

Avaliação da resistência ao desgaste abrasivo do aço AISI H13 nitretado pelo processo de descargas elétricas (NDE).

Carlos Eduardo dos Santos, carloseduardo@deii.cefetmg.br¹

Ernane Rodrigues da Silva, ernanerodrigues@gmail.com²

Marcelo Araújo Câmara, marcelocamara@demec.ufmg.br³

^{1,2}Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG – Avenida Amazonas, 5253 – Nova Suíça – Belo Horizonte – MG – CEP. 30480-000

³Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG – Avenida Presidente Antônio Carlos, 6627 – Pampulha - Belo Horizonte – MG – CEP. 31270-901

Resumo: A nitretação é um processo de tratamento termoquímico que utiliza diversas técnicas, dentre elas a nitretação a plasma e a iônica, formando nitretos que melhoram a resistência mecânica de dureza e desgaste por abrasão do material. Durante o processo de usinagem por descargas elétricas (EDM), utilizando água deionizada como fluido dielétrico em solução contendo ureia, foi possível fazer a nitretação por descargas elétricas (NDE), implantando o nitrogênio desprendido da solução por meio do canal de plasma formado, com pulsos de 1s de centelhamento e corrente fixa de 20 amper. As amostras de aço AISI H13 normalizado torneadas com diâmetro de 19 mm foram submetidas ao processo NDE durante 5 minutos, gerando uma cavidade de 16 mm por meio do eletrodo de cobre eletrolítico, e solução dielétrica em H₂O com 10 g/l de fertilizante contendo 45% de ureia granulada, após a diluição a condutividade elétrica da solução ficou entre 15 a 30 μ S/cm. Os testes foram realizados em uma máquina de eletroerosão por penetração adaptando uma cuba de aço inoxidável 304 com bomba submersa para recirculação do fluido, com intuito de manter a concentração da solução e lavar a formação de carvão durante a usinagem por descargas elétricas. As amostras eram pesadas em uma balança de precisão antes e após o ensaio para cálculo da taxa de remoção de material, comparando a eficiência em relação ao processo convencional com fluido dielétrico à base de hidrocarbonetos. Após os ensaios de EDM, amostras de aço AISI H13 normalizado sem adição de ureia, amostras nitretadas por NDE e amostras que foram nitretadas a plasma em câmaras de vácuo tradicional foram submetidas ao ensaio de desgaste por deslizamento em um tribômetro, utilizando a técnica de pino sob disco, avaliando a taxa de desgaste por deslizamento durante 1000 m de distância percorrida com carga normal de 15 N e contra corpo esférico de WC/Co com diâmetro de 6 mm. Para caracterização das imagens a técnica de microscopia eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada finalizando com a geração do perfil de dureza das amostras por ensaios de microdureza. A técnica NDE reduz o custo final do produto por ocorrer simultaneamente ao processo de usinagem por descargas elétricas, e mostrou-se competitiva em comparação ao processo de nitretação tradicional apesar de menor dureza, porém com grande vantagem na resistência ao desgaste abrasivo em relação ao mesmo material normalizado sem adicionar ureia na água deionizada durante a usinagem.

Palavras-chave: Nitretação, Desgaste abrasivo, Ureia

1. INTRODUÇÃO

O aumento da dureza em superfície que atritam por deslizamento é fundamental para alcançar maiores rendimentos na vida útil do componente, havendo diversos métodos para alcançar este objetivo, dentre os quais a implantação iônica que é um processo pelo qual um elemento pode ser injetado em qualquer substrato usando-se um feixe de íons deste elemento. As energias típicas utilizadas estão na faixa de 10 keV a vários MeV. Os íons injetados distribuem-se com uma profundidade que depende da energia carregada pela partícula, ângulo de incidência na peça e da composição química do substrato que pode ou não facilitar a combinação para formação de nitretos.

Segundo Assmann (2011), a implantação de íons requer que eles tenham energia suficiente para penetrar na rede cristalina em profundidades suficientes para serem retidos no substrato. Os átomos do elemento a ser implantado são ionizados e então acelerados com energia suficientes para a implantação. Uma das técnicas adotadas é a utilização do canal de plasma para implantação iônica, os íons formados são acelerados para a superfície da peça pelo canal,

colidindo com alta energia para realizar a implantação e também para produzir, além do aquecimento e defeitos na rede cristalina, remoção de átomos da sua superfície (*Sputtering*) (DONG, 2010).

O processo de NDE (nitretação por descargas elétricas) propõe a adição de nitrogênio na superfície de materiais metálicos pelo método de implantação iônica utilizando o canal de plasma formado durante a abertura do arco elétrico de uma máquina de EDM (usinagem por descargas elétricas) (RASLAN, 2012).

Este processo altera a estrutura da camada superficial aumentando sua dureza e consequentemente suas propriedades tribológicas, mas devido ao bombardeamento dos íons, a rugosidade do processo fica comprometida, sendo a superfície a região principal de alteração, onde a camada implantada é na ordem de $15\mu\text{m}$ (SANTOS, 2015).

Para Duarte (2014), a superfície é uma região que merece a atenção de engenheiros e cientistas de materiais, uma vez que, é na superfície onde inicia a maioria dos processos de falha. Existem dois objetivos comuns no uso da engenharia de superfície para aplicações tribológicas, para aumentar a resistência ao desgaste do material de superfície, e para modificar o seu comportamento de atrito (HUTCHINGS, 1992).

Atrito ou fricção é definido como a resistência ao movimento relativo entre dois corpos em contato (ZUM GAHR, 1987; BHUSHAN et al. 1991; RABINOWICZ, 1995), sendo oposto a força tangencial e influenciado pelo coeficiente do par tribológico, que pode variar em função das partículas arrancadas do material onde atua como um terceiro corpo no atrito, segundo Larsen Basse (1992) as partículas podem agir como garras e deformar plasticamente as superfícies dos materiais. Todo material apresenta uma camada de óxido que segundo Rabinowicz (1995) poderá em alguns casos atuar como um filme lubrificante reduzindo o atrito e o desgaste.

O desgaste varia com os mecanismos do tribosistema, sendo o objetivo deste trabalho avaliar as propriedades tribológicas do aço AISI H13 nitretado por NDE e submetido ao ensaio de pino sob disco para verificar a resistência ao desgaste por abrasão que ocorre quando dois corpos em contato ao deslizarem provocam trihas (sulcos) na superfície. O material destas trilhas é deslocado na forma de partículas de desgaste e em geral são perdas (RABINOWICZ, 1995).

2. METODOLOGIA

O trabalho foi realizado em uma máquina de EDM por penetração, modelo *Servpack* EDM 540NC, acoplado com uma cuba auxiliar em aço inoxidável 304 e sistema de circulação do fluido, conforme ilustrado na Fig. (1). Como fluido dielétrico foi utilizado água deionizada em solução com ureia, sendo a fonte de nitrogênio. A corrente elétrica de 20 Amperes, e concentração de ureia em 10 g/l, foi utilizado para o processo de nitretação NDE, com volume de solução na cuba de 30 litros para garantir a submersão da amostra. Em todos os ensaios foi garantida a concentração da solução, além da limpeza do eletrodo e peça sob circulação do fluido a uma pressão de 0,5 bar, evitando interrupção do canal de plasma por óxidos formados durante as descargas elétricas.



Figura 1: Máquina de EDM acoplada ao sistema de NDE.

Para a usinagem com melhor eficiência utilizou-se o eletrodo com polaridade positiva, permitindo uma melhora na remoção de material e boa condição para abertura do arco elétrico. A tensão de ionização na formação do canal de plasma foi mantida constante em 150 v. O tempo de duração do pulso de 100 microsegundos e *Duty cycle* (DT) de 50%, que está relacionado com o tempo total do pulso. A corrente de descarga foi 20 Amperes, mantendo todos os demais parâmetros constantes. O *Gap* e a sensibilidade foram ajustados de forma a garantir os valores de corrente constante durante o processo em cada amostra.

Como fonte de nitrogênio, foi diluído em água deionizada ureia granulada com 45% de concentração do elemento N. A deionização da água foi realizada a partir de um deionizador com filtros de resinas catadiônicas, reduzindo a condutividade elétrica da água de 40 para $3\mu\text{S/cm}$, mensurando por meio do condutivímetro portátil com faixa de

medição de 0 a 1999 $\mu\text{S}/\text{cm}$ e incerteza de $\pm 2\%$. Durante o processo de usinagem das amostras a condutividade da solução permaneceu com valor médio de 27 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

2.1. Ensaio de deslizamento (Pino sobre disco)

As amostras em aço AISI H13 com diâmetro de 14 mm e comprimento de 12 mm foram usinadas em um torno CNC, após a usinagem por meio da EDM incluindo o processo NDE, realizou-se o ensaio de desgaste por deslizamento em um tribômetro de pino sobre disco, sendo o contra corpo uma esfera de Metal duro.

Para os ensaios foram utilizados os seguintes parâmetros:

- Esferas de WC/Co com diâmetro de 6 mm;
- Carga normal de 15 N;
- Velocidade tangencial de 12 m/min;
- Velocidade de rotação de 382 rpm;
- Raio da trilha de 5 mm;
- Temperatura ambiente entre 18 a 20°C.

As amostras foram separadas em grupo conforme a Tab. 1, antes e após o ensaio mensurou-se a massa de cada amostra em uma balança com resolução de 0,0001g para cálculo do volume de desgaste. A referência para esta análise baseou-se na Norma ASTM G99 – 05.

Tabela 1. Grupo de amostras distribuído no ensaio de desgaste por deslizamento.

Distância percorrida	G1 -Nitretada a plasma	G2 -NDE	G3 -Normalizada
Distância percorrida (m)	1000	50,75,100,200 e 1000	1000

O objetivo da varredura de várias distâncias deslizadas na amostra nitretada por NDE foi de conhecer o comportamento da evolução do desgaste, e comparar a sua resistência a abrasão após deslizar 1000 m com as amostras nitretadas pelo processo convencional com câmara a vácuo e com aço AISI H13 sem tratamento de superfície na condição de normalizado.

Uma parte das amostras foram seccionadas expondo a seção transversal e embutidas a quente com resina específica para preservação de bordas, realizando o polimento para análise da microdureza na região da camada nitretada. Caracterizaram-se todas as amostras pela microscopia eletrônica de varredura (MEV) para obtenção das imagens da trilha de desgaste e formação das camadas na ZR (zona refundida) e nitretada.

3. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Os ensaios de desgaste por deslizamento resultaram em gráficos de distância percorrida x coeficiente de atrito. Para melhor visualização dos gráficos foi utilizado um filtro 20, que trabalha com a média de 20 pontos mais próximos resumindo a um ponto, sem perder o efeito de tendência e as informações do coeficiente de atrito gerado.

Por meio das curvas de coeficiente de atrito em função da distância, é possível verificar as diferenças presentes no comportamento do atrito, durante os estágios de deslizamento em cada tipo de amostra. Por meio destes estágios de deslizamento é possível determinar a região de acomodação de material (*“running-in”*) e o período estacionário, onde o coeficiente de atrito mantém constante.

A Norma ASTM G99 – 05 determina que para realização do ensaio de desgaste, a Rugosidade (R_a) dos corpos de teste não deve ser superior a 0.8 μm , porém a textura do processo de EDM na condição de 20 A, ultrapassa este valor. Para evidenciar a correlação entre as amostras, uma vez que somente as pertencentes ao processo de NDE possuía esta textura, as demais amostras foram submetidas ao processo de EDM, utilizando o fluido dielétrico a base de hidrocarbonetos sem adição de ureia e um tempo de exposição de 30 s para não comprometer a microestrutura dos materiais. Após a texturização por EDM, as amostras foram lixadas por igual com granulometria de 220 mesh para minimizar os picos e manter um padrão médio de rugosidade.

A Figura 2 ilustra a camada referente a ZR parcialmente removida com o polimento, para evitar interferência durante o ensaio de deslizamento. Esta camada é frágil e desprendida facilmente da superfície, possui espessura média de 10 μm após término do processo de NDE.

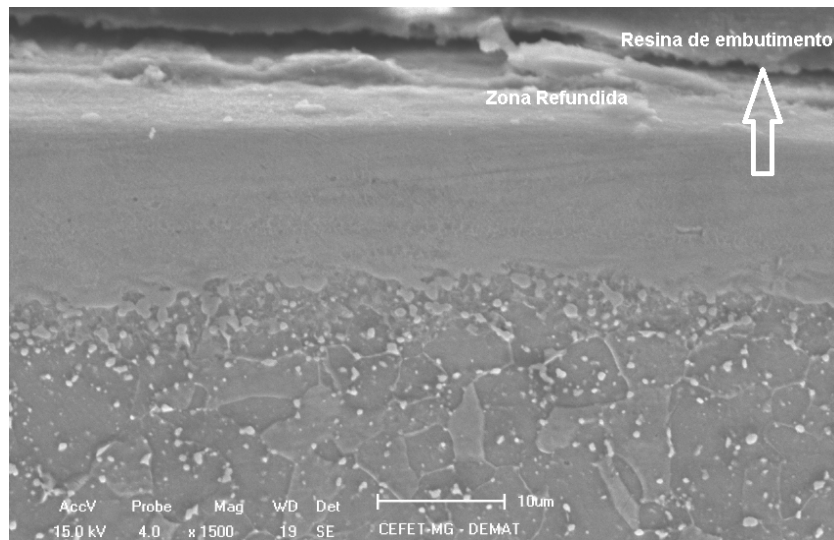


Figura 2: Seção transversal da amostra nitretada por EDM com corrente de 20 A.

A microdureza das amostras conforme ilustrado na Fig. 3, demonstra que houve incremento de dureza na região 2, sendo que a camada nitretada, alcançou valores superiores a 56% em relação a Matriz. A Região 1 é uma região conhecida como Zona Refundida (ZR), podendo obter óxidos em sua resolidificação durante o processo de EDM.

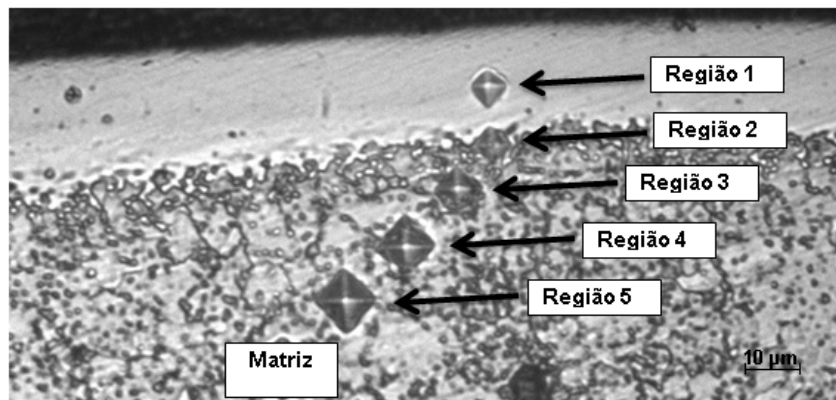


Figura 3: Perfil de microdureza Vickers da seção transversal.

O ensaio de microdureza comparativo entre as amostras dos grupos G1, G2 e G3 apresentou diferenças significativas, que justificam o resultado esperado pelo ensaio de desgaste, sendo que as amostras do G1 - nitretação a plasma apresentou resultados médio de dureza 76% maior que o processo G2-NDE, considerando a região 2 de todas amostras conforme a Fig. (3). A microdureza das amostras G3- AISI H13 normalizado é de 176 Hv, que representa 46% do valor de dureza em relação ao processo NDE. A Figura 4 por meio do gráfico apresenta o valor de dureza das amostras.

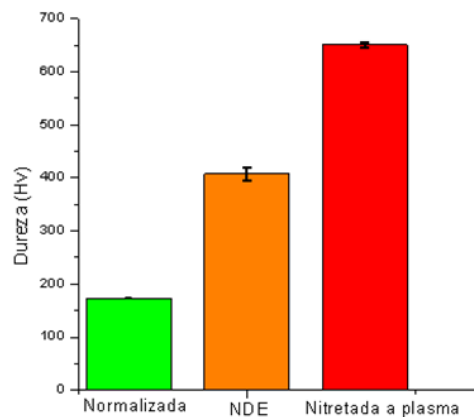


Figura 4: Valor de dureza comparativo.

O ensaio de deslizamento das amostras G2 e G3 para levantamento do coeficiente de atrito e taxa de desgaste realizado no tribômetro, gerou uma curva ilustrada pela Fig. (5). Nota-se que entre os 50 a 120 m deslizado ocorre o estágio onde a curva sofre a maior inclinação, podendo atribuir a passagem da camada oxidada para a região nitretada do material, sendo esta a região de acomodação, que é perceptível nas amostras do G2, porém com menor intensidade. Após 150 m deslizados, valor o coeficiente de atrito cinético das curvas G2 e G3 invertem, isto se deve a fragilidade da zona refundida (ZR) gerada durante o processo NDE que não foi totalmente removida durante o polimento, desprendendo debris, que segundo Santos (2014), funcionam como partículas que dificultam o deslizamento interferindo no efeito tribológico.

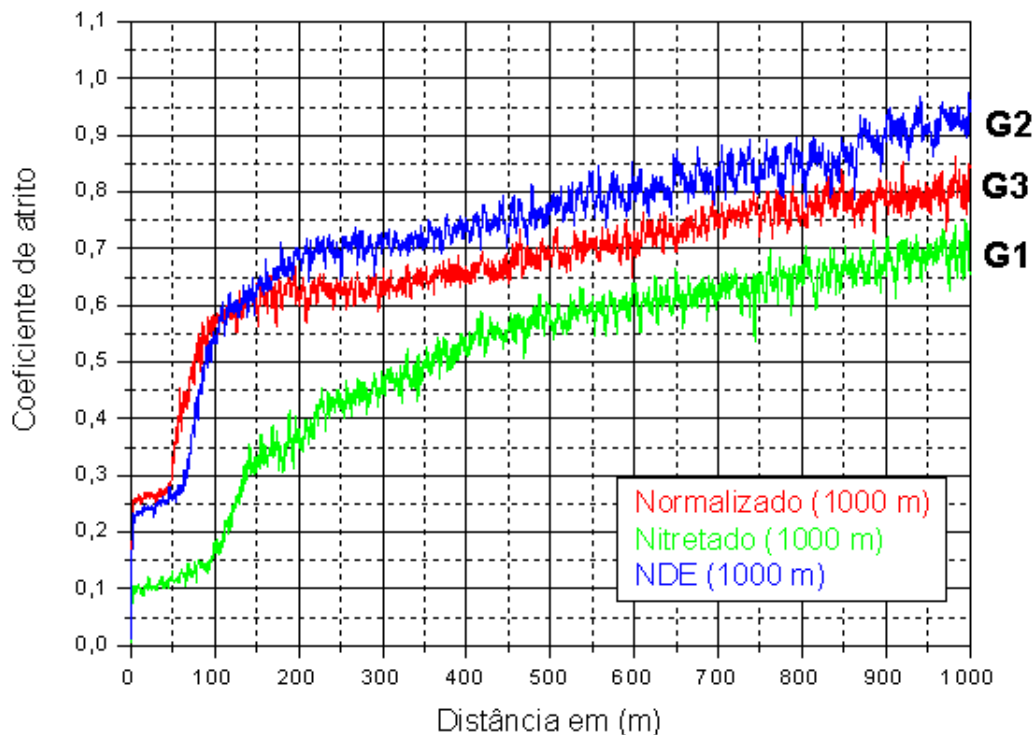


Figura 5: Curvas de coeficiente de atrito durante os 1000 m deslizados contra esfera de Metal duro.

Estes debris apresentados na Fig. (6) podem funcionar também como partículas de desgaste abrasivo, desenvolvendo deformações que evidencia a ocorrência deste mecanismo de desgaste, conforme a descreve (HUTCHINGS, 1992).

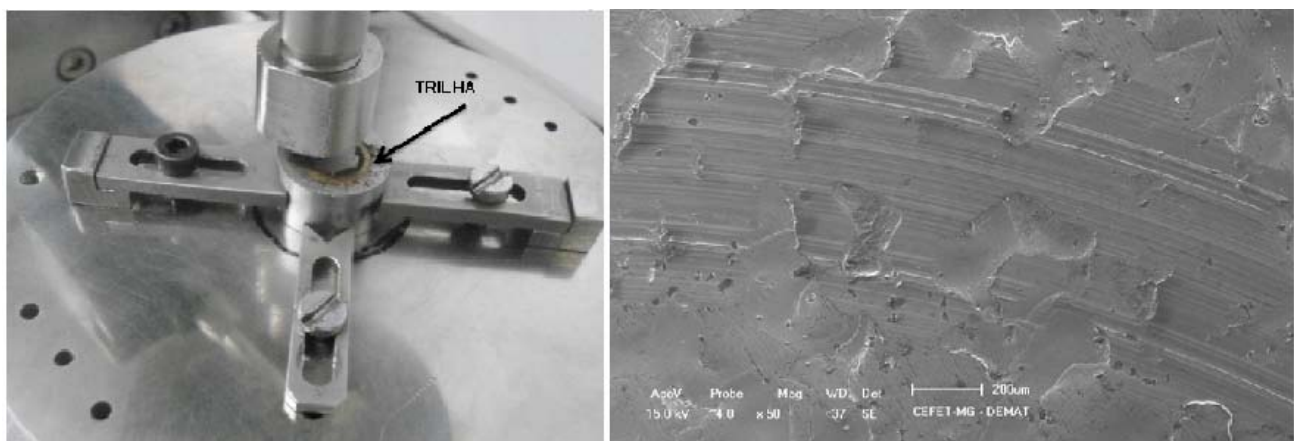


Figura 6: Trilha com desgaste abrasivo observado na caracterização por Microscopia Eletrônica de Varredura.

As amostras do grupo G1 e G2 também apresentaram desgaste abrasivo por meio dos riscos de microcorte, porém de menor intensidade comparado as amostras do G1, que é possível justificar em função da elevação da dureza nas camadas nitretada com a possível formação de nitretos de ferro, que funcionam como redutor de desgaste abrasivo. A Figura 7 ilustra a imagem de MEV na amostra G1 nitretada a plasma convencional. Verifica-se a região da trilha e a

presença de microcortes. A amostra nitretada a plasma possui um menor coeficiente de atrito. Diversos autores dentre eles Rabinowicz, (1995), justificam que a materiais de elevada dureza diminuir o coeficiente de atrito durante deslizamento, sendo a dureza da esfera de 1500 HV e 650 HV da amostra do G1- nitretada a plasma.

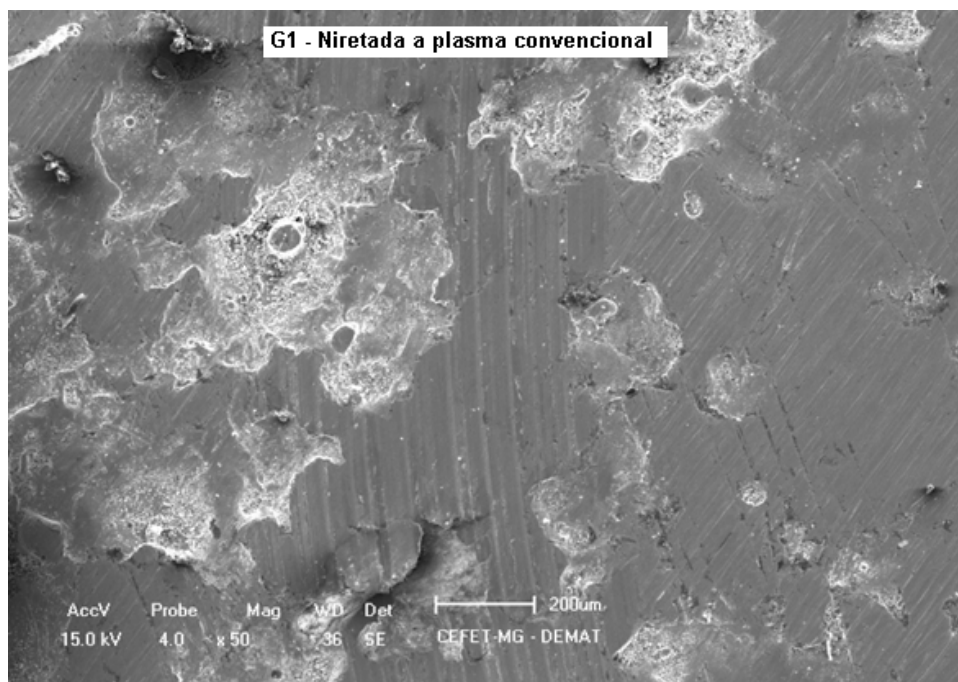


Figura 7: Trilha com desgaste abrasivo da amostra (G1 - nitretada a plasma convencional).

Na amostra G2 ilustrada na Fig. (8), não foi possível evidenciar a formação da trilha gerada, porém as orientações dos riscos em raio foram a condição para definir a região da trilha. Nota-se o mecanismo de desgaste abrasivo, com risco e debris espalhados pela amostra. Materiais com durezas diferentes em contato e com movimentos relativos podem provocar trihas (sulcos) em uma das superfícies, geralmente a de menor dureza. O material destas trilhas é deslocado na forma de partículas de desgaste que em geral são perdidas (RABINOWICZ, 1995).

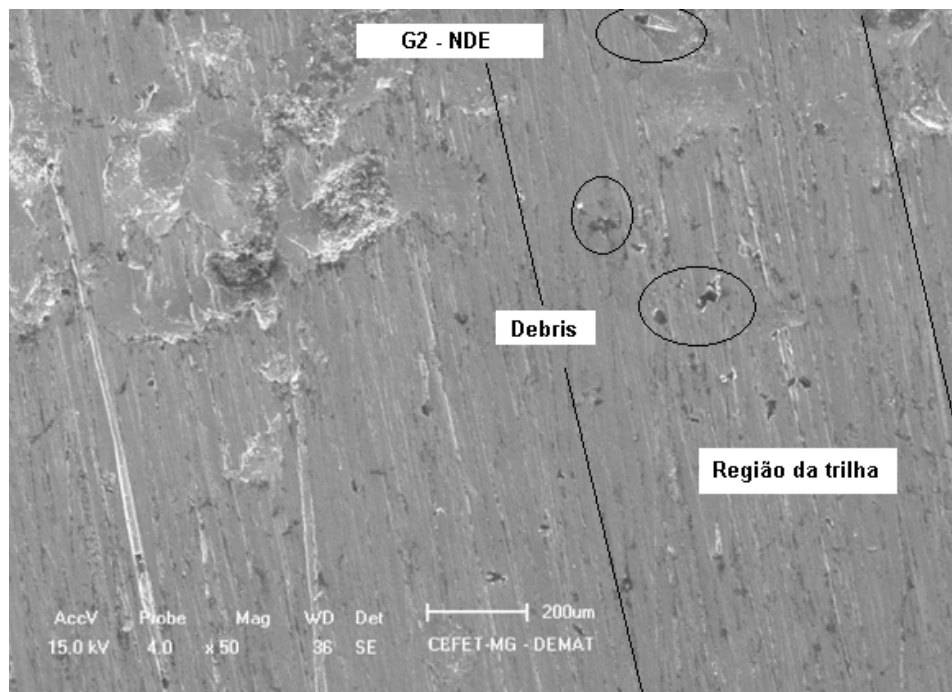


Figura 8: Trilha com desgaste abrasivo da amostra (G2 – NDE).

3.1. Taxa de desgaste no ensaio de deslizamento

Considerando que Eq. (1) realiza a conversão de perda de massa para volume, elaborou-se o gráfico apresentado na Fig. (9) a partir das medições antes e após o ensaio de todos os grupos de amostras, os resultados referem à diferença entre os volumes inicial e final.

$$v(mm^3) = \frac{m}{\delta} \times 1000 \quad (1)$$

Onde:

$m = massa(g)$

$\delta = Densidade(\frac{g}{cm^3})$

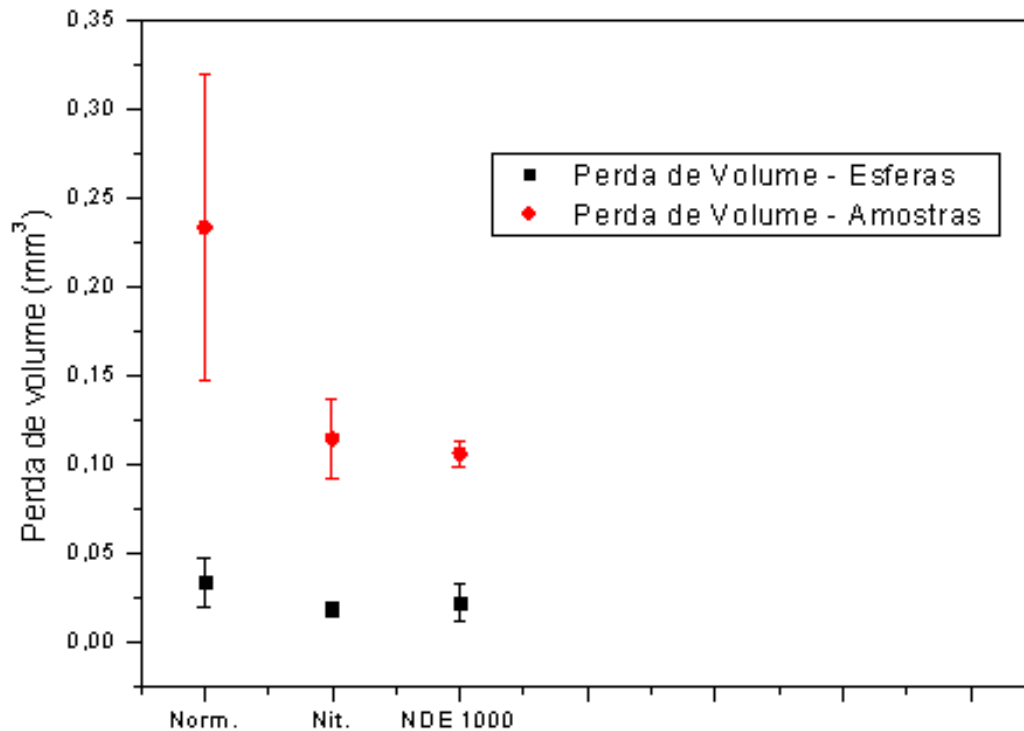


Figura 9: Perda de massa das amostras G1,G2 e G3.

O aço AISI H13 normalizado obteve a maior perda de volume entre as amostras, sendo composto pela matriz de menor dureza, porém o contra corpo também obteve o maior desgaste. Por não apresentar trilhas evidentes de desgaste abrasivo nesta amostra, pode atribuir o que menciona Bowden (2001), o fato de que em junções mais resistentes do que ambos os metais em contato, o cisalhamento ocorrerá dentro do material de baixa dureza, mas pode ocorrer, em uma menor percentagem, dentro do material de dureza mais elevada. Nesta situação, ocorre uma considerável remoção de material da superfície de menor dureza e uma pequena remoção de material na superfície mais dura.

Observa-se que a perda de massa por desgaste para as amostras nitretada e NDE apresentaram valores 2 vezes menor que para a amostra AISI H13 normalizada. É razoável supor que o ganho em desempenho destas amostras pode ser associado à formação de nitretos de ferro e consequentemente elevação da dureza nesta camada.

A amostra nitretada a plasma e por NDE tiveram comportamentos semelhantes, na resistência ao deslizamento. A dureza da amostra NDE em média é 30% mais baixa que a amostra nitretada a plasma convencional, permitindo concluir que a dureza não é a única variável para minimizar o desgaste, sendo que a perda volumétrica foi de 0,024 mm³ na amostra nitretada a plasma e 0,026 mm³ na amostra NDE, justificando boa aplicabilidade do processo quando submetido ao deslizamento, uma vez que o processo é integrado a usinagem da peça, reduzindo custo e tempo de produção.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem generosamente ao CEFET MG, pela disponibilidade dos laboratórios do DEMAT necessários para realização deste trabalho. A UFMG pela abertura do Laboratório de Desgaste e Tribologia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. A PUC Minas pelos recursos técnicos concedidos e a Fundação de Amparo a Pesquisa de Minas Gerais – FAPEMIG.

5. REFERÊNCIAS

- ASSMANN, A. **Aço duplex LDX 2101 submetido a nitretação por implantação iônica, implantação iônica por imersão em plasma e descarga luminosa: propriedades mecânicas e luminosas**. Dissertação (Mestrado em Física) Programa de Pós-Graduação em Ciências - Universidade Estadual de Ponta Grossa, 141f. 2011.
- ASTM G99-05 (2010). Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010.
- BOWDEN F. P., TABOR, D. **The Friction and Lubrification of Solids**, Oxford: Clarendon Press, 2001.
- DUARTE, M. C. S - **Transições no Regime de Desgaste por Deslizamento do Aço Inoxidável Austenítico AISI 316L Processado a Plasma**. 2014. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica). Belo Horizonte, 2014.
- DONG, H. S-phase Surface Engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr Alloys. **International Materials Reviews**, v. 55, n. 2, p. 65-98, 2010.
- HUTCHINGS, I. M. **Tribology - Friction and Wear of Engineering Materials**. 7th ed. London: Edward Arnold, 1992.
- LARSEN-BASSE, J. Introduction to friction. IN: COMMITTEE, A. I. H. **ASM HANDBOOK**. 1992.
- RABINOWICZ, E., **Friction and Wear of Materials**. 2 ed. Nova Iorque: John Wiley e Sons Inc. 315p. 1995.
- RASLAN, A. A.; SANTOS, R. F.; SILVA, E. R. FAPEMIG, Fundação de Amparo 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, C. E. **Influência da corrente elétrica no processo de Nitretação por descargas elétricas do aço AISI H13**. 2014. 97P. Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.
- SANTOS, C. E; SANTOS, R. F; SILVA, E. R. Avaliação da corrente elétrica no processo de nitretação por descargas elétricas no aço AISI H13. In **Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação 8º**. Piatã. Salvador, Maio, 2015.
- ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. New York: Elsevier, 1987.

6. RESPONSABILIDADE AUTURAL

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluídos neste trabalho.

EVALUATION OF THE RESISTANCE TO ABRASIVE WEAR OF STEEL AISI H13 NITRIDED BY THE PROCESS OF ELECTRICAL DISCHARGES (NDE)

Carlos Eduardo dos Santos, carloseduardo@deii.cefetmg.br¹

Ernane Rodrigues da Silva, ernanerodrigues@gmail.com²

Marcelo Araújo Câmara, marcelocamara@demec.ufmg.br³

^{1,2}Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG – Avenida Amazonas, 5253 – Nova Suiça – Belo Horizonte – MG – CEP. 30480-000

³Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG – Avenida Presidente Antônio Carlos, 6627 – Pampulha - Belo Horizonte – MG – CEP. 31270-901

Abstract. *The thermochemical treatment process that uses a variety of techniques, including the plasma nitriding and ion, forming nitrides which improve the mechanical resistance to abrasion and toughness of the material. During the process by electrical discharge machining (EDM) using deionized water in a solution of urea which is the function role of the dielectric fluid, it was possible to make the nitriding by electrical discharges (NDE), deploying unfastened nitrogen solution through the formed plasma channel, with pulse 1s arcing and current fixed 20 amperes. Steel AISI H13 samples normalized turned with 19 mm diameter were subjected to the process during NDE 5 minutes, generating a 16 mm cavity by means of electrolytic copper electrode, and dielectric solution in H₂O with 10 g/l of fertiliser containing 45% of urea granules, after dilution giving the electric conductivity of the solution was between 15 to 30 μ S/cm. The tests were performed in an EDM machine for penetration by adapting tank a 304 stainless steel with submerged pump for fluid recirculation, in order to maintain the concentration of the solution and wash the coal formation during machining by electrical discharges. The samples were weighed on a precision balance before and after the test to calculate the material removal rate, comparing the conventional process efficiency with hydrocarbon-based dielectric fluid. After the tests of EDM, AISI H13 normalized steel samples without addition of urea, nitretadas samples by NDE and samples that were nitretadas the plasma in vacuum chambers were submitted to traditional wear test by sliding in a tribômetro, using the technique of pin on disc, evaluating the sliding wear rate for 1000 m distance with normal load of 15 N and against spherical body of WC/Co with diameter of 6 mm. For characterization of the images the technique of scanning electron microscopy (MEV) was used ending with the generation of the hardness profile of samples for microhardness testing. NDE technique reduces the final cost of the product by occur simultaneously with the process of machining by electrical discharges, and proved to be competitive in comparison to traditional nitriding process in spite of lower hardness, however with great advantage on abrasive wear resistance compared to standard material without adding urea in deionized water during machining.*

Keywords: nitriding, abrasive wear, Urea