

**ROGÉRIO FELÍCIO DOS SANTOS**

**NITRETAÇÃO POR EDM DO AÇO AISI 4140**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**2013**

**ROGÉRIO FELÍCIO DOS SANTOS**

**NITRETAÇÃO POR EDM DO AÇO AISI 4140**

**Tese** apresentada ao programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA.**

Área de Concentração: Materiais e Processo de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Alberto Arnaldo Raslan

Coorientadora: Profa. Dra. Henara Lillian Costa Murray

**UBERLÂNDIA – MG**

**2013**

## **DEDICATÓRIA**

**A Deus.**

**Aos meus pais, Timóteo e Terezinha.**

**À minha esposa e meu grande amor, Sandra.**

**Aos meus filhos, Arthur e Bárbara.**

**Aos meus irmãos, Renato, Reinaldo, Sueli e Sônia.**

**À minha sogra, São.**

**Às minhas tias, Raimunda e Guia (*in memoriam*).**

**E a minha querida família.**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a Deus e peço a Ele que retribua o apoio, o estímulo, as sugestões e conselhos fornecidos pelos professores, técnicos, amigos, colegas e familiares que se fizeram presentes ao longo dessa caminhada. E de forma especial, agradeço:

Ao Prof. Dr. Alberto Arnaldo Raslan (LTM/FEMEC/UFU), meu orientador, que com muita justiça, simplicidade e sabedoria, concedeu-me sugestões e críticas na construção da tese.

À Profa. Dra. Henara Lillian Costa Murray (LTM/FEMEC/UFU), minha co-orientadora, pela sua imediata disponibilidade e colaboração nesse estudo.

Ao grande amigo Ernane Rodrigues da Silva (CEFET-BH), pelo companheirismo e pela ajuda em muitos momentos na concretude do trabalho.

À Ângela Maria da Silva Andrade (FEMEC/UFU), técnica de laboratório que, com sua dedicação e seu precioso conhecimento em metalografia, muito ajudou na solução dos problemas.

Ao Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello (LTM-FEMEC-UFU), pelas críticas e sugestões como membro da minha banca de exame de qualificação e pela viabilização das análises de GDOES na Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

Aos membros da banca de qualificação, Prof. Dr. Noelio Oliveira Dantas (Instituto de Física–IF-UFU), Prof. Dr. Francisco Paulo Lépore Neto (FEMEC-UFU), pelas críticas e sugestões como membros da minha banca de exame de qualificação.

Ao grupo de pesquisadores do LTM-FEMEC-UFU, coordenado pelo Prof. Dr. Washington Martins da Silva Junior, pela disponibilidade de recursos na execução dos experimentos e à secretária, Sra. Eunice Helena Nogueira, pela ajuda e apoio no Projeto FAPEMIG TEC APQ 01481/09.

Aos alunos de iniciação científica do LTM/FEMEC/UFU, Vinícius Carvalho Teles, Lucas Boaventura Fonseca de Sousa e Pedro Henrique Cidreiro, pela grande ajuda nos trabalhos.

Aos alunos de doutorado do LTM/FEMEC/UFU: André Rezende de Figueiredo Oliveira, pelas ajudas na elaboração e interpretação dos gráficos de DRX e GDOES, além das discussões dos resultados; José Lúcio Gonçalves Junior, pelas análises por interferometria a laser e ao aluno de mestrado; Mário Martins de Oliveira Júnior, pelo apoio.

Ao Prof. Dr. Américo Scotti e ao doutorando Marcus Vinícius Ribeiro Machado (LAPROSOLDA - FEMEC-UFU), pelas fotos das descargas elétricas.

Ao Prof. Dr. Sinésio Domingues Franco e ao técnico Flávio Alves dos Santos (LTAD-FEMEC-UFU), pelo auxílio técnico e grande contribuição no trabalho.

Aos colegas de curso de Pós-Graduação da FEMEC-UFU, Fernando Martins Ferreira, Márcio Ferreira Gontijo, Luciano Castro Lara, Abraão Salucci Saloto, Henry Fong Hwang e Jakeline Guimarães Parreira, pelas ajudas nas obtenções dos créditos nas disciplinas cursadas.

Aos Professores do Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, pelo apoio e ensinamentos. Com destaque para suas secretárias, Kelly Rúbia Costa e Lucimara Esther de Oliveira, sempre dedicadas e prontas para contribuir.

Ao Prof. Dr. Raimundo Lora Serrano (Instituto de Física/UFU), ao mestrando Nilmar Silva Camilo (Instituto de Física/UFU) e ao técnico Roni Marcos dos Santos (Instituto de Química/ UFU), pelas medições e identificação dos picos de DRX.

À Dra. Gisele Hammes (LABMAT-UFSC), pelas análises de GDOES.

Aos funcionários dos Laboratórios da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais (PUC-MG), Marceliny Nardi Torrecilia, Carlos Eduardo dos Santos, Klaus Higor dos Santos Silva, Germano Batista de Souza, presentes em várias etapas do trabalho.

Aos Profs. Drs. Wisley Falco Sales (PUC-MG) e Sandro Cardoso Santos (CEFET-BH), pela confiança depositada.

Ao CEFET MG, pela minha liberação total para capacitação. Aos professores e funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais dessa instituição, sobretudo ao funcionário Bruno Cordeiro Silva, pelas imagens de MEV e ao Dr. Paulo Renato Perdigão de Paiva, pelas valiosas sugestões.

Ao aluno do curso de Engenharia de Materiais do CEFET MG, Guilherme Cesar Santos Pereira, pela colaboração na apresentação de trabalhos em Congresso.

Ao amigo Prof. Hélio Antônio da Silva (CEFET - Araxá), pelo incentivo.

À Fundação Centro Tecnológico do Estado de Minas Gerais (CETEC - MG), nas pessoas da Dra. Margareth Spangler Andrade e Dr. José Mário Carneiro Vilela, pela realização dos ensaios de nanodureza instrumentada.

Ao Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo de Macêdo da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES) pelos ensinamentos.

Ao Prof. Dr. Nivaldo Lúcio Speziali, Instituto de Física da UFMG, pelas identificações de DRX na amostra tratada termicamente.

Ao Dr. Waldemar Macedo do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN - Belo Horizonte) pela disponibilidade na realização dos ensaios XPS, apesar do insucesso.

Ao Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono, ao Dr. Reinaldo Borges de Oliveira Júnior, à Dra. Andréia Bicalho Henriques e ao doutorando Diego Pinheiro Aun, integrantes da

Escola de Engenharia da UFMG, pela disponibilidade na realização dos ensaios GDOES, apesar de não ter sido possível realizar as análises.

À FAPEMIG, pela disponibilização de recursos do Projeto TEC APQ 01481/09 para o desenvolvimento desse trabalho.

À CAPES pelo auxílio financeiro em forma de bolsa de estudos para capacitação.

Ao Sr. Luciano Lopes Rodrigues pela intermediação nos testes de WEDM e ao Sr. Antônio Antoninho Valeriano, da Valtec Ferramentaria – Contagem - MG, que viabilizou os testes de WEDM.

Ao Sr. Hélcio Alcides da Silva, da Empresa Jet Company, pelas valiosas ajudas nas montagens e instalações da hidrojateadora no LTM que viabilizou os processos FJEDM e AJEDM.

À Profa. Vânia Auxiliadora Moraes Rodrigues, Colégio Santa Maria – Contagem, que colaborou na revisão do texto.

À nossa grande aliada, Sra. Terezinha Rocha Raslan e sua família; à Luciana Pereira Saldanha Marinho e família, pela acolhida e incentivo.

Agradeço à minha esposa Sandra Santos Barbaro dos Santos, pela compreensão, companheirismo, participação, incentivo, tolerância e abnegação diante das dificuldades ao longo dessa jornada, que por vezes apresentou-se de forma árida, extensa e cansativa, mas nem por isso tornou-a menos solidária e afetuosa.

Enfim, agradeço a todos inclusive aos que, embora não citados, mas igualmente se fazem presentes por meio de gestos, palavras, ações, orações e pela confiança depositada para concretização desse trabalho de doutorado.

Santos, R. F. **Nitretação por EDM do aço AISI 4140.** 2012. 128 f. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia.

## Resumo

O objetivo deste trabalho foi verificar a possibilidade de nitretar amostras de aço AISI 4140 utilizando descargas elétricas geradas pelo processo de usinagem por descargas elétricas (EDM). Os testes foram executados em uma máquina de EDM por penetração convencional, com algumas adaptações. Como fluido dielétrico, utilizou-se uma solução de água desionizada e ureia. Como eletrodo ferramenta foi usado cobre eletrolítico. As técnicas de caracterização usadas foram as de análise micrográfica, difração de raios x, interferometria a laser, GDOES, nanoindentação e microdureza. As descargas elétricas foram fotografadas utilizando câmera fotográfica de alta velocidade. Os resultados mostraram a formação de uma camada rica em nitretos, com espessura entre 20 e 25 µm. Ocorre um decaimento na concentração de nitrogênio a partir da superfície. Houve um ganho na dureza, mas não foi constatada alteração no módulo de elasticidade. As fotografias das descargas elétricas evidenciaram a interferência da ureia sobre as mesmas, contudo não foi observada alteração significativa na topografia. O modelo proposto para nitretação se baseia na inserção do nitrogênio na superfície do aço por implantação iônica. Assim, pode-se concluir que a utilização de descargas elétricas mostrou-se um método viável de nitretação. O potencial tecnológico do processo foi explorado através de estudos complementares.

Santos, R. F. **Nitriding of AISI 4140 steel EDM.** 2012. 128 f. Doctoral Thesis. Federal University of Uberlândia. Uberlândia.

## ABSTRACT

The objective of this study was to investigate the nitriding possibility on AISI 4140 steel samples, through the electrical discharge machining (EDM) process. The tests were executed on die sinking EDM machine, with some adaptations. As dielectric fluid, it was used a deionized water and urea solution. As electrode tool it was used electrolytic copper. The characterization techniques used were the micrographic analysis, x-ray diffraction, laser interferometry, GDOES, nanoindentation and microhardness. The electrical discharges were photographed using high speed camera. The results showed the formation of a rich nitride layer with a thickness between 20 and 25 micrometers. A decay occurs in the concentration from the surface. There was a gain in hardness, but it was not detected any change in the elasticity modulus. The electrical discharges photographs revealed the interference of urea on the same, however there was no significant topography alteration. The proposed model for nitriding is based on the nitrogen insertion on the steel surface by ion implantation. Thus, it can be concluded that the use of electric discharges showed a viable method of nitriding. The technological potential of the process was explored with complementary studies.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Diagrama de fase Fe – N.....	05
Figura 2.2 – Diagrama de Lehrer.....	07
Figura 2.3 – Micrografia do ferro sinterizado nitretado a plasma e difratograma de raios x .....	08
Figura 2.4 – Efeito dos elementos de liga na variação da profundidade da camada, após 8 horas de nitretação gasosa a 520 °C em aço SAE 1035.....	09
Figura 2.5 – Representação esquemática do processo de nitretação a plasma.....	10
Figura 2.6 – Perfil de dureza das amostras de aço AISI 4140, nitretadas por 2 e 4 horas.....	12
Figura 2.7 – Representação esquemática do processo EDM.....	13
Figura 2.8 – Imagem da superfície de um aço M2 usinado por EDM. MEV.....	13
Figura 2.9 – As quatro fases de uma descarga elétrica no processo EDM: 1) Ignição. 2) Formação do canal de plasma. 3) Sublimação dos materiais da peça e eletrodo. 4) Limpeza dos resíduos produzidos no processo.....	14
Figura 2.10 – Representação da fase da ignição.....	15
Figura 2.11 – Canal de plasma.....	15
Figura 2.12 – Sublimação ocorrida no canal de plasma.....	16
Figura 2.13 – Limpeza dos resíduos após interrupção do canal de plasma.....	18
Figura 2.14 – Evolução da Tensão e Corrente Elétrica durante o ciclo de uma descarga.....	18
Figura 2.15 – (a) Imagem típica do canal de plasma (5 µs de exposição, 5 µs de atraso depois da ruptura, 24 A, 100 µs, óleo), posição dos eletrodos desenhada; (b) Gráfico do contorno de “(a)”; (c) Perfil de intensidade de “(a)” ao longo do eixo vertical.....	19
Figura 2.16 – Imagens do canal de plasma em diferentes momentos durante a descarga (5 µs de exposição, atraso variado depois da ruptura; 24 A, 100 µs, água).....	20
Figura 2.17 – Microscopia ótica da amostra do aço AISI D6 beneficiadas, usinado por EDM em regime de acabamento.....	21
Figura 2.18 – Vista de topo dos eletrodos usados em EDM e os resultados do	

sobre corte (overcut) na peça.....	22
Figura 2.19 – Representação das modificações superficiais de acordo com variações da frequência em EDM.....	23
Figura 2.20 – Contaminação por cobre na zona refundida após fresamento por EDM de aço usado na fabricação de molde.....	25
Figura 2.21 – Perda de massa acumulada da superfície retificada em relação à superfície usinada por descargas elétricas.....	26
Figura 2.22 – Variação da microdureza na seção transversal da superfície usinada com diferentes dielétricos.....	27
Figura 2.23 – Amostra de Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V usinada com água e uréia. Impressões de microdureza Vickers com carga de 10 gf. Seção transversal.....	27
Figura 3.1 – Esquema da máquina EDM por penetração.....	31
Figura 3.2 – Esquematização do funcionamento da EDM.....	32
Figura 3.3 – Montagens dentro da cuba auxiliar.....	32
Figura 3.4 – Processo de polimento automático para retirada mecânica das camadas, dispositivo de controle de retirada da camada e porta amostras.....	36
Figura 3.5 – Montagem da cuba auxiliar da máquina EDM para aquisição de fotografias das descargas elétricas.....	38
Figura 4.1 – Imagem de MEV da superfície do aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada como fluido dielétrico.....	40
Figura 4.2 – Imagem de MEV da superfície do aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada e ureia, 10 g/l, como fluido dielétrico.....	40
Figura 4.3 – Imagem de microscopia ótica da seção transversal de amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com água deionizada como fluido dielétrico. Nital 2%.....	41
Figura 4.4 – Imagem de microscopia ótica da seção transversal de amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l, como fluido dielétrico. Nital 2%.....	41
Figura 4.5 – Imagem de MEV da seção transversal da amostra de aço AISI 4140 usinada por EDM, com solução de água deionizada e ureia. Formação de ZR, ZAC e martensita. Nital 2%.....	42
Figura 4.6 – Sequência de imagens do canal de plasma formado na EDM.....	45
Figura 4.7 – Perfil de composição química por GDOES.....	46
Figura 4.8 – Perfil de composição química por GDOES, com destaque para análises	

realizadas até 60 s na amostra de aço AISI 4140 NDE.....	47
Figura 4.9 – Concentração de nitrogênio da análise GDOES.....	48
Figura 4.10 – Concentração de cobre da análise GDOES.....	48
Figura 4.11 – Difratograma do aço AISI 4140 NDE.....	50
Figura 4.12 – Difratogramas, configuração $\theta$ - $2\theta$ , do aço AISI 4140: Referência, nitretado pelo processo EDM (Z. Refundida) e retiradas sucessivas de camadas de 5 $\mu\text{m}$ de espessura.....	51
Figura 4.13 – Difratogramas de baixo ângulo com incidência de 2,5° do aço AISI 4140 (Referência) e na superfície nitretada por EDM (ZR).....	52
Figura 4.14 – Modelo proposto, em 3D, para o canal de plasma do processo de nitreção por descargas elétricas (NDE).....	54
Figura 4.15 – Perfil de microdureza Knoop (25 gf, 15 s) da amostra NDE.....	56
Figura 4.16 – Gráfico dos valores de microdureza Vickers (10 gf, 10 s) de aço AISI 4140 NDE.....	57
Figura 4.17 – Microdureza Vickers (10 gf, 10 s) da amostra 2 NDE e da amostra usinada por EDM com água deionizada como fluido dielétrico.....	57
Figura 4.18 – Difratograma da amostra temperada NDE revenida a 550°C por 1 hora.....	59
Figura 4.19 – Topografias geradas por interferometria a laser das superfícies usinadas por EDM com água deionizada e NDE, regime de acabamento.....	62
Figura 4.20 – Topografias geradas por interferometria a laser das superfícies usinadas por EDM com água deionizada e NDE, regime de desbaste.....	63
Figura 4.21 – Parâmetro Sq da amostra de aço AISI 4140 usinada por EDM com água deionizada e solução de água deionizada e ureia, em regime de desbaste e acabamento.....	63
Figura 4.22 – Parâmetro híbrido Sdq da amostra de aço AISI 4140 usinada por EDM com água deionizada e solução de água deionizada e ureia, em regime de desbaste e acabamento.....	64
Figura 5.1 – Micrografias de amostras de aço AISI 4140 submetidas a processo NDE com variação na concentração de uréia. Seção transversal. Nital 2%.....	67
Figura 5.2 – Microdureza Vickers (10 g <sub>f</sub> ), com desvio padrão, das amostras de aço AISI 4140 usinadas por EDM com água deionizada e uréia nas concentrações de 1 e 5 g/l.....	68

Figura 5.3 – Micrografia da amostra de aço AISI 4140 NDE, usando grafita como eletrodo ferramenta. Nital 2%.....	69
Figura 5.4 – Valores de microdureza Vickers (10 g <sub>f</sub> ) com uso de eletrodo de grafita.....	70
Figura 5.5 – Difratograma da amostra de aço AISI 4140 NDE com eletrodo de grafita..	70
Figura 5.6 – Micrografias das amostras de aço AISI 4140, seção transversal, NDE, com bombeamento com pressões de 80, 130, 170 e 230 bar. Nital 2%.....	71
Figura 5.7 – Micrografias das laterais e do fundo da cavidade da amostra de aço AISI 4140 NDE. Nital 2%.....	72
Figura 5.8 – Micrografias das amostras de aço AISI 4140, seção transversal, usinada pelo processo híbrido AJEDM. Nital 2%.....	74
Figura 5.9 – Micrografia da seção transversal da amostra de aço AISI 4140 usinada por WEDM usando água deionizada como fluido dielétrico. Nital 2%.....	76
Figura 5.10 – Micrografias de duas regiões da amostra de aço AISI 4140 usinado pelo processo WEDM, usando como fluido dielétrico solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l. Nital 2%.....	77
Figura 5.11 – Valores da microdureza Vickers (5 g <sub>f</sub> ) de aço AISI 4140, nitretado por WEDM.....	78
Figura 5.12 – Microdureza Vickers (10 gf, 10 s, média de 3 resultados).....	79
Figura 5.13 – Esquematização do ensaio de desgaste por deslizamento esfera-plano, movimento alternado.....	80
Figura 5.14 – Superfície das amostras após ensaio de desgaste à carga constante. AISI 4140: a) Nitretado; b) Temperado; c) Normalizado.....	81
Figura 5.15 – Perfil da trilha de desgaste para a amostra nitretada.....	82
Figura 5.16 – Taxa de desgaste das amostras ABNT 4140.....	82
Figura 5.17 – Micrografia do aço IF, NDE.....	84
Figura 5.18 – DRX do aço IF, sem nitretação (Referência) e NDE.....	85
Figura 5.19 – Médias e desvio padrão da microdureza Vickers (10 gf) de aço IF nitretado por EDM.....	86

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Composição química (% em peso) do aço AISI 4140.....	29
Tabela 3.2 – Parâmetros operacionais empregados na máquina EDM.....	31
Tabela 3.3 – Especificações técnicas e parâmetros usados na DRX $\theta$ -2θ.....	35
Tabela 3.4 – Especificações técnicas e parâmetros usados na DRX de baixo ângulo..	37
Tabela 4.1 – Médias e desvios padrões das espessuras da ZAC e ZR ( $\mu\text{m}$ ), NDE.....	43
Tabela 4.2 – Médias e desvios padrões das espessuras da ZAC e ZR ( $\mu\text{m}$ ), das amostras de aço AISI 4140 usinadas por EDM com água deionizada como fluido dielétrico.....	43
Tabela 4.3 – Elementos detectados na análise de fluorescência por energia dispersiva de raio x da água deionizada.....	49
Tabela 4.4 – Raios atômicos e iônicos ( $\text{\AA}$ ) do cobre e do nitrogênio.....	49
Tabela 4.5 – Resultados dos perfis de microdureza Knoop (25 gf, 15 s, 3 resultados) em amostra NDE.....	56
Tabela 4.6 – Médias e desvios padrões dos valores de microdureza Vickers (25 gf, 15 s, 3 resultados) das amostras tratadas termicamente.....	59
Tabela 4.7 – Médias e desvios padrões dos valores da Nanodureza e Módulo de Elasticidade (GPa, 3 resultados) de aço AISI 4140 NDE.....	60
Tabela 4.8 – TRM, TD e DVR do processo EDM do aço AISI 4140.....	61
Tabela 5.1 – Condutividade elétrica de fluidos dielétricos com diferentes concentrações de uréia.....	66
Tabela 5.2 – Dados dos ensaios AJEDM.....	73
Tabela 5.3 – TRM, TD e DVR do processo híbrido AJEDM do aço AISI 4140 NDE.....	74
Tabela 5.4 – Parâmetros operacionais adotados na máquina WEDM.....	76
Tabela 5.5 – Composição química (% em peso) do aço IF.....	83
Tabela 5.6 – Espessuras das camadas formadas.....	84
Tabela 5.7 – Custos médios (UM) para nitretação por EDM.....	87

## LISTA DE SÍMBOLOS

### **ALFABETO LATINO**

A	: unidade de corrente (Ampere)
Å	: Angstrom (0,1 nanometro)
Al	: alumínio
a <sub>A</sub>	: raio do plasma na região próxima ao anodo
a <sub>C</sub>	: raio do plasma na região próxima ao catodo
°C	: grau centígrado
C	: carbono
Cu	: cobre
CO <sub>2</sub>	: dióxido de carbono
Cr	: cromo
E	: módulo de elasticidade
eV	: elétron volts
Fe	: ferro
Fe-α	: estrutura cristalina do ferro (cúbica de corpo centrado)
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	: óxido de ferro
FeN	: nitreto de ferro
Fe <sub>2-3</sub> N	: nitreto de ferro
Fe <sub>4</sub> N	: nitreto de ferro
Fe <sub>3</sub> C	: carboneto de ferro
Fe <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	: carboneto de ferro
Fe <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	: carboneto de ferro
g	: grama
gf	: grama força
g/l	: grama por litro
GPa	: giga Pascal
H <sub>2</sub>	: hidrogênio
H <sub>2</sub> O	: água
HK	: dureza Knoop
HV	: dureza Vickers [kgf/mm <sup>2</sup> ]
i <sub>e</sub>	: corrente da descarga média [A]
i <sub>m</sub>	: corrente da descarga máxima [A]

K	: temperatura Kelvin
Kgf	: kilograma força
KVA	: kilovolts amperes
K <sub>a</sub>	: radiação
l/h	: litro por hora
m	: metro
m <sub>f</sub>	: massa final da peça e/ou ferramenta [g]
m <sub>i</sub>	: massa inicial da peça e/ou ferramenta [g]
min	: minuto
mm	: milímetro
MPa	: mega Pascal
mm	: milímetro
m <sub>i</sub>	: massa inicial
m <sub>f</sub>	: massa final
mN	: miliNewton
mA	: miliAmpere
Mn	: manganês
Mo	: molibdênio
N	: nitrogênio
NH <sub>3</sub>	: amônia
nm	: namômetro
N <sub>2</sub>	: nitrogênio gasoso
N	: Newton
O	: oxigênio
p	: peso específico do material da ferramenta [g/mm <sup>3</sup> ]
P	: fósforo
q <sub>C</sub>	: fluxo de calor nas superfícies do catodo
q <sub>A</sub>	: fluxo de calor nas superfícies do anodo
R <sub>a</sub>	: rugosidade média aritmética
rms	: variância da topografia superficial
r <sub>C</sub>	: raio da cavidade fundida no catodo
r <sub>A</sub>	: raio da cavidade fundida no anodo
S	: enxofre
S <sub>a</sub>	: média aritmética dos desvios da superfície
Si	: silício
Sdq	: parâmetro híbrido que relaciona a inclinação média das irregularidades

Sq	: desvio das alturas dos picos em relação ao plano médio
Sp	: altura máxima de pico ao plano médio
Sv	: profundidade máxima de vale ao plano médio
St	: altura máxima de rugosidade
Ssk	: <i>skewness</i> medida da assimetria dos desvios
SiC	: carboneto, carbureto ou carbeto de silício
s	: segundo
t	: tempo de usinagem [min]
$t_d$	: tempo de atraso da ignição [ $\mu\text{s}$ ]
$t_e$	: duração da descarga [ $\mu\text{s}$ ]
$t_{\text{off}}$	: tempo de intervalo do pulso [ $\mu\text{s}$ ]
$t_{\text{on}}$	: tempo de duração do pulso [ $\mu\text{s}$ ]
TiN	: nitreto de titânio
Ti	: titânio
$t_o$	: intervalo de tempo
$\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$	: liga de titânio
U	: tensão do circuito aberto [V]
$u_e$	: tensão de trabalho média [V]
$u_i$	: tensão da descarga [V]
$U_i$	: tensão em aberto
$u_i$	: tensão em aberto
V	: volt
V	: vanádio
$V_0$	: potencial elétrico
W	: watts

**ALFABETO GREGO**

- $\Delta_m$  : variação de massa da peça e/ou ferramenta [g]  
 $\varepsilon$  : nitreto tipo  $Fe_{2-3}N$   
 $\theta$  : ângulo de difração do raio x  
 $\gamma'$  : nitreto tipo  $Fe_4N$   
 $\lambda$  : comprimento de onda  
 $\lambda_D$  : comprimento de Debye  
 $\mu$  : coeficiente de absorção linear para a radiação  $K\alpha$   
 $\mu S/cm$  : condutividade elétrica (micro Siemens por centímetro) ( $S = 1/\Omega = A/V$ )  
 $\mu s$  : microsegundo  
 $\mu m$  : micrometro  
 $\Omega$  : resistividade elétrica (Ohm)

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT : Associação Brasileira de Normas Técnicas

AFM : Microscopia de Força Atômica

AISI : *American Iron and Steel Institute* (Instituto Americano do Ferro e Aço)

AJEDM : *Abrasive Jet Electrical Discharge Machining* (Usinagem por Descargas Elétricas e Jato de Água Abrasivo)

ASTM : *American Society for Testing and Materials* (Sociedade Americana de Testes e Materiais)

CCC : Cúbico de Corpo Centrado

CFC : Cúbico de Face Centrado

CNC : Controle Numérico Computadorizado

CVD : *Chemical Vapor Deposition* (Deposição Química de Vapor)

DP : Desvio Padrão

DT : *Duty time* (tempo de trabalho - relaciona o tempo de duração do pulso com o tempo do ciclo entre duas descargas consecutivas) [%]

DVR : Desgaste Volumétrico Relativo [%]

EDM : *Electrical Discharge Machining* (Usinagem por Descargas Elétricas)

EDS : *Energy Dispersive Spectroscopy* (Espectroscopia de Energia Dispersiva)

EDX : *Energy Dispersive X-Ray* (Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X)

EPMA : *Electron Probe Micro-Analyser* (Análise por Micro Sonda Eletrônica)

FJEDM : *Fluid Jet Electrical Discharge Machining* (Usinagem por Descargas Elétricas com Jato de fluido dielétrico)

GDOES: *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy* (Espectroscopia de Emissão Ótica por Descarga Luminescente)

HCP : Hexagonal Compacta

MEV : Microscopia Eletrônica de Varredura

NDE : Nitretação por Descargas Elétricas

PVD : *Physical Vapor Deposition* (Deposição Física de Vapor)

TD : Taxa de Desgaste [mm<sup>3</sup>/min]

TRM : Taxas de Remoção de Material [mm<sup>3</sup>/min]

TS : *Transistor Standard* – define a quantidade de corrente

ZAC : Zona Afetada pelo Calor

ZR : Zona refundida

WEDM : EDM a fio ou *Wire EDM*

# SUMÁRIO

<b>CAPÍTULO I</b>	01
<b>1. Introdução</b> .....	01
<b>CAPÍTULO II</b>	05
<b>2. Revisão Bibliográfica</b> .....	05
2.1. Nitretação.....	05
2.2. Processo EDM.....	12
2.3. Nitretação através de EDM.....	26
<b>CAPÍTULO III</b>	29
<b>3. Procedimento Experimental</b> .....	29
3.1. Materiais dos eletrodos peça e ferramenta.....	29
3.2. Fluidos dielétricos.....	30
3.3. Equipamento de usinagem por descargas elétricas por penetração.....	30
3.4. Avaliação do desempenho do processo EDM.....	33
3.5. Perfilometria 3D.....	33
3.6. Metalografia.....	34
3.7. Microdureza e nanodureza.....	34
3.8. Difração de raios x.....	35
3.9. Fotografias das descargas elétricas.....	37
3.10. Espectroscopia de Emissão Ótica por Descarga Luminescente.....	38
<b>CAPÍTULO IV</b>	39
<b>4. Resultados e Discussões</b> .....	39
4.1. Caracterização microestrutural.....	39
4.1.1. <i>Testes para verificação da reproduzibilidade do processo</i> .....	42
4.2. Fotografias das descargas elétricas.....	44
4.3. Perfil de composição química por GDOES.....	46
4.4. Difração de raios x.....	49
4.5. Modelo do Processo NDE.....	53
4.6. Microdureza.....	56
4.7. Nanodureza.....	60
4.8. Avaliação do desempenho do processo EDM.....	60
4.8.1. <i>Taxa de Remoção de Material (TRM), Taxa de Desgaste do eletrodo ferramenta (TD) e Desgaste Volumétrico Relativo (DVR)</i> .....	60
4.8.2. <i>Topografia</i> .....	61

4.9. Conclusões parciais.....	65
<b>CAPÍTULO V</b>	66
<b>5. Resultados Complementares.....</b>	66
5.1. Variação de concentração de ureia.....	66
5.2. Testes com eletrodo de grafita.....	69
5.3. Efeito da variação da pressão do fluido dielétrico.....	71
5.4. EDM de cavidade com profundidade de 4 mm.....	72
5.5. Processo híbrido AJEDM.....	73
5.6. Testes de Usinagem por Descargas Elétricas a Fio (WEDM).....	75
5.7. Desgaste por deslizamento.....	79
5.8. Processo NDE em aço IF ( <i>Interstitial Free</i> ).....	83
5.9. Análises de custo.....	86
5.10. Conclusões parciais.....	87
<b>CAPÍTULO VI</b>	89
6.1. Conclusões.....	89
6.2. Sugestões para trabalhos futuros.....	89
<b>CAPÍTULO VII</b>	91
<b>7. Referências Bibliográficas.....</b>	91
<b>Anexo A – Tratamento Estatístico (Método ANOVA).....</b>	99
<b>Anexo B – Análise por GDOES.....</b>	101
<b>Anexo C – Difratogramas.....</b>	103
<b>Anexo D – Nanoindentação instrumentada.....</b>	105
<b>Anexo E – Parâmetros topográficos.....</b>	107
<b>Anexo F – Processo WEDM.....</b>	109

# CAPÍTULO I

## 1. Introdução

Ao longo dos últimos anos, o processo EDM tem se destacado como um dos mais utilizados na confecção de matrizes e moldes metálicos. A remoção de material é feita pelo bombardeamento de elétrons ou íons contra a superfície da peça, produzindo a retirada dos resíduos por sublimação, gerando cavidades profundas e com alto grau de complexidade (SANTOS, 2007). Com o uso constante, o desgaste desses componentes apresenta um fenômeno tribológico, que pode ser definido como perda ou remoção progressiva de material da superfície atuante da ferramenta. Como resultado, ocorre mudança na topografia da matriz; e isso gera um desgaste que pode provocar danos severos que levam a defeitos nos produtos ocasionando outras falhas na matriz. Segundo Both et al. (2010) o desgaste e falhas de matrizes de forjamento não apenas reduzem a vida útil das ferramentas, como também podem resultar produtos com condições superficiais intoleráveis. O desgaste e a fadiga são os dois principais fatores limitantes da vida útil de matrizes de forjamento. As falhas podem estar associadas à inadequação de variáveis como material, projeto e manufatura das matrizes. Mas, também, dos aspectos da operação de forjamento. Dessa forma, o material da matriz é geralmente tratado termicamente. Eventualmente, em adição a esse tratamento, a nitretação, os revestimentos por PVD e CVD são exemplos de tratamentos superficiais que protegem a superfície da matriz e prolongam sua vida útil. Os principais campos de aplicação dessa tecnologia, com o objetivo de melhorar a resistência ao desgaste, são as ferramentas de corte, moldes para injeção de plásticos e componentes de precisão usados em motores e compressores.

O processo de nitretação é um método de endurecimento superficial para aumentar a resistência ao desgaste por deslizamento e à fadiga de superfícies metálicas das matrizes e moldes. Dentre os tipos de nitretação, a que utiliza o plasma tem sido largamente a mais empregada para melhorar as propriedades da superfície de vários materiais de engenharia Sun e Bell (1991). Durante o processo de nitretação a plasma, a reação não ocorre apenas na superfície, mas também na subsuperfície, devido à difusão de átomos de nitrogênio para o substrato. Como resultado, uma fina camada de nitretos de ferro é produzida na superfície

juntamente com uma zona de difusão espessa e dura. Isso não só aumenta a resistência à fadiga e ao desgaste por deslizamento, mas também a capacidade de carga do componente.

Alguns estudos também têm apontado um grande interesse pelas modificações superficiais produzidas pela usinagem por descargas elétricas (EDM). Kumar et al. (2009) informam que, além da remoção de material da peça durante o processo de usinagem, há também remoção de material do eletrodo ferramenta. A formação do canal de plasma consiste de vapores de material erodidos da peça, do eletrodo e a pirólise do fluido dielétrico. Esse fenômeno pode afetar a composição da superfície da peça após a usinagem e, consequentemente, suas propriedades. O campo da modificação superficial, usando o processo de usinagem por descargas elétricas, está ainda em fase experimental. Algumas melhorias significativas nas propriedades das superfícies têm sido relatadas e a viabilidade do processo bem estabelecida. No entanto, muitas outras questões precisam ser abordadas antes que o método possa ser implementado pelo setor industrial.

Kunieda et al. (2005) citam que a transferência de materiais pode ser feita por meio de eletrodos sinterizados, pós em suspensão no fluido dielétrico ou ambos os casos. Eles oferecem uma alternativa viável aos outros métodos atualmente utilizados, como a implantação iônica ou o processamento a laser, que são métodos complexos e de custo elevado. O uso de eletrodos convencionais ainda não apresentou resultados satisfatórios para esta aplicação. A maioria dos trabalhos de pesquisa sobre o uso de pós misturados ao fluido dielétrico avaliam o impacto destes sobre a taxa de remoção de material, rugosidade superficial e desgaste dos eletrodos. Poucos pesquisadores estudam-no sobre o enriquecimento por liga.

Os resultados de Yan et al. (2005) e Camargo et al. (2009) mostraram a possibilidade de enriquecer superfícies com nitretos na usinagem por descargas elétricas de amostras de titânio aeronáutico. Eles utilizaram solução de água deionizada e ureia, como fluido dielétrico neste processo. Yan et al (2005) observaram a formação de uma camada de nitreto de titânio na superfície. Foi verificado um ganho na resistência ao desgaste por deslizamento. Camargo et al (2009) identificaram uma camada enriquecida por TiN da ordem de 7 µm. A dureza dessa camada foi da ordem 60 % superior a da matriz.

O objetivo principal desse trabalho é desenvolver uma metodologia para promover a nitretação das superfícies de amostras fabricadas em aço de baixa liga, AISI 4140, através das descargas elétricas, geradas no processo EDM, em meio a um fluido dielétrico constituído de água deionizada e ureia. Além disso, explorar os aspectos tecnológicos decorrentes deste processo de nitretação.

Os objetivos específicos, com ênfase nos aspectos acadêmicos do trabalho, são:

- Identificar as alterações microestruturais;
- Identificar alterações provocadas nas descargas elétricas pela presença de ureia através de fotografias;
- Identificar a presença de nitrogênio por GDOES;
- Caracterizar os nitretos formados por difração de raios x;
- Medir e quantificar a espessura da camada NDE;
- Avaliar as propriedades mecânicas da camada nitretada por meio de ensaios de micro e nano dureza;
- Avaliar a reproduzibilidade da formação dessa camada através de análise microestrutural e microdureza;
- Verificar a possibilidade de ocorrer nitretação simultaneamente à remoção de material do aço AISI 4140;
- Avaliar modificações topográficas por interferometria a laser e
- Propor um modelo para o fenômeno da nitretação usando descargas elétricas.

No que diz respeito ao caráter tecnológico do trabalho, os objetivos específicos são:

- Verificar a influência da variação da concentração de ureia;
- Utilizar a grafita como material alternativo ao cobre;
- Avaliar a possibilidade de se nitretar com as descargas elétricas, decorrentes dos processos: AJEDM, FJEDM e WEDM;
- Avaliar a resistência ao desgaste por deslizamento da camada nitretada;
- Usar o processo NDE em um aço diferente do AISI 4140 e
- Realizar uma análise de custos para avaliar a competitividade do processo NDE com outros métodos de nitretação.

Assim, caso os objetivos sejam concretizados, espera-se ampliar o conhecimento sobre o processo de nitretação por descargas elétricas (NDE), além de gerar novas tecnologias que possam ser utilizadas pelo setor industrial.

A estrutura da tese está distribuída em sete capítulos. No segundo capítulo, expõe-se uma revisão bibliográfica sobre os temas pertinentes ao trabalho: detalhes e características dos processos de nitretação, processos EDM e nitretação por EDM. No terceiro capítulo, são descritos o método experimental adotado com as variáveis de entrada e saída do processo EDM, os procedimentos e a sequência dos testes, bem como as técnicas de caracterização e quantificação dos resultados. Os resultados experimentais obtidos nos estudos e as discussões sobre os mesmos são apresentados no quarto capítulo com ênfase no caráter acadêmico do trabalho. Os resultados complementares, que dão ênfase ao caráter tecnológico do trabalho, são mostrados no quinto capítulo. Esse caráter

tecnológico foi considerado relevante tendo em vista o pedido de patente (Raslan et al, 2012). O sexto capítulo traz as conclusões finais sobre o tema pesquisado, além das sugestões para trabalhos futuros. No sétimo capítulo, são apresentadas as referências bibliográficas utilizadas no trabalho. Nos apêndices são apresentados os anexos de A a G com informações adicionais sobre metodologias e resultados.

## CAPÍTULO II

### 2. Revisão Bibliográfica

#### 2.1. Nitretação

Em alguns tratamentos superficiais de nitretação, como a líquida e a gasosa, o nitrogênio é introduzido na forma atômica, por difusão intersticial ou por lacunas, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita, em temperaturas normalmente na faixa de 500 a 590°C. Consequentemente, não ocorre nenhuma transformação de fase que não se relacione com a precipitação de nitretos ou carbonitretos, quando presente também o carbono na liga ou no meio nitretante. É um processo que permite alterar as propriedades de dureza superficial, resistência ao desgaste, à corrosão e térmica do material. São utilizados, por ordem de importância no tratamento de metais ferrosos, metais refratários e alumínio.

O diagrama de fases Ferro Nitrogênio (ZAGONEL, 2006), mostrado na Fig. 2.1.

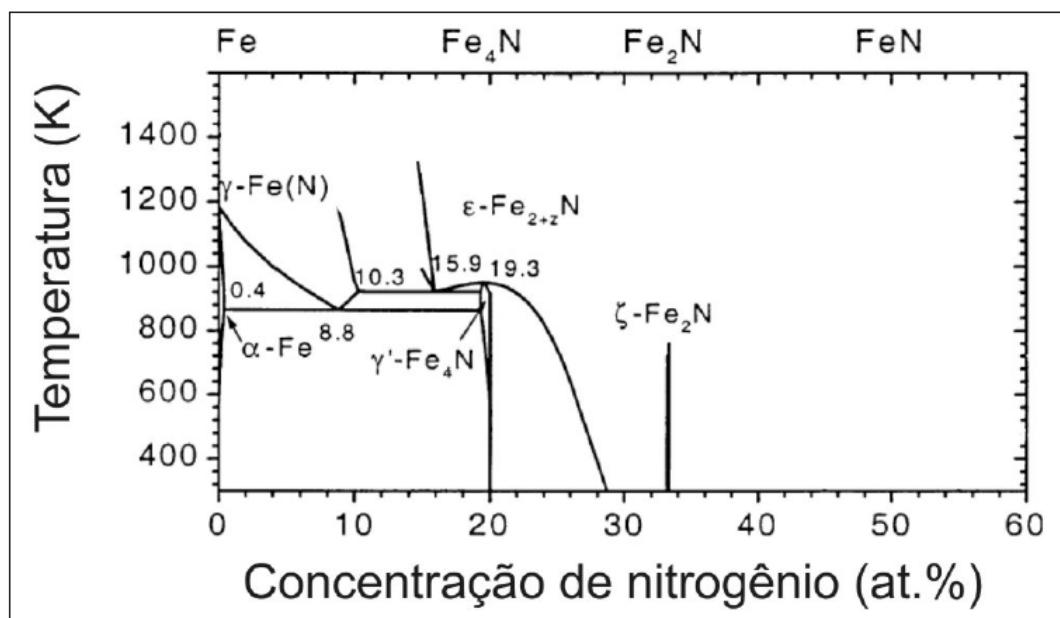


Figura 2.1 – Diagrama de fase Fe – N (ZAGONEL, 2006).

O diagrama indica que 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. O primeiro nitreto a se formar é denominado de  $\gamma'$ , de estequiometria  $\text{Fe}_4\text{N}$ , cúbico de face centrada e com uma composição de nitrogênio próxima de 5,9% em massa. Caso o teor de nitrogênio exceda o valor de 6,1% em massa, ocorre a precipitação simultânea do nitreto  $\epsilon$ , de estequiometria  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ , com estrutura cristalina hcp (hexagonal compacta). Para teores de nitrogênio acima de 8%, o único nitreto presente será o tipo  $\epsilon$ . No ferro, pode ocorrer a precipitação do nitreto metaestável  $\alpha''$  (METALS HANDBOOK, 1973). A precipitação desses nitretos ocorre de duas formas: na formação da camada de compostos, que se situa na superfície mais externa do material e na zona de difusão, onde esses nitretos se precipitam de forma intragranular fina e homogênea e na forma de nitretos intergranulares.

Para Zagonel (2006), por ser um átomo relativamente pequeno, o nitrogênio não pode ser colocado na rede cristalina do ferro em um sítio substitucional, onde o átomo de nitrogênio ocuparia um lugar do átomo de ferro. Ao mesmo tempo, o nitrogênio não é pequeno o bastante para ocupar sítios intersticiais. Essa característica forma um sistema semelhante ao ferro carbono em certos aspectos. Apenas uma pequena quantidade de nitrogênio pode ser diluída na rede cristalina do ferro, e fases cristalinas de nitretos de ferro são formadas para concentrações maiores que o limite de solubilidade. Nesses casos, a rede cristalina é basicamente a rede cúbica de face centrada (CFC), rede do ferro em temperatura ambiente, com distorções que formam a fase cúbica de corpo centrado (CCC) de estequiometria  $\text{Fe}_4\text{N}$  ou, para maiores concentrações, a fase hexagonal compacta (HCP), de estequiometria  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ . A Figura 2.1 indica as regiões em que essas fases são termodinamicamente estáveis.

Para Pinedo (1995), o diagrama de fases Fe–N não é, entretanto, suficiente para descrever o equilíbrio entre as fases durante o tratamento de nitretação. A condição de equilíbrio do sistema sólido/gás, na nitretação, deve ser também analisada em função do potencial de nitretação. O diagrama de Lehrer, mostrado na Fig. 2.2, permite entender como pode ser realizado o controle sobre a metalurgia da superfície nitretada.

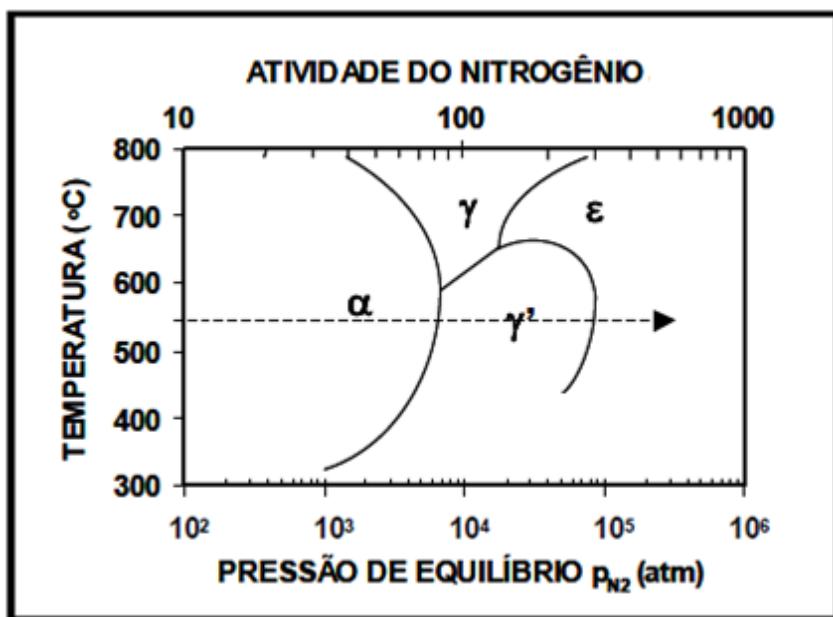


Figura 2.2 – Diagrama de Lehrer (PINEDO, 1995).

Neste diagrama é utilizada como variável a pressão parcial de nitrogênio ou o potencial de nitretação. Nas temperaturas usuais de nitretação, indicada pela linha tracejada, o equilíbrio de fases depende do potencial de nitrogênio. Um aumento na pressão parcial de nitrogênio ou da atividade do nitrogênio dissolvido desloca o equilíbrio de Fe-α para nitreto tipo γ' e de nitreto γ' para nitreto tipo ε. Esse diagrama, do tipo temperatura em função do potencial químico, é o mais adequado para o fornecimento de massa(pela atmosfera) e limita-se, apenas, à diferença de potencial do constituinte.

A nitretação gasosa, também conhecida como nitretação em amônia, produz na superfície, uma camada de compostos de características quebradiças, denominada camada branca, seguida de uma zona de difusão. Neste processo, a nitretação é feita numa atmosfera de amônia em uma temperatura entre 500 e 565°C, no qual a amônia dissocia-se parcialmente na superfície da peça. O nitrogênio é liberado conforme a reação:  $\text{NH}_3 \leftrightarrow 3/2 \text{H}_2 + \text{N}$  (dissolvido no ferro). O processo é controlado medindo-se o fluxo de amônia e determinando-se a porcentagem de dissociação, que pode aumentar através do aumento de temperatura ou diminuir o fluxo de amônia. Normalmente, o processo é conduzido numa condição em que a dissociação de amônia esteja entre 15 e 30%.

A Figura 2.3 exibe, à esquerda, micrografia ótica da seção transversal da amostra de ferro sinterizado, nitretado a plasma. A parte mais externa apresenta uma lâmina de cobre usada para proteger a superfície da amostra. A camada branca tem espessura média de 10,8 μm, enquanto que a zona de difusão, de 400 μm, com predominância de agulhas de nitretos. Os pontos escuros são porosidades próprias de peças sinterizadas. À direita, nota-

se o difratograma de raios x com a identificação dos picos dos nitretos tipo  $\epsilon$  e  $\gamma'$  (DE MELLO et al. 2010).

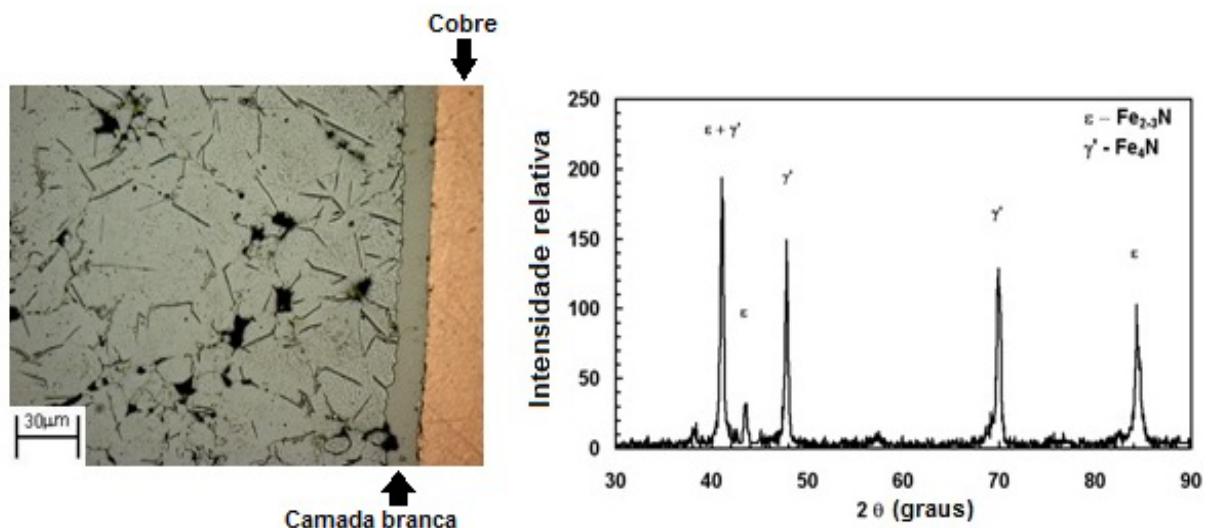


Figura 2.3 – Micrografia do ferro sinterizado nitretado a plasma e difratograma de raios x (DE MELLO et al. 2010).

Na nitretação a plasma, o nitrogênio a forma de íon. Após nitretação a plasma, a superfície possui macroscopicamente o mesmo aspecto que aquelas nitretadas convencionalmente. Porém, existem consideráveis diferenças quando esta camada é observada através de um microscópio. Alves (2001) afirma que a camada nitretada é composta de duas regiões distintas: a camada de compostos e a zona de difusão. A camada branca está constituída pelos compostos  $\epsilon\text{-Fe}_{2.3}\text{N}$  e  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ , compostos tipo cerâmicos (não metálico) de difícil soldabilidade. Portanto, deve-se evitar a camada branca e formar uma camada difundida, que ainda mantém seu caráter metálico.

Quanto à zona de difusão, ela é diminuída pelo retardamento da difusão do nitrogênio, provocado por um estágio adicional de dissolução de carbonetos anterior à formação de nitretos. Outra influência do carbono ocorre quando o material é anteriormente temperado e revenido. Nesse caso, o tipo de microestrutura influí na difusão do nitrogênio, além de influenciar no tempo de dissolução do carboneto para formação de nitretos. Também a presença de elementos formadores de nitretos, como Ti, V, Cr, Mo, etc., influenciam tanto nas propriedades como na espessura da camada dos aços nitretados. O aumento da dureza é atribuído à formação de precipitados dispersos de nitretos ou carbonitretos coerentes ou semicoerentes desses elementos de liga. A taxa dessa reação depende da intensidade de interação do elemento de liga particular com o nitrogênio, da facilidade com que os precipitados nucleiam e crescem, da concentração dos elementos de

liga, do potencial de nitretação da mistura gasosa utilizada e da temperatura de tratamento térmico (INAL, 1989).

Gobbi (2009) estudou o efeito dos elementos de liga na profundidade da camada em seu trabalho sobre a influência da nitretação a plasma na resistência ao desgaste microabrasivo do aço ferramenta AISI D2. Ele afirma que os elementos de liga dificultam a difusão do nitrogênio. Quanto maior o teor dos elementos de liga, menor será a espessura da camada. O alumínio, em pequenos teores, é capaz de melhorar a difusividade do nitrogênio no aço, conforme mostrado na Fig. 2.4.

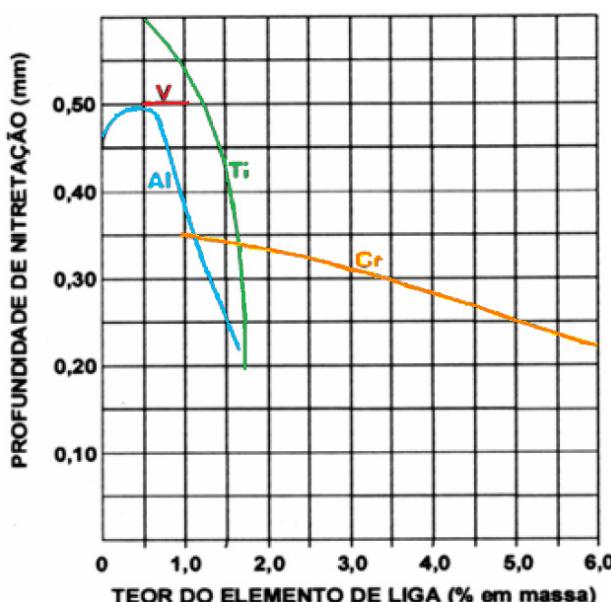


Figura 2.4 – Efeito dos elementos de liga na variação da profundidade da camada, após 8 horas de nitretação gasosa a 520 °C em aço SAE 1035 (GOBBI, 2009).

Um importante parâmetro do plasma é o grau de ionização, que é a fração das espécies neutras originais ionizadas. O plasma, com um grau de ionização muito menor que a unidade, é dito fracamente ionizado ou plasma frio, que é utilizado no processo de nitretação iônica. Em geral as características do plasma diferem, dependendo dos átomos e moléculas constituintes, densidade, energia e grau de ionização. Existe, entretanto, uma característica que independe desses parâmetros, chamada de quase-neutralidade. As cargas livres do plasma podem se mover em resposta a qualquer campo elétrico no sentido de neutralizá-lo. Se uma carga qualquer é inserida num plasma, ou um campo elétrico é imposto, produzindo um potencial  $V_0$ , as cargas livres compostas de elétrons, na grande maioria, mover-se-ão formando uma blindagem elétrica, denominada blindagem de Debye, que modificará o potencial original, atenuando-o exponencialmente com o comprimento de decaimento característico,  $\lambda_D$ , chamado de comprimento de Debye. Para os plasmas de

interesse na nitretação iônica,  $\lambda_D$ , é da ordem de 0,1 mm. A oscilação do plasma é outro conceito importante, mas quando há um desbalanceamento de carga num plasma, os elétrons presentes movem-se para neutralizar os seus efeitos. Esse movimento é oscilatório em torno da carga, cuja frequência de oscilação é denominada de frequência do plasma. O parâmetro secção de choque é sempre utilizado para se especificar um processo colisional entre espécies do plasma e a superfície do catodo. Ele está associado à probabilidade de que um dado processo possa ocorrer (CHAPMAN, 1980).

Na nitretação iônica, o plasma é constituído por um gás, parcialmente ionizado, contendo íons e elétrons em equilíbrio dinâmico, sendo que o sistema mantém a neutralidade globalmente. Os íons são acelerados na direção do material devido à aplicação de um campo elétrico negativo nas peças a serem tratadas. Após implantação, esses íons neutralizam-se e penetram por difusão no corpo do material. O processo de nitretação a plasma é mostrado na representação esquemática proposta por Echeverrigaray (2006) na Fig. 2.5.

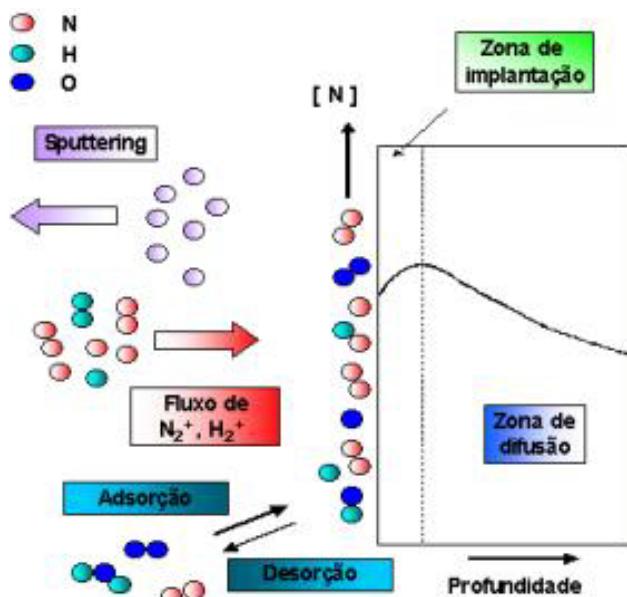


Figura 2.5 – Representação esquemática do processo de nitretação a plasma (ECHEVERRIGARAY, 2006).

Cho e Lee (1980) informam que, além das variáveis do processo já citadas, a composição química do material a ser nitretado influí forte na as características da camada nitretada. A presença de carbono nos aços aumenta a espessura da camada de compostos e diminui a zona de difusão. Esse aumento de espessura da camada de compostos é justificado pela formação da fase  $\epsilon$ , que possui uma maior faixa de solubilidade que a fase  $\gamma'$ , tornando-se um carbonitreto de ferro.

Quanto à zona de difusão, ela é diminuída pelo retardamento da difusão do nitrogênio, provocado por um estágio adicional de dissolução de carbonetos anterior a formação de nitretos. Outra influência do carbono ocorre quando o material é anteriormente temperado e revenido. Nesse caso, o tipo de microestrutura influí na difusão do nitrogênio, além de influenciar no tempo de dissolução no carboneto para formação de nitretos. Também a presença de elementos formadores de nitretos como Ti, V, Cr, Mo, etc., interferem tanto nas propriedades como na espessura da camada dos aços nitretados. O aumento da dureza é atribuído à formação de precipitados dispersos de nitretos ou carbonitretos coerentes ou semicoerentes desses elementos de liga. A taxa dessa reação depende da intensidade de interação do elemento de liga particular com o nitrogênio, da facilidade com que os precipitados nucleiam e crescem, da concentração dos elementos de liga, do potencial de nitretação da mistura gasosa utilizada e da temperatura de tratamento (INAL, 1989).

A nitretação a plasma produz uma camada densa, não porosa, muito dura, mas não quebradiça e com um baixo coeficiente de atrito, ao que se soma uma excelente resistência ao desgaste. Apresenta algumas vantagens como a qualidade, repetibilidade do processo, mas principalmente as baixas temperaturas de tratamento. No entanto, Goulart-Santos (2009) afirma que, por ser um processo controlado por difusão, a profundidade de nitretação depende fortemente do tempo e da temperatura do processo, além da pressão da mistura gasosa e da microestrutura do material. A autora informa que a literatura não apresenta um critério para determinação da profundidade de nitretação a plasma. Sendo assim, em seu trabalho, optou-se pelo seguinte critério: valor da dureza 10 % superior a dureza do aço AISI 4140, que é de 382 HK. A Figura 2.6 mostra o perfil de dureza Knoop (0,049 N) das amostras nitretadas por 2 e 4 horas, além da linha de referência do valor da dureza do aço sem nitretação. Nota-se que o aumento do tempo de nitretação levou a uma maior profundidade de nitretação, no entanto, a relação tempo/profundidade não é linear. A profundidade de nitretação para o tempo de nitretação de 4 horas foi cerca de 40 % maior que a do tempo de 2 horas.

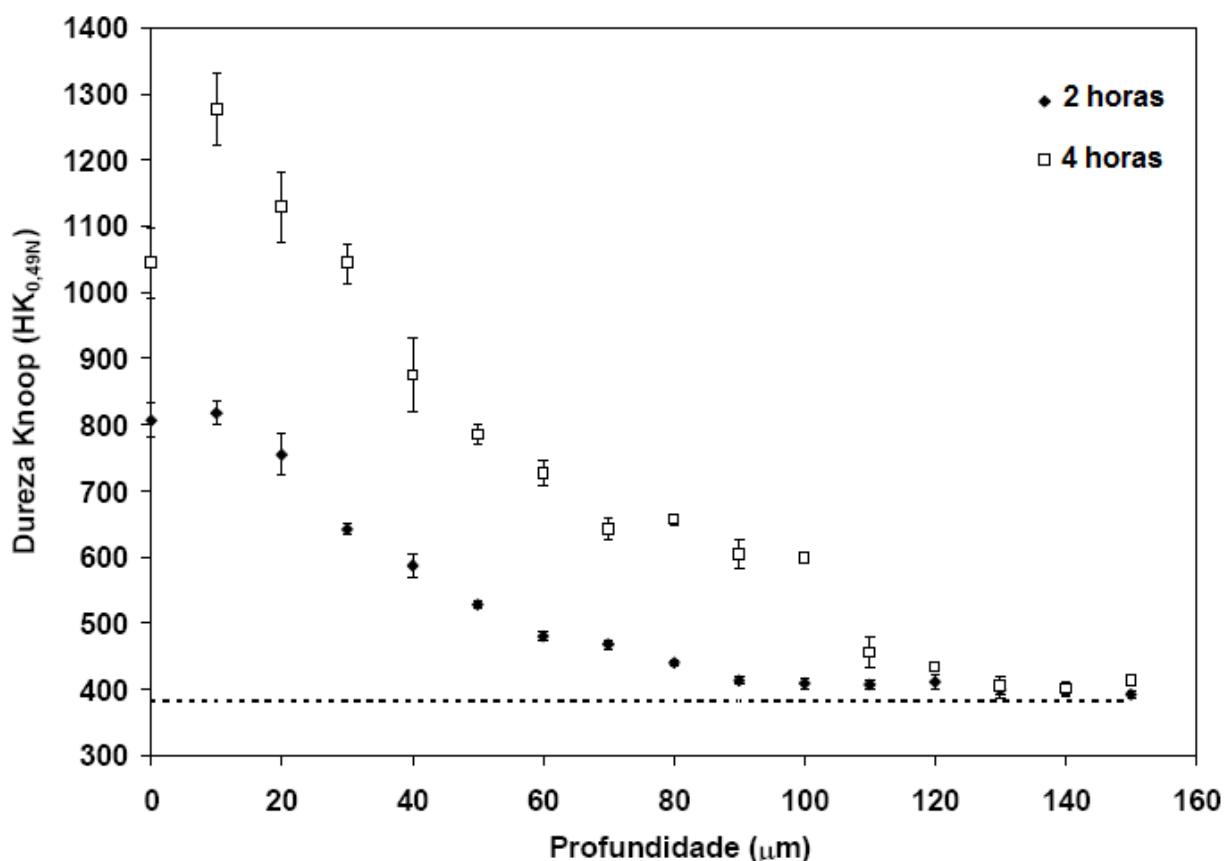


Figura 2.6 – Perfil de dureza das amostras de aço AISI 4140, nitretadas por 2 e 4 horas (GOULART-SANTOS, 2009).

## 2.2. Processo EDM

O processo EDM é bastante complexo e muito se tem estudado sobre esse tema. Ele é um mecanismo de remoção do material feito, primeiramente, pelo uso de energia elétrica e modificada internamente para energia térmica. A energia térmica gera um canal de plasma entre o catodo e anodo com temperaturas que variam de 8000 a 10000 K, para diferentes pulsos de corrente (ALBINSKI et al. 1996), iniciando o aquecimento e a fusão na superfície. Quando a pulsação direta da corrente é interrompida, o canal de plasma entra em colapso e causa redução repentina da temperatura; isso permite a circulação do dielétrico para retirar e transportar o material fundido da superfície em forma de partículas microscópicas. A Figura 2.7 mostra a representação esquemática do processo EDM (Bleys et al. 2006).

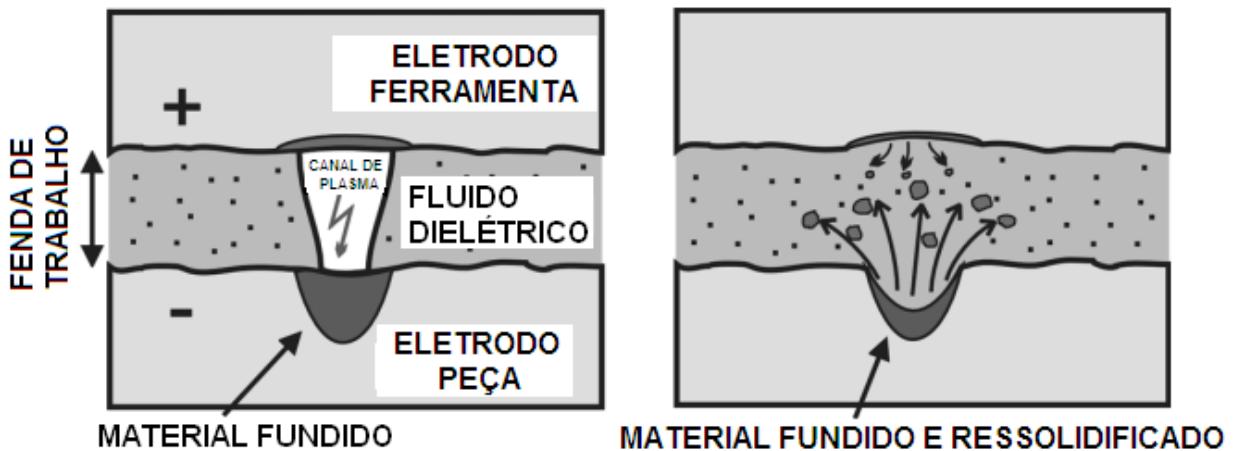


Figura 2.7 – Representação esquemática do processo EDM (BLEYS et al. 2006)

O processo de fusão e de sublimação do material da superfície da peça é um contraste com o processo de usinagem convencional, pois os cavacos não são produzidos mecanicamente. A taxa do material removido é baixa, uma vez que entre 85 a 90 % do material fica redepositado. A temperatura na centelha é estimada em até mais de 20000 °C. O tempo de duração é curto e a área de aplicação é pequena. A centelha funde e vaporiza uma pequena porção da peça, com pequenos efeitos nas regiões adjacentes (MCGEOUGH, 1988).

A Figura 2.8 ilustra a superfície de um aço M2 usinado por EDM (Silva, 2012). Nota-se a presença de material redepositado no centro da cavidade e transbordamento nas bordas.

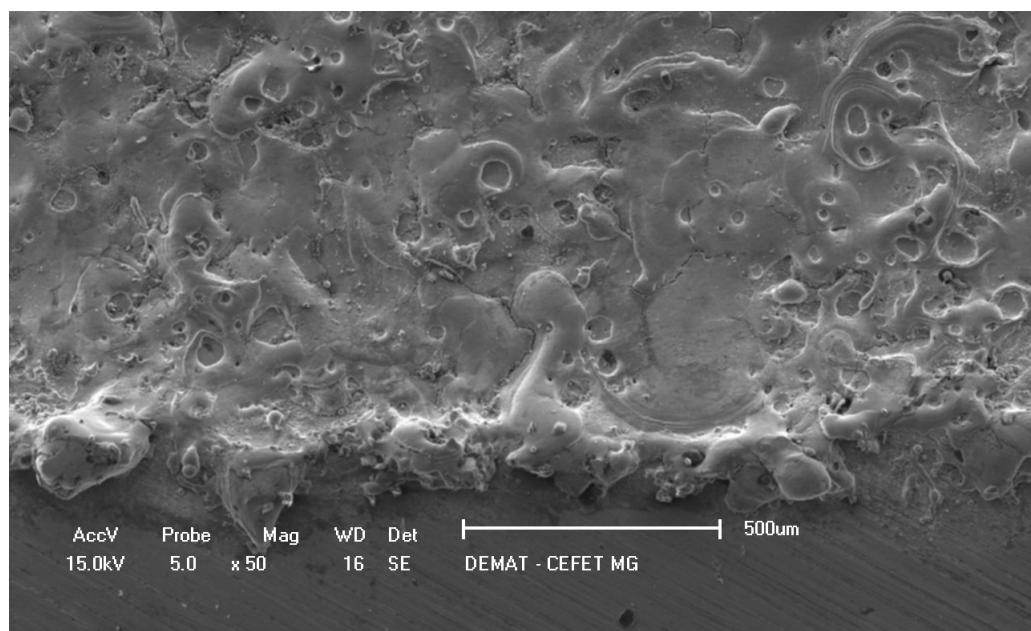


Figura 2.8 – Imagem da superfície de um aço M2 usinado por EDM. MEV. (SILVA, 2012)

Para explicar o fenômeno da EDM, várias teorias foram criadas. Atualmente, a que apresenta melhores explicações para o efeito de retirada de materiais pela descarga elétrica é a teoria termoelétrica. Para isso, o estudo que se faz é baseado na divisão do ciclo de uma descarga elétrica em quatro etapas distintas e em sequência: ignição, criação do canal de plasma, fusão e sublimação dos resíduos da peça e eletrodo, limpeza dos materiais que se fundiram (KAHNG, 1977). Essas etapas do fenômeno, para uma descarga elétrica entre dois condutores submersos em fluido dielétrico, são mostradas na Fig. 2.9, elaborada por König & Klocke, (1996).

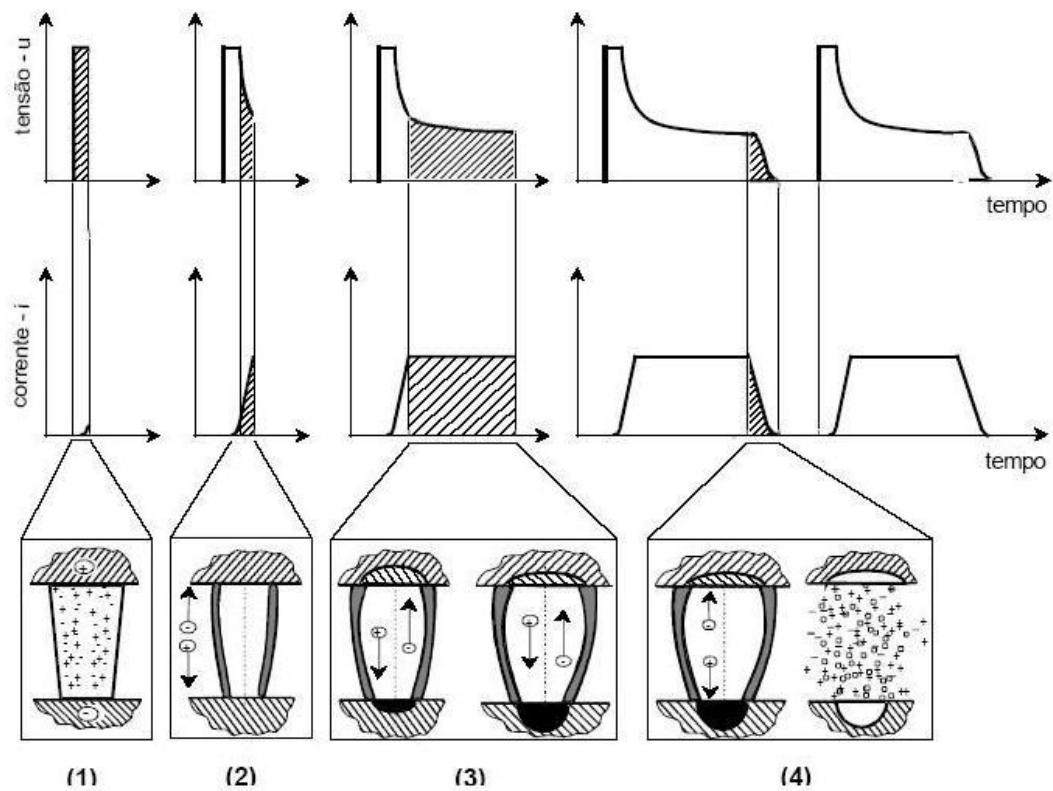


Figura 2.9 – As quatro fases de uma descarga elétrica no processo EDM: 1) Ignição; 2) Formação do canal de plasma; 3) Sublimação dos materiais da peça e eletrodo; 4) Limpeza dos resíduos produzidos no processo (KÖNIG; KLOCKE, 1996).

A Figura 2.10 apresenta o início da descarga, chamada de ignição.

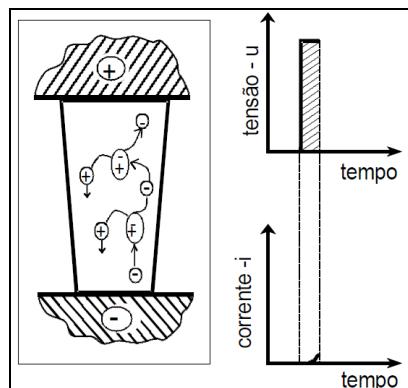


Figura 2.10 – Representação da fase da ignição (KÖNIG; KLOCKE, 1996).

Na prática ela ocorre quando existe um distanciamento entre a peça e o eletrodo de aproximadamente 0,05 a 1,00 mm. Devido à resistência do fluido dielétrico, não há fluxo de corrente, mesmo com a tensão variando em aberto de até 300 V. O eletrodo avança na direção da superfície da peça uma distância que possibilita o trabalho. Essa distância é denominada de fenda de trabalho e seu controle é fundamental para o êxito do processo. A teoria da ionização por impacto explica que os elétrons liberados no catodo se aceleram e colidem com as moléculas do dielétrico, favorecendo a liberação de mais elétrons e íons positivos, iniciando uma reação de alta energia.

A Figura 2.11 mostra a formação do canal de plasma, que é decorrente da energia provocada pela colisão dos elétrons em alta velocidade.

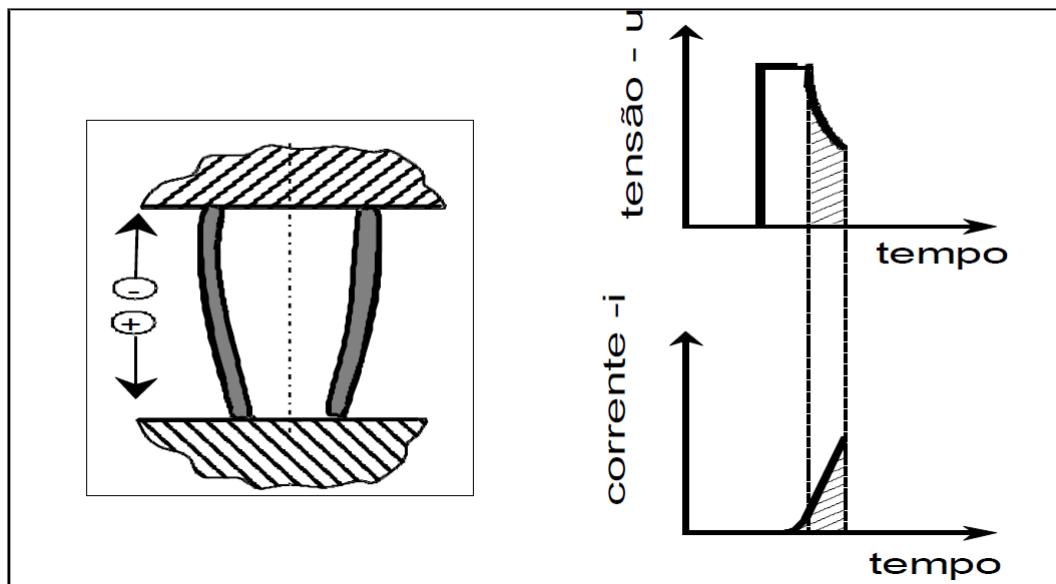


Figura 2.11 – Canal de plasma (KÖNIG; KLOCKE, 1996).

Conforme Stevens (1988), inicia-se a ionização por impacto, tendo na sequência a multiplicação em altíssima velocidade desse fenômeno, gerando um superaquecimento seguido de evaporação de uma pequena quantidade do dielétrico. Dessa maneira, é provocado, simultaneamente, um aumento da corrente elétrica e um decréscimo da resistência do dielétrico. Podem ser observadas nesse instante a formação e a intensificação de túneis transportadores de energia elétrica (*streamers*), tanto para o anodo quanto para o catodo, resultando na queda da tensão em aberto ( $U_i$ ) para a tensão de ruptura do dielétrico, havendo na sequência, um grande aumento da corrente elétrica ( $i_e$ ), até atingir o nível especificado pelo operador. Esse canal fica contornado por uma bolha de vapor e pelo dielétrico que faz com que a energia da descarga fique concentrada em um pequeno volume. A formação do canal de plasma também é conhecida como colapso da tensão em aberto ( $U_i$ ) nesse instante a tensão ( $U_i$ ) decai rapidamente para tensão de ruptura do dielétrico, que depende da combinação do material utilizado no eletrodo e na peça. O intervalo de tempo entre a aplicação da tensão ( $U_i$ ) e a formação do canal de plasma é conhecido como tempo de retardo ( $t_d$ ) o qual pode ser usado para análise da abertura da fenda de trabalho. O canal de plasma formado é mantido por um período de duração ( $t_e$ ) conforme regulagem do operador. Durante a aplicação da descarga, o sistema de controle do servomecanismo da máquina controla e mantém em equilíbrio a amplitude da fenda de trabalho, a qual depende do nível de energia da corrente de descarga ( $i_e$ ). Assim, evita-se a formação de curtos circuitos. De acordo com a duração da descarga elétrica ( $t_e$ ), o plasma de alta energia funde, continuamente, por condução térmica, certa quantidade de material do eletrodo e da peça.

As fases de fusão e de sublimação dos materiais estão representadas na Fig. 2.12.

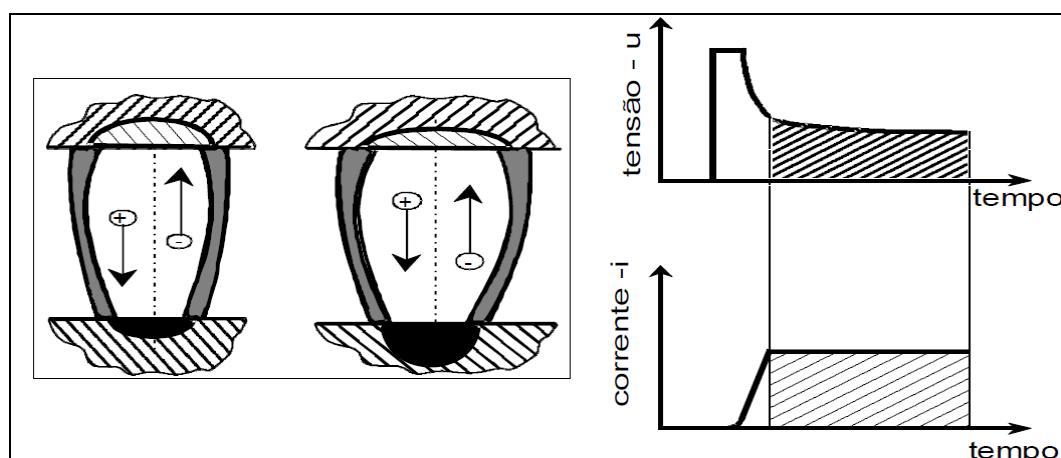


Figura 2.12 – Sublimação ocorrida no canal de plasma (KÖNIG & KLOCKE, 1996).

A alta pressão do plasma faz com que pouca quantidade do material líquido seja evaporada (DIBITONTO, 1989). Isso ocorre porque a densidade de corrente decresce bruscamente com o aumento da profundidade da cavidade da superfície do eletrodo e da peça. No período de duração da descarga elétrica ( $t_e$ ), ocorre a continuação da fusão e também há um aumento constante do diâmetro do canal de plasma. As superfícies do catodo e do anodo são intensamente bombardeadas por elétrons e íons positivos. Essa energia cinética é transformada em calor, fundindo o material da superfície dos mesmos. A intensidade de corrente ( $i_e$ ), a duração de descarga ( $t_e$ ) utilizada e as propriedades físicas do eletrodo e da peça estão diretamente relacionadas à quantidade de material fundido. A influência da mobilidade dos íons positivos e dos elétrons sobre o início da fusão de material no catodo e no anodo são relevantes e influenciam o ciclo de descarga. A maior inércia dos íons positivos, junto com sua maior massa em relação aos elétrons, faz com que eles precisem de mais tempo para atingir certa velocidade. Logo no início da descarga, acontece um maior bombardeamento de elétrons no anodo que o de íons positivos no catodo. Por causa desse fenômeno, a fusão de material ocorre primeiramente no anodo, enquanto que, no catodo, ocorrerá alguns microssegundos depois.

De acordo com Eubank (1993), o aumento do diâmetro do canal de plasma ocorre pelo fato de haver transferência de energia para as regiões vizinhas, como para as cavidades fundidas, influenciando consideravelmente a quantidade de material fundido no eletrodo e na peça. Enquanto acontece a descarga ( $t_e$ ), a irradiação de energia do plasma provoca a vaporização, a dissociação e a ionização de um pequeno volume de dielétrico líquido que circunda o canal, resultando em um aumento da massa e do diâmetro do plasma e gases. Acontece, então, queda da pressão e da temperatura nas cavidades. A cavidade fundida do anodo inicia um processo de solidificação em consequência da expansão e da diminuição do fluxo de energia. No catodo, a cavidade fica mais profunda.

Van Dijk (1973), e posteriormente comprovado por Eubank (1993), afirmou que o principal mecanismo de remoção de material na EDM está associado ao fenômeno de superaquecimento do metal fundido nas cavidades do eletrodo e da peça. Durante o tempo de aplicação da descarga, as superfícies das cavidades fundidas estão superaquecidas, com temperaturas próximas a de ebulação do material, correspondente ao estado de sobrepressão do plasma. A Figura 2.13 indica que, ao final da duração de descarga ( $t_e$ ).

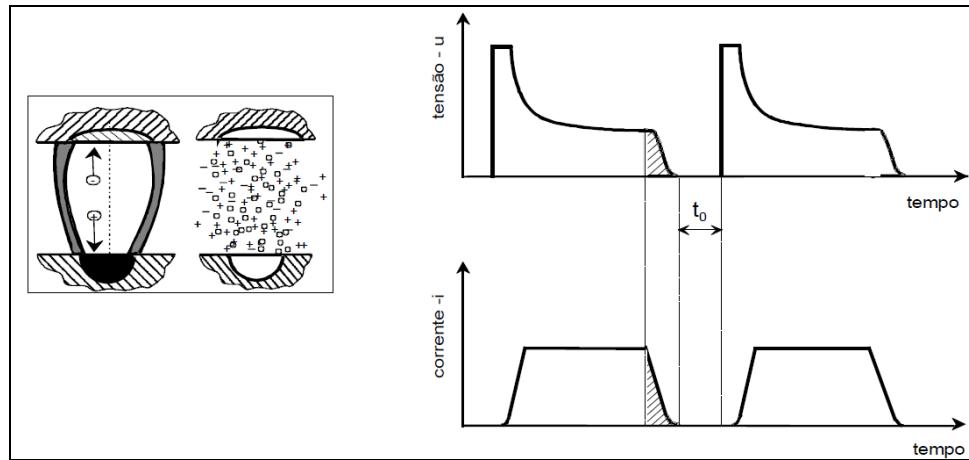


Figura 2.13 – Limpeza dos resíduos após interrupção do canal de plasma (KÖNIG & KLOCKE, 1996).

O sistema de controle do gerador da máquina interrompe instantaneamente a corrente elétrica estabelecendo um intervalo de tempo ( $t_0$ ) até o início do novo ciclo. Devido à alta pressão que o plasma exerce sobre as cavidades, pouco material se evapora. Com a suspensão da descarga, uma pequena cratera é formada nas superfícies da peça e do eletrodo, devido à queda instantânea da pressão que extingue a bolha de gás e o canal de plasma, com forças associadas ao superaquecimento para separar o material fundido das cavidades. Uma parte do material fundido fica solidificada na cratera. A outra parte é removida pelo efeito limpeza do dielétrico.

A Figura 2.14 exibe a evolução da tensão e a corrente elétrica durante o ciclo de uma descarga elétrica que ocorre na EDM e a identificação da simbologia adotada.

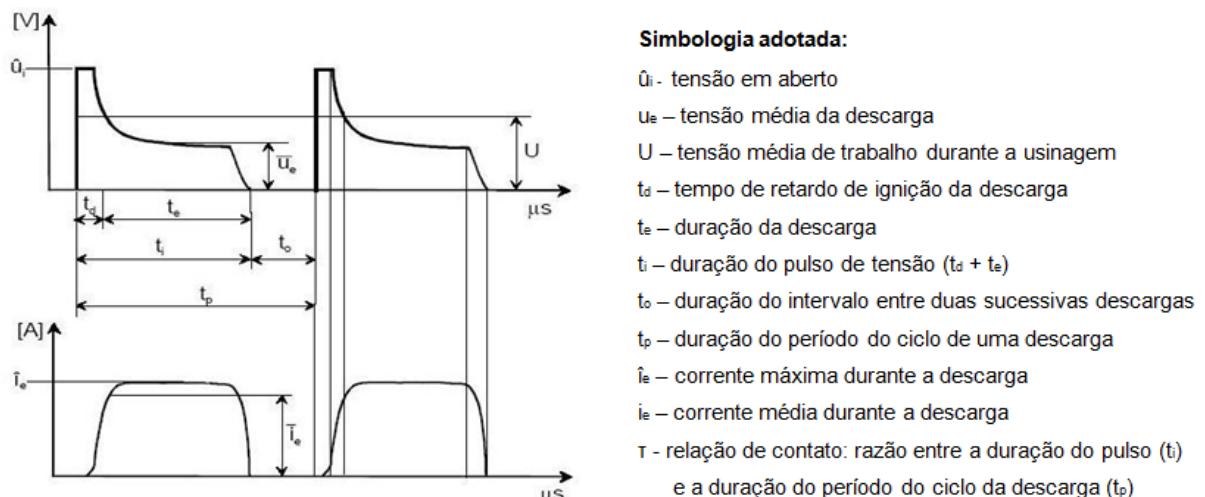


Figura 2.14 – Evolução da Tensão e Corrente Elétrica durante o ciclo de uma descarga (AMORIM, 2002).

A Figura 2.15 mostra uma imagem típica do canal de plasma do processo EDM. Os eletrodos foram desenhados porque não são visíveis sem a iluminação externa. Descoeudres (2006) mostra que as imagens do canal de plasma são adquiridas sem qualquer iluminação externa, ou seja, a luz medida é emitida pelo próprio plasma.

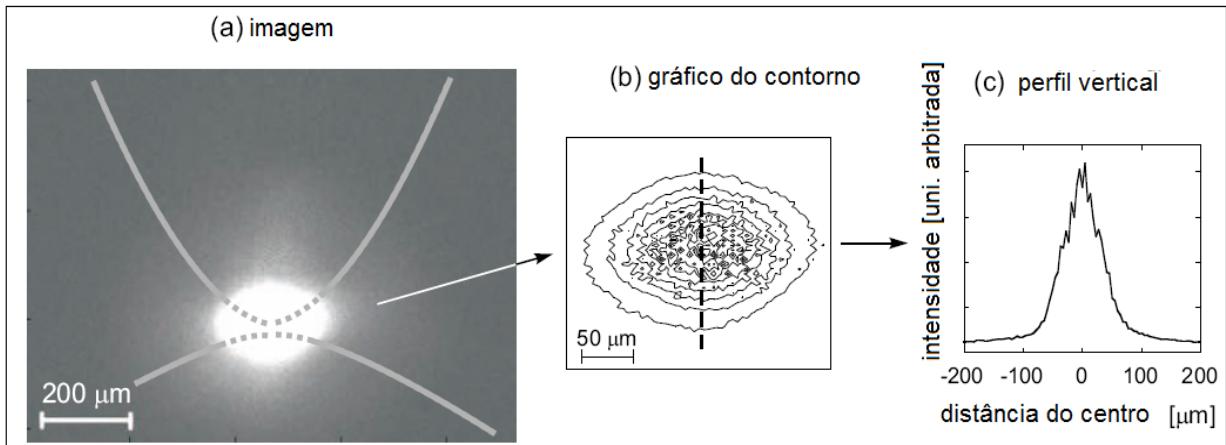


Figura 2.15 – (a) Imagem típica do canal de plasma (5 µs de exposição, 5 µs de atraso depois da ruptura, 24 A, 100 µs, óleo mineral), posição dos eletrodos desenhada; (b) Gráfico do contorno de “(a)”; (c) Perfil de intensidade de “(a)” ao longo do eixo vertical (DESCOEUDRES, 2006).

Para o autor, a região de emissão da luz é geralmente circular ou oval. O diâmetro aumenta com a elevação da corrente da descarga. A luz origina-se, principalmente, a partir de uma região maior dentro da própria fenda de trabalho. A descarga excita maior volume em torno dessa folga. Para melhor analisar as imagens, é necessário visualizar os gráficos de contorno e de perfil mostrados na Fig. 2.15 (b) e (c). Os pontos no centro da Fig. 2.15 (b) e as irregularidades no centro da Fig. 2.15 (c) não são reais, mas decorrentes da amostragem individual e da forma de aquisição de imagens. Existem efetivamente pequenos espaços entre a aquisição de imagens que não trazem iluminação para a câmara. A zona mais brilhante é a central (fenda de trabalho), e a emissão de luz diminui rapidamente com a distância. Com 40 µm, a partir do centro, a intensidade é reduzida pela metade.

Descoeudres (2006) ressalta que a evolução do tamanho do canal de plasma é um ponto delicado. Deve-se tomar cuidado com o tratamento da imagem e a interpretação. O fato das descargas serem pouco reproduutíveis torna difícil a comparação entre elas. No entanto, a Fig. 2.16 mostra imagens do canal de plasma em diferentes fases da descarga.

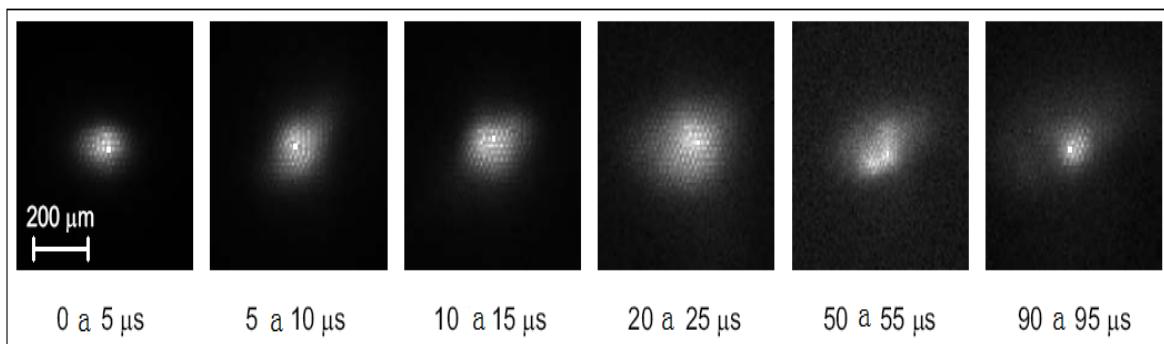


Figura 2.16 – Imagens do canal de plasma em diferentes momentos durante a descarga (5  $\mu$ s de exposição, atraso variado depois da ruptura; 24A, 100 $\mu$ s, água deionizada) (DESCOEUDRES, 2006).

A sequência de imagens mostra que há um ligeiro aumento da região de emissão, mas o seu tamanho permanece razoavelmente constante durante toda a descarga. A região de emissão também cresceu com o tempo. Mesmo que a região de emissão de luz possa ser maior que o próprio canal de plasma, é provável que essas imagens reflitam um aumento do tamanho do plasma durante a descarga, tal como esperado a partir de simulações.

A corrente de descarga consumida no processo de EDM é um parâmetro que influencia na qualidade e no rendimento da operação. O limite da quantidade de corrente envolvida no processo está diretamente ligado à condição de operação existente na fenda de trabalho. À medida que o eletrodo usina a peça, a geometria da fenda está em constante modificação, alternando a troca de calor e o equilíbrio térmico. A seleção da corrente depende da rugosidade esperada, do máximo desgaste permitido do eletrodo, da velocidade, das características térmicas do eletrodo, das condições da fenda e da área de contato eletrodo/peça.

Por ser um processo baseado, preponderantemente, em um mecanismo térmico de remoção de material, as camadas superficiais apresentam modificações na sua composição química e estrutural. Elas são afetadas termicamente na proporção da energia de descarga. Uma parte do material liquefeito durante a descarga e não expelido pela lavagem, o qual é solidificado na própria cratera e em regiões vizinhas. Esta é a chamada “zona refundida”, que apresenta mudanças químicas, devido à interação com subprodutos do fluido dielétrico e do próprio eletrodo ferramenta, além de modificações na sua estrutura por causa da rápida solidificação do material. Ela possui, normalmente, composição e estrutura bastante heterogêneas. Além disso, ela apresenta propriedades mecânicas completamente diferentes daquelas encontradas no material base da liga.

Segundo Stevens (1988), no caso dos aços, quando as peças são usinadas em dielétrico a base de hidrocarboneto, a dureza e fragilidade da zona refundida são bem superiores ao material base da liga. Essas características são creditadas à incorporação do carbono que interage quimicamente com o ferro dando origem à formação de cementita e, também, devido à rápida solidificação do material. Na EDM utilizando água como dielétrico é percebida uma diminuição de carbono na camada superficial, sendo essa composta principalmente de ferrita. Entretanto, a mesma possui maior dureza em relação ao material base, a qual é causada pela formação de uma microestrutura extremamente fina por causa do fenômeno da rápida solidificação do material. Logo abaixo da zona refundida situa-se a zona afetada pelo calor (ZAC). Uma importante diferença dessa camada é que a mesma não sofreu fusão. Apesar de não haver contato com o fluido dielétrico, o calor irradiado pelo plasma é suficiente para promover modificações em sua estrutura e composição química devido ao fenômeno de difusão de átomos de áreas com maior concentração para aquelas de menor concentração atômica. A ZAC é usualmente composta de várias camadas, quase sempre difíceis de serem diferenciadas.

A Figura 2.17 mostra a microestrutura do aço AISI D6 submetido à EDM por penetração, em regime de acabamento, com parâmetros de duração de pulso de 20 µs e corrente de 6 A, usando como fluido dielétrico, óleo à base de hidrocarbonetos.

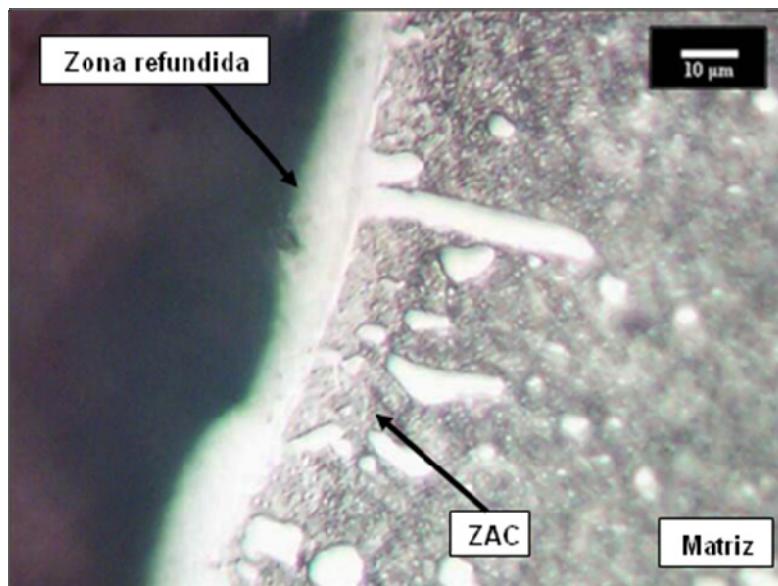


Figura 2.17 – Microscopia ótica da amostra do aço AISI D6 beneficiado, usinado por EDM em regime de acabamento (SANTOS, 2007). Nital 2%.

Nota-se a formação da zona refundida, esbranquiçada, provocada pelo ataque químico do Nital na metalografia. Nota-se, ainda, a ZAC e a presença de carbonetos (SANTOS, 2007).

Benedict (1987) informa que as configurações e todo material de eletrodo produzem um sobrecorte na peça. A Figura 2.18 apresenta o desenho esquemático do sobrecorte (*overcut*) que ocorre nas peças usinadas por EDM.

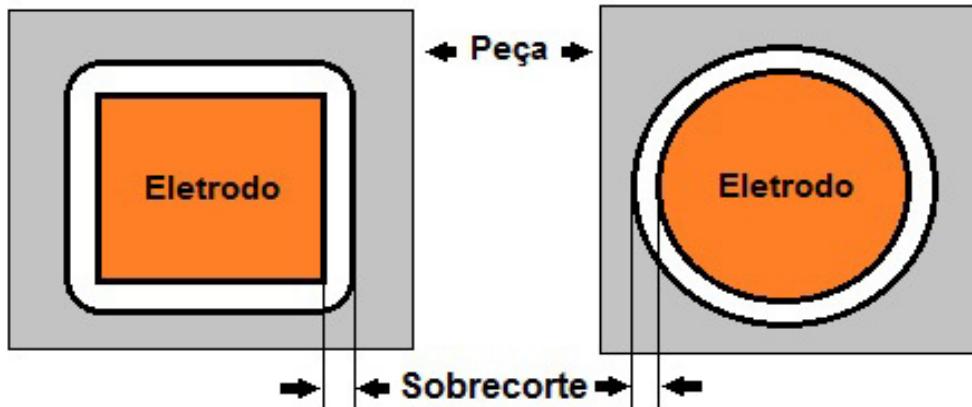


Figura 2.18 – Vista de topo dos eletrodos usados em EDM para furos quadrado e circular com os resultados do sobrecorte (*overcut*) na peça (BENEDICT, 1987).

Esse sobre corte é provocado por descargas elétricas, que são geradas nas laterais dos eletrodos. Exemplos de sobre corte, gerados em furação de cavidades cilíndricas e quadradas, são mostrados pela Fig. 2.16. A quantidade e tamanho podem ser determinados pela peça, material do eletrodo e parâmetros operacionais. A compensação do sobre corte pode ser levada em consideração ao selecionar ou projetar o eletrodo.

A Figura 2.19 (GUITRAL, 1997) mostra as formas das superfícies usinadas por EDM, de forma representativa, em diferentes frequências e os efeitos representativos na seção transversal da superfície.

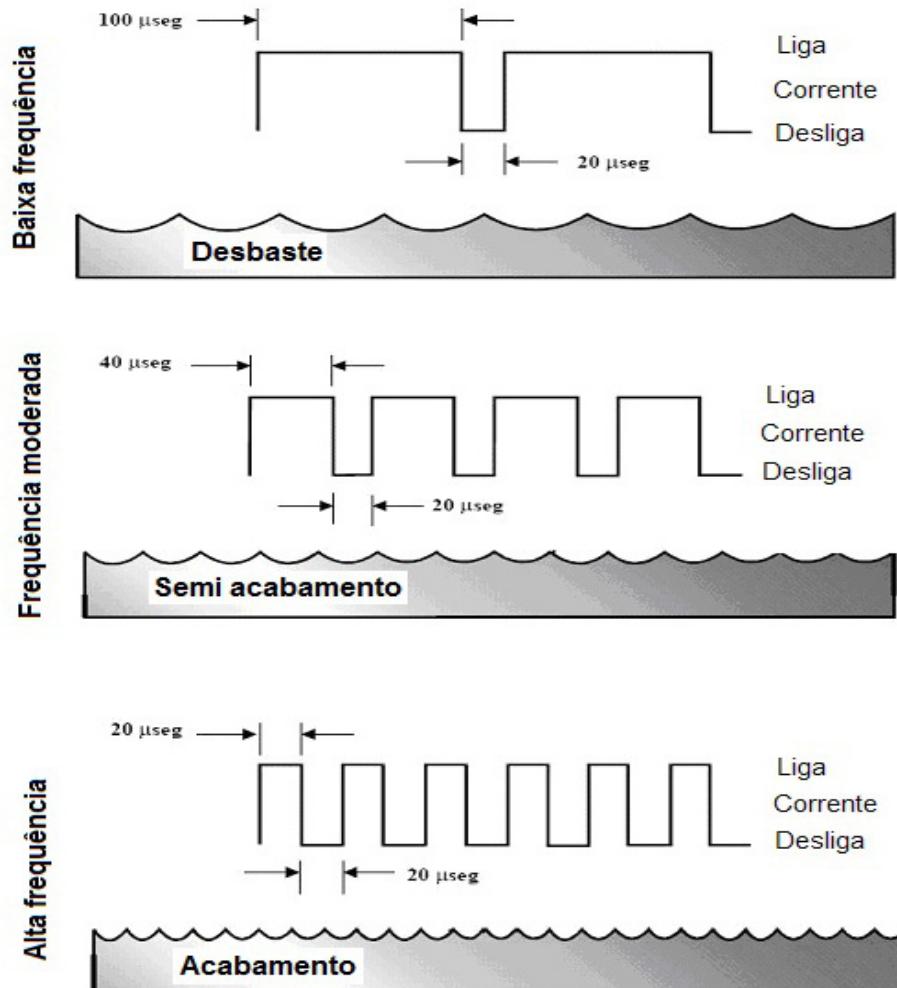


Figura 2.19 – Representação das modificações superficiais de acordo com variações da frequência em EDM (GUITRAL, 1997).

O acabamento com  $t_e$  longo é bem grossoiro, devido ao fato de que a longa duração da descarga é suficiente para fundir uma grande cratera. Ao centro verifica-se que a duração da descarga cai, produzindo crateras menores e menos material fundido. O acabamento melhora, mas a velocidade de usinagem diminui e aumenta o desgaste do eletrodo. Na parte inferior da figura, é mostrada a superfície em operações de acabamento. O perfil da descarga é muito mais denso, com uma intensidade de descargas maior pela mesma unidade de tempo. As descargas de curta duração produzem pouco material erodido, gerando pequenas crateras.

Os critérios empregados na seleção de materiais a serem utilizados como eletrodo ferramenta na EDM são, principalmente, uma alta condutividade elétrica, alto ponto de fusão, desgaste, custo, disponibilidade do material e facilidade de fabricação. O cobre e a grafita têm sido os materiais mais largamente empregados.

As qualidades requeridas para os fluidos dielétricos são as que podem ionizar rapidamente, após a descarga elétrica, e que possuem alta força dielétrica para permanecer como isolante até que ocorra a tensão de desequilíbrio, onde acontece o fenômeno da formação do canal de plasma. Os líquidos, à base de hidrocarbonetos, são amplamente utilizados como fluidos dielétricos. Devido a problemas com a saúde ocupacional e a agressividade do dielétrico, pesquisas apontam para modificações e substituição por óleos de origem mineral e sintética. Uma das exigências atuais é que esse fluido seja biodegradável, por isso já se utilizam óleos modificados de origem vegetal (LIMA, 2006) e água deionizada (ARANTES, 2001). As principais funções do dielétrico são no controle da potência de abertura do arco, provocado pela descarga elétrica, remoção das partículas sublimadas da peça, refrigeração da peça e do eletrodo e proteção contra oxidação e contaminação durante e após o processo. As limitações em relação ao emprego da água deionizada devem-se à sua baixa resistividade elétrica, quando comparada aos óleos minerais. Isso produz baixas taxas de remoção de material (TRM). Mas tem, como vantagem, uma alta fluidez.

O artigo de Bleys et al. (2006) trata da influência da EDM na qualidade superficial e subsuperficial de moldes fabricados em aço. Com base em investigações experimentais nos três processos: EDM, WEDM e fresamento por EDM, os autores discutiram a influência dos parâmetros dos processos nas propriedades superficiais e subsuperficiais que incluem rugosidade, microestrutura, microdureza, tensões residuais e composição química. Eles afirmam que não só o fluido dielétrico influencia na composição da superfície da peça, mas também há transferência do material do eletrodo pela descarga para a zona refundida ou sobre a superfície usinada. No processo WEDM, cobre, bronze, zinco e recobrimentos à base de tungstênio, de origem do fio, podem ser observados no interior ou sobre a zona refundida. Também em EDM por penetração, algum material do eletrodo pode ser transferido para a peça. Com eletrodo de cobre, pequenas quantidades desse material (menos de 1%) são encontradas na zona refundida. Em fresamento por EDM, usando eletrodo de cobre, uma percentagem mais elevada desse material encontra-se na zona refundida, se comparado com o processo EDM por penetração, com os mesmos parâmetros. A Figura 2.20 apresenta MEV da seção transversal do aço após fresamento por EDM e a tabela ao lado dá o percentual em peso de cobre medido por EDX nas áreas indicadas. Gotas solidificadas de cobre puro são visíveis na zona refundida, como mostrado na posição 2 da imagem de MEV e na tabela.

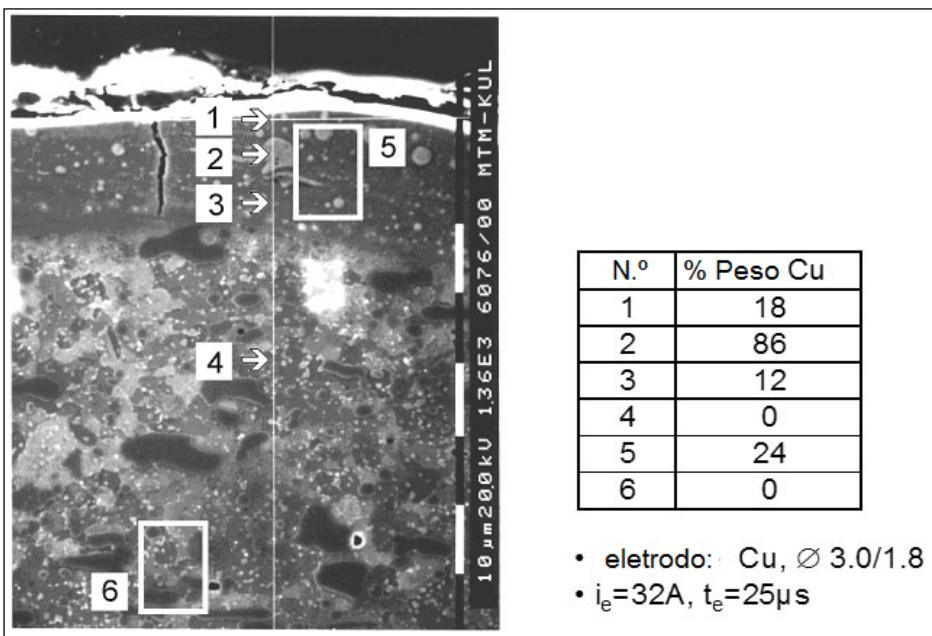


Figura 2.20 – Contaminação por cobre na zona refundida após fresamento por EDM de aço usado na fabricação de molde (BLEYS et al. 2006).

A influência da temperatura do fluido dielétrico em EDM de aço ferramenta para trabalho a quente foi investigada por Fredriksson e Hogmark (1995). Em seus estudos, eles constataram um elevado teor de cobre na camada refundida da peça, ao utilizar eletrodo de cobre em meio a nitrogênio líquido como dielétrico. Uma função do líquido dielétrico é concentrar a faísca em um canal estreito, o que irá conduzir um aumento da densidade de energia, e por conseguinte, um aumento na taxa de remoção do material. A rápida troca, a partir de uma alta pressão, no canal de plasma, para uma baixa pressão, imediatamente após a descarga, é um mecanismo importante para a remoção de material em EDM. Um dielétrico gasoso não pode cumprir essa função, pois o canal de plasma irá se espalhar e a pressão cairá. Isso resulta em repetidas fusões e ressolidificações do material da peça e, consequentemente, não haverá remoção de material. A pressão reduzida facilita a transferência do material através da fenda de trabalho. Isso, juntamente com o fato de que o material quase não é removido da superfície, são possíveis razões para a elevada quantidade de material do eletrodo na zona refundida, quando se usa um dielétrico gasoso. EDM em nitrogênio líquido ou ar resultou uma zona refundida altamente ligada com material do eletrodo.

### 2.3. Nitretação através de EDM

O enriquecimento de superfícies por nitrogênio em peças de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V foi estudado por Yan et al. (2005) no qual foram verificados os efeitos de solução de ureia dissolvida em água destilada no processo EDM por penetração. Os resultados experimentais indicaram que o nitrogênio decomposto no fluido dielétrico migrou para a superfície e subsuperfície da peça formando camada endurecida de TiN, com espessura média de 60 µm. Eles ainda realizaram ensaios de desgaste por deslizamento e os resultados obtidos são mostrados na Fig. 2.21.

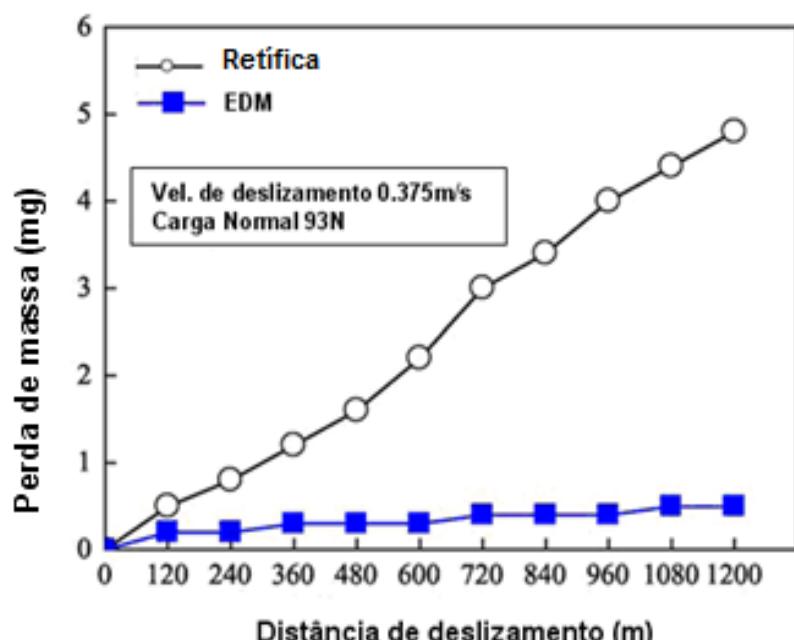


Figura 2.21 – Perda de massa acumulada da superfície retificada em relação à superfície usinada por descargas elétricas (YAN et al. 2005).

Na figura também são mostradas as condições do ensaio. Nota-se que a resistência ao desgaste obtido na superfície nitretada por EDM é superior que a da superfície apenas retificada. Isso se deve à camada cerâmica de TiN formada. A ressolidificação é muito rápida e produz modificações microestruturais na camada da superfície usinada.

A Figura 2.22 mostra a distribuição da microdureza na seção transversal da superfície nitretada por EDM. Os maiores valores de microdureza foram obtidos quando se usinou com a solução de uréia como fluido dielétrico.

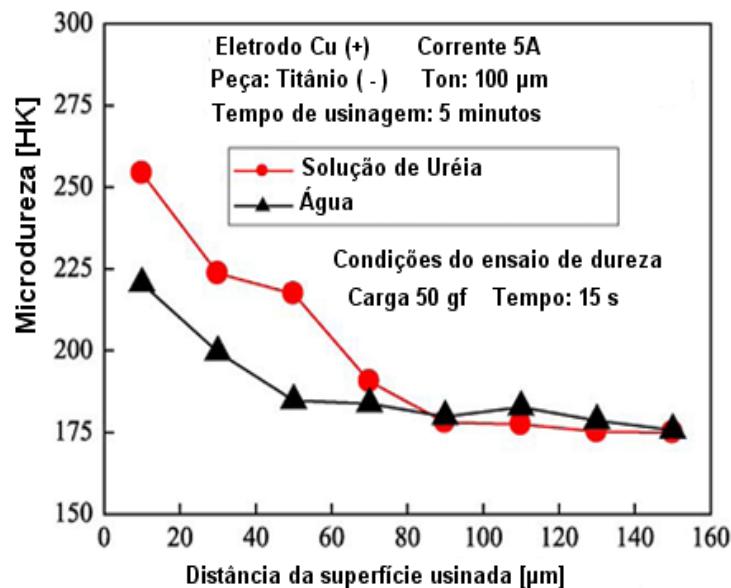


Figura 2.22 – Variação da microdureza na seção transversal da superfície usinada com diferentes dielétricos (YAN et al. 2005).

A técnica de enriquecer superfícies com nitretos através de descargas elétricas também foi estudada por Camargo et al. (2009). Os testes consistiram em usar como fluido dielétrico, solução de água deionizada e ureia (10g/l) e uma liga Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V. Os resultados mostraram a formação de uma camada enriquecida com nitretos, permitindo um ganho de 60% na dureza em relação à matriz, mostrado na Fig. 2.23, com as respectivas impressões de microdureza nas três diferentes regiões: camada refundida, camada com nitretos e matriz.

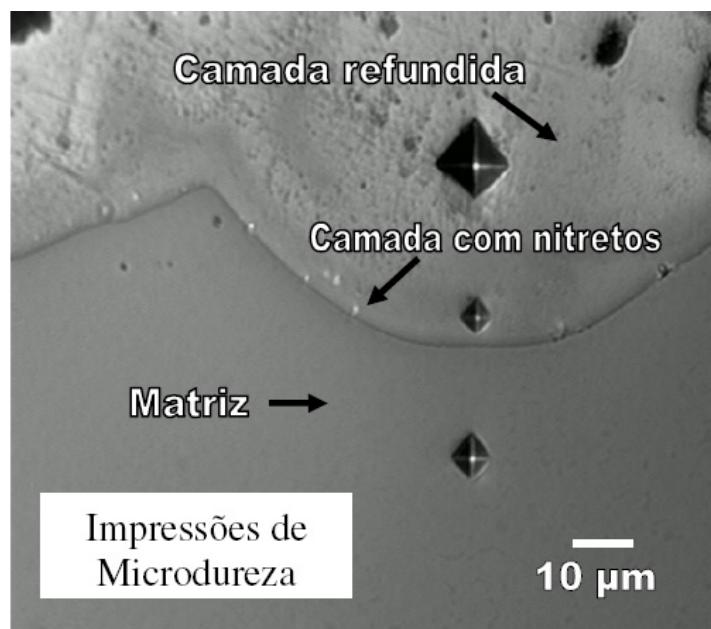


Figura 2.23 – Amostra de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V nitretada por EDM (CAMARGO et al. 2009).

A espessura da camada nitretada é de aproximadamente 7  $\mu\text{m}$  e se apresenta homogênea ao longo da seção transversal. Essa espessura é menor que a encontrada por Yan et al. (2005). As durezas obtidas foram maiores para a ZAC. A menor dureza da zona refundida pode estar associada à porosidade presente na mesma.

## CAPÍTULO III

### 3. Procedimento Experimental

A metodologia proposta procurou implementar o enriquecimento superficial por nitretos no aço AISI 4140, através da usinagem por descargas elétricas (EDM).

#### 3.1. Materiais dos eletrodos peça e ferramenta

Como eletrodo peça, foi utilizado o aço AISI 4140, por apresentar potencial para nitretação. A Tabela 3.1 mostra a composição química (BARDELLA, 2005) do aço AISI 4140, utilizado nesse trabalho. Nota-se a presença de elementos formadores de nitretos, como o cromo, molibdênio e alumínio.

Tabela 3.1 – Composição química (% em peso) do aço AISI 4140 (BARDELLA, 2005).

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	Al
% em peso	0,39	0,84	0,025	0,031	0,29	0,96	0,19	0,031

As amostras foram fabricadas com dimensões de 18 mm de diâmetro e 12 mm de espessura por processos de usinagem convencional.

Para facilitar a preparação metalográfica, algumas amostras foram seccionadas ao meio, no sentido da espessura, antes da usinagem por descargas elétricas. Uma verificação prévia mostrou não haver influência do efeito de borda.

Os testes foram realizados em dois conjuntos de amostras, diferenciadas pela microestrutura ferrítica perlítica e martensítica. Na têmpera, as amostras foram colocadas em um forno mufla com temperatura de 870°C durante tempo de 20 minutos, com posterior resfriamento em óleo e água.

O material escolhido para a confecção do eletrodos ferramenta foi o cobre eletrolítico. Adotou-se o formato tubular com diâmetro externo de 22 mm, diâmetro interno de 2,5 mm e comprimento de 30 mm.

### 3.2. Fluidos dielétricos

Pela necessidade de se diluir ureia ao fluido, foi descartado o uso de fluidos à base de hidrocarbonetos. Nesse trabalho, os fluidos dielétricos usados foram água deionizada e uma solução de água deionizada com 10g/l de uréia. A condutividade elétrica desses fluidos dielétricos foi monitorada através de um condutivímetro portátil com faixa de operação de 0 a 1999  $\mu\text{S}/\text{cm}$  e incerteza de  $\pm 2\%$ .

Para obter água deionizada, foi utilizada água potável com condutividade elétrica média de 55  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Após passar por um elemento filtrante de 25  $\mu\text{m}$  e por um aparelho deionizador, a condutividade elétrica média adquiriu valores da ordem de 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

As análises de elementos contaminantes presentes na água deionizada, após as usinagens, foram efetuadas em espectrômetro de fluorescência de raios x por energia dispersiva.

### 3.3. Equipamento de usinagem por descargas elétricas por penetração

Os testes foram executados em uma máquina de EDM por penetração, mostrada na Fig. 3.1. Ela possui cabeçote porta eletrodo ferramenta, com movimento no eixo Z, através de guias lineares e fuso de esferas recirculantes, acionado por motor de passo e capacidade para eletrodos ferramenta de até 60 kg. A programação da operação é feita no painel, por meio de microprocessador, controlado pelo teclado de membrana, que possui teclas individuais, *display* de cristal líquido e *display* de parâmetros para visualização. As mesas são apoiadas em rolamentos lineares sobre guias temperadas e retificadas para garantir a durabilidade e a precisão dos movimentos. A bandeja de trabalho, também denominada de cuba principal, tem abertura lateral e frontal, com capacidade de 180 litros. A potência total, descrita no manual da máquina, é de 6,5 KVA.

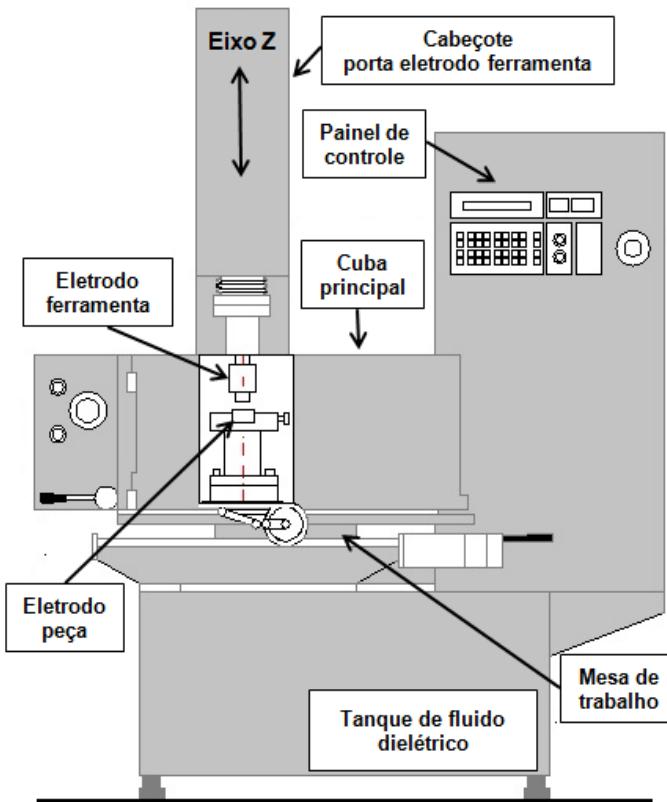


Figura 3.1 – Esquema da máquina EDM por penetração.

Os parâmetros operacionais selecionados no catálogo do fabricante da máquina EDM estão listados na Tab. 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros operacionais empregados na máquina EDM (ENGEMAC, 2006).

Parâmetros	Unidade
Polaridade do eletrodo ferramenta	Negativa
Tensão	110 V
Corrente [TS = 2 (Acabamento) e 10 (Desbaste)]	6 e 30 A
Tempo de pulso ( $T_{on}$ )	100 $\mu$ s
Relação entre o tempo de pulso e o tempo total (DT)	50 %
Fenda (gap)*	2 -
Sensibilidade*	1,5 -
Tempo de erosão*	5 s
Afastamento periódico do eletrodo ferramenta*	1 mm
Intervalo entre erosão e afastamento*	0 s
Tempo de duração de cada teste	5 minutos

\*Parâmetros da Máquina de EDM por penetração ENGEMAC – Modelo 440NC

A Figura 3.2 esquematiza alguns parâmetros adotados nos testes e a retração que ocorre no eletrodo ferramenta durante a operação de EDM.

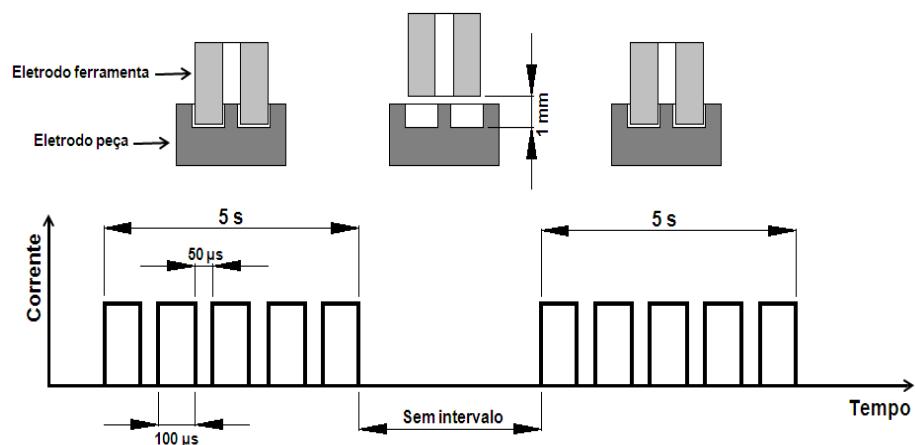


Figura 3.2 – Esquematização do funcionamento da EDM.

Uma cuba auxiliar foi fabricada em aço inoxidável austenítico AISI 304 e inserida dentro da cuba principal da máquina EDM (Figura 3.1) para prevenir corrosão provocada pelos fluidos dielétricos. Ao mesmo tempo, evita-se contaminação tanto do óleo mineral do reservatório de 400 litros da máquina, quanto da água na cuba auxiliar. A Figura 3.3 ilustra imagem dentro da cuba auxiliar, com destaque para o dispositivo porta amostras, fabricado em aço AISI 304, com o objetivo de permitir a troca rápida das amostras após os testes de usinagem por descargas elétricas. Observa-se também, o dispositivo porta eletrodo ferramenta fabricado em cobre e os parafusos de fixação fabricados em aço AISI 304.

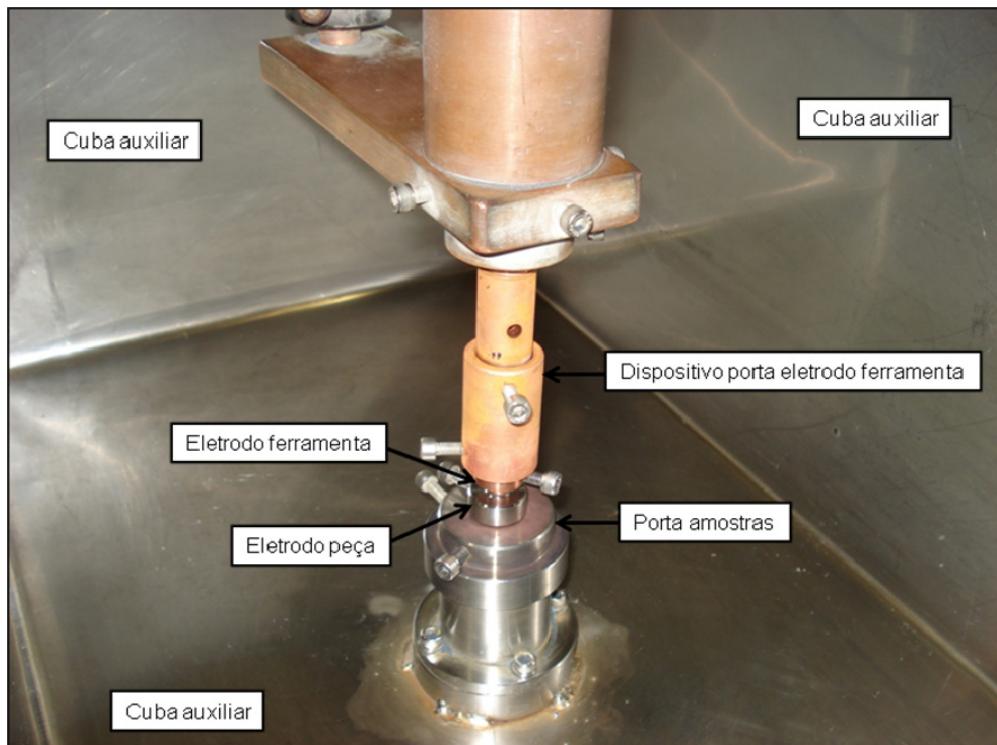


Figura 3.3 – Montagens dentro da cuba auxiliar.

### 3.4. Avaliação do desempenho do processo EDM.

Os eletrodos peça e ferramenta foram pesados em balança de precisão de  $10^{-3}$  g, antes e depois da usinagem por descargas elétricas, para avaliação de desempenho do processo EDM, juntamente com o enriquecimento de superfícies das amostras por nitretos. Estes testes foram repetidos por três vezes. A variação de massa foi determinada pela diferença entre as massas inicial ( $m_i$ ) e final ( $m_f$ ), dadas pela Eq. (3.1):

$$\Delta_m = m_i - m_f \quad (3.1)$$

Nessa fase, foram avaliados os seguintes aspectos:

- **Taxa de Remoção de Material (TRM):** caracteriza o volume de material removido do eletrodo peça durante um determinado tempo, expressa em  $\text{mm}^3/\text{min}$ . Para quantificar a TRM, foi utilizada a Eq. (3.2):

$$TRM = \frac{\Delta_m}{(0,00768).t} \quad (3.2)$$

onde:  $\Delta_m$  = variação de massa da amostra [g],  $t$  = tempo de usinagem [min] e a constante  $0,00785 \text{ g/mm}^3$  corresponde ao peso específico do aço AISI 4140.

- **Taxa de Desgaste (TD):** representa o volume de material perdido pelo eletrodo ferramenta durante sua operação em um determinado tempo, expressa em  $\text{mm}^3/\text{min}$ . Para quantificar a TD do eletrodo ferramenta foi utilizada a Eq. (3.3):

$$TD = \frac{\Delta_m}{p.t} \quad (3.3)$$

onde:  $\Delta_m$  = variação de massa do eletrodo ferramenta [g],  $t$  = tempo de usinagem [min] e a constante  $p = 0,0089 \text{ g/mm}^3$  corresponde ao peso específico do cobre eletrolítico.

- **Desgaste Volumétrico Relativo (DVR):** relaciona o volume de material perdido pelo eletrodo ferramenta em relação ao volume de material removido do eletrodo peça, dado pela razão entre TD e TRM, normalmente expresso em valores percentuais. A Eq. (3.4) foi usada para determinar o DVR:

$$DVR = \frac{TD}{TRM} \cdot 100 \quad (3.4)$$

### 3.5. Perfilometria 3D

Um interferômetro a laser UBM foi utilizado para caracterizar as rugosidades e gerar as topografias 3D através de perfilometria. Foram avaliadas três regiões distintas da

superfície das amostras usinadas e dos eletrodos ferramenta, com parâmetros de acabamento e desbaste. A área de varredura foi de 1mm x 1mm com filtro gaussiano de 0,08mm. Os parâmetros avaliados foram Sq e o parâmetro híbrido Sdq. Os demais parâmetros são apresentados no Anexo F.

### **3.6. Metalografia**

As amostras foram preparadas por técnicas metalográficas após os testes de usinagem por descargas elétricas. Nesta fase, foi feito o embutimento utilizando resina epóxi termo-endurecível, carregada com minerais, com baixa contração e boa aderência. Além disso, por possuir dureza relativamente mais elevada que as resinas comuns, ela é recomendada para a preservação de bordas e manutenção de planicidade. Isso evita que a camada refundida se desprenda durante o corte e o lixamento. As amostras embutidas foram seccionadas transversalmente à superfície usinada. O corte foi executado em um equipamento policorte (*cut-off*), utilizando disco de corte abrasivo para uso geral em aços e ferros fundidos, com refrigeração constante. Depois das amostras cortadas, a etapa de lixamento manual foi feita usando lixas de carbeto de silício com granulometria na seguinte sequência: 220, 400, 600 e 1000 mesh. O polimento foi realizado em politriz automática para três amostras, com pasta de diamante de granulometrias 15, 9, 3 e 1 µm, respectivamente. Com o acabamento superficial tendo aspecto de espelhado, foi possível realizar o ataque químico com Nital 2%. As micrografias e as medições das espessuras das zonas refundidas (ZR) e zonas afetadas pelo calor (ZAC) foram realizadas em microscópio ótico com micrômetro incorporado e MEV. As imagens foram capturadas por meio de câmera digital incorporada aos equipamentos.

### **3.7. Microdureza e nanodureza**

Os ensaios de microdureza Vickers e Knoop foram realizados em microdurômetro com cargas de 25 gf (245,2 mN), 10 gf (98,07 mN) e 5 gf (49,04 mN). As indentações foram feitas na matriz, próximo ao centro das ZRs e ZACs, observando os critérios estabelecidos pela norma E384 – 10 da ASTM.

Os ensaios de penetração instrumentada foram realizados em equipamento Triboscopy Hysitron (Anexo A) na superfície transversal das amostras, utilizando penetrador Berkovich. A carga aplicada foi de 5 mN e o modo de aplicação de carga foi o de Carregamento/Descarregamento (*Load/Unload*), com tempo de permanência de 5 segundos. Durante a operação, a profundidade de penetração em função do tempo e da

carga em função do tempo foi registrada simultaneamente. Pode-se selecionar de 1000 a 8000 dados obtidos durante o ensaio. Após os dados serem registrados, pode ser apresentado como curva padrão de carga, dureza e profundidade (Anexo A).

Antes das medidas, as superfícies das amostras foram preparadas e polidas com pasta de diamante com granulometria 3 e 1 µm, durante tempo de 3 minutos. A seguir, foram polidas com sílica coloidal para que a rugosidade Ra, avaliada com rugosímetro mecânico, adquirisse valores próximos de 10 nm.

### 3.8. Difração de raios x

A presença de nitretos foi verificada por difração de raios x convencional, Bragg-Brentano ou  $\theta$ - $2\theta$ . As especificações técnicas do difratômetro e os parâmetros de varredura estão descritos na Tab. 3.3.

Tabela 3.3 – Especificações técnicas e parâmetros usados na DRX  $\theta$ - $2\theta$ .

Parâmetros	Unidade
Radiação	CuK $\alpha$
Voltagem do tubo	40 kV
Corrente	30 mA
Modo de varredura	Tempo fixo
Espaçamento	0,02°; 0,03°; 0,05°
Velocidade de varredura	2,00 graus/minuto
Tempo de varredura por ponto	5 s
Ângulo inicial ( $2\theta$ )	20°
Ângulo final ( $2\theta$ )	80° e 120°

Análises preliminares mostraram que os tempos de varredura de 1 e 2 s não produzem resultados satisfatórios (Anexo B).

Em uma amostra usinada por EDM, tendo como fluido dielétrico solução de água desionizada e ureia na concentração de 10 g/l, efetuou-se a medição por difração de raio x, perpendicularmente à superfície usinada. A seguir, nessa mesma amostra, foi executada a retirada de uma camada de espessura de 5 µm, por meio de polimento com pasta de diamante de 3 µm e 1µm. Para fixação da amostra na politriz automática, foi fabricado um porta-amostra em aço inoxidável AISI 304. O controle dimensional foi feito com micrômetro digital com precisão de 1 µm e relógio comparador com resolução de 1 µm, montado em dispositivo de controle de retirada da camada. Ao término da retirada da camada, executaram-se medições por difração de raio x, com os mesmos parâmetros adotados anteriormente. Essa operação foi repetida por mais quatro vezes, ou seja, toda vez que se

efetuava a retirada de 5 µm de espessura, fazia-se as medições por difração de raio x, perfazendo uma retirada total de 25 µm na espessura da amostra. A Figura 3.4 apresenta detalhes do processo de remoção da camada.



Figura 3.4 – Processo de polimento automático para retirada mecânica das camadas, dispositivo de controle de retirada da camada e porta amostras.

Para avaliar a camada mais externa, ou seja, os primeiros 5 µm, foram feitas análises de difração de raios x de baixo ângulo com parâmetros mostrados na Tabela 3.4. Resultados obtidos com ângulo de incidência de 5° foram excluídos (Anexo C), bem como resultados obtidos com fatiamento para os ângulos de 2,5° e 5° (Anexo C).

Tabela 3.4 – Especificações técnicas e parâmetros usados na DRX de baixo ângulo.

Parâmetros	Unidade
Radiação	CuK $\alpha$
Voltagem do tubo	40 kV
Corrente	30 mA
Modo de varredura	Tempo fixo
Espaçamento	0,02°
Velocidade de varredura	2,00 graus/minuto
Tempo de varredura por ponto	5 s
Ângulo inicial ( $2\theta$ )	30°
Ângulo final ( $2\theta$ )	110°
Ângulos de incidência	2,5°

### 3.9. Fotografias das descargas elétricas

As fotografias do canal de plasma foram obtidas por câmera de alta velocidade (500 quadros por segundo na máxima resolução) sendo que, para os estudos a velocidade foi regulada de 50000 a 100000 quadros por segundo para coincidir com o tempo de pulso das descargas elétricas.

Uma cuba auxiliar foi confeccionada em chapa de aço carbono com espessura de 1,8 mm. As dimensões desta cuba são: altura de 110 mm, largura de 110 mm e comprimento de 220 mm. Na cuba foi adaptado um filtro fotográfico UV com diâmetro de 67 mm. O eletrodo ferramenta e o eletrodo peça foram confeccionados com a ponta cônica em ângulo de 60° para que as descargas elétricas ocorressem de forma pontual. A Figura 3.5 exibe a montagem para aquisição das fotografias das descargas elétricas

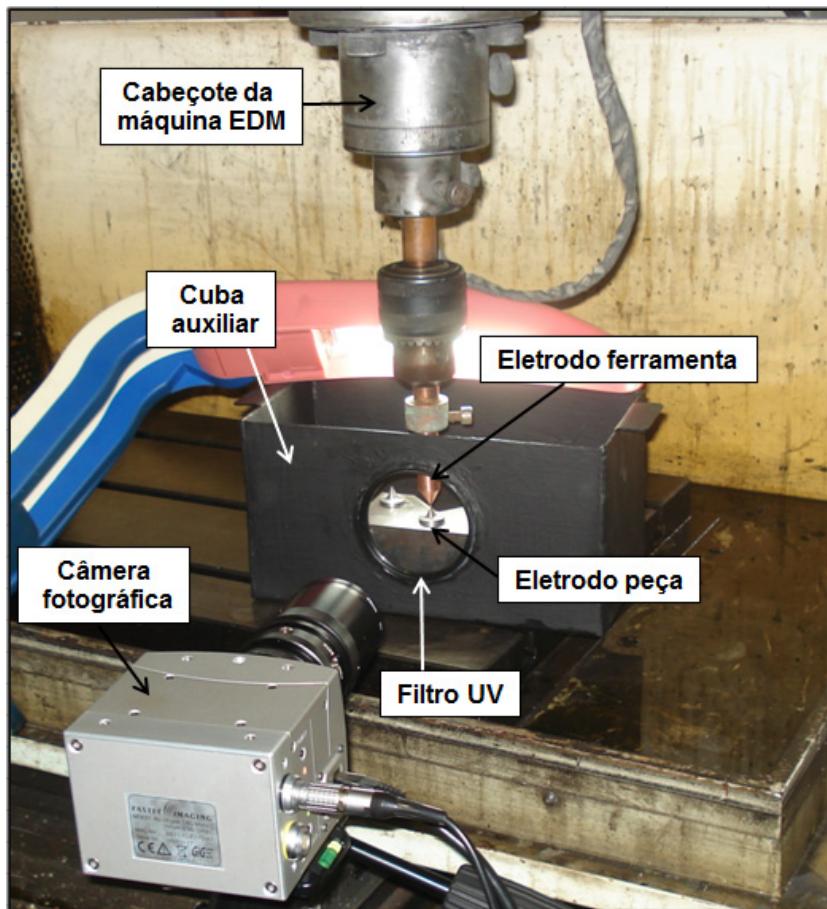


Figura 3.5 – Montagem de uma cuba auxiliar da máquina EDM para aquisição de fotografias das descargas elétricas.

As fotografias das descargas elétricas foram capturadas em séries de testes de EDM usando água deionizada e solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l. Nessas filmagens, pode-se usar com a cuba principal da máquina EDM aberta, mantendo-se a mínima circulação de fluido dielétrico da própria máquina para não comprometer o funcionamento da mesma.

### 3.10. Espectroscopia de Emissão Ótica por Descarga Luminescente

A espectroscopia por descarga luminescente GDOES (*Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy*) foi usada para determinar o perfil de concentração do nitrogênio na superfície das amostras do aço AISI 4140 nitretado por EDM. Foi utilizado o equipamento HORIBA Jobin-Yvon com gerador RF. A fonte de plasma de argônio foi operada com pressão de 650 Pa e potência 35 W. O tempo de medição foi de 60s. A técnica de perfilometria a laser foi utilizada para determinar a profundidade da cavidade gerada nas análises por GDOES (Anexo B).

## CAPÍTULO IV

### 4. Resultados e Discussões

Nesse capítulo, são apresentados os resultados e as discussões referentes ao processo de enriquecimento por nitretos do aço AISI 4140, através de descargas elétricas geradas na EDM, bem como a avaliação das características microestruturais e das propriedades mecânicas das camadas formadas em amostras desse material.

#### 4.1. Caracterização microestrutural

As descargas elétricas geradas pelo processo EDM e aplicadas na superfície de amostras de aço AISI 4140 normalizado, usando como fluido dielétrico água deionizada e solução de água deionizada e ureia, na concentração de 10 g/l, produziram as imagens mostradas nas Fig. 4.1 e 4.2, respectivamente. Ambas apresentam crateras, poros e micro partículas refundidas na superfície. Ou seja, o aspecto típico de superfícies usinadas por EDM.

Nota-se, por meio das imagens de MEV, que as superfícies geradas por EDM, com os dois fluidos dielétricos diferem pouco das superfícies obtidas por Silva (2012) ao usinar por EDM convencional o aço AISI M2, usando como fluido dielétrico, óleo mineral sem pressão e água deionizada com e sem pressão. Ocorre formação de poros, crateras e adesão de micro partículas refundidas na superfície.

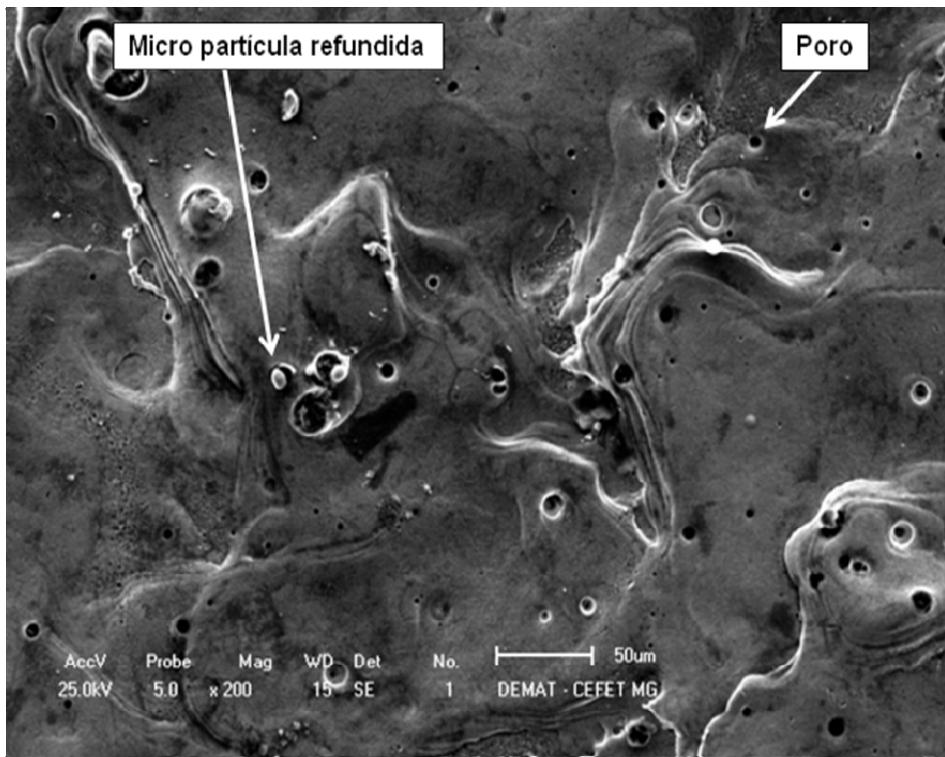


Figura 4.1 – Imagem de MEV da superfície do aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada.

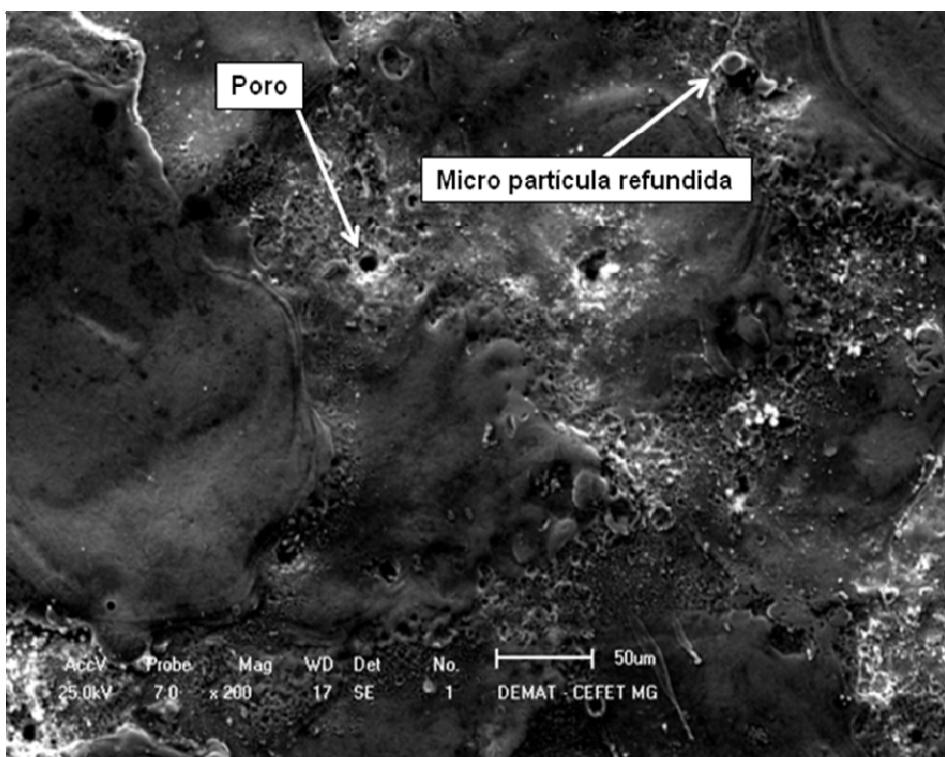


Figura 4.2 – Imagem de MEV da superfície do aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada e ureia.

As micrografias mostradas nas Figuras 4.3 a 4.5 são das seções transversais das amostras usinadas por EDM.

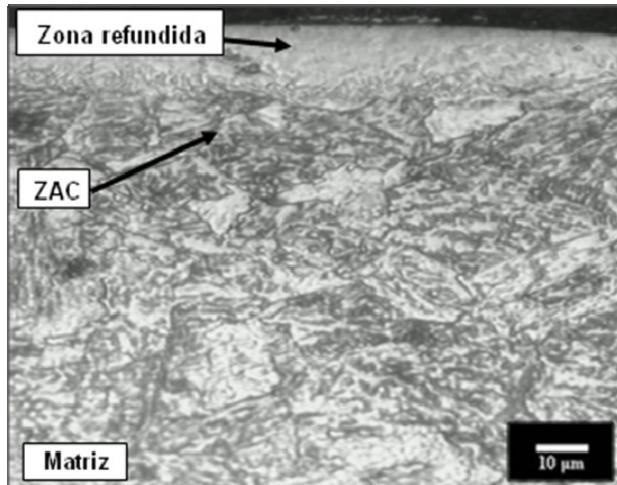


Figura 4.3 – Imagem de microscopia ótica da seção transversal da amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com água deionizada. Nital 2%.

Nota-se que, na Figura 4.3, é formada uma zona refundida (ZR) e, logo abaixo, percebe-se alterações microestruturais, de cor ligeiramente mais escura, como uma sombra, denominada zona afetada pelo calor (ZAC). Ambas são típicas em peças produzidas pelo processo EDM. Esses resultados coincidem com os obtidos por Lim et al [1991]. Eles atribuem este fenômeno a um gradiente de carbono e contaminações de materiais do eletrodo ferramenta, sugerindo que complexas alterações estruturais tenham ocorrido.

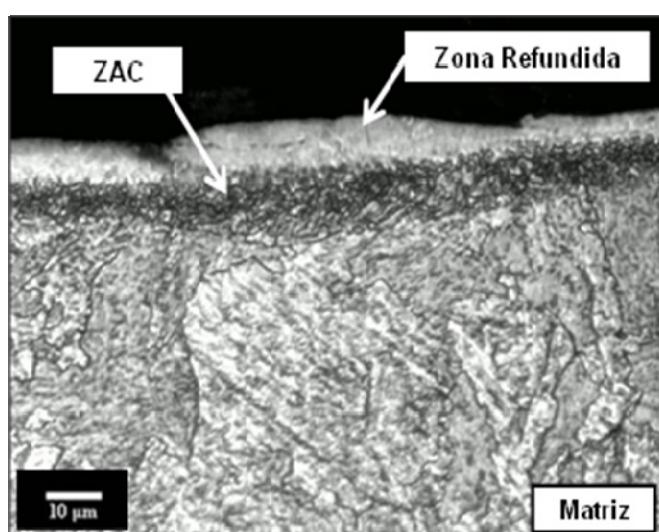


Figura 4.4 – Imagem de microscopia ótica da seção transversal de amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com solução de água deionizada e ureia. Nital 2%.

Estas mesmas regiões são observadas na Figura 4.4. Contudo, a ZAC se apresenta mais bem definida e mais escura do que na Fig.4.3. Essa diferença pode estar associada ao nitrogênio introduzido no material, muito embora não se observe, aparentemente, alteração na espessura das camadas nas 2 amostras. Abaixo da ZAC de ambas as amostras forma-se uma estrutura martensítica, que aparece mais nitidamente na Figura 4.5.

A Figura 4.5 evidencia a presença de porosidade na ZR. Essa porosidade foi também observada por Camargo et al. (2009) em liga Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V. Abaixo da ZAC forma-se uma estrutura martensítica. Isso indica que o calor gerado pela descarga foi suficiente para provocar esta transformação de fase, já que a peça encontra-se mergulhada em água.

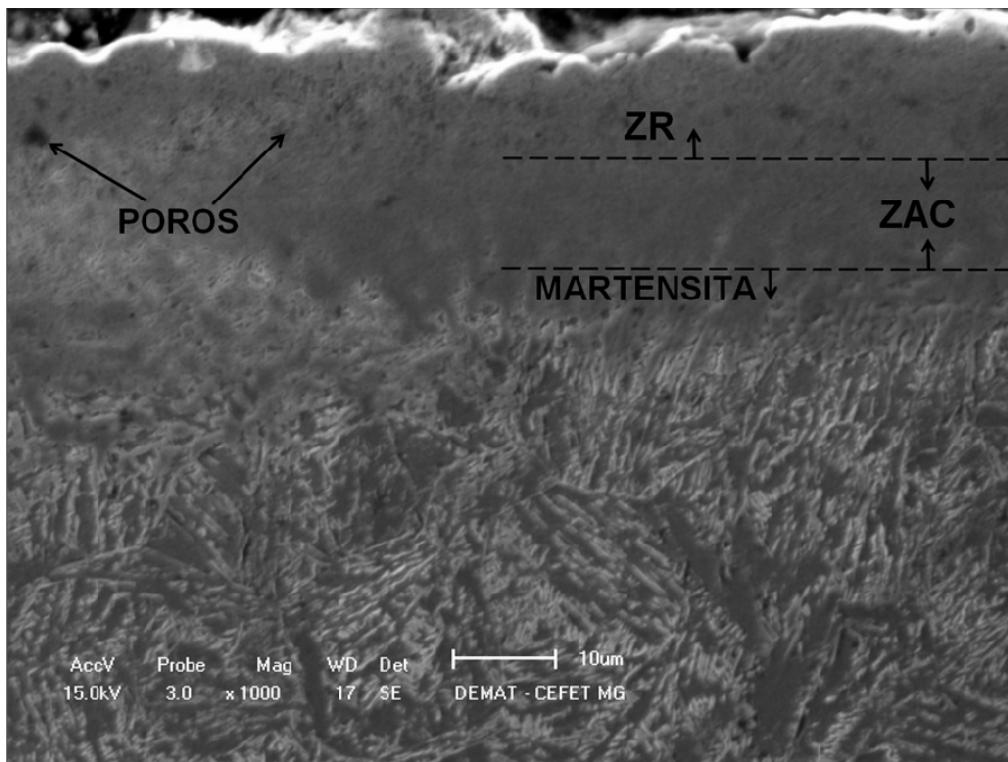


Figura 4.5 – Imagem de MEV da seção transversal de amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com solução de água deionizada e uréia. Formação de ZR, ZAC e martensita. Nital 2%.

#### **4.1.1. Testes para verificação da reproduzibilidade do processo.**

Os resultados das médias e desvios padrões ( $\mu\text{m}$ ) das espessuras da ZAC e zona refundida (ZR) das amostras nitretadas por descargas elétricas (NDE), obtidos por análise micrográfica, com 30 medidas em diferentes regiões de cada uma das 5 amostras, para intervalo de confiança de 95% são mostrados na Tab. 4.1.

Tabela 4.1 – Médias e desvios padrões das espessuras da ZAC e ZR ( $\mu\text{m}$ ), NDE.

<b>Amostra</b>	<b>ZAC</b>	<b>ZR</b>	<b>Espessura total</b>
01	$11,4 \pm 1,2$	$9,1 \pm 0,9$	$20,5 \pm 1,5$
02	$11,9 \pm 1,3$	$9,5 \pm 1,1$	$21,4 \pm 1,7$
03	$12,6 \pm 0,6$	$10,0 \pm 0,5$	$22,6 \pm 0,8$
04	$11,5 \pm 2,1$	$9,2 \pm 1,7$	$20,7 \pm 2,7$
05	$11,8 \pm 1,5$	$9,4 \pm 1,2$	$21,2 \pm 1,9$

Nota-se que, os valores da dispersão em torno do valor médio das espessuras tiveram oscilações típicas de espessuras de peças usinadas por EDM. Os resultados da espessura da ZAC mostraram uma dispersão mais homogênea, com um fator  $P = 0,09$ , acima do padrão  $P = 0,05$ . Na ZR, o fator  $P = 0,036$ , inferior ao padrão, indicando uma menor homogeneidade (Anexo A). Observa-se que há uma reprodutibilidade nos resultados, seja do ponto de vista qualitativo, como a formação da ZAC nas 5 amostras ensaiadas, como do ponto de vista quantitativo, pois apresentam espessuras similares. Os resultados da espessura da ZAC e zona refundida, apresentados na Tab. 4.1, estão condizentes com os obtidos por Camargo et al. (2009) na liga  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ , usinada por EDM, utilizando água com ureia.

Os resultados das médias e desvios padrões ( $\mu\text{m}$ ) das espessuras da ZAC e zona refundida (ZR) das amostras usinadas por EDM com água deionizada como fluido dielétrico, obtidos por análise micrográfica, com 30 medidas em diferentes regiões de cada uma das 5 amostras, para intervalo de confiança de 95% são mostrados na Tab. 4.2.

Tabela 4.2 – Médias e desvios padrões das espessuras da ZAC e ZR ( $\mu\text{m}$ ), das amostras de aço AISI 4140 usinadas por EDM com água deionizada como fluido dielétrico.

<b>Amostra</b>	<b>ZAC</b>	<b>ZR</b>	<b>Espessura total</b>
01	$12,8 \pm 2,7$	$12,3 \pm 0,4$	$25,1 \pm 2,7$
02	$12,4 \pm 2,1$	$13,5 \pm 1,0$	$25,9 \pm 2,3$
03	$9,3 \pm 1,1$	$12,1 \pm 3,2$	$21,4 \pm 3,4$
04	$8,9 \pm 0,9$	$13,6 \pm 2,7$	$22,5 \pm 2,8$
05	$9,5 \pm 0,3$	$12,0 \pm 1,1$	$21,5 \pm 1,1$

Observa-se que, na média, os valores das espessuras variaram pouco. Os resultados tiveram uma dispersão homogênea, sendo que na ZAC o fator  $P = 0,051$  e na ZR o fator  $P = 0,458$  (Anexo A).

O fato de usar água deionizada como fluido dielétrico não interferiu significativamente na descarga elétrica a ponto de produzir ZAC e ZR com espessuras de tamanhos diferentes.

#### **4.2. Fotografias das descargas elétricas**

A Figura 4.6 apresenta as fotografias, obtidas de forma sincronizada, das descargas elétricas produzidas pelo processo EDM (água deionizada) e NDE (água deionizada com ureia). Nota-se que há, claramente, uma interferência na formação do canal de plasma com a presença de ureia. A modificação observada pode ser atribuída à presença de nitrogênio e hidrogênio no seu interior. Na condição EDM com água deionizada observa-se que há um crescimento da luminosidade e do tamanho. Logo a seguir as descargas decrescem gradativamente até se extinguirem. A sequência se repete durante os testes de EDM, que são realizados nas mesmas condições. Com a inserção de ureia, ocorre um descompasso na formação do canal de plasma. A posição  $20\ \mu s$  equivale à posição  $60\ \mu s$  da sequência com água. Com a inserção de ureia, a água se torna mais condutora, o que retarda a formação do canal. O uso de uma câmera fotográfica com capacidade de registrar um maior número de fotografias no tempo pode elucidar esta questão. A outra hipótese é a baixa intensidade no início da formação do canal, que a câmera utilizada não teve sensibilidade para captar. Uma câmera mais sensível, capaz de captar luminosidades mais baixas, pode comprovar esta hipótese. A hipótese do plasma já se iniciar com alta intensidade não parece plausível.

A presença de partículas sólidas no fluido dielétrico também interfere no comportamento da descarga, conforme foi mostrado por Silva (2012). Ele usou partículas de SiC e  $Al_2O_3$ . Elas dispersam as centelhas produzidas e aumentam a eficácia do processo de remoção do material. Essas partículas não são, naturalmente, diluídas na água e não interferem na formação do canal de plasma. Além disso, não sofrem degradação com as descargas.

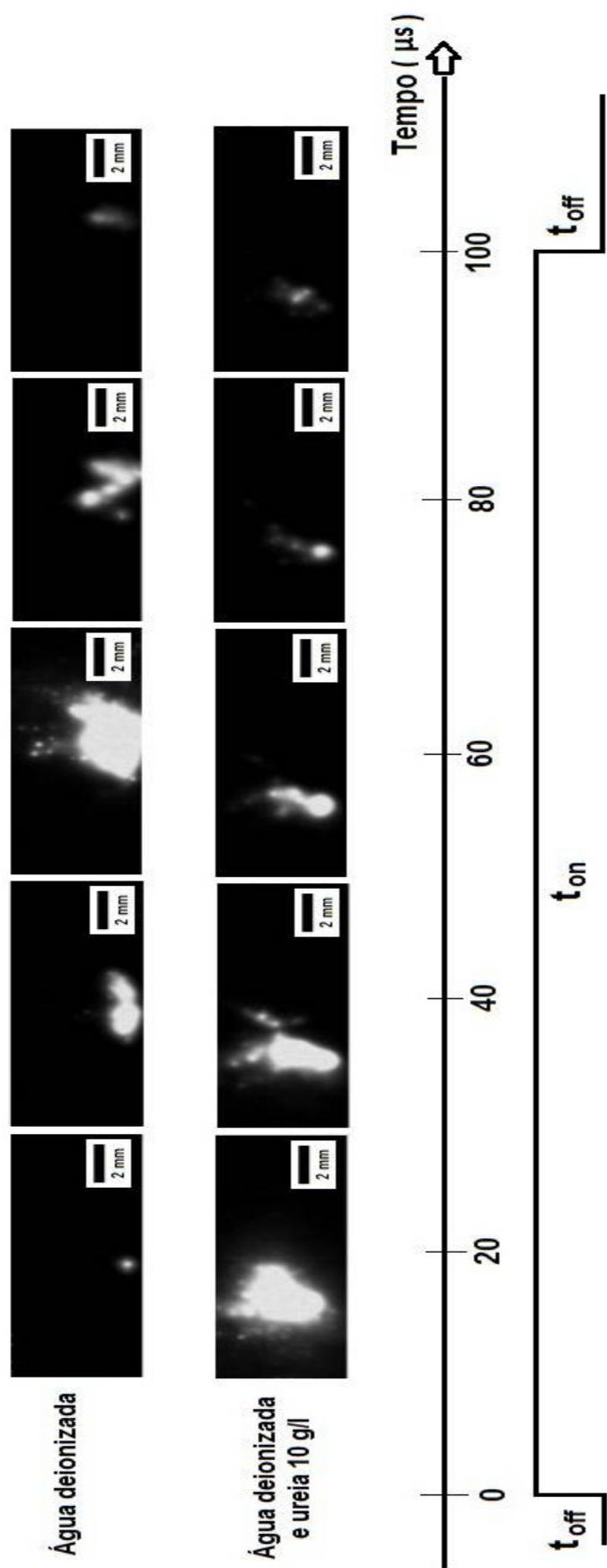


Figura 4.6 – Sequência de imagens do canal de plasma formado na EDM.

#### 4.3. Perfil de composição química por GDOES

O perfil de composição elementar completo é mostrado na Fig. 4.7.

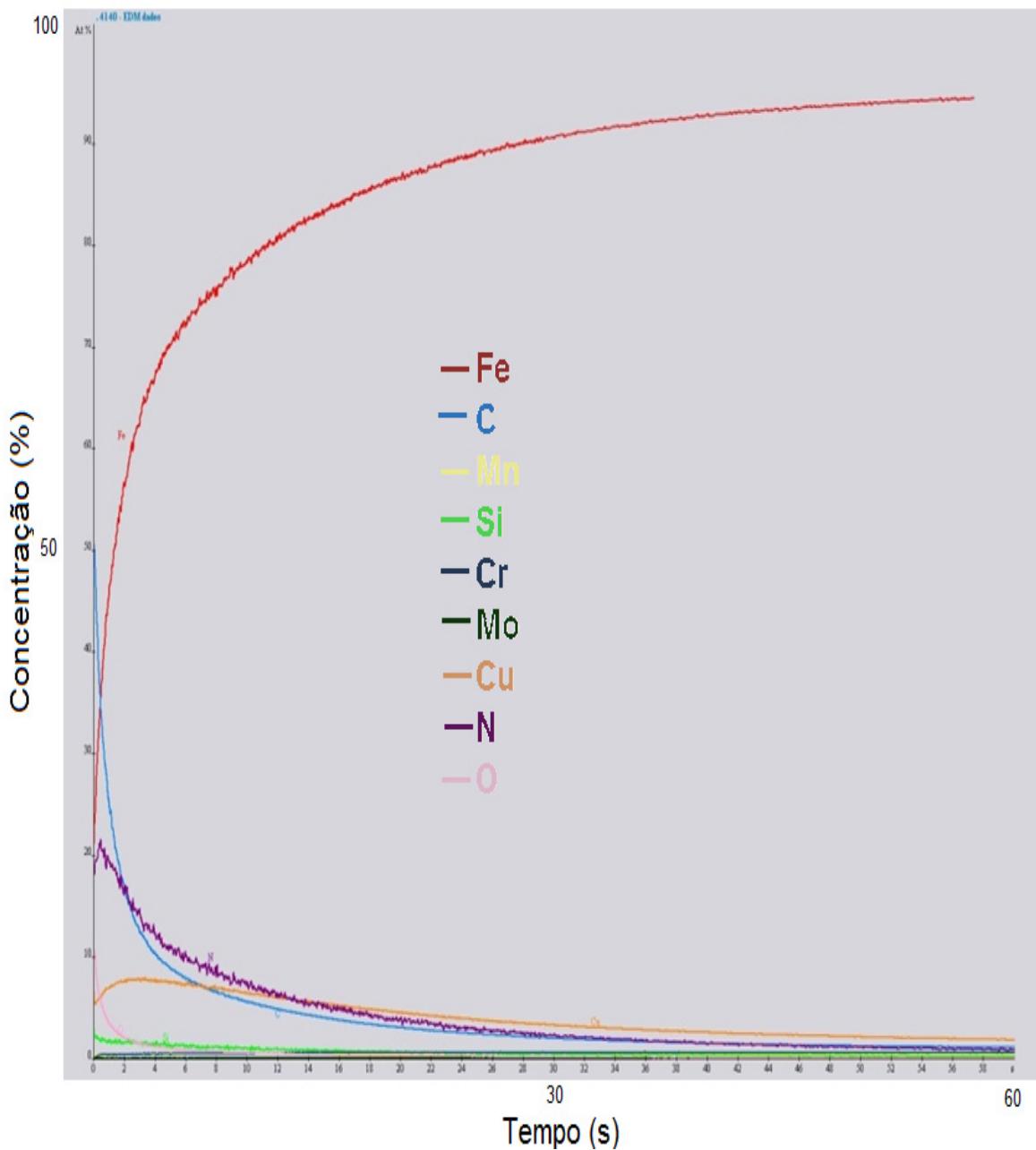


Figura 4.7 – Perfil de composição química por GDOES.

Nota-se na Figura 4.7, que foram detectados elementos como Mn, Si, Cr e Mo. A presença deles está em concordância conforme a composição química do aço, apresentada na Tab. 3.1. Não se observa variação nas suas composições. Para analisar o comportamento dos elementos químicos de maior interesse, com ênfase para o nitrogênio, foram construídos os gráficos da Fig. 4.8.

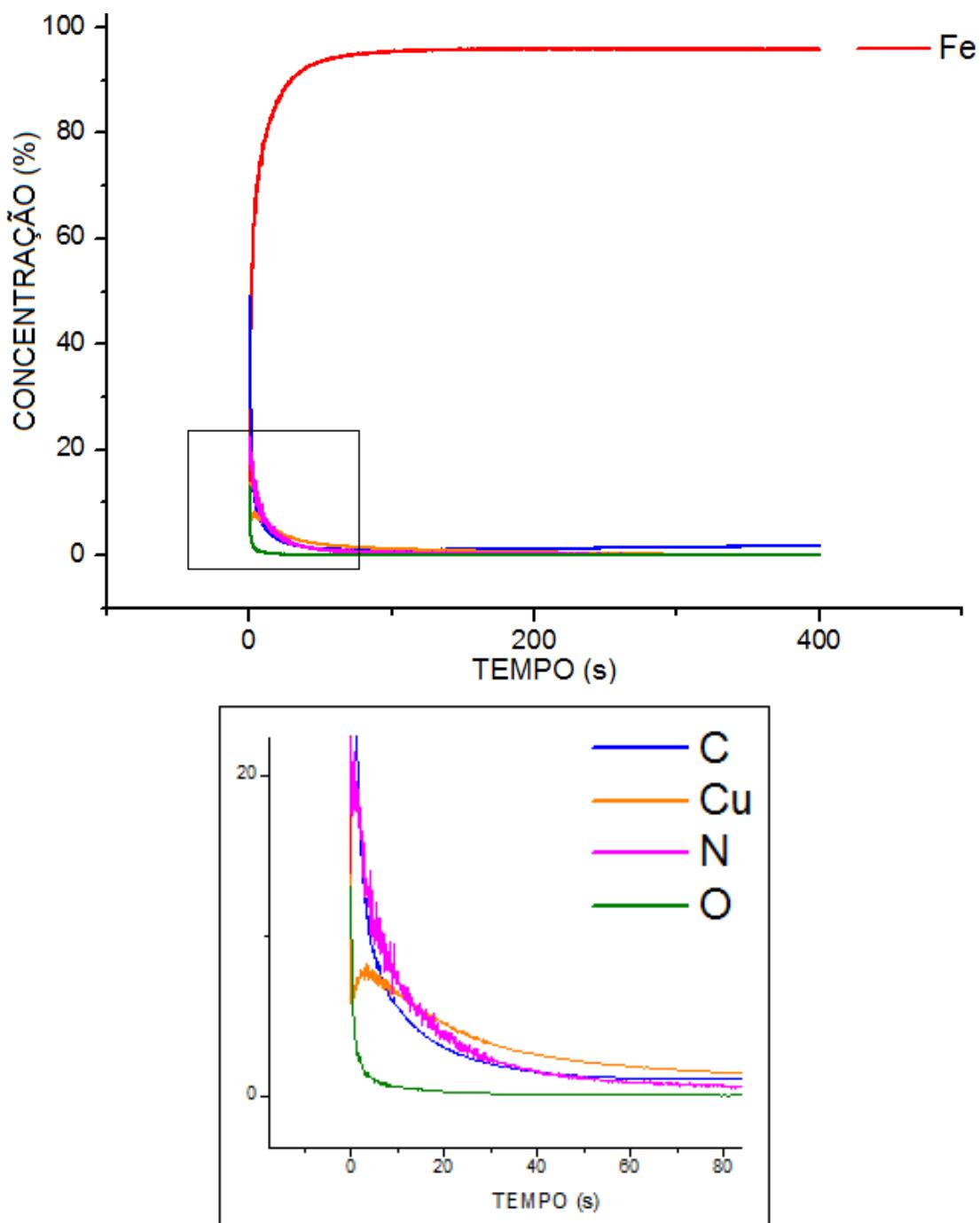


Figura 4.8 – Perfil de composição química por GDOES, com destaque para as análises realizadas até 60 s na amostra de aço AISI 4140 NDE.

A maior concentração observada é do ferro. O oxigênio encontrado nas análises pode ser da oxidação da amostra ou da solução de água deionizada e ureia utilizada como fluido dielétrico. O carbono pode ser do aço, mas também pode ser em decorrência do carbono presente da ureia diluída no fluido dielétrico.

O decaimento contínuo na concentração de nitrogênio, como mostrado na Fig. 4.9, evidencia a sua presença tanto na zona refundida quanto na ZAC.

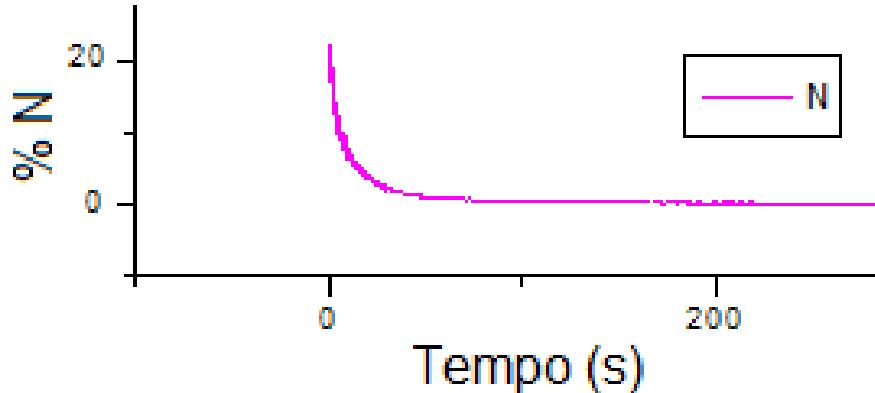


Figura 4.9 – Concentração de nitrogênio da análise GDOES.

Os elementos N, C e O sofrem um decaimento contínuo a partir da superfície. A fonte de cobre é o eletrodo de cobre eletrolítico. O cobre aparece nas concentrações de aproximadamente 6% no início do ensaio, aumenta para 8% e logo a seguir há um decaimento desse percentual ao longo do tempo como mostrado na Fig. 4.10. O material do eletrodo pode, desta forma, ser usado para enriquecer superfícies com liga. Contudo, a quantidade de material que é transferida é insuficiente para produzir algum resultado que possa ser considerado relevante, sob o ponto de vista prático. Segundo Bleys et al. (2006) uma pequena quantidade de cobre (menos de 1 %) do eletrodo ferramenta pode ser transferida para a peça.

A baixa concentração de cobre na camada mais externa deve-se à sua remoção juntamente com o material fundido desprendido da superfície, no qual ele se encontra agregado. Logo, esta camada mais externa fica empobrecida de cobre e, possivelmente, de nitretos. Comportamento similar foi observado por Bleys et al(2006) com eletrodos de titânio e cobre.

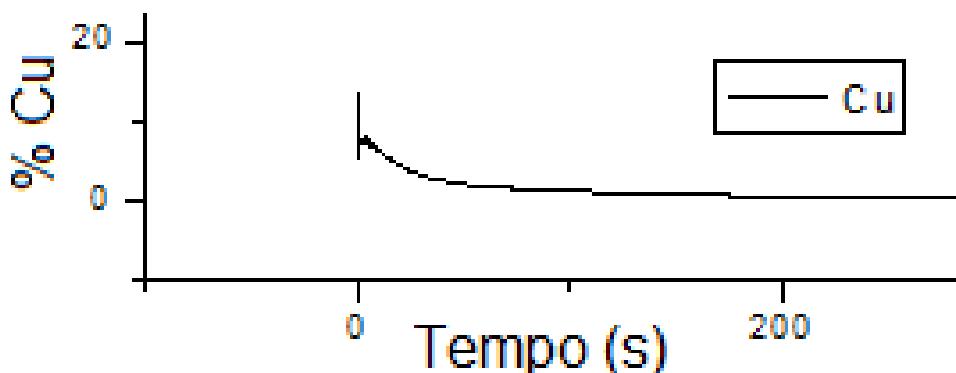


Figura 4.10 – Concentração de cobre da análise GDOES.

A análise de fluorescência de raios x da água, Tabela 4.3, evidencia o arrancamento do cobre. Contudo, não existe garantia de que o cobre detectado seja da camada mais superficial, já que a fluorescência foi feita a partir de material colhido a partir de diversas. O material deveria ser colhido a partir da remoção produzida pela primeira e uma única descarga. O que, na prática, com descarga ocorrendo em  $10^{-6}$ s, torna-se uma tarefa bastante difícil. O mesmo fenômeno não é observado para o nitrogênio. Entretanto, o nitrogênio encontra-se na forma de gás e com concentração bem superior à do cobre.

Tabela 4.3 – Elementos detectados na análise de fluorescência por energia dispersiva de raio x da água deionizada (*DOC BROWN'S CHEMISTRY*)

Condição da água deionizada	Elemento(s) detectados na análise	Condutividade elétrica ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
Antes do processo de usinagem	Nenhum	2
Após EDM	Ferro e cobre	8

O fato do cobre possuir raios iônicos bastante reduzidos em comparação com o raio atômico, pode explicar as profundidades atingidas, que são similares às alcançadas pelo nitrogênio, como mostra a Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Raios atômicos e iônicos ( $\text{\AA}$ ) do cobre e do nitrogênio (*DOC BROWN'S CHEMISTRY*).

Elemento	Cu	Cu(I)	Cu(II)	Cu(III)	N	N(III)	N(V)
R, $\text{\AA}$	1,28	0,91	0,87	0,68	0,71	0,30	0,27

#### 4.4. Difração de raios x

O difratograma de raios x, configuração  $\theta$ - $2\theta$ , mostrado na Fig. 4.11 revela a presença de nitretos de ferro dos tipos, FeN e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N, na superfície da amostra de aço AISI 4140 submetido ao processo NDE.

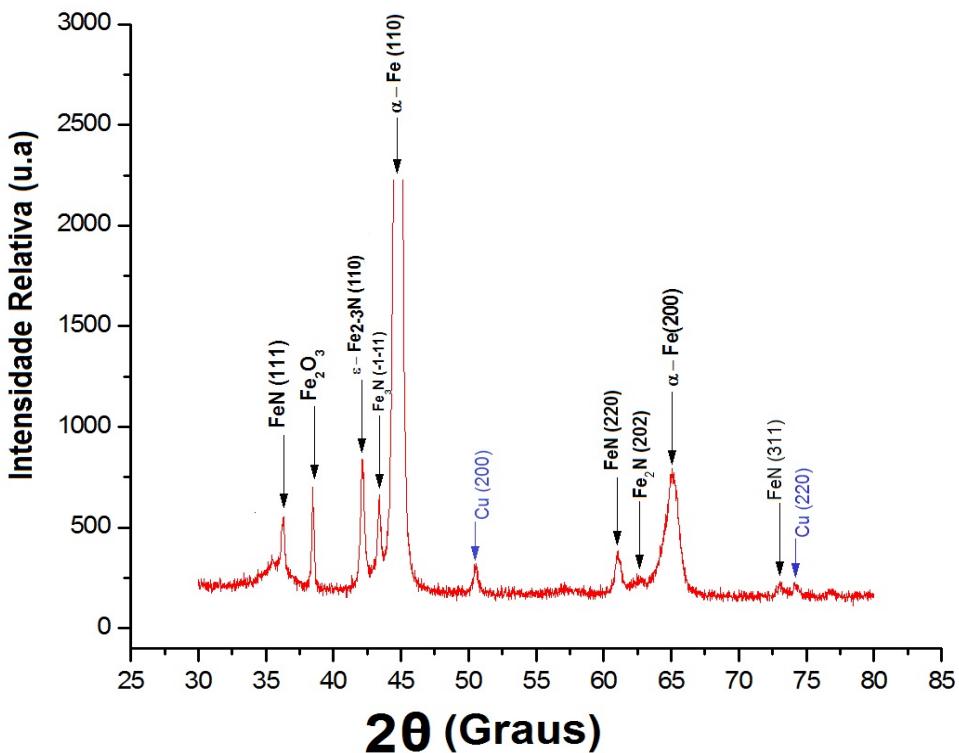


Figura 4.11 – Difratograma do aço AISI 4140 NDE.

A fase Fe- $\alpha$  (ccc – cúbica de corpo centrado) foi encontrada sendo (110) a orientação cristalográfica predominante. Nota-se que pico se encontra deslocado na direção de parâmetros de rede. Isso pode ser atribuído à distorção da rede cristalina ccc pelos átomos de nitrogênio introduzidos durante o processo.

Os nitretos foram identificados como sendo do tipo FeN, Fe<sub>2</sub>N, Fe<sub>3</sub>N e  $\varepsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N. Apesar de existirem elementos formadores de nitretos como o cromo e molibdênio, eles não foram detectados. Possivelmente, devido à baixa quantidade destes elementos (Tabela 3.1). Tampouco foi observada a formação de carbonitretos. Entretanto, é possível que eles se formem em processos que utilizem eletrodos de grafite no lugar do cobre. Neste caso, haverá uma fonte de íons C adicional.

Os nitretos  $\gamma$  e  $\gamma'$ , previstos no diagrama de Lehrer (Figura 2.2), não foram observados. A termodinâmica do processo NDE diverge das condições previstas no diagrama de Lehrer, uma vez que as temperaturas são altas (cerca de 20.000°C) e as pressões são baixas (cerca de 200 bar).

A Figura 4.12 apresenta os difratogramas, configuração  $\theta$ - $2\theta$  realizados após retiradas sucessivas de camada de 5  $\mu\text{m}$  de espessura. O difratograma de referência foi obtido de uma amostra não submetida ao processo NDE.

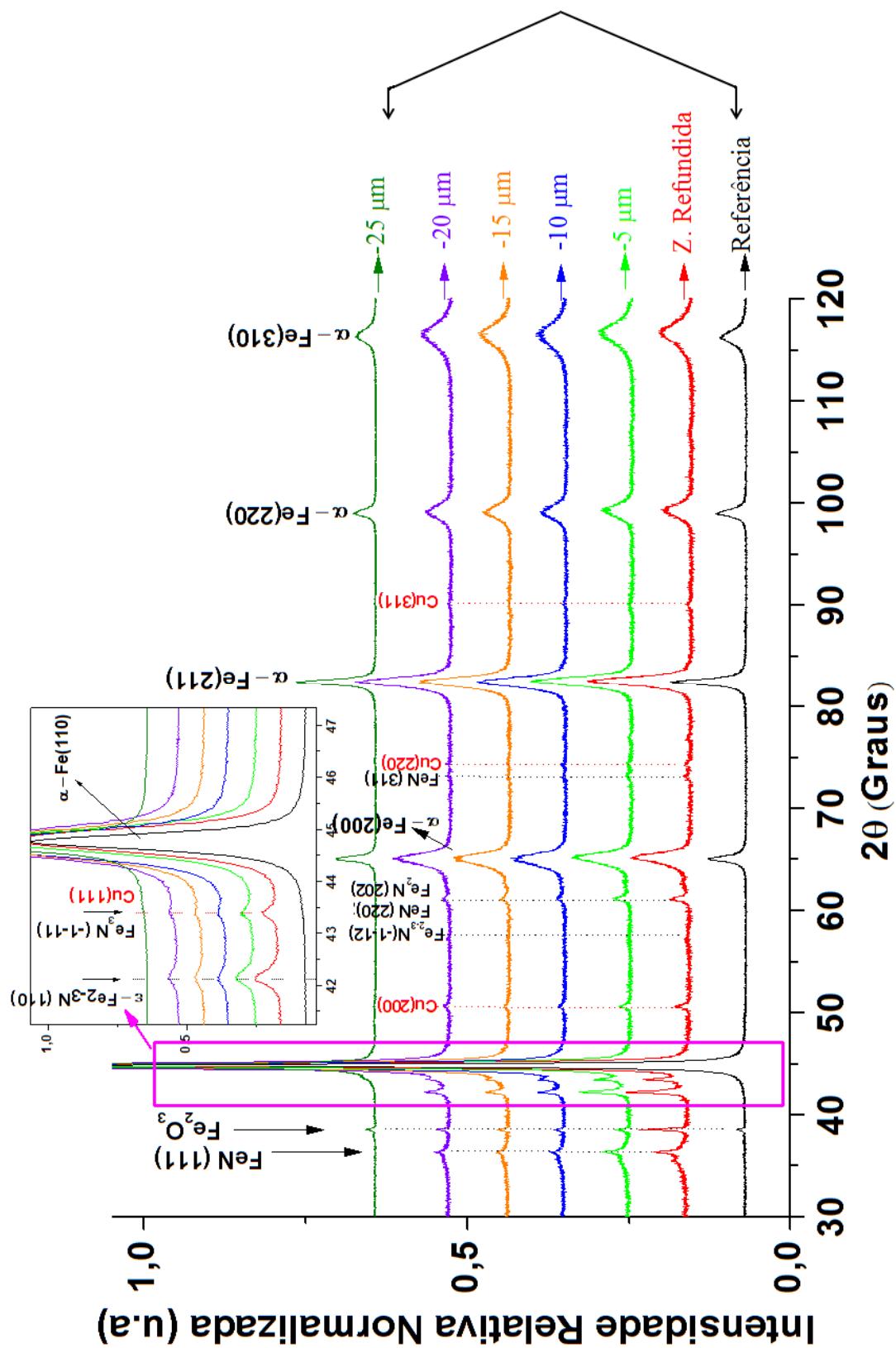


Figura 4.12 – Difratogramas, configuração  $\theta$ - $2\theta$ , do aço AISI 4140: Referência, nitretado pelo processo EDM (Z. Refundida) e retiradas sucessivas de camadas de 5  $\mu\text{m}$  de espessura.

Verifica-se que os picos do difratograma, após a última retirada de camada (25 µm), são semelhantes ao difratograma das medições realizadas no material de referência, ou seja, a partir dessa profundidade não se encontram mais nitretos. Esses resultados confirmam os encontrados na micrografia apresentada na Fig. 4.4 e nas medições das espessuras da zona refundida e ZAC da Tab. 4.1.

Em todos os difratogramas mostrados na Fig. 4.12 são encontrados picos de Ferro- $\alpha$  nos planos cristalinos (110), (200), (211), (220) e (310). No entanto, esses picos, nos difratogramas “Z. Refundida, 5 µm, 10 µm, 15 µm e 20 µm” apresentam a mesma intensidade. Porém, as bases são um pouco mais largas e distorcidas em relação à amostra de referência. Isto pode ser devido à presença do nitrogênio introduzido pelo processo NDE.

São verificados, também, a presença de óxido de ferro ( $Fe_2O_3$ ) e de cobre nesses difratogramas. O óxido proveniente do oxigênio presente na água e na uréia e o cobre do eletrodo ferramenta.

De acordo com Haruman (1992), a radiação  $CuK\alpha$  tem uma penetração pouco profunda, de aproximadamente 4 µm para nitretos e carbonitretos de ferro. Assim, pode-se sugerir a existência de nitretos de ferro na zona refundida pelas medições apresentadas no difratograma “ZR”, feito na superfície do aço AISI 4140 usinado por EDM. Mas, para identificar a presença de nitretos na superfície da camada refundida, foi realizada uma medição com baixo ângulo de incidência, de 2,5°. O resultado é mostrado na Figura, 4.13, junto com o difratograma da amostra de referência.

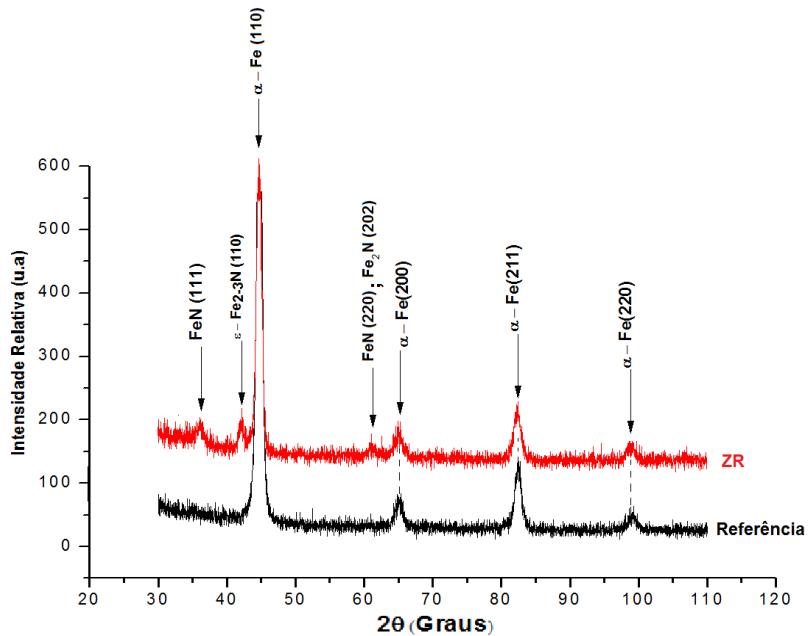
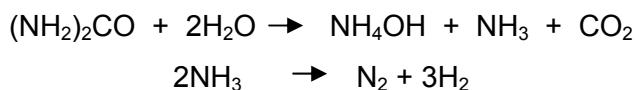


Figura 4.13 – Difratogramas de baixo ângulo com incidência de 2,5° no aço AISI 4140 (Referência), na superfície NDE (ZR).

Observa-se a presença de picos de nitretos tipo FeN (111) e (220); tipo  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N (110) e tipo Fe<sub>2</sub>N (202). A presença dos picos mais intensos das fases  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N e Fe<sub>2</sub>N podem indicar que elas estão localizadas na região mais externa da zona refundida. .

#### 4.5. Modelo do Processo NDE

A hipótese de haver nitrogênio nas camadas das figuras 4.4 e 4.5 é pertinente, uma vez que existe uma fonte do mesmo, ou seja, a uréia diluída na água. Da energia gerada por uma descarga elétrica, 74% é gasta no aumento de massa e na formação / expansão do canal de plasma a partir do fluido dielétrico, segundo Dibitonto (1989). Na fase de ignição, os elétrons são acelerados pelo campo elétrico em direção ao anodo e colidem com moléculas do fluido dielétrico e os íons positivos se direcionam ao catodo, caracterizando o início do fenômeno, chamado de ionização por impacto. Esse mecanismo de colisões causa ruptura do dielétrico e gera NH<sub>3</sub> e CO<sub>2</sub> gasosos. A energia gasta para a conversão do fluido dielétrico é suficiente para formar o canal de plasma e decompor os constituintes presentes nessa mistura, em forma de vapores e gases, como o NH<sub>3</sub> que, por sua vez, se decompõe em N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub> conforme as reações:



O N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub> irão se difundir no canal de plasma na forma de íons, como N<sup>+</sup><sub>2</sub>, N<sup>+</sup> e H<sup>+</sup><sub>2</sub>. Além destes íons, formam-se íons de cobre, oriundos do eletrodo ferramenta (anodo). Por serem positivos, eles serão impulsionados para a superfície do eletrodo peça (catodo) e, pela alta energia cinética que adquirem, implantam-se no interior da mesma.

A Figura 4.14 mostra o modelo proposto para explicar o fenômeno do enriquecimento superficial por nitrogênio e cobre, através das descargas elétricas geradas no processo EDM. Ela mostra, em maiores detalhes o formato do canal de plasma e o corte com o que acontece no interior do canal. No decorrer da duração da descarga, o raio a<sub>C</sub> do plasma na região próxima ao catodo apresenta-se praticamente constante e é bem inferior ao raio a<sub>A</sub>, observado na região próxima ao anodo. A menor magnitude de a<sub>C</sub> deve-se, principalmente, à emissão de elétrons pelo catodo. O seu valor é inferior a 5  $\mu\text{m}$ , segundo Dibitonto (1989). No anodo, o raio a<sub>A</sub> aumenta continuamente durante a evolução da duração da descarga. Na figura, o fluxo de calor nas superfícies do catodo e do anodo está representado por q<sub>C</sub> e q<sub>A</sub>, sendo r<sub>C</sub> e r<sub>A</sub> os raios das cavidades fundidas no catodo e anodo.

O fenômeno de expansão contínua do diâmetro do canal de plasma acontece pelo fato de o plasma transferir energia para as regiões radiais circunvizinhas, assim como para as cavidades fundidas. Ele tem fundamental influência sobre a quantidade de material fundido em cada um dos eletrodos. A cada incremento no tempo da descarga, a irradiação de energia do plasma provoca a vaporização, a dissociação e a ionização de um pequeno volume do fluido dielétrico que o circunda. Isso causa um aumento da massa e do diâmetro do plasma e da bolha de gases, bem como a queda da pressão e da temperatura atuantes sobre as cavidades fundidas. Como consequência dessa expansão, a cavidade fundida no anodo começa a se solidificar. Isso se deve à diminuição do fluxo de energia que a atinge. Já a cavidade do catodo tende a se tornar mais profunda, como está esquematizado na Fig. 4.14.

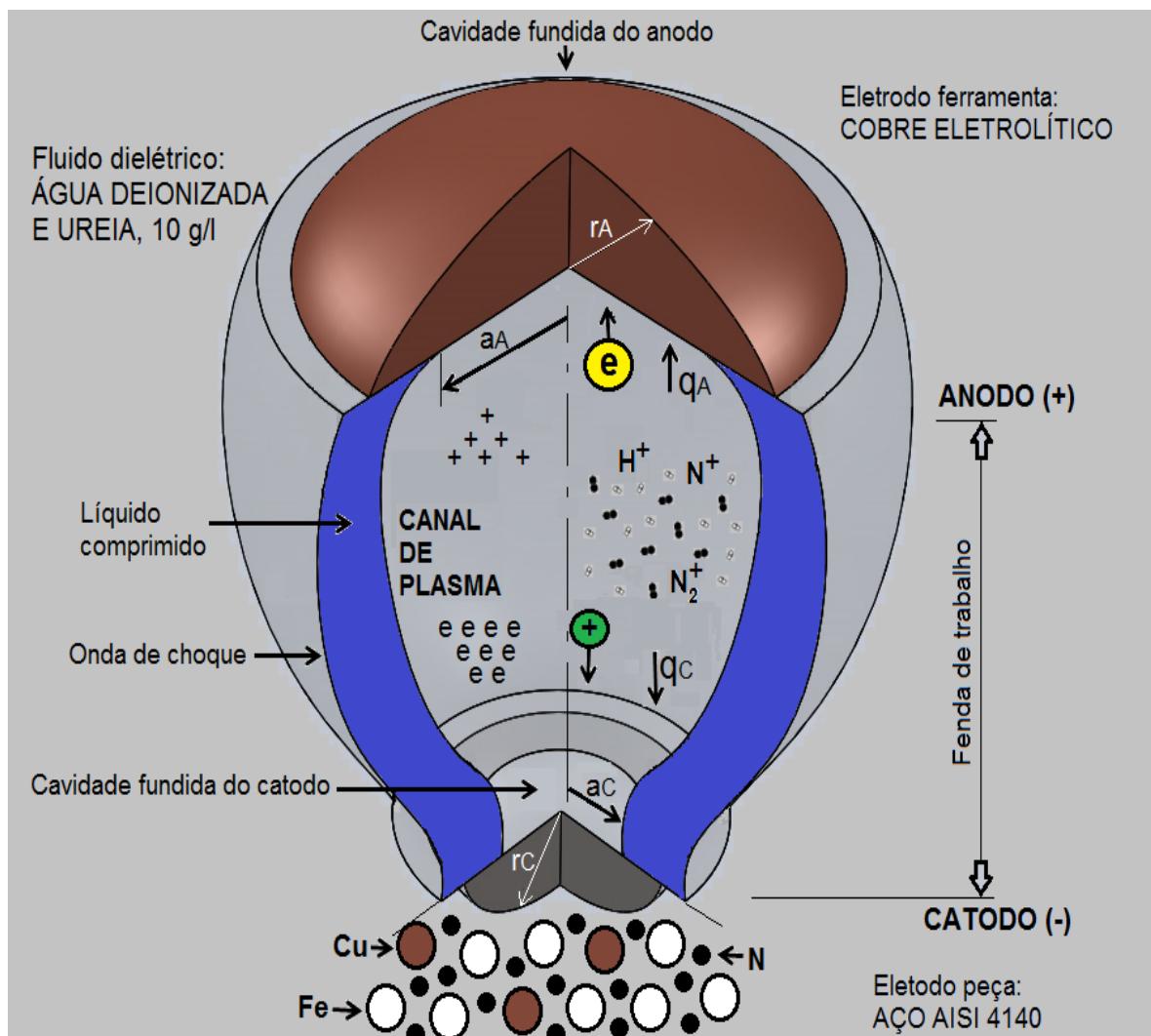


Figura 4.14 – Modelo proposto, em 3D, para o canal de plasma do processo de nitreção por descargas elétricas (NDE).

Além de destacar a forma representativa do canal de plasma em 3D, a Fig. 4.14 também mostra por meio do corte, os constituintes que foram formados a partir da decomposição do fluido dielétrico: os íons  $N_2^+$ ,  $N^+$  e  $H^+$  dentro do canal de plasma. Este modelo de transferência de íons apresenta similaridade com a nitretação a plasma convencional. Segundo Köbel, citado por Alves (2007), os íons acelerados na direção da superfície da peça, bombardeiam-na e produzem, além do aquecimento e defeitos na rede, desprendimento de átomos de sua superfície. Esses átomos arrancados reagem com espécies do plasma formando compostos instáveis do tipo FeN. Essa formação ocorre através da seguinte sequência:

- 1 – Ionização da mistura gasosa;
- 2 – Espalhamento (*Sputtering*) do ferro pelas espécies ionizadas;
- 3 – Formação de nitretos de ferro entre os átomos da superfície e as espécies ativas do plasma;
- 4 – Formações de nitretos de ferro na superfície da peça gerando a zona de ligação ou camada de compostos e
- 5 – Retorno de uma parte do excesso de nitrogênio para o plasma e difusão da outra parte, atômico, para o interior da peça, formando a zona de difusão. A zona de difusão é formada por uma solução sólida de nitrogênio na matriz e alguns precipitados dispersos de nitreto de ferro ou nitreto dos elementos de liga presentes no aço.

No processo NDE o mecanismo difere deste modelo clássico. Os íons de nitrogênio são implantados a profundidades entre 20 e 25  $\mu\text{m}$  (Tabela 4.1, Figura 4.12). A concentração decai com a profundidade, conforme foi mostrado pela análise GDOES, Figura 4.10. Esta variação de concentração não interfere nos tipos de nitretos formados, como mostrado na Figura 4.12. Mas é de se esperar que influencie na quantidade destes nitretos e, consequentemente, nas propriedades mecânicas da superfície nitretada. A análise GDOES mostra, ainda, que a concentração de cobre também decai e alcança a mesma profundidade do nitrogênio. É razoável supor que uma zona de difusão, neste caso, não se forme. O tempo da ordem de  $10^{-6}$  s é demasiado curto, mesmo na condição de temperaturas relativamente altas, para que ocorra um processo difusional que possa ser considerado relevante. Além disso, o cobre alcança as mesmas profundidades atingidas pelo nitrogênio, tendo um raio, mesmo que iônico, relativamente alto (Tabela 4.4). Logo, é improvável que o cobre tenha se difundido. Este fato reforça a hipótese da inserção, tanto do cobre quanto do nitrogênio, por implantação e não por difusão.

#### 4.6. Microdureza

A Figura 4.15 apresenta a seção transversal e o perfil de microdureza Knoop (25 gf, 15 s) da amostra NDE.

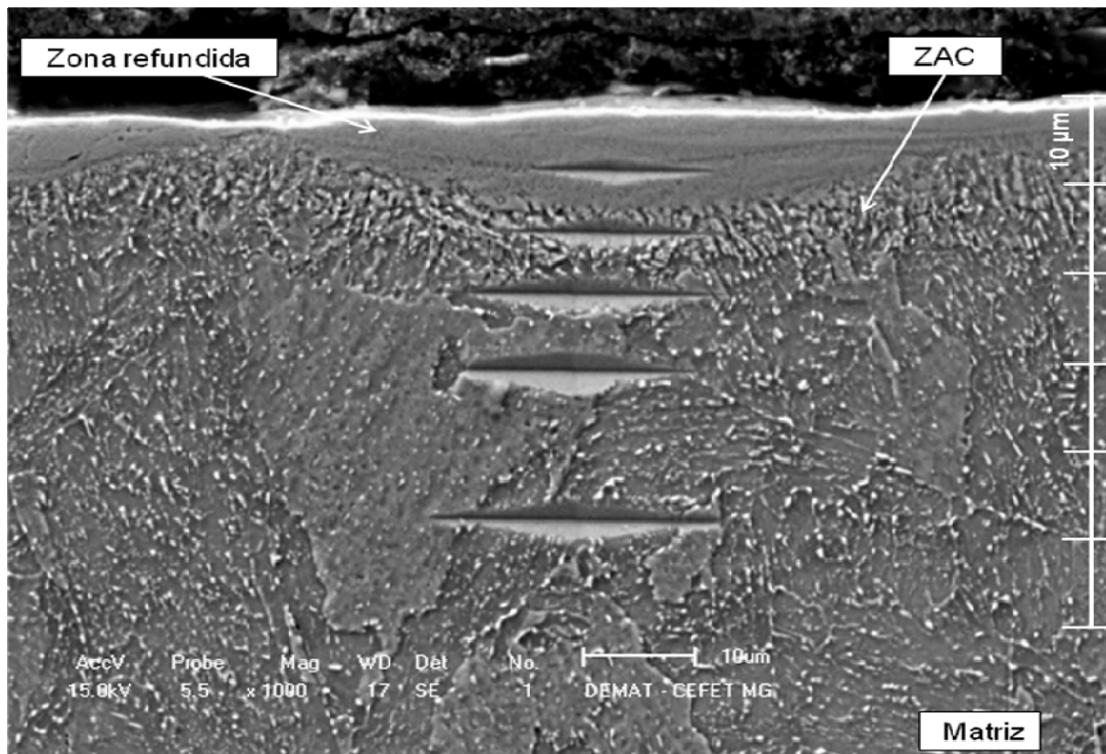


Figura 4.15 – Perfil de microdureza Knoop (25 gf, 15 s) da amostra NDE. Nital 2%. MEV.

Nota-se a variação das dimensões da impressão da superfície (ZR, menores) para o centro (matriz, maiores). A Tabela 4.5 exibe os resultados das médias e desvios padrões (DP), em GPa, de 5 perfis perfis de microdureza Knoop (25 gf, 15 s, 5 resultados) realizados em amostra NDE.

Tabela 4.5 – Resultados dos perfis de microdureza Knoop (25 gf, 15 s, 5 resultados) em amostra NDE.

Região	Média $\pm$ DP (GPa)
Zona refundida	15,4 $\pm$ 1,4
ZAC	12,8 $\pm$ 0,8
Matriz	8,2 $\pm$ 1,9
Matriz	6,4 $\pm$ 0,6
Matriz	5,6 $\pm$ 0,2

Os resultados para  $H_V$ , carga de 10 gf, tempo de aplicação de 10 s, das 25 medições em cada uma das 5 amostras dos testes de repetibilidade, com intervalo de confiança de 80% são mostrados na Fig. 4.16.

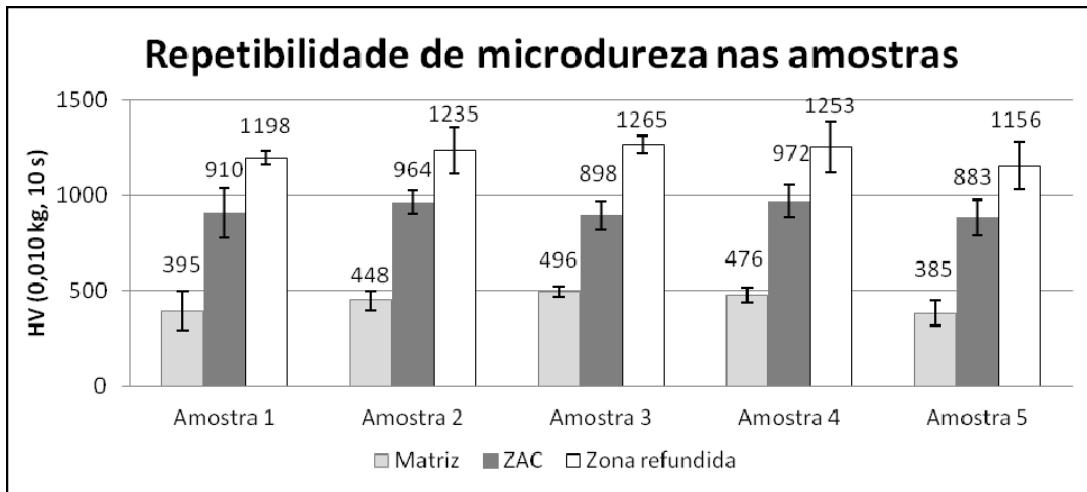


Figura 4.16 – Gráfico com valores de  $H_V$  (10 gf, 10 s) de aço AISI 4140 NDE.

Os resultados da microdureza da matriz, da ZAC e da ZR nas 5 amostras tiveram, na média, pouca variação. Isso indica que o processo é reproduzível. Entretanto, percebe-se grande oscilação nas dispersões para intervalo de confiança de 80%.

A Figura 4.17 apresenta os resultados de microdureza Vickers (10 gf, 10 s) da matriz, da zona refundida e da ZAC, medidas na amostra 2 usada nos testes de repetibilidade e na amostra usinada por EDM com água deionizada como fluido dielétrico. Foram efetuadas 25 medições em cada amostra e o intervalo de confiança foi de 80%.

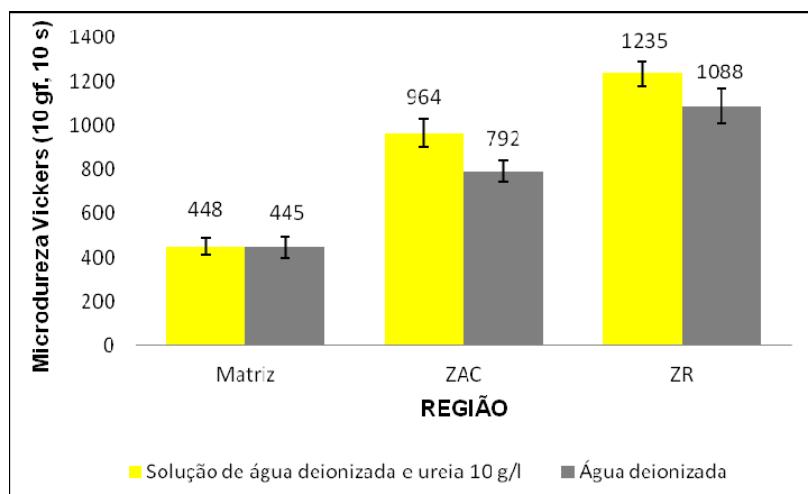


Figura 4.17 – Microdureza Vickers (10 gf, 10 s) da amostra 2 NDE e da amostra usinada por EDM com água deionizada como fluido dielétrico.

Nota-se que a microdureza da ZAC é cerca de 115% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 175% maior que a microdureza da matriz. Esse ganho de dureza nas duas regiões pode ser em decorrência dos nitretos incorporados na superfície. Mas também, pode ser devido ao efeito de têmpera provocada pelo aquecimento gerado pelas descargas elétricas seguido de resfriamento brusco na água deionizada. A maior dureza da zona refundida está associada à maior presença de nitretos, uma vez que a concentração de nitrogênio nesta região é maior. Ou por ter sofrido uma têmpera mais severa.

Em todas as amostras, os valores da microdureza da ZAC foram maiores que da matriz. A literatura apresenta resultados divergentes, uma vez que há dependência com o tipo de eletrodo, fluido dielétrico e material usinado. Ekmekci et al. (2005) observaram uma drástica diminuição da microdureza da zona afetada pelo calor, quando se usinou pelo processo EDM, amostras de aço DIN 1.2738, com água deionizada como fluido dielétrico. O material dos testes é um aço de baixa liga, com percentual de carbono de 0,4 %, usado para confecção de moldes e matrizes. Por outro lado, Lee et al. (2004) reportaram que durante a usinagem por descargas elétricas, a superfície da peça sofre fusão e vaporização seguida de resfriamento rápido (têmpera) pelo fluido dielétrico. Isso produz uma ZAC característica, geralmente abaixo da zona refundida. Essa região normalmente está sujeita a um regime de tensões e apresenta endurecimentos localizados ou amolecimentos, em alguns casos. Também pode ter microtrincas, crescimento de grãos e elementos de liga incidentais, devido à transferência de material do eletrodo ferramenta e/ou fluido dielétrico. No caso específico da microestrutura gerada por NDE, tem-se um componente adicional, que é a presença de nitretos. Esse fator, junto com a têmpera, justifica a maior dureza da ZAC em relação à matriz.

Para tentar explicar se o endurecimento ocorrido na ZR e na ZAC foi pelo efeito da nitrecação ou pela têmpera, efetuou-se tratamentos térmicos em amostras do aço AISI 4140. Inicialmente as amostras foram temperadas em água. A seguir foi efetuada EDM com água deionizada em uma das amostras temperadas. Em outra amostra, aplicou-se o processo NDE. Após a usinagem, as amostras foram revenidas a 550 °C por uma hora em forno mufla.. A Tabela 4.6 exibe as microdurezas Vickers (25 gf, 15 s, 3 resultados) das matrizes, das ZRs e das ZACs avaliadas nestes testes.

Tabela 4.6 – Médias e desvios padrões dos valores de microdureza Vickers (25 gf, 15s, 3 resultados) das amostras tratadas termicamente.

Condição	Matriz	Zona refundida	ZAC
TA (Temperado em água)	$671 \pm 55$	-x-	-x-
TA Revenido a 550°C, 1h	$312 \pm 13$	-x-	-x-
TA, EDM com água, Revenido a 550 °C, 1h		$236 \pm 14$	$280 \pm 12$
TA, NDE Revenido a 550 °C, 1h		$529 \pm 26$	$422 \pm 27$

Ao observar os resultados da microdureza nas condições avaliadas, fica claro que houve eliminação do efeito da têmpera e que há, de fato, uma contribuição de nitretos para a dureza.

Uma análise DRX da amostra NDE temperada e revenida foi realizada e o resultado é mostrado na Figura 4.18. Neste caso, foi feito um polimento na superfície para retirada de camada de óxidos e eventuais contaminante presentes na atmosfera do forno (Apêndice C)

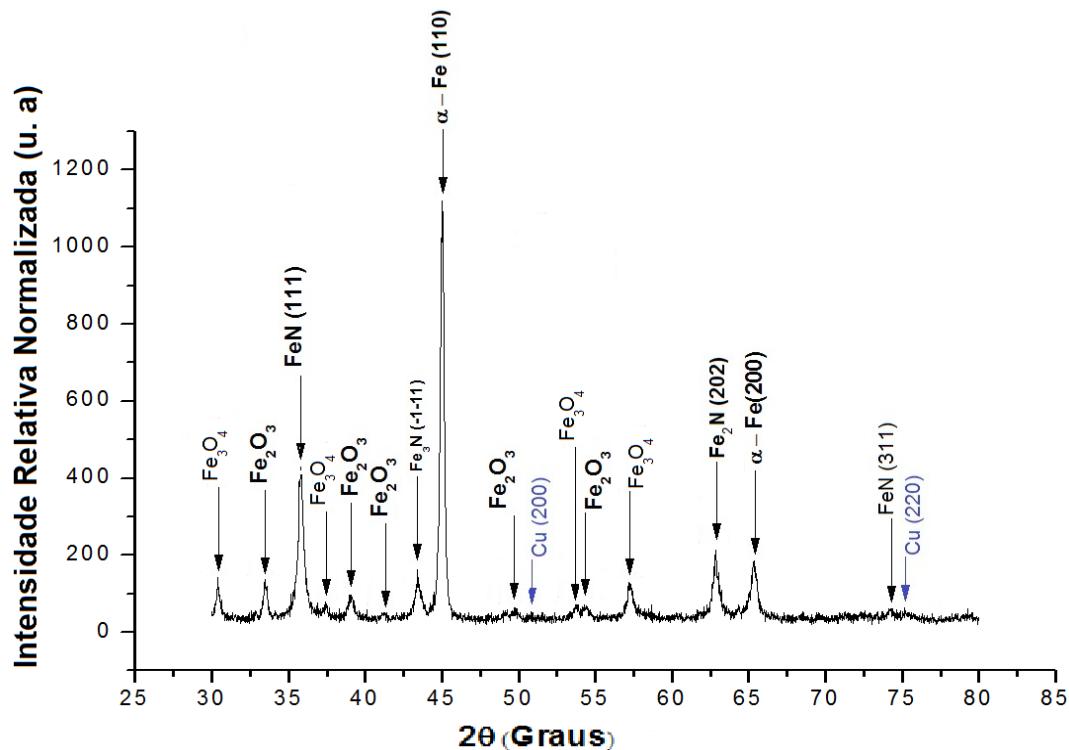


Figura 4.18 – Difratograma da amostra temperada NDE, revenida a 550°C por uma hora.

Observa-se que os nitretos continuam presentes após o revenimento. Esse resultado confirma os dados mostrados na Tabela 4.6 e o fato de os nitretos contribuirem, efetivamente, para o aumento de dureza das ZR e ZAC. Nota-se a formação de óxidos de ferro, uma vez que o revenimento não foi feito em atmosfera protegida. Além disso alguns nitretos também podem ter sofrido transformações de fase, uma vez que alguns deles, como o tipo  $\epsilon$  (Figura 4.12) não foi identificado.

#### 4.7. Nanodureza

A Tabela 4.7 apresenta os resultados de nanodureza e o módulo de elasticidade, em Gpa, dos ensaios.

Tabela 4.7 – Médias e desvios padrões dos valores da Nanodureza e Módulo de Elasticidade (Gpa, 3 resultados) de aço AISI 4140 NDE.

		Média	Ganho Relativo
<b>Zona refundida</b>	Dureza	$10,6 \pm 1$	121%
	Módulo de Elasticidade	$196 \pm 5$	--
<b>ZAC</b>	Dureza	$6,7 \pm 1,1$	40%
	Módulo de Elasticidade	$191 \pm 4,4$	--
<b>Matriz</b>	Dureza	$4,8 \pm 0,1$	-X-
	Módulo de Elasticidade	$179 \pm 10$	--

Com relação ao módulo de elasticidade, nota-se que, na média, esses valores ficaram muito próximos. Isso se deve à pouca quantidade de elementos de liga nessas duas regiões que não são suficientes para promover alteração significativa na energia de ligação entre os átomos.

#### 4.8. Avaliação do desempenho do processo EDM

##### 4.8.1. Taxa de Remoção de Material (TRM), Taxa de Desgaste do eletrodo ferramenta (TD) e Desgaste Volumétrico Relativo (DVR)

Os resultados da média e desvio padrão da TRM, TD e DVR são mostrados na Tab. 4.8. Os resultados foram obtidos a partir de 5 minutos de usinagem por descargas elétricas utilizando como fluido dielétrico, solução de água deionizada e ureia na concentração de 10

g/l, sem bombeamento. Os testes foram repetidos três vezes. A condutividade elétrica média do fluido dielétrico foi da ordem de 1455  $\mu\text{S}/\text{cm}$ , medida 5 vezes em cada teste.

Tabela 4.8 – TRM, TD e DVR do processo EDM do aço AISI 4140.

<b>Média ± DP</b>	
<b>TRM (<math>\text{mm}^3/\text{min.}</math>)</b>	$7,2 \pm 0,1$
<b>TD (<math>\text{mm}^3/\text{min.}</math>)</b>	$0,6 \pm 0,05$
<b>DVR (%)</b>	$8,3 \pm 0,43$

Observa-se uma baixa TRM nos testes, se comparado com os resultados de testes quando se usa outros fluidos dielétricos como: querosene, óleos vegetais, fluidos modificados de base mineral e água deionizada, com os mesmos parâmetros de EDM. Esses valores são devidos à alta condutividade adquirida pela solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l. Para efeito de comparação, a condutividade elétrica média da água deionizada é da ordem de 4  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

Esses resultados podem ser compensadores do ponto de vista tecnológico, se for considerado que, simultaneamente à usinagem por descargas elétricas, há o enriquecimento superficial por nitretos do material da peça. No caso da fabricação pelo processo EDM de matrizes de aços endurecidos, pode-se utilizar fluidos dielétricos apropriados para possibilitar alto rendimento nas operações de desbaste e nas fases de acabamento, utilizar solução de água deionizada e ureia como fluido dielétrico para também promover a nitretação do material. Uma alternativa para melhorar o desempenho poderia ser a adição de grafite em pó no fluido dielétrico. As pesquisas de Jeswani (1981) mostraram aumento de 60% na taxa de remoção de material na usinagem por EDM de aços macios, usando cobre como material do eletrodo ferramenta, com descarga de baixa energia (1-500 mJ). Para isso, ele usou o querosene e adicionou pó de grafita, granulometria 10  $\mu\text{m}$ , na concentração de 4 g/l.

#### **4.8.2. Topografia**

As Figuras, 4.19 e 4.20, apresentam, respectivamente, as topografias geradas por interferometria a laser das superfícies usinadas em regime de acabamento e desbaste. Nesse estudo, compararam-se o uso dos fluidos dielétricos, água deionizada e solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l na qualidade da superfície usinada.

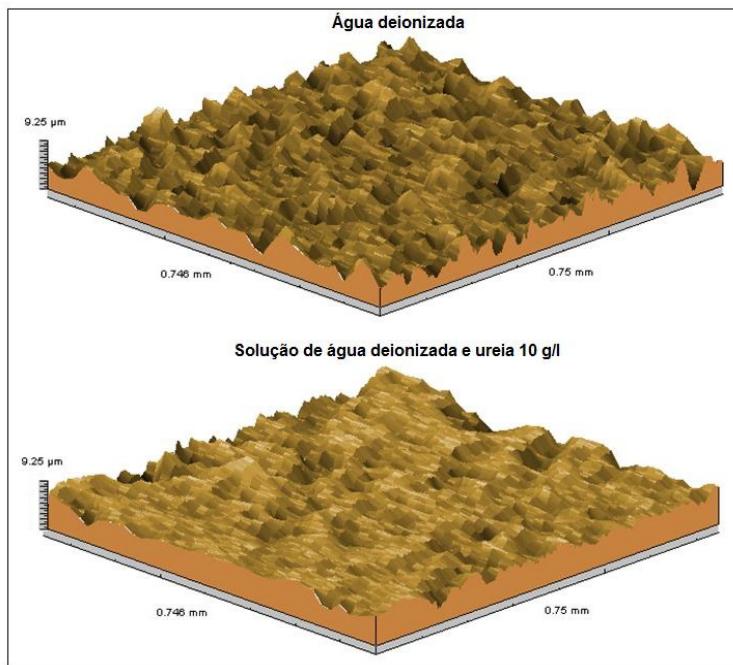


Figura 4.19 – Topografias geradas por interferometria a laser das superfícies usinadas por EDM, com água deionizada e NDE, regime de acabamento.

Observam-se suavização da superfície e diminuição do número de crateras na amostra usinada com solução de água deionizada e ureia, 10 g/l. Isso pode ser atribuído à adição de uréia ao fluido dielétrico, que provocou maior oxidação da superfície e possivelmente melhorou sensivelmente a qualidade superficial, com amplitudes de picos e vales menores que a superfície usinada somente com água deionizada.

Nota-se que a adição de ureia no fluido dielétrico não provocou alterações significativas nas topografias das superfícies usinadas com parâmetros de desbaste. As amplitudes dos picos e vales não sofrem modificações com o uso desse aditivo no fluido dielétrico. A morfologia da superfície usinada, com parâmetros de desbaste, apresentou pequenas diferenças com uso dos dois fluidos dielétricos.

De acordo com Guitral (1997), o parâmetro “duração de pulso” afeta a rugosidade da superfície usinada por EDM, porém, nos estudos essa condição de usinagem foi mantida, o que variou foi a corrente elétrica. Então, percebe-se que o aumento da corrente elétrica, aprofunda e alarga a cratera superficial. Assim, a rugosidade superficial torna-se mais grosseira, se comparada com a usinada com parâmetros de acabamento. Esses resultados são condizentes com os encontrados no trabalho de Ramasawmy e Blunt (2004). Eles afirmam que a corrente elétrica é o fator mais dominante na textura superficial. O efeito da interação entre a corrente elétrica e a duração de pulso sobre os parâmetros de rugosidade é relativamente pequeno.

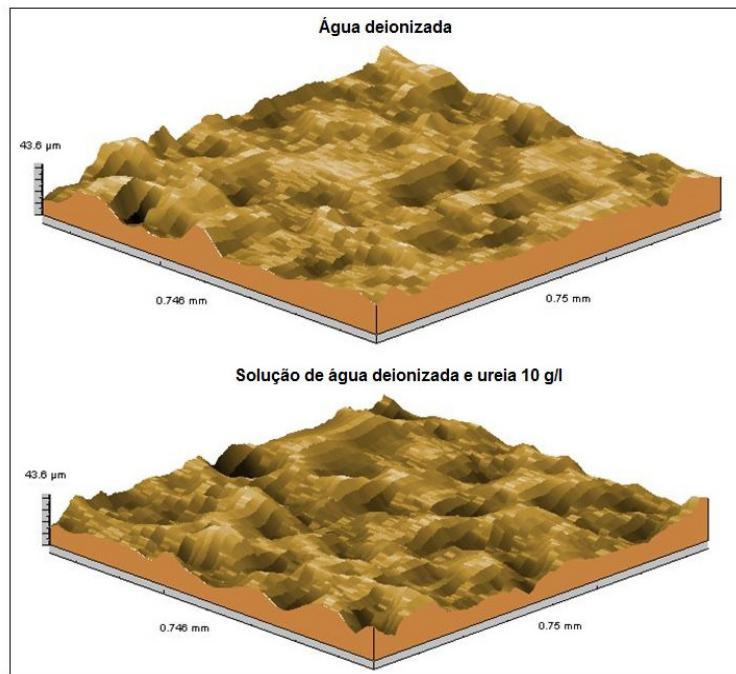


Figura 4.20 – Topografias geradas por interferometria a laser das superfícies usinadas por EDM, com água deionizada e NDE, regime de desbaste.

A Figura 4.21 apresenta os resultados do parâmetro  $Sq$  da topografia, em regime de acabamento e regime de desbaste, das amostras de aço AISI 4140, usinadas com água deionizada e NDE. O parâmetro  $Sq$  descreve a altura estatística, baseado na variância da topografia superficial em relação a um plano médio.

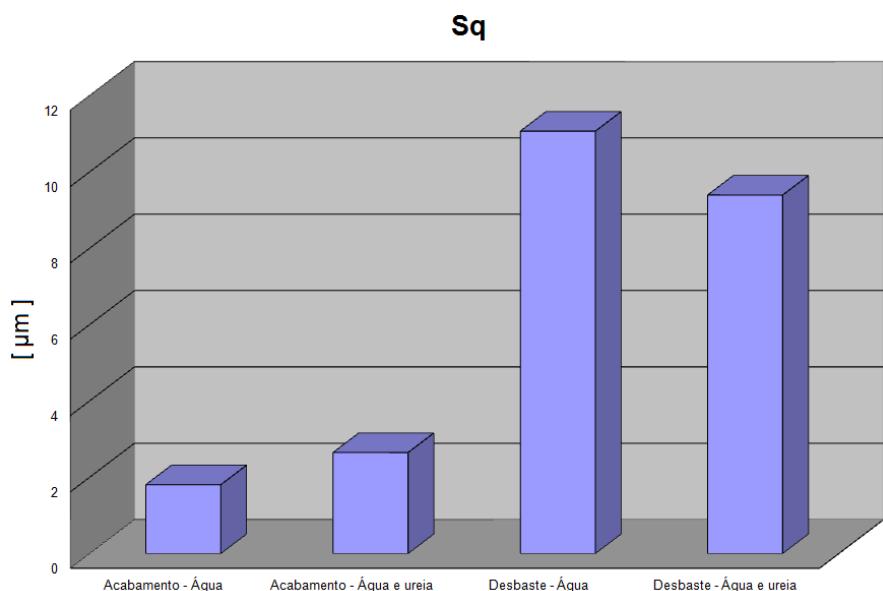


Figura 4.21 – Parâmetro  $Sq$  da amostra de aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada e solução de água deionizada e ureia, em regime de acabamento e desbaste.

Para se realizar as análises quantitativas nesse trabalho foi utilizado o parâmetro topográfico que permite a caracterização quanto a amplitude em função de área. A análise por essa classe de parâmetro topográfico possui a capacidade de caracterizar completamente uma topografia de superfície. Desta forma, utilizou-se o parâmetro híbrido Sdq, que relaciona a inclinação média das irregularidades. A Figura 4.22 apresenta os resultados do parâmetro topográfico Sdq, das amostras usinadas por EDM em regime de acabamento e desbaste com água deionizada e solução de água deionizada como fluidos dielétricos.

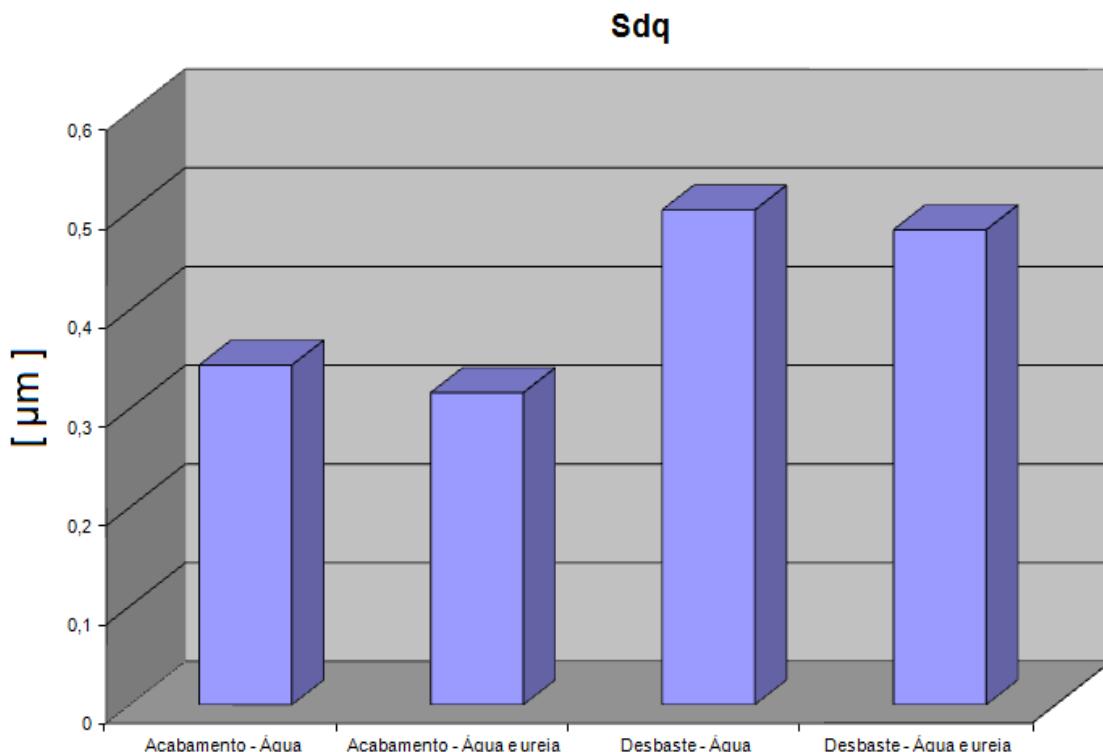


Figura 4.22 – Parâmetro híbrido Sdq da amostra de aço AISI 4140, usinada por EDM com água deionizada e solução de água deionizada e ureia, em regime de acabamento e desbaste.

Observa-se que, no regime de acabamento e desbaste, as diferença dos parâmetros topográficos são pouco acentuadas para os dois fluidos dielétricos. Portanto, a adição de uréia tem influência desprezível sobre a topografia.

#### 4.9. Conclusões parciais

Os resultados obtidos com a metodologia empregada visando obter superfície nitretada em aço AISI 4140 com descargas elétricas geradas por um equipamento convencional de usinagem por descargas elétricas por penetração (EDM), permitiram obter uma camada nitretada no aço.

O fluido dielétrico empregado, água desionizada, funcionou como fonte de nitrogênio pela diluição de uréia no mesmo. Um canal de plasma é gerado com a passagem de corrente entre os eletrodos constituídos por cobre e aço AISI 4140. A descarga é influenciada pela presença de uréia na água. O íon nitrogênio presente no canal de plasma é impulsionado contra a superfície do aço, onde é implantado a profundidades entre 20 e 25 $\mu\text{m}$ . Há um decaimento da concentração de nitrogênio com a profundidade. A dureza também decai com o aumento na profundidade. Não foi observada alteração no módulo de elasticidade.

A presença de uréia no fluido dielétrico não alterou, de forma significativa, a topografia da superfície das amostras de aço.

O nitrogênio inserido no aço forma diferentes tipos de nitretos de ferro, como: FeN, Fe<sub>2</sub>N, Fe<sub>3</sub>N e  $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N. Eles diferem dos nitretos observados em processos convencionais de nitretação a plasma. Os nitretos formados contribuem para um ganho de dureza da camada, embora haja, também, um ganho pelo efeito de têmpora superficial.

Os fenômenos envolvidos e a caracterização da superfície do aço AISI 4140 submetido ao processo NDE, permitem concluir que o mesmo possui características que o distingue de outros processos de nitretação.

Finalmente, foi mostrado que nitretação pode ocorrer simultaneamente à usinagem por EDM. Isso amplia a possibilidade de aplicação tecnológica do processo NDE, a ser explorada no Capítulo 5.

## CAPÍTULO V

### 5. Resultados Complementares

São apresentados nesse capítulo os estudos referentes às aplicações tecnológicas do processo de nitretação por descargas elétricas, com vistas a sua implementação industrial. A relevância tecnológica deste trabalho pode ser destacada pelo pedido de depósito de patente feito por Raslan et al. (2012). Desta forma, justifica-se a pertinência da abordagem destes aspectos neste Capítulo V.

#### 5.1. Variação de concentração de uréia

Na avaliação da influência da variação de concentração de uréia, adotou-se as seguintes concentrações: 1; 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5; 15 e 20 g/l. A condutividade elétrica foi monitorada pelo condutivímetro portátil e os valores obtidos são mostrados na Tab. 5.1

Tabela 5.1 – Condutividade elétrica dos dielétricos com diferentes concentrações de uréia.

Fluido dielétrico	Condutividade elétrica média ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
Água deionizada	4
Solução de água deionizada e uréia com 1 g/l	79
Solução de água deionizada e uréia com 2,5 g/l	142
Solução de água deionizada e uréia com 5 g/l	457
Solução de água deionizada e uréia com 7,5 g/l	883
Solução de água deionizada e uréia com 10 g/l	1455
Solução de água deionizada e uréia com 12,5 g/l	1570
Solução de água deionizada e uréia com 15 g/l	1678
Solução de água deionizada e uréia com 20 g/l	> 2000

A Figura 5.1 exibe as micrografias das seções transversais das amostras de aço AISI 4140, usinadas pelo processo EDM, com diferentes concentrações de uréia.

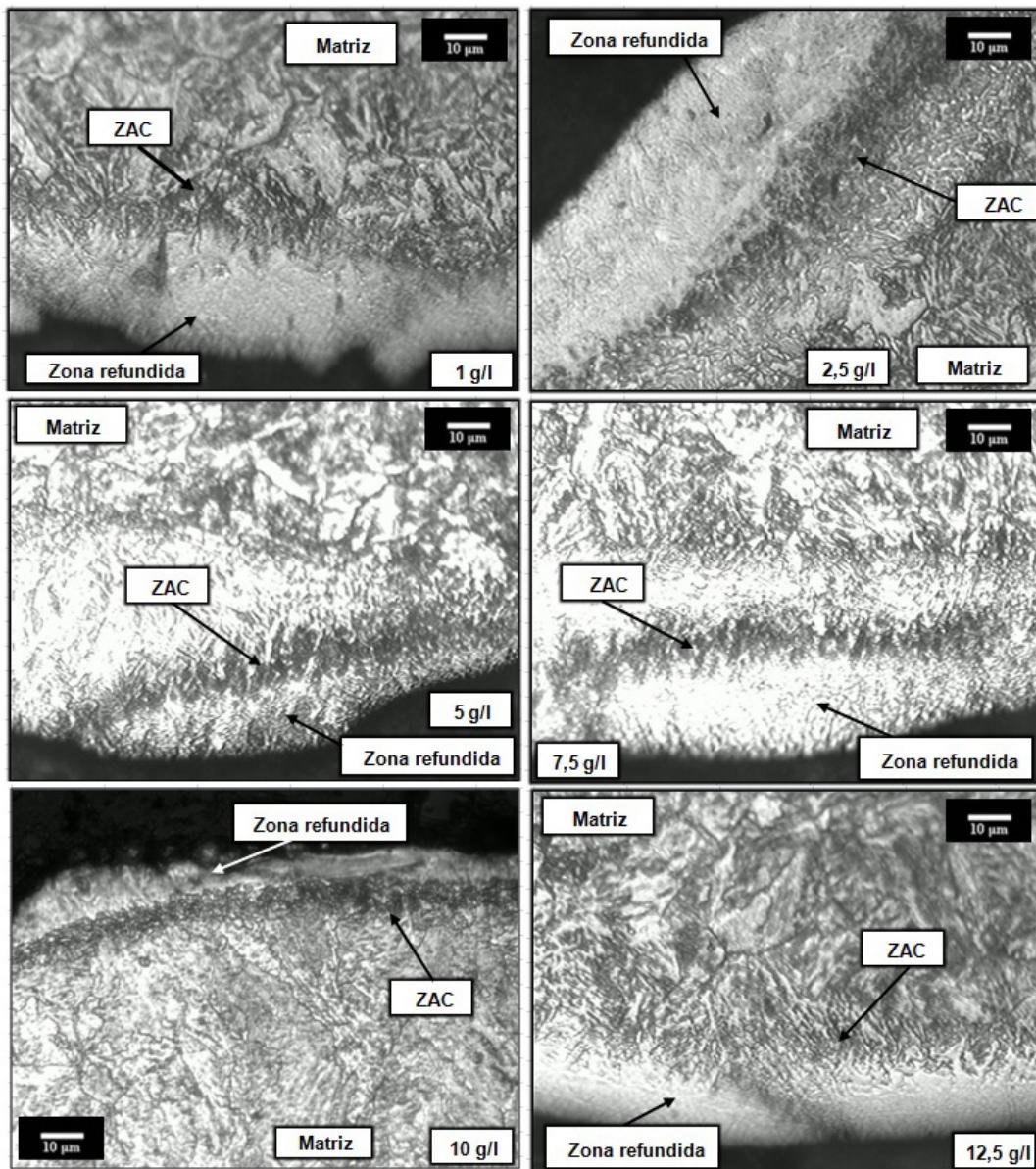


Figura 5.1 – Micrografias de amostras de aço AISI 4140 submetidas a processo NDE com variação na concentração de uréia. Seção transversal. Nital 2%.

Nota-se que não houve modificações significativas na morfologia. Elas todas apresentam uma zona refundida bem destacada e a ZAC, mais escura. Além disso, mostram a formação de martensita entre a ZAC e matriz.

A espessura da ZR e ZAC regiões foi da ordem de 10  $\mu\text{m}$ , cada.

Nas concentrações de 1; 2,5; 5 e 7,5 g/l, os testes de EDM tiveram a tensão e a corrente mais estabilizadas. Isso pode ser atribuído às suas condutividades mais baixas. A

concentração de 10 g/l proporcionou camada intermediária mais homogênea em toda a seção transversal com espessura bem definida e com dimensão mais constante. Com relação à concentração de 12,5 g/l, apesar de produzir ZAC consistente, não possibilitou a formação de descargas elétricas estáveis durante os testes. Houve interrupção das descargas elétricas em decorrência da formação de impurezas entre o eletrodo ferramenta e o eletrodo peça. Para dar prosseguimento aos testes, foi preciso remover as impurezas da superfície. Não foi possível a usinagem por EDM da amostra de aço AISI 4140, com fluido dielétrico com concentração de 15 g/l e 20 g/l, devido à alta condutividade elétrica adquirida pelo fluido. Nessas condições, descargas elétricas não são produzidas.

A Figura 5.2 apresenta os resultados da microdureza Vickers (10 gf, 10 s) das seções transversais das amostras de aço AISI 4140, usinadas por EDM com solução de água deionizada e uréia nas concentrações de 1 e 5 g/l, como fluidos dielétricos. A média foi obtida a partir de 3 medições.

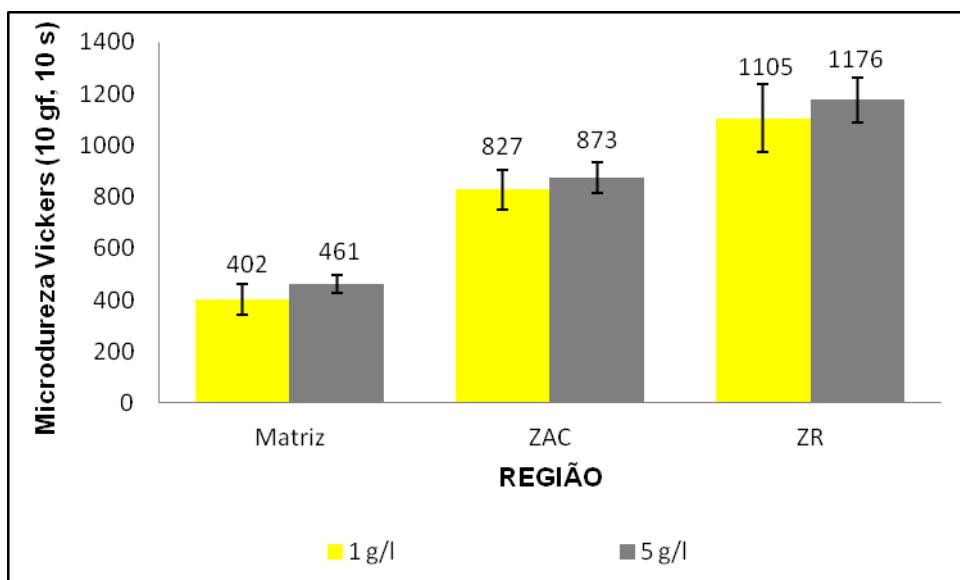


Figura 5.2 – Microdureza Vickers (10 gf), com desvio padrão, das amostras de aço AISI 4140 usinadas por EDM com água deionizada e ureia nas concentrações de 1 e 5 g/l.

Nota-se que a microdureza da ZAC obtida na concentração de 1 g/l é cerca de 106% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 174% maior que a microdureza da matriz. Os resultados obtidos na concentração de 5 g/l mostram que a microdureza da ZAC é cerca de 94% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 155% maior que a microdureza da matriz.. Observa-se que os resultados são estatisticamente semelhantes. Isso indica que a quantidade de nitrogênio absorvida pelo canal de plasma é limitada. Com 1% de uréia já ocorre uma saturação na quantidade de nitrogênio pode ser inserida no

mesmo. Essa informação permite que se possa operar a EDM com um fluido dielétrico mais resistivo e, portanto, com descargas elétricas mais estáveis. Além disso, revela potencial para uso na WEDM, onde a condutividade da água deve ser controlada e reduzida.

## 5.2. Testes com eletrodo de grafita

Como opção ao eletrodo ferramenta de cobre, testes foram realizados com eletrodo de grafita. A dimensão do eletrodo usado foi de 9 mm de diâmetro por 45 mm de comprimento. Eles foram fabricados pelo processo de usinagem convencional. Os parâmetros operacionais da máquina foram os mesmos empregados com os testes realizados com eletrodo de cobre. A uréia foi diluída em água deionizada na proporção de 10 g/l.

A Figura 5.3 exibe a micrografia da amostra de aço AISI 4140 NDE, tendo grafita como material do eletrodo ferramenta.

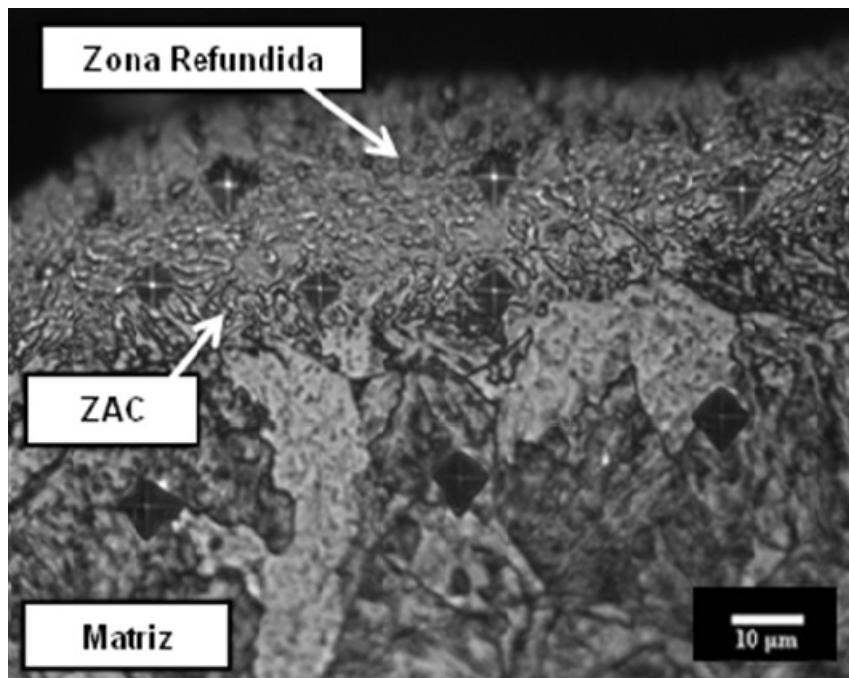


Figura 5.3 – Micrografia da amostra de aço AISI 4140, NDE, usando grafita como eletrodo ferramenta. Seção transversal. Nital 2%.

A figura mostra as ZR e ZAC típicas da EDM. As propriedades mecânicas, foram avaliadas por microdureza Vickers (10gf, 10s), cujas impressões podem ser vistas também na Fig. 5.3. Os resultados de média e desvio padrão, para 3 medidas, são mostrados na Figura 5.4.

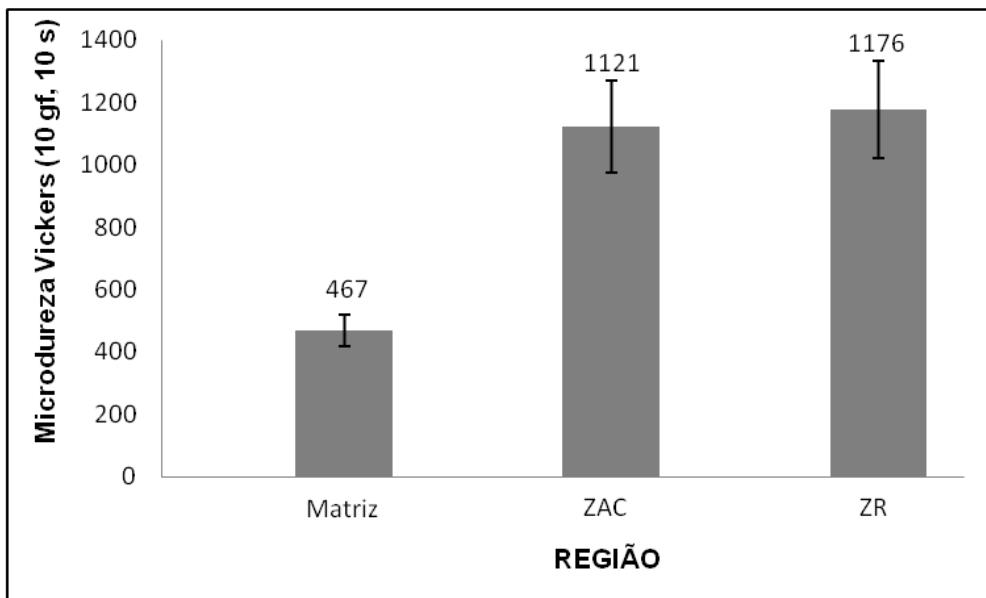


Figura 5.4 – Valores de microdureza Vickers (10 gf) com uso de eletrodo de grafita.

Observa-se que houve endurecimento das ZR e ZAC, com ganho significativo de dureza. Percebe-se que a microdureza da ZAC é cerca de 148% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 157% maior que a microdureza da matriz. Esse ganho pode ser atribuído à formação de nitretos, como mostra o difratograma da Fig. 5.5.

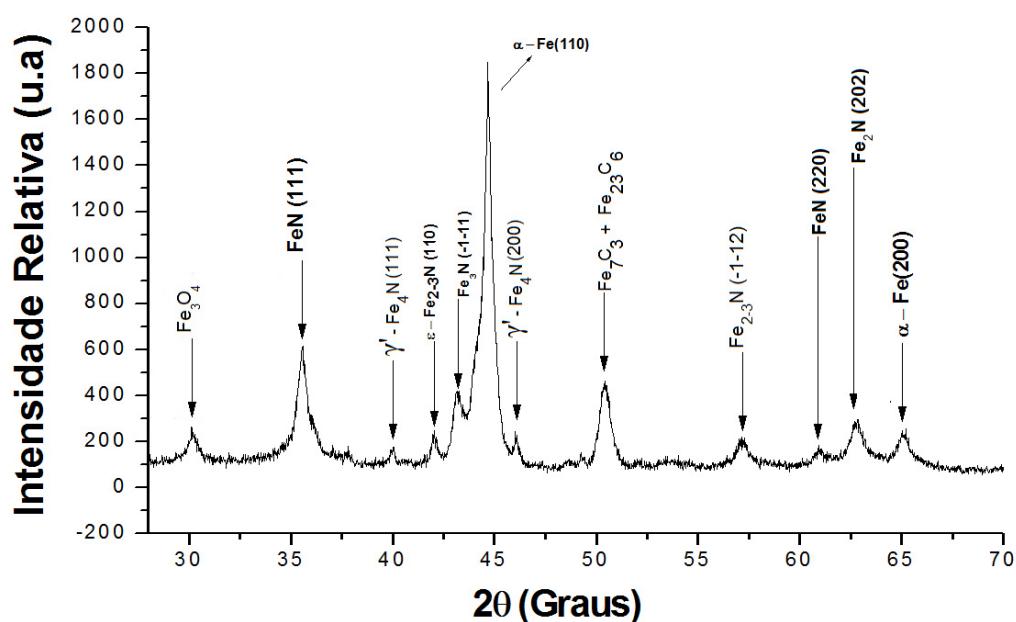


Figura 5.5 – Difratograma da amostra de aço AISI 4140 NDE com eletrodo de grafita.

Nota-se a formação dos mesmos tipos de nitretos formados com eletrodo de cobre, ou seja: FeN (111) e (220); Fe<sub>2</sub>N (202); Fe<sub>3</sub>N (-1-11) e tipo  $\epsilon$ -Fe<sub>2.3</sub>N (110) e (-1-12). Adicionalmente, forma-se o nitreto  $\gamma'$  – Fe<sub>4</sub>N (200) e (111). Outra alteração é a formação do carboneto Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub> + Fe<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Logo, o ganho em dureza pode ser atribuído aos nitretos formados, principalmente.

### 5.3. Efeito da variação da pressão do fluido dielétrico.

Para avaliar o efeito da pressão fluido, processo FJEDM (Arantes, 2007; Silva, 2012), sobre a NDE, foram usadas pressões de circulação do fluido bombeado com pressões de 80, 130, 170 e 240 bar e vazão de 1.000 litros/hora. A uréia foi diluída em água deionizada na proporção de 10 g/l. Os demais parâmetros são similares aos da Tab. 3.2. Os resultados obtidos são mostrados nas micrografias da Fig. 5.6.

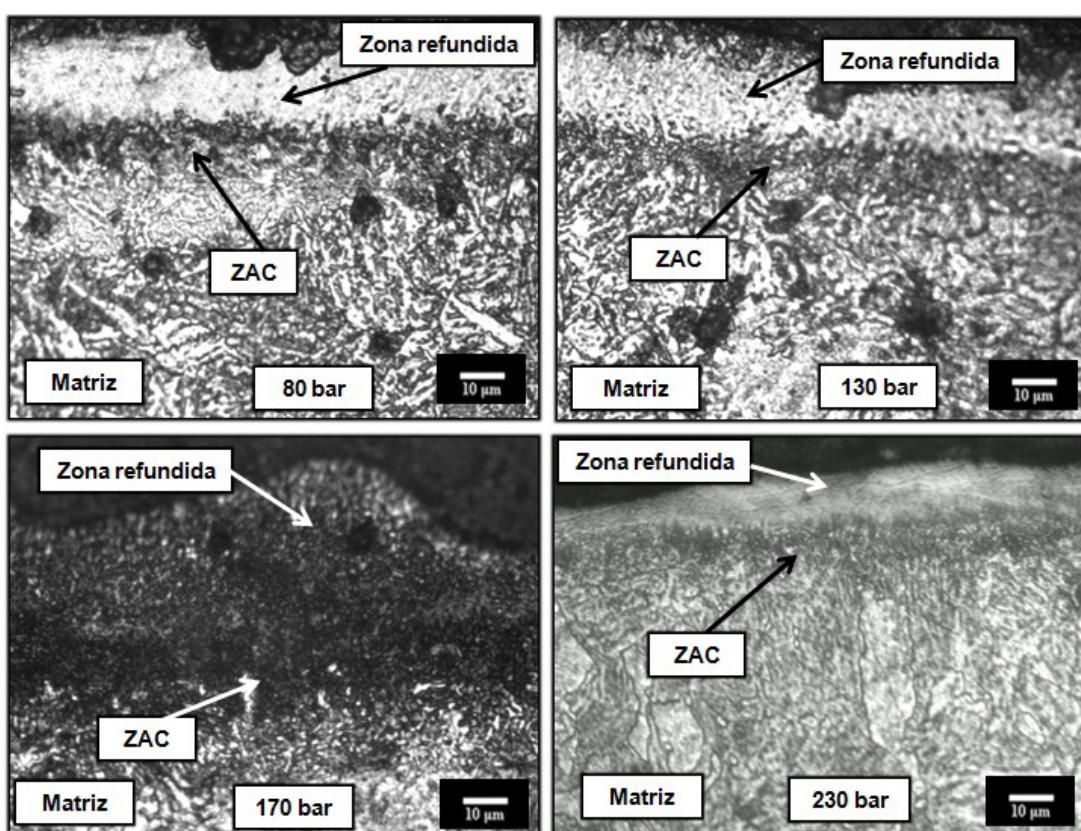


Figura 5.6 – Micrografias das amostras de aço AISI 4140, seção transversal, NDE, com bombeamento com pressões de 80, 130, 170 e 230 bar. Nital 2%.

Com a variação de pressão, não se observa modificações microestruturais significativas. As espessuras das zonas refundidas e ZACs, em todas as condições avaliadas, foram em média 10 µm.

A vantagem de utilizar o processo FJEDM é a melhoria no sistema de lavagem na fenda de trabalho. Isso ocorre pela remoção mais eficiente de partículas sólidas do eletrodo peça, o que implementa a TRM. Como o processo de nitretação continua ocorrendo, tem-se a possibilidade de implementar a usinagem simultaneamente à nitretação.

#### **5.4. EDM de cavidade com profundidade de 4 mm.**

Com o objetivo de verificar a possibilidade de enriquecimento por nitretos na produção de cavidades mais profundas, foi efetuado um teste com duração de 21 minutos. Os parâmetros foram os mesmos da Tab. 3.2. A concentração de uréia foi de 10 g/l em água deionizada, bombeada sob pressão de 230 bar e vazão de 1.000 l/h.

A Figura 5.7 exibe, ao centro, a imagem da amostra usionada de aço AISI 4140 NDE em que são mostradas as regiões da cavidade nas quais foram feitas as micrografias.

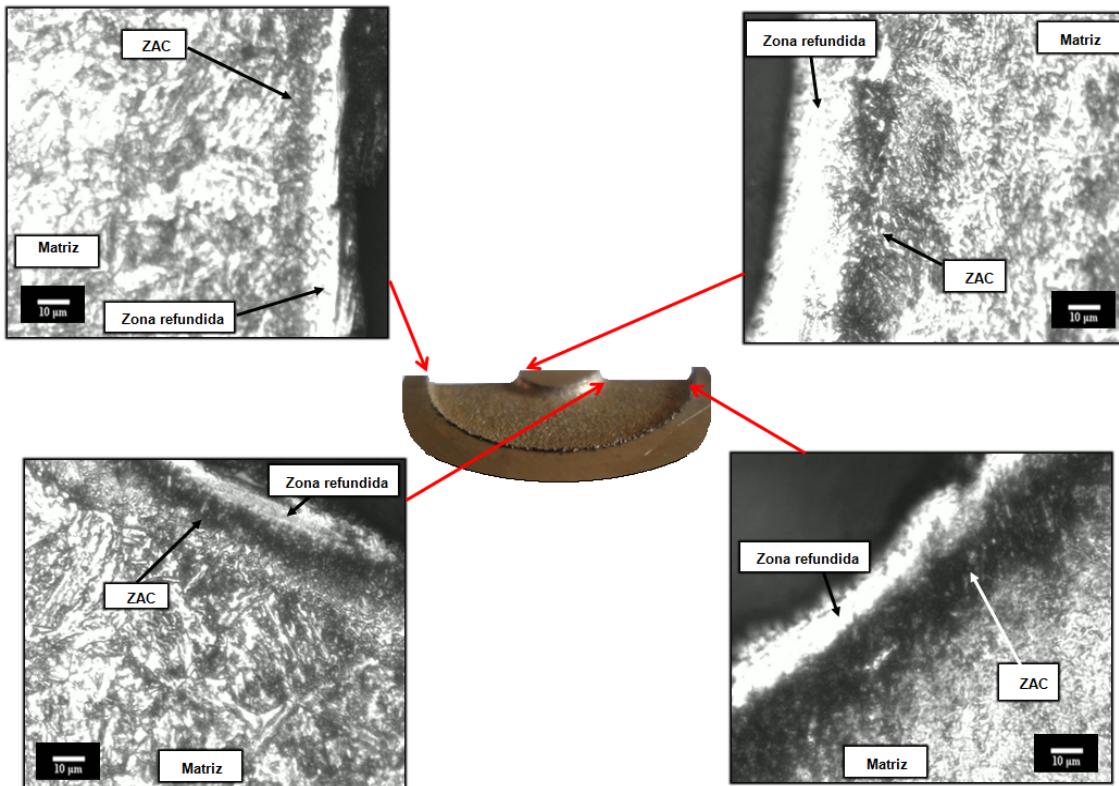


Figura 5.7 – Micrografias das laterais e do fundo da cavidade da amostra de aço AISI 4140 NDE. Nital 2%.

Observa-se que nas laterais da cavidade aparecem, bem destacadas, a ZR e a ZAC, com espessuras médias em torno de 10 µm, cada. Esse efeito pode ser atribuído às descargas elétricas que acontecem entre a lateral do eletrodo ferramenta e o eletrodo peça, o que provoca sobretecido (*overcut*). A centelha funde e vaporiza uma pequena porção da peça, com efeitos nas regiões adjacentes (BENEDICT, 1987). O fundo da cavidade, nas quais também surgem a ZR e a ZAC, também têm espessura média de 10 µm, cada. Isso mostra que há o enriquecimento por nitretos, simultaneamente ao processo de usinagem propriamente dito.

### **5.5. Processo híbrido AJEDM**

O processo EDM caracteriza-se pelo baixo rendimento em comparação com os outros métodos tradicionais de usinagem. Para melhorar este rendimento, foi desenvolvido por Raslan e Arantes (2009) o processo híbrido AJEDM. Neste processo, a remoção de material é auxiliada por partículas sólidas incorporadas ao fluido dielétrico sob pressão. Estes autores demonstraram que as TRMs alcançadas na AJEDM com água desionizada se equiparam com as TRMs obtidas na EDM com a utilização de fluido mineral.

Os parâmetros usados para realização dos ensaios AJEDM neste trabalho são mostrados na Tab. 5.2.

Tabela 5.2 – Dados dos ensaios AJEDM.

Eletrodo-ferramenta	Cobre
Eletrodo-peça	Aço AISI 4140
Número de amostras	3
Fluido dielétrico	Água desionizada
Fonte de Nitrogênio	Ureia
Concentração de ureia	10 g/l
Abrasivo	SiC
Granulometria do abrasivo	600 mesh
Concentração de abrasivo	10 g/l
Pressão e trabalho	240 bar
Vazão	1.000 l/h
Tempo de teste	5 min.
Consumo de abrasivo	850 gramas / teste

A Figura 5.8 mostra as micrografias das seções transversais das três amostras de aço AISI 4140, usinadas pelo processo híbrido AJEDM.

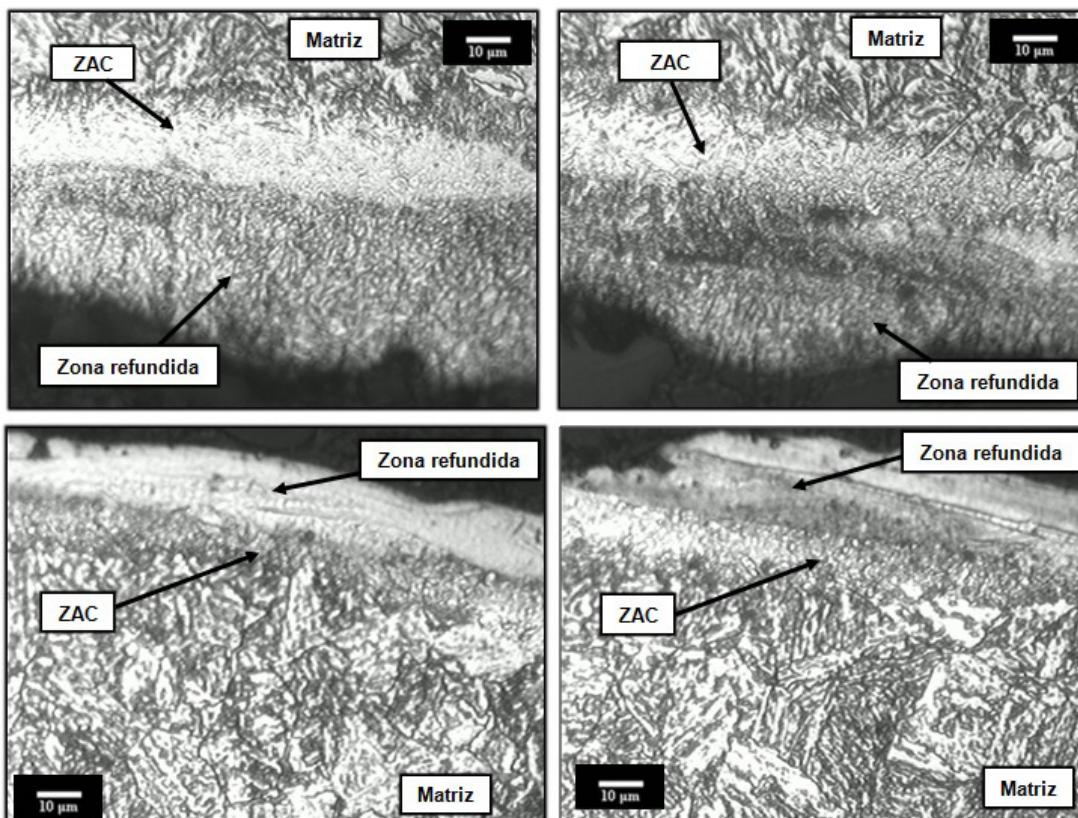


Figura 5.8 – Micrografias das amostras de aço AISI 4140, seção transversal, usinada pelo processo híbrido AJEDM. Nital 2%.

Observa-se a presença das ZR e ZAC, com espessura média de 10 µm, cada. Esses resultados comprovam que, no processo híbrido AJEDM, existe a possibilidade de enriquecimento superficial por nitretos. A ação do abrasivo não impede a formação da ZAC enriquecida por nitretos e não remove a ZR.

A Tabela 5.3 apresenta os resultados da média de 3 ensaios e desvio padrão da TRM, TD e DVR do processo híbrido AJEDM das amostras de aço AISI 4140.

Tabela 5.3 – TRM, TD e DVR do processo híbrido AJEDM do aço AISI 4140 NDE.

<b>Média ± DP</b>	
<b>TRM (mm<sup>3</sup>/min.)</b>	<b><math>12,34 \pm 0,77</math></b>
<b>TD (mm<sup>3</sup>/min.)</b>	<b><math>0,11 \pm 0,01</math></b>
<b>DVR (%)</b>	<b><math>0,89 \pm 0,15</math></b>

Observa-se uma melhoria do rendimento com um aumento de 70% da TRM, se comparado com o processo EDM (Tabela 4.8). O aumento na TRM está condizente com o obtido por Silva et al. (2011), porém em menor proporção. Eles usaram, entretanto, apenas água deionizada. A ureia diluída na água deionizada eleva a condutividade elétrica de 2  $\mu\text{S}/\text{cm}$  para 1455  $\mu\text{S}/\text{cm}$ . Isso pode dificultar a retirada de material, o que explicaria o menor rendimento observado em comparação com o trabalho de Silva et al. (2011).

- O aumento do desempenho mostrado na Tab. 5.5 pode ser atribuído a três fatores:
- 1.<sup>º</sup> - Melhoria do sistema de lavagem devido à circulação do fluido sob pressão (Arantes, 2007);
  - 2.<sup>º</sup> - Uma melhor dispersão das descargas elétricas devido à presença de partículas sólidas no fluido (Fernandes, 1999).
  - 3.<sup>º</sup> - Maior remoção de material, promovido pelo arraste de metal líquido pelas partículas abrasivas em movimento através da fenda de trabalho, conforme Silva (2012).

O processo híbrido AJEDM promoveu uma menor TD do eletrodo ferramenta se comparado com a EDM (Tabela 4.8). Da mesma forma que o fluido dielétrico prejudica a TRM, irá também influenciar positivamente na TD. As partículas abrasivas que provocaram o aumento da TRM não foram capazes de aumentar a TD. As partículas sólidas atuam sobre o metal fundido na superfície da peça. Portanto, não há uma ação abrasiva /erosiva propriamente dita. Como o eletrodo se encontra sólido, essas partículas não são capazes de promover desgaste no mesmo. Observa-se que os resultados do DVR no processo híbrido AJEDM ficaram, em média, 10 (dez) vezes menores (Tabela 4.8) que no processo EDM. O ideal é que os valores de DVR sejam os menores possíveis, o que demonstra a vantagem do processo AJEDM sobre a EDM. Além disso, promove-se o enriquecimento com nitretos, da mesma forma que no processo EDM.

## **5.6. Testes de usinagem por descargas elétricas a fio (WEDM)**

Os princípios básicos da usinagem por descargas elétricas a fio (WEDM – *Wire Electrical Discharge Machining*) são semelhantes à EDM por penetração. Uma das diferenças é que, o eletrodo ferramenta tem a forma de arame. A outra é que o fluido dielétrico usado é a água deionizada. Na WEDM tradicional, o fluido jorrado na fenda de trabalho. Um processo alternativo é realizado com a peça submersa na água deionizada. O arame atravessa a peça em movimentos constantes, provocando descargas elétricas entre o fio e a peça, as quais cortam o material.

Como o processo WEDM utiliza água deionizada, procurou-se investigar a aplicabilidade do processo NDE também nessas circunstâncias. A modificação necessária é apenas a diluição da uréia na água.

Os ensaios foram realizados em uma máquina WEDM convencional, com arame de molibdênio com diâmetro de 0,18 mm. Como fluidos dielétricos, água deionizada e solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l. A montagem experimental destes ensaios (Anexo G). Os parâmetros operacionais adotados estão listados na Tab. 5.4.

Tabela 5.4 – Parâmetros operacionais adotados na máquina WEDM (SUPRASONIC, 2010).

Parâmetros	Unidade
Polaridade do eletrodo ferramenta (fio)	Negativa
Corrente $I_p$	5 A
Tempo de pulso ( $T_{on}$ )	60 $\mu s$
Relação entre o tempo de pulso e o tempo total (DT)	200 %
Fenda (gap)	1
Tempo de duração de cada teste	3 minutos

A Figura 5.9 apresenta a micrografia da seção transversal da amostra de aço AISI 4140 usinada por WEDM com água deionizada como fluido dielétrico.

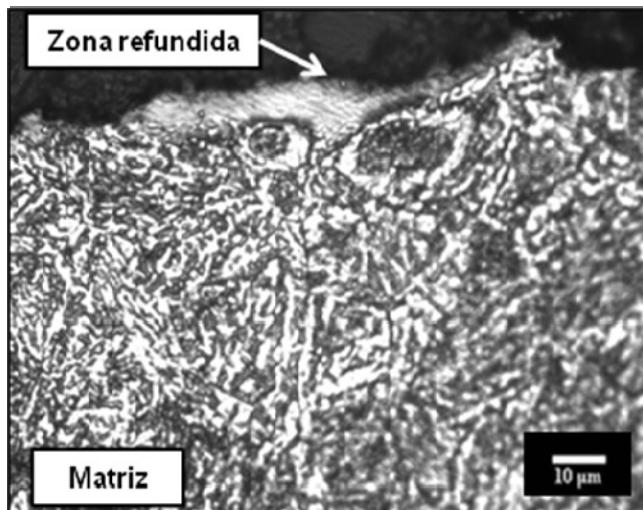


Figura 5.9 – Micrografia da seção transversal da amostra de aço AISI 4140 usinada por WEDM usando água deionizada como fluido dielétrico. Nital 2%.

Verifica-se a formação da ZR, característica de peças usinadas por descargas elétricas. A espessura da zona varia de 3 a 6  $\mu m$ , ocorre de maneira descontínua e, em alguns trechos da amostra, se apresenta fina e pouco perceptível. Não foi observada a presença de ZAC. Hasçalýk e Caydas (2004) na usinagem por WEDM do aço ferramenta AISI D5, também observou somente uma ZR. Porém, com espessura maior. A causa pode estar na diferença dos parâmetros operacionais usados porém se apresentam com

espessuras menores, provavelmente, em decorrência das diferenças nos parâmetros que eles adotaram.

A Figura 5.10 apresenta as micrografias de duas regiões da seção transversal da amostra de aço AISI 4140, usinada por WEDM, com fluido dielétrico, solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l.

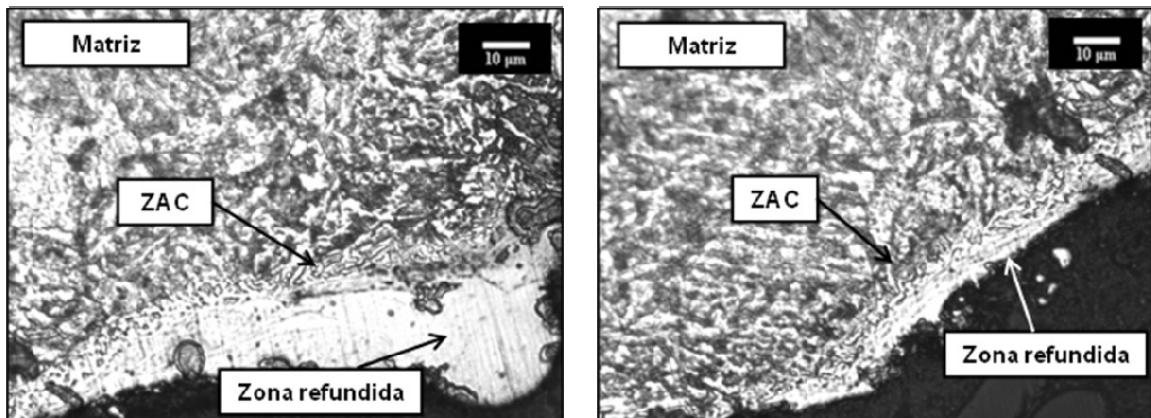


Figura 5.10 – Micrografias de duas regiões da amostra de aço AISI 4140 usinado pelo processo WEDM, usando como fluido dielétrico solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l. Nital 2%.

Nota-se a formação da ZR com espessura heterogênea nas duas micrografias. Entre a zona refundida e a matriz surge a ZAC, com morfologia semelhante à observada na camada enriquecida por nitretos do processo EDM. Entretanto, a espessura média da ZAC é inferior, sendo da ordem de 5  $\mu\text{m}$ .

As diferenças de espessuras das ZR das amostras produzidas pelos dois processos (EDM e WEDM) podem estar associadas aos diferentes parâmetros elétricos adotados, a natureza radial do canal de plasma e a sua intensidade. De acordo com Stevens (1988), no que diz respeito à espessura da camada superficial, nota-se que com a elevação da energia aplicada ao processo, mais espessa torna-se a camada. Estas considerações podem ser válidas também para a ZAC, pois o canal de plasma, que é o responsável pelo enriquecimento da superfície por nitretos, depende diretamente dos parâmetros elétricos e das condições das descargas elétricas.

Os estudos de Kim e Kruth (2001), ao analisar a superfície usinada por WEDM de amostras de carboneto sinterizado, indicaram que 2,18% de cobre foram depositados sobre as peças. As análises por EDS mostraram esses resultados. Isso significa que houve transferência do material do fio (Cu, Zn) para a peça durante a usinagem por descargas elétricas.

Durante o período da centelha, o fio é submetido a um fluxo de calor decorrente da descarga elétrica. O valor do fluxo de calor, por sua vez, depende da formação e expansão do canal de plasma entre a peça e o fio. A determinação exata da natureza do crescimento do canal de plasma é complexa. No entanto, os autores, além de Jilani e Pandey (1983), consideraram que o canal de plasma pode ser como uma fonte de calor, que tem diâmetro em função da potência média de entrada e das propriedades termofísicas do material da peça. Eles propuseram que a variação do raio da fonte de calor pode ser estimada por meio de aproximação da temperatura constante da superfície e calculada por um modelo de transferência de calor.

Os resultados da média de 3 ensaios com os desvios padrão dos ensaios de microdureza Vickers (5 g<sub>f</sub>, 10 s) da amostra de aço AISI 4140, usinada por WEDM, tendo como fluido dielétrico, solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l são mostrados Fig. 5.11.

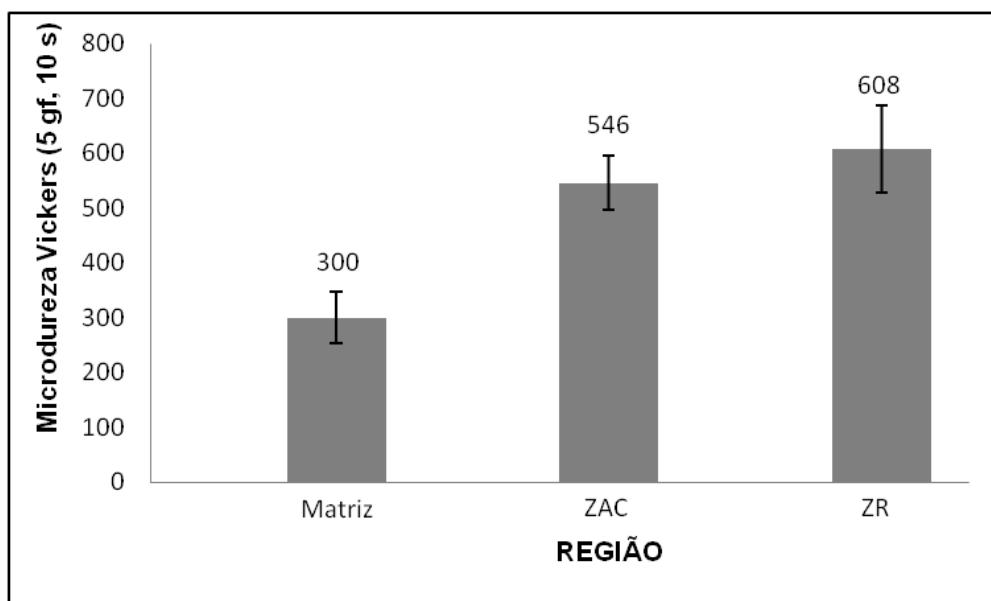


Figura 5.11 – Valores da microdureza Vickers (5 g<sub>f</sub>) de aço AISI 4140, nitretado por WEDM.

Nota-se que a microdureza da ZAC é em torno de 83% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 103% maior que a microdureza da matriz. Esses resultados indicam que o endurecimento superficial pode ser devido ao enriquecimento por nitretos no aço AISI 4140, usinado pelo processo WEDM. Em todas as situações analisadas, a microdureza da ZAC ficou maior que a microdureza da matriz.

### 5.7. Desgaste por deslizamento

Amostras do aço AISI 4140 submetidas ao processo NDE/FJEDM usando os parâmetros apresentados na Tabela 3.2. Como fluido dielétrico, utilizou-se água deionizada com ureia na concentração de 10 g/l, sob pressão de 230 bar. Ensaios de deslizamento foram realizados em aço normalizado, temperado em água e submetido a NDE As propriedades mecânicas foram determinadas por ensaios de microdureza Vicker,(10 gf, 10 s, 3 medidas)

A Figura 5.12 mostra os resultados da média com desvio padrão (DP) de microdureza Vickers. Para as amostras usinadas por EDM, foi verificada a dureza das duas camadas formadas no processo.

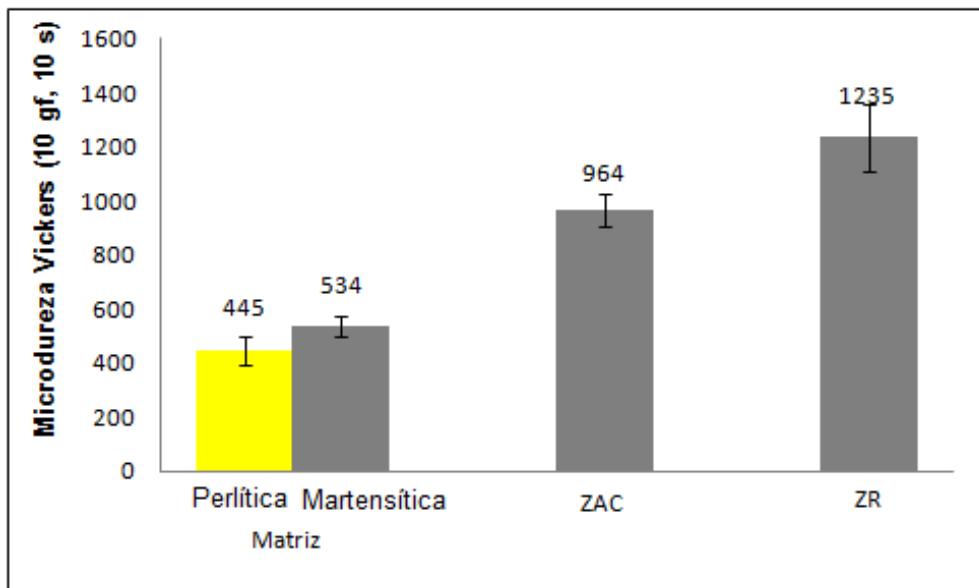


Figura 5.12 – Microdureza Vickers (10 gf, 10 s, média de 3 resultados).

Nota-se que a microdureza da matriz martensítica teve um ganho de 20% em relação à matriz perlítica. Entretanto, o valor de dureza da ZAC é expressivamente maior que os resultados obtidos para as amostras com matriz perlítica/ferrítica e matriz martensítica. Nota-se que a microdureza da ZAC é cerca de 115% maior que a da matriz perlítica e a microdureza da ZR é cerca de 175% maior que a microdureza da matriz perlítica.

Para a realização dos ensaios tribológicos dessas amostras, a camada refundida foi retirada por processos de polimento. Os ensaios foram realizados em um tribômetro Plint, modelo TE67.

Foi utilizado a configuração esfera-plano em movimento alternado com amplitude de 5 mm, mostrado na Fig. 5.13. Como contracorpo foi utilizadas esferas de aço ABNT 52100 com diâmetro de 5 mm.

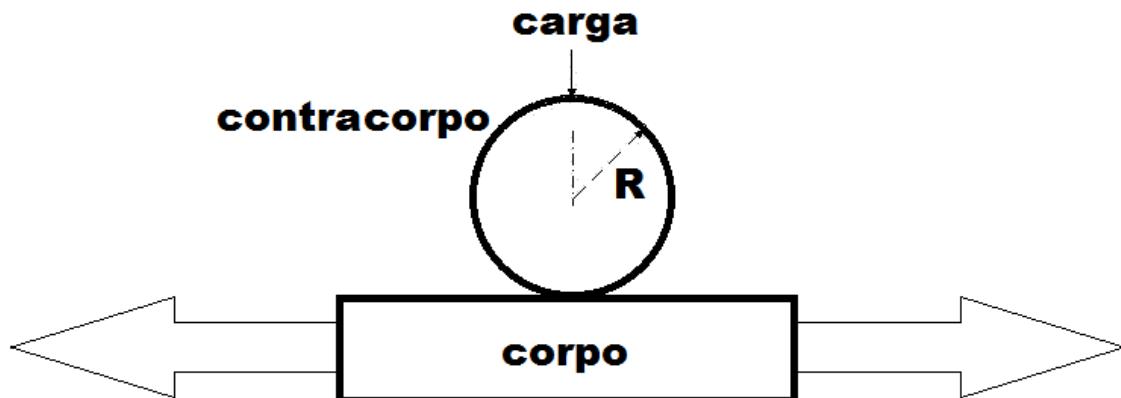


Figura 5.13 – Esquematização do ensaio de desgaste por deslizamento esfera-plano, movimento alternado.

Para se avaliar o desgaste das amostras e dos contracorpos, realizou-se uma bateria de ensaios na configuração de carga constante (0,7 Kg). Os ensaios foram realizados com duração de 120 minutos com uma frequência de aquisição de dados de 400 Hz. Foram realizados três ensaios em cada amostra. A taxa de desgaste das amostras foi medida através do volume das trilhas de desgaste por meio de imagens obtidas por interferometria laser, como mostrado na Fig. 5.14.

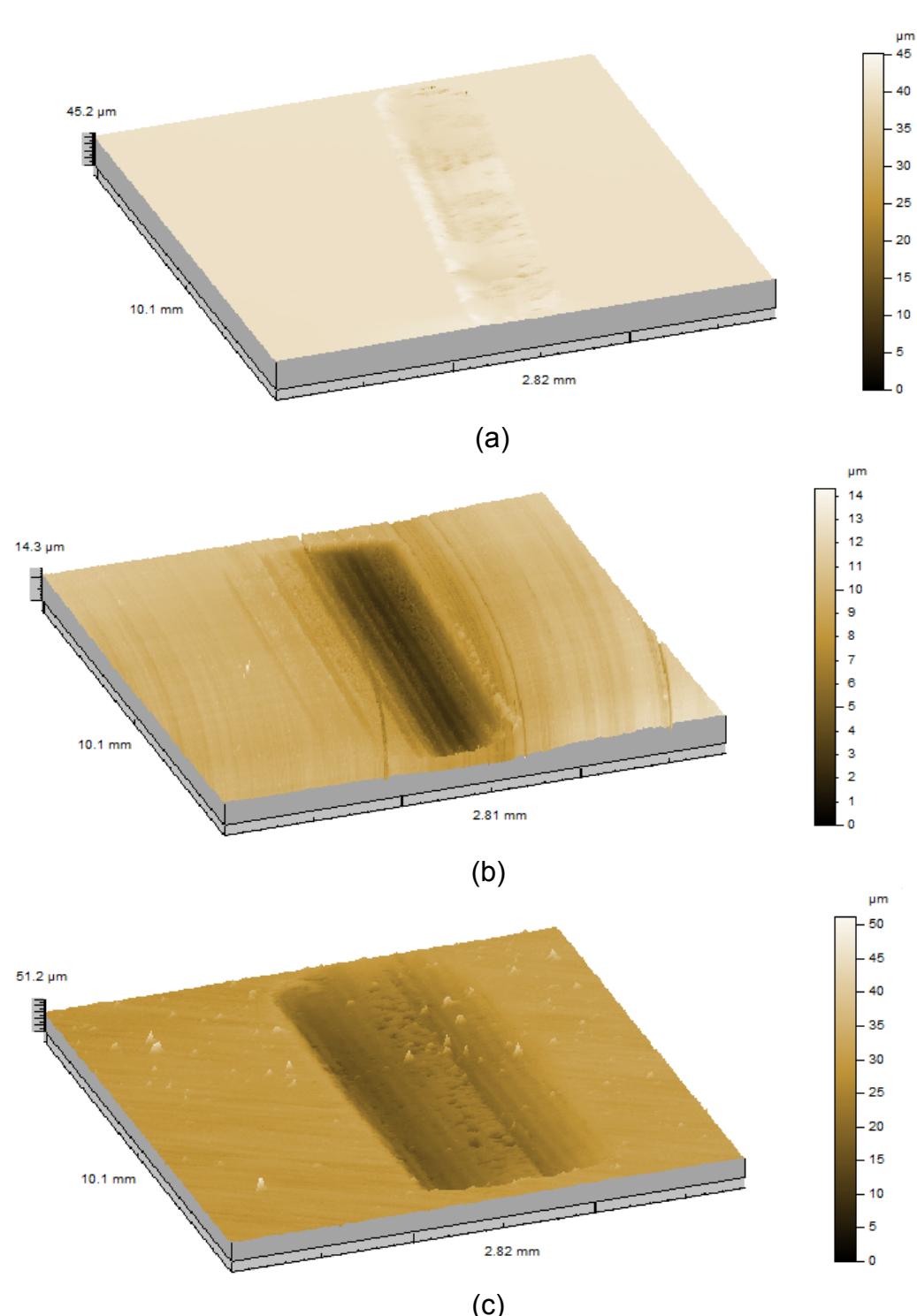


Figura 5.14 – Superfície das amostras após ensaio de desgaste à carga constante. AISI 4140: a) Nitretado; b) Temperado; c) Normalizado.

Nota-se que o aço nitretado apresenta uma resistência ao desgaste superior em relação ao temperado e ao normalizado.

A Figura 5.15 mostra que para o ensaio de deslizamento com carga de 0,7 kg e duração de 120 minutos a profundidade atingida foi de 7  $\mu\text{m}$ , ou seja não foi atingido a profundidade não nitretada (Matriz).

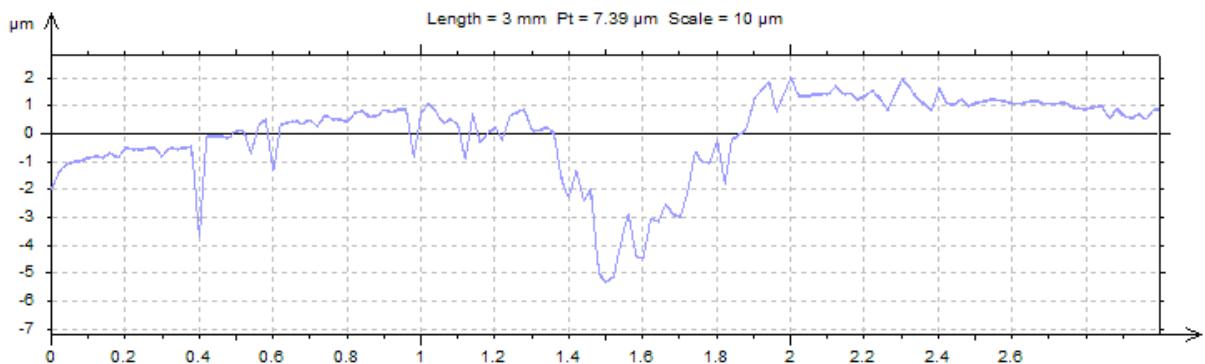


Figura 5.15 – Perfil da trilha de desgaste para a amostra nitretada.

A Figura 5.16 mostra os valores para a taxa de desgaste das amostras, estes revelam que o desgaste foi mais severo nas amostras de aço ABNT 4140 matriz.

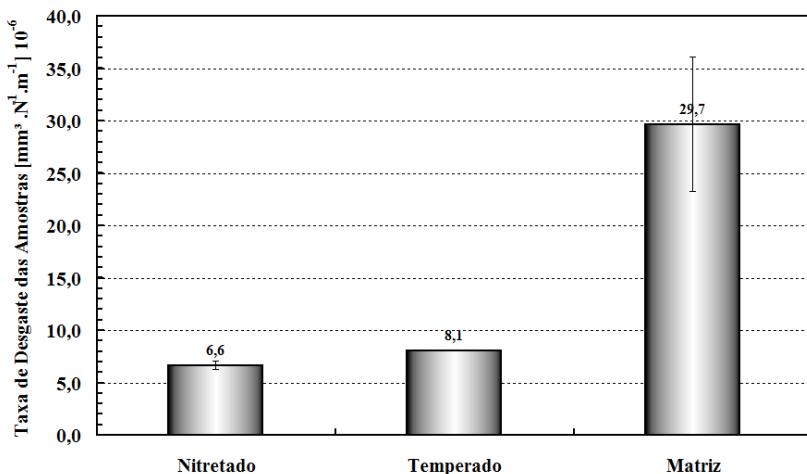


Figura 5.16 – Taxa de desgaste das amostras ABNT 4140.

Observa-se que as taxas de desgaste para as amostras nitretada e temperada apresentaram valores três vezes menor que para a amostra matriz. Observa-se também que a amostra nitretada por EDM apresentou desgaste 18% menor que a amostra temperada. É razoável supor que este ganho em desempenho pode ser associado à formação de nitretos de ferro nesta amostra.

A Figura 5.15 mostra que o desgaste dos contracorpos que agiram contra as amostras nitretada e temperada foi cerca de 40 % maior que o desgaste do contracorpo imposto ao aço ABNT 4140 matriz. O maior desgaste da esfera de aço ABNT 52100 atritada

contra a amostra nitretada pode ser atribuído à maior dureza da amostra nitretada (Figura 5.12).

Para se compreender o mecanismo de desgaste envolvido nos ensaios, análises utilizando MEV precisam ser realizadas.

### **5.8. Processo NDE em aço IF (*Interstitial Free*)**

Outra alternativa que surgiu no desenvolvimento desse trabalho, depois da nitretação por descargas elétricas de vários materiais, foi a possibilidade de se tentar nitretar materiais não endurecíveis por têmpera como, por exemplo: o alumínio e suas ligas, o titânio e suas ligas, o nióbio e suas ligas, além de aços com baixos teores de carbono..

Para investigar esta possibilidade, a metodologia para nitretação empregada no AISI 4140 foi usada em um aço IF. O aço IF, estabilizado ao titânio foi utilizado como eletrodo peça. A Tabela 5.5 exibe a composição química, em peso, desse aço. O tamanho de grão medido é de  $66,21 \pm 21,28 \mu\text{m}$ , com 475 contagens.

Tabela 5.5 – Composição química (% em peso) do aço IF.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	N	O
% em peso	0,003	0,190	0,027	0,005	0,011	0,0025	0,005
Elemento	Ni	Cr	Mo	Al	Nb	V	Ti
% em peso	0,004	0,002	0,002	0,049	0,001	0,003	0,069

Os parâmetros da EDM foram os mesmos da Tab. 3.2. O fluido dielétrico foi uma solução de água deionizada com 10 g/l de ureia. A Figura 5.17 apresenta a micrografia da amostra de aço IF (*interstitial free*) submetida a NDE.

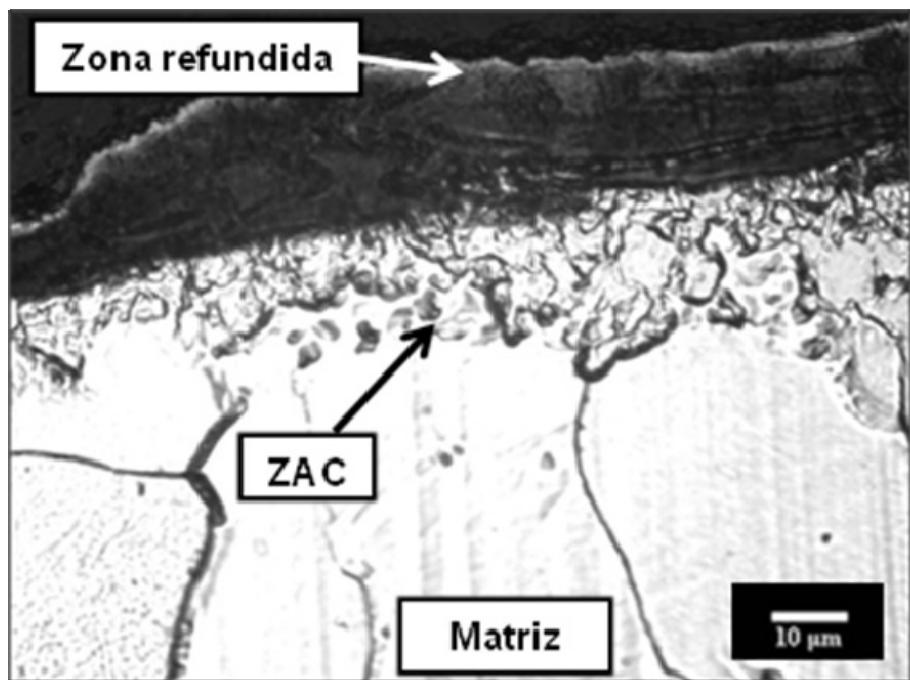


Figura 5.17 – Micrografia do aço IF, NDE.

Nota-se a formação de uma ZR e uma ZAC, da mesma forma que no aço AISI 4140. Os valores médios com desvio padrão, para 15 medidas em cada camada, de espessura dessas camadas são mostrados na Tab 5.6.

Tabela 5.6 – Espessuras das camadas formadas.

	Média ( $\mu\text{m}$ )
ZR	$10,8 \pm 2,2$
ZAC	$9,7 \pm 1,1$

Nota-se que as espessuras são semelhantes àquelas obtidas para o aço AISI 4140, Tab.. 4.1.

A DRX, realizada com os mesmos parâmetros da Tab. 3.3 e o resultado na Figura 5.18.

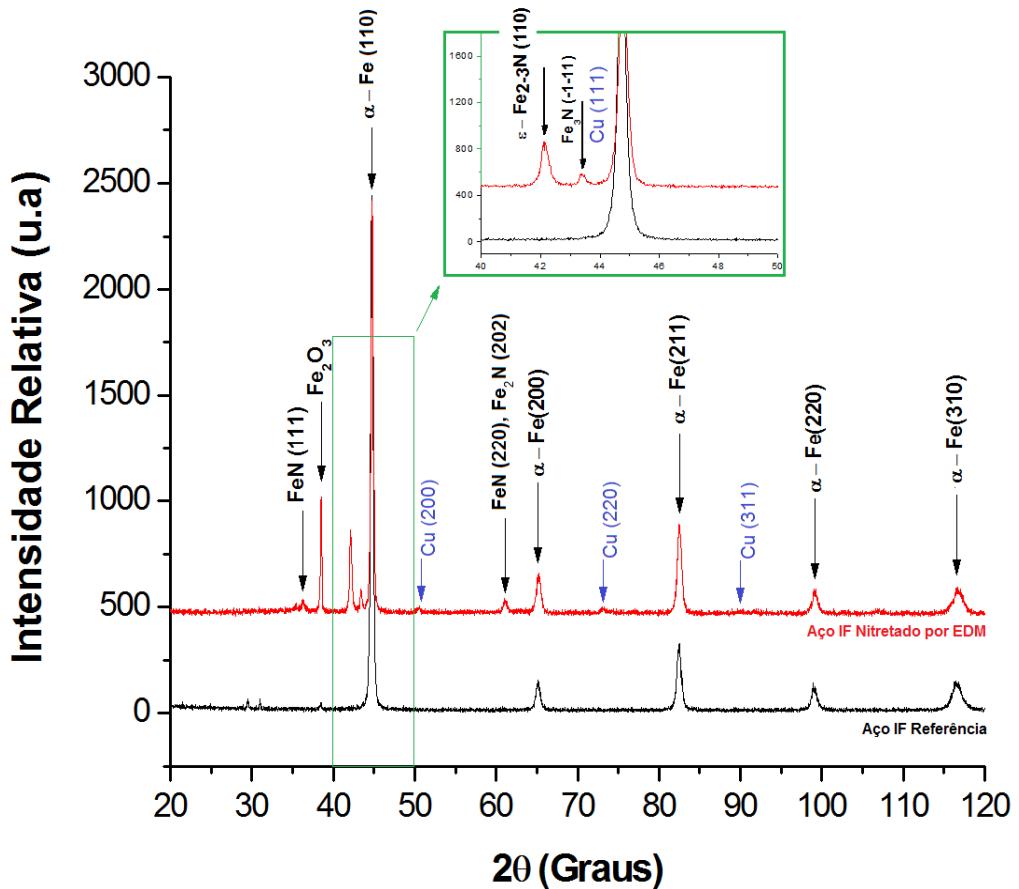


Figura 5.18 – DRX do aço IF, sem nitretação (Referência) e NDE.

Nota-se a presença, também, de nitretos de ferro, tipo FeN (111) (220) e tipo Fe<sub>2</sub>N (202), além do cobre e óxido de ferro. Entretanto, não são os mesmos identificados no aço AISI 4140, tipo FeN (311), Fe<sub>3</sub>N (-111) e o  $\varepsilon$ -Fe<sub>2</sub>-<sub>3</sub>N (110) observados na Fig. 4.12. A variação de composição do aço IF em relação ao aço AISI 4140, tal como o baixo teor de carbono, cromo e molibdênio, além da presença de traços de titânio, nióbio e vanádio, podem ter alterado a cinética do processo. Isso justificaria as diferenças em relação aos nitretos formados.

As propriedades mecânicas também foram alteradas conforme os valores médios de microdureza Vickers (H<sub>v</sub>), 10g<sub>f</sub>, 10s, com os respectivos desvios padrão com 5 medições mostrados na Fig. 5.19.

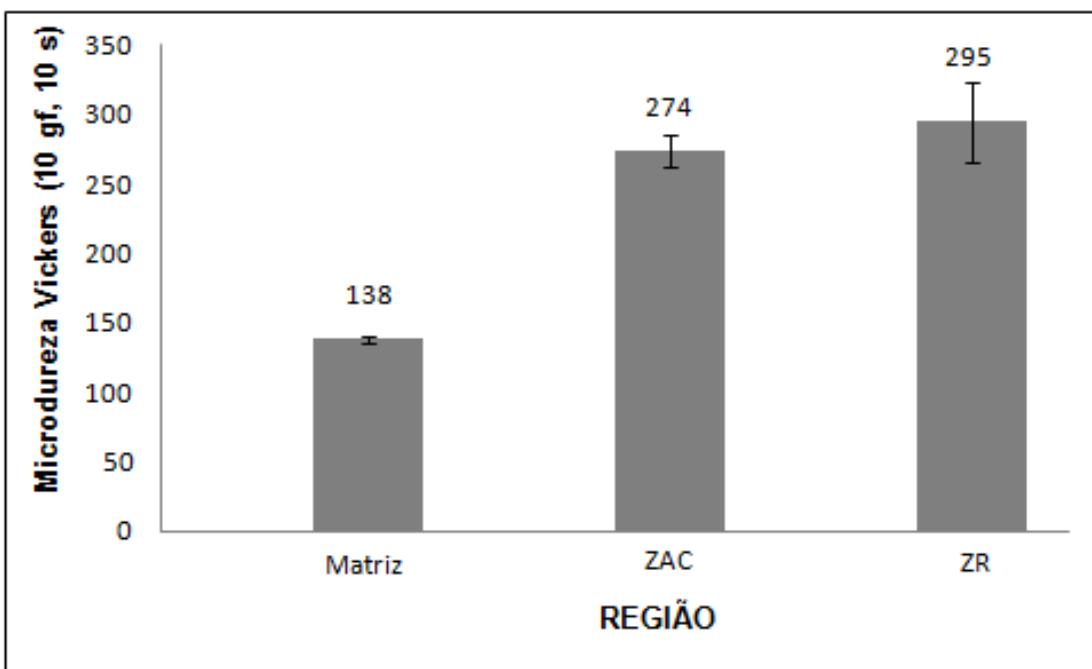


Figura 5.19 – Médias e desvio padrão da microdureza Vickers (10 gf) de aço IF, nitretado por EDM.

Nota-se a ocorrência de endurecimento tanto na ZAC quanto na ZR. A microdureza da ZAC é cerca de 99% maior que a da matriz e a microdureza da ZR é cerca de 114% maior que a microdureza da matriz. A hipótese de ter havido um endurecimento por efeito de têmpera superficial pode ser descartada, uma vez que o aço IF possuí um teor de carbono muito baixo. O ganho relativo não foi tão significativo como no aço AISI 4140. Isso pode estar relacionado com os tipos de nitretos formados e/ou, eventualmente a quantidade de nitretos.

### 5.9. Análise de custos.

Uma análise de custos envolvidos na NDE foi realizada com o objetivo de mostrar a sua viabilidade e são apresentados na Tab. 5.7. Os valores foram convertidos para a Unidade Monetária (UM). 1 UM = 1 Kg de ureia.

Tabela 5.7 – Custos médios (UM) para nitretação por EDM.

Máquina – Equipamento – Acessório – Insumo	Preço (UM)
EDM NC	100000,00
Hora Máquina EDM	75,00 a 100,00
WEDM CNC	200000,00
Hora máquina WEDM	50,00 a 63,00
Hidrojateadora 250 bar	10875,00
Cuba de aço inox (350x400x750 mm)	1750,00
Bomba centrífuga (1/4 CV)	563,00
Aparelho deionizador (2000 litros)	625,00
Tambores de plástico (200 litros)	63,00
Mangueiras, conexões e manômetro	438,00
Água deionizada (litro)	0,10
Ureia (Kg)	1,00

Os equipamentos atuais são simples, e a operação pode ser feita com os comandos executados em painéis eletro eletrônicos, manualmente ou por meio de comando numérico computadorizado. A instalação não requer fundações ou locais especiais. As adaptações na máquina podem ser realizadas sem danificar suas configurações originais. Os insumos aplicados ao processo podem ser adquiridos no mercado com facilidade, não demandando de autorizações governamentais e transportes especiais. Normalmente os equipamentos de EDM e WEDM trabalham ininterruptamente, se suas manutenções preventivas estiverem de acordo com as recomendações dos fabricantes.

### 5.10. Conclusões parciais

A partir dos resultados com as análises complementares, que serviram para explorar o potencial tecnológico do trabalho, foi possível extrair algumas conclusões. Algumas questões relacionadas aos resultados obtidos, complementação de informações acerca desses resultados e hipóteses para exploração de novas são indicados para serem objeto de estudos em trabalhos futuros. Com os resultados obtidos neste trabalho, especificamente, pode-se concluir que:

- A variação de concentração de uréia no fluido dielétrico não provocou alterações nas espessura das camadas e nem na dureza das mesmas, além disso, com concentrações acima de 12,5 g/l não foi possível realizar as descargas.

- A nitretação utilizando eletrodo de grafita também de mostrou viável, contudo os tipos de nitretos formados, como o  $\gamma'$ , diferem daqueles formados com eletrodo de cobre.
  - Não foi observado a formação de carbonitretos.
  - Os ensaios realizados através do processo FJEDM mostraram que a variação de pressão do fluido dielétrico não interferiu na formação da camada nitretada. Foi observado também que a nitretação ocorre nas laterais da cavidade formada. Contudo, o ganho da taxa de remoção de material foi inexpressivo.
  - Com o processo AJEDM, além da nitretação, houve um ganho expressivo na taxa de remoção de material.
  - Com o processo WEDM forma-se uma camada nitretada, muito embora, menos espessa que a observada na EDM.
  - Os ensaios de desgaste por deslizamento demonstraram que ocorre um ganho na resistência ao desgaste do aço AISI 4140 submetido ao processo NDE.
  - A aplicação do processo NDE através da EDM em um aço IF (*Interstitial Free*) mostrou também a formação de uma camada endurecida por nitretos de ferro, entretanto os tipos de nitretos formados são diferentes daqueles observados no aço AISI 4140.
  - Os custos para a realização da NDE são relativamente menores quando comparados com outros processos de nitretação. Eles demandam utilização de equipamentos de fácil manuseio e pouca manutenção. Os insumos aplicados ao processo podem ser adquiridos no mercado com facilidade. Adicionalmente a nitretação ocorre em tempos muito curtos, além de ser possível conciliar, simultaneamente, a nitretação com a usinagem.

## CAPÍTULO VI

### 6.1. Conclusões

Uma investigação foi conduzida como objetivo de demonstrar a viabilidade de se nitretar um aço AISI 4140 através de descargas elétricas. A fonte para essas descargas foi um equipamento de EDM por penetração. A passagem de corrente elétrica por um eletrodo de cobre eletrolítico submerso em um fluido dielétrico à base de água deionizada e uréia, gera uma diferença de potencial com um eletrodo peça (aço), também submerso. Um canal de plasma enriquecido com nitrogênio é formado. Esse fenômeno foi constatado pela variação observada nas descargas produzidas com a presença de uréia na água. Contudo, a presença de uréia não interfere na topografia do aço nitretado.

Ao ocorrer a descarga, o nitrogênio na forma iônica é implantado na superfície do aço. O nitrogênio é inserido na superfície do aço a profundidades entre 20 e 25 $\mu\text{m}$ . A concentração de nitrogênio decai com o aumento da profundidade. Alguns nitretos de ferro são formados. Eles contribuem para um ganho de dureza da camada nitretada. A dureza, da mesma forma que a concentração de nitrogênio, decai com o aumento da profundidade.

Finalmente, foi mostrado que nitretação pode ocorrer simultaneamente à usinagem por EDM, o que a possibilidade de aplicação tecnológica do processo, como a utilização de processos alternativos à EDM, variação da concentração de uréia na água, utilização de eletrodos de materiais alternativos ao cobre, entre outros.

### 6.2. Sugestões para trabalhos futuros

Em função das inúmeras limitações impostas no decorrer do trabalho e, especialmente, não estarem incluídos nos objetivos propostos para o desenvolvimento deste trabalho, algumas sugestões são feitas para que algumas questões possam ser melhor estudadas e compreendidas. Além disso, desdobramentos importantes no que diz respeito aos aspectos tecnológicos do trabalho podem ser explorados. Entre essas sugestões, destacam-se:

- Explorar as alterações microestruturais provocadas pelo processo NDE com o emprego de outras técnicas de caracterização, como a microscopia eletrônica de transmissão (MET) e a microscopia de força atômica (AFM);
- Investigar as alterações nas descargas elétricas provocadas pela presença da uréia com equipamentos mais sensíveis e/ou técnicas alternativas à fotografia de alta velocidade;
- Investigar o efeito da corrente / tensão sobre a espessura de camada nitretada;
- Propor uma explicação para a variação de concentração do material do eletrodo que se insere nas superfícies usinadas por EDM;
- Quantificar os nitretos formados na NDE;
- Propor uma explicação para a diferença entre os nitretos formados na NDE em relação à nitretação ao plasma convencional;
- Propor uma explicação para a diferença dos tipos de nitretos formados no aço AISI 4140 e IF;
- Propor uma explicação para a diferença dos tipos de nitretos formados no aço AISI 4140 com eletrodos de cobre e grafite;
- Explorar o potencial da NDE nos processos alternativos FJEDM, AJEDM e WEDM;
- Investigar a ocorrência de nitretação com o uso de outros equipamentos EDM, como a micro-EDM e a WEDM submersa;
- Propor um mecanismo de desgaste por deslizamento para o aço AISI 4140 submetido à NDE;
- Avaliar a resistência à corrosão de superfícies submetidas à NDE;
- Avaliar a resistência à fadiga de peças submetidas à NDE;
- Avaliar a resistência ao desgaste abrasivo (micro abrasão), erosivo e esclerometria de materiais submetidos à NDE;
- Avaliar a resistência à cavitação de aços submetidos à NDE;
- Aplicar o processo NDE em outros materiais como, por exemplo: aços inoxidáveis, aços de baixo teor de carbono, aços ligados, ferros fundidos, alumínio, titânio e nióbio, bem como das suas ligas;
- Explorar o potencial do nitrogênio líquido como fluido dielétrico na NDE;
- Combinar texturização por EDM com NDE para aplicações tribológicas;
- Investigar a possibilidade de boretação por descargas elétricas e
- Avaliar a possibilidade de inserção de fósforo e cálcio em superfícies submetidas a EDM para crescimento de hidroxiapatita em titânio e aços inoxidáveis.

## CAPÍTULO VII

### 7. Referências Bibliográficas

ALBINSKI, K.; MUSIOL, K.; MIERNIKIEWICZ, A.; LABUZ, S.; MALOTA, M. The Temperature of a Plasma Used in Electrical Discharge Machining. **Plasma Sources Sci. Technol.** N.5, p 736-742. 1996.

ALVES, C. Jr. **Nitretação a Plasma: Fundamentos e Aplicações.** Natal: EDUFRN, 2001. 108p.

AMORIM, F. **Tecnologia de Eletroerosão por Penetração da Liga de Alumínio AMP 8000 e da Liga de Cobre CuBe para Ferramentas de Moldagem de Materiais Plásticos.** 2002. 156 f. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC.

ARANTES, L. J. **Avaliação do Desempenho de Fluidos Dielétricos no Processo de Usinagem por Descargas Elétricas.** 2001. 72 f. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.

ARANTES, L. J. **Desenvolvimento e Avaliação do Processo Híbrido de Usinagem por Descargas Elétricas e Jato de Água Abrasivo (AJEDM).** 2007. 125 f. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.

ASPINWALL, D. K.; SOO, S. L.; BERRIFORD, A. E.; WALDER, G. Workpiece Surface Roughness and Integrity after WEDM of Ti6Al4V and Inconel 718 Using Minimum Damage Generator Technology. **CIRP Annals – Manufacturing Technology.** N. 57, p. 187-190. 2008.

ASTM E384 – 10, Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials, American Society for Testing and Materials.

BARDELLA S. A. Aços para Construção Mecânica, **Certificado de conformidade**, Corrida 662941, Certificado da usina 152840, 2005.

BENEDICT, G. F. **Nontraditional Manufacturing Processes.** New York: Marcel Dekker, 1987. 381p.

BLEYS, P.; KRUTH, J-P.; LAUWERS, B.; SCHACHT, B.; BALASUBRAMANIAN, V.; FROYEN, L.; HUMBEECK, J. V. Surface and Sub-Surface Quality of Steel after EDM. **Advanced Engineering Materials.** N. 1-2, p. 15-25. 2006.

BOTH, G. B.; ROCHA, A. S.; HIRSCH, T. K. Modificações Microestruturais e Tribológicas nos Aços Ferramenta AISI H13 e DIN X100CrMoV 8-1-1 Produzidas por Nitretação a Plasma. **Estudos Tecnológicos.** V. 6, n. 3, p. 149-161. 2010.

CAMARGO, B. C.; COSTA, H. L.; RASLAN, A. A. Endurecimento Superficial de Uma Liga Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V por meio de Usinagem por Descargas Elétricas. In: COBEF Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 5, 2009, Belo Horizonte, MG.

CHAPMAN, B. **Glow Discharge Processes:** Sputtering and Plasma Etching. New York, USA: John Wiley & Sons, 1980. 406p.

CHO, K. S.; LEE, C. O. The Wear Characteristics of Ion-nitrided Steel. **Wear.** V. 64, p.303-310. 1980.

CIDREIRO, P. H.; TELES, V. C.; SANTOS, R. F.; SILVA, E. R.; RASLAN, A. A. Avaliação de Materiais Usados como Eletrodos Ferramenta na Usinagem do Aço AISI M2 pelo Processo Híbrido AJEDM. In: COLÓQUIO DE USINAGEM DO LABORATÓRIO DE ENSINO E PESQUISA EM USINAGEM, 14, 2010, Uberlândia, MG.

COSTA, H. L.; KLEIN, A. N.; MELLO, J. D. B. Avaliação da Resistência ao Desgaste Abrasivo de Aços Carbono Nitretados a Plasma. **Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica,** p. 158-167. 2001.

DE MELLO, J. D. B.; BINDER, C.; BINDER, R.; KLEIN, A. N. Effect of Nature of Nitride Phases on Microabrasion of Plasma Nitrided Sintered Iron. **Tribology.** V. 4, p. 191-196. 2010.

DESCOEUDRES, A.; HOLLENSTEIN, Ch.; WÄLDER, G.; PEREZ, R. Time-Resolved Imaging and Spatially-Resolved Spectroscopy of Electrical Discharge machining Plasma. **Journal of Physics D: Applied Physics.** V. 805/05, p. 1-13. 2005.

DESCOEUDRES, A. **Characterization of Electrical Machining Plasmas.** 2006. 125 f. Tese de Doutorado. École Polytechnique Fédérale de Lausanne, Lausanne, Suisse.

DIBITONTO, D. D.; EUBANK, P. T.; PATEL, M. R.; BARRUFET, M. A. Theoretical Models of the Electrical Discharge Machining Process: a Simple Cathode Erosion Mode. **Journal of Applied Physics.** V. 66, n.9. p. 4095-4103, nov. 1989.

DOC BROWN'S CHEMISTRY. Disponível em: <<http://www.docbrown.info>>. Acesso em 24 de fevereiro de 2013.

ECHEVERRIGARAY, F. G.; BAUMVOL, I. J. R.; FIGUEROA, C. A. Influência do Tratamento Superficial de *Ball Milling* na Nitretação a Plasma a Baixa Temperatura de Ligas Ferrosas. In: ENCONTRO DE JOVENS PESQUISADORES DA UCS, 17, 2006, Caxias do Sul, R. S.

EKMEKCI, B.; ELKOCA, O.; TEKKAYA A. E.; ERDEN, A. Residual Stress State and Hardness Depth in Electrical Discharge Machining: De-Ionized Water as Dielectric Liquid. **Machine Science and Technology.** N. 9, p. 39-61. 2005.

ENGEMAQ – AGIE CHARMILLES, **Manual de Instalação, Operação e Manutenção da Máquina EDM 440 NC série L**, Caxias do Sul, RS. 2006.

EUBANK, P. T.; PATEL, M. R.; BARRUFET, M. A.; BOZKURT, B. Theoretical Models of the Electrical Discharge Machining Process 3: the Variable Mass, Cylindrical Plasma Mode. **Journal of Applied Physics.** V. 73, n. 11, p. 7900-7909, jun. 1993.

FASTEC IMAGING, Modelo Hi SPEC 5 G Mono, **Manual do usuário.** 2009.

FREDRIKSSON, G.; HOGMARK, S. Influence of Dielectric Temperature in Electrical Discharge Machining of Hot Work Tool Steel. **Surface Engineering.** V. 11, n. 4, p. 324-330. 1995.

GOBBI, V. J. **Influência da Nitretação a Plasma na Resistência ao Desgaste Microabrasivo do Aço Ferramenta AISI D2.** 2009. 97 f. Dissertação de Mestrado - Universidade de Brasília, Brasília, DF.

GOULART-SANTOS, S. **Avaliação do Efeito de Modificações Superficiais a Plasma no Desempenho Frente ao Desgaste de um Aço Baixa Liga:** Estudo da Correlação entre Profundidade de Endurecimento e Melhoria de Desempenho. 2009. 121 f. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.

GUITRAU, E. B. **The Electrical Discharge Machining Handbook.** Cincinnati, USA: Hanser Gardner Publications, 1997. 306p.

HARUMAN, E.; BELL, T.; SUN, Y. Compound Layer Characteristics Resulting from Plasma Nitrocarburising in Atmospheres Containing Carbon Dioxide Gas Additions. **Surface Engineering.** N. 4, v. 8, p. 275-282. 1992.

HASÇALÝK, A.; ÇAYDAŞ, U. Experimental Study of Wire Electrical Discharge Machining of AISI D5 Tool Steel. **Journal of Materials Processing Technology.** N. 148, p. 362-367. 2004.

INAL, O. T.; OZBAYSAL, K.; METIN, E. S.; PEHLINVANTURK, N. Y. A Review of Plasma Surface Modification: Process, Parameters and Microstructural Characterization. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON ION NITRIDING/CARBURIZING, 2, 1989, Cincinnati, U. S. A. Proceedings. Materials Park, ASM International, p. 57-66.

JESWANI, M. L. Effect of Addition of Graphite Powder to Kerosene Used as a Dielectric Fluid in Electrical Discharge Machining. **Wear.** N. 70, p. 133-139. 1981.

JILANI, S. T.; PANDEY, P. C. An Analysis of Surface Erosion in Electrical Discharge Machining. **Wear.** N. 84, p. 275-284. 1983.

KAHNG, C. H.; RAJURKAR, K. P. Fundamental Theories of the Parameters of EDM Process. **SME Technical Papers.** V. 1, p. 77-285. 1977.

KÖNIG, W.; KLOCKE, F.; LENZEN, R. The Electrical Machining Processes: What Demands Will They Face in the Future. **International Journal of Electrical Machining.** V.1 n.1, p. 3-7. 1996.

KUMAR, S.; SINGH, R.; SINGH, T. P.; SETHI, B. L. Surface Modification By Electrical Discharge Machining: a Review. **Journal of Materials Processing Technology.** V. 209, p. 3675-3687. 2009.

KUNIEDA, M.; LAUWERS, B.; RAJURKAR, K. P.; SCHUMACHER, B. M. Advancing EDM Through Fundamental Insight Into Process. **CIRP Anals – Manufacturing Technology.** Japan, v. 54, p. 64-87, 2005.

LEHRER, E. Über das Eisen-Wasserstoff-Ammoniak-Gleichgewicht. **Zeitschrift. Elektrochemie.** V. 36, n. 6 p. 383-392. 1930.

LEE, H. G.; SIMAO, J.; ASPINWALL, D. K.; DEWES, R. C.; VOICE, W. Electrical Discharge Alloying. **Journal of Materials Processing Technology.** N. 149, p. 334-340. 2004.

LESKOVSEK, V.; PODGORNIK, B.; JENKO, M. A PACVD Duplex Coating for Hot-forging Applications. **Wear.** V. 3-4, p. 453-460. 2009.

LIM, L. C.; LEE, L. C.; WONG, Y. S.; LU, H. H. Solidification Microstructure of Eletrodischarge Machined Surfaces of Tool Steels. **Materials Science and Technology.** V. 7, p. 239-248. 1991.

LIMA, R. M.; RASLAN, A. A. Utilização de Fluidos Dielétricos à Base de Óleos Vegetais na Usinagem por Descargas Elétricas por Penetração. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 5, 2009, Belo Horizonte, M. G.

MCGEOUGH, J. A. **Advanced Methods of Machining.** London: Chapman and Hall, 1988. p. 128-152.

METALS HANDBOOK. **Heat Treating.** U. S. A.: Ed. ASM International, 9a Ed.1991. Vol. 4.

METALS HANDBOOK. **Metallography, Structures and Phase Diagrams.** U. S. A.: Ed. ASM International, 8a Ed. 1973. Vol. 8.

METALS HANDBOOK. **Metallography and Microstructures.** U. S. A.: Ed. ASM International, 8a Ed. 2004. Vol. 9.

OLIVEIRA, A. R. F.; OLIVEIRA JÚNIOR, M. M.; SANTOS, R. F.; SILVA, E. R.; RASLAN, A. A.; COSTA, H. L. Comportamento Tribológico do Aço ABNT 4140 Nitretado por Processo de Usinagem por Descargas Elétricas. POSMEC – SIMPÓSIO DO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO, 22, 2012, Uberlândia, MG.

PANNONI, F. D.; PINEDO, C. E. Comportamento à Corrosão do Aço AISI 4140 Nitretado sob Plasma em Diferentes Misturas Gasosas. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 61, 2006, Rio de Janeiro, p. 3580-3587.

PEÇAS, P.; HENRIQUES, E. Influence of Silicone Powder-Mixed Dielectric on Conventional Electrical Discharge Machining, **International Journal of Machine Tools & Manufacture.** N. 43, p. 1465-1471. 2003.

PINEDO, C. E. “Nitretação por Plasma”, Ed. Núcleo de Pesquisas Tecnológicas da Universidade de Mogi das Cruzes, 1995, Mogi das Cruzes, SP, **Anais do I Seminário Internacional de Engenharia de Superfície**, p. 13-26.

RAMASAWMY, H.; BLUNT, L. 3D Surface Topography Assessment of the Effect of Different Electrolytes During Electrochemical Polishing of EDM Surfaces. **International Journal of Machine Tools & Manufacture.** N. 42, p. 567-574, 2002.

RAMASAWMY, H.; BLUNT, L. Effect of EDM Process Parameters on 3D Surface Topography. **Journal of Materials Processing Technology.** N. 148, p. 155-164. 2004.

RASLAN, A. A.; ARANTES, L. J.; FAPEMIG, Fundação de Amparado a Pesquisa de Minas Gerais; UFU, Universidade Federal de Uberlândia (MG). **Método de Usinagem Híbrida Combinando Descargas Elétricas e Erosão Abrasiva.** BR n. PI0703468-7, 06 set. 2007, 24 mar. 2009.

RASLAN, A. A.; SANTOS, R. F.; SILVA, E. R. FAPEMIG, Fundação de Amparado a Pesquisa de Minas Gerais; UFU, Universidade Federal de Uberlândia (MG). **Método de Nitretação através da Usinagem com Descargas - NDE.** BR 10 2012 030523-2, 30 nov. 2012.

SANTOS, R. F. **Influência do Material da Peça e do Tratamento Térmico na Eletroerosão dos Aços AISI H13 e AISI D6.** 2007. 132 f. Dissertação de Mestrado - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.

SANTOS, R. F.; SILVA, E. R.; TELES, V. C.; COSTA, H. L.; RASLAN, A. A. Enriquecimento de Superfícies Através da Usinagem por Descargas Elétricas com Jato de Fluido Dielétrico FJEDM. POSMEC – SIMPÓSIO DO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO, 20, 2010, Uberlândia, MG.

SHIMADZU XRD – 6000 X-RAY DIFFRACTOMETER, **Manual de Operação e Instalação.** 2011.

SILVA, E. R. **Otimização e Avaliação dos Parâmetros de Influência do Processo AJEDM.** 2012. 112 f. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia MG.

SILVA, E. R.; SANTOS, R. F.; TELES, V. C.; RASLAN, A. A. Influência da Granulometria do Abrasivo SiC no Processo Híbrido AJEDM. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 6, 2011, Caxias do Sul, R. S.

SILVA, E. R.; SANTOS, R. F.; CIDREIRO, P. H.; SOUSA, L. B. F.; RASLAN, A. A. Otimização de Equipamento para Uso em Processo AJEDM. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 6, 2011, Caxias do Sul, R. S.

SILVA, E. R.; SANTOS, R. F.; RASLAN, A. A. Parameters Influencing the Process AJEDM. In: ABM INTERNATIONAL CONGRESS, 67, 2012, Rio de Janeiro, ISSN 1516-392X, p. 3828-3840.

SILVA, F. J. **Erosão, Corrosão, Erosão-Corrosão e Cavitação do aço ABNT 8550 Nitretado a Plasma.** 2008. 252 f. Tese de Doutorado - Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia MG.

SILVA, N. H. **Usinagem de Furos de Pequenos Diâmetros na Liga de Titânio Ti6Al4V em Máquina de Eletroerosão por Penetração.** 2006. 109 f. Dissertação de Mestrado - Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, PR.

STEVENS, L. **Improvement of Surface Quality in Die Sinking EDM.** 1988. 181 f. Tese de Doutorado – Department of Mechanical Engineering, K. U. Leuven, Belgium.

STORR, M. **Important Facts About Spark Erosion.** Stuttgart: Oelheld GmbH, 2007. 44p.

SUPRASONIC RW 4000 DRW-CUT, **Manual de operação.** 2010.

SUN, T; BELL, T. Plasma Surface Engineering of Low Alloy Steel. **Materials Science and Engineering.** V. 140, p. 419-434. 1991.

VAN DIJKI, F. et al. Some Results of Physical Research in EDM. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM FOR ELECTROMACHINING, 4, 1974. Bratislava, 1 v. p. 68-85.

YAN, B. H.; TSAI, H. C.; HUANG, F. Y. The Effect in EDM of a Dielectric of a Urea Solution in Water on Modifying the Surface of Titanium. **International Journal of Machine Tools & Manufacture.** N. 45, p. 194-200. 2005.

ZAGONEL, L. F., **Tratamentos de Superfícies de Uma Liga Ferrosa por Íons de Nitrogênio.** 2006. 104 f. Tese de Doutorado – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP.

## Anexo A

O valor de P que é determinado pelo programa Minitab (e outros) corresponde ao valor da área à direita do valor F (da estatística padronizada F) determinado com os valores dos dados. Se esta área é grande significa que o valor de F está dentro da região dos 95% (0,95), ou seja, ao comparar dois grupos de valores de espessuras de camadas de duas amostras diferentes, significa que não existe variação significativa entre os valores das espessuras das camadas nas amostras. Porém se o valor de P for pequeno (0,002, por exemplo), menor que 5% (0,05) de área, significa que as espessuras das camadas variam de uma amostra para outra, ou seja, não se pode garantir que as amostras foram obtidas pelo mesmo processo, ou não existe repetibilidade da espessura das camadas entre as amostras.

### **ANOVA ÁGUA ZR**

#### **One-way ANOVA: Espessura versus Amostras**

Source	DF	SS	MS	F	P
Amostras	4	15,87	3,97	0,91	0,458
Error	145	630,52	4,35		
Total	149	646,40			

S = 2,085    R-Sq = 2,46%    R-Sq(adj) = 0,00%

Individual 95% CIs For Mean Based on Pooled StDev						
Level	N	Mean	StDev	(-----*-----)	(-----*-----)	(-----*-----)
1	30	12,616	2,084	(-----*-----)		
2	30	12,604	1,835		(-----*-----)	
3	30	13,224	2,699			(-----*-----)
4	30	13,090	2,240			(-----*-----)
5	30	12,357	1,316	(-----*-----)		
				-----+-----+-----+-----+	-----+-----+-----+-----+	-----+-----+-----+-----+
				12,00	12,60	13,20
						13,80

Pooled StDev = 2,085

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals  
All Pairwise Comparisons among Levels of Amostras

### **ANOVA ÁGUA ZAC**

#### **One-way ANOVA: Espessura versus Amostras**

Source	DF	SS	MS	F	P
Amostras	4	33,88	8,47	2,43	0,051
Error	145	506,46	3,49		
Total	149	540,34			

S = 1,869    R-Sq = 6,27%    R-Sq(adj) = 3,68%

Individual 95% CIs For Mean Based on    Pooled StDev

Level	N	Mean	StDev	
1	30	12,171	1,708	(-----*-----)
2	30	12,138	1,514	(-----*-----)
3	30	11,256	2,128	(-----*-----)
4	30	11,117	1,814	(-----*-----)
5	30	11,194	2,105	(-----*-----)
				-+-----+-----+-----+-----
				10,50      11,20      11,90      12,60

Pooled StDev = 1,869  
 Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals  
 All Pairwise Comparisons among Levels of Amostras

## ANOVA NDE ZR

### One-way ANOVA: Espessura versus Amostras

Source	DF	SS	MS	F	P
Amostras	4	104,14	26,04	2,64	0,036
Error	145	1429,62	9,86		
Total	149	1533,76			

S = 3,140    R-Sq = 6,79%    R-Sq(adj) = 4,22%

Individual 95% CIs For Mean Based on  
 Pooled StDev

Level	N	Mean	StDev	
1	30	10,553	1,671	(-----*-----)
2	30	11,459	2,948	(-----*-----)
3	30	9,196	1,878	(-----*-----)
4	30	9,870	3,499	(-----*-----)
5	30	11,180	4,695	(-----*-----)
				-+-----+-----+-----+-----
				8,4      9,6      10,8      12,0

Pooled StDev = 3,140

Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals  
 All Pairwise Comparisons among Levels of Amostras  
 Individual confidence level = 99,36%

## ANOVA NDE ZAC

### One-way ANOVA: Espessura versus Amostras

Source	DF	SS	MS	F	P
Amostras	4	46,03	11,51	2,41	0,052
Error	145	693,51	4,78		
Total	149	739,54			

S = 2,187    R-Sq = 6,22%    R-Sq(adj) = 3,64%

Individual 95% CIs For Mean Based on  
 Pooled StDev

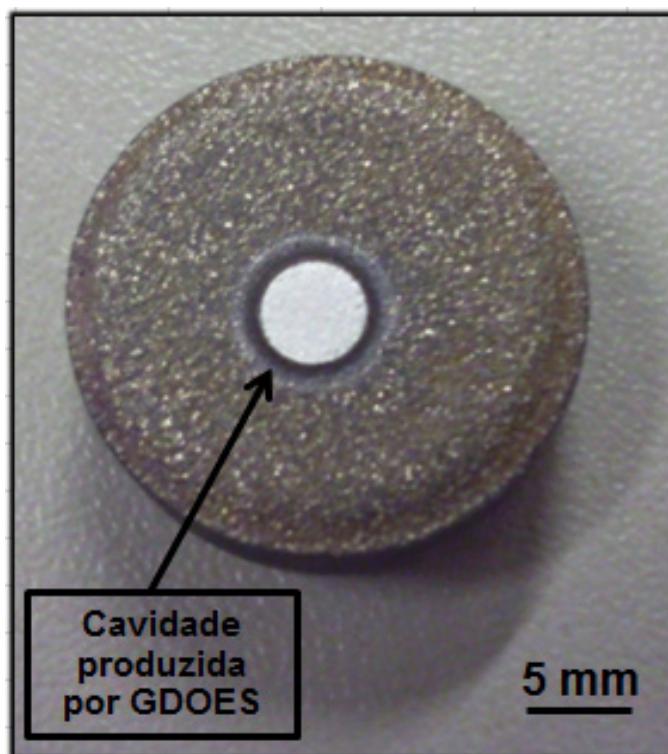
Level	N	Mean	StDev	
1	38	10,446	2,287	(-----*-----)
2	30	11,647	1,965	(-----*-----)
3	30	11,204	1,941	(-----*-----)
4	27	11,666	2,558	(-----*-----)
5	25	10,402	2,128	(-----*-----)
				-+-----+-----+-----+-----
				9,60      10,40      11,20      12,00

Pooled StDev = 2,187  
 Tukey 95% Simultaneous Confidence Intervals  
 All Pairwise Comparisons among Levels of Amostras

Individual confidence level = 99,36%

## Anexo B

Os resultados da análise GDOES foram obtidos a partir de uma cavidade com 5 mm de diâmetro e 60  $\mu\text{m}$  de profundidade, aproximadamente. A figura apresenta superfície da amostra de aço AISI 4140, enriquecida com nitrogênio pelo processo EDM. Observa-se ao centro, a cavidade com diâmetro médio de 5 mm, produzida pelo bombardeamento (*sputtering*) de íons de argônio do GDOES na qual foi feita a análise por GDOES.



Amostra de aço AISI 4140 NDE, usada na análise de GDOES.

A figura a seguir apresenta a imagem 3D de interferometria do orifício produzido na amostra utilizada na análise por GDOES.

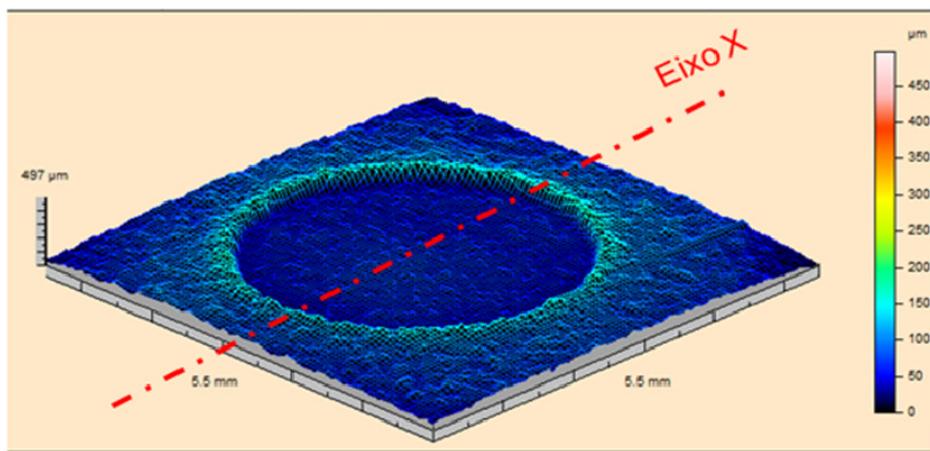
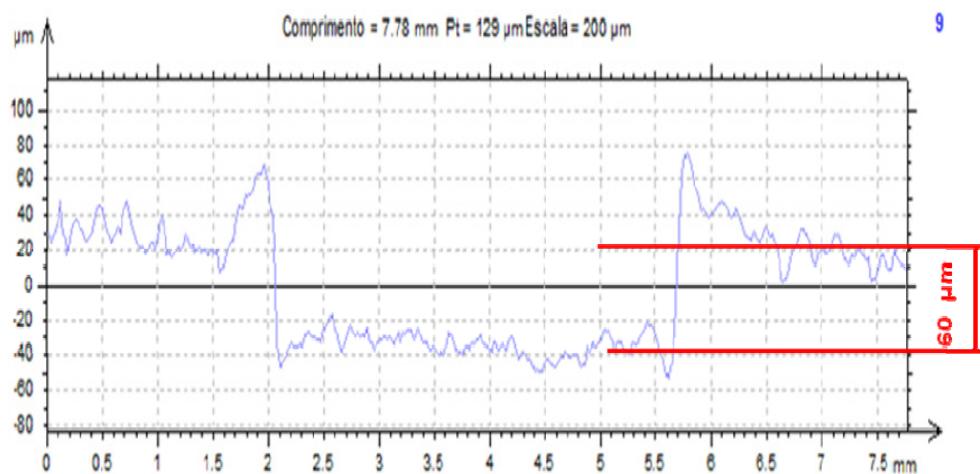


Imagen 3D da interferometria da cavidade da análise por GDOES.

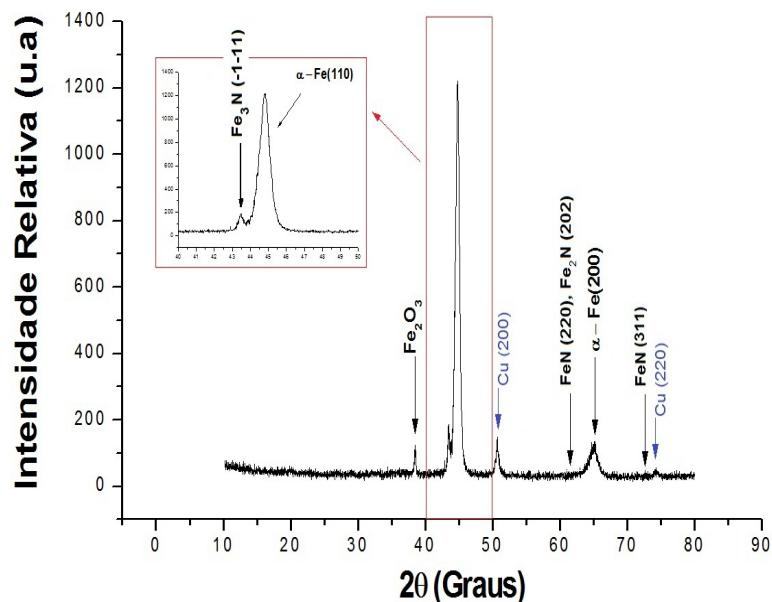
O perfil de interferometria a laser da amostra usada no teste de GDOES, seção transversal (Eixo X) com profundidade média do orifício de 60  $\mu\text{m}$  é mostrado na figura a seguir.



Perfil de interferometria a laser da cavidade produzida nas análises por GDOES.

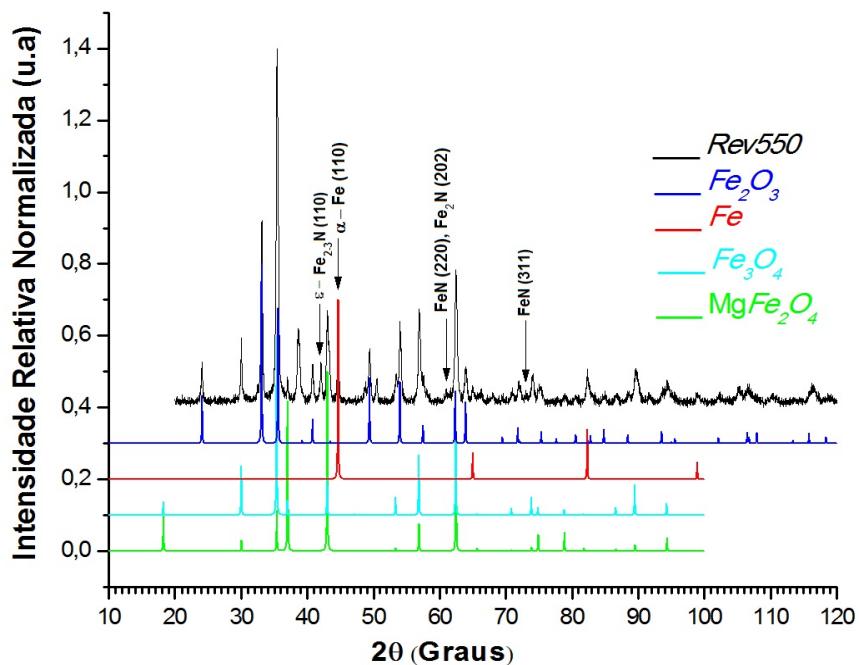
## Anexo C

Análises preliminares da difração de raio x da amostra de aço AISI 4140 NDE são mostradas na figura a seguir.



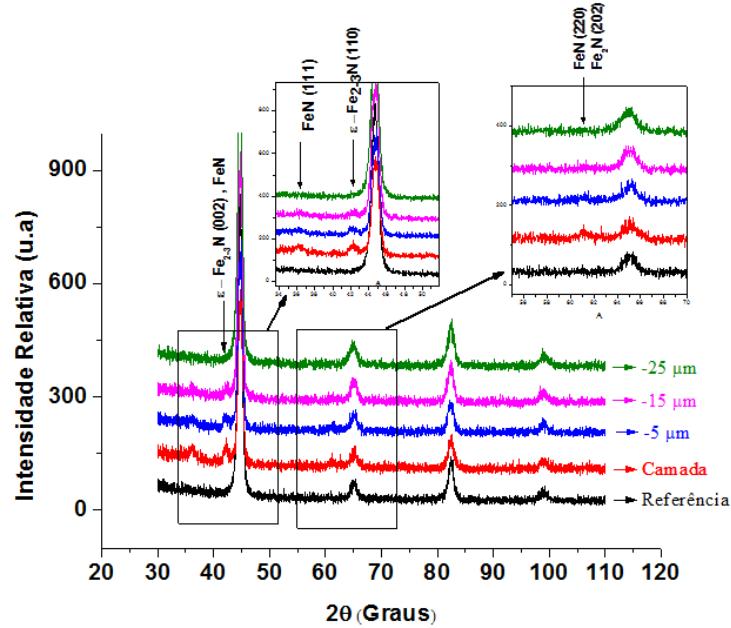
Difratograma da superfície da amostra de aço AISI 4140, submetida à NDE.

A figura a seguir mostra os resultados da difração de raios x da amostra de aço AISI 4140, NDE, usada no tratamento térmico.



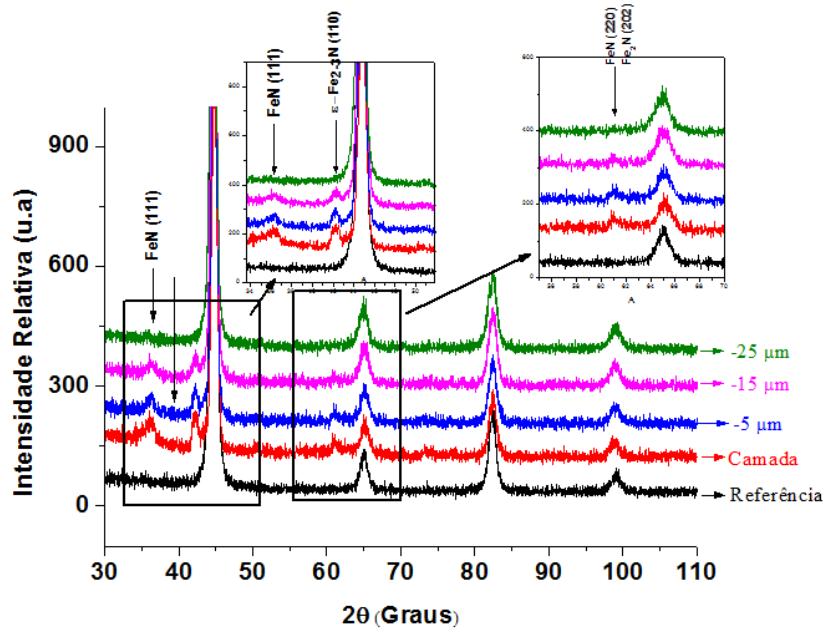
Difratograma da amostra de aço AISI 4140, NDE, usadas nos tratamentos térmicos.

Os difratogramas com os resultados da DRX de baixo ângulo com ângulo de incidência de  $2,5^\circ$  com fatiamento são mostrados a seguir



Difratogramas de baixo ângulo com incidência de  $2,5^\circ$  com fatiamento.

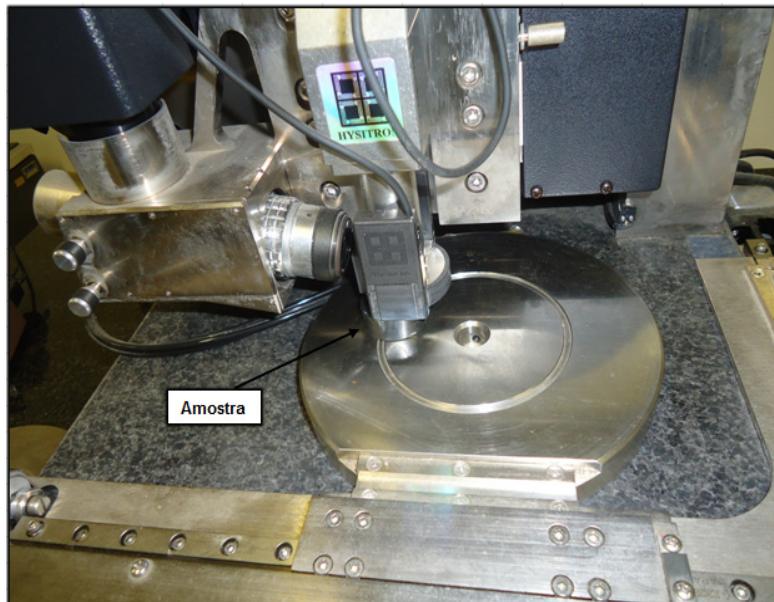
Os difratogramas com os resultados da DRX de baixo ângulo com ângulo de incidência de  $5^\circ$  com fatiamento são exibidos na próxima figura.



Difratogramas de baixo ângulo com incidência de  $5^\circ$  com fatiamento.

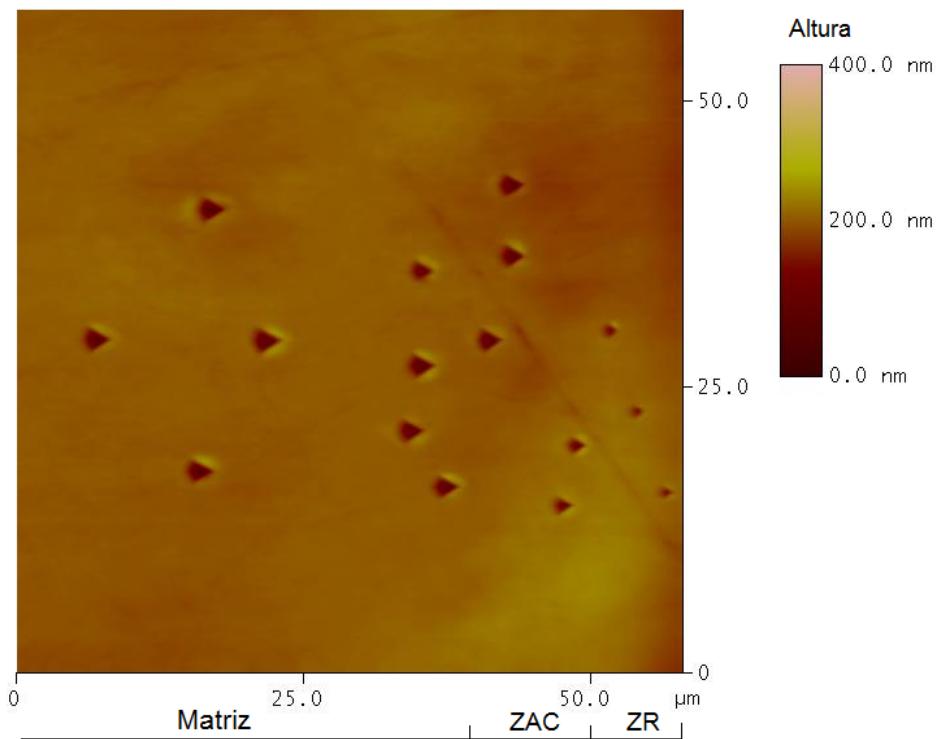
## Anexo D

A fotografia do equipamento Hysitron TriboScope que foi utilizado nos ensaios de nanoindentação instrumentada é mostrada na próxima figura.



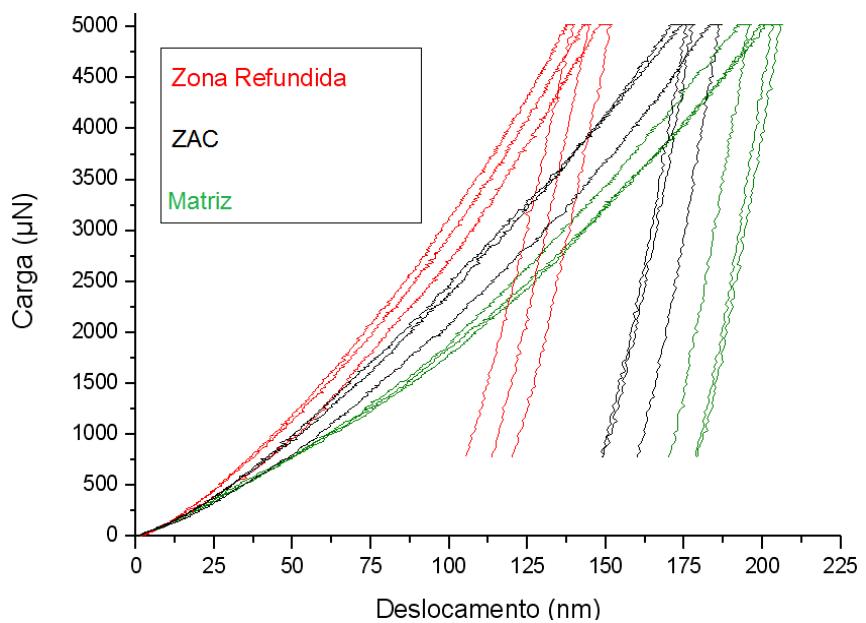
Equipamento Hysitron TriboScope usado nos ensaios de nanoindentação instrumentada.

. A figura a seguir exibe a superfície da seção transversal da amostra de aço AISI 4140, NDE, que foi submetida ao ensaio de nanodureza instrumentada. A carga aplicada foi de 5 mN durante o tempo de 10 segundos. Observa-se uma escala com indicação das posições onde foram executadas as indentações do ensaio e a escala de altura das topografias da superfície da amostra. As menores indentações estão localizadas à direita, na região da zona refundida (ZR), indicando maior dureza. Nota-se que a topografia da superfície não tem grandes variações de altura e o resultado foi satisfatório para os testes realizados.



Nanoindentação da seção transversal da amostra de aço AISI 4140 NDE.

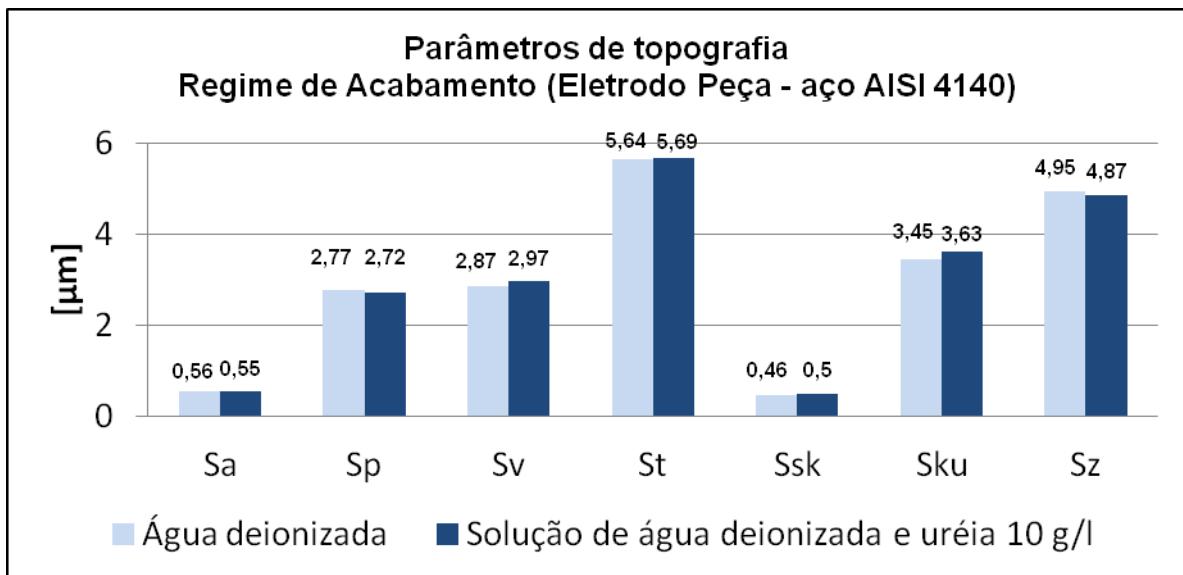
As curvas de carregamento e descarregamento obtidas nos ensaios de nanodureza instrumentalizada são mostradas a seguir



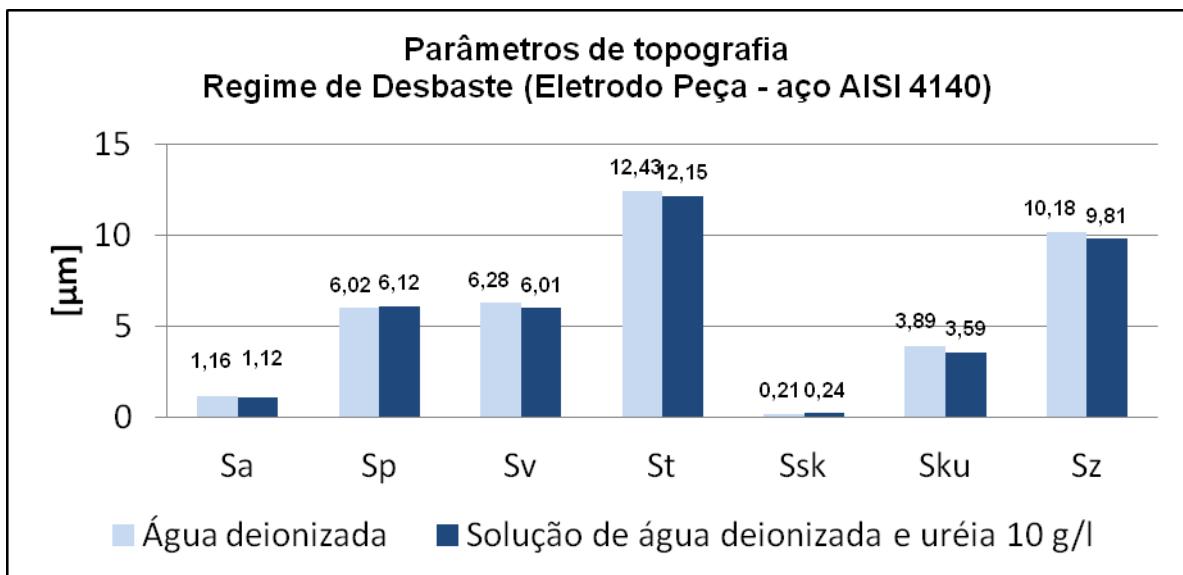
Curvas de carregamento e descarregamento produzidas nos ensaios de nanoindentação instrumentada.

## Anexo E

Os gráficos apresentados nas figuras abaixo são os resultados dos outros parâmetros topográficos obtidos por interferometria a laser.



Parâmetros de topografia da amostra de aço AISI 4140, usinada com água deionizada e NDE, em regime de acabamento.



Parâmetros de topografia da amostra de aço AISI 4140, usinada com água deionizada e NDE, em regime de desbaste.

**Parâmetro Sa:** é o correspondente tridimensional do parâmetro Ra, que pode ser interpretado como a média aritmética da rugosidade superficial, ou seja, o desvio médio do

perfil de rugosidade em relação ao plano médio. O plano médio é traçado na posição em que as áreas acima e abaixo do plano igualam-se. Os parâmetros Ra e Sa medem a rugosidade média do material, no entanto, eles não diferenciam picos e vales, assim, superfícies com o mesmo valor de Ra e Sa podem possuir perfis pontuais de rugosidade completamente diferentes.

**Sp – Altura máxima de pico ao plano médio; Sv – Profundidade máxima de vale ao plano médio:** para calcular os parâmetros Sp e Sv, utiliza-se o perfil filtrado de rugosidade, que é dividido em 5 intervalos iguais. Para cada um, é determinada a distância do maior pico e do maior vale em relação à linha média. O parâmetro Sp corresponde à altura máxima de pico, em relação aos 5 maiores picos, e o parâmetro Sv a profundidade máxima de vale, em relação aos 5 maiores vales.

**St – Altura máxima de rugosidade:** define a altura máxima de um pico a um vale no comprimento de avaliação de perfil, isso é a amplitude máxima entre o pico mais alto e o vale mais profundo no comprimento de avaliação.

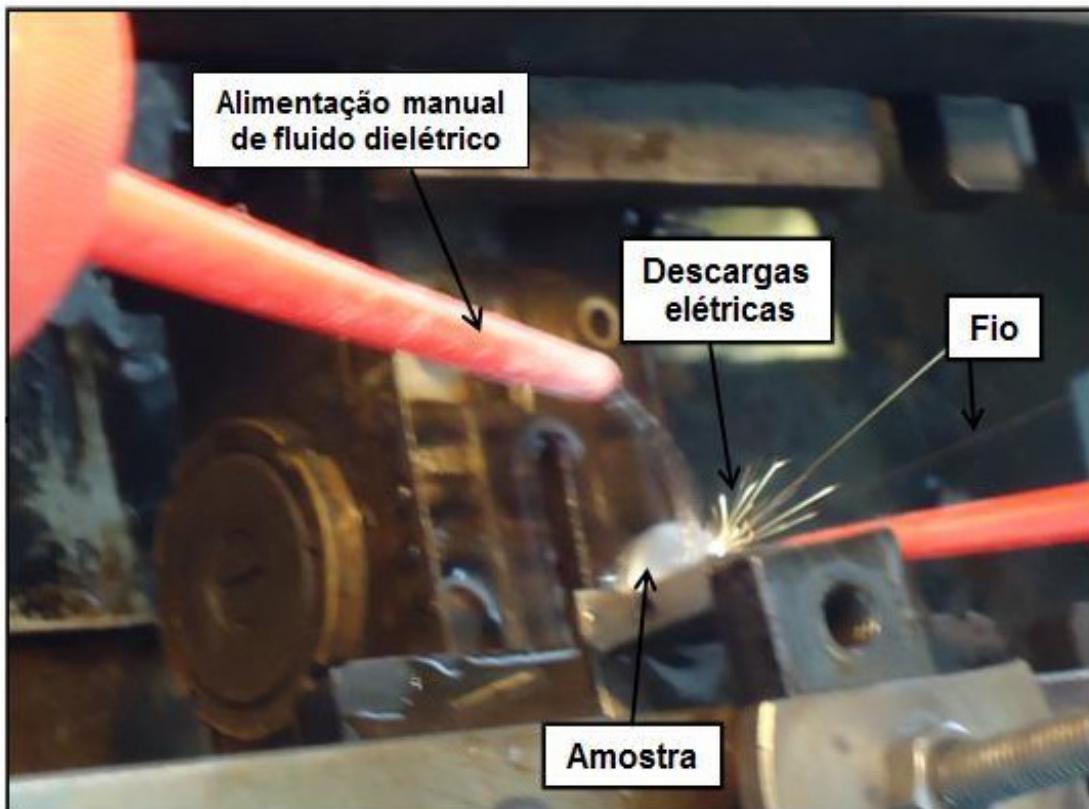
**Ssk – Skewness:** o parâmetro *skewness* dá uma medida da assimetria dos desvios de uma superfície em relação a um plano médio, e pode ser utilizado para descrever a forma da distribuição topográfica das alturas. Para distribuições assimétricas, o valor Ssk pode ser positivo ou negativo. Sendo que o valor negativo indica uma concentração de material próximo à superfície (superfície tipo platô) e o positivo indica que a concentração de material não é próximo à superfície (superfície com picos mais altos). O parâmetro Ssk é igual a zero para as superfícies gaussianas, pois essas possuem uma distribuição de alturas simétricas. Nas curvas assimétricas, o Ssk será negativo, se a distribuição de alturas estiver concentrada próximo ao plano médio e positivo, se estiver concentrada a uma maior distância em relação ao plano médio.

**Sku – Kurtosis:** o parâmetro Sku é relacionado com a forma da distribuição de amplitude, contribuindo para avaliar a aleatoriedade do perfil (coeficiente de achatamento). Se uma superfície apresenta curtose igual a 3, ela está normalmente distribuída, se for maior que 3, está distribuída na região central da curva de Gauss e quando menor que 3, a distribuição da altura está bem dispersa.

**Sz – Distância máxima entre pico e vale:** é uma extração do parâmetro Rz, o Sz é definido como a distância entre o pico mais alto e o vale mais profundo de cada seção de amostragem do perfil de rugosidade. Nesse caso cada área de amostragem é dividida em cinco seções, sendo obtido o valor do pico mais alto e o do vale mais profundo para cada seção. O Sz é calculado como a média de todas as distâncias entre pico e vale, adquiridas na superfície medida.

## Anexo F

No momento da realização dos testes do processo WEDM, desligou-se o sistema de alimentação do dielétrico da própria máquina, e a alimentação passou então a ser manual, através de almofada conforme a montagem apresentada na figura abaixo:



Corte da amostra de aço AISI 4140 pelo processo WEDM.