

Projeto de iniciação científica

PREVISÃO DA VIDA EM FADIGA DE AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO UNS S42000

Parte I – material temperado e revenido a 500 ℃

Relatório Final

Bolsista: Rennê Rojais de Carvalho

e-mail: rrcrrc@uol.com.br Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Magnabosco Departamento de Engenharia Mecânica - FEI e-mail: rodrmagn@fei.edu.br

22/02/2005



RESUMO DO PROJETO

Usado em cutelaria e em outras aplicações que demandem resistência à corrosão associada à resistência mecânica e ao desgaste, o aço inoxidável martensítico UNS S42000 não foi caracterizado quanto ao seu comportamento à fadiga, especialmente em se tratando de fadiga de baixo ciclo. Assim, o presente projeto de pesquisa tem por objetivo obter dados que permitam a previsão de vida em fadiga de aço inoxidável martensítico UNS S42000, analisando nesta primeira parte a influência da microestrutura obtida após têmpera e revenimento a 500°C. Foram levantadas as variáveis que determinam o comportamento mecânico destas ligas, através de ensaios de tração, e os coeficientes e expoentes de resistência e ductilidade a fadiga, através de ensaios de fadiga controlados por amplitude de deformações, caracterizando o fenômenos de fadiga de baixo ciclo neste material. Com posse desses dados foi possível concluir que o material é frágil e muito sensível a defeitos de superfície, que este obedece a relação de Ramsberg-Osgood, tanto monotônicamente como ciclicamente, e que o material tem comportamento misto sob carregamento cíclico.

Palavras-chave:

- 1. Comportamento mecânico
- 2. Fadiga de baixo ciclo
- 3. Aço inoxidável martensítico
- 4. UNS S42000
- 5. Tratamentos térmicos



I. OBJETIVO:

O aço inoxidável martensítico UNS S42000 não foi caracterizado quanto ao seu comportamento à fadiga, especialmente em se tratando de fadiga de baixo ciclo (Lampman, 1997). Assim, o presente projeto de pesquisa tem por objetivo obter dados que permitam a previsão de vida em fadiga deste material, analisando a influência da microestrutura obtida após têmpera e revenimento a 500°C no comportamento monotônico e à fadiga.

II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA:

II.1- Tipos de aços inoxidáveis:

Aços inoxidáveis são ligas de ferro que contém no mínimo 11% de cromo. Essa quantidade de cromo prevê a não formação de ferrugem, e é dessa característica que deriva o seu nome de inoxidável. Sua resistência à corrosão é fornecida por uma película muito fina de óxido de cromo na superfície conhecida com película passiva, que é auto protetora em muitos ambientes.

Hoje se conhece mais de 180 ligas diferentes de aços inoxidáveis e a cada dia surge mais alguma modificação. Em alguns tipos de aços inoxidáveis o teor de cromo pode chegar a até 30%, e mais alguns elementos de liga são adicionados para fornecer certas propriedades, ou simplesmente para facilitar o processo de fabricação. Por exemplo, níquel, nitrogênio, e molibdênio são adicionados para fornecer resistência à corrosão; carbono molibdênio, nitrogênio, titânio, alumínio e cobre para resistência mecânica; enxofre e selênio para melhorar a usinabilidade; e níquel para aumentar a formabilidade e tenacidade (Sedriks, 1996-A).

Os aços inoxidáveis mais comuns são divididos em três grupos de acordo com sua estrutura cristalográfica: austeníticos (cúbico de face centrada), ferríticos (cúbico de corpo centrado), e martensíticos (tetragonal de corpo centrado). Existem também os que contêm austenita e ferrita, normalmente em quantidades iguais, e são conhecidos como "dúplex".

Os aços inoxidáveis são identificados de três formas genéricas: (a) pela Unified Numbering System (UNS), pelos números de *American Society for Testing and Materials* (ASTM) e pela *Society of Automotive Engineers* (SAE) para as ligas comerciais; (b) pelo sistema numérico da *American Iron and Steel Institute* (AISI); e (c) nomes baseados na composição, propriedades, ou por marcas registradas.

As designações da AISI são feitas com três números. Os aços inoxidáveis austeníticos são classificados nas séries 200 e 300. Na série 200 estão os alto-manganês (>2%) e na série 300 as ligas Cr-Ni. Os ferríticos e martensíticos estão na série 400. Os aços inoxidáveis dúplex (com exceção do AISI 329), os endurecíveis por precipitação, e os alta-liga que contém menos do que 50% de ferro não tem especificações pela AISI, e são normalmente conhecidos por nomes baseados em suas composições e por marcas registradas, ou pelo número do UNS (Sedriks, 1996-A).



II.2- Inclusões de sulfeto:

Nos aços inoxidáveis o enxofre presente ou é uma impureza (0,03%máx) ou é uma adição proposital, normalmente até 0,3%, para melhorar a usinabilidade. Como a solubilidade sólida do enxofre nos aços inoxidáveis é menor do que 0,01% na temperatura ambiente é comum a existência de sulfetos. O sulfeto predominante é o sulfeto de manganês, mas às vezes este pode conter cromo, ferro, e outros elementos e pode estar fisicamente associado com óxidos.

Com o sistema de refino de descarbonetação por sopro combinado de oxigênio e argônio (AOD), pode-se facilmente produzir aços inoxidáveis com baixo enxofre. Com a prática de AOD pode-se obter teores de enxofre abaixo de 0,002%, entretanto teores abaixo deste podem causar uma carência na penetração da solda.

Pelo fato de conter um baixíssimo nível de enxofre com a moderna prática de AOD, a porção de manganês que atualmente precisa se juntar com o enxofre residual formando MnS é significantemente menor do que a necessária para a produção de aço inoxidável altoenxofre. As inclusões contidas nos aços inoxidáveis usados como instrumentos cirúrgicos ou como paredes finas sujeitas a altas pressões de vácuo podem ser significamente reduzidas por refusão com eletrodo consumível na escória. Os aços inoxidáveis que passam por este processo são conhecidos como "*super clean quality*" (SCQ) (Sedriks, 1996-B).

II.3- Aços Inoxidáveis Austeníticos:

A série 300 representa modificações no aço inoxidável clássico 18/8 (18%Cr-8%Ni). As mudanças mais importantes que implicam na melhora da resistência a corrosão são (a) adição de molibdênio, ou molibdênio mais nitrogênio, para melhorar na resistência à corrosão por pite e em frestas, (b) subtração de carbono ou estabilização deste com titânio ou nióbio e tântalo para reduzir a corrosão intergranular em materiais soldados, (c) adição de níquel e cromo para melhorar a resistência à oxidação e a resistência mecânica em altas temperaturas, (d) adição de níquel para melhorar a resistência à corrosão sob tensão.

Os aços Inoxidáveis Austeníticos alto nitrogênio contém entre 16 e 20% de cromo com aproximadamente 0,22% de nitrogênio retido na solidificação em pressão atmosférica. Para teores de nitrogênio acima de 0,22%, é necessário alto teor de manganês para garantir a solubilidade sólida do nitrogênio no cromo e para evitar a precipitação de nitreto de cromo. Esses aços contém também vanádio, silício, e tungstênio como elementos de liga, que beneficiam, junto ao cromo e o nitrogênio, sua resistência à corrosão por pite (Sedriks, 1996-B).

II.4- Aços inoxidáveis Ferríticos:



No passado, a classe 430 representava o aço inoxidável ferrítico utilizado para os mais diferentes fins, com uma variação no teor de cromo entre 14 e 18%, dando aos usuários a escolha de propriedades. Especificações de cromo próximas aos 14% melhoram a soldabilidade, mas com sacrifício da resistência à corrosão, que aumenta em teores próximos aos 18%, somada a diminuição nas propriedades mecânicas, principalmente na resistência ao impacto. Depois estreitaram os limites de teor de cromo da série 430 para valores entre 16 e 18%, e surgiu a série 429 com teores de cromo entre 14 e 16%.

As séries 430F e 430FSe contém no máximo 0,15% de enxofre e selênio, para conceder características de boa usinabilidade, enquanto a série 434 contém molibdênio para aumentar a sua resistência à sua corrosão por pite.

Nitrogênio, nióbio, alumínio e titânio podem ser adicionados para restringir o tamanho de grão através da formação de carbonetos e nitretos.

Os aços inoxidáveis designados como Monit, Sea-Cure, 29-4C, e 29-4-2 são conhecidos como "superferríticos" e vieram a ser utilizados nos anos 70. Historicamente, os superferríticos derivam do "high-purity" 29%Cr-4%Mo que foi desenvolvido e patenteado pela M. A. Streicher da duPont Experimental Station na década de 60.

A estrutura ferrítica desses aços inoxidáveis apresenta algumas complicações, de natureza metalúrgica, como a transição frágil-ductil, a fragilização dos 475°C, precipitação de fases intermetálicas, fragilização a altas temperaturas, baixa ductilidade de materiais soldados, e sensitização (Sedriks, 1996-B).

II.5- Aços Inoxidáveis Martensíticos:

Os aços inoxidáveis martensíticos apresentam mais de 11,5% de cromo e possuem microestrutura austenítica em temperaturas elevadas, a qual pode ser transformada em martensítica após resfriamento ao ar ou óleo, dada a grande temperabilidade fornecida pelo cromo. Esses aços são definidos pelos limites de variação de cromo de 11,5 a 18%, onde o limite inferior pode prejudicar a resistência à corrosão, e o limite superior pode dificultar a transformação de toda a austenita em martensita. Para obter as propriedades convenientes para a sua aplicação na engenharia esses aços devem ser temperados e revenidos, e suas propriedades estão diretamente relacionadas com a as temperaturas de revenimento.

A série 410 contém 12% de cromo e é a serie mais popular dentre os aços inoxidáveis martensíticos produzidos hoje em dia. A série 410S é uma versão baixo carbono do 410. A série 403 contém menos silício e é usada em peças forjadas. A série 416Se contém selênio para facilitar a usinagem.

A série 420 com médio teor de carbono foi originalmente desenvolvida para aplicações de cutelaria. Já a variação com mais enxofre ou selênio, série 420F, é de mais fácil usinagem. As séries 414 e 431 contêm níquel, e são produzidas para obter maior tenacidade, e também uma maior resistência à corrosão. Essas séries são utilizadas em peças de aeronaves, bombas e válvulas. Já as séries 440A, 440B, 440C são séries alto-cromo e alto-carbono, e são usadas como mancais, onde é necessária alta dureza para fornecer alta resistência ao desgaste. As séries 440F e 440FSe são variações de boa usinabilidade das séries de alto-carbono. O baixo-cromo, baixo-carbono, chamado de "DD400" (Fe-12,25Cr-0,67C-0,7Mn-



0,3Si) foi desenvolvido no Japão para competir com o 440C nas aplicações de mancais. Para ligas austenitizadas a 1050°C, a série 440C contém 7% de carbonetos não dissolvidos, enquanto o DD400 não contém nenhum. A presença de inclusões e de partículas de segunda fase está ligada aos altos níveis de vibrações e ruídos dos mancais e portanto deve ser evitada nestas aplicações.

A série 442 contém níquel, molibdênio, tungstênio e vanádio, e é usado como peças de turbinas e fixadores. A adição dessas ligas garante a uniformidade das propriedades mecânicas em toda a seção das peças forjadas.

Os aços inoxidáveis martensíticos são geralmente usados para aplicações especiais, onde é necessária uma boa resistência à corrosão associada a certas propriedades mecânicas (alta resistência com uma tenacidade adequada, boa resistência à corrosão abrasiva, boa resistência à fadiga, entre outras). As séries de alto-carbono geralmente não são usadas para aplicações onde se requerem soldas, alta ductilidade, ou serviços em temperaturas entre 400-600°C por causa da fragilização de revenimento (Sedriks, 1996-B).

II.6- Revenimento de aços inoxidáveis martensíticos:

Os aços inoxidáveis endurecíveis pela transformação martensítica precisam ser temperados e revenidos para alcançarem suas propriedades de engenharia. O efeito da temperatura de revenimento na resistência mecânica, tenacidade e na resistência à corrosão do aço inoxidável 420 é mostrado na Figura 1.

Reveni-lo em temperaturas entre 450 - 600°C piora a tenacidade e a resistência à corrosão. A razão pela qual ocorre a redução na resistência corrosão é a ocorrência nessa faixa de temperatura de endurecimento secundário dado pela precipitação de carbonetos de cromo, diminuindo assim o teor de cromo em solução sólida, o que compromete a formação da película passiva, que compromete sua inoxidabilidade. Em estudos usando o aço inoxidável 403 foi desenvolvido um mapa de revenimento, que está mostrado na Figura 2, onde são mostradas as propriedades mais relevantes em função de tempo e temperatura de revenimento. O termo "healing" refere-se ao desaparecimento das regiões empobrecidas em cromo próximas aos carbonetos devido a sensitização. O termo "secondary hardening" refere-se ao aumento da dureza causado pela precipitação de carbonetos. O máximo valor de endurecimento secundário está associado a precipitação finamente dispersa de carbonetos pela matriz metálica. Em temperaturas mais altas, a precipitação de carbonetos se torna grosseiramente dispersa, e menores valores de dureza e resistência mecânica são observados. O termo "annealing" se refere a liga em seu estado recozido, ou seja, na condição onde há a máxima precipitação e coalescimento dos carbonetos na matriz ferrítica.

A sensitização é um fenômeno que pode ocorrer nos aços inoxidáveis se submetidos por um período de tempo em altas temperaturas, pois desta forma a precipitação de carbonetos, particularmente de cromo, fica facilitada. Como a difusão é mais lenta no interior dos grãos do que em seus contornos, surgem regiões empobrecidas em cromo ao redor dos carbonetos formados, o que caracteriza a sensitização, ou seja, a película passiva (formada de óxidos de cromo) é menos resistente nas regiões onde a matriz metálica tem menor teor de cromo. Assim essas regiões de contornos de grãos estão susceptíveis à corrosão localizada.



A sensitização pode ser causada por resfriamento lento, pelo tratamento térmico, por elevadas temperaturas de serviço, ou por soldagem.

Dentre os tipos de aços inoxidáveis os que apresentam mais facilmente a sensitização são os ferríticos e martensíticos, pois a difusão ocorre mais facilmente em estruturas CCC do que em estruturas CFC, facilitando assim a formação de carbonetos. Mas a gravidade da sensitização é maior nos aços austeníticos (CFC), pois como nestes a difusão é dificultada, é mais lenta a redistribuição de cromo do interior dos grãos para a região sensitizada (Sedriks, 1996-B).



Figura 1: Diagrama de revenimento do aço UNS S42000 (Sedriks, 1996-B).





Figura 2: Mapa de revenimento do aço 403, mostrando as propriedades relevantes em função de tempo e temperatura de revenimento (Sedriks, 1996-B).

II.7- Comportamento monotônico e curvas Tensão-Deformação:

O comportamento monotônico é obtido através de um ensaio de tração, onde um corpo-deprova de qualquer geometria é submetido a uma força monotônica crescente de tração até a sua fratura.

O comportamento de tensão-deformação monotônica uniaxial é baseado nas relações de tensão-deformação convencionais e tensão-deformação reais. A tensão nominal convencional, σ , em um teste uniaxial é definida pela equação II.1,

$$\sigma = \frac{F}{A_o} \qquad (II.1)$$

Onde (F) é a força axial e (A_o) é a área da seção transversal inicial. Já a tensão real, ($\tilde{\sigma}$) é definida pela equação II.2,

$$\tilde{\sigma} = \frac{F}{A}$$
 (II.2)

Onde (*A*) é a área da seção transversal instantânea. Como a área vai diminuindo durante o ensaio, a tensão real é maior do que a tensão convencional. A deformação convencional (ϵ) é definida como o deslocamento provocado pela aplicação da força por unidade de comprimento de material solicitado, como mostra a equação II.3.



$$\varepsilon = \frac{L - L_o}{L_o} = \frac{\Delta L}{L_o} \qquad (\text{II.3})$$

Onde (L) é o comprimento instantâneo, (ΔL) é a variação do comprimento inicial (L_o) . Normalmente a deformação total é expressada em porcentagem em relação ao comprimento inicial (L_o) , e é chamada a porcentagem de alongamento total $(A_T^{L_o})$.

$$A_T^{L_o} = \varepsilon_T .100 = \frac{L_f - L_o}{L_o} .100$$
 (II.4)

Outra medida de deformação total ou de ductilidade é a porcentagem de redução de área (%RA), que é obtida através da comparação da área da seção transversal final (A_f), com a área da seção transversal inicial (A_i).

$$\% \mathrm{RA} = \left(\frac{A_o - A_f}{A_o}\right) .100 \qquad (\mathrm{II.5})$$

A deformação real ($\tilde{\varepsilon}$) é baseada no comprimento instantâneo, e é dada por,

$$\widetilde{\mathcal{E}} = \ln \left(\frac{L}{L_o} \right)$$
 (II.6)

Para pequenas deformações em metais, menos do que 2%, a tensão convencional é aproximadamente igual à tensão real, e a deformação convencional é aproximadamente igual à deformação real. Portanto para pequenas deformações pode-se desconsiderar a diferença entre tensões e deformações reais e convencionais. Entretanto, para grandes deformações essa diferença é considerável. Para grandes deformações plásticas pode-se assumir a condição de volume constante até a estricção (Dowling, 1999). Assumir essa condição é razoável, pelo fato de que geralmente a deformação plástica não contribui com a mudança de volume. As relações entre σ , $\tilde{\sigma}$, ε , $\tilde{\varepsilon}$ podem então ser derivadas por

$$\tilde{\sigma} = \sigma.(\varepsilon + 1)$$
 (II.7)

$$\widetilde{\varepsilon} = \ln\left(\frac{A_o}{A}\right) = \ln(1+\varepsilon)$$
 (II.8)



As equações (II.7) e (II.8) são validas até o início da estricção, que acontece quando o limite de resistência (σ_{LR}) é alcançado, pelo fato de que depois da estricção a deformação plástica se torna localizada e a deformação passa a não ser uniforme ao longo do corpo-deprova. Devido a ocorrência da estricção, normalmente a ductilidade é medida pela porcentagem de redução de área (%RA), equação II.5, ou pela deformação real na fratura ($\tilde{\varepsilon}_{f}$), dada pela equação II.9 (Dowling, 1999).

$$\tilde{\varepsilon}_{f} = \ln\left(\frac{100}{100 - RA}\right)$$
 (II.9)

A partir da curva tensão-deformação, o comportamento mecânico de um material metálico pode ser definido, e cinco são as propriedades mecânicas básicas que o caracterizam: rigidez, resistência, ductilidade, resiliência e tenacidade (Dowling, 1999).

Rigidez é a propriedade mecânica que descreve a capacidade de um material deformar-se no trecho elástico sob uma dada tensão aplicada. Na curva tensão-deformação de materiais metálicos é caracterizada pela inclinação do trecho linear elástico, e a esta se dá o nome de módulo de elasticidade (E), também chamado de módulo de Young, definido na Figura 3. Sendo o trecho elástico praticamente linear em toda a sua extensão, é possível afirmar que no regime de deformação elástica vale a equação II.10:

$$\boldsymbol{\sigma} = \boldsymbol{E}.\boldsymbol{\varepsilon} \qquad (\text{II}.10)$$

Devido aos elevados valores de E encontrados na maioria dos materiais metálicos, as deformações elásticas são pequenas e, deste modo, os valores numéricos de tensão convencional e real na região de deformação elástica são praticamente idênticos.

Resistência pode ser definida como a capacidade de um material metálico resistir a um determinado evento de deformação plástica. Dois deles são definidos na Figura 3, gerando os conceitos de *limite de resistência* (σ_{LR}) e de *limite de fratura ou ruptura* (σ_f). O limite de resistência marca a tensão na qual o material deixa de apresentar deformação uniformemente distribuída, passando a formar a estricção e, portanto, iniciando seu processo de fratura; é assim o marco do início da região de deformação plástica não-uniforme. Já o limite de ruptura marca a tensão (convencional) na qual ocorre a fratura do corpo-de-prova.

Na Figura 4 define-se o *limite de proporcionalidade* (σ_p) como o valor de tensão onde a relação entre tensão e deformação no trecho elástico deixa de ser linear, não obedecendo mais a equação II.10. De fato, existe um trecho de deformação elástica não linear, e o término da região de deformação elástica se dá no limite de elasticidade (σ_{el}), também definido na Figura 4. Contudo, a determinação deste limite é difícil, adotando-se como



limite das regiões elástica e plástica o *limite de escoamento* (σ_{LE}), ou a tensão na qual ocorre uma pequena deformação plástica (usualmente, 0,002 ou 0,2%).



Figura 3: Curva tensão-deformação típica de material metálico, mostrando a definição de módulo de elasticidade (E), do limite de resistência (σ_{LR}) e do limite de ruptura ou de fratura (σ_f).



Figura 4: Ampliação do trecho inicial da curva tensão-deformação das Figura 3, agora com a definição do imite de escoamento (σ_{LE}), do limite de proporcionalidade (σ_p) e do limite de elasticidade (σ_{el}).



As seguintes propriedades são normalmente obtidas através de um ensaio de tração e algumas delas são usadas em projeto sob fadiga.

 $E = m \dot{o} du lo de elasticidade$

 σ_{LE} = Limite de escoamento

 σ_{LR} = Limite de Resistência

 $\tilde{\sigma}_{f}$ = Limite de fratura (ou ruptura) real

 (A_T^{Lo}) . = alongamento total

%RA= redução de área

 $\tilde{\boldsymbol{\mathcal{E}}}_{f}$ = Deformação real até a ruptura

O índice subscrito f representa fratura. O limite de fratura real pode ser calculado por

 F_f/A_f , mas é normalmente corrigido para a estricção, pois esta causa um estado de tensão biaxial na superfície da fratura e um estado de tensão triaxial no interior. O fator de correção de Bridgman, para corpos-de-prova cilíndricos (equação II.11) é usado para compensar esse estado de tensão triaxial (Stephens, 2001).

$$B = \frac{1}{\left(1 + \frac{4R}{D\min}\right) \cdot \ln\left(1 + \frac{D\min}{4R}\right)} \qquad (\text{II.11})$$

Onde (R) é o raio de curvatura do pescoço e Dmin é o diâmetro de seção transversal da parte mais fina do pescoço. O limite de fratura real corrigido pode ser calculado pela equação II.12.

$$\tilde{\sigma}_{\rm B} = \tilde{\sigma} \cdot B$$
 (II.12)

Materiais que apresentam um comportamento frágil não apresentam uma estricção significativa e, portanto, não precisam da correção de Bridgman.

Indicadores da capacidade de absorção de energia do material são a resiliência e a tenacidade (Stephens, 2001).

Resiliência é a energia absorvida por unidade de volume de material no trecho elástico, energia que é liberada pelo material quando descarregado, e pode ser calculada como a área abaixo da curva tensão-deformação no trecho elástico. Assumindo que o trecho de deformação elástica não-linear é desprezível, pode-se calcular a resiliência através da equação II.13:

$$u_R = \frac{\sigma_{LE}^2}{2.E} \qquad (II.13)$$



Análoga a resiliência, a *tenacidade* é também uma medida da energia absorvida por unidade de volume, mas agora considerada a energia total absorvida necessária para a mudança de forma do material até a ruptura, e pode ser considerada como a área total sob a curva tensão-deformação.

Para muitos metais, um gráfico de tensão real por deformação plástica real em coordenadas log-log resulta em uma curva linear. Para considerar a influência do encruamento, somente os valores entre o limite de escoamento e o limite de resistência são utilizados para gerar esse gráfico (Stephens, 2001). Essa curva é representada pela função:

$$\tilde{\boldsymbol{\sigma}} = H \left(\tilde{\boldsymbol{\varepsilon}}_n\right)^n \qquad (\text{II.14})$$

Onde H é o coeficiente de encruamento, $\tilde{\varepsilon}_p$ é a parcela plástica da deformação real, e n é o expoente de encruamento do material. A deformação real total é dada então por:

$$\widetilde{\varepsilon} = \widetilde{\varepsilon}_e + \widetilde{\varepsilon}_p = \frac{\widetilde{\sigma}}{E} + \left(\frac{\widetilde{\sigma}}{H}\right)^{1/n} \qquad (\text{II.15})$$

Essa relação entre tensão e deformação reais foi demonstrada por Ramsberg-Osgood (Stephens, 2001). Trabalhando com essa equação pode-se encontrar a área sob uma curva $\tilde{\sigma}$ vs. $\tilde{\varepsilon}$, parte amarela da Figura 5, obtendo-se o valor da tenacidade real do material \tilde{u}_T , a saber:



Figura 5: Gráfico deformação-tensão reais, mostrando graficamente o valor da tenacidade real (\tilde{U}_{τ}) .



$$\begin{split} \widetilde{u}_{T} &= \widetilde{\varepsilon}_{T} \cdot \widetilde{\sigma}_{f} - \int_{0}^{\widetilde{\sigma}_{f}} \left[\left(\frac{\widetilde{\sigma}}{E} \right) + \left(\frac{\widetilde{\sigma}}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \right] \partial \widetilde{\sigma} \\ U_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{E} - \int_{0}^{\widetilde{\sigma}_{f}} \frac{\widetilde{\sigma}}{E} \partial \widetilde{\sigma} - \int_{0}^{\widetilde{\sigma}_{f}} \left(\frac{\widetilde{\sigma}}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \partial \widetilde{\sigma} \\ U_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{E} - \frac{1}{E} \cdot \frac{\widetilde{\sigma}^{2}}{2} \Big|_{0}^{\widetilde{\sigma}_{f}} - \left(\frac{1}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \frac{\widetilde{\sigma}^{1+\frac{1}{n}}}{1+\frac{1}{n}} \Big|_{0}^{\widetilde{\sigma}_{f}} \\ U_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{E} - \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{2E} - \left(\frac{1}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left(\frac{n}{n+1} \right) \cdot \widetilde{\sigma}_{f}^{1+\frac{1}{n}} \\ U_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{2E} - \left(\frac{1}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left(\frac{n}{n+1} \right) \cdot \widetilde{\sigma}_{f}^{\frac{n+1}{n}} \\ U_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{2E} - \left[\left(\frac{1}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \left(\frac{n+1}{n} \right)^{-1} \cdot \widetilde{\sigma}_{f}^{\frac{n+1}{n}} \right] \\ \widetilde{u}_{T} &= \widetilde{\sigma}_{f} \cdot \widetilde{\varepsilon}_{f} + \frac{\widetilde{\sigma}_{f}^{2}}{2.E} - \left[\left(\frac{1}{H} \right)^{\frac{1}{n}} \cdot \frac{n}{n+1} \cdot \left(\widetilde{\sigma}_{f} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right]$$
(II.16)

II.8- Comportamento Cíclico

A curva tensão-deformação obtida através de um teste monotônico de tração ou compressão é diferente da obtida em um carregamento cíclico. Isso foi percebido durante o século 19 por Baüchinger. O experimento dele indicou que o limite de escoamento em tração ou compressão sofreu uma redução depois de aplicado um carregamento de sinais opostos que causa uma deformação inelástica. Portanto, uma única inversão de deformação inelástica pode mudar o comportamento de tensão-deformação dos metais.

A amplitude e a taxa de endurecimento ou amolecimento cíclico sob as condições de um teste de deformação controlada pode ser avaliada pela variação de tensão em função do número de ciclos, como mostra a figura 6. Endurecimento cíclico (Fig 6b) indica o aumento da resistência à deformação, assim como amolecimento cíclico (fig.6c) indica o efeito contrário. Mudanças no comportamento da deformação cíclica são mais pronunciadas no começo do ensaio cíclico, pois os materiais normalmente se estabilizam gradualmente com



a continuação da ciclagem. Entretanto, muitos comportamentos de deformação cíclica são referidos como um 'comportamento cíclico transiente' (Stephens, 2001).

A estabilização cíclica é razoavelmente completa com cerca de 10 a 40 por cento de toda a vida em fadiga do material. O laço de histerese que se dá em aproximadamente metade da vida em fadiga é o que se usa para representar o comportamento tensão-deformação cíclica estável do material. Um laço estável de tensão-deformação está mostrado na figura 7 (Stephens, 2001).

A variação total da deformação real é denotada por $\Delta \varepsilon$, e $\Delta \sigma$ é a variação da tensão real. A variação da deformação elástica real, $\Delta \varepsilon_e$, pode ser calculada por $\Delta \sigma/E$. Por definição:

$$\Delta \varepsilon = \Delta \varepsilon_e + \Delta \varepsilon_p = \frac{\Delta \sigma}{E} + \Delta \varepsilon_p \tag{II.17}$$

onde $\Delta \varepsilon_p$ é a variação da deformação real plástica.



Figura 6: Resposta da tensão quando solicitado ciclicamente em amplitude de deformação constante. (a) Amplitude de deformação constante. (b) Endurecimento cíclico. (c) Amolecimento cíclico (Stephens, 2001).





Figura 7: Laço estável de histerese tensão-deformação cíclica (Stephens, 2001).

Similar a deformação monotônica num teste de tração, o gráfico da amplitude da tensão real, σ_{a} , versus a amplitude da deformação real plástica, $\Delta \varepsilon_p/2$, em coordenadas tipo log-log resulta para a maioria dos metais em uma curva linear representada pela função de potência,

$$\sigma_a = H' \cdot \left(\frac{\Delta \mathcal{E}_p}{2}\right)^{n'} \tag{II.18}$$

onde H' e n' são coeficiente de resistência cíclica e expoente de encruamento cíclico, respectivamente. Substituindo a amplitude da deformação plástica obtida na equação (II.18) na equação (II.17) resulta numa equação tensão-deformação cíclica representada pela relação de Ramberg-Osgood.

$$\varepsilon_{a} = \frac{\Delta\varepsilon}{2} = \frac{\Delta\sigma}{2E} + \left(\frac{\Delta\sigma}{2H'}\right)^{\frac{1}{n'}} = \frac{\sigma_{a}}{E} + \left(\frac{\sigma_{a}}{H'}\right)^{\frac{1}{n'}}$$
(II.19)



Valores de H' e n' de ligas de engenharia são tabelados. Valores de n' variam entre 0,05 e 0,25 para a maioria dos metais. Essa variação (0,25-0,05) é menor do que a variação monotônica. O limite de escoamento cíclico, σ_e' , é definido em 0,2% da deformação do desvio de cada correspondente a amplitude da deformação plástica de 0,002 na curva tensão-deformação cíclica. Isso pode ser estimado ou substituindo $\frac{\Delta \varepsilon_p}{2} = 0,002$ na equação (II.19) ou graficamente da curva tensão-deformação cíclica. A curva do laço de histerese estabilizada mostrada na figura 7 pode ser obtida deformando a dimensão da curva tensão-deformação cíclica. A equação da curva do laço da histerese estável pode ser escrita como: (Stephens, 2001).

$$\Delta \varepsilon = \frac{\Delta \sigma}{E} + \left(\frac{\Delta \sigma}{H'}\right)^{\frac{1}{n'}}$$
(II.20)

Essa equação representa a curva do laço estável da histerese para metais que apresentam comportamento simétrico de deformação em tensão e compressão.

II.8.1- Estimativa da vida em fadiga

Outro parâmetro muito importante na caracterização do comportamento de materiais solicitados ciclicamente é a *Vida à fadiga* (N_f), que consiste no número de ciclos que causará a ruptura para um determinado nível de tensão. Em função do número de ciclos necessários para que ocorra a fratura, os ensaios de fadiga são divididos em fadiga de baixo ciclo, para casos onde ocorre à fratura abaixo de 10⁵ ciclos, e fadiga de alto ciclo, para casos que ultrapassem esse limite.

Normalmente, a fadiga de alto ciclo (baixo níveis de tensão) está relacionada com as propriedades elásticas do material (resistência mecânica), já que as deformações empregadas durante o carregamento cíclico são predominantemente elásticas, enquanto que a fadiga de baixo ciclo (altos níveis de tensão) é caracterizada pela presença de deformação plástica cíclica acentuada, possibilitando determinações do comportamento dúctil do material.

Curvas de deformação-vida à fadiga podem ser descritas em escala log-log, como mostra esquematicamente a Figura 8, onde N_f é o número de ciclos até a fratura. A amplitude total da deformação mostrada nessa figura (8) pode ser resolvida em componentes de deformação plástica e elástica no estado constante de patamar da histerese. Para um certo número de ciclos, N_f , a deformação total é a soma das parcelas plástica e elástica.

Tanto a curva plástica como a elástica podem ser aproximadas em linhas retas no gráfico bi-logarítimico. Para grandes deformações ou pequenas vidas a deformação plástica é a componente mais predominante, e para pequenas deformações ou grandes vidas a deformação elástica é a componente mais influente.



Isso está indicado pelas curvas retilíneas e pelo tamanho do laço de histerese na figura 8. As inclinações das curvas elástica e plástica são **'b'** e **'c'**, respectivamente. Isso é fornecido na equação II.21 de deformação-vida de corpos-de-prova polidos.



Figura 8: Curva tensão-vida mostrando deformação total, e componentes elástica e plástica (Stephens, 2001).

$$\frac{\Delta\varepsilon}{2} = \varepsilon_a = \frac{\Delta\varepsilon_e}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_p}{2} = \frac{\sigma_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon_f (2N_f)^c$$
(II.21)

,

Onde,

$$\frac{\Delta \varepsilon}{2} = \text{amplitude da deformação total} = \varepsilon_a^T$$
$$\frac{\Delta \varepsilon_e}{2} = \text{amplitude da deformação elástica} = \varepsilon_a^e = \frac{\Delta \sigma}{2E} = \frac{\sigma_a}{E}$$





Para resolver essa equação da N_f pela amplitude de tensões aplicadas requer interações, usando soluções numéricas ou gráficas. A Principal norma para ensaios de vida em fadiga sob carregamentos controlados por amplitude de deformação é a ASTM E 606-92.

II.8.3- Efeito da microestrutura

Nos mecanismos sólidos, normalmente são usados modelos de metais homogêneos, isotrópicos e linearmente elásticos. Mas a um nível microscópio nenhumas dessas suposições são válidas e a fadiga de metais é significantemente influenciada pela microestrutura. Isso inclui natureza química do metal, tratamento térmico, trabalho a frio, contorno de grão, anisotropia, inclusões, vazios/porosidade, e outras descontinuidades e imperfeições. A natureza química, o tratamento térmico, e trabalho a frio têm uma grande influência no limite de resistência à tração do material, e quanto maior o limite de resistência à tração maior será o limite de resistência à fadiga para um dado número de ciclos para a falha. Grãos pequenos geralmente fornecem melhor resistência à fadiga do que grãos grandes, exceto em elevadas temperaturas, onde existe uma interação entre fadiga e fluência. Grãos pequenos reduzem as deformações localizadas nas faixas de bandeamento causadas pela laminação, diminuindo a quantidade de escorregamentos irreversíveis, e fornece mais contornos de grão para ajudar a interromper a trinca transgranular. Anisotropia causada por trabalho a frio aumenta a resistência à fadiga quando solicitada na direção do trabalho, mas causa um decréscimo na resistência à fadiga se solicitado na direção transversal. Inclusões, vasios/porosidade e o ato da laminação são concentradores de tensão, e por isso normalmente induzem sítios capazes de nuclear uma microtrinca da solicitação cíclica. Minimizar inclusões, vazios/porosidade, laminações, e outras descontinuidades é a chave para uma boa resistência à fadiga (Stephens, 2001).



II.8.5- Efeito do acabamento superficial

Como a maioria das falhas por fadiga tem origem na superfície, pode-se esperar que o acabamento superficial tenha grande efeito no comportamento à fadiga. Os efeitos da superfície são causados por diferentes rugosidades, microestrutura, composição química e tensão residual. Essa influência é mais pronunciada em grandes vidas, onde normalmente uma grande porcentagem dos ciclos está envolvida na nucleação da trinca. Generalizações sobre efeito da retífica e da usinagem são difíceis de se fazer, pelo fato de existirem muitas variáveis envolvidas. A figura 9 mostra o efeito do fator de superfície, *ks*, usado para polimentos finos, em função do limite de resistência à tração envolvendo as condições de superfície obtidas na retífica ("grinding"), usinagem ("machining"), laminação à quente ("hot-rolled"), forjamento ("as-forjed") (Stephens, 2001).



Figura 9: Efeito do acabamento superficial no limite à fadiga (Stephens, 2001).

O decréscimo do limite de resistência à tração causa um decréscimo no limite de resistência à fadiga. A redução causada pela retífica e pela usinagem é mais restrita à rugosidade da



superfície e pela tensão residual, enquanto na laminação à quente e o forjamento inclui dois fatores importantes como a microestrutura e a composição química da superfície, pois estes são significantemente alterados por causa da descarbonetação causada por estes processos. Uma conclusão obvia aqui é que se devem evitar as condições de superfície provenientes da laminação à quente e forjamento de regiões sensíveis à fadiga. Isso pode ser feito retirando a superfície indesejável por retífica ou usinagem. Nota-se ainda que superfícies polidas ("Mirror-polished") não reduzaem a vida em fadiga, devido ao *ks* ser igual a 1, e portanto nessas condições se tem o real comportamento do material à fadiga (Stephens, 2001).

II.8.6- Efeito da freqüência

O aquecimento corpo-de-prova devido ao amortecimento da histerese pode aumentar sua temperatura significantemente, ocultando assim o verdadeiro comportamento em fadiga à temperatura ambiente. Isso è mais relevante em metais de baixa resistência mecânica. Geração de calor devido ao carregamento cíclico depende do volume de solicitação do material. Carregamento axial e corpo-de-prova largo irão gerar mais calor do que corpo-deprova fino, ou corpo-de-prova entalhado, conseqüentemente o efeito da freqüência pode ser diferente nessas situações. Se o efeito do aquecimento for desprezível devido às várias técnicas de esfriamento e/ou baixa amplitude de tensão durante o teste, junto com desprezível efeito da corrosão, então o efeito da freqüência pode ser avaliado. Nessas condições, usando corpo-de-prova axial ou curvo, com freqüências menores do que 1Hz tem-se um pequeno efeito no comportamento à fadiga dos metais de estruturas. Em altas freqüências, mas ainda menor do que 200 Hz, o limite de resistência à fadiga a 10^6 até 10^8 ciclos tem um pequeno aumento de até 10%. Em alguns casos excepcionais à vida à fadiga decresce com o aumento da freqüência. Assim, considerando a ausência dos efeitos da temperatura e da corrosão, e outras variáveis agressivas, o efeito da freqüência em faixa de até 200Hz tem sido desprezado em projetos e testes em fadiga. A chave, entretanto, está na ausência da corrosão e de aumento da temperatura (Stephens, 2001).

Em faixas de KHz, ocorrem grandes mudanças na resistência à fadiga em comparação a menos do que 200Hz. O aumento de temperatura nessas freqüências (1 a 25KHz) é mais difícil de controlar e o componente é esfriado pelo ar, água ou óleo que faz contato com sua superfície. Testes descontínuos têm sido usados para manter a s condições isotérmicas. Máquinas de testes para KHz são pneumáticas, piezelétricas, ou magnetoestrictivas, e os corpos-de-prova são lisos, entalhados ou trincados. Na maioria dos casos, a resistência ao crescimento da trinca é aumentada em freqüências de KHz. Porém, apesar de muitos tenderem para o aumento da resistência à fadiga em freqüências de KHz, ainda é difícil de fazer essa generalização devido ao grande número de complexas variáveis teste/material envolvidas (Stephens, 2001).

II.9- Superfície da fratura de fadiga e suas características macroscópicas.

Antes de examinar os aspectos microscópicos do processo de fadiga, examina-se alguns aspectos representativos da superfície da fratura de fadiga. Muitas superfícies de fraturas de fadiga têm alguns aspectos comuns, apesar de existir algumas atípicas. A figura 10 mostra



uma típica superfície de fratura de fadiga. A figura mostra a superfície da fratura que ocorreu em um parafuso que fixa o assento de uma bicicleta. A condição de carregamento imposto no parafuso foi predominantemente axial, mas pode ter incluído uma pequena componente de flexão. Algumas trincas iniciais podem ser vistas próximas à superfície, e estas estão indicadas pelas setas pretas. As linhas radiais escuras enfatizam que essas pequenas trincas nuclearam e cresceram com uma pequena diferença de amplitude pela raiz da rosca. Essas pequenas trincas cresceram e eventualmente se juntaram e formaram uma grande trinca que cresceu por aproximadamente 40 % da superfície da fratura na direção indicada pela seta branca. A ponta da seta branca identifica a frente final de crescimento da trinca de fadiga e o começo da fratura final. Fica evidente a presença de marcas de praia, e com uma inspeção mais detalhada, essas marcas de praias mostram uma descoloração e detritos de corrosão indicando uma contribuição ambiental para o crescimento da trinca. A região da fratura final está mostrada na parte de baixo da Figura 10. A parte mais de baixo da direita da região da fratura final é onde o do parafuso estava inclinado quando se rompeu, causando assim um estado de flexão, caracterizando a aparência.



Figura 10: Típica superfície de fratura por fadiga (Stephens, 2001).

II.8.10- Mecanismos de fadiga e aspectos microscópicos da fratura.

Aplicações cíclicas de deformação inelástica em um metal podem causar mudanças contínuas até que a estabilidade cíclica seja alcançada. Alguns metais nunca se estabilizam, enquanto outros são ciclicamente estáveis desde o começo. Baseado na curva tensão-deformação monotônico pode-se determinar se a liga endurece ou amolece durante o carregamento cíclico. Com a ocorrência de deformação inelástica devido à tensão ou deformação cíclica, a densidade de discordâncias aumenta rapidamente. Esse aumento da densidade de discordâncias tende a decrescer a mobilidade destas. Com isso é dificultados a movimentação das discordâncias, e o material sofreu um endurecimento cíclico, e o limite



de escoamento cíclico se torna maior de que o limite de escoamento monotônico. Para materiais que são inicialmente duros ou estejam endurecidos, a deformação inelástica cíclica causa rearranjo das discordâncias já existentes em uma configuração de menor resistência a deformação. A reconfiguração das discordâncias tende a promover uma maior mobilidade destas. Portanto o material sofre amolecimento cíclico, e o limite de escoamento cíclico se torna menor do que o limite de escoamento monotônico. Essas duas características cíclicas podem ocorrer em uma escala global por todo o corpo-de-prova, ou de uma forma mais localizada, normalmente em descontinuidades metalúrgicas, trincas ou entalhes. Descontinuidades metalúrgicas, trincas e entalhes podem então aumentar localmente a tensão ou deformação o que pode causar deformação plástica localizada no material. A escala de deformação plástica é muito localizada quando a maior parte do material sofre deformação elástica ou reversível. Para materiais que apresentam um comportamento frágil, as discordâncias são praticamente imóveis e o grau de escorregamento é muito limitado. Já para metais que tem um comportamento dúctil as discordâncias têm poucas restrições para se movimentarem e os escorregamentos são abundantes. Para metais que apresentam um comportamento intermediário, as discordâncias têm mobilidade, mas se restringem a poucos planos de escorregamentos. Portanto o mecanismo de nucleação de trinca é muito dependente do tipo de material que se está considerando.

Observando a figura 11a mostra esquematicamente um grão com escorregamentos grosseiros normalmente associados à um carregamento estático ou monotônico. Sob carregamento cíclico ocorrem escorregamentos finos, e é o que mostra a figura 11b. Escorregamentos grosseiros podem ser considerados uma avalanche de escorregamentos finos nos quais poucas faixas de escorregamentos adjacentes e paralelas movem-se em relação às outras. As faixas de escorregamentos mostradas na figura 11 são faixas paralelas de um grão que estão perpendiculares à superfície. Tanto os escorregamentos grosseiros como os finos são estudados com amostras polidas e atacadas quimicamente usando microscópios óticos e eletrônicos. A figura 11c mostra o desenvolvimento progressivo de um par de extrusão/intrusão sob carregamento cíclico. As setas verticais indicam a direção do carregamento (tensão ou compressão), e as setas horizontais identificam a progressão dos escorregamentos.





Figura 11: Escorregamentos esquemáticos devido a carregamentos externos. (a) Carregamento monotônico. (b) Carregamento cíclico. (c) Progressão de um par de extrusão/intrusão (Stephens, 2001).

A introdução da microscopia eletrônica na década de 1950 promoveu grandes avanços na compreensão dos mecanismos de fadiga. Microscópios óticos têm uma ampliação limitada a aproximadamente 1000x com pequeno campo de visão e pouca profundidade de foco. Portanto, usar um microscópio ótico em altas ampliações para focar superfícies que não são extremamente planas vai resultar em micrografias de péssima qualidade. Microscópios eletrônicos de varredura promovem excelentes campos de visão e profundidades focadas em amplitudes superiores a 10000x, promovendo excelentes imagens de artefatos de fadiga. Normalmente a nucleação de trincas de fadiga ocorrem na superfície, pelo fato da deformação plástica ocorrer mais facilmente na superfície e nela também é facilitada a ocorrência dos passos de escorregamentos (extrusão/intrusão). E ainda, na maioria das situações, a tensão ou deformação desenvolvida em um componente ou estrutura devido a carregamentos externos são maiores na superfície.



Trincas de fadiga que se nucleiam em faixas de escorregamentos tendem a crescer sob o plano de maior tensão de cisalhamento. O crescimento de microtrincas é extremamente influenciado pelas características dos sistemas de escorregamento do material, pelo tamanho de grão, e pela extensão da plasticidade próxima a ponta da trinca. Quando o tamanho da trinca é limitado a alguns diâmetros de grãos, o crescimento da trinca ocorre predominantemente por processo de cisalhamento. Esse comportamento de trinca é conhecido como "crescimento de microtrincas". Entretanto o tamanho físico que a trinca cresce devido cisalhamento varia de material para material, sendo dependente também do seu tamanho de grão (Stephens, 2001).

Nem todas as trincas de fadiga se nucleiam em faixas de escorregamentos. Sob carregamento em condições de fadiga, trincas de fadiga podem nuclear-se próximas às descontinuidades do material como inclusões, partículas de segunda fase, corrosão por pite, contornos de grãos, contornos de maclas, poros vazios, e faixas de escorregamentos.

Às vezes pode-se nuclear trinca em contornos de grãos quando a temperatura ultrapassa aproximadamente 50 por cento da temperatura de fusão absoluta do material ou também devido a grandes amplitudes de deformação. Em temperaturas moderadas os precipitados no contorno de grão aumentam a sua resistência. Já em altas temperaturas, esses precipitados podem abaixar a resistência do contorno, e com a introdução de um período de pausa, quando o mecanismo de fluência pode ocorrer, o contorno de grão se trinca e trincas intergranulares podem ocorrer. Impurezas que se agregam aos contornos de grãos podem causar fragilização em alguns metais, e assim é favorecida a nucleação e o crescimento de trincas intergranulares.

Microtrincas podem estar presentes no material antes de qualquer carregamento, devido aos processos e tratamentos a que este é imposto. Desse modo, a fase de nucleação da trinca pode não existir se a trinca já existe antes do primeiro carregamento cíclico. Uma vez presente microtrinca ou microtrincas e a ciclagem continua, as trincas tendem a se coalecer e crescer ao longo do plano de maior tensão de tração. Então dois estágios de crescimento da trinca existem, o "estágio 1" é de modo cisalhante e o "estágio 2" é de modo trativo. O crescimento de uma trinca de fadiga está mostrado esquematicamente na figura 12. A nucleação da trinca está mostrada na superfície e esta cresce controlada primeiramente por cisalhamento, e depois de uma maneira de "zigzag" mas essencialmente perpendicular à direção do carregamento, e esta parte foi controlada por tração.





Figura 12: Crescimento esquemático de uma trinca de fadiga transcrinstalina, mostrando o estagio 1 (cisalhamento) e o estagio 2 (tração) de crescimento (Stephens, 2001).

II.8.11- Comportamento à fadiga de aços inoxidáveis martensíticos

Com base em outros estudos realizados pela sociedade acadêmica internacional, podemos ter uma idéia de qual será o comportamento do aço inoxidável martensítico UNS S42000 à solicitação cíclica.

Esse tipo de aço é muito sensível a carbonetos grandes, pois estes são ótimos lugares para a nucleação de trincas de fadiga. Com base nisso seria melhor usar a maior temperatura de austenitização possível, pois desta forma-se dissolveria mais carbonetos diminuindo a quantidade de carbonetos grandes ao final do tratamento térmico. Porém a temperatura de austenitização tem outros efeitos importantes sobre a microestrutura do material (Neri M.A., Colas R).

A figura 13 mostra a influência da temperatura de austenitização na dureza obtida após a têmpera. A dureza aumenta com o aumento da temperatura de austenitização até 1050°C e depois cai até 1100°C. A dureza aumenta devido a maior dissolução de carbonetos de cromo, o que aumenta o teor de carbono da martensita e promove uma maior deformação no reticulado cristalino. Após 1050°C a fração volumétrica de austenita retida começa a ser mais significante a ponto de abaixar a dureza após têmpera (Candelária, A.F.; Pinedo C.E).

A figura 14 mostra que a resistência à corrosão é fortemente influenciada pela temperatura de austenitização, devido à fração volumétrica de carbonetos. Há um decréscimo na resistência a corrosão com o aumento da temperatura de austenitização até 1075°C, e dessa temperatura até 1100°C a resistência à corrosão aumenta. Considerando que a resistência à corrosão está associada à quantidade de cromo em solução sólida na matriz ferrítica, esse é



um comportamento inesperado. Entretanto deve haver outro mecanismo influenciando a resistência à corrosão mais do que o aspecto benéfico da dissolução de carbonetos. Isso pode ser explicado como conseqüência do aumento da tensão residual causada pela deformação do reticulado cristalino devido à reação martensítica, promovido pelo aumento da saturação de carbono quando a temperatura de austenitização aumenta. O decréscimo de massa perdida a 1100°C confirma o mecanismo proposto. Quando a fração volumétrica de austenita retida aumenta a tensão residual decresce promovendo uma influencia benéfica à corrosão (Candelária, A.F.; Pinedo C.E).



Figura 13: Influência da temperatura de austenitização na dureza obtida após têmpera do aço inoxidável UNS S42000 (Candelária, A.F.; Pinedo C.E).



Figura 14: Influência da temperatura de austenitização na resistência à corrosão (Candelária, A.F.; Pinedo C.E)



III. MATERIAIS E MÉTODOS:

III.1. Materiais

A composição química do material obtido pelo LabMat-FEI encontra-se na Tabela 3.1. As barras de 19,05 mm de diâmetro foram usinadas respeitando as especificações geométricas da norma ASTM E 606-92, gerando corpos-de-prova para os ensaios de tração e de fadiga de baixo ciclo.

Tabe	Tabela 3.1: composição química (%massa) do aço em estudo.					estudo.	
С	Cr	Si	Ni	Mn	S	Р	Fe
0,38	12,28	0,45	0,14	0,52	0,021	0,025	balanço

III.2. Métodos

III.2.1 Tratamento térmico

Os corpos-de-prova foram austenitizados à vácuo a 1045°C e 1000°C por 40 minutos, temperados em óleo e revenidos a 500°C por 1 hora, utilizando forno cilíndrico a vácuo do LabMat-FEI.

III.2.2 Caracterização microestrutural

Para realizar a caracterização microestrutural foram utilizadas amostras retiradas dos corpos-de-prova tanto do material como recebido como do material tratado termicamente.

As amostras foram retiradas das seções transversal e longitudinal do corpo-de-prova, sendo embutidas em resina termofixa de cura quente (baquelite) utilizando uma TEMPOPRESS 2 da Struers (Figura 3.1), para depois realizar o lixamento, que é feito com lixas de granulação de #220, #320 e #500, e em seguida o polimento, que é feito com pasta de diamante de diâmetro médio de 6 μ m, 3 μ m e 1 μ m. As etapas de lixamento e polimento foram realizadas uma politriz automática STRUERS ABRAMIN (Figura 3.2), e obedecendo o procedimento mostrado a seguir (Tabela 3.2):



Dasso	Suporte	Tam. do	Lubrificante	Força	Vazão do d	Programa da Politriz			
1 4550		Abrasivo	Abrasivo	Lubinicante	(N)	Lubrificante	Abrasivo	Tempo	RPM
1	Rotal	#220	Água	250N	-	-	3'00"	150	W
2	Rotal	#320	Água	250N	-	-	3'00"	150	W
3	Rotal	#500	Água	250N	-	-	3'00"	150	W
4	DP- MOL	6µm	Álcool	250N	-	-	3'00"	150	D
5	DP- MOL	3µm	Álcool	250N	-	-	3'00"	150	D
6	DP-NAP	1µm	Álcool	250N	-	-	3'00"	150	D

Tabela 3.2: Procedimento de lixamento e polimento.

O ataque metalográfico foi feito com o reativo de Vilela (1g ácido pícrico, 5mL HCl, 100mL etanol). Esse ataque realça o contorno das partículas da segunda fase e ataca a martensita.

Para analisar as amostras foi utilizado um microscópio LEICA DMLM (Figura 3.3).

III.2.3 Dureza

A análise de dureza foi feita utilizando equipamentos nas escala Rockwell B e C, e na escala Vickers. A escala Rockwell C utiliza uma carga de 150kg e foi usada para fazer medidas em corpos-de-prova temperados e temperados e revenidos com 5 impressões em cada corpo, a escala Rockwell B utiliza 100kg de carga e foi usada para medir os corposde-prova do material como recebido. Para a medição em escala Vickers foi utilizada uma carga de 5kg, permitindo fazer medidas em corpos-de-prova em todas as condições, ou seja, material como recebido, temperado, e temperado e revenido, com 5 impressões em cada corpo.

As medidas de dureza Rockwell B e C são feitas utilizando um durômetro da Wilson Mechanical Instrument (Figura 3.4) e as de escala Vickers são feitas utilizando um durômetro HECKERT (Figura 3.5), que possui as escalas Vickers e Brinel e uma variação de carga de 5 a 250kg.

III.2.4 Microdureza Vickers

Para obter os valores necessários para fazer um perfil de dureza na seção longitudinal das amostras foi utilizado um microdurômetro SHIMADZU do LabMat-FEI, na escala microVickers com 100g de carga (Figura 3.6). As medidas foram feitas no sentido longitudinal em um corpo-de-prova temperado e revenido a 500°C. As medidas foram feitas de 1 em 1 décimo de milímetro em quase 3mm do corpo de prova e de 5 em 5 décimos de milímetro no restante.



III.2.5 Ensaios de Tração

Para obter os dados desejados em um ensaio de tração foram feitos ensaios em 5 corpos-deprova temperados e revenidos, previamente polidos. Para a realização dos ensaios foi utilizada uma máquina universal de ensaios MTS do LabMat-FEI (Figura. 3.7). Os dados foram adquiridos pelo software *TESTWORKS 4*.Os ensaios foram feitos obedecendo a norma ASTM E 8M-97.

III.2.6 Ensaios de fadiga

Para obter os dados desejados em um ensaio de fadiga sob amplitude de deformação controlada foram feitos ensaios em 18 corpos-de-prova temperados e revenidos, previamente polidos. Os ensaios foram divididos em uma faixa de amplitude de deformação de 0,6 a 1,0 %. Para a realização dos ensaios foi utilizada uma máquina universal de ensaios MTS do LabMat-FEI (Figura. 3.7). Os dados foram adquiridos pelo software *TESTWORKS* 4.Os ensaios foram feitos obedecendo a norma ASTM E 606-92.

A freqüência utilizada foi de 0,5Hz para minimizar o efeito do aquecimento, mantendo deformação média nula.



Figura 3.1: Embutidora TEMPOPRESS 2. LabMat-FEI





Figura 3.2: politriz automática Struers Abramin. LabMat-FEI.



Figura 3.3: Microscópio ótico LEICA DMLM. LabMat-FEI.





Figura 3.4: Durômetro WILSON. LabMat-FEI.



Figura 3.5: Durômetro HECKERT. LabMat-FEI



Figura 3.6: Microdurômetro SHIMADZU. LabMat-FEI.





Figura 3.7: Máquina universal de ensaios MTS, com capacidade máxima de 250 kN, servocontrolada. LabMat-FEI



IV. RESULTADOS EXPERIMENTAIS:

IV.1. Caracterização microestrutural:

A caracterização microestrutural foi feita em corpos-de-prova de seções transversais e longitudinais com os materiais nas condições de como recebido, temperado, e temperado e revenido.

IV.1.1 Material como recebido

A microestrutura é bem homogênea tanto na seção transversal como na seção longitudinal e constituída de matriz ferrítica com carbonetos de cromo (Figura 4.1). Pode-se notar a presença de inclusões alongadas no sentido longitudinal (Figuras 4.2 e 4.3), principalmente de sulfeto de manganês.



Figura 4.1: Corte transversal. Ataque de Vilela. Microestrutura constituída de matriz ferrítica com carbonetos de cromo.





Figura 4.2: Corte longitudinal. Sem ataque. Inclusões de sulfeto.



Figura 4.3: Corte longitudinal. Sem ataque. Inclusão de sulfeto em detalhe.

IV.1.2 Material temperado

A microestrutura dos materiais temperados, tanto do austenitizado a 1045°C quanto do austenitizado a 1000°C, é constituída de grãos de martensita com carbonetos de cromo não dissolvidos.



O material que foi austenitizado a 1045°C apresenta trincas devido à têmpera (Figura 4.4), o que não ocorreu no material austenitizado a 1000°C. Por este motivo, para os ensaios de tração e fadiga os corpos-de-prova foram austenitizados a 1000°C e resfriados em óleo. No corte longitudinal pode-se observar faixas escuras mostrando o bandeamento no sentido longitudinal, tanto no material austenitizado a 1045°C (Figura 4.5), como do material austenitizado a 1000°C (Figura 4.6). Nessas faixas de bandeamento pode-se observar que existem grãos menores, e também que há uma grande concentração de carbonetos (Figura 4.7). As inclusões estão dispostas normalmente próximas às faixas de bandeamento (Figuras 4.5, 4.6 e 4.7).



Figura 4.4: Corte transversal. Ataque de Vilela. Austenitizado a 1045 °C. Trinca intergranular devido a tempera.





Figura 4.5: Corte longitudinal. Austenitizado a 1045 °C. Ataque de Vilela. Faixas escuras mostrando o bandeamento no sentido longitudinal. Inclusão próxima à faixa de bandeamento.



Figura 4.6: Corte longitudinal. Austenitizado a 1000 °C. Ataque de Vilela. Faixas escuras mostrando o bandeamento no sentido longitudinal. Inclusão próxima à faixa de bandeamento.





Figura 4.7: Corte longitudinal. Austenitizado a 1045 °C. Ataque de Vilela. Observa-se que existem grãos pequenos dispostos em faixas onde há uma grande concentração de carbonetos e inclusões

IV.1.3 Material temperado e revenido

A microestrutura após austenitização a 1000°C, têmpera em óleo e revenimento a 500°C por 1 hora é constituída de grãos de ferrita, carbonetos de cromo não dissolvidos na austenitização e carbonetos finamente precipitados no revenimento, estes não visíveis na microscopia óptica (Figura 4.8). Após esse ciclo térmico o material não apresentou trincas intergranulares devido a têmpera.



Figura 4.8: Corte transversal da amostra temperada a partir de 1000 ℃ e revenida a 500 ℃. Ataque de Vilela. Microestrutura constituída de grãos de ferrita, carbonetos de cromo não dissolvidos na austenitização e carbonetos finamente precipitados no revenimento (não visíveis).



IV.2 Dureza

Os valores de dureza estão mostrados na tabela 4.1. Pode-se perceber que os valores de dureza dos materiais que foram austenitizados a 1000°C são maiores do que os valores encontrados para os materiais que foram austenitizados a 1045°C. Nota-se também que os valores de desvio-padrão são consideravelmente maiores nos materiais austenitizados a 1045°C.

Materiais	Vickers (5kg)	Rockwell B	Rockwell c			
Como recebido	229 ± 4 HV	98,5 ± 1,5 HRB				
Temperado (1000°C)	$620 \pm 6 \text{ HV}$		55 ± 3 HRC			
Temperado (1045°C)	$557 \pm 8 \text{ HV}$		52 ± 6 HRC			
Revenido (1000°C)	551 ± 3 HV		51 ± 1 HRC			
Revenido (1045°C)	$340 \pm 8 \text{ HV}$		33,5 ± 5,5 HRC			

Tabela 4.1: Valores de dureza

IV.3 Perfil de microdureza Vickers 100g.

O perfil de microdureza está mostrado na figura 4.9. As medidas cobrem todo o diâmetro (19,05mm) do corpo-de-prova. Percebe-se que a dureza varia de 540 a 640HV devido às faixas de bandeamento presentes.





Figura 4.9: Perfil de microdureza Vickers (100g).

IV.4 Ensaio de Tração.

Os dados obtidos nos ensaios de tração estão mostrados nas tabelas 4.2 e 4.3. Os valores de E, σ_{LE} , σ_{LR} , H e n são médias dos valores obtidos dos 5 ensaios. Já os valores de $\tilde{\sigma}_{f}$, $\tilde{\varepsilon}_{f}$, A_{T}^{25mm} , RA, u_{R} e \tilde{u}_{T} , são médias dos 3 ensaios que apresentaram fratura dúctil. O software *TESTWORKS 4*, fornece os valores de E, σ_{LE} , σ_{LR} , A_{T}^{25mm} , RA para cada ensaio, já os valores de $\tilde{\varepsilon}_{f}$, u_{R} , e \tilde{u}_{T} foram calculados utilizando as equações II.9, II.13, II.16 respectivamente. Para o cálculo dos valores de H e n foi utilizado o programa Microsoft Excel. Com este programa é possível calcular a equação da curva do gráfico de tensão-deformação plástica reais, e os valores de H e n vêem desta equação. Para calcular $\tilde{\sigma}_{f}$ foi utilizada a equação II.12, que é a equação com a correção de Bridgman. No cálculo do fator de Bridgman, equação II.11, foram utilizadas as 3 fraturas dúcteis, pelo fato de que apenas nestas foi possível obter os valores de D_{min} e R. A figura 4.10 mostra os dois tipos de fraturas que ocorreram. Nota-se que no corpo-de-prova que apresenta fratura frágil, não é possível determinar o raio da estricção, nem determinar um D_{min} ao longo do corpo-de-prova. Cada ensaio que apresentou uma fratura dúctil teve o seu fator de Bridgman e a sua



deformação real na fratura ($\tilde{\sigma}_{f}$) calculados, para que depois fosse possível calcular uma média dos valores de $\tilde{\sigma}_{f}$.

Os gráficos de tensão-deformação convencionais (Figura 4.11), tensão-deformação reais (Figura 4.12) e tensão-deformação plástica reais (Figura 4.13), são mostrados com os dados obtidos no primeiro ensaio feito.



Figura 4.10: Detalhe dos tipos de fratura.

Tabela 4.2:	Dados	obtidos	dos	ensaios	de	tração.

E (GPa)	209 ± 3
σ_{LE} (MPa)	1406 ± 56
σ_{LR} (MPa)	1779 ± 33
$ ilde{\sigma}_{ ext{f}}$ (MPa)	2048 ± 79
A_{T}^{25mm} (%)	$13,33 \pm 2,70$
RA (%)	$21,40 \pm 4,60$
$\tilde{\varepsilon}_{\rm f}$ (mm/mm)	0,2419 ±0,0585
$u_R (MJ/m^3)$	$4,550 \pm 0,262$





Figura 4.11: Gráfico tensão-deformação convencionais.



Figura 4.12: Gráfico tensão-deformação reais.





Figura 4.13: Gráfico tensão-deformação plástica reais.

T 1 1 4 0	0 0	. 1 ~	1 D 1 0	1
Tabela 4.3:	Coeficiente e ex	poente da equacao	de Ramberg-Osgo	od e tenacidade real.

H (MPa)	2558 ± 105
n	$0,0923 \pm 0,0105$
$\widetilde{u}_T (\mathrm{MJ/m}^3)$	489 ± 132

IV.5 Ensaio de Fadiga.

Os valores obtidos no ensaio de fadiga estão mostrados na Tabela 4.4.Os ensaios de fadiga de baixo ciclo foram realizados com variando a amplitude de deformação de 0,6 a 1,0%, para compará-las quanto ao seu número total de ciclos até a falha. Com os dados fornecidos pelo software *TESTWORKS* 4 da MTS e pela equação II.17 podemos calcular e tabelar os valores de \mathcal{E}_a^T , \mathcal{E}_a^p , \mathcal{E}_a^e para então construir um gráfico de amplitude de deformação (total, elástica e plástica) por número de ciclos, que é o que mostra a Figura 4.14. O programa Microsoft Excel forneceu a equação da curva do gráfico, com isso pode-se calcular a equações das curvas das deformações elástica e plástica e delas saem os valores de *b* e *c*



respectivamente. Com esses valores e com a equação II.21 pode-se calcular o valor de ε'_f e de σ'_f .

Com o auxilio das equações II.7, II.8 e II.15 pode-se calcular e tabelar os valores de $\tilde{\sigma}_a$ e $\tilde{\varepsilon}_a^P$ para então construir um gráfico de amplitude de tensão real por amplitude de deformação plástica real, que está mostrado na figura 4.15. Com a equação da curva desse gráfico obteve-se os valores de H' e n'.

Tabela 4.4: Dados obtidos nos ensaios de fadiga.

$\sigma'_{f}(MPa)$	2922,433
ε'_{f} (mm/mm)	0,550614
b	-0,0941
с	-0,8546
H' (MPa)	1938,5
n'	0,0418



Figura 4.14: Gráfico Amplitude de deformação por Número de Ciclos mostrando curvas de amplitude de deformação Total, Plástica e Elástica.





Figura 4.15: Gráfico Amplitude de Tensão Real por Amplitude de deformação Real.

II.6: Análise Fractográfica

As Figuras 4.17, 18 e 19 mostram a superfície de fratura obtidos nos ensaios de tração, Figura 4.17, e nos ensaios de fadiga, Figura 4.18 que foi ensaiado a 0,6% de Amplitude de Deformação e Figura 4.19 que foi ensaiado a 1,0% de Amplitude de Deformação. As setas indicam o ponto de inicio de falha. A superfície do ensaio de tração mostra que o material é muito frágil devido à presença de marcas de rios. Já as superfícies de fratura dos ensaios de fadiga, mostrando a região de fratura estável e a região de fratura instável. Percebe-se que estas começaram na superfície do material.





Figura 4.17: Superfície da fratura de um ensaio de tração. A seta indica o início da fratura.



Figura 4.18: Superfície da fratura do ensaio de fadiga com Amplitude de Deformação de 0,6%. A seta indica o início da fratura.





Figura 4.19: Superfície da fratura do ensaio de fadiga com Amplitude de Deformação de 1,0%. A seta indica o início da fratura.



IV. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS:

A análise microestrutural do material como recebido mostrou que existem inclusões de sulfeto em número significativo, o que pode influenciar negativamente os resultados dos ensaios de fadiga que foram realizados (Figuras 4.2 e 4.3). Pela análise microestrutural pode-se concluir que a austenitização feita a 1000°C é a mais apropriada para ser realizada nos corpos-de-prova que foram usados para os ensaios mecânicos por não apresentar trincas de têmpera, o que ocorreu na austenitização a 1045°C (Figura 4.4). O fato de haver essas trincas deve ser o grande responsável pela grande variação de dureza que foi encontrado nos materiais austenitizados a 1045°C (Tabela 4.1). As trincas devem ser responsáveis também pelos valores de dureza do material austenitizado a 1045°C serem mais baixos do que os valores encontrados para o material austenitizado a 1000°C, já que o esperado seria o contrário, pois o mecanismo de endurecimento mais significante para esta avaliação seria a presença de carbono em solução sólida, e se dissolve mais carbonetos a 1045°C do que a 1000°C, portanto o esperado seria valores de dureza maiores para o material austenitizado a 1045°C do que a 1045°C.

Outro fator que pode influenciar os resultados dos ensaios é o fato do material apresentar um bandeamento no sentido longitudinal devido ao seu processo de fabricação (Figuras 4.5, 4.6 e 4.7). Esse bandeamento faz com que os carbonetos não dissolvidos na austenitização se concentrem em aglomerados dispostos nessas faixas, o que indica que estes são barreiras para o crescimento dos grãos durante a austenitização, o que resulta em faixas com muitos carbonetos e grãos pequenos (Figura 4.7), provocando propriedades anisotrópicas ao longo da seção transversal do material. Com o perfil de microdureza pode-se avaliar a variação de dureza ao longo da seção longitudinal do material, Figura 4.9. A dureza variou ao longo da seção longitudinal entre 540 e 640 HV mostrando o bandeamento do material, porém este bandeamento não influenciou nos resultados dos ensaios de fadiga, pois todas as falhas tiveram início na superfície do material.

Dentre os 5 corpos-de-prova utilizados para realizar o ensaio de tração, 2 apresentaram fratura frágil por causa de trincas propagadas devido aos riscos que foram feitas para possibilitar a medição do comprimento útil deles, e 3 apresentaram fratura dúctil. A fratura frágil prejudica a tomada dos valores de $\tilde{\sigma}_{\rm f}$, $\tilde{\varepsilon}_{\rm f}$, %RA e $A_{\rm T}^{\rm Lo}$, u_R , \tilde{u}_T portanto para obtenção desses valores foram utilizados apenas os 3 corpos-de-prova que apresentaram fratura dúctil. Já para o levantamento dos valores de E, $\sigma_{\rm LE}$, $\sigma_{\rm LR}$, H, n foram utilizados todos os 5 ensaios. Em todas as variáveis calculadas, os desvios-padrão são baixos (Tabelas 4.2 e 4.3) mostrando a confiabilidade dos resultados obtidos. Pelo alto valor de R²(~0,99) obtido no gráfico de Tensão Real por Deformação Plástica Real percebe-se que o material obedece a relação de Ramsberg-Osgood.

Com a realização dos ensaios de fadiga foi possível obter os dados desejados, Tabela 4.4. Com posse desses dados pode-se construir um gráfico de tensão real por deformação real dos ensaios monotônico e cíclico, Figura 5.1, e através deste podemos concluir que o material apresenta um comportamento misto sob carregamento cíclico, ou seja, o material



primeiramente endurece e depois amolece devido ao carregamento cíclico. Apesar do nível de precisão obtidos nas curvas do gráfico de amplitude de deformação (plástica e elástica) por número de ciclos serem inferiores a 80%, os dados são confiáveis, pois esse tipo de ensaio de fadiga de baixo ciclo controlado por amplitude de deformação têm um grande desvio. No entanto a determinação de H' e n' ficou prejudicada pelos baixos valores de R² (~0,66) comparados aos valores de R² da condição monotônica (R²=0,99).



Figura 5.1: Gráfico Tensão Real por Deformação Real Total, mostrando as curvas dos ensaios de tração e de fadiga.



VI. CONCLUSÕES

Desse trabalho pode-se ter as seguintes conclusões:

- O aço inoxidável UNS S42000 temperado e revenido a 500°C apresenta um comportamento frágil, e é muito sensível a nucleação de trincas em imperfeições na superfície.
- O material em estudo obedece à equação de Ramsberg-Osgood tanto monotonicamente (R²=0,99) como ciclicamente (R²=0,66).
- O material apresenta um comportamento misto quanto solicitado ciclicamente.
- Foi possível determinar a vida em fadiga através das equações de Basquin e Coffin-Manson, com 75% de confiabilidade.

VII. SUGESTÃO PARA TRABALHO FUTURO

Ensaio de tração e de fadiga em corpos-de-prova temperados e revenidos a 200°C, 300°C, 400°C, 550°C, 600°C para caracterizar a influência do revenimento no comportamento à fadiga.



VIII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM E 606-92, "Standard practice for strain-controlled fatigue testing", ASTM – American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 1993, Committee E-8, pp. 525-539

ASTM E 8M-97, "Standard test methods for tension testing of metallic materials[Metric]", ASTM – American Society for Testing and Materials, Philadelphia, USA, 1997, Committee E-28, pp. 77-97.

Dowling, N. E., 1999, "Mechanical behaviour of materials", Prentice Hall, New Jersey, USA, 2. ed., pp. 108-135.

Lampman, S. (ed), 1997, "Fatigue and fracture" IN: ASM Handbook, ASM, Metals Park, USA, Vol. 19, pp. 963-979.

Sedriks, A. J., 1996-A, "Corrosion of stainless steels". Wiley-Interscience:New York, 1996 pp. 1-12.

Sedriks, A. J., 1996-B, "Corrosion of stainless steels". Wiley-Interscience:New York, 1996 pp. 13-72.

Stephens, R. I., 2001, "Metal Fatigue in Engineering", John Wiley & Sons, Inc., New York, USA, 2. ed., pp. 33-117.

Neri M.A.; Colas R., 2001, "Materials Characterization 47", pp. 283-289

Candelária, A.F.; Pinedo C.E, 2003, "Jpurnal of Material Science Letters 22", pp. 1151-1153.