

NITRETAÇÃO POR DESCARGAS ELÉTRICAS DE LIGA ALUMÍNIO-SILÍCIO

Nitriding of the Aluminum-silicon alloy by electrical discharge machining

Laura de Sousa Ramos Fernandes^{1*}; Ernane Rodrigues da Silva¹; Rogério Felício dos Santos¹; Victor Souza Esteves Lima¹

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil
*Autora para correspondência: laura.srf.edf@gmail.com

Recebido em: 17/03/2020, Aceito em: 07/05/2020, Publicado em: 25/05/2020.
DOI: <http://dx.doi.org/10.22407/1984-5693.2020.v12.p.71-90>

RESUMO

O objetivo do estudo foi avaliar a viabilidade técnica da nitretação por descargas elétricas (NDE) em liga alumínio-silício hipoeutética. Amostras foram submetidas à usinagem por descargas elétricas, em correntes de 5, 11 e 15A, utilizando solução aquosa de ureia como fluido dielétrico. A caracterização das superfícies envolveu análise metalográfica, ensaios de difração de raios x e de microdureza Vickers. A ocorrência da NDE foi verificada nas amostras usinadas em correntes de 11 e 15A.

Palavras-chave: usinagem por descargas elétricas, nitretação por descargas elétricas, alumínio-silício, microdureza, DRX.

ABSTRACT

The aim of the study was to evaluate the technical feasibility of electrical discharge nitriding (NDE) in hypoeutectic aluminum-silicon alloy. Samples were subjected to machining by electric discharges, in currents of 5, 11 and 15A, using aqueous urea solution as a dielectric fluid. The characterization of the surfaces involved metallographic analysis, X-ray diffraction and Vickers microhardness tests. The occurrence of NDE was verified in samples machined in currents of 11 and 15A.

Keywords: EDM, nitriding by electric discharges, aluminum-silicon, microhardness, XRD.

INTRODUÇÃO

O alumínio é um material metálico de grande importância tecnológica. Atoxicidade, altas condutividades elétrica e térmica, grande reflexividade, resistência a baixas temperaturas, característica paramagnética e não pirofórica, reciclabilidade e versatilidade na elaboração de ligas são alguns atributos do alumínio, responsáveis pela sua multifuncionalidade, desde armazenamento de alimentos, bebidas e fármacos, passando por utensílios de uso geral, componentes mecânicos, óticos e eletrônicos, até corpos estruturais submetidos a alta pressão, fins criogênicos e tecnologia espacial (ASM INTERNATIONAL; DAVIS; ASM INTERNATIONAL, 2000; FITZ, 2002). Sua elevada resistência específica, grande resistência à corrosão em variados meios e excelente conformabilidade e usinabilidade conferem a esse material posição de destaque entre os metais em grande parte das aplicações nas indústrias de transporte terrestre, aeroespacial e aquático.

As ligas alumínio-silício são de grande importância industrial, devido à facilidade com que originam produtos fundidos de alta qualidade. A formação de constituinte eutético garante a essas ligas maior fluidez e baixa contração em processos de fundição, característica bastante explorada na fabricação de componentes volumosos e de grande complexidade geométrica. Contudo, devido ao seu baixo ponto de fusão e à sua baixa dureza, o uso do alumínio em sistemas tribológicos mais severos pode demandar tratamentos superficiais capazes de reduzir a ocorrência de desgastes adesivos e abrasivos.

Nesse contexto, a nitretação do alumínio é promissora, visto que o nitreto de alumínio (AlN) é resistente a altas temperaturas, possui elevada dureza, cerca de dez vezes superior à dureza do alumínio metálico, e apresenta resistência a corrosão superior a muitas ligas desse metal (CHEN; STOCK; MAYR, 1994; VISSUTIPITUKUL; AIZAWA, 2005). Na Tabela 1 são apresentadas algumas propriedades do nitreto de alumínio, dentre as quais a elevada dureza (1400HV) e a alta temperatura de início de oxidação (1073K) são favoráveis a proteção contra o desgaste por atrito agravado por oxidação.

Tabela 1. Propriedades do nitreto de alumínio

Item	Propriedades
Densidade teórica	3,26Mgm ⁻³
Dureza	1400HV
Módulo de Young	330GPa
Condutividade térmica	175Wm ⁻¹ K ⁻¹
Coefficiente de expansão térmica	4,5 x 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Resistividade elétrica	>10 ¹³ Ωm
Calor específico	740J.kg ⁻¹ .K ⁻¹
Temperatura de início de oxidação	1073K
Ponto de fusão	2763K

Fonte: Adaptado de Vissutipitukul e Aizawa (2005)

Fitz (2002) divide os métodos de obtenção de camada superficial de AlN em dois grandes grupos: de deposição, que contém, por exemplo, deposição física de vapor (PDV) e deposição química e vapor (CDV), e de implantação. Segundo o autor, os métodos de implantação são melhores para a formação de AlN na superfície do alumínio e de suas ligas, devido a maior aderência entre camada e substrato. Além disso, os métodos de implantação com íons de baixa energia podem ter seu poder de penetração ampliado, quando combinados a processos difusionais, via aquecimento do substrato (FITZ, 2002).

A nitretação por descargas elétricas (NDE), como constatado por Santos (2013), enquadra-se na classe dos processos de implantação iônica. Método relativamente novo e em fase de estudo, a NDE, patenteada sob o número BR 13 2014 004112 4, foi desenvolvida a partir da técnica de usinagem por descargas elétricas (EDM) (RASLAN; SILVA; SANTOS, 2014). Kunieda *et al.* (2005) afirmam que o revestimento de metais com uma camada mais dura, mais espessa e mais fortemente ligada à superfície pode ser obtido em menor tempo com a EDM, em comparação aos processos de deposição física e química de vapor. Em relação a outros métodos de nitretação (BUCHWALDER *et al.*, 2013; FITZ; MÖLLER, 2002; GREDELJ, 2002; TELBIZOVA *et al.*, 2000; VISSUTIPITUKUL; AIZAWA, 2005), com difusão ou implantação iônica, a NDE também se destaca por ser mais veloz. De fato, foram obtidas superfícies nitretadas em tempo relativamente curto com a técnica NDE: Yan, Tsai e Huang (2005) usinaram peças de titânio puro imerso em fluido dielétrico composto por ureia diluída em água destilada, concentração 10g.L^{-1} , e constataram que o nitrogênio decomposto da ureia em solução reagiu com o titânio da peça formando uma camada dura de TiN; Santos (2013) realizou a NDE em aço AISI 4140, utilizando como fluido dielétrico ureia diluída em água deionizada, concentração 10g.L^{-1} ; Morales (2019) tentou aplicar a NDE na liga duralumínio AA2011 nos estados encruado, solubilizado, recozido e envelhecido, obtendo sucesso na nitretação da liga envelhecida; Elias *et al.* (2019) realizaram a NDE de ferro fundido nodular com solução aquosa de ureia, concentração $33,3\text{g.L}^{-1}$, em tempo de execução de EDM de apenas 10min.

Além da rapidez, a NDE também apresenta a vantagem de unir dois processos em um: nitretação e usinagem, visto que a incorporação de nitrogênio ocorre mesmo com a perda de massa pela peça, conforme verificado por Santos (2017), Elias *et al.* (2019) e Yan, Tsai e Huang (2005). O que diferencia a NDE da EDM é basicamente a presença de uma fonte de nitrogênio no fluido dielétrico utilizado.

A EDM possui ampla implementação industrial devido à sua capacidade de promover obtenção de formas complexas com alta precisão geométrica e dimensional, mesmo nos materiais mais duros. São exemplares produzidos por esse processo: moldes de injeção e de fundição, matrizes para estampagem, forjamento e extrusão, e fôrmas para trefilação (ARANTES *et al.*, 2003; FREDRIKSSON; HOGMARK, 1995; PEÇAS; HENRIQUES, 2003; RAMASAWMY; BLUNT, 2004). A usinagem de materiais finos e frágeis é outra grande aplicação da técnica EDM lembrada por Jeswani (1981).

Ao contrário dos processos de usinagem convencionais, na EDM a retirada de material não se dá via aplicação de esforço mecânico e remoção de cavaco, mas principalmente pela ação térmica do canal de plasma formado entre os eletrodos ao ser aplicada diferença de potencial suficientemente grande para romper a rigidez dielétrica do fluido de usinagem. A subtração de massa ocorre por vaporização e/ou sublimação de pequena quantidade de material da superfície da peça aquecida pelo canal de plasma (EKMEKCI *et al.*, 2005; MCGEOUGH, 1988), além da erosão

de metal ressolidificado e cavitação por ação do fluido dielétrico (ALBINSKI *et al.*, 1996; AROOJ *et al.*, 2014; DESCOEUDRES *et al.*, 2005; EUBANK *et al.*, 1993; KUMAR *et al.*, 2009; KUNIEDA *et al.*, 2005; MCGEOUGH, 1988). Lauwers e colaboradores (2004, 2005) identificaram na EDM a fio de materiais cerâmicos em água deionizada mais dois mecanismos de remoção de material, além da fusão, evaporação e fragmentação provocada pela formação de microfissuras. São eles: decomposição de material superficial e oxidação, esta última, responsável por aumento notável na taxa de corte.

Na EDM por penetração o eletrodo-ferramenta deve possuir a forma complementar positiva da cavidade que se deseja obter no eletrodo-peça. Estabelecida a aproximação dos eletrodos em uma distância de trabalho pré-determinada, ocorrem descargas de arco sustentadas pela emissão de elétrons pelo catodo. A essa primeira etapa do processo de descarga elétrica, dá-se o nome fase de ignição (KÖNIG; KLOCKE; LENZEN, 1996; SANTOS, 2013; SILVA, 2012). Os elétrons primários emitidos pelo catodo chocam-se com átomos do fluido dielétrico, ionizando-os e liberando elétrons secundários. Os sucessivos choques entre as espécies carregadas em movimento elevam a temperatura e promovem a ruptura dielétrica do fluido. A formação da bolha, representada na Figura 1, ocorre tanto pela evaporação parcial do líquido e dos eletrodos, quanto pela dissociação de compostos orgânicos, usualmente utilizados como fluido dielétrico, originando gases (KUNIEDA *et al.*, 2005). A obtenção da bolha gasosa culmina na geração do canal de plasma, que é mantido até o fim do tempo de descarga pré-determinado.

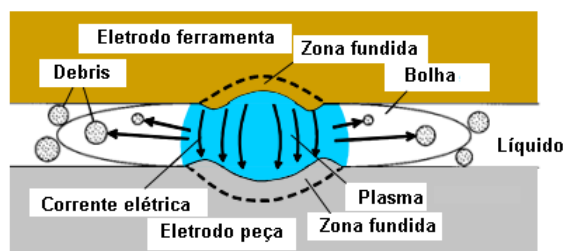


Figura 1. Ampliação da fenda de trabalho em região de descarga elétrica (KUNIEDA *et al.*, 2005)

Os *debris*, apresentados na Figura 1, são oriundos da ressolidificação dos materiais dos eletrodos durante o intervalo de pulso.

Na NDE, Santos (2013) explica que as sucessivas colisões de elétrons e íons com as moléculas do fluido dielétrico promovem a quebra da rigidez dielétrica, originando espécies gasosas (NH_3 e CO_2) pela decomposição química da ureia. Formado o canal de plasma, o processo de decomposição continua, segundo as reações (SANTOS, 2013):



Ao lado esquerdo da reação (1) está representada a ureia ($(\text{NH}_2)_2\text{CO}$) diluída em água deionizada (H_2O). Do lado direito está representada a ureia decomposta em: hidróxido de amônio (NH_4OH), amônia anidra (NH_3) e gás carbônico (CO_2). Na reação (2), a amônia anidra decompõe-se nos gases nitrogênio (N_2) e hidrogênio (H_2). Na continuidade do processo, estes gases sofrem ionização originando os íons: N_2^+ , N^+ e H_2^+ (SANTOS, 2013).

Na Figura 2, está representado o canal de plasma rico em cátions formados pela ionização de espécies químicas do fluido dielétrico, bem como o sentido de movimento das partículas carregadas. É possível perceber nessa imagem a presença de íons de nitrogênio, provenientes da dissociação da ureia em solução. Na Figura 2, também é ilustrada a implantação iônica (SANTOS, 2013) do nitrogênio e do cobre oriundo do eletrodo-ferramenta na peça de aço.

Com o decurso da descarga elétrica, o diâmetro do canal de plasma junto ao anodo, representado por $2a_A$ na Figura 2, tende a aumentar, e o fluxo de energia na superfície deste eletrodo (q_A) torna-se menor. No catodo, por outro lado, o raio do canal de plasma (a_C) permanece constante, não havendo, portanto, redução do fluxo de energia (q_C), o que propicia a formação de crateras mais profundas, representadas pelo raio da cavidade do catodo (r_C), em relação ao anodo (r_A), quanto maior for o tempo de pulso (EUBANK *et al.*, 1993; KUMAR *et al.*, 2009; KUNIEDA *et al.*, 2005; PATEL *et al.*, 1989; SANTOS, 2013; STEVENS, 1998; TARIQ JILANI; PANDEY, 1983).

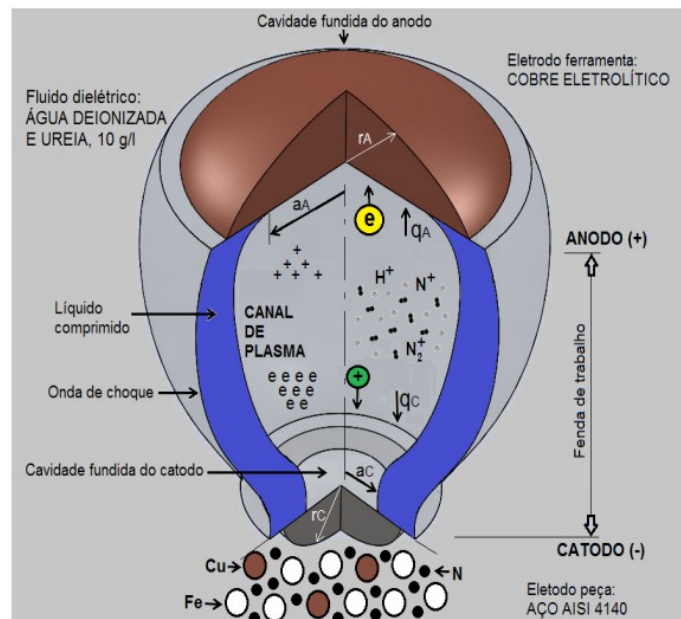


Figura 2. Representação do canal de plasma e das superfícies dos eletrodos durante a NDE do aço AISI 4140 (SANTOS, 2013)

No presente estudo, uma liga alumínio-silício hipoeutética foi submetida a usinagem por descargas elétricas em solução dielétrica de água deionizada e ureia, com o objetivo de ter sua dureza superficial aumentada via enriquecimento com nitrogênio proveniente do soluto orgânico.

MATERIAL E MÉTODOS

Os eletrodos da liga alumínio-silício hipoeutética foram extraídos de um cabeçote de motor automobilístico, cuja composição química é apresentada na Tabela 2, adaptada de Martins (2016). As amostras cortadas do cabeçote de motor foram usinadas em torno mecânico e bipartidas, a fim de possibilitar a análise microscópica da seção transversal da superfície submetida à EDM,

sem o indesejável efeito de borda provocado por corte. Na Figura 3 estão representados os eletrodos de cobre eletrolítico e de alumínio-silício. O eletrodo-ferramenta é ligado ao servomecanismo do equipamento, responsável pelo movimento de avanço e de retração durante o processo de usinagem. O eletrodo-peça é fixado, com suas metades unidas, à cuba auxiliar de aço inoxidável, adaptada à máquina EDM, Figura 4 e Figura 5.

Tabela 2. Composição química média da liga Al-Si hipoeutética

Elemento	Al	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn	Ni	Pb	Sn
Quantidade (%peso)	86,8	7,76	3,11	0,74	0,36	0,40	0,56	0,03	0,05	0,02

Fonte: (MARTINS, 2016)



Figura 3. Representação dos eletrodos de cobre eletrolítico e de liga alumínio-silício com suas respectivas dimensões.



Figura 4. Eletrodos fixados ao equipamento.

Como fluido dielétrico da NDE foi utilizada solução aquosa de ureia, concentração $33,3\text{g.L}^{-1}$, preparada com ureia farmacológica de manipulação tópica dissolvida em água deionizada. A água deionizada foi obtida por meio da submissão da água potável fornecida pela companhia de abastecimento local a aparelho deionizador portátil a base de resina, modelo da Acqua Dellta com capacidade de 50L.h^{-1} .

A condutividade elétrica do fluido de usinagem foi medida com condutivímetro portátil Digital Aid TDS&EC meter (hold), com faixa de medição de $0\text{-}9990\mu\text{S.cm}^{-1}\pm 2\%$.

Para a realização dos testes de NDE, foi utilizado equipamento de EDM da Servspark, modelo Eletroplus-EDM-540, com adaptações reversíveis. Nas Figuras 5-a) e 5-b) estão indicadas as duas adaptações feitas na máquina de EDM para realização dos testes. A primeira delas consistiu no uso de cuba auxiliar feita de aço inoxidável AISI 304, com capacidade de 105L. A segunda adaptação foi o uso de bomba auxiliar Asten CD 30002 com vazão de 51L.min^{-1} a 2mca. Tanto a cuba de aço inoxidável como a bomba auxiliar foram utilizadas no intuito de evitar contato da ureia com a cuba principal e com o sistema de bombeamento de fluido do equipamento e prevenir a corrosão dos mesmos.

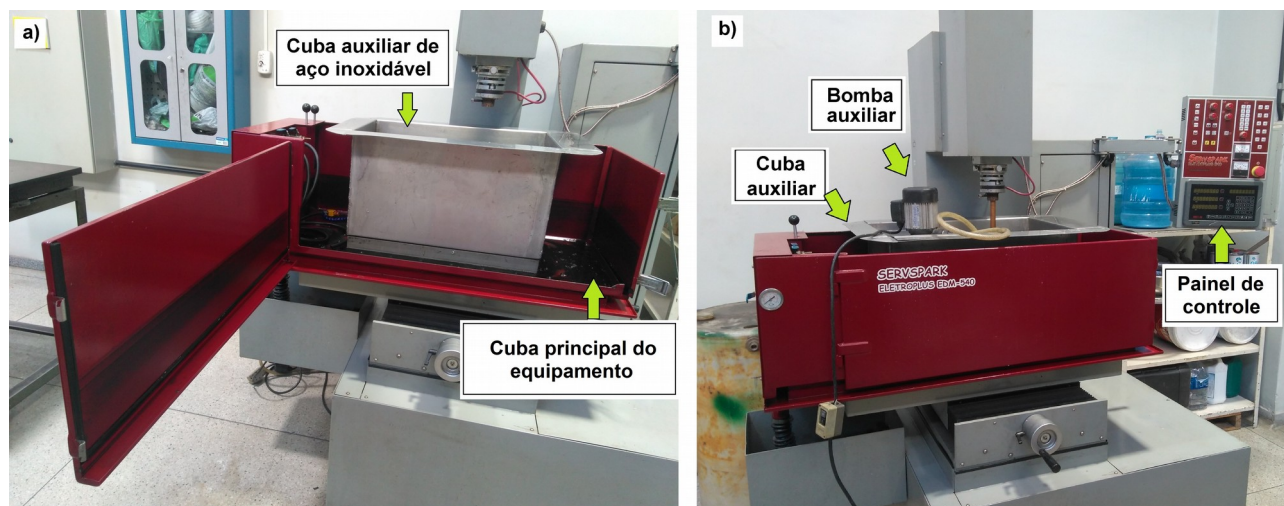


Figura 5. Adaptações no equipamento de EDM

A fim de analisar a viabilidade técnica da NDE na liga alumínio-silício hipoeutética, as amostras foram usinadas com três diferentes valores de corrente elétrica. No intuito de identificar o efeito da ureia nas modificações sofridas pelas superfícies tratadas, também foram analisadas superfícies de amostras usinadas em água deionizada somente.

O tempo de duração da usinagem foi determinado de acordo com o aspecto macroscópico da superfície. Em cada amostra, quando foi atingido aspecto homogêneo, a usinagem foi interrompida para evitar esforço excessivo do equipamento, visto que em caso de formação de nitreto de alumínio a superfície se torna má condutora de eletricidade.

Na Tabela 3 são apresentados os parâmetros de EDM utilizados em todas as amostras.

Tabela 3. Parâmetros da usinagem por descargas em liga Al-Si hipoeutética

Parâmetro	Valor
Polaridade do eletrodo-ferramenta	Positiva
Tensão	40V
Tempo de pulso (T_{on})	100 μ s
Tempo de pausa (T_{off})	1,5*
Fenda (<i>gap</i>)	1*
Tempo de erosão	5*
Tempo de afastamento da ferramenta	2*
Velocidade do servo	3*

*Parâmetros ajustados no painel de controle da máquina em conformidade com o manual de operação do equipamento (sem unidades indicadas)

No presente trabalho, optou-se pela análise da viabilidade técnica da NDE do alumínio-silício com uso de eletrodo-ferramenta de polaridade positiva, posto que Morales (2019) já demonstrou ser viável a NDE do duralumínio AA2011 envelhecido com uso de eletrodo-ferramenta de polaridade negativa.

O valor de 100 μ s para o tempo de pulso, conforme apresentado na Tabela 3, é superior ao valor de 10 μ s citado por Stevens (1998) como tempo mínimo necessário para que os íons adquiram energia cinética suficiente para aquecer e fundir a superfície da peça usinada. O relativamente longo tempo de pulso foi escolhido pelo fato de a NDE ser considerada um processo de implantação iônica.

Na Figura 6 são apresentadas as variáveis do planejamento experimental e o nome das amostras conforme os parâmetros usados na EDM.

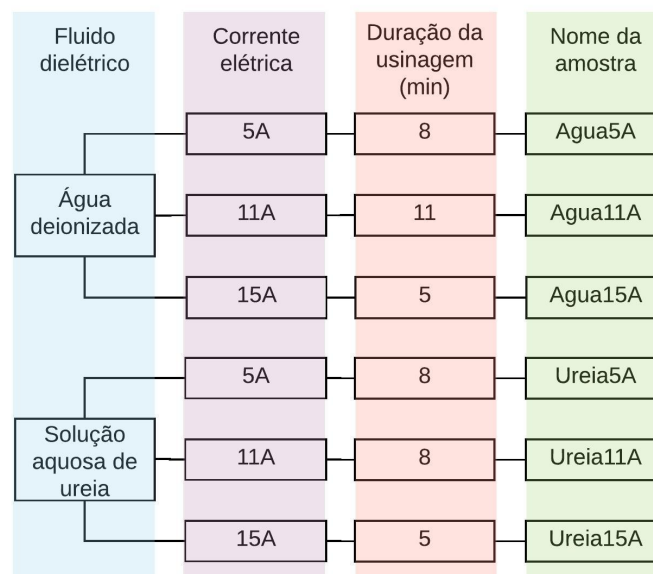


Figura 6. Diagrama com variáveis do planejamento experimental e nome de amostras.

As superfícies bipartidas das amostras foram submetidas a lixamento, polimento e ataque químico, para posterior análise microscópica e ensaio de microdureza. A sequência de lixas de carbetto de silício de 120, 240, 320, 400, 600, 1000 e 3000# foi utilizada no preparo das superfícies. O polimento foi realizado com pastas de diamante de 3 e de 1 μm . O ataque químico foi feito com o contato de 2s entre a superfície das amostras e chumaços de algodão embebidos em reagente Keller.

Foram obtidas micrografias das amostras por microscópio eletrônico de varredura Shimadzu SSX-550 e por microscópio ótico Fortel com sistema de aquisição de imagens Kontrol M713. A espessura das camadas modificadas pelo processo EDM foi medida com base nas micrografias óticas de seção transversal da face usinada, por meio de ferramenta de medição linear do *software ImageJ*.

Ensaio de microdureza Vickers foram realizados em diferentes regiões da camada modificada pela usinagem, por meio de equipamento Shimadzu HVM 2T, com carga de 100gf e tempo de 20s.

A investigação da estrutura cristalina da superfície modificada foi realizada via difração de raios x, em equipamento Shimadzu XRD 7000X, com os parâmetros representados na Tabela 4.

Tabela 4. Parâmetros da análise por difração de raios x

Radiação	CuK α
Tensão	40kV
Corrente	30mA
Modo de varredura	Tempo fixo, 1s
Faixa de varredura	25° a 90°
Passo de varredura	0,02°

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A condutividade elétrica da água deionizada manteve-se constante durante as sucessivas usinagens, apresentando valor de $2\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\pm 2\%$, em temperatura de aproximadamente 22°C.

A condutividade elétrica da solução aquosa de ureia, em temperatura próxima a 22°C, variou entre 37 e $39\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\pm 2\%$ no decorrer das usinagens, conforme representado na Tabela 5.

Tabela 5. Condutividade elétrica da solução aquosa de ureia antes e depois da EDM das amostras

Amostra	Condutividade elétrica ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	
	Antes da EDM	Depois da EDM
Ureia5A	37	37
Ureia11A	37	37
Ureia15A	37	39

Santos (2013) obteve sucesso na NDE de aço AISI 4140 em soluções aquosas de ureia cujas condutividades elétricas variaram de 79 a $1570\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, apesar de neste último valor o autor identificar a ocorrência de descargas elétricas instáveis. O pesquisador observou não ser possível a NDE do aço AISI 4140 a partir de valores de condutividade elétrica iguais ou superiores a $1678\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Considerando-se apenas a condutividade elétrica e com base nos resultados alcançados por Santos (2013), pode-se inferir que os valores de 2 a $39\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\pm 2\%$ atendem ao requisito de fluido dielétrico para obtenção de descargas estáveis.

As amostras submetidas à EDM, tanto em água deionizada como em solução aquosa de ureia, adquiriram aspecto visual e tátil rugoso nas superfícies expostas às descargas elétricas. Na Figura 7 é possível perceber que essas superfícies também ficaram mais escuras, com exceção das amostras usinadas em corrente elétrica de 5A, que permaneceram da cor característica da liga de alumínio. As cores escuras obtidas nas amostras usinadas em solução aquosa de ureia condizem com a descrição do nitreto de alumínio não estequiométrico obtido pela nitretação a plasma de alumínio por Vissutipitukul e Aizawa (2005).







Corrente elétrica	5A	11A	15A
Fluido dielétrico			
Água deionizada	 Agua5A	 Agua11A	 Agua15A
Solução aquosa de ureia	 Ureia5A	 Ureia11A	 Ureia15A

Figura 7. Fotografias das amostras após a EDM

O aspecto rugoso das superfícies expostas às descargas elétricas também é perceptível no nível microscópico, Figura 8 e Figura 9. Por essas imagens verifica-se que as superfícies expostas às descargas elétricas são caracterizadas por microcrateras formadas lado a lado e/ou sobrepostas umas às outras. Essa configuração superficial também é descrita por Arooj *et al.* (2014) e Jahan *et al.* (2015).

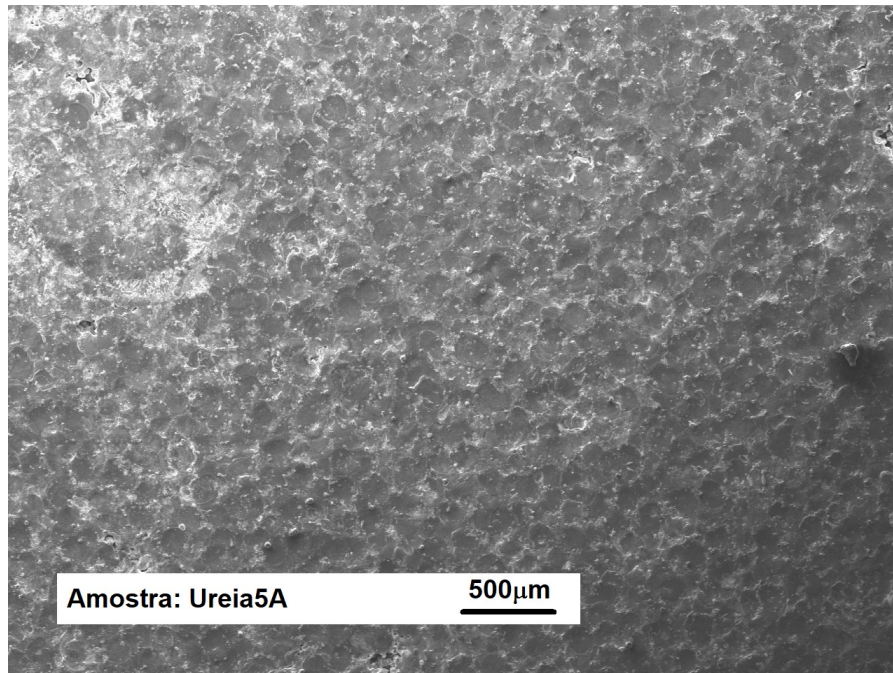


Figura 8. Imagem de microscopia eletrônica de varredura da vista de topo de superfície usinada por descargas elétricas.

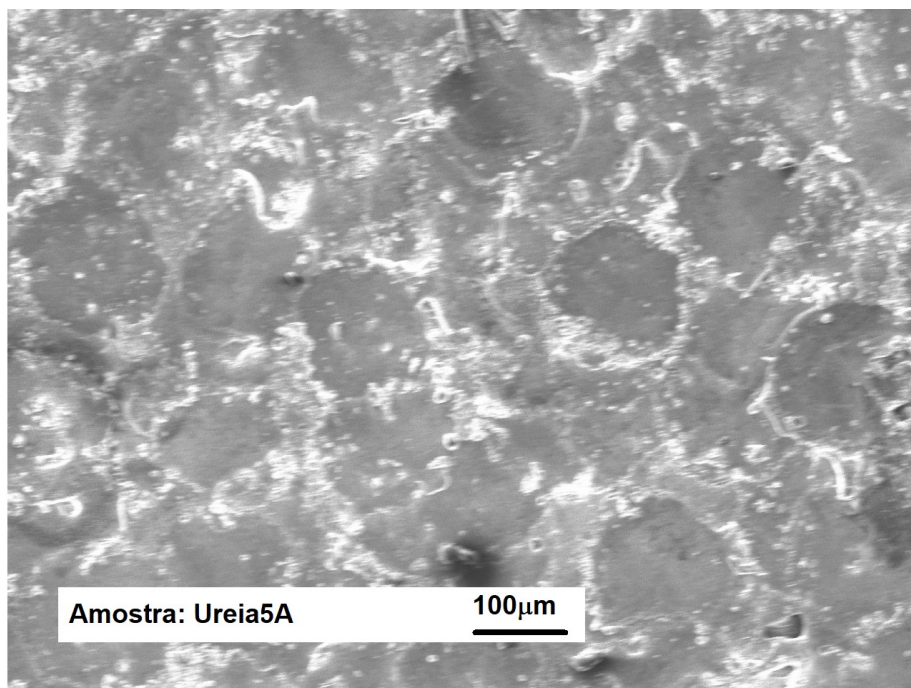


Figura 9. Imagem de microscopia eletrônica de varredura da vista de topo de superfície usinada por descargas elétricas.

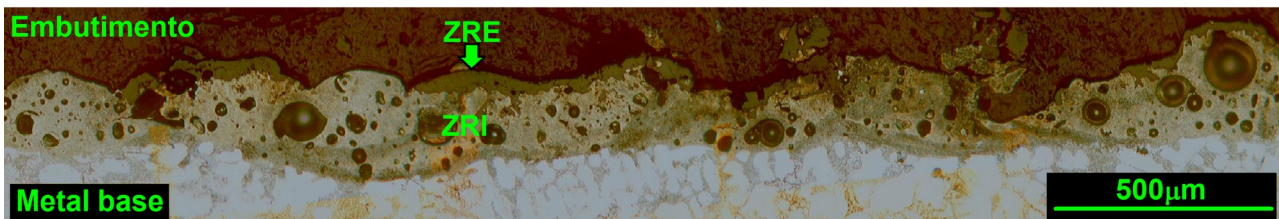
Na Figura 10 estão representadas as micrografias de microscopia ótica das seções transversais das camadas modificadas pela usinagem em solução aquosa de ureia e corrente elétrica de a)5A, b)11A e c)15A. Pela Figura 10, é possível perceber que a espessura da camada modificada (CM) da amostra usinada em corrente de 5A é muito menor que as espessuras das camadas usinadas em correntes maiores. Nessas últimas, a distinção entre duas regiões da zona refundida (ZR) é nítida: a mais externa e de coloração mais escura foi denominada zona refundida externa (ZRE); a região mais porosa abaixo da ZRE foi chamada zona refundida interna (ZRI). A ZRE e a ZRI também foram identificadas por Morales (2019), embora com outros nomes, na superfície do duralumínio AA2011 envelhecido e nitretado por NDE com eletrodo-ferramenta de polaridade negativa.

Na Figura 11 são apresentadas imagens de microscopia eletrônica de varredura da seção transversal da camada modificada por EDM da amostra Ureia5A. Nessa amostra, a camada modificada é uniforme, não sendo possível identificar regiões distintas entre si e existência de porosidade.

a) Amostra: Ureia5A



b) Amostra: Ureia11A



c) Amostra: Ureia15A



Figura 10. Micrografias obtidas por microscopia ótica das amostras usinadas em solução aquosa de ureia.

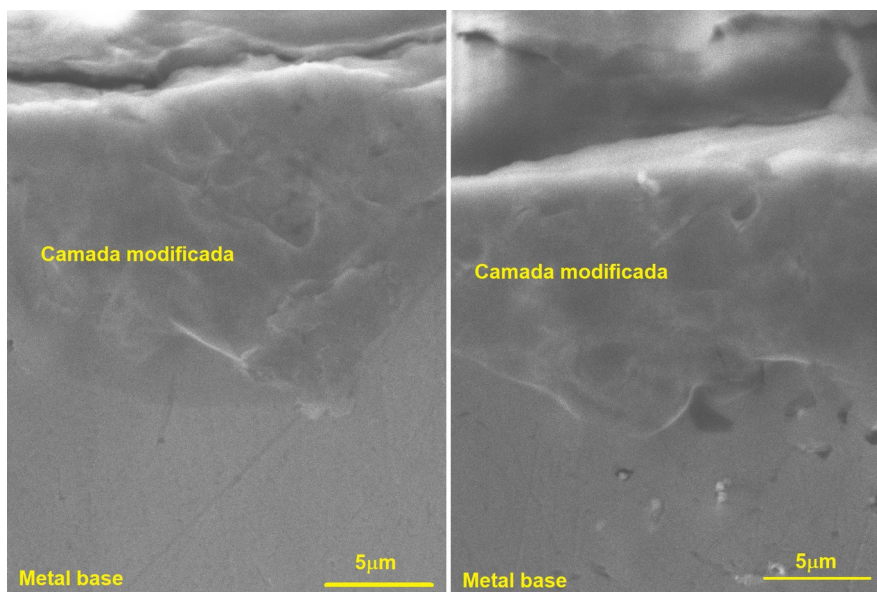
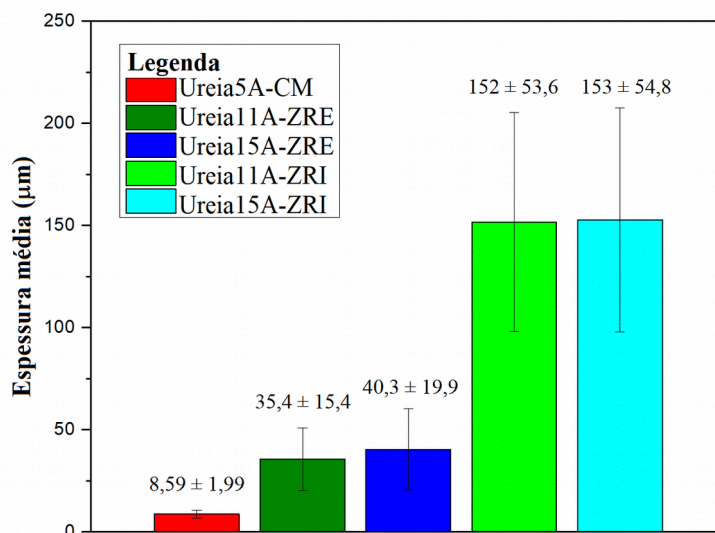


Figura 11. Imagens de microscopia eletrônica de varredura da seção transversal da camada modificada por EDM da amostra Ureia5A.

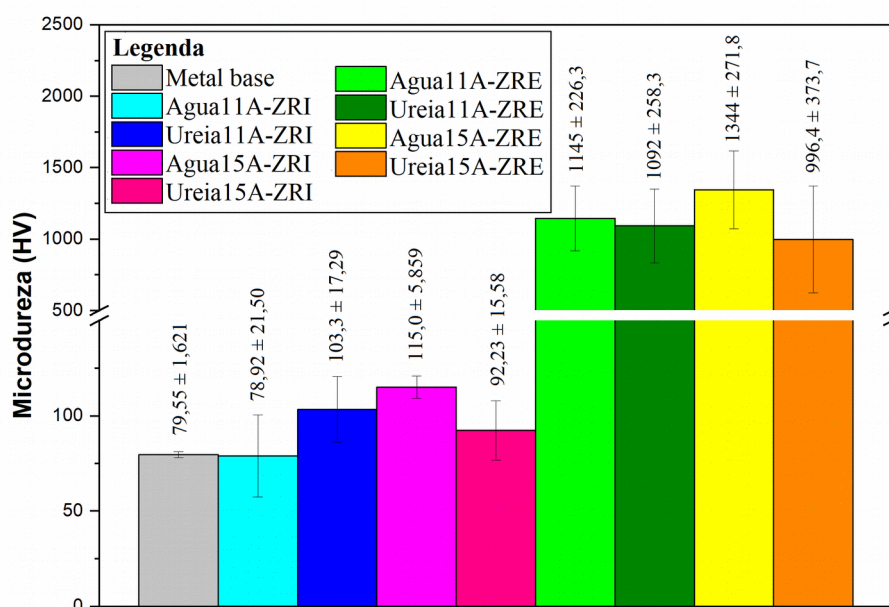
As espessuras da CM da amostra Ureia5A e das ZREs e ZRIs das amostras Ureia11A e Ureia15A foram medidas com base nas imagens de microscopia ótica e seus valores médios são apresentados no Gráfico 1. A partir dos valores médios obtidos, verificou-se que a ZRI é maior que a ZRE nas amostras que possuem essas regiões mensuráveis. A espessura da camada modificada da amostra Ureia5A é menor que as espessuras das ZREs das demais amostras usinadas em solução aquosa de ureia.

Gráfico 1. Espessuras médias da camada modificada da amostra Ureia5A e das ZREs e ZRIs das amostras Ureia11A e Ureia15A



No Gráfico 2 estão representados os valores de microdureza média do metal base e das zonas refundidas externa e interna. O eixo das ordenadas foi cortado para facilitar a visualização das barras menores. A partir dos valores obtidos, verificou-se que as durezas médias das ZREs são da ordem de grandeza das durezas características de óxidos e de nitretos, sendo muito superiores aos valores medidos nas ZRIs e no metal base. Devido à elevada porosidade das ZRIs, os valores de microdureza obtidos nessas regiões não podem ser considerados apenas como dureza intrínseca do material, mas sim a dureza resultante desse material em uma configuração porosa. Pela análise do Gráfico 2, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os valores de microdureza das zonas refundidas correlatas das amostras usinadas em água deionizada e em solução aquosa de ureia, com os mesmos valores de corrente elétrica. Em relação à corrente elétrica, foi observada diferença estatisticamente válida apenas entre as durezas das ZRIs das amostras Agua11A e Agua15A. Em relação ao metal base, apenas durezas das ZRIs das amostras Agua11A e Ureia15A não apresentaram valores significativamente maiores. A microdureza das camadas modificadas pela EDM não foi medida nas amostras usinadas em corrente de 5A, devido à pequena espessura das mesmas.

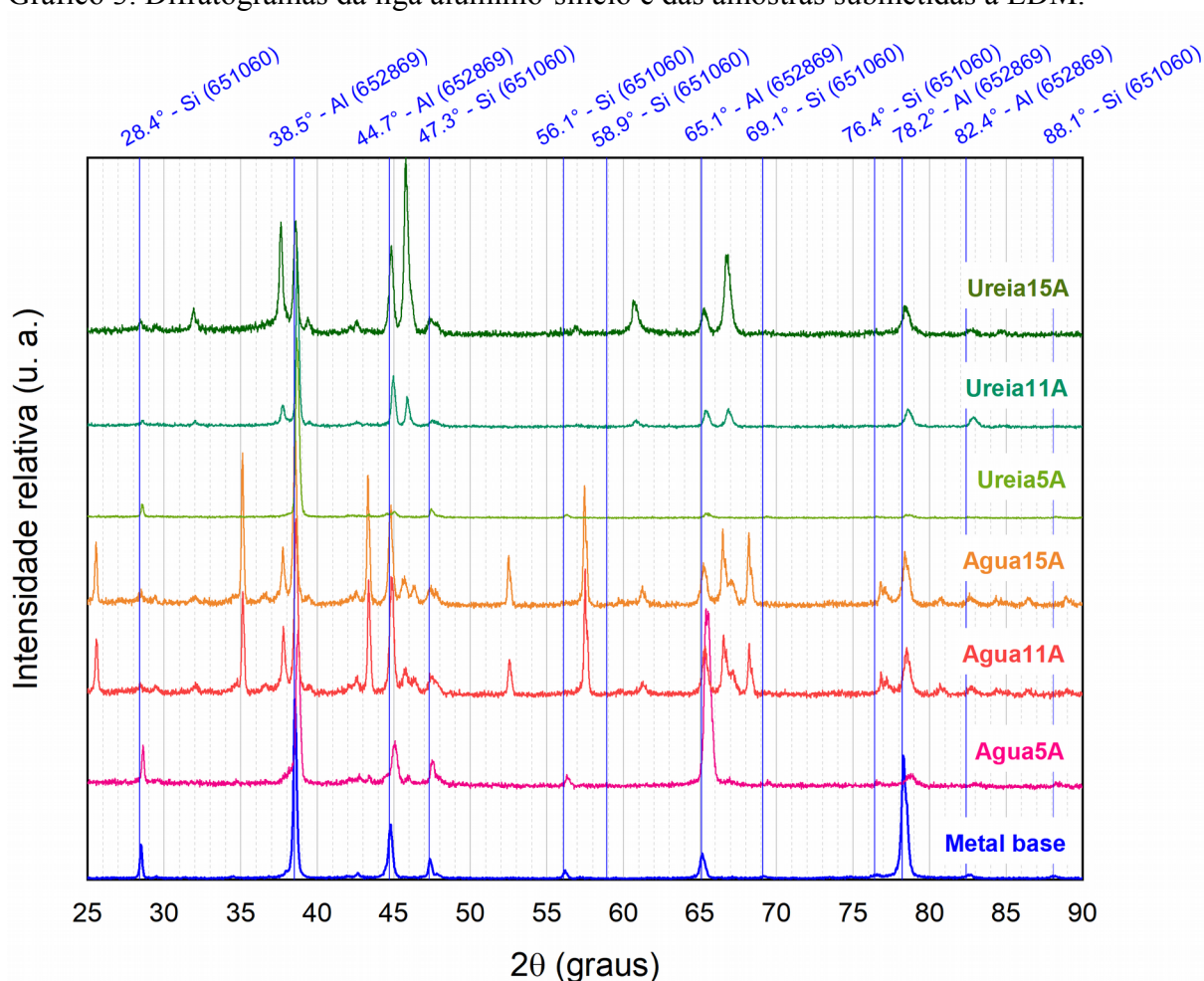
Gráfico 2. Microdureza média do metal base, das ZREs e ZRIs.



No Gráfico 3 são apresentados os difratogramas da liga alumínio-silício e das amostras submetidas à EDM. As linhas azuis representam a posição dos picos das fases de alumínio e de silício da liga metálica. Tais fases foram identificadas com base em fichas do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD), cujos números de identificação foram escritos entre parênteses ao lado do ângulo 2θ e da fórmula química da respectiva fase.

Por meio do Gráfico 3, verificou-se que os difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 5A, tanto em água deionizada como em solução aquosa de ureia, foram os que mais se assemelharam ao difratograma do metal base. Os demais difratogramas apresentaram mudanças de perfil mais nítidas em relação a liga metálica original. As amostras usinadas com mesma corrente elétrica e em diferentes fluidos dielétricos também exibiram diferenças apreciáveis entre seus difratogramas. Essas diferenças foram percebidas até mesmo entre as amostras usinadas em corrente de 5A.

Gráfico 3. Difratogramas da liga alumínio-silício e das amostras submetidas à EDM.



No Gráfico 4 são apresentados os difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 5A e do metal base. As fases indicadas acima dos picos, com o auxílio de símbolos, foram identificadas por meio de fichas do ICDD, cujos números foram escritos entre parênteses, ao lado da fórmula química na legenda. No difratograma da amostra usinada em solução aquosa de ureia, verificou - se a possibilidade de existência de picos de nitreto de alumínio de estrutura cúbica, juntamente com fases de alumínio e de silício existentes na liga original.

Na amostra usinada em água deionizada, além das fases de alumínio e silício, foi identificada a possibilidade de formação de silicato de alumínio, havendo, portanto, probabilidade de enriquecimento superficial com oxigênio.

No Gráfico 5 estão representados os difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 11A e do metal base. As fases indicadas nesse gráfico também foram determinadas com base em fichas do ICDD. Na amostra usinada em solução aquosa de ureia foram identificados picos característicos de alumínio, silício, nitreto de alumínio cúbico (AlN), óxido de alumínio (Al₂O₃) e de oxinitreto de alumínio (Al₃O₃N ou Al₂O₃.AlN). Já no difratograma da amostra usinada em água deionizada, foram identificadas fases de óxidos de alumínio, alumínio e silício.

No Gráfico 6 são apresentados os difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 15A e do metal base. As fases foram identificadas com base em fichas do ICDD. Assim como na amostra Agua11A, no difratograma da amostra Agua15A também foram encontradas fases de óxidos de alumínio, alumínio e silício. Já no difratograma da amostra Ureia15A, foram identificados picos característicos de alumínio, silício, óxido de alumínio, nitreto de alumínio cúbico e oxinitreto de alumínio não-estequiométrico.

Gráfico 4. Difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 5A e do metal base

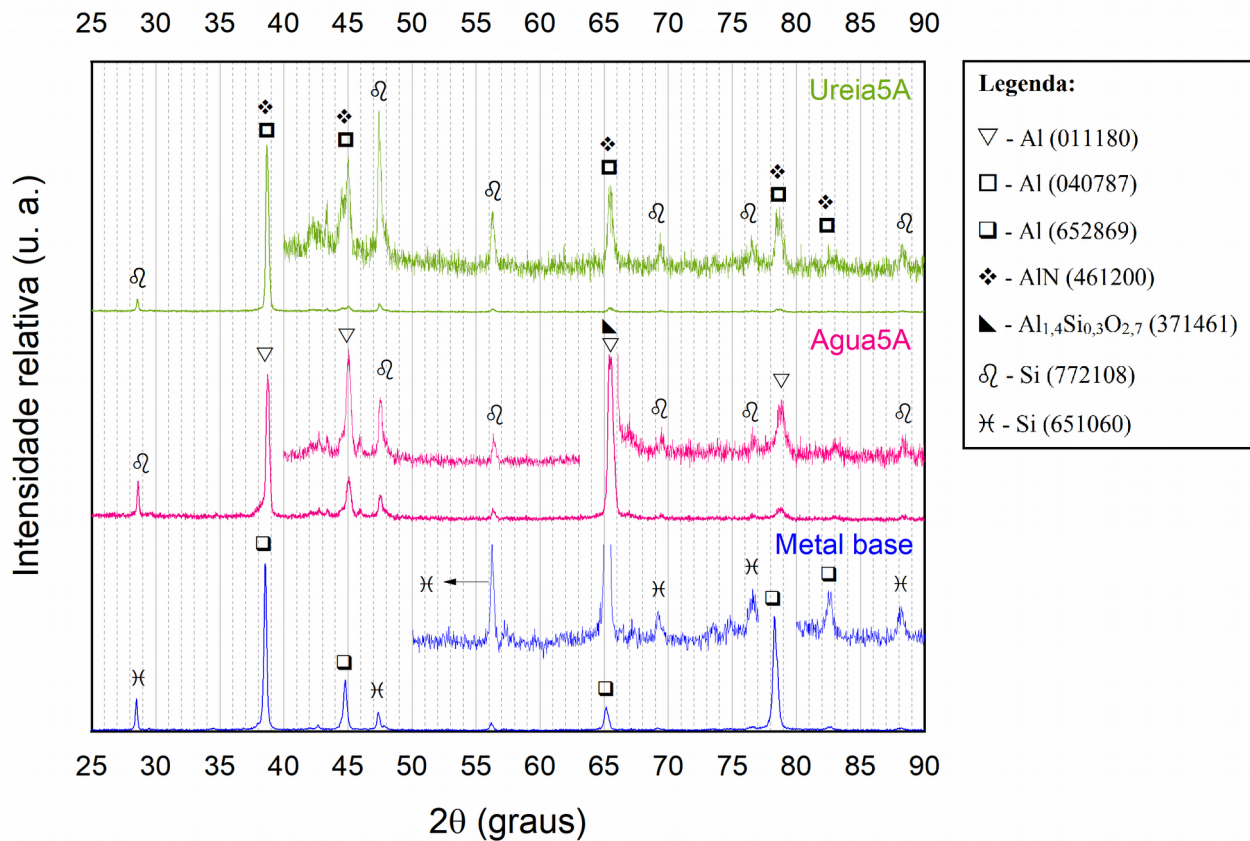
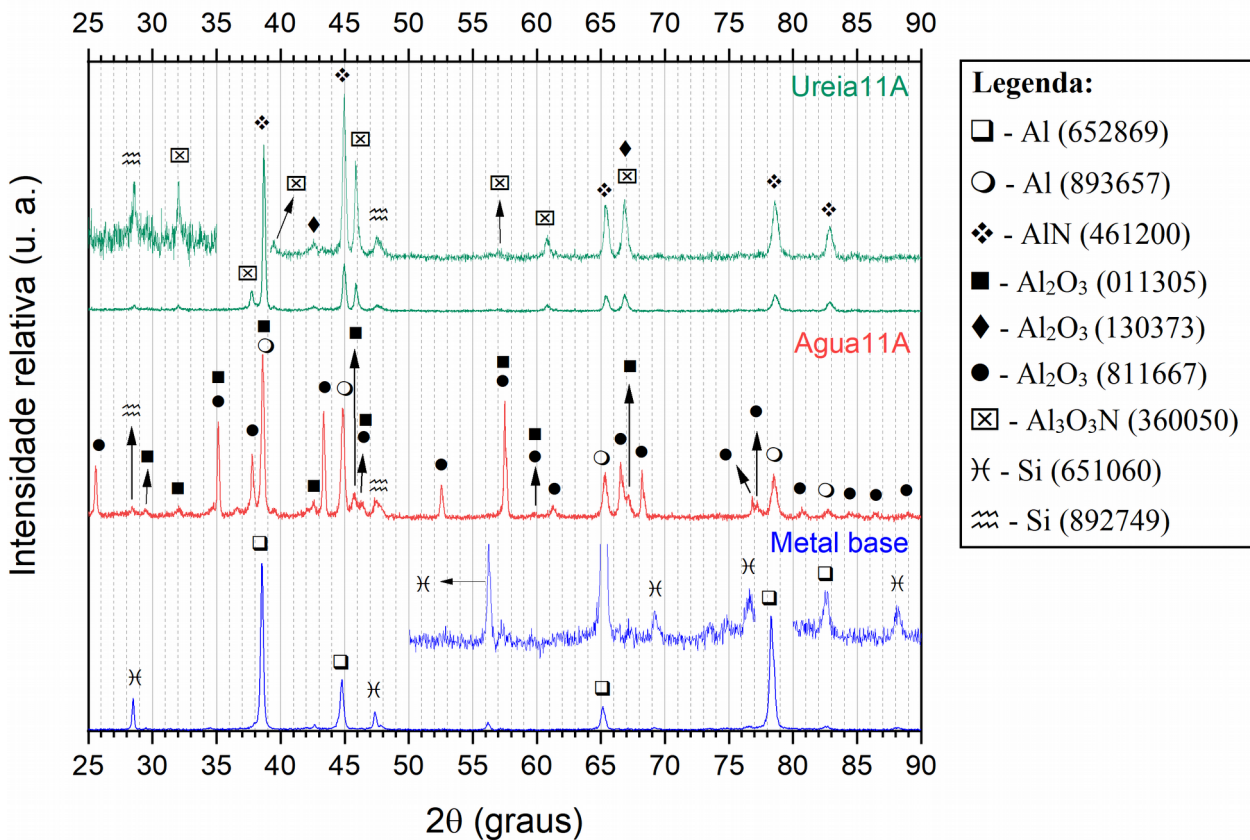


Gráfico 5. Difratogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 11A e do metal base.

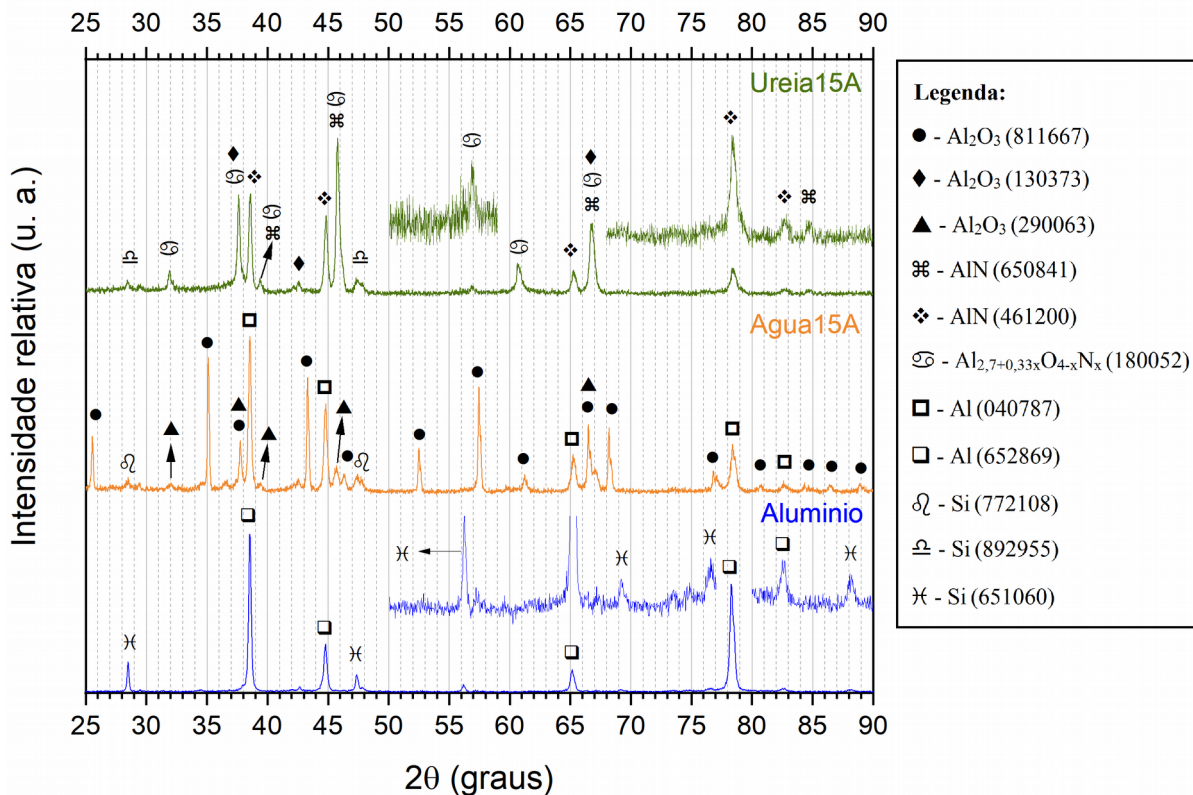


As diferenças observadas entre os difratogramas das amostras usinadas em relação ao difratograma do metal base, permitem inferir que a EDM promoveu alterações microestruturais nas superfícies expostas às descargas elétricas. Tais alterações podem ser atribuídas à incorporação de espécies químicas presentes no meio de usinagem às referidas superfícies, visto que as fases identificadas nos difratogramas das amostras tratadas são características de compostos de oxigênio e de nitrogênio, além das espécies químicas já existentes na liga metálica.

As diferenças entre os difratogramas das amostras usinadas em água deionizada e os das amostras usinadas em solução aquosa de ureia ensejam concluir que a presença de ureia no fluido de usinagem promove modificações microestruturais diferentes daquelas promovidas pela usinagem somente em água. Dessa forma, infere-se que na usinagem das amostras em água deionizada há incorporação de oxigênio pela superfície; nas amostras usinadas em solução aquosa de ureia, além do oxigênio, íons de nitrogênio são implantados no metal base.

O aumento de dureza experimentado nas ZREs corrobora com a hipótese da formação de óxidos, nitretos e oxinitretos de alumínio nas superfícies tratadas.

Gráfico 6. Difratomogramas das amostras usinadas em corrente elétrica de 15A e do metal base



CONCLUSÕES

A NDE da liga alumínio-silício hipoeutética é viável com uso de correntes elétricas entre 11 e 15A.

Não há diferenças significativas entre as espessuras e durezas médias das camadas refundidas das amostras nitretadas em correntes de 11 e de 15A.

A espessura da camada modificada pela EDM é menor nas amostras usinadas com corrente elétrica de 5A.

Devido a impossibilidade de medição de microdureza das amostras usinadas em corrente elétrica de 5A e a semelhança entre os difratogramas dessas amostras e o difratograma do metal base, não há evidências suficientes para afirmar se houve incorporação de oxigênio e/ou nitrogênio nas superfícies tratadas.

AGRADECIMENTOS

Ao Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG) pela concessão da bolsa de mestrado, PROC 124/2018-01, do ano 2018; ao Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG pela cessão de sua estrutura para realização das atividades referentes ao presente trabalho de pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALBINSKI, K. *et al.* The temperature of a plasma used in electrical discharge machining. **Plasma Sources Science and Technology** **5**(4), 736–742, 1996.
- ARANTES, L.J. *et al.* Avaliação de superfícies usinadas por diferentes fluidos dielétricos no processo de usinagem por eletroerosão. **Rem: Revista Escola de Minas** **56**(2), 91–96, 2003.
- AROOJ, S. *et al.* Effect of current in the EDM machining of aluminum 6061 T6 and its effect on the surface morphology. **Arabian Journal for Science and Engineering** **39**(5), 4187–4199, maio 2014.
- ASM INTERNATIONAL; DAVIS, JR; ASM INTERNATIONAL (EDS.). **Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials**. [10. ed.], 6. print ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000.
- BUCHWALDER, A. *et al.* Plasma nitriding of spray-formed aluminum alloys. **Advanced Engineering Materials**, 970-975, 2013.
- CHEN, HY; STOCK, HR; MAYR, P. Plasma-assisted nitriding of aluminium. **Surface and Coatings Technology** **64**, 139–147, 1994.
- DESCOEUDRES, A. *et al.* Time-resolved imaging and spatially-resolved spectroscopy of electrical discharge machining plasma. **Journal of Physics D: Applied Physics** **38** (22), 4066–4073, 21 nov. 2005.
- EKMEKCI, B. *et al.* Residual stress state and hardness depth in electric discharge machining: de-ionized water as dielectric liquid. **Machining Science and Technology** **9**(1), 39–61, 2005.
- ELIAS, L. *et al.* Nitretação por descargas elétricas do ferro fundido nodular. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia - ISSN: 1984-5693**, **11**, 2019.
- EUBANK, PT *et al.* Theoretical models of the electrical discharge machining process. III. The variable mass, cylindrical plasma model. **Journal of Applied Physics** **73**(11), 7900–7909, jun. 1993.
- FITZ, T. **Ion nitriding of aluminium**. Dissertação (Mestrado) — Dresden: Technische Universität Dresden, 2002.
- FITZ, T; MÖLLER, W. AlN growth kinetics during ion nitriding of aluminum. **Journal of Applied Physics** **92** (11), 6862–6867, 2002.
- FREDRIKSSON, G.; HOGMARK, S. Influence of dielectric temperature in electrical discharge machining of hot work tool steel. **Surface Engineering** **11**(4), 324–330, jan. 1995.
- GREDELJ, S. Plasma nitriding and in situ characterisation of aluminium. **Applied surface science** **199**(1), 234–247, 2002.
- JAHAN, M.P *et al.* An experimental investigation into the micro-electro-discharge machining behaviour of aluminium alloy (AA 2024). **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology** **78**(5–8), 1127–1139, 2015.
- KÖNIG, W; KLOCKE, F; LENZEN, R. The electrical machining processes: what demands will they face in the future? **International Journal of Electrical Machining** **1**, 3–8, 1996.
- KUMAR, S. *et al.* Surface modification by electrical discharge machining: A review. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 8, p. 3675–3687, abr. 2009.
- KUNIEDA, M. *et al.* Advancing EDM through fundamental insight into the process. **CIRP Annals** **54**(2), 64–87, 2005.
- LAUWERS, B. *et al.* Investigation of material removal mechanisms in EDM of composite ceramic materials. **Journal of Materials Processing Technology** **149** (1–3), 347–352, jun. 2004.
- LAUWERS, B. *et al.* Wire EDM machining of Si₃N₄, ZrO₂ and Al₂O₃-based ceramics. **International Journal of Electrical Machining** **10** (0) 33–37, 2005.
- MARTINS, PS. **Estudo da furação em altas velocidades de corte em ligas de Al-Si utilizando brocas de aço rápido e metal duro sem e com revestimento DLC (diamond like carbon)**. Belo Horizonte: Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, 2016.
- MCGEOUGH, JA. **Advanced methods of machining**. London ; New York: Chapman and Hall, 1988.
- MORALES, FAP. **Nitretação por descargas elétricas (EDM) do duralumínio AA 2011**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) — Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2019.
- PATEL, MR *et al.* Theoretical models of the electrical discharge machining process. II. The anode erosion model. **Journal of Applied Physics** **66** (9), 4104–4111, 1989.
- PEÇAS, P; HENRIQUES, E. Influence of silicon powder-mixed dielectric on conventional electrical discharge machining. **International Journal of Machine Tools and Manufacture** **43**(14), 1465–1471, 2003.
- RAMASAWMY, H; BLUNT, L. Effect of EDM process parameters on 3D surface topography. **Journal of Materials Processing Technology** **148**(2), 155–164, 2004.

- RASLAN, AA; SILVA, ER; SANTOS, RF. **Método de nitretação através da usinagem com descargas elétricas – NDE**. Uberlândia, MG, 9 set. 2014.
- SANTOS, RF. **Nitretação por EDM do aço AISI 4140**. Tese (Doutorado)-Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2013.
- SANTOS, RF. *et al.* Influence of urea content blended with deionized water in the process of nitriding using electrical discharge machining on AISI 4140 steel. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology** **89** (1–4), 1251–1257, 2017.
- SILVA, ER. **Otimização e avaliação dos parâmetros de influência do processo AJEDM**. Tese (Doutorado)-Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2012.
- STEVENS, L. **Improvement of surface quality in die-sinking EDM**. Tese (Doutorado)—Leuven: Katholieke Universiteit Leuven, 1998.
- TARIQ JILANI, S; PANDEY, PC. An analysis of surface erosion in electrical discharge machining. **Wear** **84**(3), 275–284, 1983.
- TELBIZOVA, T. *et al.* Mechanism of diffusional transport during ion nitriding of aluminum. **Applied Physics Letters** **76** (11), 1404–1406, 2000.
- VISSUTIPITUKUL, P; AIZAWA, T. Wear of plasma-nitrided aluminum alloys. **Wear** **259** (1–6), 482–489, 2005.
- YAN, BH; CHUNG TSAI, H; YUAN-HUANG, F. The effect in EDM of a dielectric of a urea solution in water on modifying the surface of titanium. **International Journal of Machine Tools and Manufacture** **45** (2) 194–200, 2005.