Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais





Dissertação de Mestrado

Rafael Morais Ataíde Murta

Avaliação da camada Nitretada por Descargas Elétricas na liga de titânio Ti-6Al-4V

Belo Horizonte Dezembro de 2017

Avaliação da camada Nitretada por Descargas Elétricas na liga de titânio Ti-6AI-4V

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação tecnológica de Minas Gerais, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Ciência e Desenvolvimento de Materiais Linha de Pesquisa: Linha II – Seleção, Processamento e Caracterização Orientador: Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva Coorientador: Prof. Dr. Rogério Felício dos Santos

> Belo Horizonte Dezembro 2017

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca - Campus I / CEFET-MG Bibliotecária: Rosiane Maria Oliveira Gonçalves - CRB/6-2660

Murta, Rafael Morais Ataíde. M984a Avaliação da camada nitretada por descargas elétricas na liga de titânio Ti-6Al-4V / Rafael Morais Ataíde Murta 2017. 106 f. : il., fotos, grafs., tabs. Orientador: Ernane Rodrigues da Silva.
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2017. Bibliografia.
 Usinagem por eletroerosão. 2. Nitretação iônica. 3. Implantação iônica. 4. Nitreto de titânio. 5. Ligas de titânio. I. Silva, Ernane Rodrigues da. II. Título.
CDD: 671.35



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO "AVALIAÇÃO DA CAMADA NITRETADA POR DESCARGAS ELÉTRICAS NA LIGA DE TITÂNIO Ti-6Al-4V"

Autor: Rafael Morais Ataide Murta

Orientador: Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva (ORIENTADOR) Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG Prof. Dr. Rogério Felício dos Santos (COORIENTADOR) Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Wellington Lopes Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

Prof. Dr. Marcelo Araujo Câmara Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG

Belo Horizonte, 15 de Dezembro de 2017.

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, meu irmão e minha esposa que com muito carinho me apoiaram para que eu chegasse até esta etapa da minha vida. Ao meu orientador Prof. Dr. Ernane por acreditar neste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por sempre clarear minha mente nos momentos de decisões e de tentações.

Ao orientador Dr. Ernane Rodrigues da Silva, pelo apoio e comprometimento durante a pesquisa para alcançar nossos objetivos.

Ao coorientador Dr. Rogério Felício dos Santos, pelo apoio e comprometimento durante a pesquisa para alcançar nossos objetivos.

Ao professor Dr. Marcelo Araujo Câmara pelo apoio no ensaio de pino sobre disco, pelas sugestões e críticas durante a execução dessa dissertação e como membro da minha banca de exame de qualificação e defesa.

Ao professor Dr. Wellington Lopes, pelas sugestões e críticas durante a execução dessa dissertação e como membro da minha banca de exame de qualificação e defesa.

Aos professores e funcionários do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET/MG pelos ensinamentos e contribuições.

Aos funcionários do laboratório da PUC Minas, campus Contagem, por permitir a utilização dos equipamentos de laboratório, em consentimento da instituição.

Aos colegas de curso de Pós-Graduação, em especial ao Steferson Ferreira de Oliveira pela colaboração e pelo auxílio em alguns ensaios.

Enfim, agradeço a todos que, embora não citados, colaboraram para a construção desse trabalho.

RESUMO

Desenvolvido nos últimos anos, o processo de Nitretação por Descargas Elétricas (NDE) vem se tornando uma maneira promissora de usinar e nitretar de modo simultâneo a superfície de materiais metálicos. Baixa densidade, boa resistência à tração (comparável à de muitos aços ligados) e excelente resistência à corrosão são propriedades que possibilitam a aplicação do titânio e suas ligas nas indústrias aeroespacial, naval, química, automotiva e no campo da medicina. Porém, raramente é usado em peças sujeitas ao deslizamento, devido a sua baixa resistência aos mecanismos de desgaste abrasivo e adesivo. O tratamento termoquímico de nitretação pode auxiliar a utilização de diferentes ligas desse material em situações aonde o atrito deve ser considerado. O objetivo deste trabalho foi estudar a camada nitretada na liga de titânio Ti-6AI-4V por meio do processo NDE, usando como fluído dielétrico solução de água deionizada e ureia granulada, como fonte de nitrogênio. Uma máquina de Usinagem por Descargas Elétricas por penetração foi utilizada no processo, com o uso de cobre e grafita como materiais dos eletrodos ferramenta. Foi avaliada a usinabilidade da liga Ti-6AI-4V aos parâmetros: taxa de remoção de material, taxa de desgaste e desgaste volumétrico relativo. Para caracterizar a camada nitretada foram realizadas análises por microscopia óptica, onde foi verificada a espessura da camada nitretada de 276 µm e 249 µm utilizando eletrodo de cobre e grafita, respectivamente. Além de um aumento da dureza Vickers em 90% em relação ao material base. A formação de nitretos na superfície foi avaliada por meio de difração de raio-x. Imagens metalográficas da seção transversal da superfície mostraram a formação da camada nitretada. Foram realizados ensaios de desgaste por deslizamento, pino sobre disco para avaliação da resistência ao desgaste, sendo constatado a maior resistência ao desgaste das amostras nitretadas pelo processo de NDE em relação a amostra da liga de titânio sem o tratamento de NDE. Além disso, a partir da microscopia eletrônica de varredura foi observado a ocorrência de desgaste abrasivo e adesivo nas trilhas geradas pelo ensaio de desgaste.

Palavras-chave: Usinagem por eletroerosão, nitretação iônica, implantação iônica, nitreto de titânio, ligas de titânio.

ABSTRACT

Developed in recent years, the Niteration by Electric Discharge (NDE) process has become a way of promising to use and simultaneously nitrate the surface of metallic materials. Low density, good tensile strength (comparable to many more bonded steels) and excellent corrosion resistance are properties that enable the application of titanium and its alloys in the aerospace, marine, chemical, automotive and non-medical industries. However, it is rarely used in sliding parts because of its low resistance to abrasive and adhesive wear mechanisms. The thermochemical treatment of nitriding can aid in the use of different alloys of this material in situations where friction should be considered. The objective of this work was to study the nitrided layer in the Ti-6AI-4V titanium alloy by means of the NDE process, using a solution of deionized water and granulated urea as a source of nitrogen as the dielectric fluid. A machine for machining by electric discharge by penetration with the process, with the use of copper and graphite as materials of the electrodes tool. A machinability of the Ti-6AI-4V alloy was evaluated to the parameters: material removal rate, wear rate and relative volumetric wear. To characterize the nitrided layer were performed by optical microscopy, where a nitrided layer thickness of 276 µm and 249 µm was verified, using copper electrode and graphite, respectively. In addition to an increase of Vickers hardness by 90% compared to the base material. A nitride formation on the surface for evaluation by means of x-ray diffraction. Metallographic images of the cross section of the version evaluated in the nitrided layer formation. Sliding wear tests were carried out, pin on disk to evaluate the wear resistance, and a higher wear resistance of the nitrided samples was verified by the NDE process in relation to a titanium alloy sample without the NDE treatment. In addition, from the scanning electron microscopy the occurrence of abrasive and posterior wear on the tracks generated by the wear test was observed.

Keywords: Machining by electroerosion, ionic nitriding, ion implantation, titanium nitride, titanium alloys.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Difratograma do aço AISI 4140 submetido ao processo de NDE	24
Figura 2: Variação da microdureza na seção transversal	25
Figura 3: Imagem da seção transversal da amostra usinada por EDM com água	
deionizada contendo ureia. Impressões de microdureza Vickers com carga de 10	gf.
	26
Figura 4: Representação Esquemática de um equipamento EDM	27
Figura 5: Modelo 3D para formação do canal de plasma no processo NDE	29
Figura 6: Desenho esquemático dos quatro modos representativos de desgaste	33
Figura 7: Representação de ensaio de desgaste por deslizamento tipo pino sobre	
disco	35
Figura 8: Imagem do movimento do pino sobre disco	36
Figura 9: Imagem do tribômetro pino sobre disco.	36
Figura 10: Representações das diferentes curvas de comportamento de atrito inic	ial:
Força (F) x Tempo	38
Figura 11: Fluxograma com a sequência de trabalho da pesquisa.	40
Figura 12: Imagens dos eletrodos ferramentas e amostras (eletrodos peça): (a)	
eletrodo de cobre, (b) eletrodo de grafita e (c) amostras	42
Figura 13: Equipamento de EDM	43
Figura 14: Cuba auxiliar instalada na cuba de trabalho.	44
Figura 15: Porta amostra, porta eletrodo e amostra	45
Figura 16: Painel de controle da máquina de eletroerosão com indicação dos	
parâmetros ajustados	46
Figura 17: Tribômetro pino sobre disco	51
Figura 18: Medição da condutividade inicial da água deionizada	54
Figura 19: Microscopia óptica com ampliação de 100 X de amostra de Ti-6AI-4V	
nitretada com eletrodo de cobre	56
Figura 20: Microscopia óptica com ampliação de 100 X de amostra de Ti-6AI-4V	
nitretada com eletrodo de grafita	56
Figura 21: Comparação das espessuras das camadas do processo NDE utilizand	0
eletrodo de cobre e de grafita	58
Figura 22: Difratograma das amostras nitretadas com eletrodo de cobre	59
Figura 23: Difratograma das amostras nitretadas com eletrodo de grafita	60

	9
Figura 24: Difratograma das amostras nitretadas com eletrodo de cobre e grafita	
versus material base Ti-6Al-4V	.61
Figura 25: Microscopia óptica da seção transversal de amostra nitretada com	
eletrodo de grafita e impressão de microdureza	.62
Figura 26: Perfil de microdureza da seção transversal nitretada utilizando o eletroc	do
de cobre e grafita	.63
Figura 27: Comparação do desempenho do processo de NDE utilizando eletrodo o	de
cobre e de grafita	.65
Figura 28: Comparação do desempenho do processo de EDM utilizando eletrodo o	de
cobre e de grafita	.66
Figura 29: Coeficiente de atrito da amostra #1, nitretada com eletrodo de cobre e	
força aplicada de 15 N	.69
Figura 30: Coeficiente de atrito da amostra #2, nitretada com eletrodo de cobre e	
força aplicada de 5 N	.70
Figura 31: Coeficiente de atrito da amostra #4, nitretada com eletrodo de cobre e	
força aplicada de 3 N	.71
Figura 32: Coeficiente de atrito da amostra #6, nitretada com eletrodo de grafita e	
força aplicada de 15 N	.71
Figura 33: Coeficiente de atrito da amostra #9, nitretada com eletrodo de grafita e	
força aplicada de 2 N	.72
Figura 34: Coeficiente de atrito da amostra #10, nitretada com eletrodo de grafita e	Э
força aplicada de 3 N	.72
Figura 35: Coeficiente de atrito da amostra de Ti sem NDE com força aplicada de	3
N	.75
Figura 36: Coeficiente de atrito das amostras #11, #12, #13 e #14 nitretadas com	
eletrodo de cobre e força aplicada de 3 N	.75
Figura 37: Coeficiente de atrito da amostra #16, #17, #18 e #19 nitretadas com	
eletrodo de grafita e força aplicada de 3 N	.76
Figura 38: Formação da zona refundida e camada nitretada utilizando eletrodo de	
cobre, observada via microscopia eletrônica de varredura.	.78
Figura 39: Formação da zona refundida e camada nitretada utilizando eletrodo de	
grafita, observada via microscopia eletrônica de varredura.	.78
Figura 40: Imagem de MEV da trilha gerada em amostra nitretada utilizando eletro	do
de cobre	.79

1	10
Figura 41: Imagem de MEV da trilha, desgaste abrasivo e adesivo	80
Figura 42: Imagem de MEV da região de contato da esfera de metal duro com	
material aderido	80
Figura 43: Imagem de MEV da região de contato da esfera de metal duro com	
material aderido	81
Figura 44: Imagem de MEV, desgaste da esfera de metal duro	81
Figura 45: Perda de volume das amostras no ensaio pino sobre disco	83
Figura 46: Variação de volume das esferas no ensaio pino sobre disco	84
Figura 47: Perda de volume das amostras no ensaio pino sobre disco - 2ª etapa8	86
Figura 48: Taxa de perda de volume por metro das amostras no ensaio pino sobre	
disco - 2ª etapa	87
Figura 49: Variação de volume das esferas no ensaio pino sobre disco	88
Figura 50: MEV com ampliação de 50 X e mapeamento da trilha de desgaste das	
amostras nitretadas utilizando eletrodo de cobre	90
Figura 51: MEV com ampliação de 50 X mapeamento da trilha de desgaste das	
amostras nitretadas utilizando eletrodo de grafita	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Graus de pureza do titânio	.21
Tabela 2 – Valores das propriedades físicas e mecânicas da liga Ti-6Al-4V sem	
tratamento	.21
Tabela 3 – Composição química da liga Ti-6Al-4V	.41
Tabela 4 – Grupo de amostras	.41
Tabela 5 – Parâmetros operacionais utilizados na NDE	.45
Tabela 6 – Peso específico dos materiais	.47
Tabela 7 – Parâmetros utilizados no ensaio de DRX	.49
Tabela 8 – Propriedades do metal duro WC-10Co	.52
Tabela 9 – Valores de condutividade dielétrica da solução durante o teste	.55
Tabela 10 – Espessuras da camada nitretada e zona refundida utilizando eletrodo	
ferramenta de cobre e de grafita	.57
Tabela 11 – Valores de microdureza Vickers do material base Ti-6Al-4V e das	
amostras nitretadas com eletrodo ferramenta de cobre e grafita.	.62
Tabela 12 – Resultados do desempenho do processo NDE utilizando eletrodo	
ferramenta de cobre e de grafita	.64
Tabela 13 – Resultados do desempenho do processo EDM utilizando eletrodo	
ferramenta de cobre e de grafita	.65
Tabela 14 – Distância percorrida em função da forca e tipo de eletrodo no process	30
de NDE para ensaio pino sobre disco	.68
Tabela 15 – Distância percorrida e tipo de eletrodo no processo de NDE para ensa	aio
pino sobre disco - 2ª etapa	.74
Tabela 16 – Coeficiente de atrito obtidos nos ensaios de pino sobre disco - 2ª etap)a. 76
Tabela 17 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das amostras – 1ª	.70
etapa	.82
Tabela 18 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das esferas – 1ª etap	a. .83
Tabela 19 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das amostras - 2ª eta	ipa. .84
Tabela 20 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das esferas - 2ª etapa	a.
	.87

	12
Tabela 21 – Analise semi-quantitativa de EDS na dentro e fora da trilha de desgas	ste
das amostras nitretadas com eletrodo de cobre	92
Tabela 22 – Analise semi-quantitativa de EDS na dentro e fora da trilha de desgas	ste
das amostras nitretadas com eletrodo de grafita	93

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	=	American Society for Testing and Materials - Sociedade Americana de Testes de Materiais
AISI	=	American Iron and Steel Institute – Instituto Americano do Ferro e Aço
DRX	=	Difração de raios X
DVR	=	Desgaste volumétrico relativo
NDE	=	Nitretação por descargas elétricas
EDM	=	Eletrical Discharge Machining - Usinagem por Descargas Elétricas
MEV	=	Microscopia Eletrônica de Varredura
Ton	=	Tempo de pulso
Toff	=	Tempo de pausa
TD	=	Taxa de desgaste do eletrodo ferramenta
TRM	=	Taxa de Remoção de Material
ZAC	=	Zona afetada pelo calor
ZR	=	Zona refundida

LISTA DE SÍMBOLOS E FÓRMULAS

A	=	Unidade de corrente (Ampere)
AI	=	Alumínio
atm	=	Atmosfera
°C	=	Grau centígrado
С	=	Carbono
cm	=	Centímetro
CO ₂	=	Gás carbônico
CO(NH ₂) ₂	=	Ureia
Cu	=	Cobre
Fe	=	Ferro
Fe ₂₋₃ N	=	ε Nitreto de ferro
Fe₄N	=	γ' Nitreto de ferro
FN	=	Força normal
g	=	Grama
gf	=	Grama força
g/l	=	Grama por litro
H ₂ O	=	Água
HV	=	Dureza Vickers
l/h	=	Litro por hora
m	=	Metro
mf	=	Massa final

mi	=	Massa inicial
mm	=	Milímetro
N	=	Newton
N	=	Nitrogênio
NH3	=	Amônia ou gás amoníaco
р.	=	Página
r	=	Raio
S	=	Segundo
Ti	=	Titânio
t	=	Tempo
TiN	=	Nitreto de titânio
Ti-6Al-4V	=	Liga de titânio
V	=	Unidade de tensão (Volt)
V	=	Vanádio
V	=	Velocidade
V	=	Volume
W	=	Watt
μm	=	Micrometro
μs	=	Micro segundos
δ	=	Peso específico

1	INT	RODUCÃO	18
	1.1.	Justificativa	18
2	OB.	JETIVOS GERAIS E ESPECÍFICOS	19
3	. RE\	/ISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
	3.1.	Titânio	20
	3.2.	Nitretação	22
	3.3.	Nitretação por EDM	23
	3.4.	Ureia	30
	3.5.	Material do eletrodo para EDM	31
	3.6.	Engenharia de superfície e desgaste	32
	3.6.1.	Desgaste	32
	3.6.2.	Ensaio de desgaste por deslizamento	34
	3.6.2.	1. Período <i>running-in</i>	37
4	. PRC	DCEDIMENTO EXPERIMENTAL	40
	4.1.	Materiais dos eletrodos ferramentas e das amostras	41
	4.2.	Fluido dielétrico	42
	4.3.	Equipamento de usinagem	43
	4.4.	Desempenho da usinagem por NDE	46
	4.5.	Caracterização microestrutural	48
	4.6.	Difração de raios X	49
	4.7.	Dureza Vickers	50
	4.8.	Pino sobre disco	50
	4.9.	Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV	53
5	RES	SULTADOS E DISCUSSÃO	54
	5.1.	Medição da condutividade elétrica	54
	5.2.	Formação das camadas nitretadas	55
	5.3.	Difração de Raios X	58
	5.4.	Dureza Vickers	61

SUMÁRIO

		17
5.5.	Avaliação do desempenho do processo de EDM	. 64
5.6.	Ensaio pino sobre disco	. 67
5.7.	Microscopia eletrônica de varredura	. 77
5.8.	Taxa de desgaste no ensaio de deslizamento pino sobre disco	. 82
5.9.	Mapeamento por raios X nas trilhas de desgaste	. 89
6. CO	NCLUSÕES	94
SUGES	TÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	. 95
REFER	ÊNCIAS	. 96
ANEXO	S	101

1. INTRODUÇÃO

Devido à sua baixa resistência ao desgaste, o titânio, é raramente usado como peças sujeitas ao deslizamento. O tratamento termoquímico de nitretação pode auxiliar a utilização de diferentes ligas desse material em situações aonde o atrito deve ser considerado. Além de aumentar sua resistência ao desgaste, o nitreto de titânio melhora a biocompatibilidade de suas ligas.

O processo de Nitretação por Descargas Elétricas (NDE) forma uma camada nitretada, obtida por implantação iônica, promovida pelas descargas elétricas produzidas pelo processo de eletroerosão, ao usar como fluido dielétrico uma solução aquosa de água deionizada e ureia.

1.1. Justificativa

Desenvolvido nos últimos anos, o processo NDE, vem se tornando uma maneira promissora de usinar e nitretar simultaneamente a superfície de materiais metálicos.

A EDM é um processo de usinagem não convencional que tem grande potencial em aplicações de engenharia de superfície, ao melhorar a resistência superficial do material por meio de tratamentos termoquímicos, como por exemplo, a nitretação.

Propriedades como: baixa densidade, boa resistência à tração (comparável à de muitos aços ligados) e excelente resistência à corrosão e à fadiga, possibilitam a aplicação do titânio e suas ligas nas indústrias aeroespacial, naval, química e automotiva, e ainda no campo da medicina. Porém, raramente são usados como peças sujeitas ao deslizamento, devido à sua baixa resistência aos mecanismos de desgastes abrasivo e adesivo e alto coeficiente de atrito. O tratamento termoquímico de nitretação pode solucionar esta restrição.

2. OBJETIVOS GERAIS E ESPECÍFICOS

O objetivo deste trabalho é estudar a camada nitretada formada por meio do processo de usinagem por descargas elétricas na liga de titânio Ti-6AI-4V, aplicando como fluído dielétrico solução de água deionizada e ureia farmacológica granulada.

Os objetivos específicos são:

- Medir a espessura da camada nitretada por EDM via microscopia óptica;
- Medir a microdureza Vickers da camada nitretada;
- Caracterizar os nitretos formados na camada nitretada por meio de analise via difração de raios-x;
- Avaliar a usinabilidade da liga Ti-6Al-4V com solução de água deionizada e uréia usando com eletrodo ferramenta cobre eletrolítico e grafita, por meio dos parâmetros: taxa de remoção de material (TRM), taxa de desgaste (TD) e desgaste volumétrico relativo (DVR);
- Quantificar a taxa de desgaste e analisar a resistência ao deslizamento por meio de ensaio pino sobre disco na superfície da camada nitretada por descargas elétricas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentada a revisão bibliográfica com base nos tópicos necessários para fundamentar a elaboração deste projeto.

3.1. Titânio

O titânio é um metal com aparência do aço quando em estado sólido. Quando puro, o titânio possui considerável ductilidade mesmo a frio. Em forma de pó, o titânio apresenta coloração cinza e preta (BENTO, 2000).

O titânio cristaliza com estrutura hexagonal compacta (HC) (Ti- α), acima de 855 °C, esse metal se transforma em estrutura cúbica de corpo centrado (ccc) (ti- β), que permanece até a temperatura de fusão a 1668 °C (NOORT, 1987).

As principais características das ligas de titânio são alta resistência específica, à corrosão e à fadiga, biocompatibilidade e boas propriedades criogênicas. Porém, o mesmo possui, baixa resistência aos mecanismos de desgaste abrasivo e adesivo.

Quando o alumínio e o vanádio são adicionados em pequenas quantidades ao titânio, são melhoradas as propriedades mecânicas, o que lhe garante utilidade em aplicações, desde aeroespaciais até implantes cirúrgicos (BENTO, 2000).

Apesar da concentração relativamente pequena de AI e V na liga Ti-6AI-4V, esta apresenta uma mudança drástica na resistência à fratura, limite de escoamento, dureza, microestrutura, padrão de fratura e alongamento. Entretanto, o módulo de elasticidade apresenta-se quase inalterado em relação ao titânio comercialmente puro (NIINOMI, 1998).

Todas essas características fazem da Ti-6Al-4V, a liga α + β ser extensivamente investigada, sendo também a mais indicada para a fabricação de dispositivos protéticos onde é necessária alta resistência, em substituição ao titânio comercialmente puro (OKABE e HERO, 1995).

Os sistemas de implantes odontológicos fabricados atualmente são confeccionados em titânio comercialmente puro (Ticp) ou uma de suas ligas de interesse da odontologia (como Ti-Al ou Ti-V). Dessas ligas a mais comum contém 6% de alumínio e 4% de vanádio e é conhecida como Ti-6Al-4V. Elas são leves, fortes e altamente resistente à fadiga e corrosão, embora sejam mais duras que o osso. Seu módulo de elasticidade é de 113,8 GPa e é mais próximo do módulo de elasticidade do osso de 16,5 GPa que qualquer outro material utilizado na fabricação de implantes endósseos, com exceção do Ticp cujo módulo de elasticidade é de 103,4 GPa. Esta propriedade permite uma maior distribuição das forças na interface osso-implante (PARR et al., 1985).

A Tabela 1 apresenta o grau de pureza do titânio para diversas ligas, inclusive a Ti-6AI-4V que é objeto deste estudo.

Ligo	Elemento (% de impureza)							
Liya	Ν	С	Н	Fe	0	AI	V	Ti
Ti grau I	0,03	0,10	0,015	0,02	0,18			restante
Ti grau II	0,03	0,10	0,015	0,03	0,25			restante
Ti grau III	0,05	0,10	0,015	0,03	0,35			restante
Ti grau IV	0,05	0,10	0,015	0,05	0,40			restante
Ti-6Al-4V	0,05	0,08	0,012	0,25	0,13	5,5-6,5	3,5-4,5	restante

Tabela 1 – Graus de pureza do titânio.

Fonte: SILVA, 2008

A Tabela 2 apresenta os valores das propriedades físicas e mecânicas da liga Ti-6Al-4V sem tratamento.

	Valanaa	
Propriedades físicas e mecanicas	valores	Unidades
Densidade	4,43	g/cm³
Dureza Rockwell C	36	Rockwell C
Resistência a tração	950	MPa
Alongamento até a ruptura em tração	14	%
Redução da seção transversal	36	%
Módulo de elasticidade	113,8	GPa
Resistência a compressão	970	GPa
Resistência a cisalhamento*	1450	GPa
Coeficiente de Poisson	0,342	

Tabela 2 – Valores das propriedades físicas e mecânicas da liga Ti-6Al-4V sem tratamento

Propriedades físicas e mecânicas	Valores	Unidades
Resistência ao impacto	17	J
Resistência a fadiga**	510	MPa
Módulo de cisalhamento	44	GPa

* Kt (fator de concentração de tensão 6,7).

** 1.10⁷ ciclos

Fonte: Matweb, 2017, elaborada pelo autor.

3.2. Nitretação

A nitretação é um tratamento de endurecimento superficial em que se introduz no material, até certa profundidade, nitrogênio, sob ação de um ambiente nitrogenoso. Ela pode ser realizada com o objetivo de obtenção de elevada dureza superficial, aumento da resistência ao desgaste, aumento da resistência à fadiga, melhorar a resistência à corrosão e a resistência superficial ao calor.

A nitretação tem por princípio a difusão do nitrogênio atômico na superfície do material. Segundo Skonieski et al. (2008), o endurecimento ocorre pela formação de uma zona de difusão e de uma camada de compostos (camada branca).

A nitretação pode ser a gás por difusão ou através de um canal de plasma que tem sido largamente a mais empregada para melhorar as propriedades da superfície de vários materiais de engenharia (SUN e BELL, 1991).

Segundo Thelning (1975), a nitretação é um tratamento termoquímico que envolve a introdução de nitrogênio na forma atômica, por difusão, no interior do reticulado cristalino de ligas ferrosas, no campo da estabilidade da ferrita, em temperaturas normalmente na faixa de 500 a 590 °C.

A nitretação de metais é um processo que permite alterar as propriedades de dureza superficial, desgaste, corrosão, resistência térmica do material e resistência à cavitação. O processo de nitretação de superfícies se aplica ao tratamento de moldes de injeção, peças automotivas, moldes de extrusão de alumínio, ferramentas de corte, punções e matrizes para corte em geral, tratamento de próteses, etc (SILVA et al., 2012).

Pela baixa temperatura do processo e além de não necessitar de uma posterior têmpera para que ocorra o aumento da dureza, este tratamento termoquímico é preferido quando se requer um mínimo de variações dimensionais nas peças (KNERR et al., 1991).

Na zona de difusão o endurecimento ocorre por solução sólida e principalmente pela formação de nitretos precipitados. Acima da zona de difusão, na região mais externa das peças, dependendo dos parâmetros empregados na nitretação, pode ocorrer a formação da camada de compostos ou "camada branca" onde estão presentes as fases ϵ (Fe₂₋₃N) e/ou γ ′ (Fe₄N) (O'BRIEN e GOODMAN, 1991).

3.3. Nitretação por EDM

O processo de 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 entre dois eletrodos, um a ferramenta e o outro a peça na máquina EDM (RASLAN et al., 2012).

O processo de usinagem por EDM consiste no mecanismo de erosão do material, feito primeiramente, pelo uso da energia elétrica e modificado internamente para a energia térmica, completando uma série de descargas elétricas discretas, ocorrendo entre o eletrodo e a peça imersos em um fluido dielétrico. A energia térmica gera um canal de plasma entre o catodo e anodo com temperaturas elevadíssimas, iniciando substancialmente o aquecimento e a fusão na superfície de cada polo. Quando a pulsação direta da corrente é interrompida, o canal de plasma entra em colapso e causa redução repentina da temperatura, permitindo a circulação do dielétrico, retirando o material fundido do canal de plasma transportando-o em forma de partículas microscópicas. Após uma descarga, ocorre a formação de uma cratera e parte do material fundido deposita-se na superfície da cratera, devido à tensão superficial e efeitos de resfriamento, formando uma camada ao longo de toda superfície usinada, denominada pelos pesquisadores de camada refundida. Esta camada geralmente é frágil e apresenta trincas e poros, sendo necessário ser removida. Abaixo desta camada fica a zona afetada pelo calor (ZAC), que é apenas parcialmente afetada pelas altas temperaturas. As durezas da camada refundida e da ZAC dependem dos parâmetros de EDM, da capacidade de condução térmica e do próprio material (MCGEOUGH, 1988).

A camada refundida pode afetar a estrutura e/ou a integridade da superfície usinada por EDM (MILLER e GUHA, 1999). Segundo Kaminski e Capuano (1999), após a formação do gás, o fluído a uma temperatura baixa se encontrará com a parte gasosa e ocorrerá um choque térmico, que proporcionará micro-explosões e a desagregação das partículas fundidas da peça. Este é o ponto de início do processo de usinagem propriamente dito.

A implantação iônica do nitrogênio ocorre na camada superficial da peça, ocasionando o aumento de dureza em relação à matriz. A caracterização de nitretos pode ser realizada via técnica de difração de raios-x. Santos (2013) utilizou esta técnica conforme apresenta a Figura 1 que revela a presença de nitretos de ferro dos tipos FeN e ε-Fe₂-₃N, na superfície da amostra de aço AISI 4140.





Fonte: SANTOS, 2013

Santos (2013) identificou modificações estruturais ocorridas em aço AISI 4140, como ganho de dureza superficial e formação de nitretos de ferro, após submeter amostras ao processo de nitretação por descargas elétrica, utilizando solução aquosa contendo ureia, como fluido dielétrico.

Yan et al. (2004), em seu trabalho estudaram a aplicação do processo de EDM em ligas de Ti-6AI-4V com solução de ureia em água destilada, para verificarem a formação de nitretos de titânio (TiN). A Figura 2 representa a variação da microdureza na seção transversal.



Figura 2: Variação da microdureza na seção transversal.

Fonte: YAN, et al., 2004

O processo utilizando como fluido dielétrico a solução de ureia conseguiu manter a dureza maior a cerca de 70 µm de distância da superfície quando comparado ao processo de usinagem utilizando água destilada.

Camargo et al. (2009) observaram duas regiões diferentes: camada refundida e camada enriquecida com nitretos, após usinar por descargas elétricas com solução de água deionizada e uréia, a liga Ti-6AI-4V. A Figura 3 ilustra a superfície da seção

transversal da amostra usinada, com as respectivas impressões de microdureza Vickers.

Figura 3: Imagem da seção transversal da amostra usinada por EDM com água deionizada contendo ureia. Impressões de microdureza Vickers com carga de 10 gf.



Fonte: CAMARGO et al., 2009.

A Figura 4 ilustra esquematicamente a máquina de EDM por penetração. Nota-se que o eletrodo é colocado próximo à peça a ser usinada, sendo estes separados por uma distância pequena, cujos valores típicos encontram-se na faixa de 0,01–0,05 mm (BENEDICT, 1987).



Figura 4: Representação Esquemática de um equipamento EDM.

Fonte: CAMARGO, et al., 2009

A distância entre o eletrodo e a peça é preenchida pelo fluido dielétrico, bombeado e filtrado de um reservatório até a região de usinagem. O fluido dielétrico tem um papel importante no processo EDM: refrigerar a região de usinagem, conduzir as partículas removidas e controlar a potência de abertura da descarga (FULLER, 1989).

Kumar et al. (2009) citam que, além da remoção de material, durante o processo de usinagem, há também remoção de material do eletrodo. Kunieda et al. (2005) informam que a transferência de materiais pode ser feita por meio de eletrodos sinterizados, pós em suspensão no fluido dielétrico ou ambos os casos.

Santos (2013) propôs em seu trabalho o modelo do processo NDE, onde o fenômeno ionização por impacto causa a ruptura do fluido dielétrico e gera NH₃ e CO₂ gasosos. A energia gasta para conversão do fluido dielétrico é suficiente para formar o canal de plasma e decompor os constituintes presentes nessa mistura, em forma de vapores e gases, como NH₃, que se decompõe em N₂ e H₂ conforme as reações apresentadas nas Equações (1) e (2):

$$(NH_2)_2CO + 2 H_2O \rightarrow NH_4OH + NH_3 + CO_2$$
(1)

28

$$2 \text{ NH}_3 \rightarrow \text{ N}_2 + 3 \text{ H}_2 \tag{2}$$

O N₂ e H₂ irão se difundir no canal de plasma na forma de íons, como N⁺², N⁺ e H⁺². Além destes íons, formam-se íons de cobre, oriundos do eletrodo ferramenta (anodo). Por serem positivos, eles serão impulsionados para a superfície do eletrodo peça (catodo) e, pela alta energia cinética que adquirem, implantando-se no interior da mesma (SANTOS, 2013). Essa condição ocorre quando o processo opera com polaridade positiva.

A Figura 5 apresenta um modelo 3D para a formação do canal de plasma no processo NDE. Segundo Santos (2013), no decorrer da duração da descarga, o raio aC do plasma na região próxima ao catodo apresenta-se praticamente constante e é bem inferior ao raio aA, observado na região próxima ao anodo. A menor magnitude de aC deve-se, principalmente, a emissão de elétrons pelo catodo. No anodo, o raio aA aumenta continuamente durante a evolução da duração da descarga, o fluxo de calor nas superfícies do catodo e do anodo está representado por qC e qA, sendo rC e rA os raios das cavidade fundidas no catodo e anodo, respectivamente.



Figura 5: Modelo 3D para formação do canal de plasma no processo NDE

Fonte: SANTOS, 2013

O fenômeno de expansão contínua do diâmetro do canal de plasma acontece pelo fato de o plasma transferir energia para as regiões radiais circunvizinhas, assim como para as cavidades fundidas. Ele tem fundamental influência sobre a quantidade de material fundido em cada um dos eletrodos. A cada incremento no tempo da descarga, a irradiação de energia do plasma provoca a vaporização, a dissociação e a ionização de um pequeno volume do fluido dielétrico que o circunda. Isso causa um aumento da massa, do diâmetro do plasma e da bolha de gases, bem como a queda da pressão e da temperatura atuantes sobre as cavidades fundidas. (SANTOS, 2013).

A figura 5 também representa por meio de corte, os constituintes que foram formados a partir da decomposição do fluido dielétrico: os íons N₂⁺, N⁺ e H⁺ dentro do canal de

plasma, segundo Santos (2013) esse modelo de transferência apresenta similaridade com a nitretação a plasma convencional.

Segundo Raslan (2015), sob o ponto de vista de aplicação, a técnica de implantação iônica com uso da EDM permite vislumbrar algumas aplicações práticas nas áreas de usinagem por EDM, implantes médicos/odontológicos e endurecimento de superfícies metálicas com nitrogênio. Neste último caso, pelo endurecimento produzido, tem-se potencial para modificações nas características tribológicas de materiais metálicos.

3.4. Ureia

"A ureia é um pó cristalino branco, com sabor ligeiramente amargo, livremente solúvel em água." (GOODMAN et al., 1987, p. 581). É quase inodora, mas pode desenvolver odor típico de amônia. Ligeiramente higroscópica, seu nome IUPAC é diaminometanal, mas também pode ser chamada de carbamida.

Destacam-se também as seguintes características da ureia (THE MERCK INDEX, 1996):

- estrutura prismática tetragonal;
- temperatura de fusão de 132,7 °C;
- em temperaturas superiores à de fusão pode sofrer decomposição;
- massa molar igual a 60,06 g/mol;
- composição centesimal C 20%, H 6,71%, N 46,65% e O 26,64%;
- densidade igual a 1,32 g/cm³;
- solução aquosa 10% m/m apresenta densidade igual a 1,027 g/cm³ e pH 7,2;
- categoria terapêutica em humanos: diurético.

Os empregos mais importantes da ureia são nos fertilizantes sólidos, com altonitrogênio (46%), no suplemento proteico de rações para gado, e em plásticos em combinação com formaldeído e furfural. A ureia também é usada extensamente em adesivos, recobrimentos, agentes contra o encolhimento de tecidos e em resinas trocadoras de íons. [...] (SHREVE e BRINK JR., 2008).

A síntese industrial da ureia é realizada, em condições adequadas, a partir da reação entre gás carbônico e gás amoníaco (amônia), conforme Equação (3):

 CO_2 + 2 NH₃ \rightarrow $CO(NH_2)_2$ + H₂O (3) dióxido de amônia ureia água carbono

3.5. Material do eletrodo para EDM

A seleção adequada do material do eletrodo é uma decisão chave no plano de processo para qualquer trabalho com EDM. Os eletrodos mais eficientes para a aplicação são os que possuem alta condutividade elétrica e térmica e alto ponto de fusão. Os materiais mais utilizados no processo de EDM são o cobre eletrolítico e a grafita.

Segundo Jha et al. (2011), o material do eletrodo deve apresentar algumas propriedades básicas como a condutividade elétrica e térmica, uma temperatura de fusão elevada, baixa velocidade de desgaste, e resistência à deformação durante a usinagem.

O cobre possui maior condutividade elétrica e térmica, porém a grafita suporta mais o calor gerado pelo canal de plasma, podendo às vezes sofrer menores desgastes e usinar com maiores taxas de remoção de material (SANTOS, 2015).

Amorim e Weingaertner (2007) relatam que as propriedades termofísicas do eletrodo peça e do eletrodo ferramenta (condutividade térmica e elétrica, expansão térmica, temperatura de fusão e temperatura de ebulição) têm influências consideráveis sobre o desempenho no processo EDM. Principalmente em termos de taxa de remoção de material (TRM), taxa desgaste do eletrodo (TD) e integridade da superfície da peça de trabalho.

Segundo Müller et al. (2015) o processo de EDM tem inúmeras variáveis envolvidas, como o tipo de material da peça e os parâmetros adotados na erosão, dando a

entender que há necessidade de fazer um estudo prévio para a escolha do melhor material para eletrodo dependendo da aplicação e dos parâmetros envolvidos.

3.6. Engenharia de superfície e desgaste

Engenharia de Superfície é uma atividade multidisciplinar, destina-se a adaptar as propriedades das superfícies dos componentes de engenharia, de modo a melhorar sua aplicabilidade e desempenho.

A Engenharia de Superfície pode ser definida como: estudo de tratamentos, térmicos e/ou químicos, superficiais ou nas regiões próximas a superfície de um material, que permita à mesma executar funções distintas das exigidas do material base.

Existem dois objetivos comuns no uso da engenharia de superfície para aplicações tribológicas, sendo para aumentar a resistência ao desgaste do material de superfície e para modificar o seu comportamento ao atrito (HUTCHINGS, 1992)

O desempenho dos componentes utilizados em aplicações industriais pode ser otimizado com o uso de tratamentos superficiais. Há uma enorme variedade de técnicas de modificação superficial e cada uma delas apresenta vantagens e desvantagens em relação às demais. A escolha de uma determinada técnica irá depender principalmente da aplicação, das propriedades que se deseja obter e do custo final. Muitas vezes, torna-se necessário a aplicação de técnicas conjuntas para a obtenção de melhores propriedades do material modificado (MANFRIDINI, 2014).

O termo tribologia foi definido por HUTCHINGS (1992) como o campo da ciência e tecnologia responsável pelo estudo de superfícies em movimento relativo. A interação entre essas superfícies implica na ocorrência de uma série de efeitos, dentre os quais a dissipação de energia por atrito e a dissipação da matéria sob a forma de fragmentos, ou, desgaste.

3.6.1. Desgaste

O desgaste é a perda progressiva de material a partir do movimento relativo de duas superfícies sólidas em contato. Em sistemas tribológicos, a remoção do material é geralmente um processo, apesar de lento, contínuo e estável. Logo o desgaste passa a interferir no funcionamento adequado dos equipamentos (BHUSHAN, 2002).

Segundo Zum Gahr (1987) existem apenas duas maneiras de remover material de uma superfície, o material pode ser dissolvido da superfície por meio de reação química ou o material pode ser fraturado.

A maioria dos mecanismos envolve algum tipo de fratura do material na superfície. O desgaste é geralmente progressivo, causado pela interação entre sólidos em movimento relativo ou pela ação mecânica de fluido em movimento.

Existem 4 mecanismos de desgastes classificados pela norma DIN 50320 (1979), abrasão, adesão, fadiga superficial e tribo-químico (corrosivo) conforme Ilustrado na Figura 6.

Figura 6: Desenho esquemático dos quatro modos representativos de desgaste



Fonte: RADI, et al., 2007

O desgaste adesivo ocorre quando dois corpos sólidos em contato deslizam entre si, tendo lubrificante na interação ou não. A adesão ocorre nos picos de asperezas que são cisalhados pelo deslizamento, que durante o ciclo podem aderir novamente e serem arrancadas em outro momento, formando partículas de desgaste soltas (BHUSHAN, 2002). A adesão é favorecida pela deformação plástica e arrancamento constante das asperezas que deslizando pela superfície de contato, formando junções adesivas. (BHUSHAN, 2002; RABINOWICZ, 1995).

O desgaste abrasivo ocorre quando dois corpos em contato ao deslizarem provocam trilhas (sulcos) na superfície. O material destas trilhas é deslocado na forma de partículas de desgaste e em geral são perdidas (RABINOWICZ, 1995).

Segundo Manfridini (2014), no desgaste abrasivo, o material é removido ou deslocado da superfície por partículas mais duras presentes na superfície do contra corpo deslizante. O material mais macio é então forçado no sentido oposto do deslizamento, escorregando ao longo da superfície. Quando as partículas duras estão livres para se movimentar entre as superfícies sólidas, o processo é chamado de desgaste abrasivo de três corpos. Já quando essas partículas estão fixas na superfície do contra corpo, o desgaste é denominado abrasivo de dois corpos.

Quando o desgaste é ocasionado pelo alto número de repetições do movimento ele é chamado de desgaste por fadiga. A microestrutura dos materiais que apresentam esse mecanismo de desgaste é intensamente deformada, o material próximo à superfície se desloca na direção de deslizamento devido à força de atrito e os grãos são orientados paralelamente à direção de deslizamento (MANFRIDINI, 2014).

Finalmente, o desgaste corrosivo ocorre em meios corrosivos, líquidos ou gasosos. Neste tipo de desgaste são formados produtos de reação devido às interações químicas e eletroquímicas. Essas reações são conhecidas como reações triboquímicas e produzem uma intercamada na superfície que depois é removida (RADI, et al., 2007).

3.6.2. Ensaio de desgaste por deslizamento

O ensaio de desgaste por deslizamento é mais expressivo no processo de caracterização, por envolver diferentes mecanismos de desgastes como, transferência de material da superfície de contato para o contra-corpo, abrasão de dois ou três corpos, que utilizam equipamentos mais simples de serem construídos comparados os que ensaiam desgaste por contatos rolantes e impacto oscilatório (TEDESCO, 2010).

De acordo com HUTCHINGS (1992), as condições tribológicas como carga normal aplicada, velocidade de deslizamento, lubrificação ou não e tempo de deslizamento, assim como as propriedades dos materiais, influenciam os mecanismos presentes no desgaste. No desgaste por deslizamento, os principais fatores que comandam o desgaste são tensões de contato, temperatura e oxidação.

A técnica de pino sobre disco utiliza um tribômetro, conforme ilustrado na Figura 7, com movimento relativo entre dois corpos, sendo o pino geralmente o contra-corpo e o corpo (disco) a superfície da amostra ensaiada.

Figura 7: Representação de ensaio de desgaste por deslizamento tipo pino sobre disco.



Fonte: MANFRIDINI, 2014

Neste ensaio somente um dos corpos possui movimento rotacional, que geralmente é realizado pelo disco, como pode ser observado na Figura 8.
Figura 8: Imagem do movimento do pino sobre disco



Fonte: MACTRIB, 2016.

A Figura 9 ilustra a imagem de um equipamento para ensaio de pino sobre disco.



Figura 9: Imagem do tribômetro pino sobre disco.

Fonte: MACTRIB, 2016.

O pino é alojado no cabeçote principal que permite variar sua extensão, podendo gerar diversos raios de giração que irão formar as trilhas. O plano do cabeçote é alinhado com o plano da peça para garantir aplicação de carga constante, que é representada em um diagrama pela forca normal (MEYVECI et al., 2010).

Para a aquisição de dados é utilizado um programa instalado em um computador acoplado ao tribômetro. Este mesmo programa controla os parâmetros de teste como rotação e distância percorrida. Os relatórios obtidos são sob a forma de gráficos ou planilhas, que retratam a variação da força e coeficiente de atrito com a distância percorrida, tempo de ensaio ou número de revoluções do corpo de prova (MANFRIDINI, 2014).

No disco é acoplado um sensor que permite a leitura e o controle da velocidade tangencial durante o ensaio. Acoplado ao cabeçote está um sensor piezelétrico que é o transdutor de tensão com a função de medir os desvios provenientes do braço oscilatório causados pela forca de atrito, e a partir de recursos de software específicos, o sinal elétrico é convertido em coeficiente de atrito (SANTOS, 2015).

3.6.2.1. Período running-in

O período *running-in* é o estágio onde ocorre o início da interação entre duas superfícies. Nesse estágio ocorre uma variação significativa da área de contato, como consequência da acomodação entre as superfícies. Um comportamento instável do valor da força de atrito é provocado pela variação da área de contato. O *running-in* está associado com o estabelecimento de uma área de contato aproximadamente constante, o que evidência ao atingir uma força de atrito aproximadamente constante (KAPOOR et al., 1994).

O *running-in* segundo Duarte (2014), pode ser visto como uma etapa na qual, ocorrem processos que posteriormente vão determinar os mecanismos de atrito ou desgaste que acontecerão no regime permanente.

A Figura 10 demonstra o estudo realizado por BLAU (2009) com diferentes tipos de curvas de atrito x tempo.

Figura 10: Representações das diferentes curvas de comportamento de atrito inicial: Força (F) x Tempo



Fonte: BLAU, 2009. (a) Metais oxidados não lubrificados, (b) Sistemas revestidos e (c) Metais lubrificados

Segundo BLAU (2009), a imagem **(a)** da Figura 10 ocorre em metais oxidados e não lubrificados, observado na maioria dos casos em pares de metais ferrosos e em pares não ferrosos. Esse tipo de curva é causado pelo desenvolvimento de uma camada de

detritos ou excessiva transferência de material. Na imagem (b), a curva ocorre em sistemas revestidos e em sistemas onde o desgaste é controlado pelos processos de fadiga subsuperficial. Neste caso as rachaduras crescem até formar o primeiro *debril*, criando a formação de um terceiro corpo, que induz uma transição rápida do atrito. Às vezes, alguns picos iniciais de atrito sinalizam o início desta transição. A imagem (c) é um exemplo de curva para metais lubrificados, nele a alta taxa de desgaste inicial, ocorre pelas asperezas da superfície de desgaste, no momento em que as asperezas são desgastadas, a superfície tornando mais suave.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste trabalho foram utilizadas amostras da liga de titânio Ti-6Al-4V, submetidas ao processo de Nitretação por Descargas Elétricas (NDE), utilizando solução aquosa contendo ureia, como fluido dielétrico. O propósito foi o enriquecimento superficial por meio da implantação de nitrogênio, com o objetivo de melhorar a resistência ao desgaste da liga. A Figura 11 ilustra o fluxograma com a sequência de trabalho da pesquisa.

Instalação da cuba auxiliar Fabricação do dispositivo Adaptações da máquina de EDM porta amostra Instalação da bomba centrífuga Preparação dos eletrodos Seleção dos Materiais ferramentas de cobre e grafita Preparação dos eletrodos peça (amostras) da liga Ti6Al4V Preparação do fluído dielétrico Nitretação por descargas elétricas (NDE) Microscopia óptica Desempenho da usinagem Difração de raios-X (DRX) Caracterização Microdureza Vickers Pino sobre disco Microscopia eletrônica de

varredura

Figura 11: Fluxograma com a sequência de trabalho da pesquisa.

4.1. Materiais dos eletrodos ferramentas e das amostras

Foram utilizados nesta pesquisa eletrodos ferramentas de grafita e cobre eletrolítico em formato cilíndrico com 22 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento. Foram fabricadas amostras (eletrodo peça) da liga de titânio Ti-6AI-4V em formato cilíndrico com diâmetro de 19 mm e 13 mm de comprimento, ambos confeccionados por usinagem convencional utilizando um torno mecânico. A Tabela 3 apresenta a composição química da liga Ti-6AI-4V.

Tabela 3 – Composição química da liga Ti-6Al-4V.

Elemento	Ν	С	Н	Fe	0	AI	V	Ti
Teor (%)	0,03	0,08	0,015	0,4	0,2	5,5-6,75	3,5-4,5	restante

Fonte: Matweb, 2017, elaborada pelo autor.

Neste trabalho foram estudados três grupos de amostras divididos conforme a Tabela 4.

Grupo	Denominação	Descrição	
1	Ti-6Al-4V	Sem tratamento	
2	Ti-6AI-4V - eletrodo cobre	NDE utilizando água deionizada + ureia e eletrodo ferramenta de cobre	
3	Ti-6Al-4V - eletrodo grafita	NDE utilizando água deionaizada ureia e eletrodo ferramenta de grafita	

Fonte: Elaborada pelo autor.

Para permitir a fixação das amostras ao instrumento para o ensaio pino sobre disco foi necessário usinar rasgos laterais nas amostras. A Figura 12 representa os eletrodos de cobre (a), grafita (b) e as amostras utilizadas na pesquisa (c), nesta figura é possível observar os rasgos laterais usinados nas amostras.

Figura 12: Imagens dos eletrodos ferramentas e amostras (eletrodos peça): (a) eletrodo de cobre, (b) eletrodo de grafita e (c) amostras.



Fonte: Elaborada pelo autor

4.2. Fluido dielétrico

Foi utilizada solução aquosa como fluido dielétrico, formada com água deionizada e ureia farmacológica (manipulações tópicas) na concentração de 20 gramas por litro. A água deionizada foi obtida a partir da água potável utilizando um aparelho deionizador a base de resina. O monitoramento da condutividade foi efetuado com condutivímetro portátil que opera na faixa de 0 a 1999 μ S/cm e incerteza de $\pm 2\%$.

Conforme observado por Santos (2015), a concentração de ureia exerce influência na condutividade do fluido dielétrico e tende a dificultar a abertura do arco. A concentração utilizada neste trabalho foi de 20 g/l, devido ao valor da condutividade elétrica inicial de 10 µS/cm.

Para medir a massa da ureia foi utilizada uma balança modelo Balmak - Economic line next - ELP-25, capacidade máxima na faixa de 10 kg / 25 kg, capacidade mínima 40g e resolução de 2g/5g.

O monitoramento da condutividade antes, durante e após o processo de NDE foi efetuado com condutivímetro portátil que opera na faixa de 0 a 1999 μ S/cm e incerteza de ± 2%.

4.3. Equipamento de usinagem

A nitretação por descargas elétricas foi realizada em um equipamento de EDM por penetração modelo SERVSPARK Eletroplus EDM-540, ilustrado na figura 13. O equipamento trabalha com três eixos, X, Y e Z. No eixo Z possui em sua extremidade inferior o porta eletrodo que pode ser polarizado positivo ou negativo por meio de contato elétrico.

O equipamento possui painel de controle que permite ajustar os parâmetros de usinagem. O fluido dielétrico, óleo mineral, que auxilia a limpeza das partículas removidas durante a usinagem e permite o isolamento elétrico, é armazenado no tanque principal e circula na cuba de trabalho por meio de bomba hidráulica.



Figura 13: Equipamento de EDM.

Fonte: Elaborada pelo autor

Para permitir que o ensaio de NDE fosse realizado usando solução aquosa com ureia, como fluído dielétrico, foi necessário realizar adaptação no equipamento para evitar danos corrosivos. Desta forma, uma cuba auxiliar fabricada em aço inoxidável AISI 304 com capacidade de 80 litros, que foi instalada dentro da cuba de trabalho, conforme ilustrado na Figura 14. O fluido dielétrico do equipamento (óleo mineral) circula normalmente, por fora da cuba auxiliar, durante o processo NDE.



Figura 14: Cuba auxiliar instalada na cuba de trabalho.

No interior da cuba auxiliar foi soldado um dispositivo para fixação da amostra (eletrodo peça). A montagem pode ser observada na Figura 15. Parafusos foram conectados para facilitar a troca de amostras. Como porta eletrodo, foi utilizado um cilindro de cobre eletrolítico com furo central de 22 mm para fixação do eletrodo ferramenta.

Na cuba auxiliar foi instalada uma bomba modelo CD30002 com vazão de 51 l/min e pressão 2 m de altura manométrica (Hman). Esta bomba foi utilizada para circulação da solução aquosa, possibilitando a limpeza da fenda de trabalho entre os eletrodos ferramenta e peça, e assim, aumentando a eficiência do processo NDE.

Fonte: Elaborada pelo autor



Figura 15: Porta amostra, porta eletrodo e amostra.

Fonte: Elaborada pelo autor

A Tabela 5 representa os principais parâmetros operacionais utilizados durante o processo NDE.

Parâmetro	Especificação	Unidade
Polaridade do eletrodo ferramenta	Positiva	+
Tensão	50	V
Corrente	40	A
Tempo de pulso (Ton)	100	μs
Tempo de pausa (Toff)	1,5*	-
Fenda de trabalho (Gap)	1,0*	-
Afastamento periódico da ferramenta	2,0*	-
Velocidade do servo	2,0*	-
Tempo de erosão	5,0*	-

*Parâmetros ajustados diretamente no painel de controle da máquina EDM.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 16 apresenta o painel de controle da máquina de eletroerosão. A figura destaca também os parâmetros que foram ajustados para a realização dos experimentos.



Figura 16: Painel de controle da máquina de eletroerosão com indicação dos parâmetros ajustados.

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.4. Desempenho da usinagem por NDE

Para caracterizar o desempenho do processo, os eletrodos de cobre e grafita e as amostras (eletrodos peça) foram pesados antes e após a nitretação por descargas elétricas em uma balança analítica digital com resolução de 0,0001 gramas marca BEL Engineering modelo MARK M214Ai. Cada medição foi repetida três vezes, de modo a permitir a medição da variação da massa.

Para retirada de umidade dos eletrodos de grafita, os mesmos foram secos em forno elétrico Magnus, à temperatura de 300 °C durante 3 horas, antes de cada pesagem. A Tabela 6 apresenta os pesos específicos dos materiais adotados.

Para avaliação do desempenho do processo de EDM também foram utilizadas amostras de titânio utilizando como fluído dielétrico água deionizada sem a adição de ureia, utilizando eletrodo de cobre e de grafita.

Material	Peso específico δ (g/mm³)
Liga Ti-6Al-4V	0,00451
Eletrodo cobre	0,00891
Eletrodo grafita	0,00177

Tabela 6 – Peso	específico dos	materiais.
-----------------	----------------	------------

Fonte: Elaborada pelo autor.

O desempenho da usinagem foi avaliado por meio de três parâmetros:

- TRM (mm³/min): taxa de remoção de material do corpo de prova;
- TD (mm³/min): taxa de desgaste do eletrodo ferramenta;
- DVR (%): desgaste volumétrico relativo.

Pela Equação (4) é possível obter a variação da massa dos eletrodos e das amostras.

$$\Delta m = m_i - m_f \tag{4}$$

Onde:

mi = massa inicial (antes da NDE)

mf = massa final (após a NDE)

O valor da variação de massa possibilita o cálculo a taxa de remoção de material (TRM), que segundo Santos (2015) caracteriza a eficiência da remoção do material durante a usinagem, expressa em mm³/min, fornecida pela Equação (5).

$$TRM = \frac{\Delta m}{\delta \times t} \tag{5}$$

Onde:

∆m = variação de massa da amostra (g)

 δ = peso específico da liga Ti-6Al-4V (0,00451 g/mm³)

t = tempo de usinagem (min)

Segundo Amorim (2002) a da taxa de desgaste (TD) caracteriza o volume de material removido do eletrodo ferramenta por tempo [mm³/min]. Com a Equação (6) é possível calcular a quantidade de material desgastado do eletrodo ferramenta.

$$TD = \frac{\Delta m}{\delta \times t} \tag{6}$$

Onde:

 Δm = variação de massa do eletrodo ferramenta (g) δ = peso específico do material do eletrodo (g/mm³) t = tempo de usinagem (min)

A relação entre o desgaste da ferramenta e da peça é dada pela Equação (7) sendo o desgaste volumétrico relativo (DVR) que relaciona a razão entre TD e TRM, o desempenho do processo de NDE é caracterizado em valores percentuais.

$$DVR = \frac{TD}{TRM} \times 100 [\%]$$
⁽⁷⁾

A corrente nominal aplicada no processo foi de 40 A. Cada teste de NDE teve duração de 10 minutos com 05 amostras sendo nitretadas com eletrodo de cobre e 05 com eletrodo de grafita.

4.5. Caracterização microestrutural

Após a NDE, os corpos de prova seccionados foram embutidos utilizando resina epóxi termo endurecível, que apresenta baixa contração e aderência adequada ao uso. Em seguida ao embutimento, as amostras foram lixadas manualmente utilizando lixas 180, 220, 360, 400, 500, 600, 1200, 1500 e 2000 mesh. Foi efetuado polimento com pasta diamante de 1µm e pano metalográfico utilizando politrizes manuais até que a superfície apresentasse aspecto de espelhada. Em seguida foi efetuado o ataque químico com HF + NHO₃ que é recomendado para ligas de titânio. Esse procedimento

visou a formação das imagens, avaliadas em microscópio óptico Fortel com sistema de aquisição de imagens Kontrol modelo M713, que permitiram as medições das espessuras da zona refundida e camada nitretada. Bem como, a medição da microdureza e observação das camadas via microscópia eletrônica de varredura.

Para medição das espessuras das camadas foi utilizando o programa de processamento e análise de imagens digitais *Image J* por ser de fácil utilização e eficaz na medida de espessura em imagens de microscopia óptica.

4.6. Difração de raios X

Com o objetivo de verificar a formação de nitretos de titânio após o processo de NDE, foi realizado o ensaio de difração de raios X (DRX). Foi utilizada uma amostra de cada condição dos grupos 2 e 3 indicados na Tabela 3.

O difratômetro utilizado foi o modelo Shimadzu XRD – 7000 X-Ray Diffractometer, que pertence ao laboratório de caracterização do departamento de engenharia de materiais do CEFET-MG.

A Tabela 7 apresenta os parâmetros utilizados durante esse ensaio. Para elaboração dos gráficos e identificação das fases foi utilizado o programa *Match! "Phase Identification from Powder Diffraction*".

Parâmetro	Especificação	Unidade
Radiação	Cu	-
Tensão	40	kV
Corrente	30	mA
Tipo de varredura	θ - 2θ	-
Ângulo inicial de varredura (2 θ)	30	Graus (°)
Ângulo final de varredura (2 θ)	110	Graus (°)

Tabela 7 – Parâmetros utilizados no ensaio de DRX.

Parâmetro	Especificação	Unidade
Modo de varredura	Tempo fixo	-
Velocidade de varredura	2	Graus/min
Passo	0,02	Graus
Tempo de varredura por ponto	5	Segundos

Fonte: Elaborada pelo autor.

4.7. Dureza Vickers

A dureza das camadas ZR e ZAC e também do substrato foi realizada por ensaios de microdureza Vickers (HV) em um microdurometro pertencente ao laboratório da PUC Minas campus Contagem. Foi utilizado microdurômetro semiautomático modelo Shimadzu modelo HMV-2T E com capacidade de carga de 10 a 100 gf. Foi aplicada uma carga de 10 gf (98,07 mN) com tempo de carregamento de 20 segundos.

O microdurômetro utilizado possui microscópio óptico incorporado, software Easy Test HMV-AD e câmara digital incorporada ao equipamento, para captura de imagens.

4.8. Pino sobre disco

O ensaio de pino sobre disco, para avaliação do desgaste por deslizamento foi realizado no laboratório de desgaste e tribologia do departamento de engenharia metalúrgica da UFMG. O equipamento utilizado foi o tribômetro pino sobre disco modelo Microtest Pin On Disck Tribometer MT-60N, que trabalha com o programa NANOVEA para a aquisição de dados durante o ensaio. A Figura 17 ilustra o tribômetro pino sobre disco durante ensaio.



Figura 17: Tribômetro pino sobre disco.

Fonte: Elaborada pelo autor

Na elaboração das curvas de coeficiente de atrito versus distância percorrida foi utilizado o programa NANOVEA um filtro de 40 para facilitar interpretação da curva obtida no ensaio.

Para os ensaios foram utilizados os seguintes parâmetros:

- Esferas de metal duro;
- Carga normal utilizada de 15 N, 5N, 3N e 2 N;
- Diâmetro da trilha de 15 mm;
- Rotação de 254 rpm;
- Velocidade de 12 m/min;
- Tempo de 2 horas; 30 minutos; 16 minutos; 6,8 minutos;
- Distâncias percorridas de 1440 m; 350 m; 200 m; 82 m.

Os ensaios foram realizados com carregamento normal com forças de 15 N, 5 N, 3 N e 2 N para avaliar a evolução do desgaste de NDE. Foram utilizadas três amostras nitretadas com eletrodo de cobre, três amostras nitretadas com eletrodo de grafita e uma amostra da liga Ti-6AI-4V sem passar pelo processo de NDE.

Todas as amostras de Ti-6Al-4V e esferas de metal duro WC-10Co foram pesadas antes e após o ensaio, para o cálculo do volume de desgaste. A tabela 9 apresenta as propriedades de referência do metal duro WC-10Co.

Propriedade	Valor
Dureza (HV)	1625
Resistência à compressão (MPa)	6000
Resistência à ruptura transversal (MPa)	2280
Módulo de Young (GPa)	580
Tenacidade à fratura (Mpa.m1/2)	10,8
Coeficiente de expansão térmica (W/m.K)	5,5
Densidade (g/cm ³)	14,5

Tabela 8 – Propriedades do metal duro WC-10Co

Fonte: Torres, 2009 – Adaptada pelo autor.

Foi utilizada uma balança digital de precisão modelo Shimadzu AX200 capacidade máxima 200 g e resolução de 0,0001 grama pertencente ao laboratório de desgaste e tribologia do departamento de engenharia metalúrgica da UFMG.

Conforme a norma ASTM G99 (2017), com uso da Equação (8), é possível realizar a conversão de perda de massa para volume. Desta forma foi avaliada a variação do volume das amostras e das esferas, coletando três medições de cada situação, de modo a permitir a identificação do volume das amostras usadas no ensaio pino sobre disco.

$$V(mm^3) = \frac{m(g)}{\delta(g/cm^3)} \times 1000$$
(8)

53

Onde:

m = massa (g)

 δ = Densidade, adotado para o titânio 4,51 g/cm³ e para a esfera de metal duro 14,5 g/cm³.

4.9. Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

Para verificação da evolução da trilha e dos mecanismos de desgaste nas amostras utilizadas no ensaio de desgaste por deslizamento, pino sobre disco, foram caracterizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi utilizado o equipamento SSX-150 da marca Shimadzu que pertence ao departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados da avaliação da camada nitretada na liga Ti-6Al-4V mediante do processo de NDE com os eletrodos ferramentas de cobre e grafita. Será apresentado o valor da espessura da zona refundida (ZR) e zona afetada pelo calor (ZAC) medida via microscopia óptica. A formação de nitretos de titânio na liga Ti6Al4 avaliada pela identificação dos picos típicos em difratogramas de raios x (DRX) e pela variação da dureza nas camadas. Além disso, também será exibido ainda o desempenho do processo de NDE e os resultados do ensaio de desgaste pino sobre disco e avaliação das trilhas formadas pelo pino na superfície das amostras.

5.1. Medição da condutividade elétrica

As amostras da liga Ti-6AI-4V foram submetidas às descargas elétricas geradas pelo processo de EDM, utilizando como fluido dielétrico solução de água deionizada e ureia, na concentração de 20 g/l e corrente de 40 A. A condutividade da água medida antes da deionização foi de 120 µS/cm e após o procedimento de deionização passou a ser de 1 µS/cm conforme representado na Figura 18.





Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 9 apresenta os valores de condutividade dielétrica da solução aquosa antes dos experimentos, no intervalo para substituição do eletrodo de cobre para eletrodo de grafita e no final dos experimentos.

Tabela 9 – Valores de condutividade dielétrica da solução durante o teste.

Fase	Condutividade da solução (água + ureia) (µS/cm)	
Início do teste (eletrodo de cobre)	10	
Intervalo para substituição do eletrodo de cobre para eletrodo de grafita	18	
Final do teste (eletrodo de grafita)	28	

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.2. Formação das camadas nitretadas

As amostras nitretadas pelo processo com eletrodo de cobre e grafita foram submetidas à microscopia óptica em sua seção transversal.

Na Figura 19 observa-se a camada nitretada e a zona refundida pelo processo NDE utilizando eletrodo de cobre. A zona refundida possui aproximadamente 78,7 \pm 9,4 µm e a camada nitretada aproximadamente 276,7 \pm 12,8 µm.

Yan et al. (2004) relataram que a modificação superficial de metais como o titânio, pelo processo de nitretação por descargas elétricas é simples e não requer equipamento especial, em contrates com outros métodos tradicionais.

Figura 19: Microscopia óptica com ampliação de 100 X de amostra de Ti-6AI-4V nitretada com eletrodo de cobre.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na Figura 20 observa-se a camada nitretada e a zona refundida pelo processo de NDE utilizando eletrodo de grafita. A zona refundida possui aproximadamente 97,4 \pm 8,9 µm e a camada nitretada aproximadamente 249,6 \pm 12,3 µm.

Figura 20: Microscopia óptica com ampliação de 100 X de amostra de Ti-6AI-4V nitretada com eletrodo de grafita.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Os resultados obtidos para as microestruturas evidenciam a presença de uma zona refundida, camada intermediária (nitretada) e o material base nas amostras.

Segundo Camargo et al. (2009), a camada branca surge em decorrência de um refusão de material na superfície pelas altas temperaturas geradas com as descargas elétricas. A presença da camada intermediária pode ser atribuída à incorporação de nitrogênio liberado pela uréia.

Os valores das espessuras da camada nitretada na liga Ti-6Al-4V utilizando eletrodo de cobre e de grafita foram similares, não apresentando grande discrepância nas espessuras.

A tabela 10 apresenta os valores médios de espessuras medidas tanto para a camada nitretada quanto para a zona refundida do processo de NDE utilizando o eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.

Espessuras da camada nitretada e zona refundida				
Eletrodo	Espessura da camada nitretada (µm)	Espessura da zona refundida (µm)	Espessura total (µm)	
Cobre	276,7±12,8	78,7±9,4	355,4±5,1	
Grafita	249,6±12,3	97,4±8,9	347,1±4,6	

Tabela 10 – Espessuras da camada nitretada e zona refundida utilizando eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 21 apresenta um comparativo das espessuras de camada nitretada, zona refundida e espessura total alcanças pelo processo NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita. A espessura total alcançada, camada nitretada mais a zona refundida, foi muito próxima em ambos os processos.

A microscopia óptica mostrou-se uma técnica adequada na determinação da espessura das camadas produzidas, através do programa *Image J* de fácil utilização e eficaz na medida de espessura.



Figura 21: Comparação das espessuras das camadas do processo NDE utilizando eletrodo de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

5.3. Difração de Raios X

A análise por difração de raios X revelou a presença de titânio como fases majoritárias. Após terem sido identificadas as fases majoritárias, foi identificada formação de nitretos de titânio.

A Figura 22 apresenta o gráfico intensidade versus ângulo de varredura (2 θ), representando o difratograma da amostra nitretada com eletrodo ferramenta de cobre.



Figura 22: Difratograma das amostras nitretadas com eletrodo de cobre.

Fonte: Elaborada pelo autor.

É possível observar no espectro de varredura a presença de nitreto de titânio (TiN) nas superfícies das peças usinadas por NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre a 37°, 44° e 63°.

A Figura 23 apresenta o gráfico intensidade versus ângulo de varredura (2θ), representando o difratograma da amostra nitretada com eletrodo ferramenta de grafita.



Figura 23: Difratograma das amostras nitretadas com eletrodo de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

É possível observar no espectro de varredura a presença de nitreto de titânio (TiN) nas superfícies das peças usinadas por NDE utilizando eletrodo ferramenta de grafita a 37°, 43° e 63°.

A Figura 24 apresenta o gráfico intensidade versus ângulo de varredura (2θ) com os resultados do ensaio de difração de raio-x, representando os difratogramas das amostras nitretadas com eletrodo ferramenta de cobre e grafita comparados com o material base Ti-6AI-4V.





Fonte: Elaborada pelo autor

De acordo com Yan et al. (2004) o nitreto de titânio é formado pela reação química entre o metal base e o nitrogênio decomposto da solução aquosa contendo ureia.

Os picos identificados nos difratogramas são compatíveis com os nitretos apontados por Skonieski et al. (2013).

5.4. Dureza Vickers

Como as camadas produzidas são, em geral, muito finas, tornou-se necessário o uso de microdurômetro para avaliar a dureza das camadas.

A Figura 25 apresenta uma imagem de microscopia óptica da seção transversal de amostra nitretada com eletrodo ferramenta de cobre capturada com câmera digital acoplada ao microdurômetro realizadas na camada nitretada. A avaliação de microdureza Vickers (HV) foi realizada com uma carga de 10 gf (98,07 mN) com tempo de carregamento de 20 segundos.

Figura 25: Microscopia óptica da seção transversal de amostra nitretada com eletrodo de grafita e impressão de microdureza.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 11 apresenta os resultados de microdureza Vickers com carga de 10 gf a 20 segundos da camada nitretada com eletrodo ferramenta de cobre e de grafita e do material de base Ti-6AI-4V. Observa-se um ganho de 98,3% e 89,9% nas durezas das amostras após o processo de NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita respectivamente.

Tabela 11 – Valores de microdureza Vickers do material base Ti-6AI-4V e das
amostras nitretadas com eletrodo ferramenta de cobre e grafita.

Condição do material	Material	Camada nitretada (NDE)	
	base Ti- 6Al-4V	Eletrodo ferramenta de cobre	Eletrodo ferramenta de grafita
Dureza (HV)	$296,2 \pm 7,5$	587,5 ± 41,9	562,7 ± 45,5
Aumento no valor da dureza HV	-	98,3%	89,9%

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 26 apresenta o perfil de microdureza da seção transversal em relação a superfície das amostras nitretadas utilizando o eletrodo ferramenta de cobre e grafita.



Figura 26: Perfil de microdureza da seção transversal nitretada utilizando o eletrodo de cobre e grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Segundo HASÇALIK e ÇAYDAŞ (2007) abaixo da camada refundida ocorre um ligeiro amaciamento do material devido à baixa condutividade térmica do Ti-6AI-4V após a usinagem por descargas elétricas.

Este fenômeno pode ser observado na Figura 26, até aproximadamente 80 μm o ganho de dureza foi considerável, após 80 μm os valores de dureza são menores tendendo aos valores de dureza do material base.

Pelos perfis de dureza apresentados é possível observar que a amostra nitretada utilizando eletrodo de cobre apresentou maior dureza inicial em relação a amostra nitretada utilizando o eletrodo de grafita. Essa diferença da dureza da camada nitretada pode ter sido ocasionada pela condutividade elétrica dos eletrodos.

Além disso, a amostra nitretada utilizando eletrodo de cobre chegou no valor de dureza similar ao material base em aproximadamente 360 μm de distância em relação

a superfície enquanto que a amostra nitretada utilizando o eletrodo de grafita chegou a este valor de dureza em aproximadamente 260 μ m.

5.5. Avaliação do desempenho do processo de EDM

A Tabela 12 apresenta os resultados das médias e desvios padrões para TRM, TD e DVR referente ao processo de NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita.

Desempenho do processo NDE					
Eletrodo	TRM (mm³/min)	TD (mm³/min)	DVR (%)		
Cobre	23,66 ± 0,48	1,13 ± 0,04	4,78 ± 0,14		
Grafita	11,47 ± 2,32	3,7 ± 0,45	33,19 ± 7,39		

Tabela 12 – Resultados do desempenho do processo NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 27 apresenta um comparativo do desempenho do processo de NDE utilizando eletrodo de cobre e de grafita. Comparando os valores de desempenho dos processos NDE é possível observar que o processo utilizando eletrodo ferramenta de grafita apresenta maior desgaste volumétrico relativo (DVR) em relação ao processo utilizando eletrodo de cobre. Um menor valor de DVR caracteriza melhor desempenho, pois a quantidade de material retirada da peça é maior com pouco desgaste do eletrodo ferramenta.

45 40 35 ■ NDE com eletrodo de cobre 30 NDE com eletrodo de grafita 25 [mm³/min] 20 2 15 10 5 0 TRM TD DVR

Figura 27: Comparação do desempenho do processo de NDE utilizando eletrodo de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Tabela 13 apresenta os resultados das médias e desvios padrões para TRM, TD e DVR referente ao processo de EDM utilizando como fluído dielétrico água deionizada sem a adição de ureia, com o uso de eletrodo ferramenta de cobre.

Desempenho do processo de EDM					
Eletrodo	TRM (mm³/min)	TD (mm³/min)	DVR (%)		
Cobre	31,4 ± 3,71	0,98 ± 0,21	3,12 ± 0,3		
Grafita	22,55 ± 2,0	$2,46 \pm 0,25$	10,90 ± 0,33		

Tabela 13 – Resultados do desempenho do processo EDM utilizando eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 28 apresenta um comparativo do desempenho do processo de EDM utilizando como fluído dielétrico água deionizada sem a adição de ureia, utilizando

eletrodo de cobre e de grafita. Comparando os valores de desempenho dos processos de EDM é possível observar que o processo utilizando eletrodo ferramenta de grafita apresenta maior desgaste volumétrico relativo (DVR) em relação ao processo utilizando eletrodo de cobre semelhante ao ocorrido no processo de NDE utilizando como fluído dielétrico água deionizada e ureia granulada.



Figura 28: Comparação do desempenho do processo de EDM utilizando eletrodo de cobre e de grafita.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Segundo SILVA (2007), não existe um padrão definido da quantidade de material removido do eletrodo peça (TRM). Diversos parâmetros operacionais podem influenciar a TRM, destacando-se a intensidade de corrente, tamanho da fenda de trabalho, sistema de limpeza da fenda, material do eletrodo ferramenta, o que dificulta o estabelecimento de padrões para comparação. Quando se utilizou eletrodo ferramenta de cobre, a TRM foi maior se comparada à utilização de eletrodo ferramenta de grafita.

A TD, que representa a taxa de desgaste do eletrodo ferramenta, manteve-se razoavelmente baixa em todos os experimentos se comparada à taxa de remoção do material (TRM). Cabendo destacar que a taxa de desgaste do eletrodo de grafita foi maior que o desgaste do eletrodo de cobre.

As propriedades como condutividade elétrica, ponto de fusão e fragilidade do material do eletrodo ferramenta, exercem influência direta nos parâmetros relacionados ao desgaste e à remoção de material do processo de EDM. A maior condutividade elétrica do cobre (61,7S.m/mm2) e tenacidade à fratura (100MPa.m1/2) em relação à da grafita (0,07S.m/mm2 e 1MPa.m1/2) são compensadas pelo maior ponto de fusão da grafita (3550°C) em relação ao do cobre (1080°C).

Comparando o processo de NDE com o processo de EDM pode ser observado que a taxa de remoção de material (TRM), é maior no processo de EDM. Apesar do processo de NDE apresentar menor taxa de remoção de material, este processo apresenta a vantagem de usinar e nitretar simultaneamente, não sendo necessário a posterior realização do tratamento superficial de nitretação. Uma provável influência é a condutividade elétrica, já que a adição de ureia eleva ao valor inicial de zero para aproximadamente 10 µS.

Vale ressaltar que o processo de NDE é bastante competitivo quando comparado aos processos tradicionais de nitretação, pois a matéria prima possui baixo custo (água deionizada e ureia) e o equipamento é de fácil operação.

5.6. Ensaio pino sobre disco

Os ensaios de pino sobre disco, ensaio de desgaste por deslizamento, foram realizados com carregamentos de força normal de 15 N, 5 N, 3 N e 2 N para avaliar a evolução do desgaste de NDE. Na primeira etapa foram utilizadas três amostras nitretadas com eletrodo de cobre, três amostras nitretadas com eletrodo de grafita, para todos os ensaios foi ajustada a velocidade de 12m/min com esferas de metal duro.

Para todas as condições foram obtidos gráficos de distância percorrida versus coeficiente de atrito. Para melhor tratamento dos dados foi utilizado um filtro

Gaussiano de 40, para permitir a visualização das informações sobre a evolução do coeficiente de atrito ao longo do ensaio.

A Tabela 14 apresenta as amostras que foram preparadas para esta etapa e os dados sobre força aplicada (N) e distância percorrida (m).

Ensaio pino sobre disco - 1ª etapa					
Amostra	Tipo de eletrodo usado no processo de NDE	Força aplicada (N)	Distância percorrida (m)		
#1	Cobre	15	1435		
#2	Cobre	5	358		
#4	Cobre	3	358		
#6	Grafita	15	1115		
#9	Grafita	2	309		
#10	Grafita	3	358		

Tabela 14 – Distância percorrida em função da forca e tipo de eletrodo no processo de NDE para ensaio pino sobre disco.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Segundo Duarte (2014), por meio das curvas de coeficiente de atrito em função da distância, é possível verificar as diferenças existentes no comportamento do atrito, durante os estágios de deslizamento em cada amostra. A partirs destes estágios de deslizamento é possível determinar a região de acomodação de material (*running-in*) e o período estacionário, onde se espera forças de atrito constante.

Nas curvas de deslizamento o coeficiente de atrito obtido em testes não lubrificados apresentam dois períodos: o período *running-in* que pode ser definido como o tempo em que o coeficiente de atrito atinge um valor constante (VIÁFARA, 2010) e período estacionário que corresponde ao coeficiente de atrito com valor aproximadamente constante (BLAU, 2005)

O estágio de *running-in*, segundo Da Silva et al. (2016), pode ser observado, normalmente, no início do movimento rotacional entre duas superfícies em contato. O *running-in*, conhecido também por *break-in* caracteriza-se como sendo um breve momento estático que antecede o regime permanente ocasionando um alto coeficiente de atrito estático que em seguida definirá o início do movimento contínuo.

Os regimes de desgaste depende diretamente das variáveis do sistema tribológico, como carga normal, a velocidade, o ambiente e as propriedades dos materiais. Qualquer alteração em uma destas variáveis pode ocasionar transições no regime de desgaste.

No coeficiente de atrito da mostra #1, nota-se que entre aproximadamente 50 e 300 metros ocorre o estágio onde a curva sofre a maior inclinação, faixa destacada na Figura 29, após 300 metros a inclinação diminui. Essa transição sugere a passagem da camada nitretada para o material base da liga Ti-6Al-4V.

A Figura 29 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #1, nitretada com eletrodo de cobre e força aplicada de 15 N.





Fonte: Elaborada pelo autor.

Segundo Quinn (1983) essa alteração no regime está relacionada com a reduzida área de contato entre o corpo e contra-corpo nos instantes iniciais do ensaio, o que

induz à uma elevada pressão de contato gerando as condições necessárias para a ocorrência do regime severo de desgaste. À medida em que o contra-corpo penetra no corpo, a área de contato entre ambos aumenta e, consequentemente, a pressão de contato sofre redução, condição esta que favorece a transição para o regime brando de desgaste.

A Figura 30 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #2, nitretada com eletrodo de cobre e força aplicada de 5 N.

Figura 30: Coeficiente de atrito da amostra #2, nitretada com eletrodo de cobre e força aplicada de 5 N.



Fonte: Elaborada pelo autor.

O *running-in* pode ser observado no início do processo indicado pelo ponto "a" da Figura 30.

A Figura 31 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #4, nitretada com eletrodo de cobre e força aplicada de 3 N.





Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 32 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #6, nitretada com eletrodo de grafita e força aplicada de 15 N.

Figura 32: Coeficiente de atrito da amostra #6, nitretada com eletrodo de grafita e força aplicada de 15 N.



Fonte: Elaborada pelo autor.

No coeficiente de atrito da amostra #6, nota-se que entre aproximadamente 50 e 300 metros ocorre o estágio onde a curva sofre a maior inclinação, após 300 metros a inclinação diminui, semelhando ao ocorrido na amostra #1.
A Figura 33 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #9, nitretada com eletrodo de cobre e força aplicada de 2 N.





Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 34 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra #10, nitretada com eletrodo de grafita e força aplicada de 3 N.





Fonte: Elaborada pelo autor.

O *running-in* pode ser observado no início do processo indicado pelo ponto "a" da Figura 34.

Os gráficos gerados pelos ensaios de pino sobre disco se encaixam no modelo sugerido por BLAU (2009), para metais oxidados e não lubrificados. Esse tipo de curva é causado pelo desenvolvimento de uma camada de detritos ou excessiva transferência de material.

As mudanças observadas no ruído, durante os testes de desgastes, informam que uma transição na operação dos mecanismos de desgaste ocorreu. Segundo Duarte e Godoy (2015), em geral este fenômeno indica que existe um mecanismo de desgaste mais severo atuando durante o crescimento do coeficiente de atrito, enquanto que valores constantes do coeficiente de atrito é causado por um desgaste moderado.

Nos primeiros ensaios que foram realizados nas amostras nitretadas aplicou-se carga de 15 N, porém foi observado um desgaste muito precoce na superfície da pista formada nas amostras, tanto para a amostra nitretadas com eletrodo de cobre como para eletrodo de grafita. Desta forma, outros ensaios foram realizados com cargas menores. O objetivo de aplicar cargas menores foi para poder estudar melhor a evolução do desgaste nas amostras.

Para um melhor estudo do desgaste da camada nitretada novos ensaios de pino sobre disco foram realizados. Para estes novos ensaios foram aplicadas uma carga normal de 3 N em todas as amostras.

As distâncias percorridas nos novos ensaios variaram de 38 a 200 metros. Estes ensaios foram limitados à distância de 200 metros, pois através dos gráficos de coeficiente de atrito versus distância percorrida realizados na primeira etapa foi levantada a hipótese de que até aproximadamente 200 metros ocorresse a transição da camada nitretada para o metal base, substrato.

A Tabela 15 apresenta as amostras que foram preparadas para esta segunda etapa e os dados sobre força aplicada (N) e distância percorrida (m).

Tabela 15 – Distância percorrida e tipo de eletrodo no processo de NDE para ensaio pino sobre disco - 2ª etapa.

Amostra	Tipo de eletrodo usado no processo de NDE	Força aplicada (N)	Distância percorrida (m)		
Ti sem nitretação	-	3	200		
#11	Cobre	3	116		
#12	Cobre	3	200		
#13	Cobre	3	82		
#14	Cobre	3	82		
#16	Grafita	3	152		
#17	Grafita	3	45		
#18	Grafita	3	82		
#19	Grafita	3	38		

Ensaio pino sobre disco - 2ª etapa

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 35 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para a amostra de titânio sem o tratamento de NDE com força aplicada de 3 N.

Figura 35: Coeficiente de atrito da amostra de Ti sem NDE com força aplicada de 3 N.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 36 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para as amostras #11, #12, #13 e #14 nitretadas com eletrodo de cobre e força aplicada de 3 N.

Figura 36: Coeficiente de atrito das amostras #11, #12, #13 e #14 nitretadas com eletrodo de cobre e força aplicada de 3 N.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 37 apresenta o gráfico de coeficiente de atrito versus distância percorrida para as amostras #16, #17, #18 e #19 nitretadas com eletrodo de grafita e força aplicada de 3 N.



Figura 37: Coeficiente de atrito da amostra #16, #17, #18 e #19 nitretadas com eletrodo de grafita e força aplicada de 3 N.

A Tabela 16 apresenta os valores médios e desvio padrão dos coeficientes de atrito obtido nos ensaios de pino sobre disco.

Tabela 16 – Coeficiente de atrito obtidos nos ensaios de pino sobre disco -	2 ^a
etapa.	

Ensaio pino sobre disco - 2ª etapa			
Amostra Tipo de eletrodo usado no processo de NDE		Coeficiente de atrito	
Ti sem nitretação	-	0,413 ± 0,056	

Fonte: Elaborada pelo autor.

Ensaio pino sobre disco - 2ª etapa			
Amostra	Coeficiente de atrito		
#11 a #14	Cobre	0,563 ± 0,107	
#16 a #19	Grafita	0,399 ± 0,168	

Pode ser observado que os valores de coeficiente de atrito médio das amostras nitretadas utilizando o eletrodo de cobre e eletrodo de grafita foram similares quando comparado a amostra de titânio sem o NDE.

A redução do coeficiente de atrito tende a aumentar a resistência ao desgaste, o processo de NDE deixa a superfície das amostras com maior rugosidade o que pode ter influenciado nos gráficos gerados pelo ensaio de pino sobre disco. Devido à rugosidade elevada, nas superfícies das amostras, os gráficos apresentaram uma amplitude acentuada diferente do ocorrido em ensaios de pino sobre disco com superfícies usinadas.

Segundo Martins et al. (2011), a rugosidade tem influência de maneira significativa na determinação do coeficiente de atrito, que desempenha um importante papel na conformação de metais devido ao movimento relativo e pressão existente na interface de contato entre as ferramentas e peças.

5.7. Microscopia eletrônica de varredura

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura evidenciaram a formação da zona refundida e camada nitretada, conforme ilustrado na Figura 38, utilizando eletrodo ferramenta de cobre e de grafita na Figura 39. Figura 38: Formação da zona refundida e camada nitretada utilizando eletrodo de cobre, observada via microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 39: Formação da zona refundida e camada nitretada utilizando eletrodo de grafita, observada via microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 40 gerada por meio de imagem em MEV apresenta a trilha de desgaste gerada na amostra nitretada com eletrodo de cobre a partir do ensaio de deslizamento pino sobre disco.



Figura 40: Imagem de MEV da trilha gerada em amostra nitretada utilizando eletrodo de cobre.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Pela imagem é possível observar deformações e pequenos desprendimentos de material, microsulcamentos evidenciando a ocorrência de desgaste abrasivo. Nesta imagem é possível verificar ainda na região fora da trilha as crateras formadas pelo processo NDE.

Na Figura 41 gerada por meio de imagem em MEV, pode ser observada a remoção de debris, além de riscos, sulcos e regiões com microlascamento proveniente de um desgaste abrasivo e adesivo. Nesta imagem também podem ser verificados as crateras formadas pelo processo de NDE na região fora da trilha.



Figura 41: Imagem de MEV da trilha, desgaste abrasivo e adesivo.

As Figuras 42 e 43 geradas por meio de imagem de MEV apresentam a região da esfera de metal duro que foi colocada em contato com a amostra durante o ensaio de deslizamento pino sobre disco.

Figura 42: Imagem de MEV da região de contato da esfera de metal duro com material aderido.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 43: Imagem de MEV da região de contato da esfera de metal duro com material aderido.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Pelas imagens, é possível observar material aderido resultante da amostra na esfera de metal duro. Através da Figura 44 gerada por meio de imagem em MEV também é possível observar o desgaste na superfície da esfera de metal duro.



Figura 44: Imagem de MEV, desgaste da esfera de metal duro.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Considerando as imagens do MEV pode-se observar que os principais mecanismos de degaste atuantes sejam abrasão e adesão. Conforme avaliado por Scheuer et al. (2015) e Leite et al. (2010), o desgaste abrasivo pode ter duas causas: detritos deformados e encruados, que apresentam maior resistência mecânica que a amostra, atuando como agentes abrasivos; e/ou asperezas da esfera.

Já o desgaste adesivo ocorre devido ao contato direto entre o corpo e o contra-corpo, pelo qual asperezas nas superfícies de contato formam junções adesivas, e a ruptura dessas junções lideram a transferência de material de uma superfície para outra (PEREIRA, 2010).

5.8. Taxa de desgaste no ensaio de deslizamento pino sobre disco

A variação dos volumes das amostras usadas no ensaio pino sobre disco foi calculada conforme Equação (8) e está registrada na Tabela 17.

A Tabela 17 apresenta a média e desvio padrão da variação de volume das amostras utilizadas na primeira etapa do ensaio de pino sobre disco.

Tabela 17 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das amostras – 1^a etapa.

	3			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Amostra	#1	#2	#4	#6	#9	#10
Tipo de eletrodo	Cobre	Cobre	Cobre	Grafita	Grafita	Grafita
Força (N)	15	5	3	15	2	3
Média	11,5299	1,1973	1,8625	9,1944	35,9350	0,0739
Desvio Padrão	±0,0665	±0,0222	±0,0222	±0,0640	±0,0256	±0,0128

Variação de volume das amostras (mm³)

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 45 representa a perda de volume das amostras utilizadas na primeira etapa do ensaio de deslizamento pino sobre disco.

Figura 45: Perda de volume das amostras no ensaio pino sobre disco.



A Tabela 18 apresenta a média e desvio padrão da variação de volume das esferas utilizadas na primeira etapa do ensaio pino sobre disco.

Tabela 18 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das esferas –	· 1ª
etapa.	

Variação de volume das esferas (mm ³)						
Amostra	#1	#2	#4	#6	#9	#10
Tipo de eletrodo	Cobre	Cobre	Cobre	Grafita	Grafita	Grafita
Força (N)	15	5	3	15	2	3
Média	0,0184	0,0069	-0,0023	0,0207	0,0046	0,0230
Desvio Padrão	±0,0080	±0,0119	±0,0105	±0,0069	±0,0080	±0,0080

Fonte: Elaborada pelo autor.

A Figura 46 representa a variação de volume das esferas utilizadas na primeira etapa do ensaio de deslizamento pino sobre disco com os respectivos valores de desvio padrão.



Figura 46: Variação de volume das esferas no ensaio pino sobre disco.



Pelos valores apresentados pode ser observado uma menor perda de volume na amostra #10 e um maior desgaste na esfera #10. Como a distância percorrida durante o ensaio pino sobre disco foi de 358 m pode-se considerar que a remoção de material na superfície da amostra foi relativamente pequena.

A Tabela 19 apresenta a média e desvio padrão da variação de volume das amostras utilizadas na segunda etapa do ensaio de pino sobre disco.

Tabela 19 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das amostras - 2ª
etapa.

Variação de volume das amostras (mm ³)				
Média Desvio Padrão				
Ti sem nitretação (200 m)	1,0273	0,0339		
Amostra #11 (116 m)	0,0665	0,0443		

Variação de volume das amostras (mm ³)					
Média Desvio Padrão					
Amostra #12 (200 m)	0,2217	0,0222			
Amostra #13 (82 m)	0,1552	0,0222			
Amostra #14 (82 m)	0,1035	0,0558			
Amostra #16 (152 m)	0,2735	0,0677			
Amostra #17 (45 m)	0,0813	0,0462			
Amostra #18 (82 m)	0,0813	0,0256			
Amostra #19 (38 m)	0,0517	0,0462			

A Figura 47 representa a perda de volume das amostras utilizadas na segunda etapa do ensaio de deslizamento pino sobre disco.



Figura 47: Perda de volume das amostras no ensaio pino sobre disco - 2^a etapa.

Pelos valores apresentado na figura 47 pode ser observado que a perda de volume na amostra da liga de titânio sem a nitretação por descargas elétricas foi muito maior em relação as amostras que foram usinada pelo processo de NDE, tanto com eletrodo de cobre como de grafita.

Desta forma pode ser observado que o processo de NDE na liga de titânio Ti-6Al-4V aumenta consideravelmente a resistência ao desgaste quando comparado a amostra sem o processo de NDE. Para melhor análise a figura 48 representa a perda de volume das amostras utilizadas na segunda etapa do ensaio de deslizamento pino sobre disco com a taxa de mm³ por metro.



Figura 48: Taxa de perda de volume por metro das amostras no ensaio pino sobre disco - 2ª etapa.

A Tabela 20 apresenta a média e desvio padrão da variação de volume das esferas utilizadas na segunda etapa do ensaio pino sobre disco.

Variação de volume das esferas (mm³)				
Média Desvio Padrão				
Ti sem nitretação (200 m)	0,0253	0,0040		
Esfera #11 (116 m)	0,0115	0,0174		
Esfera #12 (200 m)	-0,0184	0,0080		
Esfera #13 (82 m)	-0,0023	0,0144		
Esfera #14 (82 m)	0,0184	0,0380		
Esfera #16 (152 m)	-0,0299	0,0040		

Tabela 20 – Valores de média e desvio padrão dos volumes das esferas - 2^a etapa.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Variação de volume das esferas (mm ³)				
Média Desvio Padrão				
Esfera #17 (45 m) 0,0161 0,0144				
Esfera #18 (82 m)	-0,0046	0,0159		
Esfera #19 (38 m)	0,0092	0,0039		

A Figura 49 representa a variação de volume das esferas utilizadas na segunda etapa do ensaio de deslizamento pino sobre disco com os respectivos valores de desvio padrão.





Fonte: Elaborada pelo autor.

Considerando-se os valores apresentados na esfera #4, #12, #13, #16 e #18 pode-se concluir que ocorreu aumento do volume, comprovando a hipótese de material aderido apresentado nas Figuras 42 e 43.

5.9. Mapeamento por raios X nas trilhas de desgaste

Após o ensaio de desgaste, com o objetivo de detectar a incidência de nitrogênio dentro e fora da trilha de desgaste, foram realizadas análises de mapeamento por raios X nas trilhas de desgaste do sistema nitretado utilizando eletrodo de cobre, para as distâncias parciais de 82, 116, 200 metros, estes resultados estão apresentados na Figura 50.

Figura 50: MEV com ampliação de 50 X e mapeamento da trilha de desgaste das amostras nitretadas utilizando eletrodo de cobre.



Amostra #13 – 82 m - Nitrogênio



Amostra #11 – 116 m - Nitrogênio



Amostra #12 – 200 m - Nitrogênio

Fonte: Elaborada pelo autor.

Também foram realizadas análises de mapeamento por raios X nas trilhas de desgaste do sistema nitretado utilizando eletrodo de grafita, para as distâncias parciais de 38, 45, 152 metros, estes resultados estão apresentados na Figura 51.

Figura 51: MEV com ampliação de 50 X mapeamento da trilha de desgaste das amostras nitretadas utilizando eletrodo de grafita.



Amostra #19 – 38 m - Nitrogênio



Amostra #17 – 45 m - Nitrogênio



Amostra #16 – 152 m - Nitrogênio

Fonte: Elaborada pelo autor.

Verifica-se que tanto nas amostras nitretradas utilizando com eletrodo de cobre quanto nas amostras nitretadas utilizando eletrodo de grafita o nitrogênio está presente em toda a amostra, dentro e fora da trilha de desgaste, indicando que o desgaste ocorre na camada que apresenta alta concentração de nitrogênio (camada nitretada). Pode ser observado que mesmo nas distancias maiores, 152 e 200 metros, não foi detectado queda do nitrogênio na região da trilha. Desta forma, para estas distâncias percorridas o ensaio de desgaste ocorreu apenas na camada nitretada, não alcançando a região do substrato.

Para avaliar o percentual em peso de nitrogênio dentro e fora da trilha de desgaste com o aumento da distância percorrida foi realizada uma análise semi-quantitativa de EDS, os resultados obtidos podem ser observados na Tabela 21 para as amostras nitretadas com eletrodo de cobre e na Tabela 22 para as amostras nitretadas com eletrodo de grafita. No Anexo encontram-se os espectros de EDS para os pontos dentro e fora das trilhas de desgaste.

Elemento	Amostra #13 Distância de 82 m % em peso		Amostra #11 Distância de 116 m % em peso		Amostra #12 Distância de 200 m % em peso	
	Fora da trilha	Dentro da trilha	Fora da trilha	Dentro da trilha	Fora da trilha	Dentro da trilha
С	7,454	3,761	4,534	2,636	5,605	3,088
Ν	35,816	28,59	37,676	41,161	42,439	42,418
AI	2,382	2,728	2,626	4,096	1,801	2,571
Ti	54,349	64,921	55,163	52,107	50,156	51,923

Tabela 21 – Analise semi-quantitativa de EDS na dentro e fora da trilha de desgaste das amostras nitretadas com eletrodo de cobre.

Fonte: Elaborada pelo autor.

Tabela 22 – Analise semi-quantitativa de EDS na dentro e fora da trilha de desgaste das amostras nitretadas com eletrodo de grafita.

Elemento	Amostra #19 Distância de 38 m % em peso		Amostra #17 Distância de 45 m % em peso		Amostra #16 Distância de 152 m % em peso	
	Fora da trilha	Dentro da trilha	Fora da trilha	Dentro da trilha	Fora da trilha	Dentro da trilha
С	9,329	2,272	5,638	1,431	6,645	1,495
Ν	35,676	30,083	34,530	38,017	36,589	34,501
AI	3,283	3,671	2,727	4,402	2,503	4,380
Ti	51,713	63,974	57,105	56,150	54,263	59,624

Fonte: Elaborada pelo autor.

Pela análise semi-quantitativa de EDS pode ser observado que não houve variação considerável do percentual em peso de nitrogênio dentro e fora da trilha, conforme verificado pelo mapeamento de raios X, para estas distâncias percorridas o ensaio de desgaste ocorreu apenas na camada nitretada, não alcançando a região do substrato.

6. CONCLUSÕES

Foi observada a formação de camada nitretada nas superfícies usinadas pelo processo NDE com eletrodos ferramenta de cobre e de grafita.

A espessura da camada nitretada com eletrodo de cobre foi de 276 μ m, enquanto que para eletrodo de grafita 249 μ m, aproximadamente.

Com uso do ensaio de microdureza Vickers foi observado um aumento da dureza nas amostras usinadas no processo NDE em relação à dureza do material base, sendo na ordem de 98,3% utilizando eletrodo de cobre e 89,9% com eletrodo de grafita.

O desempenho do processo NDE mostrou que o processo utilizando eletrodo ferramenta de cobre possuiu menor desgaste volumétrico relativo (DVR), maior taxa de remoção de material (TRM) e menor taxa de desgaste (TD) quando comparado ao processo utilizando eletrodo ferramenta de grafita. Desta forma, para o processo de NDE na liga de titânio Ti-6AI-4V é recomendado a utilização de eletrodo de cobre, pois este apresentou maior eficiência.

O nitrogênio desprendido da solução aquosa com ureia se implantou na superfície das amostras formando nitretos de titânio (TiN). O ensaio de difração de raio-x evidenciou a formação de nitretos de titânio caracterizando a camada nitretada.

Os valores de coeficiente de atrito médio das amostras nitretadas utilizando o eletrodo de cobre e eletrodo de grafita foram similares quando comparado a amostra de titânio sem o NDE

O ensaio de deslizamento pino sobre disco causou deformações e pequenos desprendimentos de material na trilha formada pelo contado da esfera de metal duro, evidenciando a ocorrência de desgaste abrasivo e adesivo.

A partir do ensaio de deslizamento pino sobre disco foi evidenciado que as amostras nitretadas pelo processo de NDE, tanto com eletrodo de cobre como de grafita, desgastaram menos, menor perda de volume, quando comparadas com a amostra de titânio sem a nitretação por descargas elétricas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a profundidade de implantação do nitrogênio através de fatiamento, retirando pequenas camadas de material e avaliar a incidência de nitrogênio em diferentes profundidades.
- Avaliar a resistência ao desgaste por deslizamento retirando a camada refundida.
- Trabalhar e avaliar a influência da variação dos parâmetros Ton (tempo de pulso) e Toff (tempo de pausa) na camada nitretada.
- Avaliar a camada nitretada pelo processo de NDE com amostras e eletrodos em outras formas geométricas, por exemplo: chapas, superfícies angulares, superfícies côncavas e convexas. Para estas diferentes formas avaliar a profundidade e uniformidade da camada nitretada.

REFERÊNCIAS

AMORIM, F. L., **Tecnologia de eletroerosão por penetração da liga de alumínio AMP 8000 e da liga de cobre CuBe para ferramentas de moldagem de materiais plásticos**. 2002. Tese. Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

AMORIM, F. L. e WEINGAERTNER, W.L. "The behavior of graphite and copper electrodes on the finish die-sinking electrical discharge machining (EDM) of AISI P20 tool steel", Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, J. Braz. Soc. Mech. Sci. & Eng. vol.29 no.4 Rio de Janeiro, 2007

ASTM G99-17, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017

BENEDICT, G. F.; Nontraditional Manufacturing Processes, New York, Marcel Dekker, pp.207-246, 1987

BENTO, C. A. S. Estudo da interface Ti6Al4V/TiO₂ por microscopia eletrônica de varredura. 2000. 83 p. Dissertação (Mestrado) – Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo.

BHUSHAN, B. Introduction to tribology. New Yorrk: John Wiley & Sons, 2002.

BLAU, P. On the nature of running-in. **Tribology International**, Vol. 38, p.1007-1012, 2005

BLAU, P.J., Embedding wear models into friction models. **Tribology Letters**, Vol. 34: 75-79, 2009.

CAMARGO, B. C.; COSTA, H. L.; RASLAN, A. A. **Endurecimento superficial de uma liga de Ti6Al4V por meio de usinagem por descargas elétricas**. V Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Belo Horizonte, 2009.

DA SILVA, J. M.; ROCHA, J. A. M.; VALE, Y. G.; FERNANDES, I. A.; ANTUNES JUNIOR, C. E.; MATAMOROS, E. P.; FILGUEIRA, M.; MEDEIROS, J. T. N. **Ensaios da bancada pino sobre disco de cortador pdc contra rocha calcária.** 22^o CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Federal de Rio Grande do Norte, Natal, 2016

DIN 50320: Verschleib β – Begriffe, Analyse von Verschlei β vorgangen, Gliederung des Verschlei β gebietes. Beuth Verlag, Berlin 1979.

DUARTE, M. C. da S., **Transições no regime de desgaste por deslizamento do aço inoxidável austenítico AISI 316L processado a plasma**. 2014. Tese. Doutorado, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.

DUARTE, M. C. da S; GODOY, G. C. D. Mapeamento dos diferentes regimes de transição de desgaste do aço inoxidável austenítico AISI 316L cementado a

plasma. Pós em revista do Centro Universitário Newton Paiva, 2015 - número 10, ISSN 2176 7785, E10 ENGM 01, Belo Horizonte.

FULLER, J. E., 1989, **Electrical Discharge Machining**, Metals Handbook, 9^a Ed. Vol. 16, machining, p. 557-564.

GOODMAN, L. S; GILMAN, A. G.; RALL, T. W.; MURAD, F. **As bases** farmacológicas da terapêutica. 7 ed. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S/A, 1987. 1195p.

JHA, B.; RAM K., eRAO M., "An overview of technology and research in electrode design and manufacturing in sinking electrical discharge machining", **Journal of Engineering Science and Technology**, Review 4 (2) pg. 118-130, 2011.

MANFRIDINI, A. P. de A., **Avaliação da Estrutura e da Resistência Mecânica de Aços IF Nitretados a Plasma com Pré-Encruamento**. 2014. Tese. Doutorado, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte.

HASÇALIK, A.; ÇAYDAŞ U. Electrical discharge machining of titanium alloy (Ti–6Al–4V). **Applied Surface Science**, v. 253, p. 9007-9016, 2007.

HUTCHINGS, I. M. Tribology - **Friction and wear of engineering materials**. 7th ed. London: Edward Arnold, 1992.

KAMINSKI, P.C.; CAPUANO, M.N., "Usinagem de Microfuros pelo Processo de Eletroerosão por Penetração", **Revista OESP Metal-Mecânica**, Ano 4, n.º 25, OESP Mídia, São Paulo, pp. 42-47, 1999.

KAPOOR, A., WILLIAMS. J.A. e JOHNSON.K.L., The steady state sliding of rough surfaces. **Wear**, Vol. 175:81-92, June 1994.

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

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

KNERR, C. H.; ROSE, T.C. e FILKOWSKI, J. H. 1991.Gas Nitriding. In: ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTE (eds.), ASM Handbook: **Heat Treating. Utah, International Library Service**, vol. 4, p. 387-409.

LEITE, M. V.; FIGUEROA, C. A.; GALLO, S. C.; ROVANI, A. C.; BASSO, R. L. O.; MEI, P. R.; BAUMVOL, I. J. R.; SINATORA, A.; 2010 "Wear mechanisms and microstructure of pulsed plasma nitrided AISI H13 tool steel," Wear, vol. 269, pp. 466–472.

MACTRIB, Machining & Tribology Research Group. http://machining.web.ua.pt/TribEquip_Mactrib.htm. Acesso em: 02/04/16. MATWEB, THE ONLINE MATEIALS INFORMATION RESOURCE. http://matls.com/search/QuickText.aspx?SearchText=ti6al4v. Acesso em: 15/05/17.

MARTINS, V.; MARGUTTI, D. M.; JÚNIOR, P. R. B.; BUENO, A. F.; SCHAEFFER, L. Avaliação da influência da rugosidade superficial sobre o atrito no ensaio de compressão do anel. 66º Congresso ABM, São Paulo, 2011.

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

MEYVECI, A.; KARACAN, I.; CALIGULU, U.; DURMUS, H.; Pin-on-disc characterization of 2xxx and 6xxx aluminium alloys aged by precipitation age hardening. **Journal of Alloys and Compounds**. V.6, p. 278-283, 2010.

MILLER, P.; GUHA, A. "Guia dos Fabricantes de Ferramentas de Corte", São Paulo, **Revista Máquinas & Metais,** Aranda Editora – Ano XXXV, Junho, n°401, pp. 40-51, 1999

MÜLLER, A.; CARVALHO, C.; BRITES, F. da S.; DA SILVEIRA, G. L. P. **Análise da usinagem por eletroerosão com diferentes eletrodos-ferramenta.** 8° COFEB Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Salvador, 2015.

NIINOMI, M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys. **Materials Science** and Engineering A; 243(1):231-6, 1998

NOORT, V. R. Review, Titanium: the implant material of today. Journal of Materials Science. 22, p. 3801-3811. 1987

O'BRIEN, J. M.; GOODMAN, D. Plasma (Ion) Nitriding. In: ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE (eds.) ASM Handbook: Heat Treating. Utah, International Library Service, vol. 4, p.420-424, 1991

OKABE, T.; HERO, H. The use of titanium in dentistry. **Cells and Materials** 1995; 5(2): 211-30.

PARR, G. R; GARDNER, L. K.; TOTH, R. W.; Titanium: the mystery metal of implants dentistry: dental materials aspects. **J. Prosth. Dent**. 1985; 54 (3): 410-414.

PEREIRA, C. H. S. **Um estudo sobre a dureza e os mecanismos de desgaste de materiais metálicos em altas temperaturas**. 2010. 66f. Trabalho de graduação: Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina.

QUINN, T.F.J. "Review of oxidational wear: Part I: The origins of oxidational wear". **Tribology International**. v. 16, pp. 257–271, 1983.

RABINOWICZ. E. Friction and wear of materials. 2 ed. Nova lorque: John Wiley e Sons Inc. 315p. 1995.

RADI, P. A.; SANTOS, L. V.; BONETTI, L. F; TRAVA-AIROLDI, V. J. Tribologia, conceitos e aplicações. **Anais** do 13º Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XIII ENCITA / 2007, São José dos Campos, 2007.

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

RASLAN, A. A. Implantação iônica em meio aquoso por EDM: resistência ao desgaste de aço AISI 4140. 8º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação – COBEF, Bahia, maio 2015.

SANTOS, C. E. Influência da corrente elétrica no processo de nitretação por descargas elétricas do ACO AISI H13. 2015. 98 p. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte.

SANTOS, R. F. – **Nitretação por EDM no aço AISI 4140**. 2013. 129f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, Uberlândia.

SCHEUER, C. J.; DA SILVA, L. J.; CARDOSO, R. P.; DAS NEVES, J. C. K.; BRUNATTO, S. F.. **Comportamento ao desgaste por deslizamento do aço AISI 420 cementado por plasma a baixa temperatura.** 8º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação – COBEF, Bahia, maio 2015.

SHREVE, R. N.; BRINK JR., J. A. Indústria de processos químicos. 4 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2008. 717 p.

SILVA, E. R. Comparação do desempenho do fluído dielétrico vegetal com mineral sintético e querosene na eletroerosão do aço AISI H13. 2007. 110f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte.

SILVA, E. R.; DOS SANTOS, R. F.; TELES, V. C.; RASLAN, A. A.; COSTA, H. L. Enriquecimento de superfícies através da usinagem por descargas elétricas com jato de fluido dielétrico FJEDM. 20° POSMEC Simpósio do programa de pósgraduação em Engenharia Mecânica Universidade Federal de Uberlândia, UFU, Uberlândia, 2012.

SILVA, J. S. P. Da. Estudo das características físico-químicas e biológicas pela adesão de osteoblastos em superfícies de titânio modificadas pela nitretação em plasma. 2008. 119 p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Medicina da universidade de São Paulo, São Paulo.

SKONIESKI, A. F. O.; LIMA, E. S.; ROCHA, R. H. A. S – Heterogeneidade de temperaturas em fornos de nitretação a plasma – Estudos tecnológicos – Vol. 4, n 1, p.37-43, jan/abr 2008.

SKONIESKI, A. F. O.; SANTOS, G. R.; HIRSCH, T. K.; ROCHA, A. S. Metallurgical response of an AISI 4140 steel to different plasma nitriding gas mixtures. **Materials Research**, n.164, v. 4, p. 884-890, 2013.

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

TEDESCO, N. R. Caracterização do comportamento de desgaste de cerâmica de alumina densa: Efeitos de parâmetros do ensaio de pino sob disco. 2010. Dissertação (Mestrado) – Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade de São Carlos, São Carlos.

TORRES, C. dos S. **Estudo da moagem de alta energia e sinterização de metal duro WC-NI.** 2009. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.

The Merck Index: an encyclopedia of chemicals, drugs and biologicals. 20 ed. Whitehouse Station: MERCK & CO., Inc., 1996.

THELNING, K. E. **Steel and Its Heat Treatment**: Bofors handbook. London: McGraw-Hill, 1975, 570p.

VIÁFARA, C.C. Transição no regime de desgaste por deslizamento dos aços: uma abordagem termodinâmica. Tese de doutorado em Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, USP (2010) 250pp

YAN, B H.; TSAI, H. C.; HUANG, F. Y. The effect in EDM of a dielectric of a urea solution in water on modifying the surface of titanium, **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, n.45, p. 194-200. 2004.

ZUM GAHR, K. L., "**Microstructure and wear of materials**", Tribology Series, Vol. 10, Elsevier Science Publishers B. V., 560 p, 1987.

ANEXOS



Espectros de EDS dentro e fora das trilhas de desgaste:





Amostra #11 - EDS pontual fora da trilha



Amostra #12 - EDS pontual dentro da trilha



Amostra #12 - EDS pontual fora da trilha



Amostra #13 - EDS pontual dentro da trilha



Amostra #13 - EDS pontual fora da trilha



Amostra #16 - EDS pontual dentro da trilha



Amostra #16 - EDS pontual fora da trilha



Amostra #17 - EDS pontual dentro da trilha



Amostra #17 - EDS pontual fora da trilha



Amostra #19 - EDS pontual dentro da trilha



Amostra #19 - EDS pontual fora da trilha