

**INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO
COMPORTAMENTO EM FADIGA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS
AUSTENÍTICOS AISI 304 E 316**

MARCOS DORIGÃO MANFRINATO

Dissertação apresentada à Área Interunidades
em Ciência e Engenharia de Materiais da EESC,
IFSC, IQSC, da Universidade de São Paulo,
como parte dos requisitos para obtenção do
título de Mestre em Ciência e Engenharia de
Materiais

Orientador: Prof. Dr. Dirceu Spinelli

São Carlos – São Paulo
2006

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Manfrinato, Marcos Dorigão

“Influência da nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316”

Marcos Dorigão Manfrinato – São Carlos, 2006

Dissertação (Mestrado) – Interunidades Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, 2006 – páginas: 134

Área: Desenvolvimento, Caracterização e aplicação de materiais

Orientador: Prof. Dr. Dirceu Spinelli

1. Influência da nitretação; Fadiga; Tensão residual

1. Título

A meus pais pelo amor,
estímulo, paciência e
compreensão.

“Educai as crianças, para que não seja necessário punir os adultos.”

Pitágoras

AGRADECIMENTOS

- Ao Prof. Dr. Dirceu Spinelli, meu orientador, pela sua amizade, paciência, conhecimento e discernimento.
- Ao Prof. Dr. Sylvio Dionysio de Souza do Departamento de Física da UFSCar, com quem iniciei minha formação científica, pelas valiosas discussões sobre caracterização de aços nitretados e pela utilização do equipamento de nitretação.
- Ao amigo Dr. Marcelo T. Milan pelas valiosas discussões e amizade.
- Ao amigo Msc. Omar Maluf pela amizade e apoio.
- Aos colegas do Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística, Klebão, Luciana, Rosamel, Cristina, Betão, Mauricio e Mineiro, pela amizade, carinho e apoio.
- Aos Funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e Automobilística, pela amizade e colaboração neste trabalho.
- A CAPES pela bolsa fornecida.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABELAS.....	vii
LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS	viii
RESUMO	xi
ABSTRACT	xii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. NITRETAÇÃO IÔNICA.....	5
2.1 Introdução	5
2.2 O plasma.....	6
2.2.1 Fundamentos da descarga elétrica	6
2.2.2 Descrição geral da descarga luminescente.....	10
2.2.3 Aspectos fundamentais da química do plasma	11
2.2.4 Reações do plasma com a superfície	14
2.4 Vantagens e desvantagens da nitretação iônica	19
3. FADIGA DOS METAIS	24
3.1 Introdução	24
3.2 Ciclos de tensões	25
3.3 Fadiga de alto ciclo.....	28
3.4 Fratura por fadiga	31
3.4.1 Iniciação.....	32
3.4.2 Propagação	40
3.5 Tensões residuais compressivas.....	45
3.5.1 Tensões residuais em camada nitretada	48
3.5.2 Camada composta	49
3.5.3 Camada de difusão	52
4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	57
4.1 Material	57
4.2 Análises químicas.....	58
4.3 Nitretação iônica	59
4.4 Análises metalográficas e fratográficas	61
4.5 Difração de raios-X	62
4.6 Análise de tensão residual via raios-X.....	63
4.7 Corpos de prova	65
4.8 Ensaio de tração	66
4.9 Ensaio de fadiga rotativa.....	67
4.10 Ensaio de microdureza.....	69
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	71
5.1 Análise Química	71
5.2 Nitretação iônica das amostras	72
5.3 Ensaio de microdureza.....	74
5.4 Ensaio de tração	75
5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	77
5.6 Difração de raios-X	80
5.7 Nitretação dos corpos de prova de fadiga.....	83
5.8 Ensaio de fadiga por flexão rotativa	84
5.9 Análise fratográficas (MEV)	98
5.10 Análise EDX da camada nitretada nos corpos de prova	105

5.11 Tensão residual superficial.....	111
6. CONCLUSÕES.....	114
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	116
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	117

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Curva característica da densidade de corrente-voltagem aplicada entre dois eletrodos [3]	7
Figura 2 - Aspecto visual das regiões escuras e luminosas durante a descarga luminescente anômala [19]	10
Figura 3 – Interações na superfície do sólido exposta à descargas luminosas. O lado direito da Figura indica os eventos gerais que acontecem, enquanto que o lado esquerdo indica o fenômeno encontrado na deposição [3].....	15
Figura 4 - Aquecimento diferenciado em suas partes. Possui uma razão A/V diferente entre a parte superior e inferior [37].....	22
Figura 5 - Ciclos de tensão típicos em fadiga (a) Tensão alternada; (b) tensão flutuante; (c) ciclo de tensão aleatório ou irregular [11].....	26
Figura 6 - Curvas S-N típicas para metais ferrosos e não ferrosos [12].	29
Figura 7 - (a) máquina de ensaio de fadiga com corpo de prova rotativo. (b) corpo de prova de fadiga em flexão enquanto gira [1].....	30
Figura 8 - Representação esquemática de uma intrusão formada por fadiga na superfície de um material metálico [12].	33
Figura 9 - Influência da tensão média nas curvas S-N [12].	34
Figura 10 - Micrografia ótica da seção transversal de um filete de rosca de parafuso conformado por roleteamento. O material é um aço inoxidável duplex [12].	35
Figura 11 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para corpos de prova de aço AISI 316 nas condições: não tratado, nitretado a 400°C, com uma pressão de 4 mbar, uma mistura gasosa de 75%vol.H ₂ e 25%vol.N ₂ durante 15 horas e carbonitretado a 415°C, com uma pressão de 4 mbar, uma mistura de 98%vol.H ₂ e 2%vol.CH ₄ durante 12 horas [32].	36
Figura 12 – Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para corpos de prova de aço AISI 316 nas condições: não tratado, nitretado a 400°C e 520°C [43].	37
Figura 13 – Metalografia do aço AISI 316 nitretado a 400°C e 520°C [43]. ...	38
Figura 14 - Local da nucleação de trinca por fadiga, indicado pela seta, localizado abaixo da superfície, em um ferro fundido nodular submetido a roleteamento [30].	40
Figura 15 - Superfície de fratura por fadiga: (a) alta carga aplicada e (b) baixa carga aplicada [12].	41
Figura 16 - Eixo AISI 1045 fraturado por fadiga com suas marcas de catraca, indicadas pelas seta [12].	42
Figura 17 - Estágio I e II de propagação de trinca por fadiga.	43
Figura 18 - Processo plástico de alargamento da ponta da trinca para o estágio II de crescimento de trinca por fadiga [11].....	45
Figura 19 - Efeito de superposição das tensões aplicadas (σ) e residual (σ_{res}): (a) distribuição de tensões em um eixo sob flexão; (b) perfil de distribuição típico das tensões residuais de um jateamento de granalhas; (c) perfil resultante da superposição das tensões aplicada e residual [11].	47

Figura 20 - A camada nitretada de um metal pode ser dividida em camada composta, na superfície, e estando abaixo desta a camada, ou zona, de difusão [35].	49
Figura 21 - Correlação entre o perfil de microdureza e de tensão residual da secção transversal da camada nitretada dos aços (a) H13 e (b) YAG 300, nitretados ambos a 580°C durante 9 horas [33].	54
Figura 22 – Decréscimo do nível da tensão residual em relação ao aumento da temperatura [34].	55
Figura 23 - Influência do tempo de tratamento sobre os valores de tensões residuais [35].	56
Figura 24 - Diagrama em bloco do procedimento experimental adotado.	57
Figura 25 - Diagrama esquemático do sistema de nitretação iônica.	59
Figura 26 - Fotografia do equipamento de nitretação iônica do Departamento de Física da UFSCar, usado nos experimentos.	60
Figura 27 - Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss-Leica 440, do Instituto de Química de São Carlos (IQSC – USP).	62
Figura 28 - Ilustração do corpo de prova e a região a qual foram realizadas as análises de deformação residual.	64
Figura 29 – Geometria e dimensões do corpo de prova de tração segundo a norma ASTM E 8M-00.	65
Figura 30 – Geometria e dimensões do corpo de prova de fadiga rotativa segundo a norma ASTM E 466-96.	66
Figura 31 - Máquina de ensaio de tração, EMIC, programada por computador.	67
Figura 32 - Máquina de fadiga por flexão rotativa da Fatigue Dynamics modelo RFB-200. Vista geral do equipamento.	68
Figura 33 - Gráfico da variação da microdureza Vickers em relação ao tempo de nitretação para os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316, utilizando uma carga de 25 gf.	75
Figura 34 - Comportamento tensão-deformação de engenharia para os aços AISI 304 e 316, a temperatura ambiente.	76
Figura 35 – Micrografias eletrônicas (MEV) do aço inoxidável austenítico AISI 304 tratado, à temperatura de 400°C em diferentes tempos de tratamento: 1, 3, 6 e 10 horas.	78
Figura 36 – Micrografias eletrônicas (MEV) do aço inoxidável austenítico AISI 316 tratado, à temperatura de 400°C em diferentes tempos: 1, 3, 6 e 10 horas.	79
Figura 37 - Gráfico da profundidade da camada nitretada (camada composta + camada de difusão) em relação ao tempo de tratamento, mantida a temperatura de 400°C.	80
Figura 38 - Difrátogramas das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 nitretadas a temperatura de 400°C, em diferentes tempos: 1 hora, 3 horas, 6 horas e 10 horas.	81
Figura 39 - Difrátogramas das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316 nitretadas a 400°C, em diferentes tempos: 1 hora, 3 horas, 6 horas e 10 horas.	82
Figura 40 - Fotografia dos corpos de prova de fadiga rotativa de aço inoxidável austenítico AISI 316 e 304 sendo nitretados.	84

Figura 41 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados.	90
Figura 42 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 304 nitretados por 6 horas a 400°C sob uma pressão de 4,5 mbar, em uma mistura gasosa de 80%vol.H ₂ e 20%vol.N ₂	91
Figura 43 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados.	92
Figura 44 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 316 nitretados por 6 horas a 400°C sob uma pressão de 4,5 mbar, em uma mistura gasosa de 80%vol.H ₂ e 20%vol.N ₂	93
Figura 45 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar dos corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados e nitretados.	94
Figura 46 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar dos ensaios de fadigados corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados e nitretados.	95
Figura 47 - Gráfico comparativo das amplitudes de tensão em função do número de ciclos para falhar dos corpos de prova dos aços AISI 304 e 316 não nitretados e nitretados.	96
Figura 48 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. Regiões de nucleação da trinca (NU), propagação estável (PE) e falha final (FF) estão indicadas na figura.....	99
Figura 49 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos. Regiões de nucleação da trinca (NU), propagação estável (PE) e falha final (FF) estão indicadas na figura.....	99
Figura 50 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova do aço AISI 304 nitretado e ensaiado a uma tensão de 600 MPa e fraturado com 10.100 ciclos, (a) característica macroscópica encontra-se na superfície de fratura são as marcas de catraca; (b) aumento da visão geral da superfície lateral de um sítio de nucleação. Presença de inúmeras micro-trincas na superfície da camada nitretada geram os vários sítios de nucleação na região de fratura.	101
Figura 51 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 6200 MPa e fraturado com 6.800 ciclos. (a) característica macroscópica encontra-se na superfície de fratura são as marcas de catraca, demonstrando que ocorreu a nucleação de múltiplas trincas no material que, ao se unirem, formam degraus na superfície de fratura; (b) visão geral da superfície lateral e um conjunto de sítios de nucleação, presença de micro trincas na superfície da camada nitretada.....	101
Figura 52 - Aspecto da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos, (a) visão geral da superfície lateral sem micro-trincas e do sítio de	

nucleação, conforme indica a seta, (b) visão do sítio de nucleação próxima a camada nitretada, indicada pela seta.	102
Figura 53 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura, obtido com grande aumento, da região de propagação estável do corpo de prova AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. Pode-se observar em detalhe as estrias de propagação em seu estágio II, com espaçamento da ordem de 0,5 μ m.	103
Figura 54 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos. Estrias e apagamento de estrias devido ao contato mecânico quando o corpo de prova esta em compressão. Imagem retirada da região próxima do local de fratura final.	103
Figura 55 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura obtida na região final de fratura do corpo de prova do aço AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. A presença de micro-vazios dá um aspecto poroso em função de existir inclusões no material.	104
Figura 56 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura obtida na região final da fratura do corpo de prova do aço AISI 304 nitretado e ensaiado a uma tensão de 600 MPa e fraturado com 10.100 ciclos. Presença de inclusões e de micro vazios.	105
Figura 57 - Esquema do corte realizado nos corpos de prova para a realização das análises EDX.	106
Figura 58 - Localização dos 5 pontos de medidas de EDX no corpo de prova do aço AISI 304 ensaiado a uma tensão de 560 MPa e retirado do ensaio sem fraturar a 10.098.300 ciclos.	107
Figura 59 - Localização dos 5 pontos de medidas de EDX no corpo de prova do aço AISI 316 ensaiado a uma tensão de 510 MPa e retirado do ensaio sem romper com 11.977.300 ciclos.	109

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química nominal dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316, segundo especificação da norma ASTM A 276-02.....	58
Tabela 2 - Composições químicas (% em peso), analisadas no SMM-EESC-USP.	72
Tabela 3 - Parâmetros encontrados para os diferentes tempos de nitretação do aço inoxidável austenítico AISI 304.....	73
Tabela 4 - Parâmetros encontrados para os diferentes tempos de nitretação do aço inoxidável austenítico AISI 316.....	73
Tabela 5 - Média da microdureza vickers dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316, para os diferentes tempos de nitretação.....	74
Tabela 6- Resultados dos ensaios de tração.	76
Tabela 7 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados.....	86
Tabela 8 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 304 nitretados por 6 horas, a uma temperatura de 400°C e a uma pressão de 4,5mbar.	87
Tabela 9 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados.....	88
Tabela 10 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 316 nitretados por 6 horas, a uma temperatura de 400°C e a uma pressão de 4,5mbar.	89
Figura 11 - Valores da porcentagem atômica e em massa dos elementos presentes nas 5 medidas pontuais realizadas utilizando a técnica EDX. Corpo de prova do aço AISI 304 que não fraturou a uma tensão de 560MPa e 10.098.300 ciclos.	108
Tabela 12 - Valores da porcentagem atômica e em massa dos elementos presentes nas 5 medidas pontuais realizadas utilizando a técnica EDX. Corpo de prova do aço AISI 316 submetido a uma tensão de 510MPa e não fraturou e foi retirado com 11.977.300 ciclos.....	110
Tabela 13 - Resultados de deformação residual obtidos para o pico principal γ -Fe ₄ N para os corpos de prova nitretados ensaiados e não ensaiados....	112

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

AISI – American Iron and Steel Institute

ASTM – American Society for Testing and Materials

b – coeficiente de Basquin

c – calor específico

CNC – comando numérico computadorizado

d – diâmetro

e^- - elétron

E – módulo de Young

EESC – Escola de Engenharia de São Carlos

eV – elétron-volt

F – carga aplicada

FF – falha final

gf – grama-força

HV – microdureza Vickers

in – polegada

IQSC – Instituto de Química de São Carlos

kHz – quilohertz

kVA – quilovolts

lb – libras

m – massa

M – momento

mA – miliampere

mbar – milibar

MEV – microscopia eletrônica de varredura

mm – milímetro

MPa – megapascal

N – número de ciclos

N_f – número de ciclos para falha

NU – nucleação de trinca

°C – grau Celsius

PE – propagação estável

Q – quantidade de calor perdido para o aquecimento do catodo

Q_C – quantidade de calor perdido por condução

Q_{CV} – quantidade de calor perdido por convecção

Q_r – quantidade de calor perdido por radiação

Q_T – quantidade total de calor liberado

R – razão de tensão

R' - razão de tensão efetiva

S – tensão

S' - tensão efetiva

S'_a – tensão efetiva alternada

S'_m – tensão efetiva média

S'_{max} – tensão efetiva máxima

S'_{min} – tensão efetiva mínima

S₂ – constante elástica

SMM – Departamento de Engenharia de Materiais, Aeronáutica e
Automobilística

S-N – tensão-vida

T – temperatura

t – tempo

UFSCar – Universidade Federal de São Carlos

USP – Universidade de São Paulo

V – volts

vol. – volume

W – potência fornecida pela descarga

θ - ângulo

ν - coeficiente de Poisson

λ - comprimento de onda

η - eficiência da energia de aquecimento

γ - estrutura cristalina Fe₄N

σ_f – coeficiente de resistência

σ_a – tensão alternada

ϵ_e – deformação elástica

γ_i – coeficiente de emissão de elétrons secundários

μm – micrometro

σ_m – tensão média

σ_{max} – tensão máxima

σ_{min} – tensão mínima

σ_r – intervalo de tensão

σ_{res} – tensão residual

2Nf – número de reversos para falha

Å – Angstrom

RESUMO

MANFRINATO, M.D. *Influência da nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316*. São Carlos, 2006. 134p. Dissertação de Mestrados – Área Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo.

Os aços inoxidáveis austeníticos são materiais atrativos para serem utilizados em vários setores industriais que operam sob meios corrosivos, como por exemplo: indústria química, alcooleira, petroquímica, de papel e celulose, na prospecção de petróleo e nas indústrias têxtil e farmacêutica. Contudo, apresentam propriedades tribológicas pobres. No sentido de melhorar essas propriedades, como aumentar a dureza superficial, a resistência ao desgaste e a resistência à fadiga, vários métodos de tratamentos superficiais vêm sendo utilizados. Dentre eles, o mais eficiente é a nitretação por plasma. Este processo é realizado em uma câmara de vácuo sob uma mistura gasosa de hidrogênio e nitrogênio. É aplicada uma diferença de potencial entre o cátodo (porta amostras) e o ânodo (paredes da câmara), acelerando os íons contra a superfície da peça, aquecendo-a e arrancando elétrons de sua superfície. Os íons reagem com espécies da superfície do plasma formando compostos instáveis do tipo FeN que se recombinam para formarem nitretos estáveis. O sucesso deste tratamento se deve à baixa temperatura de operação, ao menor tempo efetivo de tratamento e ao controle da uniformidade da espessura da camada. A camada de nitretos formada durante o tratamento possui uma influência positiva na vida em fadiga de um componente, graças a dois motivos principais. O primeiro é o atraso na nucleação da trinca devido ao aumento da resistência mecânica superficial. O segundo motivo está relacionado com a introdução de tensões residuais compressivas durante o processo de endurecimento da superfície, que retarda a iniciação da trinca e diminui o fator de intensidade de tensão. Os corpos de prova foram nitretados a 400°C durante 6 horas, com uma pressão de 4,5 mbar e utilizando uma mistura gasosa de 80% vol.H₂ e 20%vol.N₂. Ocorreu um aumento da resistência mecânica próxima à superfície, devido à camada de nitretos, o que ficou evidente com o sensível aumento no valor do limite de fadiga do material nitretado em relação ao não nitretado. O limite de fadiga do aço AISI 316 não tratado foi de 400MPa e do nitretado foi de 510MPa, enquanto que, para o aço AISI 304, o limite de fadiga do material não tratado foi de 380MPa e o limite para material submetido ao tratamento de nitretação foi de 560MPa.

Palavras Chave: Fadiga; nitretação a plasma; aços inoxidáveis austeníticos e tensões residuais.

ABSTRACT

MANFRINATO, M.D. *Plasma nitriding influence in the fatigue behaviour of austenitic stainless steels AISI 304 and 316*. São Carlos, 2006. 134p. Dissertação de Mestrados – Área Interunidades em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo.

The austenitic stainless steels are attractive materials to many industrial sectors which work on corrosive environments, as chemical industry alcohol, petrochemical, cellulose industries, in the petroleum prospection and pharmaceutical and textiles industries. However, they present poor tribological properties. In order to improve these properties, like increasing superficial hardness, wear and fatigue resistance superficial heat treatment methods have being used. The most efficient is the plasma nitriding process which occurs in a vacuum container under hydrogen and nitrogen gas mixture. A potential difference is applied between the cathode (samples receptor) and the anode (container walls), accelerating the ions against the piece, heating it and removing electron from the surface of material. These atoms react with the surface plasma species, producing unstable compounds like FeN, which recombine producing stable nitrides. The success of this treatment is due to the low temperature operation, the short effective time of treatment and to the uniformity control of the layer's thickness. The nitrides layer produced during the treatment have a positive influence in the fatigue life of a component, thanks to two main reasons. The first is the retardation in crack nucleation due to increasing of superficial mechanical strength. The second reason is due to introduction of compressive residual stress during the surface hardening process, which retards de crack initiation process. The specimens were nitriding at 400 °C during 6 hours, at a 4,5mbar pressure and using a gas mixture of 80% vol. H₂ and 20% vol. N₂. The surface mechanical strength increased, due to the nitrides layer, which was evident with the sensitive increase in the fatigue limit of the nitriding specimens, comparing to the untreated ones. The fatigue limit of the AISI 316 steel in untreated condition was 400 MPa and in nitriding condition was 510 MPa, whereas AISI 304 steel, the fatigue limit of the untreated condition was 480 MPa and the fatigue limit for the nitrated condition was 560 MPa.

KEY-WORDS: fatigue; plasma nitriding; austenitic stainless steels and residual stresses.

1. INTRODUÇÃO

A expressão aço inoxidável, como é usualmente conhecido, nos dá uma idéia de um material que não se destrói mesmo quando submetido aos mais diferentes meios corrosivos. Na verdade este tipo de aço não é eterno, e sim apresenta geralmente uma maior resistência à corrosão, quando submetido a um determinado meio ou agente agressivo. Apresenta também uma maior resistência à oxidação a altas temperaturas em relação a outras classes de aços.

Os aços inoxidáveis foram descobertos em 1912 pelo inglês Harry Brearly quando estudava uma liga Fe-Cr contendo 13% em massa de cromo. Quando tentava fazer algumas observações metalográficas, verificou que a liga fabricada resistia a maior parte dos reagentes que se utilizavam na época em metalografia. O próprio Brearly deu o nome a liga de "stainless steel" que traduzindo quer dizer "aço que não mancha". Um ano mais tarde na Alemanha, Eduard Maurer estudava uma liga de Fe-Cr, além dos elementos da liga de Brearly, continha 8% de Ni. Sua liga resistiu durante vários meses em um ambiente contendo vapores agressivos. Hoje sabemos que os aços descobertos por eles eram os AISI 420 e AISI 302, respectivamente. Era um pouco difícil de compreender, na época, que ao aquecer as duas ligas a altas temperaturas (1000°C) e resfriando-as rapidamente, obtínhamos duas ligas completamente diferentes, uma com alta dureza (AISI 420) e outra com ótima ductilidade (AISI 302) [1].

A resistência à oxidação e corrosão do aço inoxidável se deve principalmente à presença do cromo, que a partir de um determinado valor, e

em contato com o oxigênio, permite a formação de uma película de óxido de cromo sobre a superfície do aço, que é impermeável e insolúvel nos meios corrosivos usuais. Assim, podemos definir como aço inoxidável o grupo de ligas ferrosas com baixo carbono, resistentes à oxidação e corrosão, que contenham no mínimo 12% de cromo.

Nos últimos anos, o estudo das propriedades tribológicas das superfícies tornou-se fundamental em inúmeras aplicações industriais. Existem várias técnicas de tratamento superficiais visando melhorar as propriedades superficiais dos materiais, incluindo processos mecânicos, térmicos, físicos e químicos. Nas últimas décadas, cada vez mais são utilizadas técnicas que fazem uso de feixe de íons ou feixes de elétrons, plasma, laser e deposição química e física de vapor, com tendência a abandonar as técnicas ditas convencionais, como zincagem, galvanoplastia, nitretação gasosa, cementação e outras que também utilizam substâncias nocivas ao ambiente. Existem dois métodos que utilizam partículas ionizadas para modificação de superfície [2]. Um deles é a implantação iônica, a qual consiste de um pequeno fluxo iônico com alta energia média por íons. O outro método é a deposição assistida por plasma, que consiste de um grande fluxo iônico com energia média por íon, conhecida como implantação iônica por imersão em plasma. Estes processos oferecem a possibilidade de se modificar as propriedades superficiais de materiais metálicos através do controle dos parâmetros do plasma [3,4].

A nitretação por plasma é um dos processos que utiliza a deposição assistida por plasma, também conhecida como nitretação iônica ou nitretação por descarga luminescente[5]. Este processo termoquímico

melhora o desempenho catalítico, a resistência à corrosão e à oxidação e também à adesão e as propriedades mecânicas da superfície, como dureza, fadiga, fricção e resistência ao desgaste [6,7,8,9,10].

O estudo de fadiga tornou-se progressivamente importante à medida que a tecnologia desenvolveu um número maior de equipamentos, tais como automóveis, aviões, compressores, bombas, turbinas, etc., sujeitos a carregamentos repetidos e vibração [11]. O estudo da fadiga dos metais tem envolvido pesquisadores de diferentes áreas de atuação tais como engenheiros mecânicos, engenheiros de materiais, físicos, matemáticos e químicos há mais de 150 anos e a cada dia o estudo deste mecanismo de falha adquire mais importância [12]. A fadiga de acordo com a norma ASTM E 1150, é definida como um “processo de mudança estrutural permanente, localizada e progressiva que ocorre em um material submetido a condições que produzem tensões e deformações flutuantes em algum ponto (ou pontos) e que podem culminar em trincas ou fratura completa, após um número suficiente de flutuações”.

Para aumentar o limite de fadiga de qualquer material é necessário a introdução de tensões residuais na sua superfície. Essas tensões residuais podem ser introduzidas utilizando processos tais como, jateamento com granalhas, roleteamento superficial, deformação a frio em furos de prendedores, tratamentos térmicos e tratamentos termoquímicos (nitretação a plasma) [10,13,14]. A camada de nitretos formada durante o tratamento possui uma influência positiva na vida em fadiga de um componente, graças a dois motivos principais [14]. O primeiro é o atraso na nucleação da trinca devido ao aumento da resistência mecânica superficial. O segundo motivo,

está relacionado com a introdução de tensões residuais compressivas durante o processo de endurecimento da superfície, que retarda a iniciação da trinca, diminuindo o fator de intensidade de tensão [7,14,15].

Desta forma, o objetivo deste trabalho é o estudo da composição da camada nitretada e a influência da camada nitretada nas propriedades de fadiga de alto ciclo dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316, que possuem composição e microestrutura semelhantes. Os corpos de prova de cada aço foram divididos em dois grupos: não tratado superficialmente e os nitretados superficialmente.

2. NITRETAÇÃO IÔNICA

2.1 Introdução

A nitretação iônica é um tratamento termoquímico que visa modificar a superfície de materiais. Esta técnica é mais conhecida como descarga luminosa ou nitretação por plasma. Foi patenteada nos E.U.A. em 1931 por J.J. Egan, e por Bernhard Berghaus, na Suíça, em 1932. Porém, o processo passou a ser efetivamente usado industrialmente somente na década de 1960 [2,3,16]. O pouco uso deste tratamento, no passado, deve-se ao alto custo das instalações e por dificuldades técnicas do equipamento. Dentre estas dificuldades, pode-se destacar a abertura de arcos elétricos e superaquecimento de parte das peças durante o tratamento. Estas dificuldades técnicas foram superadas com o surgimento de componentes eletrônicos para as áreas de potência e de microeletrônica. Atualmente, os equipamentos são construídos com sistemas microcontrolados e com fontes de alimentação com transistores, que fazem o controle automático do processo [16]. A utilização deste processo por grandes companhias automotivas, como a Volkswagen, Peugeot, Citroën e Renault, através dos seus fornecedores de peças, indica que este poderá ser o principal processo de endurecimento superficial do futuro.

A seguir, será apresentada uma descrição do plasma e da descarga elétrica do processo de nitretação iônica.

2.2 O plasma

O plasma é considerado o quarto estado da matéria, e é definido como um gás constituído de espécimes eletricamente carregadas e neutras, como elétrons, íons, átomos e moléculas [17]. Pode-se dizer que, em média, um plasma é eletricamente neutro, sendo que qualquer desequilíbrio de carga resultará em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a restabelecer o equilíbrio. O resultado da soma das cargas dos elétrons com as de íons positivos devem ser zero [2]. Existem vários tipos de plasmas que são classificados de acordo com a sua pressão, temperatura e densidade de partículas carregadas [18]. Para produzir qualquer tipo de plasma é importante que exista uma descarga ou fluxo de corrente elétrica através de um meio gasoso [3]. O processo de nitretação iônica utiliza o plasma e é mais conhecido como nitretação por plasma [2,3].

A seguir, serão apresentados os fundamentos da descarga elétrica, bem como as reações que ocorrem no seu interior.

2.2.1 Fundamentos da descarga elétrica

A descarga elétrica utilizada na nitretação iônica ocorre quando uma diferença de potencial elétrico é aplicada entre dois eletrodos no interior de um sistema fechado contendo gás a uma pressão suficientemente baixa. No sistema utilizado, a própria peça a ser tratada é um dos eletrodos (catodo), enquanto que as paredes do reator são o outro eletrodo (anodo). Existem

vários tipos de descargas, dependendo da relação entre a densidade de corrente e a voltagem [3]. A FIGURA 1 mostra uma curva característica de densidade de corrente em função da voltagem, com regiões de descargas elétricas bem definidas. O gás deve possuir boa condutividade elétrica, pois a descarga luminescente ocorre quando as moléculas deste gás são ionizadas pelas colisões com os elétrons que vão do catodo (peça a ser tratada) para o anodo (paredes do reator). Os elétrons e os íons produzidos são acelerados pelo campo elétrico, colidindo com outras partículas e produzindo assim, mais íons e elétrons [4].

Com a ionização do gás, uma corrente elétrica é gerada, e sua sustentação dependerá da variação da diferença de potencial entre os eletrodos, dada pela curva da FIGURA 1 [3,14].

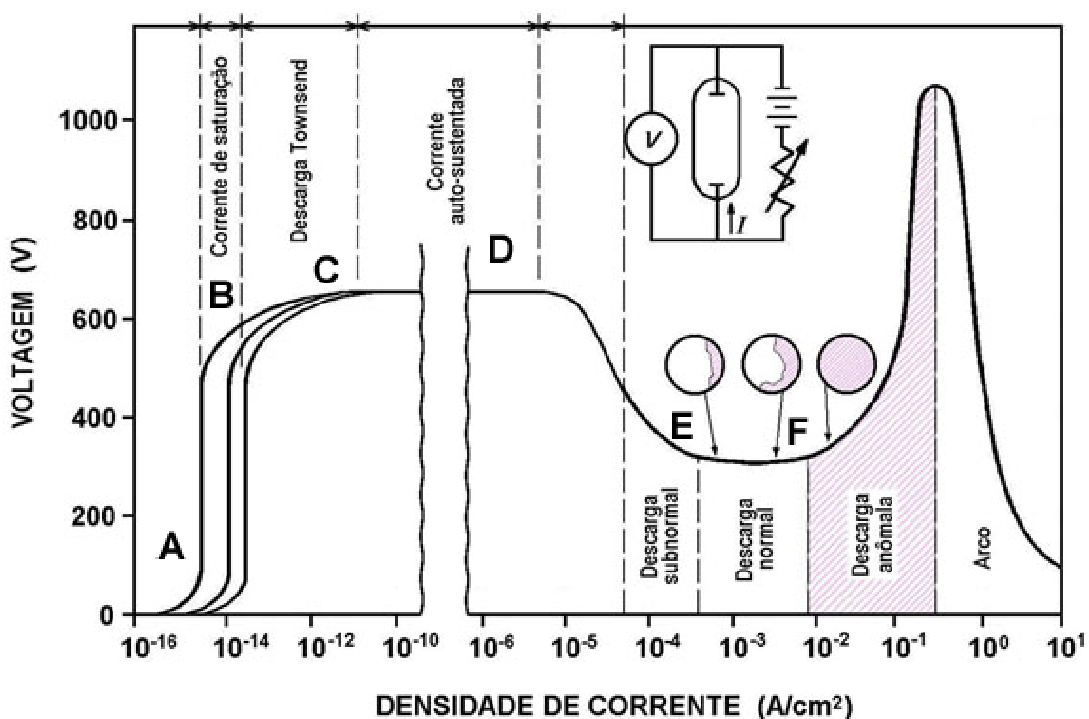


Figura 1 - Curva característica da densidade de corrente-voltagem aplicada entre dois eletrodos [3].

As regiões apresentadas na FIGURA 1 serão explicadas em partes, para melhor compreensão. As regiões de descarga anômala e de arco são de especial interesse para o processo de tratamento de superfície, e as demais regiões são indicadas para estudos fundamentais do plasma [3]. Na região entre os pontos A e B, a corrente elétrica é extremamente baixa, pois poucas partículas são ionizadas e podem mover-se de um eletrodo para outro. Nesta condição, o gás comporta-se como um mal condutor ôhmico. Com o aumento da voltagem, a produção de íons e elétrons também aumenta, que serão acelerados em direção aos eletrodos e neutralizados. A corrente elétrica começará a aumentar linearmente com a voltagem, até atingir uma condição limite, na qual todos os íons e elétrons alcançaram os eletrodos, gerando uma corrente de saturação, entre os pontos B e C. Aumentando-se mais a voltagem, os elétrons adquirem energia para ionizar outros átomos, produzindo mais elétrons, com conseqüente aumento da corrente elétrica. A região entre os pontos B e C é chamada de região de descarga de Townsend. Nesta condição, íons positivos, fótons e partículas neutras iniciam o bombardeio do catodo, liberando elétrons secundários e produzindo uma cascata de elétrons, responsável pela descarga auto-sustentada.

A partir do ponto D há uma queda na voltagem, mesmo com o aumento da corrente elétrica. Este efeito é conhecido como luminescência subnormal. Os elétrons secundários são acelerados pelo forte potencial positivo do catodo contra os átomos ou moléculas de gás, produzindo pares de íons-elétrons através de colisão elástica. Desta forma, os íons são acelerados para o catodo, produzindo mais elétrons secundários, até a

descarga se auto-sustentar. Enquanto este processo ocorre, o brilho na região catódica torna-se mais intenso. A região compreendida entre os pontos E e F é denominada de descarga normal. Este fenômeno é amplamente empregado na indústria de lâmpadas luminosas e tubos fluorescentes. Depois de formada a luminescência, um acréscimo na voltagem é acompanhado de um aumento na corrente, para uma pressão constante. Esta região é chamada de luminescência anômala e é usada na maioria dos processos termoquímicos, como deposição de filmes finos, modificação superficial por oxidação, carbonetação, nitretação, etc., por apresentar uma alta densidade de corrente, e por promover o recobrimento completo e uniforme da superfície tratada. A densidade de corrente na região da descarga anômala é geralmente entre 0,1 e 5,0 mA/cm² para uma voltagem entre 400 e 800 V.

Na região da descarga luminescente anômala a voltagem é aumentada e com isto ocorre um aumento na densidade de corrente elétrica. O aumento de voltagem e de corrente elétrica produz um aquecimento local na superfície do catodo, o que provoca um aumento na emissão de elétrons, levando a um aumento adicional na densidade de corrente elétrica. A descarga luminescente fica concentrada nesta área superaquecida, provocando o arco elétrico. Uma descrição genérica de cada uma das regiões é apresentada na seção abaixo.

2.2.2 Descrição geral da descarga luminescente

Na descarga luminescente anômala existe uma série de áreas luminosas e escuras que podem ser distinguidas pela distribuição de potencial, densidade de cargas e corrente elétrica. São três estas áreas luminosas e duas escuras, existentes entre o cátodo e o anodo, como ilustra a FIGURA 2.

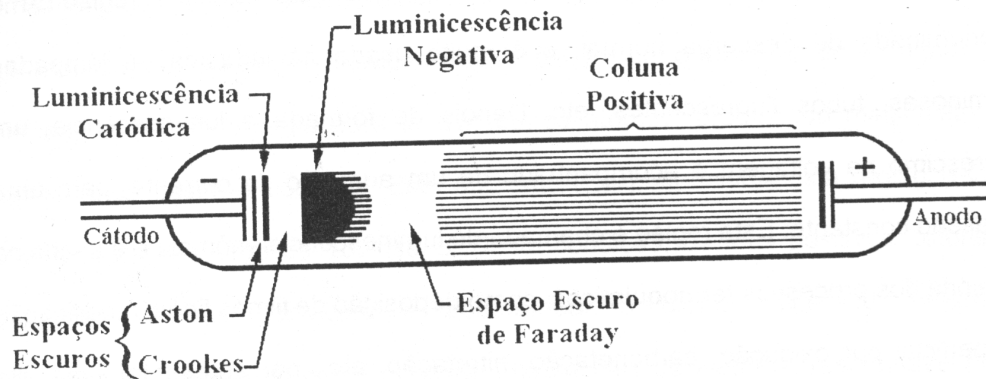


Figura 2 - Aspecto visual das regiões escuras e luminosas durante a descarga luminescente anômala [19].

A primeira região escura, na frente do cátodo, é muito pequena e recebe o nome de espaço escuro de Aston. Nesta região, os elétrons possuem uma energia da ordem de 1 eV. Esta baixa energia dos elétrons não é capaz de excitar as moléculas do gás, que necessitaria de uma energia na faixa de 5 a 10 eV. A área luminescente próxima ao espaço escuro de Aston é chamada de luminescência catódica. Esta primeira região luminosa forma-se devido à excitação dos átomos da superfície do cátodo que são bombardeados pelas partículas do plasma. Na região adjacente a

esta luminescência catódica existe um espaço escuro, conhecido como espaço escuro de Crookes. Esta região escura é caracterizada por apresentar uma baixa concentração de elétrons, devido ao grande campo elétrico, que faz com que quase não haja cargas nessa região. Com isto, ocorre pouca excitação das moléculas de gás e por essa razão, a região é aparentemente escura. À frente desta região escura existe outra região muito luminosa e brilhante, denominada de luminescência negativa. É nesta região onde ocorrem a ionização e a excitação do gás residual. Os íons positivos após atravessarem a interface entre a luminescência negativa e o espaço escuro de Crookes são acelerados em direção à superfície do catodo, pela diferença de potencial [19]. O bombardeamento dos íons não somente inicia a reação química para o processo de tratamento térmico por plasma, mas também causa a produção de elétrons secundários, que são essenciais para que ocorra a descarga anômala [4].

Os elétrons perdem a maior parte de sua energia nas colisões ionizantes com outros elétrons, na luminescência negativa, e ficam com pouca energia para excitar ou ionizar posteriormente o gás. Este é o início do espaço escuro de Faraday, onde ao longo dele o campo elétrico vai aumentando gradativamente [2].

2.2.3 Aspectos fundamentais da química do plasma

Como visto nas seções anteriores, o tratamento por plasma está associado a vários processos, onde íons e radicais ativos (N_2^+ , N, NH, CH,

C) são produzidos na fase gasosa, através das colisões elétrons-moléculas, ou na superfície do catodo (peça a ser tratada), através do bombardeamento dos íons, elétrons e fótons, produzidos no plasma [4]. Ocorrem vários processos elementares no plasma e na interface entre um plasma e a superfície do catodo, e que são descritos a seguir [2].

Ionização – Neste processo, os elétrons primários, ou seja, os mais energéticos, ao se colidirem com as moléculas do gás, removem um elétron do átomo, produzindo um íon positivo e dois elétrons. Na nitreção, por exemplo, tem-se as equações de 01 a 03:



Os dois elétrons produzidos pela colisão podem ser acelerados pelo campo elétrico, adquirindo assim, energia suficiente para provocar novas ionizações, e colaborando para a manutenção da descarga luminescente. A energia mínima para que o ocorra o processo de ionização é igual à energia necessária para remover um elétron fracamente ligado ao átomo e é conhecida como potencial de ionização, cujo valor é superior a 10 eV, neste caso.

Excitação – Quando a energia de colisão do elétron com o átomo ou molécula for menor do que a necessária para a ionização, um elétron do átomo é transferido para um nível de energia elevado, tornando-o excitado. Portanto, se a energia de excitação for menor que o potencial de ionização, poderão ocorrer as seguintes reações demonstradas nas equações de 04 a 06:



* representa os estados excitados.

Relaxação ou Emissão – Como os estados excitados destas espécies são instáveis, as moléculas tendem a retornar ao seu estado fundamental, através da transição dos elétrons para estados menos energéticos. Cada transição é acompanhada pela emissão de um fóton de energia específica, com a mesma diferença de energia entre os níveis, produzindo a luminescência característica. Por meio da análise espectroscópica desta luminescência é possível identificar e determinar a concentração de várias espécies no plasma. Por exemplo:



Recombinação - A recombinação é o processo inverso à ionização, assim como a relaxação é o processo inverso da excitação. A recombinação ocorre quando a espécies ionizadas colidem com uma superfície, liberando elétrons e neutralizando-se de acordo com os seguintes processos de recombinação como descrito nas equações de 10 a 12:



Dissociação - Neste processo ocorre à ruptura de uma molécula, pela colisão com os elétrons no plasma. Dependendo da energia do elétron

poderá ocorrer a formação de espécies neutras, excitadas ou ionizadas. Para o caso particular do nitrogênio, tem-se as seguintes reações químicas descritas pelas seguintes equações dadas de 13 a 15:



2.2.4 Reações do plasma com a superfície

É na região catódica onde acontece a maioria dos fenômenos que ocorrem na superfície de um sólido. Com a queda de potencial na região catódica, os íons são acelerados na direção do catodo e com isso adquirem energia suficiente para causar modificações na superfície. Os íons ao colidirem com a superfície do catodo geram uma serie de fenômenos, como pode ser visto na FIGURA 3. Dentre essas modificações podem ser destacar as seguintes:

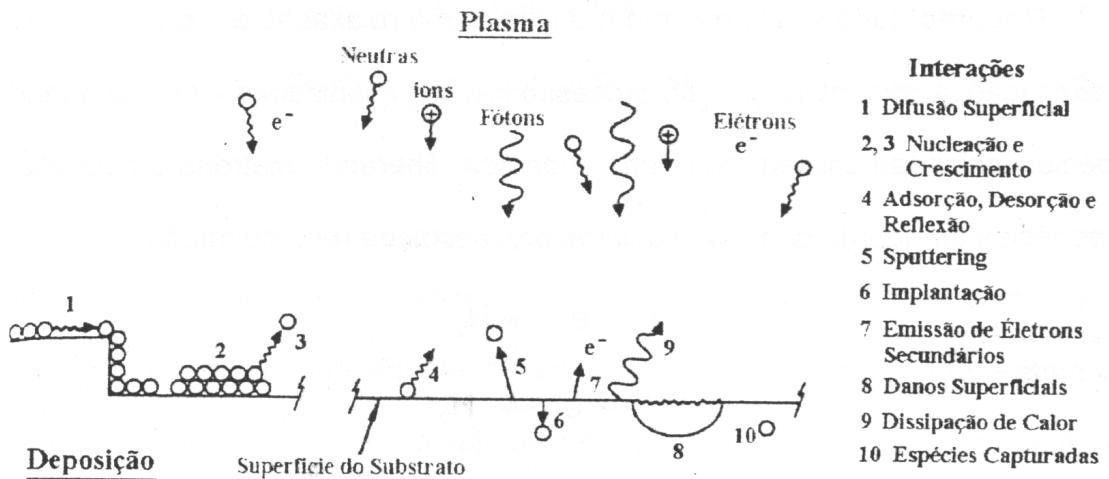


Figura 3 – Interações na superfície do sólido exposta à descargas luminosas. O lado direito da Figura indica os eventos gerais que acontecem, enquanto que o lado esquerdo indica o fenômeno encontrado na deposição [3].

Difusão superficial – a transferência de momento das partículas para a superfície do sólido, durante o bombardeio, pode resultar no aquecimento, na geração de defeitos e na interação de fônons existentes na superfície e em regiões próximas. Por estes modos de transferência de energia, a difusão superficial aumenta, até mesmo para baixas energias de partículas (< 10 eV). Outros fatores ligados à difusão superficial são as mudanças morfológicas induzidas pelo bombardeamento de partículas, que resultam em uma alteração na rede cristalina e na microestrutura da superfície. Dependendo da energia e da dose aplicada podem ocorrer defeitos na estrutura, afetando a cristalinidade da superfície. Para baixas energias (≈ 10 eV) a incorporação e o aprisionamento de partículas predominam, enquanto que para altas energias (≈ 100 eV) ocorre a aleatoriedade das orientações na superfície [3].

Implantação – as partículas podem penetrar na superfície do material, onde permanecem implantadas. Este fenômeno está relacionando

com a criação de locais de adsorção. Um aumento na probabilidade de incorporação dependerá do resultado da energia cinética associada com a reatividade química das espécies energéticas. Tal processo necessita de íons de média a baixa energia (de 50 a 500 eV), e é utilizado extensivamente na dopagem de materiais, para a produção de circuitos integrados. Nos tratamentos termoquímicos, este processo é pouco usado, devido à baixa energia dos íons.

Emissão de elétrons secundários – a colisão de partículas energéticas na superfície de um material pode produzir a ejeção de elétrons, que geralmente são chamados de elétrons secundários. Estes elétrons são acelerados em direção ao plasma, devido ao campo da bainha catódica. A emissão de elétrons secundários é consequência do bombardeio de elétrons, íons, fótons e espécies neutras; cada um terá um coeficiente de elétron secundário diferente e uma dependência de energia diferente, sendo:

Bombardeamento por elétrons – os elétrons primários que atingem a superfície do sólido são muitas vezes elástica ou inelasticamente espalhado[16]. Alguns penetram no sólido liberando elétrons secundários, desde que a energia do elétron primário seja maior que a função trabalho do sólido.

Bombardeamento por íons – para que haja emissão de elétrons secundários da superfície pelo bombardeio iônico, a energia cinética deve ser duas vezes maior que a função trabalho do metal. O coeficiente de emissão de elétrons secundários para este bombardeio é dado pelo símbolo γ_i , que é muito dependente das condições da superfície do material (grau de contaminação) [16].

Bombardeamento por espécimes neutras – quando íons energéticos colidem com partículas neutras, elasticamente ou com troca de carga, há um aumento na energia destas partículas, suficiente para causar a emissão de elétrons secundários, durante o bombardeamento da superfície.

Bombardeamento por fótons – a ejeção de elétrons devido ao bombardeamento por fótons é conhecida como foto-emissão. Para metais puros, a taxa de emissão depende da função trabalho do metal, isto é, da energia de ligação dos elétrons livres com o metal. As taxas de emissões fotoelétricas para muitos metais puros são da ordem de 10^{-4} a 10^{-3} elétrons por fóton, próximo da frequência do visível até o ultravioleta.

A somatória dos diferentes processos de bombardeamento descritos acima dá o coeficiente total de emissão de elétrons secundários.

Sputtering – é um processo de desarranjo e ejeção de átomos da superfície de um sólido (de mesmo ou de diferente tipo de material), devido à transferência de momento e das colisões em cascata associadas ao bombardeamento da superfície por partículas energéticas. Para que ocorra sputtering na superfície de um material é necessário que a partícula incidente tenha energia igual ou maior que a energia de ligação do átomo, na superfície.

De um modo geral, o sputtering da superfície de um sólido depende das massas relativas das partículas incidentes e as do alvo (catodo), da energia da partícula e do seu ângulo de incidência, da estrutura cristalográfica e da morfologia do material do alvo, e da pressão do gás [3,4].

Dissipação de calor – durante o bombardeamento da superfície por íons ou por partículas neutras, uma grande porcentagem da energia dessas

partículas é transferida para o catodo na forma de calor, não sendo necessário o aquecimento externo. Esta energia é usada, em parte, para aquecer e manter a temperatura de tratamento, enquanto que a outra parte é dissipada por condução, convecção e principalmente por radiação para as paredes na câmara. O calor total liberado, Q_t , é dado pela equação 16:

$$Q_t = mc \frac{\Delta T}{\Delta t} + Q_c + Q_{cv} + Q_r \quad (16)$$

onde m e c são a massa e o calor específico do material, respectivamente e $\Delta T/\Delta t$ é a taxa de aumento de temperatura em função do tempo. Os demais parâmetros Q_c , Q_{cv} e Q_r são as quantidades de calor perdidas para as paredes da câmara por condução, convecção e radiação, respectivamente. Quando a temperatura de tratamento é atingida, $\Delta T=0$, a energia térmica Q_t é dissipada para as paredes da câmara. A eficiência da energia de aquecimento pelo processo por plasma é dada pela equação 17 [3,4,35]:

$$\eta = \frac{Q}{W} \quad (17)$$

onde Q é a quantidade de calor perdida para o aquecimento do catodo e W é a potência fornecida pela descarga, dada pelo produto da voltagem entre os eletrodos e a corrente que passa entre eles.

Estes tipos de interações do plasma com a superfície permitem a formação de uma camada superficial totalmente diferente do substrato, que

no caso da nitretação e carbonitretação dos aços consiste de nitretos e carbonetos, γ' -Fe₄N, ϵ -Fe₃N e ϵ -Fe₂₋₃(N, C), que são os componentes decisivos para a obtenção de melhores propriedades mecânicas e tribológicas [22].

2.4 Vantagens e desvantagens da nitretação iônica

O referido processo, quando comparado aos convencionais de nitretação (gás e banho de sal), oferece tanto um controle mais preciso do fornecimento de nitrogênio à superfície da peça, como a habilidade de selecionar uma camada monofásica ϵ ou γ' , que são escolhidas, dependendo da aplicação, ou para prevenir a formação de uma mistura destas fases, denominada camada branca.

Outras vantagens da nitretação iônica são:

- **Tempo de tratamento** menor, quando comparado com os processos convencionais. Para uma nitretação gasosa de 40 a 60 horas, obtém-se a mesma espessura de camada para a nitretação iônica em um tempo aproximado de 20 horas, utilizando a mesma temperatura de tratamento.
- **Reprodutibilidade** segura do processo devido à flexibilidade no controle de seus parâmetros.
- **Baixa temperatura de tratamento** (< 375°C), na qual é possível a operação do processo, evitando distorções da peça, que ocorrem normalmente nos tratamentos a maiores temperaturas.

- **Uniformidade da espessura da camada** nitretada, devido ao tratamento homogêneo em toda área superficial, até em pequenos furos e fendas, evitando o superaquecimento.
- **Economia** de energia e do gás utilizado em relação a outros processos convencionais. Na nitretação iônica utiliza-se uma baixa pressão (1 a 10mbar) e um fluxo relativamente baixo, economizando o consumo de gás. Há redução do consumo de energia, devido ao aquecimento apenas da peça e não de todo o forno, como ocorre nos fornos resistivos.
- **Facilidade na nitretação de partes da peça**, utilizando uma proteção de cobre ou estanho sobre a região onde não se deseja realizar o tratamento.
- **Facilidade de automação** dos equipamentos do tratamento por nitretação, assegurando melhor controle dos parâmetros do processo e resultando em maior confiabilidade e reprodutibilidade.

Entretanto desvantagens existem no processo, e são listadas abaixo:

- **Efeito do catodo oco**, este efeito ocorre em peças que possuem uma geometria complexa. Ele se baseia no aumento da densidade de plasma em algumas regiões que possuem pequenos furos ou concavidades que leva a um aumento da concentração de elétrons secundários nestas regiões. Este aumento de densidade afetará a temperatura da peça. Este efeito é quase sempre indesejável porque leva a um maior aquecimento nas partes da peça que possuam geometria complexas. Em um tratamento de nitretação em peças com pequenos furos (5 mm), a diferença de temperatura entre partes planas e o fundo do furo pode chegar a 100°C [34,35].

• **Efeito da razão Área/Volume** é um outro efeito igualmente indesejável na nitretação de peças, e consiste no superaquecimento em partes da peça que possuam uma maior relação entre a área superficial e o volume (A/V). Diferentemente dos métodos de aquecimento convencionais, na nitretação iônica a energia para aquecimento da peça é cedida através do bombardeamento de íons e espécies neutras energéticas na superfície da peça. A eficiência deste mecanismo pode chegar até a 90% e depende exclusivamente da pressão e composição do gás [36]. A densidade de potência na superfície da peça não é constante. Ela depende significativamente da densidade de corrente por sua vez está relacionada com a geometria da peça [35]. Como a temperatura de uma determinada área da peça é estabelecida pelo equilíbrio entre a potência fornecida pelo bombardeamento e a potência dissipada por condução, convecção e radiação. Espera-se que, numa peça que possua partes com razões A/V diferentes, haja um superaquecimento naquela área com maior razão A/V . Este caso é ilustrado na FIGURA 4. Esta figura contém uma peça única com diferentes razões A/V . A parte inferior possui um volume de aproximadamente três vezes maior do que o volume da parte superior. Entretanto, a área superficial da parte inferior é apenas ligeiramente maior que a área da parte superior, assim, tem-se que a potência fornecida para as duas partes é aproximadamente a mesma, entretanto, a potência dissipada, principalmente por condução através da peça será bem diferente [35,37]. Haverá então um superaquecimento da parte superior da peça.

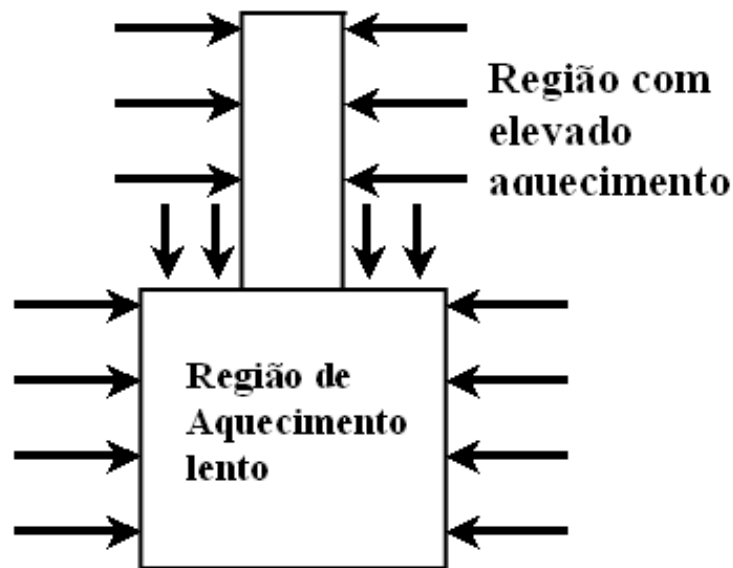


Figura 4 - Aquecimento diferenciado em suas partes. Possui uma razão A/V diferente entre a parte superior e inferior [37].

• **Aberturas de arcos catódicos** – Quando peças de geometrias complexas como microprojeções, pontas, cantos, arestas, furos, contaminantes adsorvidos, etc. [3] são nitretados, haverá normalmente um confinamento de plasma nestas regiões. Se este confinamento gerar uma densidade de corrente superior àquela existente na descarga anômala, haverá a abertura de arcos [4,34,35]. Quando o arco é aberto, haverá uma queda de potencial e, como este novo potencial é normalmente inferior à tensão de ruptura, o plasma se extinguirá. Por outro lado, se o equipamento for de alta potência, haverá uma fusão localizada, que poderá danificar as peças ou a própria câmara [37]. Em aplicações industriais, como matrizes, bicos de injeção, virabrequins, pinhões, entre outros são suscetíveis aos efeitos de superaquecimento e abertura de arcos se a fonte de potência utilizada for de tensão contínua [3,35].

- **Penetração do plasma em pequenos furos** – Ao nitretar peças com furo, existirá um limite de diâmetro abaixo do qual não penetrará. Neste caso, a parte interna do furo não será nitretada. Este limite de diâmetro é de aproximadamente duas vezes a largura da bainha catódica [34,38]. Para evitar nitretar qualquer que seja o diâmetro do furo, pode-se variar a pressão até um valor tal que a largura da bainha tenha um valor no qual não existirá penetração de plasma no furo [35].

A maioria das desvantagens que existem no processo já possui soluções [33, 37]. Para isso, altos investimentos em equipamentos eletrônicos de baixa e alta potência são necessários, tornando o equipamento muito caro.

3. FADIGA DOS METAIS

3.1 Introdução

De acordo com a definição da norma ASTM E 1150, o mecanismo de fadiga é definido como um “processo de mudança estrutural permanente, localizada e progressiva que ocorre em um material submetido a condições que produzem tensões e deformações flutuantes em algum ponto (ou pontos) e que podem culminar em trincas ou fratura completa, após um número suficiente de flutuações”. Um material submetido a um carregamento em fadiga pode fraturar em níveis de tensão muito mais baixos do que se estivesse submetido a um carregamento monotônico. As origens destas flutuações de tensão e/ou deformação podem ser as mais diversas, tais como mecânica, térmica ou vibratória, e o fenômeno é responsável pela grande maioria das falhas que ocorrem em componentes estruturais [12].

A fadiga tornou-se progressivamente importante à medida que a tecnologia desenvolveu um número maior de equipamentos, tais como automóveis, aviões, compressores, bombas, turbinas, etc., sujeitos a carregamentos repetidos e a vibração [11]. O estudo da fadiga dos metais tem envolvido pesquisadores de diferentes áreas de atuação tais como engenheiros mecânicos, engenheiros de materiais, físicos, matemáticos e químicos há mais de 150 anos e a cada dia o estudo deste mecanismo de falha adquire mais importância [12].

3.2 Ciclos de tensões

A princípio, serão definidos os tipos gerais de tensões flutuantes que podem levar à fadiga. A FIGURA 5 ilustra ciclos típicos de tensões em fadiga. A FIGURA 5(a) ilustra um ciclo de tensão alternada cujo formato de onda é senoidal. Esta é uma situação idealizada que pode ser produzida por uma máquina de fadiga rotativa e que, em serviço, pode ser comparada a um eixo rotativo operando a uma velocidade constante e sem sobrecargas. Para este tipo de sollicitação, as tensões máximas e mínimas são iguais e de sinais opostos [11]. Um ciclo de tensão flutuante pode ser devido a duas componentes, ou seja, uma tensão média, σ_m , e uma componente de tensão alternada, σ_a . Deve-se considerar também o intervalo de tensões σ_r . O intervalo de tensões é a diferença algébrica entre as tensões máxima e mínima em um ciclo, dada pela equação 18 [30,31]:

$$\sigma_r = \sigma_{m\acute{a}x} - \sigma_{m\acute{i}n} \quad (18)$$

A tensão alternada é, então, a metade do intervalo de tensões, mostrada na equação 19:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_r}{2} \quad (19)$$

A tensão média é a média algébrica das tensões máxima e mínima no ciclo, mostrada pela equação 20:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{m\acute{a}x} + \sigma_{m\acute{i}n}}{2} \quad (20)$$

Também é definida a razão de tensão, R, demonstrada pela equação

21:

$$R = \frac{\sigma_{m\acute{a}x}}{\sigma_{m\acute{i}n}} \quad (21)$$

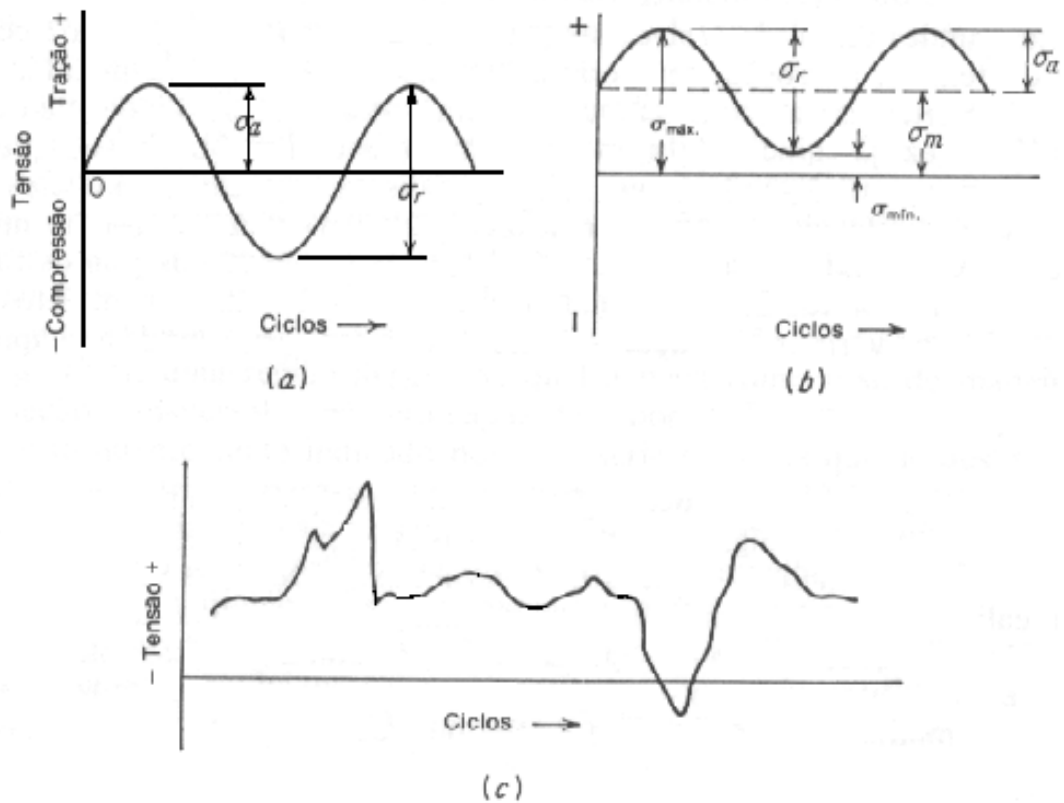


Figura 5 - Ciclos de tensão típicos em fadiga (a) Tensão alternada; (b) tensão flutuante; (c) ciclo de tensão aleatório ou irregular [11].

No caso da FIGURA 5(a), $\sigma_{m\acute{a}x} = -\sigma_{m\acute{i}n}$ e, portanto, $R = -1$ e $\sigma_m = 0$.

Entretanto, existem muitas situações em que a tensão média pode ser

diferente de zero. Este tipo de carregamento pode ser encontrado, por exemplo, em parafusos protendidos de equipamentos, tais como em carcaça de bombas ou redutores. Neste caso, o parafuso é tensionado para o aperto da porca e as tensões flutuantes que decorrem da operação se sobrepõem à tensão de aperto, resultando em um ciclo de tensão similar ao da FIGURA 5(b) [12].

Em várias outras situações de engenharia, os materiais podem estar sujeitos a ciclos aleatórios de tensão, tais como em asas de aviões ou em pontes nas quais trafegam veículos de diferentes pesos. A FIGURA 5(c) mostra um exemplo esquemático deste tipo de carregamento.

O processo de fadiga pode ser dividido em duas etapas básicas: iniciação e propagação de trinca. Ou seja, a vida total em fadiga do componente, N_t , é dada pela soma da vida gasta para iniciar uma trinca, N_i , e a vida despendida na sua propagação até a fratura final, N_p , o que pode ser visto na equação 22:

$$N_t = N_i + N_p \quad (22)$$

A proporção de cada uma das etapas dependerá, essencialmente, do material e das condições de trabalho do componente, tais como tensões aplicadas, acabamento superficial, geometria, meio, temperatura, entre outros.

Os ensaios de fadiga de alto e de baixo ciclo são aplicados para simular situações em que o tempo de iniciação é muito maior do que o de propagação. Este é o tipo de metodologia mais adotada pela indústria automobilística e de boa parte do setor metal-mecânico. Neste caso, o

componente é projetado para sobreviver a uma vida infinita, ou é substituído após um certo número de ciclos, ou assim que uma trinca é detectada [1,30].

Quando o nível de tensão aplicado é muito alto, o tempo de iniciação é curto e a fase de propagação adquire um peso significativo na vida total de um componente. Neste caso, os ensaios de propagação de trinca são mais adequados para descrever a vida em fadiga do material. Entretanto, os ensaios de propagação são mais aplicados para simular situações em que uma trinca longa já esta presente no material e precisa ser monitorada com o decorrer do tempo [12].

3.3 Fadiga de alto ciclo

Wöhler realizou o primeiro estudo da resistência à fadiga dos metais, construindo para isso, uma máquina de ensaio de flexão rotativa. O método utilizado por ele foi variar a tensão aplicada, S , e contar o número de ciclos, N , até a falha, representando seus resultados em um gráfico, hoje conhecido como curva S-N. A tensão aplicada está dentro do regime elástico do material e a vida resultante, ou o número de ciclos para falhar, sendo maior que 10^5 ciclos [30]. Esta metodologia de ensaio é conhecida como fadiga de alto ciclo.

Como pode ser visto na FIGURA 6, o número de ciclos de tensão que um metal pode suportar antes de se romper aumenta com o decréscimo da tensão. A curva S-N torna-se horizontal para uma determinada tensão, abaixo desta tensão limite, chamada limite de resistência à fadiga, o material

pode presumivelmente suportar um número infinito de ciclos sem se romper [1,11]. Para materiais não ferrosos, como alumínio, magnésio e ligas de cobre, apresentam uma curva S-N que decresce continuamente com o aumento do número de ciclos. Estes materiais não apresentam um limite de resistência à fadiga, uma vez que a curva S-N nunca se torna horizontal [31].

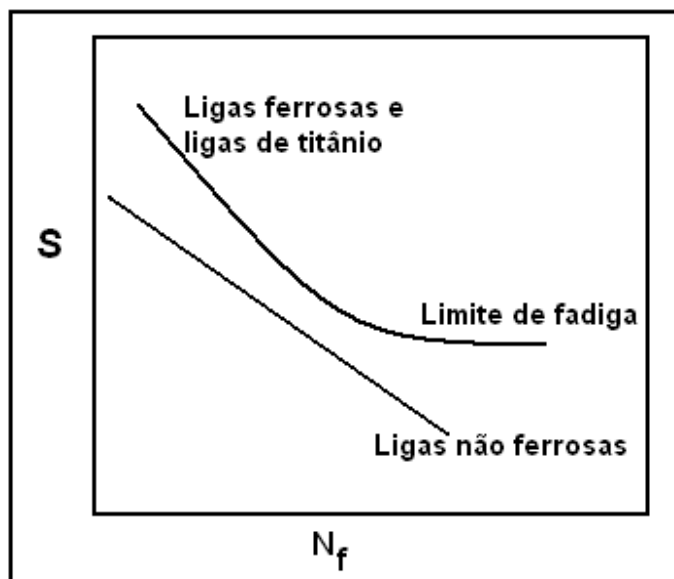


Figura 6 - Curvas S-N típicas para metais ferrosos e não ferrosos [12].

Os ensaios para a obtenção da curva S-N são indicados para caracterizar materiais de componentes sujeitos a tensões máximas nominais abaixo do limite de escoamento do material, tais como eixos [3].

O ensaio de fadiga pode ser realizado sob condições de flexão, torção ou carregamento axial. Os ensaios recebem esses nomes devido ao tipo de carregamento ao qual são submetidos. Dentre estes ensaios, o mais realizado é o de fadiga por flexão rotativa, pois são realizados em máquinas relativamente simples e baratas. A FIGURA 7(a) mostra um tipo de máquina de ensaio de fadiga por flexão com o corpo de prova rotativo. A FIGURA 7(b) demonstra o corpo de prova de fadiga sofrendo flexão enquanto gira assim

como a distribuição das tensões de compressão e tração. Cada ponto da seção reduzida central sofre tensões alternadas de tração e compressão. A aplicação dessa força coloca a pequena seção transversal de menor diâmetro, em um estado de flexão, de modo que a superfície superior está sob tração enquanto a inferior está sob compressão. À medida que o corpo de prova gira pela ação do motor, uma dada posição da superfície do corpo de prova sofre a alternância de estado de tensão de tração máxima para um estado de tensão de compressão máxima [1].

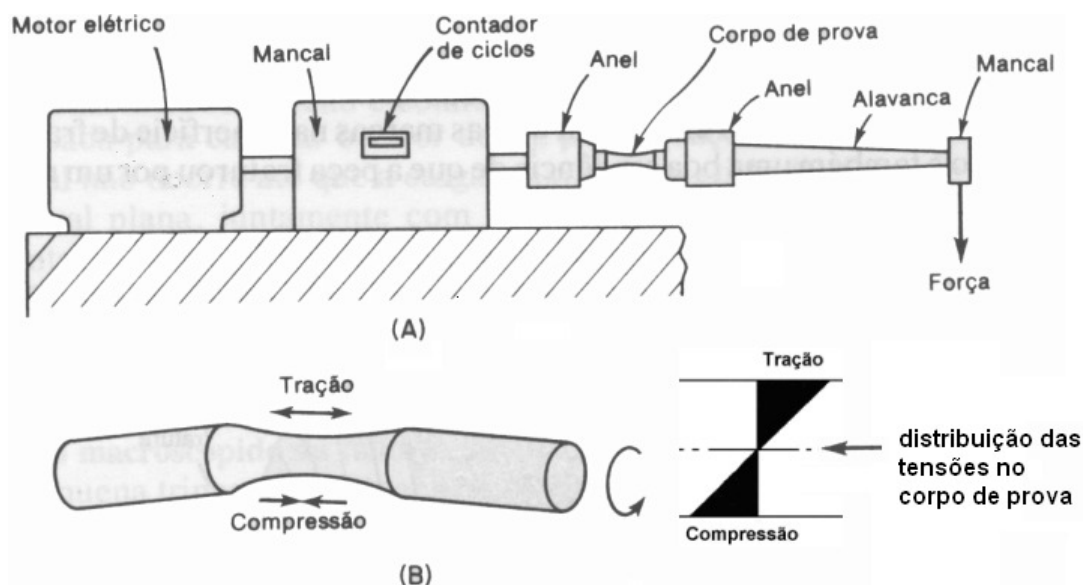


Figura 7 - (a) máquina de ensaio de fadiga com corpo de prova rotativo. (b) corpo de prova de fadiga em flexão enquanto gira [1].

Este ensaio, apesar de simples e barato, possui limitações quanto à aplicação de cargas que podem ser imposta ao material, pois a natureza rotativa do ensaio impõe a condição de $R = -1$. Porém, podem existir situações em que o material está sujeito a uma tensão média diferente de zero, resultando em razões de tensões diferentes de $R = -1$ [11]. Neste caso, o material pode ser ensaiado por flexão de três pontos ou quatro

pontos ou axialmente, em máquinas mais sofisticadas. Os ensaios podem ser realizados sob as mais diversas condições de carregamento, inclusive a altas e baixas temperaturas, e em meios corrosivos, com auxílio de equipamentos auxiliares, como fornos e câmaras ambientais, respectivamente.

A curva S-N dos ensaios de fadiga podem ser linearizadas através de coordenadas bilogárítmicas, com isso estabelece uma lei exponencial de fadiga [12,31], como mostrada na equação 23.

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b \quad (23)$$

onde σ_a é a amplitude de tensão real cíclica, σ'_f é o coeficiente de resistência à fadiga, $2N_f$ é o número de ciclos reversos para falhar e b é o expoente de Basquin ou expoente de resistência à fadiga. Os valores de σ'_f e b são parâmetros característicos de cada material [32].

3.4 Fratura por fadiga

O processo de fadiga é responsável por mais de 80% das falhas de componentes estruturais e, portanto, merece uma especial atenção. A seguir trataremos do mecanismo de fratura por fadiga, dando relevância aos aspectos microscópicos e macroscópicos da superfície de fratura e os principais fatores que afetam a vida em fadiga dos materiais [30].

Conforme as secções anteriores, a vida em fadiga de um material é composta pelos estágios de iniciação e de propagação de trincas. A discussão a seguir terá como base essa divisão.

3.4.1 Iniciação

Geralmente, as trincas de fadiga têm início em superfícies livres, onde não há restrições à deformação do material; entretanto, pode haver formação de trincas no interior do material quando há interfaces envolvidas do tipo camada cementada-metal base, partículas-metal base, além de vazios e bolhas de gases.

Um dos modelos clássicos de iniciação de trinca por fadiga considera que quando um material é carregado, escorregamentos ocorrem nos planos de mais alta tensão cisalhante, formando degraus na superfície do material. No caso de carregamento cíclico, a alternância do carregamento provoca o fenômeno da formação de intrusões e extrusões, conforme esquematizado pela FIGURA 8. Intrusões de bandas de deslizamento são microconcentradores de tensão que podem nuclear uma trinca por fadiga [10].

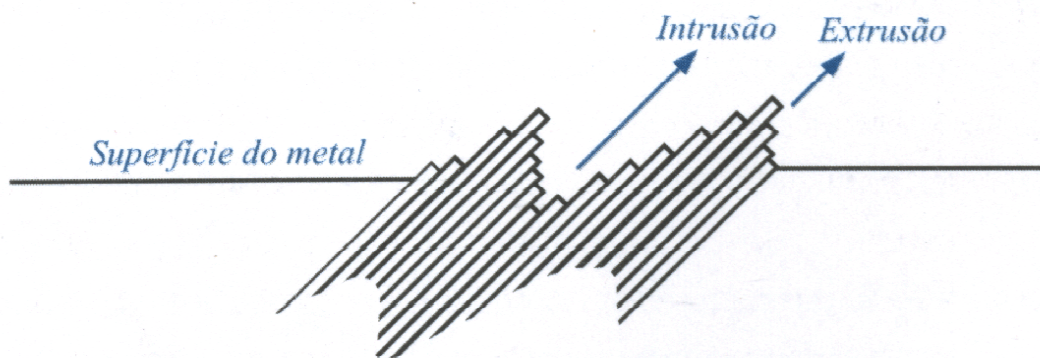


Figura 8 - Representação esquemática de uma intrusão formada por fadiga na superfície de um material metálico [12].

Além do valor da amplitude de tensão aplicada, outros fatores afetam o tempo necessário para a nucleação de uma trinca por fadiga. Dentre eles destacam-se a tensão média ou razão de carga, geometria e acabamento superficial da peça, resistência mecânica do material, presença de tensões residuais e ambiente de trabalho. Boa parte dos dados obtidos na literatura refere-se a ensaios onde a tensão média é zero, ou seja, a razão de carga $R = -1$. Entretanto, na prática, o que se encontra é uma tensão alternada superposta a uma tensão estática. Tensões médias, σ_m , maiores reduzem o tempo de iniciação, pois facilitam o mecanismo de deformação plástica associada a este fenômeno. Em uma curva S-N, pode-se representar por curvas deslocadas para a esquerda e para baixo, conforme se observa na FIGURA 9.

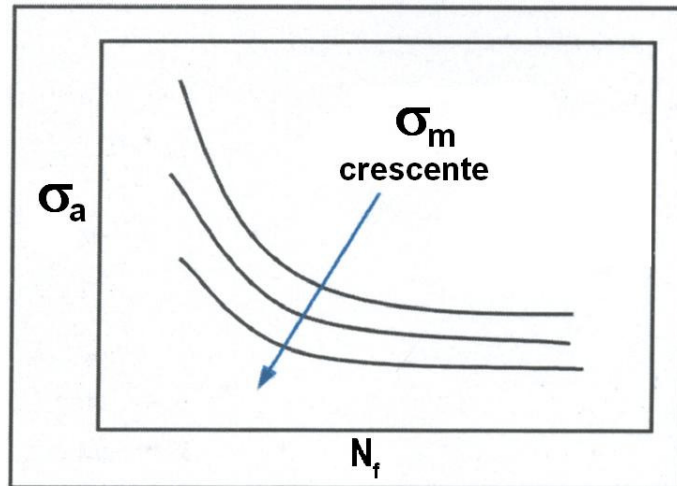


Figura 9 - Influência da tensão média nas curvas S-N [12].

O mecanismo proposto na FIGURA 8 é adequado para explicar fenômeno de iniciação de trincas em corpos de prova ou componentes polidos, sem a presença de descontinuidades geométricas. Entretanto, componentes reais apresentam degraus na superfície, entalhes, defeitos e microconstituintes que atuam como concentradores de tensão, tais como riscos, contornos de grãos, marcas de usinagem, inclusões, poros, os quais, individualmente ou em conjunto, podem reduzir o tempo de iniciação [12].

Como este processo depende essencialmente da operacionalidade dos mecanismos de deformação plástica, materiais com resistência mecânica alta apresentam maior resistência à nucleação de trinca por fadiga. Neste sentido, vários processos de endurecimento superficial são utilizados com o objetivo de aumentar a dureza superficial proporcionando um reforço ao material para aumentar a sua vida em fadiga, retardando com isso o tempo de nucleação de trincas [11].

Esses tratamentos superficiais podem ser divididos em dois grupos: os que envolvem modificações químicas ou metalúrgicas, tais como

cementação, nitretação e endurecimento por chama e indução e os que envolvem processos de deformação a frio, tais como o roleteamento e o jateamento de granalhas [30,13]. Componentes mecânicos que necessariamente apresentam concentradores de tensão, tais como eixos, virabrequins, engrenagens e parafusos, podem ser submetidos a estes tipos de tratamentos, com o objetivo de aumentar o limite de resistência à fadiga do material. A FIGURA 10 mostra uma micrografia da seção transversal de um parafuso, cuja rosca foi conformada pelo processo de roleteamento, mostrando a deformação dos grãos superficiais devido à deformação mecânica imposta. Neste caso, além de aumentar a resistência mecânica e dureza superficial, o processo evita a introdução indesejável de riscos de usinagem.

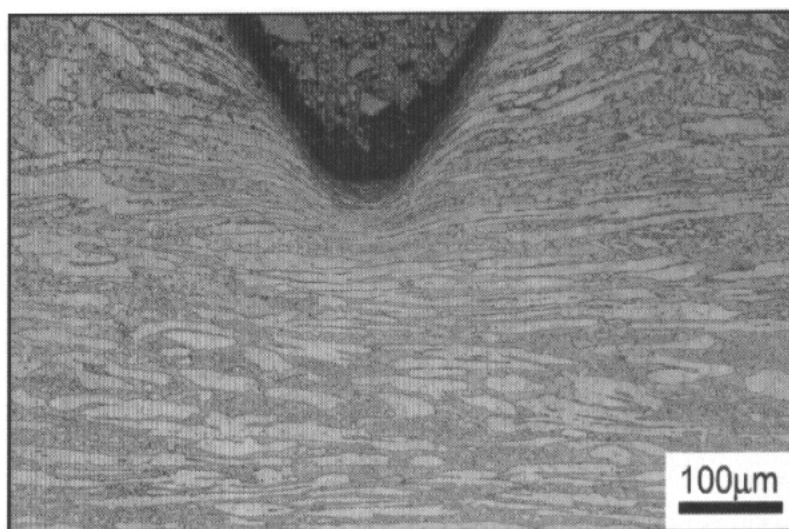


Figura 10 - Micrografia ótica da seção transversal de um filete de rosca de parafuso conformado por roleteamento. O material é um aço inoxidável duplex [12].

A FIGURA 11 mostra um exemplo do efeito benéfico causado pelo processo de tratamento superficial de nitretação a plasma e carbonitretação

em aço inoxidável austenítico AISI 316. Observa-se que, para obter-se uma mesma vida em fadiga, a tensão aplicada para os corpos de prova não tratados é bem inferior, quando comparados a corpos de prova nitretado e carbonitretado [32].

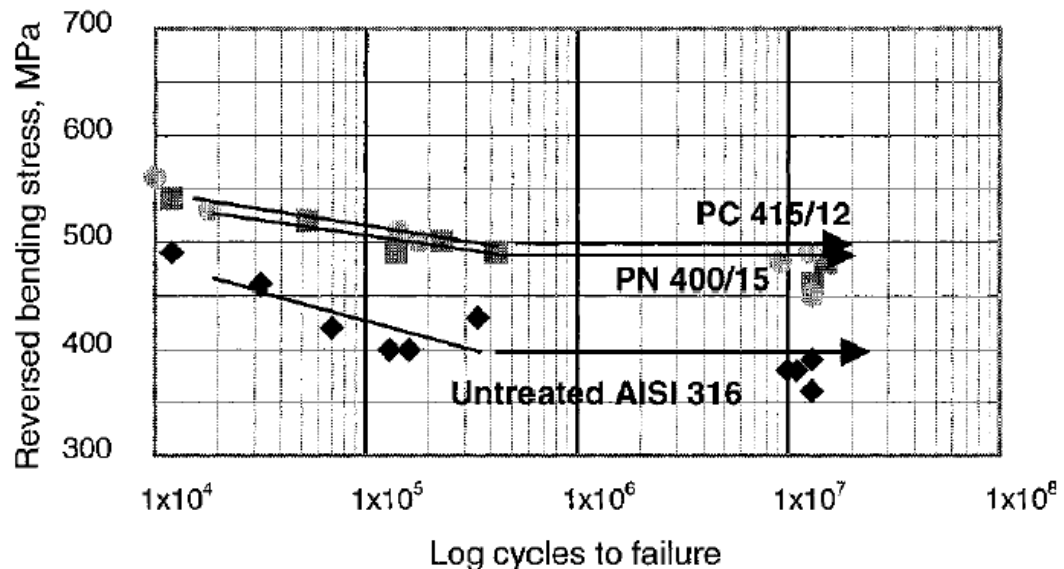


Figura 11 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para corpos de prova de aço AISI 316 nas condições: não tratado, nitretado a 400°C, com uma pressão de 4 mbar, uma mistura gasosa de 75%vol.H₂ e 25%vol.N₂ durante 15 horas e carbonitretado a 415°C, com uma pressão de 4 mbar, uma mistura de 98%vol.H₂ e 2%vol.CH₄ durante 12 horas [32].

Um parâmetro importante da nitretação iônica que influencia no retardo do processo de iniciação de trinca, e conseqüentemente, na vida em fadiga, é a temperatura de tratamento. Pode-se observar na FIGURA 12 que a vida em fadiga do aço AISI 316 nitretado a uma temperatura de 520°C é maior que a 400°C, mantendo-se constante para ambas temperaturas o tempo de tratamento de 15 horas, mistura gasosa de 75%vol.H₂ e 25%vol.N₂ e uma pressão de 4 mbar. A diferença entre os limites de fadiga do aço AISI 316 nitretado a 520°C e 400°C ocorre devido à presença de diferentes fases

que constituem a camada nitretada. A 520°C a camada nitretada possui a fase “S” e CrN tendo dureza de 1200 HV e espessura de 100 µm. Já para a temperatura de 400°C ocorre apenas a formação da fase “S”, com dureza de 850 HV e espessura de 20 µm [43]. É importante ressaltar que, para os aços inoxidáveis austeníticos nitretados a uma temperatura superior a 450°C, ocorre a precipitação do cromo, formando a fase CrN, o que torna a camada menos resistente a corrosão, como ilustra a FIGURA 12 [42,43]. Observa-se na FIGURA 13 que a camada nitretada, formada a uma temperatura de 520°C, sofreu corrosão após o ataque químico do reagente utilizado para revelar a microestrutura do material após o tratamento, demonstrando que a camada nitretada perde resistência a corrosão.

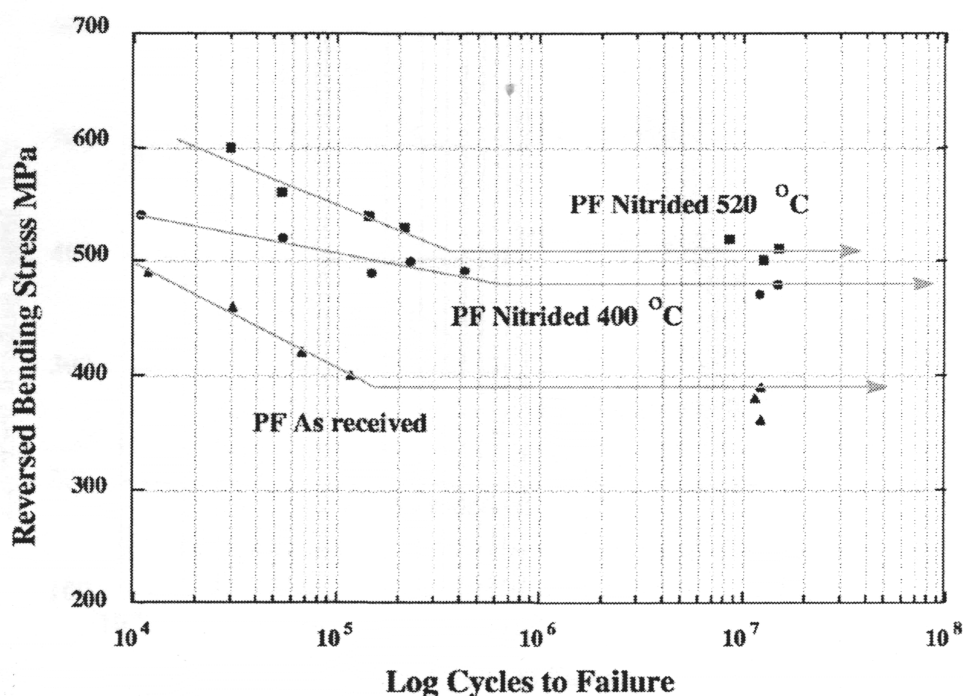


Figura 12 – Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para corpos de prova de aço AISI 316 nas condições: não tratado, nitretado a 400°C e 520°C [43].

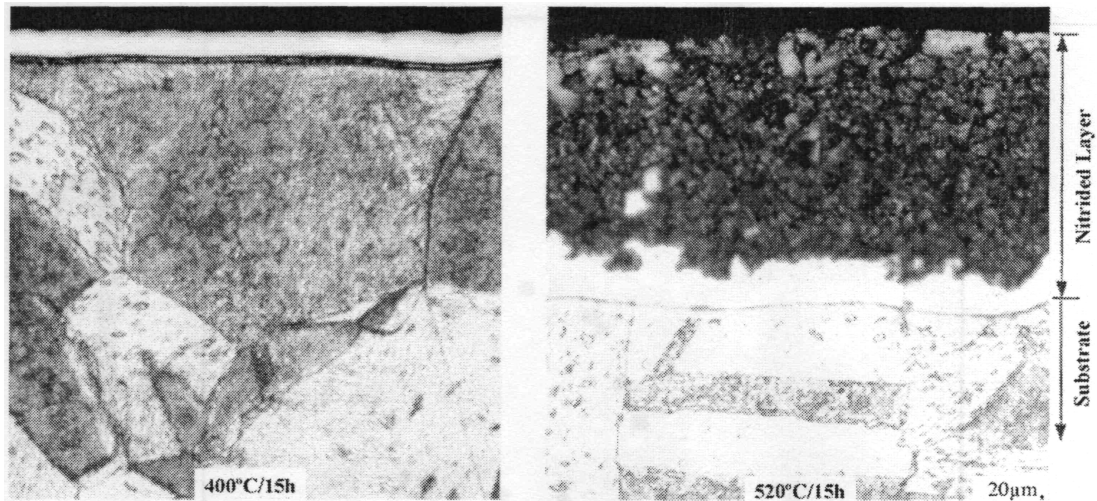


Figura 13 – Metalografia do aço AISI 316 nitretado a 400°C e 520°C [43].

Os processos de tratamento superficial possuem um outro efeito benéfico nas propriedades de fadiga que consiste na introdução de tensões residuais compressivas na superfície do material. Desde que o material permaneça dentro do regime elástico, o princípio de superposição de tensões pode ser aplicado ao material com tensões residuais. Desta forma, a tensão efetiva, S' , é obtida somando-se a tensão aplicada, S , a tensão residual, σ_{res} , como mostra a equação 24:

$$S' = S + \sigma_{res} \quad (24)$$

Da mesma forma, os valores efetivos de tensões máximas e mínimas podem ser definidos, respectivamente, como mostram as equações 25 e 26:

$$S'_{max} = \sigma_{max} + \sigma_{res} \quad (25)$$

$$S'_{min} = \sigma_{min} + \sigma_{res} \quad (26)$$

Conseqüentemente, os valores de amplitude de tensão, tensão média e razão de tensão efetiva, na presença de um campo de tensões residuais, são dados, respectivamente, pelas equações de 27 a 29:

$$S'_a = \frac{S'_{\max} - S'_{\min}}{2} = \frac{(\sigma_{\max} + \sigma_{res}) - (\sigma_{\min} + \sigma_{res})}{2} = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} = \sigma_a \quad (27)$$

$$S'_m = \frac{S'_{\max} + S'_{\min}}{2} = \frac{(\sigma_{\max} + \sigma_{res}) + (\sigma_{\min} + \sigma_{res})}{2} = \sigma_m + \sigma_{res} \quad (28)$$

$$R' = \frac{S'_{\min}}{S'_{\max}} = \frac{\sigma_{\min} + \sigma_{res}}{\sigma_{\max} + \sigma_{res}} \quad (29)$$

Portanto, a presença de um campo de tensões residuais não provoca alterações na amplitude de tensão, mas afeta a tensão média e a razão de carregamento. Uma tensão residual compressiva na superfície do material reduz a tensão média e a razão de tensão, aumentando o tempo necessário para a nucleação de uma trinca no material. Em alguns casos, quando altas tensões compressivas estão presentes próximas à superfície do material, como, por exemplo, em materiais submetidos a jateamento ou roleteamento, ou a um tratamento térmico superficial, uma trinca pode ser nucleada em regiões sub-superficiais, onde a deformação plástica gerada pelo tratamento da superfície e o nível de tensão residual compressiva são menores [12]. A FIGURA 14 mostra um exemplo de nucleação de trinca sub-superficial para um ferro fundido nodular submetido ao processo de roleteamento e ensaiado sob condições de fadiga por flexão rotativa.

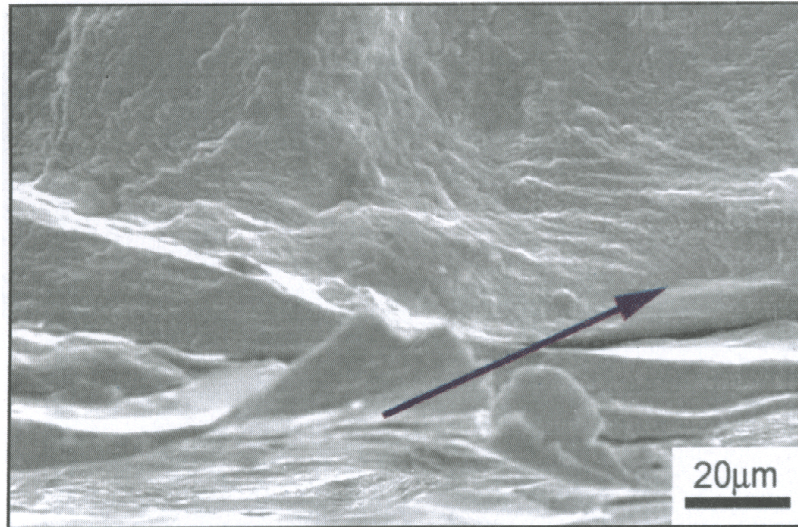


Figura 14 - Local da nucleação de trinca por fadiga, indicado pela seta, localizado abaixo da superfície, em um ferro fundido nodular submetido a roleteamento [30].

Fatores ambientais, tal como meios corrosivos ou alta temperatura, afeta significativamente a nucleação de trincas por fadiga.

3.4.2 Propagação

O processo de propagação de trincas divide-se em três estágios: estágio I (trincas curtas), estágio II (trincas longas) e estágio III (fratura final).

Macroscopicamente, a superfície de fratura originada pela propagação de uma trinca por fadiga pode ser dividida em duas regiões distintas, conforme mostrado pela FIGURA 15. A primeira região corresponde à propagação estável da trinca por fadiga. Apresenta um aspecto mais polido devido ao atrito entre as superfícies da trinca e muitas vezes apresentam marcas concêntricas que se originam a partir do ponto de nucleação da trinca, chamadas de marcas de praia. Estas marcas são

resultados de paradas ou diminuição na taxa de crescimento da trinca devido a uma eventual queda momentânea da carga, devido a uma sobrecarga que encrua localmente o material, retardando o crescimento. A outra região corresponde à fratura final do material e possui um aspecto mais irregular e fibroso. Nesta região, a fratura pode ser frágil ou dúctil, dependendo das características do material e do nível de carregamento [31]. A proporção entre uma região e outra depende do carregamento aplicado ao componente. Cargas altas resultam em uma pequena área de propagação da trinca por fadiga, como mostrado na FIGURA 15(a). Para cargas relativamente mais baixas o tempo de propagação estável da trinca será maior, diminuindo a fração da área de fratura rápida, demonstrado na FIGURA 15(b).

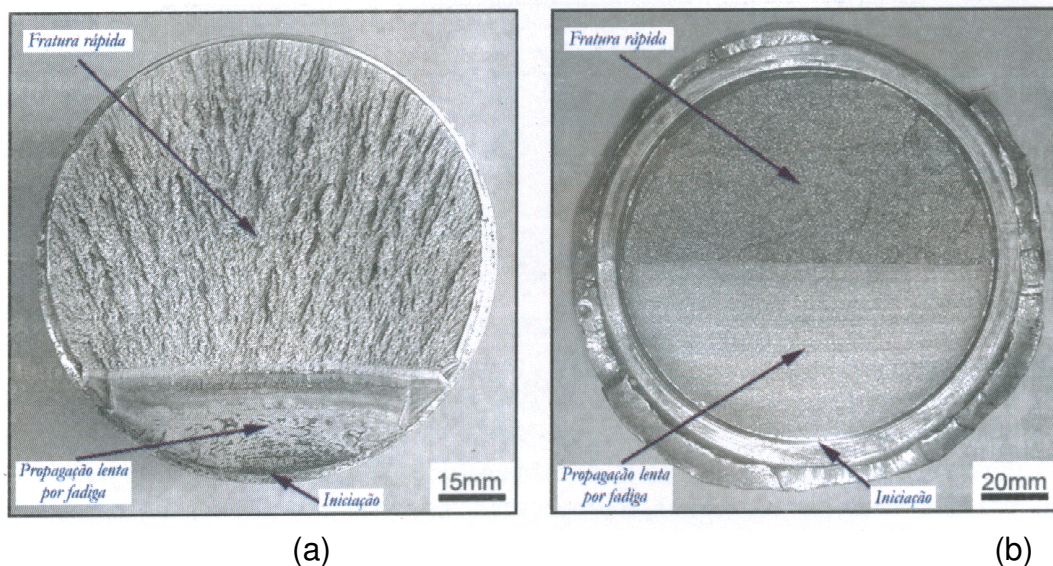


Figura 15 - Superfície de fratura por fadiga: (a) alta carga aplicada e (b) baixa carga aplicada [12].

Outra característica macroscópica pode ser encontrada em superfícies de fratura são as marcas de catraca. Tais marcas surgem

quando ocorre a nucleação de múltiplas trincas no material que, ao se unirem, formam degraus na superfície de fratura. A FIGURA 16 apresenta uma região contendo marcas de catraca de um eixo rotativo do aço AISI 1045 fraturado por fadiga. A contagem de marca de catraca é um indicativo da quantidade de sítios de nucleação de trincas presentes na peça.

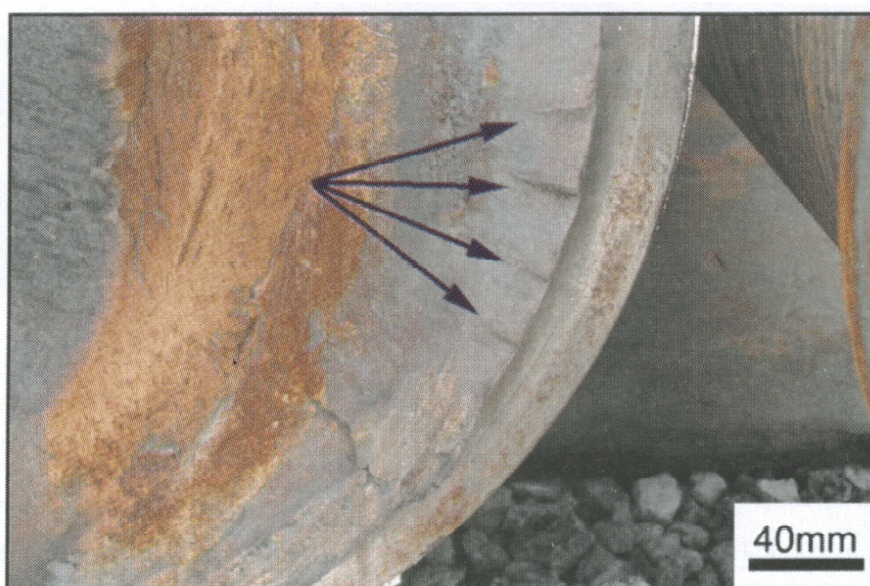


Figura 16 - Eixo AISI 1045 fraturado por fadiga com suas marcas de catraca, indicadas pelas seta [12].

O estágio I de propagação de trincas por fadiga refere-se a fase inicial do processo. Uma vez nucleadas as trincas por fadiga, estas tendem a se propagar inicialmente ao longo dos planos de alta tensão cisalhante, a 45° em relação à direção de aplicação de carga principal [11]. A trinca propaga-se até ser desacelerada por barreiras microestruturais, tais como contornos de grão, inclusões, partículas de reforço ou zonas perlíticas que podem acomodar a direção inicial de propagação. Ao atravessar a barreira, a trinca volta a acelerar até encontrar um novo obstáculo, demonstrado na FIGURA 17. Portanto, o refino de grão é capaz de aumentar a resistência à fadiga do

material, pela criação de uma quantidade maior de barreiras, como contornos de grão, a serem transpostas no estágio I de propagação. Tratamentos mecânicos superficiais, como jateamento e roleteamento, contribuem para a criação de um número maior de barreiras microestruturais por unidade de comprimento, devido ao achatamento dos grãos.

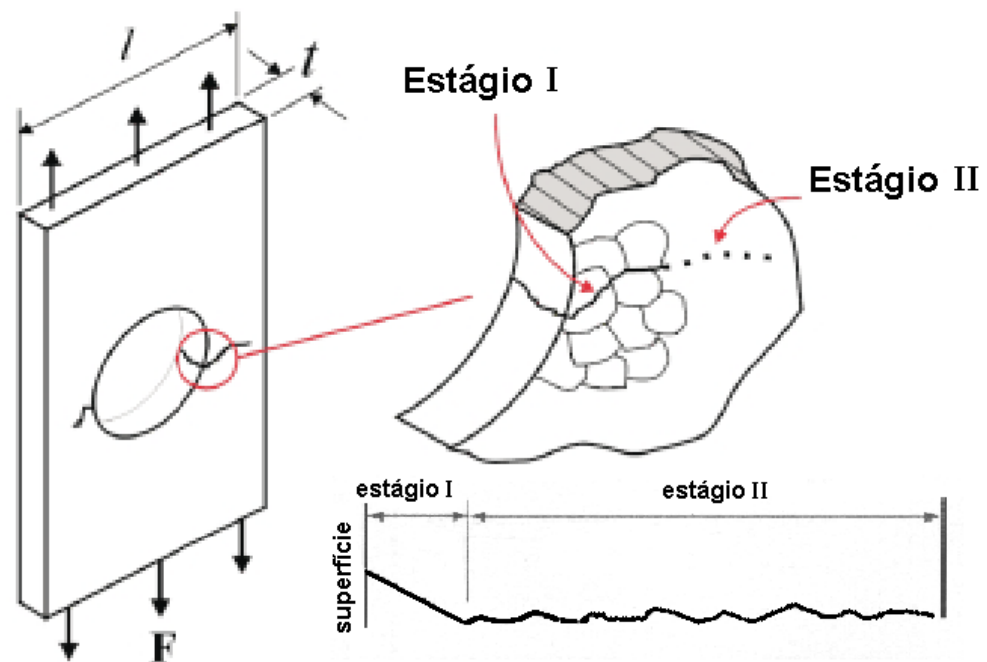


Figura 17 - Estágio I e II de propagação de trinca por fadiga.

À medida que a trinca cresce, o fator de intensidade de tensão aumenta e ocorre uma transição na direção de propagação de 45° para 90° em relação à direção do carregamento, iniciando o estágio II de propagação que é, em geral, menos sensível à microestrutura do que o estágio I de propagação. Uma característica típica do estágio II é a presença de estrias na superfície [11,12]. Cada estria representa a posição sucessiva de uma frente de trinca que avança num plano normal ao da máxima tensão de tração. Em princípio, cada estria foi produzida por um único ciclo de tensões.

A presença destas estrias define, sem dar margem a dúvidas, que a falha foi produzida por fadiga, mas sua ausência não exclui a possibilidade de fratura por fadiga [11].

O estágio II de propagação de trinca ocorre por um processo plástico que torna a ponta da trinca arredondada, o qual é ilustrado na FIGURA 18. No início do carregamento cíclico a ponta da trinca é aguda, FIGURA 18(a). À medida que o esforço de tração é aplicado o pequeno entalhe duplo na ponta da trinca concentra o deslizamento ao longo dos planos que fazem 45° com o plano da trinca, FIGURA 18(b). À proporção que a trinca se alarga para sua extensão máxima, FIGURA 18(c), ela caminha ainda mais por cisalhamento plástico ao mesmo tempo que, sua ponta se torna arredondada. Quando a carga muda para compressão, às direções de deslizamento na extremidade são invertidas, FIGURA 18(d), as faces da trinca são compactadas e a nova superfície da trinca, criada na tração, é forçada para o plano da trinca, FIGURA 18(e), onde é parcialmente dobrada por flambagem formando uma ponta de trinca novamente aguda. Desta forma, a trinca está pronta para avançar e se tornar arredondada no próximo ciclo de tensões [11,30].

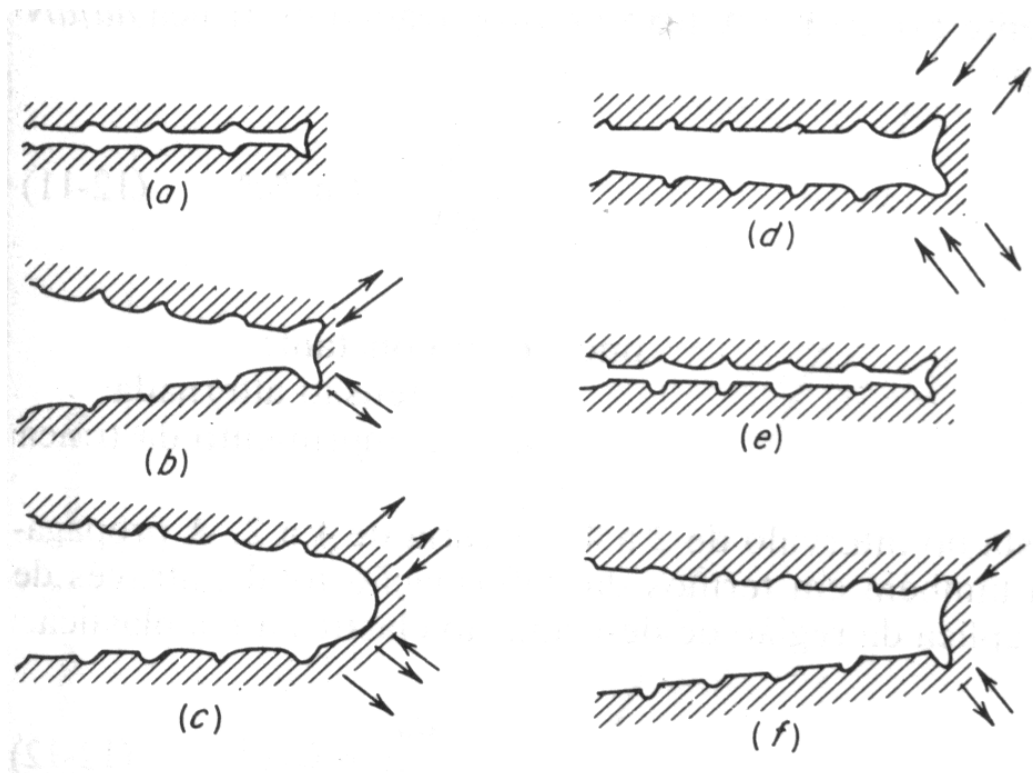


Figura 18 - Processo plástico de alargamento da ponta da trinca para o estágio II de crescimento de trinca por fadiga [11].

3.5 Tensões residuais compressivas

A introdução de campos de tensões residuais compressivas cuidadosamente controladas é um meio potencial de aumentar a resistência à fadiga [32]. Essas tensões residuais podem ser introduzidas utilizando processos tais como, jateamento com granalhas, roleteamento superficial, deformação a frio em furos de prendedores, tratamentos térmicos e tratamentos termoquímicos [10,13]. As tensões compressivas, presentes na superfície da peça exercem um importante papel no aumento da resistência a nucleação de trinca por fadiga em diversos tipos de solicitações cíclicas [6,14,15]. Elas atuam diminuindo as tensões de tração, que ocorrem na

superfície da peça. A presença de tensões residuais compressivas desenvolvidas no volume do material pode também afetar os mecanismos de propagação de trincas por fadiga, diminuindo sua taxa de propagação, ou mesmo ter seu crescimento totalmente inibido [33].

A FIGURA 19 ilustra o efeito resultante da superposição das tensões aplicada e residual [11]. A FIGURA 19(a) mostra a distribuição das tensões de tração e compressão em um eixo sob flexão. A FIGURA 19(b) apresenta o perfil de distribuição típica das tensões residuais de um jateamento com granalhas. A FIGURA 19(c) apresenta o perfil resultante da superposição das tensões aplicada e residual. A tensão residual trativa máxima na superfície é reduzida e seu pico de tensão é deslocado para o interior da peça.

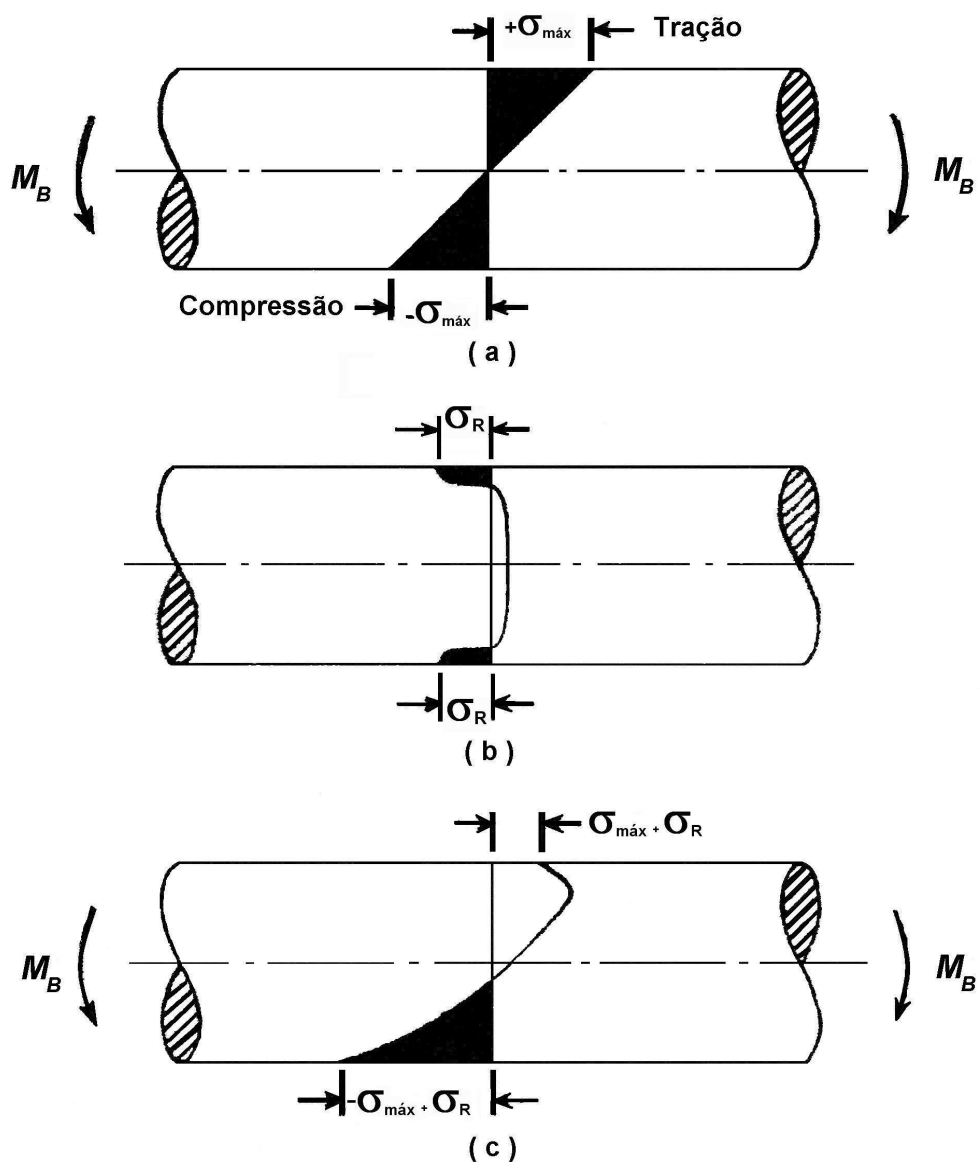


Figura 19 - Efeito de superposição das tensões aplicadas (σ) e residual (σ_{res}): (a) distribuição de tensões em um eixo sob flexão; (b) perfil de distribuição típico das tensões residuais de um jateamento de granalhas; (c) perfil resultante da superposição das tensões aplicada e residual [11].

A seguir será apresentada uma descrição de como surgem as tensões residuais em camadas nitretadas.

3.5.1 Tensões residuais em camada nitretada

As tensões residuais têm sido extremamente estudadas na camada nitretada por causa do seu endurecimento superficial, contudo, um número limitado de trabalhos dão importância a tecnologia das tensões residuais na nitretação com relação a sua formação e constituição. O fato de existir um número pequeno de trabalhos sobre a formação das tensões residuais na camada deve-se ao fato de que o mecanismo de endurecimento da camada nitretada é complexo, principalmente pelo fato da camada nitretada ser constituída por camada composta e camada de difusão. Com isso, o estudo é difícil, e um modelo matemático deve conter inúmeros fatores [34,35].

Os maiores números de dados na literatura são relacionados a tensões residuais na camada de difusão, e geralmente refere-se à nitretação gasosa. São poucos os trabalhos que relacionam tensões residuais e carbonitretação, especialmente para a camada de compostos e a interface entre a camada de difusão e o substrato da matrix do material [34].

Como a camada nitretada é constituída em camada de compostos e camada (ou zona) de difusão, como mostra a FIGURA 20, então será dividida a composição das tensões residuais na camada de compostos e na camada de difusão.

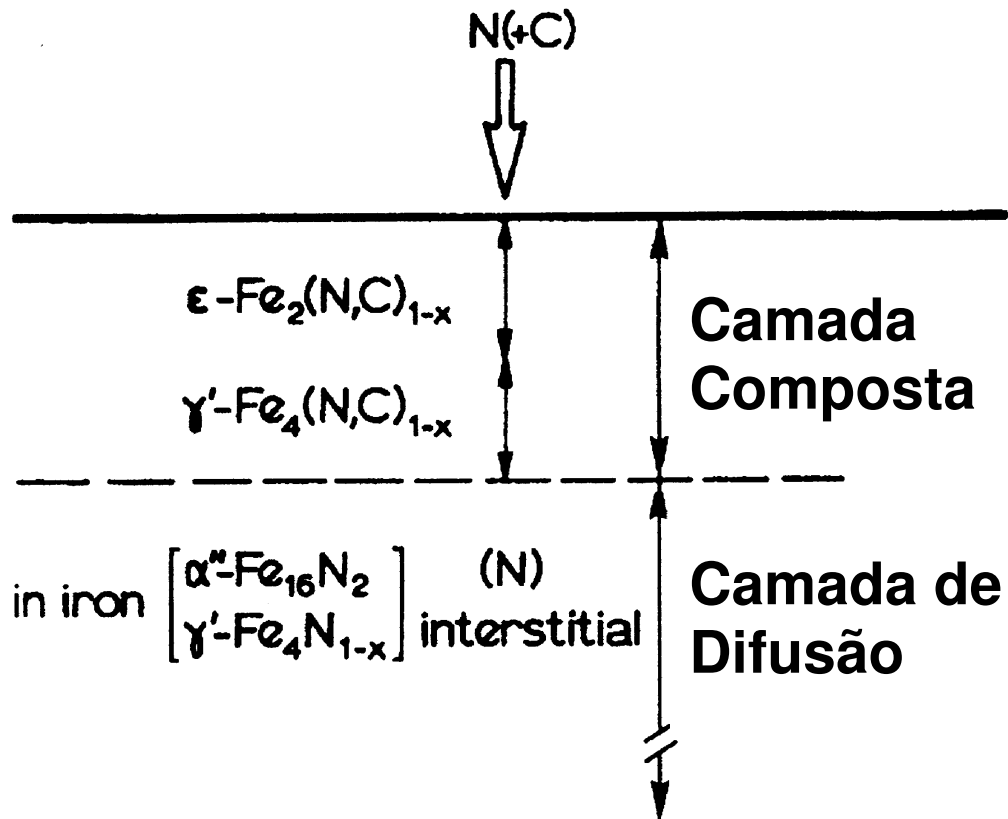


Figura 20 - A camada nitretada de um metal pode ser dividida em camada composta, na superfície, e estando abaixo desta a camada, ou zona, de difusão [35].

3.5.2 Camada composta

Várias teorias relacionam a origem das tensões residuais com a camada de composição, entretanto, as maiores tensões residuais estão localizadas na camada de difusão. Os principais geradores de tensões residuais na camada composta são [34]:

- Mudança da composição química na zona de difusão devido à introdução de nitrogênio intersticialmente.

- Transformação de fases instáveis como γ' -Fe₄N_{1-x} e α'' -Fe₁₆N₂ na zona de difusão e o fenômeno de precipitação de nitretos estáveis como γ' -Fe₄N ou ϵ -Fe₂N.
- Mudança no volume da camada devido a transformações de fases e pelo crescimento de precipitados.
- Efeito térmico devido aos diferentes coeficientes de expansão térmica das diferentes fases presentes durante a formação da camada.

As tensões residuais relacionadas com a formação da camada de compostos são raramente estudadas, contudo o seu efeito no limite de fadiga em elementos de máquina nitretado são expressivos, especialmente se a espessura da camada for comparada com a espessura total de um componente de engenharia para aplicação na mecânica. Estas tensões residuais originam da:

- Mudança no volume durante a formação de diferentes fases na camada composta.
- Tensões internas geradas pela formação da porosidade pelo nitrogênio molecular.

Dependendo dos parâmetros do processo, a porosidade é geralmente associada com o alto potencial do nitrogênio do tipo ϵ na camada composta. Esta porosidade usualmente é concentrada em uma região externa à camada composta, com isso produzindo uma tensão que gera as tensões residuais. Estudos têm mostrado que as tensões residuais compressivas existem na camada composta durante seu crescimento, e essas tensões incrementam durante o resfriamento, em consequência do seu volume ser geralmente mal encaixado devido aos diferentes coeficientes de expansão

térmica da camada composta e da camada de difusão. Essas observações aplicam-se particularmente a estrutura γ' [34]. As tensões residuais internas da camada composta são importantes, principalmente na sua interface devido à alta densidade de deslocação no contorno de grão e a falta de homogeneidade na formação de uma nova estrutura cristalina (ϵ ou γ').

O maior número de dados relacionados às tensões residuais em camada composta são resultados de experimentos utilizando a nitretação gasosa ou nitretação a plasma. Quando consideramos as tensões residuais na camada composta, a estrutura da camada não pode ser omitida devido a seus diferentes nitretos e orientações preferenciais.

Em termos de comportamento em fadiga, um aspecto particular pode ser estabelecido com a penetração da camada composta na matriz, pois elas deslocam o valor máximo da intensidade da força trativa na camada superficial no regime de tração do ensaio fadiga por flexão para o interior da camada, com isso a nucleação de uma trinca deve ocorrer sub-superficialmente [33,34].

Significativas diferenças podem aparecer na estrutura e morfologia da camada nitretada em função do processo tecnológico utilizado. Essas diferenças são reflexos do estado de tensão-deformação da camada. Contudo, é muito difícil obter os valores de tensões residuais compressivas em camada composta em virtude dos vários fatores de tratamento, como a temperatura de tratamento e tempo, que influenciam na formação e constituição dos nitretos, podendo assim ter apenas um tipo de nitreto (monofásica) ou com vários, e isto dificulta a medida do estado de tensão residual da camada [35].

A composição e os parâmetros utilizados durante o tratamento são de grande influência na formação do estado de tensão residual nos aços nitretados. Existe ainda a influência da composição química do aço e também o comportamento do nitrogênio na camada de difusão. Em amostras contendo grandes quantidades de elementos fortemente formadores de nitretos, como o cromo, alumínio e titânio, que produzem alta dureza e altas tensões residuais na camada [34].

3.5.3 Camada de difusão

O mecanismo de nitretação adotado não causa diferença nos fenômenos presentes da camada de difusão em função da técnica utilizada. Devido à baixa solubilidade na matriz, o nitrogênio forma o nitreto Fe_4N ou precipitados no substrato da camada de difusão. A presença de elementos de liga pode modificar a composição dos nitretos, e produzir nitretos com elementos de liga. A temperatura do tratamento tem uma forte influência tanto na estrutura quanto na composição da camada nitretada, mas especificamente na cinética de formação da camada de difusão. As causas de tensões residuais na camada de difusão estão relacionadas à mudança de volume da camada devido [35]:

- Formação de nitretos de ferro na camada composta
- Decomposição do nitrogênio na matrix ferrítica da camada
- Precipitação de diferentes nitretos na camada de difusão

- Contrações térmicas diferentes entre a camada e o substrato durante o resfriamento
- Volume mal encaixado entre a matrix e precipitados, gerando tensões residuais térmicas durante o resfriamento (esse volume mal encaixado é originado dos diferentes coeficientes de expansão térmica dos precipitados e da matrix) [34,35]

É lógico que para aumentar o nível de tensões residuais precisa-se aumentar a quantidade de nitrogênio, desta forma incrementa-se o número e o volume dos precipitados. É importante dar ênfase que as tensões residuais atingem um limite máximo no seu valor, pois ocorre uma saturação na formação de nitretos e de deformações plásticas na camada [35].

Em aços com elementos de liga que são forte formadores de nitretos, como o cromo, alumínio e titânio, tem-se alta dureza e altas tensões residuais na camada nitretada. Pode existir uma correlação direta entre a microdureza da camada de difusão e o nível de tensões residuais [34]. A FIGURA 21 apresenta um perfil da microdureza da camada em relação em relação a seu valor de tensão residual dos aços ferramenta H13 e YAG 300 nitretados à 580°C durante 9 horas. Nota-se que com o decréscimo da microdureza da camada nitretada ocorre uma redução também dos valores de tensão residual.

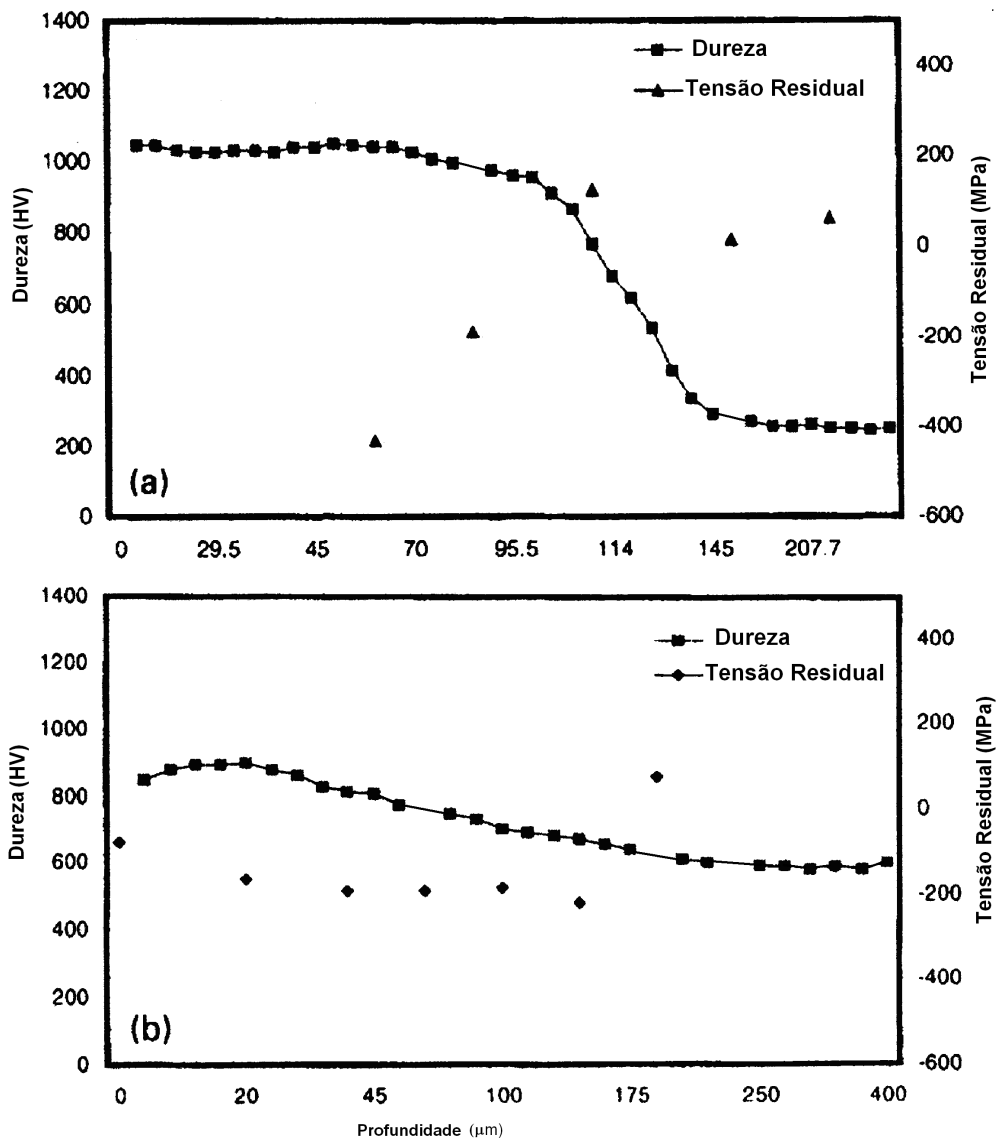


Figura 21 - Correlação entre o perfil de microdureza e de tensão residual da secção transversal da camada nitretada dos aços (a) H13 e (b) YAG 300, nitretados ambos a 580°C durante 9 horas [33].

A temperatura do processo tem um importante efeito na tensão residual, pois esta influência está ligada à taxa de difusão e à formação de diferentes precipitados durante o resfriamento. Medidas de tensão residual durante o processo de nitretação revelaram importantes valores não só da relaxação da tensão, mas da deformação plástica durante a nitretação, além disso, os parâmetros do processo introduzem tensões residuais na camada

composta e de difusão. O processo de resfriamento pode ser considerado um importante passo na geração das tensões residuais na camada composta, em virtude das tensões criadas na camada de difusão durante a nitretação [34,35]. A FIGURA 22 mostra a influência geral da temperatura do tratamento e o valor da tensão residual. As linhas tracejadas indicam os valores médios da temperatura e da tensão residual ao longo da camada nitretada.

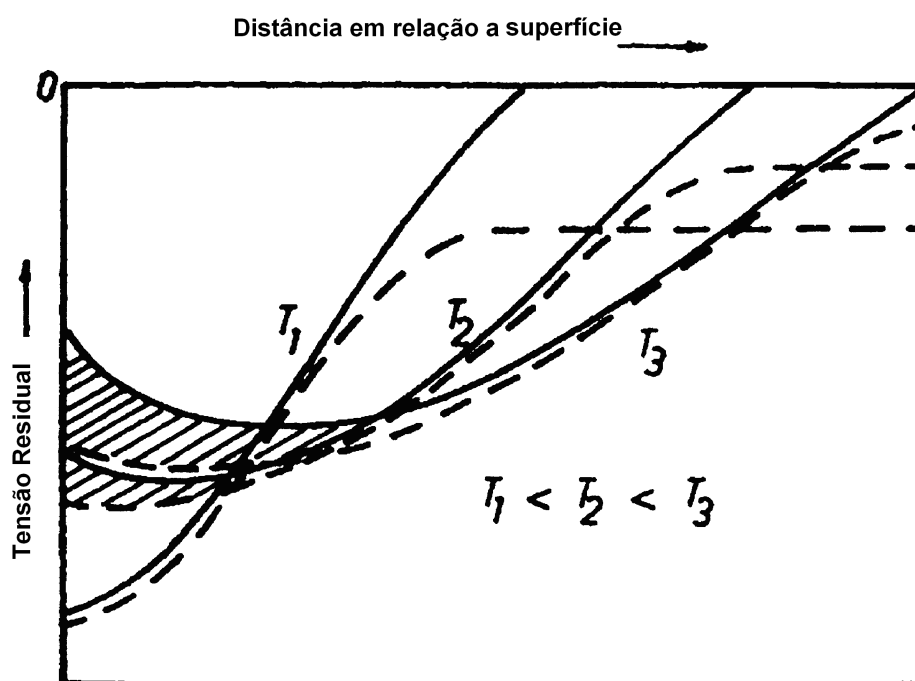


Figura 22 – Decréscimo do nível da tensão residual em relação ao aumento da temperatura [34].

O tempo de nitretação também influencia no perfil das tensões residuais. Ciclos longos de tratamento produzem grande distribuição de tensões compressivas na camada. Os valores da tensão residuais presentes na superfície relaxam para tempos longos de tratamento, e com isso os maiores valores das tensões residuais encontram-se no interior da camada. A influência do tempo de tratamento em relação ao valor de tensão residual

ao longo da superfície pode ser observada na FIGURA 23. Nesta FIGURA, esta ilustrada a variação possível da tensão residual para cada temperatura como indica a linha tracejada.

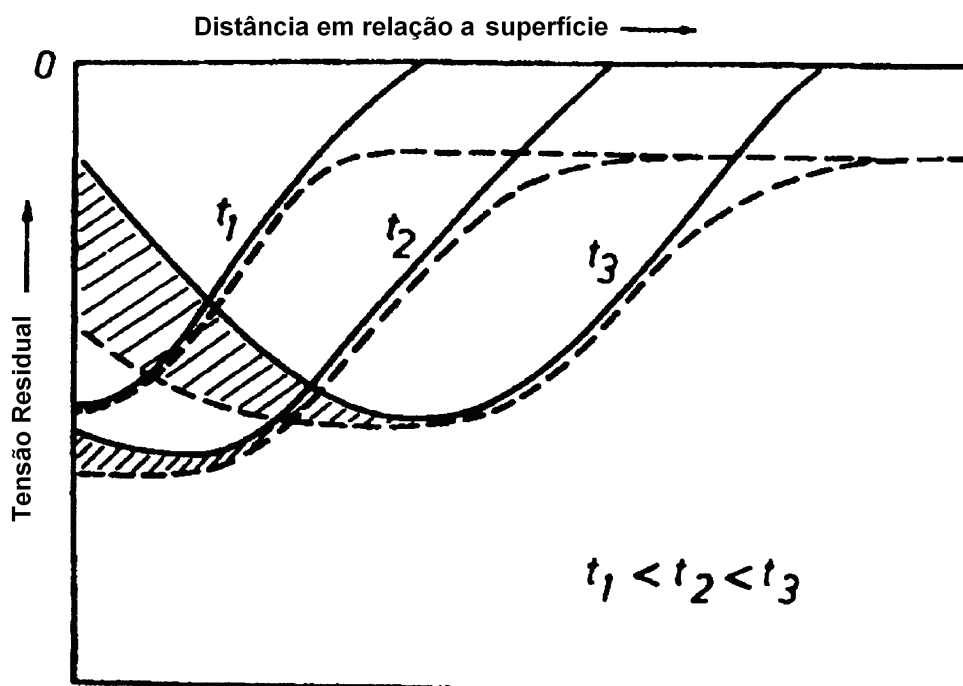


Figura 23 - Influência do tempo de tratamento sobre os valores de tensões residuais [35].

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental conduzido no é apresentado no diagrama em bloco da FIGURA 24. Uma descrição mais abrangente de cada etapa será apresentada nas seções abaixo.

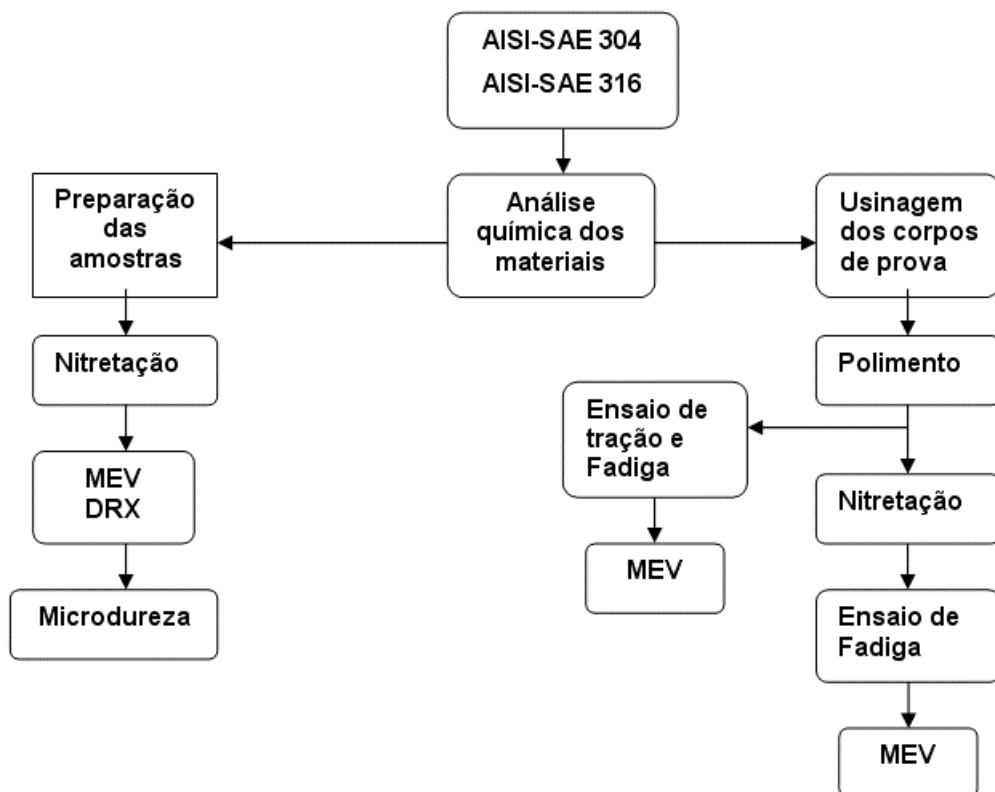


Figura 24 - Diagrama em bloco do procedimento experimental adotado.

4.1 Material

Nesta investigação foram estudados dois aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316. Os materiais foram recebidos na forma de barra com as seguintes dimensões: 2 m de comprimento por 12,75 mm de

diâmetro. A faixa de composições químicas nominais para os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 estão listados na Tabela 1, de acordo com a norma ASTM A 276-02.

Tabela 1 - Composição química nominal dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316, segundo especificação da norma ASTM A 276-02.

		C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
304	min	-	-	-	-	-	18,00	-	8,00
	máx	0,08	1,00	2,00	0,045	0,08	20,00	-	10,50
316	min	-	-	-	-	-	16,00	2,00	10,00
	máx	0,08	1,00	2,00	0,045	0,03	18,00	3,00	13,50

4.2 Análises químicas

As análises químicas dos aços estudados foram realizadas no laboratório de Química do Departamento de Materiais, Aeronáutica e Automobilística da USP de São Carlos, utilizando a técnica de análise por via úmida. Esta técnica consiste na combustão para a análise de carbono e enxofre, calorimetria para o manganês, gravimetria para o silício, níquel, fósforo e molibdênio, e volumetria para o cromo.

4.3 Nitretação iônica

Um equipamento de nitretação iônica é constituído por uma câmara, sistema de vácuo, unidade de distribuição de gás, fonte de alimentação (fonte de potência) e válvulas para o controle eletrônico de pressão. Um esquema do equipamento é apresentado na FIGURA 25, onde se destacam os principais componentes do sistema, e a FIGURA 26 ilustra uma fotografia do equipamento de nitretação iônica utilizado no presente trabalho.

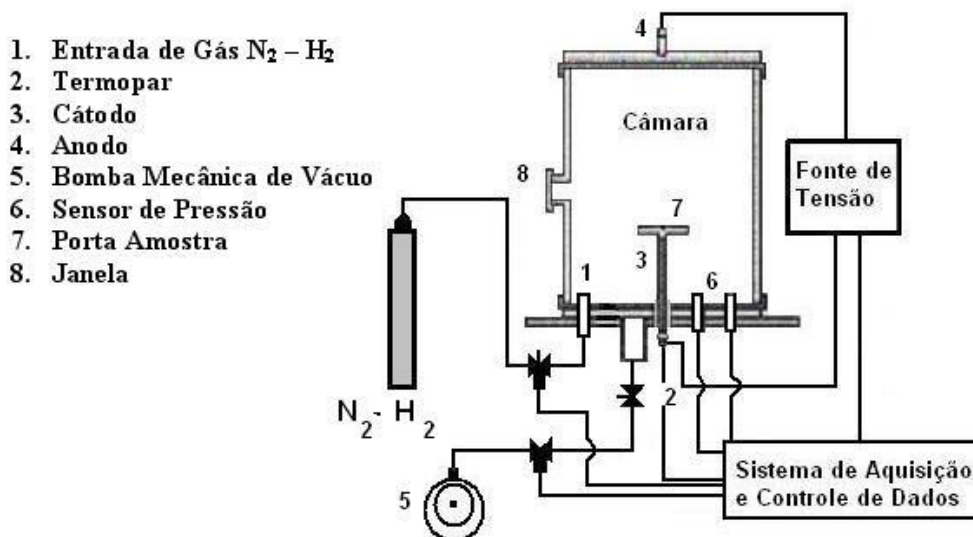


Figura 25 - Diagrama esquemático do sistema de nitretação iônica.

O sistema mostrado na FIGURA 26 pertence ao Laboratório de Correlação Angular e Técnicas Nucleares do Departamento de Física da Universidade Federal de São Carlos. A câmara de vácuo é cilíndrica, fabricada em aço inoxidável AISI 316, apresentando um diâmetro interno de 450 mm e altura de 600 mm. O sistema possui duas flanges sendo ambas confeccionadas em aço inoxidável, situadas na região superior e inferior,

respectivamente, sendo que a superior é móvel. A flange superior e as paredes laterais são ligadas ao terminal positivo da fonte de tensão, constituindo assim o anodo. O porta amostra é ligado ao terminal negativo da fonte de alimentação, constituindo o catodo, que possui a forma de um disco de 100mm de diâmetro e 6mm de espessura apoiado sobre um suporte que possui uma blindagem elétrica, permitindo maior eficiência no processo de tratamento. A flange inferior é eletricamente isolada, possuindo 6 orifícios onde são feitas as conexões de instrumentação de temperatura, vácuo, entrada de gás, controle de vácuo, leitura da pressão e haste de sustentação do porta amostras.



Figura 26 - Fotografia do equipamento de nitretação iônica do Departamento de Física da UFSCar, usado nos experimentos.

O sistema de vácuo deve ser capaz de atingir uma pressão de 10^{-2} mbar e possuir válvulas para o controle de entrada da mistura dos gases e da pressão interna da câmara, durante o tratamento.

A fonte de potência consiste de um sistema de retificação que recebe a tensão alternada de 220 V da rede elétrica. Possui uma tensão máxima de saída de 850 V, com uma potência de 5 KVA, podendo operar em corrente contínua ou alternada. Para a tensão alternada pode-se variar a frequência de 1 a 150 kHz e o ciclo de trabalho de 10 a 100%.

Para o monitoramento de todas as variáveis do processo, existe um sistema de captura e controle de dados. O valor de tensão elétrica aplicada, corrente elétrica da descarga, ciclo de trabalho, frequência, temperatura das amostras e pressão dentro da câmara são registradas em painéis digitais. Na nitretação iônica existem 4 parâmetros que influenciam na profundidade, dureza e quantidade de fases da camada nitretada. Esses 4 parâmetros são: tempo, temperatura, pressão e mistura gasosa. Neste trabalho 3 parâmetros foram mantidos fixos, sendo eles a temperatura de 400°C, a pressão de 4,5 mbar e a mistura de gasosa de 80%vol.H₂ e 20%vol.N₂. O tempo foi o parâmetro variável. Foram utilizados os seguintes tempos de nitretação iônica: 1 hora, 3 horas, 6 horas e 10 horas de tratamento para a determinação do melhor tempo de nitretação dos corpos de provas para os ensaios de fadiga por flexão rotativa.

4.4 Análises metalográficas e fractográficas

As amostras foram preparadas conforme o estabelecido pela norma ASTM E 395 [36], embutidas em baquelite, lixadas utilizando lixas de grana 220, 320, 400, 600 e 1000, e depois polidas na seguinte seqüência: óxido de

cromo 10 μm , óxido de alumina 2 μm e 0,5 μm . Para a revelação da camada nitretada foi utilizado o reagente água régia (70% ácido clorídrico + 20% ácido nítrico + 10% água).

Todas as análises foram feitas utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV), FIGURA 27, do Instituto de Química de São Carlos (IQSC – USP) da marca Zeiss-Leica e modelo 440.



Figura 27 - Microscópio Eletrônico de Varredura Zeiss-Leica 440, do Instituto de Química de São Carlos (IQSC – USP).

4.5 Difração de raios-X

As estruturas cristalinas e os respectivos parâmetros de rede das superfícies nitretadas foram investigadas pela técnica de difração de raios-X em incidência rasante (GAXD), utilizando um difratômetro D5000 da

Siemens do Instituto de Química da Unesp de Araraquara, equipado com um monocromador de grafite e um tubo de radiação CuK_α ($\lambda = 1,54056\text{\AA}$). As medidas de difração de raios-X foram feitas com passo de $0,05^\circ/2\theta$, com 2θ variando de 30° a 120° .

Os difratogramas das amostras foram analisados utilizando-se o programa PDF2, com o objetivo de encontrar a fase referente a cada pico do difratograma.

4.6 Análise de tensão residual via raios-X

O procedimento de difratometria de raios-X foi realizado com base na norma ASTM E 975. As análises foram obtidas mediante a aplicação do chamado método de múltipla exposição utilizando uma fonte de raios-X. As análises são feitas na região indicada pela FIGURA 28, com um ângulo de inclinação em relação à normal do corpo de prova de -60° a $+60^\circ$ graus com $0,1^\circ$ graus de passo e com um tempo de exposição de 2 segundos. Foram utilizados dois corpos de prova nitretados para esta análise, para cada aço. Porém tomou-se o cuidado em fazer essas análises em corpos de prova não ensaiado e ensaiado. Foram utilizados os corpos de prova 316-7N ensaiado a 510 MPa e 11.977.300 ciclos sem se romper e o corpo de prova 304-7N ensaiado a 560 MPa e 12.166.700 ciclos sem se romper.



Figura 28 - Ilustração do corpo de prova e a região a qual foram realizadas as análises de deformação residual.

Os valores das deformações residuais foram encontrados com a variação das distâncias interplanares dos picos encontrados ao longo da faixa de varredura. Estes valores de deformação residual foram encontrados com o tratamento dos resultados com o auxílio do software S2003, que ao determinar a deformação residual permite a avaliação direta da componente de tensão residual normal, assim como da tensão cisalhante. O software calcula a tensão residual (σ_{res}) sabendo-se os valores da constante elástica, (S_2), o módulo de Poisson, (ν) e módulo de Young, (E) correspondente ao pico principal do difratograma. Estes constantes possuem valores diferentes para cada tipo fase. É importante notar que a fase γ -Fe₄N para os aços inoxidáveis austeníticos ainda não possuem essas constantes tabeladas e, portanto, quando esses valores estiverem tabelados poderá ser encontrado o valor da tensão residual. Para isso a expressão utilizada é dada por:

$$\sigma_{res} = \frac{\epsilon_e}{\frac{1}{2}S_2} \quad (30)$$

onde $\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E}$ (31)

4.7 Corpos de prova

A quantidade de corpos de prova para ambos os materiais foi à mesma. Para os ensaios de tração foram feitos em 3 corpos de prova, conforme indica a norma ASTM E 8M-00 [37]. Os ensaios de fadiga rotativa foram feitos em 35 corpos de prova segundo a norma ASTM E 466-96 [38]. Os corpos de prova foram usinados em um torno de comando numérico computadorizado (CNC). As FIGURAS 29 e 30 apresentam os desenhos com as dimensões dos corpos de provas de tração e de fadiga, respectivamente.

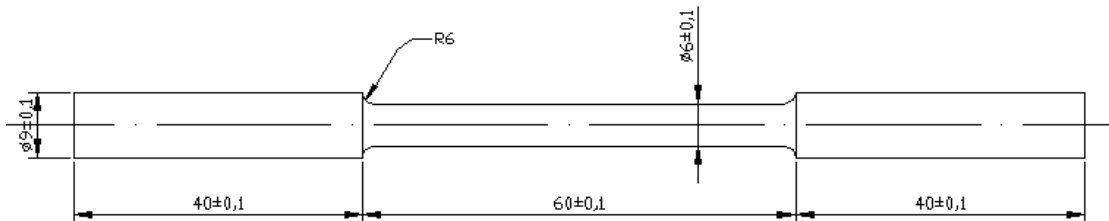


Figura 29 – Geometria e dimensões do corpo de prova de tração segundo a norma ASTM E 8M-00.

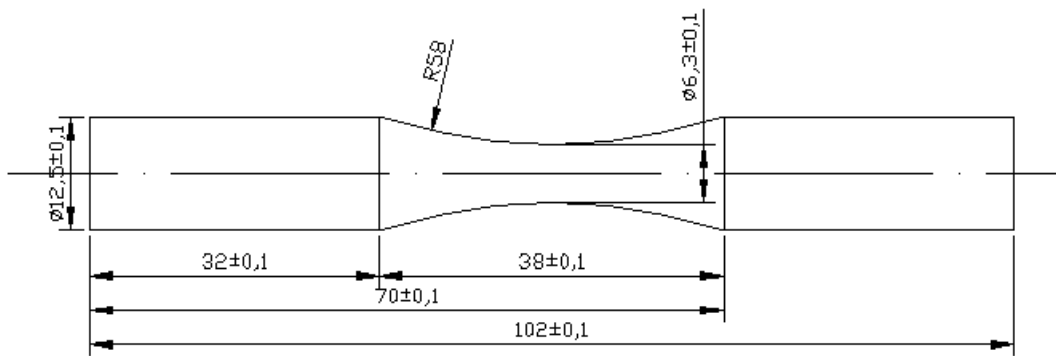


Figura 30 – Geometria e dimensões do corpo de prova de fadiga rotativa segundo a norma ASTM E 466-96.

Após a usinagem os corpos de prova foram lixados e polidos de acordo com a norma ASTM E 395.

4.8 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente e uma velocidade de deformação de 2 mm/min ao corpo de prova, segundo a norma ASTM E 8M-00, em uma máquina EMIC, programada por computador, FIGURA 31. Foram determinados os valores do limite de resistência, limite de alongamento total e módulo de elasticidade.



Figura 31 - Máquina de ensaio de tração, EMIC, programada por computador.

4.9 Ensaio de fadiga rotativa

O ensaio de fadiga por flexão rotativa consiste em testar vários corpos de prova em diferentes amplitudes de tensão, com o objetivo de construir uma curva S-N [12]. A tensão pode ser facilmente calculada em função da carga aplicada e do diâmetro do corpo de prova na sua menor seção transversal. A equação abaixo foi ajustada para o sistema internacional já que o equipamento utilizado apresentava suas unidades de medidas no sistema inglês. Seja d o diâmetro dado em milímetro, S a tensão aplicada em MPa, M o momento de flexão da máquina, em libras por polegada, como é mostrado na equação 32.

$$M=8,688 \times 10^{-4} (d)^3 S \quad (32)$$

Para o primeiro corpo de prova aplica-se um nível de tensão máxima, próximo ao limite de escoamento do material para que um ponto da curva seja obtido rapidamente. Em seguida, os outros corpos de prova são ensaiados em tensões sucessivamente mais baixas, ou superior, até se obter o limite de fadiga (run out), ou seja, os corpos de prova atinjam um número 10^7 ciclos. Os ensaios de fadiga por flexão rotativa foram realizados conforme o estabelecido pela norma ASTM E 466-96 [38], em uma máquina da marca Fatigue Dynamics, modelo RFB-200, conforme ilustra a FIGURA 32.



Figura 32 - Máquina de fadiga por flexão rotativa da Fatigue Dynamics modelo RFB-200. Vista geral do equipamento.

Para os ensaios de fadiga rotativa foram utilizados 5 níveis de tensão para cada condição de ensaio, e 3 corpos de prova para cada nível de tensão. A frequência utilizada foi de 24,5Hz e foram considerados corpos de

prova sem falha (run out) os que atingiram uma vida de 10^7 ciclos. Entretanto, deve-se ressaltar a natureza estatística da curva S-N obtida, pois elas representam uma curva de probabilidade de sobrevivência de 50%, ou seja, cerca de metade dos corpos de prova podem falhar abaixo dos níveis de tensão médios obtidos.

O número de corpos de prova ensaiados e os níveis de tensões foram determinados de acordo com a norma ASTM E 739-98, de tal maneira que se atingisse uma faixa máxima de repetição (replication) na faixa de 50 a 75%. Esse cálculo é realizado utilizando-se a equação 33.

$$\% \text{Re petição} = \left[1 - \frac{n^{\circ} . de . níveis . de . tensão}{n^{\circ} . total . de . corpos . de . prova . ensaiados} \right] * 100\% \quad (33)$$

A apresentação dos resultados dos ensaios de fadiga foram realizados de acordo com as normas ASTM E 468-98 e ASTM E 739-98 [39].

4.10 Ensaios de microdureza

Os ensaios de microdureza Vickers (HV) foram realizados na região da superfície das amostras ensaiadas, utilizando-se um microdurômetro Micromet da série 2100, equipado com um indentador Vickers e cargas de 10 a 1000 gf. A carga utilizada no ensaio de todas as amostras foi de 25 gf e com um tempo de aplicação de 15 s. Os ensaios foram realizados conforme a norma ASTM E 384-99 [40]. As medidas de dureza foram realizadas antes

e após cada tratamento de nitretação iônica. A eficiência deste processo foi avaliada primeiramente pela determinação da dureza superficial das amostras. A dureza superficial reportada para cada amostra foi o resultado da média de cinco impressões distribuídas em toda a amostra.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos por diversas técnicas em amostras de aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316 submetidas ao processo de nitretação iônica, sob diferentes tempos de tratamentos, assim como os de ensaios de fadiga rotativa dos mesmos materiais tratados e não tratados pelo processo de nitretação iônica.

Para facilitar a exposição dos resultados, optou-se por dividir o presente capítulo em duas partes: na primeira serão apresentados os resultados referentes à constituição das camadas nitretadas dos aços, enquanto que na segunda serão apresentados os resultados referentes aos ensaios de fadiga por flexão rotativa.

5.1 Análise Química

As composições químicas dos aços inoxidáveis analisadas pelo laboratório de Química do Departamento de Materiais, Aeronáutica e Automobilística da USP de São Carlos estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 – Composições químicas (% em peso), analisadas no SMM-EESC-USP.

ELEMENTOS (% EM PESO)								
	C	Ni	Cr	P	S	Si	Mo	Mn
304	0,032	8,26	18,34	0,021	0,014	0,41	0,18	1,21
316	0,034	10,41	17,42	0,013	0,012	0,61	2,23	1,54

Os resultados das composições da Tabela 2 para os dois aços estão de acordo com a especificação da norma ASTM A 276-02. Entretanto, o aço inoxidável austenítico AISI 304 não deve apresentar molibdênio em sua composição química, como especifica a norma ASTM A 276-02. Essa porcentagem de molibdênio certamente provém das impurezas presentes nas sucatas utilizadas no processo de fundição da liga.

5.2 Nitretação iônica das amostras

Os parâmetros da nitretação iônica dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316 estão mostrado nas Tabelas 3 e 4, respectivamente. Para ambos os aços foram deixados três parâmetros fixos, sendo eles: temperatura de 400°C, pressão de 4,5 mbar e mistura gasosa de 80% vol.H₂ e 20% vol.N₂. Todas as amostras foram resfriadas sob vácuo dentro da câmara para evitar que o processo de oxidação entrasse em operação durante o resfriamento.

Tabela 3 - Parâmetros encontrados para os diferentes tempos de nitreção do aço inoxidável austenítico AISI 304.

TEMPO (horas)	TEMPERATURA (°C)	TENSÃO (V)	CORRENTE (mA)	PRESSÃO (mbar)
1	400	458	547	4,5
3	400	443	533	4,5
6	400	437	529	4,5
10	400	431	522	4,5

Tabela 4 - Parâmetros encontrados para os diferentes tempos de nitreção do aço inoxidável austenítico AISI 316.

TEMPO (horas)	TEMPERATURA (°C)	TENSÃO (V)	CORRENTE (mA)	PRESSÃO (mbar)
1	400	455	511	4,5
3	400	437	537	4,5
6	400	438	528	4,5
10	400	431	522	4,5

Observa-se nas Tabelas 3 e 4, que para um mesmo tempo de nitreção ocorre uma variação nos valores da tensão e da corrente. Essa variação deve-se a ocorrência de arcos voltaicos na parede do nitretador. Para minimizar o efeito de arco, a região da câmara onde eles surgiram foi lixada, polida e posteriormente foi limpa com álcool para remoção dos detritos. Após essa limpeza, não mais apareceram arcos voltaicos. Adotou-

se assim, como rotina de trabalho, a limpeza por completa da câmara após cada tratamento.

5.3 Ensaio de microdureza

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados com uma carga de 25 gf, e um tempo de aplicação da carga de 15 segundos. Os valores da média de 5 medidas de microdureza superficial aumentam com o tempo de nitretação, conforme mostra a Tabela 5.

Tabela 5 - Média da microdureza vickers dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e AISI 316, para os diferentes tempos de nitretação.

	MATRIZ	1 HORA	3 HORAS	6 HORAS	10 HORAS
304	280 HV	785 HV	1060 HV	1203 HV	1347 HV
316	219 HV	469 HV	913 HV	1221 HV	1296 HV

Para uma melhor visualização dos resultados da Tabela 5, construiu-se um gráfico, FIGURA 33, mostrando o aumento da dureza superficial com o aumento do tempo de tratamento superficial dos aços. O valor da microdureza superficial do aço AISI 304 sem o tratamento (matriz) é maior que o AISI 316. Observa-se que para tempos de tratamento de 6 e 10 horas, os valores de microdureza superficial são bem próximos. Resultados

semelhantes de microdureza superficial variando com o tempo de nitretação foram encontrados por S. Thaiwatthana [32] e T. Bell [21].

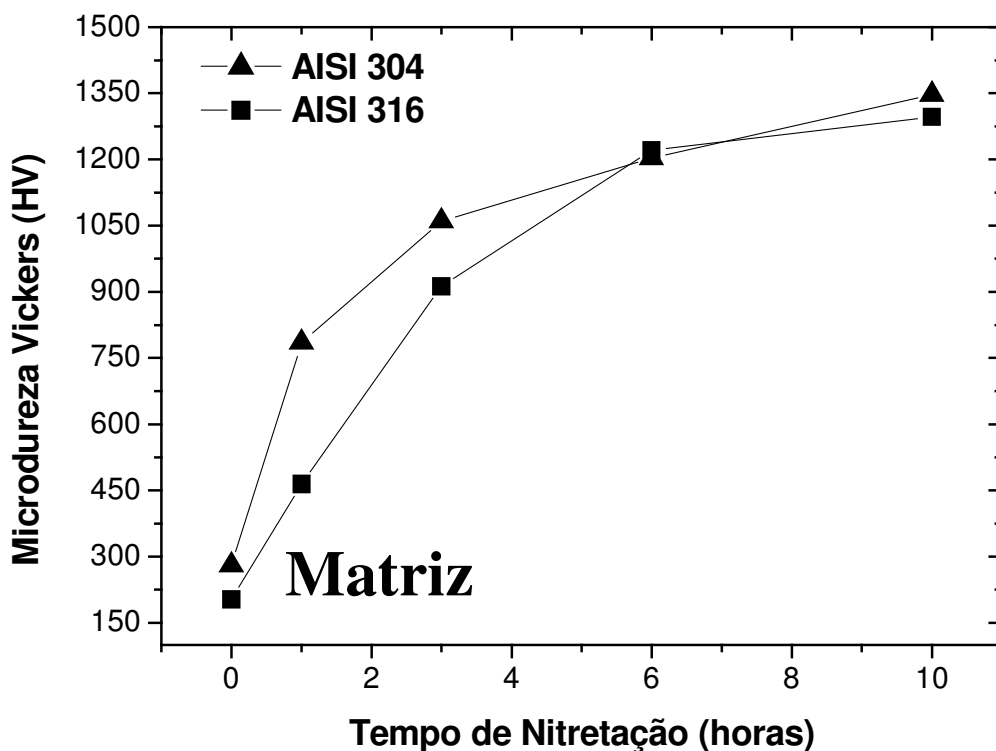


Figura 33 - Gráfico da variação da microdureza Vickers em relação ao tempo de nitretação para os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316, utilizando uma carga de 25 gf.

5.4 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente, em 3 corpos de prova para cada tipo de aço inoxidável austenítico. A FIGURA 34 mostra o gráfico da tensão em função da deformação aplicada para os aços AISI 304 e 316. A média dos resultados dos ensaios de tração está apresentada na Tabela 6.

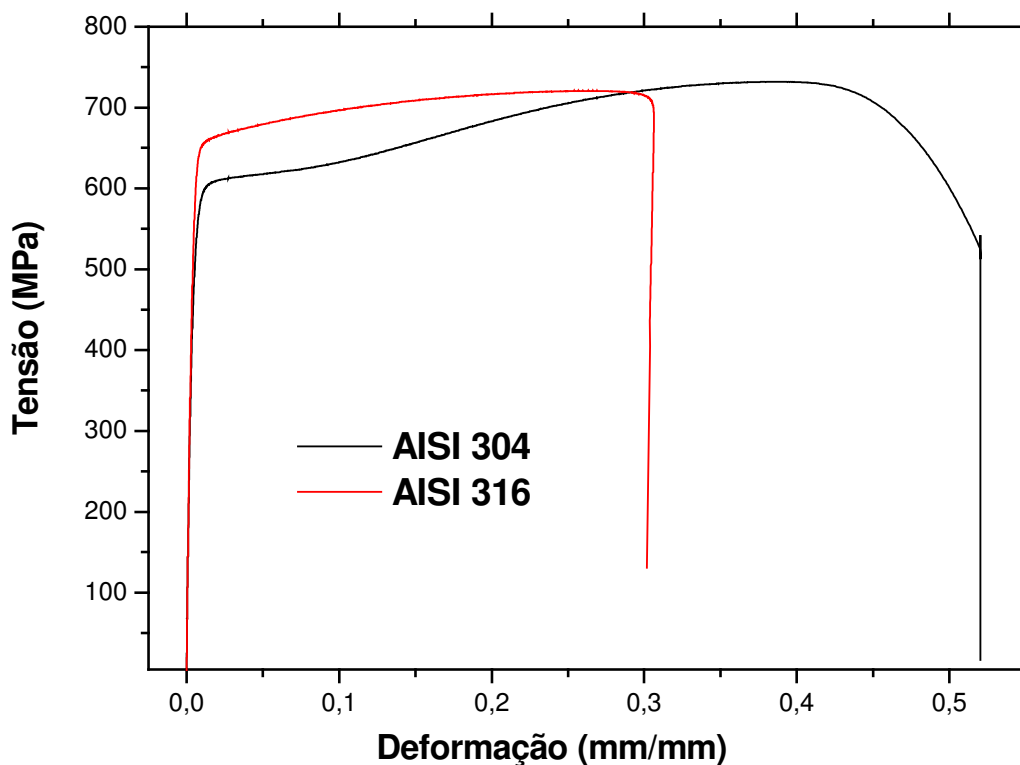


Figura 34 - Comportamento tensão-deformação de engenharia para os aços AISI 304 e 316, a temperatura ambiente.

Tabela 6 - Resultados dos ensaios de tração.

	LIMITE DE RESISTÊNCIA (MPa)	LIMITE DE ESCOAMENTO (MPa)	REDUÇÃO DE ÁREA (%)	ALONGAMENTO (%)
304	723	487	67%	51
316	720	522	65%	51

De acordo com o resultado dos ensaios de tração, conclui-se que os aços inoxidáveis austeníticos estudados neste trabalho estão de acordo com a especificação da norma ASTM A 276-02, ou seja, eles foram trabalhados a frio durante seu processo de fabricação. O limite de escoamento de cada

aço será importante para se determinar os níveis de tensão que serão utilizados nos ensaios de fadiga por flexão rotativa. Para uma mesma tensão aplicada, o aço AISI 304 apresenta maior deformação que o aço AISI 316.

5.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para verificar qual a evolução da profundidade da camada nitretada, as amostras nitretadas em seus respectivos tempos de tratamento foram cortadas em 90° em relação à superfície nitretada. Após o corte, as amostras foram embutidas em baquelite e posteriormente lixadas e polidas de acordo com a norma ASTM E 395-00. Fez-se um ataque com água régia (70% HCl + 20% HNO₃ + 10% água) para revelar a constituição estrutural da camada nitretada. As FIGURAS 35 e 36 mostram o perfil da camada nitretada dos aços AISI 304 e AISI 316, respectivamente, os tempos de tratamento são indicados.

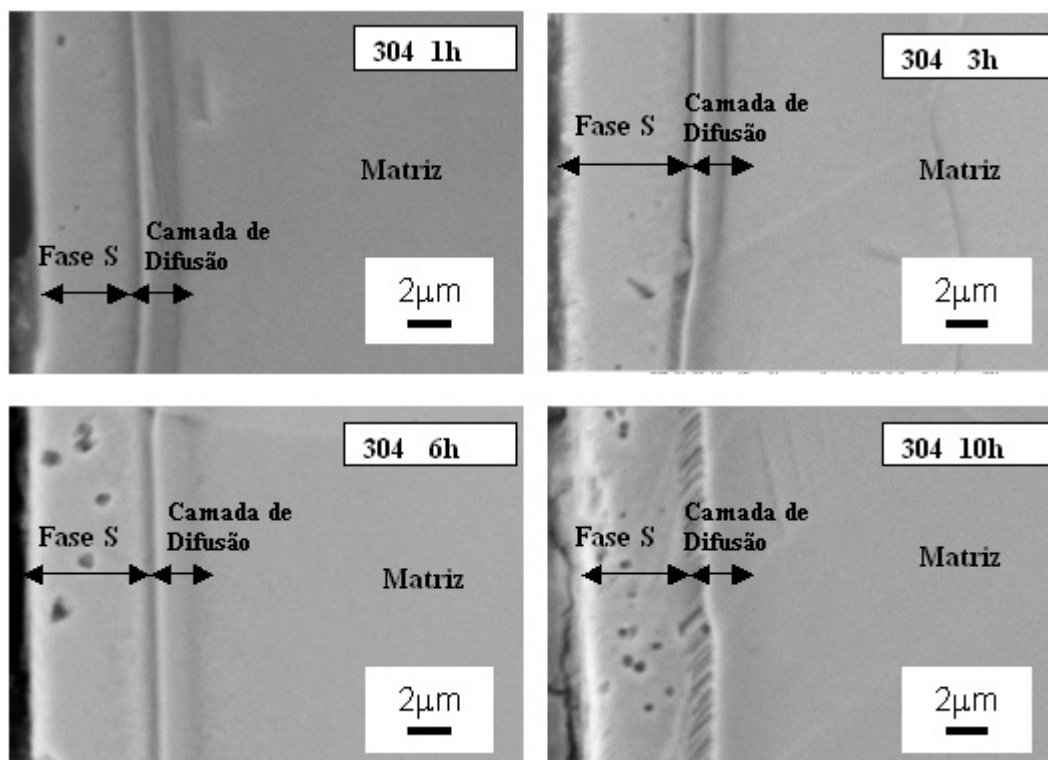


Figura 35 – Micrografias eletrônicas (MEV) do aço inoxidável austenítico AISI 304 tratado, à temperatura de 400°C em diferentes tempos de tratamento: 1, 3, 6 e 10 horas.

Para o aço inoxidável austenítico AISI 304 observa-se que para tempos de nitretação de 6 horas e 10 horas ocorreu um maior ataque da camada nitretada.

Para o aço inoxidável austenítico AISI 316 apenas para o tempo de tratamento de 10 horas ocorreram pontos de corrosão na camada. Observa-se ainda que a camada nitretada é constituída por duas regiões distintas, sendo a maior chamada de fase S (austenita expandida) [41] ou camada composta e a menor chamada de camada de difusão.

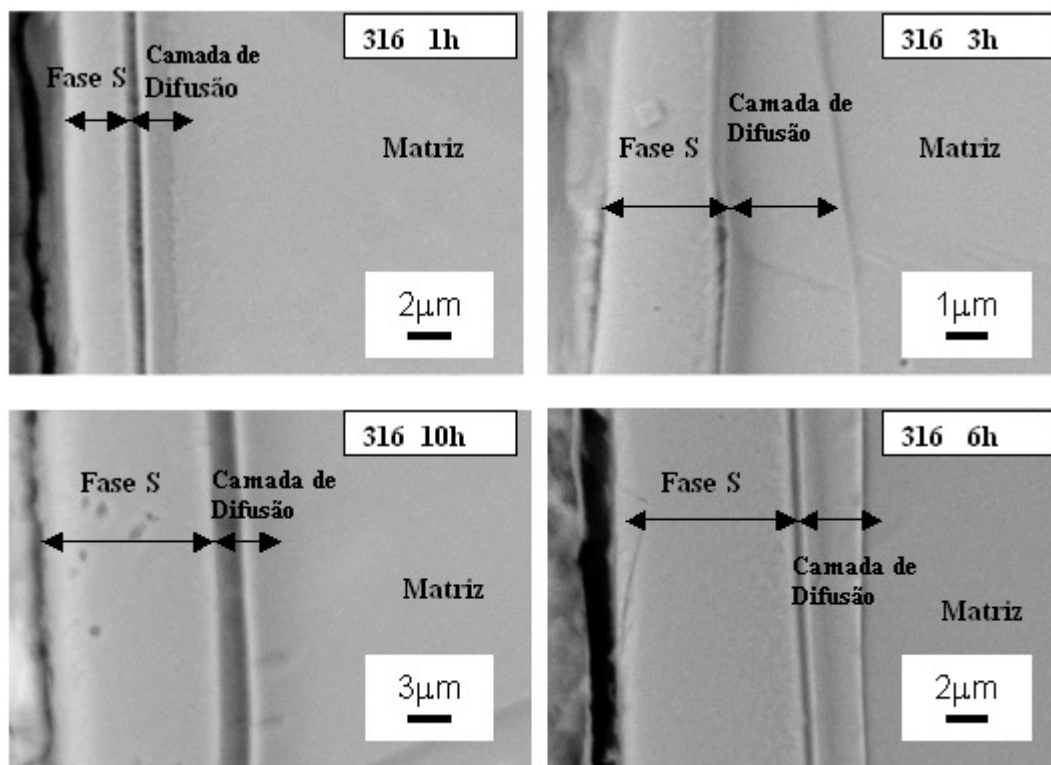


Figura 36 – Micrografias eletrônicas (MEV) do aço inoxidável austenítico AISI 316 tratado, à temperatura de 400°C em diferentes tempos: 1, 3, 6 e 10 horas.

Com auxílio das micrografias (MEV) mediu-se o tamanho da camada nitretada, e para uma melhor representação dos resultados construiu-se um gráfico da profundidade da camada versus o tempo de tratamento. Este gráfico pode-se ser observado na FIGURA 37.

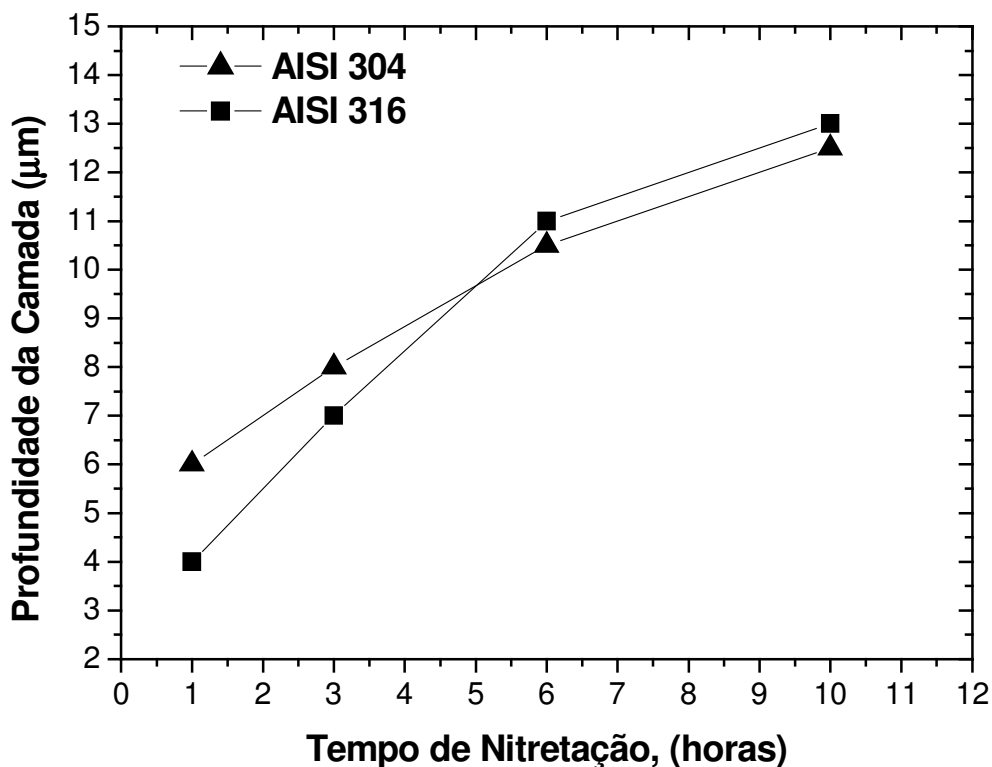


Figura 37 - Gráfico da profundidade da camada nitretada (camada composta + camada de difusão) em relação ao tempo de tratamento, mantida a temperatura de 400°C.

5.6 Difração de raios-X

Os resultados da difração de raios-X em incidência rasante das amostras nitretadas a 400°C durante, 1, 3, 6 e 10 horas, são apresentados nas FIGURAS 38 e 39 para os aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316, respectivamente. Onde pode-se observar a variação nas intensidades dos picos correspondentes aos nitretos formados durante o tratamento, dando uma idéia aproximada de suas quantidades. Os resultados dos raios-X das FIGURAS 38 e 39 estão em mesma escala.

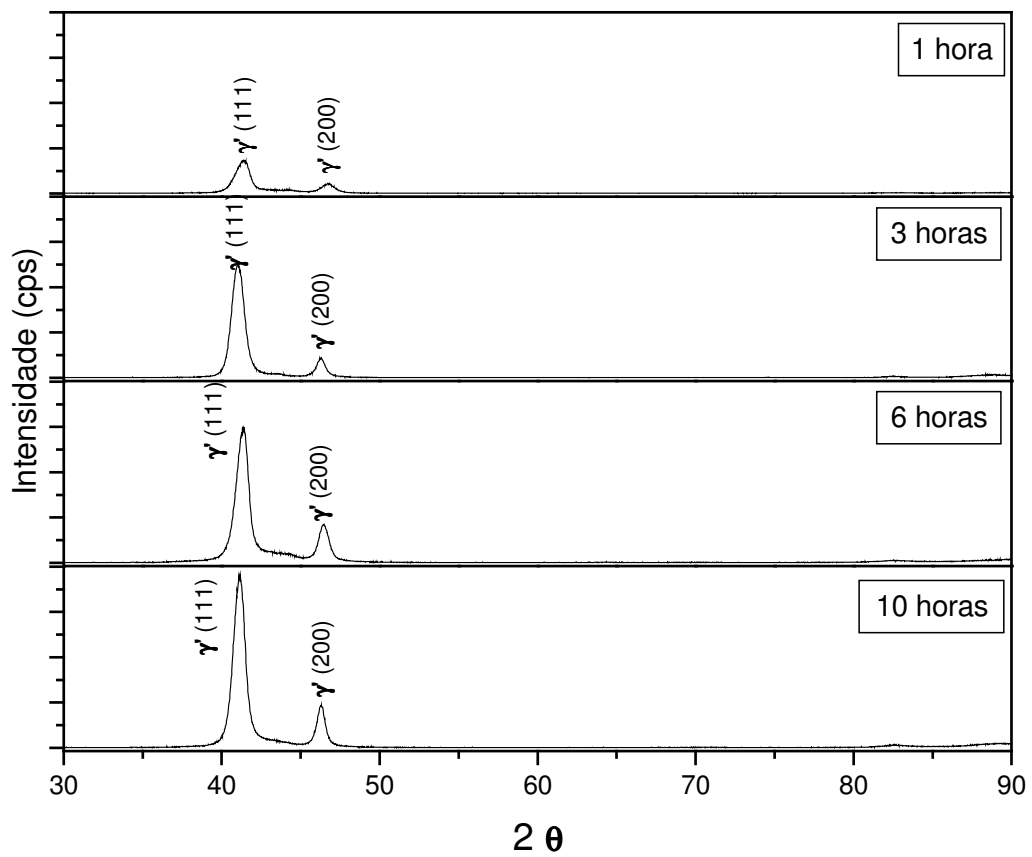


Figura 38 - Difratomogramas das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 304 nitretadas a temperatura de 400°C, em diferentes tempos: 1 hora, 3 horas, 6 horas e 10 horas.

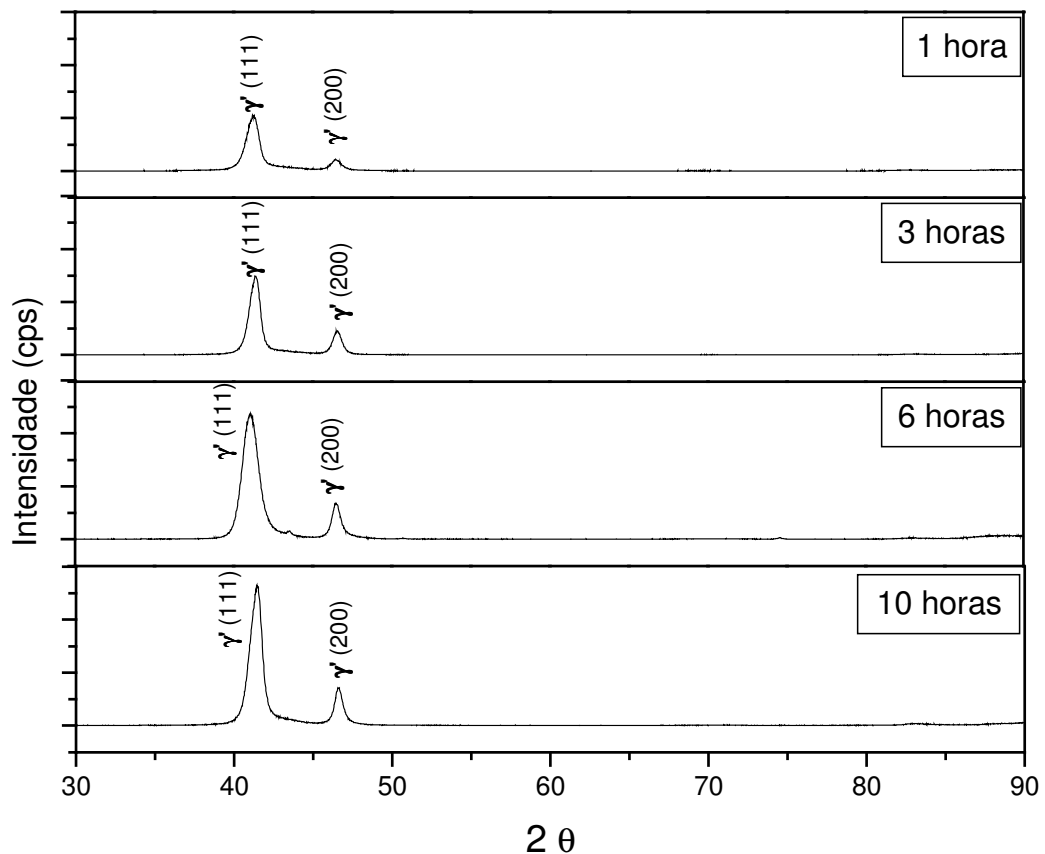


Figura 39 - Difratomogramas das amostras de aço inoxidável austenítico AISI 316 nitretadas a 400°C, em diferentes tempos: 1 hora, 3 horas, 6 horas e 10 horas.

Os resultados dos difratogramas apresentados nas FIGURAS 38 e 39 para os diferentes tempos de tratamento mostram que a camada superficial é constituída essencialmente de precipitados γ' -Fe₄N ou fase “S”. A camada de nitreto γ' possui duas orientações preferenciais, sendo uma $\langle 111 \rangle$, a maior, e a segunda $\langle 200 \rangle$, a menor. Resultados semelhantes podem ser encontrado nos trabalhos de S. Thaiwatthana [32], Y. Sun [27], Y. Sun [41] e M. Rahman [44]. Para ambos os aços os precipitados possuem duas orientações preferências e ocorreram em todos os tempos de nitretação. Com o aumento do tempo de tratamento os picos dessas orientações vão crescendo enquanto a base torna-se mais estreita. Esses resultados de

raios-X mostram que ocorreu a formação de nitretos por toda a superfície, pois não foi encontrado qualquer pico de intensidade de matriz de ferro, mesmo para um tempo pequeno de tratamento, como o de 1 hora.

5.7 Nitretação dos corpos de prova de fadiga

As análises das camadas nitretadas em função do tempo vista na secção anterior, serviram de base para a escolha dos seguintes parâmetros de tratamento para os corpos de prova de fadiga: 400°C, 4,5 mbar, 6 horas de tratamento e uma mistura gasosa de 80%vol.H₂ e 20%vol.N₂. A opção destes parâmetros deve-se ao fato de que, para tempos acima de 6 horas de tratamento, ocorreu um pequeno incremento, tanto da dureza superficial quanto da profundidade da camada de nitretos, bem como verificou-se a ocorrência da fragilização da camada durante o ataque químico, realizado para revelar a camada, nas análises de MEV. Para temperaturas acima de 420°C ocorre a precipitação do cromo para ambos os aços austeníticos, ocorrendo com isso a formação de CrN [42], em função precipitação temperatura de tratamento foi inferior a 420°C [24].

A FIGURA 40 mostra os corpos de prova do aço inoxidável austenítico AISI 316 sendo nitretado. Observa-se que os corpos de prova foram totalmente envolvidos pelo plasma. Foram realizados dois lotes de tratamento, cada um com 8 corpos de provas de prova de cada aço inoxidável. Estes corpos de prova foram intercalados na posição vertical no porta-amostra. Após o término do tratamento, os mesmos foram resfriados

no vácuo e, depois de atingirem a temperatura ambiente ,foram retirados e colocados em recipientes contendo óleo.

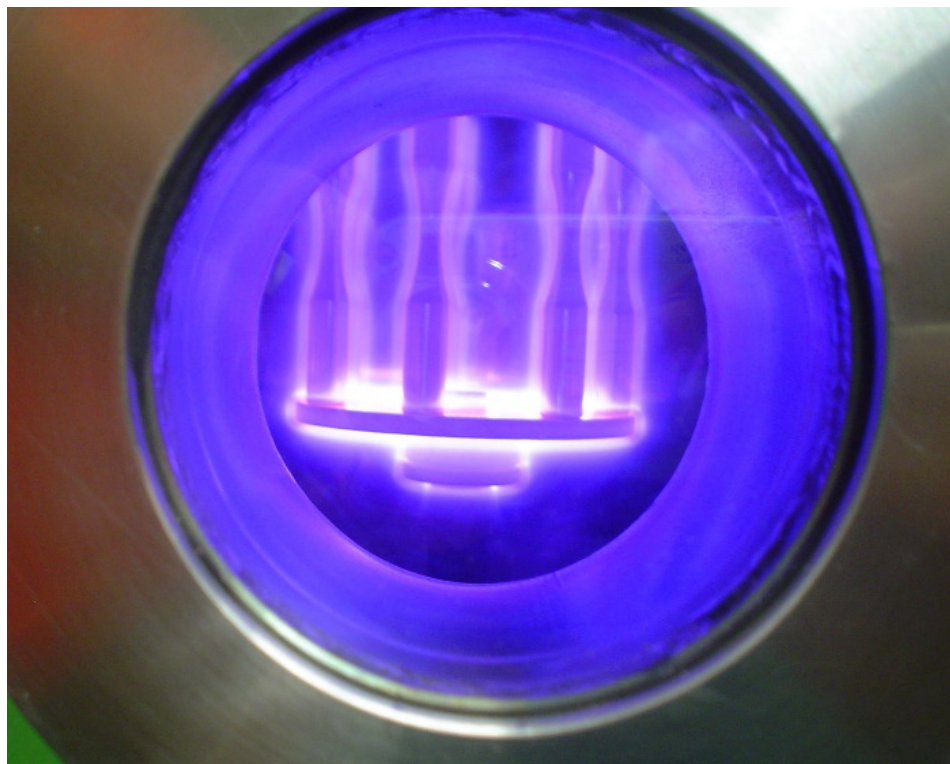


Figura 40 - Fotografia dos corpos de prova de fadiga rotativa de aço inoxidável austenítico AISI 316 e 304 sendo nitretados.

5.8 Ensaio de fadiga por flexão rotativa

Os resultados dos ensaios de fadiga por flexão rotativa dos corpos de prova não nitretados e nitretados estão apresentados, respectivamente, nas Tabelas 7 a 10. Os gráficos da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar para as mesmas condições são apresentados nas FIGURAS 41 a 44. As FIGURAS 45 a 47 apresentam de maneira comparativa os gráficos da amplitude de tensão em função do número de

ciclos obtidos dos ensaios de fadiga dos corpos de prova dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 nitretados e não nitretados, e dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 316 nitretados e não nitretados. Finalmente, são apresentados todos os ensaios realizados para ambos os aços em um único gráfico. Os valores dos limites de fadiga para os corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados e nitretados foram de 380 MPa e 560 MPa, respectivamente. Para o aço AISI 316 os limites de fadiga para os corpos de prova não nitretados e nitretados foram de 400MPa e 510MPa, respectivamente.

Tabela 7 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados.

NÚMERO DO CORPO DE PROVA	DIÂMETRO (mm)	AMPLITUDE DE TENSÃO (MPa)	MOMENTO (lb-in)	NÚMERO DE CICLOS (N)
304-12A	6,24	520	107,68	12000
304-10A	6,22	520	108,72	12500
304-7A	6,2	520	107,68	19500
304-13A	6,26	480	102,31	56700
304-5A	6,22	480	100,36	52000
304-11A	6,2	480	99,39	39300
304-3A	6,26	440	93,78	182400
304-9A	6,18	440	90,23	157300
304-14A	6,26	440	91,11	232800
304-8A	6,16	400	81,24	872900
304-6A	6,28	400	86,08	617400
304-1A	6,2	400	84	1048200
304-3A	6,28	380	81,77	11285400*
304-2A	6,22	380	79,45	10393900*
304-4A	6,24	380	80,22	10528900*

* Retirado do ensaio sem fraturar (run out).

Tabela 8 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 304 nitretados por 6 horas, a uma temperatura de 400°C e sob uma pressão de 4,5 mbar.

NÚMERO DO CORPO DE PROVA	DIÂMETRO (mm)	AMPLITUDE DE TENSÃO (MPa)	MOMENTO (lb-in)	NÚMERO DE CICLOS (N)
304-14N	6,34	600	132,85	7300
304-9N	6,18	600	123,05	10100
304-10N	6,28	600	129,12	5700
304-12N	6,34	580	128,42	12200
304-5N	6,2	580	120,1	20800
304-13N	6,34	580	128,42	8600
304-1N	6,12	570	112,41	25000
304-15N	6,3	570	123,84	13200
304-2N	6,18	570	116,89	24000
304-4N	6,12	565	112,52	33800
304-3N	6,32	565	123,92	25500
304-8N	6,28	565	121,58	39800
304-7N	6,26	560	119,36	12166700*
304-11N	6,3	560	121,66	10694600*
304-6N	6,28	560	120,51	10098300*
304-16N	6,3	540	117,32	10011100*
304-17N	6,32	520	114,05	10168700*

* Retirado do ensaio sem fraturar (run out).

Tabela 9 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados.

NÚMERO DO CORPO DE PROVA	DIÂMETRO (mm)	AMPLITUDE DE TENSÃO (MPa)	MOMENTO (lb-in)	NÚMERO DE CICLOS (N)
316-A	6,32	520	114,05	36100
316-G	6,3	520	112,97	43900
316-E	6,34	520	115,14	52900
316-P	6,28	480	103,29	75200
316-I	6,34	480	106,28	96500
316-H	6,34	480	106,28	151900
316-M	6,3	440	95,59	521300
316-D	6,3	440	95,59	654400
316-B	6,28	440	94,68	327200
316-L	6,34	420	92,99	846900
316-F	6,32	420	92,12	646900
316-C	6,28	420	90,38	1001600
316-K	6,3	400	86,9	10560500*
316-J	6,32	400	88,57	11023400*
316-N	6,3	400	86,9	10000800*

* Retirado do ensaio sem fraturar (run out).

Tabela 10 - Resultados dos ensaios de fadiga rotativa para corpos de prova do aço AISI 316 nitretados por 6 horas, a uma temperatura de 400°C e sob uma pressão de 4,5 mbar.

NÚMERO DO CORPO DE PROVA	DIÂMETRO (mm)	AMPLITUDE DE TENSÃO (MPa)	MOMENTO (lb-in)	NÚMERO DE CICLOS (N)
316-5N	6,26	620	132,15	5900
316-8N	6,2	620	128,38	8100
316-9N	6,28	620	133,42	6800
316-11N	6,28	580	124,81	46400
316-10N	6,28	580	124,81	37300
316-1N	6,28	580	124,81	49700
316-12N	6,2	550	113,89	336300
316-4N	6,28	550	118,36	265800
316-2N	6,3	550	119,49	220500
316-6N	6,24	530	112,43	960200
316-14N	6,28	530	113,51	708400
316-3N	6,34	530	117,35	853400
316-13N	6,32	510	111,86	10831900*
316-7N	6,24	510	107,67	11977300*
316-15N	6,22	510	106,63	10580700*
316-16N	6,28	490	105,44	10002600*
316-17N	6,32	470	103,08	10085400*

* Retirado do ensaio sem fraturar (run out).

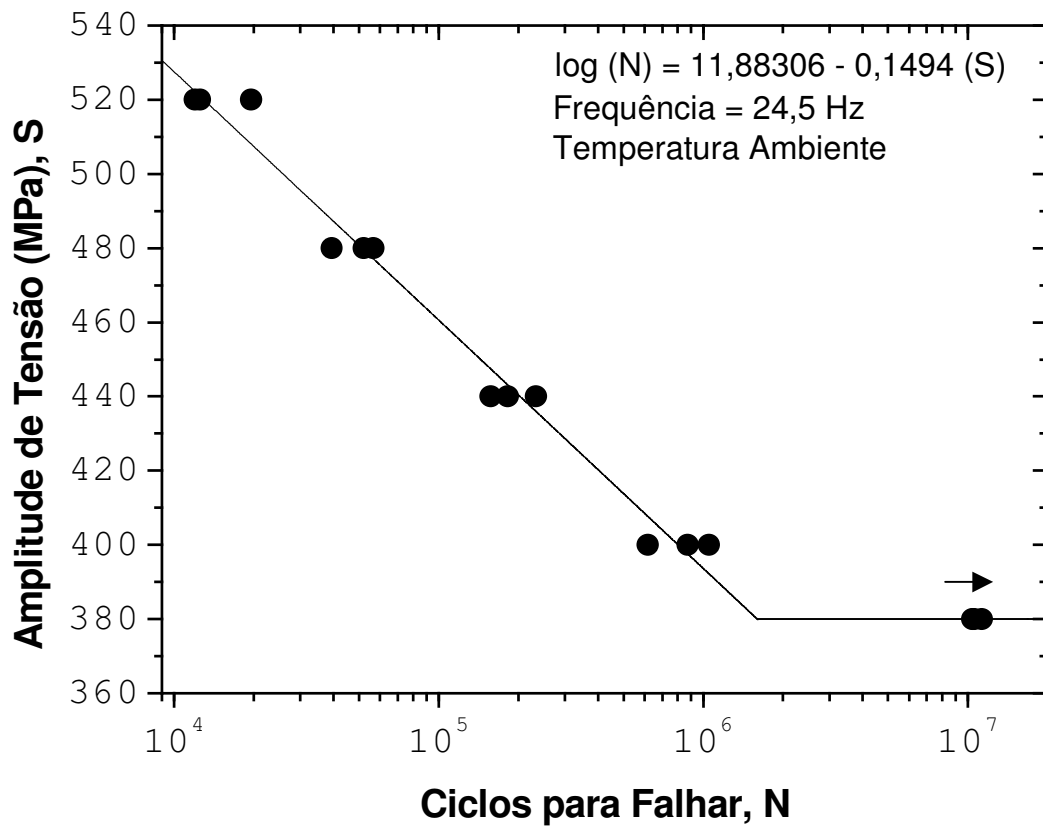


Figura 41 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados.

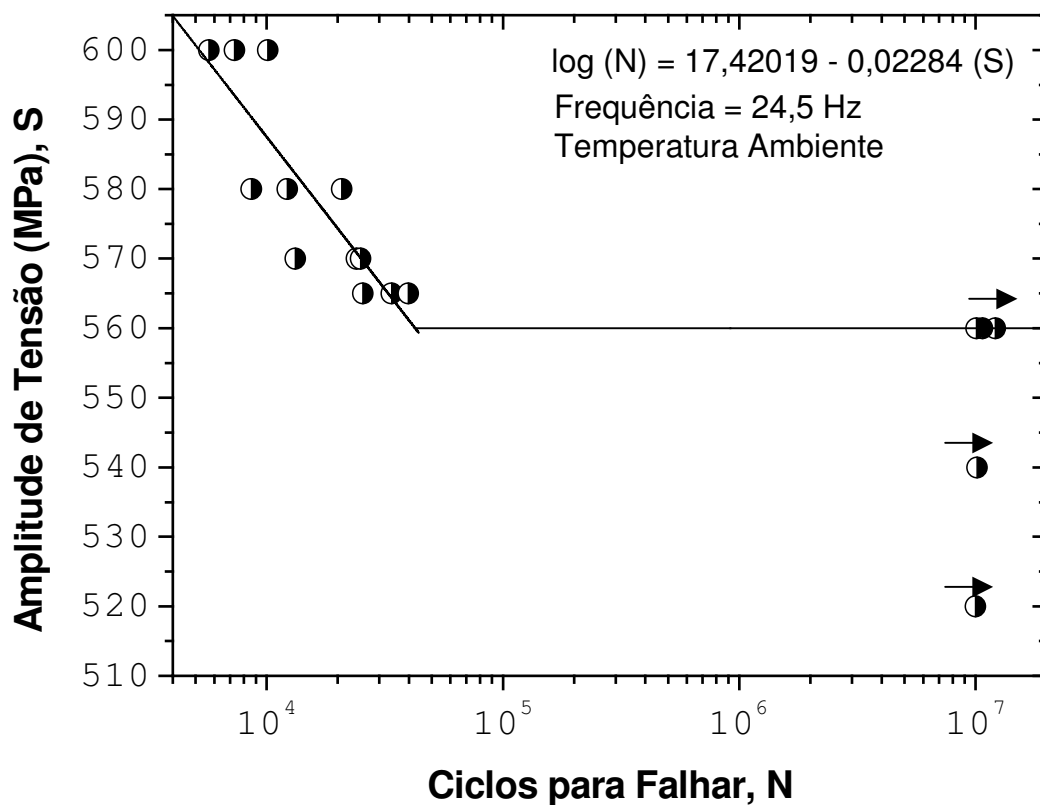


Figura 42 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 304 nitretados por 6 horas a 400°C sob uma pressão de 4,5 mbar, em uma mistura gasosa de 80%vol.H₂ e 20%vol.N₂.

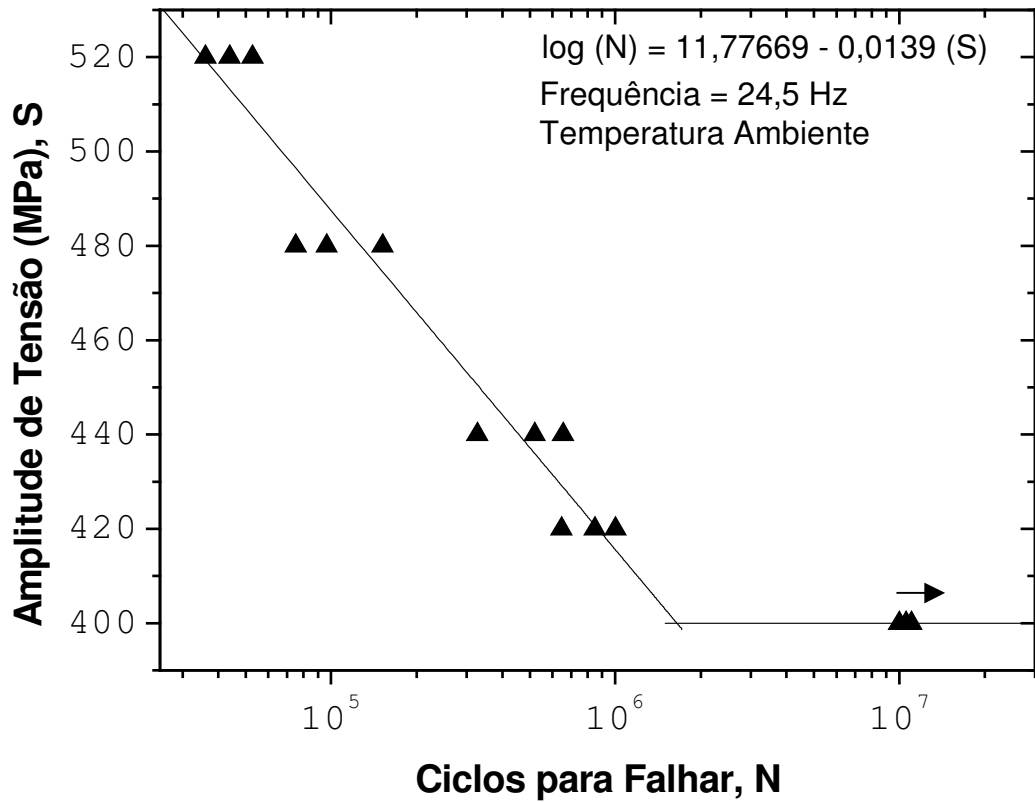


Figura 43 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados.

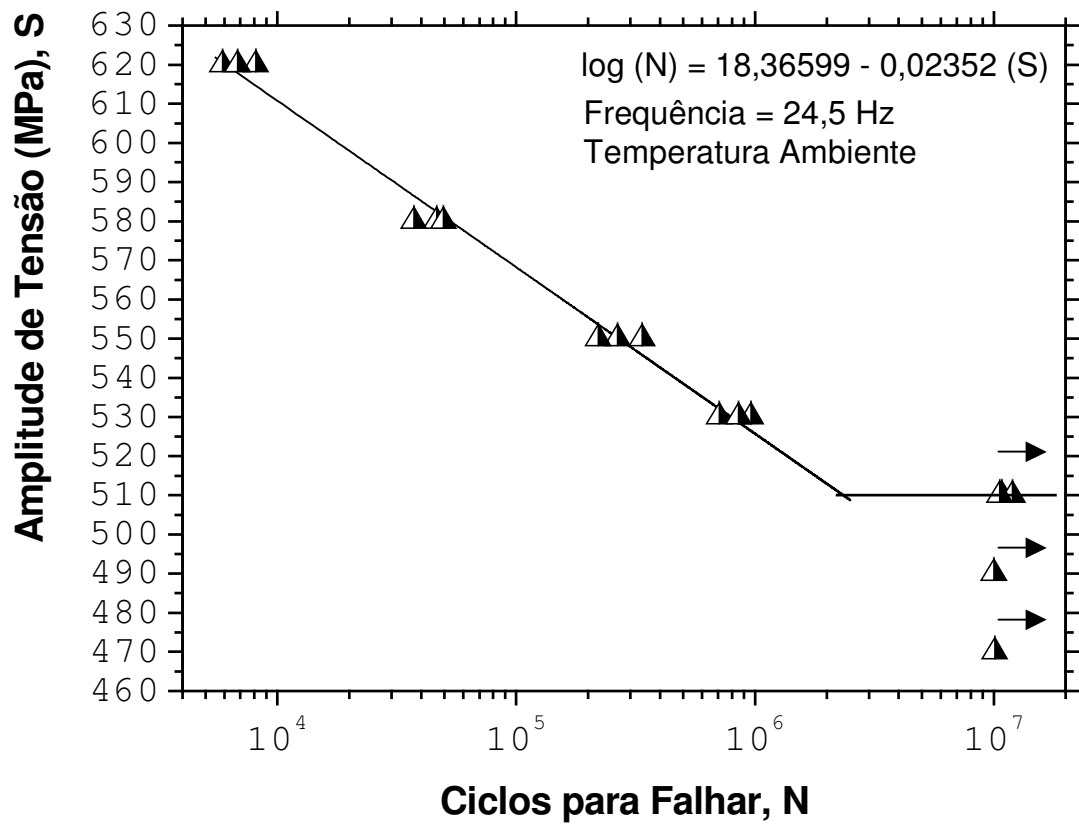


Figura 44 - Gráfico da tensão em função do número de ciclos para falhar nos ensaios de fadiga rotativa dos corpos de prova do aço AISI 316 nitretados por 6 horas a 400°C sob uma pressão de 4,5 mbar, em uma mistura gasosa de 80%vol.H₂ e 20%vol.N₂.

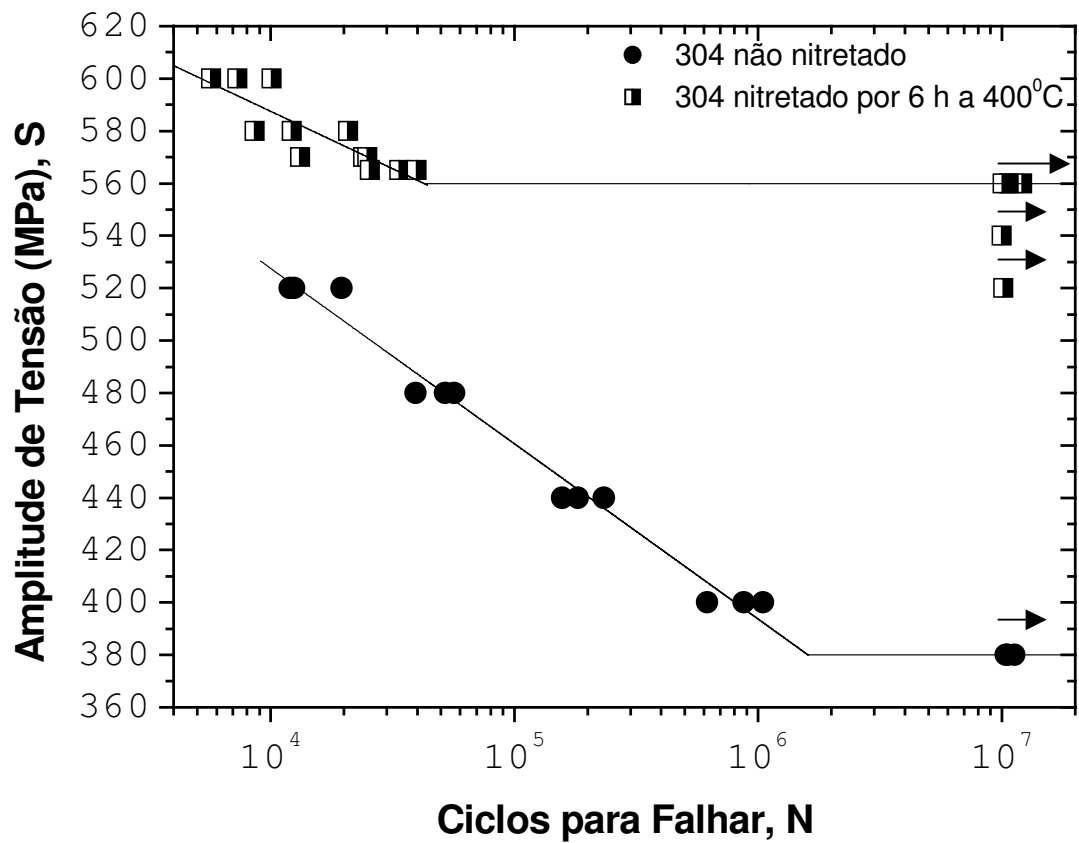


Figura 45 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar dos corpos de prova do aço AISI 304 não nitretados e nitretados.

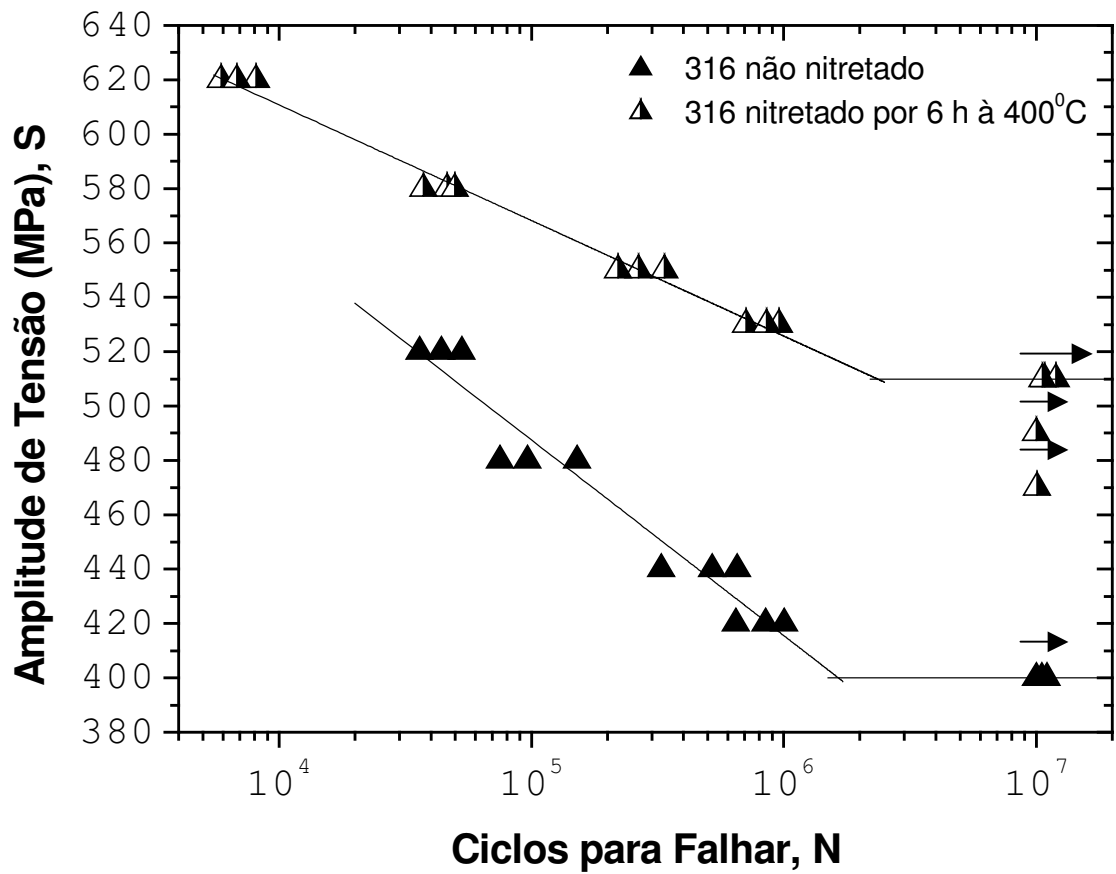


Figura 46 - Gráfico da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar dos ensaios de fadiga de corpos de prova do aço AISI 316 não nitretados e nitretados.

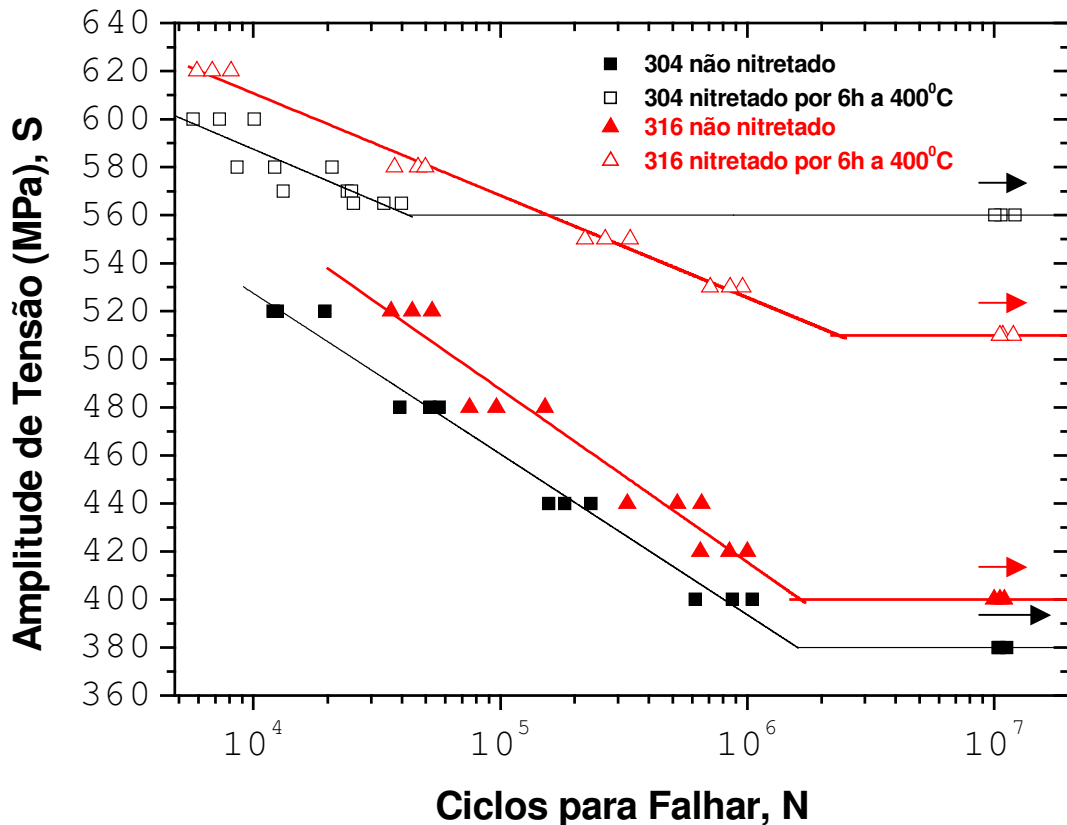


Figura 47 - Gráfico comparativo das amplitudes de tensão em função do número de ciclos para falhar dos corpos de prova dos aços AISI 304 e 316 não nitretados e nitretados.

Os resultados dos ensaios de fadiga de alto ciclo em corpos de prova não nitretados e nitretados, são apresentados nas Tabelas de 7 a 10. Estas Tabelas somadas aos Gráficos da amplitude de tensão em função do número de ciclos para falhar, mostrados nas FIGURAS de 41 a 44 permitem estabelecer e visualizar os limites de fadiga dos aços AISI 304 e 316 para cada tipo de corpo de prova tratado ou não. Os resultados dos limites de fadiga obtidos são:

- 380 MPa – Corpos de prova do aço AISI 304 não nitretado.
- 560 MPa – Corpos de prova do aço AISI 304 nitretado.
- 400 MPa – Corpos de prova do aço AISI 316 não nitretado.
- 510 MPa – Corpos de prova do aço AISI 316 nitretado.

Os valores do limite de fadiga para os corpos de provas sem o tratamento, para ambos os aços são bem próximos. Porém, para os corpos de provas nitretados ocorreu uma diferença entre os limites de fadiga, sendo que o aço AISI 304 apresentou o maior valor, 565 MPa, e o aço AISI 316 o menor, de 510 MPa. Nos artigos de S. Thaiwatthana [32] e C. Allen [43] o limite de fadiga do aço AISI 316 não nitretado foram respectivamente 400 MPa e 390 MPa, e para a condição nitretada foram 490 MPa e 480 MPa, respectivamente. Estes resultados citados acima possuem resultados de limite de fadiga semelhantes aos apresentados neste trabalho.

Comparando os gráficos das FIGURAS 45, 46 e 47, observa-se que os limites de fadiga dos corpos nitretados aumentaram, em relação aos corpos de prova não tratados. Essa mudança de desempenho ocorreu em virtude da introdução de tensões residuais compressivas que se contrapõem as tratativas, fazendo com que a nucleação de trincas na superfície ficasse mais difícil.

Comparando os aços AISI 304 e 316 nitretados, conforme mostrado na FIGURA 47, nota-se que o aço AISI 304 apresenta um comportamento que até seu limite de fadiga, 560 MPa, o material mantém a integridade da camada nitretada, e, ao se aumentar o valor da tensão aplicada, a integridade da camada é comprometida e ocorrem fraturas rápidas dos espécimes. O mesmo acontece com o aço AISI 316, onde a integridade da camada nitretada é comprometida acima do seu limite de fadiga de 510 MPa, porém com uma diferença, os corpos de prova vão se rompendo lentamente com o aumento da tensão aplicada, mostrando que a integridade da camada nitretada vai lentamente perdendo sua eficácia.

Comparando as FIGURAS 42 e 44 observa-se que ambos os gráficos possuem quase a mesma equação da reta, ou seja, valores muito próximos da constante e do coeficiente de inclinação da reta. Esse fato fica bem nítido quando observa-se a gráfico presente da FIGURA 47, e onde se observa que os coeficientes das retas relativas aos aços AISI 304 e 316 nitretados são quase os mesmos, e que as respectivas retas são praticamente paralelas entre si, mostrando que deveriam possuir um comportamento em fadiga semelhante.

5.9 Análise fractográfica (MEV)

A topografia das superfícies de fratura dos espécimes do aço AISI 304 não nitretado (304-6A) fraturados na tensão de 400 MPa a 617.400 ciclos, (304-9N) na tensão de 600 MPa a 10.100 ciclos, e espécimes do aço AISI 316 (316-14N) fraturados na tensão de 530 MPa a 708.400 ciclos e (316-9N) na tensão de 620 MPa a 6.800 ciclos, estão apresentadas nas FIGURAS de 48 a 56.

As FIGURAS 48 e 49 mostram as regiões de nucleação da trinca (NU), de propagação estável (PE) e de propagação instável ou falha final (FF). Nessas duas Figuras analisadas pode-se observar apenas uma região de nucleação de trinca. Ao se analisar a superfície de fratura do corpo de prova da FIGURAS 52(a) tem-se somente uma região bem definida, onde ocorreu o aparecimento do sítio principal da nucleação da trinca.

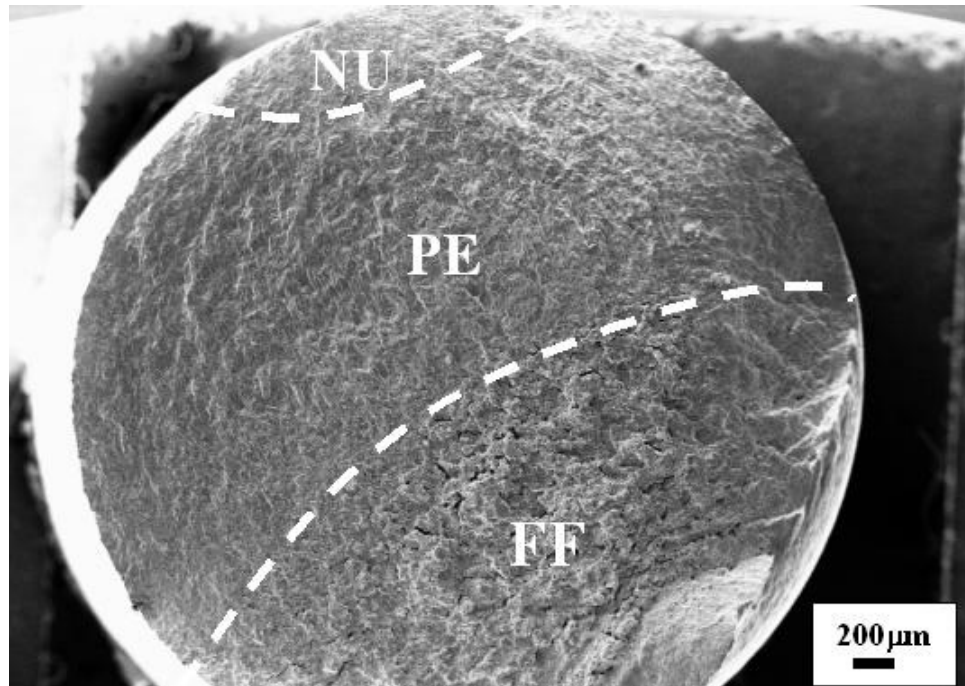


Figura 48 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. Regiões de nucleação da trinca (NU), propagação estável (PE) e falha final (FF) estão indicadas na figura.

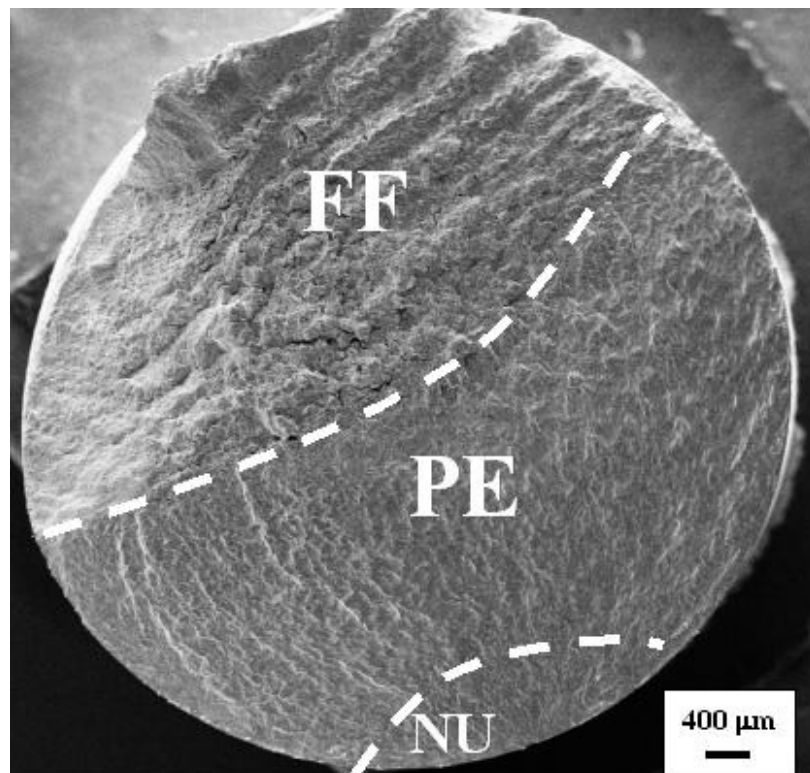


Figura 49 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos. Regiões de nucleação da trinca (NU), propagação estável (PE) e falha final (FF) estão indicadas na figura.

Assim, observou-se que existem duas formas de nucleação de trinca, uma que apresenta apenas um único sítio de nucleação, e outra com vários sítios de nucleação. Para os aços não nitretados, e para o aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão abaixo de 530 MPa surge apenas um sítio de nucleação. Para os aços AISI 316 e AISI 304 nitretados e ensaiados em níveis de tensões acima de 560 MPa, surgiram várias trincas superficiais nucleadas a partir de vários sítios de nucleação, ocasionando uma superfície de fratura típica denominada catraca, conforme ilustra as FIGURAS 50(a) e 51(a). O trincamento da superfície lateral, conforme ilustra as FIGURAS 50(b) e 51(b), surgiu da alta tensão aplicada ao espécime, ou seja, ao alto momento fletor atuando na superfície lateral, fazendo com que a camada nitretada se rompa para acomodar a deformação sofrida pelo corpo de prova. Deve ser observado que, para tensões abaixo de 560 MPa para ambos os aços nitretados, este comportamento de marca de catraca não é observado, pois esta tensão não é suficiente para causar o trincamento da camada nitretada. Portanto, para esse caso, as tensões compressivas originadas pela camada nitretada causam o deslocamento do pico da tensão tratativa, durante o ensaio, para uma região sub-superficial, responsável pelo único sítio de nucleação de trinca, como ilustra a FIGURA 52(a) e (b).

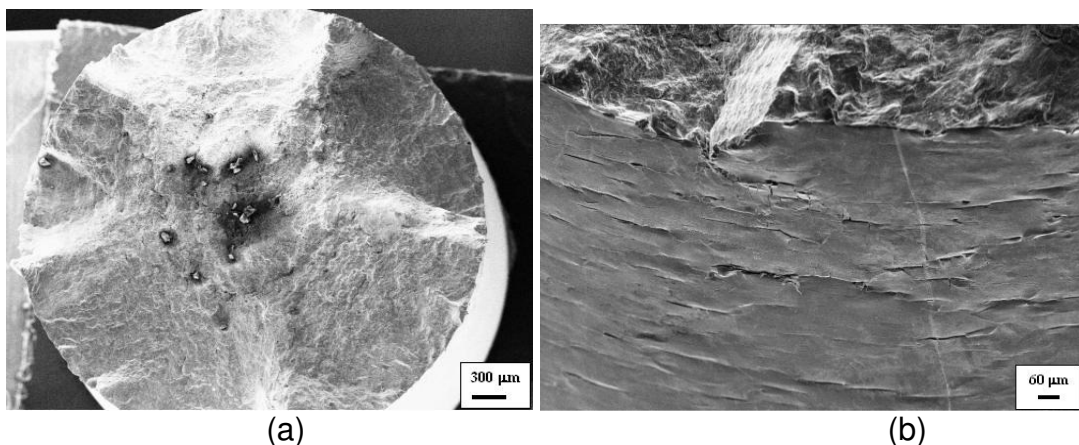


Figura 50 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova do aço AISI 304 nitretado e ensaiado a uma tensão de 600 MPa e fraturado com 10.100 ciclos, (a) característica macroscópica encontra-se na superfície de fratura são as marcas de catraca; (b) aumento da visão geral da superfície lateral de um sítio de nucleação. Presença de inúmeras micro-trincas na superfície da camada nitretada geram os vários sítios de nucleação na região de fratura.

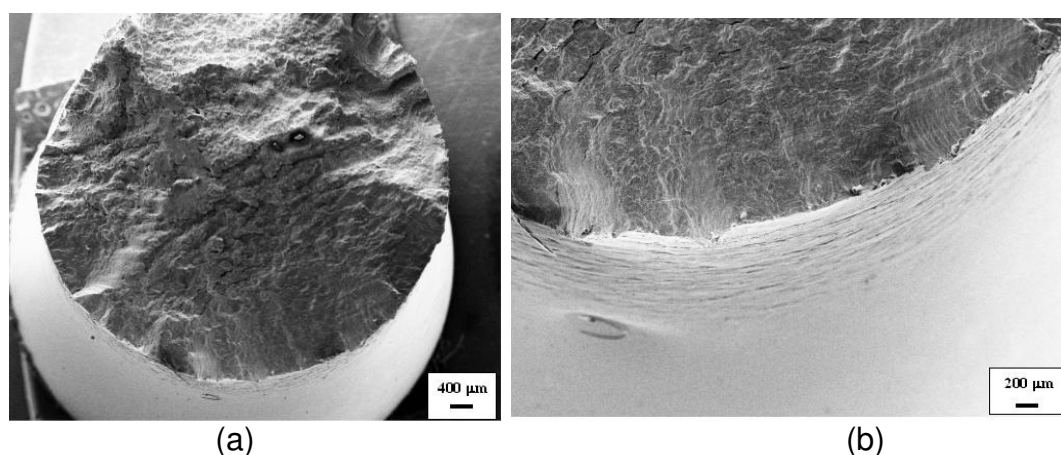


Figura 51 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 6200 MPa e fraturado com 6.800 ciclos. (a) característica macroscópica encontra-se na superfície de fratura são as marcas de catraca, demonstrando que ocorreu a nucleação de múltiplas trincas no material que, ao se unirem, formam degraus na superfície de fratura; (b) visão geral da superfície lateral e um conjunto de sítios de nucleação, presença de micro trincas na superfície da camada nitretada.

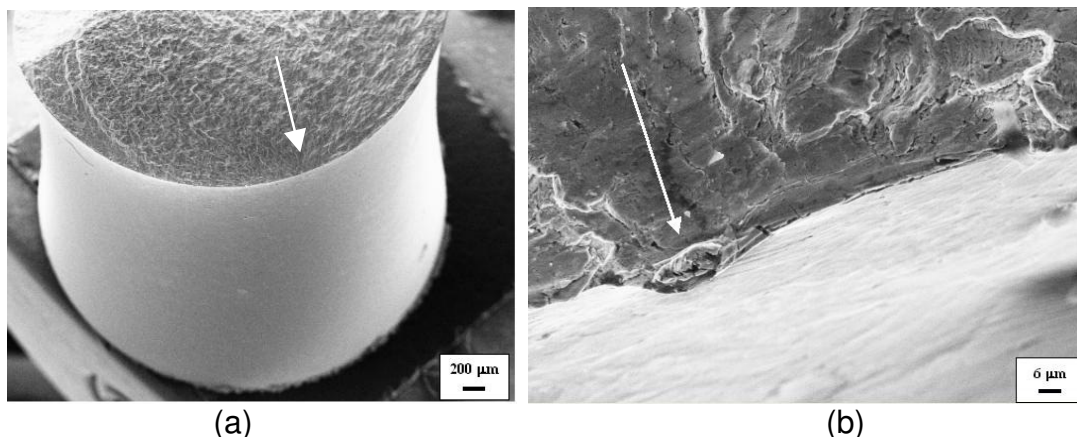


Figura 52 - Aspecto da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos, (a) visão geral da superfície lateral sem micro-trincas e do sítio de nucleação, conforme indica a seta, (b) visão do sítio de nucleação próxima a camada nitretada, indicada pela seta.

Nas FIGURAS 53 e 54 pode-se notar claramente a existência de estrias de propagação de trincas por fadiga em estágio II, observando que as estrias de propagação possuem um espaçamento de 0,5 μm . Também foram encontradas inclusões, conforme indicado pela seta. Na Figura 54 apareceram às mesmas estrias de propagação de trinca por fadiga em estágio II, no entanto, nota-se o apagamento das estrias. Isso ocorre por contato mecânico entre as partes fraturadas do corpo de prova quando estão no ciclo de compressão durante o ensaio, antes da fratura final.

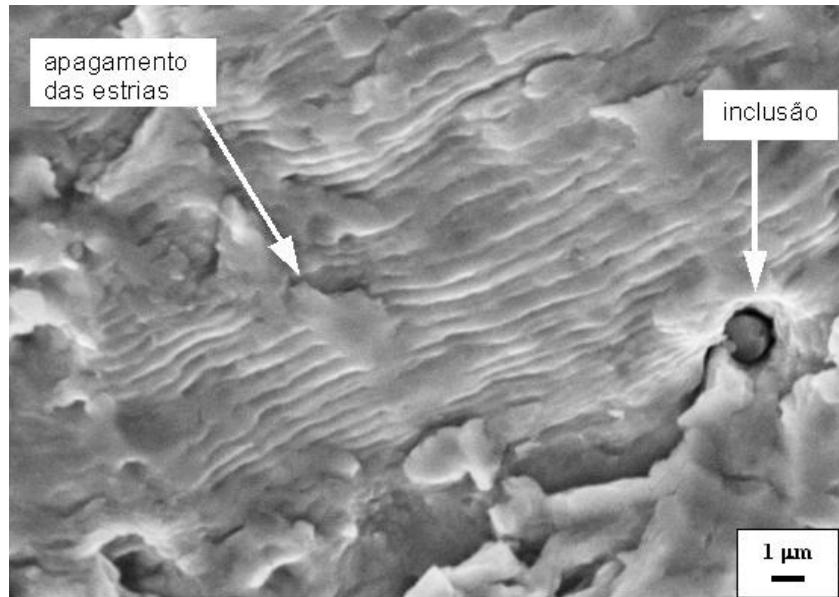


Figura 53 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura, obtido com grande aumento, da região de propagação estável do corpo de prova AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. Pode-se observar em detalhe as estrias de propagação em seu estágio II, com espaçamento da ordem de 0,5μm.

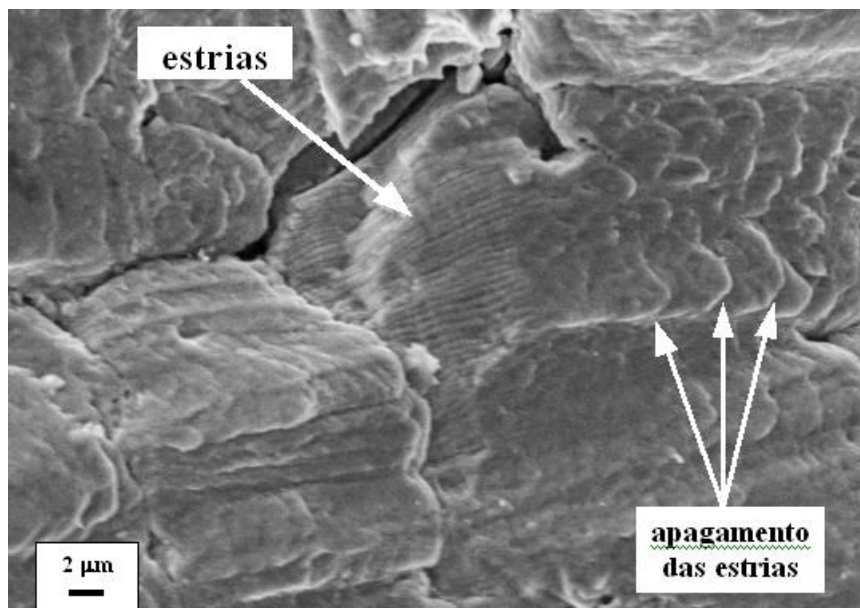


Figura 54 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo de prova de aço AISI 316 nitretado e ensaiado a uma tensão de 530 MPa e fraturado com 708.400 ciclos. Estrias e apagamento de estrias devido ao contato mecânico quando o corpo de prova esta em compressão. Imagem retirada da região próxima do local de fratura final.

A região de fratura final inicia-se com a nucleação de microvazios em contornos de grão, ou a partir de interfaces do tipo inclusão com metal base. Os microvazios crescem e, ao se unirem, formam uma única trinca de propagação rápida, levando à fratura completa do corpo de prova. As FIGURAS 55 e 56 mostram a superfície de fratura na região de fratura final do corpo de prova, com a presença de microvazios. Estes microvazios produzem um aspecto poroso à superfície de fratura final. Na FIGURA 56 observa-se a presença de inclusões no centro dos microvazios, como já esperado conforme apontam as setas.

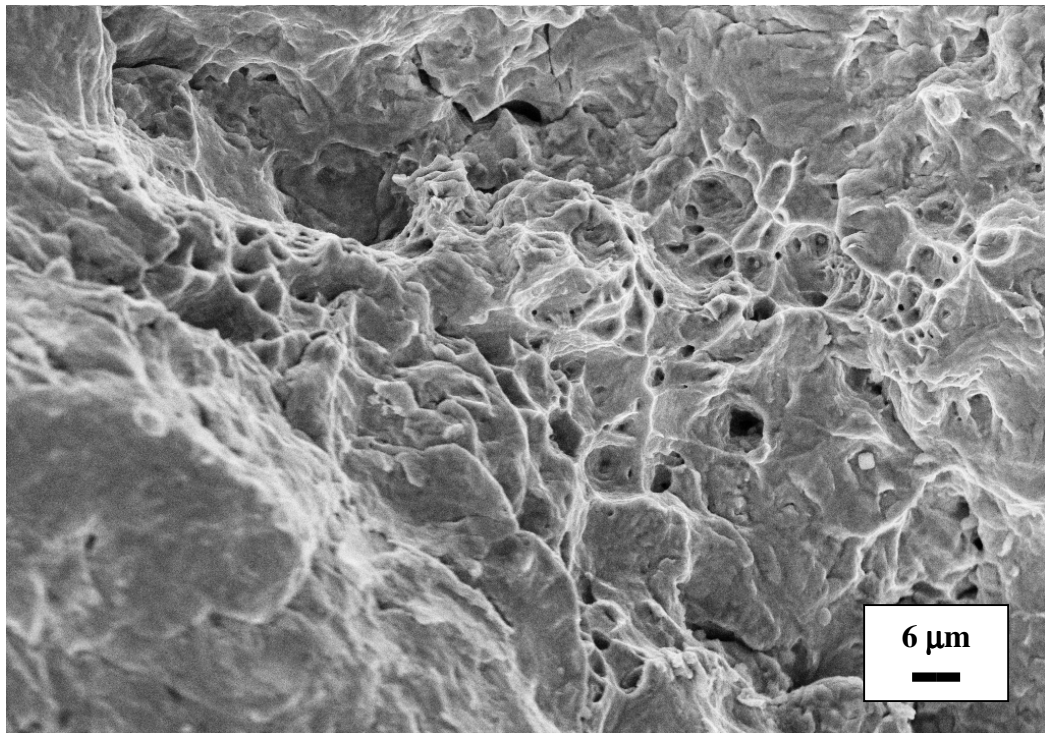


Figura 55 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura obtida na região final de fratura do corpo de prova do aço AISI 304 não nitretado e ensaiado a uma tensão de 400 MPa e fraturado com 617.400 ciclos. A presença de micro-vazios dá um aspecto poroso em função de existir inclusões no material.

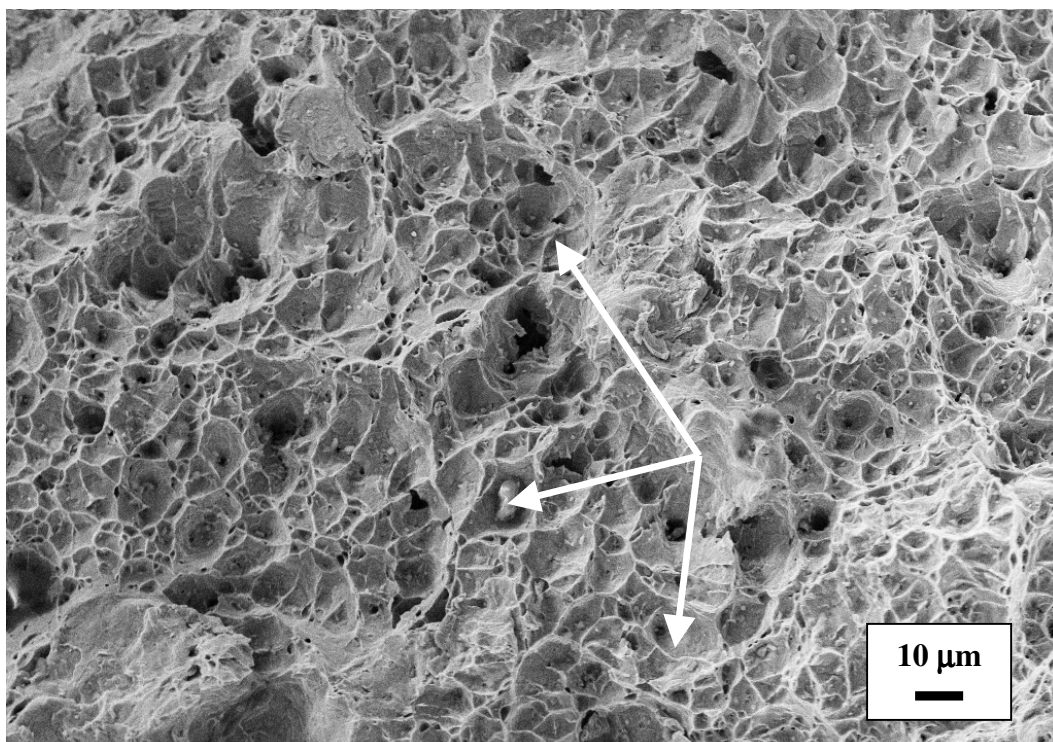


Figura 56 - Aspecto micrográfico da superfície de fratura obtida na região final da fratura do corpo de prova do aço AISI 304 nitretado e ensaiado a uma tensão de 600 MPa e fraturado com 10.100 ciclos. Presença de inclusões e de micro vazios.

As análises feitas com o auxílio da microscopia eletrônica de varredura foram vitais para a visualização e entendimento do mecanismo de nucleação, de propagação de trincas, e de fratura final dos corpos de prova submetidos a ensaios de fadiga por flexão rotativa.

5.10 Análise EDX da camada nitretada nos corpos de prova

As análises EDX foram realizadas de forma pontual ao longo da camada nitretada dos corpos de provas. Foram utilizados os espécimes 304-6N, ensaiado a uma tensão de 560 MPa e 10.098.300 ciclos sem apresentar fratura, e o 316-7N ensaiado a uma tensão de 510 MPa e também não

fraturado a 11.977.300 ciclos. Os corpos de prova foram cortados, conforme mostra a FIGURA 57, e lixados e polidos de acordo com a norma ASTM E 395. Fez-se o ataque da superfície polida com água régia para revelar a camada nitretada.

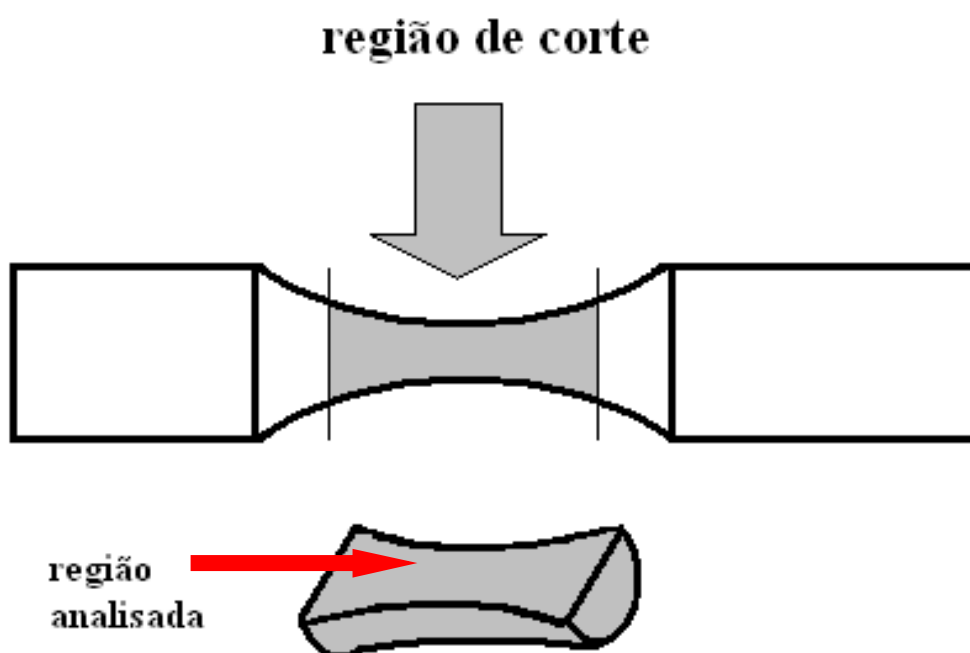


Figura 57 - Esquema do corte realizado nos corpos de prova para a realização das análises EDX.

Os 5 pontos de análise pontual via EDX são mostrados na FIGURA 58, sendo 3 pontos distribuídos ao longo da camada nitretada e dois pontos na matriz do material. Em cada ponto de análise foram medidos os valores de porcentagem atômica e porcentagem em massa dos elementos pertencentes à composição química nominal de cada aço, além do elemento nitrogênio. Estes resultados estão descritos na Tabela 11.

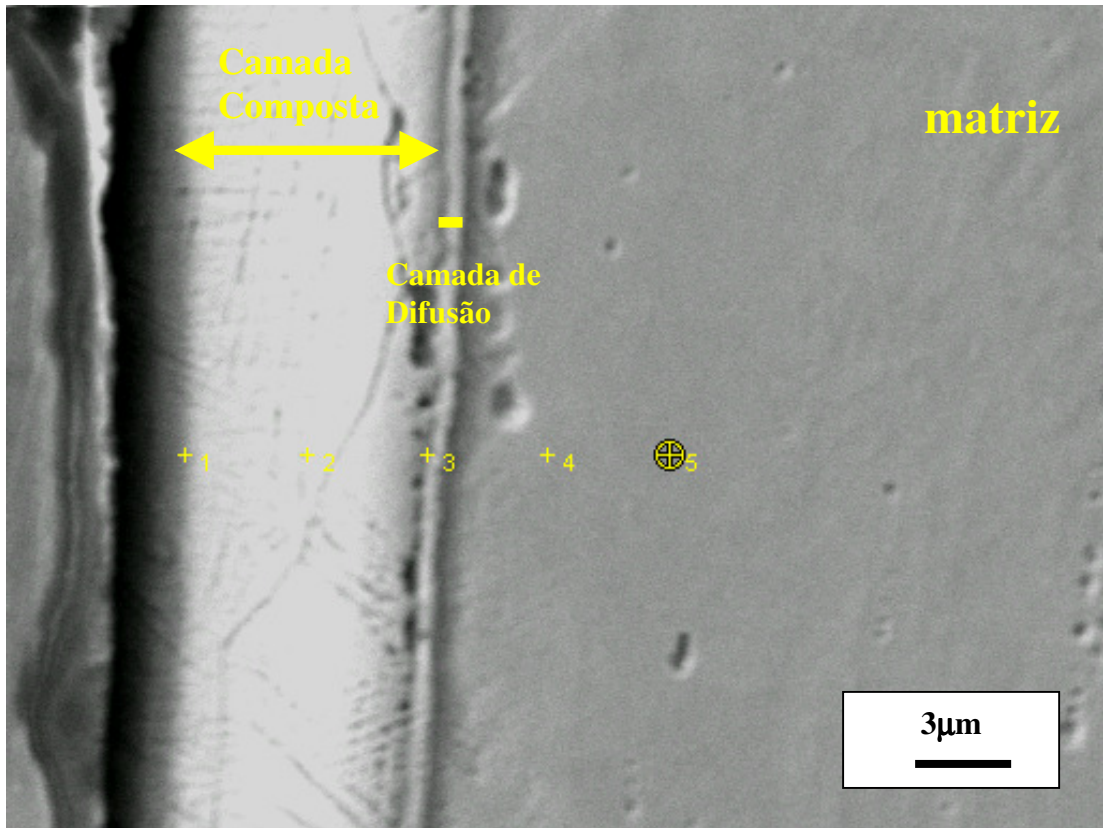


Figura 58 - Localização dos 5 pontos de medidas de EDX no corpo de prova do aço AISI 304 ensaiado a uma tensão de 560 MPa e retirado do ensaio sem fraturar a 10.098.300 ciclos.

Figura 11 - Valores da porcentagem atômica e em massa dos elementos presentes nas 5 medidas pontuais realizadas utilizando a técnica EDX. Corpo de prova do aço AISI 304 que não fraturou a uma tensão de 560 MPa e 10.098.300 ciclos.

	PONTO 1		PONTO 2		PONTO 3		PONTO 4		PONTO 5	
	% ATÔMICA	% MASSA	% ATOMICA	% MASSA	% ATOMICA	% MASSA	% ATOMICA	% MASSA	% ATOMICA	% MASSA
N	58,28	26,83	64,07	29,5	33,28	12,21	1,69	0,44	0,00	0,00
C	0,09	0,03	0,06	0,02	0,07	0,02	0,08	0,03	0,09	0,03
Fe	27,79	51,00	35,13	64,55	44,38	60,31	67,01	68,7	68,46	69,10
Cr	8,55	14,60	9,26	15,84	13,96	17,66	20,11	19,2	20,44	19,21
Ni	3,11	6,01	2,82	5,44	4,91	7,01	7,28	7,85	7,63	8,10
Mo	0,05	0,15	0,13	0,40	0,31	0,72	0,49	0,87	0,67	1,16
Si	0,44	0,41	0,31	0,29	0,88	0,6	1,09	1,09	0,71	0,66
Mn	0,88	1,58	0,93	1,67	1,63	2,18	2,32	2,34	2,09	2,07

A quantidade atômica do elemento nitrogênio nos pontos 1 e 2 é alta e observa-se que essa porcentagem diminui no ponto 3, que está entre a camada composta e a camada de difusão. Para os pontos 4 e 5 que se encontram na matriz a porcentagem de nitrogênio é praticamente nula.

A porcentagem dos elementos ferro, cromo e níquel aumenta ao longo da camada nitretada, compreendida entre os pontos 1 e 3, conforme se observa na Tabela 11. Porém suas porcentagens crescem muito quando estão na matriz no aço, conforme mostram os pontos 4 e 5, em relação aos pontos de análise dentro da camada nitretada. Esses elementos praticamente mantêm as mesmas porcentagens atômicas nos pontos 4 e 5.

O elemento molibdênio não faz parte da composição química nominal do aço inoxidável austenítico AISI 304, segundo especificação da norma

ASTM A 276. Entretanto, observa-se que sua porcentagem aumenta ao longo dos 5 pontos de analisados.

Abaixo, é descrita a análise do corpo de prova 316-7N e ensaiado a uma amplitude de tensão de 510 MPa e retirado do ensaio sem se romper, com 11.977.300 ciclos. Foram feitas 5 medidas pontuais, com 3 pontos dentro da camada e 2 na matriz. A FIGURA 59 mostra os pontos e também indica a camada composta e a de difusão, assim como a matriz.

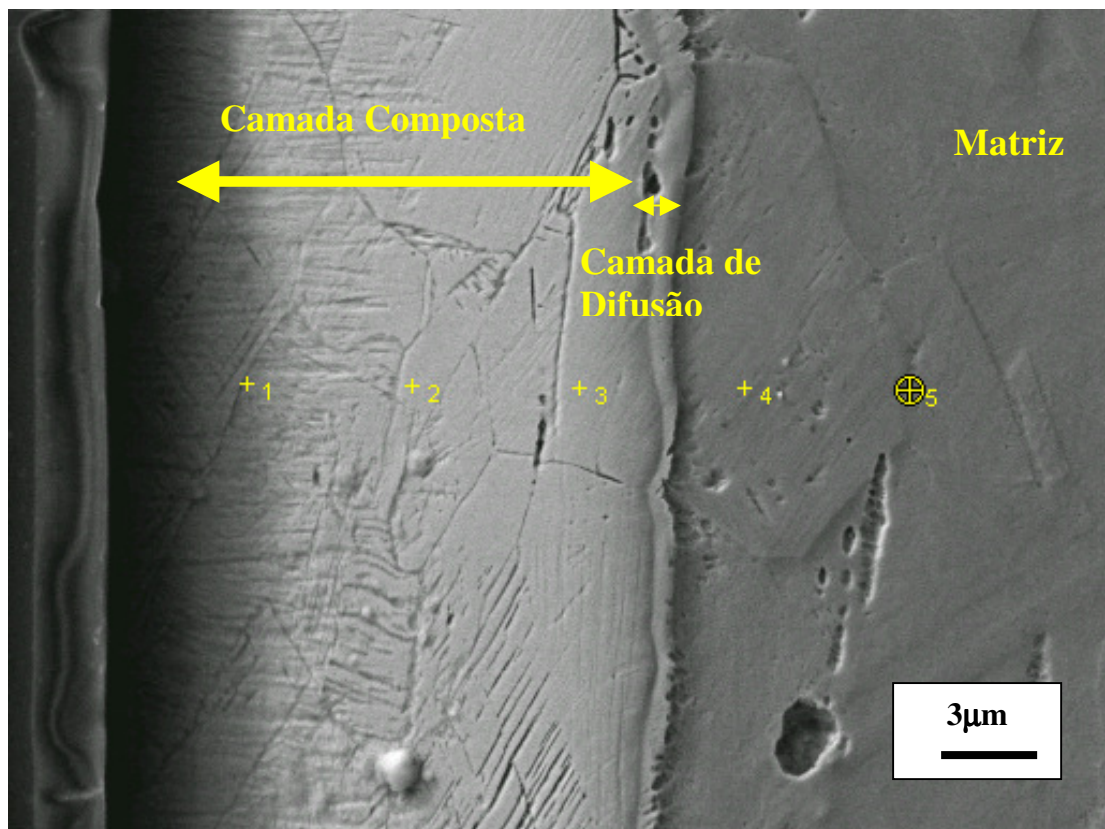


Figura 59 - Localização dos 5 pontos de medidas de EDX no corpo de prova do aço AISI 316 ensaiado a uma tensão de 510 MPa e retirado do ensaio sem romper com 11.977.300 ciclos.

Tabela 12 - Valores da porcentagem atômica e em massa dos elementos presentes nas 5 medidas pontuais realizadas utilizando a técnica EDX. Corpo de prova do aço AISI 316 submetido a uma tensão de 510 MPa e não fraturou e foi retirado com 11.977.300 ciclos.

	PONTO 1		PONTO 2		PONTO 3		PONTO 4		PONTO 5	
	% ATÔMICA	% MASSA	% ATÔMICA	% MASSA	% ATÔMICA	% MASSA	% ATÔMICA	% MASSA	% ATÔMICA	% MASSA
N	49,84	22,94	52,87	24,34	41,88	19,78	0,00	0,00	0,00	0,00
C	0,10	0,03	0,06	0,02	0,05	0,02	0,07	0,02	0,10	0,03
Fe	30,99	51,57	30,48	51,12	39,05	57,11	67,37	67,65	66,88	67,1
Cr	9,38	14,53	10,10	15,77	11,32	15,42	19,74	18,45	19,51	18,2
Ni	5,02	8,78	3,82	6,73	5,08	7,82	9,21	9,73	9,46	9,98
Mo	0,60	1,71	0,13	2,16	0,31	2,35	1,21	2,09	1,46	2,52
Si	0,38	0,32	0,39	0,33	0,69	0,51	0,72	0,37	1,01	0,51
Mn	0,75	1,23	1,12	1,85	1,04	1,49	1,74	1,74	1,69	1,67

Os pontos 1, 2 e 3 da análise estão dentro da camada nitretada, conforme mostra a FIGURA 59, e que de acordo com a TABELA 12 a porcentagem atômica do elemento nitrogênio é acima de 40% e que para os dois primeiros pontos, 1 e 2, a porcentagem do elemento ferro é praticamente o mesmo, e que para o terceiro ponto onde o nitrogênio diminui sua porcentagem atômica, já o elemento ferro aumenta sua porcentagem. Os pontos 4 e 5 estão dispostos fora da camada nitretada, ou seja, na matriz do material. Para estes pontos a porcentagem do nitrogênio é nula enquanto que a porcentagem de ferro para ambos os pontos é aproximadamente 67%.

Ao observarmos as porcentagens atômicas do níquel e do molibdênio da TABELA 12 observa-se que para o ponto 2 tem-se uma diminuição dos elementos quando comparados ao ponto 1 e 3.

Para os dois aços analisados observou-se que a nitretação realmente ocorreu, sendo que a camada nitretada possui uma porcentagem atômica de nitrogênio alta e na matriz esse percentual é nulo. Para o ferro observa-se que o percentual atômico dentro da camada nitretada é aproximadamente metade do valor encontrado na matriz.

5.11 Tensão residual superficial

Cada difratograma foi obtido na faixa de 48 a 56 graus. Nessa faixa angular foram registrados 2 picos de difração sendo o primeiro, o principal, o mais intenso e corresponde a fase γ' -Fe₄N <111>. Utilizou-se esse pico para as análises de deformação residual. Ao determinar os valores da deformação residual permitindo a avaliação direta da componente de tensão residual. Entretanto não é conhecido o valor da constante elástica(S_2) e o módulo de Poisson(ν) correspondente ao pico principal da fase γ' -Fe₄N. Os dados foram registrados somente na forma de deformação residual, e somente com o conhecimento posterior dos parâmetros citados acima é que se poderá avaliar o valor da tensão residual. A Tabela 13 mostra os resultados de deformação residual para os corpos de prova nitretados nas condições: ensaiados e não ensaiado em fadiga.

Tabela 13 - Resultados de deformação residual superficial obtidos para o pico principal γ -Fe₄N para os corpos de prova nitretados ensaiados e não ensaiados em fadiga.

CORPO DE PROVA	DEFORMAÇÃO RESIDUAL (X10⁶) (Å)
304 nitretado e não ensaiado	-5900 ± 1000
304 nitretado e ensaiado a uma tensão de 560MPa e retirado do ensaio com 12.166.700 ciclos.	-4900 ± 1000
316 nitretado e não ensaiado	-9000 ± 2000
316 nitretado e ensaiado a uma tensão 510 MPa retirado do ensaio com 11.977.300 ciclos.	-3500 ± 1360

Os valores das deformações residuais dos corpos de prova na condição ensaiado e não ensaiado em fadiga do aço AISI 304 nitretado possui uma pequena variação de valor entre eles, sendo o valor da deformação residual para a condição ensaiada o menor. Entretanto esses valores estão dentro da faixa de erro produzida pelo software durante o seu cálculo. Desta forma, o corpo de prova ensaiado por fadiga possui uma pequena relaxação da deformação residual presente na camada nitretada.

Já os valores das deformações residuais para os corpos de prova do aço AISI 316 nitretado apresentam uma grande variação entre o valor da condição de corpo de prova ensaiado e não ensaiado em fadiga. O corpo de prova ensaiado apresentou um valor de deformação residual compressiva 68,8% menor com relação ao corpo de prova de prova não ensaiado. Como o valor de tensão residual compressiva é diretamente proporcional a deformação residual, pode-se concluir que durante o ensaio de fadiga por

flexão rotativa a camada nitretada do corpo de prova AISI 316 foi relaxando sua tensão residual compressiva.

6. CONCLUSÕES

A análise química dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 e 316 revelou que os elementos químicos que compõem as ligas estavam dentro do valor esperado, porém uma pequena porcentagem de impureza de molibdênio foi encontrada, provavelmente oriunda de sucata utilizada no processo de fundição.

Os valores da profundidade e da microdureza superficial da camada nitretada aumentaram com o aumento do tempo de nitretação, atingindo após 6 horas de tratamento o valor médio de 11 μm de profundidade e um valor médio de 1200 HV 25 gf para a microdureza superficial.

A camada de nitretos formada em ambos os aços nitretados a 400°C durante 6 horas apresentou apenas a fase γ' -Fe₄N, sendo que as intensidades dos picos de difração de raios-X, que caracterizam esta fase e que ocorrem na família de planos <111> e <200>, são diferentes apenas na intensidade do pico, apresentando-se mais intensos no aço AISI 316 para ambas as famílias de planos.

A análise por EDX mostrou que a porcentagem de nitrogênio da camada nitretada decresce com a profundidade, sendo nula a partir da interface camada de difusão / matriz.

Os limites de fadiga dos aços AISI 304 e 316 nitretados aumentaram 47% e 27,5%, respectivamente, quando comparados com os limites de fadiga dos aços na condição de como recebido. Isto ocorre devido à introdução de tensões residuais compressivas provocadas pela existência

da camada nitretada, que, indiretamente, provoca um retardo no processo de nucleação de trinca por fadiga, aumentando assim a resistência à fadiga dos aços.

Para o regime de altas tensões alternadas aplicadas, a camada nitretada trinca-se para acomodar os altos picos de deformação. Assim, para ambos os aços nitretados ocorreu o aparecimento de múltiplos sítios de nucleações de trinca, que ficou caracterizado pelo aparecimento na superfície de fratura das marcas típicas denominadas por marcas de catraca.

Para o regime de baixas tensões aplicadas, não ocorreu o trincamento generalizado da superfície do corpo de prova, pois, neste caso, a camada nitretada foi capaz de acomodar as deformações. Como consequência, para ambos os aços a nucleação da trinca ocorreu em sítio bem definido na superfície da camada nitretada.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Determinar o perfil de tensões residuais com auxílio da técnica de raios-X da camada composta e da camada de difusão.

Verificar como as variáveis do processo de nitretação: tempo de nitretação, composição da mistura gasosa e profundidade de camada influenciam no processo de formação da camada nitretada e no comportamento da propriedade de fadiga de baixos e altos ciclos dos aços AISI 304 e 316.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] R. E. Reed-Hill. Princípios de metalurgia física. 2^o edição Editora Guanabara Dois. Rio de Janeiro 1982.
- [2] E. J. Miola. Espectroscopia e difração de raios-X aplicadas ao estudo de ferro e aço nitretados por plasma. Tese de Doutorado, IFSC/IQSC/EESC, São Carlos, 2000.
- [3] R. M. M. Riofano. Efeito dos teores de Si em aços ultra-resistentes e do V em aços ferramenta sinterizados nitretados ionicamente. Tese de Doutorado, IFSC/IQSC/EESC, São Carlos, 2002.
- [4] C. A. Santos. Composição superficial e propriedades mecânicas e tribológicas de aços carbono implantados com nitrogênio. Porto Alegre, 1984, Tese Doutorado - Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
- [5] G. F. Gomes, M. Ueda, H. Reutauer. Alternated high and low pressure nitriding of austenitic stainless steel: Mechanisms and results. Journal of Applied Physics. Volume 94, nº 8, páginas 5379-5383, October 2003.
- [6] K. Genel, M. Demirkol, M. Capa. Effect of ion nitriding on fatigue behaviour os AISI 4140 steel. Materials Science and Engineering A, Volume 279, páginas 207-216, ano 2000.
- [7] N. Limodin, Y. Verreman, N. Tarfa. Axial fatigue of a gas nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth. Fatigue Fracture Engineering Materials Structure. Volume 26, páginas 811-820, ano 2003.
- [8] Ruset, C. The influence of pressure on temperature uniformity in the plasma nitriding process. Heat Tratament of Metals, v.3, p.81-84, 1991.

- [9] R. Grün, H. J. Günther. Plasma nitriding in industry – problems, new solutions and limits. Materials Science and Engineering A, Volume 140, páginas 435-441, ano 1991.
- [10] Daniewicz, S.R.; Morre, D.H. Increasing the bedding fatigue resistance of spur gear teeth using a presetting process. International Journal of Fatigue, v20, n7, p537-542, 1998.
- [11] G. E. Dieter. Metalurgia mecânica. Segunda edição Rio de Janeiro 1981.
- [12] M. Milan, O. Maluf, D Spinelli, W.W. Bose Filho, Metais - Uma visão objetiva, São Carlos, Brasil, 2004.
- [13] V. Chiaverini. Tecnologia mecânica – Estrutura e propriedades das ligas metálicas. Volume 2, 2ª edição. 1986. Makron books do Brasil Editora Ltda.
- [14] B. W. Hwang, C. M. Suh, H. K. Jang. Effects of surface hardening and residual stress on the fatigue characteristics of nitrided sacm 645 steel. International Journal of Modern Physics B. volume 17, páginas 1633-1639, ano 2003.
- [15] A. Alsaran, M. Karakan, A. Çelik. The investigation of mechanical properties of íon nitrided AISI 5140 low alloy steel. Materials Characterization, Volume 48, páginas 323-327, ano 2002.
- [16] J. Musil, J. Vlcek, M. Ruzicka. Recent process in plasma nitriding. Vacuum, Volume 59, páginas 940-951, ano 2000.
- [17] Clodomiro Alves Júnior. Nitretação em plasma pulsado: equipamento preparação e caracterização das camadas nitretadas. São Carlos: UFSCar, 1995. 176p. Tese de Doutorado.

- [18] M. P. Fewell, J. M. Priest, M. J. Baldwin, G. A. Collins, K. T. Short. Nitriding at low temperature. *Surface & Coating Technology*, volume 131, páginas 284-290, ano 2000.
- [19] Chapman, R. P. *Glow discharge processes – sputtering and plasma etching*. New York, Wiley International, 1980. 406p.
- [20] B. Edenhofer. Physical and metallurgical of ionitriding. *Heat Treatment of Metals*. Páginas 23-28, ano 1974.
- [21] T. Bell. Surface Engineering of austenitic stainless steel. *Surface Engineering*. Volume 18, nº 6, ano 2002.
- [22] E. J. Miola, S. D. de Souza, P. A. P. Nascente, M. O. Dionysio, C. A. Olivieri, D. Spinelli. Surface characterisation of plasma nitrided iron by X-ray photoelectron spectroscopy. *Applied Surface Science*. Volume 144-145, páginas 272-277, ano 1999.
- [23] T. Czerwiec, H. Mechel, E. Bergmann. Low pressure, high density plasma nitriding: mechanisms, technology and results. *Surface & Coatings Technology*. Volume 108-109, páginas 182-190, ano 1998.
- [24] Alves Jr, C.; Casteletti, L.C.; Rodrigues, J.^a Avaliação da nitretação por plasma em peças com pequenos furos. Congresso Anual da ABM, 48, Rio de Janeiro, 1993. Anais. São Paulo, ABM, 1993, p. 49-57.
- [25] C. X. Li, J. Georges, X. Y. Li. Active screen plasma nitriding of austenitic stainless steel. *Surface Engineering*, volume 18, nº 6, ano 2002.
- [26] C. X. Li, T. Bell. Principles, mechanisms and applications of active screen plasma nitriding. *Heat Treatment of Metals*. Volume 20, páginas 1–7, ano 2003.

- [27] Y. Sun, T. Bell, Z. Kolosvary, J. Flis. The response of austenitic stainless steels to low temperature plasma nitriding. Heat Treatment of Metals. Volume 26, páginas 9-16, ano 1999.
- [28] T. Bell, C. X. Li. Stainless steel - Low temperature nitriding and carburizing. Advanced Materials & Process, june 2002.
- [29] D. Cleugh. Plasma species analysis for in situ assessment of surface of treatment. Surface Engineering. Volume 18, nº 2, páginas 133-139, ano 2002.
- [30] O. Maluf. Influência do roleteamento no comportamento em fadiga de um ferro fundido nodular perlítico. Dissertação de Mestrado IFSC/IQSC/EESC, São Carlos 2002.
- [31] J. A. Bannantine, J. J. Comer, J. L. Handrock. Fundamentals of metal fatigue analysis. Prentice-Hall 1990.
- [32] S. Thaiwatthana, X. Y. Li, H. Dong, T. Bell. Mechanical and chemical properties of low temperature plasma surface alloyed 316 austenitic stainless steel. Surface Engineering. Volume 18, número 6 páginas 140-144, ano 2002.
- [32] Fuchs, H.O.; Stephens, R.I. Metal Fatigue in Engineering. New York, John Wiley & Sons, 1980.
- [33] Loh, N.L. e Siew, L.W. Residual Stress Profiles of Plasma nitride Steels. Surface Engineering Vol.15 nº 2, ano 1999.
- [34] Z. Koložváry, S.C. Plasmaterm. Residual Stresses in Nitriding. Handbook of Residual Stress Deformation and of Steel. ASM International, 2002, 1º edição

- [35] Marcel A.J. Somers. Residual Stress Induced by Nitriding and Nitrocarburizing. Handbook on Residual Stress. Society for Experimental Mechanics, Inc. 2005, 2ª edição Volume 1.
- [36] American Society for Testing and Materials – ASTM E 3–95. Standard practice for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken, ASTM, 2000.
- [37] American Society for Testing and Materials – ASTM E 8M–00. Standard test methods for tension testing of metallic materials. West Conshohocken, ASTM, 2000.
- [38] American Society for Testing and Materials – ASTM E 466–96. Standard practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials. West Conshohocken, ASTM, 2000.
- [40] American Society for Testing and Materials – ASTM E 384-99. Standard test method for microindentation hardness of materials. West Conshohocken, ASTM, 2000.
- [41] Sun, Y.; Fi, X.Y.; Bell, T. X-ray diffraction characterisation of low temperature plasma nitrided austenitic stainless steels. Journal of Materials Science, nº 34, ano 1999.
- [42] C. F. M. Borges, S. Hennecke, E. Pfender. Decreasing chromium precipitation in AISI 304 stainless steel during the plasma nitriding process. Volume 123, páginas 112-121, ano 2000.
- [43] C. Allen, C. X. Li, T. Bell, Y. Sun. The effect of fretting on the fatigue behaviour of plasma nitrided stainless steels. Wear. Volume 254, páginas 1106-1112, ano 2003.

[44] M. Rahman, J. Haider, M.S.J. Hashmi. Low temperature plasma nitriding of 316 stainless steel by a saddle field fast atom beam source. Surface & Coating Technology. Vol. 2000, pag. 1645-1651, ano 2005.

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)