

INFLUÊNCIA DO TEOR DE UREIA NO PROCESSO DE NITRETAÇÃO POR DESCARGAS ELÉTRICAS (NDE) DE AÇO AISI 4140¹

Alberto Arnaldo Raslan²
 Rogério Felício dos Santos³
 Ernane Rodrigues da Silva⁴

Resumo

No processo de nitretação por descargas elétricas (NDE) utiliza-se de máquinas de usinagem por descargas elétricas como as por penetração (EDM – *Electrical Discharge Machining*). O nitrogênio é fornecido pelo fluido dielétrico, que é uma solução de água deionizada e ureia. O objetivo deste trabalho foi o de investigar a influência da quantidade de ureia diluída em água deionizada na nitretação do aço AISI 4140. Os ensaios foram conduzidos em uma máquina EDM convencional. Como eletrodo ferramenta, foi utilizado um cilindro de cobre eletrolítico. Como eletrodo peça, foram usadas amostras cilíndricas de aço AISI 4140. A água deionizada foi utilizada como fluido dielétrico e a ureia foi adicionada em diferentes proporções. Os resultados mostraram a perda progressiva da rigidez dielétrica da água. Com quantidades acima de 12,5 g/l não se obtém descargas elétricas. Com adições abaixo deste valor, não se observou alterações na espessura da camada nitretada, no tipo de nitretos formados e nem na dureza final. A perda de rigidez do fluido e a presença de nitrogênio no canal de plasma provocam alterações na termodinâmica do processo e, como consequência, pequenas alterações na morfologia das superfícies geradas.

Palavras-chave: Nitretação; Ureia; Aço AISI 4140; Descargas elétricas.

INFLUENCE OF UREA CONCENTRATION IN THE NITRIDING ELECTRICAL DISCHARGES OF AISI 4140 STEEL

Abstract

In the nitriding process by electrical discharges (NDE) is used electrical discharges produced by metalworking machines by electrical discharges, such as sinking EDM. The nitrogen source is urea diluted in distilled water. The aim of this study was to investigate the influence of the urea amount diluted in deionized water in nitriding of AISI 4140 steel. The tests were conducted in a conventional EDM machine. As electrode tool it was used an electrolytic copper cylinder. As workpiece, AISI 4140 steel cylindrical samples were used. The deionized water was used as dielectric fluid. Urea was added in different proportions. The results showed a progressive loss of the water's dielectric strength. With quantities greater than 12.5 g/l it doesn't get electrical discharge. With addition below this value, there was no change in the nitrided layer thickness, the type of nitrides formed and the final hardness. The fluid's dielectric rigidity loss and the nitrogen presence in the plasma channel, cause changes in the thermodynamic process and as a result, small changes in the generated surfaces morphology.

Key words: Nitriding; Urea; AISI 4140 steel; Electrical discharge.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Físico. Professor Doutor. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia, MG, Brasil.*

³ *Engenheiro mecânico. Professor Doutor. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Betim, MG, Brasil.*

⁴ *Matemático. Professor Doutor. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Betim, MG, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Ao longo dos últimos anos, o processo de usinagem por descargas elétricas (EDM – *Electrical Discharge Machining*) tem se destacado como sendo 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.⁽¹⁾ Segundo McGeough,⁽²⁾ as temperaturas geradas são superiores a 15.000°C e as pressões são da ordem de 200 bar. As altas temperaturas promovem a fusão de material na superfície e as pressões removem uma parte deste material, caracterizando o processo de EDM.

Um grande interesse tem sido observado pelas modificações superficiais produzidas pelo processo EDM. De acordo com Kumar et al.,⁽³⁾ algumas tentativas têm sido feitas no sentido de se utilizar a energia gerada na EDM para promover o enriquecimento por liga de superfícies metálicas. Essas técnicas baseiam-se na diluição de pós metálicos no fluido, na transferência de material a partir do eletrodo ferramenta ou de uma combinação de ambas.

A nitretação é um dos métodos de endurecimento superficial para aumentar a resistência ao desgaste por deslizamento e à fadiga de superfícies metálicas das matrizes e moldes. Dentre os diversos tipos de nitretação, a por plasma tem sido a mais empregada. Sun e Bell⁽⁴⁾ reportam que as tecnologias de engenharia do plasma para melhoria de superfícies têm encontrado aplicações crescentes nos projetos industriais para fabricação de componentes de aço, tais como, eixos virabrequins, engrenagens, rolamentos, matrizes, ferramentas de corte, etc.

No que diz respeito à nitretação por EDM, Yan, Tsai e Huang⁽⁵⁾ e Camargo, Costa e Raslan⁽⁶⁾ mostraram a possibilidade de enriquecer com nitretos, superfícies de amostras de titânio aeronáutico através da usinagem por descargas elétricas. Eles utilizaram solução de água deionizada e ureia, como fluido dielétrico neste processo de fabricação. Santos⁽¹⁾ observou que, as descargas elétricas geradas pelo processo EDM, aplicadas sobre a superfície de amostras de aço AISI 4140, produziram zona refundida (ZR) e zona afetada pelo calor (ZAC) enriquecidas com nitretos do tipo FeN e ϵ -Fe₂₋₃N, ambas com espessuras médias de 10 μ m, cada. As camadas nitretadas não se restringem somente à superfície do material submetido às descargas elétricas, mas, também, nas laterais e no fundo das cavidades usinadas desse material.

Esse trabalho teve por objetivos, investigar a variação de concentração de ureia no fluido dielétrico, usado no processo NDE de um aço AISI 4140 e verificar o desempenho desse processo.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Os eletrodos ferramenta usados no processo EDM foram confeccionados em cobre eletrolítico com diâmetro externo de 22 mm e 25 mm de comprimento. Os eletrodos peça foram fabricados em aço AISI 4140, com diâmetro de 19 mm por 12 mm de comprimento.

Os testes foram efetuados em uma máquina EDM convencional, por penetração, com algumas adaptações, como mostrado na Figura 01. A cuba auxiliar, fabricada em aço inox AISI 304 foi instalada dentro da cuba principal da máquina de EDM, para que não ocorresse contaminação do fluido dielétrico da própria máquina, quando for testar outros fluidos dielétricos.

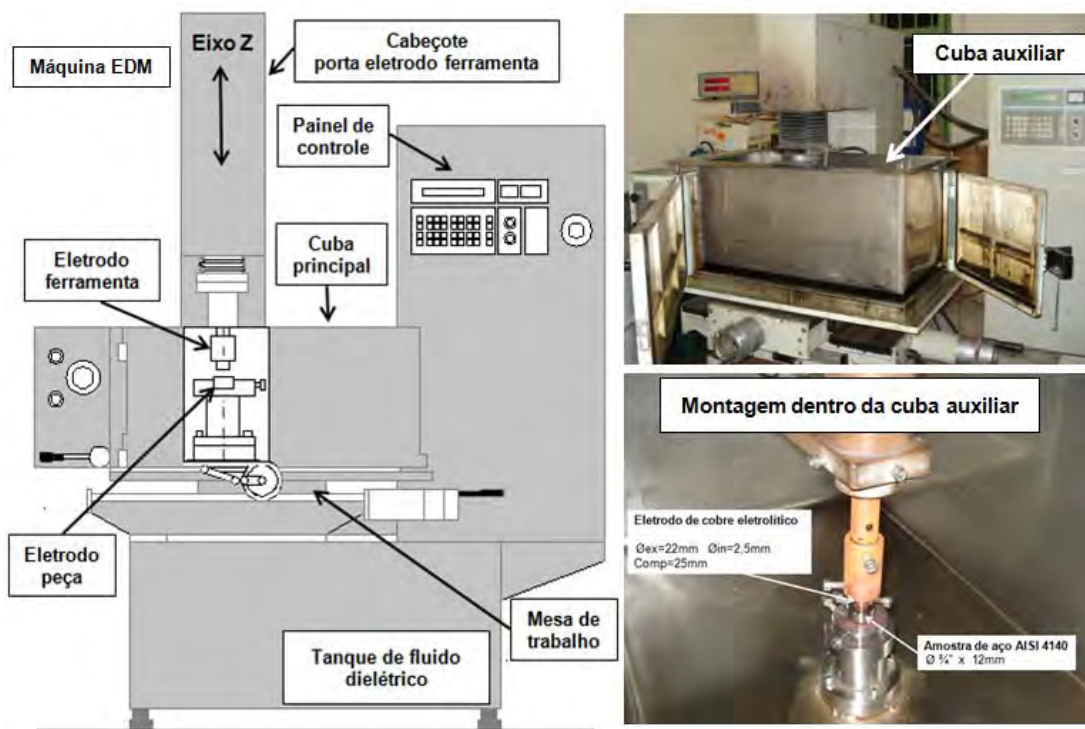


Figura 1. Desenho esquemático da máquina EDM e adaptações feitas na para realização dos testes, conforme Silva⁽⁷⁾.

Os testes foram em número de 3, para cada condição, com duração de 5 minutos cada. Os parâmetros operacionais selecionados são listados na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros de operacionais empregados na máquina de EDM

Parâmetro		Unidade
Fluido dielétrico: Água deionizada e ureia	1; 5; 10 e 12,5	g/l
Polaridade da ferramenta	Negativa	
Tensão	110	V
Corrente (TS = 10)	30	A
Tempo de pulso (t_{on})	100	μ s
Relação entre o tempo de pulso e o tempo total (t_{off})	50	%
Tempo de erosão	5	s
Afastamento periódico da ferramenta	1	mm
Intervalo entre erosão e afastamento	0	s

Através de preparação metalográfica, revelaram-se as microestruturas na seção transversal das amostras e as mesmas foram analisadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As espessuras das camadas foram medidas em microscópio ótico. Foram efetuadas 30 medições em cada camada das amostras NDE com concentração de ureia de 1, 5 e 10 g/l.

A presença de nitretos foi avaliada por difração de raios-x (DRX). As especificações técnicas do difratômetro e os parâmetros de varredura utilizados nas medições estão descritos na Tabela 2.

Tabela 2. Especificações técnicas e parâmetros usados na difração de raios-x

Parâmetro		Unidade
Radiação	Cu-K α	
Voltagem do tubo	40	kV
Corrente	30	mA
Modo de varredura	Tempo fixo	
Espaçamento	0,02°	
Velocidade de varredura	2,00	graus/minuto
Ângulo inicial (2 θ)	30°	
Ângulo final (2 θ)	80°	

As propriedades mecânicas foram determinadas por ensaios de microdureza Vickers, com carga de 10 gf, com tempo de aplicação de 10 s. Foram realizados 20 ensaios de microdureza Vickers, com carga de 10 gf e tempo de aplicação de 10 s, para a matriz e para cada camada formada.

A condutividade elétrica dos fluidos dielétricos foi monitorada através de um condutímetro portátil com resolução de 0 a 1999 μ S/cm e precisão de \pm 2%.

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

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As descargas elétricas aplicadas na superfície de amostras de aço AISI 4140, com fluido dielétrico com teor de ureia de 1, 5 e 10 g/l, produziram as imagens de MEV, mostradas na Figura 3.

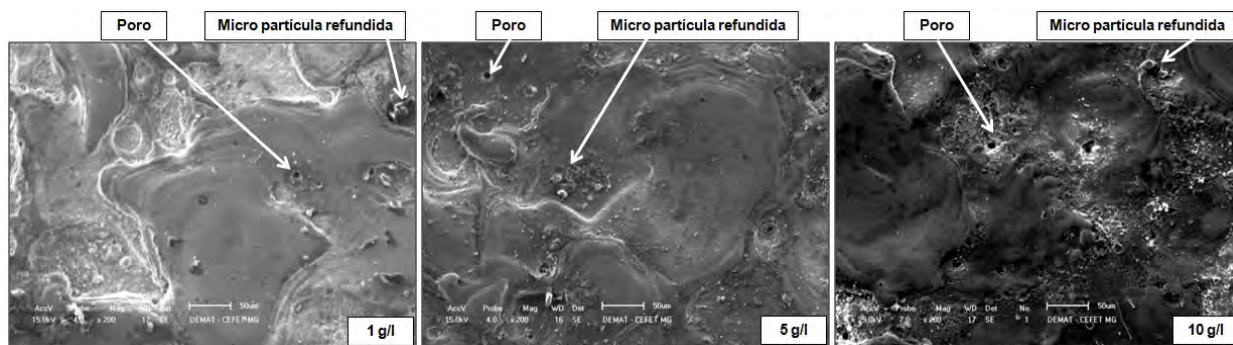


Figura 3. Imagens de MEV das superfícies das amostras de aço AISI 4140, NDE com fluidos dielétricos com teor de ureia de 1, 5 e 10 g/l.

A morfologia é típica de superfícies produzidas por EDM, com a presença de crateras, poros e micro partículas refundidas na superfície. Contudo, pequenas diferenças são observadas entre elas, provavelmente devido às alterações da termodinâmica do canal de plasma, provocada pelas diferentes concentrações de ureia no fluido dielétrico. A adição de ureia provoca perdas de rigidez do fluido, como mostra a Tabela 3. Além disso, o nitrogênio introduzido no canal de plasma provoca perturbações na formação do mesmo, como mostra a Figura 4. A sequência corresponde às fotos adquiridas em um ciclo de descargas elétricas em meio à água deionizada e solução de água deionizada e ureia na concentração de 10 g/l.

Tabela 3. Condutividade elétrica dos fluidos dielétricos com diferentes teores de ureia.

Fluido dielétrico	Condutividade elétrica média ($\mu\text{S/cm}$)
Água deionizada	4
Solução de água deionizada e ureia com 1 g/l	79
Solução de água deionizada e ureia com 5 g/l	457
Solução de água deionizada e ureia com 10 g/l	1455
Solução de água deionizada e ureia com 12,5 g/l	1570

Observa-se que, com o aumento da quantidade de ureia, aumenta a condutividade elétrica do fluido dielétrico. O aumento da quantidade de ureia, além das 10g/l, não permite a formação de um canal de plasma. A resistividade elétrica da água é abaixada a níveis que não possibilitam a ocorrência de descarga elétrica.

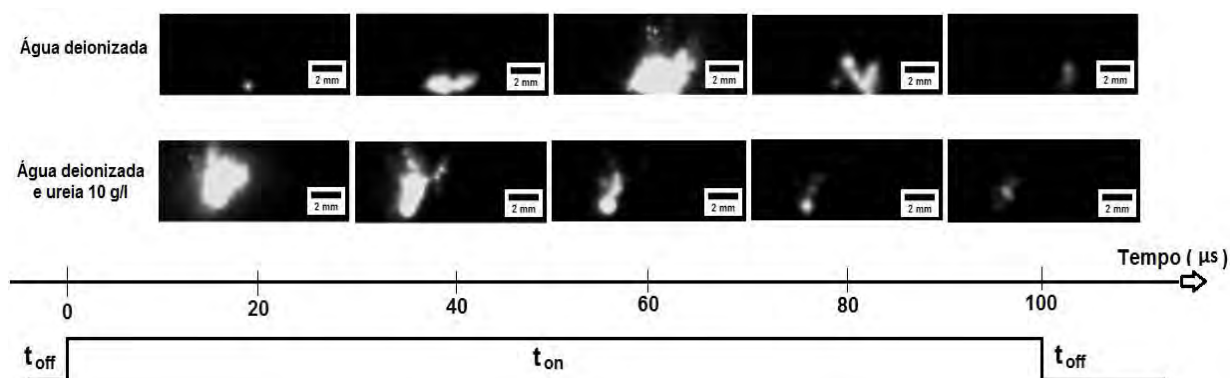


Figura 4. Imagens das perturbações no canal de plasma provocadas pelo nitrogênio.

A sequência de fotos adquiridas em meio à água deionizada mostra que há crescimento da descarga até o meio do pulso e logo a seguir, o tamanho decresce gradativamente até se extinguirem. Com a inserção de ureia, ocorre um descompasso na formação do canal de plasma. A posição em 20 μs equivale à posição 60 μs da sequência com água. Nessa condição a água se torna mais condutora, o que retarda a formação do canal de plasma.

A Figura 5 exibe micrografias das seções transversais das amostras de aço AISI 4140, NDE, usinadas com solução de água deionizada e ureia nas concentrações de 1, 5 e 10 g/l, como fluido dielétrico.

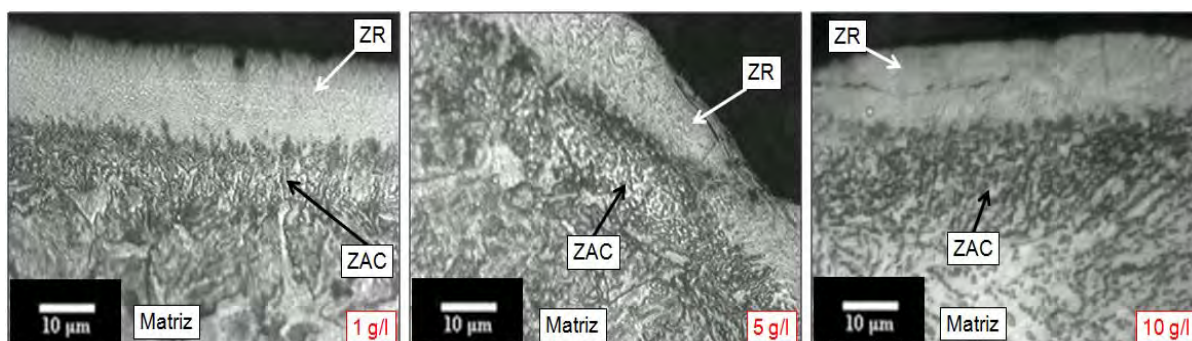


Figura 5. Imagens de microscopia ótica das seções transversais das amostras de aço AISI 4140, NDE, com fluidos dielétricos nas concentrações de 1, 5 e 10 g/l. Nital 2 %.

Nota-se nas micrografias da Figura 5, formação de zona refundida (ZR) e, logo abaixo dessa camada, a zona afetada pelo calor (ZAC), com pequenas alterações microestruturais, de cor ligeiramente mais escura que a matriz, como uma sombra, podendo ser devido aos nitretos introduzidos no material. Os resultados médios com os respectivos desvios padrão obtidos através das micrografias de 30 medições das espessuras das ZAC e ZR são mostrados na Figura 6. O intervalo de confiança foi de 95 % e os resultados são mostrados na Tabela 5.

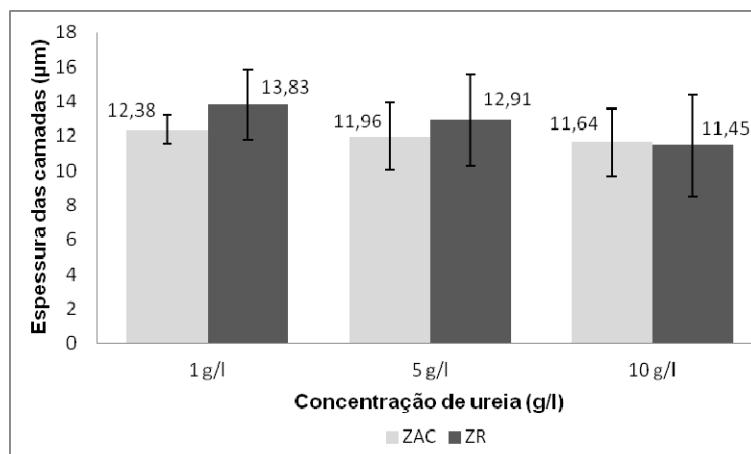


Figura 5. Espessuras da zona refundida e camada intermediária em μm.

Tabela 5. Intervalos de confiança para as espessuras das camadas (μm)

Concentração	ZAC	ZR
1 g/l	10,77 a 13,98	9,83 a 17,82
5 g/l	8,13 a 15,78	7,69 a 18,12
10 g/l	7,76 a 15,48	5,68 a 17,21

Observam-se pequenas alterações na média dos resultados das espessuras de camadas, ZR e ZAC, das três concentrações analisadas. Esse fato pode estar relacionado a uma máxima quantidade de nitrogênio ionizado, presente no canal de plasma além das poucas alterações da energia gerada pelas descargas elétricas. As maiores dispersões são na média das espessuras da ZR. Esses resultados são típicos em peças de aço usinadas por EDM.

Os resultados da espessura da zona refundida e camada intermediária apresentados na Figura 5 estão diferentes dos obtidos por Camargo et al.⁽⁶⁾ na liga Ti₆Al₄V, usinada por EDM, utilizando água deionizada e ureia como fluido dielétrico, provavelmente por ser um material com propriedades físicas diferentes.

As profundidades alcançadas são compatíveis com as obtidas nos processos de nitretação iônica convencional, encontradas por Goulart-Santos.⁽⁸⁾ É a explicação mais plausível para a formação da camada enriquecida com nitrogênio. No caso da zona refundida, a hipótese de uma parte do nitrogênio ficar aprisionado na poça de fusão foi confirmada no trabalho de Santos⁽¹⁾ através de técnica de fatiamento da camada seguida de difração de raios-X de baixo ângulo e análise de espectroscopia por descarga luminescente GDOES (*Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy*).

Os resultados médios com os respectivos desvios padrão obtidos de microdureza Vickers, 20 indentações em cada região da amostra, carga de 10 gf, 10 segundos, são mostrados na Figura 6. O intervalo de confiança foi de 80 % e os resultados são mostrados na Tabela 6.

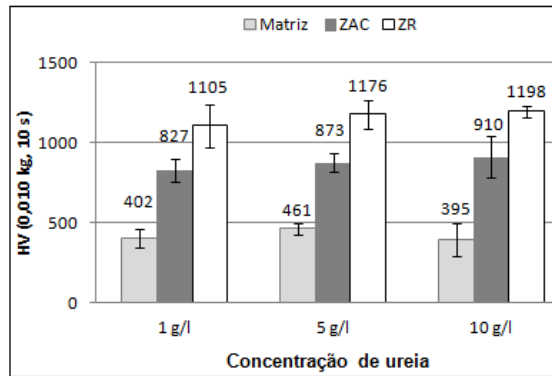


Figura 6. Microdureza Vickers do aço AISI 4140, NDE, com diferentes concentrações de ureia.

Tabela 6. Intervalos de confiança para as microdurezas Vickers das camadas.

Concentração	Matriz	ZAC	ZR
1 g/l	325 a 478	728 a 926	930 a 1279
5 g/l	416 a 505	795 a 950	1059 a 1292
10 g/l	263 a 527	738 a 1081	1150 a 1245

Percebe-se que os valores da microdureza da ZR, na média, não apresentam grandes alterações e a microdureza da ZAC é de aproximadamente duas vezes maior que da matriz nas três condições analisadas. Esse ganho em dureza nas duas regiões pode ser devido ao efeito de têmpera provocada pelo aquecimento, gerado pelas descargas elétricas, seguido de resfriamento brusco na água deionizada. Em estudos recentes, Santos⁽¹⁾ explica que o endurecimento da ZAC e ZR também acontece em decorrência dos nitretos incorporados na superfície. Ao eliminar o efeito de têmpera verificou que, de fato houve uma contribuição de nitretos para o aumento da dureza. No caso da liga Ti₆Al₄V, investigada por Camargo et al.⁽⁶⁾ a camada mais dura foi a intermediária, entre a matriz e a zona refundida. O fato do amolecimento da zona refundida gerada pode ser devido à porosidade.

Os difratogramas de raios-x mostrados na Figura 7 revelam a presença de nitretos de ferro FeN e ε-Fe₂₋₃N nas três condições avaliadas.

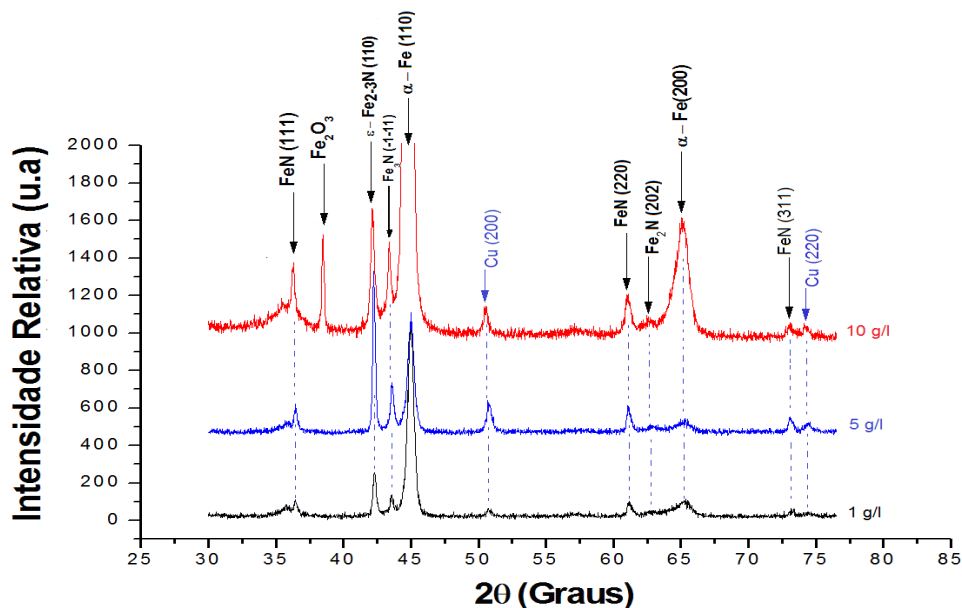


Figura 7. Presença de nitretos de ferro em aço AISI 4140, NDE, com diferentes concentrações de ureia no fluido dielétrico.

Alguns picos referentes aos nitretos, observados no difratograma, coincidem com os encontrados por Goulart-Santos⁽⁸⁾ em seu trabalho de pesquisa. No entanto, o deslocamento na direção de parâmetros de rede pode ser atribuído à saturação pelos átomos de nitrogênio introduzidos durante o processo EDM. Os três difratogramas apresentam picos de cobre, provavelmente em decorrência do eletrodo ferramenta utilizado. O difratograma da amostra NDE com teor de ureia de 10 g/l apresenta também um pico de óxido de ferro, Fe_2O_3 , devido possivelmente ao aquecimento e posterior resfriamento provocado pela água deionizada. Os resultados do desempenho da TRM do processo NDE, com variação da concentração de ureia no fluido dielétrico são mostrados na Figura 8.

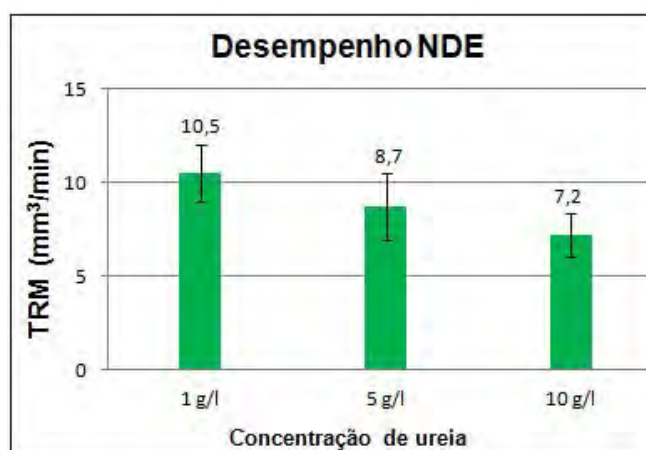


Figura 8. Comparação entre TRM do processo NDE com variação da concentração de ureia no fluido dielétrico.

Verifica-se que, na concentração de 1 g/l, a TRM foi a que apresentou o maior resultado. Os menores valores de TRM foram com concentração de ureia de 10 g/l. Esse fato ocorreu pelo aumento da condutividade provocada pela maior quantidade de ureia diluída na água deionizada.

4 CONCLUSÕES

A utilização de concentrações de 1, 5 e 10 g/l de ureia diluída em água deionizada como fluido dielétrico em processos de usinagem por descargas elétricas (EDM) permitiu a obtenção de camadas nitretadas em amostras de aço AISI 4140.

A morfologia da superfície é ligeiramente modificada com a adição de ureia à água deionizada.

Houve pouca influência da variação da concentração de ureia na espessura das camadas nitretadas.

Os nitretos formados são, principalmente, de ferro tipo FeN e ϵ - $Fe_{2-3}N$ nas amostras NDE, com fluidos dielétricos com concentrações de ureia de 1, 5 e 10 g/l.

A ZAC e a ZR adquiriram microdurezas maiores que da matriz em todas as amostras de aço AISI 4140 NDE. No entanto, as diferentes concentrações de ureia no fluido dielétrico não foram capazes de alterar significativamente as microdurezas dessas camadas nitretadas.

As menores concentrações de ureia proporcionaram menores valores de condutividade elétrica e conseqüentemente maiores TRM no processo EDM.

Agradecimentos

À Fapemig, pela liberação de recursos do projeto TEC APQ 01481/09. À Capes pelo auxílio financeiro aos pesquisadores Rogério Felício dos Santos e Ernane Rodrigues da Silva.

REFERÊNCIAS

- 1 SANTOS, R. F. Nitretação por EDM do aço AISI 4140. 2013. 134f. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.
- 2 MCGEOUGH, J. A. Advanced Methods of Machining. London: Chapman and Hall, 1988. p. 128-152.
- 3 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, 3675-3687, 2009.
- 4 SUN, T., BELL, T. Plasma surface engineering of low alloy steel. Materials Science and Engineering. V. 140, p. 419-434. 1991.
- 5 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, 194-200, 2005.
- 6 CAMARGO, B. C., COSTA, H. L., RASLAN, A. A. Endurecimento superficial de uma liga Ti₆Al₄V por meio de usinagem por descargas elétricas. V COBEF Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Belo Horizonte, MG, 2009.
- 7 SILVA, E. R. Otimização e Avaliação dos Parâmetros de Influência do Processo AJEDM. 2012. 125f. Tese (Doutorado), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, MG.
- 8 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. 121f. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG.