

UTILIZAÇÃO DE ENSAIO NÃO DESTRUTIVO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AUSTENITA RETIDA EM AÇOS DIN 19MnCr5 MODIFICADO E CARBONITRETADO¹

Wellington Alexandre Cunha²
Reinaldo José de Almeida³
Sandro Luciano Gomes⁴
Wesley Campos Braz⁵
José Rubens Gonçalves Carneiro⁶
Fabiano José dos Santos⁷

Resumo

Este trabalho propõe a utilização da difratometria, em substituição à metalografia, para a determinação do teor de austenita retida em aços DIN 19mnCr5 modificado, carbonitretado, temperado e revenido. Os experimentos, realizados em árvores primárias de câmbios automotivos fabricadas com o aço especificado, e posterior tratamento estatístico dos resultados, permitem validar a utilização do ensaio não destrutivo de difração de raios-X, em substituição à utilização do ensaio destrutivo de metalografia para a determinação do teor de austenita retida nas condições analisadas.

Palavras-chave: Difração de raios-x; Ensaio não destrutivo.

USE OF NON-DESTRUCTIVE TEST OF X-RAY DIFFRACTION FOR DETERMINATION OF RETAINED AUSTENIT IN MODIFIED, CARBONITRETING AND DIN 19MnCr5 STEEL

Abstract

This work proposes the use of Diffractometry in replacement to metallography to determine the percentage of retained austenite in steels DIN 19mnCr5 modified, carbonitreting, quenching and tempering. The experiments, conducted in main shaft of gearbox automotive manufactured with steel specified, and subsequent statistical processing of results, allow us to validate the use of non-destructive testing of X-ray diffraction to replace the use of destructive testing of metallography to determine the content of retained austenite under the conditions analyzed.

Key words: Diffraction; Non destructive test.

¹ Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Engenheiro de Produção e técnico de laboratório da Fiat Powertrain Technologies

³ Engenheiro de Produção e responsável pela manutenção do laboratório metalográfico de uma siderúrgica

⁴ Engenheiro de Produção e técnico de telecomunicações da Siemens do Brasil

⁵ Engenheiro de Produção e coordenador em gestão de frotas da Totafleet

⁶ Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor e coordenador de pós-graduação da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais - Pucminas.

⁷ Engenheiro Metalurgista, Professor da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais – Pucminas - e da Faculdade de Engenharia de Minas Gerais - FEAMIG.

1 INTRODUÇÃO

O aço de construção mecânica utilizado na fabricação de árvores primárias dos sistemas de transmissão automotiva pode sofrer diversas alterações em suas propriedades mecânicas e/ou físico-químicas durante os processos de usinagem e tratamento térmico.⁽¹⁾

Uma importante propriedade modificada pela carbonitretação é a resistência à abrasão superficial. A introdução de carbono e nitrogênio na superfície do material propicia a retenção de austenita na matriz martensítica, devido à formação de nitretos nos contornos dos grãos austeníticos, dificultando a precipitação em martensita.^(2,3) A assim denominada “austenita retida” deteriora algumas propriedades mecânicas na região superficial do componente, e particularmente, em percentuais a partir de aproximadamente 15%, reduz a resistência mecânica no topo do dente da engrenagem, podendo gerar deformações e encruamento na região afetada.

A situação acima descrita poderá gerar um erro dimensional e de forma no dente da engrenagem. Testes realizados com câmbios em banco de simulação demonstram que engrenagens com percentual de austenita retida próximas a 25% apresentam deformação nos dentes quando o veículo atinge cerca de dez mil km rodados. Neste caso, é possível que o conjunto da transmissão apresente um nível de ruído sonoro que incomode o condutor do veículo.

Em geral, a determinação do percentual de austenita retida é realizada por metalografia qualitativa ou metalografia quantitativa com o auxílio de software analisador de imagem. Tais métodos, por se tratarem de ensaios destrutivos, apresentam os inconvenientes de elevado tempo de execução, elevado custo por ensaio e a destruição/perda dos componentes analisados.⁽¹⁾

Por outro lado, o método de difração de raios-X, DRX, pode ser empregado diretamente no componente, sem a necessidade de retirada e preparação de amostras, resultando em uma análise de rápida execução, baixo custo por ensaio (desconsiderando o custo de aquisição do difratômetro) e, principalmente, não destrutivo.⁽⁴⁻⁶⁾

O objetivo deste trabalho é substituir a metalografia, ensaio destrutivo, pela difração de raios-X, ensaio não destrutivo, para a determinação da fração volumétrica percentual de austenita retida em um componente mecânico fabricado com aço DIN 19MnCr5 modificado, carbonitretado, temperado e revenido. Tal objetivo justifica-se por:

- reduzir o tempo de realização do ensaio;
- aumentar a precisão dos resultados; e
- reduzir o custo por ensaio.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 O Material

O componente utilizado nesta pesquisa é uma árvore (eixo) primária, de seção cilíndrica, com diâmetros escalonados. Na região central do eixo encontram-se três engrenagens, sendo uma de dentes retos e duas de dentes helicoidais, ilustração na Figura 1a.

Como a distribuição de austenita retida é praticamente constante ao longo da superfície de toda a árvore primária, optou-se por retirar as amostras na região da

engrenagem de dentes retos (Figura 1b), de modo a se obter uma maior área para os ensaios metalográficos e de raios-X.

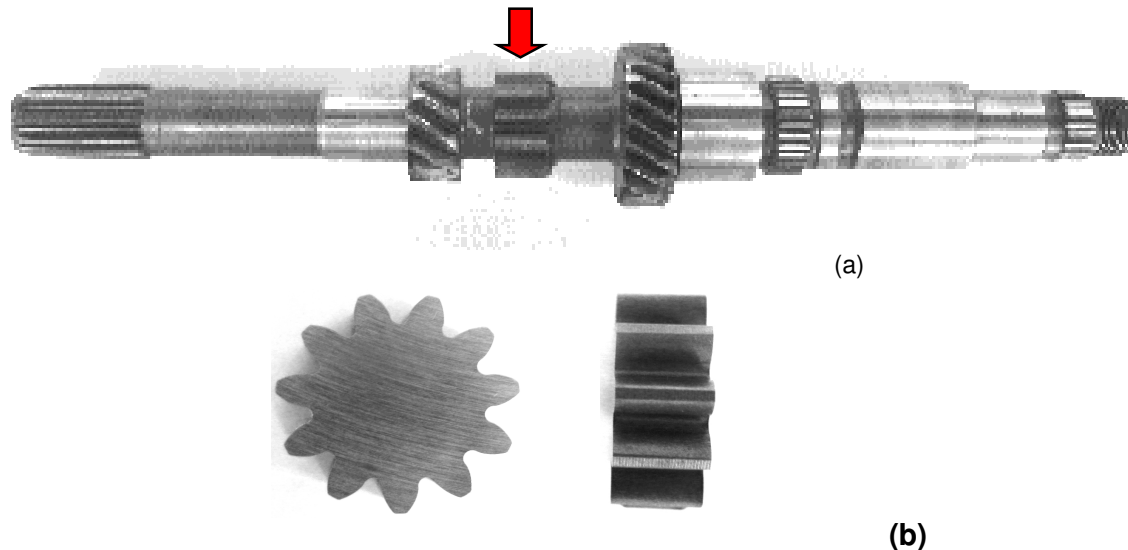


Figura 1: a) Árvore primária completa com destaque para a engrenagem de dentes retos; e b) Seção em corte da amostra pronta para os ensaios.

2.1.1 Composição química e propriedades mecânicas do aço analisado

Todas as árvores primárias utilizadas neste experimento pertencem à corrida B-24472, cuja composição química é descrita na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química das amostras de experimentação (% em peso)

C	Mn	Cr	Si	Cu	S	P	AL	Classificação
0,18	1,18	1,03	0,21	0,12	0,02	0,01	0,03	19MnCr5 Mod.

Todas as amostras utilizadas no experimento pertencem ao mesmo lote de tratamento térmico, a Tabela 2 apresenta valores das características do produto acabado.

Tabela 2: Características mecânicas e metalúrgicas do produto final

Dureza de superfície (HRC)	Resistência de núcleo (Kg/mm ²)	Microestrutura	Camada efetiva de cementação (mm)
≥ 58	De 120 a 154	Martensita + bainita (e traços de austenita retida ±15 %)	0,40 a 0,80

2.2 Equipamentos Utilizados nos Ensaio

Na metalografia com analisador de imagem, foi utilizado um microscópio Olympus GX51, acoplado a uma câmera digital e um software analisador de imagem. O sistema (Figura 2), permite a captura e o processamento de imagens, medições manuais (lineares, angulares e área), contagem e separação de fases automáticas, possuindo ainda ferramentas exclusivas para facilitar a criação de rotinas de análises e ferramentas especiais para análise metalográfica (norma ASTM E 1382).



Figura 2. Microscópio óptico com analisador de imagem.



Figura 3. Difratômetro de Raios-X.



Figura 4. Posicionamento do componente completo, para ensaio por DRX.

Na difração de Raios-X foi utilizado um difratômetro automático, conforme Figuras 3 e 4, modelo StressX3000, com gerador de raios-X de 30Kv, tubo de anodo de Cr, com colimador de 1 mm de diâmetro, Goniômetro acoplado, detector com orientação Omega e sistema de refrigeração integrado.⁽⁶⁾

2.3 Tamanho da Amostra

O número de amostras a serem utilizadas para realização dos ensaios para garantir 90% de confiabilidade é dado pela equação (A).⁽⁷⁾

$$NA = \frac{N \cdot P(1-P)}{(N-1) \cdot \frac{(\varepsilon)^2}{Z \frac{\alpha}{2}} + P \cdot (1-P)} \quad (A)$$

N = População

P = Número de peças não conforme

ε = Erro

$Z \frac{\alpha}{2}$ = Grau de confiabilidade

Tabela 3: Grau de confiabilidade utilizado no cálculo

Erro	Grau de confiabilidade (%)	Tamanho de amostra (Und)
0,20	90	17

Conforme critérios demonstrados na tabela 03, foram retiradas aleatoriamente 17 amostras em 17 árvores primárias distintas. Cada amostra foi devidamente identificada com um número puncionado em seu centro.

2.4 Métodos de Ensaios

2.4.1 Metodologia do experimento

A metodologia consiste na determinação do teor de austenita retida nas dezessete amostras por meio de dois tipos de ensaios: metalografia associada a micrografia com software analisador de imagem e difração de raios-X com o uso de um difratômetro automático.

Os resultados obtidos pelos dois métodos foram confrontados. Também sobre o resultado foi aplicada uma análise estatística (teste de hipótese por dados emparelhados), que permite verificar a correspondência entre os valores obtidos pelos dois métodos. Todo o experimento consiste em validar o processo de medição da austenita retida com o uso do difratômetro.

2.4.2 Análise no difratômetro

Na análise por DRX utilizou-se amostras seccionadas. Porém quando implantado o novo procedimento o ensaio será realizado na peça completa, conforme pode ser visto na figura 04. Para a determinação do percentual de austenita retida a análise deve ser efetuada em dois estágios. No primeiro estágio deve-se realizar a difração no plano cristalino (211) da martensita, que corresponde ao ângulo 2θ a 156.10° .⁽⁵⁾ Já no segundo estágio será realizada a difração no plano cristalino (220) da austenita, ângulo 2θ igual a 128.70° .^(5,6)

A execução das duas medidas é independente, mas só ao término delas será possível calcular o percentual de austenita residual. A ROI (Região de Interesse) é a etapa crítica do ensaio. Ao término das duas difrações será possível visualizar alternadamente, os gráficos dos picos difratados obtidos, conforme Figuras 10 e 11.

Ao surgir no monitor o gráfico do pico difratado da martensita, com o cursor, indica-se os pontos que definem as extremidades dos picos de difração. Para a martensita os valores de ângulo inicial, ângulo final, contagem de início e contagem de fim, devem ser configurados de acordo com os dados da Tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros de configuração para a determinação da ROI da martensita

Martensita	Ângulo inicial	Ângulo final	Contagem de início	Contagem de fim
	146°	165°	11	11

A ROI da austenita não conta com valores configurados. A sua medição é feita identificando com o cursor a região do menor pico difratado. O cursor deve ser colocado no início da curva do menor pico difratado e arrastado para a direita até o fim desta curva.

O programa específico do equipamento calculará as áreas e fornecerá o percentual de austenita retida, de acordo com a equação (B):⁽⁶⁾

$$\% \text{ Austenita} = \frac{100}{1 + K \cdot \frac{\text{Área ferrita}}{\text{Área Austenita}}} \quad (\text{B})$$

em que $K = 0,25$ é a constante empírica para o relacionamento das intensidades das duas fases, conforme indicado no manual do difratômetro.⁽⁶⁾

3 RESULTADOS

As Figuras de 5 a 9 ilustram a seqüência de imagens capturadas pelo software e a tratativa das mesmas com a utilização de microscopia ótica e o analisador de imagem para a determinação do teor de austenita retida.



Figura 5: Topo do dente e a indicação do local da análise metalúrgico.

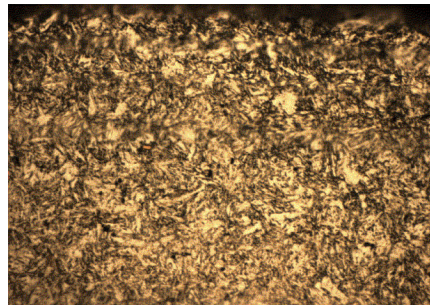


Figura 6: Região selecionada com a visualização da austenita retida. Aumento 1.000X.

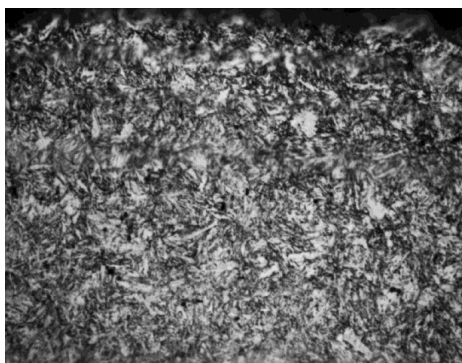


Figura 7: Modificação da imagem mudança no tom de cinza. Aumento de 1.000X.

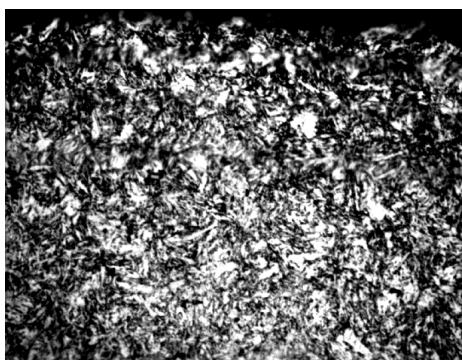


Figura 8: Modificação da imagem mudança de contraste. Aumento de 1.000X.

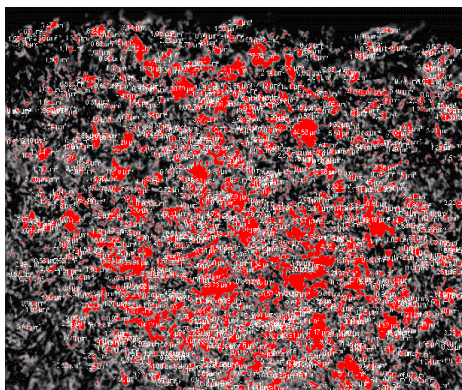


Figura 9: Tratativa da imagem determinação da austenita caracterizada pela cor vermelha. Aumento de 1.000 X.

Os resultados dos ensaios metalográficos das 17 amostras são apresentados na Tabela 5. Para cada amostra foram realizadas três medições e a seguir determinada a média aritmética simples, que expressa o percentual de austenita retida na matriz martensítica.

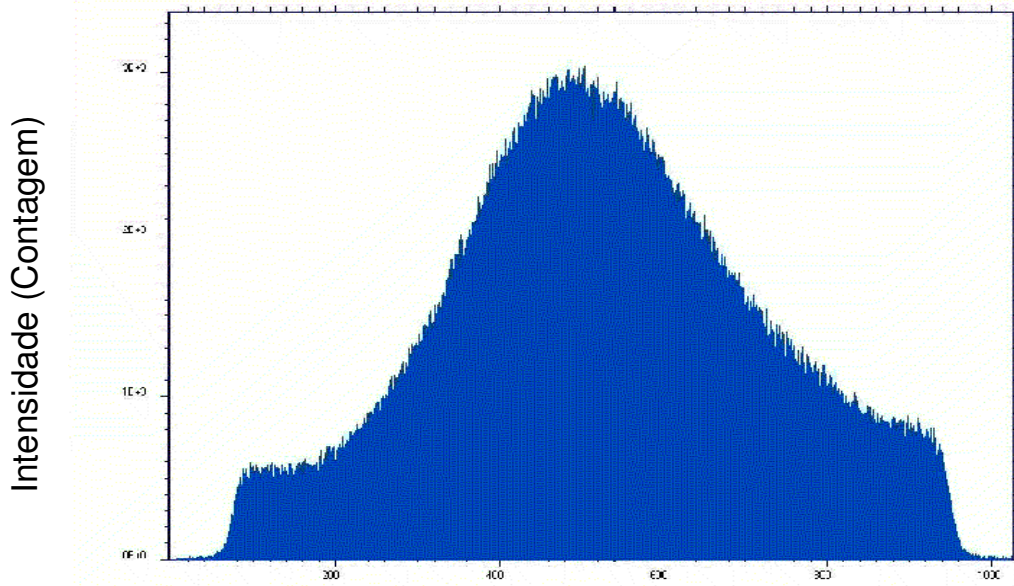
Tabela 5: Resultados do analisador de imagem

Resultados dos ensaios					
Amostras	1º medição	2º medição	3º medição	Total	Austenita (%)
1	13,54	14,51	15,23	43,28	14,43
2	25,81	26,43	25,94	78,18	26,06
3	12,08	12,41	12,8	37,29	12,43
4	17,24	19,01	20,46	56,71	18,90
5	11,59	11,16	13,45	36,2	12,07
6	11,35	11,27	11,18	33,8	11,27
7	13,77	13,79	12,99	40,55	13,52
8	11,27	13,09	15,59	39,95	13,32
9	15,2	13,97	14,45	43,62	14,54
10	17,46	19,19	15,08	51,73	17,24
11	14,91	15,64	12,34	42,89	14,30
12	13,69	11,85	13,68	39,22	13,07
13	16,66	17,78	14,46	48,9	16,30
14	17,07	17,93	15,61	50,61	16,87
15	15,25	17,07	19,13	51,45	17,15
16	18,76	16,94	19,1	54,8	18,27
17	16,94	18,67	19,73	55,34	18,45

3.1 Resultados da Difractometria

Nos ensaios de difração de raios-X para a determinação do teor de austenita, o equipamento de difração, por meio de seu software, gera dois gráficos que serão posteriormente utilizados para a determinação da ROI e do teor de austenita retida. Esses gráficos, com os picos de difração, são as expressões visuais da intensidade de difração dos raios-X em função do ângulo de incidência dos mesmos. Durante a execução do ensaio, à medida que os raios-X incidem na amostra, é possível visualizar na tela do monitor a construção do gráfico em tempo real.

O gráfico da Figura 10 ilustra um exemplo do resultado final do pico difratado da martensita. Tem-se no eixo horizontal o ângulo 2θ de 156.10° utilizado para difratar o plano cristalino (211) e no eixo vertical a intensidade dos raios difratados.

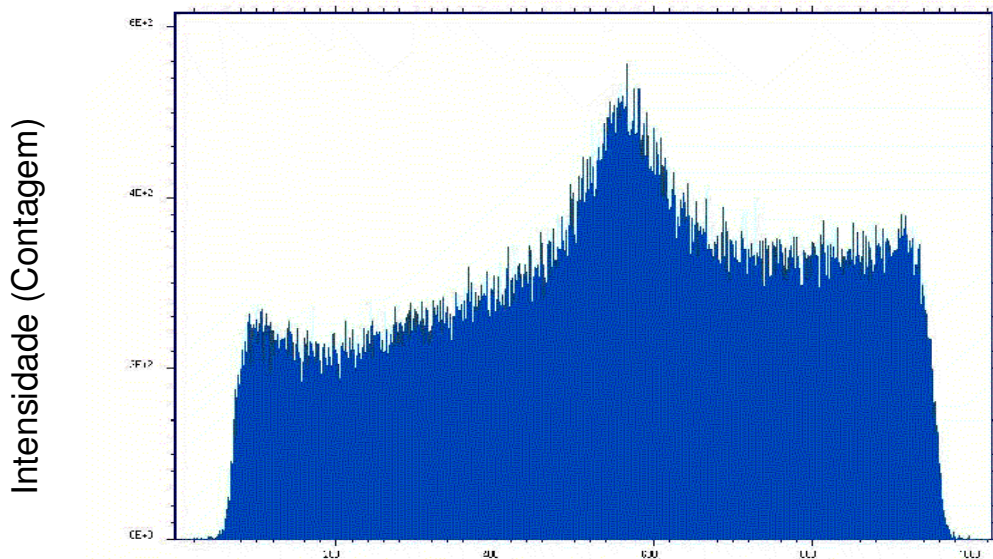


20

Figura 10: Gráfico do pico de difração da martensita.

O gráfico da Figura 11 ilustra um exemplo do resultado do pico de difração da fração austenítica da região analisada. Tem-se no eixo horizontal o ângulo 2θ de 128.70° utilizado para difratar o plano cristalino (220) e no eixo vertical a intensidade dos raios difratados. Diferentemente da curva da martensita, a curva da austenita é proporcionalmente menor, o que indica realmente o seu percentual reduzido.

Os resultados dos ensaios de difração de raios-X para as 17 amostras são exibidos na Tabela 06. Para cada amostra foram realizadas três medições e calculada a média aritmética simples, que expressa o percentual de austenita retida na matriz martensítica.



20

Figura 11. Gráfico do pico de difração da austenita.

Tabela 6: Resultados da difratometria

Resultados dos ensaios					
Amostras	1º medição	2º medição	3º medição	Total	Austenita (%)
1	11,73	12,16	11,87	35,76	11,92
2	25,20	24,82	24,12	74,14	24,71
3	13,74	13,93	14,05	41,72	13,91
4	18,83	19,07	18,41	56,31	18,77
5	17,71	16,96	16,82	51,49	17,16
6	16,02	15,36	15,73	47,11	15,70
7	17,69	16,92	17,27	51,88	17,29
8	14,23	14,30	14,51	43,04	14,35
9	15,42	15,03	14,71	45,16	15,05
10	12,24	11,79	11,76	35,79	11,93
11	16,69	16,66	17,13	50,48	16,83
12	13,01	11,92	12,87	37,80	12,60
13	15,06	16,09	15,24	46,39	15,46
14	16,03	17,06	15,87	48,96	16,32
15	11,91	10,96	11,20	34,07	11,36
16	19,28	21,94	19,78	61,00	20,33
17	20,66	19,12	19,66	59,44	19,81

4 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1 Análise da Comparação dos Métodos

O gráfico da Figura 12 apresenta os resultados percentuais de austenita retida para cada amostra, obtidos pelos dois métodos estudados.

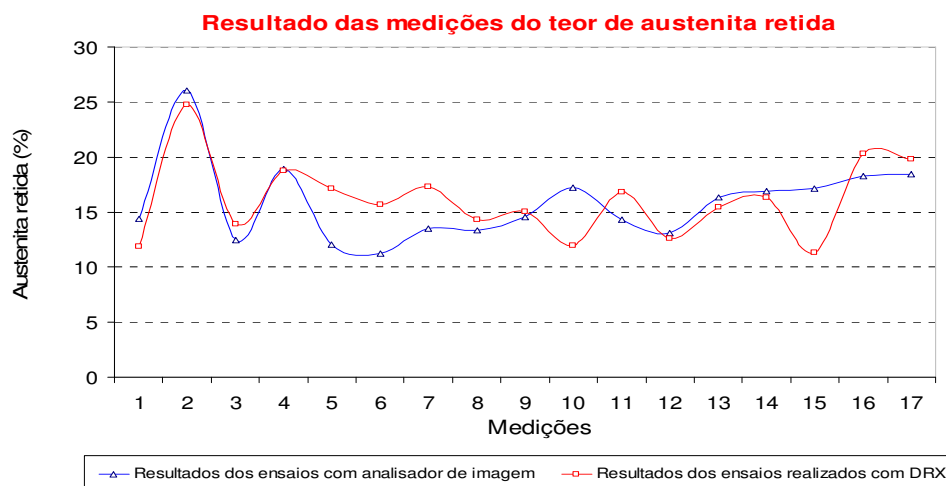


Figura 12: Comparação das curvas com o resultado dos dois métodos propostos.

A Figura 13 apresenta as diferenças entre os percentuais de austenita retida obtidos resultados pelos dois métodos. Como se pode observar, a diferença máxima é da ordem de 5%.

Resultados das diferença entre métodos

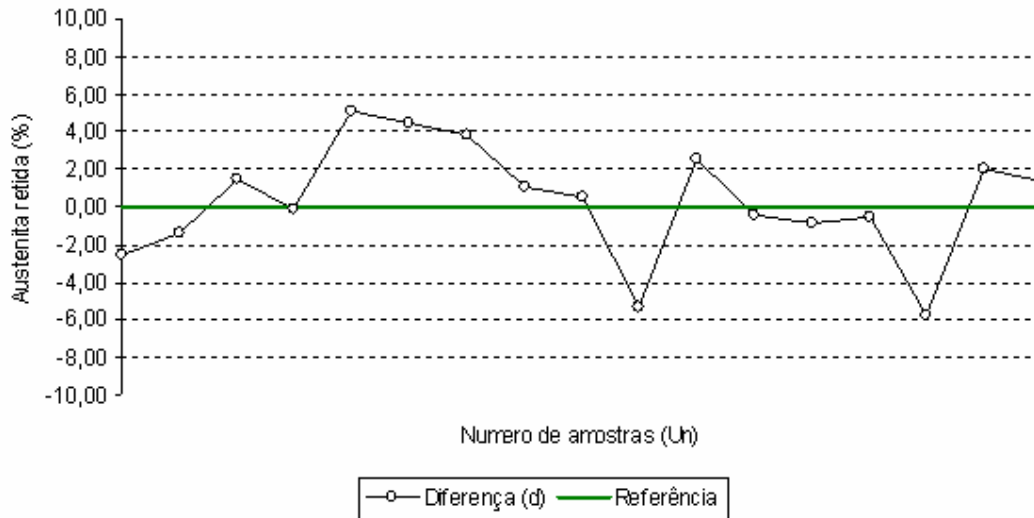


Figura 13: Curva com o resultado das diferenças entre os dois métodos propostos.

4.2 Teste de Hipótese

Uma simples análise dos dados não é suficiente para comprovar a relação de similaridade entre os resultados obtidos pelos dois métodos. Para comprovação da similaridade dos resultados dos ensaios, utiliza-se uma ferramenta estatística denominada teste de hipótese por dados emparelhados, por meio da seguinte equação (C):⁽⁷⁾

$$t_o = \frac{\bar{d}}{S_d / \sqrt{N}} \quad (C)$$

\bar{d} = Média

S_d = Desvio Padrão

A Tabela 7 demonstra as diferenças dos percentuais de austenita retida obtidos entre os dois métodos para cada amostra, bem como a média (\bar{d}) e o desvio padrão (S_d) dessas diferenças.

Tabela 7: Diferenças de percentual de austenita retida entre os métodos

Amostras	Diferença
01	-2,51
02	-1,35
03	1,48
04	-0,13
05	5,10
06	4,44
07	3,78
08	1,03
09	0,51
10	-5,31
11	2,53
12	-0,47
13	-0,84
14	-0,55
15	-5,79
16	2,07
17	1,37
Média	$\bar{d} = 0,31$
Desvio Padrão	$S_d = 3,01$

A equação (C) anterior, com $N = 17$ amostras, resulta $t_o = 0,43$. Confrontando esse valor com o valor da distribuição de Student $t(\text{student}; 0,05; 16) = 2,12$, concluímos que, uma vez que $t_o = 0,43 < t = 2,12$, é nula a probabilidade dos resultados serem completamente diferentes.

Logo, pode-se inferir que os valores de percentual de austenita retida obtidos para cada amostra pelos dois métodos, são, estatisticamente, similares. Desta forma, a substituição da metalografia por difratometria para a determinação da austenita retida fica validada.

5 CONCLUSÃO

Ter um equipamento de DRX disponível para controle da qualidade do produto é um sinal de avanço tecnológico na realização dos ensaios diários de uma empresa de manufatura intensa. A realização desse experimento permitiu o aprimoramento de parâmetros e métodos no uso do equipamento de DRX para a determinação do teor de austenita retida.

O uso da difratometria para a determinação do percentual de austenita retida em árvores primárias, fabricadas com o aço DIN 19MnCr5 modificado, carbonitretado, temperado e revenido demonstrou ser um método confiável, possibilitando a realização do ensaio de forma não destrutiva. A análise estatística mostrou que substituição da metalografia por difratometria fica validada, o que possibilita a redução de custos e tempo de operação para a determinação da austenita retida.

Para esse experimento, o ponto crucial é a determinação da ROI da austenita: é necessário localizar na curva (figura 10) o menor pico difratado. Esta operação requer treinamento e experiência por parte do operador.

REFERÊNCIAS

- 1 COLPAERT, Hubertus. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 3^a ed. São Paulo, Editora Edgard Blücher Ltda, (1974).
- 2 CALLISTER JR., Willian D. Fundamentos da ciência e tecnologia dos materiais. Rio de Janeiro, 2006
- 3 VAN VLACK, Lawrence H. Principio de ciência dos materiais. São Paulo, (1970).
- 4 DE MORAIS, Willy Ank. Metalurgia física e mecânica aplicada. Material didático da biblioteca da ABM. Disponível em: www.abmbrasil.com.br
- 5 CULLITY, B.D. Elements of X-ray diffraction, Massachusetts. 3 ed. 1967.
- 6 Manual do equipamento, Difratômetro de raios-X, StressX-3000, fabricante Ital Structures. Via M Misone, 11/d, 38066, Riva del Garda. Itália.
- 7 HINES, Willian W,; MONTGOMERY, Douglas C,; GOLDSMAM, David M. Probabilidade e estatística na engenharia. 4^a Ed, São Paulo, Editora LTC, (2006)