

USO DE ENSAIOS DE MICROESCLEROMETRIA INSTRUMENTADA NO ESTUDO DAS PROPRIEDADES DA AUSTENITA EXPANDIDA¹

Fernando Luís Sato²
Luis Armando Espitia Sanjuan³
Carlos Eduardo Pinedo⁴
André Paulo Tschiptschin⁵

Resumo

Ao submeter sistemas mecânicos tradicionais a condições cada vez mais severas de aplicação, os constantes avanços tecnológicos têm demandado soluções criativas, de alto desempenho e custo compatível, capazes atender à necessidade de resistência a carregamentos e temperaturas maiores, sem prejuízo da durabilidade e propriedades requeridas pelo projeto. A combinação de características muitas vezes conflitantes tem se mostrado factível nos estudos da Engenharia de Superfície sobre as relações entre microestrutura e propriedades de camadas superficiais de diferentes naturezas. Alguns tratamentos térmicos, como os baseados em plasma, podem produzir camadas que atendam as mais recentes demandas. Este trabalho se propõe a discutir algumas características inerentes à austenita expandida, por meio de resultados obtidos em ensaios de microesclerometria instrumentada, analisados com base no riscamento da superfície de amostras de aço AISI 316, nitretadas a plasma, e efeitos associados ao evento. Os testes foram realizados aplicando-se cargas crescentes até 20 N. Observou-se que o coeficiente de atrito determinado no ensaio tendeu para 0,1 na austenita expandida, enquanto o mesmo ensaio levado a efeito no substrato austenítico essa estabilização não ocorreu. Diferentemente do comportamento observado em ensaios esclerométricos de camadas cerâmicas depositadas, não foi observado deslocamento da camada de austenita expandida formada durante a nitretação.

Palavras-chave: Esclerometria; Austenita expandida; Fase-S; Aço inoxidável.

USE OF INSTRUMENTED MICROSCRATCH TESTS FOR STUDY OF EXPANDED AUSTENITE PROPERTIES

Abstract

The mechanical systems being designed nowadays operate in ever more severe conditions, sustaining high applied loads, higher temperatures, greater sliding speeds and much more severe environments. The combination of usually conflicting properties is required in order to achieve higher productivity, high power efficiency, low energy consumption and low levels of emissions. The design of these mechanical systems involve the combination of properties such as low friction, high wear resistance, high load bearing capacity and fatigue resistance. Plasma based surface treatments can produce tribological layers that fulfill these more demanding requirements. Instrumented microscratch tests were carried out in a low temperature plasma nitrided AISI 316 stainless steel. The expanded austenite surface layer, obtained after plasma nitriding at 400°C for 12 hours in a 3N₂:H₂ plasma atmosphere, was mechanical and tribological tested in an instrumented scratch testing equipment. The friction coefficient of the expanded austenite layer was near 0,1 much smaller than the one observed for the fully austenitic matrix. The expanded austenite layer did not delaminate from the substrate as is usually observed in similar tests of hard ceramic coatings.

Key words: Microscratch; Expanded austenite; S-Phase; Stainless steel.

¹ Contribuição técnica ao 67^o Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Eng. Mecânico e mestrando, Depto. de Eng. Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica (Poli), Universidade de São Paulo (USP), Brasil.

³ Eng. Metalurgista e mestrando, Depto. de Eng. Metalúrgica e de Materiais, Poli, USP, Brasil.

⁴ Doutor em Metalurgia, Diretor Técnico, Heat Tech – Tecnologia em Tratamento Térmico e Engenharia de Superfície.

⁵ Prof. Doutor em Metalurgia, Depto. de Eng. Metalúrgica e de Materiais, Poli, USP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os constantes avanços tecnológicos têm demandado melhores desempenhos dos sistemas mecânicos, submetidos a condições cada vez mais severas de aplicação.⁽¹⁾ Resistir a carregamentos e temperaturas maiores, sem prejuízo das propriedades tribológicas ou da durabilidade previstas em projeto, constituem alguns dos desafios diários da engenharia de superfícies.

O estudo das relações entre a microestrutura e as propriedades dos materiais é a chave para possibilitar a combinação de características mecânicas muitas vezes conflitantes, tais como elevadas dureza, tenacidade e resistência à corrosão combinadas com coeficiente de atrito baixo. Alguns desses arranjos de propriedades podem ser obtidos por meio de tratamentos térmicos superficiais, já que possibilitam o uso conjunto de características, normalmente distintas, tanto do metal base quanto da camada superficial. As técnicas baseadas no uso de plasma são bons exemplos de tratamentos térmicos usados para essa finalidade, pois têm se mostrado viáveis para a produção de camadas superficiais que atendam, de forma controlada e econômica, as recentes demandas dos sistemas mecânicos mais modernos.

Em meados da década de 1980, ao submeter aços inoxidáveis a tratamentos termoquímicos assistidos por plasma, notou-se que a adição de intersticiais, como carbono e/ou nitrogênio, em níveis muito acima do limite de solubilidade da fase, produzia uma expansão da estrutura cristalina que acabava por adquirir propriedades peculiares, como elevadas dureza e resistência à corrosão. Essa nova estrutura, uma solução sólida formada na zona de difusão, foi posteriormente denominada austenita expandida ou fase-S. Desde então, essa estrutura metaestável, isenta de precipitados, vem sendo investigada, não apenas no que se refere às suas propriedades, mas também à sua natureza.

Apesar do sistema formado pela camada de austenita expandida sobre a matriz austenítica do aço AISI 316 se assemelhar aos de recobrimentos cerâmicos depositados sobre matrizes metálicas, ferramentas de análise já consolidadas no estudo desses recobrimentos, tais como o ensaio de microesclerometria instrumentada (*scratch test*), já normatizado, não podem ter os resultados diretamente aplicados na avaliação do comportamento tribológico em trabalho. Entretanto, não foram encontradas na literatura referências específicas sobre a utilização desse tipo de teste na análise da camada de austenita expandida sobre a matriz metálica que a suporta.

Este trabalho se propõe a estudar características inerentes à austenita expandida por meio dos resultados obtidos nos ensaios de microesclerometria instrumentada, analisando as propriedades do riscamento produzidos na superfície de amostras nitretadas a plasma em baixa temperatura, com formação de austenita expandida. Características geométricas do sulco resultante e emissão acústica registrada durante os ensaios são usadas como dados complementares às demais técnicas de análise, objetivando ampliar os conhecimentos relativos à austenita expandida.

1.1 Engenharia de Superfície

A engrenagem talvez seja um dos mais tradicionais elementos de máquina utilizados na construção de dispositivos mecânicos. Por detrás da aparente simplicidade conceitual, entretanto, existe uma intrincada interrelação entre a concepção do componente e as propriedades do material utilizado em sua fabricação. Assim, não

apenas a distribuição de cargas deverá ser considerada pelos projetistas, mas também a resposta do material às solicitações dinâmicas de trabalho.

Dependendo da complexidade do sistema mecânico, algumas combinações de propriedades requeridas de seus componentes são dificilmente reunidas em um único material homogêneo. Nos aços carbono, a elevação da dureza costuma ser acompanhada por proporcional queda na tenacidade, fenômeno que prejudica o melhor desempenho de uma engrenagem fabricada nesse material, por exemplo. A saída encontrada pelos engenheiros, então, foi a de modificar o metal diferentemente nas distintas regiões. Os tratamentos térmicos de cementação e/ou nitretação a que muitas engrenagens são submetidas hoje, buscam exatamente isso: criar uma camada superficial bastante dura e resistente ao desgaste, ao mesmo tempo em que conservam a tenacidade do núcleo, possibilitando à peça absorver, sem danos, eventuais impactos na sua utilização.

Os avanços nas áreas de engenharia de superfícies e de tribologia — estudo dos fenômenos de superfícies em interação durante movimento relativo — possibilitou a obtenção de ganhos significativos de desempenho de sistemas mecânicos através da diminuição do coeficiente de atrito e das taxas de desgaste, por meio de tratamentos de superfície de componentes mecânicos por processos assistidos por plasma. A engenharia de superfície funciona como ferramenta, tanto para a compreensão dos fenômenos envolvidos nessas interações quanto para a previsão teórica das propriedades produzidas por transformações superficiais ainda em estudo ou desenvolvimento.

Segundo Holmberg,⁽²⁾ as propriedades e parâmetros funcionais da superfície e do substrato do material podem ser encarados como um sistema composto a ser otimizado para o maior rendimento possível. Essa ideia reflete a filosofia fundamental da engenharia de superfície na busca por um desempenho do sistema superfície-substrato superior ao de seus componentes considerados individualmente.

1.2 Nitretação por Plasma

O processo de nitretação consiste, basicamente, no enriquecimento superficial do metal por nitrogênio, em sua forma atômica, promovido por um tratamento térmico específico. Com reduzido raio atômico, o nitrogênio tende a ocupar os interstícios da estrutura cristalina e migrar, por difusão, para o interior do material, alterando as características físico-químicas em função de sua concentração. Especialmente nos aços inoxidáveis, a opção pelo nitrogênio, ao invés do carbono, como elemento de liga se deve à menor tendência de se combinar com o cromo da matriz metálica, característica que melhora as propriedades mecânicas e termo-químicas do metal, sem grandes prejuízos da resistência à corrosão.

Tradicionalmente, os processos de nitretação gasosa aplicados aos aços inoxidáveis utilizam temperaturas na faixa dos 500°C, sob atmosfera nitretante-redutora obtida a partir da dissociação de gás amônia. Uma das vantagens dessa técnica é a supressão da passivação superficial devido à presença redutora do hidrogênio, sem a necessidade de uma etapa prévia, específica para esse fim. A desvantagem, entretanto, é a formação de uma fina camada de nitretos de ferro na superfície, denominada camada branca, bastante dura e frágil. Apesar de sua alta resistência à corrosão, conferida pelos nitretos estáveis que a compõe, a camada branca diminui as possibilidades de aplicação do produto final, pois apresenta uma aderência insatisfatória ao substrato.

Outros processos convencionais de nitretação também apresentam problemas, como a demanda intensiva por temperaturas elevadas, necessária para criar uma cinética de difusão capaz de produzir uma camada com características satisfatórias dentro de um tempo razoável de tratamento. Essas temperaturas mais altas, no entanto, também favorecem a formação de compostos mais estáveis de nitrogênio, como os nitretos de cromo que precipitam na matriz metálica, reduzindo o teor de cromo disponível para a passivação da superfície e, conseqüentemente, prejudicando a resistência à corrosão do material.

Com os recentes avanços tecnológicos, processos alternativos, antes inviáveis, vêm se destacando como opções capazes de ir além das limitações impostas pelas vias tradicionais. A nitretação por plasma, por exemplo, patenteada no início da década de 1930 por um novo-iorquino chamado John J. Egan, acabou se tornando industrial e comercialmente relevante apenas no final do século XX.⁽³⁾

O método registrado por Egan se utilizava de alta voltagem sob pressão atmosférica o que dificultava sensivelmente o controle do processo devido à formação de arco e faíscas. Em 1932, um novo método, que chamou de descarga brilhante (*glow discharge*), aplicado à nitretação foi desenvolvido pelo físico alemão, Dr. Wehnheldt, que também enfrentou sérios problemas para controlar o processo adequadamente. Associou-se, então, ao Dr. Bernhard Berghaus que patenteou um tratamento realizado a baixas pressões, consideravelmente mais controlado e estável.

Apesar dos avanços, o processo ficou em suspenso por um longo período, devido às limitações tecnológicas que inviabilizavam sua adoção industrial, até ser redescoberto no final do século passado. Desde então, constantes progressos científicos vêm tornando as técnicas baseadas em plasma cada vez mais acessíveis, ao ponto de, atualmente, permitir a concorrência com outras técnicas já consolidadas no mercado.

A nitretação a plasma é, em geral, realizada em câmaras mantidas a pressões entre 1.000 Pa e 100 Pa, sob atmosfera formada, basicamente, por nitrogênio e hidrogênio. Pressão e temperatura são ajustadas de acordo com o tratamento desejado. Aplicam-se tensões entre 200 V e 1.000 V que geram a diferença de potencial mantida entre a peça (cátodo) e a carcaça do forno (ânodo). A corrente é fornecida por uma fonte pulsada, em forma de onda quadrada, com duração entre 50 μ s e 200 μ s, repetindo-se em ciclos de 50 μ s a 2.000 μ s. A ocorrência do plasma é marcada por uma descarga brilhante (*glow discharge*), onde os íons de nitrogênio, positivamente carregados, são gerados e acelerados até a superfície do metal. Parte da energia resultante do processo é convertida em calor, auxiliando a difusão do elemento no interior do metal.

Um das principais vantagens do processo a plasma é o controle preciso de seus parâmetros e, conseqüentemente, das propriedades metalúrgicas que se deseja conferir ao material. Contrariamente a alguns dos métodos tradicionais que demandam etapas prévias para eliminação da passivação, inerente aos aços inoxidáveis, esse processo também permite a eficiente remoção do filme de óxido por um plasma de hidrogênio puro de alta intensidade que funciona como ativador da superfície para a posterior etapa de nitretação. A técnica baseada em plasma é, atualmente, o único processo industrial com condições cinéticas aceitáveis⁽⁴⁾ para se promover a difusão do nitrogênio, mesmo em temperaturas mais baixas, em torno de 400°C, até uma profundidade adequada, dentro em um período de tempo razoável.

Outro benefício advindo do processo a plasma é a possibilidade de se obter soluções sólidas com altíssima concentração de nitrogênio, muito superior às obtidas nos processos tradicionais que utilizam amônia gasosa ou banho líquido de

sais. Como a solubilidade do nitrogênio⁽⁵⁾ é relativamente baixa na austenita, aproximadamente 0,4%, e ainda menor na ferrita, aproximadamente 0,08%, as demais rotas levam, invariavelmente, à formação de nitretos frequentemente indesejáveis pelos motivos discutidos anteriormente. A utilização do plasma, porém, é capaz de produzir camadas com concentrações de nitrogênio centenas de vezes acima do limite de solubilidade, sem qualquer precipitação de compostos de nitrogênio na matriz metálica.⁽⁶⁾ Nessa condição, a solução sólida, supersaturada e metaestável, que se forma adquire características mecânicas e físico-químicas peculiares, constituindo-se em uma nova fase, atualmente conhecida como austenita expandida ou fase-S.

1.3 A Austenita Expandida ou Fase-S

O nitrogênio em solução sólida, tanto na ferrita quanto na austenita, distorce fortemente o reticulado cristalino, aumentando a dureza dessas fases. A presença de fortes formadores de nitreto, como cromo, manganês, vanádio etc., tende a aumentar a solubilidade do nitrogênio, permitindo a formação de fases metaestáveis com excelentes propriedades mecânicas em temperatura ambiente. Conforme anteriormente explicado, a tentativa de se elevar ainda mais a concentração do elemento, usando métodos tradicionais de nitretação, geralmente resulta na precipitação dispersa e coerente de nitretos na matriz metálica. A consequente associação a outros elementos disponíveis na liga, especialmente o cromo, provoca efeitos indesejáveis nas propriedades finais do material, tal como significativa redução da resistência à corrosão.

Sob condições especiais de tratamento, como no caso da nitretação por plasma em baixas temperaturas, a matriz austenítica se torna supersaturada em nitrogênio, chegando a teores da ordem de 25%at.⁽⁷⁾ Em solução sólida, ou seja, sem qualquer precipitação de nitretos de cromo no interior da matriz metálica, as propriedades mecânicas superficiais do aço inoxidável podem ser muito melhoradas, sem prejuízo significativo de sua resistência à corrosão, possibilidade cientificamente verificada em meados da década de 1980.

Segundo Dong,⁽⁷⁾ ao estudar os padrões de difratometria de raios-x, obtidos a partir de análises da nova fase, formada nos aços AISI 304 nitretados a 400°C, Ichii e colaboradores constataram a existência de cinco novos picos, deslocados para ângulos de difração menores quando comparados aos característicos da fase austenítica. Como os novos picos não estavam listados no índice JCPDS, foram, arbitrariamente, chamados de S1 a S5, levando seus autores a cunharem, naturalmente, o termo “fase-S” para se referirem a esse gráfico.

Alguns anos mais tarde, Leyland e colaboradores usaram, pela primeira vez, o termo “austenita expandida” para denominar a nova fase que acreditavam ser resultado da expansão da estrutura austenítica, cúbica de face centrada, causada pela presença maciça de átomos de nitrogênio em seus interstícios. Apesar de ainda ter recebido outros nomes, como fase-M,⁽⁸⁾ e de não ser formada, necessária e exclusivamente, a partir da austenita, fase-S e austenita expandida são as duas denominações mais aceitas atualmente.

Desde então, a fase vem sendo estudada por diversos pesquisadores ao redor do mundo e, apesar do inegável avanço científico, muitas de suas características e propriedades não puderam ser totalmente compreendidas. Depreende-se da literatura pesquisada, entretanto, a existência de certo consenso em torno de algumas características principais: trata-se de uma fase supersaturada, isenta de

precipitados e com elevada resistência mecânica. Pode ser formada a partir da nitretação, carbo-nitretação e cementação realizadas em baixas temperaturas com auxílio de processos a plasma.

A significativa distorção do reticulado, as elevadas tensões residuais e a grande quantidade de defeitos cristalinos associados ao desenvolvimento da fase, conferem à solução sólida resultante uma elevada dureza e excelente resistência à abrasão. Segundo indicam alguns trabalhos,^(7,9) a formação da fase-S não requer a existência prévia de uma base metálica exclusivamente austenítica, porém essa condição favorece seu desenvolvimento. Quanto à composição química da liga nitretada, certa quantidade de elementos formadores de nitretos ou carbonetos, tais como o cromo, vanádio, titânio etc., é fundamental para a formação da austenita expandida. Outros elementos como o níquel, que diminuem a solubilidade do nitrogênio na liga, contribuem para estabilizar a austenita e a fase-S, além de atrasar a formação de nitretos na temperatura de tratamento em torno dos 400°C.⁽¹⁰⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Amostras

A amostra de aço AISI 316 foi confeccionada na forma de disco com 25 mm de diâmetro por 5 mm de espessura (Figura 1). Após acabamento dado por lixa de grana 600, as peças foram submetidas a tratamento de nitretação a plasma durante 12 h. Adotou-se uma temperatura de tratamento de 400°C e uma composição atmosférica formada por três partes de nitrogênio para cada parte de hidrogênio. O tratamento foi realizado nas instalações comerciais da empresa Heat Tech Ltda. que dispõe de um forno fabricado pela alemã Eltropuls GmbH, com capacidade máxima de 500 kg e câmara de 400 mm de diâmetro, na base, por 850 mm de altura.

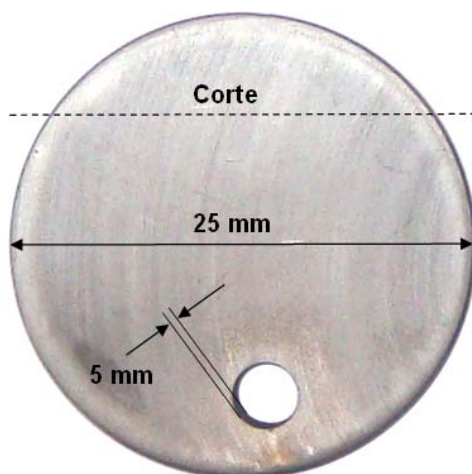


Figura 1. Esquema de corte e dimensões das amostras nitretadas utilizadas.

Para a confirmação da presença de austenita expandida, a amostra foi levemente polida com pasta de diamante de 6 μm e submetida à análise difratométrica, por varredura contínua simples, usando equipamento X'PERT com radiação de Cu-K α (KV/mA tubo: 40-40). A varredura foi feita com ângulos de 20° até 120° com passo de 0,02°, ao longo de 100 segundos.

Para análise da seção transversal, foi realizado um corte com disco diamantado, preservando-se o resto da amostra para a conclusão dos demais ensaios

mecânicos. A seção da amostra foi embutida e, após lixamento progressivo até lixa 600, foi polida com pasta de diamante de 6 μm , 3 μm e 1 μm . Para revelação da microestrutura, foi usado ataque químico com reagente Vilella, antes da observação metalográfica.

Para análise microscópica, foram utilizados microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX60M, e microscópio eletrônico de varredura, modelo Quanta 450 de fabricação FEI.

As medições de dureza superficial, realizadas diretamente sobre a superfície levemente polida, foram realizadas com um durômetro Vickers da marca Zwick, modelo 3212, com carga de 200 g. As medidas foram obtidas em diferentes pontos, distantes entre si, em apenas uma das faces da amostra.

2.2 Ensaio de Microesclerometria Instrumentada

O ensaio de riscamento instrumentado, ou microesclerometria instrumentada, consiste no deslizamento de um penetrador de diamante, Rockwell C, sobre a superfície testada, aplicando-se uma força normal conhecida. À medida que se desloca, sensores em duas direções (X e Z) indicam as tensões reativas, incidentes na ponta, que são registradas a uma frequência pré-definida, em um computador conectado ao equipamento. Além da força aplicada, são também configuráveis a extensão do traçado e a velocidade do riscamento.

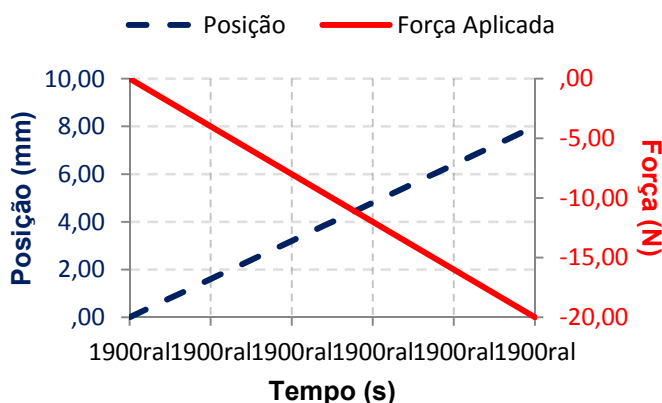


Figura 2. Equipamento e esquema de teste usado para o ensaio de microesclerometria instrumentada.

O equipamento utilizado foi um UMT Multi-Specimen Test System (Figura 2). Os dados podem ser exibidos em tempo real ou armazenados para futuro tratamento no microcomputador que controla o equipamento. Também na Figura 2 pode ser visto o esquema de teste escolhido para a realização dos ensaios de microesclerometria. A ponta cônica de diamante, com ângulo de vértice de 120° e raio de 200 μm , é inicialmente posicionada sobre a superfície da amostra e movimentada linearmente, a uma velocidade constante de aproximadamente 0,16 mm/s, durante 50 s, produzindo um risco com cerca de 8 mm de extensão. No decorrer do teste, foram registradas as forças normal e tangencial produzidas, bem como o coeficiente de atrito e a emissão acústica.

3 RESULTADOS

A análise por difratometria confirmou a presença de austenita expandida, conforme mostrado no padrão apresentado na Figura 3. Pode-se observar que os picos característicos dos planos (111) e (200) da estrutura cúbica de face centrada da matriz austenítica do aço AISI 316 aparecem ao lado dos picos (com maior intensidade) deslocados e alargados, próprios da austenita expandida. Como a medição foi realizada diretamente sobre a camada polida, com cerca de 5 μm de espessura, ambos os picos de austenita aparecem no resultado da difratometria, uma vez que o volume de amostragem na incidência dos raios X engloba ambas as fases.

Considerando o comprimento de onda do Cu- $K\alpha$, $\lambda = 0,15419 \text{ nm}$, e a simetria convencional Bragg-Brentano ($\theta/2\theta$), pode-se calcular os parâmetros de rede relativos aos planos identificados nos padrões de difratometria. Da Lei de Bragg, sabe-se que $n\lambda = 2d \cdot \text{sen}\theta$, onde $n = 1$, d a distância interplanar e θ o ângulo de incidência dos raios-x. Combinando $d = \lambda/2\text{sen}\theta$ à relação $a^2 = (h^2+k^2+l^2) \cdot d^2$, sendo h , k e l os índices de Miller dos planos cristalinos considerados, pode-se calcular o parâmetro de rede da célula cristalina pela fórmula $a = (h^2+k^2+l^2)^{1/2} \cdot (\lambda/2\text{sen}\theta)$. Os valores calculados são apresentados na Tabela 1.

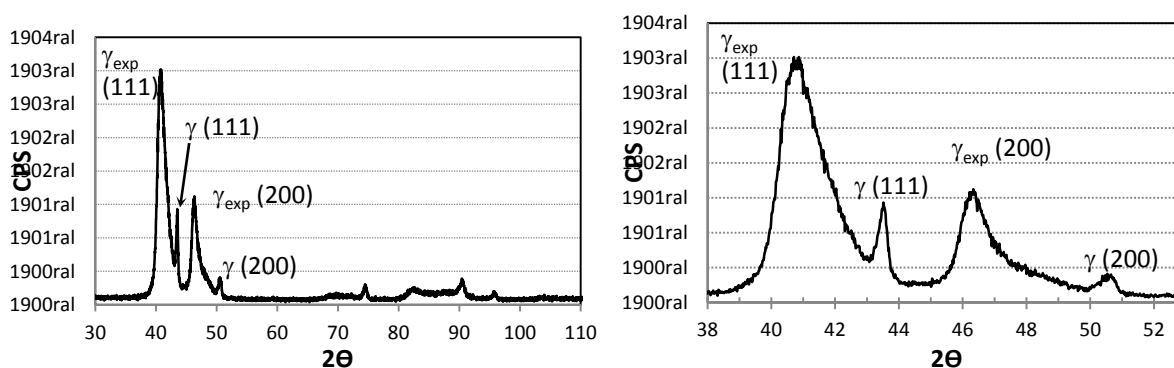


Figura 3. Padrões de difratometria, mostrando os picos dos planos (111) e (200) característicos da austenita. Os de maior intensidade e mais largos indicam a presença da austenita expandida.

Tabela 1. Valores usados no cálculo dos parâmetros de rede da austenita

Fase	h	k	l	2 θ	θ (rad)	sen θ	λ (nm)	n	d (nm)	a (nm)
γ_{exp} (111)	1	1	1	40,79	0,355960	0,348490	0,154190	1	0,221226	0,383174
γ (111)	1	1	1	43,51	0,379696	0,370638	0,154190	1	0,208006	0,360277
γ_{exp} (200)	2	0	0	46,14	0,402647	0,391855	0,154190	1	0,196743	0,393487
γ (200)	2	0	0	50,38	0,439648	0,425621	0,154190	1	0,181135	0,362270

A diferença entre os parâmetros de rede da austenita e da austenita expandida podem ser usados para calcular o teor de nitrogênio presente na camada, usando a equação proposta por Picard et al.,⁽¹¹⁾ $a_{\gamma_{\text{exp}}} = a_{\gamma} + AC_N$, onde A é a constante de Vegard, $A = 0,00078 \text{ nm}$, e C_N o percentual atômico de nitrogênio no ferro. Isolando-se a concentração, $C_N = (a_{\gamma_{\text{exp}}} - a_{\gamma})/A$, vem que $C_N = (0,383174 - 0,360277)/0,00078 = 29,4 \text{ at\%}$. Conforme esperado, o teor de nitrogênio em solução sólida supersaturada supera em ordens de grandeza seu limite de solubilidade na austenita.

Analisando-se metalograficamente a seção transversal, é possível verificar a presença da camada superficial de austenita expandida, assim como alguns de seus

aspectos e dimensões. Homogeneamente formada ao longo de toda superfície nitretada, isenta de nitretos precipitados, a camada, com cerca de 5 μm de espessura, estrutura-se sobre o substrato 100% austenítico. Outra fina camada, possivelmente de austenita expandida produzida pelo carbono do material, pode ser vista na interface de transição entre a matriz e a camada superficial.

Pode-se observar também, na seção transversal da camada, que alguns contornos de grão se estendem da matriz à superfície, confirmando a formação da camada nitretada por difusão de nitrogênio, a partir da estrutura original do aço.

Com relação à estabilidade química, quando submetida ao mesmo ataque químico, a camada aparece mais íntegra que o núcleo, indicando uma maior resistência à corrosão, relativamente à do material não modificado pela nitretação. As imagens obtidas nos microscópios óptico e eletrônico de varredura são apresentadas na Figura 4.

Foram realizadas também medições de dureza Vickers diretamente sobre a superfície tratada, usando carga de 200 g. Apesar dos valores serem sensivelmente maiores do que o esperado para a matriz austenítica do aço AISI 316, os resultados não refletem a dureza apenas da camada de austenita expandida, pois o volume de material afetado sob a impressão de dureza ultrapassa as dimensões da camada. Na Figura 4, as micrografias à direita mostram uma dessas impressões, cujo vértice chega a quase atingir a interface entre a camada superficial e a matriz, evidenciando a inexistência de material suficiente para conferir suporte mecânico adequado ao penetrador e a correta determinação de dureza da austenita expandida formada. A utilização de cargas maiores, entretanto, pode fornecer um indicativo sobre o comportamento sistêmico exibido simultaneamente pela camada superficial e a matriz. A Tabela 2 apresenta os valores de dureza encontrados.

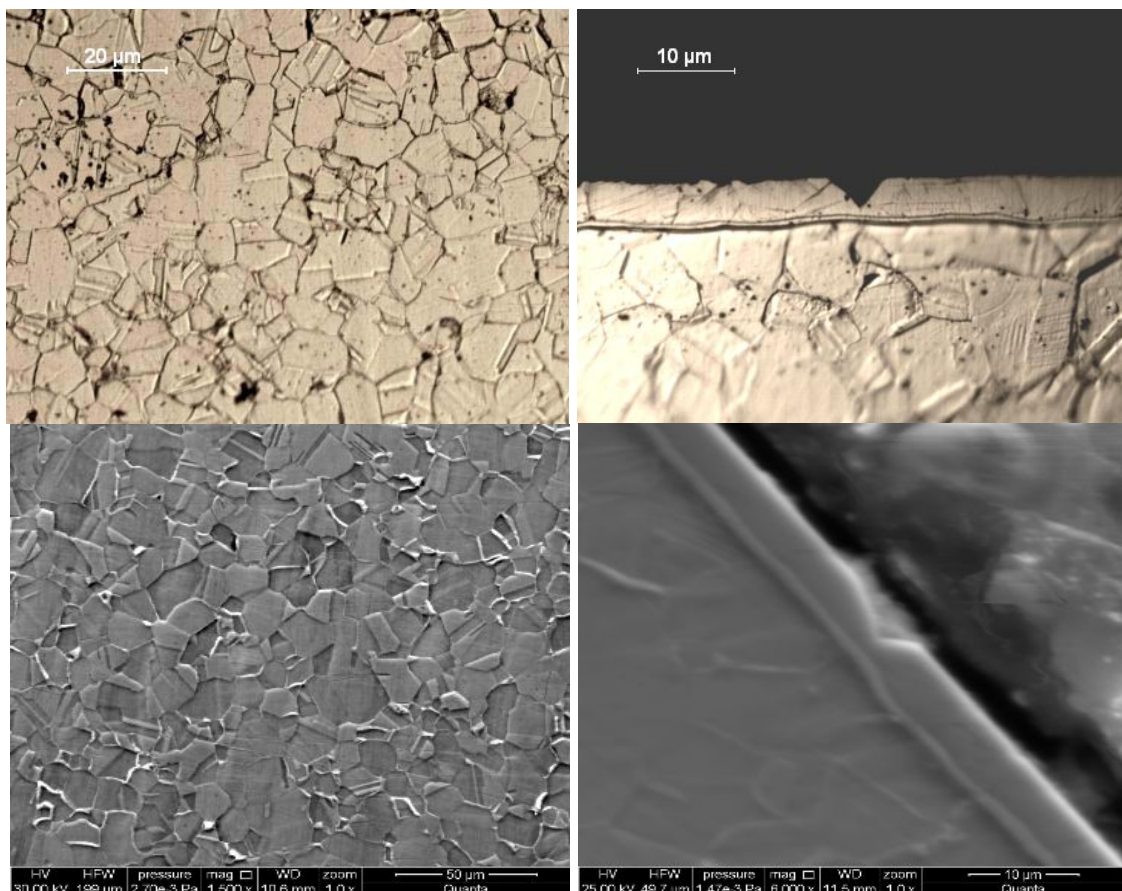


Figura 4. Microestrutura do aço AISI 316, mostrando, no microscópio ótico (superior) e no MEV (inferior), o núcleo (esquerda) e a camada superficial de austenita expandida (direita). Ataque: Vilella.
Tabela 2. Durezas Vickers medidas diretamente sobre a superfície nitretada usando carga de 200 g

Medição	HV0,2
1	348
2	327
3	351
4	358
5	324
Média	342

Conforme apresentado no item 2.2, o ensaio de microesclerometria foi realizado com carga normal crescente, visando provocar danos progressivos na superfície ao longo do deslocamento, tanto sobre a camada de austenita expandida quanto sobre a matriz austenítica isenta de tratamento. A variação da força normal, a duração do ensaio e o comprimento do risco a ser produzido são pré-definidos, conforme o esquema de teste apresentado anteriormente.

Com base nos registros da força normal (F_z) aplicada e da força tangencial (F_x) resultante, o equipamento calcula o coeficiente de atrito (COF) instantâneo no decorrer de todo o ensaio. Simultaneamente, um sensor dedicado capta a emissão acústica oriunda da interação entre a ponta de teste e o material. Essa emissão decorre de ondas elásticas geradas pela rápida liberação de energia nos rompimentos frágeis que ocorrem no material. Outras variáveis monitoradas são o tempo de ensaio (t), a profundidade (Z) e o comprimento do risco (X) produzido.

Conforme o ensaio progride, arrastando a ponta sobre a camada, o equipamento vai, gradativamente, incrementando a força normal contra a superfície da amostra. Dessa forma, são aumentados o contato e, conseqüentemente, tanto a força tangencial resistente quanto o coeficiente de atrito. A emissão acústica, inicialmente dificilmente detectável, eleva-se sensivelmente no momento em que os danos causados na camada se tornam mais relevantes, próximo ao final do riscamento. Antes disso, entretanto, é possível identificar picos menores de emissão acústica, indicando os primeiros rompimentos da camada superficial de austenita expandida. Conforme o rompimento avança e o penetrador atinge a estrutura austenítica no interior da amostra, são registrados os maiores níveis de força, coeficiente de atrito e emissão acústica.

Na amostra com a camada de austenita expandida, o avanço do penetrador é dificultado pela camada, diminuindo a velocidade que o risco se aprofunda quando comparada à do material sem tratamento. Pela mesma razão, a profundidade máxima atingida pelo risco é menor, evidenciando a contribuição da camada para a resistência ao riscamento da superfície como um todo. A diferença entre as profundidades máximas chega a praticamente 15 μm , cerca de três vezes a espessura da camada avaliada.

Os gráficos contendo os dados registrados durante os ensaios são apresentados na Figura 5.

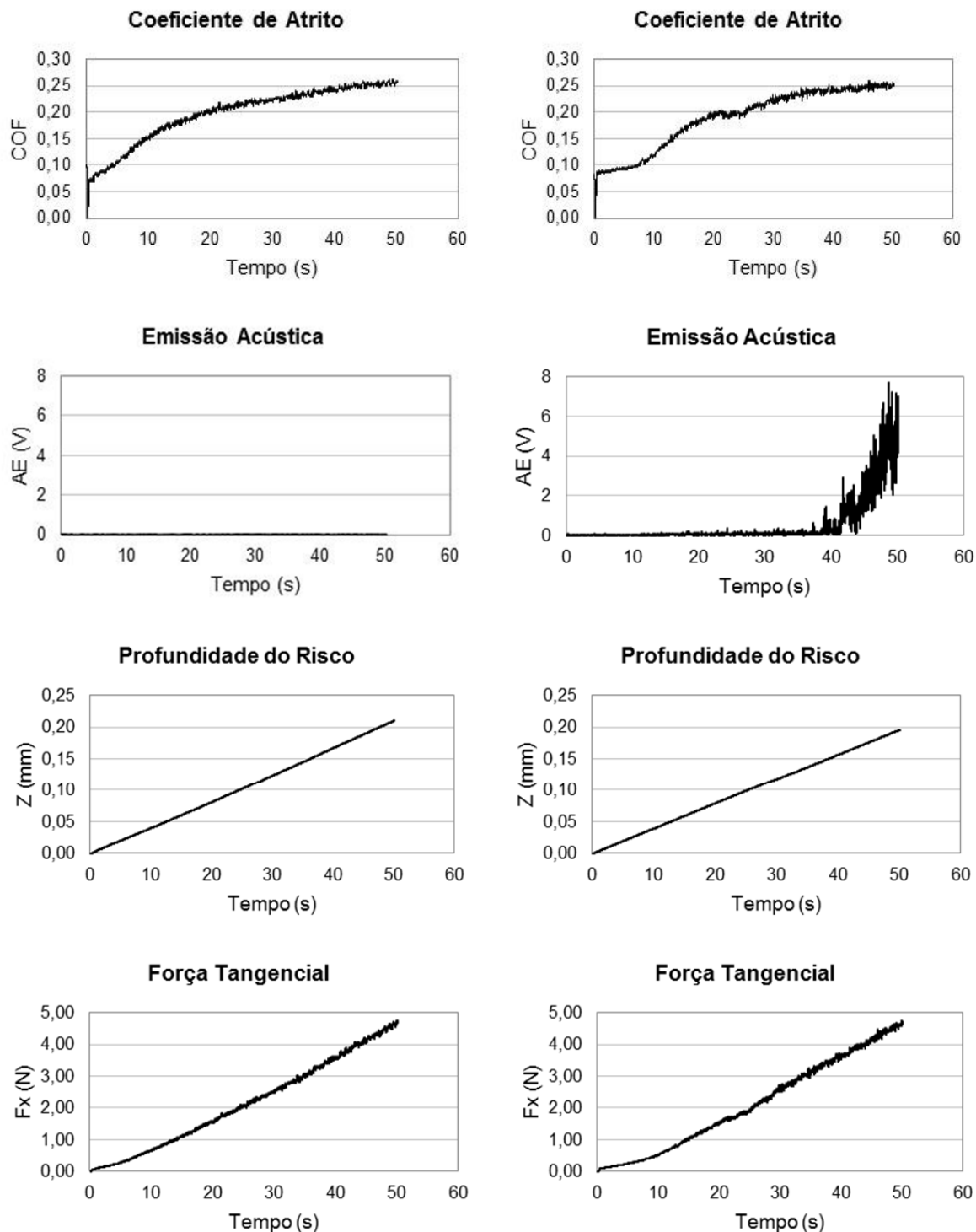


Figura 5. Resultados obtidos nos ensaios de microesclerometria instrumentada (*scratch test*) realizados sobre a superfície virgem do aço AISI 316 (esquerda) e sobre a camada de austenita expandida do mesmo aço (direita).

A Figura 6 apresenta uma montagem feita com as fotos dos riscos obtidos no ensaio, onde pode ser visto o progressivo dano à camada superficial gerado durante o riscamento. À medida que a força normal aplicada aumenta, os trincamentos também se adensam, sem, entretanto culminar no deslocamento da austenita expandida, fenômeno comum nos materiais com recobrimento cerâmico.

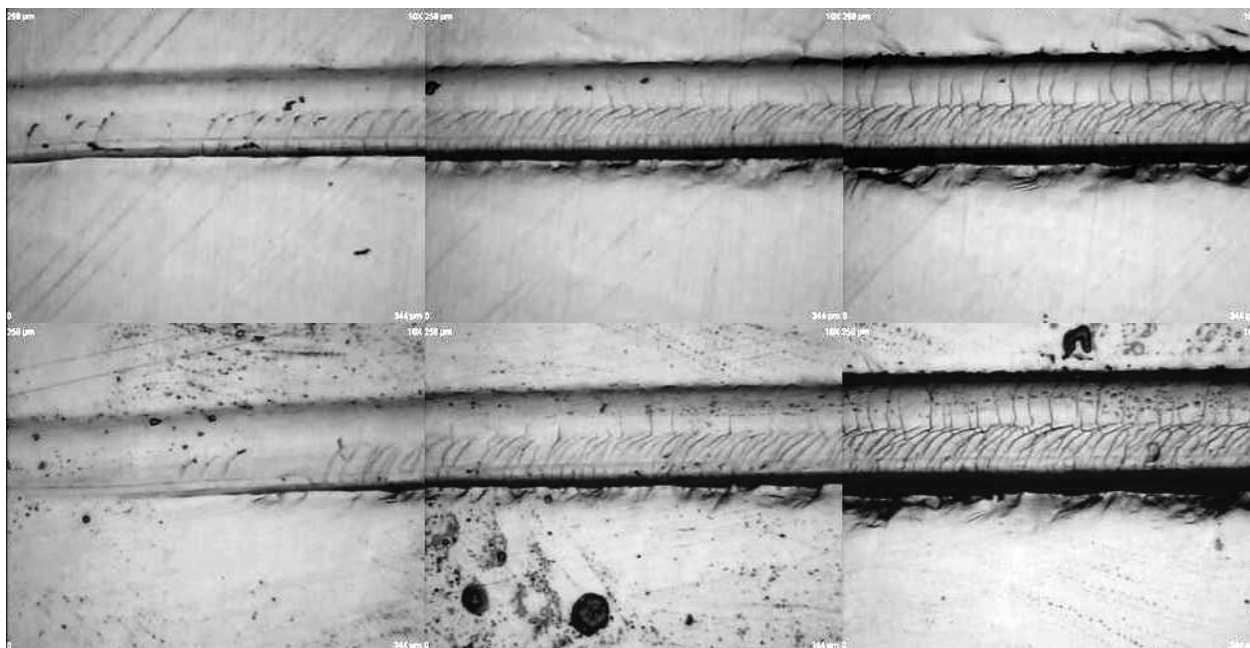


Figura 6. Montagem de fotos de dois riscos diferentes obtidos durante os ensaios de microesclerometria (*scratch test*) sobre a camada de austenita expandida no aço AISI 316.

4 DISCUSSÃO

A norma ASTM C1624 – 05 (2010) trata dos ensaios de microesclerometria realizados em materiais metálicos com recobrimento cerâmico do tipo TiN e CrN, entretanto, não pode ser diretamente aplicada aos testes feitos sobre austenita expandida porque, aparentemente, o deslocamento da camada, que serve como referência para determinação prática da força normal crítica, não é evidente nos ensaios feitos nesse trabalho, como nos recobrimentos cerâmicos. Tratando-se de um tratamento termo-químico, com gradiente de composição, a adesão da camada ao substrato é praticamente ideal, impedindo que se destaque com facilidade do substrato. Independentemente da normatização do ensaio, no entanto, os dados obtidos são valiosos para se compreender a resposta da camada de austenita expandida às solicitações mecânicas dessa natureza.

Conforme pode ser verificado nos gráficos da Figura 5, o coeficiente de atrito vai aumentando à medida que a força normal aplicada se eleva, tendendo a se estabilizar em um valor de 0,1, para um tempo de 10 s, no caso do material com uma camada de austenita expandida na superfície no final do ensaio. A curva característica para o material sem tratamento difere da produzida para a camada de austenita expandida pois observa-se um aumento contínuo do coeficiente de atrito à medida em que aumenta a força normal aplicada.

A partir dos 38 s de ensaio, próximo dos 6 mm de risco, é detectado um forte sinal de emissão acústica, fruto do rompimento frágil de toda a espessura da camada, indicando o momento em que o penetrador entra em contato direto com o substrato austenítico menos resistente. Contrariamente aos recobrimentos cerâmicos, conforme mencionado anteriormente, não ocorre o destacamento da camada devido à excelente adesão da camada de austenita expandida ao substrato.

A formação das trincas, entretanto, ocorre muito antes, ao redor de 8 s de ensaio, quando os primeiros picos de emissão acústica, dificilmente detectados na escala do gráfico mostrado na Figura 5, passam a ser detectados pelo equipamento. Note que,

ampliando o fundo de escala do gráfico de emissão acústica apresentado na Figura 5, tais flutuações começam a ser notadas (Figura 7).

Aparentemente, cargas normais entre 4 N e 4,8 N já são suficientes para iniciar o processo de trincamento. Na Figura 6 é possível observar o trincamento gradativo da camada superficial em três estágios distintos, sem nenhuma evidência de deslocamento da camada superficial.

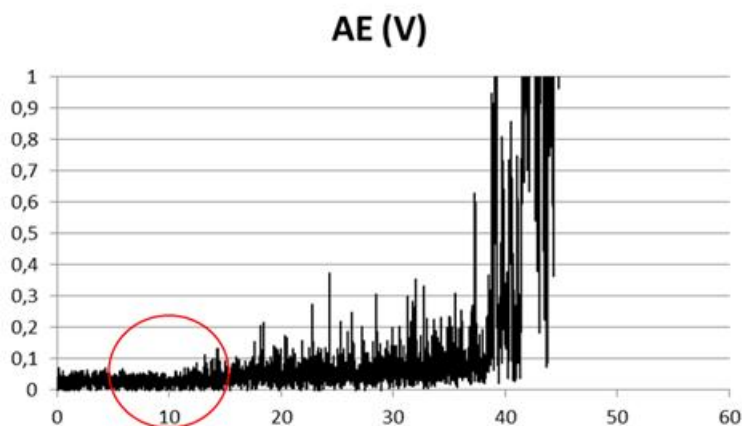


Figura 7. Gráfico dos níveis de emissão acústica obtido durante o ensaio de riscamento sobre a camada de austenita expandida com fundo de escala maior, mostrando picos de emissão no princípio do processo de trincamento.

Interessante notar que o coeficiente de atrito obtido durante o riscamento sobre a camada de austenita expandida tende a se estabilizar em torno de 0,1, valor bastante baixo quando comparado ao riscamento da austenita sem qualquer tratamento termo-químico. Essa característica pode se mostrar bastante útil não apenas para aplicações que demandem menor atrito, como também para servir de indicativo para a integridade da camada superficial.

Embora a dureza da austenita expandida, promovida pelo nitrogênio, seja bastante elevada, os resultados mostram que a fase possui uma boa tenacidade, visto que não foram observadas trincas frágeis no início do riscamento, onde a superfície aparece visivelmente deformada. Também próximo às impressões de dureza Vickers, mesmo com a aplicação de uma carga relativamente alta, não foram encontradas evidências de trincamento frágil na microestrutura da camada. Esta constatação vai ao encontro do trabalho de Farrell⁽¹²⁾ que verificou, indiretamente, a boa tenacidade de uma camada de austenita expandida ao carbono, produzida por um processo comercial de tratamento térmico.

Essa tenacidade da austenita expandida se contrapõe à dos recobrimentos cerâmicos, notadamente menor, contribuindo para uma melhor absorção de impactos e, conseqüentemente, também para uma maior aderência da camada superficial ao substrato. Além do gradiente de concentração, inerente à formação da austenita expandida, também a diferença de naturezas entre camada e substrato influenciam nessa aderência, alterando, portanto, o desempenho final do componente em serviço. A dinâmica do ensaio de microesclerometria, não apenas fornece dados para o estudo das fases envolvidas individualmente, como também do sistema como um todo, podendo auxiliar na previsão de seu comportamento quando submetido a uma determinada condição.

5 CONCLUSÃO

Verificou-se que, diferentemente do comportamento dos recobrimentos cerâmicos submetidos a ensaios de esclerometria linear instrumentada, não houve o deslocamento da camada de austenita expandida quando submetida ao riscamento. Isso se deve ao fato da nitretação a plasma induzir gradientes de concentração de nitrogênio em solução sólida intersticial, produzindo uma camada de austenita expandida que pode ser considerada uma continuidade dos grãos de austenita do substrato. Tal característica pode ser de grande valor às aplicações cuja solicitação não ultrapasse o limite de resistência da camada de austenita expandida formada durante a nitretação.

Constatou-se que a austenita expandida ao nitrogênio, produzida no aço AISI 316, apresenta razoável tenacidade a despeito de sua elevada dureza teórica. Constatou-se que as trincas frágeis ocorreram depois de a camada de austenita expandida ter sofrido deformação plástica intensa imposta pelo penetrador durante sua trajetória.

O coeficiente de atrito, entre a austenita expandida e o penetrador de diamante, tendeu a estabilizar em torno de 0,1, sensivelmente abaixo do obtido no material sem a camada superficial.

Com o aumento da força normal F_z , ocorre o trincamento na austenita expandida, promovendo a elevação do nível de emissão acústica, por volta de 8 s de ensaio. Dessa forma, o fenômeno pode ser detectado pelo ensaio de microesclerometria instrumentada, determinando a força crítica para o início de trincamento da camada.

Agradecimentos

Aos colegas do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, da equipe do Laboratório da Navistar MWM International de Santo Amaro e da empresa Heat Tech, provedora das amostras.

REFERÊNCIAS

- 1 TSCHIPTSCHIN, A. P. Tratamentos de superfície a plasma. *Metalurgia & Materiais*: 2009. v. 65. p. 402-6.
- 2 HOLMBERG, K., Matthews, A. *Coatings tribology: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering*. Elsevier: 2009. 560 p.
- 3 KORHONEN, A. S. et al. U. S. Patent No. 4460415, 1984.
- 4 PINEDO, C. E. Tecnologia de plasma na geração de camadas duplex em aços inox austeníticos. *Metalurgia & Materiais*: 2009. v. 65. p. 407-9.
- 5 CETR. UMT multi-specimen test system: hardware installation & applications manual. Center for Tribology: 2009. 60 p.
- 6 ASM International. An Introduction to Nitriding. In: *Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing*. p. 9-10.
- 7 DONG, H. S-phase surface engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr alloys. ASM International: 2010. In: *International Materials Reviews*. v. 55. n. 2. p. 65-98.
- 8 MARCHEV, K.; Landis, M.; Vallerio, R.; Cooper, C. V.; Giessen, B. C. The m phase layer on ion nitrided austenitic stainless steel (III): an epitaxial relationship between the m phase and the c parent phase and a review of structural identifications of this phase. Elsevier: 1999. In: *Surface and Coatings Technology*, v. 116-119. p. 184-188.
- 9 BLAWERT, C.; Mordike, B. L.; Jirásková, Y.; Schneeweiss, O. Structure and composition of expanded austenite produced by nitrogen plasma immersion ion implantation of

- stainless steels X6CrNiTi1810 and X2CrNiMoN2253. Elsevier: 1999. In: Surface and Coatings Technology, v. 116-119. p. 189-198.
- 10 FEWELL, M. P.; Mitchell, D. R. G.; Priest, J. M.; Short, K. T.; Collins, G. A. The nature of expanded austenite. Elsevier: 2000. In: Surface and Coatings Technology, v. 131. p. 300-306.
 - 11 PICARD, S.; MEMET, J. B.; SABOT, R.; GROSSEAU-POUSSARD, J. L.; RIVIÈRE, J. P.; MEILLAND, R. Corrosion behaviour, microhardness and surface characterisation of low energy, high current ion implanted austenitic stainless steel. Materials Science and Engineering A, v.303, p.163-172, 2001.
 - 12 FARRELL, K. Results of characterization tests of the surfaces of a commercially carburized austenitic stainless steel. Oak Ridge National Laboratory, Dec. 2003.