

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA
NO COMPORTAMENTO EM FADIGA DO
AÇO ASTM 743 TIPO CA6NM

LICURGO BORGES WINCK

ORIENTADOR: Dr. COSME ROBERTO MOREIRA DA SILVA
COORIENTADOR: Dr. JORGE LUIZ DE ALMEIDA FERREIRA

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

PUBLICAÇÃO: ENM.DM – 158 A/11
BRASÍLIA/DF: MARÇO DE 2011

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

INFLUÊNCIA DA NITRETAÇÃO A PLASMA NO
COMPORTAMENTO EM FADIGA DO AÇO ASTM 743 TIPO
CA6NM

LICURGO BORGES WINCK

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.

APROVADA POR:

Professor Cosme Roberto Moreira da Silva, Dr. (ENM/UnB)
(Orientador)

Professor Flaminio Levy Neto, Dr. (ENM/UnB)
(Examinador Interno)

Profesora Danieli Aparecida Pereira Reis, Dra. (ITA)
(Examinador Externo)

BRASÍLIA/DF, 02 DE MARÇO DE 2011.

FICHA CATALOGRÁFICA

WINCK, LICURGO BORGES

Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM. (Distrito Federal) 2011.

xviii, 100 p., 210 x 297 mm (ENM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2011)

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia
Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Aço Inoxidável

2. Aço ASTM 743 CA6NM

3. Nitretação a Plasma

4. Fadiga

I. ENM/FT/UnB

II. Título ENM.DM–158A/11

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

WINCK, L. B. (2011). Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Publicação ENM.DM–158A/11. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, Brasília, DF.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Licurgo Borges Winck.

TÍTULO: Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM.

GRAU: Mestre

ANO: 2011

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Licurgo Borges Winck

licurgo@r7.com

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, por todas as coisas, por ter concedido a mim a graça da Fé e Perseverança.

À minha mãe e meu pai, que sempre foram meu porto seguro.

À toda minha família, principalmente minha irmã Shayanna e meu cunhado Leonardo pela compreensão e pelas muitas ajudas ao longo desse período.

À Carla Simone Vizzotto pela compreensão, conselhos e principalmente pelo carinho e bons momentos vividos nestes anos que se passaram.

Ao meu orientador Professor Cosme Roberto Moreira da Silva pela oportunidade, pelos conselhos e pela grande experiência que me fora passada.

Ao meu co-orientador Professor Jorge Luiz de Almeida Ferreira pelos ensinamentos e orientações em relação aos ensaios de fadiga.

Aos Professores(as) Alex, Fábio, Flávio, Edgar, Palloma, dentre outros, do departamento de Engenharia Mecânica, pelos ensinamentos e orientações.

Aos alunos de graduação Marcos Sá, Alexandre Gonçalves e Alexandre Gomes que me auxiliaram muito na realização dos ensaios de Fadiga.

Aos colegas de pós-graduação Léo, Braitner, Vagner e Alexander pela ajuda e orientações.

Aos técnicos do departamento de Engenharia Mecânica Edson, Wesley, Marcão, Sr. Artur, dentre outros, por me auxiliarem em vários momentos na realização dos experimentos.

À Isabel, secretária do Departamento de Engenharia Mecânica, pelo auxílio durante o decorrer do curso.

Ao Professor Marcos Dorigão pela disponibilidade do reator da Universidade Federal de São Carlos para a realização da Nitretação a Plasma, dentre outras orientações durante o decorrer da dissertação.

Ao Instituto de Ciências Biológicas, representado pela Professora Sônia Bão e técnico Lauro, pela disponibilidade e orientações com relação a Microscopia Eletrônica de Varredura.

Ao Instituto de Química, técnica Luciana, pela realização das análises de difratometria de raios X para identificação das fases cristalinas.

Ao Professor Rodrigo Magnabosco, do Centro Universitário da FEI pela realização das análises de difratometria de raios X para medição de tensões residuais.

A todos os companheiros de serviço da 10ª Companhia Independente Bombeiro Militar do Estado de Goiás pela compreensão e ajuda em vários momentos que foram imprescindíveis.

À Eletronorte por financiamento de parte deste projeto.

A todos um muito obrigado.

RESUMO

A nitretação por plasma tem sido largamente utilizada em muitas aplicações industriais por apresentar melhora nas propriedades mecânicas, tribológicas e químicas. Este trabalho estuda a influência do tempo de tratamento na formação da camada nitretada do aço inoxidável martensítico ASTM A743 CA6NM e o conseqüente comportamento na vida em fadiga. Os corpos de prova foram nitretados a 500°C com pressão de 4 mbar (400 Pa), mistura gasosa de 80% vol. H₂ e 20% vol. N₂. Os tempos de tratamento utilizados foram: 1, 3 e 5 horas. As propriedades das camadas nitretadas obtidas nas amostras foram avaliadas por meio de microdureza superficial, análise microestrutural com microscópio ótico e eletrônico de varredura (MEV), difratometria de raios X (DRX) para identificar as fases formadas nas camadas e para medição de tensão residual, além de ensaios de fadiga e construção de uma curva S-N para cada tempo de tratamento. Os resultados mostram que para todos os tempos houve aumento significativo na dureza superficial e também na vida em fadiga em relação ao material não nitretado. Esses resultados podem ser associados à formação da camada de compostos juntamente com a camada de difusão e a adição de Nitretos de Ferro (ϵ -Fe₂₋₃N e γ' -Fe₄N) e de Cromo (CrN) em todos os tempos de tratamento. O melhor resultado obtido, para a nitretação a 500°C, foi com 1 hora de tratamento, com o aumento de dureza superficial de 385% e o limite de fadiga, para 2 milhões de ciclos, de 23,76%. Além disso, esse tempo de tratamento, se comparado qualitativamente com a amostra de 5 horas, apresentou melhor resultado em relação às tensões residuais compressivas na superfície, com valor mais expressivo e desvio padrão menos acentuado.

Palavras-chave: nitretação por plasma, fadiga, aço inoxidável martensítico CA6NM.

ABSTRACT

The nitriding by plasma has been widely used in many industrial applications to provide improvement in mechanical, chemical properties and tribology. This work studies the influence the time of treatments time in the formation of nitride layer of martensitic stainless steel ASTM A743 CA6NM and the behavior in fatigue life. The samples were nitriding at 500°C with a pressure of 4.0 mbar (400 Pa) and using a gas mixture of 80% v. H₂ and 20% v. N₂. The times of treatments were: 1, 3 and 5 hours. The properties of the layers in the samples obtained nitrides were analyzed by surface microhardness, microstructural analysis with optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM), X ray diffraction (XRD) to identify phases formed in layers and for measuring residual stress and fatigue tests with the construction of the S-N curve for each time of treatment. The results show that for all time of treatment there was significant increase in surface hardness and also the fatigue life compared with the non-nitride material. These results may be associated with the compound layer formation, the diffusion layer and addition of Iron Nitrides (ϵ -Fe₂₋₃N and γ' -Fe₄N) and Chromium (CrN) in all treatment times. The best result for nitriding at 500°C was 1 hour of treatment, increasing surface hardness by 385% and the fatigue limit, to 2 million cycles, in 23.76%. However, this treatment, compared qualitatively with the sample of 5 hours, showed better result on compressive residual stresses on the surface with more value expressive and standard deviation less pronounced.

Key-words: plasma nitriding, fatigue, martensitic stainless steel CA6NM.

SUMÁRIO

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS	xi
LISTA DE FIGURAS	xiii
LISTA DE TABELAS	xviii
1 INTRODUÇÃO	1
2 AÇOS INOXIDÁVEIS	4
2.1 Aço Inoxidável Martensítico ASTM 743 Tipo CA6NM	6
2.2 Metalurgia e Solidificação do Aço CA6NM	8
2.3 Tratamentos Térmicos no Aço CA6NM	14
3 FADIGA NOS MATERIAIS	18
3.1 Etapas da Fratura por Fadiga	21
3.1.1 Período de Iniciação	21
3.1.2 Período de Propagação	25
3.2 Abordagem pela Tensão – Número de Ciclos (S-N)	27
3.2.1 Ensaios de Fadiga e Construção de Curvas S-N	35
4 NITRETAÇÃO A PLASMA	39
4.1 O Plasma	39
4.2 Interações com a Superfície	44
4.3 Composição e Formação da Camada Nitretada	46

4.3.1	Tensões Residuais na Camada Nitretada	53
4.4	Vantagens e Desvantagens do Processo de Nitretação a Plasma ..	56
5	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	58
5.1	Material	58
5.1.1	Composição Química	58
5.1.2	Corpos de Prova	59
5.2	Nitretação a Plasma	60
5.3	Caracterização Microestrutural	61
5.4	Análise de Microdureza Vickers (HV)	62
5.5	Determinação das Fases por Difractometria de Raios X	62
5.6	Determinação de Tensão Residual por Difractometria de Raios X	63
5.7	Ensaio de Fadiga	63
5.7.1	Descrição da Máquina de Ensaio	64
6	RESULTADOS E DISCUSSÕES	66
6.1	Microestrutura do Aço CA6NM como Recebido	66
6.2	Microestrutura do Aço CA6NM Nitretado a Plasma	67
6.3	Microdureza de Superfície e no Centro das Amostras	70
6.4	Determinação das Fases por Difractometria de Raios X	72
6.5	Determinação de Tensão Residual por Difractometria de Raios X	75
6.6	Ensaio de Fadiga	77

6.7	Análise Fratográfica das Superfícies de Fratura	84
7	CONCLUSÕES	87
	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	89
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	90
	APÊNDICES	97
	APÊNDICE A: RESULTADOS EXPERIMENTAIS COM AS TENSÕES DE FALHA E RESPECTIVAS VIDAS DE FADIGA DO AÇO CA6NM	98
	APÊNDICE B: RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO DO AÇO CA6NM FORNECIDO PELO PROVEDOR	100

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

a -	Tamanho da Trinca
ACI -	Alloy Casting Institute
Ac1 -	Temperatura Final da Transformação Austenítica
Ac3 -	Temperatura Inicial da Transformação Austenítica
AISI -	American Iron and Steel Institute
ASTM -	American Society for Testing and Materials
b -	Expoente de Basquin ou de Resistência a Fadiga
BTU -	British Thermal Unit
c -	Expoente de Ductilidade à Fadiga
CCC -	Cúbica de Corpo Centrado
CFC -	Cúbica de Face Centrada
Cm -	Centímetro
d -	Degrau de Tensão
E -	Módulo de Young
e ⁻ -	Elétron
EUA -	Estados Unidos da América
ft -	Unidade Inglesa de Comprimento Pés
g -	Grama
GPa -	Gigapascal
h -	Hora
HB -	Dureza Brinell
HRC -	Dureza Rockwell C
HV -	Microdureza Vickers
in -	Polegada
keV -	Kiloeletron-volt
MEV -	Microscópio Eletrônico de Varredura
MFLE -	Mecânica da Fratura Linear Elástica
Mf -	Temperatura Final da Transformação Martensítica
Ms -	Temperatura de Início da Transformação Martensítica
MPa -	Megapascal
N, Nf -	Número de Ciclos de Fadiga

PIB -	Produto Interno Bruto
R -	Razão de Tensão
S – N -	Tensão-Vida
SAE -	Society of Automotive Engineers
Sa -	Amplitude de Tensão
Sf -	Coeficiente de Resistência a Fadiga
Se -	Limite de Fadiga
Si -	Níveis de Tensão
Su -	Limite de Resistência à Tração
S ₀ -	Nível de Menor Tensão
TCC -	Tetragonal de Corpo Centrado
TRC -	Transformação no Resfriamento Contínuo
σ_{max} -	Tensão Máxima
σ_{min} -	Tensão Mínima
σ_i -	Intervalo de Tensão Cíclica
σ_a -	Amplitude de Tensão Cíclica
σ_m -	Tensão Média Cíclica
σ_f -	Coeficiente de Resistência a Fadiga
$\epsilon - N -$	Deformação – Vida
2Nf	Número de Reversões
μ -	Micro
$^{\circ}F$ -	Graus Farenheits
$^{\circ}C$ -	Graus Celsius
Ω -	Resistividade Elétrica Ohm
θ -	Ângulo
γ -	Austenita
α -	Ferrita Alfa
δ -	Ferrita Delta
α'' -	Nitreto de Ferro Fe ₁₆ N
γ' -	Nitreto de Ferro Fe ₄ N
ϵ -	Nitreto de Ferro Fe ₂₋₃ N
ξ -	Nitreto de Ferro Fe ₂ N

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1:	Pás de turbina hidráulica tipo Pelton	1
Figura 2.1:	Penetração média da camada passiva no ambiente semi-rural e industrial	4
Figura 2.2:	Penetração média da camada passiva em ambiente marítimo moderado e severo	5
Figura 2.3:	Letras indicativas de acordo com os teores de cromo e níquel	7
Figura 2.4:	Variação das temperaturas de transformação Ac1, Ac3 e Ms	9
Figura 2.5:	Diagrama de equilíbrio pseudobinário de uma liga Fe-Cr	10
Figura 2.6:	Variação das temperaturas do eutetóide em função da concentração em peso dos elementos de liga Ti, Mo, Si, W, Cr, Mn, Ni	11
Figura 2.7:	Diagrama TRC de um aço CA6NM, mostrando sua alta temperabilidade	12
Figura 2.8:	Localização aproximada do aço CA6NM do diagrama de Schaeffler	13
Figura 2.9:	Aço 1040 submetido a diferentes tratamentos térmicos	14
Figura 2.10:	Esquema da estrutura padrão da martensita	15
Figura 2.11:	Representação esquemática da morfologia em ripas da martensita	16
Figura 3.1:	Crescimento gradual de uma trinca por fadiga	18
Figura 3.2:	Representação esquemática da superfície de fratura por fadiga em um aço	19
Figura 3.3:	Local de nucleação da trinca por fadiga chamada “olho de peixe”	20
Figura 3.4:	Representação esquemática de fratura em material nitretado, chamado “olho de peixe”	20
Figura 3.5:	Descontinuidades que provocam a nucleação de trincas por fadiga	22
Figura 3.6:	Nucleação de trinca por fadiga nas bandas de	

	escorregamento	23
Figura 3.7:	Extrusões e intrusões em uma chapa de cobre	23
Figura 3.8:	Efeito do acabamento superficial no limite à fadiga	24
Figura 3.9:	Estágios I, II e III da propagação de trinca em fadiga	25
Figura 3.10:	Situações de solicitação de uma trinca de fadiga durante um ciclo de carregamento. (a) Carga zero, (b) pequena tensão de tração, (c) máxima tensão de tração, (d) pequena tensão de compressão, (e) máxima tensão de compressão, (f) pequena tensão de tração	26
Figura 3.11:	Marcas de praia de um aço fraturado por fadiga	27
Figura 3.12:	Curvas S-N para o mesmo material com escala linear para a amplitude de tensão e com escala do número de ciclos linear (a) e em logarítmica (b)	28
Figura 3.13:	Tensões cíclicas do processo de Fadiga: Tensões iguais em torno de zero (a), tensões repetidas (b) e tensões aleatórias (c)	29
Figura 3.14:	Curvas S-N variando-se a Tensão Média	30
Figura 3.15:	Curvas S-N com diferentes razões de tensão	31
Figura 3.16:	Diagrama de vida constante para o alumínio 7075-T6	32
Figura 3.17:	Curvas S-N típicas para metais ferrosos e não-ferrosos	33
Figura 3.18:	Correlação do limite de fadiga de alguns materiais ferrosos com a resistência à ruptura	34
Figura 3.19:	Correlação do limite de fadiga de vários aços temperados e revenidos e a dureza	34
Figura 3.20	Dimensões dos corpos de prova segundo a norma ASTM E 606	36
Figura 3.21	Curva S-N de acordo com a norma ASTM E-739	37
Figura 4.1:	Desenho esquemático da câmara de nitretação	40
Figura 4.2:	Curva característica da densidade de corrente-voltagem aplicada entre dois eletrodos	41
Figura 4.3:	Fotografia da descarga brilhante em uma peça durante o processo de nitretação por plasma	42
Figura 4.4:	Efeitos da colisão de íons na superfície catódica: (a)	

	Átomos ou eletrodos do alvo podem ser ejetados (sputtering), (b) os íons incidentes podem ser refletidos ou (c) implantados no alvo	44
Figura 4.5:	Formação de nitretos FeN na superfície de uma amostra na nitretação a plasma segundo a hipótese de Kölbl	46
Figura 4.6:	Representação esquemática das camadas de nitretação	47
Figura 4.7:	Diagrama Fe-N	48
Figura 4.8:	Efeito dos elementos de Liga após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C	50
Figura 4.9:	Perfil de microdureza para elementos com diferentes afinidades pelo nitrogênio: (a) Forte interação e (b) Média interação	51
Figura 4.10:	Influência dos elementos de liga na profundidade da camada nitretada. Aço SAE 1035 após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C	51
Figura 4.11:	Correlação entre o perfil de microdureza e de tensão residual da secção transversal da camada nitretada dos aços (a) H13 e (b) YAG 300, nitretado a 580°C durante 9 horas	53
Figura 4.12:	Decréscimo do nível de tensão residual em relação ao aumento da temperatura	54
Figura 4.13:	Influência do tempo de nitretação sobre os valores de tensões residuais	55
Figura 4.14:	Perfil de tensão residual do aço AISI 4140 para três tempos de nitretação	56
Figura 5.1:	Representação do CP cilíndrico tipo ampulheta	59
Figura 5.2:	Diagrama esquemático do sistema de nitretação a plasma ..	60
Figura 5.3:	Corte das amostras para embutimento	62
Figura 5.4:	Máquina de ensaio universal MTS 810	65
Figura 6.1:	Microestrutura do aço inoxidável martensítico CA6NM	66
Figura 6.2:	Microestrutura do aço inoxidável martensítico CA6NM	66
Figura 6.3:	Seção transversal da superfície da amostra com 1 hora de nitretação a 500°C	67

Figura 6.4	Seção transversal da superfície da amostra com 3 horas de nitretação a 500°C	68
Figura 6.5	Seção transversal da superfície da amostra com 5 horas de nitretação a 500°C	68
Figura 6.6:	Interface entre a camada de difusão e o substrato	69
Figura 6.7:	Espessura das camadas nitretadas	70
Figura 6.8:	Microdureza de topo na superfície das amostras nitretadas e sem tratamento	71
Figura 6.9:	Microdureza no centro das amostras nitretadas e sem tratamento	71
Figura 6.10:	Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 1 hora de nitretação	72
Figura 6.11:	Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 3 horas de nitretação	73
Figura 6.12:	Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 5 horas de nitretação	73
Figura 6.13	Comparação entre os espectros de DRX antes e após o tratamento de nitretação a plasma	74
Figura 6.14	Medida de tensão residual na superfície da amostra sem tratamento	75
Figura 6.15	Medida de tensão residual na superfície da amostra com 1 hora de nitretação	76
Figura 6.16	Medida de tensão residual na superfície da amostra com 5 horas de nitretação	76
Figura 6.17:	Curva S-N do aço sem o tratamento de nitretação	78
Figura 6.18:	Curva S-N do aço com 1 hora de nitretação	79
Figura 6.19:	Curva S-N do aço com 3 horas de nitretação	80
Figura 6.20:	Curva S-N do aço com 5 horas de nitretação	81
Figura 6.21:	Curvas S-N do aço com e sem nitretação a plasma	82
Figura 6.22:	Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo-de-prova com 1 hora de nitretação e ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com 2,90E+06 ciclos. Estágios 1, 2 e 3 característicos da fratura “olho de peixe”	84

Figura 6.23: Aspecto micrográfico do estágio 1 de propagação da fratura “olho de peixe”, do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com 2,90E+06 ciclos	85
Figura 6.24: Aspecto micrográfico do estágio 2 de propagação da fratura do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com 2,90E+06 ciclos	85
Figura 6.25: Aspecto micrográfico do estágio 3 da fratura final do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com 2,90E+06 ciclos	86

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1:	Composição química de acordo com a norma ASTM A 743 .	7
Tabela 2.2:	Propriedades Físicas e Mecânicas típicas do aço CA6NM ...	8
Tabela 3.1:	Tamanho necessário de uma amostra	36
Tabela 3.2:	Replicações Necessárias	37
Tabela 4.1:	Fases do diagrama Fe-N abaixo de 590°C	49
Tabela 5.1:	Designações e estrutura do aço em estudo	58
Tabela 5.2:	Composição química do aço estudado no presente trabalho	58
Tabela 5.3:	Dimensões do CP tipo ampulheta	59
Tabela 5.4:	Níveis de amplitude de tensão dos ensaios de fadiga	63
Tabela 6.1:	Resultados estatísticos do aço sem tratamento	78
Tabela 6.2:	Resultados estatísticos do aço com 1 hora de nitretação	79
Tabela 6.3:	Resultados estatísticos do aço com 3 horas de nitretação ...	80
Tabela 6.4:	Resultados estatísticos do aço com 5 horas de nitretação ...	81
Tabela 6.5	Tensões de falha das vidas de fadiga do Aço CA6NM sem tratamento e com todos os tempos de nitretação	82

1 – INTRODUÇÃO

O aço inoxidável martensítico do tipo CA6NM, de acordo com a norma ASTM 743 ⁽¹⁾ possui entre 11 a 14% de Cromo, ligado ao Níquel e Molibdênio e contém no máximo 0,06% de Carbono. É especificado quando a aplicação requer elevada resistência à tração, à fluência e à fadiga, combinadas com requisitos moderados de resistência à corrosão e utilizações em até 650°C. Neste aspecto, esta liga foi desenvolvida na Suíça nos anos sessenta e continua sendo aprimorada, para atender novas exigências nas propriedades mecânicas, ou seja, aumentar a vida útil das peças em meios agressivos.

Este aço é então largamente utilizado para fabricação de equipamentos que sofrem constante desgaste pelo fenômeno de fadiga, devido aos longos períodos de tempo sob ação contínua de variação de esforços mecânicos, tais como pás de turbinas hidráulicas (Figura 1.1), componentes da indústria química e de petróleo, bombas e compressores.

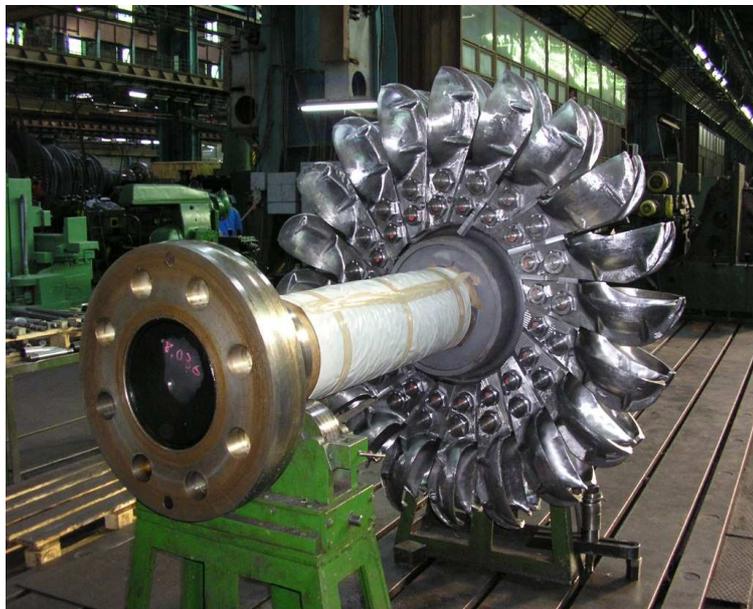


Figura 1.1 – Pás de turbina hidráulica tipo Pelton ⁽²⁾.

De acordo com a definição da ASTM 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”⁽³⁾.

O estudo do fenômeno de fadiga é, então, de importância crucial na concepção de máquinas e estruturas, visto que a maioria das falhas observadas em serviço envolve fadiga. Estudos realizados nos Estados Unidos e Europa mostraram que os efeitos econômicos provenientes de fratura de equipamentos, num país medianamente industrializado, afetam 4% de seu Produto Interno Bruto (PIB), sendo cerca de 90% destes custos provenientes de falhas por fadiga⁽⁴⁾.

Ao contrário da falha estática, que é amplamente conhecida, o fenômeno fadiga não é completamente compreendido. Porém, sabe-se que a ruptura do material decorre do crescimento instável de trincas e é conhecida como fratura frágil. Esta trinca, por sua vez, é geralmente iniciada na superfície livre de materiais carregados ciclicamente em regiões de concentração de tensões.

Vários trabalhos já foram realizados no aço CA6NM no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília determinando as propriedades de fadiga, tais como o limite de fadiga através do método da escada⁽⁵⁾ e também a construção de curvas S-N variando-se a tensão média⁽⁶⁾. Muitas investigações ainda estão sendo realizadas nesta liga⁽⁷⁾, além de aplicação de tratamentos térmicos e termoquímicos para aprimoramento e busca de melhores propriedades mecânicas⁽⁸⁾. Neste contexto, verifica-se a importância de tratamentos de endurecimento superficial para promover o retardo da nucleação e iniciação de trincas por fadiga.

O tratamento superficial de nitretação a plasma é definido como um tratamento termoquímico de endurecimento superficial que envolve a introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita, em temperaturas normalmente na faixa de 400 a 580°C. Ocorre devido a formação do plasma, através de uma descarga ou fluxo de corrente elétrica em meio gasoso, produzida através de uma diferença de potencial aplicada entre dois eletrodos, contido num sistema hermeticamente fechado a uma pressão suficientemente baixa.

A introdução de campos de tensões residuais compressivas é uma das principais causas de aumento de resistência à fadiga em materiais que sofrem nitretação⁽⁹⁾. Este aumento do nível de tensões residuais ocorre com o aumento da quantidade de nitrogênio, que causa incremento no número e no volume de

precipitados. Porém, existe um limite máximo de tensões residuais, pois ocorre saturação de nitretos e na deformação plástica acumulada.

Este processo foi patenteado em 1931 por J.J. Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha, mas somente em 1960 teve seu início comercial ^(10, 11). No passado, o seu uso industrial teve pouca aceitação no mercado pelo seu alto custo e dificuldades técnicas do equipamento. Essas dificuldades consistiam basicamente em abertura de arcos elétricos e superaquecimento de partes das peças durante o tratamento, que foram praticamente eliminadas com o advento da eletrônica de potência e da microeletrônica.

Atualmente, devido sua versatilidade no controle microestrutural da superfície nitretada, baixo custo de operação e adequação à legislação ambiental, o processo de Nitretação por Plasma deve possibilitar que o tratamento termoquímico de nitretação venha a manter uma posição de destaque dentre os tratamentos superficiais modernos ⁽¹²⁾.

Embora já exista uma quantidade considerável de trabalhos publicados sobre a nitretação de aços inoxidáveis austeníticos ^(13, 14, 15) e martensíticos ^(16, 17, 18, 19, 20, 21) com a análise microestrutural e de propriedades tribológicas, mecânicas e químicas como resistência ao desgaste abrasivo, dureza e corrosão, obtendo-se excelentes resultados, pouco ou quase nada tem-se investigado sobre os efeitos deste tratamento aplicado nas propriedades de fadiga.

Desta forma, o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito do tratamento termoquímico de nitretação a plasma no aço inoxidável martensítico ASTM 743 CA6NM a temperatura de 500°C e identificar as alterações ocorridas nas camadas nitretadas com variação do tempo de tratamento, com 1, 3 e 5 horas. Essas modificações microestruturais são responsáveis pelo endurecimento superficial e adição de tensões residuais compressivas, com a conseqüente influência na resistência à fadiga do material.

2 – AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis surgiram em 1912 na Inglaterra e simultaneamente em outros países como: Alemanha, Estados Unidos, França e Canadá ⁽²²⁾. Estes são característicos por possuírem uma porcentagem de cromo em sua composição química de no mínimo 11% do seu peso, sendo este elemento o principal responsável pela maior resistência à corrosão quando submetidos a um determinado meio ou agente agressivo, mesmo em temperaturas mais elevadas. Além do Cromo há a adição de outros elementos de liga, representado principalmente pelo Níquel e uma pequena quantidade de Carbono com no máximo 1% em alguns casos.

A adição do Cromo é reportada como sendo o principal responsável pela resistência à corrosão dos aços inoxidáveis. Ele é um elemento mais reativo que o ferro nas séries eletroquímicas, e por isso forma uma camada de óxido de cromo (Cr_2O_3) mais facilmente que o óxido de ferro. Esta camada é denominada camada passiva e é aderente, transparente e impermeável ⁽²³⁾. As Figuras 2.1 e 2.2 apresentam a penetração média da camada de acordo com a porcentagem de Cromo adicionado ao aço em alguns ambientes agressivos.

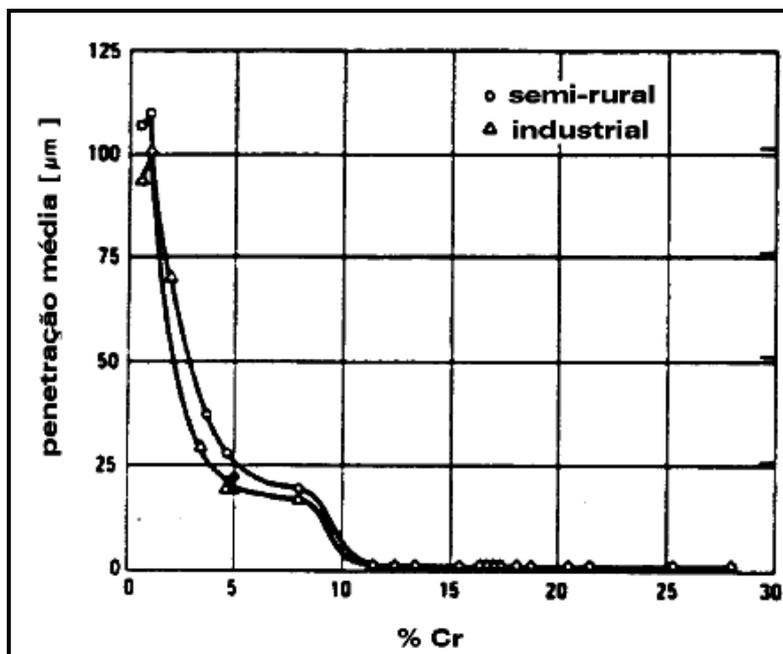


Figura 2.1 – Penetração média da camada passiva no ambiente semi-rural e industrial ⁽²⁴⁾.

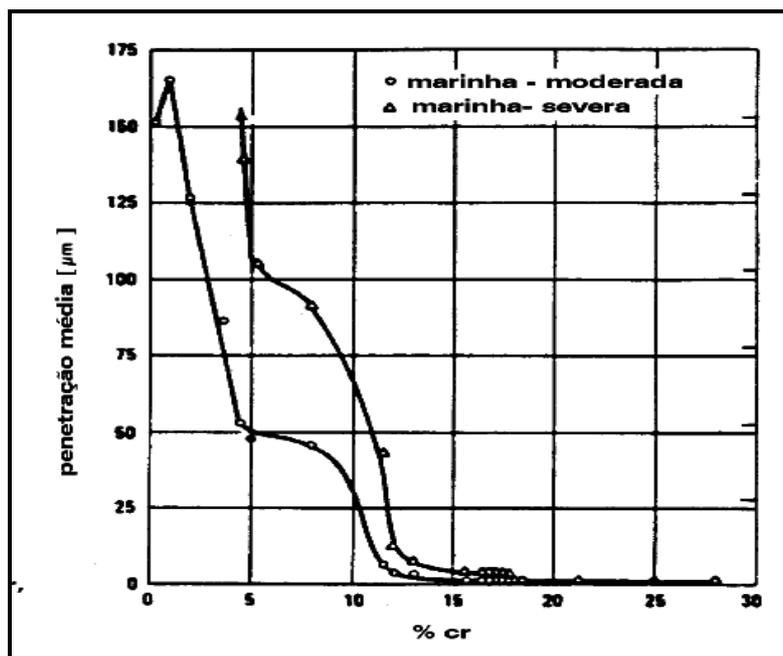


Figura 2.2 – Penetração média da camada passiva em ambiente marítimo moderado e severo ⁽²⁴⁾.

Verifica-se nos gráficos apresentados que existem alguns fatores que influenciam diretamente na camada passiva e conseqüentemente na corrosão do material. Primeiramente, a microestrutura, juntamente com a composição química interna do material, com seus respectivos elementos de liga representados principalmente pelo Cromo, além do Níquel, Molibdênio, Manganês e outros. Em segundo as condições de solitação externa a que o material está submetido.

Do primeiro aspecto pode-se dizer que a resistência à corrosão do material é diretamente proporcional à quantidade de elementos passivantes dissolvidos na matriz. A formação de precipitados, como carbonetos, nitretos, sulfetos, boretos e/ou fases intermetálicas, faz com que diminua o efeito passivante. Quando aquecidos entre 400 e 850°C, os aços inoxidáveis austeníticos, por exemplo, são suscetíveis à corrosão intergranular, devido à precipitação de carbonetos ricos em cromo do tipo $Cr_{23}C_6$ nos contornos de grão. Razão pela qual aparecem áreas próximas aos contornos de grãos empobrecidas em cromo, fato que provoca menor resistência à corrosão ⁽⁸⁾.

O segundo fator relaciona-se tanto com as características do ambiente onde se encontra o material, suas composições e concentrações químicas, seu estado físico (líquido, sólido ou gasoso), tipo de radiação, temperatura, velocidade e

pressão, como as solicitações sob as que se encontra utilizado, tanto externas quanto internas. As solicitações mecânicas de maneira geral influenciam significativamente no desempenho frente à corrosão dos aços inoxidáveis⁽⁸⁾.

Nesse aspecto, os aços inoxidáveis são classificados basicamente em três grupos de acordo com a microestrutura básica formada, ou seja inoxidáveis martensíticos, ferríticos e austeníticos. Novas classes de aços inoxidáveis que são desenvolvidas, tais como, os inoxidáveis duplex e os inoxidáveis endurecidos por precipitação^(25, 26).

O foco do trabalho é a classe dos aços inoxidáveis martensíticos, que têm sua estrutura graças à têmpera, podendo esta ser obtida ao ar ou em meio líquido, dependendo do tipo de aço que irá ser produzido. São especificados quando a aplicação requer elevada resistência à tração, à fluência e à fadiga, combinadas com requisitos moderados de resistência à corrosão e utilizações em até 650° C. Neste aspecto, o aço inoxidável martensítico CA6NM foi desenvolvido na Suíça nos anos sessenta e continua sendo aprimorado, para atender novas exigências nas propriedades mecânicas, ou seja, aumentar a vida útil das peças em meios agressivos⁽²⁷⁾.

2.1 – AÇO INOXIDÁVEL MARTENSITICO ASTM 743 TIPO CA6NM

Como citado anteriormente os aços inoxidáveis martensíticos sofrem uma têmpera que consiste na austenitização de um aço em altas temperaturas seguida de um resfriamento rápido em água, óleo ou até mesmo ar, dependendo da aplicação. A transformação martensítica inicia-se em uma temperatura denominada temperatura de início da transformação martensítica, Ms, sendo que a transformação total se dá em uma temperatura final da transformação martensítica, Mf. Quando essa transformação é completada, a estrutura cristalina produzida é, normalmente, transformada de cúbica de face centrada (CFC) para tetragonal de corpo centrado (TCC)^(28, 23).

Os aços inoxidáveis martensíticos contêm de 12 a 17% em peso de Cr, 0,01 a 0,5% em peso de C (em certos casos até 1%) e elementos de liga (Ni, Mo, Mn, P, S, e outros) e podem atingir diversos graus de dureza pela variação das condições de tratamento térmico⁽²⁹⁾.

De acordo com o *Alloy Casting Institute* (ACI) a nomenclatura dos aços inoxidáveis é baseada na sua utilização e composição química. A primeira letra da denominação do aço CA6NM refere-se a sua resistência em meios corrosivos (C). A segunda letra (A) indica nominalmente os teores de cromo e níquel, como apresentados na Figura 2.3. Com o correspondente aumento do teor de níquel, a designação é alterada de A a Z. Os números que seguem as duas primeiras letras indicam o teor máximo de carbono (% x 100). Por último, as letras subseqüentes, correspondem a primeira letra dos elementos de liga presentes no material, neste caso, níquel (N) e molibdênio (M) ⁽²⁷⁾.

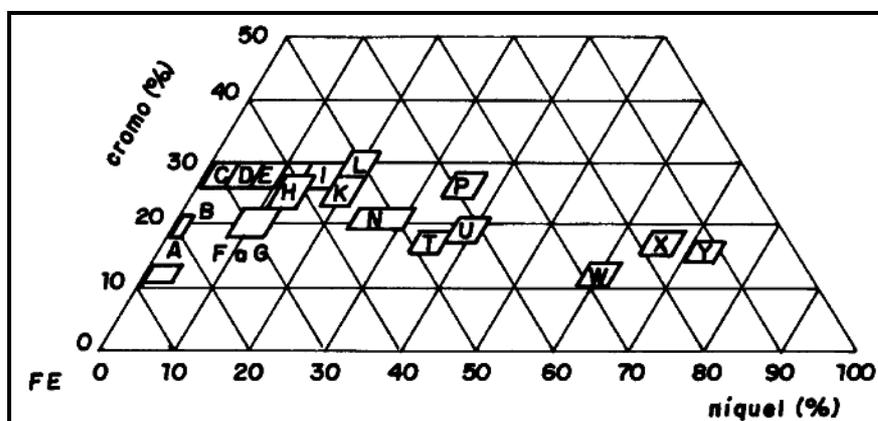


Figura 2.3 – Letras indicativas de acordo com os teores de cromo e níquel ⁽²⁵⁾.

Segundo a norma ASTM A 743 ⁽¹⁾, o aço CA6NM é um aço resistente à corrosão com 13% de cromo, ligado ao níquel e molibdênio e contendo no máximo 0,06% de carbono. Na Tabela 2.1 são apresentadas as faixas permissíveis de composição química para o aço CA6NM de acordo com a norma ASTM A 743 ⁽¹⁾, enquanto a Tabela 2.2 apresenta algumas propriedades físicas e mecânicas típicas deste aço, o qual tem condutividade térmica cerca de 45% do aço carbono, coeficiente linear de expansão térmica ligeiramente menor e resistividade elétrica em torno de cinco vezes maior ⁽²⁹⁾.

Tabela 2.1 – Composição química de acordo com a norma ASTM A 743 ⁽¹⁾.

C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo
Máx	Máx	Máx	Máx	Máx			
0,06	1,00	1,00	0,03	0,04	3,50 – 4,50	11,50 – 14,00	0,04 – 1,00

Tabela 2.2 – Propriedades físicas e mecânicas típicas do aço CA6NM ⁽¹¹⁾

AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO ASTM A743 CA6NM		
Propriedades Físicas		
Módulo de Elasticidade (GPa)	199,9	
Densidade (g/cm ³)	7,7	
Resistividade Elétrica (μ.Ω.m a 21 °C)	0,78	
Ponto de Fusão aproximado (°C)	1510	
Permeabilidade Magnética	Ferromagnético	
Condutividade Térmica [BTU/(ft.h.°F)]	A 100 °C	14,5
	A 538 °C	16,7
Coeficiente linear média de expansão térmica (μ.in/in.°F)	21 a 100 °C	6,0
	21 a 528 °C	7,0
Propriedades Mecânicas à Temperatura Ambiente		
Propriedade	Valores Típicos	Mínimos Requeridos
Limite de Resistência à Tração (MPa)	830	755
Limite de escoamento (0,2%, MPa)	690	550
Limite de Resistência a Fadiga (MPa) ⁽⁵⁾	360	348
Alongamento, em 2in (%)	24	15
Redução de área (%)	60	35
Dureza Brinell (HB)	268	285 (máximo)

2.1.1 – METALURGIA E SOLIDIFICAÇÃO DO AÇO CA6NM

O aço CA6NM é uma liga Fe-Cr-Ni-Mo com baixo teor de carbono, o que ocasiona um estreitamento do campo austenítico, fazendo com que a ferrita delta, que é prejudicial às propriedades mecânicas, seja estável em temperaturas mais baixas. Esta estabilidade favorece que uma maior fração de ferrita delta fique retida na matriz martensita após têmpera. A presença de Ni compensa o efeito do baixo teor de carbono, fazendo o campo austenítico expandir novamente, melhorando substancialmente as propriedades mecânicas e a resistência ao impacto ^(30, 31).

Desta forma é resolvido o problema da diminuição da tenacidade provocada pela estabilidade da ferrita delta, obtendo assim a completa austenitização e formação da martensita no processo de têmpera. Apesar disso, o Níquel abaixa consideravelmente as temperaturas Ms e Mf, o que não é desejado, sendo por isso utilizado um teor máximo de 5,5% de Ni.

As Equações 2.1 e 2.2 como sugeridas por ⁽³²⁾, para aços inoxidáveis martensíticos macios permitem estimar as temperaturas de início e final da transformação martensítica Ms e Mf, em função dos elementos de liga Ni, Cr, C e Mn.

$$Ms = 492 - 12x \%C - 65,5x \%Mn - 10x \%Cr - 29x \%Ni \quad (2.1)$$

$$Ms - Mf = 150^{\circ}C \quad (2.2)$$

Como é observado na Equação 2.1, carbono, manganês e níquel são os principais responsáveis pela redução da temperatura Ms. Além disso, pela Equação 2.2 verifica-se que o intervalo de temperatura inicial e final da transformação martensítica é constante e igual a 150°C. Ao contrário da sensibilidade da temperatura Ms com a composição química, esta se mostra praticamente invariável em relação às taxas de aquecimento ou resfriamento, como pode ser observado na Figura 2.4 as variações de temperatura de transformação Austenítica (Ac3 = inicial e Ac1 = final) e martensítica (Ms), para taxas entre 0 e 50°C/s.

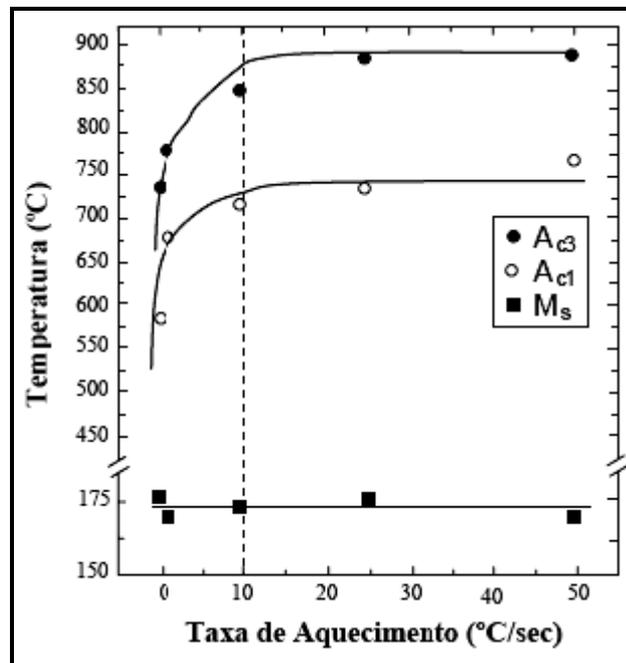


Figura 2.4 – Variação das temperaturas de transformação Ac1, Ac3 e Ms ⁽³³⁾.

Através da Figura 2.5 que apresenta o diagrama de equilíbrio pseudobinário Fe-Cr, com destaque de uma proporção de cromo e níquel de 3:1, aproximadamente, para uma liga como encontrada no aço CA6NM, 13% de Cr e 4% de Ni, as temperaturas inicial (Ac3) e final (Ac1) da transformação Austenítica ocorrem aproximadamente, a 720° e 630° C, respectivamente. Porém, como observado na Figura 2.4, estas temperaturas de transformação podem variar desde 630 e 720°C até 500 e 820°C para velocidades de aquecimento de até 10°C/s, tornando-se quase constantes para taxas superiores.

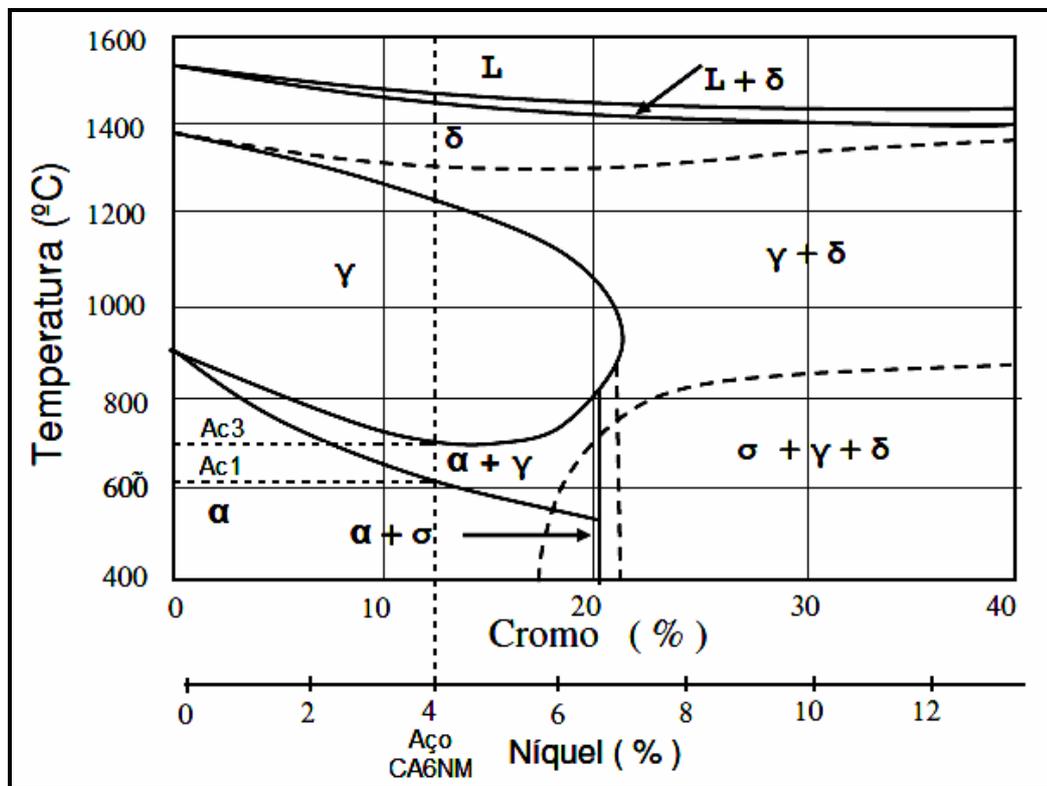


Figura 2.5 – Diagrama de equilíbrio pseudobinário de uma liga Fe-Cr ⁽³³⁾.

Verifica-se também que há um abaixamento da temperatura Ac1, em relação aos aços de baixo carbono, pois existe uma maior influencia do Ni em abaixar Ac1 do que o do Cr em aumentá-lo, como pode ser observado na Figura 2.6.

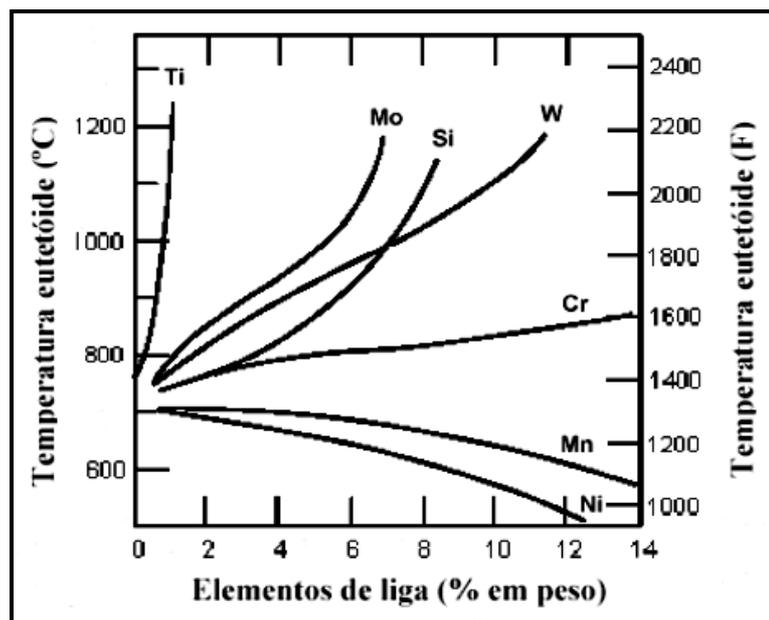


Figura 2.6 – Variação das temperaturas do eutetóide em função da concentração em peso dos elementos de liga Ti, Mo, Si, W, Cr, Mn, Ni⁽²⁵⁾.

Além disso, pode-se observar no diagrama Fe-Cr que este aço se solidifica completamente com estrutura ferrítica, sendo que o campo ferrita δ se localiza entre 1320°C - 1240°C. Nota-se também, uma estreita faixa de solidificação (Líquido + Fase δ) de aproximadamente 30°C, que propicia menores defeitos provenientes da solidificação.

A adição de elementos de liga como o cromo, silício e molibdênio, faz com que diminuam os limites da faixa de temperatura onde a ferrita delta é estável, ao passo que elementos de liga como o Ni e Mn fazem com que estes aumentem. O balanço destes elementos, nos aços CA6NM, é tal que, em condição de equilíbrio, o início e término da transformação da ferrita $\delta \rightarrow$ austenita, se situe em aproximadamente 1300°C e 1200°C, respectivamente. Desta forma, depois que a solidificação é completada, a microestrutura destes aços é constituída principalmente de martensita com pequenas quantidades de ferrita delta e austenita^(25, 34).

Para esta liga observa-se como se obtém um balanço entre os efeitos do Cr e do Ni em abaixar e aumentar a faixa de temperatura onde se encontra a ferrita delta comparativamente ao aço carbono, sendo que ela é estável entre 1534°C e 1390°C, aproximadamente⁽³⁵⁾.

O decréscimo contínuo da temperatura em condições de equilíbrio, a partir do campo austenítico até a temperatura ambiente, resultará na formação de fase alfa. Contudo, para se atingir as condições de equilíbrio, como pode ser observado no diagrama TRC (transformação no resfriamento contínuo) da Figura 2.7 ⁽³⁴⁾, a velocidade de resfriamento deve ser extremamente lenta, sendo que mesmo num resfriamento de aproximadamente 26 horas, não há formação de outro microconstituente (ferrita, perlita, bainita), além de martensita ⁽²⁷⁾.

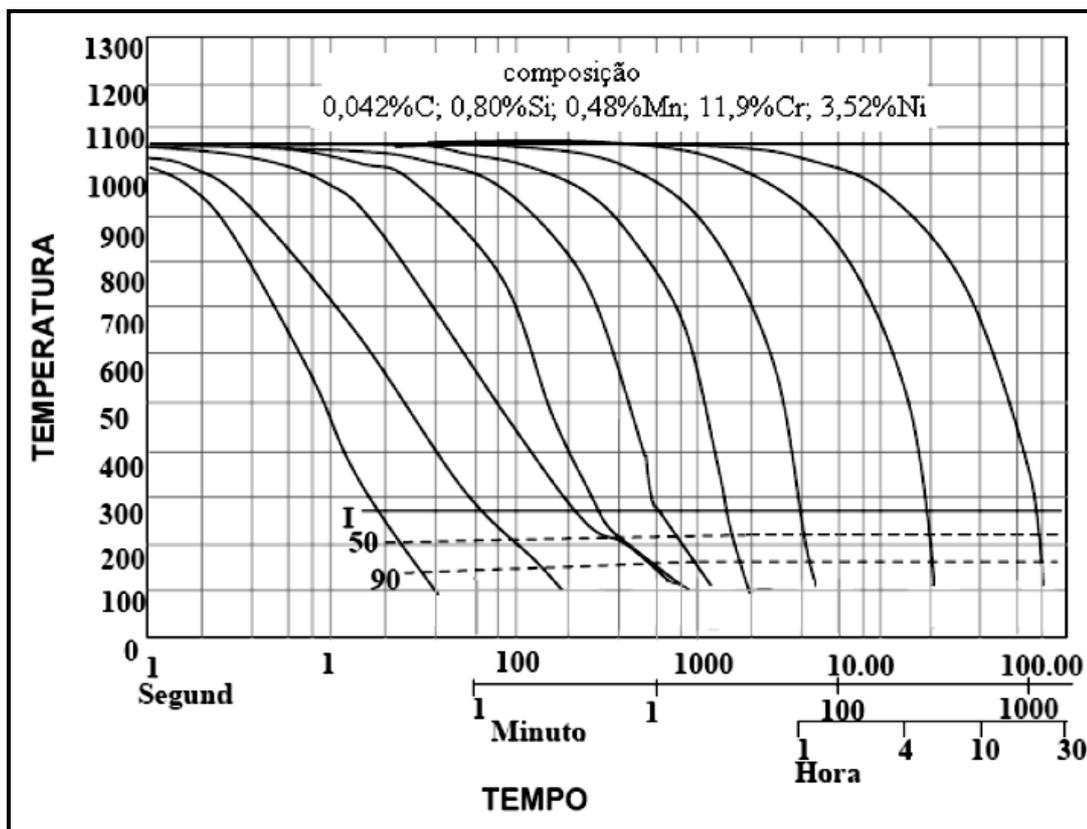


Figura 2.7 – Diagrama TRC de um aço CA6NM, mostrando sua alta temperabilidade ⁽³⁶⁾.

Com isso verifica-se a alta temperabilidade dos aços CA6NM, podendo ser resfriado inclusive ao ar livre, permitindo assim que peças de grandes secções, de até 1,0 metro de diâmetro, formem martensita em seu núcleo com resfriamento ao ar.

No entanto, como a solidificação em geral ocorre sob condições fora do equilíbrio, devido à difusão dos elementos de liga, e aliada ao fato que existem outros elementos de liga além do Cr e do Ni, normalmente em número maior que

cinco, o uso de diagramas de fases é muito limitado. Assim, são propostas várias expressões na literatura para se determinar o modo de solidificação dos aços inoxidáveis ⁽²²⁾.

Essas expressões reduzem as complexas composições destas ligas agrupadas conforme seus efeitos ferritizantes ou austenitizantes denominados, respectivamente, de cromo equivalente e níquel equivalente a uma simples liga ternária Fe–Cr–Ni. Segundo ⁽²³⁾, as expressões de níquel e cromo equivalente podem ser descritas de uma forma genérica pelas Equações 2.3 e 2.4:

$$Ni_{eq} = \%Ni + A(\%Mn) + B(\%C) + C(\%N) + D(\%Cu) + E(\%Co) \quad (2.3)$$

$$Cr_{eq} = \%Cr + F(\%Si) + G(\%Mo) + H(\%Al) + I(\%Nb) + J(\%Ti) + K(\%W) + L(\%V) \quad (2.4)$$

em que: A, B, C, D, E, F, G, H, I, J, K, L são constantes para um elemento específico nas diversas expressões propostas na literatura ⁽²²⁾.

O cromo equivalente (Cr_{eq}) e o níquel equivalente (Ni_{eq}) são expressões desenvolvidas para avaliar o efeito dos elementos de liga na microestrutura dos aços inoxidáveis obtida após solidificação, que os agrupam conforme seus efeitos ferritizante e austenitizante. Um dos principais diagramas desenvolvidos a partir dessas expressões é o diagrama de Schaeffler apresentado na Figura 2.8. Com a utilização dele é possível relacionar as ligas Cr-Ni com a formação das principais fases após a solidificação ⁽²³⁾.

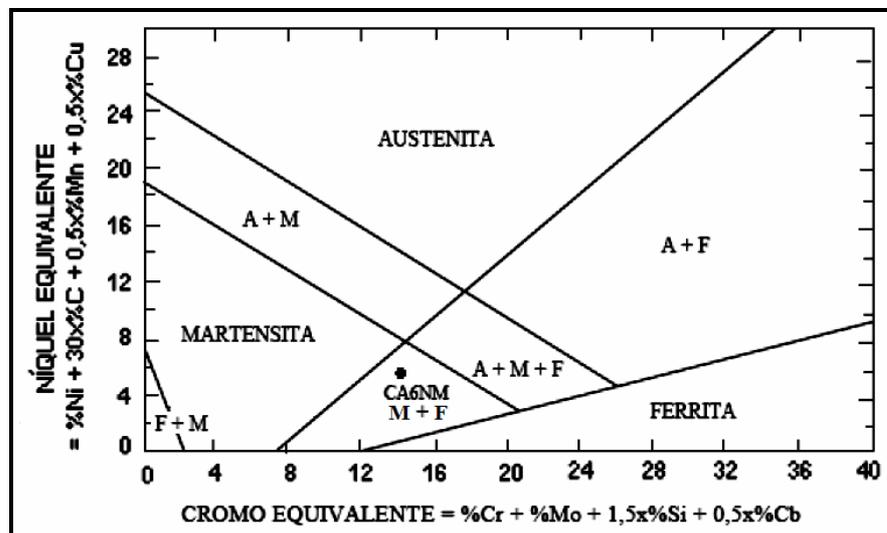


Figura 2.8 – Localização aproximada do aço CA6NM no diagrama de Schaeffler ⁽⁸⁾.

Pode-se observar na Figura 2.8 que o aço CA6NM se localiza no campo bifásico (martensita + ferrita) próximo da linha 100% martensita. Porém, além da martensita e ferrita, constataram-se também traços de austenita residual. Analisando a quantidade de ferrita δ retida no material fundido verifica-se que se encontra em níveis mais baixos que no material soldado. A ferrita consegue se manter na ordem de 5% devido à baixa velocidade de resfriamento e se decompõe transformando-se em austenita e, a seguir, em martensita ⁽³⁴⁾.

2.1.2 – TRATAMENTOS TÉRMICOS NO AÇO CA6NM

Os tratamentos térmicos nos aços inoxidáveis martensíticos são essenciais para a obtenção das microestruturas necessárias, assim como a otimização das propriedades mecânicas. Neste sentido os principais tratamentos nestes aços são a têmpera e o revenido, sendo muito similares aos aplicados aos aços baixa-liga, com as diferenças mais marcantes na fixação dos parâmetros, que influenciam na obtenção das principais propriedades finais. A Figura 2.9 ilustra o efeito de diferentes tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas de um aço AISI 1040. Observa-se que em um único aço, isto é, com a mesma composição química, podem ser obtidas propriedades mecânicas muito diferentes realizando-se tratamentos térmicos distintos ⁽³⁷⁾.

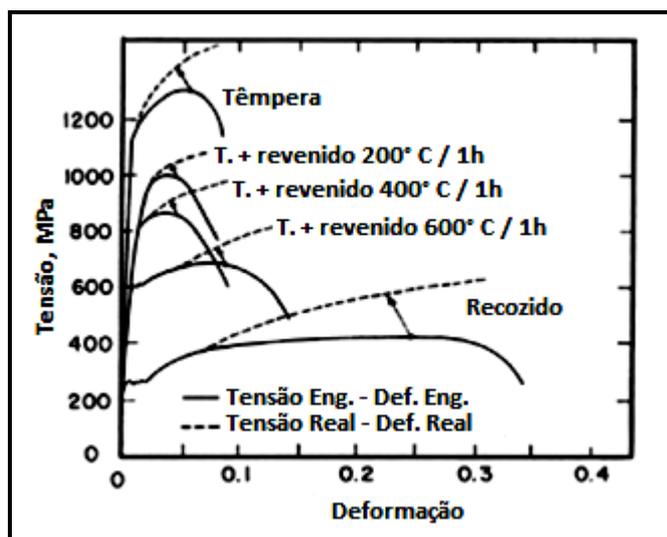


Figura 2.9 - Aço 1040 submetido a diferentes tratamentos térmicos ⁽³⁷⁾.

Os aços CA6NM normalmente são austenitizados entre 950 - 1050°C. Nesse intervalo de temperatura, ocorre a dissolução de carbonetos e a decomposição da ferrita delta, oriunda do material de bruta fusão. A temperatura de austenitização não deve ser muito baixa, pois esta leva a baixos valores de tenacidade devido a não dissolução dos carbonetos e ao mesmo tempo não deve ser muito alta, para evitar o crescimento acentuado dos grãos austeníticos. Deste modo, deseja-se obter uma martensita mais homogênea, levando a melhores propriedades mecânicas ^(38, 39).

Além da temperatura de austenitização, o resfriamento rápido da têmpera também é um fator importante nos aços CA6NM, que deve ser considerado, de maneira a evitar a precipitação de carbonetos. Em contrapartida, resfriamentos bruscos podem induzir altas tensões internas na peça, podendo causar defeitos macroscópicos como trincas e o empenamento. Assim, devido à alta temperabilidade destes aços, normalmente em peças de grandes secções e geometrias complexas emprega-se resfriamento ao ar ⁽³⁸⁾.

A energia envolvida na transformação martensítica é a de deformação, proveniente de deslocamentos cisalhantes. A transformação martensítica pode ser considerada como sendo uma mudança estrutural no estado sólido, onde há uma movimentação coordenada dos átomos que se movem de maneira organizada com relação aos seus vizinhos ^(25, 39).

O resultado é uma solução sólida supersaturada de carbono, normalmente de estrutura tetragonal de corpo centrado (TCC) que é uma forma distorcida de ferro α , onde o carbono ocupa os interstícios octaédricos. A sua tetragonalidade é medida pela relação entre os eixos c e a, mostrados na Figura 2.10 e na Equação 2.5 ⁽²⁵⁾.

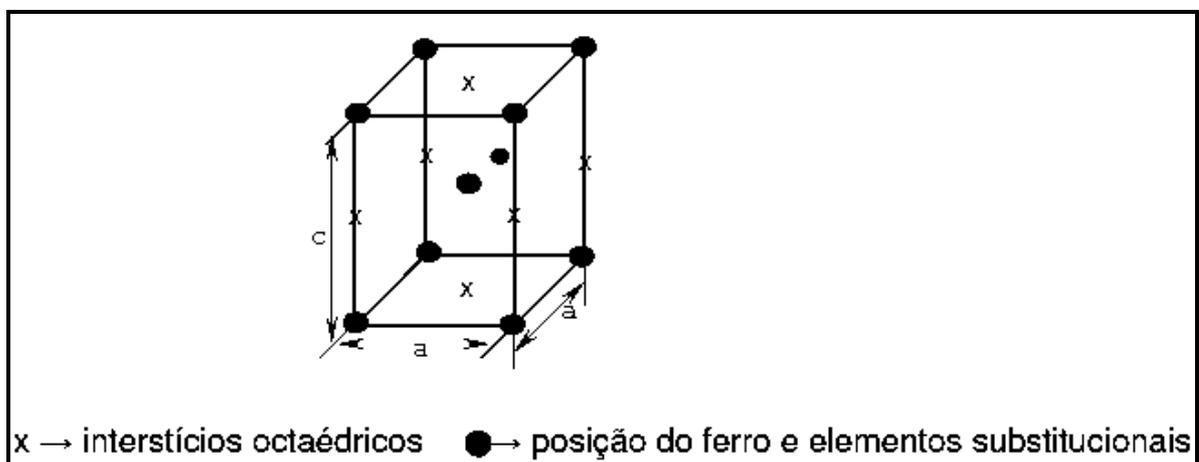


Figura 2.10 – Esquema da estrutura padrão da martensita ⁽²⁵⁾.

$$c/a = 1 + 0,045 (\%C) \quad (2.5)$$

onde:

c = unidade de medida (m), eixo x;

a = unidade de medida (m) eixo y, z.

Pode-se observar pela Equação 2.5, que quanto maior o teor de carbono, maior será tetragonalidade da martensita, no entanto, em aços com teor de carbono menor que 0,2%C em peso, medidas de resistividade elétrica mostraram que quase 90% do carbono durante a têmpera segregam para os defeitos de rede e para as discordâncias. Portanto, nos aços com teores de carbono menores que 0,2% C, a tetragonalidade da martensita não é afetada. Assim, nos aços CA6NM (teor de carbono inferior a 0,06% C, em peso) a martensita tem estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) ^(25, 39).

Assim sendo, os aços CA6NM, que contém baixíssimo teor de carbono, apresentam estrutura martensítica em forma de ripas, como mostra esquematicamente a Figura 2.11. Como pode-se observar, as ripas se encontram paralelas entre si, contendo mesma orientação cristalográfica, formando blocos. O conjunto de blocos paralelos e quase-paralelos é referido como pacote. Muitos pacotes podem ser encontrados num único grão austenítico. Em relação ao efeito dos pacotes na resistência mecânica, pode-se fazer uma analogia deste com o efeito do tamanho de grão (encontrado nos materiais policristalinos). Pois ambas as microestruturas definem uma região onde há uma mesma orientação cristalográfica ⁽²⁵⁾.

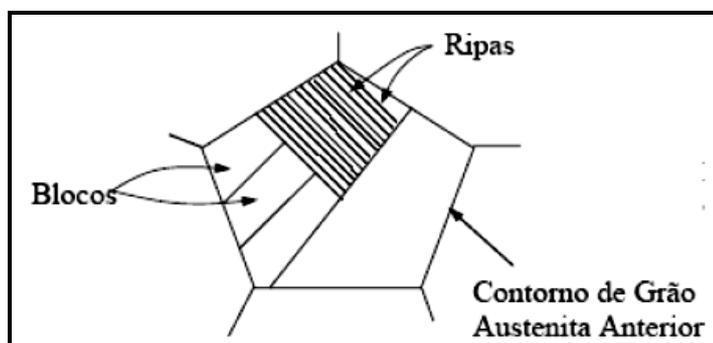


Figura 2.11 – Representação esquemática da morfologia em ripas da martensita ⁽²⁵⁾.

Após a têmpera realiza-se o revenido aquecendo o aço a uma faixa de temperatura entre 565°C e 620°C e posteriormente o resfriando. Deste modo, por um processo difusional, o carbono se precipita nas fases estáveis ferrita e cementita, conforme a reação simplificada abaixo ⁽²⁵⁾:

Martensita (TCC ou CCC, fase única) → Martensita Revenida (α + cementita (Fe_3C))

Assim sendo, a microestrutura revenida consiste de partículas extremamente finas de cementita dispersas na matriz ferrítica.

O revenido da martensita aumenta sensivelmente a tenacidade e ductilidade e, em alguns casos, sem redução substancial da resistência mecânica. A elevada dureza e resistência da martensita revenida estão relacionadas com a alta relação de área entre os contornos da cementita e da matriz. Isto se deve às pequenas e numerosas partículas de cementita que se localizam nos contornos e discordâncias e agem como barreiras à sua movimentação durante a deformação plástica. Dessa maneira, a matriz que é dúctil é reforçada pela cementita ⁽²⁵⁾.

Após o revenido surge também a fase de austenita retida, finamente dispersa na matriz martensítica, atingindo quantidades da ordem de 15 ⁽²⁶⁾ a 30% e influenciando nas propriedades mecânicas ⁽³²⁾.

3 – FADIGA NOS MATERIAIS

O estudo do fenômeno fadiga é de importância crucial na concepção de máquinas e estruturas, visto que a maioria das falhas observadas em serviço envolve fadiga. Estudos realizados nos Estados Unidos e na Europa mostraram que os efeitos econômicos proveniente de fratura de equipamentos, num país medianamente industrializado, afetam 4% do seu Produto Interno Bruto, sendo que cerca de 90% destes custos são atribuídos a falhas por fadiga ⁽⁴⁾.

O termo fadiga do material significa mudanças nas propriedades do material as quais ocorrem sob repetidos ciclos de carregamento e descarregamento. Essas mudanças causam uma falha prematura e inesperada sob níveis de tensões normalmente menores que a tensão de escoamento do material. A falha prematura pode tomar proporções catastróficas caso ocorra a ruptura do material e o colapso de componentes importantes da estrutura. Essa ruptura decorre do crescimento instável de trincas e é conhecida como fratura frágil ⁽⁴⁰⁾. A Figura 3.1 apresenta o crescimento gradual de uma trinca de fadiga.

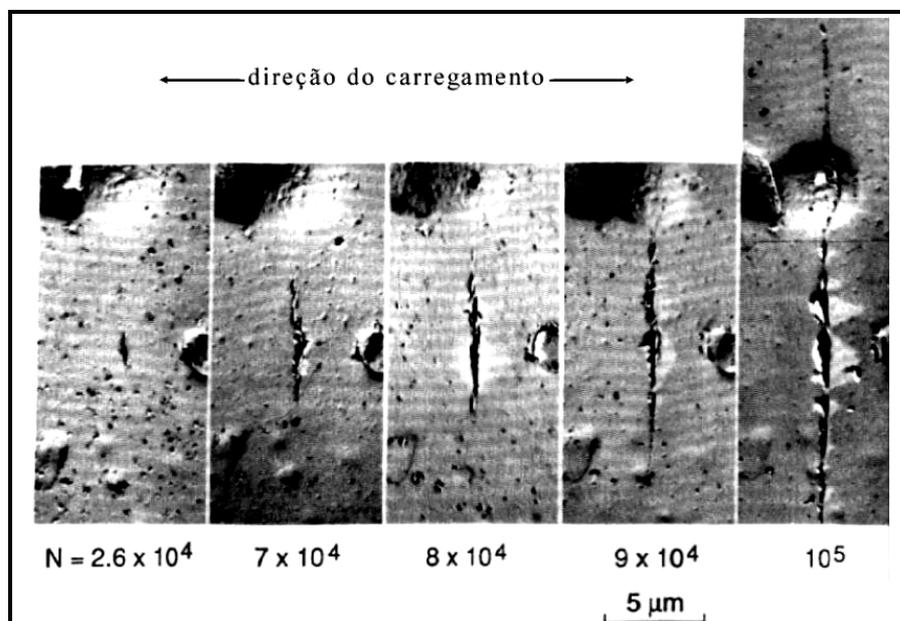


Figura 3.1 – Crescimento gradual de uma trinca por fadiga ⁽⁴⁰⁾.

O completo entendimento dos mecanismos da fratura por fadiga envolve principalmente o conhecimento de duas áreas da engenharia: a de materiais e a mecânica aplicada. Ou seja, é necessária uma abordagem em nível microestrutural,

no âmbito da área de conhecimento de engenharia de materiais, para buscar explicações para a fase de nucleação, período no qual a trinca se forma até assumir dimensões macroscópicas, a partir do que a trinca passa à fase de propagação que pode ser abordada com base na fundamentação da mecânica da fratura ⁽⁴⁰⁾.

A Figura 3.2 apresenta um esquema da superfície de fratura de um aço que falhou por fadiga. As principais características a serem observadas neste tipo de falha são um ponto ou sítio de iniciação da trinca (geralmente na superfície); uma região de propagação de trinca mostrando as marcas de praia e uma região de fratura rápida, onde o comprimento de trinca excede um valor crítico.

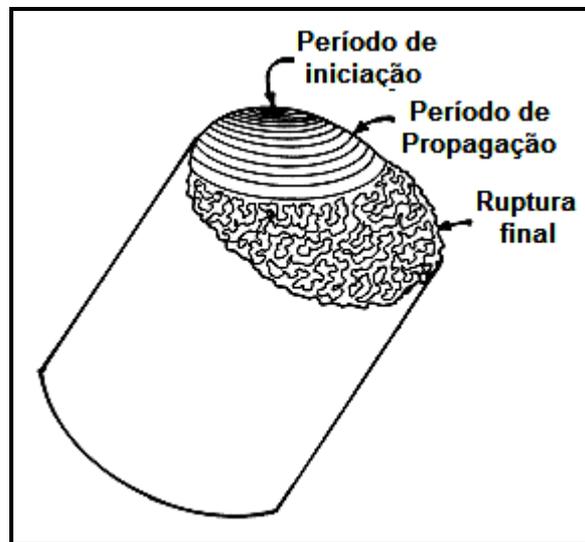


Figura 3.2 – Representação esquemática da superfície de fratura por fadiga em um aço ⁽⁴¹⁾.

Há também um tipo de superfície de fratura em materiais que sofrem tratamento superficial de nitretação, chamado de “olho de peixe” que pode ser observado na Figura 3.3 ⁽⁴²⁾ e representado esquematicamente na Figura 3.4 e observado nos resultados de ^(42, 43, 44).



Figura 3.3 – Local de nucleação da trinca por fadiga chamada “olho de peixe” ⁽⁴²⁾.

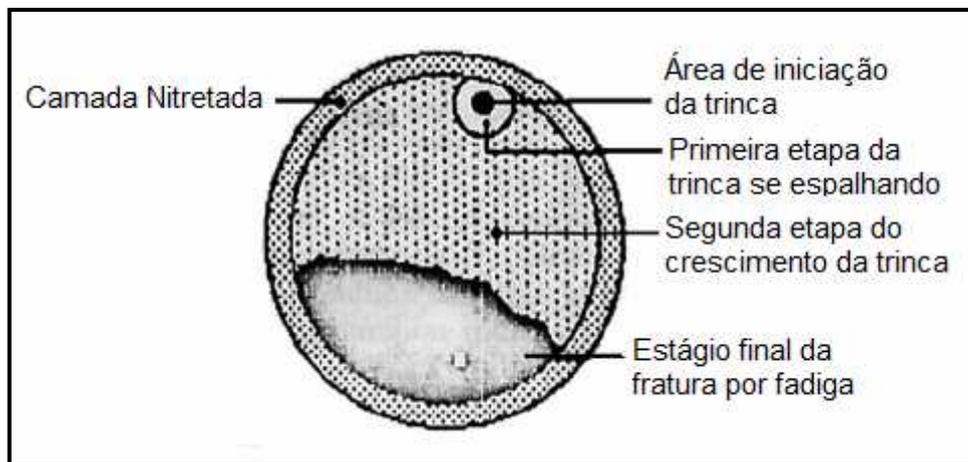


Figura 3.4 – Representação esquemática de fratura em material nitretado, chamado de “olho de peixe” ⁽⁴²⁾.

Este tipo de falha é composta de quatro regiões visíveis a olho nu: A primeira região é onde inicia-se a trinca, em algum tipo de descontinuidade microestrutural (inclusão), abaixo da camada nitretada. Já a segunda região lisa é onde ocorre a primeira etapa de propagação da trinca. Estas duas regiões são as etapas atípicas que não são visualizadas em fraturas comuns. As outras duas etapas são as comumente visíveis, região de propagação de trincas características pelas marcas de praia e a posterior fratura rápida.

O entendimento do período de nucleação da trinca ainda não está bem consolidado e é objeto de muitos estudos e pesquisas tanto no âmbito acadêmico, quanto industrial. Envolve o estudo das ligações dos átomos, contornos e formas de grãos, da estrutura cristalina, bandas de escorregamento e interação da matriz

metálica com as partículas não metálicas. Por outro lado, o período de propagação já é bem compreendido e as técnicas desenvolvidas para prever esse período de crescimento fornecem resultados confiáveis. Esses métodos vêm sendo aprimorados desde meados do século passado e ganharam grande impulso com a evolução dos computadores.

Existem basicamente três metodologias de análise à fadiga, cada um possuindo uma área de aplicação e um propósito. Por exemplo, o modelo Tensão-Número de Ciclos (S-N) ou de Wöhler é o mais antigo e o mais utilizado nas aplicações para prever o comportamento à fadiga de componentes estruturais sujeitos a tensões no domínio elástico. Este modelo descreve normalmente a vida total do componente.

O modelo Deformação-Número de Ciclos (ϵ -N) ou de Coffin-Manson é o mais utilizado nas aplicações que envolvem Fadiga de Baixo Ciclo, ou seja, em problemas que envolvem altas cargas de fadiga.

O modelo Mecânica da Fratura Linear Elástica (MFLE) ou de Paris é mais utilizado nas aplicações que envolvem a Fadiga de Baixo Ciclo, para prever o tempo de vida restante de peças trincadas. Tem grande aplicação em programas de inspeção periódicas, associados aos Ensaios Não Destrutivos. Os resultados mais precisos são obtidos quando é possível detectar e mensurar uma trinca na peça. Quando isso não é possível, assume-se a existência de uma trinca menor que a mínima trinca detectável pelos instrumentos adequados ⁽⁴⁵⁾.

3.1 – ETAPAS DA FRATURA POR FADIGA

3.1.1- PERÍODO DE INICIAÇÃO

A trinca de fadiga geralmente é nucleada e iniciada na superfície livre de componentes estruturais carregados ciclicamente. A nucleação, assim como todo o processo de fadiga, é controlado pela deformação plástica cíclica. Desta forma, espera-se que a trinca se nucleie em regiões em que a deformação plástica cíclica é maior do que a média, ou seja, em regiões de concentração de tensões. Essas regiões de concentração de tensões podem ser macroscópicas, devido à geometria, como entalhes por exemplo, ou microscópicas. Uma pequena ranhura da ordem de algumas dezenas de micra pode causar uma redistribuição de tensões e

possivelmente um aumento significativo de sua intensidade na raiz do concentrador. Por outro lado, um acabamento superficial pode produzir uma fina camada deformada plasticamente com tensão residual de compressão, o que pode balancear o efeito de concentração microscópica de tensão. Um outro tipo de concentrador microscópico de tensões é o degrau superficial que aparece devido a movimentação de discordâncias durante a deformação plástica. Isso indica que o próprio carregamento cíclico pode promover o aparecimento de regiões de concentração de tensões. Partículas de fases secundárias, assim como inclusões e precipitados, tendo propriedades elásticas diferentes da matriz, também atuam como concentradores de tensões ⁽⁴⁶⁾.

A Figura 3.5 apresenta os três principais tipos de regiões de nucleação de trincas que são: Bandas de escorregamento de fadiga; contornos de grão e inclusões superficiais.

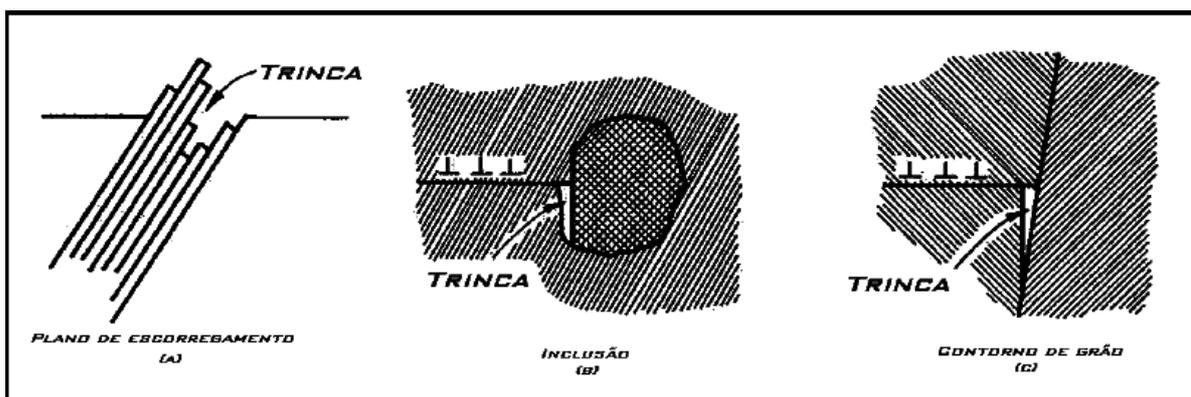


Figura 3.5 – Descontinuidades que provocam a nucleação de trincas por fadiga ⁽⁴¹⁾.

Degaus de escorregamento sozinhos podem ser responsáveis pela nucleação de trincas ou estes podem interagir com defeitos estruturais ou geométricos para formar as trincas. Singularidades superficiais podem estar presentes desde o começo ou podem se desenvolver durante a deformação cíclica, como por exemplo, a formação de intrusões e extrusões, as quais são chamadas de bandas de escorregamento persistentes em metais. Estes locais são sítios ou locais preferenciais de nucleação de trincas por fadiga. Um modelo de formação destas imperfeições é apresentado na Figura 3.6 e na Figura 3.7, a qual representa uma foto real destas imperfeições.

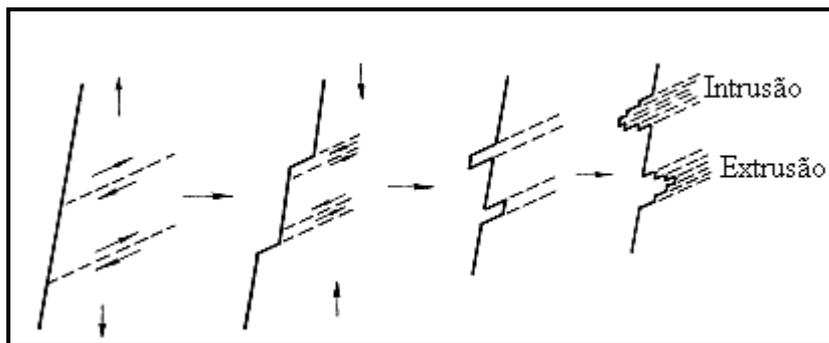


Figura 3.6 – Nucleação de trinca por fadiga nas bandas de escorregamento ⁽⁴¹⁾.



Figura 3.7 – Extrusões e intrusões em uma chapa de cobre ⁽⁴¹⁾.

Como a maioria das falhas por fadiga tem origem na superfície, pode-se esperar que o acabamento superficial tenha grande efeito no comportamento à fadiga. Os efeitos da superfície são causados por diferentes rugosidades, microestrutura, composição química e tensão residual. Essa influência é mais pronunciada em grandes vidas, onde normalmente uma grande porcentagem dos ciclos está envolvida na nucleação da trinca. Através da Figura 3.8 verifica-se o efeito do fator de superfície, k_s , usado para vários tipos de acabamentos superficiais. Este fator é um dos quocientes utilizados para correção do valor da tensão para um determinado número de ciclos. ⁽⁴⁷⁾.

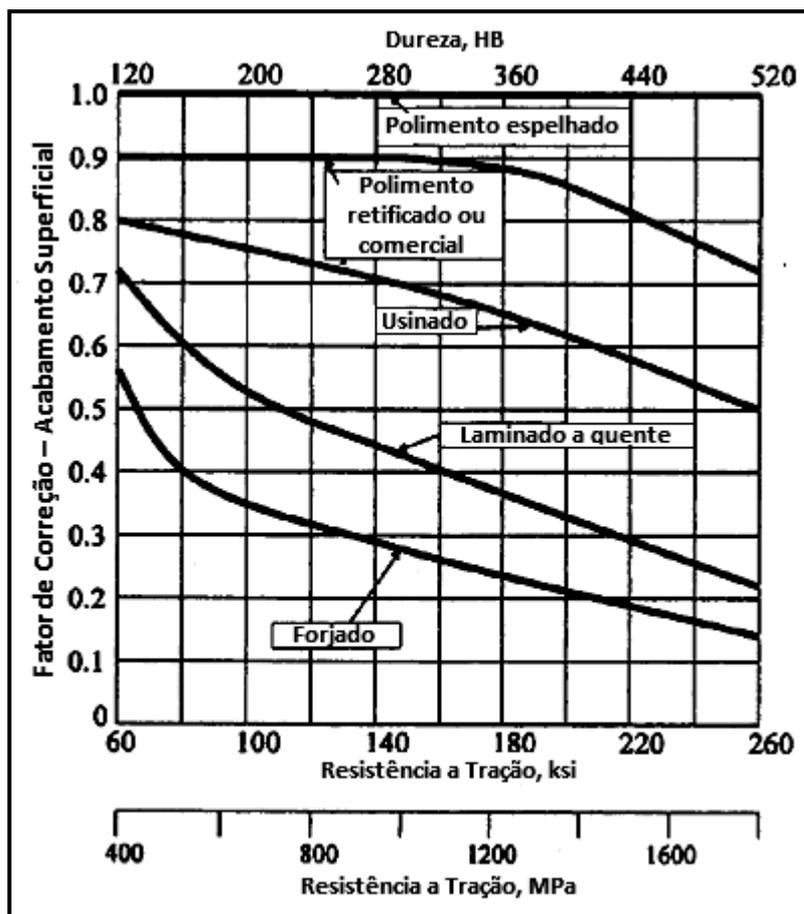


Figura 3.8 – Efeito do acabamento superficial no limite à fadiga (adaptado de 47).

Os defeitos então, ocorrem durante carregamento cíclico e podem crescer e formar uma trinca através de contínua deformação plástica, fazendo com que materiais com resistência mecânica alta apresentem maior resistência à nucleação de trinca por fadiga. Além disso, desde que a maioria das falhas por fadiga inicia-se na superfície de um material, a condição desta é muito importante, podendo ser aplicados vários processos de endurecimento superficial com o objetivo de aumentar a dureza desta camada para proporcionar um reforço ao material e aumentar a sua vida em fadiga, retardando com isso o tempo de nucleação de trincas.

3.1.2 – PERÍODO DE PROPAGAÇÃO

O processo de propagação de trincas subdivide-se em três estágios, conforme ilustrado na Figura 3.9. Estágio I (trincas curtas), estágio II (trincas longas) e estágio III (fratura final).

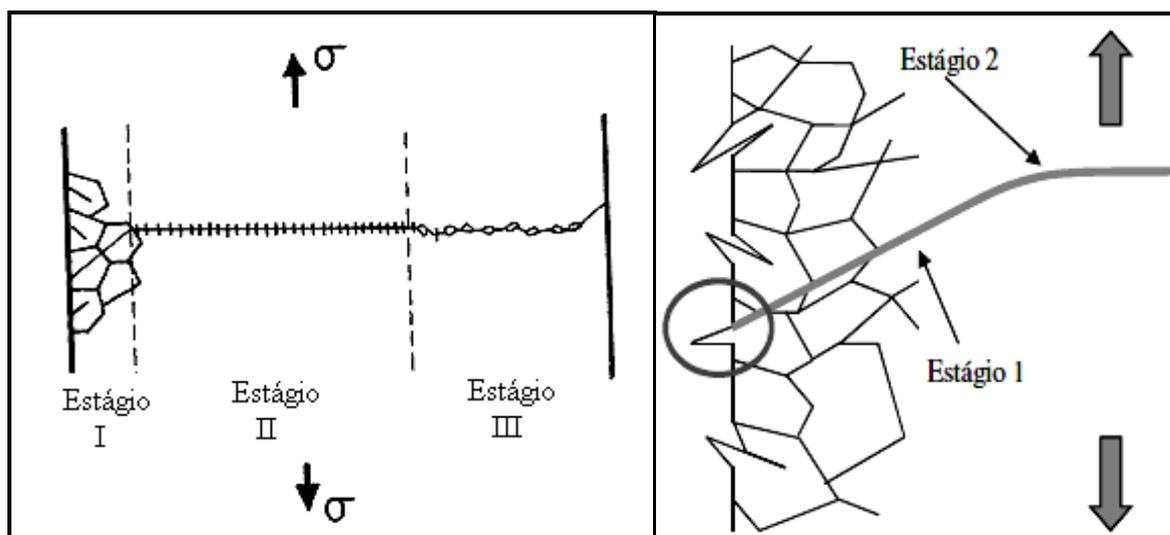


Figura 3.9 – Estágios I, II e III da propagação de trinca em fadiga (adaptado de 48).

No primeiro estágio, as trincas depois da nucleação na superfície começam a se propagar por planos orientados a aproximadamente 45° do eixo de tensão normal. O crescimento das trincas neste estágio é da ordem de micrometros por ciclo. Uma vez iniciada, a trinca se propaga nos correspondentes planos cristalográficos até encontrar contornos de grão evoluindo por alguns décimos de milímetro. A partir deste ponto inicia-se o estágio dois, no qual a propagação se dá em uma direção perpendicular ao eixo de tensão. Neste estágio, a trinca normalmente apresenta estrias características, correspondentes ao número de ciclos do carregamento. A ponta desta trinca que se propaga gera alta concentração de tensão, causando deformação plástica local à frente da trinca. Essa zona de deformação plástica cresce até um ponto em que praticamente se iguala à espessura do material, terminando o estágio dois e iniciando-se o estágio três que é a ruptura catastrófica da estrutura, também com crescimento perpendicular ao eixo de tensão, porém de forma instantânea⁽⁴¹⁾.

A taxa de propagação no estágio I é geralmente muito menor do que a do estágio II, sendo assim, o número de ciclos gastos na propagação da trinca no

estágio I é muito maior do que no estágio II, no caso de corpos-de-prova sem entalhes. O número de ciclos necessários para o estágio I em corpos-de-prova entalhados é praticamente desprezível e todo o processo de propagação da trinca de fadiga corresponde ao estágio II. A propagação no estágio II termina, geralmente, na fratura da seção transversal remanescente. A propagação da trinca de fadiga no estágio I através dos planos persistentes de deslizamento é controlada pela componente cortante da tensão aplicada. A propagação não-cristalográfica (no estágio II) é controlada pela componente normal ⁽⁴⁶⁾.

A Figura 3.10 ilustra o estágio II da propagação de trincas que ocorre por um processo plástico tornando a ponta da trinca arredondada. Além do aspecto destaca-se a sollicitação mecânica à qual está sujeita uma trinca durante um ciclo de carregamento. Inicia-se com carga zero (a), sendo a tensão de tração crescente até a tensão máxima (c). Após este ponto máximo, iniciam-se pequenas cargas de compressão (d), aumentando até a máxima carga de compressão (e). Este comportamento é característico de todos os materiais metálicos dúcteis, e inclusive dos polímeros ⁽⁴¹⁾.

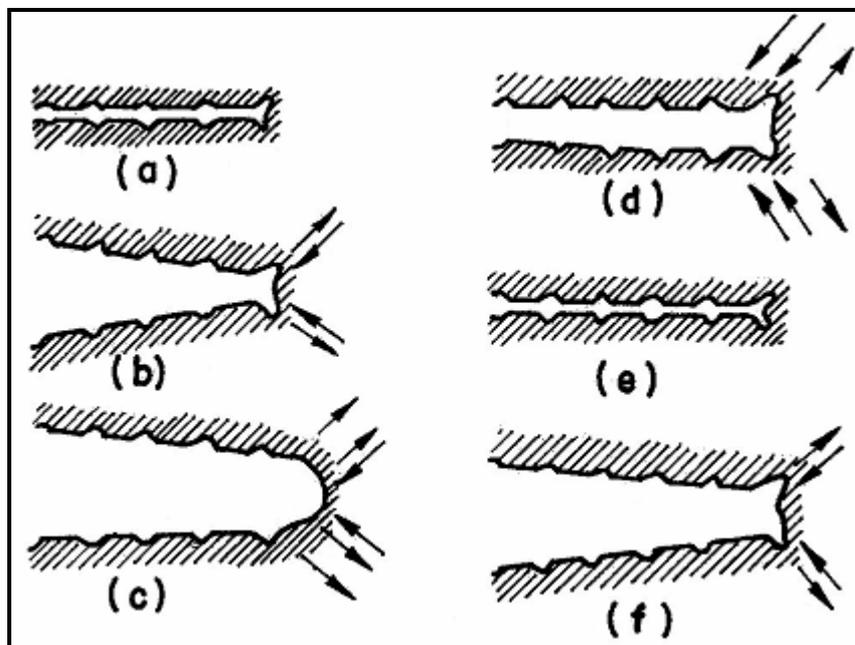


Figura 3.10 - Situações de sollicitação de uma trinca de fadiga durante um ciclo de carregamento. (a) Carga zero, (b) pequena tensão de tração, (c) máxima tensão de tração, (d) pequena tensão de compressão, (e) máxima tensão de compressão, (f) pequena tensão de tração ⁽⁴⁹⁾.

Existe uma outra importante característica no estágio II de fadiga, isto é, as chamadas “marcas de praia”. Assim como as estrias, as marcas de praia também são semicirculares mas são, entretanto, visíveis a olho nu, conforme ilustrado na Figura 3.11. As marcas de praia podem ser originadas através dos diferentes graus de oxidação produzidos nas sucessivas paradas para repouso do equipamento ou pela variação nas condições de carregamento. Estas marcas representam milhares ou mesmo milhões de ciclos e elas apontam para o local de início de propagação de trinca ⁽⁴⁵⁾.

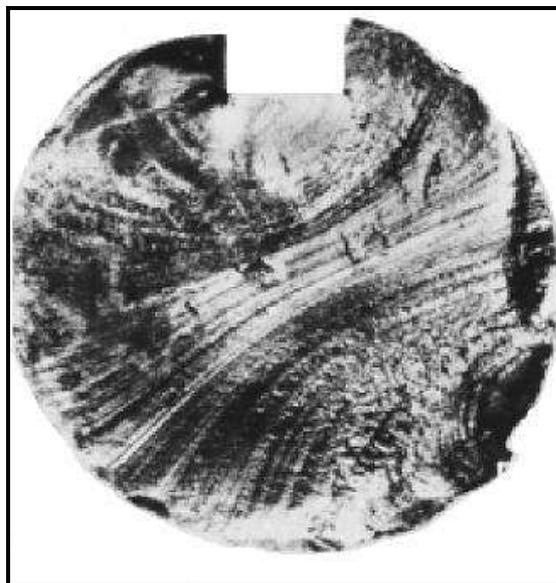


Figura 3.11 – Marcas de praia de um aço fraturado por fadiga ⁽⁴⁵⁾.

A partir de certo tamanho de trinca, todo o sistema torna-se instável e a seção remanescente do componente não consegue suportar mais a carga aplicada e o material entra em fratura catastrófica (estágio III).

3.2 – ABORDAGEM DE ANÁLISE PELA TENSÃO – NÚMERO DE CICLOS (S-N)

Em 1860, August Wöhler iniciou ensaios para se descobrir as causas da falha por fadiga, motivado pelas falhas ocorridas em eixos de trens, testando aços e outros metais sob torção e carregamentos axiais ⁽⁴⁾. Foi observado que a resistência mecânica dos eixos de trens submetidos a carregamentos cíclicos era notavelmente menor do que a resistência estática do mesmo material. Seu trabalho foi direcionado para a caracterização do comportamento sob fadiga relacionando a amplitude de

tensão (S_a) e o número de ciclos admissíveis (N_f), originando então a Curva S-N, ilustrada na Figura 3.12 ⁽⁵⁰⁾.

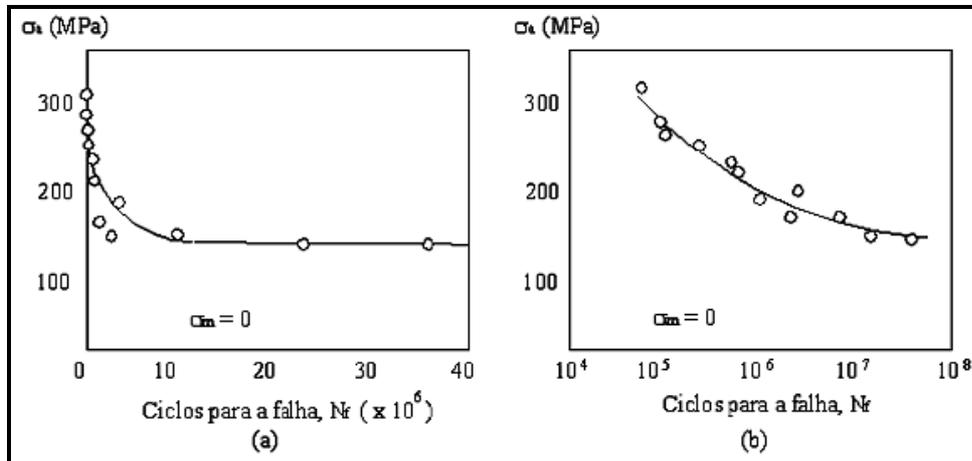


Figura 3.12 – Curvas S-N para o mesmo material com escala linear para a amplitude de tensão e com escala do número de ciclos linear (a) e em logarítmica (b) ⁽⁴⁰⁾.

A tensão aplicada pode ser de natureza axial, fletora ou de torção. Tais cargas podem ser de natureza senoidal e regulares, como mostra o gráfico (a) da Figura 3.13, no qual a amplitude é simétrica em relação ao nível de stress zero, alternando entre um máximo trativo (σ_{max}) e um mínimo compressivo (σ_{min}) de magnitudes iguais, esse tipo é referido como “*reversed stress cycle*”. Outro tipo, chamado “*repeated stress cycle*”, apresentado no gráfico (b) da Figura 3.13, a máxima e mínima tensões são assimétricas em relação ao nível de tensão zero.

Além destes tipos de tensões cíclicas, há também casos em que a estrutura é submetida a um carregamento aleatório, gráfico (c) da Figura 3.13, no qual as tensões cíclicas variam em amplitude, módulo e frequência.

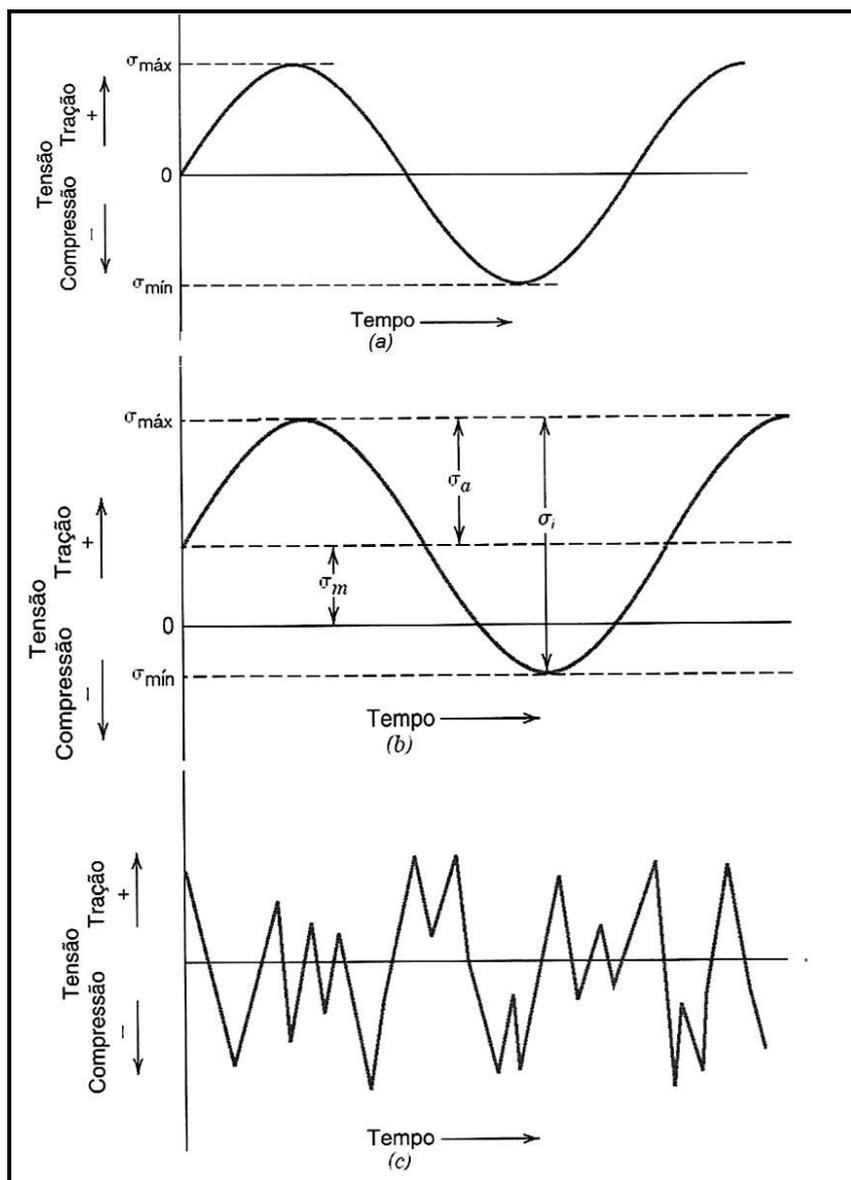


Figura 3.13 – Tensões cíclicas do processo de Fadiga: Tensões iguais em torno de zero (a), tensões repetidas (b) e tensões aleatórias (c) ⁽⁴⁹⁾.

Onde:

Intervalo da tensão cíclica:
$$\sigma_i = \sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{min}} \quad (3.1)$$

Amplitude da tensão cíclica:
$$\sigma_a = \frac{\sigma_{\text{max}} - \sigma_{\text{min}}}{2} \quad (3.2)$$

Tensão média:
$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\text{max}} + \sigma_{\text{min}}}{2} \quad (3.3)$$

Razão de tensão:
$$R = \frac{\sigma_{\text{min}}}{\sigma_{\text{max}}} \quad (3.4)$$

A vida em fadiga resultante incorpora o número de ciclos necessários para iniciar a trinca dominante (que pode equivaler a aproximadamente 90% da vida total do componente para baixas solicitações, ou fadiga de alto ciclo) e o número de ciclos para a propagação desta trinca até a falha.

Em 1910, O.H. Basquin propôs uma equação empírica para caracterizar as curvas S-N dos metais. Ele mostrou que em um diagrama bi-logarítmico da amplitude de tensão versus número de ciclos para a fadiga há uma relação linear, estabelecendo assim uma lei exponencial para a fadiga. A amplitude de tensões pode ser relacionada com o número de ciclos até a fratura pela Equação 3.5 ⁽⁴⁶⁾:

$$\sigma_a = \sigma_f (2Nf)^b \quad (3.5)$$

Onde σ_a é a amplitude de tensão real cíclica, σ_f é o coeficiente de resistência à fadiga, $2Nf$ é o número de reversões 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 do material ⁽⁵¹⁾.

A influência da tensão média também pode ser observada na curva S-N e conseqüentemente no limite de resistência à fadiga. Quanto maior a tensão média de tração aplicada (mantendo-se fixa a amplitude), menor o número de ciclos até a falha do material. Este gráfico está representado na Figura 3.14.

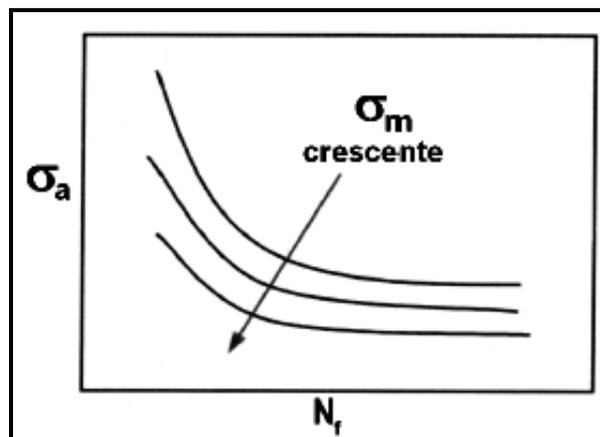


Figura 3.14: Curvas S-N variando-se a tensão média ⁽⁵²⁾.

Além da tensão média, a razão (R) de tensão também influencia na curva S-N, conforme ilustrado na Figura 3.15, onde $0 \leq |R| < 1$ refere-se a tensão cíclica do

tipo trativa, $|R| > 1$ está relacionada a tensão cíclica compressiva e $R = -1$, a tensão variável em torno de zero.

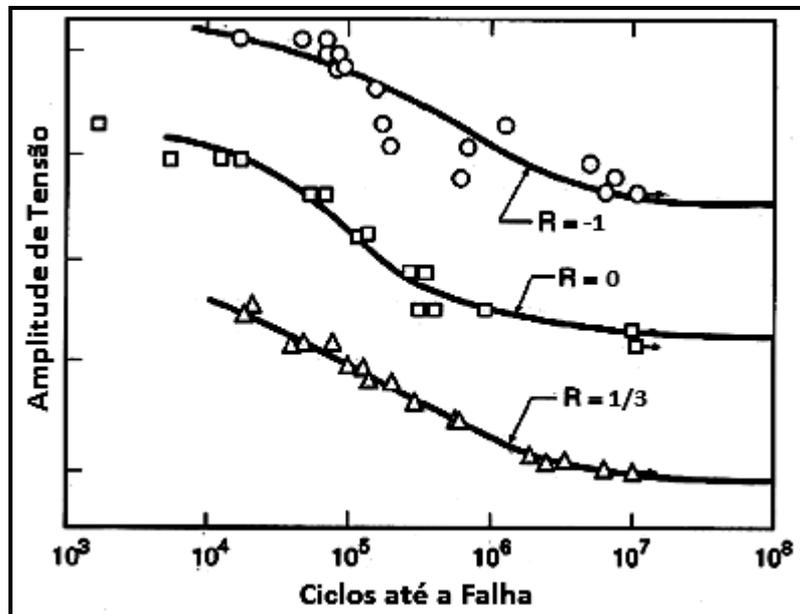


Figura 3.15 – Curvas S-N com diferentes razões de tensão ⁽⁵²⁾.

Além disso, o diagrama de vida constante, conforme ilustrado na Figura 3.16, baseado nos modelos de Goodman, Soderberg e Gerber, mostra a curva de cada ciclo, a partir da qual é possível obter a amplitude de tensão para uma dada tensão média, ou seja, no caso do aumento da tensão média deve-se diminuir a amplitude da tensão cíclica para manter a vida à fadiga com o mesmo número de ciclos ⁽⁵³⁾.

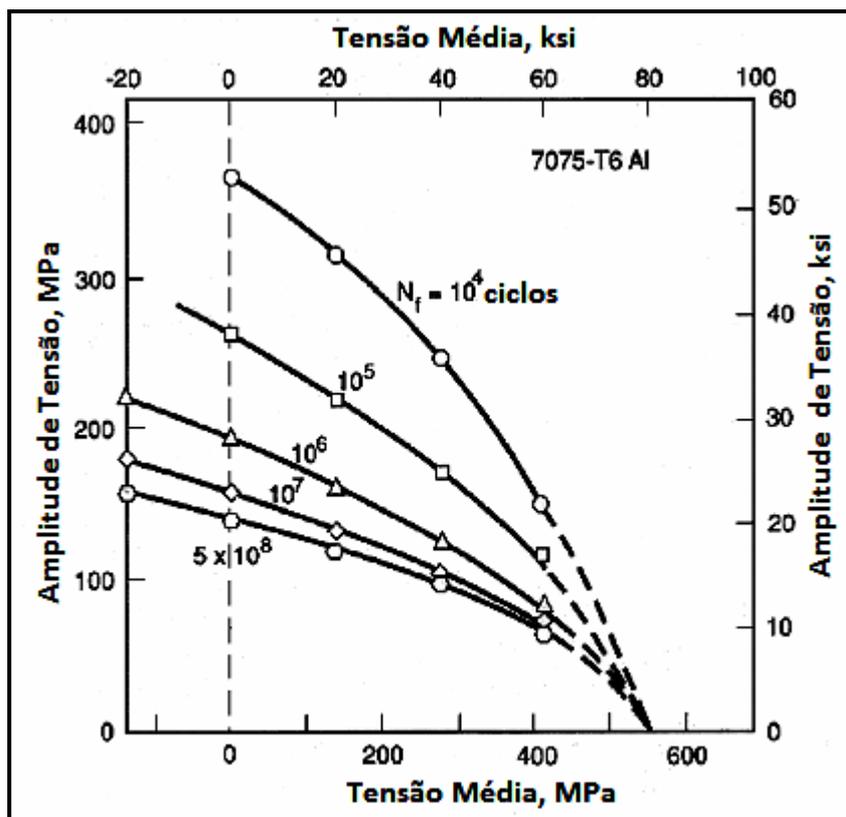


Figura 3.16 – Diagrama de vida constante para o alumínio 7075-T6 ^(47, 53).

Para determinar experimentalmente o limite de fadiga de um material, um corpo de prova normalizado é submetido a tensões cíclicas de uma dada amplitude e mede-se o número de ciclos que o material resiste antes de falhar. Este teste é repetido para vários corpos de prova com tensões de diferentes magnitudes.

Como indica o gráfico da Figura 3.17, quanto maior a magnitude da tensão, menor o número de ciclos que o material resiste antes de falhar. A curva S-N de ligas não ferrosas representada no gráfico, observa-se que não existe um valor abaixo do qual a falha não ocorre, isto porque na maioria dos casos não existe limite de fadiga para ligas não ferrosas. Para ligas ferrosas, a curva S-N se torna constante para valores elevados de N, indicando que abaixo deste nível de tensão, chamado de limite de fadiga, a falha não ocorrerá por fadiga, ou seja, a vida a fadiga é dita infinita ⁽⁴⁸⁾.

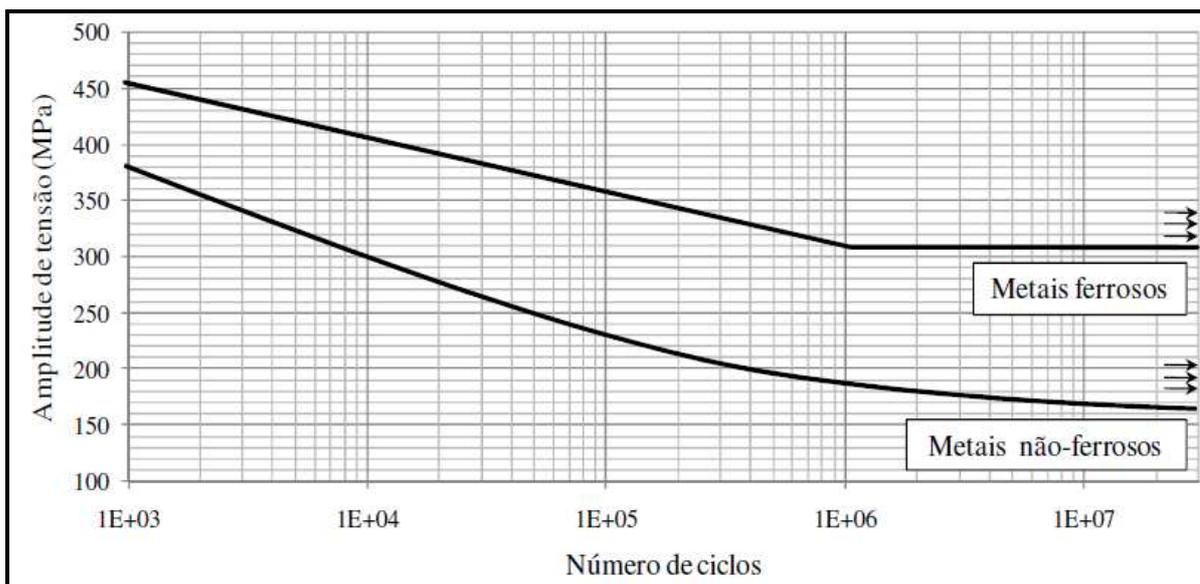


Figura 3.17 – Curvas S-N típicas para metais ferrosos e não-ferrosos ⁽⁴⁸⁾.

Desta forma o limite de resistência à fadiga é a tensão correspondente a uma vida específica de fadiga de alto ciclo. Os experimentos de resistência à fadiga têm como objetivo estimar a sua distribuição estatística e são muito usados na determinação do limite de resistência a fadiga dos materiais.

Por sua vez, a resistência à fadiga de um material metálico é, aproximadamente, proporcional à resistência a tração (Figura 3.18), o que significa que, em geral, qualquer método de endurecimento do metal aumentará também a resistência à fadiga. E uma vez que a resistência à tração e dureza estão correlacionadas, é possível estimar o limite de resistência à fadiga de muitos aços pela determinação do nível de dureza ⁽⁵⁴⁾. A Figura 3.19 mostra que existe uma boa correlação até o nível de dureza em torno de 40 HRC. Acima desse valor ocorre uma dispersão dificultando a correlação. O limite de fadiga dos aços estruturais freqüentemente é estimado como sendo a metade de resistência à tração, mas ainda podendo variar de 0,35 a 0,60 desta ^(45, 54).

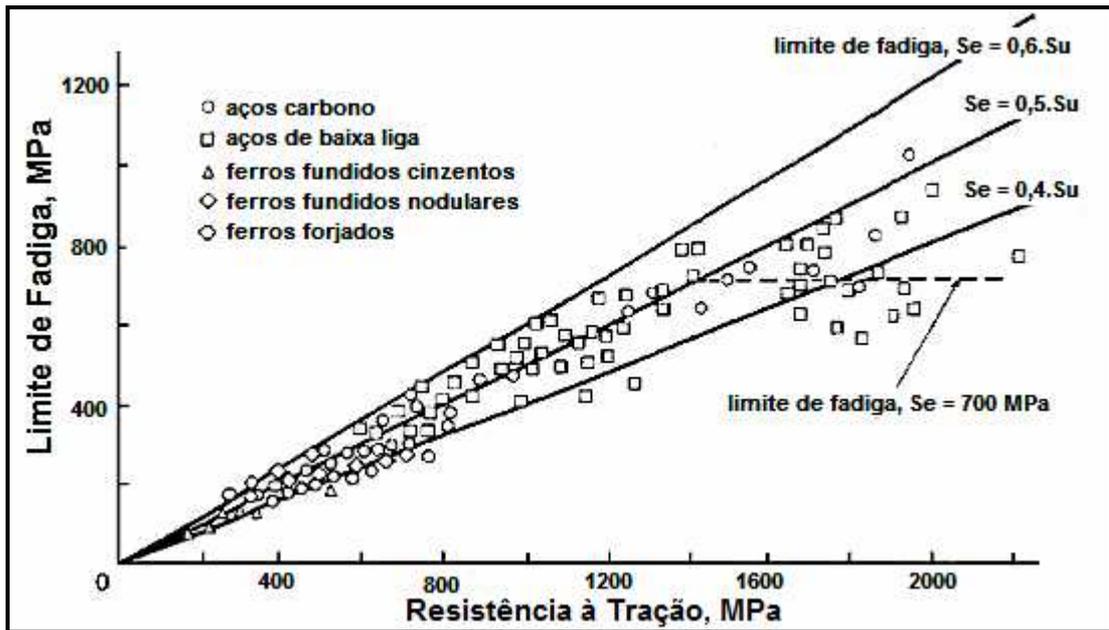


Figura 3.18 – Correlação do limite de fadiga de alguns materiais ferrosos com a resistência à tração ⁽⁴⁵⁾.

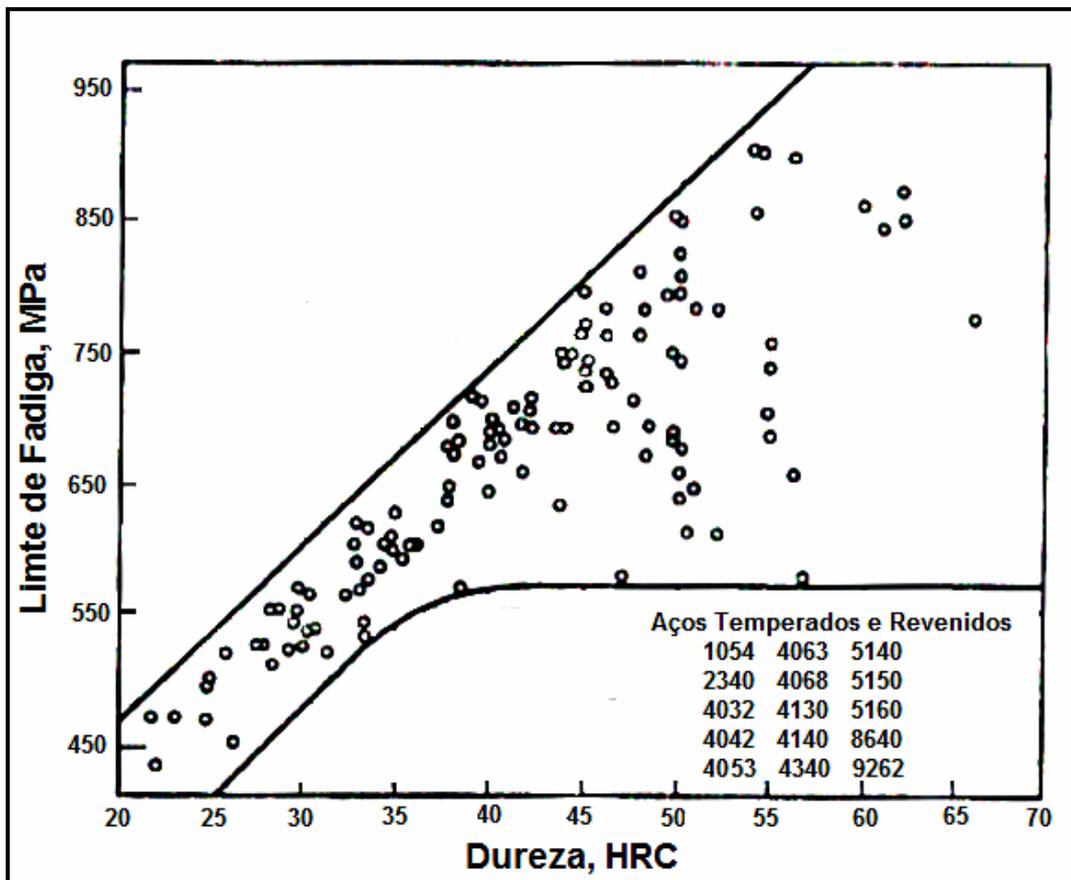


Figura 3.19 – Correlação do limite de fadiga de vários aços temperados e revenidos e a dureza ⁽⁵⁴⁾.

3.2.1 – ENSAIOS DE FADIGA E CONSTRUÇÃO DE CURVAS S-N

É importante que os ensaios de fadiga e a construção das curvas S-N estejam de acordo com as normas ASTM E 606, E 466 e E 739 ^(55, 56, 57). As práticas estabelecidas por essas normas servem de guia para os testes de fadiga em atividades como: pesquisa e desenvolvimento de materiais, projetos mecânicos, controle de processos e qualidades, controle de desempenho e análise de falhas.

Primeiramente, os corpos-de-prova usados nas análises de fadiga são fabricados segundo a norma ASTM E 606 ⁽⁵⁵⁾, a qual especifica CP's para testes de fadiga de carregamento uniaxial com controle de deformação, sendo estes aplicáveis tanto para o levantamento da curva S – N quanto da ϵ - N. Os dois tipos básicos de corpos de provas previstos por essa norma são: cilíndrico com seção de teste de perfil reto e cilíndrico com seção de teste inteiramente definida por um raio de concordância (Tipo Ampulheta). O corpo-de-prova tipo ampulheta exige cuidados especiais na sua fabricação, visto que devido a sua geometria pode haver incertezas na análise e na interpretação dos dados. Basicamente a maior recomendação que a norma faz sobre o projeto do CP diz respeito ao diâmetro mínimo da seção de teste. Ela recomenda que ele seja superior à 6,35 mm. A partir daí, as outras dimensões devem seguir os limites apresentados na Figura 3.20.

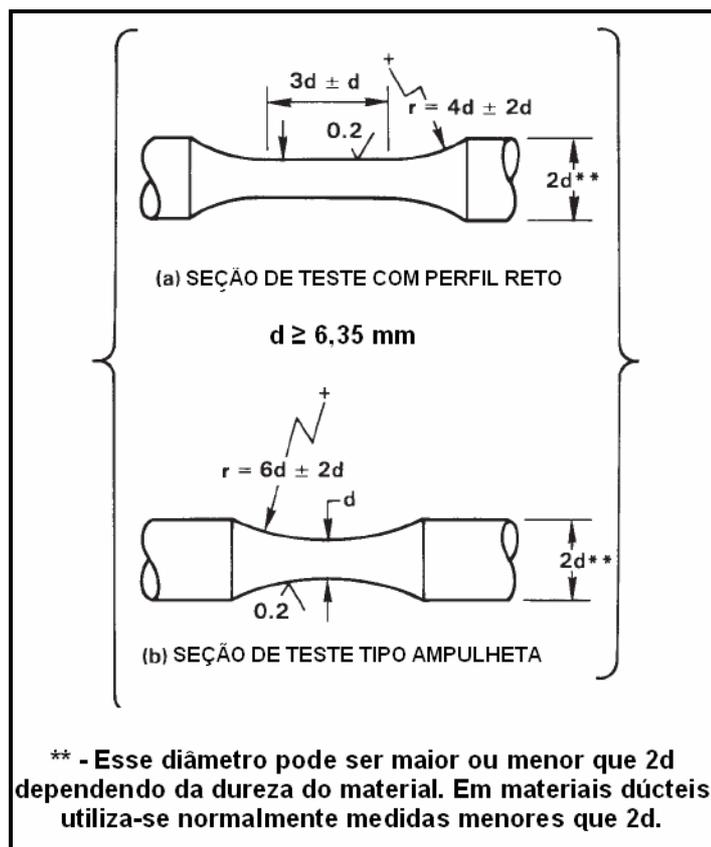


Figura 3.20 – Dimensões dos corpos de prova segundo a norma ASTM E 606 (adaptado de 55).

Para a quantificação do número de espécimes necessários para a realização dos ensaios utiliza-se a metodologia proposta pela Norma ASTM E - 739 ⁽⁵⁷⁾. Esta norma determina o número mínimo de espécimes para quatro tipos de ensaios específicos e se o número de replicações foi ou não adequado aos ensaios efetuados, apresentados nas Tabelas 3.1 e 3.2.

Tabela 3.1 – Tamanho necessário de uma amostra ⁽⁵⁷⁾.

Tipo de Ensaio	Número Mínimo de Espécimes
Preliminares e exploratórios (Pesquisa e ensaios para desenvolvimento)	6 a 12
Testes de pesquisas e desenvolvimento de componentes e espécimes	6 a 12
Dados admissíveis para projeto	12 a 24
Dados de confiabilidade	12 a 24

Tabela 3.2 - Replicações necessárias ⁽⁵⁷⁾.

Tipo de Ensaio	Percentual Mínimo de Replicações
Preliminares e exploratórios (Pesquisa e ensaios para desenvolvimento)	17 a 33 %
Testes de pesquisas e desenvolvimento de componentes e espécimes	33 a 50 %
Dados admissíveis para projeto	50 a 75 %
Dados de confiabilidade	75 a 88 %

Conforme recomendado pela norma ASTM E - 739 ⁽⁵⁷⁾, o número mínimo necessário de espécimes para se montar uma curva padrão S-N depende do tipo de programa de ensaio desenvolvido. Dessa forma, o número de corpos-de-prova ensaiados é determinado através da Equação 3.6.

$$\% \text{Replicação} = \left[1 - \frac{\text{n}^\circ \text{ de níveis de tensão}}{\text{n}^\circ \text{ total de corpos de prova ensaiados}} \right] \times 100\% \quad (3.6)$$

Os resultados obtidos nos ensaios de fadiga apresentam valores dispersos, por isso é necessário realizar o tratamento estatístico dos resultados, sendo feito também através da norma ASTM E-739 ⁽⁵⁷⁾, ilustrado de acordo com a Figura 3.21.

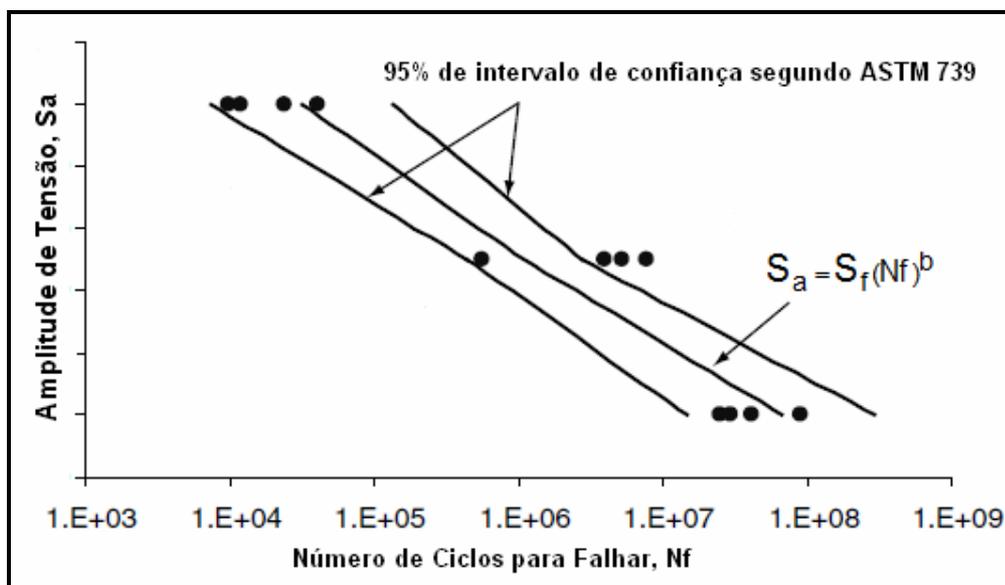


Figura 3.21 – Curva S-N de acordo com a norma ASTM E-739 ^(adaptado de 57).

De acordo com a norma, a Curva S-N pode ser linearizada da seguinte forma ⁽⁵⁷⁾:

$$\text{Log}(N) = A + B\text{Log}(S_a) \quad (3.7)$$

Onde:

N = Número de Ciclos => Variável Dependente

S_a = Tensão Aplicada => Variável Independente Controlada no Ensaio

$$A = \bar{Y} - B\bar{X} \quad \Leftrightarrow \quad \bar{Y} = A + B\bar{X} \quad (3.8)$$

$$B = \frac{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \quad (3.9)$$

Com os Parâmetros A e B, aplicando em (3.7) e isolando Log (S_a) tem-se:

$$\text{Log}(S_a) = \frac{-A}{B} + \frac{\text{Log}(N)}{B} \quad (3.10)$$

A partir daí tem-se:

$$S_a = 10^{\frac{-A}{B} + \frac{1}{N^B}} \quad (3.11)$$

Ou seja:

$$b = \frac{1}{B} \quad \text{e} \quad S_f = 10^{(-Axb)} \quad (3.12)$$

Onde o erro padrão é calculado através de:

$$\sigma^2 = \frac{\sum_{i=1}^k [Y_i - (A + BX_i)]^2}{k - 2} \quad (3.13)$$

E o limite de confiança por:

$$A + BX \pm \sqrt{2F_p} \left[\frac{1}{k} + \frac{(X - \bar{X})^2}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \right]^{\frac{1}{2}} \cdot \sigma \quad (3.14)$$

Onde F_p é tabelado e depende do nível do limite de confiança (90, 95 ou 99%) e do número de ensaios.

4 – NITRETAÇÃO A PLASMA

Os processos de nitretação mais utilizados industrialmente são a nitretação em banhos de sais fundidos, denominado Nitretação Líquida e a nitretação com atmosfera gasosa de amônia, denominado de Nitretação Gasosa. A Nitretação por Plasma é um processo termoquímico desenvolvido há poucas décadas e de extremo impacto tecnológico, por diversos fatores que ainda serão descritos ^(58, 59).

O tratamento superficial de nitretação é definido como um tratamento termoquímico de endurecimento superficial que envolve a introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita, em temperaturas normalmente na faixa de 400 a 580° C. Conseqüentemente, neste processo não ocorre nenhuma transformação de fase que não esteja relacionada com a precipitação de nitretos ou carbonitretos, quando presente também o carbono na liga ou no meio nitretante ⁽⁶⁰⁾.

O processo de Nitretação a Plasma foi patenteado em 1931 por J.J. Egan nos EUA e em 1932 por Berghaus na Alemanha, mas somente em 1960 teve seu início comercial ^(61, 62). No passado, o seu uso industrial teve pouca aceitação no mercado pelo seu alto custo e dificuldades técnicas do equipamento. Essas dificuldades consistiam basicamente em abertura de arcos elétricos e superaquecimento de partes das peças durante o tratamento, que foram praticamente eliminadas com o advento da eletrônica de potência e da microeletrônica.

Atualmente, devido sua versatilidade no controle microestrutural da superfície nitretada, baixo custo de operação e adequação a legislação ambiental, o processo de Nitretação por Plasma deve possibilitar que o tratamento termoquímico de nitretação venha a manter uma posição de destaque dentre os tratamentos superficiais modernos ⁽¹²⁾.

4.1 - O PLASMA

O plasma é definido como um gás contendo espécies neutras e eletricamente carregadas como elétrons, íons positivos, íons negativos, átomos e moléculas ⁽⁶³⁾. Na média o plasma é eletricamente neutro, sendo que qualquer desbalanceamento de carga resultará em campos elétricos que tendem a mover as cargas de modo a

restabelecer o equilíbrio, devendo ter a densidade de elétrons mais a densidade de íons negativos igual à densidade de íons positivos ⁽⁶⁴⁾. Esta igualdade de cargas é chamada de quase-neutralidade do plasma, onde as cargas livres no plasma podem mover-se em resposta a qualquer campo elétrico no sentido de neutralizá-lo.

Desta forma, para a produção do plasma é necessário que haja uma descarga ou fluxo de corrente elétrica através de um meio gasoso, produzida através de uma diferença de potencial aplicada entre dois eletrodos, contido num sistema hermeticamente fechado e uma pressão suficientemente baixa, conforme ilustrado na Figura 4.1 o reator onde ocorre este processo ⁽⁶⁵⁾.

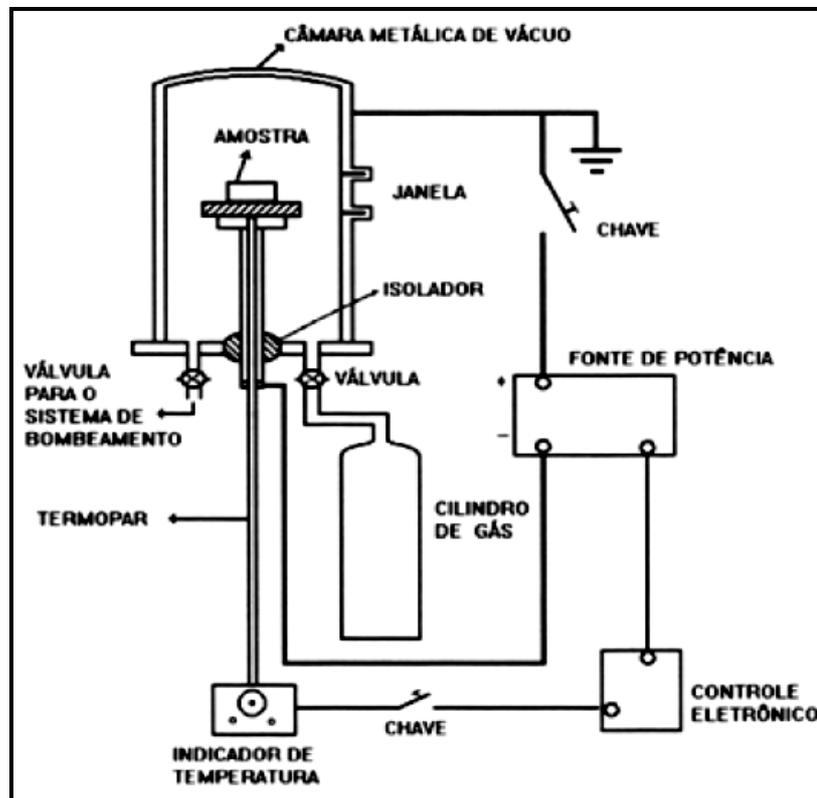


Figura 4.1 – Desenho esquemático da câmara de nitretação ⁽⁶⁶⁾.

A partir daí, elétrons e íons são acelerados pelo campo elétrico formado, colidindo com outras partículas e produzindo assim mais íons e elétrons através da seguinte combinação ⁽⁶⁴⁾:



Onde G^0 é o átomo ou molécula do gás no estado fundamental e G^+ representa um íon deste gás.

Devido a essa ionização dos gases é gerada uma corrente elétrica que varia com a diferença de potencial entre os eletrodos e que determina a ocorrência do plasma. A figura 4.2 apresenta a relação existente entre tensão e corrente, seus diferentes efeitos e a região de formação da descarga luminescente, na zona de descarga anômala, na qual ocorre o processo de nitretação a plasma.

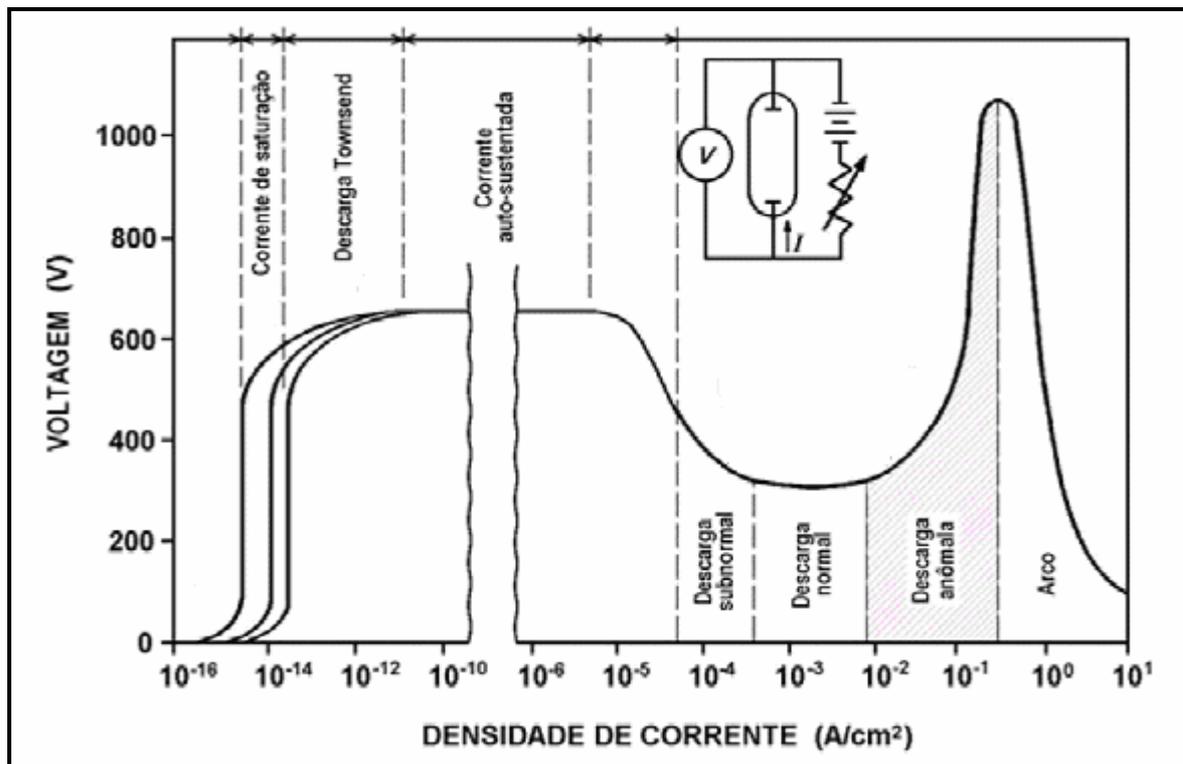


Figura 4.2 – Curva característica da densidade de corrente-voltagem aplicada entre dois eletrodos ⁽⁶⁵⁾.

Esta região de descarga anômala é utilizada neste processo por ter maior densidade de corrente e, portanto maior eficiência, além de proporcionar um tratamento superficial uniforme. Esta descarga é auto sustentada porque o íon gerado é acelerado para o cátodo, produzindo novos elétrons secundários, que por sua vez produzem novos íons ⁽¹²⁾.

Para valores de corrente superiores ao valor máximo da descarga anômala, o aquecimento do cátodo será substancial e a emissão termoiônica contribuirá

sensivelmente para o aumento da corrente, fazendo com que a descarga seja mantida a uma baixa tensão e alta corrente, originando o arco elétrico ⁽⁶⁵⁾.

Na ionização das moléculas são emitidos fótons que geram o efeito luminoso que caracteriza uma região de descarga brilhante, visível ao redor da peça durante a nitreção, denominada bainha de plasma, conforme ilustra a Figura 4.3 ⁽¹²⁾.

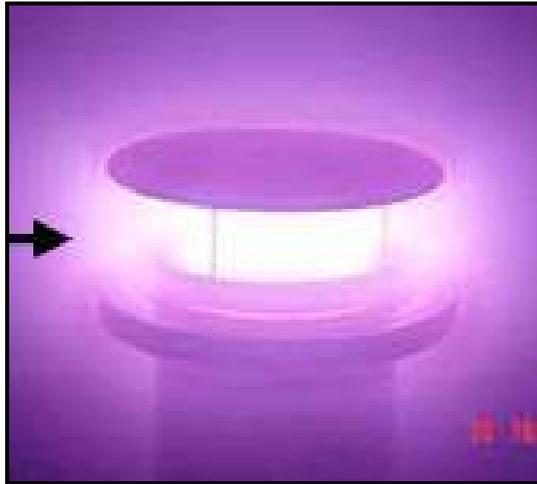


Figura 4.3 – Fotografia da descarga brilhante em uma peça durante o processo de nitreção por plasma ⁽¹²⁾.

Esta região é responsável por quase totalidade dos fenômenos que ocorrem no plasma, como transferência de carga, ionizações, excitações e produção de elétrons secundários. Num meio nitretante (mistura N_2/H_2), as reações mais freqüentes nesta região são aquelas determinadas pelas colisões elétrons-moléculas, e que serão descritas a seguir.

Na ionização os elétrons mais energéticos, ao colidirem com as moléculas do gás, provocam a remoção de um elétron do átomo, produzindo um íon e dois elétrons ⁽⁶⁴⁾:



Para essas espécies, tem-se que o potencial de ionização é aproximadamente de 10 eV. Os dois elétrons formados no processo podem ser

acelerados, adquirindo energia suficiente para causarem novas ionizações (multiplicação de elétrons), ajudando na manutenção da descarga.

A excitação ocorre quando a energia de colisão do elétron for inferior àquela necessária para ionização, podendo assim, haver as seguintes excitações ⁽⁶⁴⁾:



onde * representa os estados excitados

A relaxação ou emissão ocorre após a excitação das espécies, havendo um decaimento dos elétrons para níveis menos energéticos, resultando na emissão de fótons ⁽⁶⁴⁾:



Através da análise desta luz emitida pela descarga é possível fazer um diagnóstico do plasma.

Outra importante reação que ocorre no plasma pela colisão de moléculas com elétrons energéticos é a dissociação. Dependendo da energia do elétron poderá haver a formação de átomos neutros, excitados ou ionizados, para o caso particular do nitrogênio, tem-se ⁽⁶⁴⁾:



Já a recombinação ocorre quando espécies ionizadas chocam-se com uma superfície, elétrons desta superfície são liberados, neutralizando as espécies pelos seguintes processos de recombinação ⁽⁶⁴⁾:



4.2 – INTERAÇÕES COM A SUPERFÍCIE

Após a dissociação das moléculas, existe uma série de interações que podem ocorrer na superfície do material submetido ao processo de bombardeamento iônico. Este efeito de alta energia na superfície catódica pode produzir a ejeção de átomos da amostra, conforme ilustra a Figura 4.4a ⁽⁶⁷⁾. Este fenômeno, chamado de pulverização catódica (*sputtering*) é responsável pela presença dos átomos de ferro presentes no plasma durante a nitretação. Elétrons secundários também poderão ser ejetados da superfície da amostra. Estes elétrons, repelidos pelo cátodo adquirem energia suficiente para ionizar espécies neutras do gás, assegurando a manutenção do plasma ⁽⁶⁸⁾.

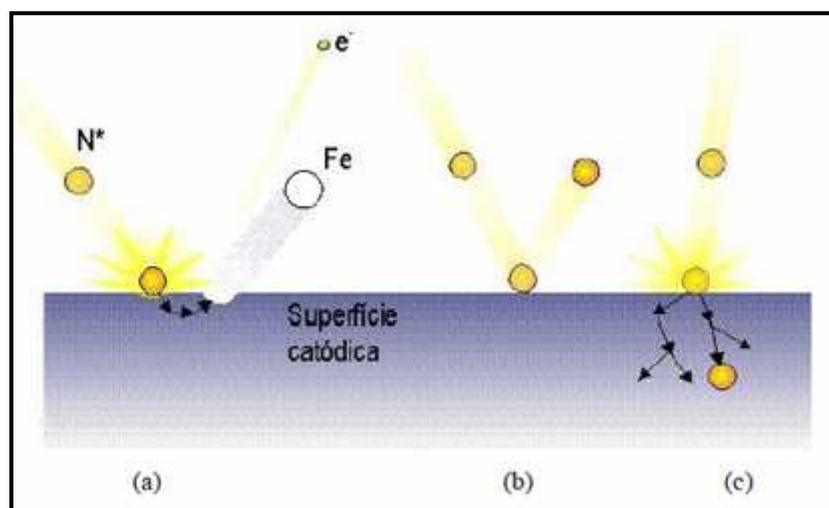


Figura 4.4 – Efeitos da colisão de íons na superfície catódica: (a) Átomos ou eletrodos do alvo podem ser ejetados (*sputtering*), (b) os íons incidentes podem ser refletidos ou (c) implantados no alvo ⁽⁶⁸⁾.

Ao chocar-se com a superfície, os íons podem desencadear um efeito de colisão em cascata entre os átomos da rede cristalina da amostra, produzindo uma reorganização estrutural do material, gerando e deslocando defeitos de rede, nas vizinhanças do ponto de impacto. Estes defeitos contribuem de maneira significativa na difusão do nitrogênio ⁽⁶⁷⁾.

Os íons incidentes podem ser refletidos, provavelmente com perda de energia, conforme a Figura 4.4b. Além disso, com o impacto, íons podem ser implantados na estrutura cristalina do alvo (Figura 4.4c). Este fenômeno raramente ocorre na nitretação, pois a implantação do nitrogênio no aço necessita de energias entre 10 e 500 keV. Estes valores são cerca de 3 ordens de grandezas superiores às voltagens utilizadas na nitretação a plasma. Ressalta-se que a implantação iônica é uma técnica de não equilíbrio, que permite introduzir nitrogênio em uma amostra sem depender de barreiras termodinâmicas tais como a difusibilidade e a solubilidade ^(68, 69).

Uma grande parte da energia das partículas ao serem refletidas ou implantadas na superfície do alvo é transferida em forma de calor. Cerca de 90% da energia das partículas incidentes é perdida sob forma de calor para o aquecimento do alvo. Parte desta energia é absorvida para aquecer o cátodo enquanto outra parte é dissolvida por radiação, convecção ou condução para as paredes e o meio de reação ⁽⁷⁰⁾.

Quanto à formação de nitretos na superfície, existem duas hipóteses que são as mais difundidas no meio acadêmico. Na primeira, o mecanismo de nitretação a plasma é baseado na quimissorção (adsorção, absorção e reações químicas) das espécies reativas formadas no plasma com a superfície da amostra. Segundo esta hipótese, o nitrogênio (atômico ou molecular) é adsorvido pela superfície catódica (amostra) onde reage com os átomos de ferro para formar os nitretos ⁽⁶⁹⁾.

A outra hipótese, proposta por Kölbel, considera como fator preponderante o bombardeamento da superfície da amostra por átomos do plasma. Segundo Kölbel, os átomos de ferro resultantes da pulverização catódica combinam-se com as espécies reativas de nitrogênio ainda no plasma, na região adjacente à superfície catódica, formando nitretos FeN que se condensam na superfície da amostra conforme esquematizado na Figura 4.5 ⁽⁵⁸⁾.

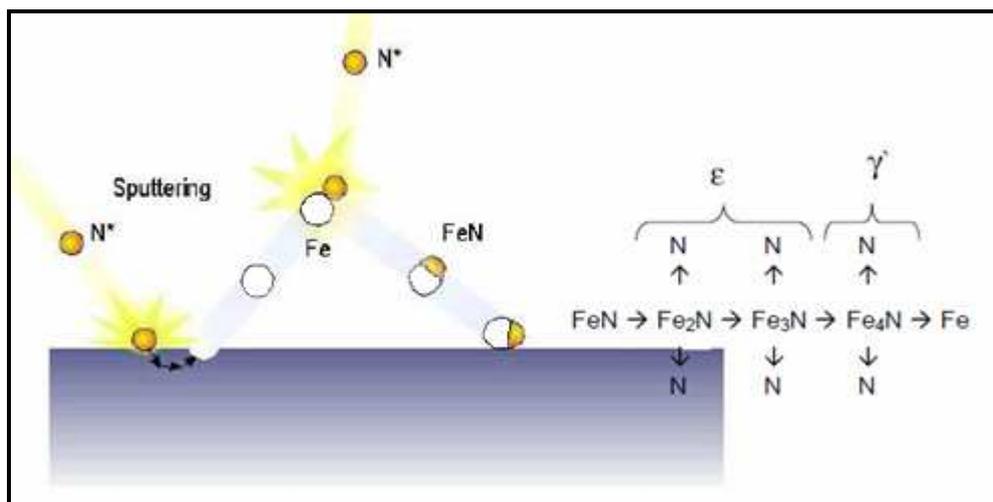


Figura 4.5 – Formação de nitretos FeN na superfície de uma amostra na nitretação a plasma segundo a hipótese de Kölbel ⁽⁶⁸⁾.

O nitreto FeN é metaestável, e em contato com a superfície dissocia-se, formando fases mais pobres em nitrogênio (Fe₂N, Fe₃N, Fe₄N). O nitrogênio atômico liberado se difunde para a estrutura cristalina do substrato de ferro formando a camada nitretada ⁽⁶⁸⁾. Este modelo é aceito pela maioria dos pesquisadores da área e apresenta todas as possibilidades de ocorrência de efeitos sem, entretanto apontar que efeito é dominante ⁽⁶⁴⁾.

Vários pesquisadores comprovaram ambos os mecanismos de forma independente, e conclui que a nitretação a plasma é uma mistura de bombardeio do cátodo por espécies iônicas neutras, pulverização do cátodo, reações químicas no plasma com formação de nitretos, adsorção e difusão de nitrogênio ⁽⁷¹⁾. Processos que ocorrem de maneira intermitente, simultânea e fora do equilíbrio termodinâmico, dificultando o isolamento de fatores para análise. Além disso, a variação dos parâmetros de controle do plasma dificulta a comparação dos resultados e o esclarecimento das contradições observadas entre diferentes trabalhos encontrados na literatura ⁽⁶⁷⁾.

4.3 – COMPOSIÇÃO E FORMAÇÃO DA CAMADA NITRETADA

A otimização das propriedades mecânicas do material deve-se principalmente a formação de nitretos na superfície e a difusão de nitrogênio na forma atômica ou combinada para o interior do material, que dependendo dos parâmetros de

processo, no ferro, a nitretação pode produzir duas camadas ou zonas superficiais distintas, conforme a Figura 4.6.

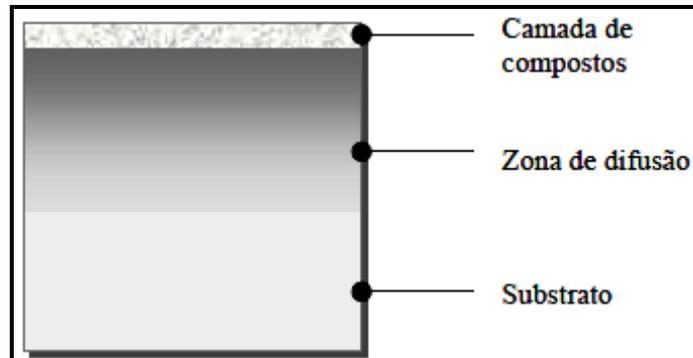


Figura 4.6 – Representação esquemática das camadas de nitretação.

A camada mais externa, constituída por uma das duas fases de nitretos de ferro γ -Fe₄N e/ou ϵ -Fe₂₋₃N, e outros nitretos de elementos de liga presente é denominada “camada de compostos” ⁽⁷²⁾, também conhecida como camada branca devido à coloração característica quando observadas em ensaios metalográficos.

A zona de difusão é a região do substrato sob a camada de nitretos, formada pela difusão do nitrogênio no metal. Possui dureza elevada que decai a medida que se afasta da superfície, em direção ao interior do metal, com a redução da concentração de nitrogênio ⁽⁶⁷⁾.

O tipo de camada nitretada formada na superfície de um material submetido ao processo de nitretação a plasma pode ser controlado através de alguns parâmetros de tratamento, tais como: diferença de potencial elétrico, atmosfera nitretante, pressão, tempo e temperatura. Dependendo da configuração utilizada nestas variáveis a camada nitretada formada pode ser constituída por uma única fase ou ser composta ⁽⁶⁴⁾.

O uso do diagrama de fases Ferro-Nitrogênio, apresentado na Figura 4.7 é indispensável para o entendimento das transformações de fase que ocorrem na superfície das peças durante a nitretação, à medida que a concentração de nitrogênio difundida no substrato aumenta.

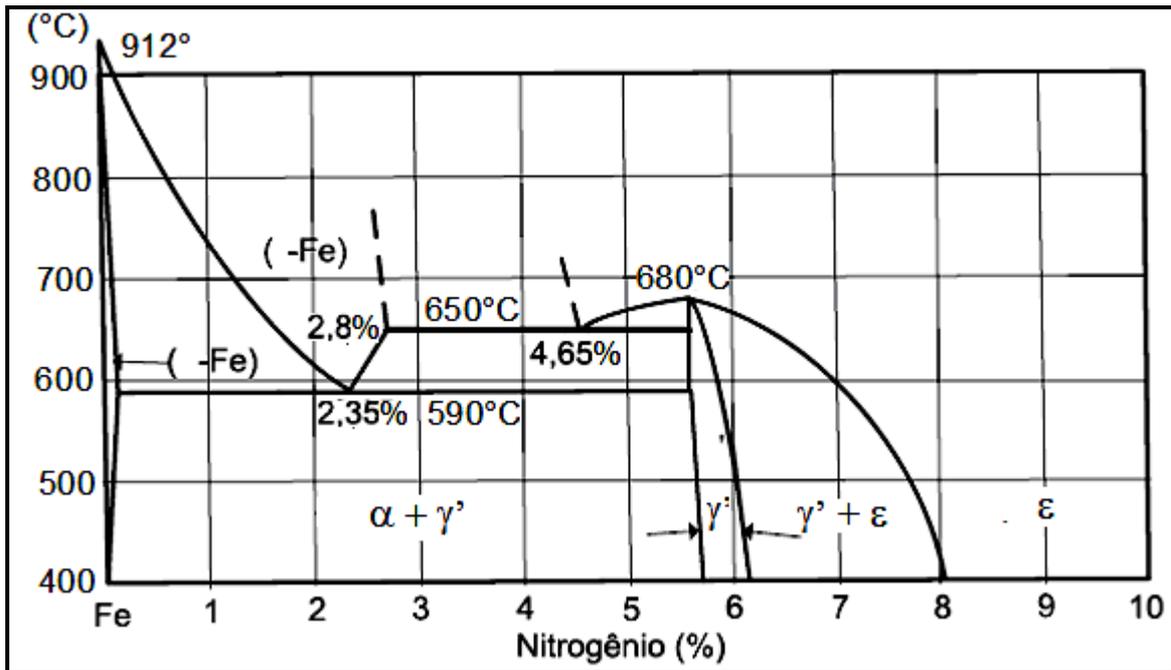


Figura 4.7 – Diagrama Fe-N ⁽⁷³⁾.

Nas temperaturas usuais de nitretação, a solubilidade máxima de nitrogênio na ferrita é da ordem de 0,1% em massa. Quando o teor de nitrogênio ultrapassa o limite de solubilidade ocorre a precipitação de compostos intermetálicos denominados nitretos. Conforme mostrado no diagrama de fases Fe-N, o primeiro nitreto a se formar é denominado de γ' , de estequiometria Fe_4N , com reticulado cristalino Cúbico de Face Centrada e com uma composição de nitrogênio de 5,9% em massa, estável até a temperatura de 680°C ⁽⁷³⁾.

Caso o teor de nitrogênio exceda o valor de 6,1% em massa, ocorre a precipitação simultânea do nitreto ϵ , de estequiometria Fe_{2-3}N , com estrutura cristalina Hexagonal Compacta. Para teores de nitrogênio acima de 8%, o único nitreto presente será o tipo ϵ . No ferro pode ocorrer a precipitação do nitreto metaestável α'' . O campo de estabilidade do nitreto tipo ξ não é definida com precisão na literatura. As características principais das fases presentes no sistema Fe-N são apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Fases do diagrama Fe-N abaixo de 590°C ^(64, 70).

Fase	Estequiometria	% massa de N	Reticulado Cristalino	Parâmetro do Reticulado, A
Ferrita (α)	Fe	0,1 máximo	CCC	a = 2,8664
α''	Fe ₁₆ N ₂	3,0	TCC	a = 5,72 c/a = 1,10
γ'	Fe ₄ N	5,77 – 5,88	CFC	a = 3,795
ε	Fe ₂₋₃ N	7,5 – 11,00	HCP	a = 2,764 c/a = 1,599
ξ	Fe ₂ N	11,00	Ortorrômico	a = 5,530 b = 4,480 c = 4,425

Outro fator que influencia nas características da camada nitretada é a presença de elementos de liga. Se a liga possui grande quantidade de elementos de liga, dependendo dos parâmetros de nitretação adotados, poderá formar-se somente camada composta devido ao aprisionamento do nitrogênio por estes elementos ^(64, 74). Quanto maior for a quantidade de elementos de liga presentes no material, maior é a dureza da camada composta ⁽⁷⁵⁾.

O efeito de elementos de liga sobre a dureza após a nitretação, obtidos em aços contendo composição base: 0,35%C, 0,30%Si, 0,70%Mn é mostrado na Figura 4.8. Observa-se que elementos como Ti, Al e Cr promovem um aumento crescente na dureza, enquanto o Mo e o Ni passam a diminuir a dureza após uma determinada concentração ⁽⁷⁶⁾.

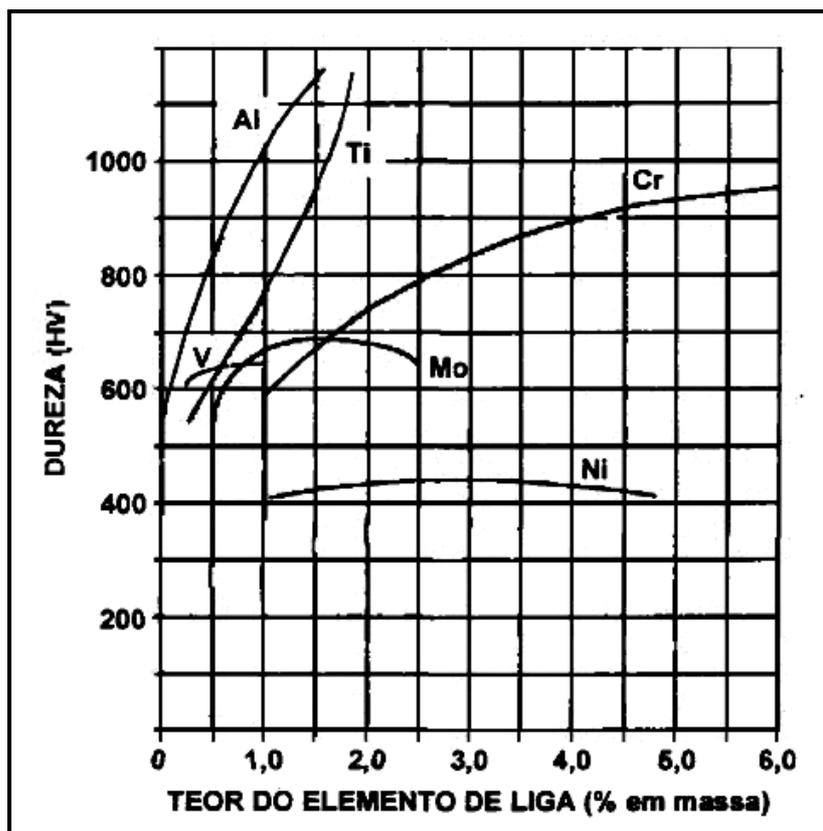


Figura 4.8 – Efeito dos elementos de liga após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C
(76)

Pode-se observar pela Figura 4.8 que de todos os elementos de liga estudados, apenas o Níquel não é formador de nitretos. Os outros elementos, que formam nitretos complexos geram um aumento de dureza na zona de difusão, sendo que o maior incremento de dureza se dá com os elementos Al e Ti.

A dureza da camada nitretada e o perfil de microdureza também dependem do tipo de interação entre o elemento de liga presente e o nitrogênio conforme ilustrado na Figura 4.9. Elementos de liga com forte afinidade com o nitrogênio como o vanádio, por exemplo, apresentam o perfil de microdureza com uma variação muito grande entre a região nitretada e o núcleo não nitretado. Se a afinidade for fraca, a nucleação dos precipitados é mais difícil e só ocorrerá quando a região estiver supersaturada de nitrogênio, resultando em uma interface difusa ⁽⁷⁷⁾.

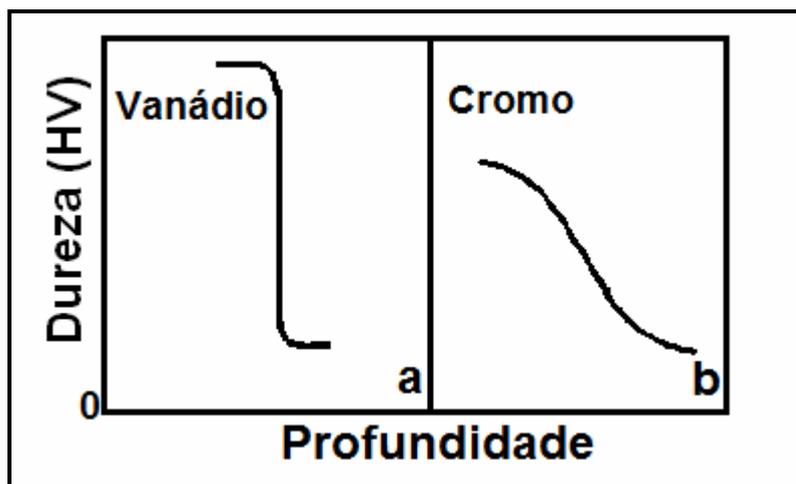


Figura 4.9 – Perfil de microdureza para elementos com diferentes afinidades pelo nitrogênio: (a) Forte interação e (b) Média interação ⁽⁷⁷⁾.

Além disso, observa-se pela Figura 4.10 que os elementos de liga dificultam a difusão do nitrogênio. Quanto maior o teor de elementos de liga, menor será a espessura da camada. O alumínio em pequenos teores é capaz de melhorar a difusividade do nitrogênio no aço.

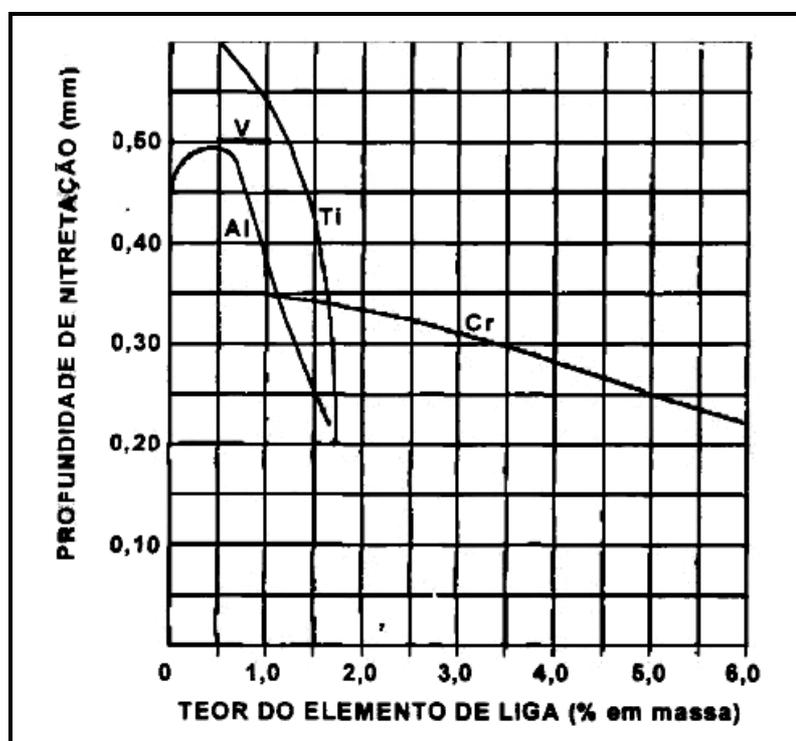


Figura 4.10 – Influência dos elementos de liga na profundidade da camada nitretada. Aço SAE 1035 após 8 horas de nitretação gasosa a 520°C ⁽⁷⁸⁾.

4.3.1 – TENSÕES RESIDUAIS NA CAMADA NITRETADA

Tensões residuais são aquelas que podem existir em um corpo mesmo estando livre de forças externas atuantes. Não existem corpos livres de tensões residuais e, deste modo, em muitos casos elas podem ser consideradas uma das razões de inúmeras falhas em componentes. Por outro lado, tensões residuais são de grande interesse para especialistas em ciências dos materiais, que avaliam seus efeitos nas propriedades dos materiais, assim como sua aplicação prática em engenharia, podendo ser utilizada na otimização do desempenho de determinados componentes.

A introdução de campos de tensões residuais compressivas cuidadosamente controladas é uma das causas de aumento da resistência à fadiga em materiais que sofrem nitretação ⁽⁷⁹⁾. Este aumento do nível de tensões residuais ocorre com o aumento da quantidade de nitrogênio, que causa incremento no número e no volume de precipitados. Existe um limite máximo de tensões residuais, pois ocorre uma saturação na formação de nitretos e na deformação plástica acumulada ⁽⁸⁰⁾.

Os principais geradores de tensões residuais na camada nitretada são ⁽⁸¹⁾:

- Mudança da composição química na zona de difusão devido à introdução de nitrogênio intersticialmente;
- Transformação de fases instáveis como γ' -Fe₄N_{x-1} e α'' -Fe₁₆N₂ na zona de difusão e o fenômeno de precipitação de nitretos estáveis como γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N;
- Mudança no volume da camada devido a transformação 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.

Ainda existem poucos estudos relacionados com a medida de tensões residuais em materiais nitretados, porém, já se sabe que pode existir uma correlação direta entre a microdureza da zona de difusão e o nível de tensões residuais ⁽⁷⁸⁾, como é apresentado na Figura 4.11 um perfil de microdureza da camada em relação a seu valor de tensão residual dos aços ferramenta H13 e YAG 300 nitretados a 580°C durante 9 horas. Verifica-se que com o decréscimo da microdureza da camada nitretada ocorre uma redução dos valores de tensão residual.

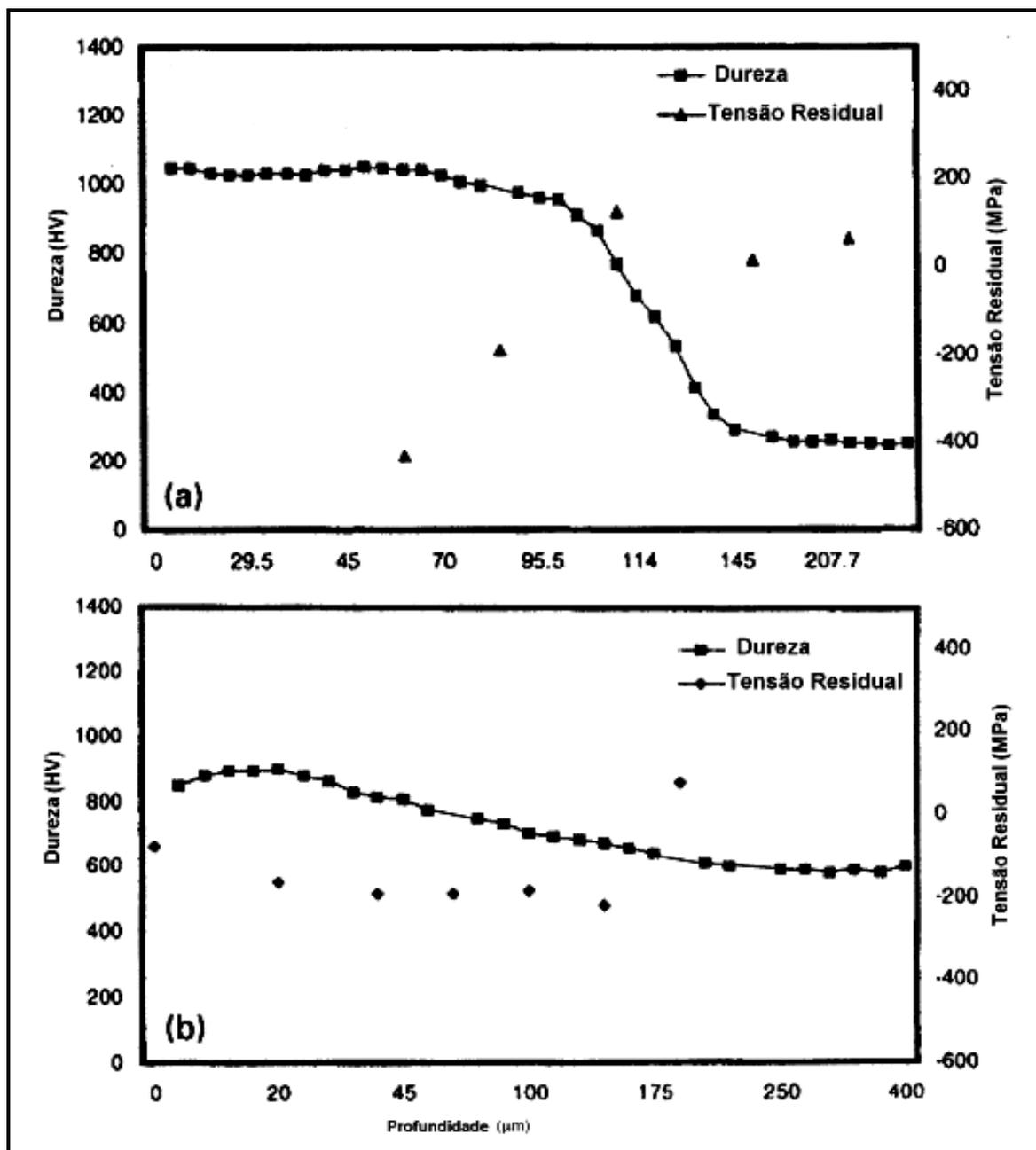


Figura 4.11 – Correlação entre o perfil de microdureza e de tensão residual da secção transversal da camada nitretada dos aços (a) H13 e (b) YAG 300, nitretado a 580°C durante 9 horas ⁽⁸²⁾.

A temperatura, através do processo de resfriamento pode ser considerada um importante passo na geração das tensões residuais na camada composta, em virtude das tensões criadas na camada de difusão durante a nitretação ^(22, 83). A Figura 4.12 apresenta 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.

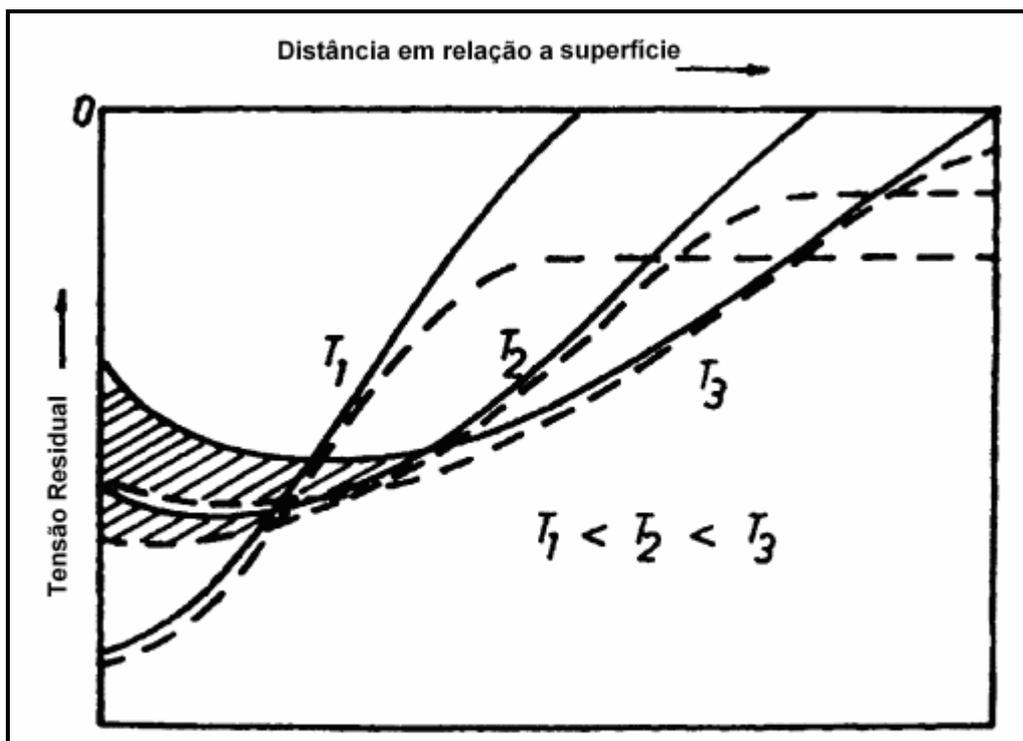


Figura 4.12 – Decréscimo do nível de tensão residual em relação ao aumento da temperatura ⁽⁸⁰⁾.

O tempo de nitretação também influencia no perfil das tensões residuais. Ciclos longos de tratamento produzem grande distribuição de tensões residuais 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. Esta influência ao longo da superfície pode ser observada na Figura 4.13, onde verifica-se a variação possível da tensão residual para cada tempo como indica a linha tracejada ⁽¹⁵⁾.

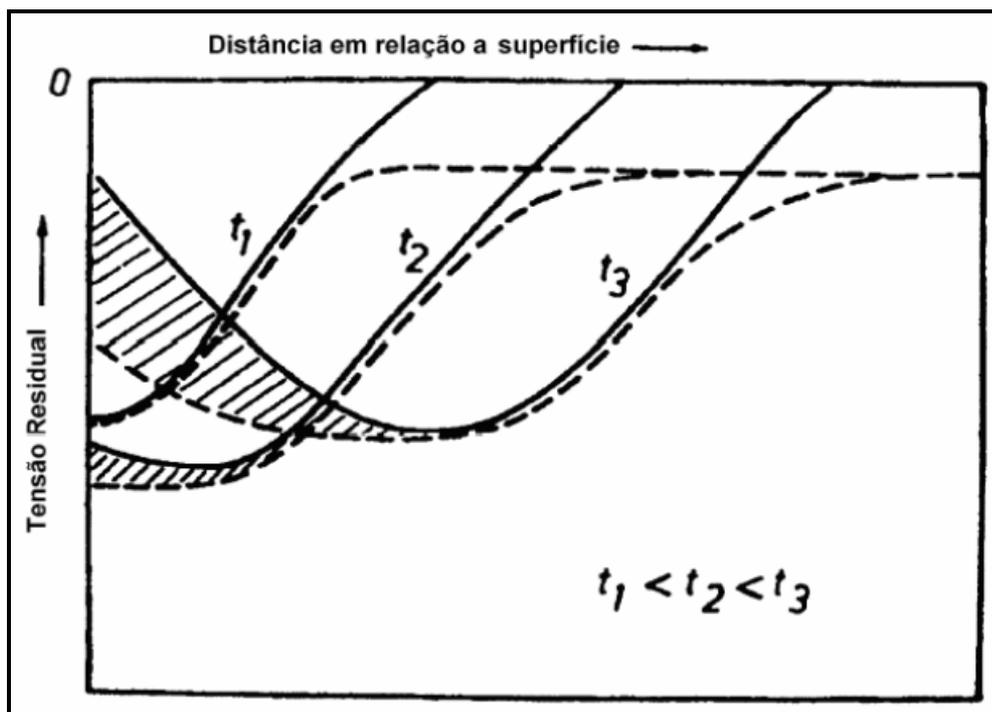


Figura 4.13 – Influência do tempo de nitretação sobre os valores de tensões residuais ⁽¹⁵⁾.

Verifica-se este efeito também na Figura 4.14 que apresenta a medida do perfil de tensão residual de um aço médio carbono AISI 4140, o qual sofreu o processo de nitretação a temperatura constante em três tempos de nitretação: 2,5 horas, 14 horas e 58 horas. Observa-se que os maiores e mais concentrados valores de tensão residual compressiva na superfície estão nas amostras de menor tempo de tratamento ⁽⁴⁴⁾.

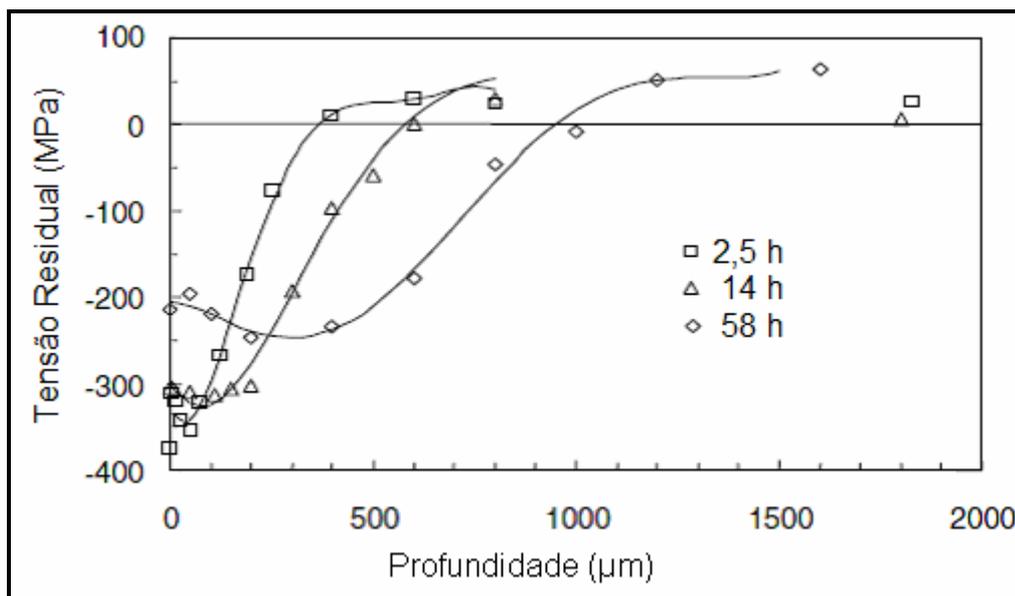


Figura 4.14 – Perfil de tensão residual do aço AISI 4140 para três tempos de nitretação (adaptado de 44).

4.4 – VANTAGENS E DESVANTAGENS DO PROCESSO DE NITRETAÇÃO A PLASMA

As principais vantagens desta técnica sobre as convencionais (nitretação gasosa e nitretação líquida) são:

- Seleção de nitretos ϵ e γ' para produzir uma camada monofásica ou até prevenir a formação da camada branca, esta seleção pode ser feita pela variação de alguns parâmetros como temperatura e mistura gasosa ⁽⁸⁴⁾;
- É possível a redução do tempo de tratamento mantendo as mesmas características, pois a alta concentração de nitrogênio na superfície é o principal fator que acelera a difusão do nitrogênio ⁽⁵⁸⁾;
- Menor distorção das peças devido à utilização de temperaturas mais baixas ⁽⁴⁵⁾;
- Diminuição de retífica após o tratamento ⁽⁸⁵⁾;
- Produção de camadas mais uniformes, mesmo em peças de formato complexo ⁽⁸⁶⁾;
- Remoção da camada estável de óxido de cromo que dificulta a nitretação de aços inoxidáveis. Enquanto que no processo de nitretação gasosa esta camada passiva é removida por jateamento, decapagem ou reação química, na nitretação a

plasma a camada pode ser removida através da limpeza com hidrogênio (*sputtering*) dentro da própria câmara de nitretação ⁽⁸⁷⁾;

- Eliminação dos problemas de passivação através da remoção dos filmes superficiais em um plasma de Ar e/ou H₂ antes de utilizar a mistura nitretante ⁽³⁶⁾;
- Eliminação de problemas ambientais, pois não são utilizados gases ou líquidos tóxicos, como nos processos convencionais ⁽⁸⁸⁾;
- Possibilidade de se utilizar temperaturas mais baixas (a partir de 350°C) ⁽⁵⁸⁾;
- Alto controle do processo permitindo maior reprodutibilidade ⁽⁷⁷⁾;

O processo apresenta também algumas desvantagens:

- Necessidade de operadores qualificados quando o processo não for automatizado ⁽³⁴⁾;
- Alto investimento inicial, porém com uma relação custo/benefício satisfatória ⁽⁸⁸⁾;
- Limitações para peças com furos ou entalhes pequenos devido à concentração do plasma nestas regiões, podendo ocorrer sobreaquecimento ⁽⁸⁸⁾.

5 – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.1 – MATERIAL

5.1.1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA

O material utilizado neste trabalho foi um aço inoxidável martensítico que possui várias denominações dependendo da instituição que o nomeia. A Tabela 5.1 apresenta alguns dos nomes de acordo com as respectivas normas.

Tabela 5.1 – Designações e Estrutura do Aço em Estudo ⁽⁸⁾.

Designações Normalizadas				Estrutura
DIN	ASTM	UNS	Outras	
10283 – 1.4317	A743-CA6NM	J91540	AISI 1.4313	Ferrita/Martensita

Visando comprovar a especificação do Aço ASTM A743 CA6NM foi retirada uma amostra de um dos tarugos recebidos para realização de análise química no laboratório de Análises e Ensaios de Materiais S/C Ltda – ANALI 047 de São Paulo, cujos resultados são apresentados pela Tabela 5.2.

Tabela 5.2 – Composição química do aço estudado no presente trabalho.

Composição	C %	Mn %	Si %	Cr %	Ni %	Mo %	P %	S %	Cu %	V %
Química	0,016	0,7	0,43	12,5	3,7	0,45	0,03	0,016	0,15	0,03
Tolerância (±)	0,002	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,001	0,01	0,01

Observa-se na Tabela 5.2 anterior que o material em estudo atende as especificações descritas na literatura para o aço CA6NM ⁽¹⁾.

5.1.2 – CORPOS DE PROVA

As especificações das dimensões dos corpos de prova tipo ampulheta usados neste trabalho são apresentados na Tabela 5.3 e na Figura 5.1.

Tabela 5.3 – Dimensões do CP Tipo Ampulheta ⁽⁵⁵⁾.

Parâmetro	Valor	Limites
Diâmetro da seção de teste (d_t) [mm]	7	$d_t > 6,35$
Comprimento [mm]	143	N A
Diâmetro de agarramento (D_a) [mm]	12,5	$D_a \approx 2 \cdot d_t$
Comprimento da seção de teste [mm]	35	N A
Raio de concordância [mm]	56	$6 \cdot d_t \pm 2 \cdot d_t$

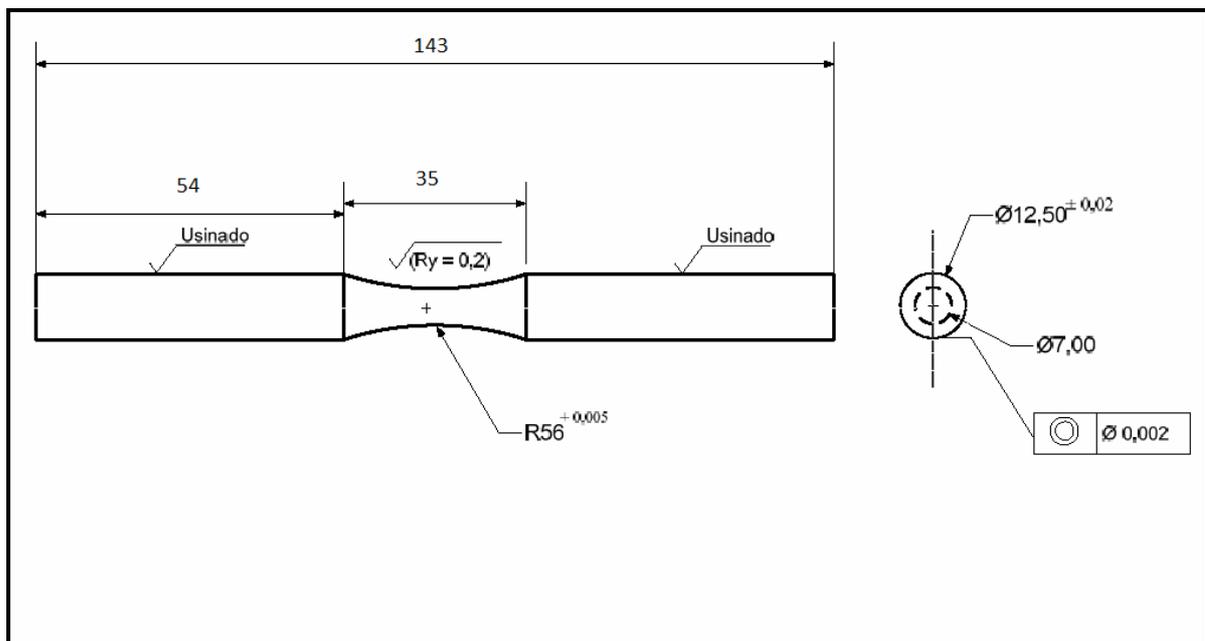


Figura 5.1 – Representação do CP Cilíndrico tipo Ampulheta.

Os corpos de prova foram usinados em um torno de controle numérico computadorizado (CNC) e posteriormente foram lixados e polidos de acordo com a norma ASTM E 3-95 ⁽⁸⁹⁾ antes de sofrerem o processo de nitretação a plasma.

5.2 – NITRETAÇÃO A PLASMA

Um equipamento de nitretação a plasma é constituído por uma câmara, sistema de vácuo, unidade de distribuição de gás, fonte de alimentação (fonte de potência) e válvulas para o controle de pressão. Um esquema do equipamento é apresentado na Figura 5.2, no qual se destacam os principais componentes do sistema.

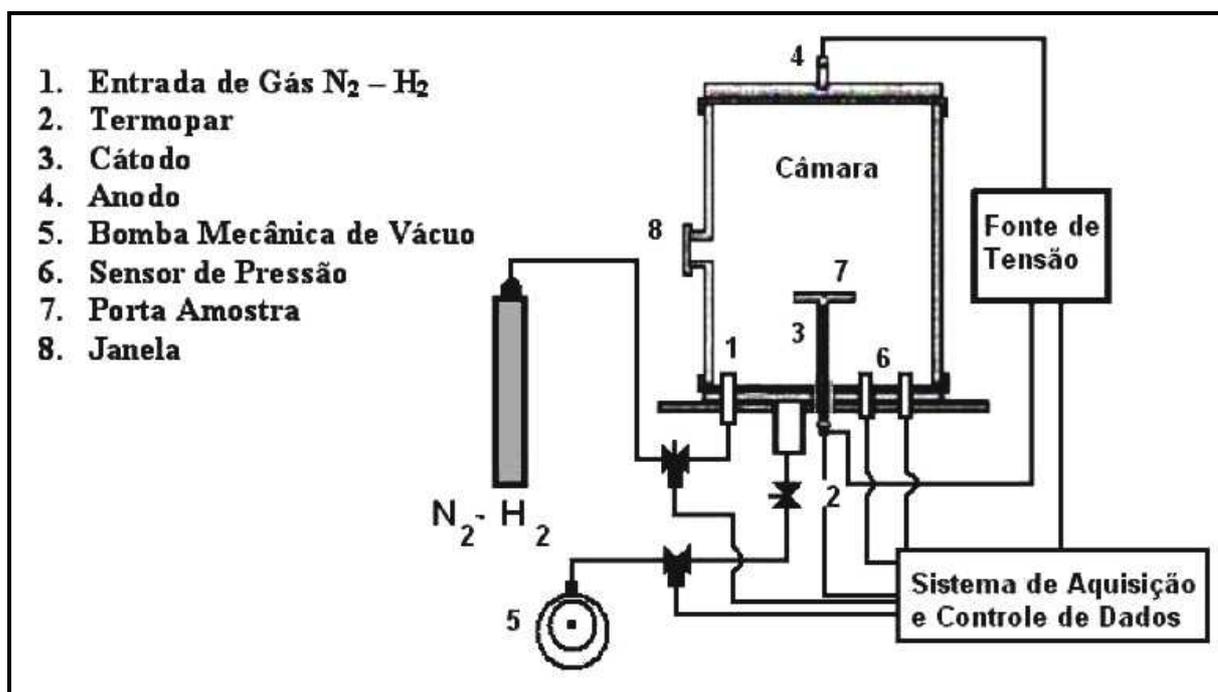


Figura 5.2 – Diagrama esquemático do sistema de nitretação a plasma ⁽¹⁵⁾.

O sistema da Figura 5.2 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 ânodo. O porta amostra é ligado ao terminal negativo da fonte de alimentação, constituindo o cátodo, que possui a forma de um disco de 100 mm de diâmetro e 6 mm 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.

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.

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 a plasma 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 500°C, a pressão de 4,0 mbar (400 Pa) e a mistura gasosa de 80% vol. H₂ e 20% vol. N₂. O tempo foi o parâmetro variável. Foram utilizados os seguintes tempos de nitretação a plasma: 1 hora, 3 horas e 5 horas de tratamento para a determinação do melhor tempo de nitretação dos corpos-de-prova para os ensaios de fadiga de carregamento uniaxial.

5.3 – CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

As amostras foram cortadas de modo a se obter uma seção transversal da camada nitretada, conforme ilustrado na Figura 5.3. Esta seção foi embutida com um encosto metálico junto à camada para evitar a deformação da mesma.



Figura 5.3 – Corte das Amostras para embutimento.

Após o embutimento em resina, realizou-se a preparação microestrutural padrão, ou seja, passaram pela seqüência de lixamento em lixas n.º 120, 220, 320, 400, 600, 1000 e 1200, polimento com pasta de diamante de 3 μ m e 1 μ m e, finalmente, ataque químico com reagente Kallinge cuja composição é de: 33mL de HCl + 33mL de Etanol + 33mL H₂O + 1,5g de CuCl₂.

Foi utilizado o microscópio ótico “OLYMPUS BX51”, para análise preliminar das amostras, pertencente ao Departamento de Engenharia Mecânica da UnB e a microscopia eletrônica de varredura foi realizada em equipamento JEOL JSM 7001F do Instituto de Ciências Biológicas da Universidade de Brasília (UnB).

5.4 – ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS (HV)

Para a determinação da microdureza superficial e do centro das amostras utilizou-se um penetrador Vickers e carga de 500 gf. Foram realizadas 10 indentações com tempo de aplicação de 15 segundos para cada amostra, uma de cada condição de nitretação e também de uma não nitretada. Com as medições de microdureza é possível observar o aumento de dureza superficial.

As medições de microdureza foram realizadas em um microdurometro Pantec do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Brasília (UnB).

5.5 – DETERMINAÇÃO DAS FASES POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

O equipamento de difratometria de raios-X utilizado pertence ao Instituto de Química da Universidade de Brasília (UnB), operando com o alvo de cobre e monocromador colocado na frente do detector da linha de radiação CuK α ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$). Para obtenção dos difratogramas utilizou-se como parâmetros de

operação um intervalo angular de $10^\circ \leq 2\theta \leq 100^\circ$ e velocidade de varredura angular de $0,5^\circ/\text{minuto}$. As ordenadas dos espectros refere m-se a *contagem por segundo* (CPS) e representam uma intensidade relativa.

5.6 – DETERMINAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Para determinação das tensões residuais foi utilizado um difratômetro Shimadzu XRD-700 da Faculdade de Engenharia Industrial (FEI), com radiação de $\text{CrK}\alpha$ ($\lambda = 2,2897 \text{ \AA}$), a 30 KV de tensão de aceleração e 30 mA de corrente de filamento. Utilizou-se a técnica de avaliação de tensão residual conhecida como método do seno ao quadrado de psi ⁽⁹⁰⁾. Com este método, a tensão é medida a partir da deformação da rede cristalina. Foram utilizados ângulos psi de 0° , 15° , 30° e 45° , com plano de difração da matriz de Fe- α {211} com realização de varredura do ângulo 2 theta de 150° a 160° , contínua a $6^\circ/\text{min}$.

5.7 – ENSAIOS DE FADIGA

Os ensaios de fadiga uniaxial de tração-compressão, com $R = -1$, $\sigma_m = 0$ e frequência de 20 Hz, com os níveis de tensão apresentados na Tabela 5.4, consistiram em testar vários corpos-de-prova em diferentes amplitudes de tensão, com o objetivo de construir as curvas S-N para cada tempo de tratamento. A tensão pôde ser facilmente calculada em função da carga aplicada e do diâmetro do corpo de prova na sua menor seção transversal.

Tabela 5.4 – Níveis de amplitude de tensão dos ensaios de fadiga.

Tempo de Nitretação (h)	Níveis de Amplitude de Tensão (MPa)			
	1	440	463	492
3	400	440	463	530
5	400	440	463	530

O programa aqui desenvolvido teve por objetivo o levantamento de dados admissíveis para projeto. Para esse tipo de programa exige-se o uso mínimo de 12 corpos-de-prova com um percentual de replicação dos testes entre 50 e 75 %. Assim, com base nessas informações, para o levantamento das curvas foram usados 4 níveis de tensão (em cada um desses níveis foram ensaiados inicialmente 3 corpos de prova). Nos três níveis onde se observou uma maior dispersão os ensaios foram replicados. Além disso, foram considerados corpos-de-prova sem falha (run out) os que atingiram uma vida acima de $3,00E+06$ de ciclos.

Os valores adotados para os níveis de tensão são semelhantes aos utilizados por outros pesquisadores ^(5, 6, 91) (tabela completa no Apêndice A) a fim de se comparar os efeitos da nitretação a plasma com o material sem tratamento. Além disso, os níveis de tensão foram escolhidos de acordo com o limite de escoamento do material (550 MPa ⁽¹¹⁾), sendo que se realizou o primeiro teste próximo a este valor. Posteriormente foi-se diminuindo gradativamente os valores e comparando-se com o material sem tratamento de forma a minimizar o número de testes com forte tendência a apresentar vida infinita e obter-se maior número de ensaios com falha para incrementar os dados estatísticos das curvas S-N.

A apresentação dos resultados dos ensaios de fadiga foi realizada de acordo com a norma ASTM E 739 ⁽⁵⁷⁾.

5.7.1 – DESCRIÇÃO DA MÁQUINA DE ENSAIOS

O equipamento utilizado para os ensaios de fadiga é a máquina de ensaio universal MTS 810. Através dela, podem ser feitos ensaios de tração, de fadiga com qualquer tipo de carregamento, seja ele alternado, flutuante ou pulsante. Há também a possibilidade de realizar ensaios de fadiga com controle de deslocamento, característica importante para o levantamento da curva $\epsilon - N$ do material.

Seu funcionamento é governado por um computador central, que liga a bomba principal, a qual provê a 'força' desempenhada pelo atuador hidráulico. Além disso, é nele que se programa o ensaio desejado. Existem também comandos que são realizados manualmente por intermédio do reservatório hidráulico, tais como: a elevação da travessa para o encaixe do CP, a abertura e o fechamento das garras e a escolha de sua pressão de agarramento. A célula de carga envia para o computador informações sobre a força que está sendo exercida no corpo de prova.

O atuador hidráulico desta máquina possui um sensor de deslocamento que envia tais informações ao computador. A MTS 810 é muito versátil, podendo realizar ensaios com controle de carga, força, deslocamento, amplitude e frequência de ciclagem. A Figura 5.4 abaixo ilustra as principais partes deste equipamento exceto o computador e a bomba hidráulica.

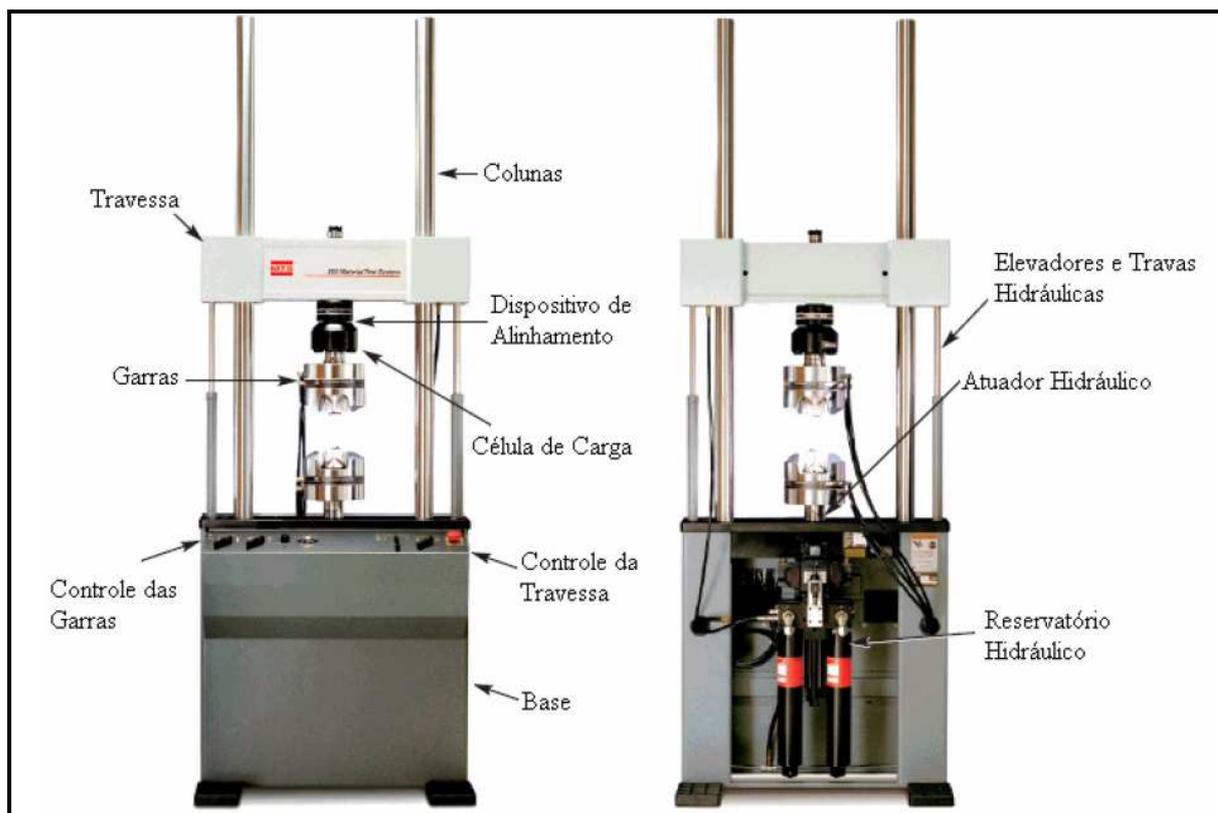


Figura 5.4 – Máquina de ensaio universal MTS 810 ⁽⁹¹⁾.

6 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1 – MICROESTRUTURA DO AÇO CA6NM COMO RECEBIDO

As Figuras 6.1 e 6.2 apresentam a microestrutura do aço CA6NM no estado como recebido.

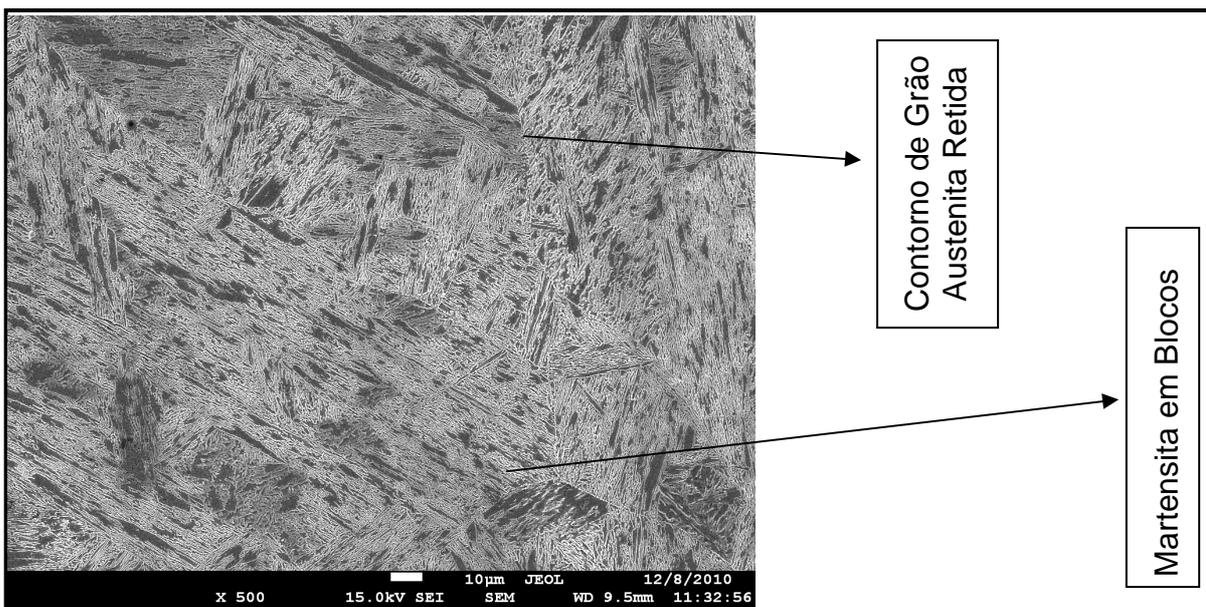


Figura 6.1 – Microestrutura do aço Inoxidável Martensítico CA6NM.

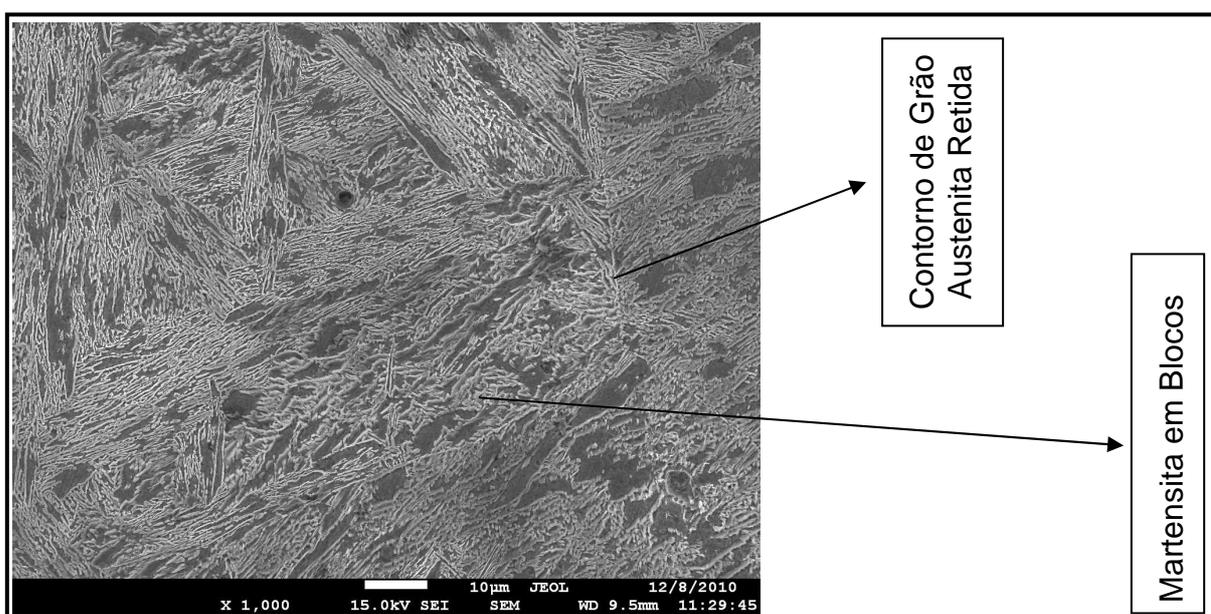


Figura 6.2 – Microestrutura do aço Inoxidável Martensítico CA6NM.

As Figuras apresentam as características fundamentais deste aço martensítico, com as ripas paralelas entre si, contendo mesma orientação cristalográfica, formando blocos, no interior de grãos de austenita retida que se mantém no material após o resfriamento. Essas características são em virtude do tratamento térmico de têmpera e revenido em aços desta composição. No apêndice B está apresentado o ciclo de tratamento térmico sofrido por este material.

A temperatura de austenitização é um parâmetro importante para a obtenção da microestrutura final da liga. Quando é aumentada há um acréscimo do tamanho do grão austenítico e um aumento na dissolução de carbonetos ⁽⁸⁾. Depois da transformação martensítica, o tamanho da austenita prévia determinará características importantes da martensita, como o tamanho dos pacotes e dos blocos, que terão influência direta nas propriedades mecânicas.

6.2 – MICROESTRUTURA DO AÇO CA6NM NITRETADO A PLASMA

A seqüência das Figuras 6.3 a 6.5 apresenta o material nitretado em função do tempo de tratamento, sendo fixadas a pressão de 400 Pa, a temperatura de 500°C e composição da mistura gasosa de 80% vol. H₂ e 20% vol. N₂.

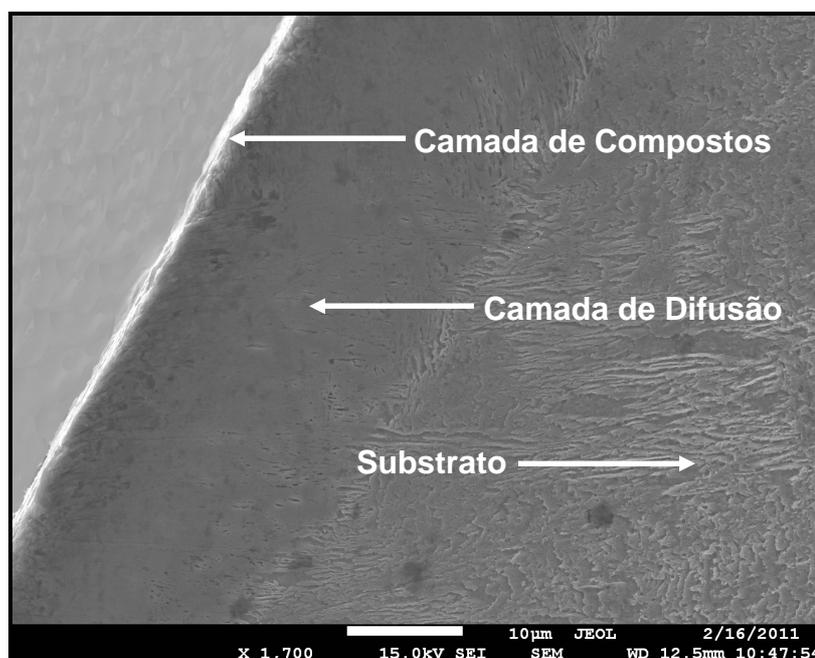


Figura 6.3 – Seção transversal da superfície da amostra com 1 hora de nitretação a 500°C.

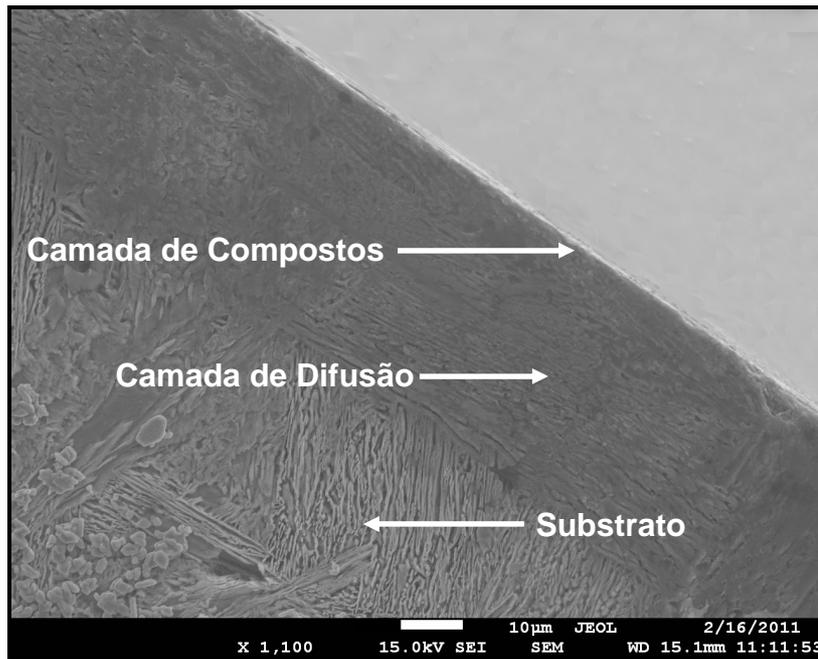


Figura 6.4 – Seção transversal da superfície da amostra com 3 horas de nitretação a 500°C.

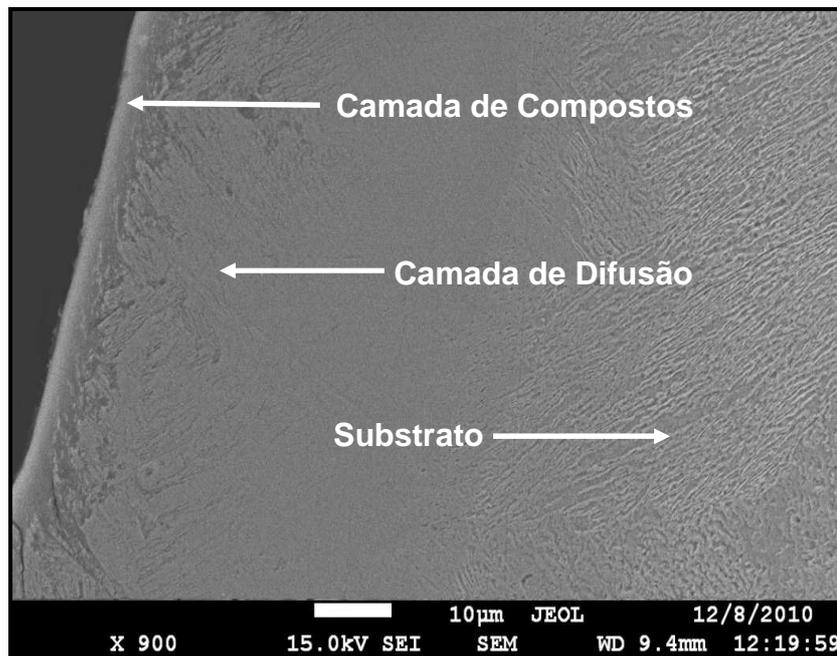


Figura 6.5 – Seção transversal da superfície da amostra com 5 horas de nitretação a 500°C.

Observa-se que para todos os tempos de nitretação houve a formação de duas camadas distintas, sendo a mais externa a camada composta ou camada branca e a mais interna chamada camada de difusão. Conforme observado em

trabalhos em aços inoxidáveis (18, 21, 53) a composição das camadas nitretadas depende basicamente de três parâmetros: tempo, temperatura e composição da mistura gasosa. Basicamente, quanto maior a temperatura, tempo e volume de gás maior será a oferta de nitrogênio, formando-se a camada composta e/ou de difusão, com espessuras distintas para cada tipo de material.

Com a temperatura de 500° C selecionada para o tratamento de nitretação a plasma no presente trabalho, obteve-se em apenas 1 hora a formação dessas duas camadas, as quais são responsáveis pela alta dureza e a formação de tensões residuais compressivas.

A Figura 6.6 apresenta a interface entre a camada de difusão e o substrato do aço inoxidável martensítico.

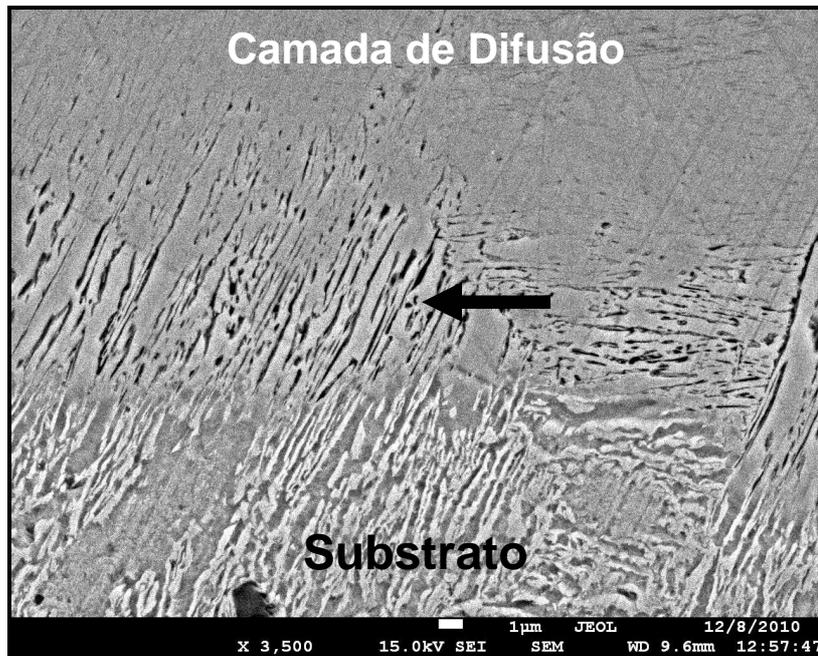


Figura 6.6 – Interface entre a camada de difusão e o substrato.

Observa-se claramente que a zona de difusão apresenta uma interface com o substrato definida e plana. Após a região mais escura, da zona de difusão, observa-se uma região mais clara, caracterizada pelas ripas da martensita revenida.

Na Figura 6.7 verifica-se a espessura das camadas nitretadas de acordo com os respectivos tempos de nitretação.

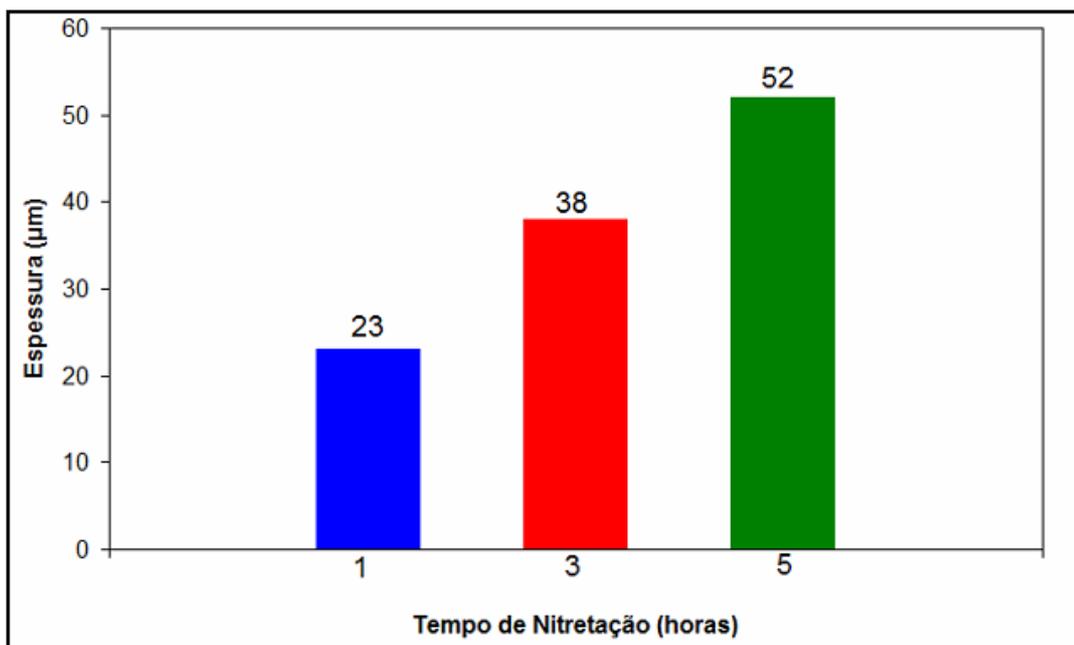


Figura 6.7 – Espessura das Camadas nitretadas.

De acordo com a Figura 6.7 a espessura das camadas nitretadas aumentam de acordo com o tempo de nitretação de forma praticamente linear. Além disso, para todos os tempos de tratamento obteve-se a camada de compostos com aproximadamente 3 μm como pôde ser observado na microscopia eletrônica de varredura, sendo que a camada de difusão foi a responsável pela variação da espessura total.

6.3 – MICRODUREZA DE SUPERFÍCIE E NO CENTRO DAS AMOSTRAS

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados com carga de 500 gf, e tempo de aplicação da carga de 15 segundos. Os valores da média de 10 medidas de microdureza superficial e do centro estão apresentados nas Figuras 6.8 e 6.9.

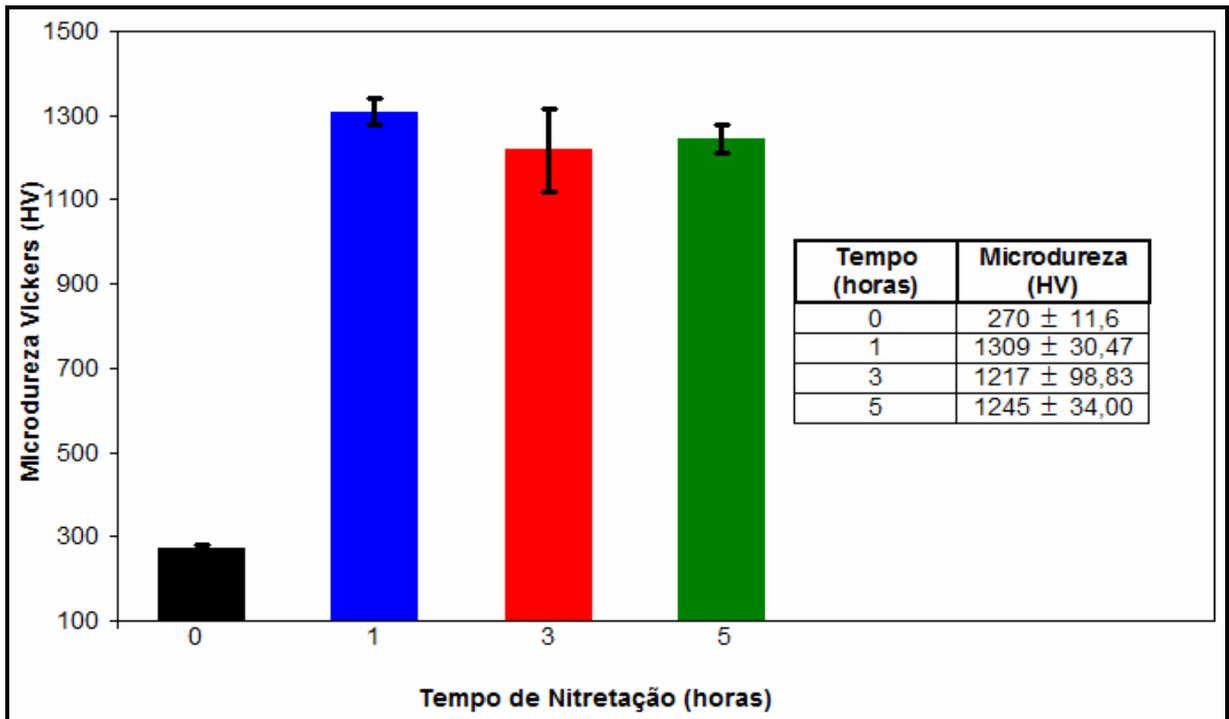


Figura 6.8 – Microdureza de topo na superfície das amostras nitretadas e sem tratamento.

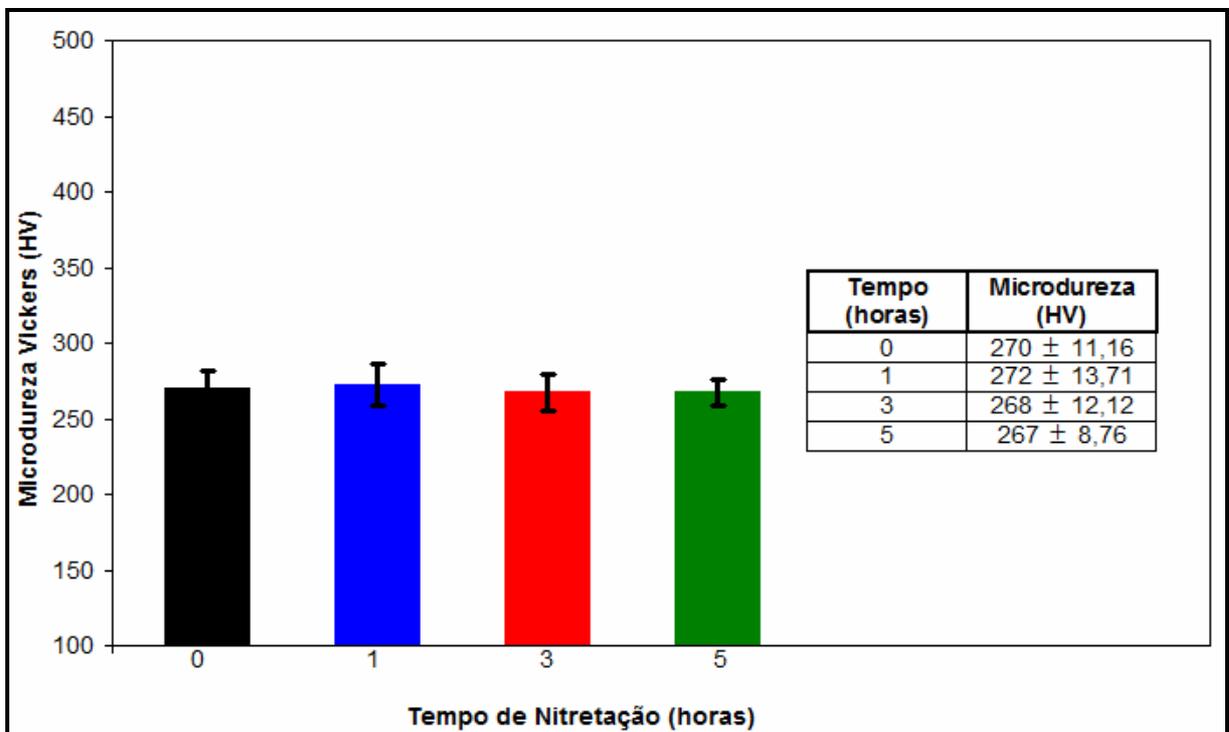


Figura 6.9 – Microdureza no centro das amostras nitretadas e sem tratamento.

Observa-se que o valor de microdureza da superfície da camada nitretada com 1 hora de tratamento tem o maior resultado com 1309 HV, representando

aumento de aproximadamente 350% quando comparado com o material sem tratamento (270 HV). Posteriormente, tem-se a camada com 5 e 3 horas, respectivamente com 1245 HV e 1217 HV. Esses valores são próximos aos obtidos em trabalhos anteriores⁽¹⁸⁾, onde aço similar sofre tratamento de nitretação a plasma a 500° C, com 10 horas, com um volume de gás de 70% N₂ e 30 % H₂, no qual foi verificado um valor de dureza superficial de aproximadamente 1400 HV, valor máximo encontrado em muitos aços inoxidáveis com diferentes parâmetros de processo^(16, 14, 21).

As medidas de microdureza no centro de todas as amostras apresentaram valores estatisticamente muito próximos, com um leve aumento de dureza na amostra com 1 hora de tratamento de 272 HV, dentro do desvio padrão.

6.4 – DETERMINAÇÃO DAS FASES POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Os resultados de difratometria de raios X efetuados na superfície em incidência rasante das amostras nitretadas a 500° C durante 1, 3 e 5 horas são apresentados nas Figura 6.10 a 6.12.

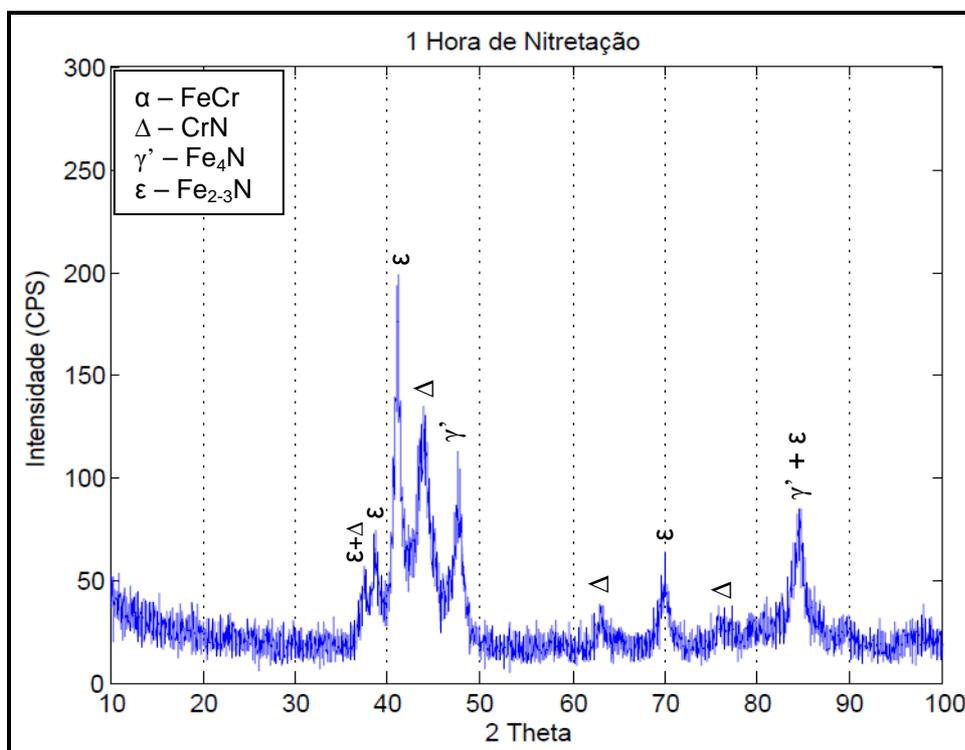


Figura 6.10 – Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 1 hora de nitretação.

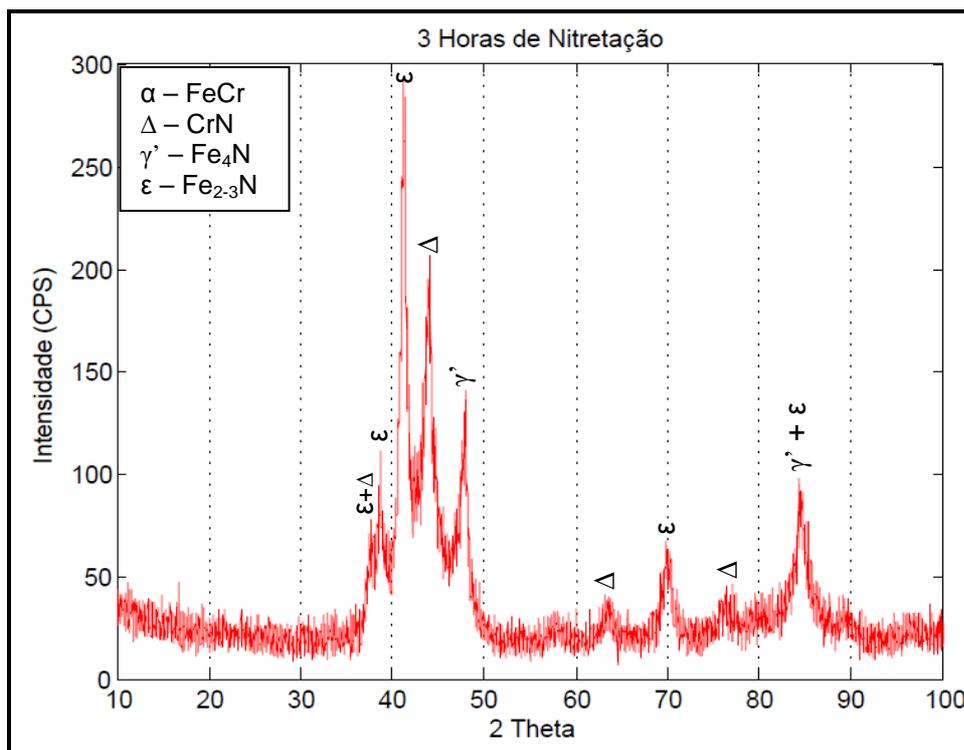


Figura 6.11 – Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 3 horas de nitretação.

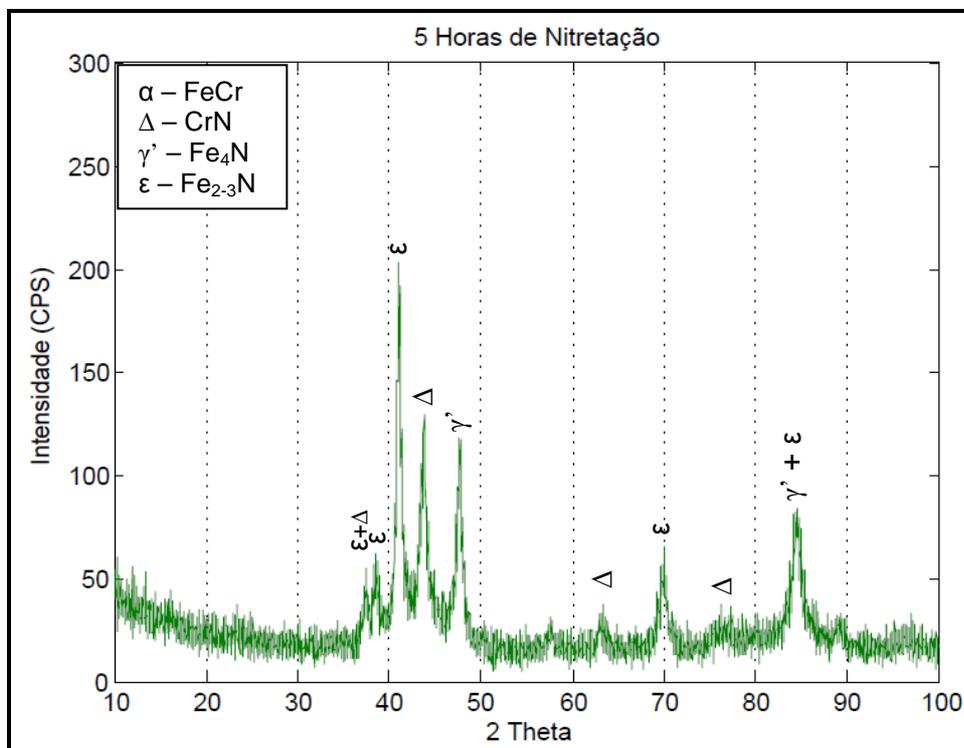


Figura 6.12 - Padrão de difratometria de raios X na superfície da amostra com 5 horas de nitretação.

Observa-se pelas Figuras 6.10 a 6.12 que os picos de difração de raios x recaem sobre os mesmos ângulos 2θ , apresentando a existência de nitretos de ferro tipo γ' - Fe_4N e ϵ - Fe_{2-3}N e picos referentes aos nitretos de cromo CrN .

Pelos resultados obtidos, observa-se através da Figura 6.13, onde se inclui o pico difratométrico da amostra sem tratamento, que não existem picos referentes a matriz do substrato, ou seja martensita revenida, o que indica que o volume irradiado na DRX corresponde apenas a região da camada de compostos.

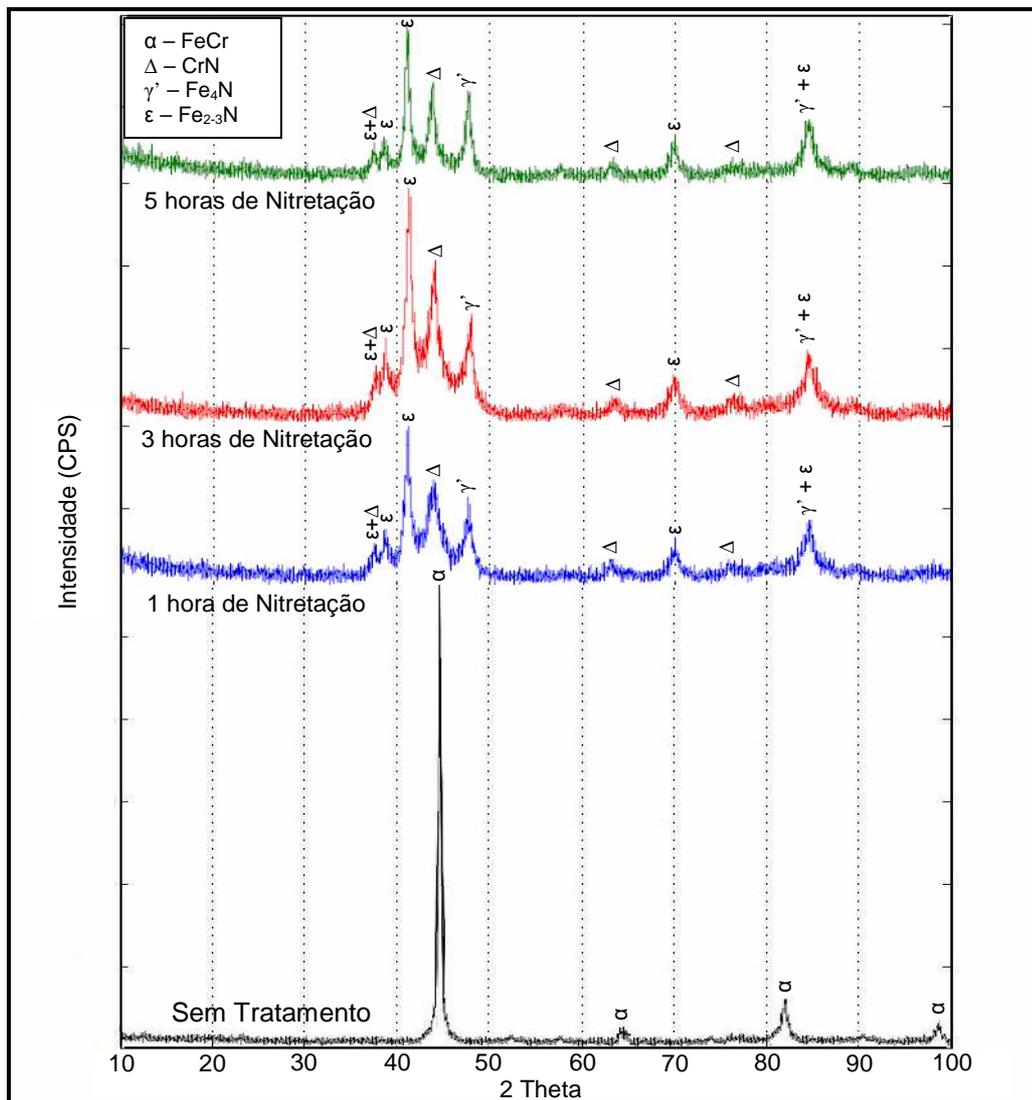


Figura 6.13 – Comparação entre os espectros de DRX antes e após o tratamento de nitretação a plasma.

Resultados de espectros semelhantes foram encontrados em trabalhos de outros aços inoxidáveis ^(73, 12, 19), onde são formados respectivamente os mesmos

nitretos de Ferro e de Cromo. Em trabalhos que utilizam temperaturas de tratamento acima de 440° C ^(14, 13, 20), independente do tempo, de 1 hora até mesmo 40 horas, há formação de nitreto de cromo, o qual é um dos responsáveis pelo aumento considerável da dureza superficial.

Assim sendo, o crescimento da camada nitretada é discutida com base no sistema Fe-Cr-N, no qual a formação da superfície nitretada está relacionada à interação existente entre o nitrogênio e o cromo e a sua influência na precipitação de nitretos de elementos de liga, basicamente nitretos de cromo. Quando presente em teores acima de 5,6% em massa (geralmente aços inoxidáveis), o cromo apresenta uma interação com o nitrogênio de característica forte a temperaturas acima de 450°C ⁽¹²⁾.

6.5 – DETERMINAÇÃO DE TENSÃO RESIDUAL POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

As Figuras 6.14 a 6.16 apresentam os gráficos (2 theta (deg) x $\sin^2\Psi$) e os respectivos resultados de tensão residual na superfície das amostras sem tratamento, com 1 e 5 horas de nitreção.

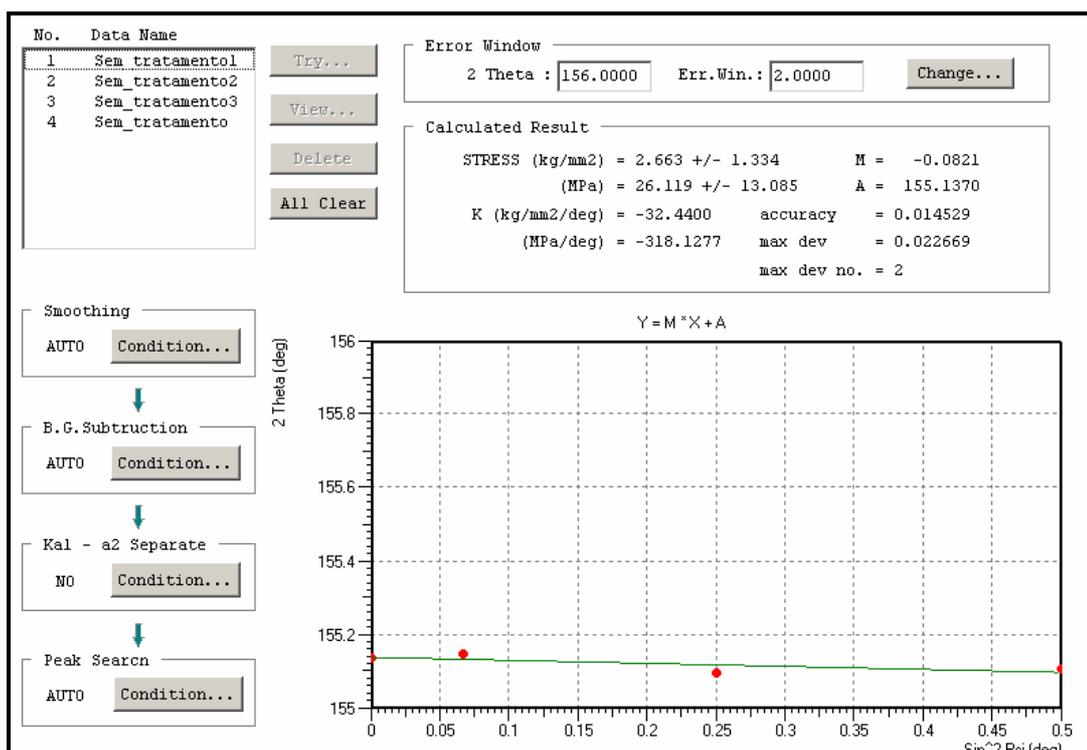


Figura 6.14 – Medida de tensão residual na superfície da amostra sem tratamento.

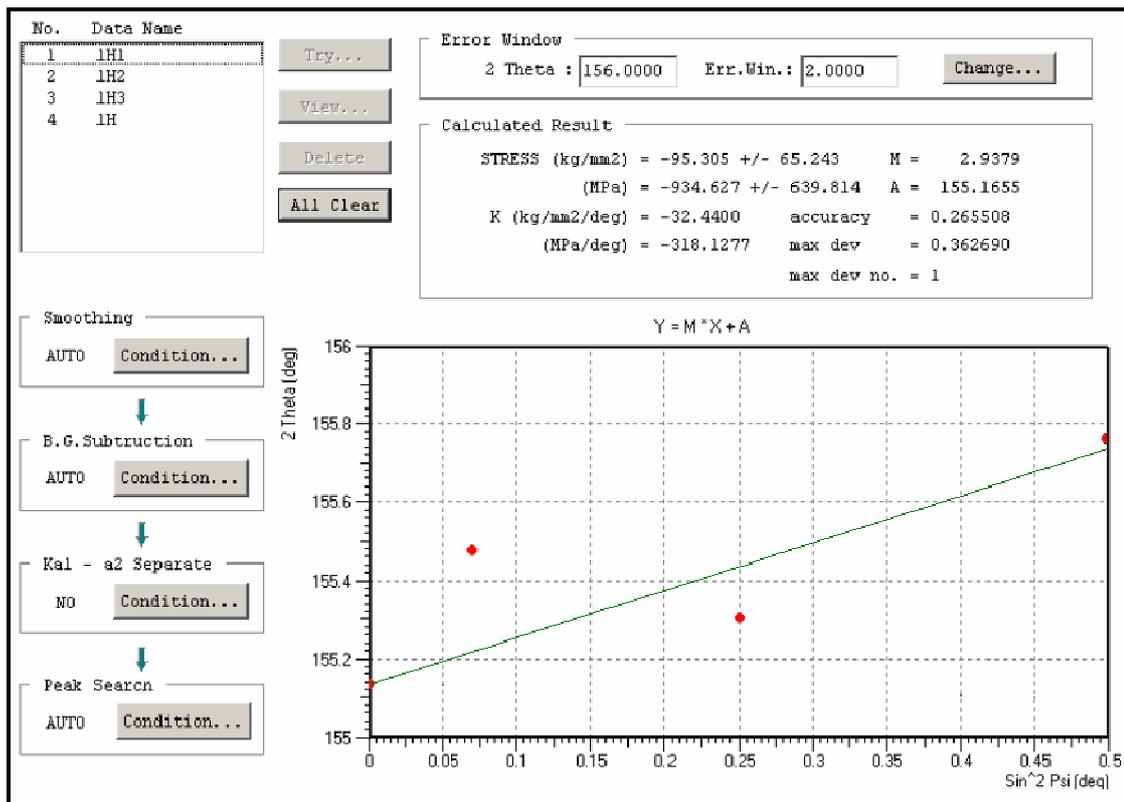


Figura 6.15 - Medida de tensão residual na superfície da amostra com 1 hora de nitretação.

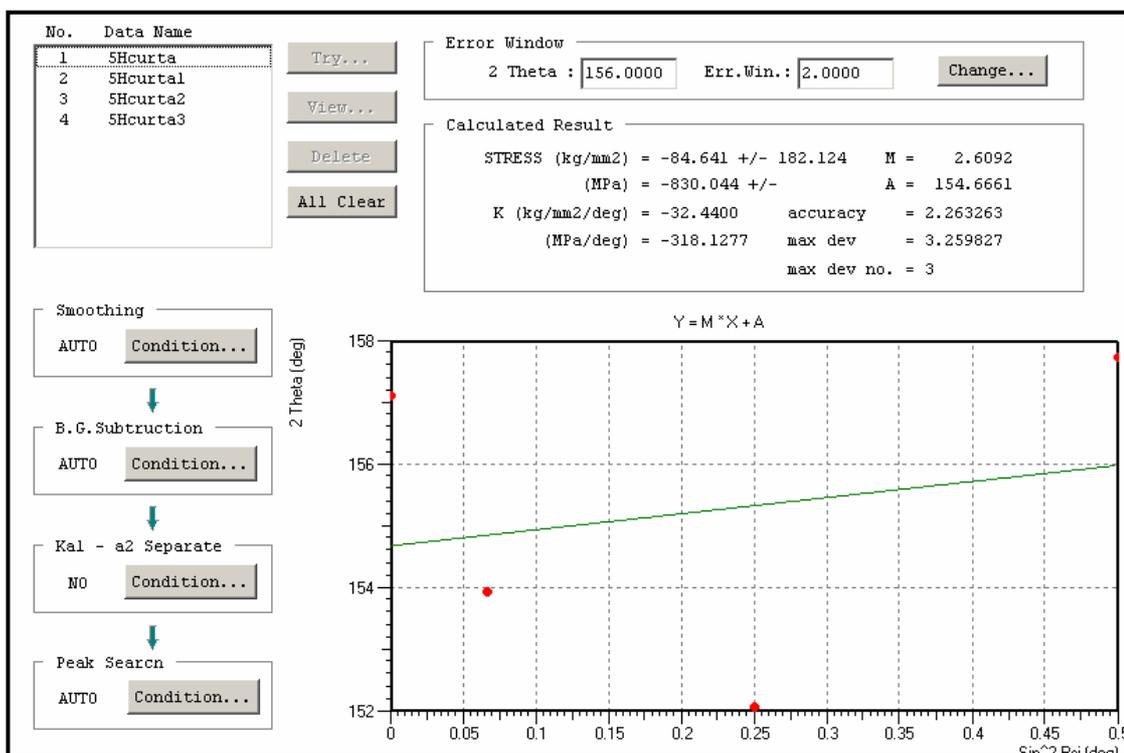


Figura 6.16 – Medida de tensão residual na superfície da amostra com 5 horas de nitretação.

Na amostra sem tratamento observou-se um valor de tensão residual e desvio padrão muito baixos de $+26,1 \pm 13,1$ MPa, por apresentar uma única estrutura cristalina CCC da martensita revenida. Porém, nas amostras que sofreram nitretação a plasma, observa-se valores de tensão residual compressiva de $-934,6 \pm 639,8$ MPa e $-830,0 \pm 1786,0$ MPa, respectivamente para 1 e 5 horas de nitretação.

Estes valores com desvios padrões tão acentuados, nas amostras tratadas, são em decorrência da formação dos nitretos de Ferro (γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N) e Cromo (CrN) caracterizando estruturas cristalinas muito distintas do substrato (como já apresentado no item 6.4). Esses resultados indicam uma tendência de melhor resultado, com maior tensão residual compressiva e com menos discordâncias para a amostra de 1 hora se comparada qualitativamente com a amostra de 5 horas de nitretação.

Uma possível explicação para o fato de amostras tratadas por tempos menores apresentarem valores mais altos de tensões residuais seria que a formação de camadas mais finas gera um maior gradiente de dureza, o que provocaria tensões residuais mais altas do que para amostras onde a profundidade da camada é maior. Em tempos curtos ocorre a introdução de nitrogênio em uma fina camada, que pela presença de elementos intersticiais tende a expandir, porém, com a restrição do substrato, podem ser geradas tensões residuais mais altas que para uma diminuição gradativa da quantidade de elementos intersticiais, como em camadas mais profundas. Resultados semelhantes, com menores tempos obtendo maiores tensões residuais compressivas na superfície também foram encontrados em ^(13, 92).

6.6 – ENSAIOS DE FADIGA

Os dados de fadiga uniaxial de tração-compressão dos corpos de prova não nitretados foram adquiridos através de vários ensaios realizados no Departamento de Engenharia Mecânica da UnB por outros pesquisadores ^(5, 6, 91), além de dois novos níveis de tensão (492 e 530 MPa) que foram ensaiados para a complementação deste trabalho (Tabela completa no Apêndice A). Desta forma, foi confeccionada uma nova curva S-N (Figura 6.17) com resultados estatísticos (Tabela 6.1) um pouco distintos das referências citadas.

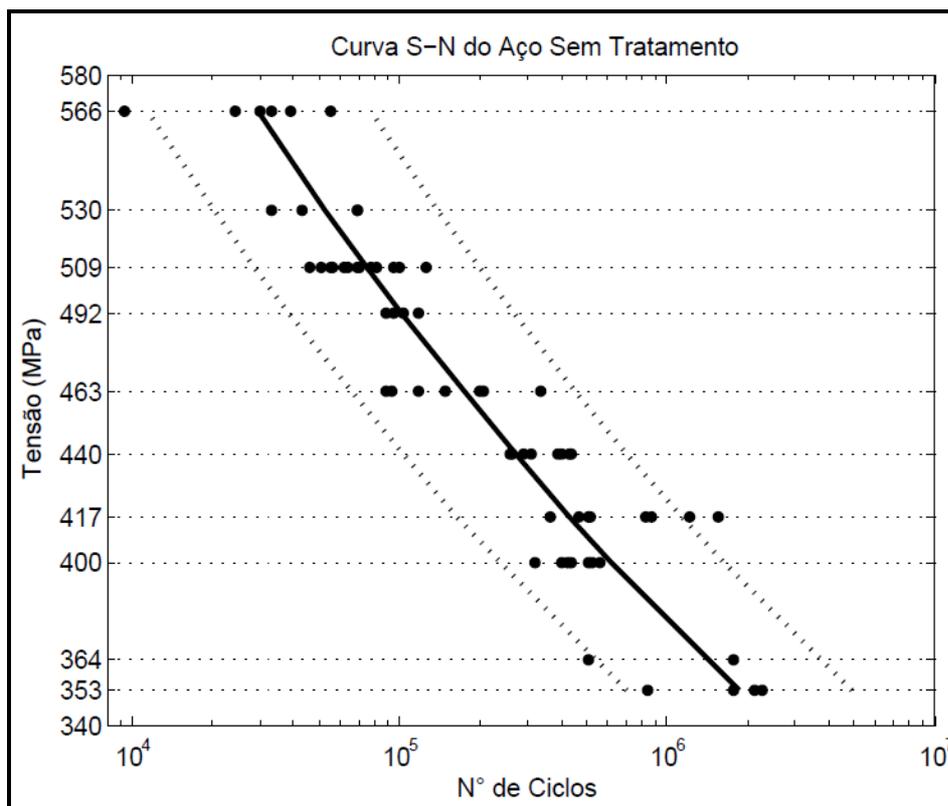


Figura 6.17 – Curva S-N do aço sem o tratamento de nitretação ^(5, 6, 91).

Tabela 6.1 – Resultados estatísticos do aço sem tratamento.

Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
Sf	1835,34	1794,96	1872,08
B	-0,1142	-0,1212	-0,1080

Vidas de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
N (N° de Ciclos)	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
2,00E+06	350,04	309,33	390,81
1,00E+06	378,88	336,44	421,18
1,00E+05	492,85	444,69	539,91
1,00E+04	641,09	587,83	692,35

Já os resultados e os gráficos das Curvas S-N do material com tempos de nitretação de 1 hora, 3 horas e 5 horas estão apresentados respectivamente nas Figuras 6.18, 6.19 e 6.20. Além disso, os resultados estatísticos para cada tempo de nitretação são apresentados respectivamente nas Tabelas 6.2, 6.3 e 6.4. Estes resultados foram calculados com base na norma ASTM E-739 ⁽⁵⁷⁾ que define limites de confiança de 95%.

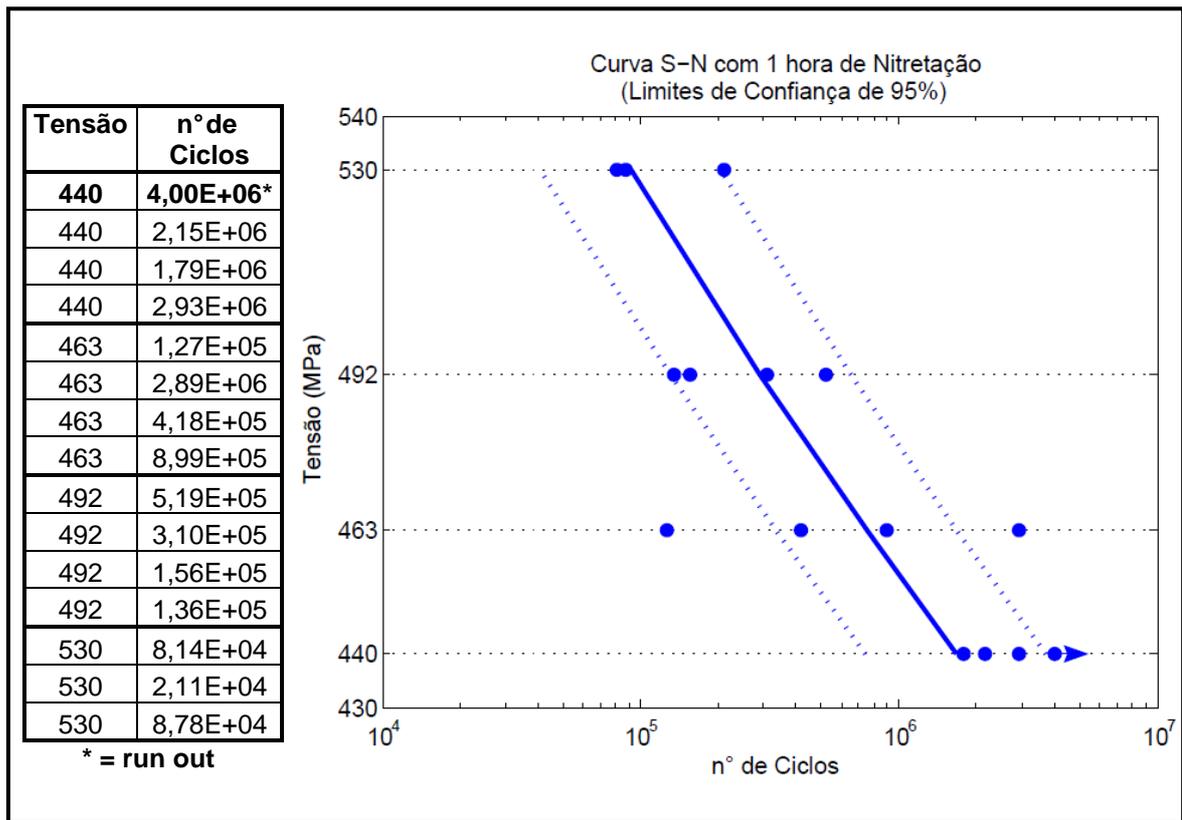


Figura 6.18 – Curva S-N do aço com 1 hora de 1 nitretação.

Tabela 6.2 – Resultados estatísticos do aço com 1 hora de nitretação.

Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga				
Tensão (MPa)	440	463	492	530
Média (N° de Ciclos)	2,29E+06	1,08E+06	2,80E+05	1,27E+05
Desvio Padrão	5,81E+05	1,25E+06	1,77E+05	7,32E+05
C.V. (%)	25,40	115,02	63,32	57,69

Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
Sf	1104,03	1073,88	1133,18
B	-0,06424	-0,06625	-0,06234

Vidas de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
N (N° de Ciclos)	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
2,00E+06	433,24	410,69	458,66
1,00E+06	452,99	429,99	478,92
1,00E+05	525,26	500,39	552,84
1,00E+04	609,07	583,39	638,17

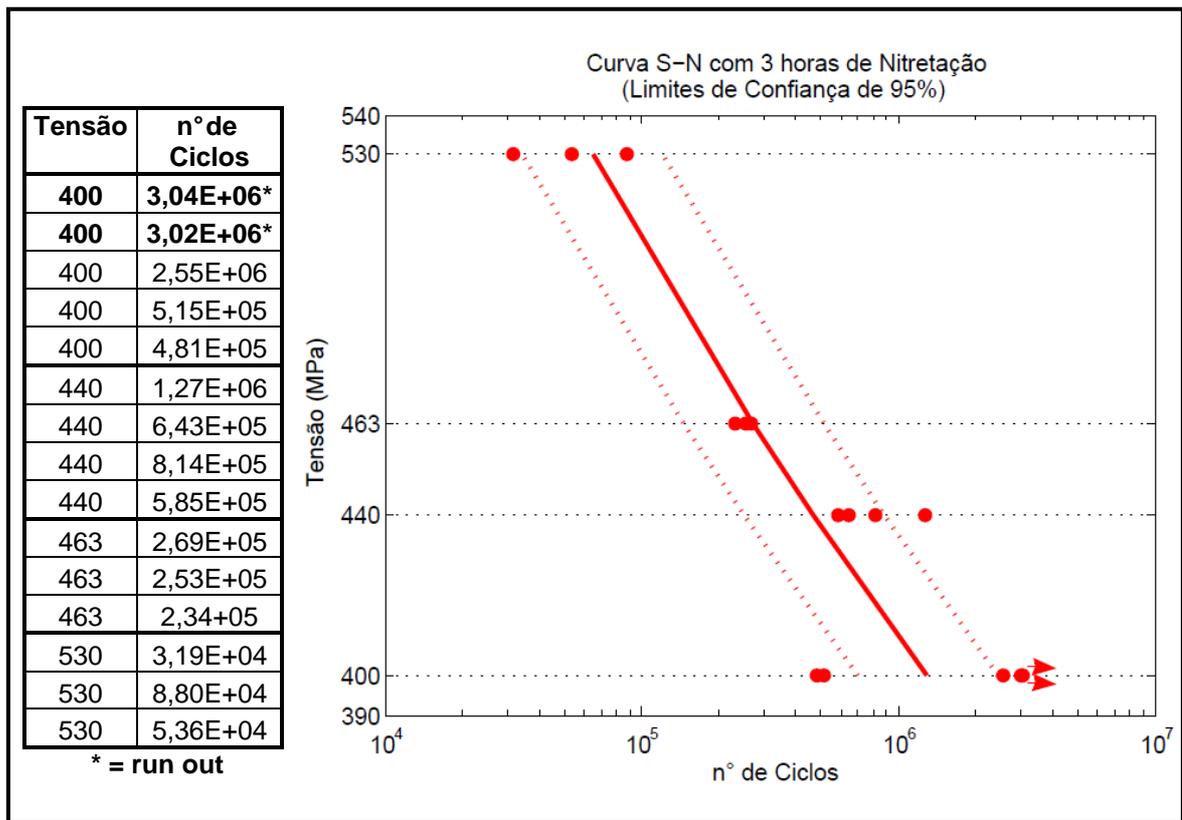


Figura 6.19 – Curva S-N do aço com 3 horas de nitretação.

Tabela 6.3 – Resultados estatísticos do aço com 3 horas de nitretação.

Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga				
Tensão (MPa)	400	440	463	530
Média (N° de Ciclos)	1,18E+06	8,29E+05	2,52E+05	5,78E+04
Desvio Padrão	1,18E+06	3,11E+05	1,78E+04	2,83E+04
C.V. (%)	100,23	37,54	7,07	48,89

Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança	
		Inferior	Superior
Sf	1494,28	1326,63	1705,36
B	-0,09360	-0,08897	-0,09874

Vidas de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
N (N° de Ciclos)	Tensão de falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
2,00E+06	384,26	364,85	407,06
1,00E+06	410,02	388,06	435,89
1,00E+05	508,64	476,29	547,16
1,00E+04	630,97	584,58	686,84

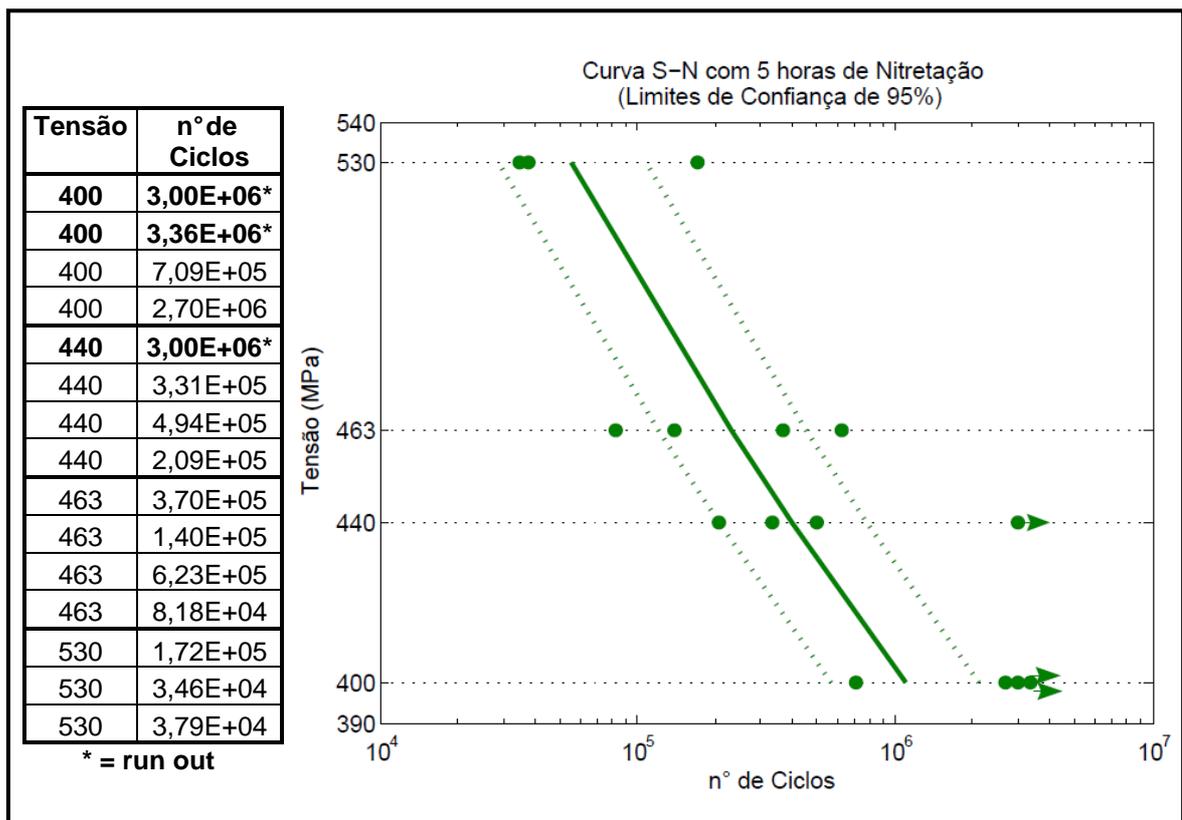


Figura 6.20 – Curva S-N do aço com 5 horas de nitretação.

Tabela 6.4 – Resultados estatísticos do aço com 5 horas de nitretação.

Comportamento Estatístico das Vidas de Fadiga				
Tensão (MPa)	400	440	463	530
Média (N° de Ciclos)	1,70E+06	3,45E+05	3,04E+05	8,16E+04
Desvio Padrão	1,41E+06	1,43E+05	2,47E+05	7,86E+04
C.V. (%)	82,54	41,44	81,19	96,29

Parâmetros de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
Parâmetros de Fadiga	Valores Estimados	Limites de Confiança (95%)	
		Inferior	Superior
Sf	1487,79	1377,92	1608,90
B	-0,09445	-0,09354	-0,09537

Vidas de Fadiga com os Respectivos Limites de Confiança de 95%			
N (N° de Ciclos)	Tensão de Falha (MPa)	Limites de Confiança (MPa)	
		Inferior	Superior
2,00E+06	377,93	354,67	403,27
1,00E+06	403,50	378,43	430,83
1,00E+05	501,52	469,38	536,63
1,00E+04	623,36	582,19	668,42

Finalmente, são apresentados todos os ensaios realizados neste aço com e sem nitretação em um único gráfico, através da Figura 6.21. A Tabela 6.5 apresenta os resultados estatísticos das vidas de fadiga para todas as amostras, com e sem tratamento.

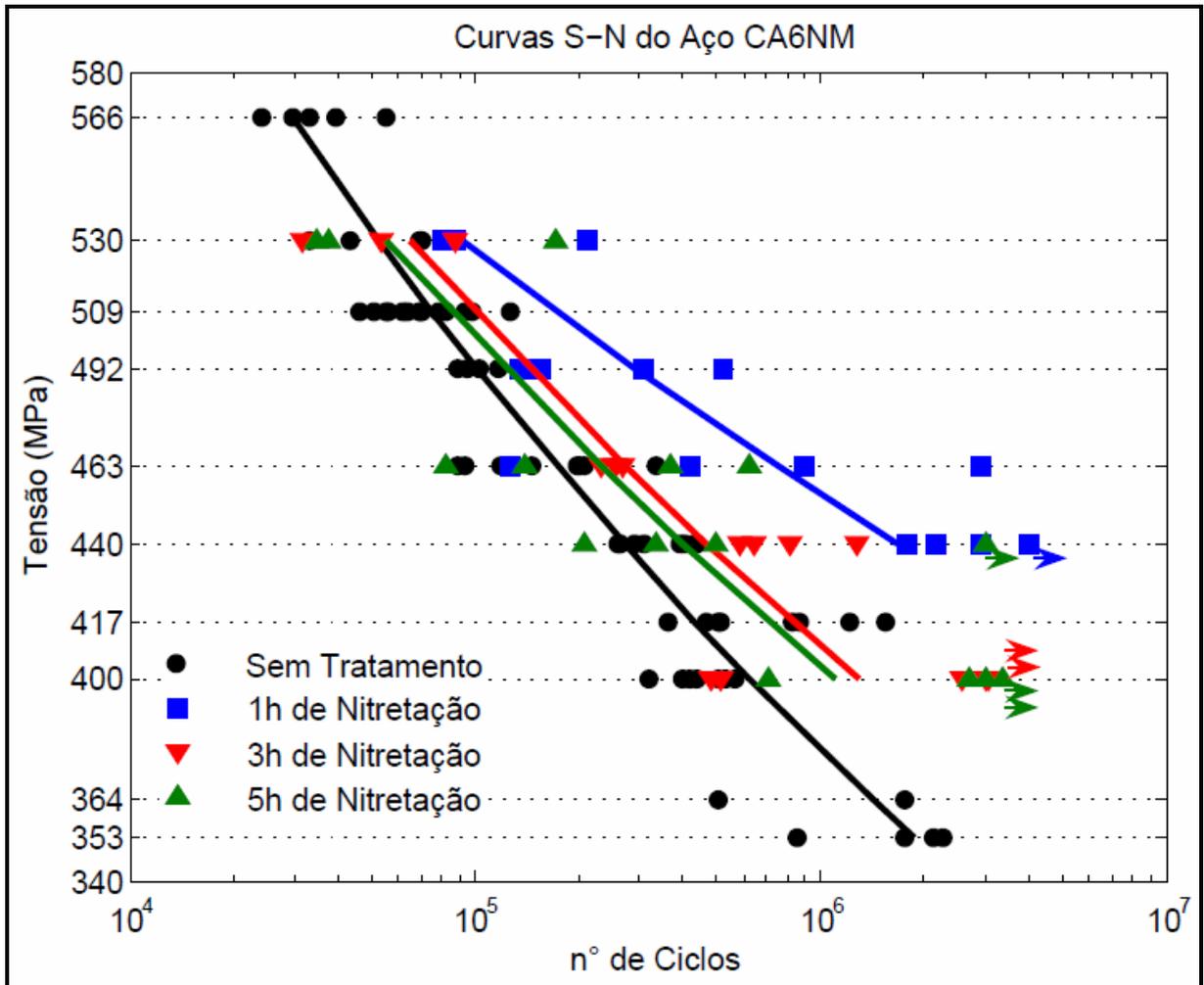


Figura 6.21 – Curvas S-N do aço com e sem nitretação a plasma.

Tabela 6.5 – Tensões de falha das vidas de fadiga do Aço CA6NM sem tratamento e com todos os tempos de nitretação.

Tensões Médias de Falhas das Vidas de Fadiga do Aço CA6NM				
N (Nº de Ciclos)	0h (MPa)	1h (MPa)	3h (Mpa)	5h (MPa)
2,00E+06	350,04	433,24	384,26	377,93
1,00E+06	378,88	452,99	410,02	403,50
1,00E+05	492,85	525,26	508,64	501,52
1,00E+04	641,09	609,07	630,97	623,36

Os resultados dos ensaios de Fadiga de alto ciclo em corpos de prova não nitretados e nitretados foram apresentados nas Figuras de 6.17 a 6.21. Com estes dados foi possível calcular, através do método da projeção paralela, os limites de fadiga, para 2 milhões de ciclos, do aço CA6NM nitretado e não nitretado. Os resultados dos limites de fadiga obtidos são:

- 350,0 MPa – Corpos-de-prova não nitretados ^(5, 6, 91).
- 433,2 MPa – Corpos-de-prova com 1 hora de nitretação.
- 384,3 MPa – Corpos-de-prova com 3 horas de nitretação.
- 377,9 MPa – Corpos-de-prova com 5 horas de nitretação.

O limite de Fadiga para este aço já havia sido definido através do método da escada ⁽⁴⁾ como sendo de $360,1 \pm 11,2$ MPa, ou seja, o valor obtido através do método da projeção paralela com dados da curva S-N (350,0 MPa) é muito próximo e está dentro do desvio padrão.

Comparando os resultados de fadiga do material sem tratamento com os nitretados a plasma, tem-se que com 1 hora houve um aumento de 23,8 %, com 3 horas 9,8% e 5 horas 7,9 %. Observa-se que em todos os tempos de nitretação a plasma houve uma melhora no comportamento em fadiga deste aço. Porém, o maior ganho de vida em fadiga foi com o menor tempo de tratamento, com diferença considerável das amostras de 1 hora para as de 3 e 5 horas, que se forem consideradas dentro do limite de confiança de 95%, as duas últimas são estatisticamente muito semelhantes.

Como apresentado anteriormente, estes valores provavelmente são consequência dos maiores valores de tensão residual compressiva e dureza existentes na superfície do material com 1 hora de nitretação.

Observa-se também pela Figura 6.21 e pela Tabela 6.5 que com a diminuição das vidas de fadiga, diminui-se também a diferença das tensões de falha dos materiais com e sem tratamento, ou seja, pela inclinação das curvas nota-se que supostamente o tratamento de nitretação não tem grande influência em menores vidas de fadiga. A maior influência nas vidas de fadiga de alto ciclo deve-se provavelmente porque grande porcentagem está relacionada a nucleação da trinca na superfície. Estes resultados ocorrem devido à formação de nitretos na camada e consecutivamente aumento de dureza e introdução de tensões residuais compressivas, que, indiretamente provoca um retardo no processo de nucleação de trincas por fadiga.

6.7 – ANÁLISE FRATOGRÁFICA DAS SUPERFÍCIES DE FRATURA

A alta dureza e o alto nível de tensão residual compressiva nas camadas nitretadas dificultam a iniciação e propagação de trincas na superfície, retardando este processo e em alguns casos, nucleando-se subsuperficialmente e formando o chamado “olho de peixe”. A Figura 6.22 apresenta a superfície de um corpo-de-prova com 1 hora de nitretação que foi submetido a uma tensão de 463 MPa e fraturou a $2,90E+06$ ciclos, com os respectivos estágios de propagação e fratura final característicos deste tipo de fratura. As características microscópicas destes estágios estão apresentadas nas Figuras 6.23, 6.24 e 6.25.

Verifica-se que este tipo de falha é composta de quatro regiões: Na primeira região inicia-se a trinca, em algum tipo de descontinuidade microestrutural (inclusão), abaixo da camada nitretada. Na segunda região lisa, ocorre a primeira etapa de propagação da trinca (Figura 6.23). As outras duas etapas são as comumente visíveis, ou seja a região de propagação de trincas e de fratura final, que podem ser observadas nas Figuras 6.24 e 6.25.

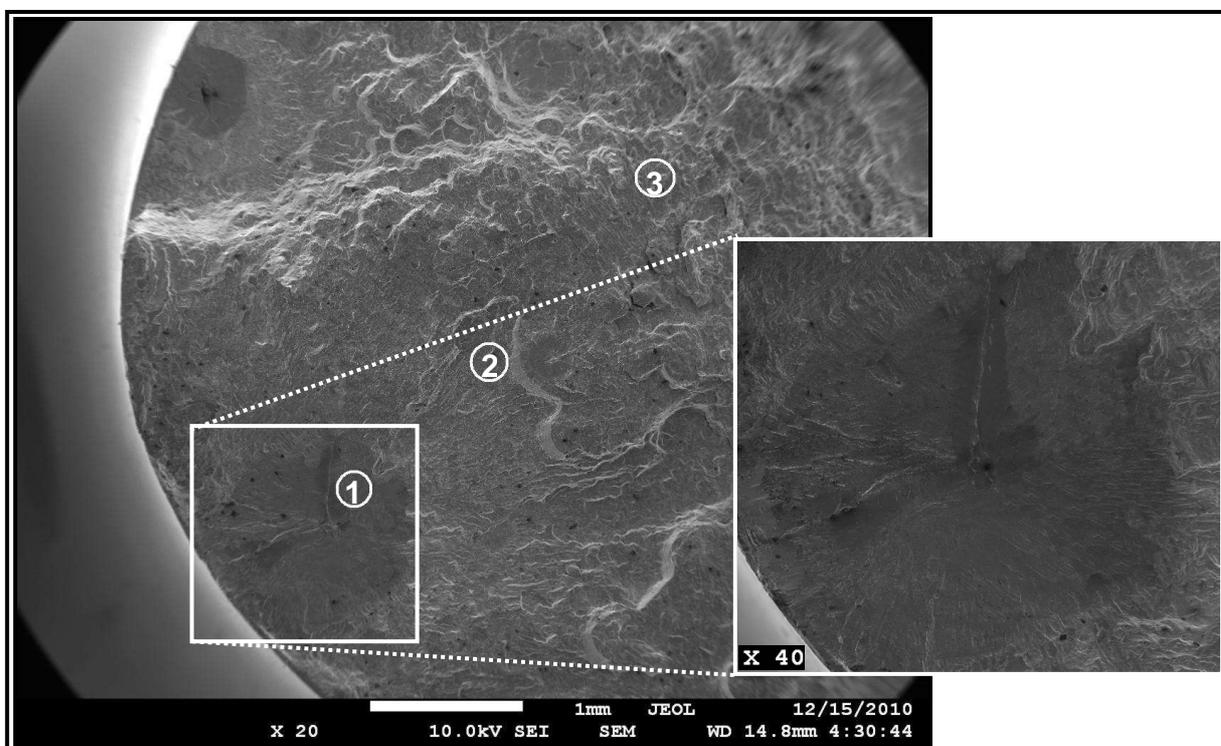


Figura 6.22 - Aspecto macrográfico da superfície de fratura do corpo-de-prova com 1 hora de nitretação e ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com $2,90E+06$ ciclos. Estágios 1, 2 e 3 de propagação característicos da fratura “olho de peixe”.

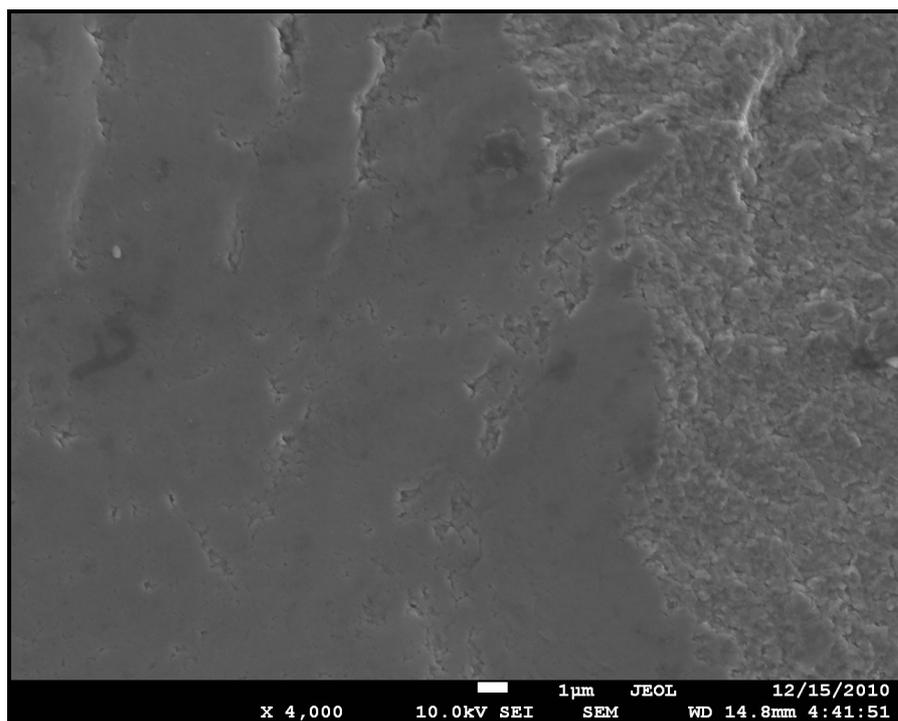


Figura 6.23 – Aspecto micrográfico do estágio 1 de propagação da fratura “olho de peixe”, do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com $2,90E+06$ ciclos.

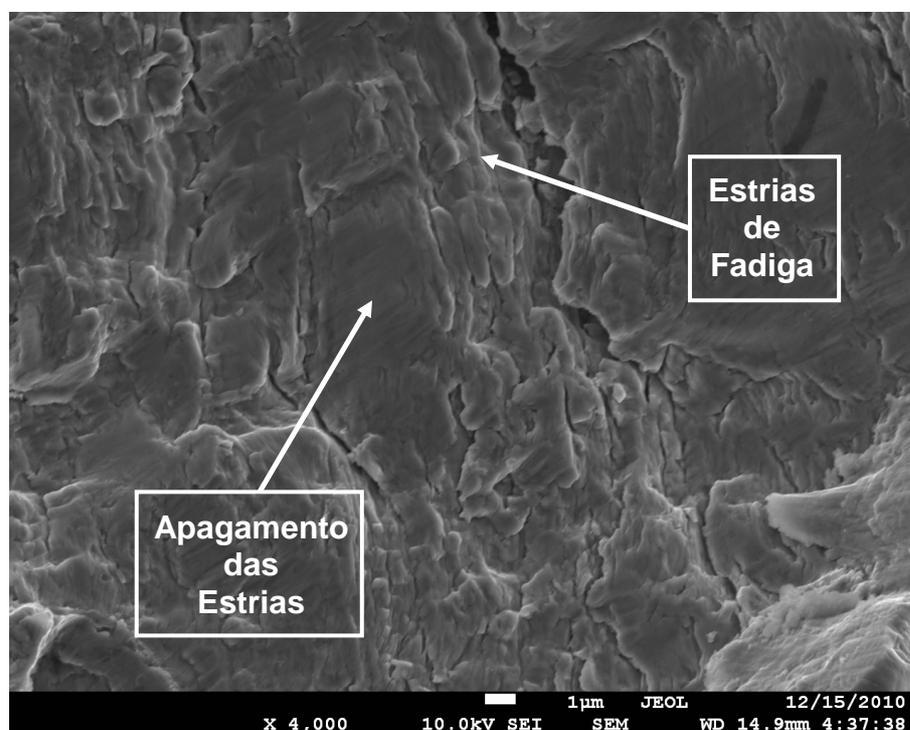


Figura 6.24 – Aspecto micrográfico do estágio 2 de propagação da fratura do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com $2,90E+06$ ciclos.

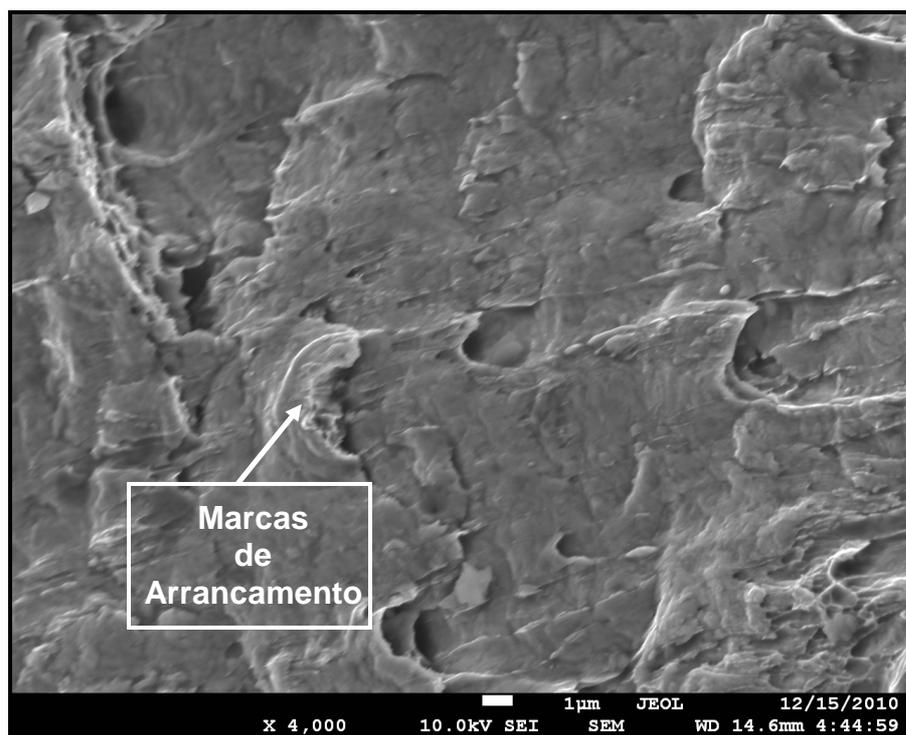


Figura 6.25 – Aspecto micrográfico do estágio 3 da fratura final do corpo-de-prova ensaiado a uma tensão de 463 MPa e fraturado com $2,90E+06$ ciclos.

Na Figura 6.24 pode-se notar claramente a existência de estrias de propagação de trincas por fadiga em estágio 2. Verifica-se o apagamento destas estrias, que supostamente ocorrem por contato mecânico entre as partes fraturadas do corpo de prova quando estão no ciclo de compressão durante o ensaio, antes da fratura final, como também constatado em ⁽¹⁵⁾. Já na Figura 6.25 pode-se notar as marcas de arrancamento provocada por fratura instantânea, que são características do estágio 3, de fratura final.

7 - CONCLUSÕES

- Os resultados dos limites de fadiga, para 2 milhões de ciclos, obtidos são:
 - 350,0 MPa – Corpos-de-prova não nitretados ^(5, 6, 91).
 - 433,2 MPa – Corpos-de-prova com 1 hora de nitretação (23,8% de aumento);
 - 384,3 MPa – Corpos-de-prova com 3 horas de nitretação (9,7% de aumento);
 - 377,9 MPa – Corpos-de-prova com 5 horas de nitretação (7,9% de aumento).
- A possível explicação para o melhor comportamento em fadiga para amostras com 1 hora de nitretação pode ser associada ao fato de que camadas mais finas no menor tempo de nitretação geram um maior gradiente de dureza, o que supostamente provoca tensões residuais superficiais mais altas do que para amostras onde a profundidade é maior;
- Os maiores valores de microdureza foram identificados na superfície da camada nitretada com 1 hora atingindo aproximadamente 1309 HV, um aumento expressivo com aproximadamente 350% se comparado com o material sem tratamento. Camadas nitretadas em 5 e 3 horas, apresentaram respectivamente 1245 HV e 1217 HV;
- A amostra com 1 hora de nitretação, se comparada qualitativamente com a amostra de 5 horas, apresentou melhor resultado em termos de tensões residuais compressivas na superfície, com valor mais expressivo e desvio padrão menos acentuado;
- Com a diminuição das vidas de fadiga, diminui-se também a diferença das tensões de falha dos materiais com e sem tratamento, ou seja, pela inclinação das curvas nota-se que supostamente o tratamento de nitretação não tem influência em menores vidas de fadiga, pois neste caso, o efeito da superfície não é tão significativo;
- As alterações microestruturais concentram-se nas superfícies das amostras tratadas. Os núcleos não são afetados pela nitretação a plasma;
- Considerando-se a influência do tempo nos processos difusivos, as espessuras das camadas nitretadas aumentam de acordo com o tempo de nitretação, com todas apresentando camada de compostos e camada de difusão;
- As camadas de nitretos formadas para todos os tempos de tratamento possuem fases cristalinas γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N e CrN;

- Devido à existência de elevada dureza e tensões residuais compressivas na superfície, como também de defeitos/descontinuidades no interior do material, em algumas fraturas de corpos-de-prova nitretados há a formação de trinca subsuperficial, formando o chamado “olho de peixe”.

RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar experimentos variando-se outros parâmetros de nitretação como a temperatura e composição gasosa e avaliar a influência na resistência a fadiga, como também fadiga em ambiente corrosivo e sob condições de *fretting*.

Realizar experimentos e avaliar o efeito da nitretação a plasma em fadiga de baixo ciclo.

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

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] American Society for Testing and Materials - ASTM / A 743 / A 743M - 06. "Standard Specification for Castings, Iron- Chromium, Iron-Chromium-Nickel, Corrosion Resistant, for General Application", 2006.
- [2] General Turbo S.A. Disponível em: "<http://www.generalturbo.eu/img/Turbina%20Pelton.JPG>". Acesso: 01/03/2011.
- [3] American Society for Testing and Materials - ASTM E 206. "Standard definitions of terms relating to fatigue testing and statistical analysis of data", 1972.
- [4] ASM HANDBOOK. "Fatigue and Fracture". ASM International- The Materials Information Society, seção 3, p. 227-249, 1996.
- [5] SILVA, B. L.; FERREIRA, J. L. A.; ARAÚJO, J. A. "Use of the Parallel-Projected and Staircase Method to Predict Fatigue Strength of ASTM A743 CA6NM Alloy Steel". 20th International Congress of Mechanical Engineering, Gramado, RS, 2009.
- [6] SILVA, B. L.; FERREIRA, J. L. A.; OLIVEIRA, F.; ARAÚJO, J. A. "Influence of mean stress on the fatigue strength of ASTM A 743 CA6NM alloy steel". Frattura ed Integrità Strutturale 14, p. 17-26, 2010.
- [7] SILVA, B. L.; FERREIRA, J. L. A.; ARAÚJO, J. A.; "High-cycle notch sensitivity of alloy steel ASTM A743 CA6NM used in hydrogenator turbine components". Frattura ed Integrità Strutturale 14, p. 36-44, 2010.
- [8] HERNANDEZ, A. F. "Estudo da Influência da Criogenia na Resistência ao Desgaste Abrasivo do Aço ASTM 743 Tipo CA6NM". Dissertação de Mestrado, Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília DF, 2009.
- [9] TERRES, M. A.; BEN MOHAMED, S., SINDHOM, H. "Influence of ion nitriding on fatigue strength of low-alloy (42CrMo4) steel: Experimental characterization and predictive approach". International Journal of Fatigue 32, p.1795–1804, 2010.
- [10] CRAWFORD, J. D. "CA6NM an Update". In; 29th Annual Steel Founder's Society, 1974.
- [11] GOOCH, T. G. "Heat Treatment of Welding 13%Cr-4%Ni Martensitic Stainless Steel for Sour Service". Welding Research Supplement. p 213-222, July, 1995.
- [12] PINEDO, C. E. "Estudo Morfológico e Cinético da Nitretação por Plasma Pulsado do Aço Inoxidável Martensítico AISI 420". Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, 2000.
- [13] LEPIENSKI, C. M.; NASCIMENTO, F. C.; FOERSTER, C. E.; DA SILVA, S. L. R.; SIQUEIRA, C. J.; ALVES JR., C. "Glow discharge nitriding in AISI 304 at different

nitrogen–hydrogen atmospheres: Structural, mechanical and tribological properties". Materials Science and Engineering A 489, p. 201–206, 2008.

[14] GONTIJO, L. C.; MACHADO, R.; CASTELETTI, L. C.; KURI, S. E.; NASCENTE, P. A. P. "Comparação entre os comportamentos dos aços inoxidáveis AISI 304L e AISI 316L nitretados a plasma". Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, v. 26, n. 3, p. 145-150, 2007.

[15] MANFRINATO, M. D. "Influência da Nitretação a Plasma no Comportamento em Fadiga dos Aços Inoxidáveis Austeníticos AISI 304 e 316". Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Carlos SP, 2006.

[16] ALPHONSA, I.; CHAINANI, A.; RAOLE, P. M.; GANGULI, B.; JOHN, P. I. "A study of martensitic stainless steel AISI 420 modified using plasma nitriding". Surface and Coatings Technology 15, p. 263–268, 2002.

[17] CORENGIA, P.; WALTHER, F.; YBARRA, G.; SOMMADOSSI, S.; CORBARI, R.; BROITMAN, E. "Friction and rolling–sliding wear of DC-pulsed plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel". Wear 260, p. 479–485, 2006.

[18] MANISEKARAN, T.; KAMARAJ, M.; SHARRIF, S. M.; JOSHI, S. V. "Slurry Erosion Studies on Surface Modified 13Cr-4Ni Steels: Effect of Angle of Impingement and Particle Size". Journal of Materials Engineering and Performance 16, p. 567-572, 2007.

[19] WU, K.; LIU, G. Q.; WANG, L.; XU, B. F. "Research on new rapid and deep plasma nitriding techniques of AISI 420 martensitic stainless steel". Vacuum 84, p. 870–875, 2010.

[20] XI, Y.; LIU, D.; HAN, DONG. "Improvement of corrosion and wear resistances of AISI 420 martensitic stainless steel using plasma nitriding at low temperature". Surface & Coatings Technology 202, p. 2577–2583, 2008.

[21] YANG, J.; LIU, Y.; YE, Z.; YANG, D.; HE, S. "Microstructural and tribological characterization of plasma- and gas-nitrided 2Cr13 steel in vacuum". Materials and Design 32, p. 808-814, 2011.

[22] FILHO, E. S. "Efeito do Tratamento Térmico na Resistência a Corrosão do Aço Inoxidável Martensítico CA6NM em Meio Marinho Sintético". Dissertação de Mestrado, Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade São Francisco, Itaiba SP, 2005.

[23] PADILHA, A. F.; GUEDES, L.C. "Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestruturas e Propriedades". Hemus Editora Limitada, S.P, 1994.

[24] PANOSSIAN, Z. "Corrosão e Proteção contra Corrosão em Equipamentos e Estruturas Metálicas". IPT, cap.3, 1993.

[25] CALLISTER, W. D. "Materials science and engineering: an introduction". John Wiley & Sons, Inc, 5. ed., New York, 1999.

- [26] CHIAVERINI, V. "Aços e Ferros Fundidos". ABM, 4. ed, São Paulo SP, 1977.
- [27] GOUVEIA, R. R. "A Influência da Temperatura de Interpasse na Tenacidade do Metal de Solda na Soldagem Multipasse do Aço Inoxidável Martensítico CA6NM pelo processo TIG". Dissertação de Mestrado, Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba PR, 2008.
- [28] NALBONE, C.S. "Effects of Carbon Content and Tempering Treatment on the Mechanical Properties and Sulfide Stress Corrosion Cracking Resistance of AOD Refined CA6NM". Stainless Steel Casting, ASTM STP 756. V. G. Behal and A. S. Melilli. 1982.
- [29] OLIVEIRA, C.A.S. "Têmpera Direta de Aços de Baixa Liga: Aspectos Cinéticos, Microestruturais e de Propriedades Mecânicas". Tese, COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 1994.
- [30] LIPPOLD, J. C.; KOTECKI, D. J. "Welding Metallurgy and Weldability Of Stainless Steels". John Wiley & Sons, Inc., 2005.
- [31] STEEL CASTING HANDBOOK. "Corrosion Resistant High Alloy Steel". 6° ed., Chapter 20, p 20.1 – 20.20.
- [32] FOLKHARD, E. "Welding Metallurgy of Stainless Steels". New York – Wien: Springer Verlag, p. 98 - 181, 1988.
- [33] LEEM, D. S.; LEE Y. D.; JUN J. H.; CHOI, C. S. "Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe-13% Cr-7% Ni-3% Si martensitic stainless steel". Scripta Materialia, p. 767-772, 2001.
- [34] CRAWFORD, J. D.; ROHRIG, K.; BECHET, S. "High-strength cast stainless steels with enhanced corrosion resistance". Stainless Steel Casting, Behal and A.S. Melilli eds., p. 355-368, 1982.
- [35] CHIAVERINI, V. "Aços-carbono e Aços-liga: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos". Associação Brasileira de Metais, ed.2, SP, 1965.
- [36] NOVICKI, N. "Caracterização da Tenacidade à Fratura do Aço Inoxidável Martensítico Macio CA6NM Temperado e Revenido e em Juntas Soldadas sem TTPS". Dissertação de mestrado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2002.
- [37] MACHADO, I. "Tratamentos Térmicos e de Superfície". Introdução à Manufatura Mecânica, PMR, 2002.
- [38] GYSEL, W. et al. "CA6NM: New Developments Based on 20 Years' Experience". Stainless Steel. ASTM STP 756. V. G. Behal and A. S. Melilli. p 413, 1982.

- [39] HENKE, S. L. “Desenvolvimento de Procedimento de Soldagem de Aço Inoxidável Martensítico Macio Tipo CA-6NM sem Tratamento Térmico Posterior”. Dissertação de mestrado, Florianópolis, 1998.
- [40] TEIXEIRA, R. S. “Metodologia de Análise de Fadiga em Componentes Estruturais de Aço Baseada na Mecânica da Fratura”. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Estruturas, Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte MG, 2004.
- [41] MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. “Mechanical Behavior of Materials”. Prentice Hall, 1. ed p. 592-636, 1998.
- [42] NAKONIECZNY, A. “Fatigue fracture of nitrided and carbonitrided Layers”. Journal of Theoretical and Applied Mechanics 44,3, p. 713-730, Warsaw, 2006.
- [43] COSTA, J. D.; FERREIRA, J. M.; RAMALHO, A. L. “Fatigue and fretting fatigue of ion-nitrided 34CrNiMo6 steel”. Theoretical and Applied Fracture Mechanics 35. p. 69-79, 2001.
- [44] LIMODIN, N.; VERREMAN, Y.; TARFA, T. N. “Axial fatigue of a gas-nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth”. Department of Mechanical Engineering, Ecole Polytechnique de Montreal, Canadá, 2003.
- [45] MILFONT, G. “Falhas por Fadiga”. Elementos de Máquinas, 2009.
- [46] KLESNIL, M.; LUKAS, P. “Fatigue of metallic materials”. Elsevier: Czechoslovakia, 2ed. cap 3 e 4, 1992.
- [47] STEPHENS, R. I. “Metal Fatigue in Engineering”. John Wiley & Sons, Inc., New York, USA, 2. ed. p. 33-117, 2001.
- [48] SILVA, B. L. “Estratégia Alternativa para a Determinação do Limiar de Propagação de Trincas Através da Teoria da Distância Crítica”. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Tecnologia, Universidade de Brasília, Brasília DF, 2009.
- [49] DIETER, G. E. “Metalurgia mecânica”, Segunda edição, Rio de Janeiro, 1981.
- [50] SURESH, S. “Fatigue of materials”. Cambridge Press: Boston, 2º ed. cap.1, 1998.
- [51] FUCHS, H. O.; STEPHENS, R. I. “Metal Fatigue in Engineering”. New York, John Wiley & Sons, 1980.
- [52] MILAN, M.; MALUF, O.; SPINELLI, D.; BOSE FILHO, W. W. “Metais – Uma visão objetiva”. São Carlos SP, 2004.
- [53] FU, Y. et al. “Effect of lubrication by mineral and synthetic oils on the sliding wear of plasma nitrated AISI 410 stainless steel”. Wear, Vol. 219, p. 169-176, 1998.

- [54] HERTZBERG, R. W. *“Deformation and Frature Mechanics of Engineering Materials”*. 4° ed., Printed USA, p. 529-548, 1995.
- [55] American Society for Testing and Materials - ASTM / E 606 – 98. Standard *“Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing”*, 1998.
- [56] American Society for Testing and Materials - ASTM / E 466 – 96. *“Standard Practice for Conducting Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials”*. West Conshohocken, 2000.
- [57] American Society for Testing and Materials – ASTM / E 739 – 91. *“Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress Life (S-N) and Strain Life (ϵ - N)”*, 1991.
- [58] EDENHOFER, B. *“Physical and Metallurgical Aspects of Ion Nitriding”*. Heat Treatment of Metals, Vol. 1, 1974.
- [59] PINEDO, C. E. *“Nitretação por Plasma”*. Anais do I Seminário Internacional de Engenharia de Superfície, Ed. Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da Universidade de Mogi das Cruzes, p. 13-26, 1995.
- [60] THELNING, K. E. *“Case Hardening”*. in Steel and Its Heat Treatment, Ed. McGraw-Hill, 1975.
- [61] KURNEY, A. S. W.; MOHAN, R. M.; MALLYA, R. M. *“Nitriding of steels – an overview”*. The Heat Treating Source Book, Metals Park, ASM, p. 127-33, 1986.
- [62] SANTOS, C. A. *“Composição Superficial e Propriedades Mecânicas e Tribológicas de Aços – Carbono Implantados com Nitrogênio”*. Tese de Doutorado, Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS.
- [63] GOBBI, V. J. *“Influência da Nitretação a Plasma na Resistência ao Desgaste Microabrasivo do Aço Ferramenta AISI D2”*. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade de Brasília, DF, 2009.
- [64] ALVES JR, C. *“Nitretação a Plasma – Fundamentos e Aplicações”*. EDUFRN, Natal, 2001.
- [65] RIOFANO, R. M. M. *“Efeito dos Teores de Si em Aços Ultra-Resistentes e do V em Aços Ferramenta Sintetizados Nitretados Ionicamente”*. Tese de Doutorado, IFSC/IQSC/EESC, São Carlos, SP, 2002.
- [66] FROEHLICH, R. A. *“Tratamento Superficial Duplex com TiN e CrN de Aços Ferramenta Classe AISI H13 para Matrizes de Injeção de Ligas de Alumínio”*. Tese de Doutorado, Universidade Federal, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, 2003.
- [67] BALLEES, A. C. *“Nitretação a Plasma como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono”*.

Dissertação de Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2004.

[68] FONTANA, L. C. *“Nitretação Iônica em Aços de Baixo Carbono”*. Dissertação de Mestrado em Ciências, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 1991.

[69] SIMON, G. *“Aços Nitretados a Plasma”*. Dissertação de Mestrado em Ciências, Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, 1995.

[70] ALVES JR, C. *“Nitretação em Plasma Pulsado”*. Tese de Doutorado em Ciências e Engenharia dos Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos, SP, 2000.

[71] SIMISON, S.; BRÜHL, S. P.; CHARADIA, R.; LAMAS, D. G.; CABO, A. *“Corrosion behavior of martensitic and precipitation hardening stainless steels treated by plasma nitriding”*. Surface & Coatings Technology 204, p. 3280–3286, 2010.

[72] BORGIOLO, F.; GALVANETTO, E.; FOSSATI, A.; BACCI, T. *“Glow-Discharge Nitriding and Post-Oxidising Treatments of AISI H11 Steel”*. Surface and Coating Technology, 162 p., 2002.

[73] BERNARDELLI, E. A. *“Tratamento Concomitante de Nitretação e Envelhecimento a Plasma do Aço Inoxidável 15-5 PH”*. Dissertação de Mestrado em Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, PR, 2007.

[74] LARISCH, B.; BRUSKY, U.; SPIES, H. J. *“Plasma Nitriding of Stainless Steel at Low Temperature”*. Surface & Coatings Technology, p. 205-211, 1999.

[75] MALISKA, A. M. *“Influência de Elementos de Liga e do Oxigênio no Processo de Nitretação por Plasma em Aços Sinterizados”*. Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, 1995.

[76] BARKER, R.; SMITH, P. K. *“Response to Gas Nitriding of 1%Cr – Mo Steel”*. Proc. Conf., Heat Treating Committee of Iron and Steel Institute of London, 1973.

[77] TIER, M. A. D. *“Avaliação da Resistência ao Desgaste do Aço AISI M2 Nitretado a Plasma”*. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, 1998.

[78] KOLOZVARY, Z.; PLASMATERM, S. C. *“Residual Stresses in Nitriding”*. Handbook of Residual Stress Deformation and of Steel, ASM International, 1° Ed., 2002.

[79] THAIWATTHANA, S.; LI, X. Y.; DONG, H.; BELL, T. *“Mechanical and Chemical Properties of Low Temperature Plasma Surface Alloyed 316 Austenitic Stainless Steel”*. Surface Engineering. Vol. 18, n°6, p. 140-144, 2002.

- [80] MARCEL, A. J.; SOMERS. *“Residual Stress Induced by Nitriding and Nitrocarburizing”*. Handbook on Residual Stress, Society for Experimental Mechanics, Inc. Vol. 1, 2^oEd., 2005.
- [81] Z. KOLOZVÁRY, S. C. PLASTERM. *“Residual Stress in Nitriding”*. Handbook of Residual Stress Deformation and of Steel. ASM International, 1^oed., 2002.
- [82] LOH, N. L.; SIEW, L. W. *“Residual Stress Profiles of Plasma Nitride Steels”*. Surface Engineering, Vol. 15, n^o2, 1999.
- [83] COSTA E SILVA, A. L.; MEI, P. R. *“Aços e Ligas Especiais”*. Eletrometal, cap.6, 1988.
- [84] ASM SPECIALTY HANDBOOK. *“Stainless Steel”*. 577 p., 1994.
- [85] BELL, T.; REES, T.; KOROTCHENKO, V. *“Industrial Application of plasma nitriding”*. IPAT, p. 230-237, 1977.
- [86] WIERZCHON, T. et al. *“Formation and proprieties of nitriding layers produced in plasma at a frequency between 10 and 60 kHz”*. Vacuum, Vol. 48, n^o6, p. 499-502, 1997.
- [87] ASM HANDBOOK. *“Surface Engineering”*. Vol. 5, 1039 p., 1994.
- [88] KUNRATH, A. O. *“Tratamentos Térmicos em Plasma: nitretação, cementação e carbonitretação”*. Caderno Técnico, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, RS, 1995.
- [89] American Society for Testing and Materials – ASTM / E 3 – 95. *“Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens”*. West Conshohoken, 2000.
- [90] PREVÉY, P. S. *“X-ray Diffraction Residual Stress Techniques”*. Metals Handbook. 10. Metals Park: American Society for Metals, 380-392, 1986.
- [91] OLIVEIRA, F.; SILVA, L. B.; FERREIRA, J. L. A.; ARAUJO, J. A. *“Estudo do Efeito da Presença de Tensão Média Sobre a Vida do Aço ASTM 743 CA6NM”*. Programa Eletronorte de Pesquisa e Desenvolvimento Tecnológico, Ciclo 2004/2005. Universidade de Brasília, Brasília – DF.
- [92] RAMOS, F. D. *“Influência das Tensões sobre a Difusão de Nitrogênio no Processo de Nitretação a Plasma”*. Dissertação de Mestrado em Engenharia, Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2003.

APÊNDICES

APÊNDICE A: RESULTADOS EXPERIMENTAIS COM AS TENSÕES DE FALHA E RESPECTIVAS VIDAS DE FADIGA DO AÇO CA6NM

Tensão (MPa)	Nº de Ciclos
353	8,50E+05
353	1,75E+06
353	2,11E+06
353	2,27E+06
364	5,06E+05
364	1,75E+06
400	3,21E+05
400	4,00E+05
400	4,21E+05
400	4,38E+05
400	5,05E+05
400	5,26E+05
400	5,63E+05
417	3,62E+05
417	5,05E+05
417	5,17E+05
417	8,34E+05
417	1,22E+06
417	4,67E+05
417	8,74E+05
417	1,55E+06
440	3,11E+05
440	2,60E+05
440	2,60E+05
440	2,62E+05
440	3,92E+05
440	2,92E+05
440	4,02E+05
440	4,31E+05
440	4,41E+05
463	9,29E+04
463	1,18E+05
463	1,47E+05
463	2,07E+05
463	3,34E+05
463	8,90E+04
463	1,99E+05
463	1,99E+05
492	1,17E+05
492	9,54E+04
492	1,04E+05
492	8,88E+04
509	5,51E+04
509	6,90E+04
509	7,80E+04
509	8,20E+04
509	9,42E+04

509	1,26E+05
509	4,61E+04
509	5,12E+04
509	5,60E+04
509	6,35E+04
509	7,06E+04
509	6,17E+04
509	9,89E+04
530	6,98E+04
530	4,33E+04
530	3,32E+04
530	6,96E+04
566	9,38E+03
566	2,42E+04
566	2,98E+04
566	3,31E+04
566	3,94E+04
566	5,50E+04

APÊNDICE B: RELATÓRIO DE TRATAMENTO TÉRMICO DO AÇO CA6NM FORNECIDO PELO PROVEDOR

KUAEVER S.C. I.M.G.B. S.A.		HEAT TREATMENT REPORT No. <u>63</u>				Customer: Order No.: <u>9894</u>
PRODUCT: P. O. :		HEAT TREATMENT				Specific No. <u>731/200184020</u>
MATERIAL Steel grade <u>CA6NM</u>	Dimensions	Heat treatment <u>B. D. T</u>	Heating		Cooling	
			T (°C) (hr. min)	T (°C) (°C/h)	in furnace (°C)	(°C)
		Multistaging		Specific No. <u>731/200184020</u>		
NOTES 1. Name of article: <u>RODINHA Ø40x4</u>						
2. Drawing No.: <u>TRV 148 Y032-2014-02</u>						
3. Heat number + article number: <u>3177 + 21616</u> <u>105 Y03-3</u>						
RECORD OF HEAT TREATMENT						
Prepared by: <u>Maria V. Lourenço</u>		Heat treatment shop: <u>este trabalho</u>		Date: <u>21.07.2007</u>		
(Signature and Stamp)						