

# TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇO AISI 316 NITRETADO<sup>1</sup>

*Vladimir Henrique Baggio-Scheid<sup>2</sup>*

*Antônio Jorge Abdalla<sup>3</sup>*

*Getúlio de Vasconcelos<sup>4</sup>*

## Resumo

Neste trabalho nos investigamos as propriedades do aço inoxidável AISI 316, submetido a tratamentos térmicos após o processo de nitretação a plasma. As amostras foram nitretadas a 550 °C durante 3h. Após a nitretação, os tratamentos térmicos foram realizados também a 550 °C em um forno a vácuo. A influência do tempo de aquecimento, variando de 1 a 16 h, nas propriedades superficiais foi investigada. As amostras foram caracterizadas através de testes de microdureza, microscopia eletrônica de varredura e difração de raios-X. O tratamento de nitretação a plasma resultou na formação de uma camada de compostos de 44 µm com 1420 HV<sub>0,1</sub> de dureza, apresentando predominantemente as fases  $\gamma'$  - [Fe<sub>4</sub>N] e CrN. Conforme esperado, houve um aumento da espessura da camada e uma redução da dureza superficial com o aumento do tempo de aquecimento. Entretanto, os perfis de microdureza mostraram que um pouco abaixo da superfície a dureza da camada aumenta para tempos de aquecimento mais longos. Novas fases, como Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> e FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> surgiram e se acentuaram com o tempo de pós-aquecimento.

**Palavras-chave:** Nitretação a plasma; Aço inoxidável austenítico; Tratamento térmico.

---

<sup>1</sup> 60° CONGRESSO ANUAL DA ABM, 25 A 28 de julho de 2005, Belo Horizonte

<sup>2</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial

<sup>3</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial

<sup>4</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial

## 1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis austeníticos, por conterem uma grande porcentagem de cromo, são amplamente utilizados como material de engenharia, especialmente devido à resistência à corrosão. Entretanto, devido à baixa dureza, estes materiais não são indicados para aplicações tribológicas, envolvendo desgaste. Os processos convencionais de nitretação e cementação, utilizados para endurecimento superficial, são inibidos, quando aplicados a estes aços, devido à presença de uma fina camada de óxido do cromo na superfície. Não obstante, existem dois processos comerciais que podem ser utilizados para melhorar as propriedades tribológicas dos aços inoxidáveis austeníticos: a costerização e a nitretação ou nitrocarbonetação a plasma [1,2]. O primeiro processo é um segredo industrial para a difusão de carbono a temperaturas baixas, da ordem de 400°C. As camadas, com espessuras de 10 a 30  $\mu\text{m}$ , atingem uma dureza superior a 1000 HV. No segundo caso, as peças são tratadas por meio de uma descarga luminescente contendo nitrogênio ou amônia e hidrogênio. Na nitrocarbonetação, além dos gases anteriores, também se adiciona ao processo pequenas quantidades de metano ou acetileno, visando aumentar a proporção da fase  $\epsilon$  do nitreto de ferro, mais resistente ao desgaste [3]. A nitretação a plasma destes materiais é possível porque os íons energéticos do plasma são capazes de remover a camada passivadora de óxido e expor a superfície do metal às espécies reativas da atmosfera nitretante.

Camadas de elevada dureza, superior a 1400 HV, são obtidas com a nitretação a plasma dos aços inoxidáveis austeníticos [2]. Entretanto, a formação de nitreto de cromo e de outras fases, como  $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N, age como uma barreira superficial que dificulta a difusão do nitrogênio [4]. A taxa de crescimento da camada pode ser aumentada com a temperatura. Entretanto, acima de 450°C o cromo dissolvido na matriz se precipita na forma de CrN e Cr<sub>2</sub>N reduzindo a resistência à corrosão [3,5]. Assim, camadas com dezenas de micra requerem várias horas de processo, encarecendo o tratamento. Uma alternativa mais econômica está na obtenção de uma camada difusa de 20 a 40  $\mu\text{m}$  e dureza superior a 1400 HV no reator a plasma, e depois, através de um tratamento térmico feito em um forno a vácuo ou em um forno de atmosfera controlada ou, até mesmo, em um forno convencional, estender o processo de difusão para aumentar a espessura da camada.

Neste trabalho apresentamos os resultados referentes ao processo duplex de nitretação a plasma e tratamento térmico do aço inoxidável austenítico 316. Foram realizadas caracterizações estruturais em amostras nitretadas, submetidas a diferentes tempos de aquecimento. Este tratamento oferece a possibilidade de obtenção de camadas duras mais espessas a um custo menor para os aços inoxidáveis austeníticos.

## 2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os corpos de prova utilizados neste trabalho foram feitos de aço inoxidável austenítico AISI 316 (composição: 16,0 – 18,0% de Cr, 10 - 14% de Ni, 2,0 – 3,0% de Mo, max. 2,0% Mn, max. 1,0% de Si e Fe em balanço). Amostras limpas e desengraxadas foram nitretadas no reator a plasma da empresa Metal Plasma, que

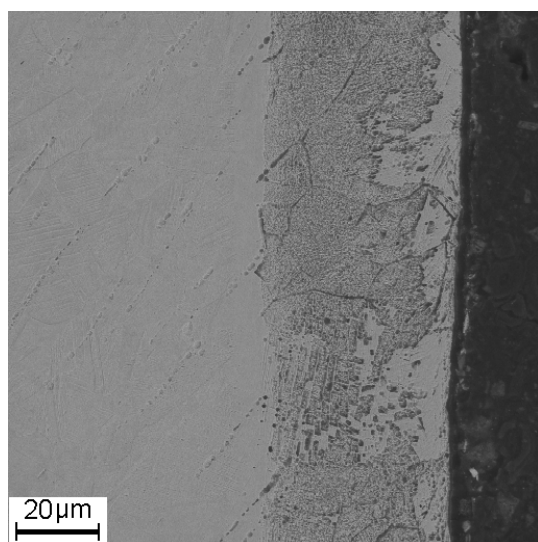
utiliza uma descarga estacionária pulsada. As amostras foram nitretadas por 3h a 550°C. Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno a Vácuo no Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial. As amostras foram aquecidas a 550°C por intervalos de tempo variando de 1 até 16 h.

As medidas de microdureza foram feitas com cargas de 100 e 200 gf. A camada superficial foi examinada por meio da difração de raios-X (XRD), usando-se a radiação  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ). A microestrutura das amostras foi analisada por meio de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (SEM).

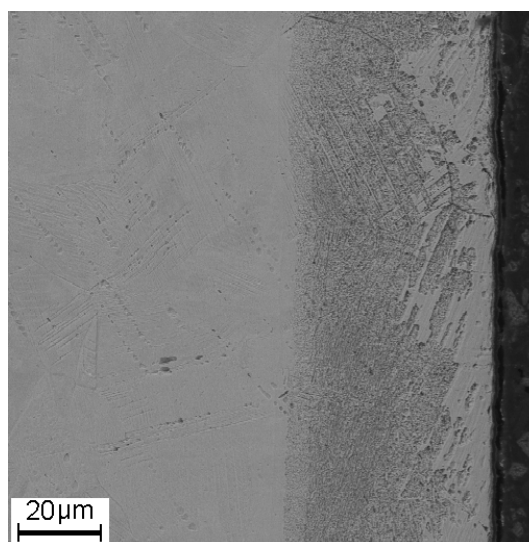
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Análise Microestrutural

A micrografia da seção transversal da amostra de aço AISI 316 nitretada é mostrada na Figura 1a. A camada de compostos, com uma espessura total de 44  $\mu\text{m}$ , é compacta e isenta de porosidades, como revelada através de ataque químico. Podemos identificar duas estruturas distintas. Na superfície, região mais clara, está uma camada formada predominantemente pelas fases  $\gamma'$  [ $\text{Fe}_4\text{N}$ ] e  $\text{CrN}$ . Esta camada se apresenta de forma irregular, mas é possível delimitá-la com uma espessura de aproximadamente 7  $\mu\text{m}$ . Abaixo desta camada superficial, estendendo-se até o substrato de aço, há uma subcamada grossa de  $\text{CrN}$  dispersa na fase austenítica  $\gamma$ -Fe, como mencionado no trabalho de Marchev [1]. Após o tratamento térmico algumas mudanças na microestrutura foram observadas. Na Figura 1b é mostrada a micrografia de uma amostra nitretada e, posteriormente, aquecida no forno a vácuo por mais 4 h. Neste caso, a espessura da camada de compostos aumentou para 49  $\mu\text{m}$ . Observa-se também que, com o aquecimento adicional de 4h, houve uma dispersão da camada superficial, resultando em uma espessura mais uniforme.



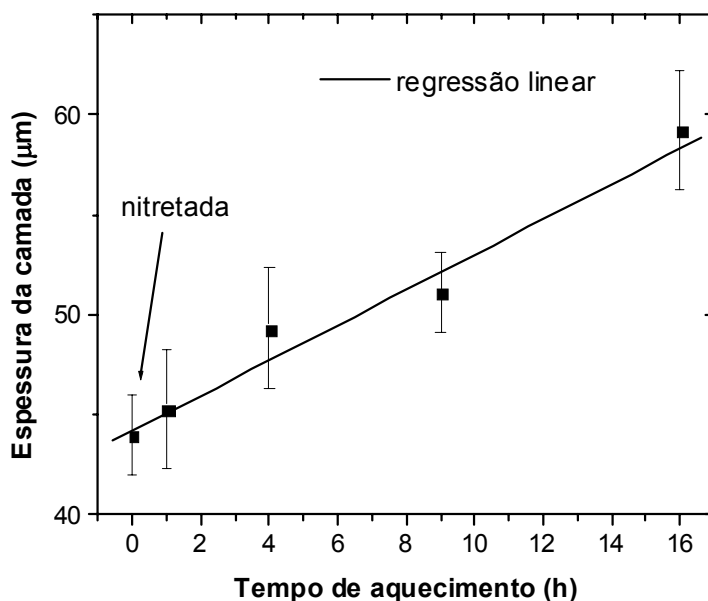
(a) nit-550°C



(b) nit-550°C / trat. term.-550°C

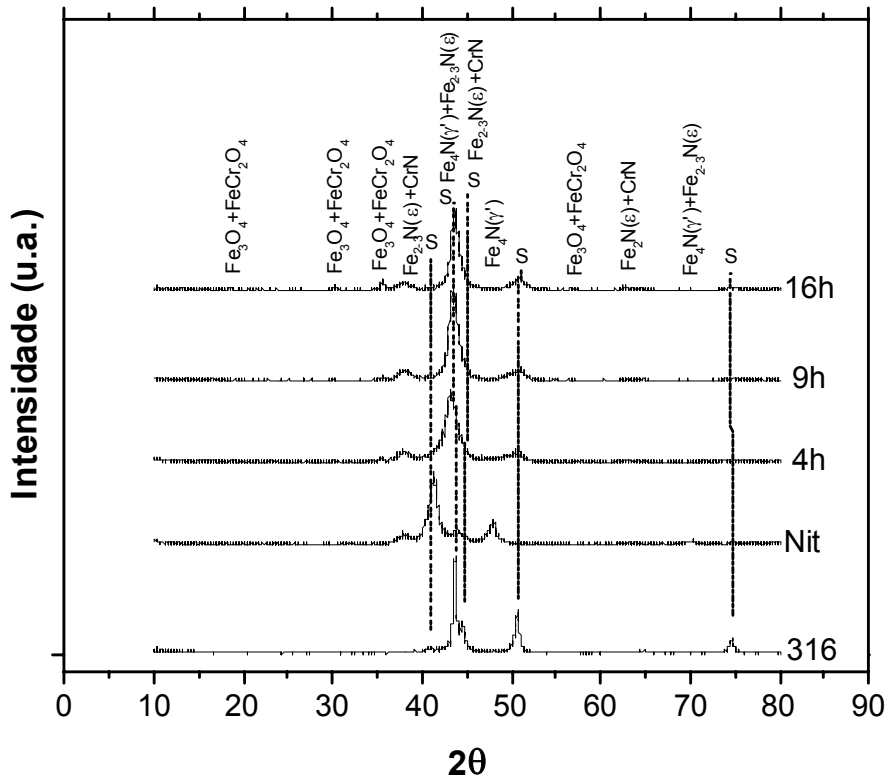
**Figura 1.** Micrografias da seção transversal do aço AISI 316, submetido ao processo de nitretação (a) e ao processo duplex de nitretação e tratamento térmico por 4h (b).

Na Figura 2 é mostrado o comportamento da espessura da camada com relação ao tempo de aquecimento. A espessura aumenta linearmente com o tempo de 44  $\mu\text{m}$  até 59  $\mu\text{m}$ , em 16 h de tratamento. Ajustando-se uma reta aos pontos experimentais encontramos uma taxa de crescimento de 0,88  $\mu\text{m}/\text{h}$ .



**Figura 2.** Espessura da camada em função do tempo de aquecimento.

Os picos do diagrama de difração de raios-X do aço AISI 316 foram identificados como sendo provenientes da estrutura  $\gamma$ -Fe, como pode ser visto na Figura 3. Os diagramas de XRD das superfícies nitretadas mostraram a ocorrência das fases  $\gamma'$  -  $[\text{Fe}_4\text{N}]$ , CrN e  $\varepsilon$  -  $[\text{Fe}_{2-3}\text{N}]$ . Após o tratamento térmico por 4 h em vácuo, os picos da fase  $\gamma'$  praticamente desaparecem, os picos do  $\gamma$ -Fe tornam-se novamente visíveis, enquanto os picos das fases CrN e  $\varepsilon$  -  $[\text{Fe}_{2-3}\text{N}]$  aumentam ligeiramente. Entretanto, nenhuma reflexão da fase  $\alpha$  bcc, como mencionado por Menthe [2], foi observada. Com o tempo adicional de difusão promovido pelo tratamento térmico o nitrogênio penetrou mais fundo no aço e formou mais precipitados de CrN. O crescimento dos picos do  $\gamma$ -Fe com o tempo de aquecimento é um bom indicador de que esta fase já estava presente na subcamada, formada durante a nitretação. A presença da fase  $\gamma$ -Fe na camada de aços austeníticos nitretados acima de 550°C, como observado por, Marchev [1], deve ser causada pela perda de cromo, devido à formação de CrN. Para longos tempos de aquecimento, novas fases, como  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ , surgem e se intensificam, enquanto a fase  $\gamma'$  se transforma em  $\gamma$ -Fe e CrN.

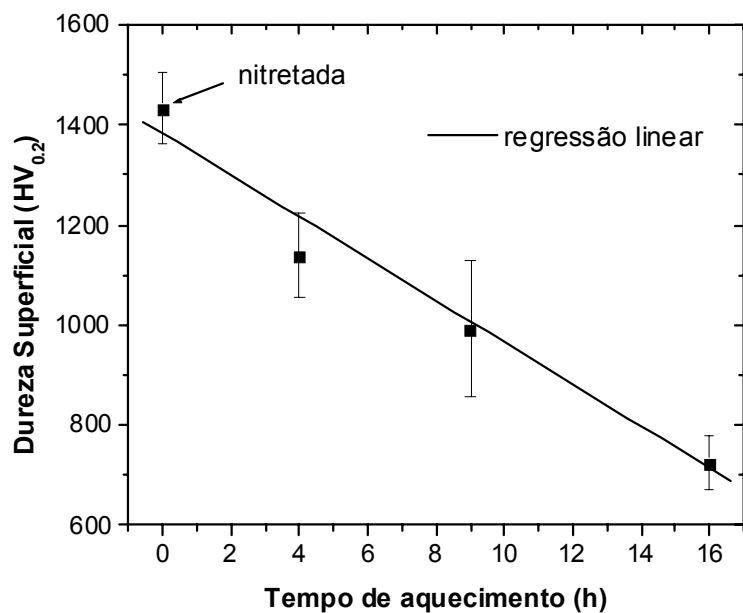


**Figura 3.** Difratoqramas de XRD de amostras de aço AISI 316, sem tratamento, nitretada por 3h a 550°C e após tratamentos térmicos em diferentes intervalos de tempo.

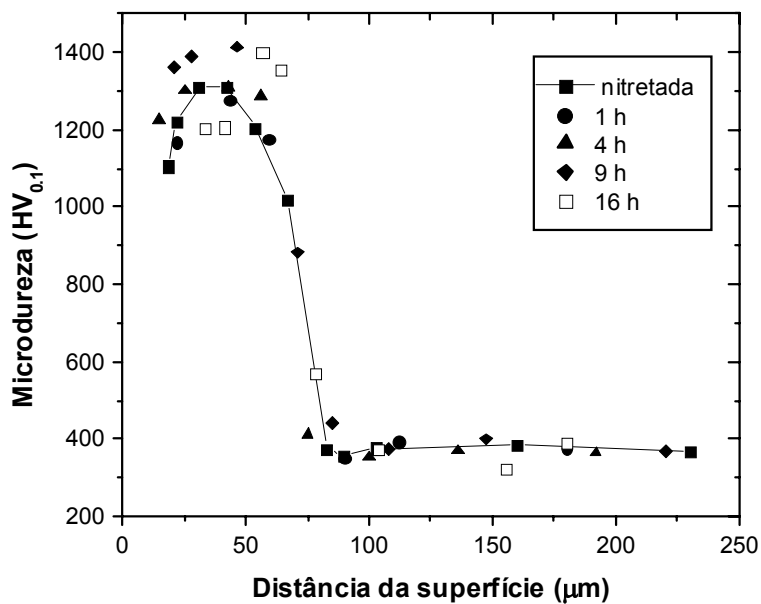
### 3.2 Análise da Microdureza

As medidas de microdurezas superficiais referentes às amostras submetidas aos processos de nitretação e nitretação seguida de tratamento térmico são mostradas na Figura 4. Houve uma redução da dureza superficial de 1434 HV, da amostra nitretada, para 991 HV, após 16 h de aquecimento a 550°C. Ajustando-se uma reta aos pontos experimentais encontramos uma taxa de variação da dureza com o tempo de pós-aquecimento de - 42 HV/h. Esta redução ocorreu, provavelmente, devido à transformação da fase  $\gamma'$  -  $[\text{Fe}_4\text{N}]$  em  $\gamma$ -Fe e ao aparecimento das novas fases  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  e  $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ , observada nos difratogramas de XDR.

Os perfis de microdureza são mostrados na Figura 5. Todos os perfis apresentaram um máximo um pouco abaixo da superfície, entre 30 e 40  $\mu\text{m}$ . Para tempos de aquecimento até 4 h, não houve nenhuma alteração na dureza da camada. Entretanto, durezas até 100 HV maiores foram obtidas para os tempos de aquecimento de 9 e 16h. Provavelmente, este aumento de dureza tenha ocorrido devido ao aumento de CrN, resultante da transformação da fase  $\gamma'$  para longos tempos de aquecimento.



**Figura 4.** Microdureza superficial de amostras de aço AISI 316 nitretadas a 550°C por 3 h e tratadas termicamente em diferentes intervalos de tempo.



**Figura 5.** Perfis de microdureza Vickers de amostras de aço AISI 316 nitretadas e tratadas termicamente em diferentes intervalos de tempo.

## 4 CONCLUSÃO

O processo duplex de nitretação a plasma por 3 h a 550°C e tratamento térmico em um forno a vácuo a 550°C do aço inoxidável austenítico AISI 316 resultou em um aumento da espessura da camada de 44  $\mu\text{m}$  para 59  $\mu\text{m}$  e uma redução da dureza superficial de 1434 HV, da amostra nitretada, para 991 HV, após 16 h de aquecimento a 550°C. Em ambos os casos, foi observada uma variação linear das grandezas como o tempo de aquecimento. Embora, à primeira vista, esta redução de dureza possa parecer prejudicial para aplicações tribológicas, uma conclusão definitiva só poderá ser tirada depois da realização de testes de desgastes. Se por um lado houve uma redução na dureza superficial, por outro lado, houve um aumento de dureza no interior da camada, para tempos de aquecimento superiores a 4 h, acompanhado de um aumento na espessura da camada. A formação de óxidos, juntamente com a recuperação da fase austenítica  $\gamma\text{-Fe}$  na superfície, deve contribuir tanto para uma redução do coeficiente de atrito, como para um aumento da resistência ao desgaste, que podem influenciar positivamente em aplicações tribológicas.

Este trabalho demonstrou a viabilidade de obtenção de camadas duras mais espessas a um custo menor para os aços inoxidáveis austeníticos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 Marchev, K., Cooper, C.V., Blucher, J.T., Giessen, B.C., Surf. Coat. Technol. 99 (1998) 225-228.
- 2 Menthe, E., Rie, T.-K., Surf. Coat. Technol. 116-119 (1999) 199-204.
- 3 Lee, S.Y., Chung, J.W., Kim, B.K., Han, J.G., Kim, S.S., Surf. Coat. Technol. 86/87 (1996) 325-331.
- 4 Borges, C.F.M., Hennecke, S., Pfender, E., Surf. Coat. Technol. 123 (2000) 112-121.
- 5 Samandi, M., Shedden, B.A., Smith, D.I., Collins, C.A., Hutchings, J., Tendys, J., Surf. Coat. Technol. 59 (1993) 261.

# THERMAL POST-TREATMENT OF NITRIDED AISI 316 STAINLESS STEEL<sup>5</sup>

*Vladimir Henrique Baggio-Scheid<sup>6</sup>*

*Antônio Jorge Abdalla<sup>7</sup>*

*Getúlio de Vasconcelos<sup>8</sup>*

## **Abstract**

In this work we investigate the structures of plasma nitrided AISI 316 stainless steel after heating post-treatments. The samples were nitrided at 550 °C during 3 h. After nitriding, heating post-treatments were made in a vacuum furnace, also at a temperature of 550 °C. The influence of the heating time, ranging from 1 up to 16 h, on the surface properties was investigated. The samples were characterized using microhardness testing, scanning electron microscopy and X-ray diffraction. The nitriding treatment results in a compound layer of 44 μm with a hardness of 1420 HV<sub>0.1</sub>, consisting predominantly of γ' - [Fe<sub>4</sub>N] e CrN phases. As expected, an increase of the compound layer thickness and a decrease of the surface hardness with heating time were observed. However, the microhardness profiles shown that beneath the surface the layer hardness increases for long treatment times. New phases as Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and FeCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub> appear and grow with increasing heating time.

**Key-words:** Plasma nitriding; Austenitic stainless steel; Heat treatment.

---

<sup>5</sup> 60° CONGRESSO ANUAL DA ABM, 25 A 28 de julho de 2005, Belo Horizonte

<sup>6</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial

<sup>7</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial

<sup>8</sup> Pesquisador, Instituto de Estudos Avançados do Centro Técnico Aeroespacial