

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

Determinação de Tensão Interna
em Camadas Superficiais

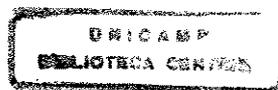
Natal Nerímio Regone
Orientadora: **Célia Marina A. Freire**
Co-Orientadora: **Margarita Ballester**

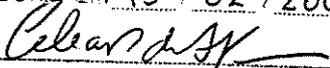
Dissertação de Mestrado

27/00

Campinas - S.P. - Brasil
2000.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR NATAL NERÍMIO
REGONE E APROVADA PELA
COMISSÃO JULGADORA EM 18 / 02 / 2000




ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Determinação de Tensão Interna em Camadas Superficiais

Autor: Natal Nerímio Regone
Orientadora: Célia Marina Alvarenga Freire
Co-Orientadora: Margarita Ballester

Curso: Engenharia Mecânica
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2000
S.P. – Brasil

UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	77 UNICAMP R 265d
V. Ex.	
TOMBO BC/	41451
PROC.	278/00
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇOS	R\$ 11,00
DATA	11-07-00
N.º CPD	

CM-00142430-9

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

R265d Regone, Natal Nerímio
 Determinação de tensão interna em camadas
 superficiais / Natal Nerímio Regone.--Campinas, SP:
 [s.n.], 2000.

 Orientadores: Célia Marina A. Freire; Margarita
 Ballester

 Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
 Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

 1. Tensões residuais. 2. Revestimentos. 3. Raios X -
 Difração. I. Freire, Célia Marina A. II. Ballester,
 Margarita. III. Universidade Estadual de Campinas.
 Faculdade de Engenharia Mecânica. IV. Título.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Determinação de Tensão Interna em Camadas Superficiais

Autor: Natal Nerímio Regone

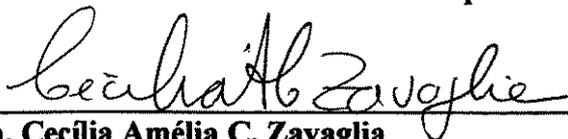
Orientadora: Célia Marina Alvarenga Freire

Co-Orientadora: Margarita Ballester



Prof. Dra. Célia Marina Alvarenga Freire, Presidente

Instituição: Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Mecânica



Prof. Dra. Cecília Amélia C. Zavaglia

Instituição: Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Mecânica



Prof. Dr. Lisandro Pavie Cardoso

Instituição: Universidade Estadual de Campinas - Instituto de Física "Gleb Wataghin"

Campinas, 18 de fevereiro 2000

Dedicatória

Dedico este trabalho aos Meus Pais.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser terminado sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto minha homenagem:

À minha orientadora Célia Marina Alvarenga Freire e à minha co-orientadora Margarita Ballester pela orientação, ajuda e auxílio constante na realização deste trabalho.

À Cláudia Aoki, Rita Helena B. Jacon, e ao estagiário Rafael Barros pela grande ajuda durante o trabalho.

À Rogério Machado pelo grande apoio durante todo o decorrer do presente trabalho.

Ao CNPq, e à FINEP pelo apoio financeiro.

À COFAP pelo fornecimento dos anéis.

*A arte da vida consiste em
fazer da vida uma obra de arte.*

Gandhi.

Resumo

REGONE, Natal Nerímio, *Determinação de tensão Interna em Camadas Superficiais*, Campinas, : Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000. 108 p. Dissertação (mestrado)

As tensões surgem nos materiais a partir dos processos de fabricação e também pela utilização de tratamentos superficiais como nitretação dos aços, deposição de camadas por diversos métodos, ou tratamento térmico. Podem ocorrer em escala macroscópica, sendo chamadas de macrotensão ou em um nível microscópico denominadas de microtensão. O objetivo do presente trabalho é avaliar a técnica de difração de raio-X como metodologia de análise de tensões em revestimentos. Para a caracterização da tensão interna foram feitos ensaios por difração de raio-X onde é utilizado dois métodos de análise, o cálculo unidimensional e o bidimensional. O cálculo unidimensional é mais apropriado para materiais padronizados, como os monocristais. No cálculo bidimensional pode ser utilizado qualquer tipo de material policristalino. Com os dados do difratograma pode-se fazer o cálculo da tensão presente no material pela mudança da posição dos picos de difração do espectro. A tensão uniaxial é mais simples de ser determinada, pois pode ser feita em um difratômetro de raio-X convencional. No cálculo da tensão biaxial necessita-se de um dispositivo especial para girar a amostra por um ângulo ψ . A utilização do método de difração de raio-X tem a grande vantagem de ser um ensaio não destrutivo das amostras. As diferentes amostras analisadas mostraram que a resultado da tensão presente em camadas superficiais é dependente de diversos fatores como textura, conformação mecânica, e o estado de tensão interna do respectivo substrato utilizado.

Palavras Chave

-Tensão, Revestimento, Raio-X

Abstract

REGONE, Natal Nerímio, *Determination of Residual Stress on Surface Coatings*, Campinas,: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000. 108 p. Dissertação (mestrado)

Internal stress can arise in materials due to its fabrication processes as well to its surface preparation, like nitriding or deposition, and to thermal treatment. It can occur in macroscopic scale, called macrostress or in a microscopic degree denominated microstress. The purpose of the present work is the evaluation of X-ray diffraction technique as a tool in the analyzes of stress in coatings. Two measurement methods were considered: the uniaxial and the biaxial. The first method is easier than the biaxial, but it is proper for single crystal materials. The second method can be used for any polycrystalline material, but it needs a special device to turn the sample by an angle ψ . The analyzed show that the coatings stress depends on the electrodeposition method, the substrate stress and on the mechanical deformation.

Key Words

-Stress, Coating, X-Ray

Índice

Lista de Figuras	ii
Lista de Tabelas	v
Nomenclatura	vii
1 Introdução	1
2 Revisão de Literatura	4
3 Caracterização da Tensão Interna por Difração de Raio-X	24
4 Materiais e Métodos	47
5 Resultados e Discussões	57
6 Conclusões e Sugestões para os próximos Trabalhos	103
Referências Bibliográficas	106

Lista de Figuras

2.1	Câmara de água com tubo capilar na vertical	10
2.2	Esquema do Contractômetro com uma longa tira na forma de hélice	12
2.3	Aparelhagem com o solenóide para medir as tensões	13
2.4	Parte superior da tira de Hoar-Arrowsmith	14
2.5	Extensômetro com os três perfuradores	17
2.6	Esquema da perfuração com os respectivos símbolos	18
2.7	Mecanismo de análise da deflexão do disco	21
2.6	Disposição do dobramento da viga cantilever	22
3.1	Haste cilíndrica sendo tensionada por uma força F_I	25
3.2	Difração de grãos tensionados no eixo vertical	28
3.3	Amostra sendo girada pelo ângulo ψ	31
3.4	Evolução Elipsoidal das Deformações da Rede em Função de $\sin^2\psi$	33
3.5	Gráfico para obtenção das componentes da tensão normal e cisalhante	34
3.6	Distribuição de planos normais no espaço de um único cone de difração	38
3.7	Varredura dos planos inclinados pelos ângulos $2\theta + \delta\theta$	39
3.8	Geometria de varredura de um elétron a um ponto P	41
4.1	Anel de pistão	48
4.2	Difratômetro de raio-X com o dispositivo de giro ψ	52
4.3	Fluxograma de análise das amostras	54
4.4	Espectro de difração do revestimento de níquel	55
4.5	Espectro de difração do anel comum	56

5.1 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do anel comum	59
5.2 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do anel 7	60
5.3 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do anel após alívio de tensão	61
5.4 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do anel nitretado 6	63
5.5 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do anel nitretado	63
5.6 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 31	69
5.7 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no Anel 51	70
5.8 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 201	71
5.9 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 202	72
5.10 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 203	73
5.11 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 204	73
5.12 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 2	76
5.13 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 2R	77
5.14 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 4	78
5.15 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 4R	78
5.16 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 8	79
5.17 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 8R	80
5.18 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento da chapa 101 brilhante	84
5.19 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento da chapa 101 fosca	85
5.20 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento da chapa 103 brilhante	86
5.21 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento da chapa 104 fosca	87
5.22 Intensidade de difração da chapa 101 fosca	88
5.23 Intensidade de difração da amostra 1	97
5.24 Intensidade de difração da amostra 1R	97
5.25 Intensidade de difração da amostra 31	98
5.26 Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 204 com ψ de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau a cada 5 segundos	99

5.27 Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 204 com psi de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a $0,1$ grau por segundo	100
5.28 Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 204 com psi de -45 a $+45^\circ$ de 5 em 5° a $0,1$ grau por segundo	101

Lista de Tabelas

3.1 Cálculo dos mínimos quadrados do vértice de uma parábola	43
4.1 Composição química do aço	48
5.1 Tensões uni e bidimensionais em anéis	58
5.2 Tensões nos processos de extrusão e usinagem	58
5.2 Tensões em aços	60
5.3 Tensão bidimensional e plano de difração	60
5.4 Tensão bidimensional em aço tratamento térmico	61
5.5 Tensão bidimensional em nitreto	62
5.3 Tensões bidimensionais e planos de difração nos anéis nitretados	64
5.7 Tensões uni e bidimensionais do revestimento em base reta	66
5.8 Tensões uni e bidimensionais dos revestimentos nos anéis	67
5.9 Corrente utilizada nas amostras	68
5.10 Relação t_{on}/t_{off} e tensões bidimensionais em anéis	74
5.11 Tensões uni e bidimensionais de revestimentos em anéis	75
5.12 Tensões de materiais revestidos	81
5.13 Tensões uni e bidimensionais nos revestimentos de chapas	82
5.14 Tensões bidimensionais em revestimentos produzidos por corrente contínua	89
5.15 Tensão em material laminado	89
5.16 Tensões bidimensionais e relação t_{on}/t_{off} nas chapas	90
5.17 Espessuras dos revestimentos em anéis e chapas	90

5.18 Tensão bidimensional em anéis usinados	92
5.19 Tensão do revestimento em chapas	93
5.20 Condições de análise da amostra 204	102
5.21 Variação nas condições de análise da amostra 204	102

Nomenclatura

Letras Latinas

T - temperatura	[°C]
E_r - módulo de Young do revestimento	[Pa]
S - tensão	[Pa]
R' - raio da área revestida do disco	[mm]
h - mudança de altura do tubo de capilaridade	[mm]
t - espessura do depósito	[mm]
e' - espessura do metal base	[mm]
F - força aplicada horizontalmente no topo do depósito	[N]
G - força magnética	[N]
d' - espessura da tira	[mm]
b - comprimento da tira	[mm]
\bar{A} , \bar{B} - constantes de calibração tabeladas que dependem das propriedades do material, da geometria do extensômetro, do diâmetro e profundidade do orifício	
D - diâmetro do círculo do extensômetro	[mm]
D_o - diâmetro do orifício perfurado	[mm]
E_s - módulo de Young do substrato	[Pa]
E_r - módulo de Young do revestimento	[Pa]
d_s - espessura do substrato	[mm]
R_1 - raio de curvatura da tira que dobrou	[mm]

d_r - espessura do revestimento	[mm]
L - comprimento da tira	[mm]
f - deflexão da extremidade da tira	[mm]
r' - raio do disco	[mm]
F_1 - força aplicada na haste cilíndrica	[N]
A - seção de área A da haste cilíndrica	[mm ²]
L_o - comprimento inicial da haste cilíndrica	[mm]
L_f - comprimento final da haste cilíndrica	[mm]
E - módulo de Young do material	[Pa]
D' - diâmetro da haste cilíndrica	[mm]
D'_o - diâmetro inicial da haste cilíndrica	[mm]
D'_f - diâmetro final da haste cilíndrica	[mm]
d_n - distância interplanar do material tensionado	[Å]
d_o - distância interplanar do material sem tensão	[Å]
n - número inteiro da ordem de difração	
d - distância interplanar do plano cristalino (hkl)	[Å]
$d_{\phi\psi}$ - distância interplanar nas direções $\phi\psi$	[Å]
m - inclinação da reta	
S_1 - constante elástica de Voigt	
S_2 - constante elástica de Voigt	
r - raio da esfera	[mm]
N - área total da esfera	[mm ²]
a - distância entre átomos	[mm]
I - intensidade de espalhamento do feixe de raio-X	[Cps]
I_o - intensidade de espalhamento de um feixe de raio-X não polarizado	[Cps]
m_1 - massa do elétron	[Kg]
c - velocidade da luz	[m/s]
e - carga do elétron	[C]
r_1 - comprimento do vetor posição à P	[mm]
$I_{2\theta}$ - intensidade de raio-X a um ângulo 2θ	[Cps]

I_{pc} - intensidade de raio-X no pico de difração a um ângulo 2θ [Cps]

A_1, B_1, C_1 - constantes das somatórias

n_1 - número de pontos

x_{pc} - valor a ser somado ao ângulo inicial da curva do pico

.....

Letras Gregas

σ_t - macrotensão total [Pa]

σ_i - tensão intrínseca [Pa]

σ_{th} - tensão térmica [Pa]

α_r - coeficiente de expansão térmica do revestimento

α_s - coeficiente de expansão térmica do substrato

ν_r - coeficiente de Poisson do revestimento [Pa]

K - constante de flexão do disco

ϵ_r - medida do alívio de deformação de um medidor centrado em P

$\sigma_{máx}$ - tensão máxima presente no orifício antes da perfuração [Pa]

$\sigma_{mín}$ - tensão mínima presente no orifício antes da perfuração [Pa]

α - ângulo medido da direção de $\sigma_{máx}$ à direção de ϵ_r [°]

β - ângulo de referência da localização do medidor à direção de $\sigma_{máx}$ [°]

$\epsilon_{1, 2, 3}$ - alívio de deformação medidos pelos correspondentes numéricos

σ_r - tensão interna média no revestimento [Pa]

ν_s - coeficiente de Poisson do substrato [Pa]

Γ - relação utilizada no fator de correção

θ_1 - razão entre a espessura do substrato e do revestimento

δ - deflexão do centro da tira [mm]

$\Delta\delta_x$ - medida de mudança de deflexão antes da deposição

$\Delta\delta_y$ - medida de mudança de deflexão depois da deposição

ψ - ângulo de giro bidimensional da amostra	[°]
σ_y - tensão normal atuando na direção y	[Pa]
ε_y - deformação na direção y	
ε_x - deformação na direção x	
ε_z - deformação na direção z	
ν - coeficiente de Poisson do material	[Pa]
λ - comprimento de onda	[Å]
θ - ângulo de difração	[°]
$\varepsilon_{\phi\psi}$ - deformação na direção $\phi\psi$	
σ_x - tensão normal atuando na direção x	[Pa]
ϕ - ângulo da superfície do plano do material e a eixo principal da amostra	[°]
τ_{xy} - tensão cisalhante no plano normal ao eixo x (1º subscrito) e na direção y (2º subscrito)	[Pa]
σ_y - tensão normal atuando na direção y	[Pa]
σ_z - tensão normal atuando na direção z	[Pa]
τ_{xz} - tensão cisalhante no plano normal ao eixo x (1º subscrito) e na direção z (2º subscrito)	[Pa]
τ_{yz} - tensão cisalhante no plano normal ao eixo y (1º subscrito) e na direção z (2º subscrito)	[Pa]
σ_ϕ - tensão normal atuando na direção ϕ	[Pa]
$\delta\theta$ - giro da amostra	
K' - constante de Lorentz	
2θ - ângulo entre r e a direção do raio incidente	[°]

.....

Abreviações

JCPDS - Joint Committee for Powder Diffraction Standards

LIBAD - Low-Incident-Beam-Angle Diffraction

SAE - Society of Automotive Engineers

NRS - Tensão normal do material

SRS - tensão cisalhante do material

Siglas

DEMA - Departamento de Engenharia de Materiais

Capítulo 1

Introdução

As tensões internas sempre estão presentes nos materiais, em razão de seu processo de fabricação, por algum tratamento metalúrgico do material, ou por um processo de deposição de camadas superficiais. A literatura relata que as tensões aparecem nos materiais devido à ação realizada por forças externas aplicadas no material ou devido à presença de tensões residuais inerentes ao processo de fabricação. Nas deformações plásticas, transformações de fase, e em processos metalúrgicos como soldagem, fundição, e laminação é muito comum o surgimento das tensões internas. Através de um tratamento térmico como o recozimento pode-se diminuir ou eliminar essas tensões. Em processos químicos também é normal o surgimento de tensões internas para o caso de oxidação, corrosão, ou eletrodeposição.

Quanto à tensão interna propiciar melhoria ou prejuízo às propriedades do material é uma questão complexa, pois na superfície de um material a tensão trativa é prejudicial ao mesmo, contribuindo ao surgimento de trincas por fadiga; contudo a tensão compressiva aumenta a resistência à fadiga do material em estudo.

Há dois tipos de tensões residuais:

- As macrotensões na área macroscópica do material
- As microtensões na área microscópica

Macroscopicamente, as macrotensões são homogêneas no material em pelo menos uma direção. Sua extensão é relativamente grande com relação ao tamanho de grão da amostra. A macrotensão é determinada pela medida da deformação na direção de um único ponto. Tem-se um grande interesse na engenharia por influenciar no desempenho de um componente e também pela análise de falha.

A microtensão é definida como propriedade escalar do material (não apresenta direção) e resulta de imperfeições da rede cristalina. As microtensões estão associadas às deformações que ocorrem na rede cristalina. Sua dimensão varia de um grão a outro (ou de uma parte do grão a outra) dentro da rede cristalina. Seu surgimento ocorre devido a uma deformação plástica não homogênea.

Há dois modos de se calcular a tensão interna através da técnica de difração de raio-X: análise unidimensional e bidimensional. O cálculo unidimensional é mais adequado para materiais padronizados, como os monocristais, pois no cálculo da tensão uniaxial deve ser feita uma comparação do difratograma obtido com um material padrão do sistema JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards). Já a análise bidimensional é feita em duas dimensões, e pode ser adaptada para qualquer material policristalino. Como as camadas de revestimento são materiais policristalinos um resultado mais preciso de tensão interna é obtido pela análise bidimensional.

Nota-se que as tensões sempre estão presente em todos os materiais. Então torna-se muito importante quantificar estas tensões, e avaliar até que ponto estão prejudicando as propriedades mecânicas do respectivo material. A utilização da difração de raio-X permite uma análise das amostras sem que as mesmas sejam destruídas. Outros métodos de cálculo da tensão interna comprometem a estrutura do filme.

O presente trabalho visa avaliar os dois métodos de determinação de tensão interna em revestimentos. Entre as duas maneiras, uma determina a tensão em uma única direção, e a outra em duas dimensões. Neste trabalho constata-se que a análise unidimensional é mais simples de

ser realizada, pois com um difratômetro convencional pode ser feita a análise. Já na análise bidimensional, sua determinação é mais complexa, pois necessita-se de um dispositivo especial adaptado ao difratômetro de raio-X.

Este trabalho tem por objetivo avaliar as técnicas de difração de raio-X como metodologia de análise de tensões internas em revestimentos, aplicando-se a análise unidimensional e bidimensional.

Capítulo 2

Revisão da Literatura

A norma SAE J784a descreve dois tipos de tensões que podem aparecer nos materiais, Cullity (1971):

- a) tensão aplicada devido à ação das forças externas e
- b) tensão interna que aparece após as forças aplicadas serem removidas.

A principal causa da tensão interna é a não uniformidade do deslizamento plástico, devido ao processo de fabricação. Alguns casos específicos são: soldagem, fundição, choque térmico, e não uniformidade de trabalho a frio. Pode-se diminuir ou eliminar a tensão interna através de recozimento ou tratamento mecânico. A tensão interna deve formar um sistema de força em balanço dentro do material, no qual a tensão compressiva de uma parte do material seja acompanhada por uma tensão trativa de outra parte.

A tensão interna pode ser prejudicial ou benéfica. Na superfície de um material a tensão trativa é nociva, contribuindo, na maioria das vezes ao aparecimento de trincas por fadiga. Por outro lado, a tensão compressiva aumenta a resistência à fadiga.

Noyan e Cohen relatam que as tensões internas aparecem pela deformação não homogênea em um material elástico, tais como: deformações plásticas, introdução de precipitados, transformação de fase, deformações de expansão térmica. Como exemplo os processos de conformação mecânica deformam plasticamente as camadas da superfície do material, ocasionando tensões internas por causa do efeito de compressão do material. Essas tensões são chamadas de macrotensões. O campo de macrotensões do material deformado será desprezível desde que o material tenha as mesmas deformações plásticas em todas as profundidades. Um material heterogêneo causa uma deformação plástica não homogênea entre as fases, devido ao efeito das fases mais fortes comprimirem as mais fracas levando a formação da tensão interna. Em materiais de uma fase também aparecem essas tensões, caso ocorra uma deformação plástica não homogênea entre os grãos do material policristalino, Noyan, Cohen (1987).

2.1 Tensões

As tensões são introduzidas no metal por processos mecânicos, térmicos, ou químicos resultando em uma permanente mudança na sua forma, Evans (1971).

Tem-se como exemplo os seguintes processos:

- A) Mecânico: conformação mecânica, montagem.
- B) Térmico: soldagem, fundição, tratamento térmico.
- C) Químico: oxidação, corrosão, eletrodeposição.
- D) Combinação dos processos acima: retificação abusiva, introdução de transformação de fases não térmicas.

Quando o metal é submetido à deformação plástica, tratamento térmico ou a um revestimento, diz-se que ele contém tensão residual. Tal tensão é freqüentemente chamada de tensão interna de acordo com Cullity (1967).

Sue mostra que a maior parte dos revestimentos estão em estado de tensão interna. A tensão pode ser compressiva ou trativa. Geralmente as tensões compressivas em revestimentos são mais favoráveis que as tensões de tração, porque elas aumentam a resistência a trinca por fadiga. Entretanto, uma tensão de compressão elevada pode causar a separação do revestimento da base do metal. No caso da tensão de tração causar deformação excedendo o limite elástico do revestimento ocorrerá uma fissuração da camada na direção perpendicular à tensão. As tensões residuais têm influência significativa nas propriedades mecânicas e físicas dos revestimentos, particularmente na resistividade elétrica, fadiga, e corrosão, Sue (1987).

Há três tipos de tensões residuais:

- Macrotensões, as quais são homogêneas na área macroscópica do material.
- Microtensões, que são homogêneas na área microscópica, assim como de um grão ou subgrão.
- Microtensões não homogêneas em um nível microscópico.

As macrotensões são umas das mais interessantes na engenharia por afetar o desempenho de um componente. As microtensões residuais homogêneas e não homogêneas são de grande interesse em ciência dos materiais.

2.2 Tensão Macroscópica

Em uma escala macroscópica as macrotensões são homogêneas em pelo menos uma direção. Ela se estende a uma distância que é grande em relação ao tamanho de grão do material. São de interesse geral para um projeto e análise de falha. A macrotensão para uma dada localização e direção é determinada pela medida da deformação naquela direção em um único ponto. Quando as macrotensões são determinadas ao menos em três direções conhecidas, e uma condição de plano é assumida, as tensões podem ser combinadas usando o círculo de Mohr para determinar a tensão residual máxima e mínima, a tensão cisalhante máxima, e suas orientações relativas para uma

referida direção. A macrotensão deforma uniformemente muitos cristais na superfície, Prevey (1986).

2.3 Tensão Microscópica

Prevey define tensão microscópica ou microtensão como propriedade escalar da amostra, da mesma maneira que a porcentagem de trabalho a frio ou dureza que são sem direção e resultam de imperfeições na rede cristalina. As microtensões estão associadas às deformações dentro da rede do cristal que atravessam distâncias da ordem de mais ou menos as dimensões dos cristais. A microtensão varia de um grão a outro (ou de uma parte do grão a outra) dentro da rede cristalina, Prevey (1986).

Noyan e Cohen citam que as microtensões podem surgir devido a várias causas: deformação plástica não homogênea; assim como uma deformação plástica entre matriz e precipitados de uma liga de duas fases gera um campo de microtensões em torno de cada precipitado. A distribuição não homogênea das constantes elásticas do material pode causar a formação de um campo de microtensões quando uma tensão homogênea for aplicada em torno do material, Noyan, Cohen (1987).

2.4 Tensões em Eletrodepósitos

A macrotensão residual em revestimento combina a tensão intrínseca e a tensão térmica atuando no plano paralelo da interface revestimento/substrato:

$$\sigma_t = \sigma_i + \sigma_{th}$$

onde σ_t é a macrotensão total, e σ_i e σ_{th} são a tensão intrínseca e a tensão térmica, respectivamente. A tensão intrínseca resulta de um processo de crescimento, dependendo dos parâmetros de deposição; a tensão térmica surge pela diferença no coeficiente de expansão térmica entre o revestimento e o substrato.

Muitos modelos têm sido propostos para explicar a ocorrência das tensões intrínsecas, através de sua relação com a variedade de microestrutura de revestimento e dos processos envolvidos. A tensão intrínseca de um revestimento está associada com a condição de deposição e com o revestimento específico, considerando:

- Tamanho de grão, microcavidade, e densidade de discordâncias em revestimento.
- Má adaptação da rede entre o substrato e o crescimento do revestimento.
- A combinação de efeitos da tensão da superfície e o processo de crescimento do contorno de grão.
- A relação entre temperatura de deposição e a temperatura de fusão do material de revestimento.

Qualquer revestimento que é preparado a elevadas temperaturas e depois resfriado até a temperatura ambiente (temperatura de medida da tensão) será termicamente tensionado por causa da diferença no coeficiente de expansão térmica entre o revestimento e o substrato.

Assumindo uma não deformação no substrato, a magnitude da tensão térmica no revestimento é:

$$\sigma_{th} = (\alpha_r - \alpha_s) * (T_2 - T_1) * E_r / (1 - \nu_r)$$

onde α_r e α_s são coeficientes de expansão térmica para o revestimento e o substrato, e E_r e ν_r são o módulo de Young e o coeficiente de Poisson do revestimento. Um revestimento depositado a uma temperatura elevada exibe tensão de compressão se $\alpha_s > \alpha_r$; mas se $\alpha_s < \alpha_r$ a tensão será de tração. Para o caso em que $\alpha_s > \alpha_r$, o substrato contrairá mais que o revestimento durante o resfriamento à temperatura de deposição, Sue (1987).

De acordo com a norma SAE J784a a tensão interna pode aparecer nos revestimentos se o eletrodepósito mantiver uma coerência com o substrato adjacente, Evans (1971). A estrutura cristalina da amostra pode ficar distorcida ou igualmente modificada, de maneira que o depósito e o substrato se ajustarão um ao outro. Outro tipo de fonte de tensão em eletrodepósitos acredita-se ser a distribuição irregular de hidrogênio e/ou a incorporação de impurezas presentes no banho eletrolítico.

West descreve as teorias das origens das tensões internas considerando a incorporação de várias substâncias estranhas ao depósito, como hidrogênio, impurezas coloidais ou sais básicos, West (1970). Allsop propôs que as tensões eram um resultado do desalinhamento da rede quando os núcleos dos cristais colidiam uns aos outros no seu crescimento. Assim, pensou-se numa teoria de crescimento epitaxial em um estágio adiantado de deposição, tal suposição permitiu uma explicação para a influência da orientação e preparação do substrato, Allsop in West, (1970).

Nas condições normais de deposição muitos eletrodepósitos crescem epitaxialmente em intervalos de 10-30 nm entre os núcleos, resultando em uma estrutura composta de muitos microcristais de diâmetro de 10-30 nm com orientação idêntica aos seus vizinhos, Cleghorn, West in West (1970).

O ajuste perfeito dos cristais ocorre devido à sua orientação idêntica ou porque eles podem girar livremente, alinhando sua rede. Tal fato poderia ocorrer se a rede cristalina do substrato fosse diferente da camada em crescimento. Os efeitos de alívio de tensão aparecem várias horas após a deposição e isto poderia ser decorrente da perda de hidrogênio da rede de um metal inicialmente supersaturado. Se a perda de hidrogênio for muito rápida as camadas de deposição podem variar o grau de supersaturação do processo, e os diferentes parâmetros de rede do epitaxial seriam menores, West (1970).

2.5 Técnicas de Análise de Tensões em Revestimentos

Há várias técnicas na literatura que são usadas para medir a tensão em revestimento. As técnicas descritas a seguir permitem uma visão geral dos métodos mais utilizados no cálculo da tensão, segundo Sequeira (1990).

2.6 Extressômetro de Kushner

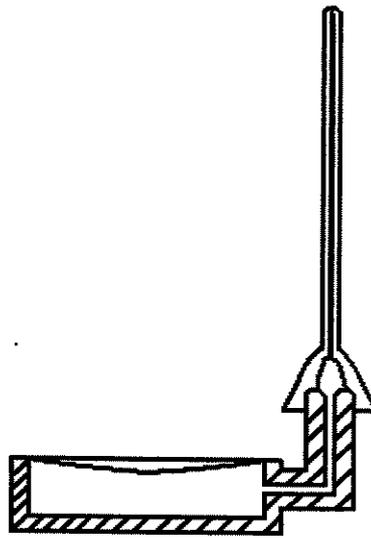


Figura 2.1: Câmara de água com tubo capilar na vertical, Sequeira (1990)

No extressômetro de Kushner há um disco fino de metal seguro por uma tampa impermeável, que está em uma câmara preenchida com medidor líquido (frequentemente água). Adaptado a esta câmara há um tubo de capilaridade vertical parcialmente preenchido com material líquido com entrada de ar, segundo a Figura 2.1. Toda superfície do metal será envernizada com exceção do disco que é usado como catodo. No processo da deposição a outra face será tensionada pelo revestimento na qual deforma o disco. O tubo de capilaridade mede esta deformação da seguinte maneira: se o revestimento apresentar-se côncavo o líquido descerá e a

tensão será de tração, para o caso do revestimento apresentar-se convexo o líquido subirá demonstrando uma tensão compressiva.

De acordo com a teoria do extressômetro quando o disco sofrer uma pressão uniforme, ele será dobrado simetricamente em torno de seu eixo vertical. A deflexão no centro do disco é proporcional a força gerada no dobramento. Assim, o disco deve ser fino e a pressão usada deve produzir uma deformação elástica. A equação usada no cálculo da tensão é :

$$S = R' * h / 4 * K * t * e'$$

Onde:

S = tensão

R' = raio da área revestida do disco

h = mudança de altura do tubo de capilaridade

t = espessura do depósito

e' = espessura do metal base

K = constante de flexão do disco

A constante de flexão do disco depende do metal usado para o disco, como: cobre, latão, níquel, aço inox. Esta constante pode ser calculada pela imersão em água a uma profundidade conhecida e medindo a mudança de altura do tubo de capilaridade devido a mudança de pressão.

A vantagem deste método é a sua simplicidade, pois necessita-se de poucos equipamentos. Os discos são simples de serem preparados, baratos e de fácil manuseio, e a tensão pode ser medida continuamente mesmo com um disco muito fino. Sua desvantagem é que a qualquer mudança de temperatura no banho causará erros na leitura da capilaridade devido a expansão do líquido.

2.7 O Contractômetro Espiral

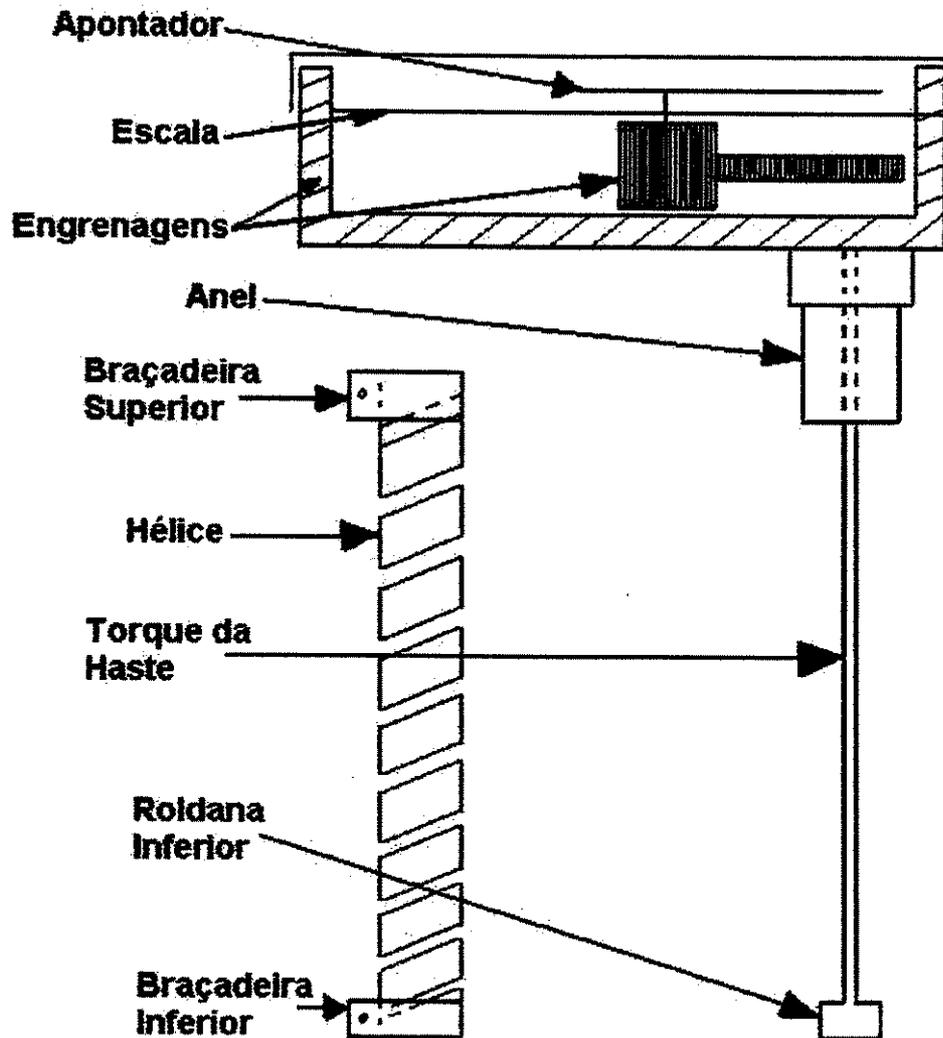


Figura 2.2: Esquema do Contractômetro com uma longa tira na forma de hélice, Sequeira (1990)

Brenner e Senderoff usaram uma longa tira na forma de uma hélice, como apresenta a Figura 2.2. A parte superior da hélice foi fixada e a parte inferior ficou livre para girar por um sistema de engrenagens através de um medidor. Caso o depósito tenha tensão de tração a hélice irá desenrolar, e se o depósito apresentar tensão de compressão a hélice irá comprimir, Brenner, Senderoff in Sequeira (1990).

Esse método apresenta a vantagem de utilizar um instrumento simples sem a necessidade do auxílio de outras peças. Pode ser usado em controle de produção, pesquisa e permite a leitura contínua de tensão durante o processo de deposição. Para ter valores mais sensíveis o aparelho pode ser modificado.

Existe a desvantagem da longa preparação e do cuidado necessário no manuseio para evitar a distorção da hélice. É difícil determinar a espessura do depósito devido à sua uniformidade, pelo fato do micrômetro não poder ser usado na superfície curva.

2.8 O Método de Hoar-Arrowsmith

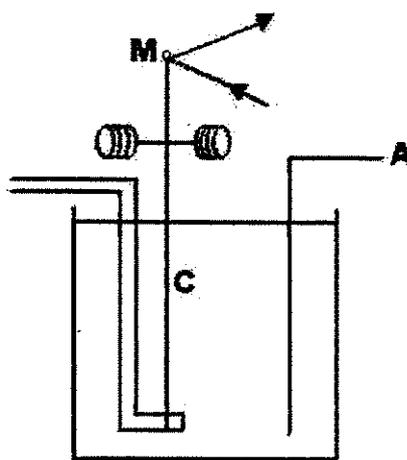


Figura 2.3: Aparelhagem com o solenóide para medir as tensões, Sequeira (1990).

No método de Hoar-Arrowsmith uma tira fina é segura por um lado e, com um pedaço de arame de ferro preso ao topo a tira será revestida somente em um lado. As peças ilustradas na Figura 2.3 consistem de uma tira de aço fixa na região inferior, com a parte superior livre para mover-se. Na parte livre coloca-se um espelho para ampliar o movimento da tira em torno da posição nula com o intuito de aumentar a sensibilidade. Nesta seção há um arame fino de ferro na forma de um solenóide adaptado em torno de cada lado. Quando ocorre a eletrodeposição a tira tende a dobrar-se, mas é impedida pela aplicação de uma força eletromagnética; os raios refletidos

do espelho são usados para indicar a posição nula. Esta força é registrada pela passagem de corrente através do solenóide por tensões trativas ou tensões compressivas.

Cada solenóide é calibrado com a tira na posição horizontal aplicando-se pesos na tira entre os solenóides; então mede-se a corrente necessária para colocar a tira na posição original. A corrente necessária para manter a tira na posição nula durante a deposição pode ser convertida em uma força (F) permitindo uma gravação contínua da variação da tensão com a espessura.

A expressão da tensão é deduzida da seguinte forma:

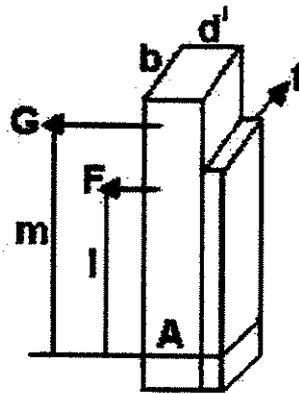


Figura 2.4: Parte superior da tira de Hoar-Arrowsmith, Sequeira (1990).

A tensão no depósito será dada por $S \cdot b \cdot t$, e a força por $F \cdot I$. Então, fazendo um momento em torno de A segundo a Figura 2.4, tem-se

$$F \cdot I = S \cdot b \cdot t \cdot (d' + t) / 2$$

Desprezando o valor de t , resulta

$$F \cdot I = S \cdot b \cdot d' \cdot t / 2$$

Logo

$$S = 2 \cdot F \cdot I / b \cdot d' \cdot t$$

Onde:

S = tensão

F = força aplicada horizontalmente no topo do depósito

G = força magnética

d' = espessura da tira

t = espessura do depósito

b = comprimento da tira

Na realidade a força (F) não é aplicada como foi mostrado, contudo a força magnética (G) é aplicada acima do topo do depósito entre os solenóides. Equacionando as forças F e G aparece um erro que poderá ser reduzido fazendo $FI=Gm$.

2.9 Medida de Tensão por Difração de Raio-X

Este método baseia-se no fato de que a tensão provoca uma alteração das distâncias interplanares do material cristalino, e estas distâncias interplares são medidas pela posição angular do feixe de raio-x difratado. A mudança fracional de d (distância interplanar) é devida à deformação a partir da qual a tensão pode ser calculada.

Na análise bidimensional, a tensão pode ser medida em qualquer direção escolhida. Para realizar as medidas de tensão do material, o método da difração de raio-x apresenta a vantagem de ser um ensaio rápido e não destrutivo das amostras, Cullity (1971).

Em geral as macrotensões causam uma deformação elástica e uma deformação homogênea em todos os grãos ocasionando uma variação nas distâncias interplanares, afetando também os parâmetros de rede. Como os parâmetros de rede são modificados pelo somatório de todos os grãos, as linhas de difração permanecem pontiagudas e pouco se deslocam. As microtensões geram deformação plástica variando entre os grãos e uma deformação heterogênea. Devido a

variação entre os grãos, as linhas de difração do raio-X ficam difusas e ocorre o seu alargamento devido à superposição de muitas linhas com poucos deslocamentos, Sequeira (1990).

A primeira medida de tensão usando a difração de raio-X foi feita em 1925, e naquele tempo os resultados eram gravados em filmes fotográficos. Este tipo de gravação é adequado para materiais que dão linhas de difração pontiagudas, mas quando um material como aço temperado for usado produz-se linhas muito alargadas. Em 1953 foi feito um grande avanço quando mostrou-se que a tensão interna poderia ser medida rapidamente, inclusive em aço temperado, por um difratômetro de raio-X onde as medidas são gravadas eletronicamente, Cullity (1971).

2.10 Método da Perfuração

Este método calcula a tensão interna próxima à superfície do material isotrópico linearmente elástico. Este teste aplica-se nos casos onde as tensões não variam significativamente com a profundidade e não excedem a metade do limite de elasticidade. O método é descrito como semi-destrutivo, pois é feito um pequeno orifício superficial que não afeta a utilidade da amostra. Ao contrário dos outros métodos mecânicos que destroem substancialmente as amostras.

Resumo do teste:

1. Um extensômetro com três medidores de deformação é ilustrado na Figura 2.5. O esquema numérico para os medidores de tensão segue a convenção dextrógira (sentido dos ponteiros de um relógio).

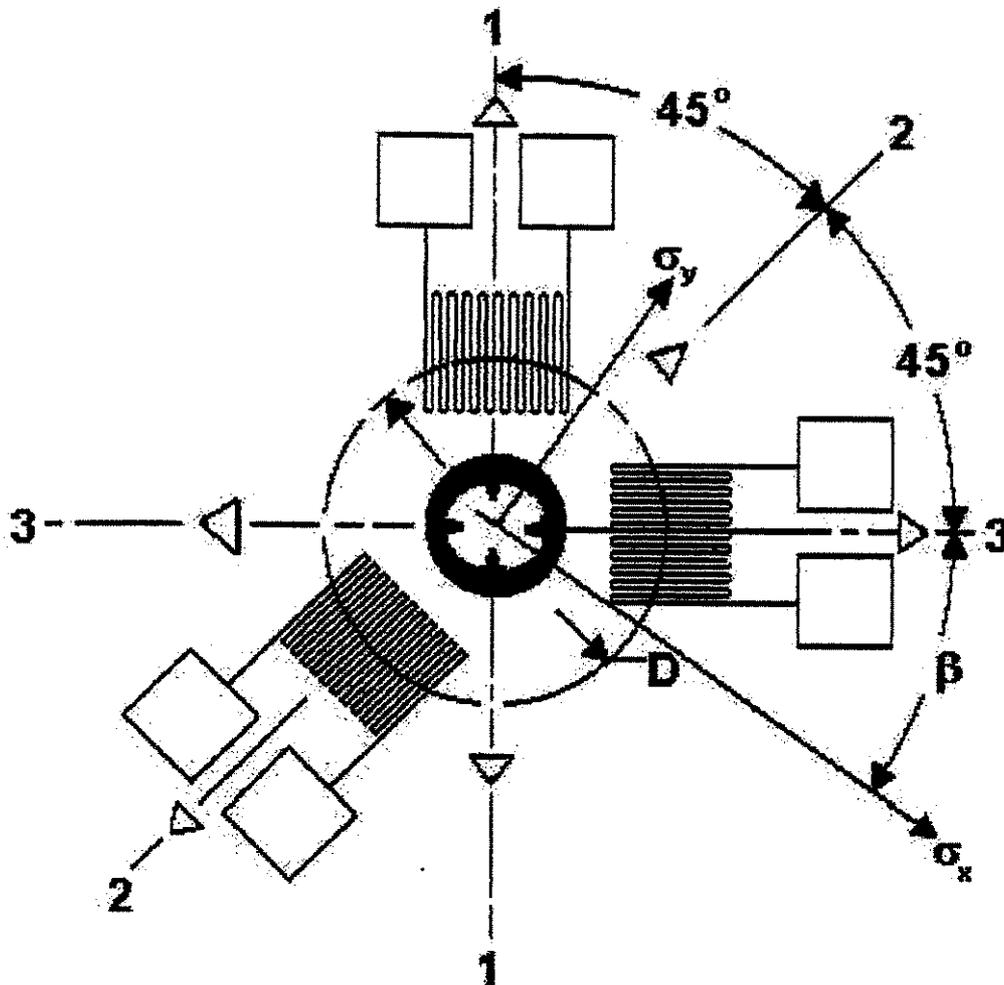


Figura 2.5: Extensômetro com os três perfuradores , ASTM

2. Um orifício é perfurado pelo extensômetro a uma profundidade de 0,4 vezes o diâmetro médio (D)

2.1 As tensões internas na área em torno do orifício diminuem quando a profundidade da perfuração aproxima-se a 0,4 vezes o diâmetro médio (D) do extensômetro.

2.3 A Figura 2.6 esquematiza a tensão residual e o alívio de deformação quando o orifício é perfurado no material. O alívio de deformação é relacionado ao alívio das tensões principais pelo seguinte equacionamento:

$$\varepsilon_r = (\bar{A} + \bar{B} \cos 2\alpha) \sigma_{\max} + (\bar{A} - \bar{B} \cos 2\alpha) \sigma_{\min}$$

onde:

ϵ_r = medida do alívio de deformação de um medidor alinhado radialmente centrado em P

\bar{A} , \bar{B} = constantes de calibração tabeladas que dependem das propriedades do material, da geometria do extensômetro, do diâmetro e profundidade do orifício

$\sigma_{m\acute{a}x}$ = tensão máxima (maior tensão trativa) e

$\sigma_{m\acute{i}n}$ = tensão mínima (maior tensão compressiva), tensões principais no orifício antes da perfuração

α = ângulo medido da direção de $\sigma_{m\acute{a}x}$ à direção de ϵ_r

D = diâmetro do círculo do extensômetro D_o = diâmetro do orifício perfurado

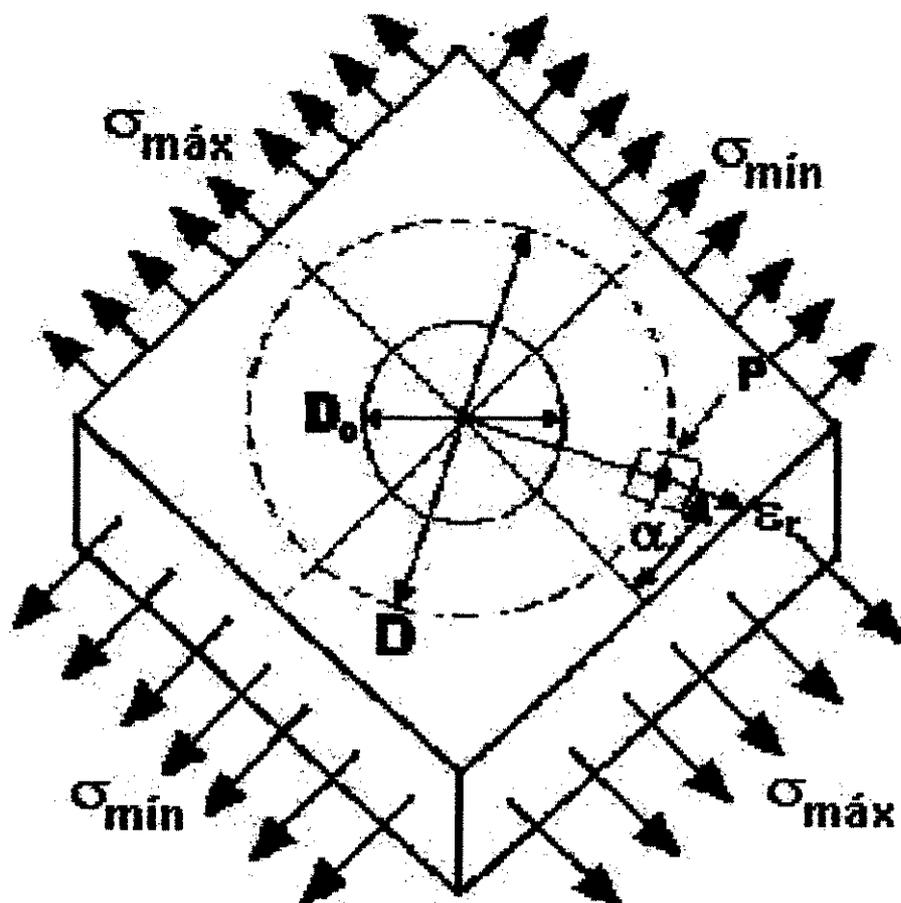


Figura 2.6: Esquema da perfuração com os respectivos símbolos, ASTM.

2.3.1 Os alívios de deformação ε_1 , ε_2 e ε_3 são medidos pelos seus correspondentes numéricos, radialmente orientados como mostra a Figura 2.5. A medida dos três alívios de deformações fornecem informações para o cálculo das tensões principais σ_{\max} e σ_{\min} e sua orientação β , onde: β = ângulo de referência da localização do medidor à direção de σ_{\max}

$$\text{sendo } \beta = \frac{1}{2} \text{arc tg} \left[\frac{(\varepsilon_3 + \varepsilon_1 - 2\varepsilon_2)}{(\varepsilon_3 - \varepsilon_1)} \right]$$

Os ângulos α e β são numericamente iguais, e diferem somente nas direções de referência. O ângulo α é usado nos casos teóricos onde é necessário definir a direção de deformação ε_r relativo a uma direção de tensão principal conhecida, por exemplo na Figura 2.6. O ângulo β é usado em casos práticos onde é necessário definir a direção de tensão principal relativa a uma direção ε_r conhecida.

Na Figura 2.6 as tensões internas principais σ_{\max} e σ_{\min} são apresentadas atuando uniformemente em toda uma região em torno do orifício, mas não é necessário as tensões serem uniformes em uma grande região. O alívio de deformações dependem somente das tensões principais que originalmente existiam ao redor do orifício. As tensões que estão fora do limite do orifício não influenciam no alívio de deformações. Por este motivo o método da perfuração permite a medida de tensões em locais bem determinados.

$$\text{Com } \sigma_{\max}, \sigma_{\min} = [(\varepsilon_3 + \varepsilon_1) / 4 \bar{A}] \pm \left\{ [(\varepsilon_3 - \varepsilon_1)^2 + (\varepsilon_3 + \varepsilon_1 - 2\varepsilon_2)^2]^{1/2} / 4\bar{B} \right\}$$

Assim, as tensões originais nas direções x e y em torno do orifício são bem pequenas e a variação com a profundidade é desprezível. Com isto não é preciso que as tensões originais fora da localização do orifício sejam uniformes, ASTM.

2.11 Método da Deflexão

O método da deflexão é a técnica mais usada para a determinação de tensão em revestimentos. O princípio básico de medida é feito pelo dobramento de uma tira onde é feito o depósito de revestimento.

Considera-se que o revestimento sobre o substrato é homogêneo. A diferença de força na interface revestimento/substrato resulta em tensão residual no revestimento. A tira pode ficar côncava ou convexa dependendo se a tensão for de tração ou de compressão. No momento de equilíbrio revestimento/substrato pode ser mostrado que a tensão interna no revestimento é, Ohring in Sue (1987):

$$\sigma_r = (E_s * d_s^2) / [6 * (1 - \nu_s) R_1 * d_r] \quad (d_s \gg d_r) \quad (\text{EQ.2.11.1})$$

ou em geral

$$\sigma_r = \{ E_s * d_s^2 / 6 * (1 - \nu_s) R_1 d_r \} * \{ (1 + \Gamma * \theta_1^3) / (1 + \theta_1) \} \quad (\text{EQ.2.11.2})$$

$$\Gamma = [E_r * (1 - \nu_s)] / [E_s * (1 - \nu_r)], \quad \theta_1 = d_s / d_r$$

$$R_1 \approx L^2 / 8f \approx L^2 / 2 * \delta \quad (\text{EQ.2.11.3})$$

Onde:

E_s = módulo de Young do substrato

E_r = módulo de Young do revestimento

ν_s = coeficiente de Poisson do substrato

ν_r = coeficiente de Poisson do revestimento

d_r = espessura do revestimento

d_s = espessura do substrato

R_1 = raio de curvatura da tira que dobrou

L = comprimento da tira

f = deflexão da extremidade da tira

δ = deflexão do centro da tira segundo a Figura 2.7.

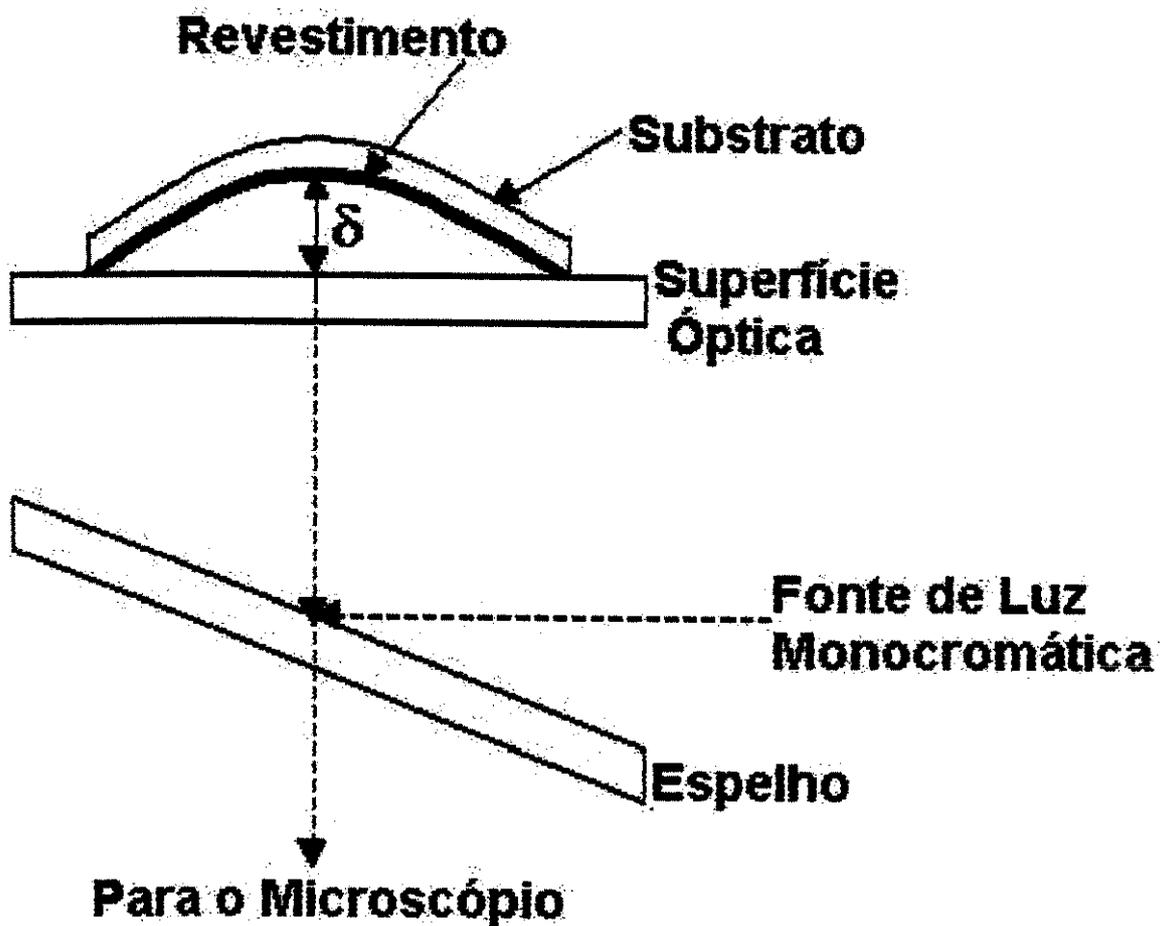


Figura 2.7: Mecanismo de análise da deflexão do disco, Sue (1987)

A Equação 2.11.1 é a mais usada na prática, representando um estado de tensão plana; e tem a vantagem de não necessitar das constantes elásticas do revestimento. A Equação 2.11.2 faz uma melhor aproximação que a Equação 2.11.1, mas precisa-se saber o valor das propriedades elásticas. A Equação 2.11.2 difere da Equação 2.11.1 pelo fator de correção $[(1 + \Gamma \theta_1^3) / (1 + \theta_1)]$.

2.12 Dobramento de uma Viga Cantilever

A deflexão da viga Cantilever tem sido medida por várias técnicas instrumentais, incluindo através da óptica, capacitância, mecânica, eletromecânica, interferométrica ou restauração magnética. A Figura 2.8 mostra a disposição para a medida de deflexão quando um sistema óptico é usado. Neste exemplo, um revestimento de nitrato de titânio foi depositado em uma viga de quartzo pelo processo de deposição física a vapor (PVD), e a tensão interna média no revestimento foi determinada medindo-se a deflexão da extremidade da viga pela relação:

$$\sigma_r = [4 * E_s * d_s^2 * f] / [3 * (1 - \nu_s) L^2 * d_r]$$

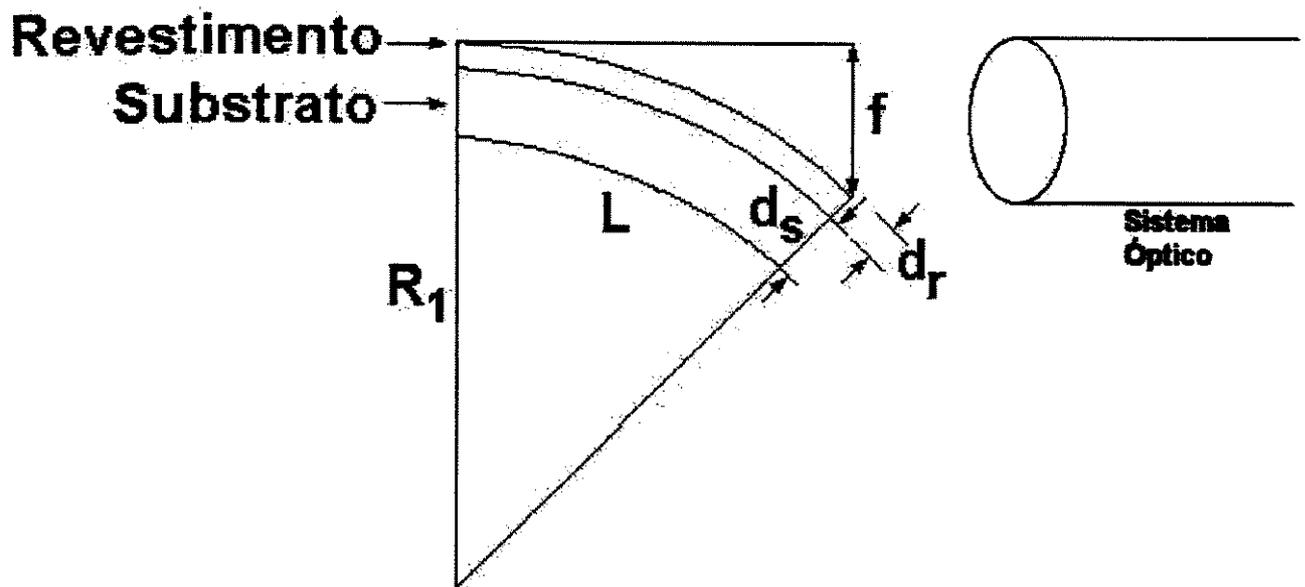


Figura 2.8: Disposição do dobramento da viga cantilever, Sue (1987).

2.13 Método da deflexão do Disco

A tensão média no revestimento em um substrato na forma de um disco pode ser determinada pela deflexão δ no centro do disco. O interferômetro óptico pode medir esta tensão conforme apresentado pela Figura 2.7.

Outra técnica de medida de deflexão na mesma posição é através do diâmetro do disco, antes e depois da deposição do revestimento. Assim, a tensão no revestimento é:

$$\sigma_r = E_s d_s^2 [(\Delta\delta_x + \Delta\delta_y) / 2] / [3 * (1 - \nu_s) * (r')^2 * d_r]$$

onde $\Delta\delta_x$ e $\Delta\delta_y$ são as medidas de mudanças de deflexão antes e depois da deposição, e r' = raio do disco.

Se a tensão for de tração ou de compressão será determinado pela curvatura do disco antes e depois da deposição no microscópio. Quando a curvatura é para cima (côncava) a tensão é trativa, caso a curvatura seja para baixo (convexa) a tensão será compressiva.

O método da deflexão é recomendado para determinar a tensão média na seção transversal de um revestimento. Geralmente as constantes elásticas de um revestimento fino são diferentes de um material "bulk". A equação acima fornece o valor da tensão de um revestimento fino sem precisar das constantes elásticas.

Capítulo 3

Caracterização da Tensão Interna por Difração de Raio-X

Existem dois métodos de análise de tensão interna de materiais por difração de raio-X: técnicas de análise unidimensional e bidimensional.

O método unidimensional é mais simples de ser utilizado, pois com um difratômetro comum pode ser feito o cálculo da tensão. A tensão uniaxial do material em estudo é determinada em apenas uma direção, por esta razão o método é chamado de cálculo unidimensional.

Este método tem suas limitações, pois ele se aplica com resultado confiável somente para monocristais. Para a análise unidimensional o material tem que ser homogêneo (feito dentro de um padrão), para que em seguida as medidas possam ser comparadas com um material padrão do sistema JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards).

A análise bidimensional pode ser realizada para qualquer tipo de material policristalino, ampliando desta maneira o campo de atuação da análise biaxial de tensões por difração de raio-X. Para o uso deste método é necessário um dispositivo especial no difratômetro de raio-X para girar a amostra com um ângulo ψ , para se ter a tensão em duas dimensões. Este método torna-se mais vantajoso por ser aplicado a qualquer tipo de material policristalino, e também por fornecer um resultado final da tensão interna mais preciso.

3.1 Análise Uni-dimensional

Neste método analisa-se a tensão em uma única direção, Cullity (1967). Considera-se uma haste cilíndrica de seção A tensionada elasticamente por uma força F_1 segundo a Figura 3.1.

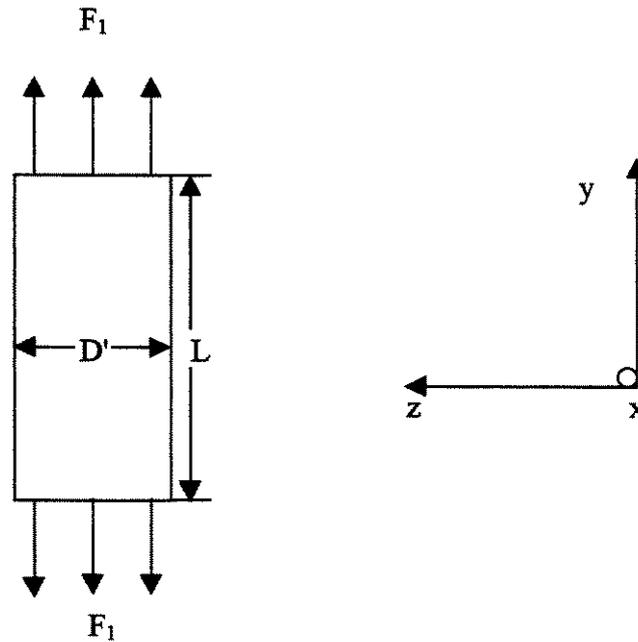


Figura 3.1: Haste cilíndrica sendo tensionada por uma Força F_1 .

Há uma tensão

$$\sigma_y = F_1 / A$$

chamada de tensão normal atuando na direção y , mas nenhuma tensão ocorre nas direções x e z . As tensões cisalhantes aparecem, mas não são medidas por este método. A tensão σ_y produz uma deformação ϵ_y na direção y dada por

$$\epsilon_y = \frac{\Delta L}{L} = \frac{L_f - L_o}{L_o}$$

onde L_o = comprimento inicial da haste cilíndrica

L_f = comprimento final da haste cilíndrica.

Esta deformação é relacionada com a tensão pela equação elástica fundamental

$$\sigma_y = E * \epsilon_y \quad \text{Eq. 3.1.1}$$

onde E = módulo de Young. O alongamento da haste cilíndrica é acompanhado pela diminuição de seu diâmetro (D'). Assim, as deformações nas direções x e z são dadas por

$$\epsilon_x = \epsilon_z = \frac{D'_f - D'_o}{D'_o}$$

onde D'_o = diâmetro inicial da haste cilíndrica D'_f = diâmetro final da haste cilíndrica

Se o material da haste cilíndrica for isotrópico, as deformações são relacionadas pela equação

$$\epsilon_x = \epsilon_z = -\nu * \epsilon_y \quad \text{Eq. 3.1.2}$$

sendo ν = coeficiente de Poisson do material da haste cilíndrica, que é tabelado para o tipo de material que estiver sendo analisado.

Para medir a deformação ϵ_y por raio-X necessita-se dos planos perpendiculares ao eixo da haste cilíndrica, mas isto é fisicamente impossível. Deste modo, pode-se medir a deformação na direção z com

$$\epsilon_z = \frac{d_n - d_o}{d_o} \quad \text{Eq. 3.1.3}$$

onde d_n = distância interplanar do material tensionado

d_o = distância interplanar do material sem tensão

ambas referentes ao mesmo plano (hkl). Combinando as Equações (3.1.1), (3.1.2), (3.1.3) tem-se a expressão da tensão uniaxial:

$$\sigma_y = - \frac{E}{\nu} \left(\frac{d_n - d_o}{d_o} \right) \quad \text{Eq. 3.1.4}$$

Os valores do módulo de Young (E) e do coeficiente de Poisson (ν) variam para cada tipo de material que estiver sendo analisado, os quais encontram-se tabelados em Davis (1990).

Nos cálculos unidimensionais, (d_o) pode ser extraído do sistema padrão JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards), ou quando o ângulo psi (ψ) for igual a zero. As justificativas para o caso de (d_o) poder ser usado quando $\psi=0$ serão explicadas no cálculo bidimensional.

Deve-se notar que poucos grãos contribuem para a reflexão de um plano (hkl). Estes grãos estão quase paralelos à superfície da haste cilíndrica e comprimidos pela tensão aplicada, como indica a Figura 3.2. A distância interplanar (d_{hkl}) varia com a orientação do cristal e não é possível usar qualquer procedimento de extrapolação numérica para medir (d_{hkl}) precisamente. Assim, determina-se esta distância interplanar (d_{hkl}) a partir da posição de uma linha de difração.

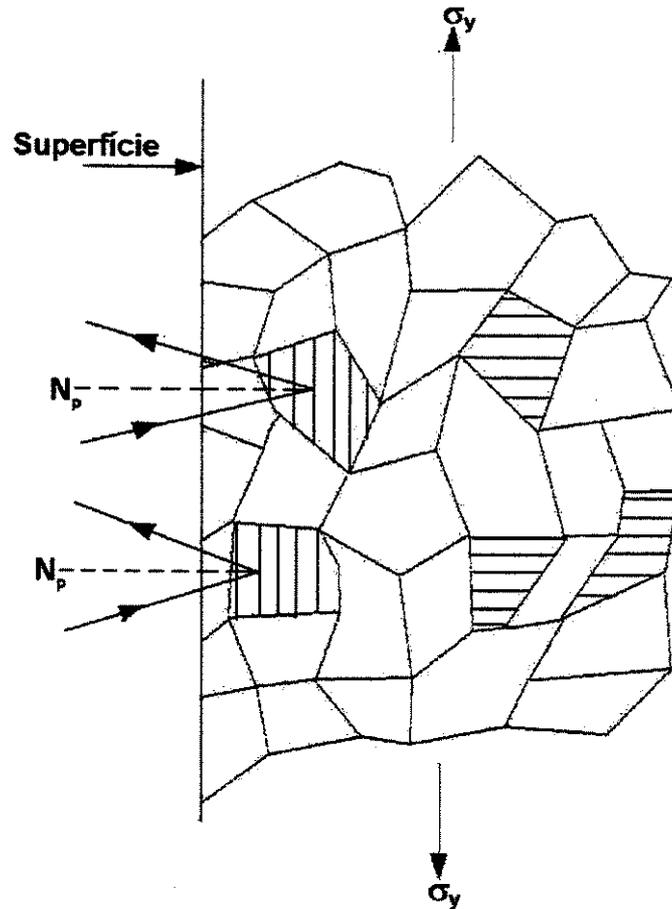


Figura 3.2: Difração de grãos tensionados no eixo vertical, N_p plano normal refletido, Cullity (1967).

A Equação 3.1.4 mostra que a medida da distância interplanar sem tensões (d_0) de um material não tensionado deve ser feita. Há dois tipos de tensões: as tensões aplicadas por uma força, e as tensões internas inerentes ao material.

A tensão aplicada é dada simplesmente por uma força aplicada por unidade de área em uma seção. Quando a força externa é removida, a tensão desaparece, e o material recupera seu estado inicial sem tensões. Caso o material não apresente tensão aplicada, d_0 é obtido por uma medida de raio-X do material.

As tensões internas surgem quando certas operações são realizadas em uma parte do material, ficando tensionado após todas as forças externas serem removidas. Por outro lado, se a tensão interna estiver presente no material, d_o deve ser medido em uma pequena amostra livre de tensões extraída do material “bulk”, Cullity (1967).

3.2 Análise Bi-dimensional

As macrotensões são calculadas quando a deformação elástica gera uma mudança na distância interplanar. Se o limite elástico exceder, a rede do cristal irá modificar-se formando as microtensões, mas não será um aumento adicional na tensão macroscópica. Ainda que as tensões internas resultem de uma deformação plástica não uniforme, todas as macrotensões internas permanecem no material após as deformações elásticas.

O resultado da tensão interna é uma média aritmética da tensão na área irradiada do material, o qual pode variar de centímetros quadrados a milímetros quadrados, dependendo da profundidade de penetração do raio-X. Para cada tipo de radiação usada a profundidade de penetração pode variar consideravelmente com o coeficiente de absorção linear do material. Entretanto, em ferro, níquel, e ligas de alumínio, 50% da radiação é difratada de uma camada de aproximadamente 0,005 mm (0,0002 in). Esta pequena profundidade de penetração permite determinar macro e micro tensões internas como função da profundidade, com uma resolução de 10 a 100 vezes maior que outros métodos poderiam fornecer.

Em princípio, qualquer distância interplanar (d_{hkl}) pode ser usada para medir a deformação na rede do cristal. Em virtude da disponibilidade de comprimentos de onda (λ) produzidos pelo tubo de raio-X avançar até uma determinada profundidade do material, gera picos de difração com baixa densidade planar, limitando a escolha a poucos planos. A escolha do pico de difração no cálculo da medida de tensão interna influi significativamente na precisão do método. Os ângulos de difração mais altos dão uma precisão maior; medidas práticas indicam o uso de um ângulo de difração (2θ) maior que 120° , Prevey (1986).

Para avaliar o efeito do erro proveniente da distância interplanar escolhida para o cálculo da tensão, a equação de Bragg é diferenciada em relação a θ , com:

$$n * \lambda = 2 * d * \text{sen}\theta$$

diferenciando tem-se

$$\Delta\lambda = 2 \Delta d \text{sen}\theta + 2 d \Delta(\text{sen}\theta)$$

dividindo pela equação de Bragg, e notando que a diferencial do comprimento de onda constante é zero.

$$0 = \frac{2\Delta d \text{sen}\theta + 2d(\Delta \text{sen}\theta)}{2d \text{sen}\theta} \quad 0 = \frac{\Delta d}{d} + \frac{\Delta(\text{sen}\theta)}{\text{sen}\theta} \quad \frac{\Delta d}{d} = -\frac{\cos\theta\Delta\theta}{\text{sen}\theta} = -\frac{\Delta\theta}{\text{tg}\theta} = -\cot\theta\Delta\theta$$

$$\text{tem-se: } \frac{\Delta d}{d} = -\cot\theta * \Delta\theta, \text{ Azároff (1968).}$$

Assim, os valores mais precisos da distância interplanar (d), correspondem ao pequeno valor do produto de $\cot\theta * \Delta\theta$. Estes valores são obtidos a grandes ângulos de θ , pelo fato de $\cot\theta$ diminuir com o aumento de θ , Vaughan, Crites (1963).

Para um dado material, o uso de uma direção cristalográfica particular pode ser desejável. Se há uma orientação preferencial, um plano (hkl) de intensidade adequada em relação ao plano normal e ao ângulo ψ pode ser selecionado. Se as medidas dos valores mecânicos das constantes elásticas policristalinas são usadas nas equações da tensão antes que sejam determinadas experimentalmente ou calculadas por raio-X, será mais apropriado usar um plano (hkl) particular, Ricklefs (1971).

A Figura 3.3 apresenta a difração de um feixe de raio-X com ângulo (2θ) alto em relação à superfície da amostra. O ângulo ψ está entre a normal da superfície da amostra e o bissector

entre os feixes incidentes e difratados (que é igual à normal ao plano cristalino que difrata). O ângulo psi (ψ) é usado para orientar a superfície da amostra.

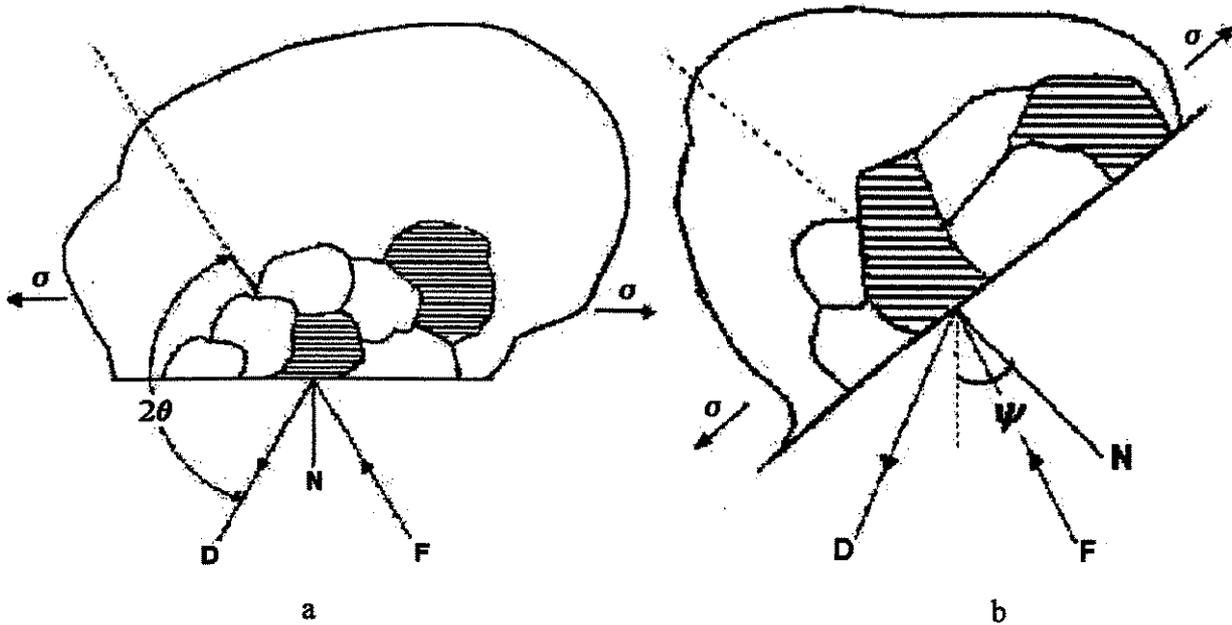


Figura 3.3: Amostra sendo girada pelo ângulo Psi (ψ), (a) $\psi=0$, (b) $\psi\neq 0$.
F, fonte de raio-X; D, detetor de raio-X; N, normal à superfície; Prevey (1986).

A linha de difração ocorre a um ângulo (2θ) definido pela Lei de Bragg:

$$n * \lambda = 2 * d * \text{sen}\theta$$

onde:

n = número inteiro da ordem de difração

λ = comprimento de onda

d = distância interplanar do plano cristalino (hkl)

θ = ângulo de difração.

Qualquer mudança na distância interplanar (d_{hkl}) resultará em uma alteração na linha de difração correspondente ao ângulo (2θ).

A presença de uma tensão trativa na amostra resulta na contração do coeficiente de Poisson e no aumento do ângulo de difração (2θ). Se a amostra for girada por um ângulo ψ (ψ) conhecido, como indica a Figura 3.3 (b), ocorre a diminuição do ângulo de difração (2θ). Medindo-se a mudança na posição angular do pico de difração para pelo menos duas orientações do ângulo ψ (ψ) pode-se calcular a tensão presente na superfície da amostra para o respectivo plano de difração de interesse. Para medir a tensão em direções diferentes a um mesmo ponto, a amostra é girada em torno de sua superfície normal para coincidir a direção de interesse com o plano de difração, Prevey (1986).

A deformação na direção inclinada por um ângulo (ψ) em relação à superfície normal do material, e a tensão atuando na superfície do plano do material a um ângulo ϕ com o eixo principal da amostra são relacionados por:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_o}{d_o} = \left[\frac{(1+\nu)}{E} \right] (\sigma_x \cos^2 \phi + \tau_{xy} \sin 2\phi + \sigma_y \sin^2 \phi - \sigma_z) \sin^2 \psi + \left[\frac{(1+\nu)}{E} \right] \sigma_z - \left(\frac{\nu}{E} \right) (\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) + \left[\frac{(1+\nu)}{E} \right] (\tau_{xz} \cos \phi + \tau_{yz} \sin \phi) \sin 2\psi \quad \text{Eq. 3.2.1}$$

onde h,k,l são os índices de Miller; $\varepsilon_{\phi\psi}$ e $d_{\phi\psi}$ são a deformação e a distância interplanar de (hkl) na direção (ϕ, ψ), respectivamente; ν e E são o coeficiente de Poisson e o módulo de Young do material; $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ são as tensões normais; $\tau_{xy}, \tau_{yz}, \tau_{xz}$ são as tensões cisalhantes; σ_x é a tensão normal atuando na direção x em um plano perpendicular ao eixo x ; τ_{yz} é a tensão cisalhante no plano normal ao eixo y (1º subscrito) e na direção z (2º subscrito).

Considerando um modelo de tensão biaxial, os componentes de tensão $\sigma_z, \tau_{xy}, \tau_{yz}$ fora do plano são todos zero na superfície. Devido à profundidade de penetração do raio-X ser muito pequena, os resultados das medidas referem-se especificamente à região próxima à superfície do material. Pelas condições de tensão no plano pode-se aplicar as medidas de raio-X, e simplificando a Equação 3.2.1, tem-se:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_o}{d_o} = \left[\frac{(1+\nu)}{E} \right] \sigma_{\phi} \text{sen}^2\psi - \left(\frac{\nu}{E} \right) (\sigma_x + \sigma_y) \quad \text{Eq. 3.2.2}$$

onde $\sigma_{\phi} = \sigma_x \cos^2\phi + \sigma_y \text{sen}^2\phi$ é a macrotensão na superfície do revestimento fazendo um ângulo ϕ com o eixo principal da amostra, Sue (1987).

Pelas constantes elásticas de Voigt

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} \quad S_1 = - \frac{\nu}{E}$$

segundo a relação $\varepsilon_{\phi\psi} = 1/2 S_2 \sigma_{\phi} \text{sen}^2\psi + S_1 (\sigma_x + \sigma_y)$ Eq. 3.2.3

Evenschor e Hauk estabeleceram com Romberg in Eigenmann, Macherauch (1996) o cálculo das tensões a partir da curva de deformação em função de $\text{sen}^2\psi$ obtendo-se uma elipse, segundo a Figura 3.4.

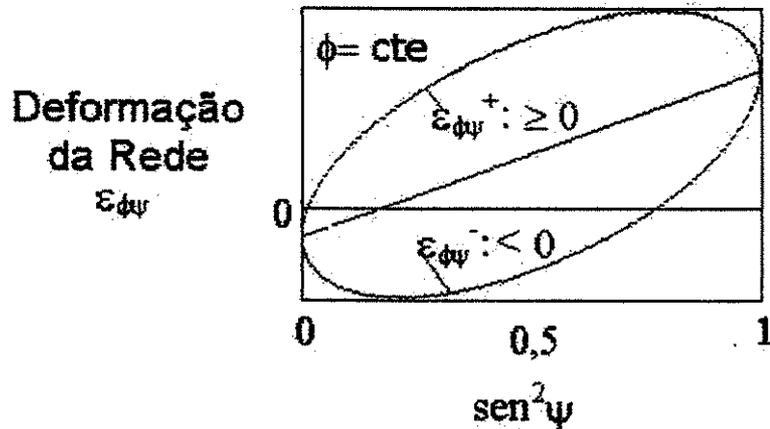


Figura 3.4: Evolução elipsoidal das deformações da rede em função de $\text{sen}^2\psi$, Eigenmann, Macherauch (1996).

A equação 3.2.1 pode ser reescrita da seguinte forma:

$$\varepsilon_{\phi\psi}^{hkl} = A \sin^2\psi + B \sin(2\psi) + C \quad \text{Eq. 3.2.4}$$

Dolle e Hauk desenvolveram em 1976 um procedimento para determinar os estados de tensão com uma orientação qualquer em relação ao eixo principal, Dolle, Hauk in Eigenmann, Macherauch (1996). Fazendo a média das deformações da rede para os mesmos ângulos psi (ψ) de sinais contrários, obtém-se a partir da equação 3.2.4:

$$A_{\psi}^{+} = \frac{1}{2} (\varepsilon_{\phi,\psi^{+}} + \varepsilon_{\phi,\psi^{-}}) = A \sin^2\psi + C \quad \text{Eq. 3.2.5}$$

$$A_{\psi}^{-} = \frac{1}{2} (\varepsilon_{\phi,\psi^{+}} - \varepsilon_{\phi,\psi^{-}}) = B \sin 2\psi \quad \text{Eq. 3.2.6}$$

A Figura 3.5 permite obter os componentes da tensão normal com $A=1/2 S_2\sigma_{\phi}$ e cisalhante com $B=1/2S_2(\tau_{xz} \cos\phi + \tau_{yz} \sin\phi)$. A evolução elipsoidal das deformações da rede em função de $\sin^2\psi$ explicam as tensões cisalhantes correspondentes à τ_{xz} e τ_{yz} , Eigenmann, Macherauch (1996).

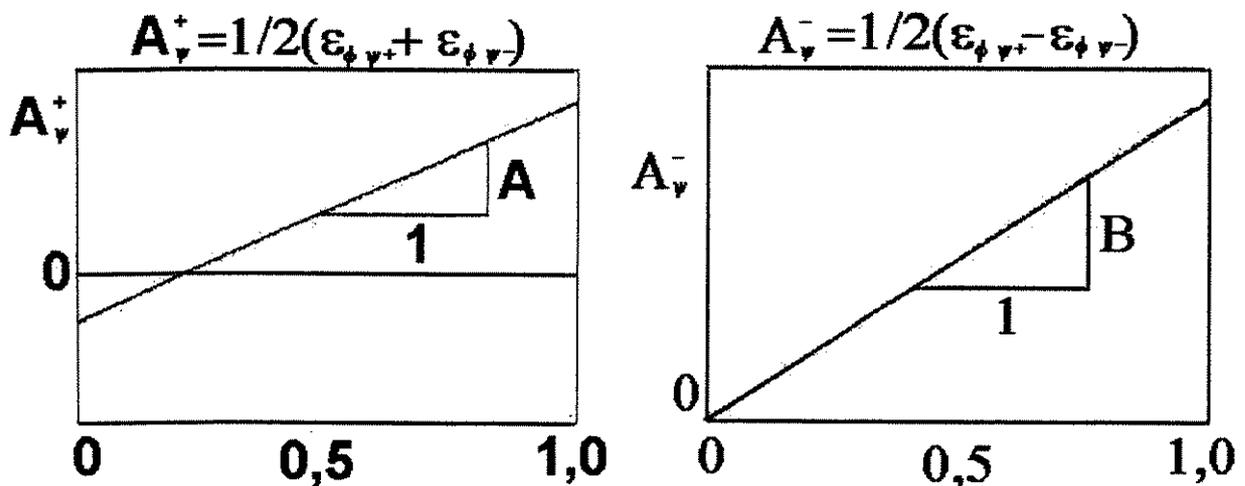


Figura 3.5: Gráfico para obtenção das componentes da tensão normal e cisalhante

O cálculo de A_{ψ}^{+} ou A_{ψ}^{-} é feito pela média do mesmo ângulo ψ positivo e negativo, segundo as Equações 3.2.5 e 3.2.6. As deformações são dadas pelas diferenças das distâncias interplanares. A distância interplanar ($d_{\phi\psi}$) é dada pelos resultados do difratograma, e a distância interplanar (d_o) está livre de tensões.

A distância interplanar sem tensões (d_o) pode ser determinada através de duas maneiras. A primeira maneira pode ser feita pelo sistema JCPDS (Joint Committee Powder diffraction Standards), onde tem-se a distância interplanar padrão para um determinado material. Este modo é utilizado para fazer o cálculo unidimensional da tensão interna.

Outro modo de calcular (d_o) é feito na análise bidimensional quando o ângulo $\psi=0$. Partindo da Equação 3.2.2 tem-se que:

$$d_{\phi\psi} = \left[\frac{(1+\nu)}{E} \right] d_o \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \left(\frac{\nu}{E} \right) d_o (\sigma_x + \sigma_y) + d_o$$

quando $\psi=0$
$$d_{\phi 0} = d_o - \left(\frac{\nu}{E} \right) d_o (\sigma_x + \sigma_y)$$

considerando que $E \gg (\sigma_x + \sigma_y)$ o valor de ($d_{\phi 0}$) fica muito próximo de (d_o).

Assim, pela inclinação da reta dos gráficos tem-se a tensão normal para $\sin^2 \psi$ e a tensão cisalhante para $\sin(2\psi)$. A inclinação da reta de A_{ψ}^{+} X $\sin^2 \psi$ dividida pelas constantes de Voigt darão a tensão normal pela seguinte equação:

$$m = \frac{\partial A_{\psi}^{+}}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\phi} \qquad \sigma_{\phi} = \frac{m}{\left(\frac{1+\nu}{E} \right)}$$

Pela inclinação da reta de $A_{\psi}^{-1} \times \sin(2\psi)$ dividida pelas constantes de Voigt obtém-se a tensão cisalhante da seguinte maneira:

$$m = \frac{\partial A_{\psi}^{-1}}{\partial \sin 2\psi} = \frac{1+\nu}{E} \tau \quad \tau = \frac{m}{\left(\frac{1+\nu}{E}\right)}$$

A medida de tensão em revestimento usando a difração de raio-X é feita pela mudança ocorrida na distância interplanar do material analisado. As equações matemáticas usadas no cálculo da análise bidimensional em revestimentos são as mesmas utilizadas na análise bidimensional de qualquer material policristalino.

Um programa de computador de Modelo Isotropo ajusta os espectros de difração para diminuir as fontes de erros, Machado (1999). Estes erros são provenientes do espectro experimental, do background, do fator Lorentz-polarização, e do modelo de ajuste da curva de difração escolhida para análise.

Primeiramente é feita uma correção da curva experimental, pois pode ocorrer algum deslocamento do espectro. O material utilizado para obter a curva experimental é o quartzo, por apresentar muitos picos. Realizado o difratograma, compara-se a curva experimental de 2θ com a curva dos valores verdadeiros de 2θ do sistema padrão JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standards). Então, através da constante da equação da reta de $2\theta_{\text{verdadeiro}}$ versus $2\theta_{\text{experimental}}$ obtém-se o valor que vai ser somado ao $2\theta_{\text{experimental}}$.

A seguir o background é corrigido para retirar o efeito da radiação que não interessa. Experimentalmente verificou-se que, exceto quando são necessários valores absolutos de tensão a correção do background é desnecessária. Isto é favorável, pois não há ainda um método simples para a correção do background através de equações matemáticas. No background há provavelmente dois componentes: um de intensidade constante e outro no qual segue

essencialmente a mesma relação 2θ dos raios difratados. Se a correção do background for feita, o cálculo ou o estudo esquemático da parte final do pico de difração pode ser realizado, e um número apropriado de pontos serão subtraídos dos dados da intensidade do pico, Jateczak (1971).

Depois corrige-se o fator de Lorentz que é uma integração de termos trigonométricos. Estes termos descrevem a dependência da intensidade difratada (máxima ou integrada) com o ângulo de difração. Há três fatores que contribuem para o fator de Lorentz, Noyan, Cohen (1987):

- a) O número de grãos orientados que podem difratar a um dado ângulo 2θ .
- b) A intensidade difratada por unidade de comprimento do cone de difração.
- c) A dependência da intensidade difratada de qualquer cristal com 2θ .

O primeiro fator depende do volume da fração de grãos orientados, de modo que eles possam difratar bem próximo do ângulo de Bragg. Se uma distribuição completamente aleatória for assumida esta fração de volume não é a mesma para todas as orientações. Tomando como exemplo uma amostra pulverizada, o resultado é uma esfera de raio r desenhada em torno da amostra, como indica a Figura 3.6.

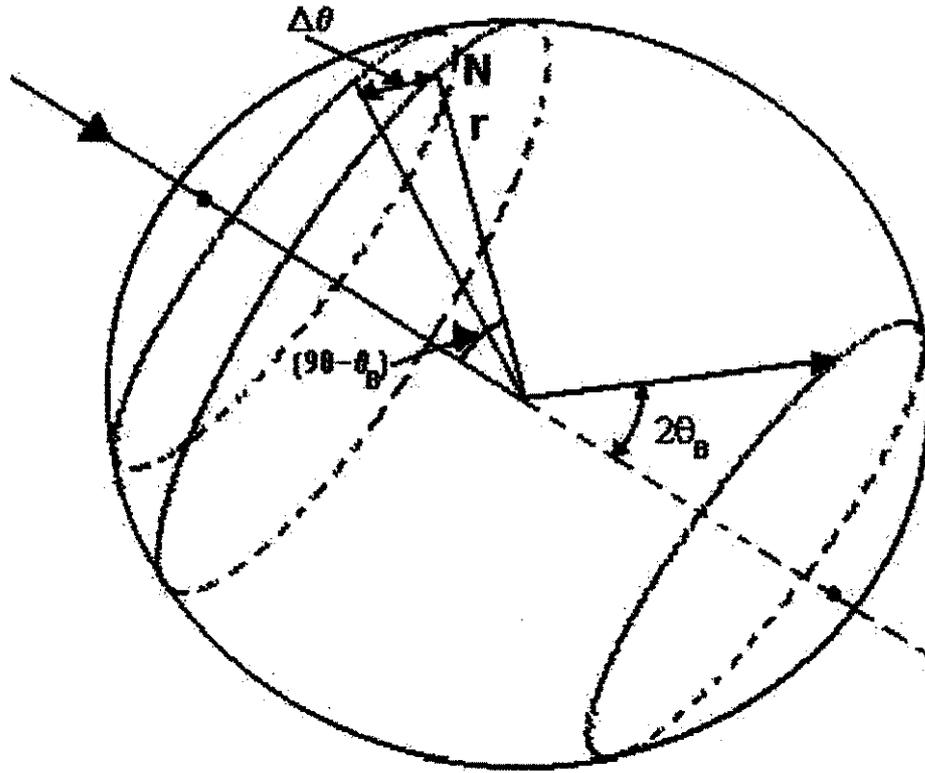


Figura 3.6: Distribuição de planos normais no espaço de um único cone de difração, Noyan, Cohen (1987).

Se em torno do ângulo de Bragg houver uma considerável intensidade difratada de ($\delta\theta$), os planos difratados cortarão a esfera em uma faixa de comprimento $r \cdot \delta\theta$ com uma área de $r\delta\theta 2\pi r [\text{sen}(90^\circ - \theta)]$. A fração de cristais é a razão desta área em relação à área total da esfera $4\pi r^2$:

$$\frac{\Delta N}{N} = \frac{r \delta\theta 2\pi r \text{sen}(90^\circ - \theta)}{4\pi r^2} \approx \frac{\Delta\theta \cos\theta}{2}$$

Assim, a fração de partículas difratadas é proporcional à $\cos\theta$ e será menor quanto maior for o ângulo θ .

O segundo fator, intensidade por unidade de comprimento do cone de difração é importante pelo fato de que no raio-X somente um pequeno segmento de interseção do cone de difração com o plano de detecção é usado nas medidas de intensidades. Entretanto, como o raio de cada cone é diferente, a intensidade difratada de cada unidade de comprimento de circunferência do cone será diferente. Se o raio do difratômetro é R , o raio da circunferência de qualquer cone de difração é $2\pi R \sin 2\theta$, e então a intensidade difratada por unidade de comprimento é proporcional a $1/\sin 2\theta$.

O terceiro fator relaciona a variação de intensidade com 2θ quando todos os outros fatores são constantes. Quando os desvios de idealidade ocorrem na distribuição de comprimento de onda do raio-X ou no grau de perfeição do cristal, uma intensidade considerável de raio-X é observada a ângulos $\delta\theta$ fora do ângulo de Bragg θ_B , resultando em um alargamento do pico. Por outro lado, a intensidade máxima ocorre em θ_B ; assim a intensidade de difração é função de θ .

Tem-se como exemplo um plano contendo N átomos sendo girado por um ângulo $\delta\theta$ de θ , como indica a Figura 3.7. Neste caso os raios incidentes e difratados fazem com o plano os ângulos θ_1 e θ_2 .

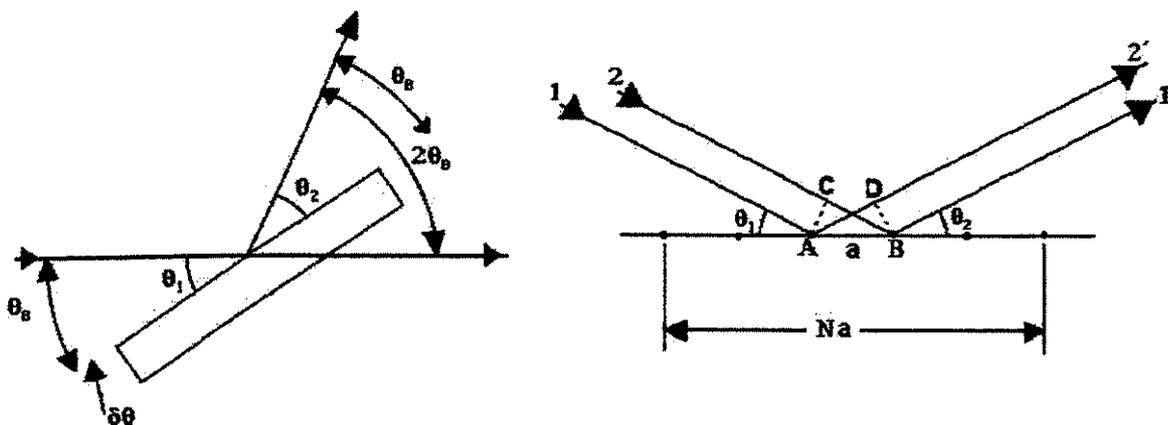


Figura 3.7: Varredura dos planos inclinados pelos ângulos $2\theta + \delta\theta$, Noyan, Cohen (1987).

A diferença de caminho entre os feixes dos dois átomos no plano será dada por:

$$\Delta = a * \cos\theta_2 - a * \cos\theta_1$$

podendo ser expresso por

$$\Delta = 2a * \delta\theta * \text{sen}\theta_B$$

como $\delta\theta$ é pequeno, $\text{sen}\theta \approx \delta\theta$.

A diferença de fase entre os raios difratados do primeiro ou N-ésimo átomo no plano é:

$$N * \delta\theta = N * 2a * \delta\theta * \text{sen}\theta_B.$$

Se esta diferença for igual a um inteiro múltiplo do comprimento de onda, a intensidade difratada é zero. Então, a rotação máxima de qualquer cristal na posição de Bragg é:

$$(\delta\theta)_{ID=0} = \frac{\lambda}{2Na \text{sen}\theta_B}.$$

Existe um valor limite para $\delta\theta$ ter alguma intensidade difratada, chegando a uma intensidade máxima com $\delta\theta=0$. Assim, a intensidade difratada varia em função de $1/\text{sen}\theta$.

Todos os termos trigonométricos acima podem ser combinados e formar um fator simples o qual apresenta uma variação de intensidade com o ângulo θ . Este é o fator de Lorentz, dado por

$$\text{F.L.} = K' \frac{1}{\text{sen}^2 \theta}$$

onde K' é a constante de Lorentz.

A intensidade de espalhamento do feixe de raio-X depende do ângulo de varredura. Se um feixe de raio-X não polarizado de intensidade total I_0 colidir com um elétron imóvel, a varredura total a um ponto P será dada pela equação de Thomson com:

$$I = I_0 \frac{e^4}{r_1^2 m^2 c^4} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right)$$

onde:

m_1 = massa do elétron

c = velocidade da luz

e = carga do elétron

r_1 = comprimento do vetor posição à P

2θ = ângulo entre r e a direção do raio incidente , como indica a Figura 3.8.

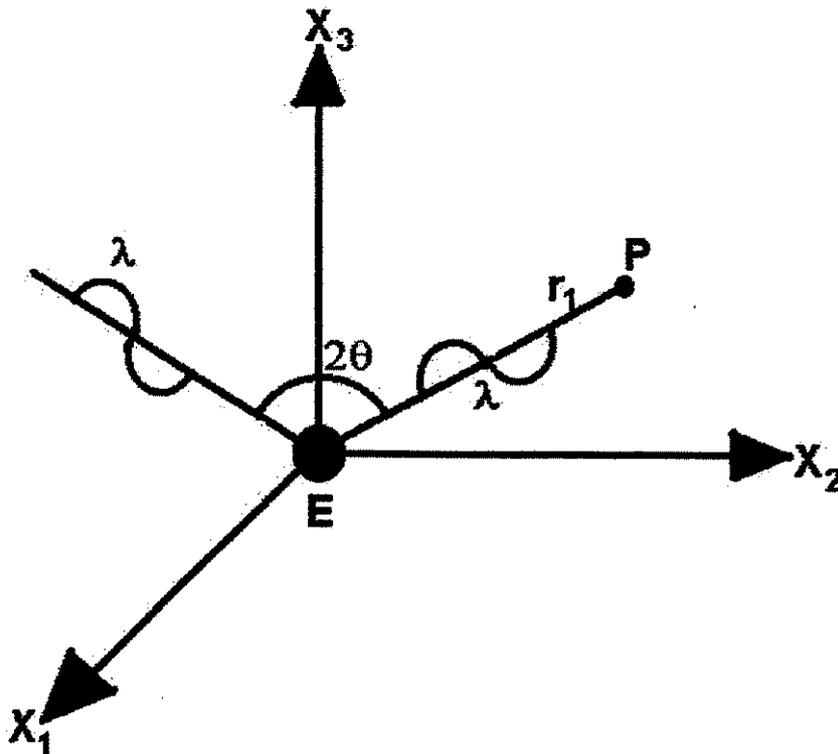


Figura 3.8: Geometria de varredura de um elétron a um ponto P, Noyan, Cohen (1987).

O termo $[1 + \cos^2(2\theta)]$ que descreve a variação da intensidade de espalhamento do feixe de raio-X com o ângulo de varredura é chamado de fator de polarização. Devido a este termo, a intensidade de espalhamento para ângulos 2θ , maior que 0° e menor que 180° , será maior em relação ao feixe incidente que ocorre em 90° .

O fator de Lorentz e o fator de Polarização são usualmente combinados formando o fator L-P (Lorentz- Polarização):

$$\text{L.P.} = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta}$$

As constantes de ambos os termos são escritas para este caso, desde que elas não sejam dependentes de θ , não afetando na intensidade relativa. Pode-se notar que esta equação é válida somente para um feixe incidente não polarizado, Noyan, Cohen (1987). Assim, a medida das intensidades de raio-X devem ser divididas por este fator, Jatzak (1971).

Por último faz-se o ajuste das curvas de difração pelo método da parábola, para determinar a posição da intensidade máxima difratada. Dentre os vários métodos, este tem sido o mais amplamente usado; a posição do pico de difração é determinada ajustando uma parábola ao pico de difração, Kurita (1981).

As funções de Cauchy e Gaussian podem ser expandidas em séries como regra:

Gaussian:
$$I_{2\theta} = I_{pc} - A_1(2\theta - 2\theta_{pc})^2 + \frac{A_1^2}{2I_{pc}}(2\theta - 2\theta_{pc})^4 + \dots$$

Cauchy:
$$I_{2\theta} = I_{pc} - A_1(2\theta - 2\theta_{pc})^2 + \frac{A_1^2}{I_{pc}}(2\theta - 2\theta_{pc})^4 + \dots$$

Se o terceiro termo da série e os outros subsequentes forem omitidos, tem-se:

$$I_{2\theta} = I_{pc} - A_1(2\theta - 2\theta_{pc})^2$$

Esta é a equação para uma parábola cujo eixo está paralelo à intensidade ordenada.

O procedimento mais comum na análise de tensão interna é assumir que a linha de difração segue como uma parábola. Esta suposição é verdadeira para a parte superior da curva de difração acima de 85% da intensidade máxima do pico.

Os melhores resultados são obtidos pelo ajuste dos pontos à uma função parabólica usando a técnica dos mínimos quadrados. Pela solução das equações simultâneas obtidas usando a técnica dos mínimos quadrados, o pico do ângulo será dado por:

$$2\theta_{pc} = \frac{1}{2} \left[\frac{A_1 \sum (2\theta)^4 + B_1 \sum (2\theta)^3 + C_1 \sum (2\theta)^2}{A_1 \sum (2\theta)^3 + B_1 \sum (2\theta)^2 + C_1 \sum (2\theta)} \right]$$

onde:

$$A_1 = n \sum I_{2\theta} 2\theta - \sum I_{2\theta} \sum 2\theta \quad B_1 = \sum (2\theta)^2 \sum I_{2\theta} - n \sum (2\theta)^2 I_{2\theta}$$

$$C_1 = \sum (2\theta)^2 I_{2\theta} \sum (2\theta) - \sum (2\theta)^2 \sum I_{2\theta} 2\theta \quad n_1 = \text{número de pontos}$$

Um exemplo deste cálculo é mostrado na Tabela 3.1

Tabela 3.1 – Cálculo dos mínimos quadrados do vértice de uma parábola

2θ	I	x*	x ²	x ³	x ⁴	Ix	Ix ²
155,2	65	5,2	27,04	140,608	731,1616	338,0	1.757,60
155,7	71	5,7	32,49	185,193	1.055,6001	404,7	2.306,79
156,2	74	6,2	38,44	238,328	1.477,6336	458,8	2.844,56
156,7	74	6,7	44,89	300,763	2.015,1121	495,8	3.321,86
157,2	71	7,2	51,84	373,248	2.687,3856	511,2	3.680,64
	355	31,0	194,70	1.238,140	7.966,8930	2.208,5	13.911,45

Então:

$$A_1 = (5 * 2208,5) - (31,0 * 355) = 37,5$$

$$B_1 = (194,7 * 355) - (5 * 13.911,45) = 438,75$$

$$C_1 = (13911,45 * 31) - (194,7 * 2208,5) = 1260$$

$$x_{pc} = \frac{(37,5 * 7966,893) + (-438,75 * 1238,14) + (1260 * 194,7)}{(37,5 * 1238,14) + (-438,75 * 194,7) + (1260 * 31,0)}$$

$$2\theta_{pc} = \frac{846,5625}{2 * 65,625} + 150 = 6,45 + 150 = 156,45 \text{ graus}$$

$$x^* = 2\theta - 150 \text{ graus, Kelly, Short (1971).}$$

3.3 Considerações Práticas

- 1) Um difratômetro com o dispositivo de ângulo ψ é necessário para as medidas da tensão interna. O difratômetro irradia uma área simétrica da amostra com uma inclinação de $+\psi$ e $-\psi$ a um dado plano de reflexão (hkl) e com uma variação de $\sin^2\psi$ de 0 a 0,95.
- 2) O difratômetro deve ser alinhado e calibrado mecanicamente empregando uma amostra padrão sem tensões (pó de silício) para obter a posição do pico do plano (hkl) do ângulo de Bragg dentro de um erro de $\pm 0,01^\circ$ à $\psi > 0$ e $\psi < 0$.
- 3) Para um resultado de alta precisão da tensão interna a medida deve ser feita para ângulos de reflexão (hkl) acima de 130° ($2\theta > 130^\circ$) e com intensidade suficiente para a determinação da posição do pico.
- 4) Deve-se selecionar um colimador de tamanho adequado. Uma grande área deve ser irradiada de modo a garantir que, estatisticamente, um número relevante de grãos e subgrãos do revestimento estejam incluídos na medida. A resolução angular é essencial na medida da tensão. Se o feixe de raio-X não poder contar um número suficiente de grãos, outro método deve ser usado.

5) A correção de Lorentz e os métodos apropriados como o de Gaussian, Cauchy, e o da parábola devem ser aplicados para determinar a posição dos picos dos planos de reflexão (hkl).

6) Um número suficiente de medidas nas direções $+\psi$ e $-\psi$ deve ser feito para obter uma distribuição linear precisa de $A_{\psi}^+ X \text{ sen}^2\psi$. A significância desta distribuição linear deve ser verificada pela repetição das medidas a diferentes ângulos ϕ . Se a distribuição de $A_{\psi}^+ X \text{ sen}^2\psi$ não for linear, a medida do revestimento não é homogênea e portanto o método de $\text{sen}^2\psi$ usando a difração de raio-X não será muito aplicável.

7) As constantes elásticas $S_1 = -\left(\frac{\nu}{E}\right)$ e $S_2/2 = \left[\frac{(1+\nu)}{E}\right]$ do revestimento para um plano (hkl)

podem ser calculadas por raio-x através de um monocristal usando um modelo apropriado ou medindo-se experimentalmente, pela tensão uniaxial ou pelos testes de dobramento, fazendo uma série de carregamentos. As constantes elásticas determinadas por raio-X e as cargas aplicadas (σ_a) seguem as seguintes equações:

$$S_2/2 = \left[\frac{(1+\nu)}{E}\right] = (1/d_o) \left[\frac{\partial}{\partial \sigma_a} \left(\frac{\partial d_{\phi\psi}}{\partial \text{sen}^2\psi} \right) \right] \quad S_1 = -\left(\frac{\nu}{E}\right) = \left[\frac{1}{(2d_o)}\right] \left(\frac{\partial d_{\phi\psi=0}}{\partial \sigma_a} \right)$$

A distância interplanar sem tensões (d_o) para o revestimento não está disponível na prática. Para a análise de tensão biaxial, a distância interplanar (d_o) pode ser substituída por ($d_{\phi, \psi=0}$) medida em $\psi=0$. Neste caso o erro será menor que 0,1%. Um pequeno erro em ($d_{\phi, \psi=0}$) pode levar a um erro relativo grande na medida da tensão. Para obter um resultado aceitável de tensão, ($d_{\phi, \psi=0}$) deve estar dentro de 0,01% de seu valor verdadeiro, Sue (1987).

3.4 Significância e Uso

A vantagem do método da difração de raio-X é a sua capacidade de medir a tensão interna diretamente e sem destruir a amostra. Difrátômetros portáteis estão comercialmente disponíveis e podem ser usados para medidas “in-situ”. Este método é aplicado para revestimentos com uma espessura variando de 0,5 a 350 μm ($2 \cdot 10^{-5}$ a $1,4 \cdot 10^{-2}$ in). Entretanto torna-se difícil medir a tensão interna em revestimentos extremamente finos e, em alguns casos, revestimentos altamente texturados. A difração de raio-x não é aplicada se o revestimento apresentar-se amorfo; e uma grande variação na medida de tensão é frequentemente encontrada em revestimentos com tamanho de grão grande, Sue (1987).

Capítulo 4

Análise Experimental

Foram utilizados dois métodos de análise de tensão interna por raio-X: análise unidimensional e bidimensional. O presente trabalho visa avaliar em qual método tem-se uma precisão melhor no resultado da tensão interna de revestimentos. Para a análise de tensão foram escolhidos anéis de pistão em virtude de sofrerem um grande desgaste pelo motor. Os anéis de pistão de automóvel provêm da COFAP, indústria automobilística interessada no quanto a tensão interna está prejudicando os anéis.

Os anéis foram revestidos com depósitos de níquel, pelo fato de ser um metal bem resistente ao desgaste em condições severas de uso. Utilizou-se dois tipos de corrente no processo eletrolítico, um por corrente contínua e outro por corrente pulsada. O processo realizado por corrente contínua é o mais usado, pois já está a vários anos no mercado. Já a corrente pulsada é uma inovação apresentada com resultados bem satisfatórios e com boa qualidade do revestimento.

4.1 Materiais

Anéis de pistão

O material do anel pertence à classe dos aços inoxidáveis de matriz martensítica. Este aço está se destacando na fabricação de anéis de aços nitretados. Seu custo é competitivo em relação

aos aços menos ligados, em função de sua escala de fabricação que é alta para esse tipo de aplicação. A composição química típica desse aço está apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Composição química do aço, Tomanik (1999).

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Cu	V
% em peso	0,85-0,95	1,00	1,00	0,045	0,030	17,00-19,00	0,90-1,30	0,30	0,07-0,12

Dimensões do anel para motores a diesel:

diâmetro: 90 a 128 mm

altura axial: 2,0 a 3,5 mm

parede radial: aproximadamente 1/24 do diâmetro

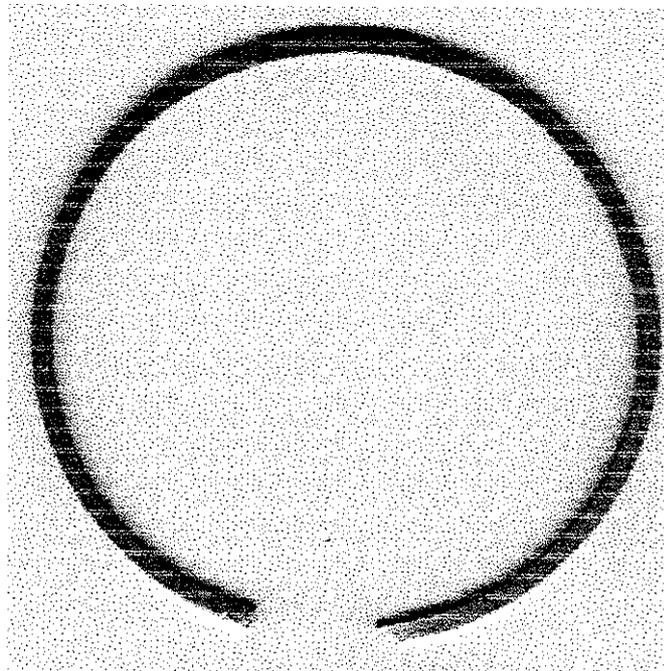


Figura 4.1: Anel de pistão

Anéis de pistão nitretados

O processo de nitretação dos anéis foi feito a plasma no anel por inteiro. Os anéis foram nitretados durante duas horas a 450°C em atmosfera de hidrogênio puro e passaram quatro horas a 520°C em uma atmosfera de 50% de N₂ e 50% de H₂, Tomanik (1999). A nitretação aumenta a resistência ao desgaste mecânico e à corrosão do anel, mas ao mesmo tempo pode aumentar ou diminuir a tensão interna do anel, prejudicando suas propriedades mecânicas.

Este material possui alta porcentagem de carbonetos complexos em uma matriz de martensita revenida, conferindo-lhe uma alta resistência ao desgaste. A nitretação apresenta muitos pontos favoráveis, como o aumento de dureza superficial, diminuição do coeficiente de atrito, melhora da resistência ao desgaste, bem como a possibilidade de controle da forma dos anéis, principalmente quando utilizado o processo de nitretação a gás, Tomanik (1994).

Revestimento de Níquel Eletrodepositado em Anéis

Os revestimentos eletrodepositados foram feitos sobre os anéis nitretados e chapas. Os anéis revestidos foram cortados e depois recobertos pelo banho eletrolítico por corrente contínua e outros anéis por corrente pulsada. E as chapas revestidas passaram por uma eletrodeposição por corrente contínua e pulsada.

Nos métodos de pulso existem três variáveis importantes: 1. Densidade de corrente de pico (i_p), 2. Duração do pulso – tempo “on” e 3. Intervalo entre os pulsos – tempo “off”. A soma dos tempos “off” e “on” constituem um ciclo, Freire (1997).

Os revestimentos estudados foram obtidos por banho de níquel pela eletrodeposição por corrente contínua e corrente pulsada, conforme descrito a seguir.

Banhos utilizados para obtenção do depósito de níquel

Níquel watts - sem aditivo

Níquel brilhante - com aditivo (abrilhantador)

Níquel comercial - com aditivo (nivelador)

Descrição das amostras

1. Anel Comum - fita na forma de anel sem usinagem
2. Anel 7 S - anel comum
3. Anel Comum aat - anel comum após alívio de tensões
4. Anel Nitretado - anel nitretado a plasma
5. Anel 6 Nitretado - anel nitretado a plasma
6. 1 - Revestimento de Ni-La em base reta
R – Repetido
7. 31 - Revestimento de níquel brilhante em Anel -
Condições de deposição: corrente pulsada 400mA;
pulsação: 4 ms t_{on} ; 1 ms t_{off} - tempo: 45 minutos
ms – mili segundos (10^{-3} segundos)
8. 51 - Revestimento em Anel - Condições de deposição: corrente pulsada 600mA;
pulsação: 5 ms t_{on} ; 1 ms t_{off} - tempo: 20 minutos sem aditivo
9. 2 - Revestimento de níquel com sais de fosfato de sódio por corrente contínua em anel

- 10. 4 - Revestimento de Ni-La por corrente contínua em anel**
- 11. 8 - Revestimento de níquel watts por corrente contínua em anel**
- 12. 101 brilhante – Revestimento de níquel comercial com baixo teor de aditivo em chapa**
Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A - tempo: 5 minutos – substrato latão.
- 13. 101 fosca – Revestimento de níquel comercial em chapa**
Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A – tempo: 5 minutos – substrato aço.
- 14. 103 brilhante – Revestimento de níquel comercial em chapa**
Condições de deposição: corrente pulsada 1,2A - Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 0,5 ms t_{off} ;
tempo: 5 minutos – substrato latão.
- 15. 104 fosca – Revestimento de níquel comercial em chapa**
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,1 ms t_{on} ; 0,2 ms t_{off}
tempo: 5 minutos – substrato aço.
- 16. 201 - revestimento de níquel comercial em anel**
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 1,0 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.
- 17. 202- revestimento de níquel comercial em anel**
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 2,0 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.
- 18. 203- revestimento de níquel comercial em anel**
Condições de deposição: corrente pulsada 1,1A; Pulsação: 0,2 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}
tempo: 3 minutos.

19. 204- revestimento de níquel comercial em anel

Condições de deposição: corrente pulsada 1,5 A; Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.

4.2 Equipamentos

Análise de Tensões

O equipamento usado para realizar a determinação da tensão interna unidimensional e bidimensional foi o difratômetro de raio-X (D 5.000 SIEMENS) com dispositivo de giro psi, como apresenta a Figura 4.2 a seguir. A radiação utilizada foi de cobalto, com voltagem de 40 KV e uma amperagem de 40 mA.

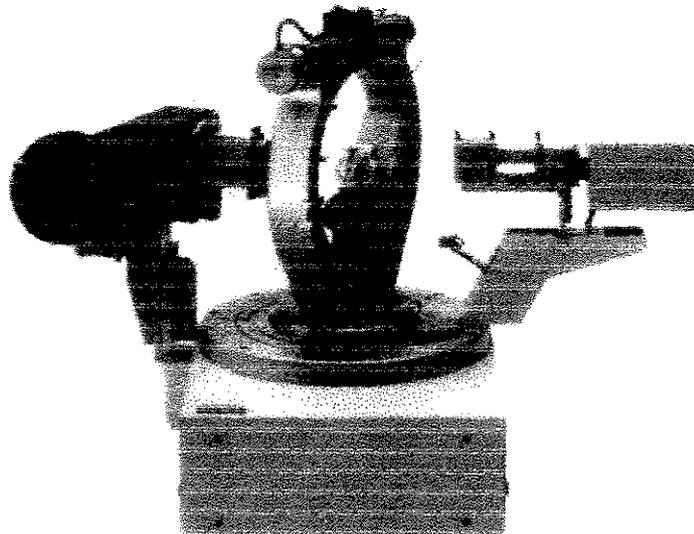


Figura 4.2: Difratômetro de raio-X com o dispositivo de giro psi (ψ)

4.3 Metodologia

A seqüência de análise das amostras segue o fluxograma apresentado na Figura 4.3 a seguir. As primeiras amostras analisadas foram os anéis comuns para saber o estado de tensão no qual o revestimento iria ser depositado, pois os anéis passam por processo de conformação mecânica e usinagem. Em seguida analisou-se os anéis nitretados para conhecer o quanto a nitretação estava influenciando a tensão interna do anel. Assim, fez-se uma comparação entre o anel comum e o anel nitretado.

Em seguida foram analisados os revestimentos de níquel para avaliar a influência da deposição feita pela corrente contínua e pela corrente pulsada. Notando que cada tipo de deposição gerava diferentes tipos de tensões.

Com a avaliação dos resultados, notou-se uma dispersão que poderia ser em virtude da usinagem pela qual passava o anel; pela sua textura; ou pela curvatura do anel, pois o raio-X percorria uma área em torno de 2 cm do mesmo.

Assim, passou-se a analisar revestimentos de níquel em uma base reta (anel antes de ser dobrado, conformado mecanicamente e usinado) para verificar se a curvatura e o estado de tensão do anel estavam influenciando no resultado.

Por último foram analisados revestimentos de níquel em chapas planas para avaliar se a curvatura do anel e o seu respectivo estado de tensão estavam influenciando na tensão do revestimento.

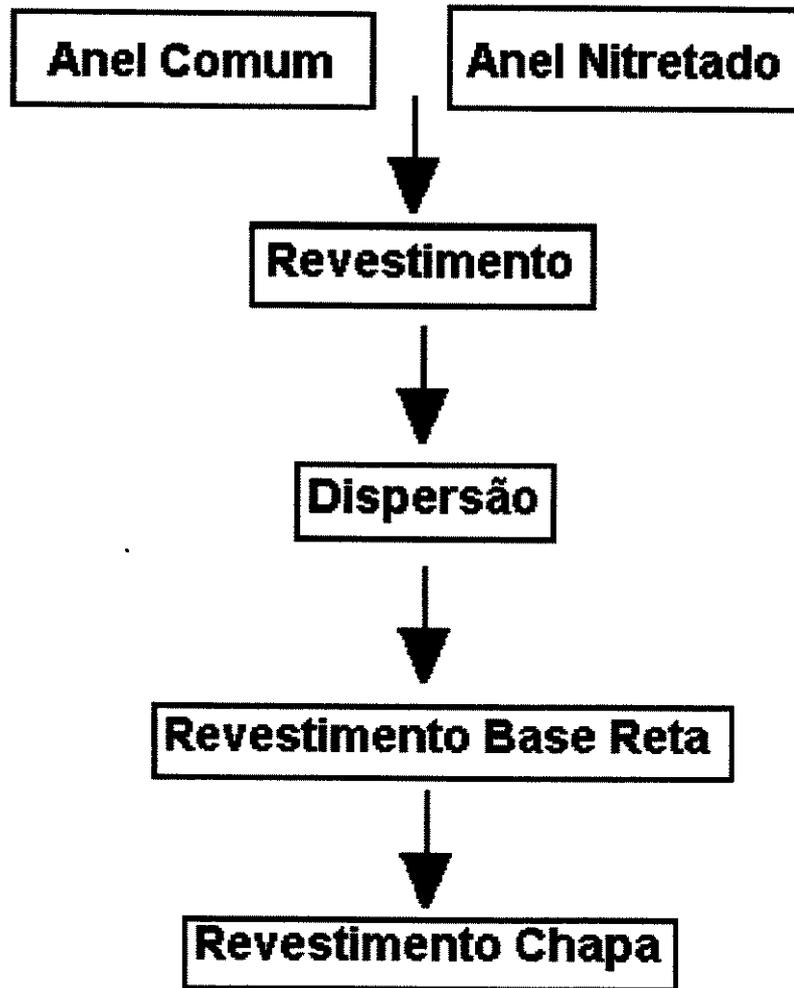


Figura 4.3: Fluxograma de análise das amostras

Análise das Tensões

Para análise das tensões os anéis foram cortados a um tamanho aproximado de 2 cm, devido ao tamanho do porta amostra do difratômetro de raio-x.

A região de análise do anel trata-se da região de tração, região tangencial ao raio incidente do raio-X. Esta região específica foi analisada por se tratar da área ao qual o anel sofre maior desgaste no pistão do motor. No revestimento da chapa foi analisada a região longitudinal.

O difratômetro foi ajustado para realizar uma varredura em (2θ) de 40 a 120°. Para o cálculo da tensão dos revestimentos dos anéis e das chapas foi escolhido o pico de difração (200) do níquel na faixa (2θ) de aproximadamente 61° para se obter a distância interplanar utilizada no cálculo da tensão interna. Foi escolhido o pico (200) do espectro de difração do revestimento de níquel por ser o mais apropriado. Em um espectro deve-se escolher um pico intermediário entre o ângulo mais baixo e o mais alto. A literatura cita que a escolha do pico deve ser feita para ângulos mais altos, mas devido à radiação utilizada à ângulos mais altos os picos de difração apresentam uma intensidade muito baixa. Assim, escolhe-se um pico de intensidade média e com um ângulo intermediário na faixa 2θ . Como pode-se notar pela Figura 4.4 a seguir.

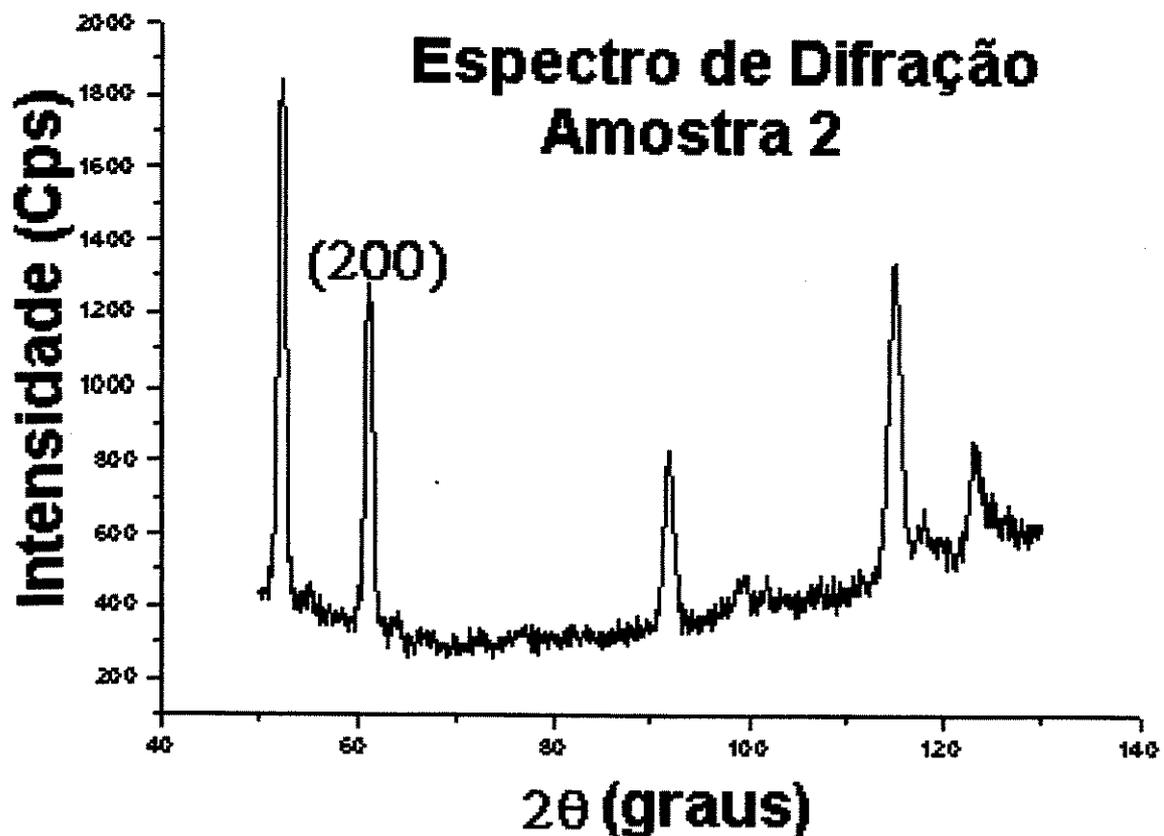


Figura 4.4: Espectro de difração do revestimento de níquel

Nos anéis sem revestimentos e nos nitretados foram utilizados o pico de difração (110) na faixa de aproximadamente 52°. O pico (110) foi escolhido por apresentar alta intensidade de difração, e por estar mais definido; pois, a medida em que aumenta o ângulo de difração o espectro apresenta-se sem definição, segundo a Figura 4.5.

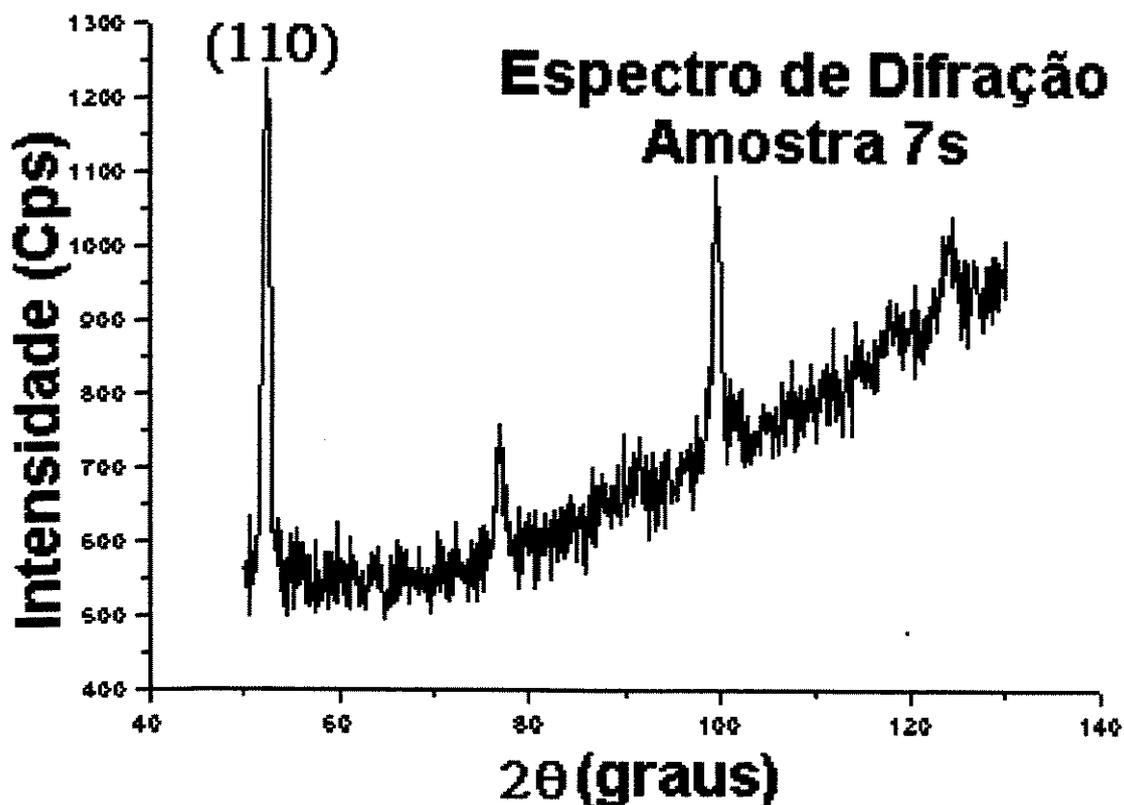


Figura 4.5: Espectro de difração do anel comum

No difratômetro de raio-X convencional há a variação de ângulo θ - 2θ , mas para a medida da tensão interna biaxial, o difratômetro de raio-X necessita de um dispositivo para girar a amostra por um ângulo ψ . O ângulo ψ (ψ) variou de -60° , -40° , -20° , 0° , 20° , 40° , 60° para obter uma reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ (Cap. 3). Para o ajuste da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ foi usado um programa de computador de Modelo Isotropo, Machado (1999). Este programa diminui as fontes de erro dos difratogramas, fazendo uma correção da curva experimental, diminuindo o background, corrigindo o fator de Lorentz-Polarização, e depois ajustando a linha de difração pelo método da parábola (Cap. 3).

Capítulo 5

Resultados e Discussões

Conforme descrito no Capítulo 4 de Análise Experimental foram analisados por difração de raio-X anéis de pistão de automóvel sem nenhum tratamento, anéis nitretados a plasma, revestimentos em anéis nitretados, e revestimentos em chapas. A área de análise pelo raio-X nos anéis foi a região de tração (na área externa tangenciando o anel) e na chapa plana a região longitudinal em uma área de aproximadamente 1cmX5cm.

A Tabela 5.1 apresenta uma comparação entre os resultados da análise unidimensional e bidimensional dos anéis sem revestimento. A partir dos resultados pode-se observar que há uma diferença grande entre os resultados obtidos através das duas técnicas.

Tabela 5.1 – Tensões uni e bidimensionais em anéis

Anel	Amostra	Tensão Uni (MPa)	Tensão Bidi(MPa)
Comum	Comum	- 1.805	- 183
	7	- 2.377	- 843
Comum	Alívio Tensão	- 1.632	- 144
Nitretado	Nitretado	- 2.330	- 730
	6	- 3.272	- 1.237

Anel Comum

Para o caso do anel comum tem-se o mesmo tipo de tensão de compressão para as duas análises uni e bidimensionais, mas como suas linhas de difração estão bem deslocadas em relação ao ferro puro tem-se a tensão unidimensional mais alta em relação à tensão bidimensional. No método unidimensional a distância interplanar utilizada vem do sistema JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standarts) para materiais puros comprometendo o cálculo. Notando que o material não é puro, tratando-se de um aço inoxidável de matriz martensítica e de aços que foram nitretados.

Como o anel comum passou pelo processo de usinagem, podem ter surgido tensões compressivas ao mesmo. Notando que a literatura apresenta tensões compressivas aos materiais que passaram pela extrusão e usinagem, segundo a Tabela 5.2 a seguir.

Tabela 5.2 - Tensões nos processos de extrusão e usinagem

Processo	Tensão (MPa)	Método
Extrusão, Gensel (1996)	- 250	Bidi
Usinagem, Tonshoff (1998)	- 2000	Bidi

Os anéis (comum e 7) mostraram como resultado de tensão bidimensional uma diferença muito grande para o mesmo tipo de material. A análise do anel comum resultou em um valor baixo de -183MPa em relação ao anel número 7 que foi de -843 MPa. Os valores podem ter apresentado uma grande diferença pelo intervalo de varredura do ângulo ψ . Os dois anéis tiveram o mesmo ângulo de varredura em ψ , contudo no anel enrolado utilizou-se uma pequena variação em ψ de -60° , -50° , -40° , ..., $+40^\circ$, $+50^\circ$, $+60^\circ$ e no anel número 7 utilizou-se uma variação maior em ψ de -60° , -40° , -20° , 0° , $+20^\circ$, $+40^\circ$, $+60^\circ$. Como pode se verificar pelas Figuras 5.1 e 5.2.

Nos gráficos de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ a seguir, NRS trata-se da tensão normal do material e SRS refere-se à tensão cisalhante do respectivo material em estudo.

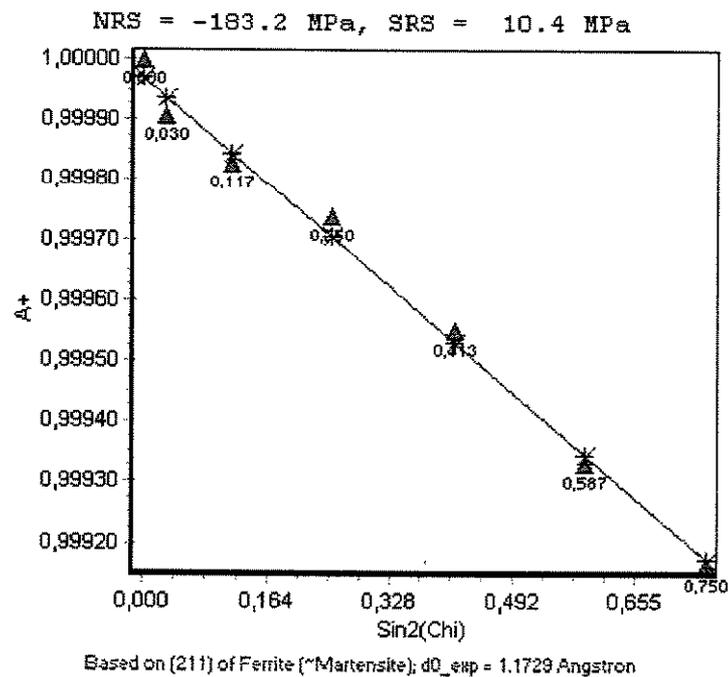


Figura 5.1: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do anel comum

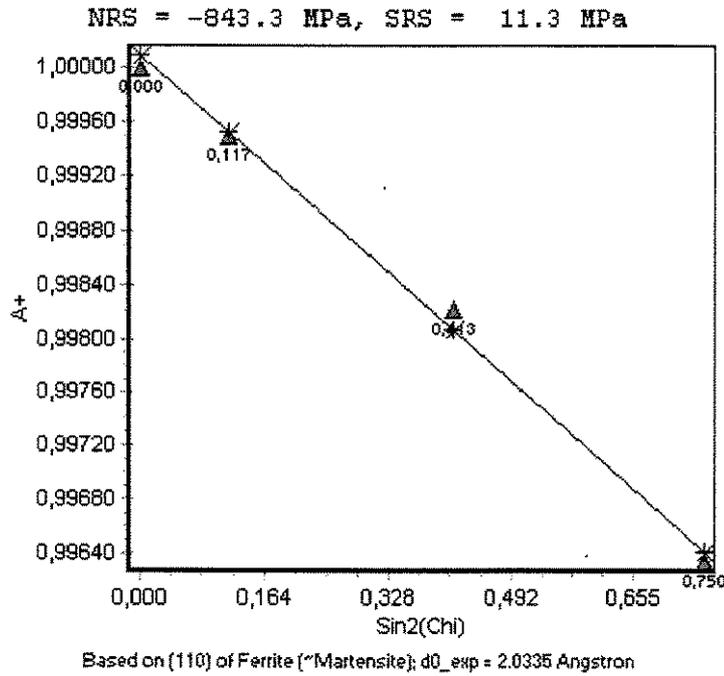


Figura 5.2: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ do anel 7

Tal variação nos resultados de tensão para o mesmo tipo de material por ser também pela usinagem pela qual passou o anel, sua textura ou pelos diferentes planos de difração utilizados no cálculo segundo a Tabela 5.3 a seguir.

Tabela 5.3 - Tensão Bidimensional e plano de difração

Anel	Amostra	Tensão Bidi (MPa)	Plano
	Comum	- 183	(211)
	7	- 843	(110)

Anel após o Alívio de Tensão

O anel que passou por um tratamento de alívio de tensão apresentou um resultado satisfatório, mostrando um valor baixo e compressivo de -144MPa, notando-se que o ângulo psi teve a mesma varredura dos outros com pequenos intervalos de -60°, -50°, -40°, ..., +40°, +50°, +60°, segundo a Figura 5.3. Este valor está próximo ao valor que a literatura apresenta, segundo a Tabela 5.4.

Tabela 5.4 - Tensão bidimensional em aço tratamento térmico

Processo	Tensão (MPa)	Método
Aço Tratamento Térmico, Weise (1994)	- 277	Bidi

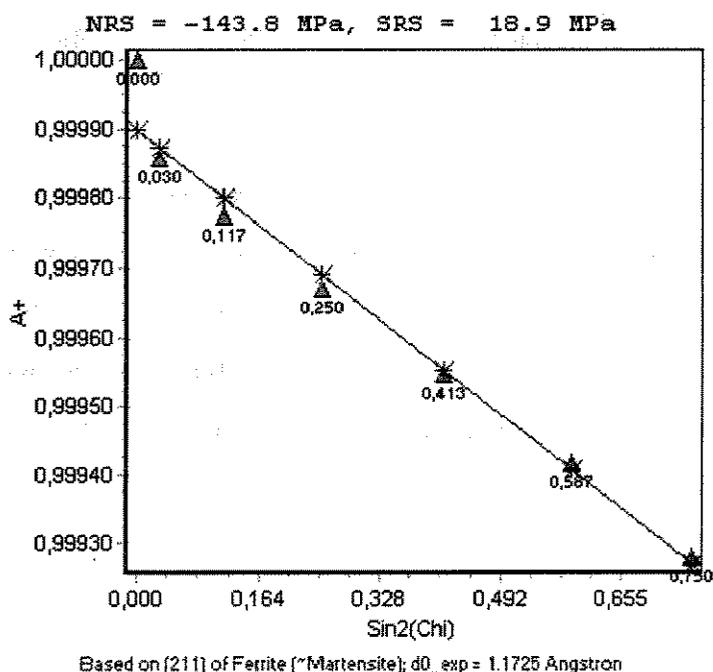


Figura 5.3: Curva de $A^+ X \sin^2\psi$ do anel após alívio de tensão

Anel Nitretado

A amostra 6 (anel nitretado) apresenta uma tensão unidimensional muito alta de -3.272 MPa em relação à tensão bidimensional de -1.273 MPa. Se as linhas de difração da amostra de anel nitretado em estudo estiver muito deslocada em relação às linhas de difração do ferro puro esta apresentará um resultado de tensão bem elevado.

As tensões bidimensionais apresentaram valores compatíveis de -730 MPa e de -1.237 MPa, pois segundo a literatura um material passando por diferentes processos de nitretação apresentou uma tensão de -475 MPa. Como mostra a Tabela 5.5.

Tabela 5.5 - Tensão bidimensional em nitreto

Processo	Tensão (MPa)	Método
Nitretação	- 475	Bidi

A tensão bidimensional para os anéis nitretados tem alguns pontos a ressaltar. Primeiro, os dois resultados apresentaram uma grande variação. Para a amostra que apresentou um alto valor de tensão de - 1.237 MPa o ângulo psi teve um intervalo maior de -60°, -40°, -20°, 0°, +20°, +40°, +60°, de acordo com a Figura 5.4, mas a amostra com um menor valor de tensão de -730 MPa o intervalo de psi teve uma pequena variação de -60°, -50°, -40°, ..., +40°, +50°, +60°, segundo a Figura 5.5.

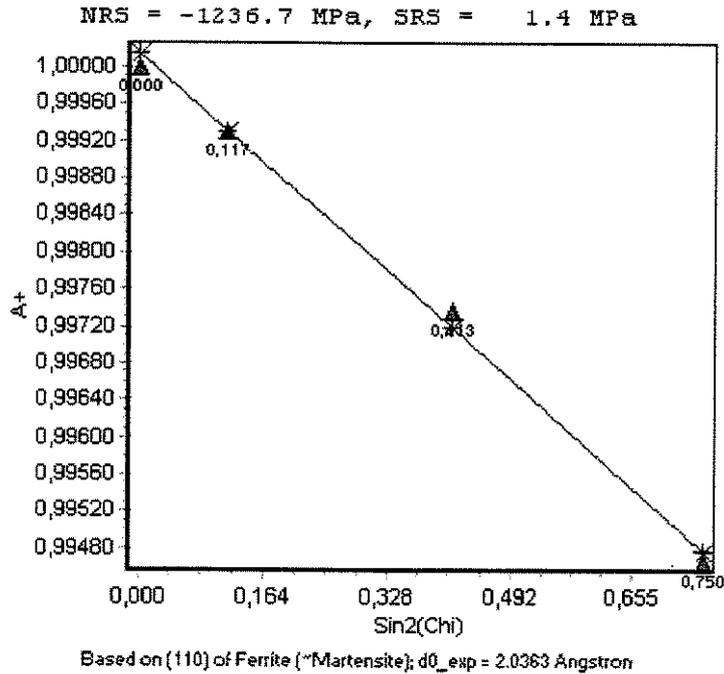


Figura 5. 4: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do anel nitretado 6

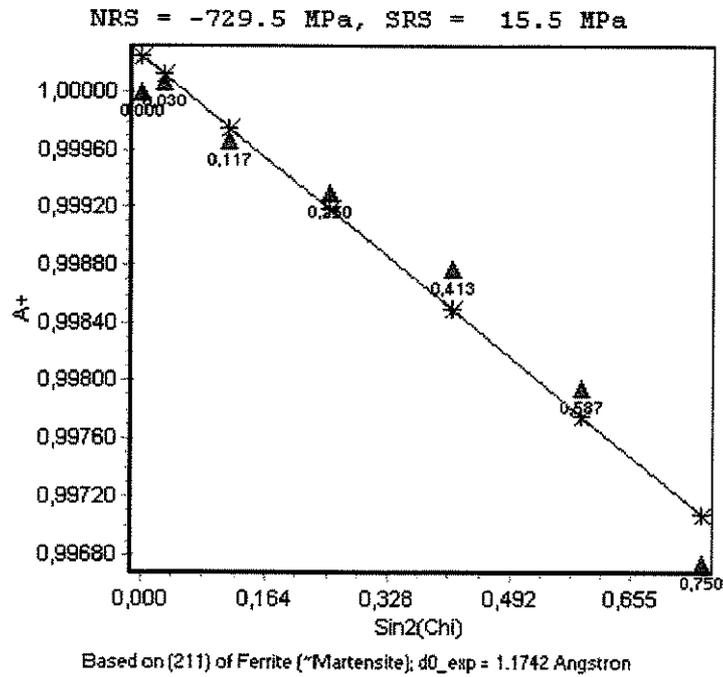


Figura 5.5: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do anel nitretado

Em segundo lugar, a amostra do anel nitretado com o valor de -730 MPa apresentou um resultado inferior à amostra sem nitretar (número 7) que mostrou o valor de -843 MPa. Tal fato não deveria ocorrer, pois um tratamento de nitretação a plasma, teoricamente deveria aumentar a tensão. Isto pode ter ocorrido devido ao intervalo de variação do ângulo ψ . Quando o intervalo é maior, que é o caso da amostra número 7, o ajuste da curva de $A^+ X \text{sen}^2\psi$ com os poucos pontos influem no resultado, visto pela Figura 5.2. Mas, no caso da amostra de anel nitretado de valor menor de -730 MPa houve um intervalo menor, possibilitando um maior número de pontos para serem ajustados à curva de $A^+ X \text{sen}^2\psi$, verificado pela Figura 5.5.

Portanto, um intervalo menor na variação do ângulo ψ permite que mais pontos sejam ajustados à curva de $A^+ X \text{sen}^2\psi$ gerando um resultado de tensão com maior confiabilidade.

A relevante diferença nos valores de tensão pode ser explicada também em virtude da textura do anel, pelos diferentes processos de nitretação, e pelos diferentes planos de difração utilizados no cálculo da tensão segundo a Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Tensões bidimensionais e planos de difração nos anéis nitretados

Anel	Amostra	Tensão Bidi (MPa)	Plano
	Nitretado	- 730	(211)
	6	- 1.237	(110)

A nitretação fornece ao aço propriedades intermediárias entre materiais metálicos e cerâmicos, como baixo coeficiente de atrito, alta resistência ao “scuffing” e ao desgaste abrasivo, além de elevada dureza superficial. As variações dimensionais decorrentes do tratamento podem ser controladas em função das baixas temperaturas de tratamento (540/580°C) através de dispositivos apropriados, não prejudicando a forma do anel, característica muito importante para o bom desempenho de suas funções. Além disso, outra vantagem da nitretação é a ausência de

problemas de destacamento do revestimento, uma vez que a camada formada na nitretação é contínua à matriz do material base, Tomanik (1994).

A nitretação pode ser realizada em escala industrial, e apresenta as seguintes vantagens:

1. A fadiga à tensão é melhorada pelo aumento superficial da dureza e pela geração de um campo de tensão interna compressiva.
2. A resistência ao desgaste é aumentada pela diminuição do coeficiente de atrito.
3. A resistência à corrosão é melhorada, Barralier (1997).

O processo de nitretação é sempre acompanhado pela criação de tensão interna compressiva devido à precipitação do ferro e dos elementos aditivos dos nitretos, (Rozendaal - Barralier e Barralis in Barralier (1997)).

O fenômeno de precipitação implica na mudança local do volume da matriz do material, desde que a densidade dos nitretos sejam menores que a da matriz, (Barralier, Barralis in Barralier (1997)).

A união destes fatores resulta na mudança do volume da matriz do respectivo material, que é a fonte das tensões internas. Entretanto, para o caso de tratamento mecânico, o campo de tensão interna é principalmente atribuído à deformação plástica das camadas superficiais, (Maeder in Barralier (1997)). O fato sobre as origens das tensões internas serem diferentes indica que outros procedimentos termomecânicos foram realizados na camada superficial do material, Barralier (1997).

Em virtude da mudança do volume da matriz de um material após a precipitação dos nitretos ou carbonitretos, encontram-se tensões compressivas na camada nitretada, (Barralier, Barralis in Barralier (1997)).

Revestimento em Base Reta

As tensões unidimensionais e bidimensionais do revestimento em base reta não podem ser comparadas. Os resultados do revestimento da base reta obtidos pelos dois métodos estão muito díspares, como é visto pela Tabela 5.7. Mesmo sobre uma base reta, este revestimento não pode ser tomado como padrão e medir sua tensão pelo método unidimensional, pois é heterogêneo e texturado. Deste modo, a tensão uniaxial é praticamente o dobro da tensão biaxial.

Tabela 5.7 – Tensões uni e bidimensionais do revestimento em base reta

	Amostra	Tensão Uni (MPa)	Tensão Bidi(MPa)
Base	1	1.365	649
Reta	1R	1.286	623

Como o revestimento da base reta apresentou uma menor variação de 4 % na repetição da análise bidimensional pelo raio-X, este resultado é mais confiável. Contudo existe a variação, devido à textura do material. A textura gera orientações preferenciais, que quando analisadas pelo detetor de raio-X gera diferentes intensidades difratadas influenciando no resultado final da tensão.

Eletr deposição de Revestimentos por Corrente Pulsada em Anéis

Fazendo uma comparação entre os resultados das tensões uni e bidimensionais dos revestimentos nos anéis que passaram pelo processo de eletr deposição, pode-se observar que em algumas amostras os valores estão próximos, contudo em outras os valores estão muito distantes, de acordo com a Tabela 5.8.

Tabela 5.8 – Tensões uni e bidimensionais dos revestimentos nos anéis

	Amostra	Tensão Uni (MPa)	Tensão Bidi(MPa)
Revestimento Em anel	31	- 409	- 58
	51	94	- 33
	201	360	- 330
	202	490	- 307
	203	252	- 274
	204	55	- 186

31 - Revestimento de níquel brilhante em Anel -

Condições de deposição: corrente pulsada 400mA;

pulsação: 4 ms t_{on} ; 1 ms t_{off} - tempo: 45 minutos

ms – mili segundos (10^{-3} segundos)

51 - Revestimento em Anel - Condições de deposição: corrente pulsada 600mA;

pulsação: 5 ms t_{on} ; 1 ms t_{off} - tempo: 20 minutos sem aditivo

201 - revestimento de níquel comercial em anel

Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 1,0 ms t_{off}

tempo: 15 minutos.

202- revestimento de níquel comercial em anel

Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 2,0 ms t_{off}

tempo: 15 minutos.

203- revestimento de níquel comercial em anel

Condições de deposição: corrente pulsada 1,1A; Pulsação: 0,2 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}

tempo: 3 minutos.

204- revestimento de níquel comercial em anel

Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}

tempo: 15 minutos.

A análise dos dados relativos às amostras revestidas usando corrente pulsada mostram que os resultados dos dois tipos de análise de tensão apresentaram uma diferença considerável. Quanto ao resultado uniaxial, ele não pode ser considerado, pois o espectro experimental mostrou-se muito fora do espectro padrão do níquel puro, pelo motivo do processo ter sido feito por corrente pulsada gerando núcleos de crescimento aleatórios no revestimento e também pela sua textura. O revestimento de níquel contém elementos aditivos que comprometem a análise unidimensional, pois é realizada com um espectro de níquel puro.

Os resultados das tensões bidimensionais das amostras 31 e 51 estão bem diferentes das amostras 201 à 204. Esta diferença pode decorrer em virtude da baixa corrente de deposição utilizada nas amostras 31 e 51, verificado na Tabela 5.9 a seguir. A dispersão dos pontos na reta $A^2 X \sin^2 \psi$, a textura dos revestimentos, e a variação intensidade de difração dos espectros podem também ter interferido nos resultados.

Tabela 5.9 - Corrente utilizada nas amostras

Amostra	31	51		
i(mA)	400	600		
Amostra	201	202	203	204
i (A)	1,5	1,5	1,1	1,5

Na análise bidimensional, as amostras 31(níquel brilhante por corrente pulsada) e 51(níquel brilhante por corrente pulsada sem aditivo) apresentaram tensão de compressão de -58 e -33 MPa. Nestas duas análises o ângulo psi teve um grande intervalo de -60°, -40°, -20°, 0°, +20°, +40°, +60° gerando uma grande dispersão nos pontos, com isto a inclinação da reta de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ é deslocada, influenciando no resultado final da tensão, como pode ser comprovado pelas Figuras 5.6 e 5.7. Onde o fator de correlação da amostra 31 foi igual a 0,84 e na amostra 51 o fator de correlação apresentou um valor de 0,67.

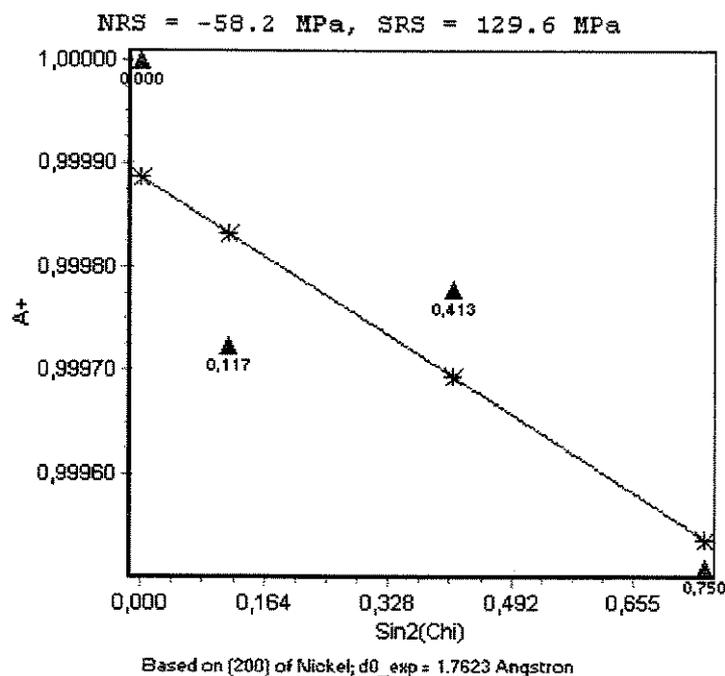


Figura 5.6: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 31

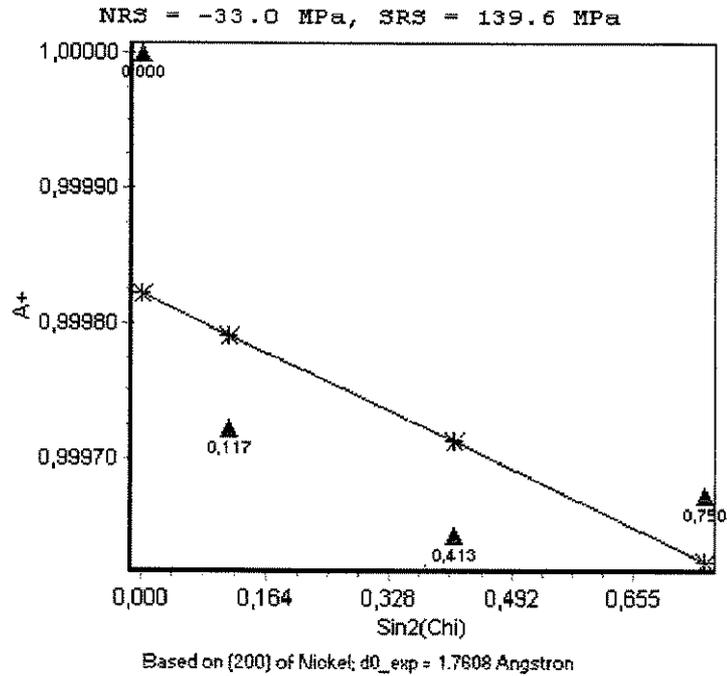


Figura 5.7: Curva de $A^+ X \text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 51

O revestimento da amostra 201 (níquel comercial) foi produzida por corrente pulsada e apresentou uma tensão compressiva de -330MPa. Na sua análise o ângulo psi teve um grande intervalo de variação de -60° , -40° , -20° , 0° , $+20^\circ$, $+40^\circ$, $+60^\circ$, mas os pontos do gráfico de $A^+ X \text{sen}^2\psi$ apresentaram uma menor dispersão permitindo um pequeno ajuste da reta, e levando a uma resposta com poucas correções de erros, verificado pela Figura 5.8.

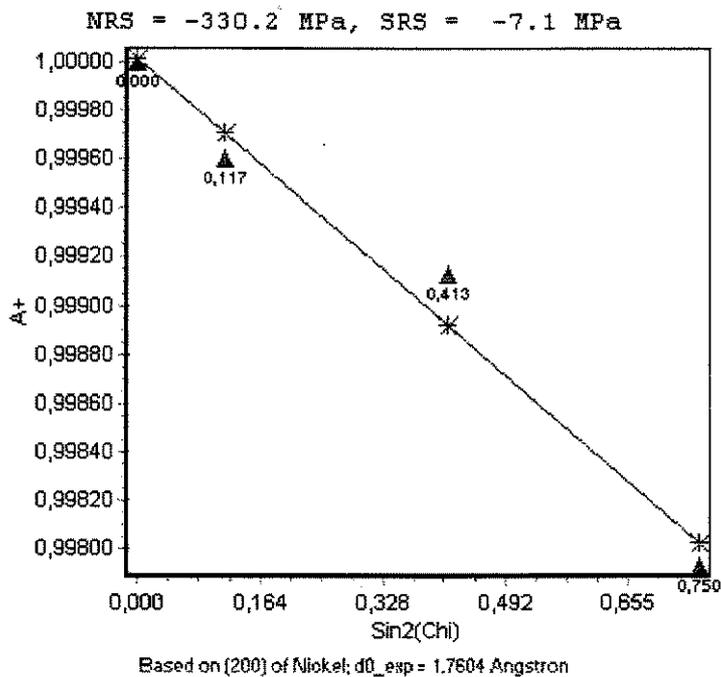


Figura 5.8: Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 201

A amostra 202 (níquel comercial) mostrou pela análise bidimensional tensão compressiva de -307 MPa. Na sua análise o intervalo entre os ângulos psi tiveram uma variação de -60° , -40° , -20° , 0° , $+20^\circ$, $+40^\circ$, $+60^\circ$, entretanto os pontos da reta do gráfico de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ não ficaram muito dispersos, verificado pela Figura 5.9. Desta forma os fatores de correção da reta influenciaram muito pouco no valor final da tensão do revestimento.

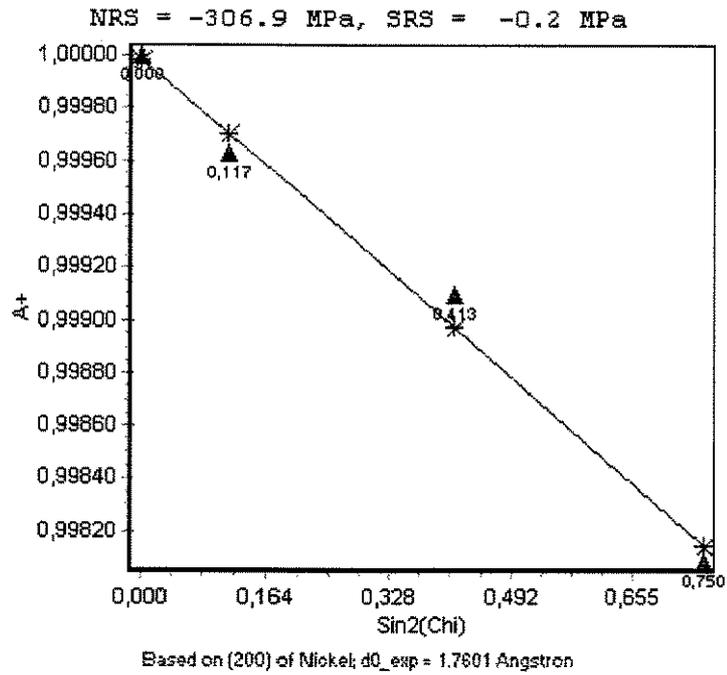


Figura 5.9: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 202

Quanto às amostras 203 (níquel comercial) e 204 (níquel comercial) apresentaram pela análise bidimensional tensões compressivas no valor de -274MPa e -187MPa. Na varredura pelo difratômetro de raio-X o ângulo psi variou de -60°, -40°, -20°, 0°, +20°, +40°, +60°, segundo as Figuras 5.10 e 5.11. Contudo, os pontos da reta de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ apresentam alguma dispersão, o que pode influenciar no resultado final da tensão interna.

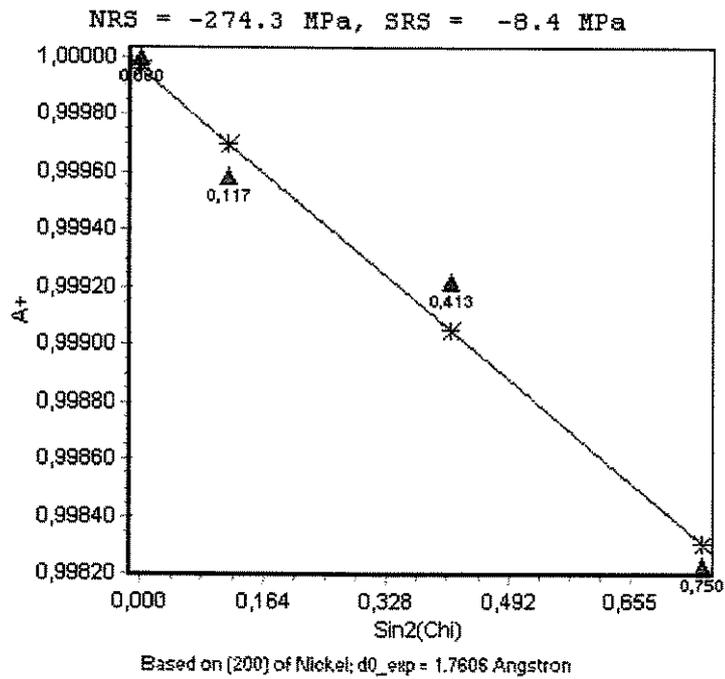


Figura 5.10: Curva de $A^+ X \sin^2\psi$ do revestimento no anel 203

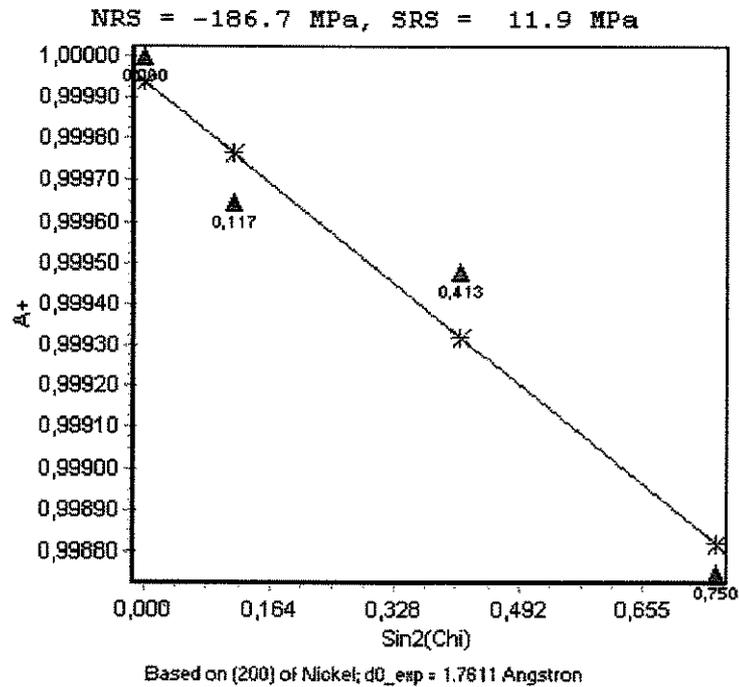


Figura 5.11: Curva de $A^+ X \sin^2\psi$ do revestimento no anel 204

Dos resultados das tensões bidimensionais em revestimentos, as amostras 31 e 51 podem não estar corretas, pois os pontos experimentais apresentam grande dispersão. Quanto às amostras 201, 202, 203, e 204 mostram alguma dispersão, levando poucas correções a serem feitas no ajuste da reta, influenciando pouco no resultado final da tensão interna.

A eletrodeposição produzida pela corrente pulsada propiciou tensão compressiva ao revestimento. Melhorando suas propriedades mecânicas, pois aumenta sua resistência à fadiga. Segundo o grupo de pesquisa em eletrodeposição a diminuição da relação t_{on}/t_{off} induz a diminuir a tensão interna do material. Na Tabela 5.10, desde a amostra 201 à 203 a relação t_{on}/t_{off} abaixou, levando a diminuir a tensão interna, com exceção da amostra 204. Na amostra 204 a relação t_{on}/t_{off} é bem alta, contudo apresentou a menor tensão interna.

Tabela 5.10 - Relação t_{on}/t_{off} e tensões bidimensionais em anéis

Amostra	T_{on}/T_{off}	i(A)	Tensão Bidi (MPa)
201 c/ niv	0,50 ↓	1,5	- 330
202 c/ niv	0,25 ↓	1,5	- 307
203 c/ niv	0,13 ↓	1,1 ↓	- 274
204 c/ niv	1,53 ↑↑	1,5	- 186

Revestimentos por Corrente Contínua em Anéis

Os resultados referentes às amostras de revestimentos em anéis estão listados na Tabela 5.11, onde foi realizada a repetição da análise de raio-X.

Tabela 5.11 – Tensões uni e bidimensionais de revestimentos em anéis

	Amostra	Tensão Uni (MPa)	Tensão Bidi(MPa)
Anel Revestido	2	627	347
	2R	331	434
	4	912	378
	4R	784	444
	8	114	144
	8R	45	232

2 - Revestimento de níquel com sais de fosfato de sódio por corrente contínua em anel

4 - Revestimento de Ni-La por corrente contínua em anel

8 - Revestimento de níquel watts por corrente contínua em anel

Para demonstrar a viabilidade dos resultados das tensões, os ensaios foram repetidos uma vez, trocando a amostra de lugar. Dessa forma, a área de incidência de raio-X não seria a mesma.

Os resultados das tensões unidimensionais e bidimensionais em algumas análises estão próximos pelo fato do espectro experimental estar próximo do espectro padrão do sistema JCPDS.

A amostra 2 e 2R (repetido) apresentaram uma tensão biaxial de 347 MPa e 434 MPa, criando uma diferença de 25% entre as respectivas tensões. Na amostra 2 de tensão de 347 MPa houve alguma dispersão nos pontos da reta de $A^+ X \text{sen}^2\psi$, segundo o Figura 5.12. Todavia, na amostra 2R aconteceu muito pouca dispersão entre os pontos da reta de $A^+ X \text{sen}^2\psi$, visto pela Figura 5.13.

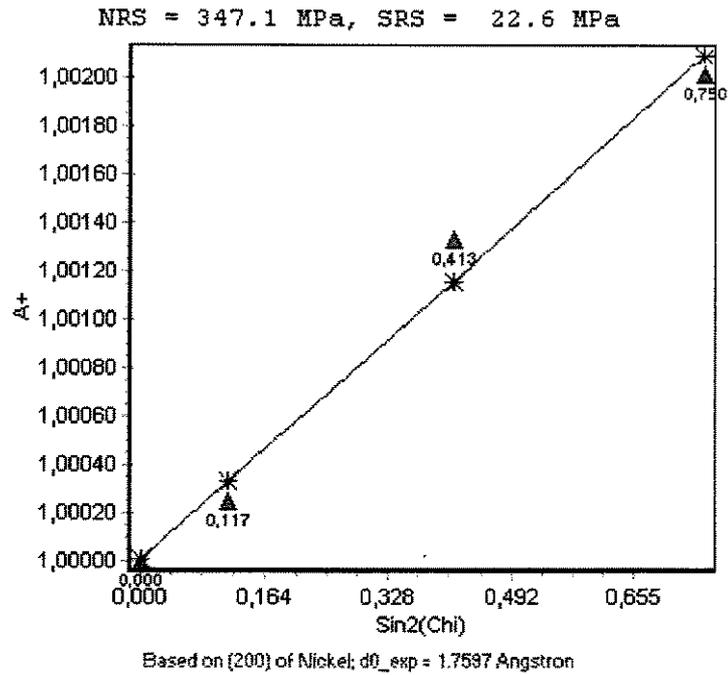


Figura 5.12: Curva de $A^+ X \text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 2

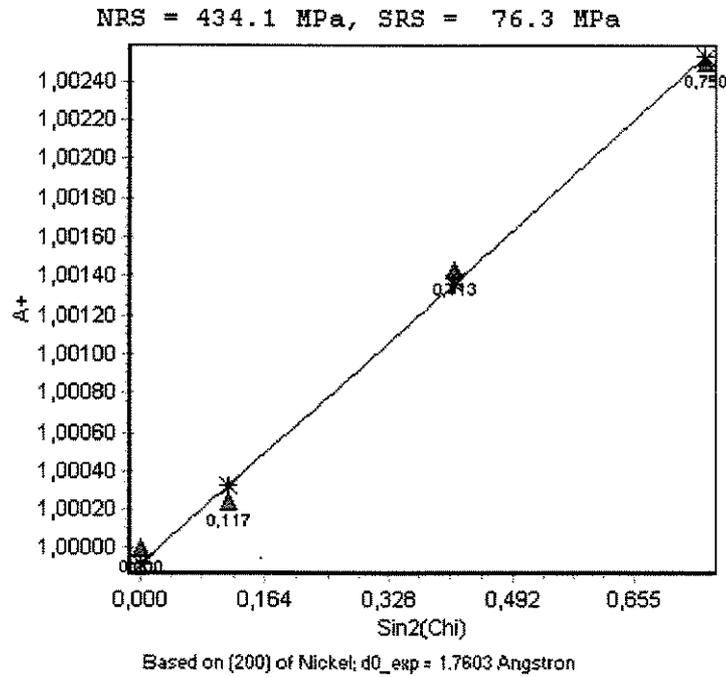


Figura 5.13: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 2R

Como no resultado da amostra 2R apareceu uma menor dispersão entre os pontos da reta de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$, o ajuste da reta influenciou pouco nas correções, permitindo um resultado mais preciso da tensão no revestimento.

Quanto às amostras 4 e 4R (repetido), elas apresentaram uma tensão biaxial de 378MPa e 444 MPa apresentando uma diferença de 17%. Tal fato surge porque na amostra do anel 4 os pontos da reta de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ estão dispersos, como é visto pela Figura 5.14 da respectiva amostra. Já na amostra do anel 4R os pontos da reta de $A^+ X \text{ sen}^2 \psi$ estão menos dispersos, conforme se observa pela Figura 5.15 correspondente.

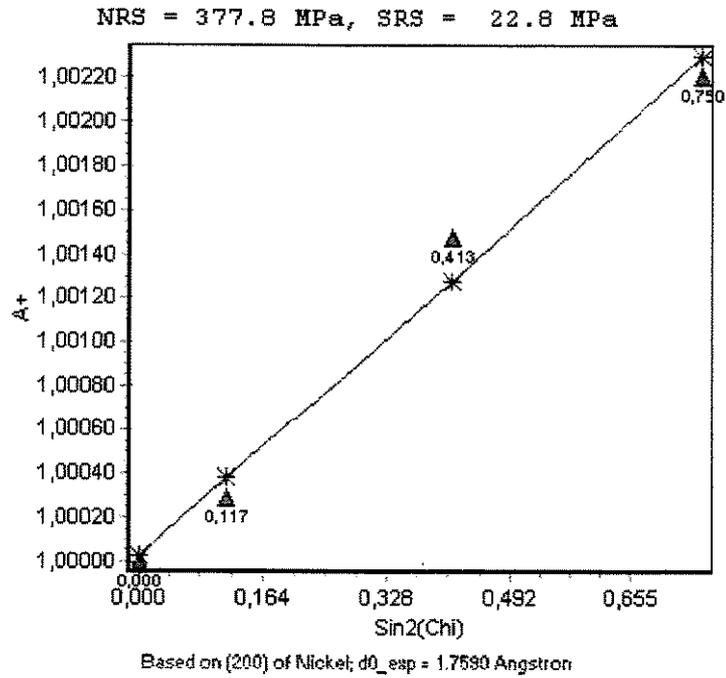


Figura 5.14: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ do revestimento no anel 4

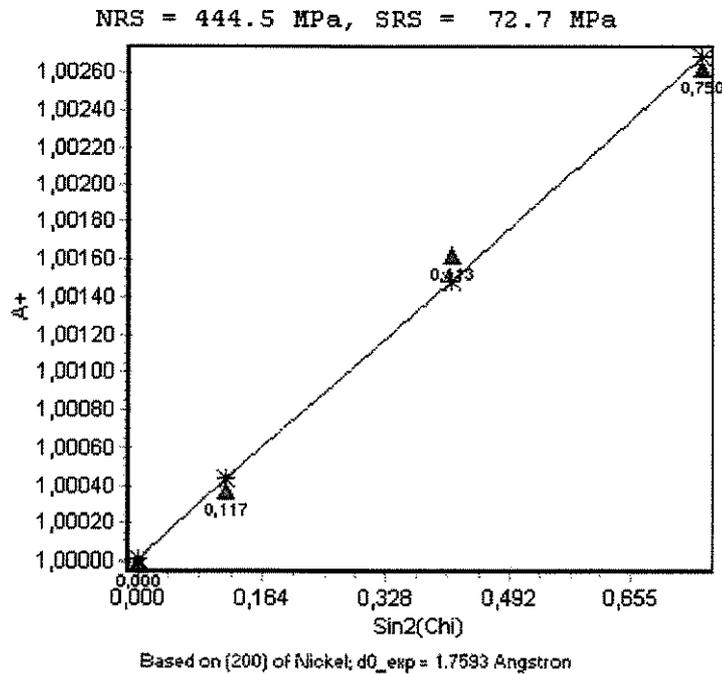


Figura 5.15: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ do revestimento no anel 4R

Desta maneira, o resultado que fornece maior precisão é o da amostra 4R, pois os pontos com uma dispersão muito baixa leva a um pequeno ajuste da reta de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$, permitindo um resultado de tensão mais preciso.

As amostras 8 e 8R (repetido) apresentaram tensões de 144 MPa e 232 MPa na análise bidimensional. Estes resultados estão com uma diferença de 61% um em relação ao outro.

Esta é uma diferença considerável, que pode ser explicada também pela dispersão dos pontos da curva de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$. Pelas Figuras 5.16 e 5.17 nota-se que os pontos da reta de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ apresentaram uma grande dispersão o que influencia no resultado final da tensão interna do revestimento.

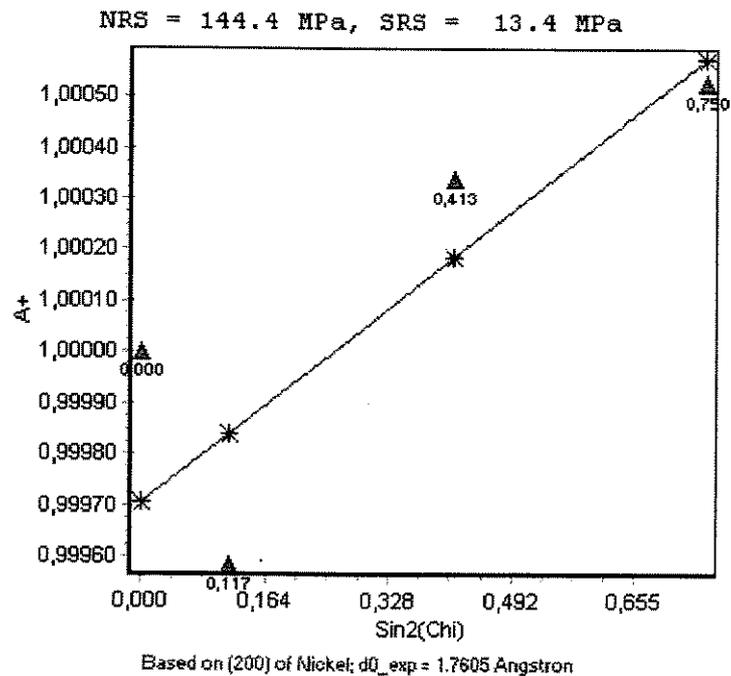


Figura 5.16: Curva de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ do revestimento no anel 8

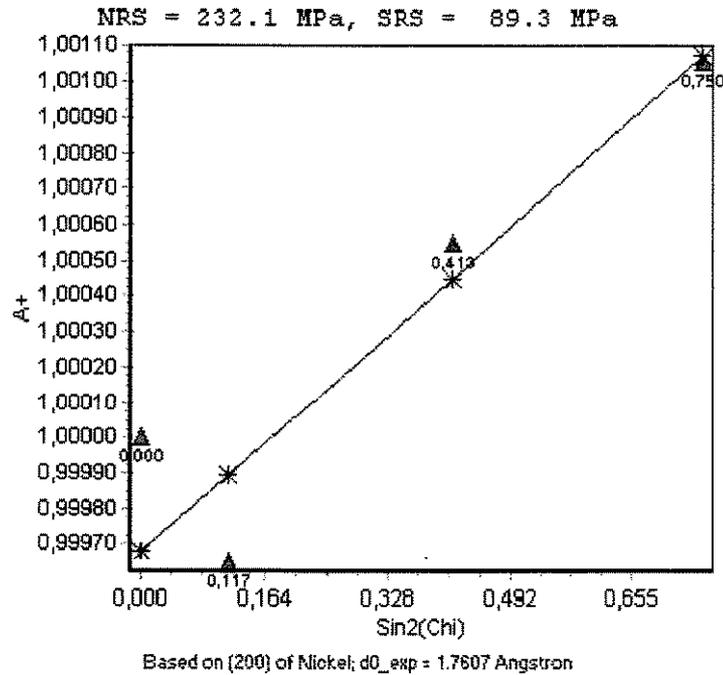


Figura 5.17: Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento no anel 8R

Na repetição das análises verificou-se uma variação que pode ser explicada pela dispersão dos pontos da reta de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$. Na análise da amostra 8 que apresentou a maior variação apresentou um fator de correlação de 0,79 no anel 8 e de 0,87 no anel 8R.

Um parâmetro que influenciou muito no resultado final da tensão foi a dispersão dos pontos da reta de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$. Esta dispersão provavelmente decorreu de fatores como textura do revestimento, superfície curva da amostra, mudança de área do raio incidente proveniente do raio-X, processos de usinagem, e conformação mecânica do material.

A utilização da corrente contínua para a produção dos eletrodepósitos mostrou tensão trativa nos revestimentos, o que é prejudicial ao mesmo, pois segundo a literatura a tensão trativa contribui ao aparecimento de trincas por fadiga.

Os resultados apresentados no presente trabalho concordaram com os valores da literatura. Revestimentos produzidos por corrente contínua mostraram tensão trativa, notando que as tensões foram medidas por diferentes métodos.

Dados de literatura para materiais que foram revestidos estão tabelados abaixo.

Tabela 5.12 – Tensões de materiais revestidos

Material	Tensão (MPa)	Método
Níquel Eletrodepositado, Sequeira (1990)	131	Contractômetro Espiral
Multicamadas Cu-Ni, Celis (1995)	260	Incidência Rasante por Difração de Raio-X
Níquel Watts, Baldwin (1990)	318	Contractômetro Espiral

Para revestimentos de níquel eletrodepositado foi encontrado o valor de 131 MPa medido pelo método do contractômetro, Sequeira (1990).

O revestimento de níquel watts eletrodepositado por corrente pulsada resultou em uma tensão de 318 MPa medido pelo contractômetro espiral. A deposição pulsada atua como um veículo para o controle da tensão de vários tipos processos. O uso da deposição pulsada elimina a necessidade de aditivos orgânicos para o controle da tensão, e desta forma não é necessária a sua remoção, Baldwin (1990).

Em multicamadas de cobre-níquel revestidas eletroliticamente, a medida feita pelo raio-X resultou em um valor médio de 260 MPa. Tensões trativas existem também em revestimento de níquel puro. O aumento da tensão trativa nas camadas mais baixas pode ser consequência da redução do alívio de tensão nas camadas mais finas, Grilhé in Celis (1995). Nas subcamadas de cobre, as tensões internas variam de tensões trativas nas sub-camadas espessas, a tensões compressivas nas sub-camadas finas. A ocorrência de tensões compressivas nas sub-camadas finas de cobre parecem indicar que um arranjo atômico irregular nas interfaces do cobre-níquel é

prejudicial. A tensão trativa nas sub-camadas do níquel é maior que a tensão compressiva nas subcamadas de cobre. Como consequência, serão introduzidas tensões ao material do substrato, Celis (1995).

Alguns dos resultados obtidos neste trabalho mostraram valores bem próximos aos apresentados pela literatura. Os anéis revestidos por níquel que apresentaram um resultado mais confiável indicaram uma tensão média de 440MPa, permitindo uma resposta na mesma ordem de grandeza que a literatura indica que é de 318MPa em níquel watts, Baldwin (1990).

Revestimentos em chapas

Foram realizadas análises de revestimentos em chapas para verificar se a curvatura e o estado de tensão do anel estavam influenciando no resultado da tensão do revestimento.

Tabela 5.13 – Tensões uni e bidimensionais nos revestimentos de chapas

	Amostra	Tensão Uni (MPa)	Tensão Bidi (MPa)
Revestimentos em chapas	101 brilhante	331	- 500
	101 fosca	696	- 542
	103 brilhante	- 73	- 415
	104 fosca	- 4,3	- 360

101 brilhante - Revestimento de níquel comercial com baixo teor de aditivo em chapa
Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A - tempo: 5 minutos - substrato latão

101 fosca - Revestimento de níquel comercial em chapa

Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A - tempo: 5 minutos - substrato aço

103 brilhante - Revestimento de níquel comercial em chapa

condições de deposição: corrente pulsada 1,2A - Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 0,5 ms t_{off} ;

tempo: 5 minutos – substrato latão.

ms - mili segundos (10^{-3} segundos)

104 fosca - Revestimento de níquel comercial em chapa

condições de deposição: corrente pulsada 1,5 A – pulsação: 0,1ms t_{on} ; 0,2 ms t_{off}

tempo: 5 min – substrato aço

Pela Tabela 5.13 constata-se que as tensões uni e bidimensionais variam muito nos valores obtidos. Em virtude do espectro experimental estar deslocado em relação ao espectro padrão do níquel puro, a precisão da análise unidimensional fica muito comprometida.

A análise bidimensional da amostra 101 brilhante apresentou tensão compressiva no valor de -500 MPa, segundo a Figura 5.18 a seguir. Em virtude da grande textura apresentada pela amostra, os pontos da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ não estão muito lineares com a reta do gráfico. Deste modo, pelo ajuste da reta ocorrerá um erro que irá influenciar no resultado da tensão interna.

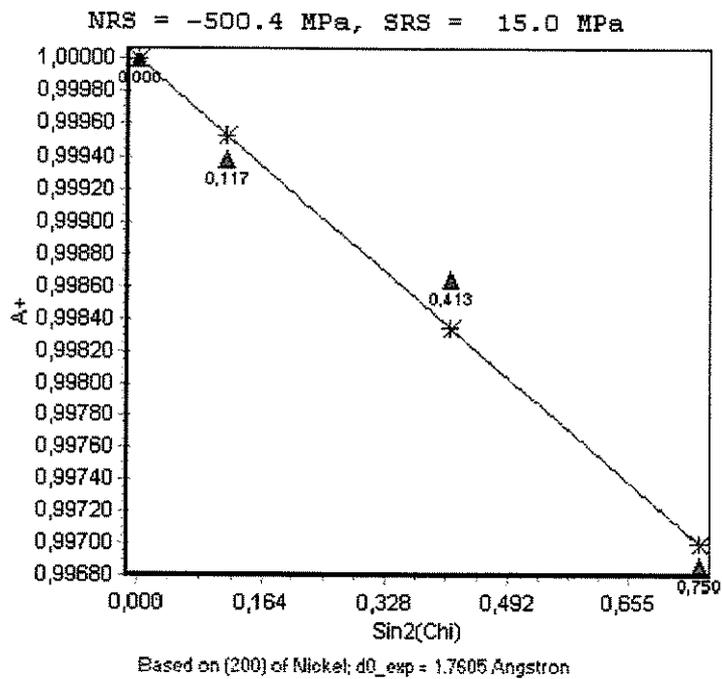


Figura 5.18: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento da chapa 101 brilhante

O resultado da tensão bidimensional da amostra 101 fosca mostrou um valor de tensão compressiva de -542MPa, visto pela Figura 5.19 seguir. Pelo fato da grande dispersão dos pontos da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ seu resultado não é muito preciso por poucos pontos serem ajustados à reta do gráfico, mas como esta foi a única amostra que mostrou uma baixa textura este resultado é o mais confiável.

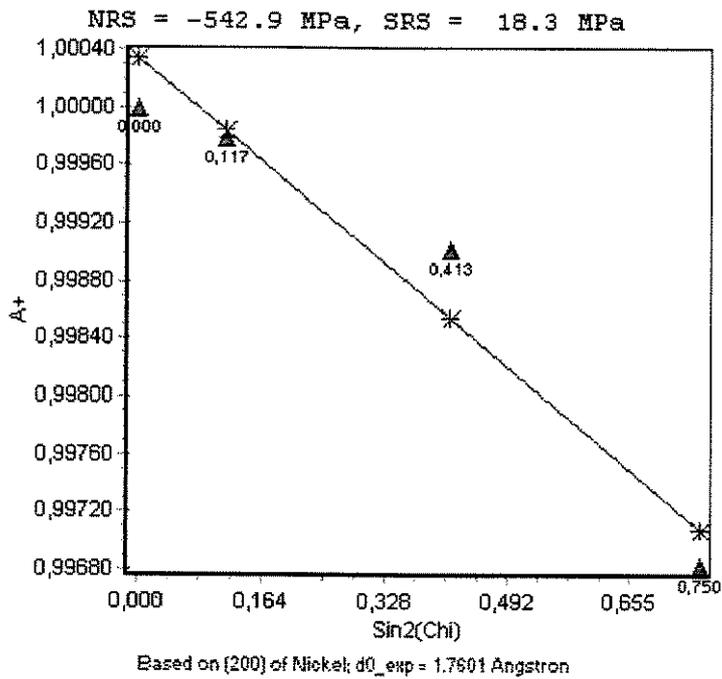


Figura 5.19: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento da chapa 101 fosca

A tensão bidimensional da amostra 103 brilhante exibiu tensão compressiva no valor de -415MPa , visto pela Figura 5.20 a seguir. Em vista da textura e da não linearidade dos pontos da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ este valor não se apresenta com muita precisão.

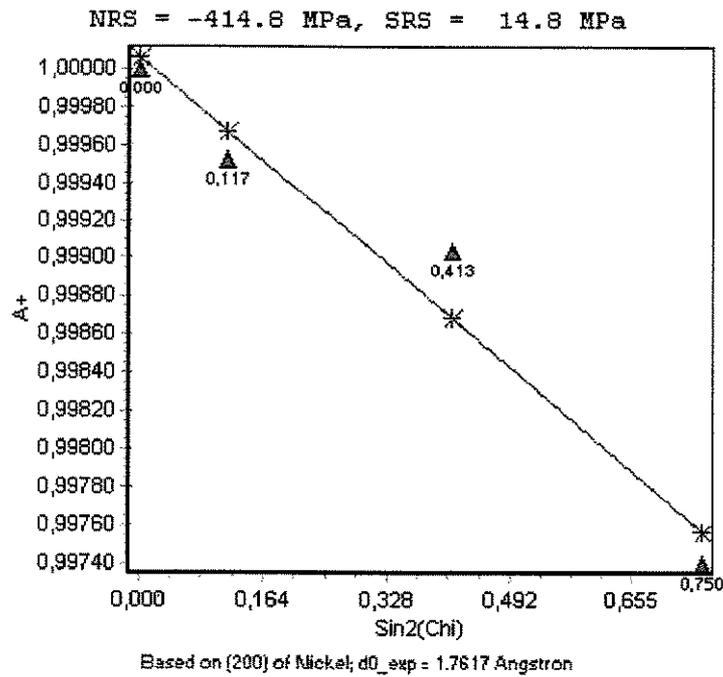


Figura 5.20: Curva de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$ do revestimento da chapa 103 brilhante

A amostra 104 fosca tem uma tensão biaxial compressiva no valor de - 360 MPa, segundo o gráfico a seguir. Devido à alta textura da chapa plana revestida e da dispersão nos pontos da gráfico de $A^+ X \text{sen}^2 \psi$, este resultado não terá uma precisão tão alta.

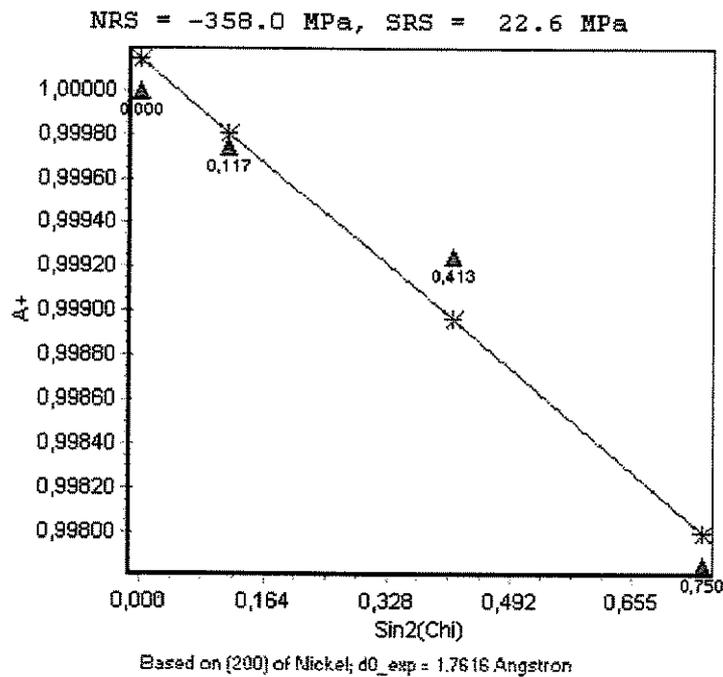


Figura 5.21: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento da chapa 104 fosca

As amostras dos revestimentos das 103 brilhante e 104 fosca apresentaram os menores valores de tensão por terem sido fabricadas por corrente pulsada, pois segundo a literatura a corrente pulsada elimina a falta de aditivos orgânicos para o controle da tensão, Baldwin (1991).

Nota-se que a amostra 104 fosca que foi depositada sobre o aço exibe uma menor tensão compressiva de -360MPa. Quanto à amostra 101 fosca mesmo revestida sobre o aço mostrou uma tensão maior. Mas os pontos da reta do gráfico estão dispersos, o que pode explicar a alta tensão compressiva de -542MPa, sendo produzida por corrente contínua, e há também a presença de textura como pode ser visto pela Figura 5.22 a seguir.

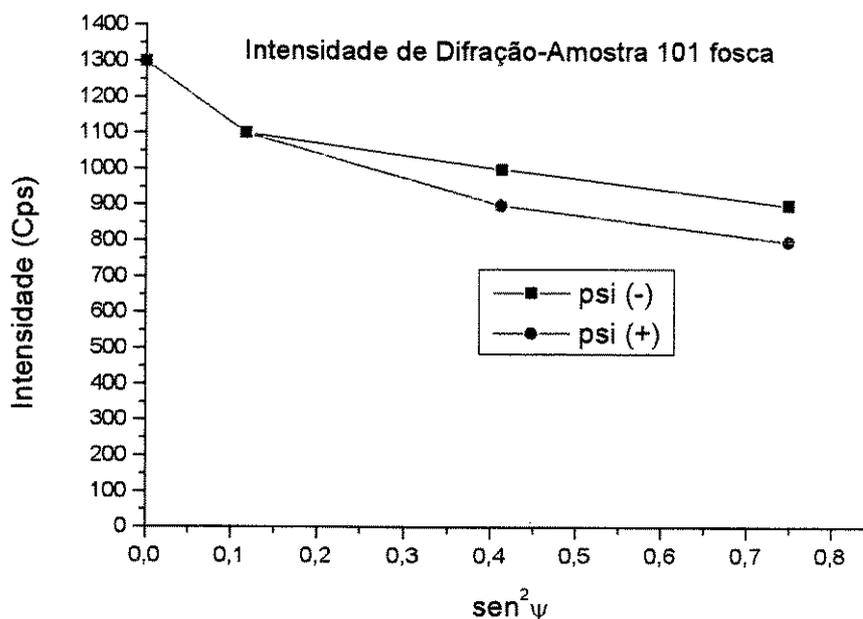


Figura 5.22: Intensidade de difração da chapa 101 fosca

Utilização de Corrente Contínua

Todas as amostras listadas na Tabela 5.14 a seguir foram produzidas por corrente contínua. As amostras 101b e 101f apresentaram tensões compressivas, e as amostras 2, 4, 8 apresentaram tensões trativas sendo que todos os revestimentos foram produzidos por corrente contínua. Mas os substratos usados não foram os mesmos, nas amostras 101b e 101f o substrato é chapa, e nas amostras 2, 4, 8 o substrato é anel. Assim, o estado de tensão do substrato pode ter induzido as respectivas tensões. Notando que, um material laminado apresentou tensão compressiva, segundo a Tabela 5.15.

Tabela 5.14 - Tensões bidimensionais em revestimentos produzidos por corrente contínua

Amostra	Tensão Bidi (MPa)	Substrato
101 b	- 500	chapa
101 f	- 542	chapa
2	347	anel
4	378	anel
8	144	anel

Tabela 5.15 - Tensão em material laminado

Amostra	Tensão Média (MPa)	Método
Material Laminado, Hehn (1995)	- 120	Tridimensional por Difração de Raio-X

Utilização de Corrente Pulsada

As amostras 103b e 104f listadas na Tabela 5.16 foram produzidas por corrente pulsada. A amostra 104f foi produzida com uma corrente maior que a amostra 103b, como verifica-se pela Tabela 5.16. Segundo o grupo de pesquisadores em eletrodeposição, o aumento de corrente produz um aumento na tensão, contudo a tensão diminuiu. Mas a relação T_{on}/T_{off} da amostra 103b é maior, levando a um aumento na tensão interna; na amostra 104f a relação T_{on}/T_{off} é menor induzindo à diminuição da tensão interna. Mesmo com o aumento da corrente, como a relação T_{on}/T_{off} do revestimento é aproximadamente 10 vezes menor, houve a diminuição da tensão interna.

Tabela 5.16 - Tensões bidimensionais e relação T_{on}/T_{off} nas chapas

Amostra	i (A)	Tensão Bidi (MPa)	T_{on}/T_{off}
103 b	1,2	- 415	4,6
104 f	1,5	- 360	0,5

5.1 Fatores que afetam a determinação das tensões em revestimentos

Espessura dos depósitos

De acordo com a literatura, o método de análise de tensão interna em revestimentos empregando a incidência rasante é mais apropriada para revestimentos mais finos, da ordem de 3,8 μm . Segundo a Tabela 5.17 todas as espessuras das camadas medidas estão acima de 3,8 μm , não sendo necessário a utilização do método da incidência rasante. Assim, a metodologia de análise de tensão interna realizada pelo método de $\text{sen}^2\psi$ permitiu resultados satisfatórios, uma vez que a espessura está adequada para a sua utilização, Van acker (1984).

Tabela 5.17 – Espessuras dos revestimentos em anéis e chapas

	Amostra	Espessura(μm)	Tensão Bidi (MPa)
Revestimento em anel	31	54,30	- 58
	51	47,00	- 33
	201	39,00	- 330
	202	60,00	- 307
	203	9,00	- 274
	204	36,00	- 186
Revestimento em chapa	101 brilhante	7,80	- 500
	101 fosca	5,00	- 542
	103 brilhante	7,69	- 415
	104 fosca	9,00	- 360

1. 31 - Revestimento de níquel brilhante em Anel -
Condições de deposição: corrente pulsada 400mA; pulsação: 4 ms t_{on} ; 1 ms t_{off}
tempo: 45 minutos
ms – mili segundos (10^{-3} segundos)
2. 51 - Revestimento em Anel - Condições de deposição: corrente pulsada 600mA;
pulsação: 5 ms t_{on} ; 1 ms t_{off}
tempo: 20 minutos sem aditivo
3. 201 - Revestimento de níquel comercial em anel
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 1,0 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.
4. 202 - Revestimento de níquel comercial em anel
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,5 ms t_{on} ; 2,0 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.
5. 203- revestimento de níquel comercial em anel
Condições de deposição: corrente pulsada 1,1A; Pulsação: 0,2 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}
tempo: 3 minutos.
6. 204 - revestimento de níquel comercial em anel
Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 1,5 ms t_{off}
tempo: 15 minutos.
7. 101 brilhante – Revestimento de níquel comercial com baixo teor de aditivo em chapa
Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A - tempo: 5 minutos – substrato latão.
8. 101 fosca – Revestimento de níquel comercial em chapa
Condições de deposição: corrente contínua 1,0 A – tempo: 5 minutos – substrato aço.

9. 103 brilhante – Revestimento de níquel comercial em chapa

Condições de deposição: corrente pulsada 1,2A - Pulsação: 2,3 ms t_{on} ; 0,5 ms t_{off} ;
tempo: 5 minutos – substrato latão.

10. 104 fosca – Revestimento de níquel comercial em chapa

Condições de deposição: corrente pulsada 1,5A; Pulsação: 0,1 ms t_{on} ; 0,2 ms t_{off}
tempo: 5 minutos – substrato aço.

Van acker determinou a tensão em eletrodepósitos através da técnica LIBAD (Low-Incident-Beam-Angle Diffraction). Como substrato foi utilizado o cobre usinado mecanicamente e em seguida polido eletroliticamente. A tensão medida no substrato mostrou-se compressiva, mas a medida em que aumentou a espessura do revestimento a tensão aumentou tornando-se trativa. A tensão trativa aumenta com o aumento da espessura do revestimento, quando o níquel adota a sua própria textura. Pelas informações obtidas, um perfil de tensão linear foi encontrado no revestimento de níquel, com uma forte tensão trativa na superfície revestida, Van acker (1984).

Extrusão e Usinagem

Pelos dados apresentados na Tabela 5.18, nota-se que as tensões nos anéis apresentaram tensão de compressão. Em virtude de processos de extrusão e usinagem pelo qual passaram os anéis considera-se que tais processos tenham induzido tensão compressiva aos mesmos.

Tabela 5.18 – Tensão bidimensional em anéis usinados

Amostra	Tensão Bidi(MPa)
Anel comum	-183
Anel 7	- 843

Pois, de acordo com estudos realizados, a literatura cita que o início do processo de extrusão conduz a tensões compressivas. Contudo, a subsequente extrusão do mesmo material leva a uma diminuição da inclinação da curva de escoamento plástico, resultando na redução dos valores absolutos de tensão compressiva, Genzel (1996).

Os estudos feitos sobre condições de usinagem mostram que o processo induz tensões internas compressivas na superfície do material, Poggie, Wert (1991).

A usinagem geralmente envolve uma grande deformação plástica com alta taxa de deformação. Este processo faz surgir tensões internas na camada da superfície de trabalho, que é indesejável mas inevitável neste processo, Jang (1996).

Como foi relatado pela literatura, processos como extrusão e usinagem induzem tensões compressivas ao material fabricado. Dessa forma, as tensões compressivas apresentadas pelos anéis podem ser compreendidas, pois os anéis passaram por processos metalúrgicos como a extrusão e usinagem.

Laminação

Com os dados apresentados pela Tabela 5.19 nota-se que todas as chapas revestidas apresentaram tensão de compressão, e os substratos utilizados foram laminados.

Tabela 5.19 – Tensão do revestimento em chapas

	Amostra	Tensão Bidi (MPa)
Revestimento em chapa	101 brilhante	- 500
	101 fosca	- 542
	103 brilhante	- 415
	104 fosca	- 360

Pela literatura, todo processo de conformação mecânica gera um estado de tensão interna. Tem-se como exemplo o processo metalúrgico de laminação de material compósito composto por camadas alternadas de Al_2O_3 e níquel. O material compósito foi feito por camadas individuais de níquel e alumina fundidas. Todas as tensões nas diferentes faces do material laminado apresentaram tensão compressiva, Hehn (1995).

As chapas revestidas podem ter apresentado tensão compressiva devido ao estado de tensão do substrato. Pois o substrato está sob a forma de chapas laminadas. E a literatura cita que o processo de laminação cria tensões compressivas no material. Assim, pode-se considerar que as tensões apresentaram-se compressivas devido ao estado de tensão do substrato.

Textura

A textura de um material policristalino de uma fase é definida pela Função de Distribuição de Orientação (FDO) dos cristais que compoem o material.

Em geral, esta função é considerada como o volume de difração dos cristais tendo orientação cristalográfica (g), com relação à amostra fixada a um sistema de coordenadas K_A .

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g) dg$$

O estudo em textura são feitos principalmente porque:

- a) A textura influencia as propriedades físicas e tecnológicas de um material.
- b) A textura é um parâmetro sensível no qual os processos de vários tipos de estado sólido podem ser estudados.
- c) A textura reflete o processo de formação do material.

O forte aumento no interesse de análise de textura pode ser constatado nos últimos anos devido à influência da textura nas propriedades dos materiais. Em muitos casos a textura faz uma

variação de 20 a 50% nos valores das propriedades dos materiais. O controle da textura torna-se essencial, assim como a influência de outros parâmetros estruturais podem ser controladas. Isto foi realizado para vários materiais tecnologicamente importantes, Bunge (1987).

Cada grão em um agregado cristalino normalmente tem uma orientação cristalográfica diferente de seus vizinhos. Considerando como um todo, as orientações de todos os grãos podem estar distribuídas aleatoriamente em relação a algum conjunto de referência, ou eles podem tender a um agrupamento de maior ou menor grau em uma orientação ou orientações particulares. Se um agregado for caracterizado por estas condições ele tem uma orientação preferencial ou textura, a qual pode ser definida simplesmente como uma condição no qual a distribuição de orientação do cristal está orientada.

A orientação preferencial é uma condição muito comum entre metais e ligas, sendo mais evidente em arames e chapas finas; os tipos de texturas encontradas nestes produtos são descritas a seguir. A orientação preferencial que é produzida pelo processo de conformação (trefilção de arame ou laminação de chapas) é chamada de textura de deformação. Em um agregado policristalino, tal fato ocorre devido à tendência dos grãos se acomodarem durante a deformação plástica. Cada grão passa por um deslizamento e uma rotação, de uma maneira complexa, determinada pela imposição de forças e pelo deslizamento e rotação de grãos adjacentes. Tem-se como resultado uma orientação preferencial e não aleatória. Quando um metal trabalhado a frio possui textura de deformação, e é recristalizado por recozimento, a estrutura de grão nova tem uma orientação preferencial, frequentemente diferente daquela apresentada pelo material trabalhado a frio. Este processo é chamado de textura de recristalização ou textura de recozimento. Isto é devido à influência que a textura da matriz de um material trabalhado a frio tem na nucleação e/ou crescimento de novos grãos daquela matriz.

A orientação preferencial não existe somente para produtos metalúrgicos, mas também para rochas, chapas, materiais cerâmicos, fibras poliméricas naturais e artificiais. De fato, a orientação preferencial é geralmente uma regra, e não uma exceção, a preparação de um agregado com orientações cristalográficas completamente aleatórias é uma questão difícil.

A importância industrial da orientação preferencial está no efeito que influencia as propriedades macroscópicas do material. Devido ao fato de que todos os monocristais são anisotrópicos, isto é, possuem propriedades diferentes em diferentes direções. Deste modo, se um agregado tem uma orientação preferencial deve ter também propriedades direcionais em maior ou menor grau. Tais propriedades podem ser ou não benéficas, dependendo das propriedades planejadas para o uso do material, Cullity (1978).

Dispersão

Na maioria das análises, as amostras apresentaram alguma dispersão nos seus resultados, contudo uma amostra que apresentou uma menor variação na repetição de sua análise foi a amostra 1 (revestimento feito na base reta) e 1R (repetido). A geometria curvada do anel prejudica a análise de tensão interna, pois quando a amostra é girada pelo ângulo ψ o detetor de raio-X pode analisar uma região com maior densidade planar de um determinado plano cristalino. Já no revestimento da base reta houve uma contagem estatística uniforme dos planos cristalinos.

O fato do detetor de raio-X registrar em um determinado ângulo ψ uma maior densidade planar de um plano cristalino gerando uma alta intensidade de difração no difratograma, e para outro ângulo ψ apresentar uma menor intensidade de difração prejudica muito na análise da tensão, acarretando a uma dispersão no resultado final da tensão interna.

Com as amostras revestidas em base reta (1 e 1R) pode-se constatar pelas Figuras 5.23 e 5.24, que para todos os ângulos "psis" a intensidade de difração do mesmo plano cristalino mantém-se praticamente constante.

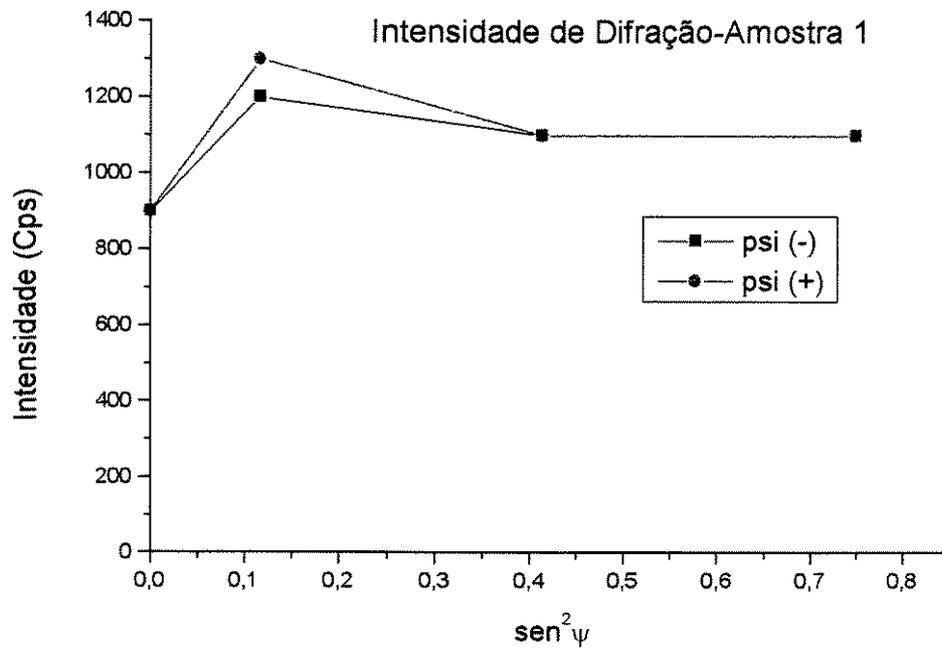


Figura 5.23: Intensidade de difração da amostra 1

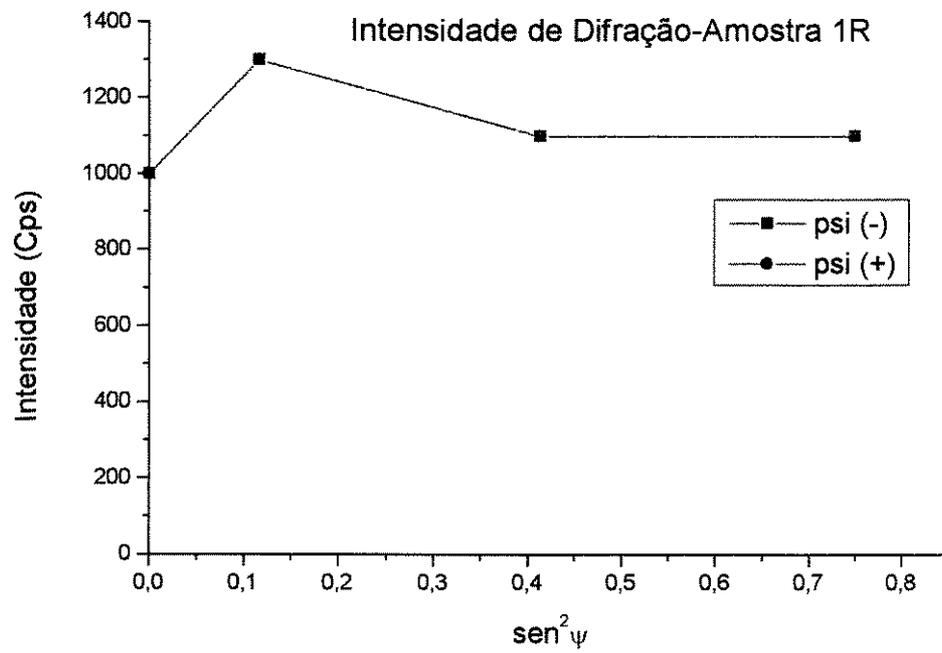


Figura 5.24: Intensidade de difração da amostra 1R

Alguns revestimentos em anéis apresentaram uma grande dispersão nos pontos da curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$. Isto ocorreu devido à variação das intensidades de difração para os vários ângulos "psis" utilizados na medida de difração, podendo ser constatado pela Figura 5.25 as intensidades de difração da amostra 31. Este fenômeno é conhecido como textura, que influencia muito no resultado da tensão interna.

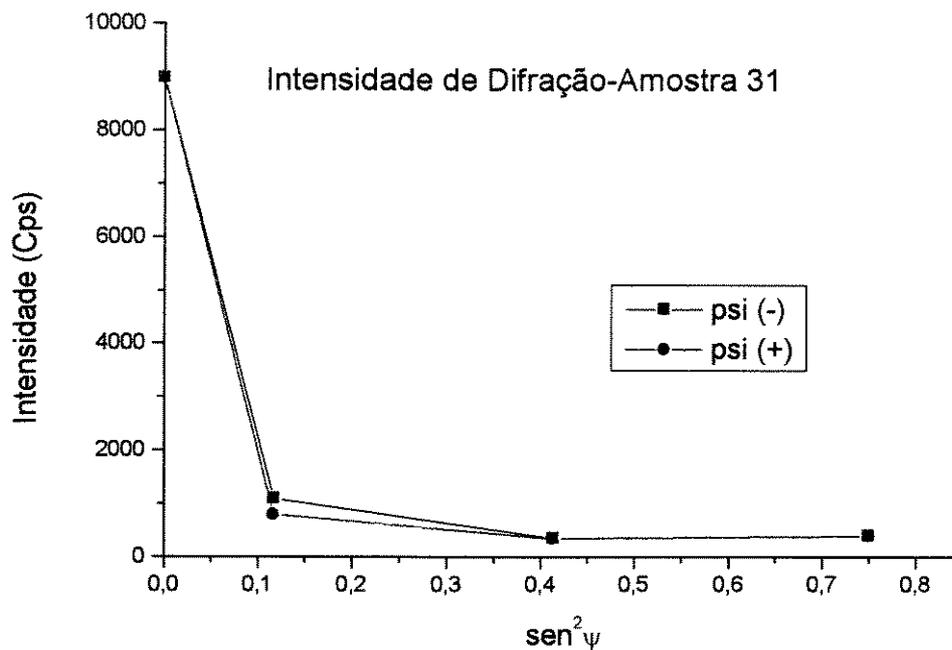


Figura 5.25: Intensidade de difração da amostra 31

O que leva à dispersão nos pontos da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$ são fatores como a conformação mecânica do substrato, a textura do revestimento, acarretando à variação das intensidades de difração para os ângulos psi positivo e negativo utilizados no cálculo da tensão.

Para avaliar o efeito da dispersão nos pontos da reta do gráfico de $A^+X\text{sen}^2\psi$ no resultado da tensão interna, o espaçamentos entre os ângulos "psis" foram diminuídos, de forma que fosse obtido um maior número de pontos a serem ajustados à reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$.

Na Figura 5.26 do revestimento no anel 204 a seguir, o ângulo psi variou de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° , com a mesma variação de tempo das análises anteriores (0,1 grau a cada 5 segundos). Constata-se que há alguma dispersão nos pontos da reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$, apresentando um fator de correlação 0,94.

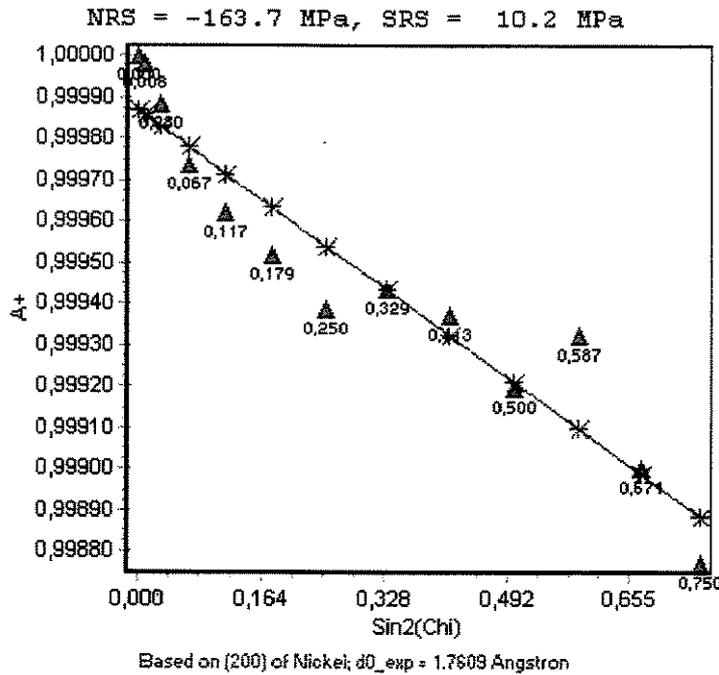


Figura 5.26: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 204 com psi de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau a cada 5 segundos

Na Figura 5.27 a seguir, o ângulo psi variou de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° , com um tempo de varredura mais rápido (0,1 grau por segundo). Nota-se que, mesmo a um tempo menor de exposição ocorre a presença de dispersão no gráfico de $A^+X\text{sen}^2\psi$, mostrando um fator de correlação 0,93.

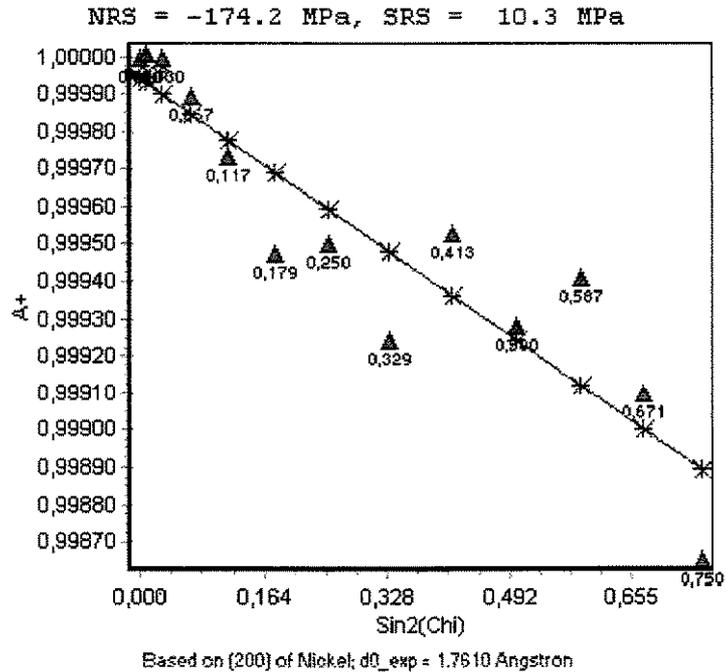


Figura 5.27: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 204 com psi de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a $0,1$ grau por segundo

Quanto à Figura 5.28, o intervalo do ângulo psi foi fechado de -45 a $+45^\circ$ variando de 5 em 5° , com um tempo de varredura mais rápido ($0,1$ grau por segundo). Nota-se que, mesmo a um menor tempo de exposição ocorre a presença de dispersão no gráfico de $A^+X\text{sen}^2\psi$, com um fator de correlação $0,88$.

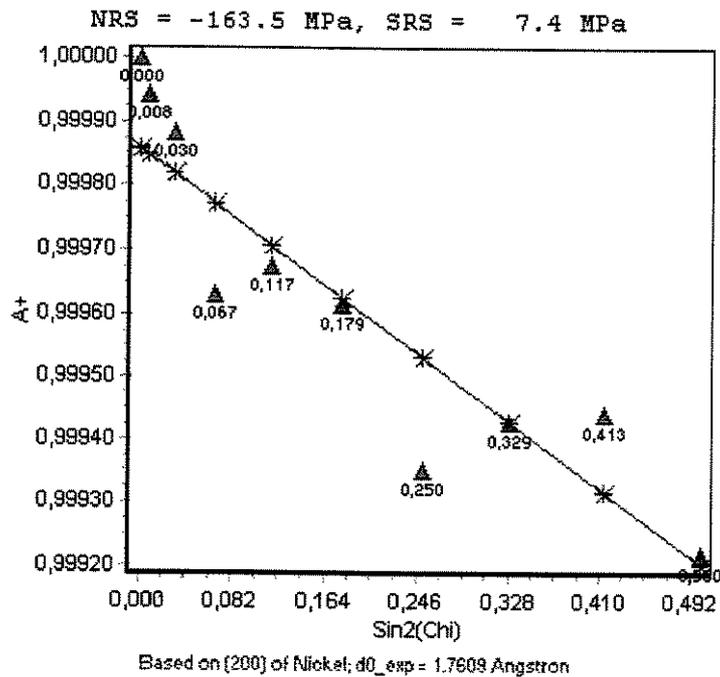


Figura 5.28: Curva de $A^+X\text{sen}^2\psi$ do revestimento no anel 204 com ψ de -45 a $+45^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau por segundo

A amostra 204 analisada pelas condições anteriores (ψ de -60 a $+60^\circ$; de 20 em 20° ; a 0,1 grau em 5 segundos) apresentou tensão compressiva no valor de -186 MPa, e a mesma amostra analisada com um maior número de pontos mostrou um valor de -163,7 MPa com ψ variando de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau em 5 segundos. Pelos resultados das tensões verifica-se que não há uma grande variação no valor, mesmo que um maior número de pontos sejam ajustados à reta de $A^+X\text{sen}^2\psi$.

As outras condições de análise da amostra 204 apresentaram valores bem próximos também. Na análise realizada com um tempo mais rápido, com ψ variando de -60 a $+60^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau por segundo mostrou tensão de -174 MPa. Pela análise feita com ψ variando de -45 a $+45^\circ$ de 5 em 5° a 0,1 grau por segundo apresentou tensão de -163,5 MPa. Assim, uma análise realizada a um tempo menor não interfere em grande magnitude no valor da tensão interna.

Avaliação da Dispersão

- Influência do número de pontos

Pela Tabela 5.20 a seguir, verifica-se que quando foi ajustado um maior número de pontos à reta do gráfico de $A^+X\text{sen}^2\psi$ houve uma variação de 13% na tensão.

Tabela 5.20 - Condições de análise da amostra 204

Amostra	Condições	Tensão Bidi (MPa)	r	Pontos
204	(psi - 60 a 60°; 20 em 20°; 0,1°/5s)	- 186	0,98	4
204	(psi - 60 a 60°; 5 em 5°; 0,1°/5s)	- 164	0,94	13

- influência dos número de pontos, tempo, intervalo

Pela Tabela 5.21 a seguir, constata-se que quando o tempo de varredura do raio-X foi realizado mais rápido, um maior número de pontos foi ajustado ao gráfico de $A^+X\text{sen}^2\psi$, e quando foi fechado o intervalo de varredura do ângulo ψ apresentou uma variação de 6% na tensão.

Tabela 5.21 - Variação nas condições de análise da amostra 204

Amostra	Condições	Tensão Bidi (MPa)	r	Pontos
204	(psi - 60 a 60°; 5 em 5°; 0,1°/s)	- 174	0,93	13
204	(psi - 45 a 45°; 5 em 5°; 0,1°/s)	- 164	0,88	10

Calculando-se o erro experimental da análise feita na amostra 204, apresentou um valor de $\sigma_\phi = (-172 \pm 8)$ MPa. Indicando uma variação 4 % com relação à tensão média das tensões apresentadas pelas análises na amostra 204.

Capítulo 6

Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos

As medidas da tensão de revestimentos feitas usando o método uniaxial são muito diferentes das obtidas pelo método bidimensional pelo fato dos revestimentos eletrolíticos estudados serem camadas heterogêneas. A análise de tensão pelo método unidimensional é mais adequada para materiais homogêneos. Alguns resultados de tensão unidimensional apresentaram o mesmo tipo (tração, compressão) e um valor próximo da tensão bidimensional pelo fato de que o espectro de difração de raio-X experimental da camada em estudo estar bem próximo do espectro padrão do sistema JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards).

Deve-se notar também que os revestimentos não são puros, havendo a presença de outros elementos de liga. Em revestimentos de níquel há a presença de outros elementos, nos anéis nitretados surgem os nitretos e nos aços 18% cromo ocorrem os elementos de liga. Quando é feito o cálculo da tensão uniaxial estas amostras são comparadas com tabelas do níquel e ferro puro, este fato já inclui fatores que irão influenciar no resultado final da tensão.

Assim, os resultados das tensões uniaxiais não podem ser considerados, já que os revestimentos, em geral, não são uniformes gerando camadas heterogêneas. Desta forma a análise biaxial é mais adequada para qualquer tipo de revestimento.

O processo de eletrodeposição produz um revestimento com orientações cristalográficas preferenciais, que é a própria textura. A textura influi muito no resultado tornando imprecisa a medida de tensão interna em revestimentos altamente texturados.

Se forem utilizados diferentes planos de difração no cálculo da tensão ocorrerá uma variação nos valores da tensão medida para o mesmo tipo de material.

Fatores como a extrusão, corte, usinagem, laminação e textura levam a uma dispersão nos pontos do gráfico de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$ acarretando a uma imprecisão no resultado final da tensão. A união destes fatores induz a uma variação nas intensidades de difração para um mesmo plano de difração acarretando uma imprecisão no resultado.

Os resultados apresentados neste presente trabalho mostraram-se de forma coerente. Pois os anéis que não foram revestidos mostraram tensão compressiva, os revestimentos por corrente pulsada em anéis exibiram tensão compressiva, e os revestimentos por corrente contínua em anéis exibiram tensão trativa. Os revestimentos por corrente pulsada em chapas apresentaram tensão compressiva, mas deve-se considerar que o estado de tensão das chapas pode ter induzido tensões compressivas no revestimento.

A variação dos parâmetros (número de valores de ψ) e o tempo de varredura do ângulo θ) não interfere significativamente no valor final da tensão interna obtida usando o gráfico de $A^+ X \text{ sen}^2\psi$.

Para os próximos trabalhos poderá ser analisada a tensão interna em depósitos de outras ligas, analisar o efeito de aditivos no banho eletrolítico, analisar os parâmetros de deposição contínua, analisar os parâmetros de deposição pulsada, e averiguar o efeito do tratamento térmico na tensão interna dos revestimentos.

Referências Bibliográficas

American society for testing materials, Determining Residual Stress by the Hole-Drilling Strain-gage Method. E837-92, *Annual Book of ASTM Standards*.

Azároff, L.C. *Elements of X-Ray Crystallography*. United States: MacGraw - Hill, 1968. p. 557.

Baldwin, P. C. Electroplated Nickel Stress Control Using Direct-Reverse Pulse. *Metal Finishing*, p. 17-20, march 1990.

Barrallier, L. et al. X-ray and Transmission Electron Microscopy Investigation of Strain in a Nitrided Steel: No Evidence of plastic deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 28A, p. 851-857, march 1997.

Bunge, H.J. Three-Dimensional Texture Analysis. *International Materials Reviews*, v. 32, n. 6, p. 265-291, 1987.

Celis, J.P. et al. Residual Stress Measurement in Electrolytic Copper-Nickel Compositionally Modulated Multilayers. *J. Electrochem. Soc.*, v. 142, n. 1, p. 70-74, january 1995.

Cohen, J.B. Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, *SAE Handbook J784a*, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.

- Cullity, B.D. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3^aed. United States: Addison-Wesley Publishing, 1967. 514p.
- Cullity, B.D. Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, *SAE Handbook J784a*, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.
- Davis, J.R. et al. *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*. 10^aed. United States of America: ASM International Handbook Committee, v. 1, 1990.
- Davis, J.R. et al. *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. 10^aed. United States of America: ASM International Handbook Committee, v. 2, 1990.
- Eigenmann, B., Macherauch, E. Histoire et état actuel de l'analyse des contraintes par rayons X. *Journal de Physique IV*, v. 6, juillet 1996.
- Evans, E.B. Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, *SAE Handbook J784a*, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.
- Freire, C.M.A. *Eletrodeposição de Liga Zn-Ni*. Campinas: FEM, Unicamp, 1997. Dissertação (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1990. p.40.
- Genzel, C., et al. Neutron and X-ray residual stress analysis of steel parts produced by cold forward extrusion and tube drawing. *Materials Science and Engineering A*, v. 205, p. 79-90, 1996.
- Hehn, L. et al. Measurement of residual stresses in Al₂O₃/Ni laminated composites using an x-ray diffraction technique. *Journal of Materials Science*, v. 30, p. 1277-1282, 1995.

- Jatczak, C.F. Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, *SAE Handbook J784a*, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.
- Jang, D.Y., et al. Surface residual stresses in machined austenitic stainless steel. *Wear*, v. 194, n. 1-2, p. 168-173, june 1996.
- Kelly, C.J., Short, M.A. Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction, *SAE Handbook J784a*, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.
- Kurita, M. A Statistical Analysis of X-ray Stress Measurement by the Gaussian Curve-Fitting Method. *Journal of Testing and Evaluation*, v. 9, n. 5, p. 285-291, Sept. 1981.
- Machado, R. Softer: Determinação de Tensão Interna. Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais - UFSCar. São Carlos-S.P. 1999.
- Noyan, I. C., Cohen, J. B. *Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation*. New York: Springer-Verlag, 1987.
- Poggie, R.A., Wert, J.J. The influence of surface finish and strain-hardening on near-surface residual-stress and the friction and wear behavior of A2, D2 and CPM-10V tool steels. *Wear*, v. 149, n. 1-2, p. 209-220, 30 sep. 1991.
- Prevey, P.S. *Metals Handbook*. 9^aed. Ohio: American Society for Metals, 1986. v. 10, p. 380-392.
- Ricklefs, R. *Residual Stress Measurement by X-ray Diffraction*, SAE Handbook J784a, 2^aed., Society of Automotive Engineers, 1971.
- Sequeira, C. A. C., et al. The significance of Internal stress in Electrodeposits. *Corrosão e proteção de Materiais*, v. 9, n. 1, 1990.

- Sue, J.A. *ASM Metals Handbook*. 9^aed. United States: ASM International, 1987. v. 5, p. 647-653.
- Tomanik, E., et al. Anéis de Aço Nitretado para Motores de Combustão interna. *SAE Brasil* 942394, 1994.
- Tomanik, E., et al. Ion Nitrided Piston Rings. In: *WorkShop Recope*. Tratamento de Superfícies para a Indústria Automotiva. Laboratório de Fenômenos de Superfície-Departamento de Engenharia Mecânica-Escola Politécnica-USP. São Paulo, 26 de maio de 1999. p. 62-69.
- Tönshoff, H.K., et al. Influence of stress distribution on adhesion strength of sputtered hard coatings. *Thin Solid Films*, v. 332, p. 146-150, 1998.
- Van acker, K., et al. Characterization of Thin Nickel Electrocoatings by the Low-Incident-Beam-Angle Diffraction Method. *Journal of Applied Crystallography*, v. 27, p. 56-66, 1994.
- Vaughan, D.A., Crites, N.A. Measurement of stress by X-ray diffraction. *Product Engineering*, p. 43-50, Sept. 30, 1963.
- Weise, A., et al. Measurement of Residual Stresses in Heat Treated Steels. *Fresenius J. Anal. Chem.*, v. 349, p. 165-167, 1994.
- West, J, M. *Electrodeposition and Corrosion Processes*. 2^aed. London: Van Nostrand Reinhold, 1970.