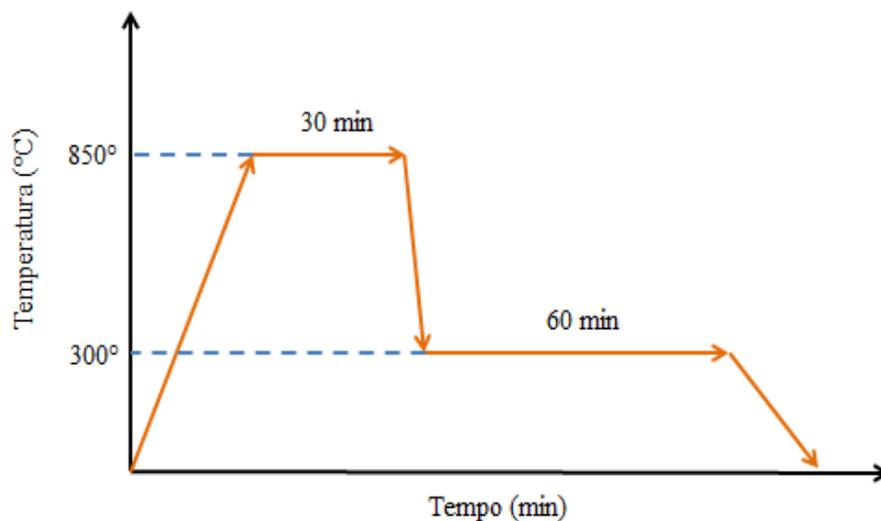
As temperaturas foram escolhidas a partir do estudo do diagrama TTT para o aço 300M apresentado na Figura 26, e a rota de tratamento térmico é mostrada na Figura 27, os tratamentos térmicos foram realizados na empresa TECTTERM – Tecnologia em Tratamento Térmico, Pindamonhangaba – SP.

Figura 26 - Diagrama TTT para o aço 300M, adaptado.



Fonte: ANASAWA, 2007,

Figura 27 - Representação esquemática das condições do Tratamento Térmico.



Fonte: Autor

3.2 TRATAMENTOS DE SUPERFÍCIE

3.2.1 Nitretação a plasma

O tratamento a plasma de nitretação ocorreu em temperatura de 500°C durante 3 horas, em uma atmosfera com mistura de gases, num reator a plasma da empresa Metal Plasma, no equipamento mostrado na Figura 28. As amostras limpas e desengraxadas foram nitretadas em um reator que utiliza uma fonte de dc-pulsada de aproximadamente 370 V, a câmara é de alto vácuo, feita em aço inoxidável, com um volume útil de 120 l, um sistema de bombeamento “roots” com uma vazão de 150 m³/h. As amostras foram tratadas em uma atmosfera gasosa contendo, 75% N₂ – 25% H₂ e a pressão constante de 3 mbar. O tratamento a plasma de nitretação foi baseado em trabalhos anteriores (ABDALLA, 2006)

Figura 28 - Reator a plasma da empresa Metal Plasma (cortesia da empresa).



Fonte: Autor.

3.2.2 Carbonetação a laser.

O laser utilizado foi um laser contínuo de CO₂, com potência média de saída igual a 125 W, diâmetro do feixe no foco do laser de 300 µm (marca: Synrad e modelo: J48-5W), e um fluxo de nitrogênio para atuar como protetor na camada irradiada, evitando a oxidação (CHAGAS, 2010; GANEV, 2002). A Figura 29 mostra o laser utilizado para este experimento, instalado no Laboratório de Desenvolvimento de Aplicações de Lasers e Ópticas na Divisão de Fotônica do IEAv-DCTA.

Uma fina camada de negro de fumo foi depositada na superfície como fonte de carbono e para melhorar a absorção da energia do laser (BENEDEK, 1980). Após a irradiação é formada uma camada de carbonetos de ferro com dureza elevada na superfície e abaixo desta, uma região endurecida devido ao processo de transformação de fases provocado pelo rápido aquecimento e resfriamento.

Figura 29 - Laser de CO₂ (IEAv-DCTA).



Fonte: Autor

Para aplicação do laser de CO₂ para a formação do melhor revestimento é necessário definir três parâmetros fundamentais que são: resolução, potência e velocidade.

- ✓ **Velocidade:** é a velocidade a qual o laser passará sobre a superfície. O aço baixa liga usa-se 50 a 100 mm/s, nunca menor que 20 mm/s para evitar ablação.
- ✓ **Resolução:** é o que determina a qualidade. A resolução pode ser expressa em pontos por polegadas (ppp) ou, em inglês, dots per inch (dpi). Quanto maior o número de pontos corresponde melhor resolução. Usa-se de 300 a 600 dpi.
- ✓ **Potência:** A potência média do laser ficou estabilizada em 100% (~125 W).

Neste trabalho foram utilizados como parâmetros: resolução de 500 PPP (pontos por polegada) e potência média de 125 W que foram mantidas constantes durante a aplicação. As velocidades utilizadas neste trabalho foram de 600 mm/s e 800 mm/s. a seguir e descrito a metodologia utilizada para a definição das velocidades do processo.

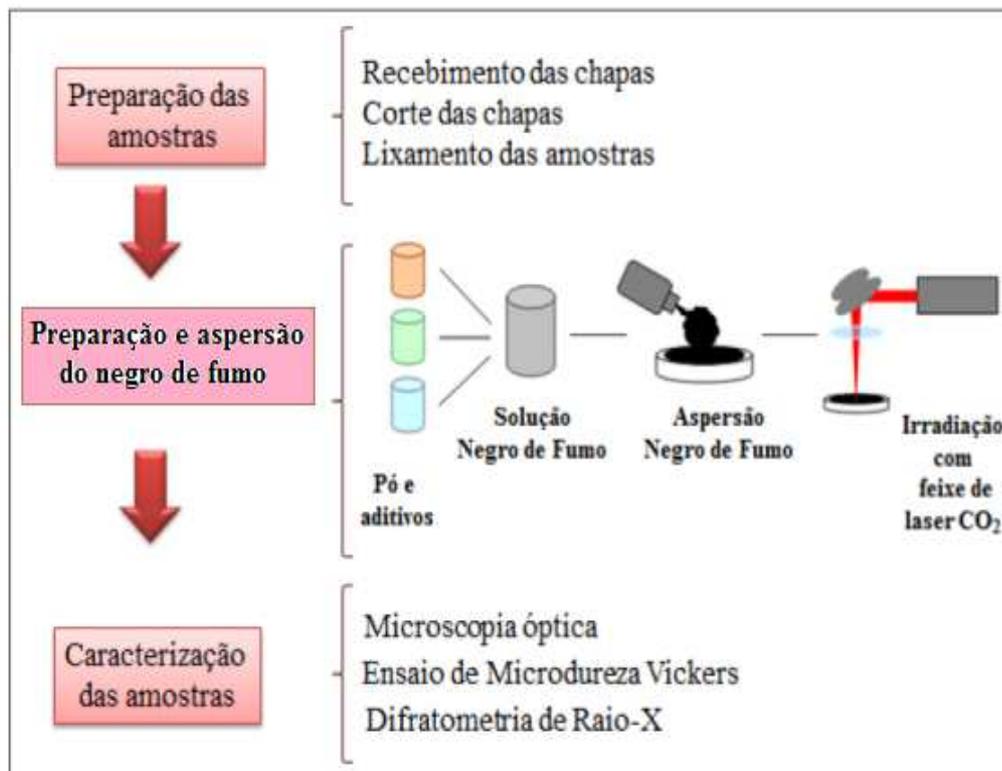
3.2.2.1 Definição das velocidades de varredura do laser de CO₂

Foi realizado um estudo com aplicação do Laser sobre as amostras com velocidades entre 200 mm/s e 1400 mm/s, com objetivo de obter a melhor qualidade na camada da superfície depositada pelo processo de carbonetação a laser. Para definição das melhores camadas, os critérios foram:

- ✓ Espessura;
- ✓ Qualidade da Camada (uniformidade);
- ✓ Dureza Superficial.

A Figura 30 mostra um esquema da preparação das amostras para a irradiação do laser de CO₂.

Figura 30 – Figura esquemática do desenvolvimento experimental.



3.2.2.1.1 Preparação dos corpos de prova

Foram utilizados cdp's do aço 300M para ensaios de fadiga descrito no item 3.2 e após o tratamento térmico para obtenção da estrutura bainítica. Os cdp's foram retificados e lixados com lixa de 1000 mesh para remoção de toda carepa e pontos de oxidação existente, após processo de usinagem foram lavadas e secas.

As geometrias das amostras não interferem no resultado final, pois o que será analisado será a superfície. Esta sim deve estar plana, sem defeitos e com alguma rugosidade deixada pelas lixas, para a melhor aderência do negro de fumo no tratamento de carbonetação a laser.

3.2.2.1.2 Preparação e aspersão do negro de fumo

O revestimento com negro de fumo foi aplicado por aspersão e irradiação via laser de CO₂ de baixa potência.

A solução de negro de fumo foi preparada com 10 g de negro de fumo e 0,1 g de carboximetilcelulose (CMC) em 100 ml de álcool etílico. A adição de CMC teve como objetivo aumentar a resistência à verde da camada depositada (aglutinante). A solução foi agitada por 30 minutos, em um moinho de bolas planetário com esferas metálicas da marca RETSCH (Figura 31), para a homogeneização da solução.

Figura 31 - Moinho de bolas utilizado na preparação do negro de fumo

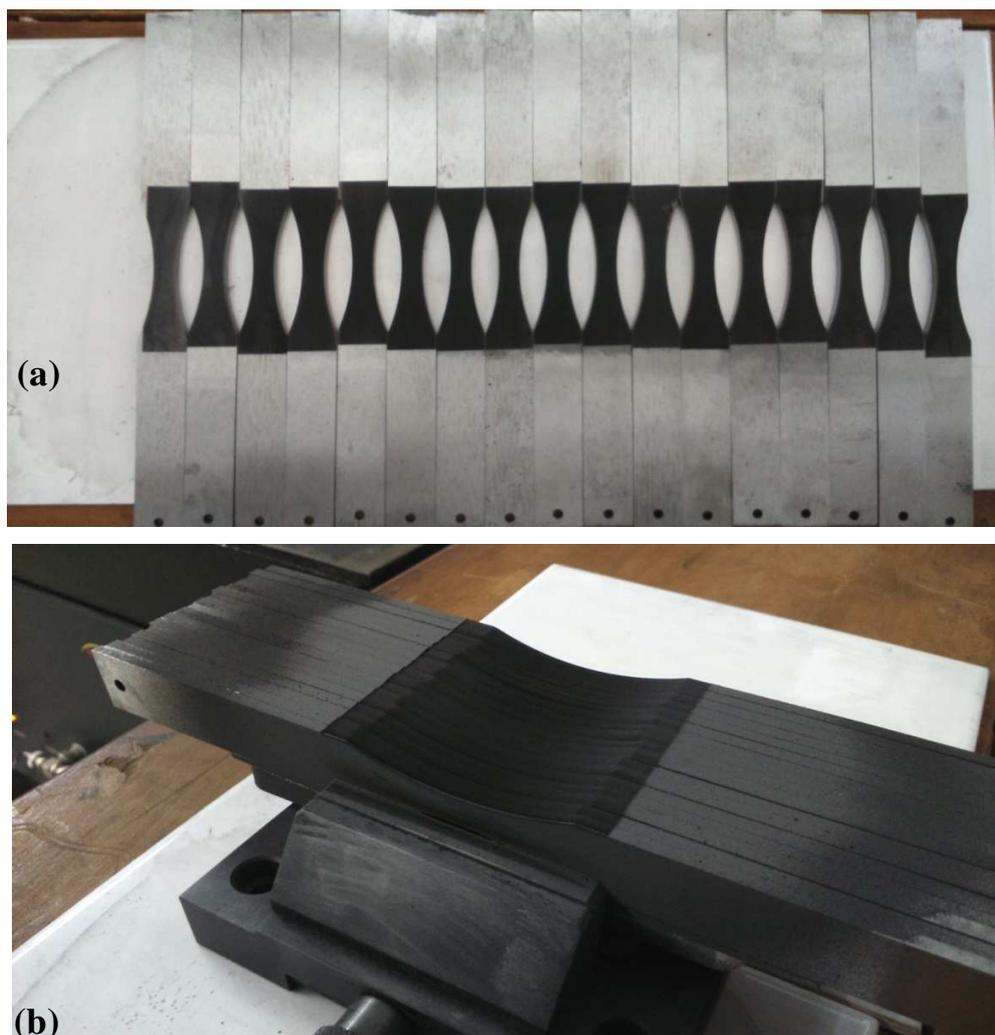


Fonte: Autor

Para fazer o recobrimento superficial do aço foi utilizada uma pistola de ar comprimido buscando a homogeneidade da mistura para a camada a ser depositada. Para a melhor aderência do negro de fumo na superfície das amostras previamente lixadas foi necessário primeiramente aquecê-las até uma temperatura próxima a 60 °C.

Logo após, com o auxílio da pistola de ar comprimido, fez-se a aspersão do negro de fumo na superfície do aço. A camada depositada deve ser homogênea e não muito espessa, de forma que não seja visível a superfície do metal, ilustrada nas Figuras 32a e 32b. O álcool evapora e deixa o negro de fumo com a presença do CMC, formando uma película fina para irradiação com laser. Para obter uma camada homogênea deve se ter cuidado ao manusear a pistola de ar comprimido, acionando com a mesma intensidade e passando com a mesma velocidade sobre a região do corpo de prova a ser tratado.

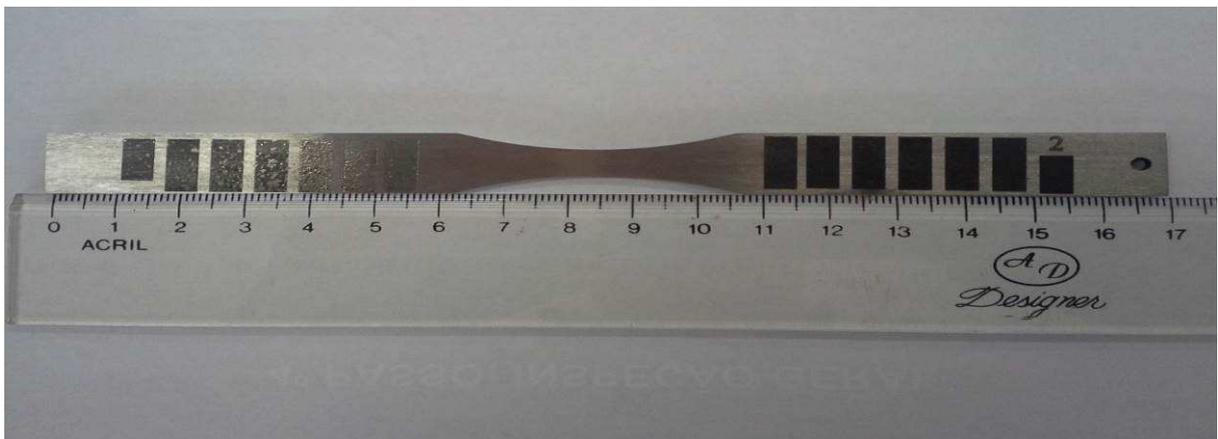
Figura 32 – Corpos de Prova cobertos com a camada de negro de fumo para: (a) mostrando a largura do CDP e (b) mostrando a espessura do CDP de aço 300M.



3.3.2.1.3 Irradiação do laser CO₂

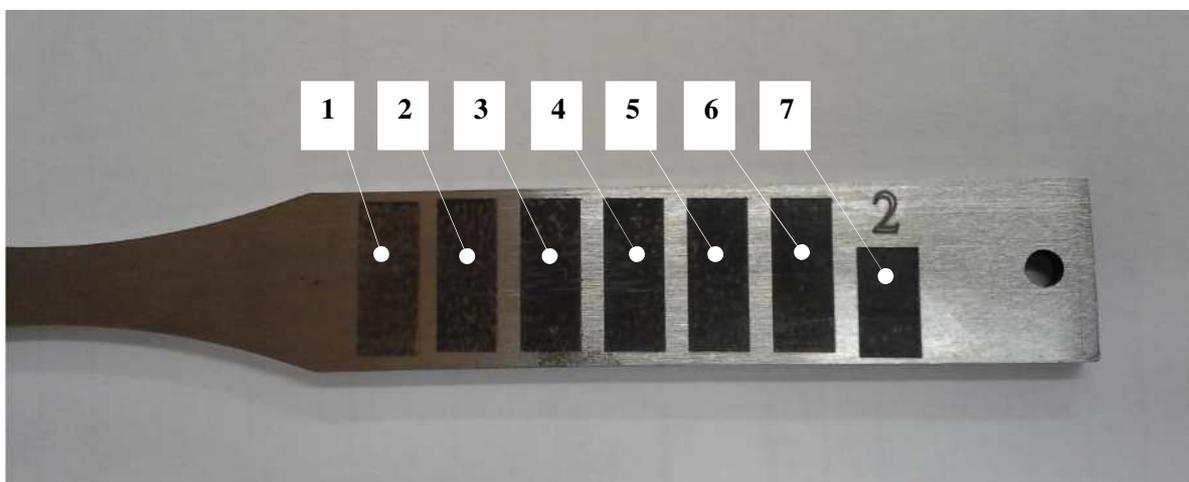
A irradiação com laser de CO₂, como já descrito teve como parâmetros: resolução e potência constantes, e a aplicação da velocidade, ocorreu com variação de 200 mm/s a 1400 mm/s. O aço 300M com microestrutura bainítica foi o material base para aplicação do laser. As Figuras 33 e 34 mostram as imagens do aço após os testes realizados para as várias velocidades utilizadas nos experimentos. Foram realizadas irradiações com velocidade de 200, 400, 600, 800, 1000, 1200 e 1400 mm/s como objetivo de analisar a espessura da camada, qualidade e dureza superficial. Após o estudo foram definidas as melhores condições para realizar ensaios de tração e ensaios de fadiga.

Figura 33 - Superfície irradiada por laser CO₂.



Fonte: Autor.

Figura 34 - Camada revestida por laser de CO₂, aplicadas em diferente velocidade, V = 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400 mm/s (de 1 a 7, respectivamente).



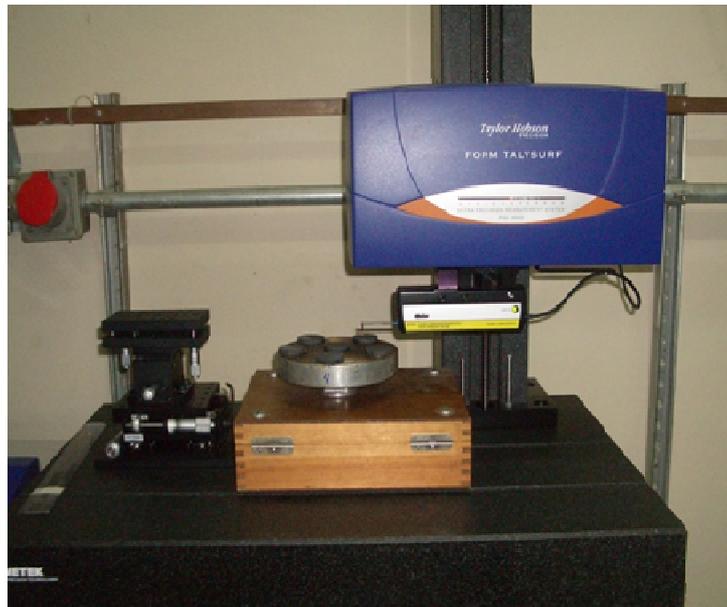
Fonte: Autor.

3.4 MEDIDAS DE RUGOSIDADE

A análise de rugosidade foi feita com a finalidade de verificar a rugosidade superficial dos corpos-de-prova nas condições bainítico (B), Nitretado a Plasma (NP), Carbonetado a Laser com velocidade de 600 mm/s (CL600) e 800 mm/s (CL800),

Para realizar as medidas de rugosidade os corpos de prova foram executados no Laboratório de Medição de Superfícies Ópticas (LMSO/EFO-O/IEAv/DCTA) e coletados os valores a partir de um rugosímetro Taylor Hobson Precision, modelo FormTalysurf - PGI 1000, conforme ilustra a Figura 35.

Figura 35 – Rugosímetro (IEAv/DCTA).



Fonte: Autor.

Através destas medidas pode-se identificar as irregularidades que se encontravam presentes na superfície do material já tratado para ensaio.

Foram coletados os parâmetros de rugosidade: rugosidade média (R_a); rugosidade média da distância entre o pico mais alto e o mais baixo do vale (R_z); rugosidade máxima entre pico e vale ($R_{max.}$), as medidas foram obtidas em micrometros.

3.5 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

As análises por difratometria de raios X foram feitas no equipamento marca Panalytical, modelo Empyrean do Laboratório de Difratometria de Raios X do DEMAR-EEL-USP. No equipamento foi utilizado um tubo de molibdênio (Mo-Kalfa) com monocromador de grafite para filtrar ruídos provenientes de outros comprimentos de onda. Foi utilizada uma voltagem de 40 kV e corrente de 30mA. As medidas foram feitas varrendo as amostras de $2\theta = 10^\circ$ até 70° , com passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 50 s por passo. As superfícies das amostras foram lixadas até a lixa de granulometria 1000 e acomodadas em porta amostras para medida de amostra sólida.

3.6 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Foram preparadas amostras para serem analisadas nas diversas condições de estudo, sendo no estado: como fornecido (CF), bainítico (B), Nitretado a Plasma (NP), Carbonetado a Laser com velocidade de 600 mm/s (CL600) e 800 mm/s (CL800). As amostras foram seccionadas em uma cortadeira de precisão ISOMET, empregando-se um disco diamantado com espessura de 0,5 mm e fluido refrigerante (Isocut Plus, fluido para corte Buehler). O embutimento foi realizado a quente em equipamento TEMPOPRESS 2 – STRUERS, do Laboratório de Metalografia da SENAI FELIX GUIARD/Taubaté-SP, utilizando resina sintética de baquelite. Foram utilizadas lixas em sequência de 400, 600, 1000 e 1200 *mesh*. Após o lixamento, a superfície das amostras foram polidas em politriz AROTEC com rotação de 300 RPM, empregando-se pano (pano MD-NAP), com pasta de diamante de 1 μm para acabamento, lavadas com água corrente e álcool etílico e finalmente secas com um jato de ar.

Para permitir a visualização das diferentes fases existentes no material e revelar os grãos, as amostras foram atacadas com os reagentes Nital-2% (2 mL HNO_3 e 98 mL de álcool etílico PA). Para análise da microestrutura as amostras foram lavadas em água, em seguida em álcool etílico e secas com um jato de ar, com tempo de ataque variando de 4 a 8 segundos, conforme necessidade de cada amostra.

Para analisar e comparar as microestruturas dos aços empregados neste trabalho, foram utilizadas técnicas de microscopia óptica (MO) para caracterização das fases presentes no aço, morfologia dos grãos formados e característica das camadas de nitretos ou carbonetos formadas na superfície.

Foram realizadas análises por microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, difração de Raio-X e microdureza nos materiais, para verificar a homogeneidade, o tamanho de camada formada, o aumento da dureza do revestimento, interação da camada revestida com o metal base, defeitos na superfície e metal base e as fases presentes no aço 300M.

Para isso, após os tratamentos de superfícies, as amostras, foram cortados transversalmente e embutidos na embutidora da marca Arotec, modelo PRE-30 conforme mostrado na Figura 36.

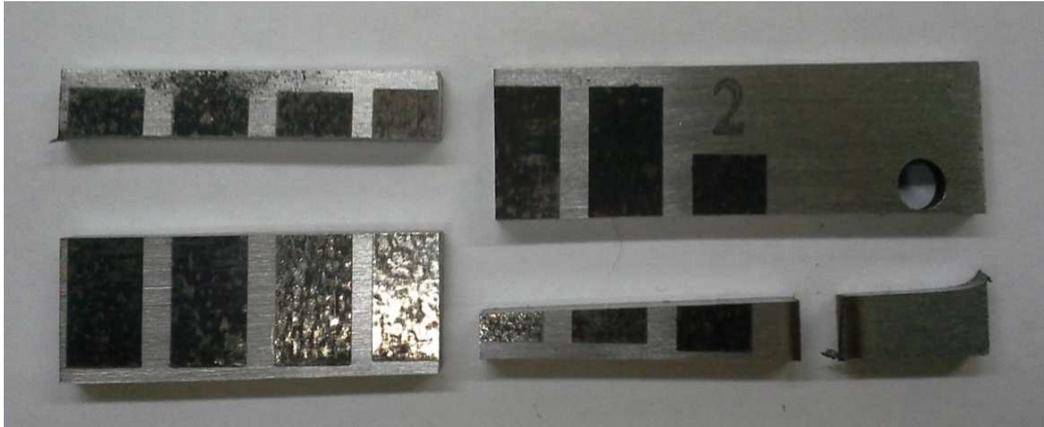
Figura 36 - Embutidor Arotec (IEAv/DCTA).



Fonte: Autor

O corte transversal e a amostra embutida estão mostrados nas Figuras 37 e 38, efetuado para o estudo da espessura da camada formada. Em seguida as amostras foram preparadas com lixas de *mesh* de 200, 400, 600, 1000 e polidas com pasta de diamante de 6 μm , 3 μm , 1 μm e $\frac{1}{4}$ μm . Logo após o lixamento e polimento foi feito o ataque químico com Nital 2% para revelar a microestrutura.

Figura 37 - Corte transversal feito nas amostras.



Fonte: Autor.

Figura 38 - Amostra embutida para preparação metalográfica.



Fonte: Autor.

3.5 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

3.5.1 Ensaio de dureza Vickers (HV)

Foram realizadas medidas de dureza Vickers por microindentação com o objetivo de se obter o perfil de microdureza das amostras. Foi empregado para obter estas medidas um microdurômetro digital microhardness tester FM-700 Future Tech, com penetrador piramidal de base quadrada e ângulo entre faces de 136° , do tipo Vickers, representado na Figura 39.

Figura 39 - Fotografia do Microdurômetro (IEAv/DCTA).

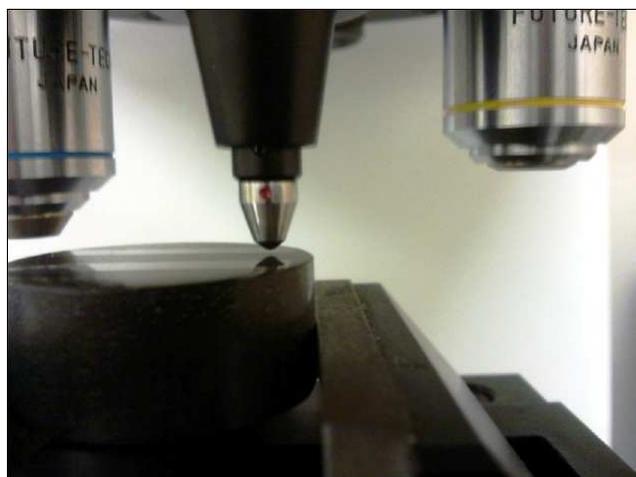


Fonte: Autor.

A carga aplicada pode ser variada entre 5 e 500 gf, e a escolha irá depender do tipo de material a ser analisado. Neste método, as impressões são sempre proporcionais à carga, para um mesmo material. Deste modo, o valor de dureza será o mesmo, independentemente da carga utilizada. Esta máquina não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas das diagonais formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide.

A Figura 40 mostra o indentador na amostra durante o ensaio. No presente estudo, a carga utilizada foi de 50 gf.

Figura 40 - Indentação na amostra.

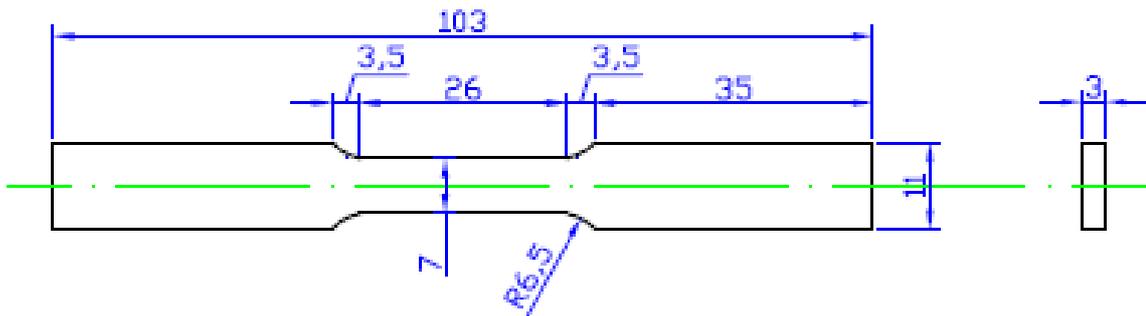


Fonte: Autor.

3.5.2 Ensaio de tração

Os ensaios foram realizados de acordo com a norma ASTM E8M, que especifica as condições para ensaios de tração para chapas metálicas à temperatura ambiente, os cdps foram retirados na direção de laminação da chapa e as dimensões são mostradas na Figura 41.

Figura 41 - Corpo-de-prova para tração conforme norma ASTM E8M.



Fonte: Autor

O equipamento utilizado para os ensaios de tração e fadiga está instalado nos laboratórios de ensaios destrutivos do IAE/DCTA. A máquina utilizada foi uma Servo Hidráulica MTS 810.23M, com célula de carga com capacidade de 250 kN.

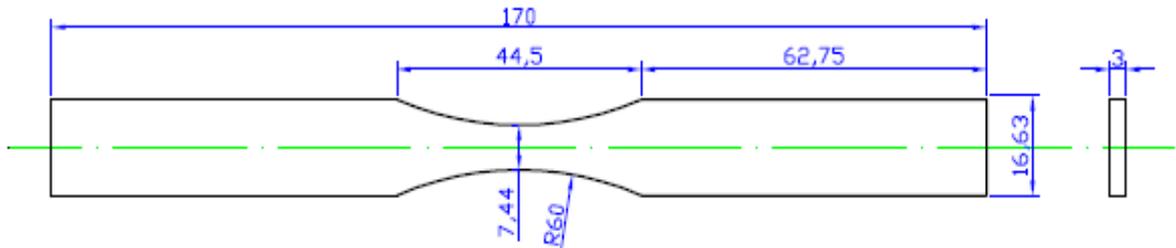
Nos ensaios de tração foram utilizados três cdps por condição estudada, para o aço na condição recozida, bainítica e em cada um dos tratamentos de superfície utilizados. A velocidade inicial do deslocamento do atuador foi de 1 mm/min e a taxa de aquisição de dados de 2 pontos por segundo. O objetivo foi avaliar e comparar o limite de escoamento (0,2% *offset*), limite de resistência à tração e alongamento para cada uma das condições estudadas.

3.5.3 Ensaio de fadiga

Nos ensaios de fadiga a norma utilizada foi a ASTM E 466 (ASTM, 1995), dimensões mostradas na Figura 42, foram utilizados pelo menos 10 cdps para levantar a curva S/N para cada condição estudada, os ensaios de fadiga foram conduzidos em carregamento de amplitude constante com razão de carga de 0,1 e frequência de 20 Hz e onda de forma senoidal. Os valores das tensões máximas aplicadas foram entre 200 a 1200 MPa. Os

resultados foram analisados de forma comparativa para verificação do comportamento dos aços, nas diversas condições propostas, como forma de avaliar a resistência dinâmica e o modo de fratura do material quando submetido a esforços cíclicos.

Figura 42 - Corpo-de-prova para fadiga conforme norma ASTM E466.



Fonte: Autor.

Após os ensaios mecânicos foram realizadas análises de fractografia via microscopia eletrônica de varredura (MEV) para possibilitar a correlação das propriedades mecânicas com modo de fratura. A Figura 43 mostra o equipamento utilizado do DCTA/IAE/ASA.

Figura 43 – Equipamento para ensaios mecânicos de tração e fadiga, MTS 810.23 M, com célula de carga de 250 kN.



Fonte: Autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Os materiais usados na confecção dos cdps foram analisados no Laboratório de Análises Químicas da Gerdau Pindamonhangaba. A análise química de sua composição química foi determinada de acordo com as normas ASTM-E-39-84 e ASTM-E-350-87. Os resultados obtidos na análise química do material estão dentro da norma analisada é mostrado na Tabela 4.

Tabela 4 - Composição química do aço 300M no metal base (MB) - % em peso.

Elementos	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Ti	V
% em peso	0,39	1,83	0,82	0,008	0,006	1,68	0,77	0,39	0,14	0,036	0,0037	0,08

Fonte: Autor

4.2 ANALISE MICROESTRUTURAL

Serão apresentados e discutidos os resultados obtidos na análise qualitativa da microestrutura do material, ou seja, na observação da estrutura para identificação das fases presentes. As técnicas de microscopia óptica e MEV foram utilizadas para realizar a caracterização de cada microconstituente no material.

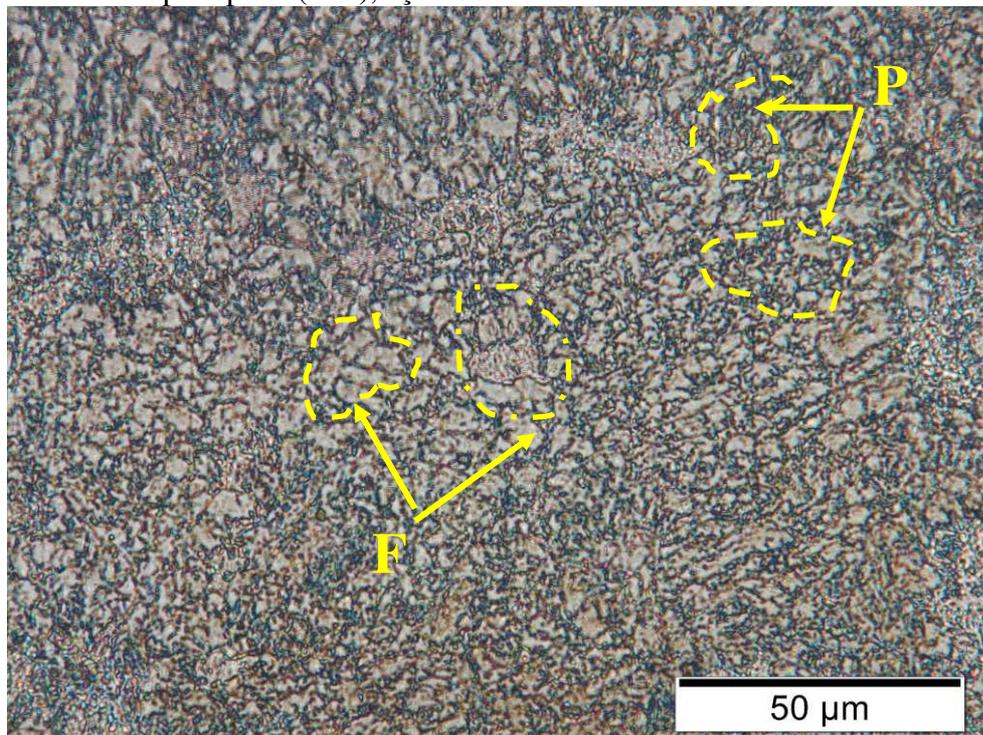
Condições:

- aço 300M recozido (CF);
- aço 300M com estrutura bainítica (B);
- carbonetado a laser com velocidade de 600 mm/s (CL600)
- carbonetado a laser com velocidade de 800 mm/s (CL800)
- nitretado a plasma (NP).

4.2.1 Aço 300M

O aço 300M é composto por uma matriz típica de aço médio carbono, as Figuras 44 e 45 mostram a microestrutura do aço 300M, cujas imagens foram obtidas por meio de microscopia óptica (MO) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), respectivamente. Nestas análises verificou-se que a estrutura do Aço 300M é ferrítica-perlítica, com presença de carbonetos dispersos na matriz e pequena formação de ferrita pró-eutetóide nos contornos.

Figura 44 - Microscopia óptica (MO), aço 300M como recebido.

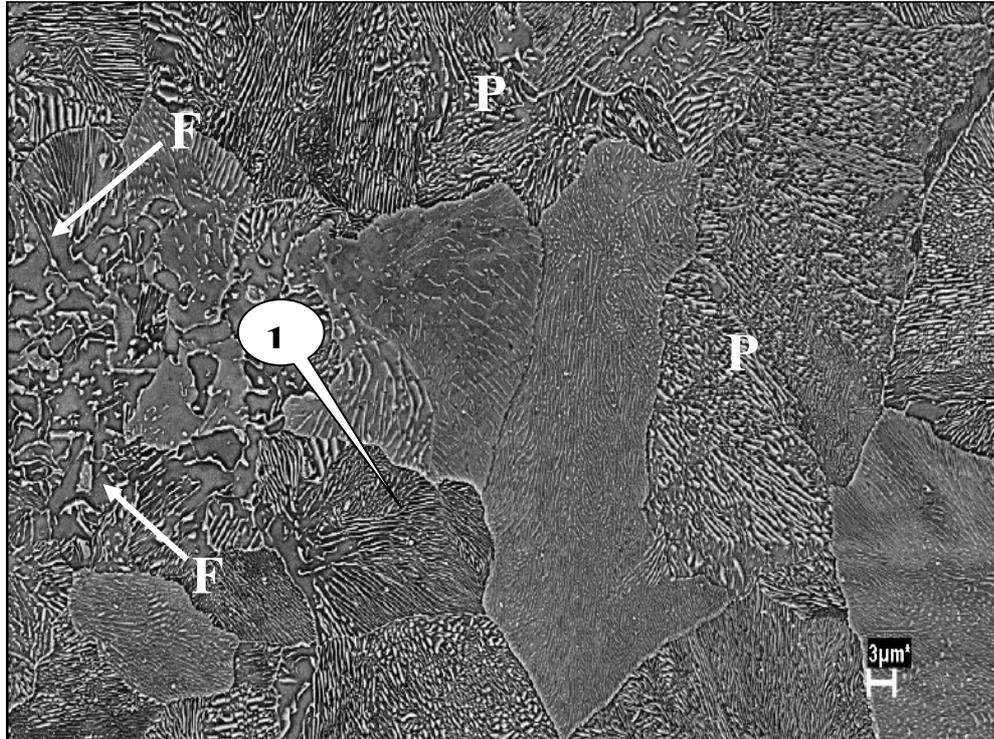


Fonte: Autor.

Analisando as imagens, observamos na Figura 44 que a microscopia óptica revelou uma microestrutura com aparência ferrítica-perlítica, onde as regiões claras são identificadas como ferrita e as regiões escuras como perlita.

Na Figura 45 com ampliação feita pelo MEV, nota-se que mesmo nas regiões claras identificadas como ferrita na microscopia óptica, há formação de lamelas de carbonetos em menor proporção que na perlita completa (região 1).

Figura 45 - Microscopia eletrônica (MEV), aço 300M como recebido.



Fonte: Autor.

Na composição do aço 300M há a adição de elementos de liga como silício, vanádio e molibdênio, favorecendo à formação de carbonetos. A Tabela 5 apresenta a análise de EDS (ESPECTROMETRIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X) semi-quantitativa da composição química do aço 300M recozido (CF), observa-se comparativamente algumas regiões de precipitados com formato circular, com maior concentração de elementos como Cr e V, assim como, redução do Fe, manutenção do Mn, Si e Ni, evidenciando que este material apresenta precipitação de intermetálicos ou carbonetos (M_6C e MC) dispersos na matriz, contudo observa-se a presença de S que pode atuar como impureza em contorno de grão. O vanádio em pequenas quantidades aumenta a tenacidade pela redução do tamanho de grão, em teores acima de 1% confere alta resistência ao desgaste e pequenas quantidades de vanádio em combinação com cromo e tungstênio aumentam a dureza (CARDOSO, 2015).

Tabela 5 - Análise de EDS, referente ao meio do aço 300M. (a) matéria como fornecido CF, (b) um carboneto com formato circular.

CF (a)		Carboneto (b)	
Elemento	Peso (%)	Elemento	Peso (%)
C	2,84	C	2,22
Si	1,12	Si	1,08
Cr	1,25	Cr	2,14
Mn	2,89	Mn	2,26
Fe	89,94	Fe	91,12
Ni	1,88	Ni	1,14
S	0,05	S	0,19
V	0,03	V	0,25

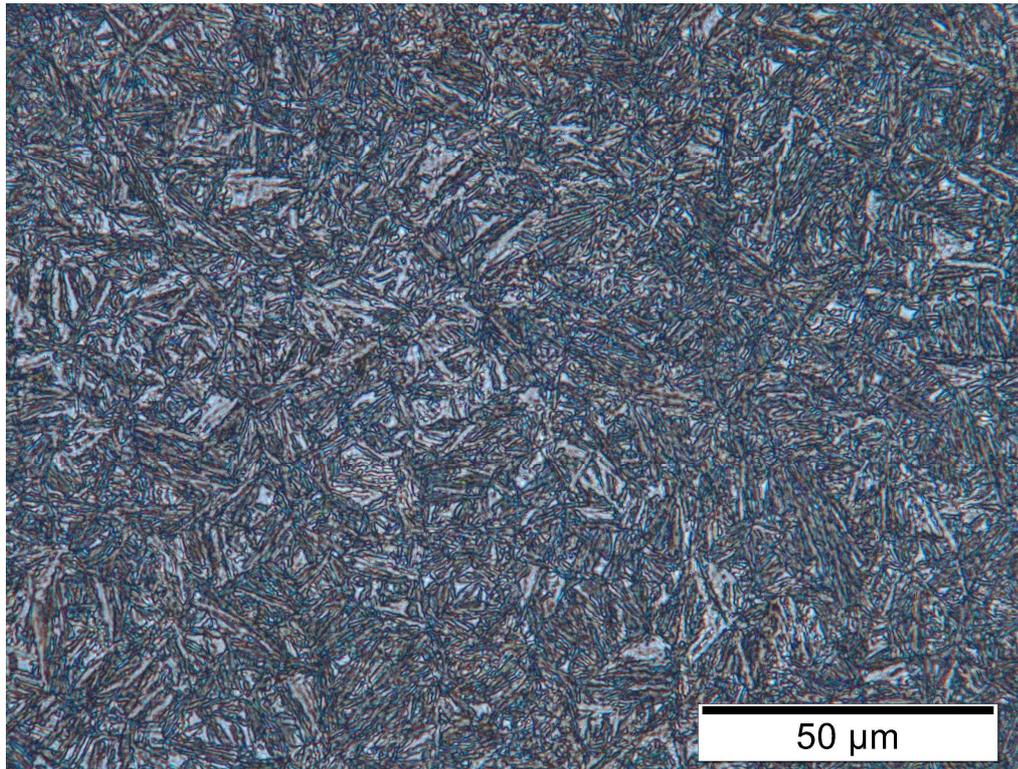
Fonte: CARDOSO, 2015.

4.2.2 Tratamento Térmico - Bainítico (B)

A Figura 46 e 47 apresenta a micrografia do aço 300M obtida por microscopia óptica e MEV, respectivamente, após tratamento isotérmico, revelado por ataque com nital 2%. O tratamento isotérmico se deu a partir do aquecido a 850° por 30 minutos, e resfriamento em banho de sais a 300° por 60 minutos. É possível perceber uma estrutura composta por finas ripas isoladas que caracterizam a microestrutura bainítica, que deve estar presente em maior quantidade com possibilidade da formação de martensita em menor proporção. As regiões brancas correspondem à austenita retida. Possivelmente, este tempo de 30 minutos na temperatura de transformação bainítica de 300° C não foi suficiente para permitir que toda a austenita se transformasse em bainita, nesta fase há um enriquecimento de carbono, diminuindo assim a possibilidade de que esta austenita retida se transforme em martensita durante o resfriamento final em água.

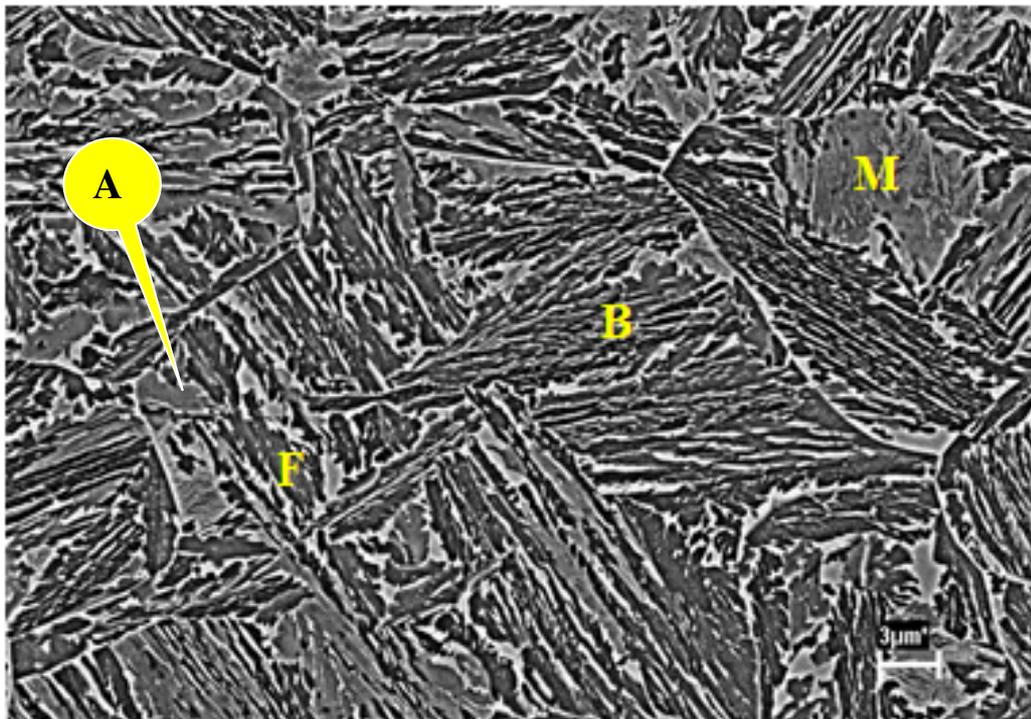
As áreas claras representam a austenita retida e as outras regiões (áreas escuras), são predominantemente, bainita e martensita.

Figura 46 – Aço 300M com estrutura bainítica ataque nital 2%, ampliação 1000x, MO.



Fonte: Autor.

Figura 47 - Aço 300M, obtido por MEV: Ampliação 2000x Ataque químico: Nital 2%.

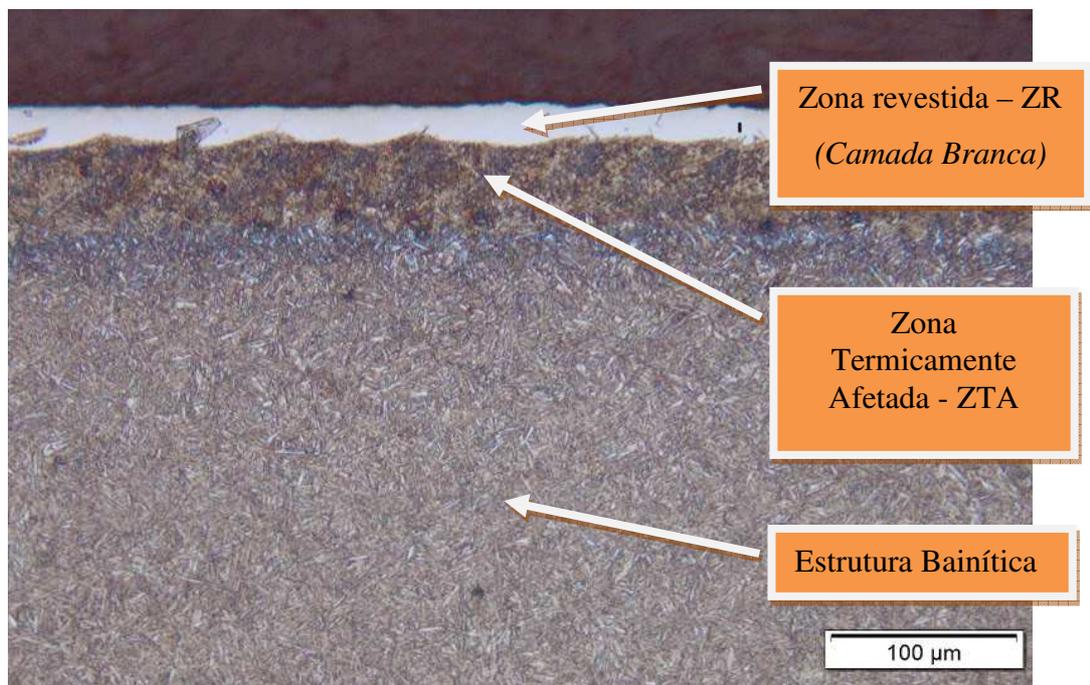


Fonte: Autor.

4.2.3 Carbonetação a laser

As regiões decorrentes do tratamento de superfície a laser de CO₂ são identificadas na Figura 48, na superfície há uma camada branca com alta concentração de carbono e ferro, zona revestida (ZR), e abaixo há a região afetada pelo calor produzido pelo laser (ZTA), na qual se observa a ocorrência de têmpera parcial localizada. Após estas regiões encontra-se o metal base composto de fases e microestruturas típicas do tratamento isotérmico (bainita).

Figura 48– Zonas típicas formadas após aspensão com negro de fumo e irradiação a laser.



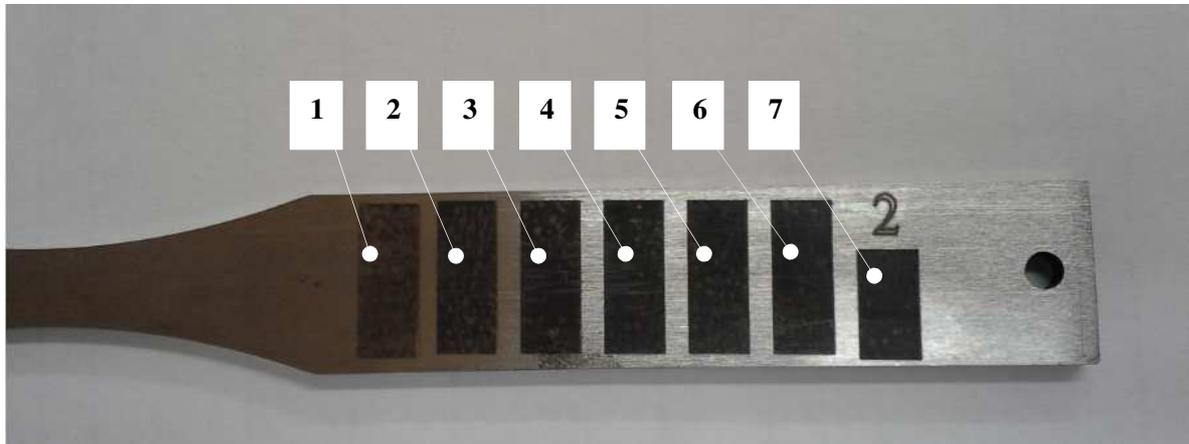
Fonte: Autor.

Como descrito no item **3.4.2.1 Definição das Velocidades de varredura do Laser de CO₂**, agora serão apresentados os resultados que definiram as velocidades de varredura para a aplicação do laser de CO₂, utilizado neste trabalho.

4.2.3.1 Resultados para definição da Velocidade de varredura

Na irradiação com Laser de CO₂, teve como parâmetros: resolução e potência que foram mantidas constantes durante a aplicação. Para a escolha da velocidade do processo foram realizados estudos com várias velocidades (Figura 49) de varrimento do laser, entre 200 mm/s e 1400 mm/s, utilizou como critério para definição das melhores características como: espessura; qualidade da camada; e dureza superficial.

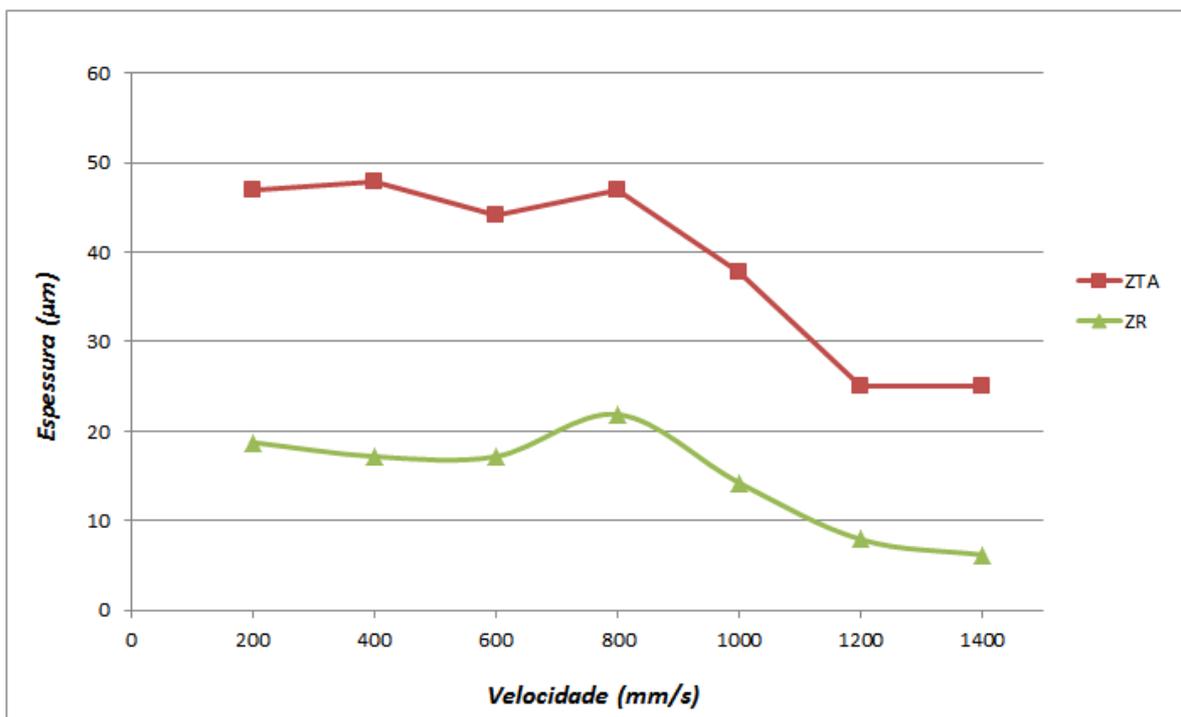
Figura 49 – Camada revestida por Laser de CO₂, aplicação em diferente da velocidade, V = 200; 400; 600; 800; 1000; 1200; 1400 mm/s (de 1 a 7, respectivamente).



Fonte: Autor.

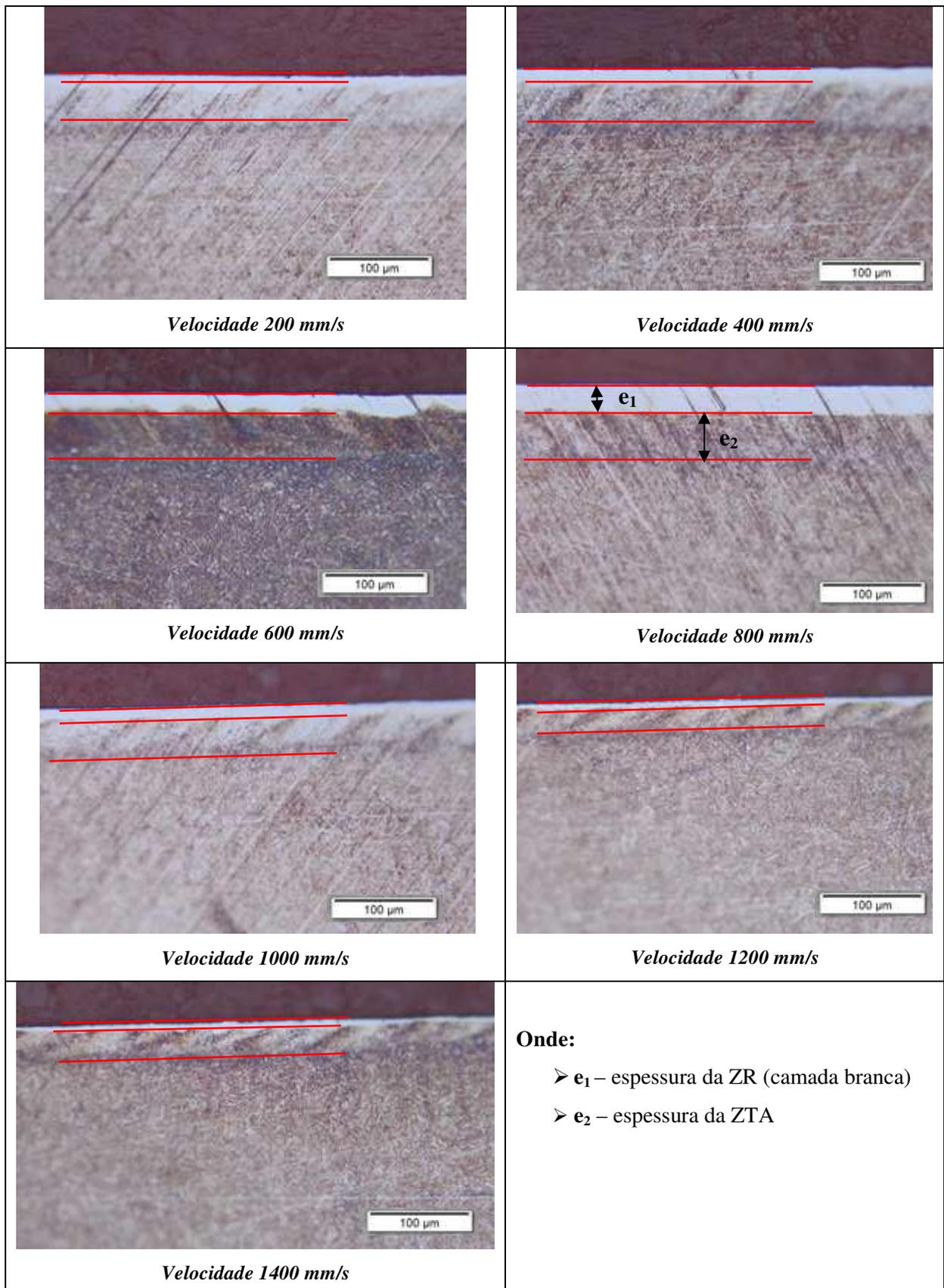
Analisando as camadas formadas por microscopia óptica observou-se a variação dimensional das zonas formadas pelo tratamento de superfície em função do aumento da velocidade de aplicação do laser de CO₂. Na zona revestida e na ZTA, observa-se uma variação entre as espessuras, como demonstrada na Figura 50 e na Figura 51 observa-se imagens das seções transversal das camadas formadas e respectivas ZTA para todas as condições.

Figura 50 - Medida da espessura da ZR em função das diferentes velocidades de varredura.



Fonte: Autor.

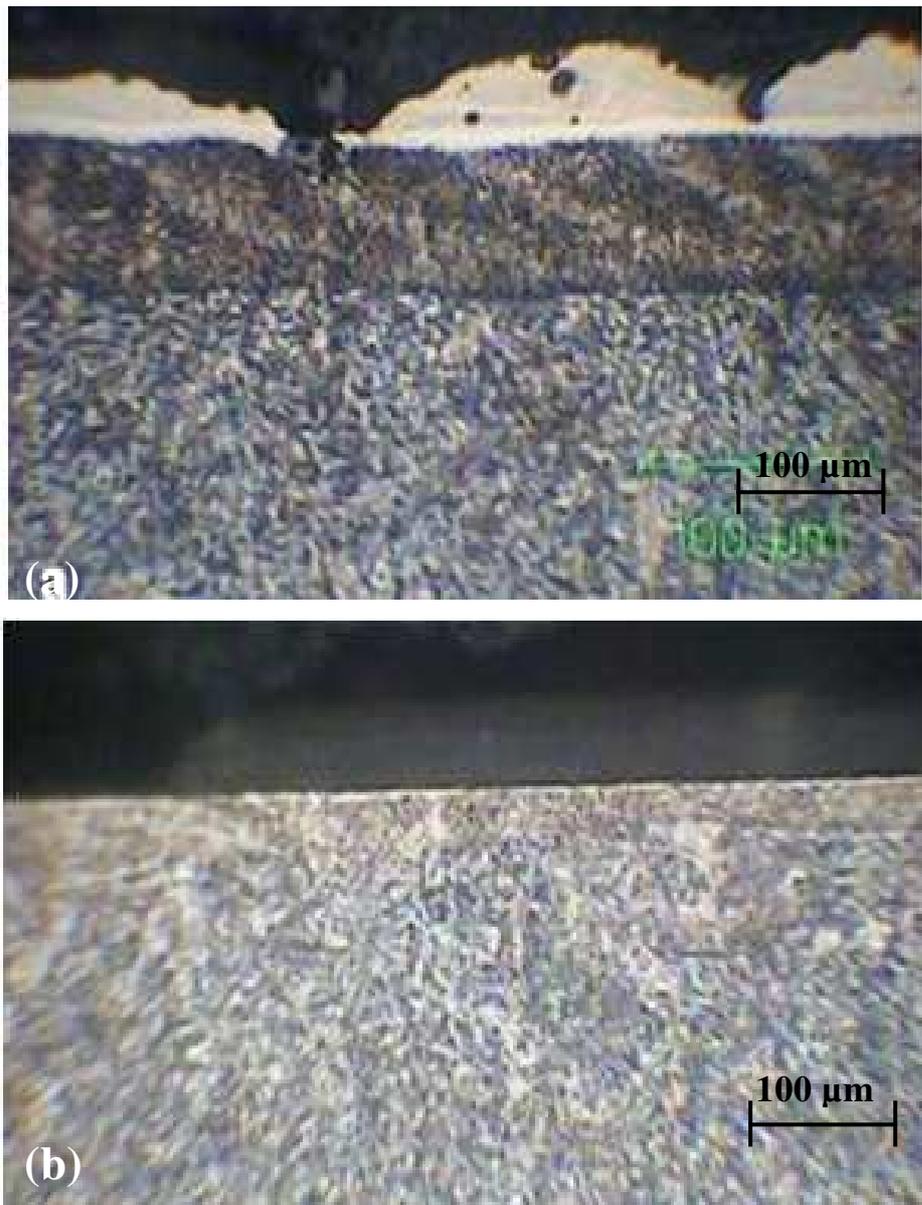
Figura 51 - Microscopia Óptica (MO): perfil transversal para todas velocidades analisadas, ampliação 200x.



Fonte: Autor.

No processo de aplicação do laser de CO₂, foram testadas diferentes velocidades que são responsáveis por fornecer energia ao material, para baixas velocidades tem-se alta energia que irá provocar defeitos como a formação de trincas ou ablação de material (Figura 52a). Com o aumento da velocidade, a energia fornecida pode ser inferior à necessária para formar uma camada adequada, estas podem se tornar muito finas ou irregulares (Figura 52b).

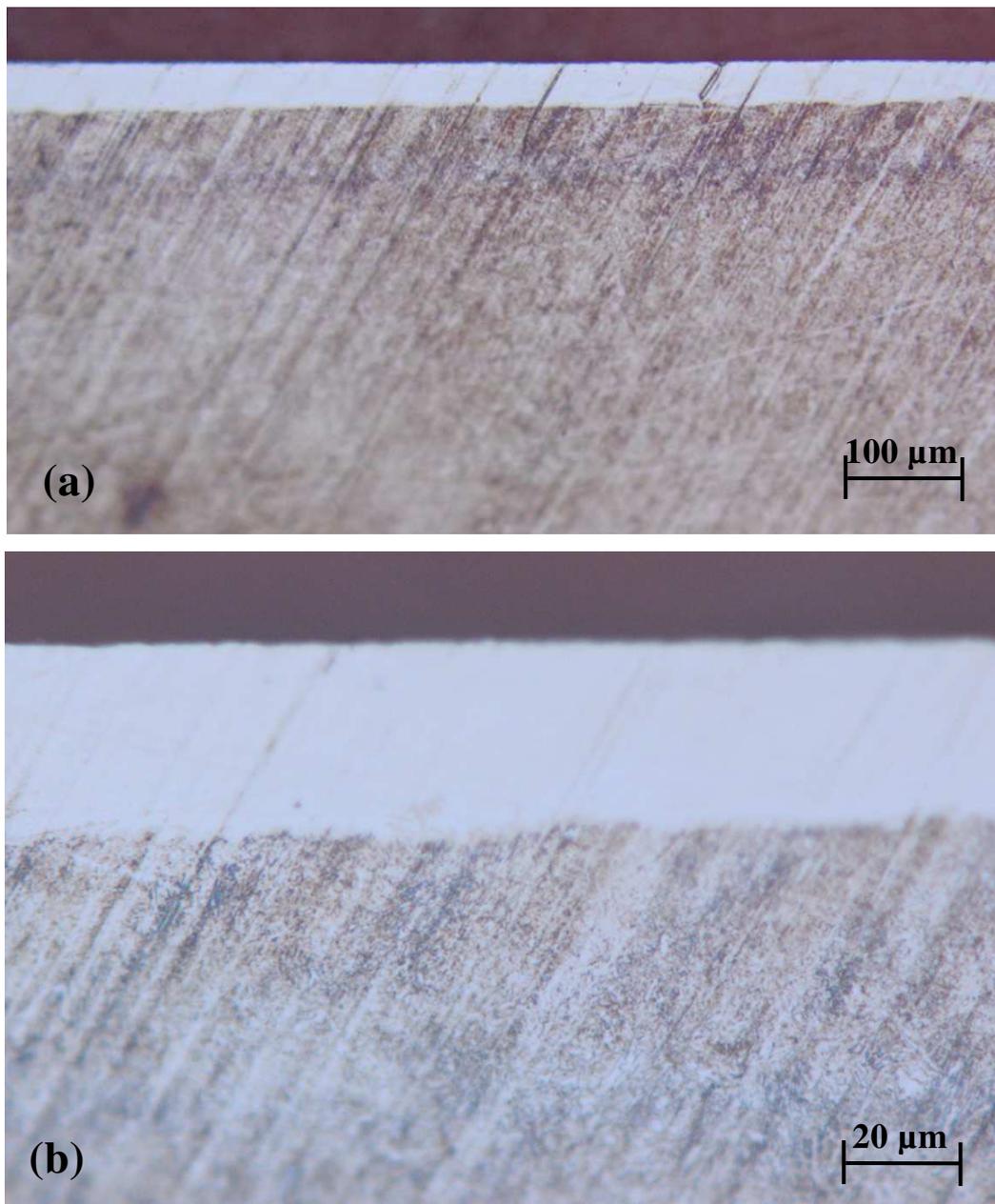
Figura 52 – Microscopia Óptica (MO): (a) velocidade de 200 mm/s; (b) velocidade de 1400 mm/s.



Fonte: Autor.

Os melhores parâmetros de aplicação do laser, que forneceram as melhores camadas, mais regulares e com maiores espessuras, se encontraram na faixa de velocidades entre 400 a 1000 mm/s. Sendo a camada relativa ao parâmetro de 800 mm/s, mostrado nas Figuras 53a e 53b a mais espessa acima de 20 μm .

Figura 53 – Microscopia Óptica (MO): velocidade de 800 mm/s, (a) ampliação 200x (b) ampliação 1000x.

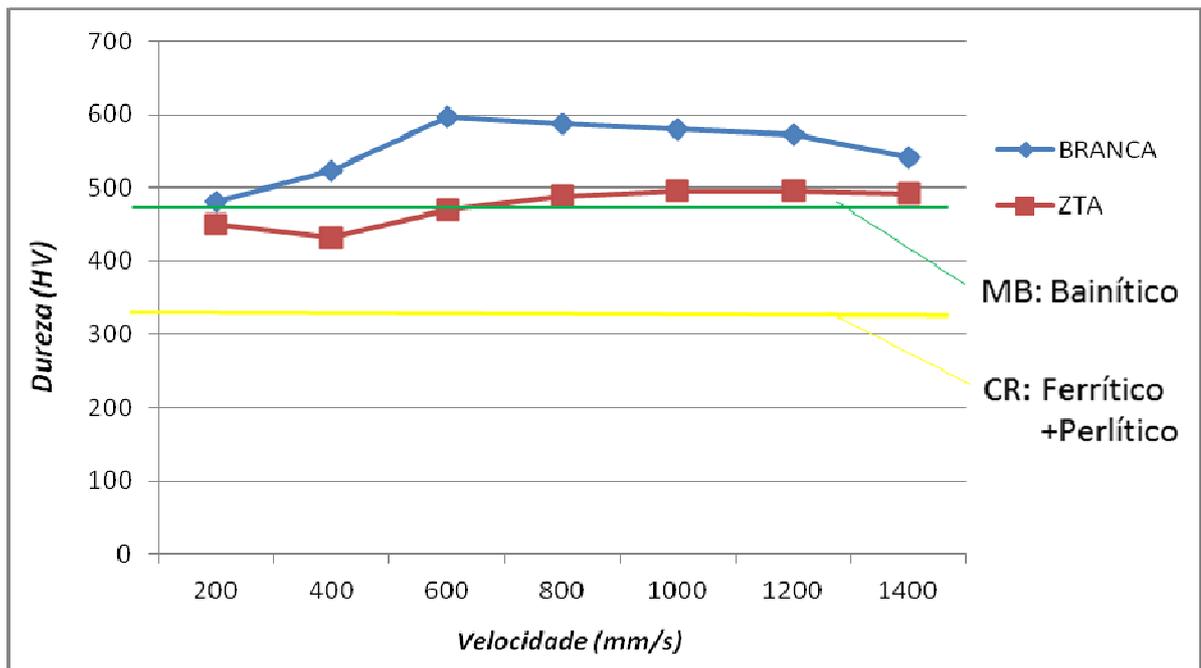


Fonte: Autor.

O gráfico da Figura 54 apresenta os resultados da variação das microdurezas em relação à velocidade de aplicação do laser de CO_2 . As curvas de microdureza mostraram que

há uma elevação na dureza na camada branca - ZR (carbonetos de ferro e têmpera localizada), com relação ao material base e uma variação na região termicamente afetada (ZTA), em baixas velocidades e alta energia observamos dureza abaixo do MB e a dureza se eleva com o aumento da velocidade e diminuição da energia do laser, devido à formação de fases duras (martensita e bainita).

Figura 54 - Variação da dureza devido as diferentes velocidades de varredura do feixe de laser.



Fonte: Autor.

Os valores médios obtidos nos ensaios de dureza Vickers (carga de 50 gf) em função das velocidades de aplicação do laser de CO₂ são mostrados na Tabela 6, os resultados indicam níveis superiores ao material base em quase todas as condições testadas.

Na ZTA observou-se que para velocidade de até 600 mm/s os valores de microdureza foram inferiores ao MB devido à alta energia fornecida, e em valores acima de 600 mm/s é observado alguma elevação na dureza, devido a maior velocidade de fornecimento de calor e resfriamento, facilitando a têmpera do aço 300M.

Tabela 6 – Dureza media da superfície para o aço 300M, em função da velocidade de varredura.

<i>Velocidade</i>	DUREZAS – HV		ESPESSURAS - μm	
	<i>ZR - BRANCA</i>	<i>ZTA</i>	<i>ZR - BRANCA</i>	<i>ZTA</i>
200	481,4 \pm 37,8	449,7 \pm 12,6	18,8 \pm 8,8	46,9 \pm 8,8
400	522,7 \pm 3,9	431,2 \pm 13,9	17,2 \pm 2,7	47,9 \pm 6,5
600	595,9 \pm 21,3	470,3 \pm 3,8	17,3 \pm 2,2	44,1 \pm 0,4
800	586,5 \pm 15,9	488,8 \pm 11,3	21,9 \pm 2,2	46,9 \pm 2,2
1000	579,4 \pm 14,0	496,3 \pm 26,2	14,2 \pm 0,2	37,8 \pm 0,4
1200	572,8 \pm 30,8	495,9 \pm 16,6	7,9 \pm 0,1	24,7 \pm 0,4
1400	541,7 \pm 32,2	492,1 \pm 0,8	6,2 \pm 0,1	25,3 \pm 0,4

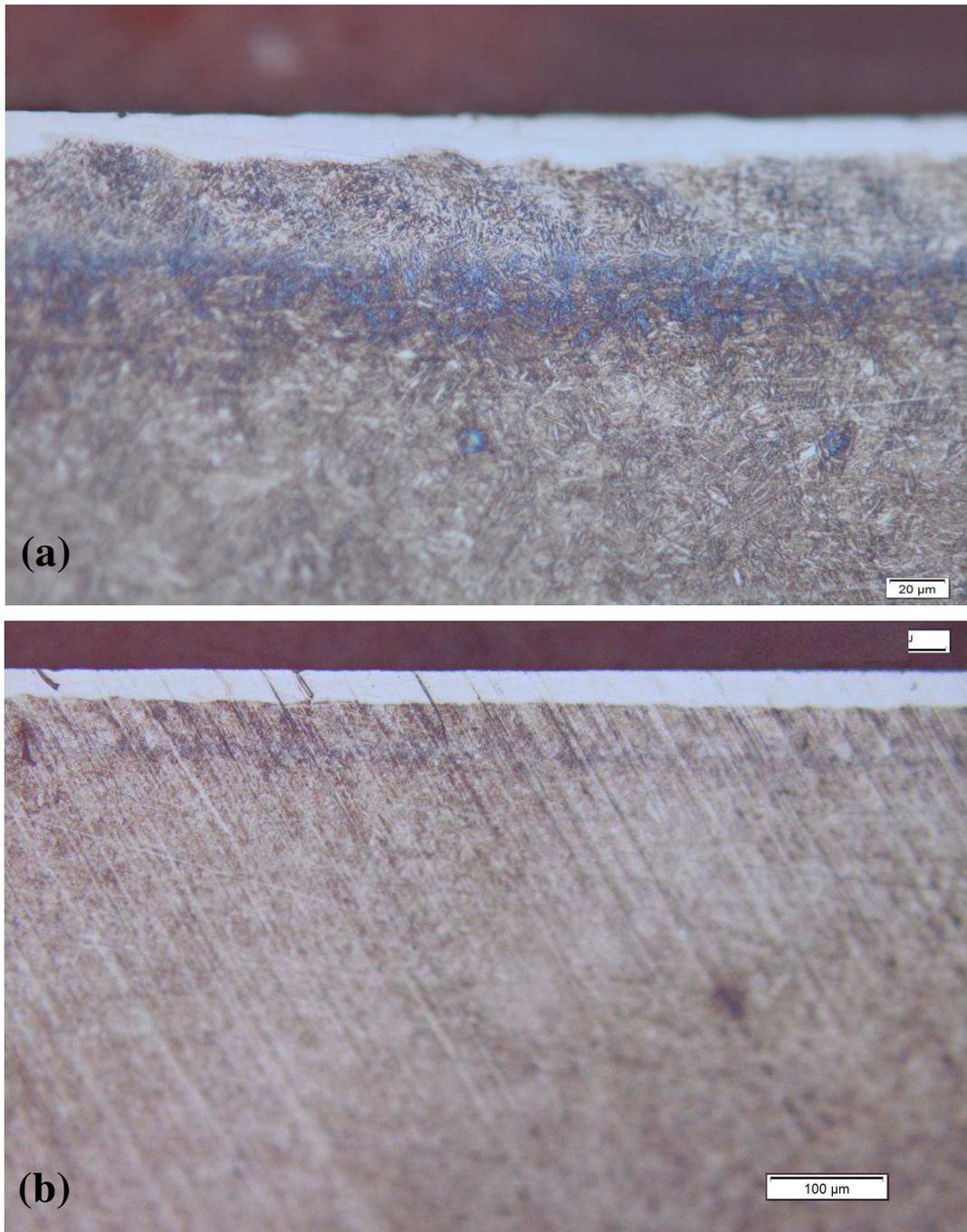
Fonte: Autor.

Em função dos resultados apresentados e da análise dos parâmetros de aplicação do laser de CO₂, definimos que em função dos melhores parâmetros utilizados com requisitos concluímos que a velocidade de 600 mm/s obteve a camada com o maior valor de dureza e a velocidade de 800 mm/s obteve a camada mais uniforme e com a maior espessura. Assim funções desses resultados foram utilizados para irradiação dos tratamentos de superfície.

4.2.3.2 Microestruturas da Carbonetação a LASER de CO₂

Na Figura 55 (a) e (b) apresentam-se imagens obtidas por MO que possibilitam a visualização da camada carbonetada a laser na superfície do aço, velocidade de 600 mm/s e 800 mm/s respectivamente. Nestas condições após a irradiação, camadas uniformes foram formadas, com boa espessura e com dureza elevada na superfície.

Figura 55 - Análise em MO do aço 300M ataque nital 2%. (a) CL600 ampliação 500x, (b) CL800 ampliação 200x.

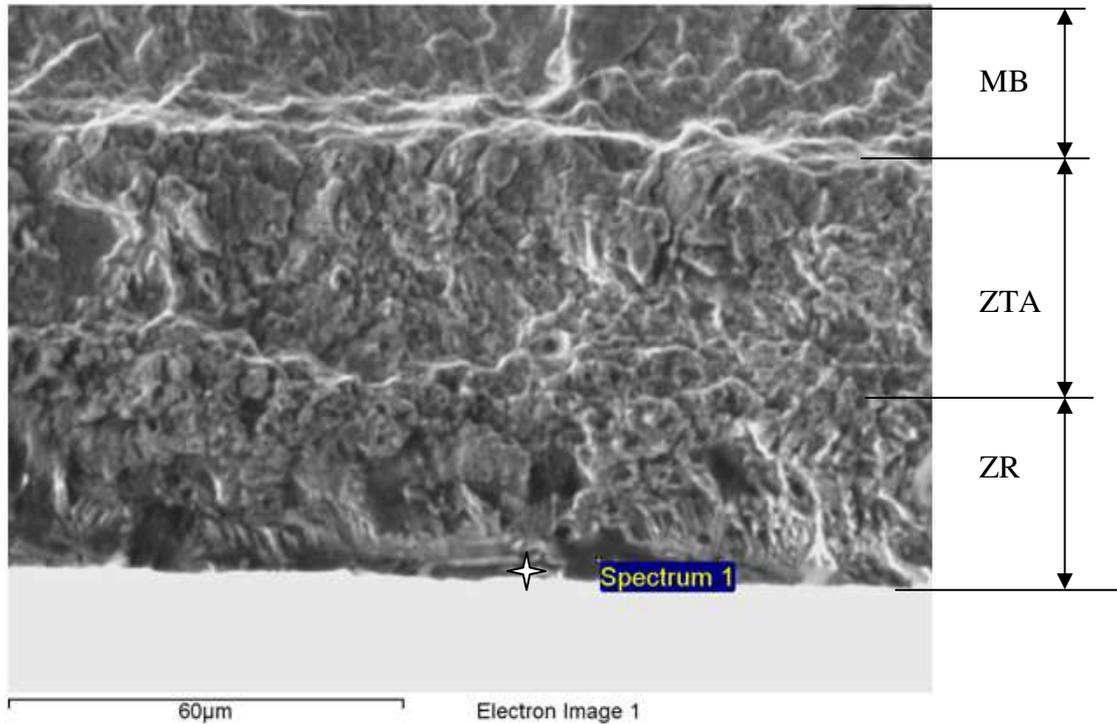


Fonte: Autor.

Análise de EDS foi realizada em três regiões distintas com a composição do metal base (iniciando na superfície tratada e seguindo em direção ao centro do material). As Figuras de 56 a 61 mostram as regiões e seus respectivos espectros. Pode-se observar no primeiro ponto a presença de carbono em quantidade superior às outras regiões, mostrando que ocorreu

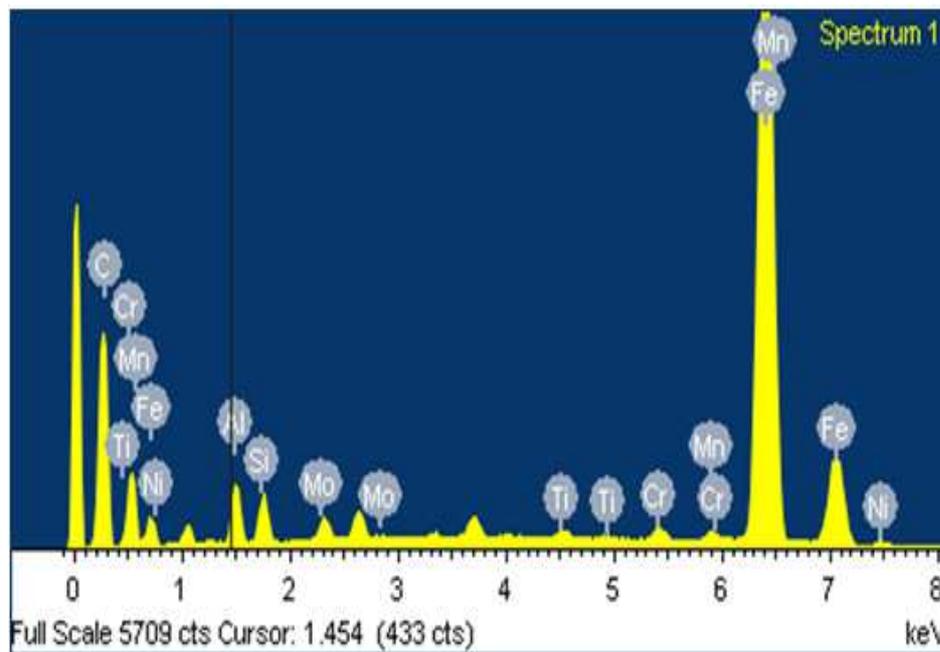
a formação de carbonetos nesta região e a formação de grafite, que será confirmada a seguir por difração de raio-X.

Figura 56 – Micrografia da região da superfície (ZR) analisada por EDS.



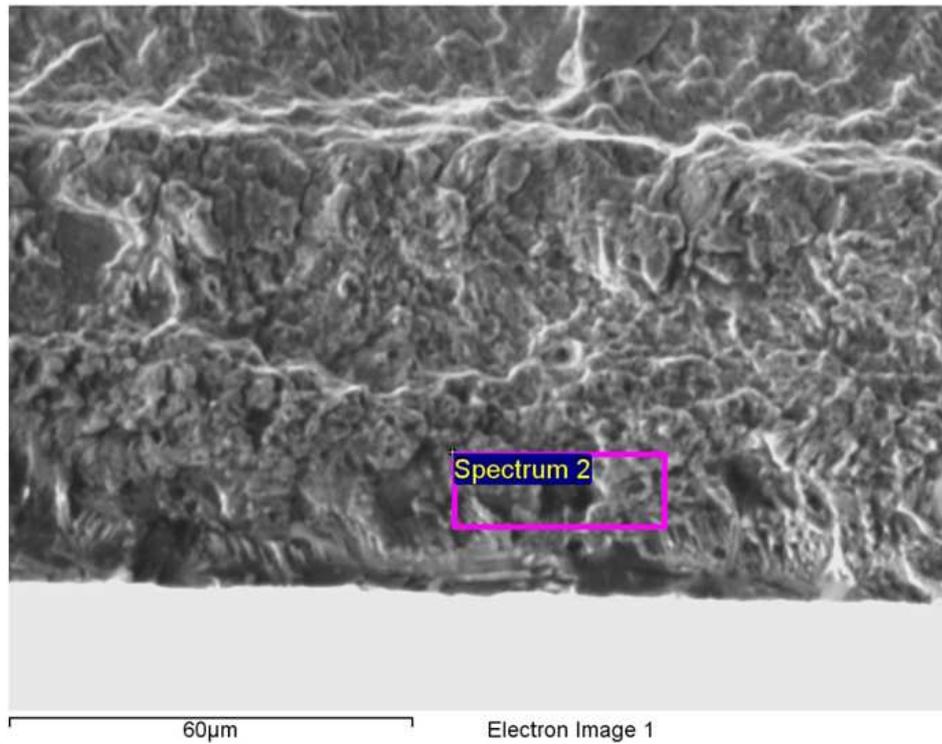
Fonte: Autor.

Figura 57 - - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.



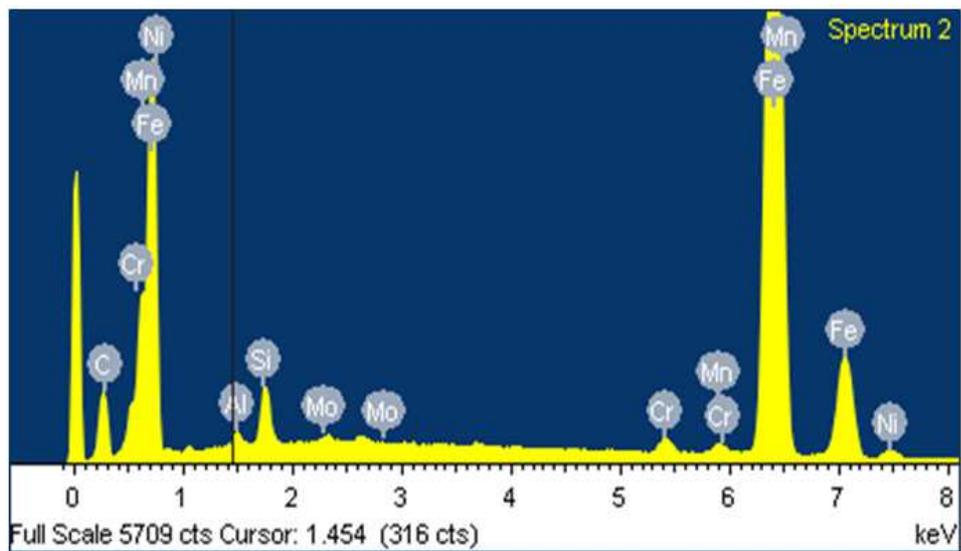
Fonte: Autor

Figura 58 - - Micrografia da região da transição entre a camada e o ZTA (spectrum 2) analisada por EDS.



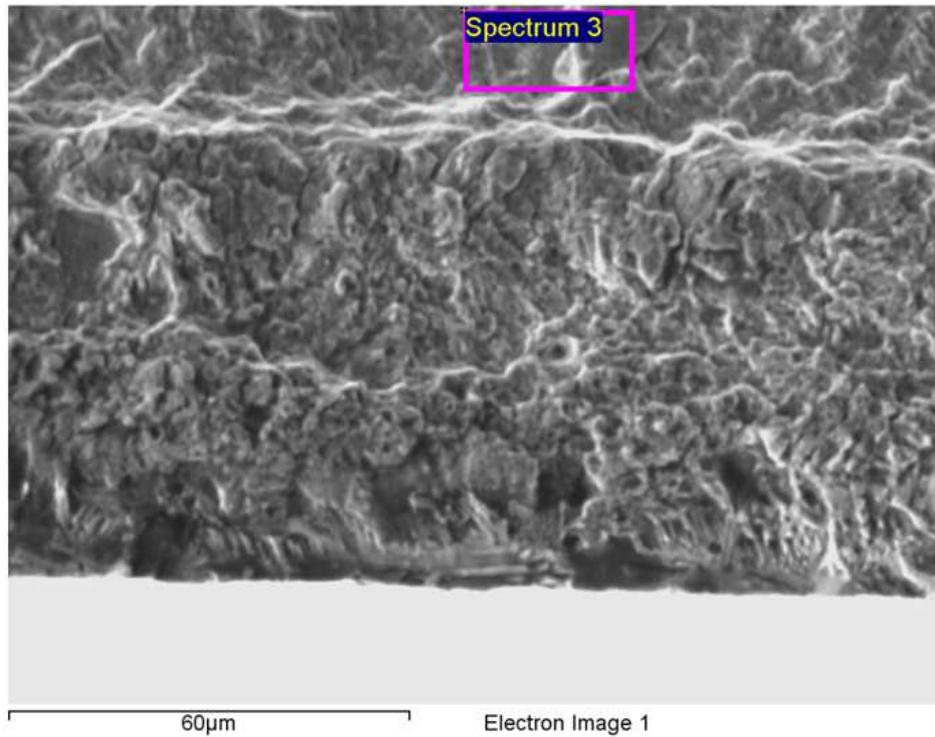
Fonte: Autor

Figura 59 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.



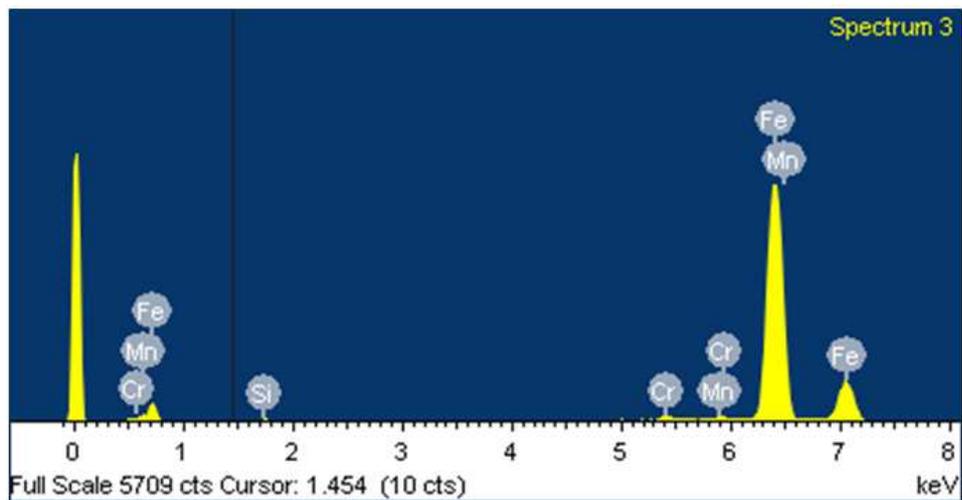
Fonte: Autor

Figura 60 - Micrografia da região do MB analisada por EDS.



Fonte: Autor

Figura 61 EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.



Fonte: Autor

Na Tabela 7 apresentam-se os valores da análise semi-quantitativa da composição química das regiões analisadas por EDS do aço 300M cabonetado a laser (CL600).

Tabela 7 – Composição química obtida por EDS amostra carbonetada a laser.

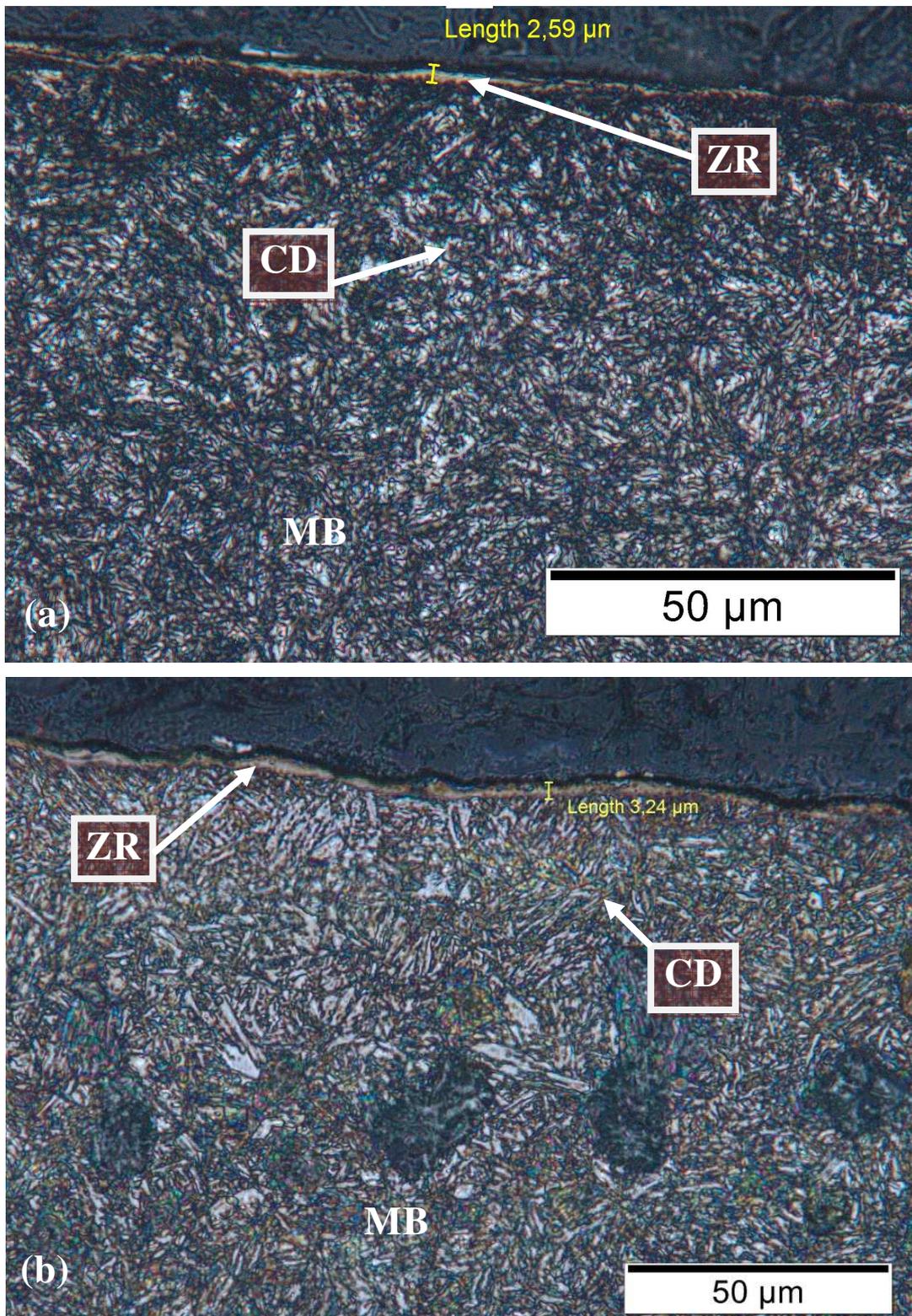
Elemento	SPECTRUM 1		SPECTRUM 2		SPECTRUM 3	
	% em Peso	% Atômica	% em Peso	% Atômica	% em Peso	% Atômica
C K	33.57	69.41	13.78	42.04	0.92	4.15
Al K	1.67	1.54	0.55	0.74		
Si K	1.15	1.02	1.79	2.34	0.18	0.35
Ti K	0.33	0.17				
Cr K	0.59	0.28	0.78	0.55	0.68	0.70
Mn K	0.51	0.23	0.69	0.46	0.59	0.57
Fe K	59.86	26.62	80.49	52.82	97.63	94.22
Ni K	0.76	0.32	1.28	0.80		
Mo L	1.56	0.40	0.64	0.24		
Total	100.00					

Fonte: Autor

4.2.4 Nitretação a Plasma

A Figura 62(a) e 62(b) apresentam imagens obtidas por MO que possibilitam a visualização da camada nitretada na superfície do aço, apresenta uma camada branca com aproximadamente 3 μm (ZR – Zona Revestida), logo abaixo, observa-se a camada difusa (CD), com grande formação circular nos contornos com coloração azulada, lembrando que a presença de silício estabiliza a austenita, promove difusão intergranular de elementos contaminantes e favorece a formação de estruturas aciculares ou de maior dimensão (relaciona-se com a temperatura de tratamento) e após ataque químico, pode-se concluir que, esta região apresenta formação de estrutura predominante bainítica - MB.

Figura 62 (a) e (b) - Análise do aço 300M, após a nitretação a plasma a 500°C.



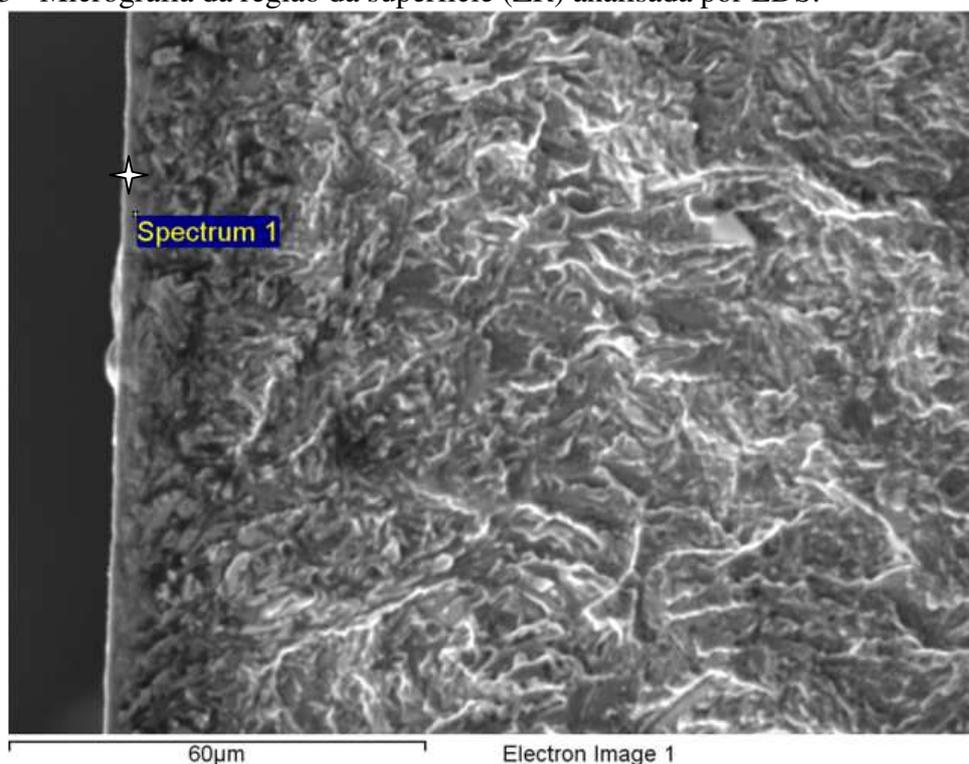
Fonte: Autor.

As Figuras 63 a 66 apresentam a análise de EDS e respectivos gráficos para as amostras nitretadas a plasma, na superfície formou-se uma camada de nitretos e a região difusa do material. Pode-se observar a presença de nitrogênio no primeiro ponto, seguindo com a diminuição até o metal base, mostrando que ocorreu a formação de nitretos nesta região estudada.

Como descreve CARDOSO (2015), observou a maior concentração de carbono e silício na superfície nitretada a plasma do aço 300M quando comparado ao aço 4340, em análise por EDS, mostrando a possibilidade de ter ocorrido precipitação com carbonetos de silício e nitretos, ou até mesmo intermetálicos com difusão intergranular de contaminantes/fragilizantes, pois a presença de alta concentração de silício, em temperaturas moderadas de revenimento, favorece esta cinética de precipitação e potencializa a formação de estruturas finas e agulhadas nos contornos (ROBERTS, 1998).

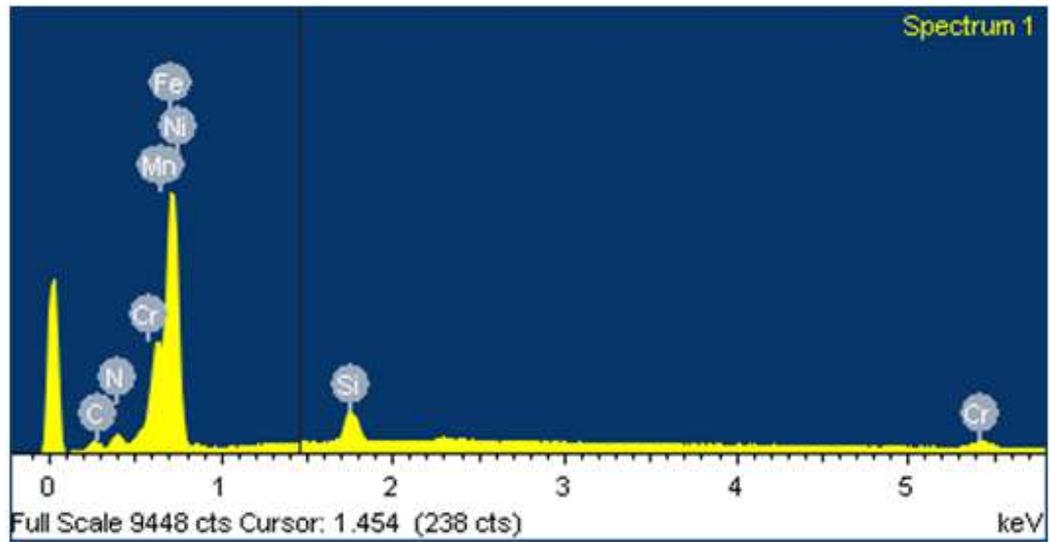
Na região da camada difusa observa-se uma queda na concentração de silício e carbono, assim como, aumento na concentração de cromo e ferro, mostrando que região é composta por elementos, que quando precipitados, tendem a apresentar características menos fragilizantes, contudo esta região ainda possui concentrações moderadas de Si (acima de 2%) e que nesta região ocorre gradiente de difusão de nitrogênio, caindo com o aumento da profundidade, mostrando que a difusão e precipitação intergranular é favorecida nesta região.

Figura 63 - Micrografia da região da superfície (ZR) analisada por EDS.



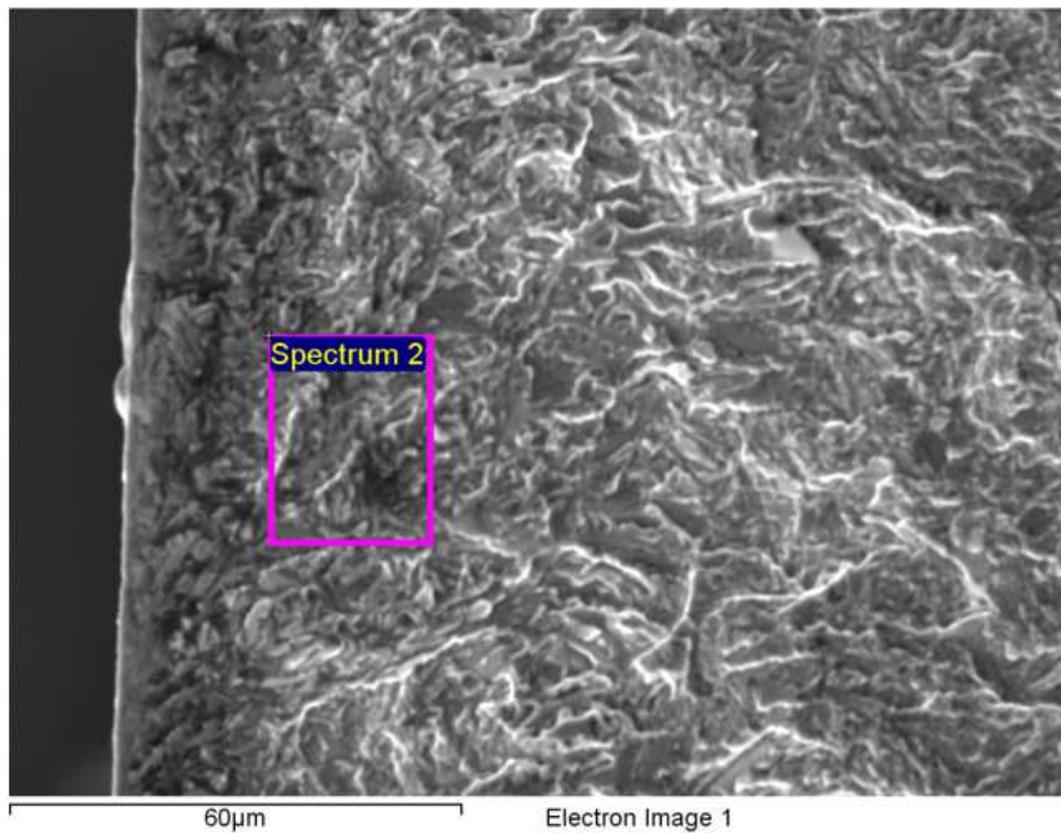
Fonte: Autor.

Figura 64 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.



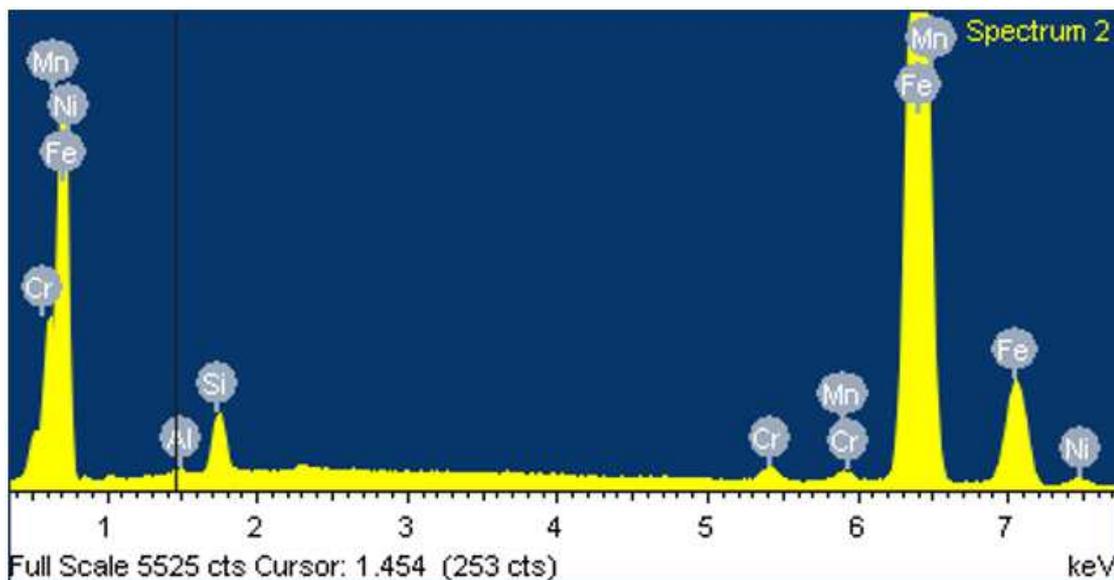
Fonte: Autor

Figura 65 - Micrografia da região da CD, analisada por EDS.



Fonte: Autor

Figura 66 - EDS gráfico mostrando os componentes encontrados.



Fonte: Autor

Na Tabela 8 apresentam-se os valores da análise semi-quantitativa da composição química da superfície da matéria prima do aço 300M nitretado a plasma. Nota-se em ambos espectros a presença do nitrogênio, porém no segundo ponto analisado parece ter identificado um composto rico em níquel.

Tabela 8 - Composição química obtida por EDS amostra nitretada a plasma.

Elementos	SPECTRUM 1		SPECTRUM 2	
	% em Peso	% Atômica	% em Peso	% Atômica
N K	5.37	18.13	8.01	28.33
Si K	2.05	3.45	0.21	0.33
Cr K	0.80	0.73	2.09	3.17
Mn K	0.79	0.68	0.82	0.67
Fe K	89.53	75.84	86.74	65.93
Ni K	1.46	1.18	0.72	0.56
Total %	100.00			

Fonte: Autor.

4.3 MEDIDAS DE RUGOSIDADE

As medidas de rugosidade foram feitas nos corpos de prova de fadiga. Foram realizadas na parte superior do cdp. As amostras foram separadas em 4 (quatro) condições: bainítico (B), nitretado a plasma e carbonetado a laser (CL600 e CL800)

Todos os cdps foram os cdps receberam acabamento superficial foram retificados e lixados (lixas com granulometria de #100, 220, 320, 400, 600 e 1.000); antes de sofrerem os tratamentos de superfície.

A Tabela 9 mostra os valores de rugosidade para as diferentes condições estudadas. Os resultados mostram os menores valores para a condição nitretada a plasma e para a amostra com microestrutura bainítica, isto reforça o bom desempenho nas curvas S/N e melhores resultados para vida em fadiga.

Tabela 9 – Rugosidade das amostras diferentes condições.

	<i>Plasma</i>		<i>Bainítico</i>		<i>Laser 600</i>		<i>Laser 800</i>	
	<i>Média</i>	<i>Desv Padr</i>	<i>Média</i>	<i>Desv Padr</i>	<i>Média</i>	<i>Desv Padr</i>	<i>Média</i>	<i>Desv Padr</i>
<i>Ra</i>	0,1525	0,0384	0,1781	0,0068	0,3639	0,0583	0,3325	0,0284
<i>Rz</i>	0,7217	0,2848	1,0914	0,1654	3,2764	0,4468	3,4111	0,6902
<i>Rz max</i>	1,5096	0,6248	1,8607	0,4276	4,2289	0,6958	5,4358	1,8056

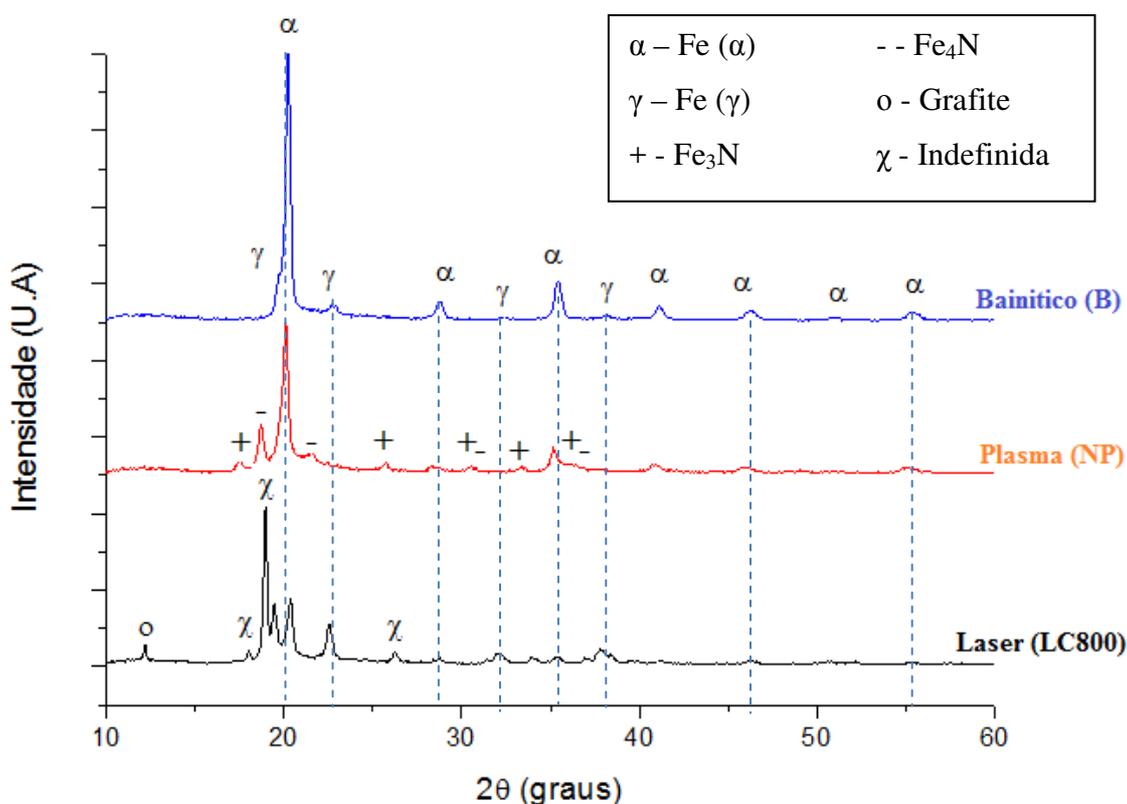
Fonte: Autor.

A nitretação introduziu tensões de compressão na superfície que podem melhorar o desempenho em fadiga, pois aumentam o tempo para iniciar as trincas de superfície. No entanto, o aumento da rugosidade reduz a vida em fadiga, devido a irregularidade da superfície. Devido a este fenômeno competitivo, não aumento na vida em fadiga das amostras carbonetados a laser CL600 e CL800.

4.4 RESULTADOS DRX

A Figura 67 apresenta os difratogramas de raios X para as amostras com microestrutura bainítica (B), nitretado a plasma (NP) e carbonetado a laser com velocidade de irradiação de 800 mm/s (CL800).

Figura 67 - Difratogramas de raios X para amostras do aço 300M com estrutura bainítica e das tratadas a plasma e a laser.



Fonte: Autor

O difratograma apresentando na Figura 67 mostra as curvas para aço 300M com estrutura bainítica, para amostra nitretada a plasma e carbonetada a laser (LC800), na curva Bainítica as fases encontradas são Fe (α) e Fe (γ) que são correspondentes a uma estrutura bainítica. Difratogramas similares são reportados na literatura para a condição solubilizada (CARVALHO, 2012; FANTON, 2013). Para a condição nitretada a plasma (NP) também foi encontrada fase bainítica, ou com uma proporção de austenita retida em menor proporção que a curva com estrutura bainítica. Na curva carbonetada a laser (CL800) também se observou características da microestrutura bainítica, e notou-se o aumento dos picos de Fe (γ), explicado pela adição de carbono na superfície, foi identificado a formação de grafite (o) na

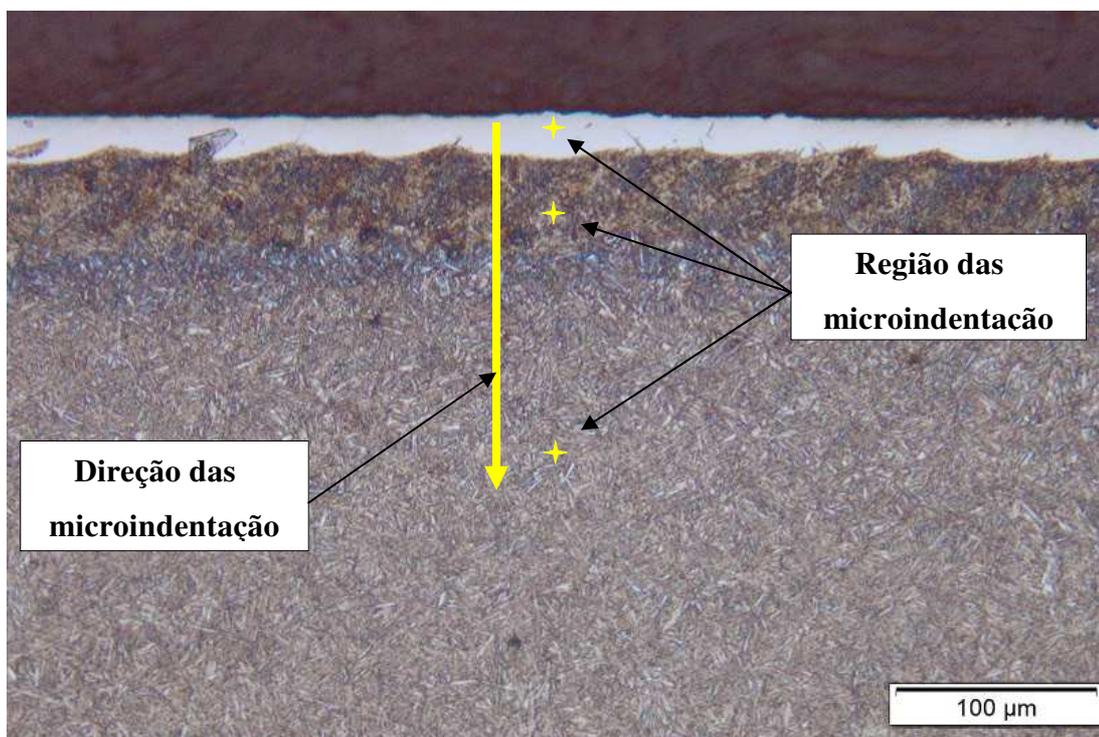
camada carbonetada a laser, e não foi possível identificar os picos denominados com (γ), foram utilizadas varias cartas com diferentes combinações de materiais. Sendo necessário um estudo mais aprofundado para esta identificação.

4.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.5.1 Ensaio de dureza Vickers (microindentação)

Foram realizados os ensaios de dureza Vickers por microindentação em amostras do aço 300M nas seguintes condições: como fornecido (CF), com estrutura bainítica (B), tratamento de superfície a laser (CL) e tratamento de superfície a plasma (NP). Visando determinar a variação da dureza ao longo da ZF, da ZTA e do MB, bem como das camadas nitretada (CN) e difusa (CD) nas amostras submetidas aos tratamentos de superfície de nitretação a plasma e implantação iônica por imersão em plasma. Os perfis de dureza foram levantados na direção da espessura da chapa, transversal as camadas de tratamento de superfície conforme mostrado na Figura 68.

Figura 68 - Direção das Medidas de dureza Vickers.



Fonte: Autor.

4.5.1.1 Medida de dureza realizada nas diferentes condições

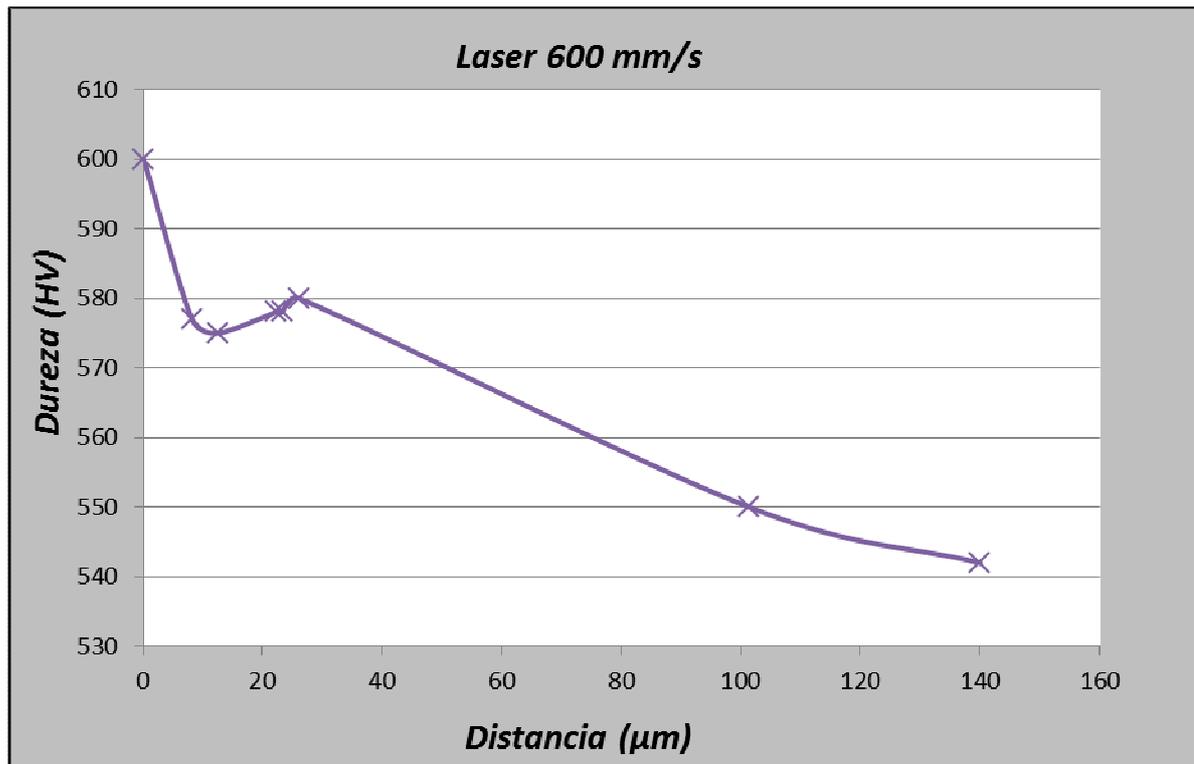
As medidas de dureza Vickers forma realizadas em amostras de aço 300M, nas condições: como fornecido (CF), bainítico (B), carbonitretado a laser com velocidades de 600 mm/s (CL600) e 800 mm/s (CL800) e nitretado a plasma (NP); estes resultados estão apresentados nas Figuras 69, 70 e 71. No eixo Y encontram-se os valores de dureza em HV e no eixo X verificam-se a posição das indentações. Nestes resultados, verificam-se o aumento da dureza na ZR e ZTA. Na ZR a formação de martensita favorece o aparecimento dos valores de dureza mais elevados. Na ZTA o endurecimento também ocorre devido a formação de fases duras devido ao aquecimento desta até a região de austenitização ou intercrítica, com rápido resfriamento posterior. Pode-se relacionar a maior dureza do aço 300M com a adição de elementos liga que favorecem a precipitação de carbonetos no CF. Contudo a presença de Si (silício) no aço 300M também contribui para melhorar a temperabilidade deste aço.

Nas condições CF e B, foram feitas diversas medidas e obtido valores médios, o aço 300M recozido (CF) apresentou valor de 291 ± 34 HV e a condição com estrutura bainítica (B) o valor de 474 ± 27 HV.

A Figura 69 e 70 apresentam os valores de dureza do aço 300M na condição carbonitretado a laser com velocidades de 600 mm/s e 800 mm/s, apresentam valores acima de 550 HV, com picos de dureza na superfície ZF de 600 HV, mostrando uma região com presença de fases duras. Na região da ZTA observaram-se valores em torno de 550 HV. Após transição da ZTA há um gradiente decrescente de dureza até atingir o valor da dureza do CF.

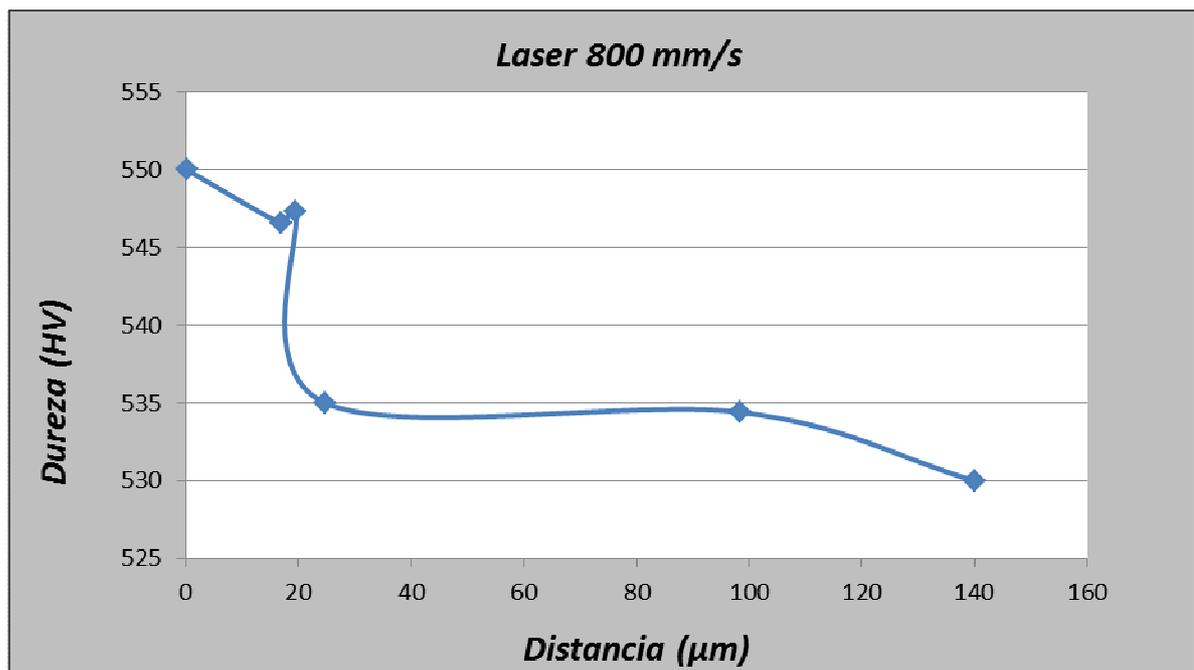
A Figura 71 apresenta os valores de dureza transversal a camada branca no aço 300M na condição nitretado a plasma (NP), o camada branca apresenta valores próximos de 800 HV, com dureza na transição ZF/ZTA próximos de 530 HV, mostrando queda na dureza desta transição, pois o tratamento possibilitou difusão de elementos desta região. A ZTA sofre gradiente decrescente de dureza até atingir o valor da dureza do MB.

Figura 69 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - aço com tratamento a laser (600 mm/s).



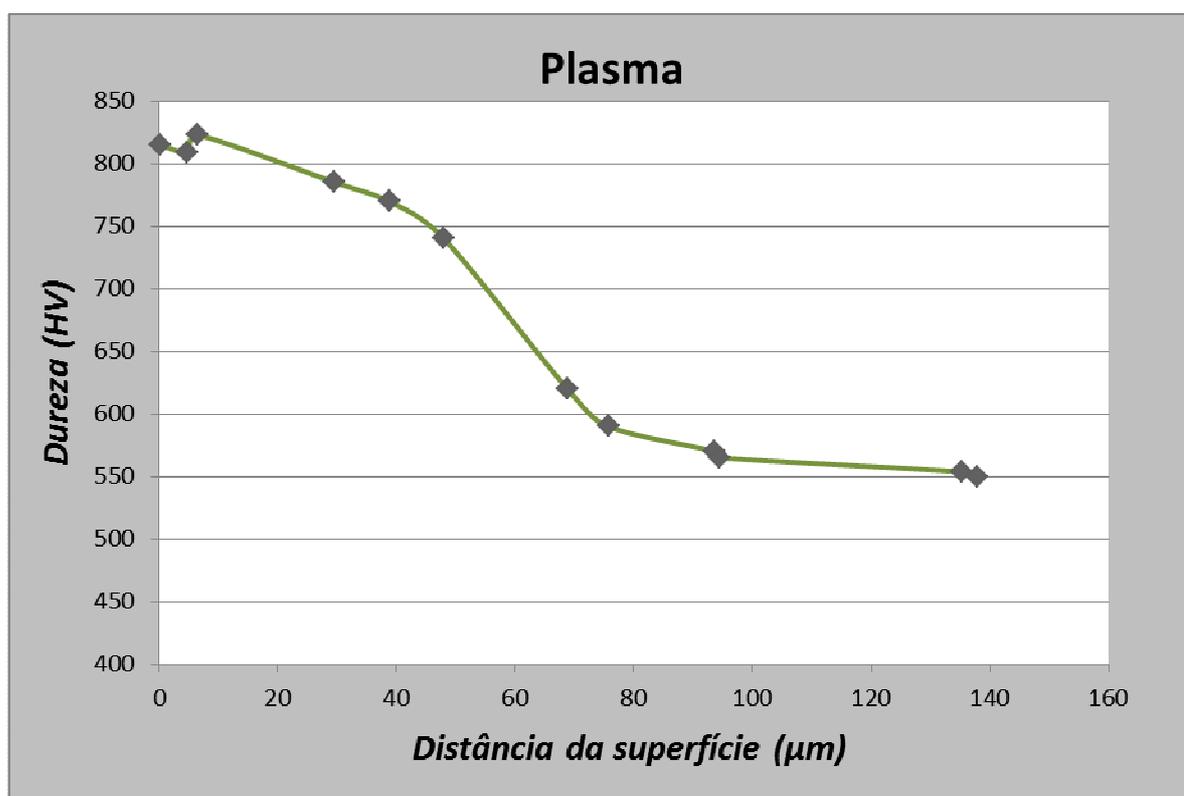
Fonte: Autor.

Figura 70 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - aço com tratamento a laser (800mm/s).



Fonte: Autor.

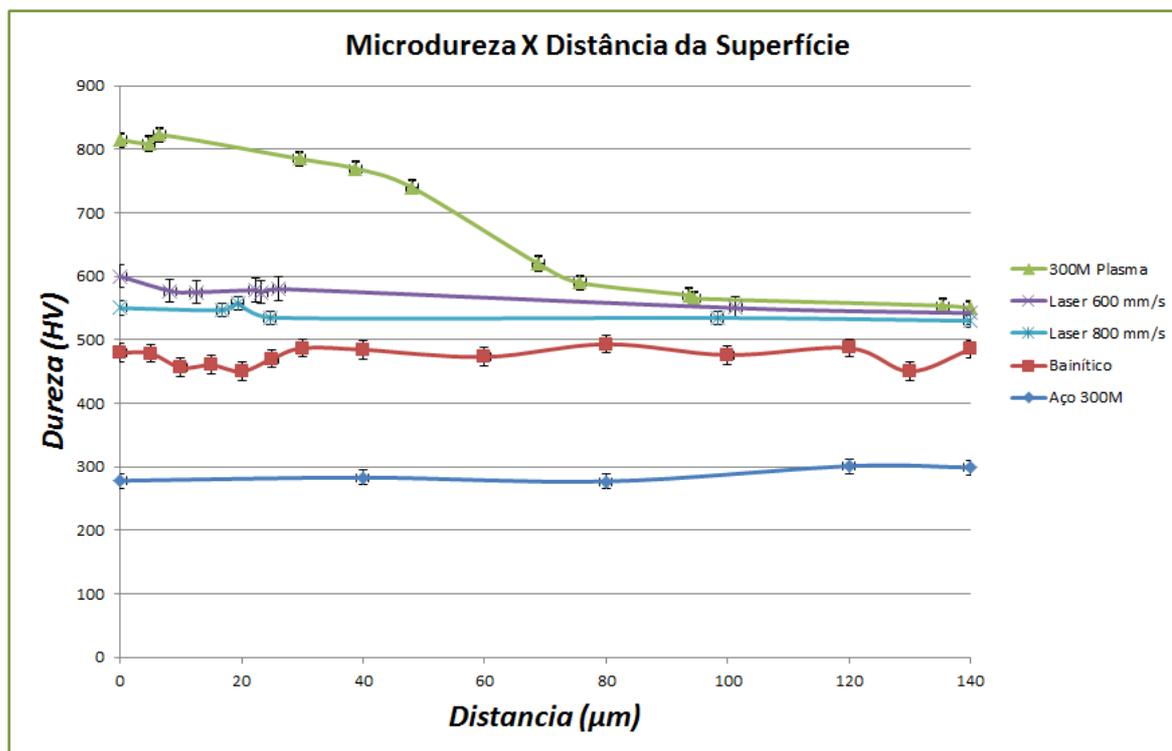
Figura 71 - Gráfico de dureza Vickers em relação a distância da superfície - o aço com tratamento a plasma.



Fonte: Autor.

Na Figura 72 apresenta o comparativo das curvas de dureza vickers, verifica-se a curva de dureza nas condições dos tratamentos a laser, a plasma, estrutura bainítico e material como fornecido, pode-se observar um gradiente de dureza apresentando em cada condição, a formação de camada branca e a profundidade de camada difusa.

Figura 72 - Gráfico de dureza X distância da superfície.



Fonte: Autor.

Na Tabela 10 apresenta-se a dureza da camada branca (ZR) e camada difusa (CD), nas condições estudadas, no qual se pode observar dureza de ZR de 800HV para tratamentos a plasma, no tratamento a laser 600 mm/s a ZR apresentou 600HV, e para tratamento a laser 800mm/s a ZR apresentou 550HV.

Tabela 10 - Dureza Vickers (HV) no aço 300M das condições estudadas.

Condições Regiões Analisada	Tratamento Superfície			Sem Tratamento	
	Laser 600 mm/s (HV)	Laser 800 mm/s (HV)	Plasma (HV)	Como Fornecido (HV)	Bainítico (HV)
ZR (Camada branca)	603,4 ± 72,6	545,8 ± 15,6	815,6 ± 7,1	287,6 ± 11,6	473,1 ± 12,1
ZTA ou CD	464,3 ± 39,4	496,3 ± 14,2	728,7 ± 74,8		
Metal Base	476,6 ± 8,2	472,9 ± 28,4	489,8 ± 7,6		

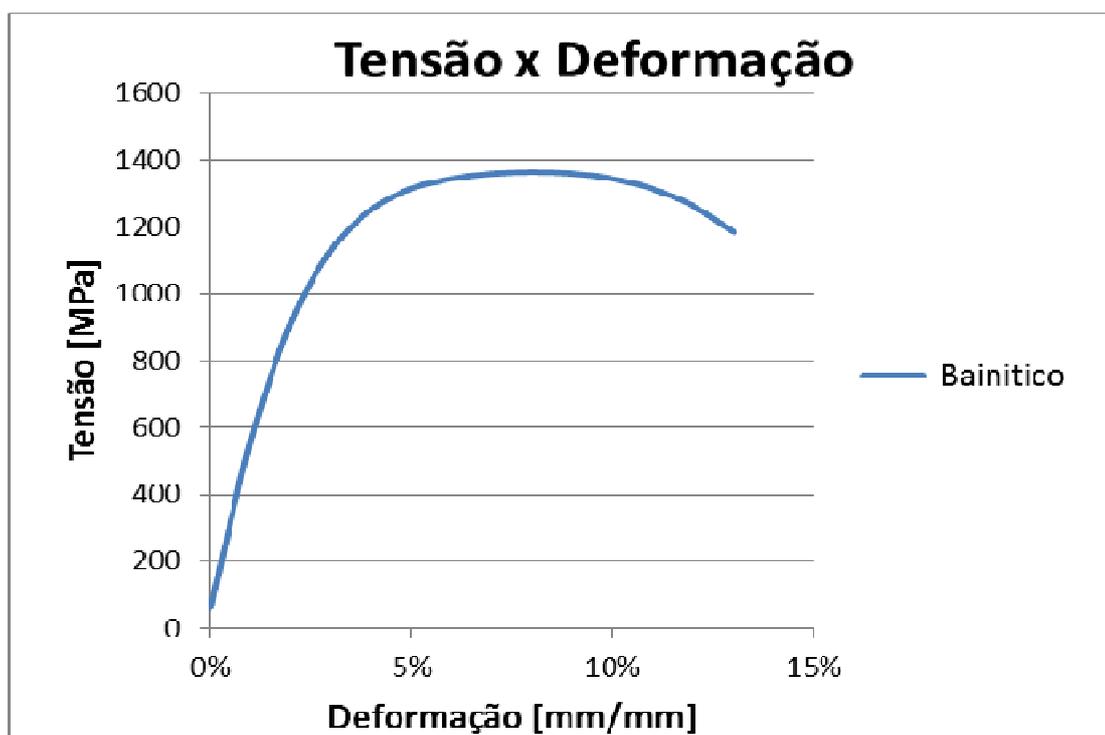
Fonte: Autor.

4.5.2 Ensaio de tração

Por meio de ensaios de tração, foram avaliados: o limite de resistência (σ_t), limite de escoamento (σ_e), tensão de ruptura (σ_r) e deformação (ΔL) dos aços estudados nas seguintes condições: como fornecido (CF), bainítico (B), carbonitretado a laser com velocidades de 600 mm/s (CL600) e 800 mm/s (CL800) e nitretado a plasma (NP).

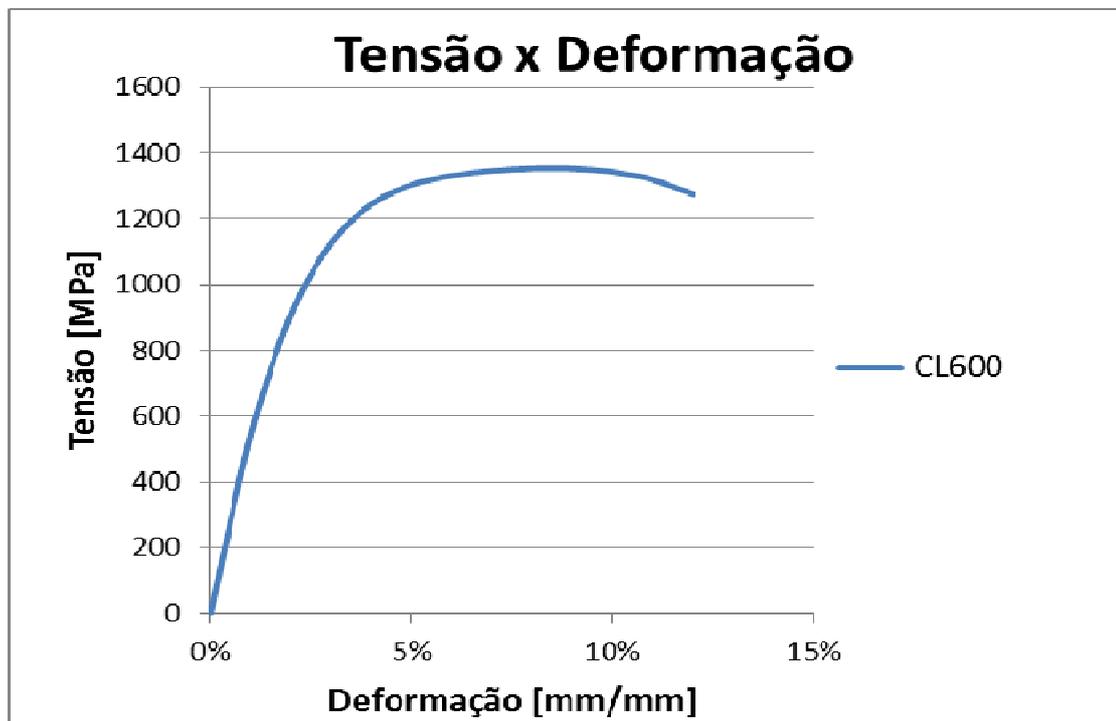
As curvas tensão-deformação em todas as condições estudadas apresentaram comportamentos semelhantes e apresentados nas Figuras 73 a 76. O aço 300M apresentou um encruamento contínuo, sem um limite elástico bem definido para todas as condições.

Figura 73 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: na condição como fornecido.



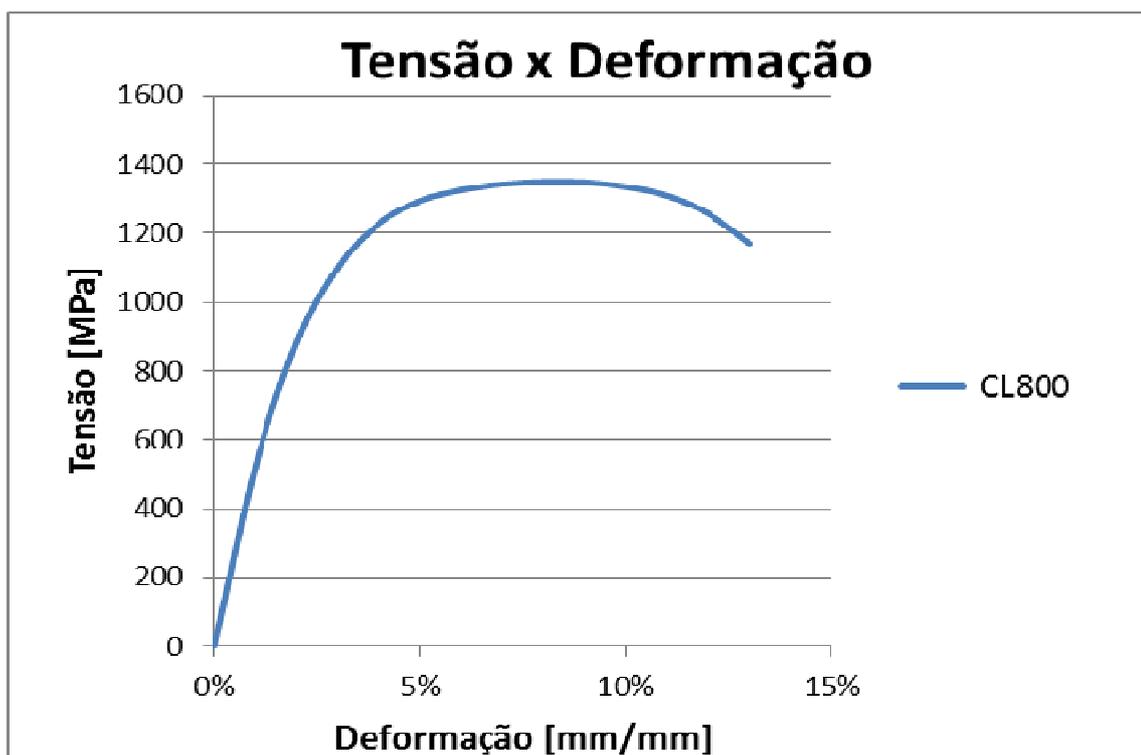
Fonte: Autor.

Figura 74 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Carbonetado a laser velocidades de 600 mm/s (CL600).



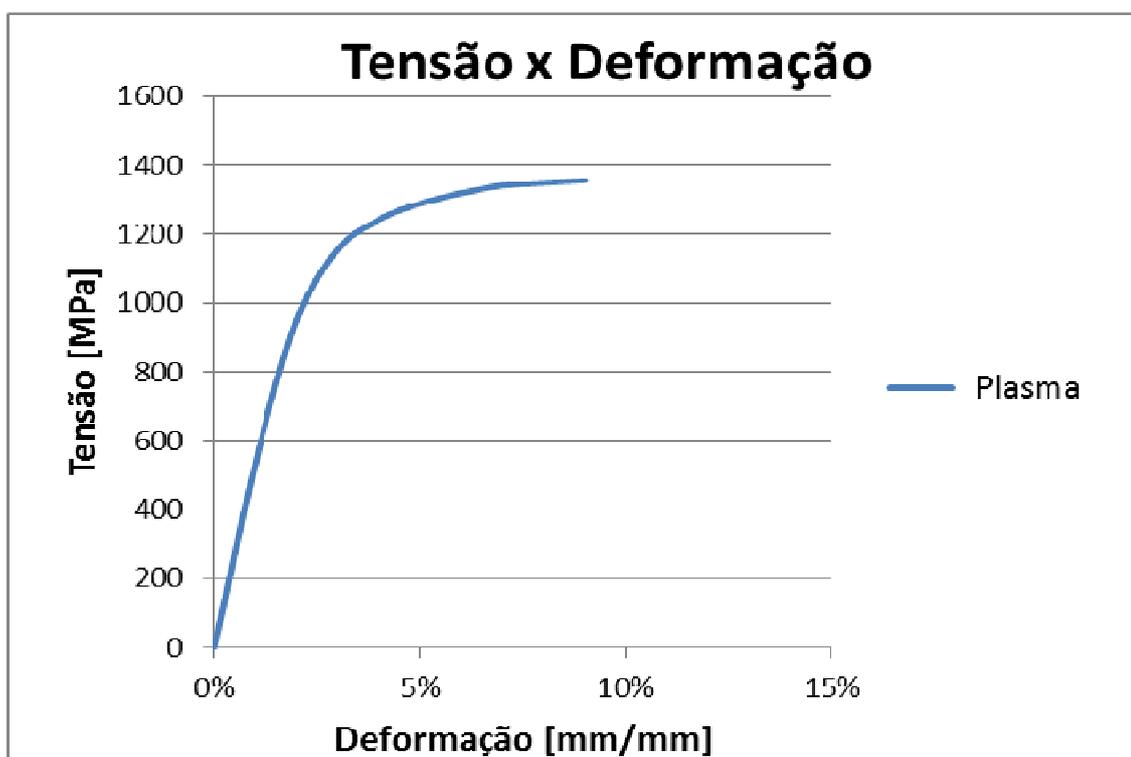
Fonte: Autor.

Figura 75 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Carbonetado a laser velocidades de 800 mm/s (CL800).



Fonte: Autor.

Figura 76 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M: Nitretado a plasma (NP).

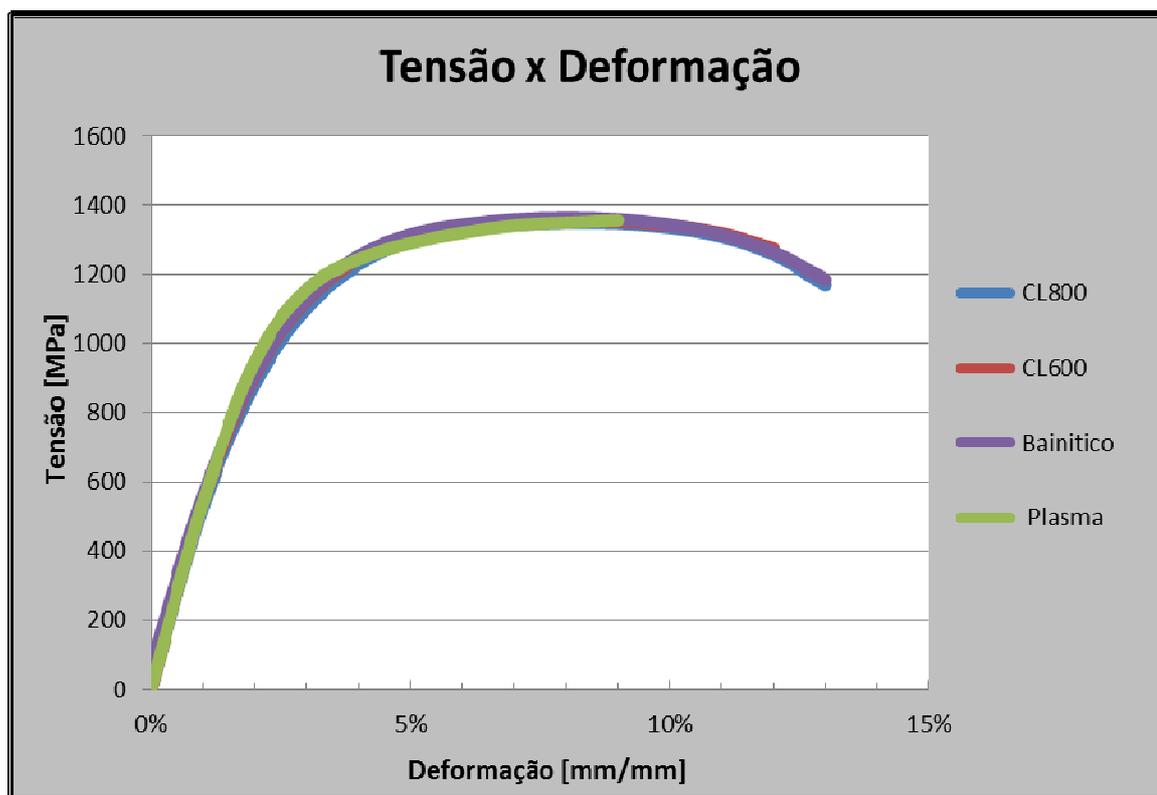


Fonte: Autor.

Analisando a amostra nitretada a plasma (Figura 76), observamos que fratura ocorreu antes comparada com as outras curvas Tensão x Deformação apresentadas mostrando uma grande perda da ductilidade.

A Figura 77 são plotadas todas as curvas Tensão x Deformação para todas as condições estudadas, onde se observa a grande semelhança e a sobreposição das curvas. Este fenômeno apresentado está relacionado com as características microestrutural do material base utilizado, onde os tratamentos de superfície a Plasma e a Laser foram aplicados em amostras com microestrutura bainítica.

Figura 77 – Curva Tensão X Deformação do aço 300M para todas as condições.



Fonte: Autor.

Os resultados destes ensaios estão expressos na Tabela 11. Observa-se que os valores do limite de resistência (σ_t) e do limite de escoamento (σ_e), são muito semelhantes. Isto pode ser justificado, pelo tratamento térmico que foi realizado na temperatura de transformação bainítica, este tratamento permite ao aço atingir altos valores de resistência sem uma perda acentuada da ductilidade. Esta propriedade é de grande valor, pois reduz o risco de uma indesejável fratura frágil, durante a permanência na temperatura de transformação bainítica, onde se aumenta a quantidade de carbono na fase austenítica, devido à rejeição de carbono da bainita e à inibição da precipitação de carbonetos. Isto reduz a temperatura de formação de martensita, M_s , o que dificulta ou inibe a sua formação.

Tabela 11 – Propriedades mecânicas do aço 300M: todas as condições.

Tratamentos Térmicos	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Estricção (%)
CF (recozido)	843 ±15	973 ±0,2	16 ±1,8	16 ±1,0
Bainítico	913 ±13	1364 ±16	13 ±0,6	17 ±3,7
CL 600	907 ±23	1353 ±42	12 ±0,9	18 ±3,8
CL 800	920 ±22	1349 ±33	13 ±1,1	24 ±3,1
NP	951 ±23	1356 ±31	9 ±0,3	4 ±1,7

Fonte: Autor.

Verificou-se ainda que, comparando às condições NP (tratamento de nitretação a plasma), ao aço 300M bainítico apresentou uma queda de aproximadamente 50% na ductilidade, e a correspondente curva tensão-deformação indica que a fratura ocorreu ainda durante o estágio de início de encruamento, os valores de resistência à tração e resistência ao escoamento não foram afetados, em função da estrutura bainítica como já foi explicada, demonstrando que o processo de nitretação com os parâmetros escolhidos levou a uma redução na ductilidade deste aço.

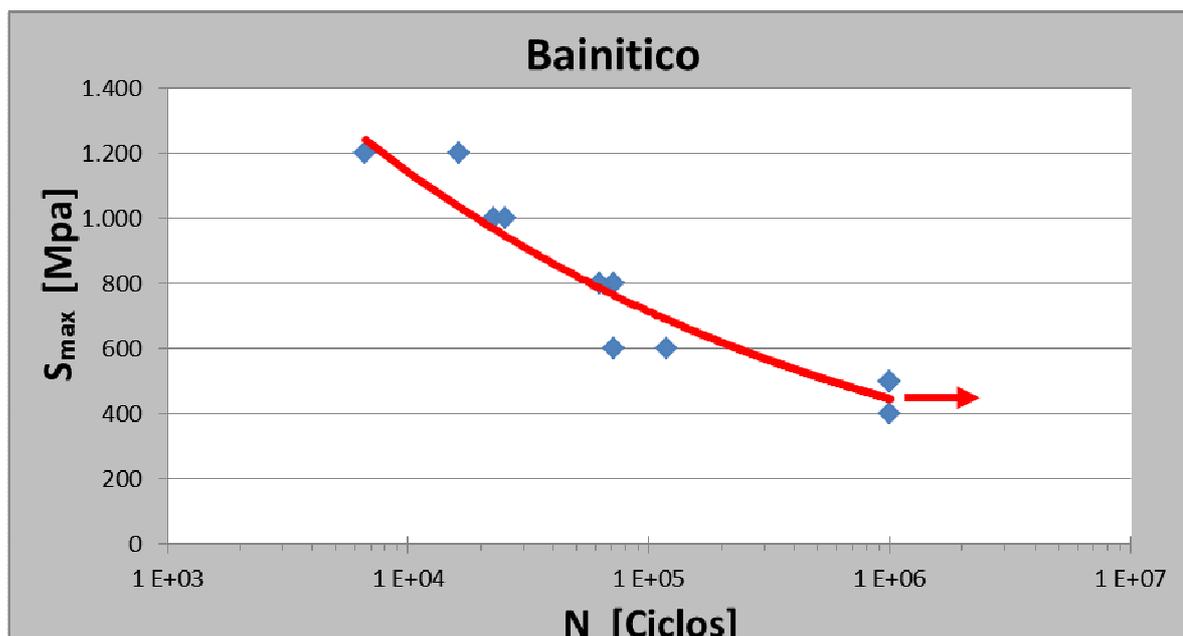
Já os aços 300M, após tratamento de nitretação, apresentam redução nos níveis de alongamento. A redução na ductilidade indica que ocorreu alteração na microestrutura, sendo que as possíveis causas para esse fenômeno estão associadas a eventos como: (CARDOSO, 2015)

- ✓ Precipitação secundária em contornos de grãos;
- ✓ Formação de carbonetos e nitretos aciculares;
- ✓ Difusão de contaminantes nos contornos;

4.5.3 Ensaio de fadiga

A Figura 78 apresenta a curva S/N do comportamento de fadiga do aço 300M com microestrutura bainítica, os valores da vida em fadiga em relação às tensões aplicadas são apresentados na tabela 12.

Figura 78 – Curva S-N do aço 300M com microestrutura bainítica.



Fonte: Autor.

Tabela 12 – Valores da vida em fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.

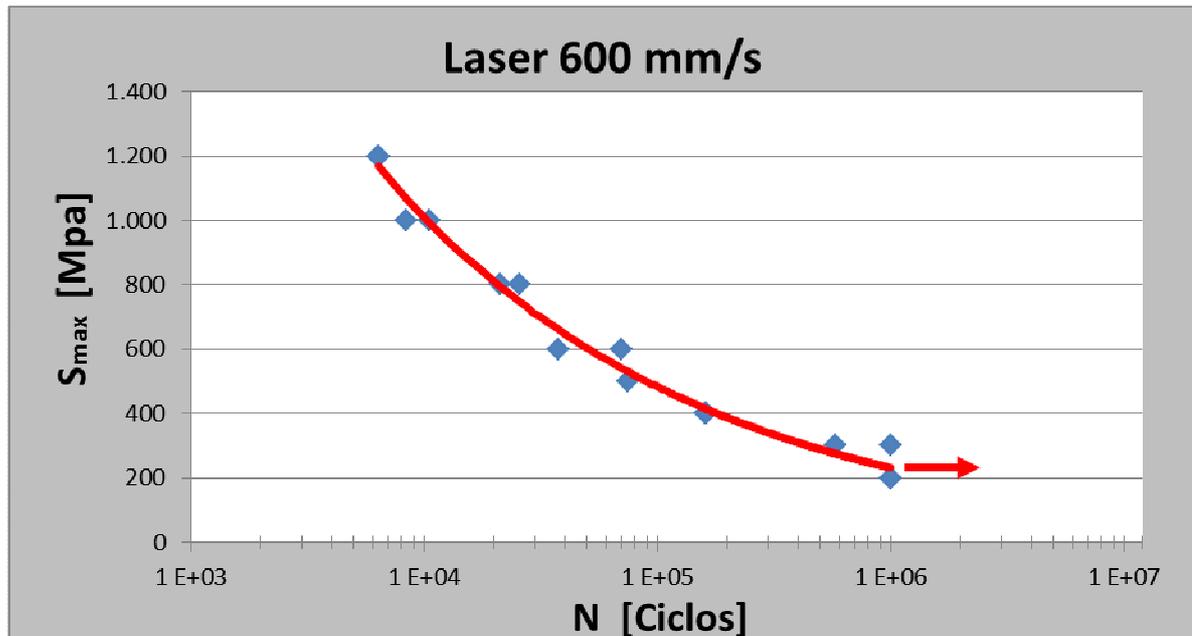
Bainítico	
Tensão (MPa)	Número de ciclos
1.200	6.653
1.200	16.272
1.000	22.634
1.000	25.358
800	71.666
800	62.620
600	71.671
600	118.327
500	1.000.000
500	1.000.000
400	1.000.000

Fonte: Autor.

Na curva da vida em fadiga, observamos nas mais altas tensões (1200 e 1000 MPa) utilizadas no ensaio de fadiga o comportamento da amostra resistindo até número de 25.000 ciclos antes da fratura e entre as tensões de 800 e 600 MPa o numero de ciclos aumenta de forma considerável chegando até 118.000 ciclos e para valores de tensão de 500 MPa temos amostra que não se romperam nos ensaios.

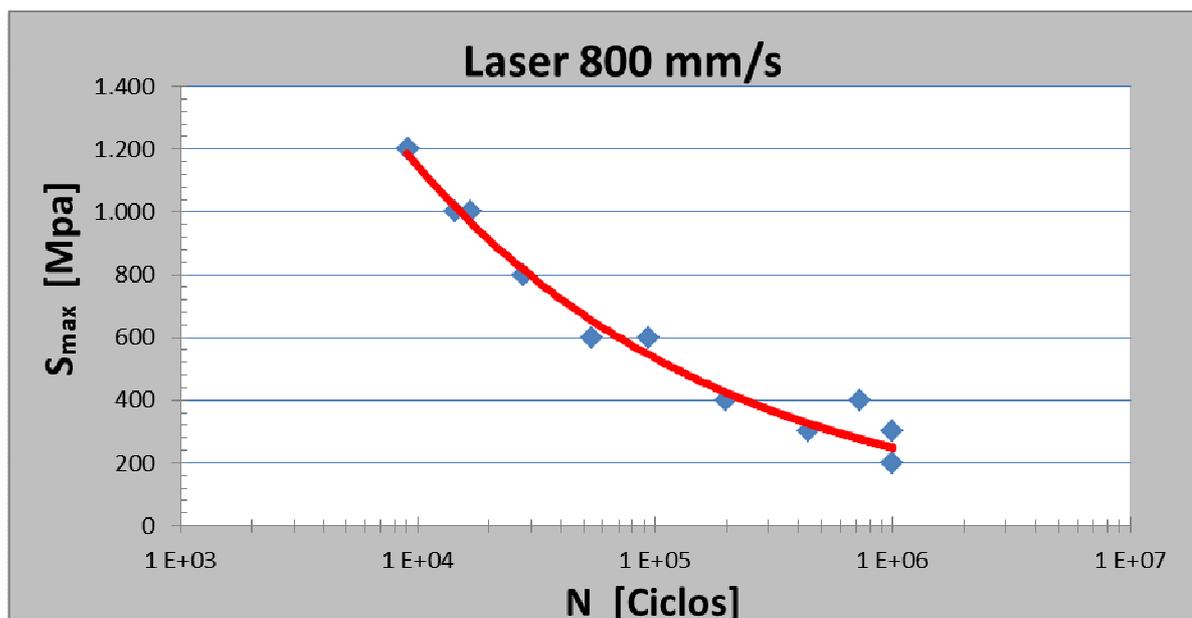
As Figuras 79 e 80 apresentam as curvas S/N do comportamento de fadiga do aço 300M tratado superficialmente a Laser de CO₂, para velocidades de 600 mm/s e 800 mm/s, e os seus respectivos valores da vida em fadiga em relação as tensões aplicadas são apresentados na tabela 13.

Figura 79 – Curva S-N do aço 300M Carbonetado a Laser – LC600.



Fonte: Autor.

Figura 80 – Curva S-N do aço 300M Carbonetado a Laser – LC800.



Fonte: Autor.

Tabela 13 – valores da vida em fadiga do aço 300M tratado superficialmente a laser CO2, com: (a) velocidades 600 mm/s e (b) velocidades de 800 mm/s.

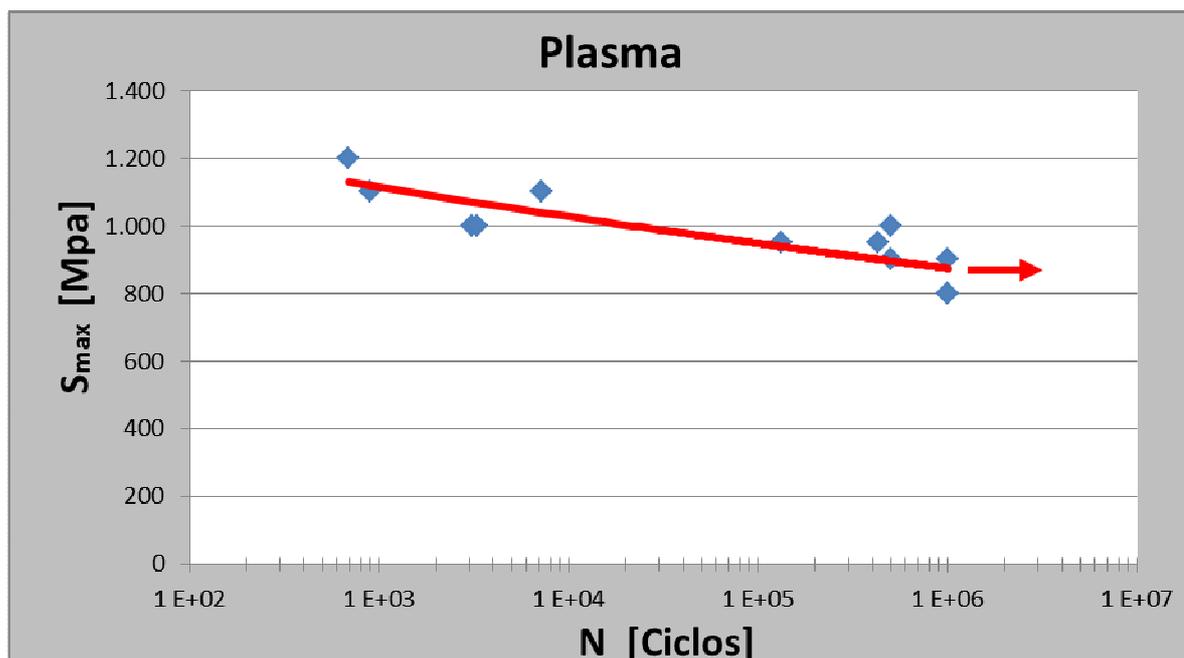
(a)		(b)	
CL600		CL800	
Tensão (MPa)	Número de ciclos	Tensão (MPa)	Número de ciclos
1.200	6.383	1.200	9.038
1.200	6.364	1.200	9.172
1.000	8.366	1.000	16.697
1.000	10.496	1.000	14.431
800	25.760	800	27.807
800	21.295	800	27.846
600	69.965	600	93.814
600	37.642	600	53.983
500	75.096	400	198.390
400	161.174	400	724.732
400	161.455	300	439.780
300	581.277	300	1.000.000
300	1.000.000	200	1.000.000
200	1.000.000	200	1.000.000
200	1.000.000		

Fonte: Autor.

Nas curvas S/N para as amostras tratadas superficialmente a laser para ambas as velocidades, observamos que para as tensões utilizadas nos ensaios, houve redução em relação as amostras com estrutura bainítica suportando menores números de ciclos para todas condições analisadas.

A Figura 81 apresenta a curva S/N do comportamento de fadiga do aço 300M tratado superficialmente a Plasma, e seus respectivos valores da vida em fadiga em relação as tensões aplicadas são apresentados na tabela 14.

Figura 81 – Curva S-N do aço 300M Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

Tabela 14 – Valores da vida em fadiga do aço 300M tratado superficialmente a Plasma.

Plasma	
Tensão (MPa)	Número de ciclos
1.200	691
1.100	898
1.100	7.191
1.000	499.831
1.000	3.104
1.000	3.280
950	132.683
950	430.771
900	498.086
900	1.000.000
800	1.000.000
800	1.000.000

Fonte: Autor.

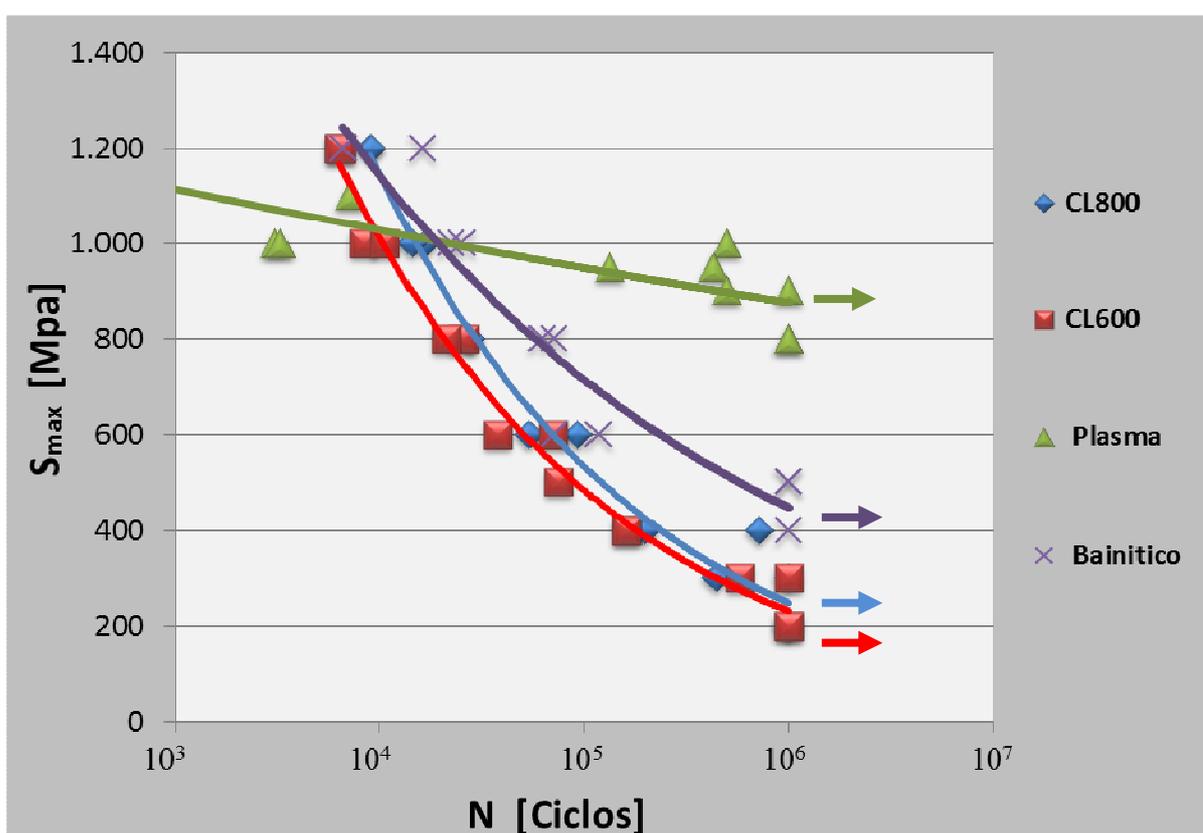
Para a condição nitretado a plasma a curva S/N se mostrou com comportamento bem diferente em relação às outras condições. Para as altas tensões até 1.000 MPa as amostras se romperam com numero de ciclo inferior a 8.000 ciclos, mas para tensões até a faixa de 900

MPa as amostras tiveram comportamento bem superiores e logo abaixo de 900 MPa tiveram o comportamento excelentes não se rompendo durante os ensaios. Este fenômeno pode ser explicado pelo surgimento de trincas na superfície da camada nitretada como relatou CARDOSO, 2015.

Apenas ocorreu uma exceção em uma amostra que resistiu até 499 mil ciclos para tensão de 1.000 MPa, provavelmente pelo retardo na formação da trinca na superfície nitretada.

Finalmente, são apresentadas todas as curvas S/N para os diferentes tratamentos estudados neste trabalho, na Figura 82.

Figura 82– Curva S-N referente aos ensaios de fadiga, do aço 300M, nas condições.



Fonte: Autor.

Analisando as curvas S/N do aço 300M nas diferentes condições, observamos que a curva S/N com estrutura bainítica apresentou comportamento semelhante ao das amostras tratadas superficialmente a laser, mas com uma queda para as curvas S/N das amostras tratadas a laser. Este fato pode ser relacionado com a formação de estruturas mais frágeis na área tratada (formação de microconstituintes como martensita e carbonetos) e efeitos de áreas multifásicas com segregação de soluto na zona termicamente afetada. Outro fator importante

para a vida em fadiga é a rugosidade da superfície e, neste aspecto, há um aumento na rugosidade da superfície. Este aumento está associado aos picos da aplicação da radiação de laser durante a varredura da superfície.

Para condição a plasma a curva S/N apresentou um melhor comportamento na vida em fadiga em relação às outras condições, devido a formação homogênea da camada nitretada, após tratamento da superfície, esta camada da superfície e a região de difusão de nitrogênio tiveram uma elevação nos níveis de dureza, fato que dificulta a iniciação da trinca em fadiga.

Aplicando-se o modelo log-linear no ajuste numérico dos conjuntos de pontos experimentais, podem-se obter estimativas da tensão S_{max} correspondentes a níveis específicos de vida em fadiga. A Tabela 15 apresenta os resultados desses cálculos para três níveis de vida: 1×10^4 , 1×10^5 e 1×10^6 ciclos. Os resultados são apresentados em termos absolutos e normalizados em relação ao limite de escoamento para cada condição microestrutural. Esta tabela permite concluir que, em termos absolutos, o aço 300M tratado a plasma é o que apresenta o melhor comportamento de vida em fadiga. Porém, em relação a tensão de trabalho com o limite de escoamento (S_{max}/σ_e) o aço na condição estrutural bainítica e o tratado a laser a 800 mm/s são os que possuem os melhores comportamentos em fadiga, em altas tensões e baixos ciclos sendo superior em relação às outras condições. Em todas as outras condições, para número de ciclos mais elevados, a condição do aço tratado a plasma tem desempenho superior.

Tabela 15- Resistencia a fadiga para diferentes níveis de vida.

Condição do Material	10^4 ciclos		10^5 ciclos		10^6 ciclos	
	S_{max} (MPa)	S_{max}/σ_e	S_{max} (MPa)	S_{max}/σ_e	S_{max} (MPa)	S_{max}/σ_e
Bainítico	1150	1,26	700	0,77	450	0,49
Laser 800 mm/s	1150	1,27	550	0,61	250	0,28
Laser 600 mm/s	1000	1,09	480	0,52	250	0,27
Plasma	1040	1,09	951	1,00	900	0,95

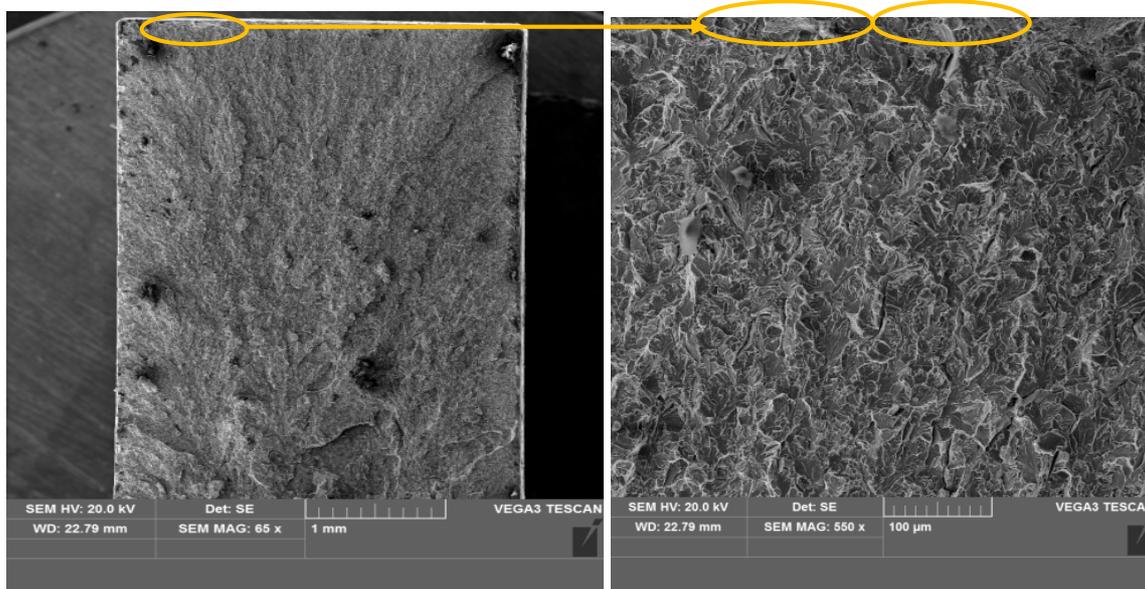
Fonte: Autor.

4.5.4 Análise fractográfica dos ensaios de fadiga

4.5.4.1 Aço 300 recozido – como fornecido

A análise macroscópica, a Figura 83 apresenta, para o aço 300M na condição CF, uma superfície de fratura sem redução de área, cujo rompimento iniciou-se na lateral do cdp.

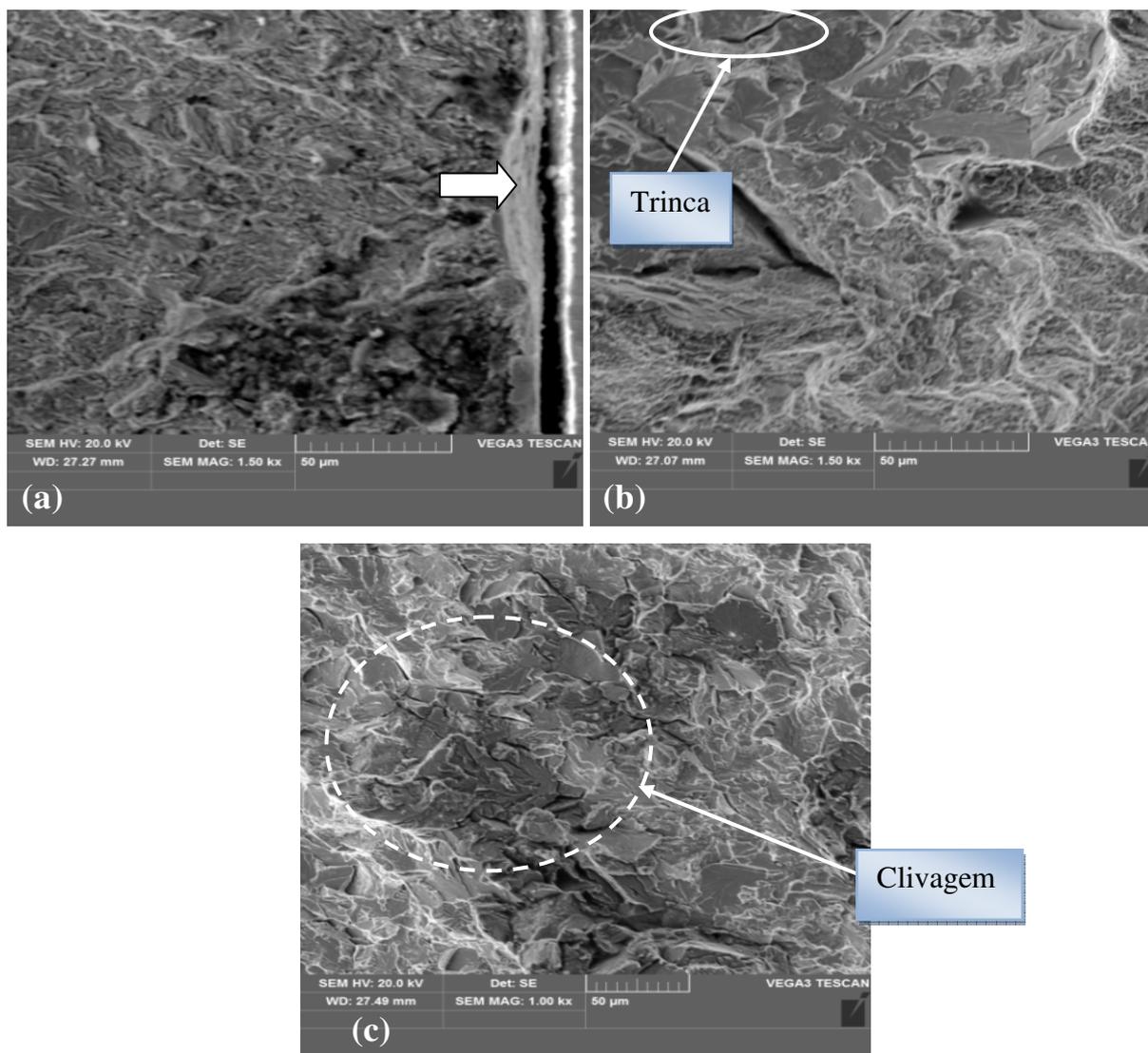
Figura 83 – Macrografia (a) do início da fratura e mecanismo de fratura (b) do aço 300M, conforme recebido.



Fonte: Autor.

A análise microscópica na Figura 84 observa-se a região do início de fratura (Figura 84(a)) e propagação (Figura 84 (b, c)) com características de fratura mista com predominância de facetas de clivagem (frágil) e trincas secundárias intergranulares.

Figura 84 – Micrografia (a) do micromecanismo (b,c) do início da fratura do aço 300M, CR.



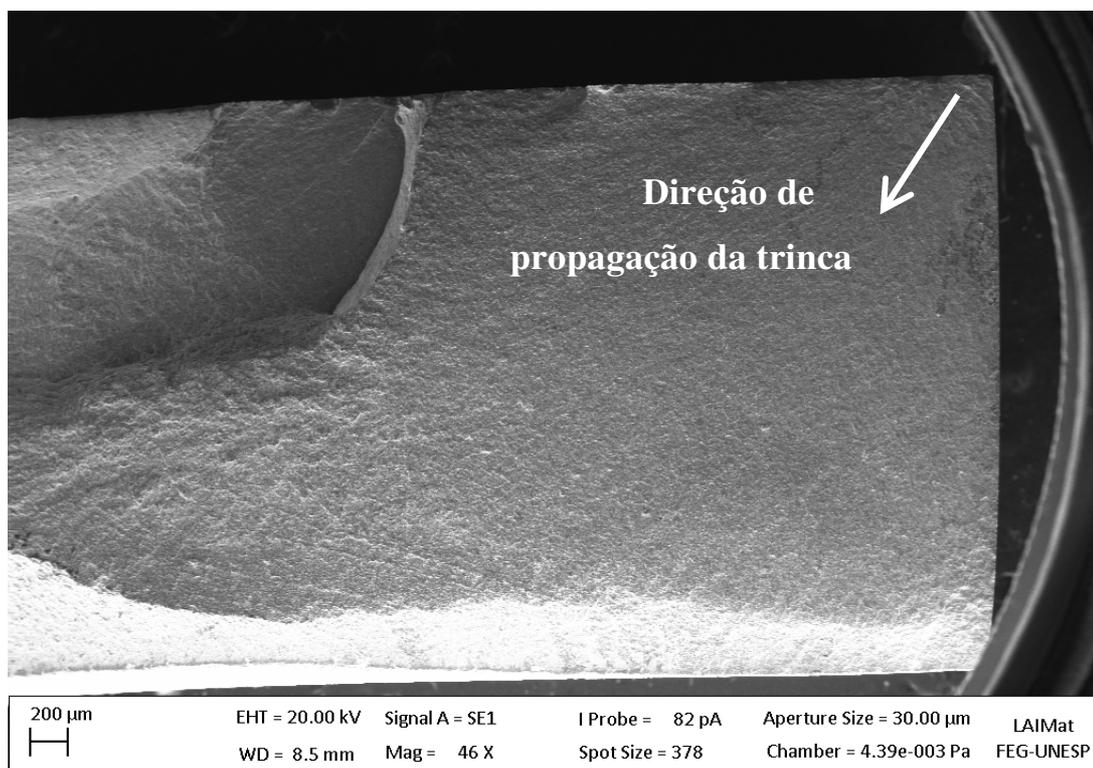
Fonte: Autor.

4.5.4.2 Aço 300M com estrutura bainítica

A análise do aço 300M com microestrutura bainítica, utilizou a amostra que rompeu-se sob a tensão de 600 MPa e número de 118 mil ciclos. Observou-se uma superfície plana, sem deformação aparente e com clara distinção entre a região de propagação da trinca e a região de ruptura final, cujo rompimento iniciou-se na lateral do cdp. Em análise microscópica por MEV na Figura 85, observa-se o cdp visão geral da região do início de fratura e a direção da propagação com características de fratura mista com predominância de facetas de clivagem (frágil) e trincas secundárias intergranulares. Nota-se um refinamento no tamanho das

partículas, com aparecimento de fases aciculares. As deformações estão reduzidas a regiões ainda mais restritas. Aparecem também alguns grãos rompidos de forma transgranular, evidenciando redução na ductilidade.

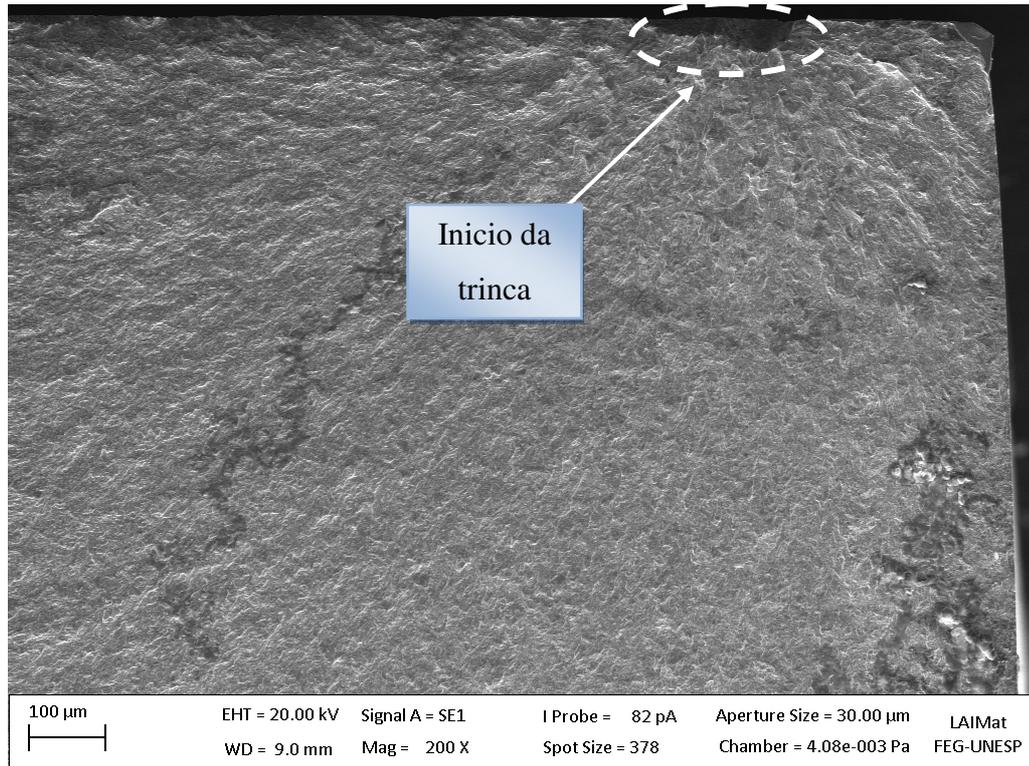
Figura 85 – Aspectos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.



Fonte: Autor.

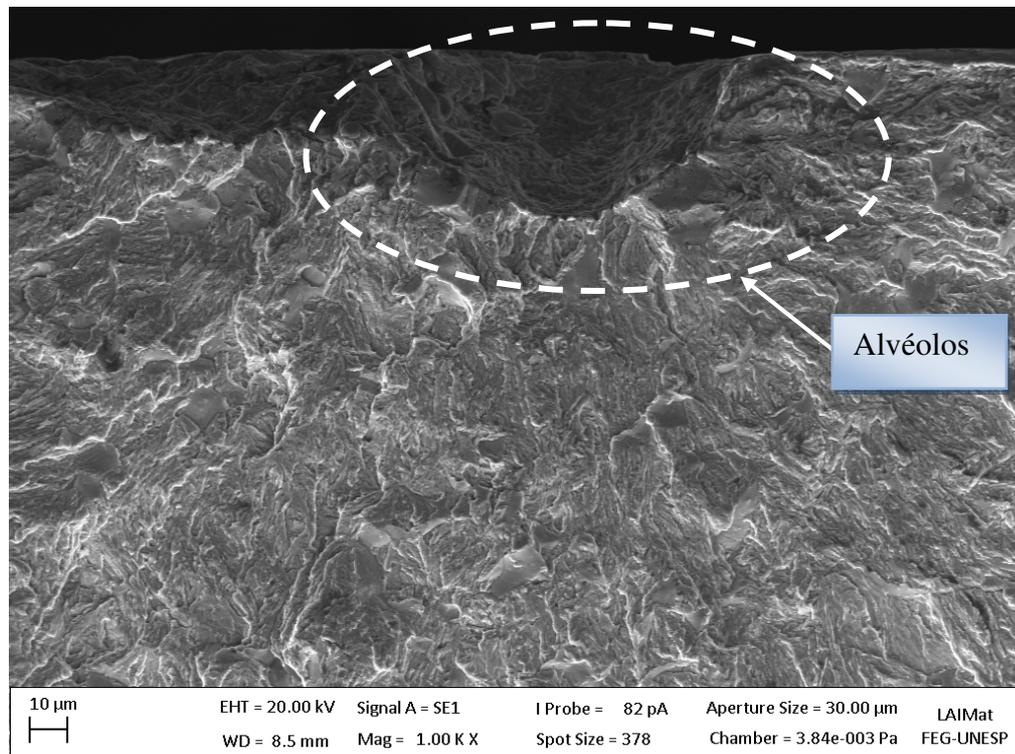
Na região de início (Figura 86 e 87) e propagação (Figura 88) da trinca no aço 300M com microestrutura predominantemente bainítica, a propagação inicial da trinca ocorreu na direção radial, formando picos e vales menos profundos que os observados na condição recozida. No entanto, nota-se que o mecanismo ativado difere do observado no aço recozido. Observa-se que a propagação ocorre com a formação de degraus, deixando expostas ondulações com altos e baixos e pequenos alvéolos que circundam as facetas de grãos expostos.

Figura 86 – Nucleação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.



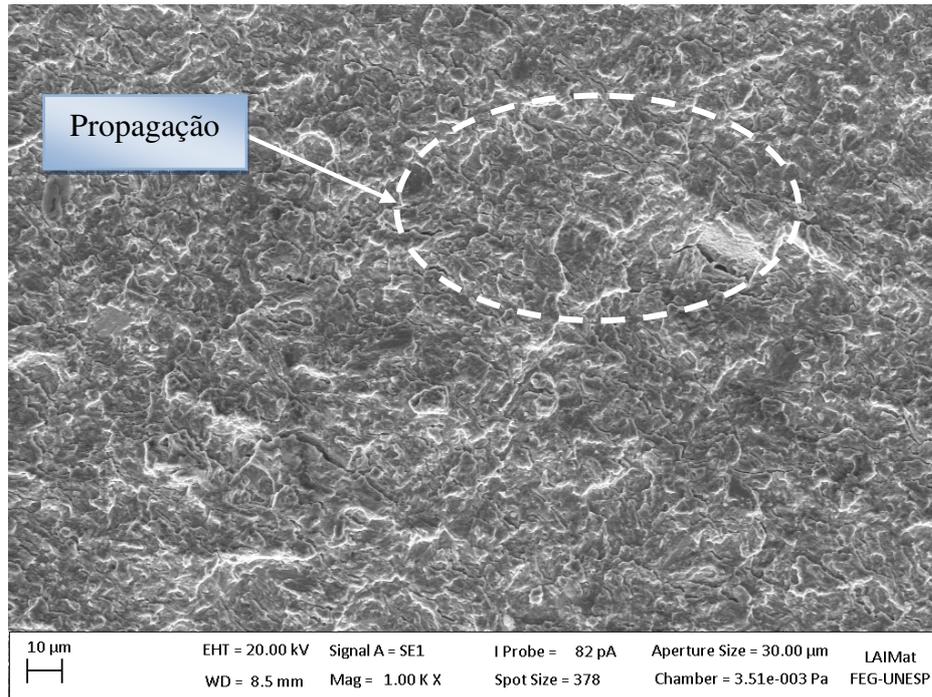
Fonte: Autor.

Figura 87 – Nucleação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.



Fonte: Autor.

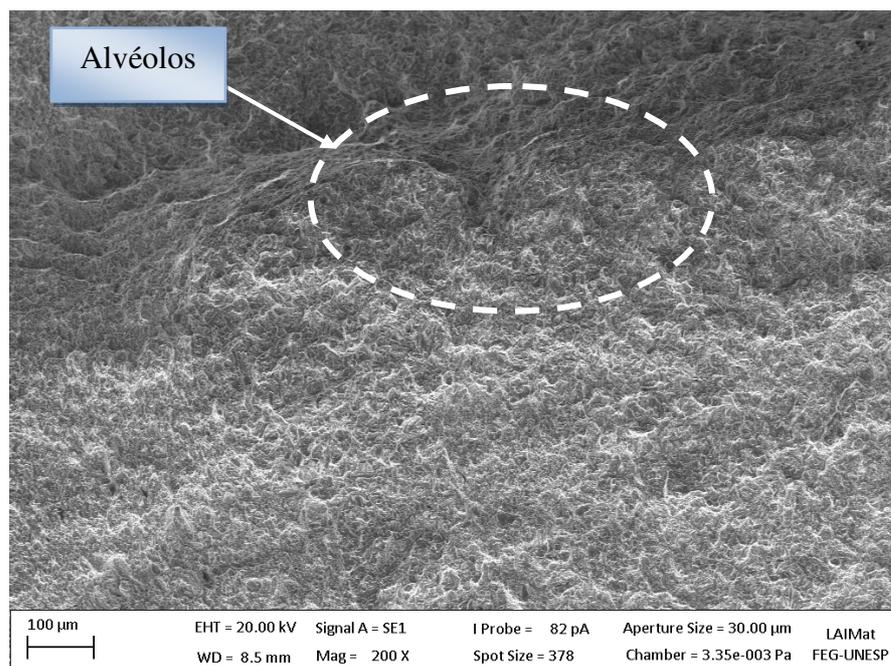
Figura 88 – Propagação da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.



Fonte: Autor.

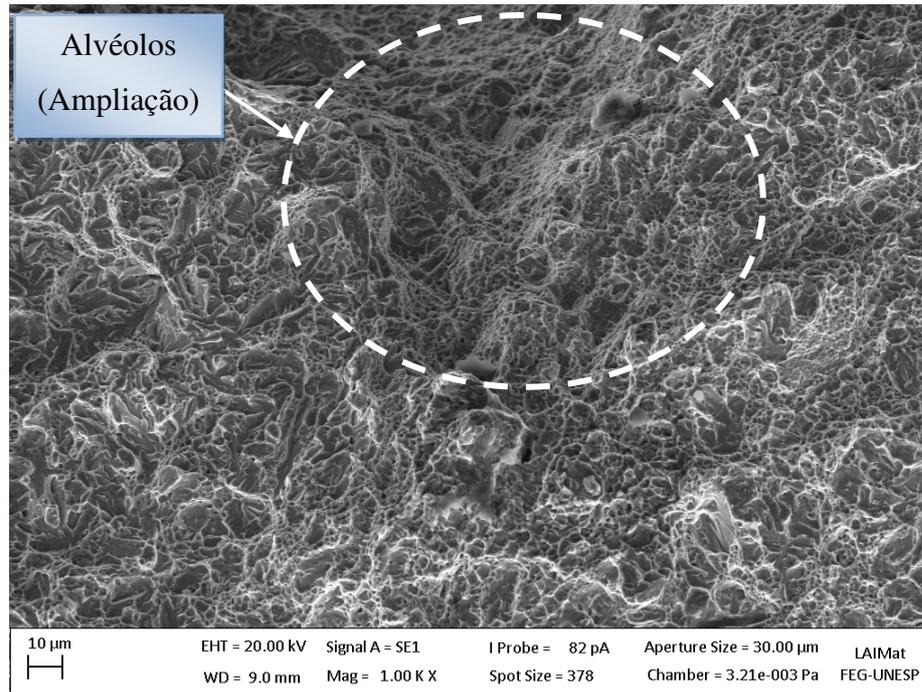
Na fratura final do aço 300M com estrutura bainítica a Figura 89 e 90 observam-se algumas trincas secundárias e aparência generalizada de fratura mista, com a presença de alvéolos e planos de clivagem.

Figura 89 – Final da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.



Fonte: Autor.

Figura 90 - Final da trinca por fadiga do aço 300M com estrutura bainítica.

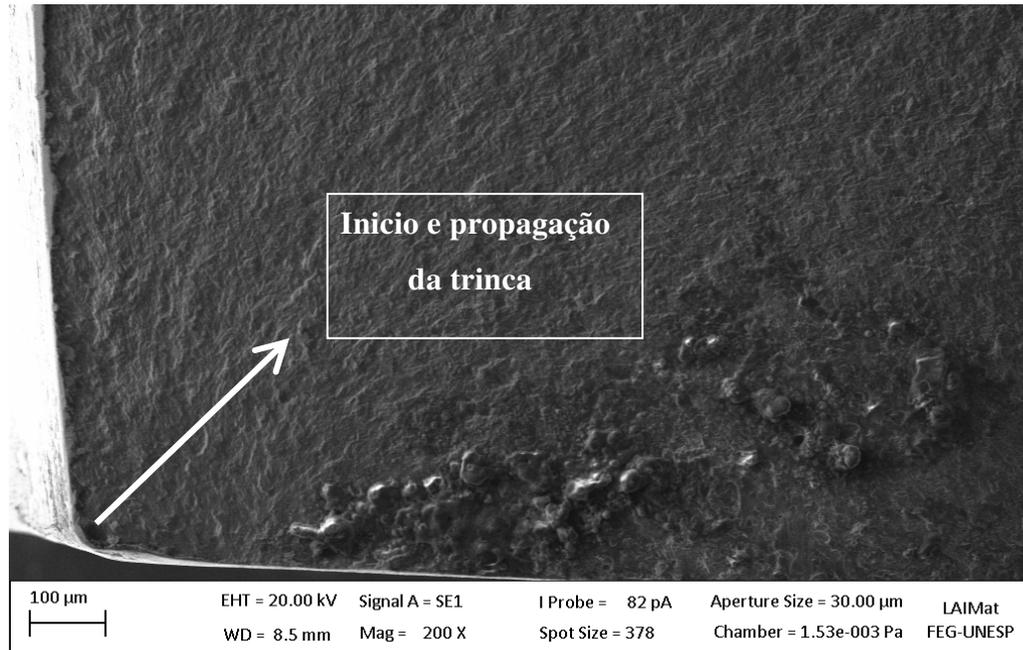


Fonte: Autor.

4.5.4.3 Aço 300M Carbonetado a Laser

Para as condições carbonetadas a laser com velocidade de irradiação de 600 e 800 mm/s, foram utilizadas as amostras com Tensão 300 MPa e 581 mil ciclos e tensão de 400 MPa e 724 mil ciclos respectivamente. A Figura 91 mostra a macroscópica o aço 300M Carbonetado a Laser na velocidade de 800 mm/s, a imagem mostra uma superfície de fratura sem redução de área, com início da fratura na lateral como ilustrado.

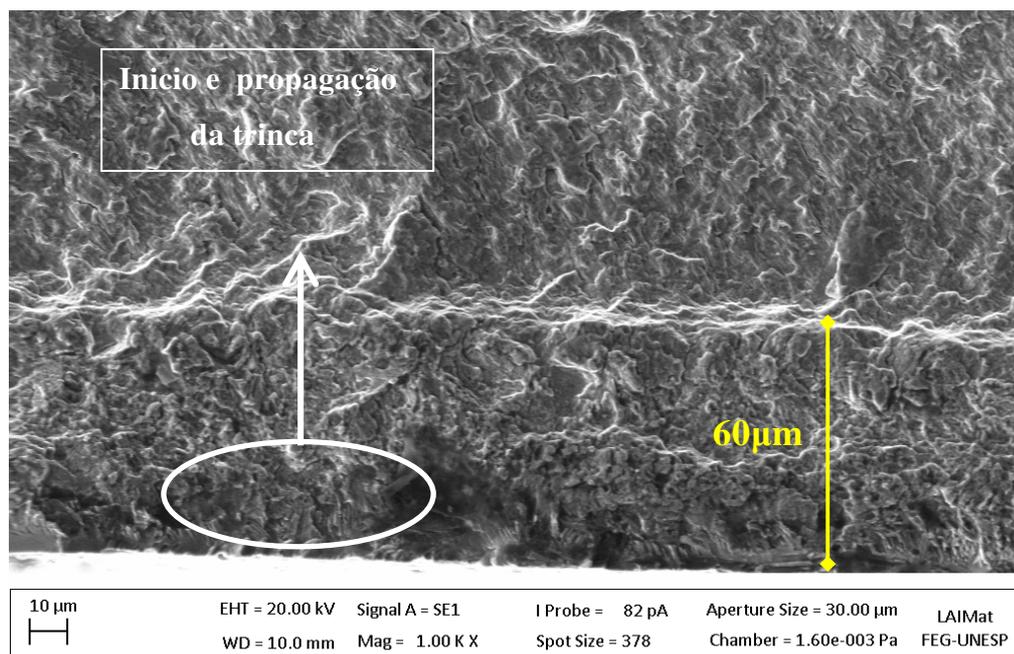
Figura 91 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 800 mm/s.



Fonte: Autor.

A Figura 92 mostra o aço 300M após tratamento de superfície de Carbonetação a Laser. Observa-se na imagem a distância do início da fratura na borda (profundidade aproximada de 60 µm), assim como, mostra a transição de fratura entre a borda com característica de fratura frágil e seguindo ao centro a fratura apresentando característica dúctil, para condição velocidade de 600 mm/s.

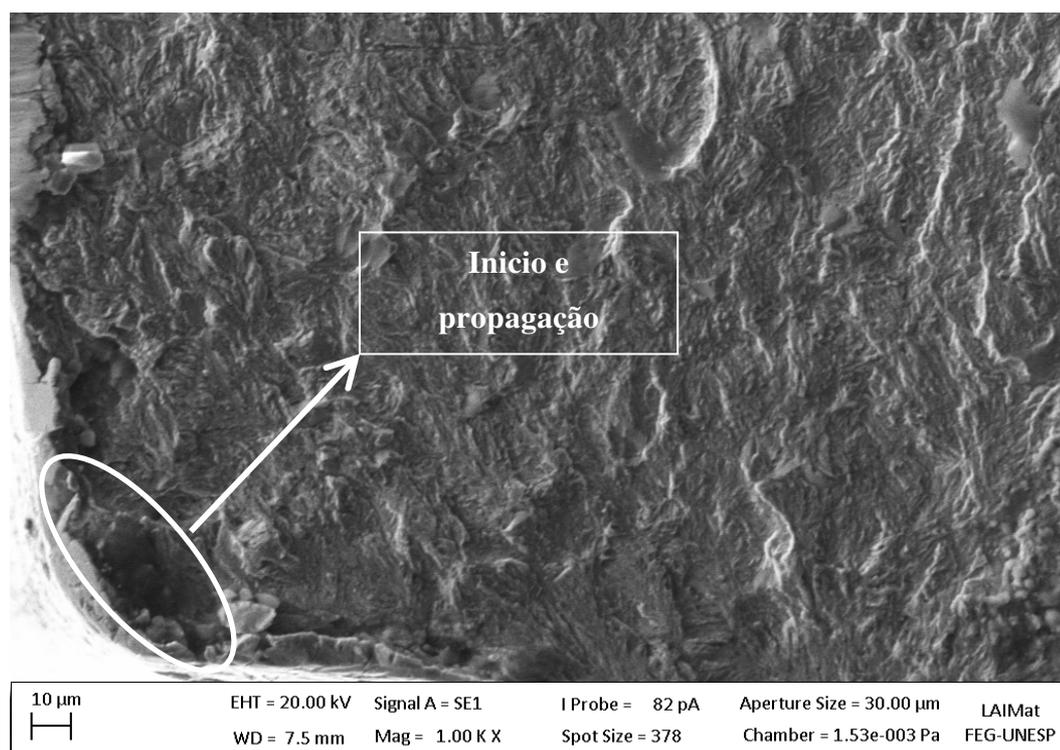
Figura 92 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 600 mm/s.



Fonte: Autor.

Em análise microscópica (Figura 93), observa-se a região do início e propagação da fratura formada por uma região fibrosa com características de fratura mista com predominância de facetas de clivagem (frágil) e trincas secundárias intergranulares, para velocidades de 800 mm/s.

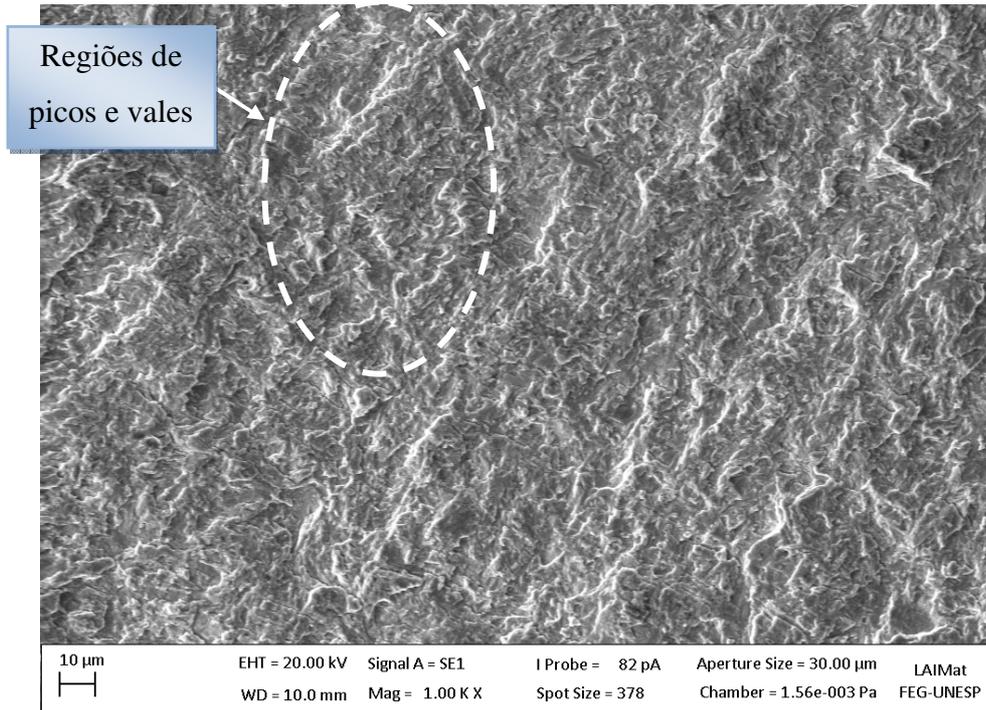
Figura 93 – Micrografia do início da fratura e mecanismo de fratura velocidade 800 mm/s.



Fonte: Autor.

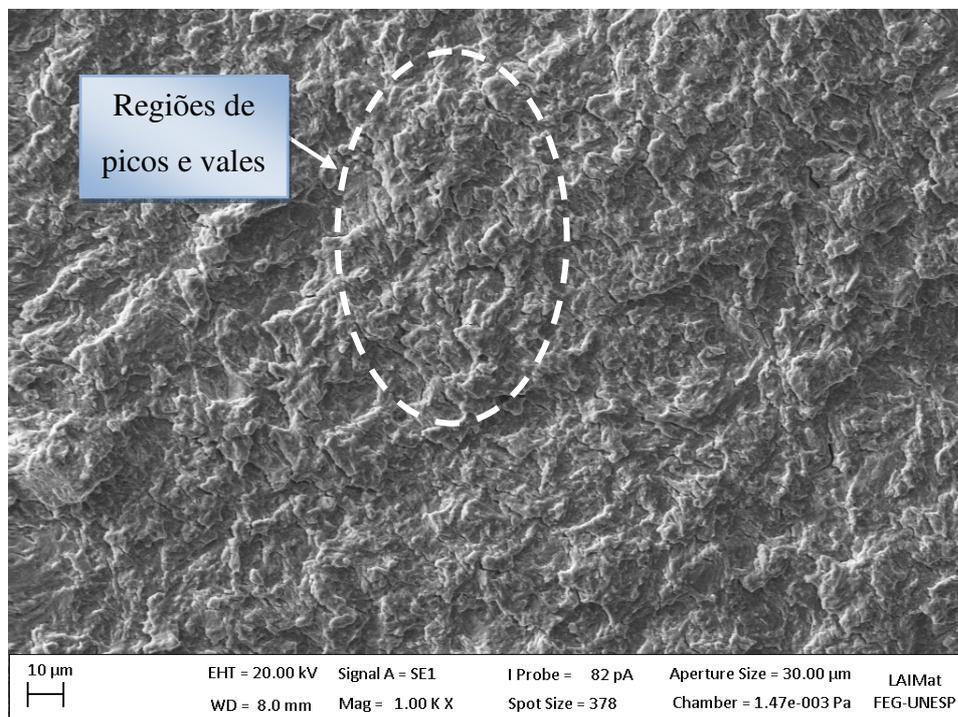
As Figuras 94 e 95 mostram micrografia da região de propagação da fratura, observa se regiões com deformações plásticas (áreas brancas) e definidas como picos e vales.

Figura 94 – Micrografia da região de propagação da fratura para velocidade 600 mm/s.



Fonte: Autor.

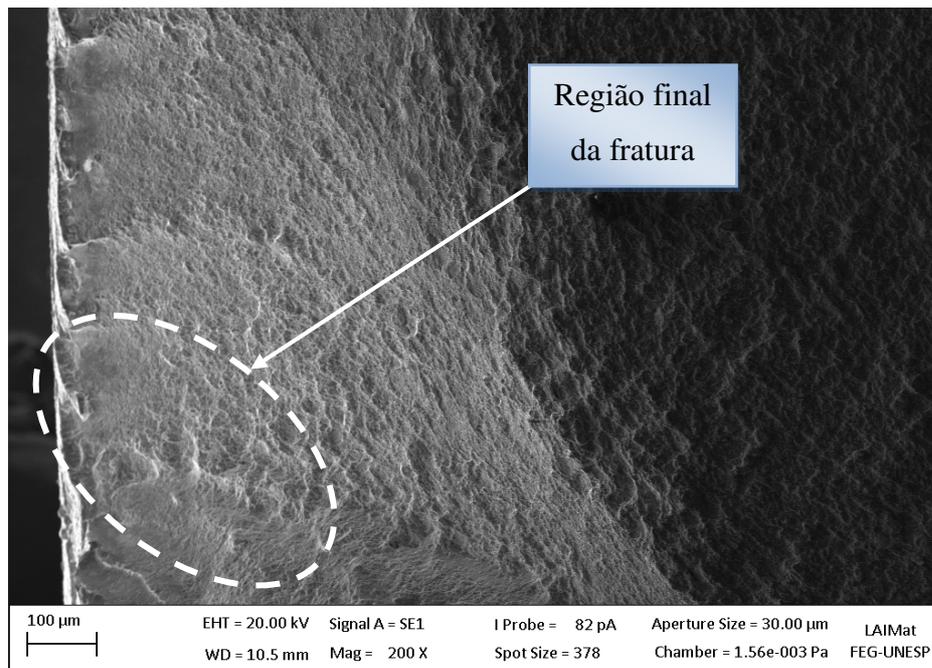
Figura 95 – Micrografia da região de propagação da fratura para velocidade 800 mm/s.



Fonte: Autor.

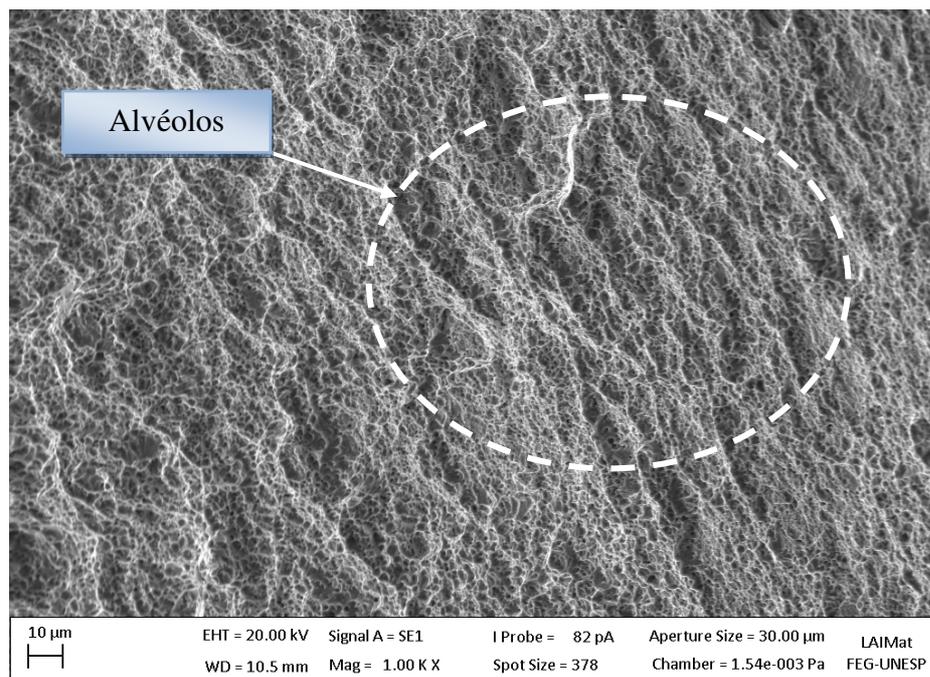
A Figura 96 mostra a micrografia da região final da fratura, para condição de 600 mm/s observa se regiões com deformações plásticas (áreas brancas), e a Figura 97 mostra a região da fratura ampliada com aparência generalizada de fratura mista, com a presença de alvéolos e com algumas facetas de clivagem.

Figura 96 – Micrografia da região final da fratura para velocidade 600 mm/s.



Fonte: Autor.

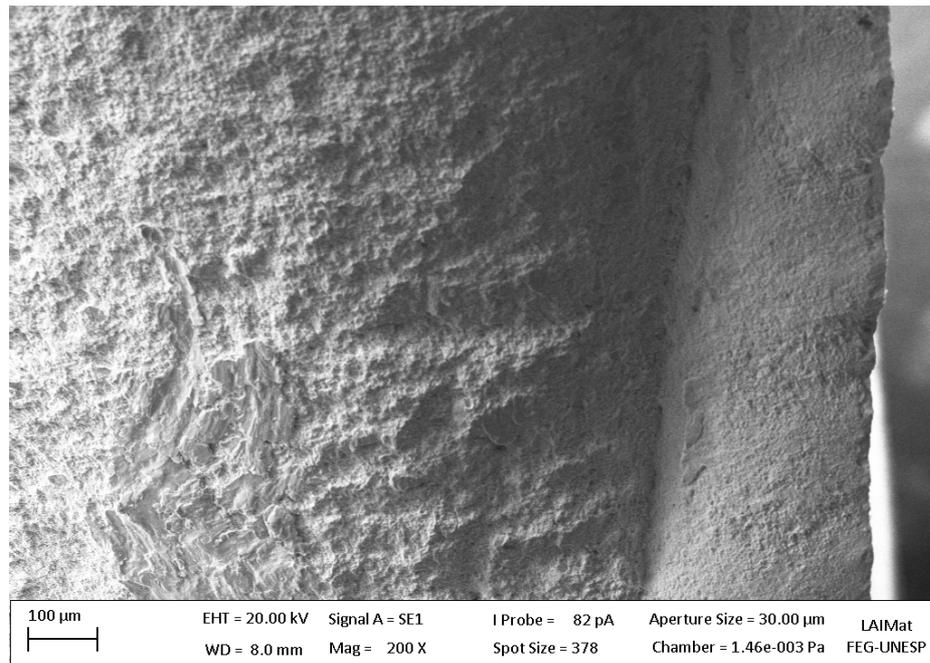
Figura 97 – Micrografia da região de final da fratura para velocidade 600 mm/s.



Fonte: Autor.

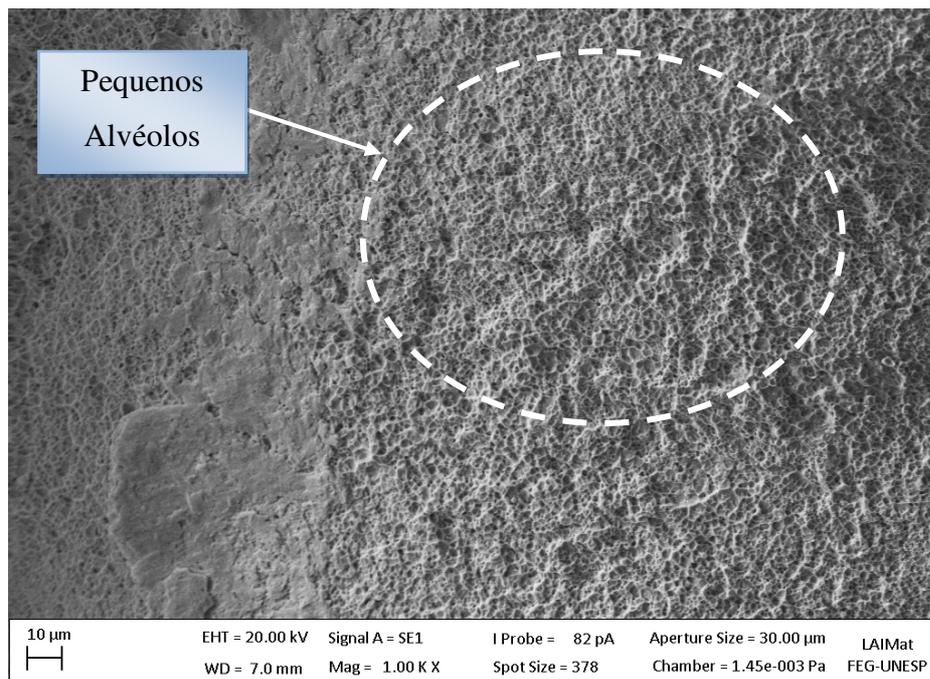
Para condição de 800 mm/s observa se nas Figuras 98 e 99, que a região final da fratura é semelhante ao observado para condição de 600 mm/s com deformações plásticas (áreas brancas), e com aparência generalizada de fratura mista, com a presença de alvéolos e planos de clivagem.

Figura 98 – Micrografia da região final da fratura para velocidade 800 mm/s.



Fonte: Autor.

Figura 99 – Micrografia da região de final da fratura para velocidade 800 mm/s.

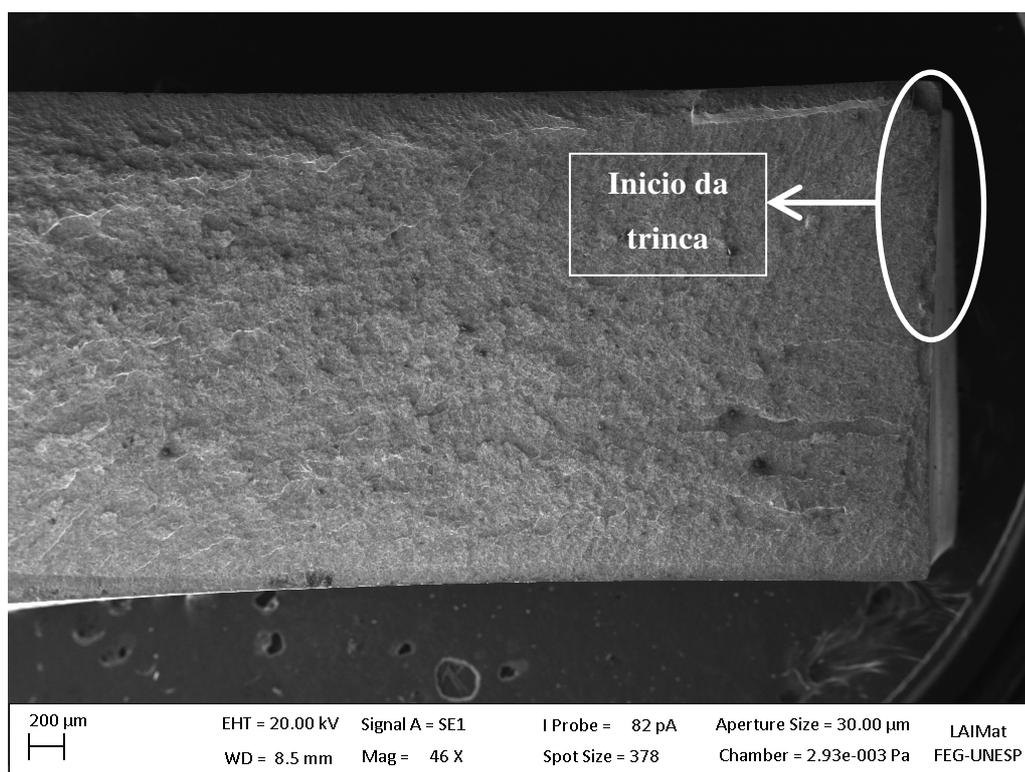


Fonte: Autor.

4.5.4.4 Nitretado a plasma (NP)

A Figura 100 mostra a característica de fratura do aço 300M, se se rompeu na tensão de 1.000 MPa e 499 mil ciclos após tratamento termoquímico de nitretação a plasma. Pode-se observar inicialmente que todos os corpos de prova utilizados romperam na área útil, apresentaram características de fratura semelhantes em regiões próximas da borda.

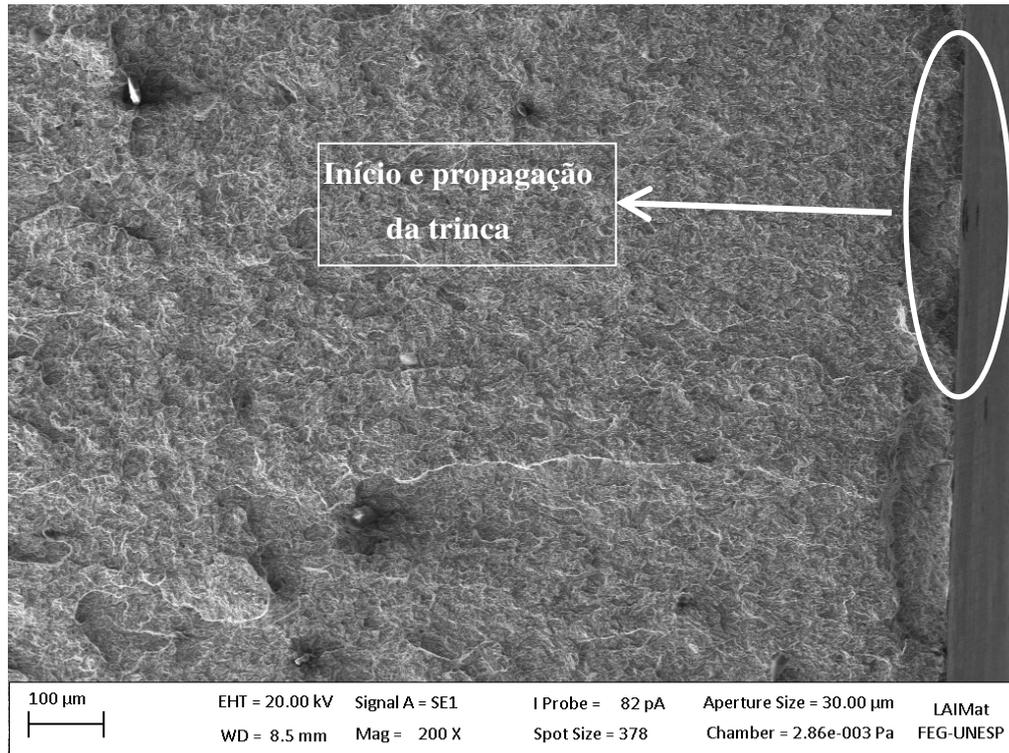
Figura 100 – Aspectos da superfície de fratura por fadiga do aço 300M Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

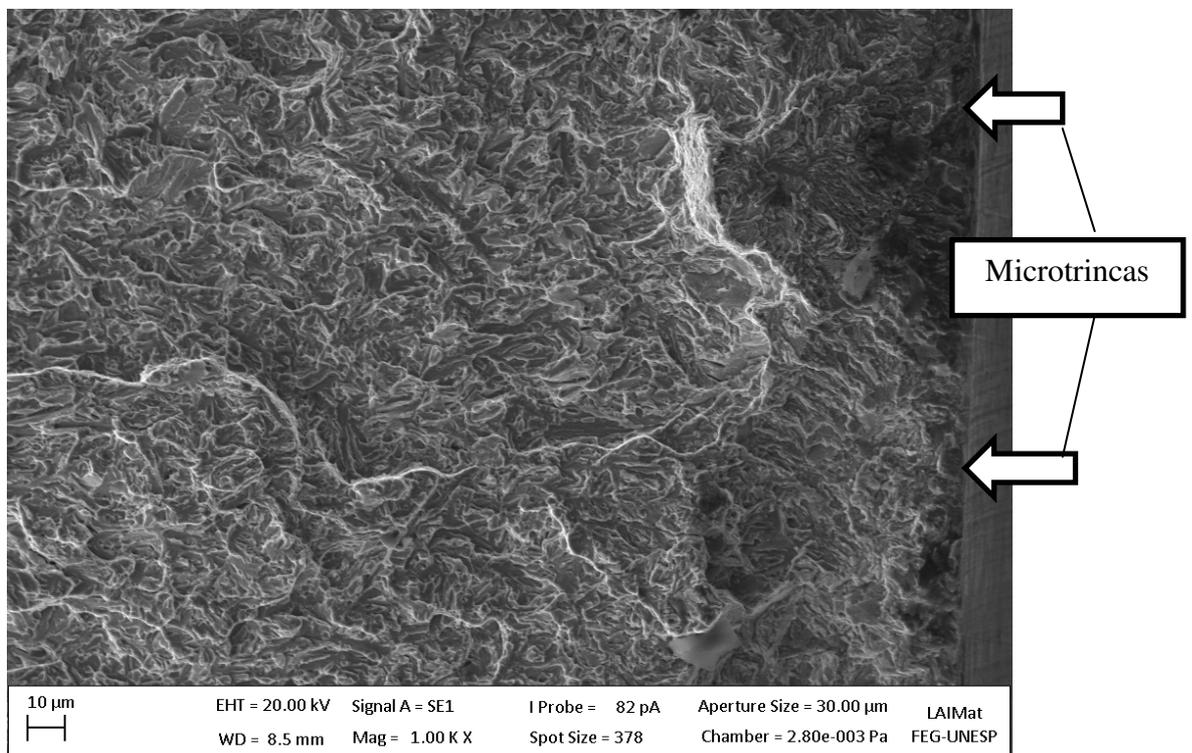
As Figuras 101 e 102 apresentam a micrografia da região de início de fratura na superfície, onde se observou refinamento de grão, formação de camada branca e elevada dureza, um somatório que favorece a propagação de trinca.

Figura 101 – Micrografia do início da fratura para aço Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

Figura 102 – Micrografia do início da fratura para aço Nitretado a Plasma.

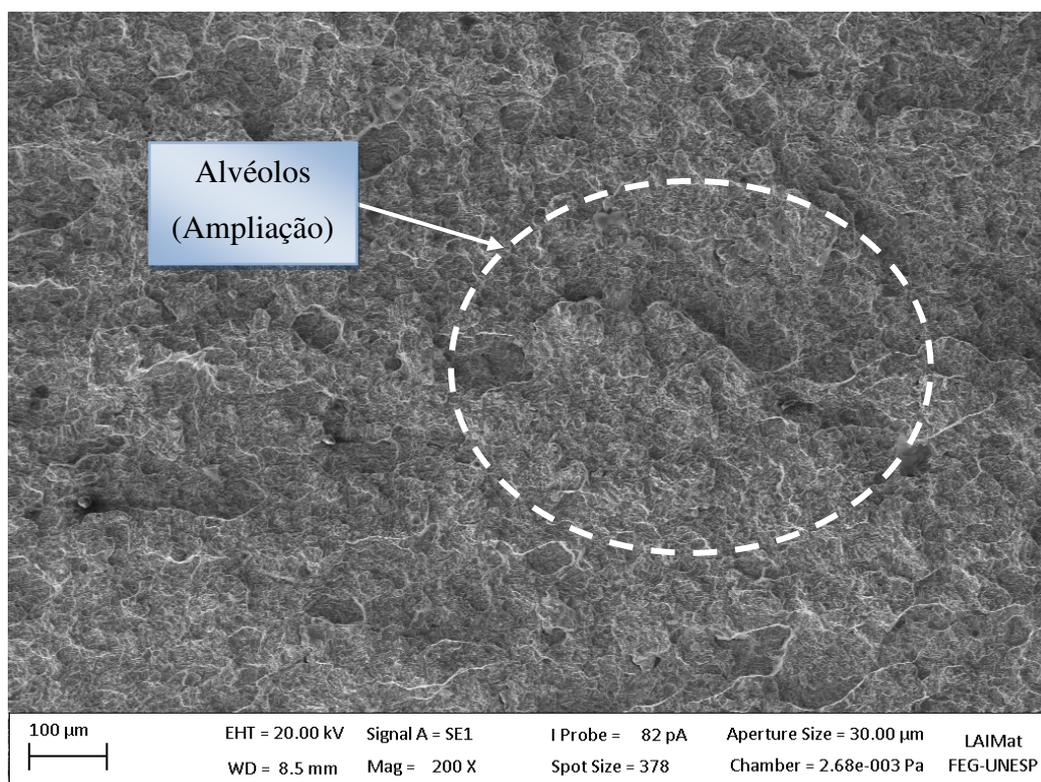


Fonte: Autor.

Analisando as Figura 103 em análise micrográfica observou-se próximo a região de borda, que após tratamento termoquímico apresenta possíveis tensões compressivas proveniente da difusão e precipitação de nitrogênio, assim como refinamento de grão, formando regiões com micromecanismo de ruptura com característica frágil (clivagem), diminuindo localmente a resistência do material, contudo na transição entre a ruptura na borda, seguindo para o centro da amostra.

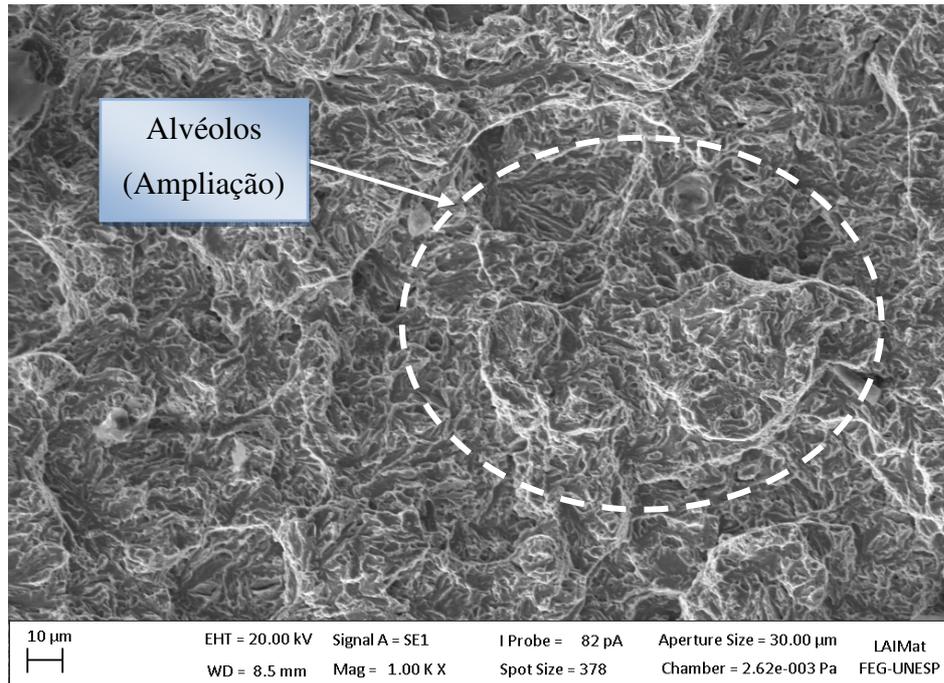
A região de propagação das trinca é observada na Figura 104, com detalhes de grãos mais grosseiros, com fratura frágil e trincas intergranulares com predominância de facetas de clivagem.

Figura 103 – Micrografia da propagação da fratura e mecanismo de fratura para aço Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

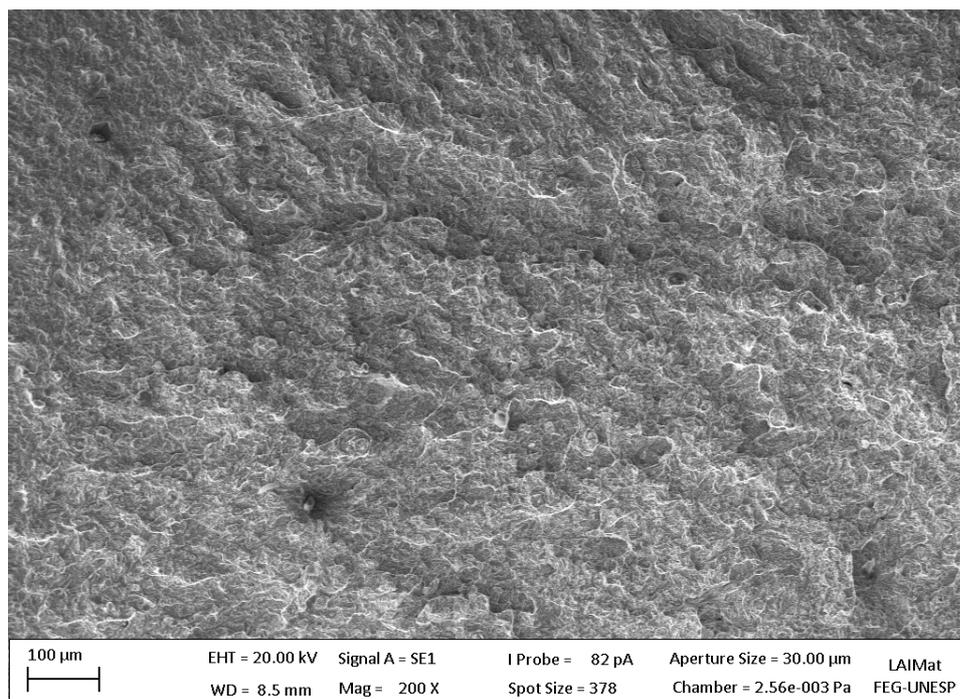
Figura 104 – Micrografia da propagação da fratura para aço Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

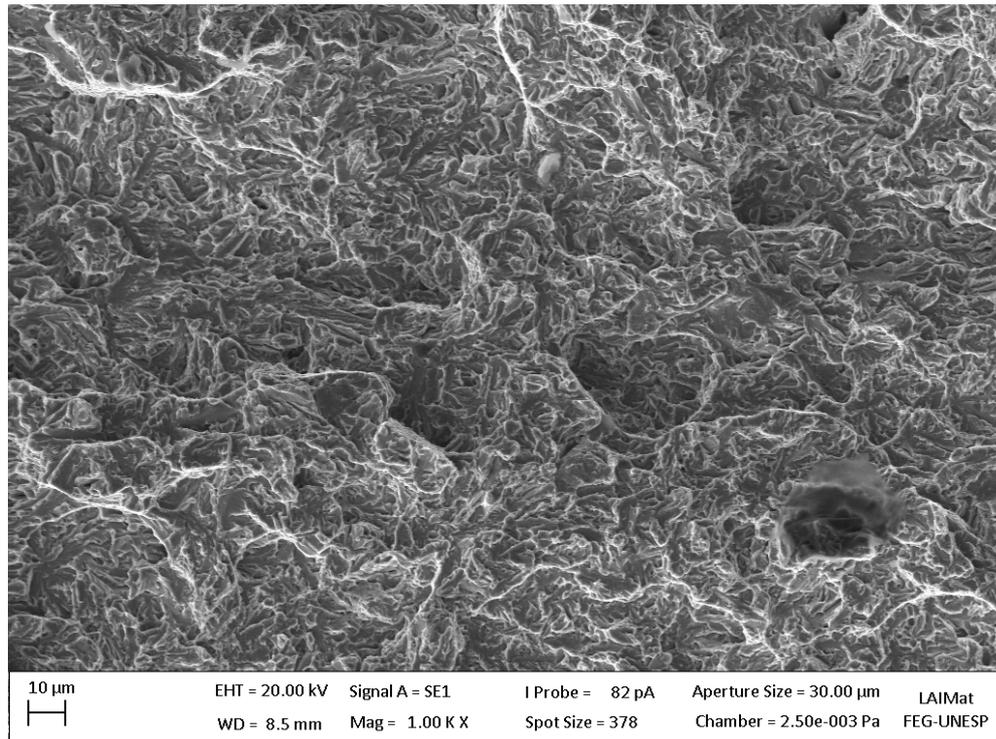
As Figuras 105, 106 e 107 em análise micrográfica observaram-se final da fratura, que após tratamento termoquímico, observam-se grãos mais grosseiros, com fratura frágil e trincas intergranulares com predominância de facetas de clivagem.

Figura 105– Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.



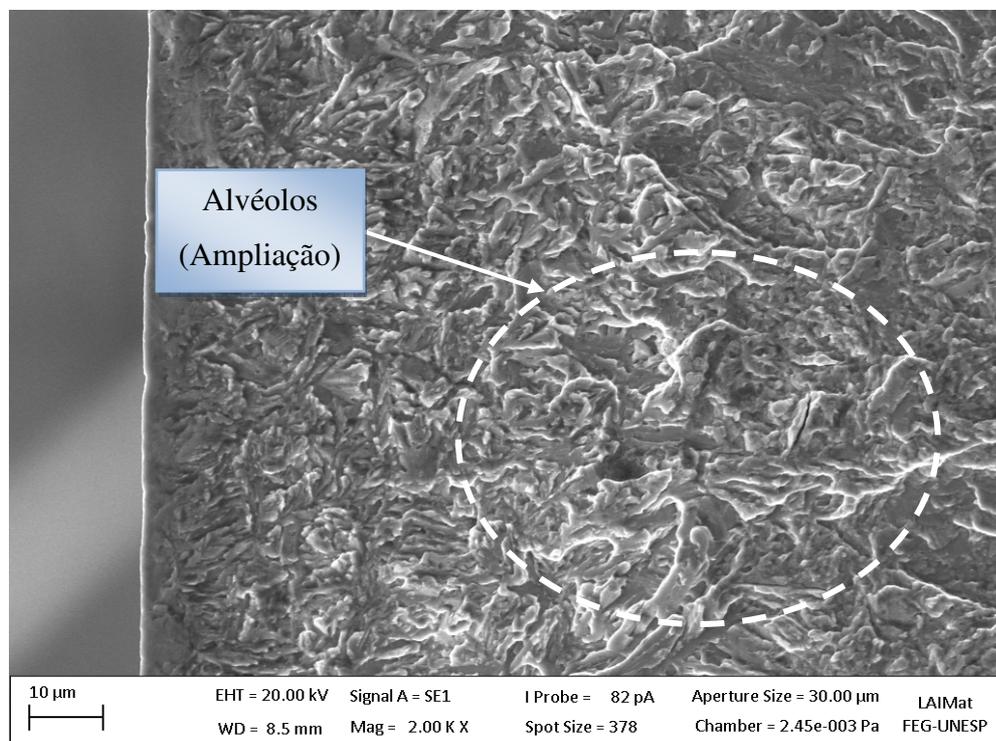
Fonte: Autor.

Figura 106 – Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

Figura 107 – Micrografia do final da fratura para aço Nitretado a Plasma.



Fonte: Autor.

5 CONCLUSÃO

Para a aplicação do tratamento de superfície de carbonetação, a utilização do laser de CO₂ mostrou-se como uma eficiente alternativa. Fixando os parâmetros em 125 W de potência, 500 PPP de resolução, obtiveram-se os melhores resultados para as velocidades de 600 e 800 mm/s. Após a irradiação, foram formadas camadas uniformes, com boa espessura e com dureza elevada na superfície.

A nitretação a plasma apresentou formação de camada nitretada e difusa homogênea, sem microtrincas, com valores de dureza superiores e de menor espessura comparadas às camadas formadas pelos tratamentos a Laser.

Os ensaios de tração se mostraram semelhantes para todas as condições estudadas, não houve alteração significativa no limite de escoamento ou no limite de resistência, isto devido a microestrutura predominante bainítica. Foi apenas observada uma redução no alongamento para a condição nitretada a plasma.

O tratamento de nitretação a plasma melhorou o desempenho em fadiga do aço 300M bainítico. Houve uma elevação na dureza da superfície, com provável aparecimento de tensões residuais de compressão, sem elevação da rugosidade. Estes fatos foram decisivos para a melhoria em fadiga.

O desempenho em fadiga para o aço submetido ao tratamento de carbonetação a laser foi semelhante ao aço com estrutura bainítica. A dureza da região carbonetada foi semelhante à observada na estrutura bainítica, não contribuindo para retardar o aparecimento de microtrincas na superfície e, houve um aumento na rugosidade, fator que contribuiu para piorar o desempenho em fadiga.

6 TRABALHOS FUTUROS

Os elevados valores de durezas encontradas nas camadas revestidas e a presença de grafita na superfície sugerem que se poderão obter bons resultados em processos de desgaste por deslizamento, pois a grafita pode ser utilizada como um lubrificante sólido.

Esta camada pode ainda melhorar as propriedades contra a corrosão, porém, estes itens necessitam de estudos com testes de desgaste e de corrosão para avaliar as reais possibilidades desta aplicação.

Estudar as tensões residuais próximas à superfície que recebeu tratamento de carbonetação ou nitretação.

Estudar as novas fases formadas, detectadas pelo difratograma de raios-X, não identificadas até o momento.

REFERÊNCIAS

ABDALLA A. J., VASCONCELOS G., PORTELA A.G., CARDOSO A.S.M., BAPTISTA C.A.R.P., Tratamento de superfície a laser em aços 4340 e 300M, **Congresso TTT**, 2012.

Antonio Jorge Abdalla, Vladimir Henrique Baggio-Scheid, Carlos Antonio Reis Pereira Baptista, Miguel Justino Ribeiro Barbosa. **Fatigue Life Changing in Rolled Carbon Steel after Plasma Thermochemical Treatments**. INEGI - Institute of Science and Innovation in Mechanical and Industrial Engineering. **ScienceDirect**. Procedia Engineering 2 (2010)1653 – 1661 proeng.2010.03.178.

ABDALLA A. J.; BAGGIO-SCHEID V. H.; BAPTISTA A. C. R.; BARBOSA M. J. R. Melhoria nas propriedades de um aço de baixo carbono tratado termoquimicamente a plasma, In: 8º CONGRESSO IBERO AMERICANO DE ENGENHARIA MECÂNICA, **Anais...**, Cusco: VIII CIBIM, 2007.

ABDALLA, A. J., HASHIMOTO T. M., PEREIRA, M. S., ANAZAWA, R. M. **Formação da fase bainítica em aços de baixo carbono**. **Revista Brasileira de Vácuo**, v. 25, p. 175-181, 2006.

ABDALLA, A. J.; SHEID V. H. B. Tratamentos termoquímicos a plasma em aços carbono, **Revista Corrosão e Proteção de Materiais**, v. 25, p. 92 – 96, 2006.

AGLAN, H.A.; LIU, Z.Y.; HASSAN, M.F.; FATEH, M. Mechanical and fracture behavior of bainitic rail steel. *Journal of Materials Processing Technology*, Tuskegee, v.151, p.268-274, 2004.

ANAZAWA, R. M. Caracterização mecânica e microestrutural de um aço 300M com microestrutura multifásica. 2007. 194f. **Tese** (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia do Câmpus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

ANAZAWA, R.M.; ABDALLA, A.J.; HASHIMOTO, T.M.; PEREIRA, M.S. Efeito dos tratamentos intercrítico e isotérmico sobre as propriedades mecânicas e a microestrutura no aço 300M. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, São José dos Campos, v.25, n.2, p.93-97, jun. 2006.

ANAZAWA, R.M.; ABDALLA, A.J.; HASHIMOTO, T.M.; PEREIRA, M.S.; CARRER, G.R.; ELISEI, C.C.A.; BAPTISTA, C.A.R.P. Aumento do limite de escoamento de um aço multifásico devido ao envelhecimento por deformação e efeito TRIP. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, São José dos Campos, v.27, n.1, p.19-23, mar. 2008.

ANNIBAL Jr., E.G.; ROTELLI, R.M.; OLIVEIRA Jr., J.E.G.; FERRER, M.H. Desenvolvimentos recentes em aços TRIP aplicáveis na indústria automobilística: uma revisão. In: CONGRESSO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA MECÂNICA, 12, 2005, Ilha Solteira. Anais... Ilha Solteira: Associação Brasileira de Engenharia e Ciências Mecânicas, 2005, p1-2.

ARCANJO, E. P. **Caracterização do comportamento à fadiga de molas**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2008. pg.14-19.

ASHBY, M. F.; JONES, D. R. H. **Engineering Materials 2: An Introduction to Microstructures, Processing and Design**, 2. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 1999. 392p.

ASM HANDBOOK ONLINE. ASM DESK EDITIONS. **Ultrahigh-Strength Steels**. Disponível em <<http://products.asminternational.org/hbk/index.jsp>>. Acesso em: 10 de junho de 2014.

ASM HANDBOOK. **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**, v I, 10. ed. Ohio (EUA): Metals Handbook, 1990, v. 1, 2521p.

ASM INTERNATIONAL. **ASM handbook**: desk edition. 2.ed. Metals Park, 1998.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook**: properties and selection irons steels and high performance alloys. Materials Park, 1993. v. 1

ASSUMPÇÃO, L. F. **Otimização de um processo de têmpera por laser em aço 1045**. Tese (Mestrado), Universidade Federal do Paraná, Centro Politécnico. Curitiba, 2009.

ASSUMPÇÃO, L. F., OLIVEIRA, A.S.C.M. **Têmpera superficial por laser de aço ao chumbo**. Universidade Federal do Paraná, Centro Politécnico. Curitiba, 2008.

AVISHAN, B.; GARCÍA-MATEO, C.; YAZDANI, S.; CABALLERO, F.G. Retained austenite thermal stability in a nanostructured bainitic steel. *Materials Characterization*, Tabriz, v.81, p.105-110, apr. 2013.

BENEDEK, J., SHACHRAI, A., LEVIN, L. **“Case hardening of steel by a CO₂ laser beam”**. *Optics and laser technology*, October, 1980.

BHADESHIA, H.K.D.H. *Bainite in steels – 2nd edition*. London: Institute of Materials, 2001. 454p.

BRANDÃO, S.A.A. **A influência da deformação plástica sobre a estabilidade mecânica da austenita retida em aços 300m**. 2007. 103p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Materiais) – Faculdade Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2007.

CABALLERO, F.G.; CHAO, J.; CORNIDE, J.; GARCÍA-MATEO, C.; SANTOFIMIA, M.J.; CAPDEVILA, C. Toughness deterioration in advanced high strength bainitic steels. *Materials Science and Engineering A*, Madrid, v.525, p.87-95, jun. 2009b.

CABALLERO, F.G.; MILLER, M.K.; CLARKE, A.J.; GARCÍA-MATEO, C. Examination of carbon partitioning into austenite during tempering of bainite. *Scripta Materialia*, Madrid, v.63, p.442-445, mai 2010.

CABALLERO, F.G.; SANTOFIMIA, M.J.; GARCÍA-MATEO, C.; CHAO, J.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Theoretical design and advanced microstructure in super high strength steels. *Materials and Design*, Madrid, v.30, p.2077-2083, 2009a.

CAMARINHA, M. G. G. **Avaliação do comportamento em fadiga do aço Maraging 300 submetido a processo de soldagem a laser.** Dissertação (Mestre em Ciências – Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo. Lorena, 2013. Pg

CARDOSO A.S.M., ABDALLA A. J., LIMA M. S. F.; Comparative study of laser welding and heat treatments done in three types of high strength steel: 4340, 300M, Maraging 300; **SAE International**, 2013.

CARDOSO, A.S.M. Propriedades mecânicas dos aços aeronáuticos tratados termicamente e termoquimicamente a plasma após soldagem a laser. 215p. Tese (Doutorado) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2016.

CARDOSO, A.S.M.; BAPTISTA, C.A.R.P.; CARVALHO, S.M.; ABDALLA, A.J., LIMA, M.S.F. Estudo do comportamento da soldabilidade a laser dos aços de alta resistência e baixa liga AISI 4340 e 300M. 19º **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais** – CBECiMat, 2010.

CARRER, I.R.; ABDALLA, A. J.; BARBOZA, M.J.R. ; SUZIKI, P.A. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 65, 2010. Anais... Associação Brasileira de Metais, 2010, p. CDROM, 2010.

CARVALHO S. M.; LIMA, M. S. F. **Laser beam welding tempered 300M ultrahigh mechanical strength steel. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering** (Impresso),v. 34, p. 18-23, 2012.

CARVALHO, S. M. Soldagem com laser a fibra do aço 300M de alta resistência. **Dissertação** (Mestrado), 2009, 80 f. – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2009.

CHAGAS, D. C.; A. N. Dias; E. F. Antunes; G. Vasconcelos. **Aplicação de lubrificantes sólidos (negro de fumo) e tratamento térmico superficial de têmpera em matrizes de aço AISI 4340 via laser CO₂**, IV SICI - Anais do Seminário Anual de Iniciação Científica e Pós Graduação do IEAv, vol.1, São José dos Campos, São Paulo, 2010, ISSN 2175-2729.

CHANG, D.Y., S.Y.LEE, KANG, S.G., *Surf.Coat.Technol.* 116/119,1999, 391-397.

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 7. ed, São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008, 599p.

COLLINS, G. C.; HUTCHINGS, R.; TENDYS, J.; SAMANDI, S. Advanced surface treatments by plasma ion implantation. **Surf. Coat. Technol.** 68/69, 285-293, 1994.

D.SANTOS, G.VASCONCELOS, A.J.ABDALLA, M.S.F.LIMA, F.SOUZA NETO. **Surface Characterization in a 300 M Bainitic Steel Laser Carburizing**. INEGI - Institute of Science and Innovation in Mechanical and Industrial Engineering. **ScienceDirect**. Procedia Engineering 114 (2015) 322 – 329 proeng.2015.08.075

DAVIS, J.R. **Surface Hardening of Steels: understanding the basics**. Materials Park: ASM Internacional, 2002, 351 p.

DE COCK, T.; FERRER, J. P.; CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F. G.; LÓPEZ, V.; GARCÍA DE ANDRÉS, C. Austenite retention in low Al/Si multiphase steels. Scripta Materialia, Madrid, v.55, p.441-443, jun. 2006.

DESTRO, M.G. **Curso de Segurança do Trabalho na Operação de Lasers**, 2010. Apostila do curso oferecido pelo IEAv-DCTA, São José dos Campos-SP, 2010.

DINAMIC METAL INTERNACIONAL. **Maraging/Vascomax allot steel**. Disponível em <<http://www.dynamicmetals.net/maraging.html>>. Acesso em: 27 maio 2013.

FANTON, L. ; ABDALLA, A. J. ; LIMA, M. S. F. **Heat Treatment and Yb- Fiber Laser Welding of a Maraging Steel**. Welding Journal, v. 93, p. 362-368, 2014.

FOUQUET, V. et al; Nitridation of Ti6Al4V by PBII: Study about nitrogen diffusion and nitride growth mechanics. Surface and Coating Tecnology, 186, p. 34 a 39, 2004.

GANEV, R.A. “**Low-power laser hardening of steels**”, Journal of Materials Processing Technology, 121(2002), p. 414-419.

GARCIA, A. **Ensaio de materiais**. Rio de Janeiro: LTC, 2010.

GIRAULT, E. et al. ; Comparison of the effects of silicon and aluminum on the tensile behavior of multiphase TRIP-assisted steels. Scripta Materialia, v.44, p.885-892, 2001.

GRAÇA, M.L.A.; HOO, C.Y.; SILVA, O.M.M.; LOURENCO, N.J. Failure analysis of a 300M steel pressure vessel, **Engineering Failure Analysis**, v. 16, p. 182–186, 2009.

HANDBOOK COMMITTEE (ed.), **ASM Handbook**: Heat Treating. Utah: International Library Service, 1991, v. 4, p. 420-424.

HORTA, W. S.; CÂNDIDO, L. C.; GODEFROID, L. B.; QUITES, V. R.; MORAIS, W. A. Influência da microestrutura na tenacidade à fratura e na resistência à fadiga de um aço AISI 4140. In: CONGRESSO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS DO MERCOSUL, 2, Joinville, 2004. Anais do II Sulmat, Joinville: UDESC, 2004, 9p.

JACQUES, P.J.; LADRIÈRE, J.; DELANNAY, F. On The Influence of Interactions between Phases on the Mechanical Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced Plasticity Multiphase Steels. Metallurgical and Materials Transactions A, v.32A, p.2759-2768, nov. 2001b.

KOZESCHNIK, E.; BHADESHIA, H. K. D. H. Título do artigo. **Materials Science and Technology**, v.24, p.343-347, 2008.

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure and Performance**. Materials Park: ASM Internacional, 2005. 427 p.

KWON, E. P.; FUJIEDA, S.; SHINODA, K.; SUZUKI, S. Characterization of transformed and deformed microstructures in transformation induced plasticity steels using electron backscattering diffraction. Materials Science and Engineering A, Sendai, v.528, p.5007-5017, mar. 2011.

LAMPMAN, S. Introduction to Surface Hardening os Steels. **Metals Handbook – ASM**. Utah: International Library Service, 1991, v.4, p. 259-267.

LEIRO, A.; VUORINEN, E.; SUNDIN, K. G.; PRAKASH, B.; SOURMAIL, T.; SMANIO, V.; CABALLERO, F. G.; GARCÍA-MATEO, C.; ELVIRA, R. Wear of nanostructured carbide-free bainitic steels under dry rolling–sliding conditions. *Wear*, Lulea, v.298–299, p.42–47, 2013.

LIMA, M S F; SANKARÉ, S. Microstructure and mechanical behavior of laser additive manufactured AISI 316 stainless steel stringers. **Materials in Engineering** (Cessou em 1982. Cont. ISSN 0264-1275 Materials and Design), v. 55, p. 526-532, 2014.

LIMA, M.S.F. Lasers in Material Processing. In: LACKNER, **Lasers in Chemistry: Influencing Matter**, 2008, p.1195-1209.

LOPES, J. C. O. Os aços Maraging. **Ciência e Tecnologia dos Materiais**, v.19, nº 1/2, p. 41-44, 2007.

LUO, Y.; PENG, J.; WANG, H.; WU, X. Effect of tempering on microstructure and properties of a non-quenched bainitic steel. *Materials Science and Engineering A*, Shanghai, v.527, p.3433-3437, feb. 2010.

MAHOBOUBI F., SAMANDI M., DUNNE D., *Surf. Coat. Technol.* 85 (1996), 44 p.

MAHOBOUBI, F.; SAMANDI, M.; DUNNE, D.; BLOYCE, A.; BELL, T. Plasma nitriding of microalloyed steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 71, p. 135-141, 1995.

MAYER, H. et all. **Very high cycle fatigue of nitrated 18Ni maraging steel sheet**. *International Journal of Fatigue*, Elsevier, Guildford, England. 2014. pg140-146.

MESQUITA, R. A.; BARBOSA, C. A.; GONÇALVES, C. S.; KESTENBACH, H. J. Aços ferramenta para trabalho a quente com baixo teor de silício: caracterização e aplicações. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v.4, n.4, p. 7-15, 2008.

MESQUITA, R.A.; BARBOSA, C.A. Efeito do Si e P na tenacidade do aço H11, utilizado em ferramentas de trabalho a quente. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 61., 2006, São Paulo. **Anais...** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2006. 1 CD ROM.

NICOLETTO, G., TUCCI, A., ESPOSITO, L., **Wear** 197, p. 38-44, 1996

NOLAN, D.; LESKOVSEK, V.; JENKO, M. Estimation of fracture toughness of nitride compound layers on tool steel by application of Vickers indentation method. **Surface and Coating Technology**, p.182-188, 2006.

OLIVEIRA, R. C. Caracterização **mecânica e microestrutural dos aços 300M e Maraging 300 após soldagem a plasma**. 2015. 82p. Dissertação (Mestrado) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2016.

PEKTAS, J.; ATALA, H. The effects of various heat treating parameters on the hardness and microstructures of 18Ni Maraging steels. **Journal of Thermal Analysis**, v. 54, p. 803-814, 1998.

PINEDO, C. E. Fundamentos da Nitretação sob Plasma para o Tratamento Superficial de Aços e Ligas Especiais, In. **Conferência brasileira sobre temas de tratamento**, v. 2, 2004.

PIVATO, P.R.N.; ABDALLA, A.J.; BAPTISTA, C.A.R.P.; HASHIMOTO, T.M.; PEREIRA, M.S.; ANAZAWA, R.M. Estudo comparativo do comportamento mecânico em tração e fadiga de aços com microestruturas multifásicas. In: Congresso brasileiro de engenharia e ciências dos materiais, Foz do Iguaçu, 2006.

PODGORNIK, B., VIZINTIN, J., **Material Science and Engineering A** 315, p. 28 – 34, 2001.

PORTELA, A.G. **Caracterização dos aços SAE 4340 e 300M após tratamento termoquímico por cementação a laser.** Trabalho de Graduação Na Escola de Engenharia de Lorena EEL-USP, 2011, 97p.

QIAN, L.; ZHOU, Q.; ZHANG, F.; MENG, J.; ZHANG, M.; TIAN, Y. Microstructure and mechanical properties of a low carbon carbide-free bainitic steel co-alloyed with Al and Si. *Materials and Design*, Qinhuangdao, v.39, p.264-268, mar. 2012.

REIS, J. L., **Tratamento térmico superficial do aço AISI M2 via laser de CO₂.** 2009. 104f. Tese de mestrado em Física e Química dos Materiais Aeroespaciais, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.

ROBERTS, G.; KRAUSS, G.; KENNEDY, R. **Tool Steels.** 5. ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1998. p.1-123 e p. 219-50.

ROCHA, A. da S. **Influência do estado superficial prévio na nitretação a plasma no aço M₂,** 2000, 165f. Tese (Doutorado) UFRGS, Porto Alegre, RS, 2000.

SANTOS, D. Influência do tempo de transformação bainítica sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas de um aço multifásico. Guaratinguetá, 2005. 87p. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".

SARKISSIAN, A. H. et al. Characterization of diffused ECR plasma – Application to pulsed plasma ion implantation of nitrogen in titanium. *Surface and Coating Technology*, 103-104,1998.

SCHEID V. H. B., ABDALLA A. J., VASCONCELO G., Effect of heating post-treatment on nitrided stainless steel, **Surface & Coating Technology**, 2006.

SILVA et al, **Surface Modification Ti-6Al-4V alloy by PIII at high temperatures: effects of plasma potencial** *Nucl. Instr. And Meth*, in Phys. Res. B 257, p, 722 a 726, 2007.

SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. **Aços e Ligas Especiais: Classificação e seleção de aços - 2 ed.** São Paulo: Edgard Blücher, 2006. 646p.

SINGH, S. B.; BHADSHIA, H. K. D. H. Estimation of bainite plate-thickness in low-alloy steels. *Materials Science and Engineering A*, v.245, n.1, p.72-79, 1998.

SIQUEIRA, G. **Soldagem a laser autógena em passe único de juntas de alumínio AA6013-T4 com alta resistência mecânica.** 2016. 159p. Tese (Doutorado) – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2016.

SIRIN, S.Y., SIRIN, K., KALUC, E., *Materials Characterization* 59, p. 351 - 358, 2008.

SKONIESK, A. F. O., LIMA E. S., HIRSH T., ROCHA A. S. Heterogeneidade de temperaturas em fornos de nitretação a plasma. **Estudos Tecnológicos** - v. 4, n.1, p. 37-43, 2008.

SOARES, E. J. F. **Tratamento superficial a laser dos aços AISI 1045 e AISI 4340: transformações microestruturais.** Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas, 2005.

SOUZA, G.A. Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga com estrutura bainítica/martensítica, via microscopia óptica. 2008. 161p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Materiais) – Faculdade Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2008.

SOUZA, R. C., **Estudo do comportamento em fadiga do aço ABNT 4340 revestido com carbeto de tungstênio pelo sistema HVOF/HP.** 1998, 158f. Dissertação (Mestrado em engenharia mecânica) – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, FEG/UNESP, Guaratinguetá, 1998.

SOUZA, S.A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos- Fundamentos.** São Paulo: Blucher, 1982.

THOMPSON, S. W.; COLVIN, D. J.; KRAUSS, G. *Metallurgical and Material Transactions A*, v.27, p. 1557-1571, 1996.

TIRUMALASETTY, G. K.; HUIS, M. A.; FANG, C. M.; XU, Q.; TICHELAR, F. D.; HANLON, D. N.; SIETSMA, J.; ZANDBERGEN, H. W. Characterization of NbC and (Nb, Ti)N nanoprecipitates in TRIP assisted multiphase steels. *Acta Materialia*, Delft, v.59, p.7406-7415, sep. 2011.

TOMITA, Y.; OKAWA, T. Effect of microstructure on mechanical properties of isothermally bainite-transformed 300M steel. *Materials Science and Engineering A*, v.172, p. 145-151, apr. 1993.

UEDA M.; SILVA M. M.; LEPIENSKI C. M.; SOARES JR. P. C.; GONÇALVES J.A.N.; REUTHER H. High temperature plasma immersion ion implantation of Ti6Al4V, **Surface and Coatings Technology**, 2007.

UEDA, M.; GOMES, G. F.; ABRAMOF, E.; REUTHER, H. In-line nitrogen PIII/ion nitriding process of metallic materials. **Nuclear Instrum. Meth. Phys. Res. B** 206, 749-753, 2003.

WANG, X. D.; HUANG, B. X.; RONG, Y. H.; WANG, L. Microstructures and Stability of Austenite in TRIP steels. *Materials Science and Engineering A*, v.438-440, p.300-305, 2006. 133

WANG, X. D.; ZHONG, N.; RONG, Y. H.; HSU, T. Y. Novel ultra-high strength nano-lath martensite steel by quenching–partitioning–tempering process. *Journal of Materials Research*, v.24, p.260–267, 2009.

WENG, Y. Microstructure Refinement of Iron and Steel. *Journal of Iron and steel*, Beijing, v.28, n.5, p.1 (in Chinese), 2003.

WINCK, L. B. Influencia da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação

ENM.DM-158/11. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF. 2011.

XU, L.; WEI, D.; YU, Y.; ZHANG, H.; BAI, B. Effect of microstructure on corrosion fatigue behavior of 1500 MPa level carbide-free bainite/martensite dual-phase high strength steel. *Journal of Iron and Steel Research, International*, Beijing, v.18, n.4, p.63-67, 2011.

XU, X.; BAI, B.; LIU, D.; YUAN, Y. Effect of Thermomechanical Treatment Temperature on Structure and Properties of CFB/M Ultra-High Strength Steel. *Journal of Iron and Steel Research, International*, Beijing, v.17, n.4, p.66-72, 2010.

YANG, J.; WANG, T. S.; ZHANG, B.; ZHANG, F. C. Microstructure and mechanical properties of high-carbon Si-Al-rich steel by low-temperature austempering. *Materials and Design*, Qinhuangdao, v. 35, p.170-174, 2012.

YOOZBASHI, M. N.; YAZDANI, S.; WANG, T. S. Design of a new nanostructured, high-Si bainitic steel with lower cost production. *Materials and Design*, Tabriz, v.32, p.3248-3253, feb. 2011.

ZHU, K.; BOUAZIZ, O.; OBERBILLIG, C.; HUANG, M. An approach to define the effective lath size controlling yield strength of bainite. *Materials Science and Engineering A*, Maizières-lès-Metz, v.527, p.6614-6619, jun. 2010.