

CONEM 2016
CONGRESSO NACIONAL DE
ENGENHARIA MECÂNICA

21-25
AGOSTO DE 2016
FORTALEZA - CEARÁ

AVALIAÇÃO DA QUALIDADE DA UREIA NO PROCESSO DE NITRETAÇÃO POR DESCARGAS ELÉTRICAS DO AÇO AISI 4140

Isa Carla Nicesio, isanics@yahoo.com.br¹

Sinval Pedroso da Silva, sinvalpedroso@yahoo.com.br¹

Aderci de Freitas Filho, aderciff@gmail.com¹

Rogério Felício dos Santos, rogeriodemariana@yahoo.com.br¹

Ernane Rodrigues da Silva, ernanerodrigues@gmail.com¹

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG – Avenida Amazonas, 5253 – Nova Suíça – Belo Horizonte – MG – Cep. 30480-000.

Resumo: Ao longo do desenvolvimento do processo de nitretação por descargas elétricas (NDE) surgiram muitos questionamentos. Um deles é a influência da qualidade da ureia utilizada na solução aquosa do fluido dielétrico como fonte de nitrogênio para o processo de nitretação. Este trabalho objetiva avaliar a interferência da qualidade da ureia no processo de NDE de amostras em aço AISI 4140. Para tanto, foram utilizados três tipos de ureia: fertilizante, farmacológica e padrão analítico. A nitretação foi realizada em uma máquina de eletroerosão por penetração, usinando amostras mergulhadas em soluções aquosas de ureia na concentração de 20 gramas por litro, utilizando eletrodos de cobre e grafita. Observou-se a formação de duas camadas principais no processo: zona refundida (ZR) e zona afetada pelo calor (ZAC). A espessura destas camadas foi avaliada via microscopia óptica, sendo avaliada também a microdureza Vickers. Os resultados mostraram que a ZAC da ureia de melhor qualidade associada ao eletrodo de cobre propiciou a formação de uma camada com quase o dobro de espessura, se comparada aos experimentos que utilizaram ureia de qualidade inferior. Quando se empregou eletrodo de grafita não foi observada variação significativa na espessura da ZAC. Os valores de microdureza não sofreram variações significativas entre os três tipos de ureia.

Palavras-chave: Nitretação por descargas elétricas, qualidade da ureia, aço AISI 4140, camada nitretada, Usinagem por Descargas Elétricas.

1. INTRODUÇÃO

A nitretação do aço é uma técnica que permite a melhoria das características superficiais da liga, aumentando, em geral, a dureza e a resistência: à corrosão, à fadiga e ao desgaste.

O processo de usinagem por descargas elétricas (EDM) é um processo termoeletrônico bastante complexo que usa descargas elétricas para efetuar a remoção de material da superfície de uma peça condutora. As energias geradas durante a EDM podem ser aproveitadas para enriquecer superfícies metálicas (Raslan, 2015).

O mecanismo termoeletrônico de remoção de material provoca alterações químicas e estruturais nas camadas superficiais, estas alterações são proporcionais à energia da descarga. A camada branca ou zona refundida (ZR) é bastante heterogênea e de difícil especificação. Esta camada apresenta mudanças químicas provocadas pela interação com subprodutos do fluido dielétrico e do próprio eletrodo ferramenta, bem como modificações provocadas pela rápida solidificação do material. As propriedades mecânicas da zona refundida são completamente diferentes das propriedades do material da peça (Santos, 2013).

Abaixo da ZR encontra-se a zona afetada pelo calor (ZAC), que não sofre fusão, sendo apenas parcialmente afetada pela temperatura. O calor irradiado pelo plasma, gerado pelas descargas elétricas, é capaz de alterar a estrutura e composição química dessa camada. Com o calor ocorre o fenômeno de difusão de átomos de áreas com maior concentração para aquelas de menor concentração atômica (Santos, 2013). Várias camadas compõem a ZAC e a

diferenciação entre elas é complexa. As durezas da camada refundida e da ZAC dependem da corrente e da frequência usadas durante a usinagem, bem como da capacidade de condução de calor da peça (Camargo *et al.*, 2006).

Muitos estudos têm sido conduzidos com o uso de diferentes fluidos dielétricos visando possibilitar o enriquecimento superficial de ligas com nitrogênio, carbono, boro e outros elementos. Melhorias significativas nas propriedades superficiais têm sido relatadas e a viabilidade do processo vem sendo estabelecida. Assim, a técnica de enriquecimento de superfícies metálicas com nitrogênio utilizando descargas elétricas, torna-se atrativa técnica e economicamente e é explorada em várias pesquisas.

Yan *et al.* (2005) investigaram o uso de EDM com solução de ureia para avaliar as modificações ocorridas durante usinagem de peças metálicas de titânio puro. O objetivo foi transferir o nitrogênio decomposto da solução de ureia para a superfície usinada dos corpos de prova. As análises efetuadas por esse grupo de pesquisadores evidenciaram a formação de nitreto de titânio, com modificações superficiais nas amostras, refletidas, principalmente, na melhoria das características de desgaste e atrito.

Camargo *et al.* (2006) realizaram a nitretação de uma liga de titânio, Ti6Al4V, utilizando o processo EDM com solução de ureia como fluido dielétrico e os resultados obtidos mostraram a formação de uma camada nitretada, que permitiu um ganho de cerca de 60% na dureza em relação à matriz.

Santos (2013) identificou modificações estruturais ocorridas em aço AISI 4140, após submeter amostras ao processo de nitretação por EDM, utilizando ureia dissolvida em água deionizada como fluido dielétrico.

Santos (2015) avaliou a influência da corrente elétrica no processo de NDE (nitretação por descargas elétricas) do aço AISI H13, utilizando soluções aquosas de ureia na concentração de 10 g/l, e percebeu que a corrente não influencia significativamente a espessura da ZR quando se utiliza corrente de 10, 20 ou 30 A. A formação da ZAC foi influenciada pela corrente, sendo obtida uma maior espessura para essa camada quando se utilizou corrente de 40 A.

O processo NDE consiste na utilização de uma solução de água deionizada e ureia como fluido dielétrico. Ao se passar a corrente elétrica entre os eletrodos ferramenta e peça, forma-se um canal de plasma enriquecido com nitrogênio proveniente da ureia. Ao ocorrer a descarga o nitrogênio é incorporado à superfície da peça, formando nitretos e, consequentemente, o endurecimento da mesma (Raslan *et al.*, 2012).

Raslan (2015) avaliou o desgaste sofrido pelo aço AISI 4140, nitretado e temperado, observando que as taxas de desgaste ficaram cerca de 3 vezes menor para os aços tratados se comparado ao aço não tratado. Também foi observado que o desgaste do aço nitretado apresentou uma taxa de desgaste 18% menor que o aço temperado, permitindo concluir que esse melhor desempenho estaria associado à formação de nitretos de ferro.

O objetivo do presente trabalho é avaliar a interferência da qualidade da ureia utilizada na preparação dos fluidos dielétricos, na técnica de enriquecimento superficial do aço AISI 4140 com nitretos, por meio de descargas elétricas, técnica atualmente conhecida como NDE. A decomposição da ureia, provocada pelas descargas elétricas, disponibiliza o nitrogênio para a formação dos nitretos de ferro.

2. METODOLOGIA

O trabalho foi desenvolvido utilizando-se amostras de aço AISI 4140 que foram submetidas à nitretação por descargas elétricas, usando solução aquosa de ureia como fluido dielétrico.

Os corpos de prova cilíndricos foram confeccionados em aço AISI 4140 com dimensões de 15 mm de comprimento e 19 mm de diâmetro. O aço AISI 4140 apresenta a composição química indicada na Tab. 1.

Tabela 1. Composição química do aço AISI 4140.

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Cu	P	Fe
Quantidade (%)	0,4	0,69	0,33	1,12	0,08	0,17	0,0023	0,087	0,017	Balanço

Fonte: Çelik e Karandeniz, 1996.

Os eletrodos ferramentas, também cilíndricos, confeccionados em grafita e cobre eletrolítico com 22 mm de diâmetro e 30 mm de comprimento.

No preparo dos fluidos dielétricos foi utilizada água deionizada, obtida a partir da água potável disponível para abastecimento público. Para deionizar a água foi utilizado um deionizador portátil a base de resina. A condutividade da água antes da deionização era de 160 $\mu\text{S}/\text{cm}$, aproximadamente, e após a deionização passou a ser de 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Neste trabalho foram avaliadas três ureias diferentes, a Tab. 2 apresenta o tipo e a denominação dada a cada ureia.

Tabela 2. Tipo e denominação das ureias usadas na solução aquosa.

Tipo de ureia	Denominação
utilizada como fertilizante	Ureia A
utilizada em manipulações farmacológicas tópicas	Ureia B
padrão analítico	Ureia C

Foram preparados 45 litros de soluções aquosas de concentração 20 g/L, com as ureias A, B e C, isoladamente. A condutividade elétrica apresentada pelas soluções está indicada na Tab. 3.

Tabela 3. Condutividade elétrica dos fluidos dielétricos.

Solução aquosa	Condutividade ($\mu\text{S/cm}$)	
	Antes da NDE	Após a NDE
Ureia A	52	85
Ureia B	17	32
Ureia C	10	32

A usinagem foi realizada em um equipamento EDM por penetração, Eletroplus/540 - SERVSPARK, ilustrado na Fig. 1.



Painel de controle para ajuste dos parâmetros operacionais.

Figura 1. Imagens do equipamento EDM utilizado.

O equipamento foi adaptado para trabalhar com soluções aquosas de ureia, que apresentam potencial corrosivo. Para isso foi utilizada uma cuba auxiliar, com capacidade de 80 litros, em aço AISI 304, evitando-se assim o contato da solução de ureia com componentes do equipamento EDM. Os 45 litros de solução foram suficientes para que o suporte, que prende as amostras, ficasse submerso na solução de ureia. A Figura 2 mostra os suportes dos eletrodos dentro da cuba auxiliar.

**Figura 2. Imagem do porta eletrodo e corpo de prova.**

Durante a usinagem, por meio de uma bomba auxiliar, foi possível fazer a limpeza da fenda de trabalho (*gap*) entre os eletrodos ferramenta e corpo de prova, recirculando a solução de ureia, o que permitiu obter melhores rendimentos. A Figura 3 mostra a limpeza por jato atuando entre os eletrodos. O óleo mineral do equipamento EDM circulava normalmente durante a usinagem, sem contato com o eletrodo ferramenta ou corpo de prova que se encontravam mergulhados na solução aquosa de ureia.



Figura 3. Imagens da limpeza por jato.

Os principais parâmetros operacionais empregados no equipamento de EDM estão especificados na Tab. 4.

Foi promovida a usinagem de seis corpos de prova para cada solução de ureia preparada, sendo três usinados com eletrodo ferramenta de cobre e três de grafita. Para cada série foi utilizado um corpo de prova, previamente seccionado. O tempo de duração de cada teste foi de 10 minutos.

Tabela 4 – Parâmetros operacionais ajustados na máquina EDM para aplicação do processo NDE.

Parâmetro	Especificação
Polaridade do eletrodo ferramenta	Positiva
Tensão	110 V
Corrente	40 A
Tempo de pulso (T_{on})	100 μ s
Tempo de pausa (T_{off})	1,5*
Fenda de trabalho (<i>gap</i>)	1,5*
Velocidade do servo	1,0*
Afastamento periódico da ferramenta	1,0*
Tempo de erosão	2,0*

*Esses parâmetros foram ajustados diretamente no painel de controle da EDM Servspark.

Após a usinagem, os corpos de prova seccionados foram embutidos com resina, lixados, polidos e atacados com reagente químico. Com o auxílio de um microscópio óptico foi realizada a medição da espessura das camadas nitretadas.

Com o auxílio de um microdurômetro foi possível mensurar a microdureza Vickers, utilizando carga de 98,07 mN, durante 20 s.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi possível observar a formação de duas camadas principais no processo de NDE com utilização de solução aquosa de ureia 20 g/l, conforme evidenciam as Figs. 4 e 5, que ilustram a seção transversal da superfície das amostras, via microscopia óptica. Nota-se a formação da ZR (camada branca) e logo abaixo com cor mais escura encontra-se a ZAC.

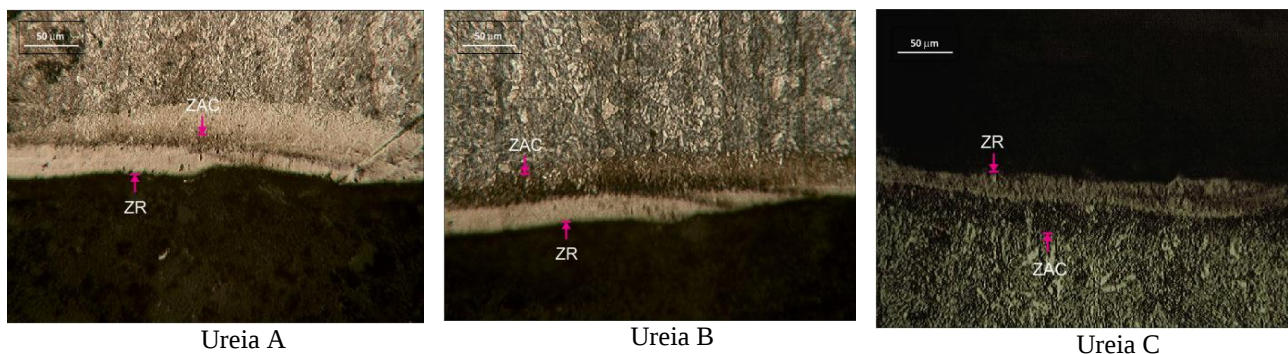


Figura 4. Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia óptica com eletrodo ferramenta de cobre eletrolítico. Nital 2%.

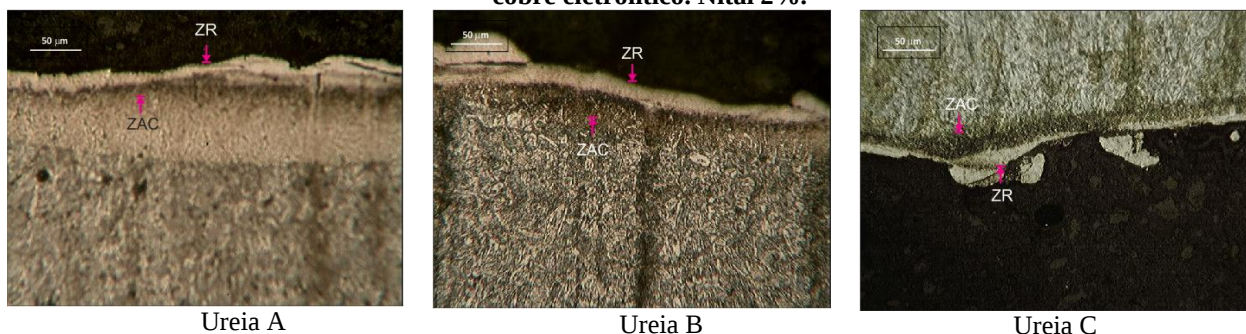


Figura 5. Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia óptica com eletrodo ferramenta de grafita. Nital 2%.

A Figura 6 apresenta os resultados obtidos na mensuração da espessura das camadas ZR e ZAC após a NDE com utilização de cobre como eletrodo ferramenta.

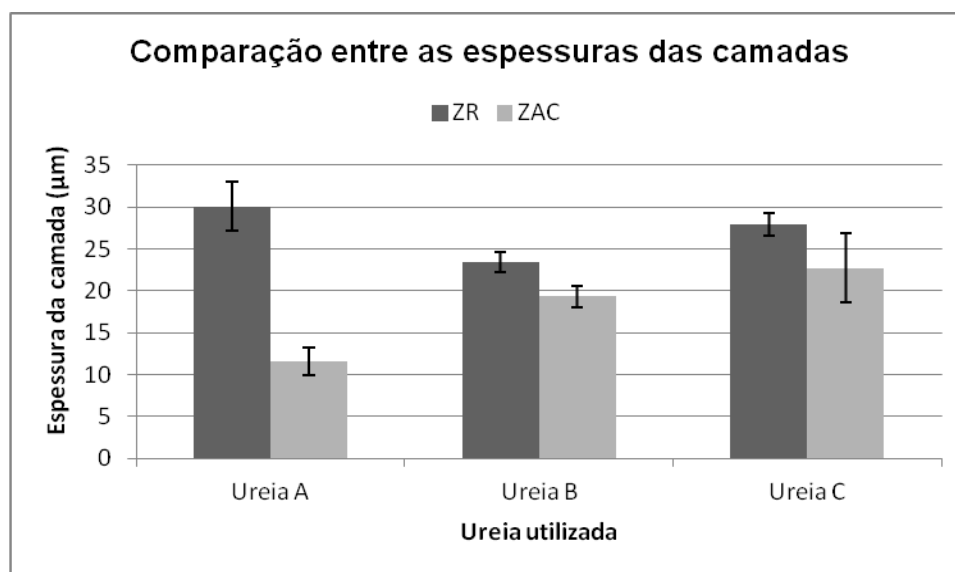


Figura 6. Espessura das camadas ZR e ZAC utilizando eletrodo de cobre na NDE.

A Figura 7 apresenta os resultados obtidos para a mesma situação anteriormente descrita, mas utilizando eletrodo de grafita.

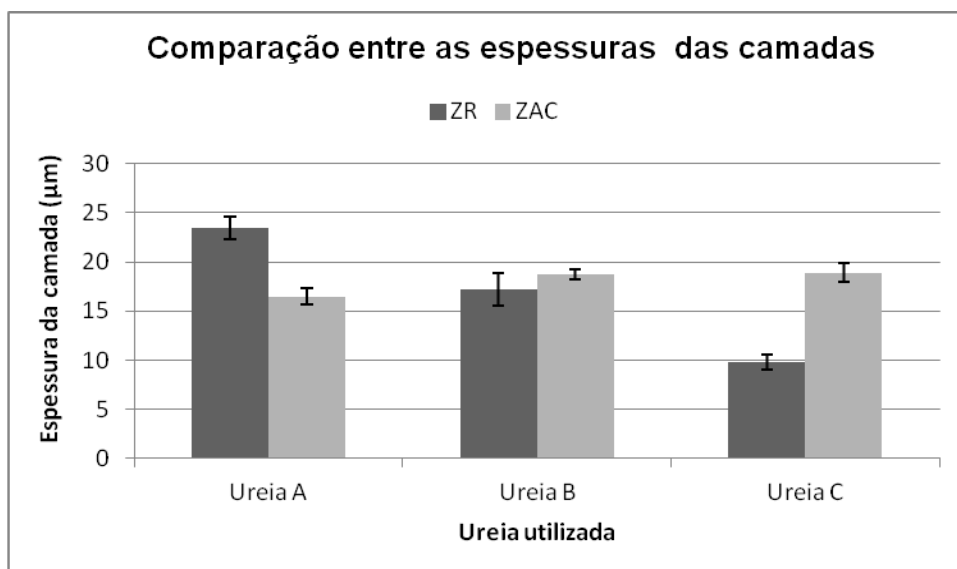


Figura 7. Espessura das camadas ZR e ZAC utilizando eletrodo de grafita na NDE.

Observa-se que quando foi utilizada a ureia C, mais pura (padrão analítico), com eletrodo ferramenta de cobre, foi obtida uma maior ZAC com espessura de quase o dobro do tamanho da espessura obtida com a ureia de pior qualidade, ureia A (utilizada com fertilizante). A espessura da ZAC obtida com a ureia A representa apenas 43,8% da espessura obtida com a ureia C. Não foi observado o mesmo comportamento quando foi utilizado eletrodo ferramenta de grafita, não havendo grande variação na espessura da ZAC. Os resultados mostraram que a qualidade da ureia utilizada exerce pouca influencia na espessura da camada nitretada quando se utilizou eletrodo de cobre.

Esses resultados corroboram com as observações de Raslan (2015), existe uma limitação em relação à quantidade de nitrogênio que pode ser introduzido pela implantação iônica. O canal de plasma tem uma capacidade limitada de absorver íons.

As Figuras 8 e 9 apresentam os resultados de dureza das camadas nitretadas obtidos para as diferentes soluções de ureia utilizadas, após a NDE, utilizando como eletrodo ferramenta a grafita e o cobre eletrolítico, respectivamente.

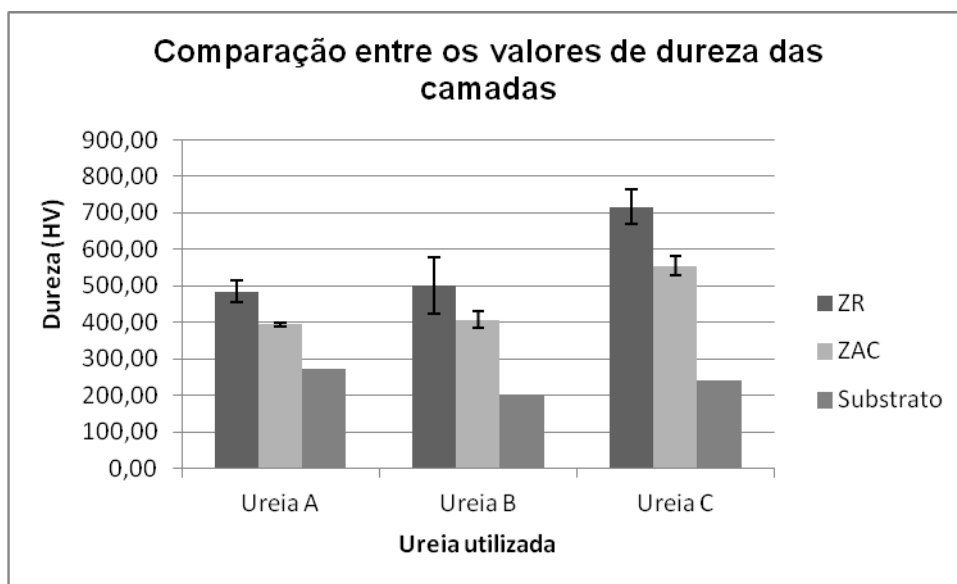


Figura 8. Valores de dureza obtidos após NDE com eletrodo de grafita.

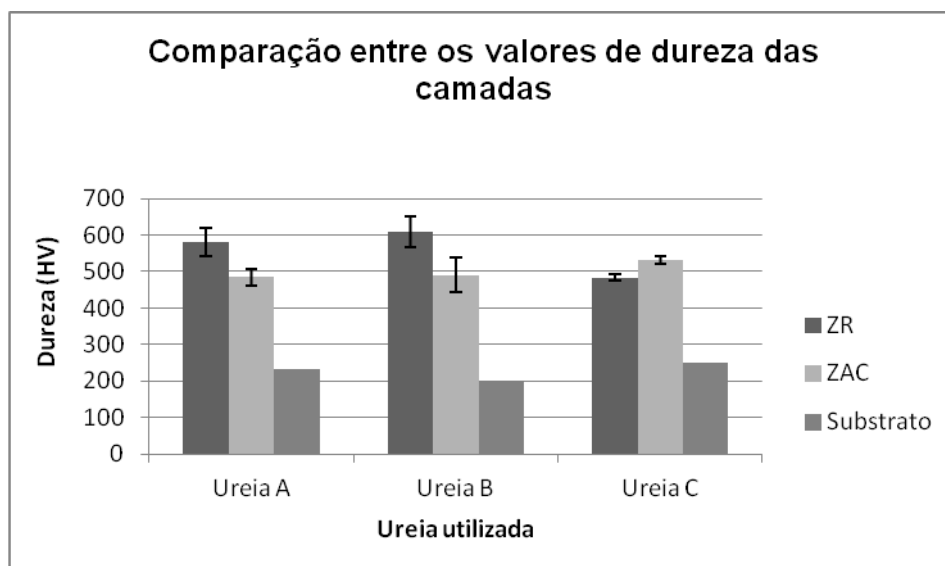


Figura 9. Valores de dureza obtidos após NDE com eletrodo de cobre.

A nitretação por NDE aumentou significativamente a dureza superficial do aço AISI 4140, independentemente do tipo de ureia ou do material do eletrodo ferramenta utilizados. Os valores de dureza não sofreram variação expressiva, cabendo destacar, que com a utilização da ureia C, mais pura, foi obtida uma maior dureza para a ZR e ZAC, desta vez utilizando o eletrodo ferramenta de grafita.

4. CONCLUSÕES

A nitretação por descargas elétricas no aço AISI 4140, utilizando solução aquosa com diferentes tipos de ureia foi confirmada pelo aparecimento da camada nitretada, observada via microscopia óptica. A maior pureza da ureia permitiu obter uma camada nitretada mais espessa com eletrodo ferramenta de cobre. Os valores de microdureza das camadas nitretadas não sofreram variações significativas para os diferentes tipos de ureia utilizados.

5. AGRADECIMENTO

Ao CEFET MG pelo apoio para participação e apresentação do trabalho no Congresso.

6. REFERÊNCIAS

- Camargo, B. C.; Arantes, L. J.; Raslan, A. A., 2006, “Estudo da viabilidade da nitretação de liga de titânio através do processo de usinagem por descargas elétricas”, Uberlândia-MG, In: POSMEC, 16.
- Çelik, A.; Karandeniz, S., 1996, “Investigation of compound layer formed during ion nitriding of AISI 4140”, Surface and Coatings Technology, n. 80, pp. 283-286.
- Raslan, A. A.; Santos, R. F.; Silva, E. R.; Fapemig, Fundação de Amparo a Pesquisa de Minas Gerais; Ufu, Universidade Federal de Uberlândia (MG), 2012, “Método de Nitretação através da Usinagem com Descargas – NDE”, BR 10 2012 030523-2.
- Raslan, A. A., 2015, “Implantação iônica em meio aquoso por EDM: resistência ao desgaste de aço AISI 4140”, Salvador-BA, In: COBEF, 8.
- Santos, C. E., 2015, “Influência da corrente elétrica no processo de nitretação por descargas elétricas do aço AISI H13”, Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte.
- Santos, R. F., 2013, “Nitretação por EDM do aço AISI 4140”, Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.
- Yan, B. H.; Tsai, H. C.; Huang, F. Y., 2005, “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, pp. 194-200.

7. RESPONSABILIDADE AUTORAL

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

EVALUATION OF UREA QUALITY IN THE NITRIDING PROCESS BY ELECTRICAL DISCHARGES IN THE AISI 4140 STEEL

Abstract. Throughout the development of the electrical discharges nitriding process (EDN) emerged many questions. One is the influence of urea quality used in the aqueous solution of the dielectric fluid as the nitrogen source for the nitriding process. This study aims to evaluate the interference of urea quality in the EDN process using AISI 4140 steel samples. Therefore, were used three types of urea: fertilizer, pharmaceutical and analytical standard. The nitriding was performed in a EDM machine per penetration, machining steel samples immersed in aqueous solutions of urea with concentration of 20 grams per liter and using copper-graphite electrodes. There was the formation of two main layers in the process: remelted zone (RZ) and the heat affected zone (HAZ). The thickness of these layers was evaluated by optical microscopy, and also evaluated the Vickers microhardness. The results showed that for the HAZ the urea with best quality associated with the copper electrode propitiated the formation of a layer with a thickness almost double compared to experiments using urea worst quality. No significant variation in the thickness of HAZ when graphite electrode was used. The values of hardness did not show significant variations.

Keywords: electrical discharges nitriding, quality of the urea, AISI 4140 steel, nitrided layer, electrical discharges machining.