

CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

ANA ELISA ANTUNES DOS SANTOS

AVALIAÇÃO DA UNIFORMIDADE DA CAMADA NITRETADA POR
DESCARGAS ELÉTRICAS NO AÇO AISI 4140

BELO HORIZONTE

2017

ANA ELISA ANTUNES DOS SANTOS

**AVALIAÇÃO DA UNIFORMIDADE DA CAMADA NITRETADA POR
DESCARGAS ELÉTRICAS NO AÇO AISI 4140**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

Orientador: Ernane Rodrigues da Silva

Coorientador: Victor Souza Esteves Lima

BELO HORIZONTE

2017

ANA ELISA ANTUNES DOS SANTOS

**AVALIAÇÃO DA UNIFORMIDADE DA CAMADA NITRETADA POR DESCARGAS
ELÉTRICAS NO AÇO AISI 4140**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

APROVADO EM 06/12/2017

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva

Prof. Dr. Rogério Felício dos Santos

Prof. Victor Souza Esteves Lima

Prof^ª. Roberta Nunes Nery dos Santos

RESUMO

A usinagem por eletroerosão (EDM) vem sendo estudada por permitir que algumas modificações superficiais sejam produzidas, podendo assim afetar as propriedades da peça usinada. Estudos anteriores demonstraram a viabilidade de usinar o aço AISI 4140 por EDM, imerso em solução aquosa contendo ureia, obtendo uma superfície enriquecida com nitretos o que aumentou a dureza da peça. Nesse estudo, amostras do aço AISI 4140 foram usinadas em uma máquina de EDM por penetração convencional em meio fluido dielétrico constituído de água deionizada e ureia. Como eletrodo ferramenta foram utilizados a grafita e o cobre eletrolítico. Foi analisada a influência do eletrodo ferramenta na microestrutura e na uniformidade da camada nitretada, através de imagens da microscopia óptica e do microscópio eletrônico de varredura, assim como uma análise de difração de raio X para comprovar a formação de nitretos na superfície usinada. As imagens analisadas comprovaram a formação de camadas heterogêneas na zona refundida (ZR) e na zona afetada por calor (ZAC). As amostras usinadas com eletrodo ferramenta de cobre apresentaram maior heterogeneidade da ZAC em relação ao eletrodo ferramenta de cobre. Em relação a ZR, as amostras usinadas com eletrodo ferramenta de cobre apresentaram maior espessura da ZR que as amostras usinadas com eletrodo de grafita.

PALAVRAS-CHAVE: EDM, nitretação, aço AISI 4140, microestrutura, camada superficial.

ABSTRACT

EDM has been studied because it allows some surface modifications to be produced, thus affecting the properties of the machined part. Previous studies have demonstrated the viability of machining AISI 4140 steel by EDM, immersed in aqueous solution containing urea, obtaining a surface with nitrides which increased the hardness of the material. In this work, the samples were machined in an EDM machine by conventional penetration in dielectric fluid medium consisting of deionized water and urea. As electrode tool were used graphite and electrolytic copper. The influence of the tool electrode on the microstructure and on the uniformity of the nitrated layer was analyzed through optical microscopy and scanning microscopy, as well as an X - ray diffraction analysis to verify the formation of nitrides on the machined surface. The analyzed images confirmed the formation of heterogeneous layers in the recast zone (ZR) and in the thermally affected zone (ZAC). Through the measurement of these layers it was possible to verify that the base metal machined with graphite electrode presents greater heterogeneity of the ZAC in relation to the electrode tool of copper, and that the ZR layer of the base metal machined with copper electrode presents a greater thickness than the electrode of graphite.

KEY WORDS: EDM, nitriding, AISI 4140 steel, microstructure, surface layer.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama Fe-N.....	12
Figura 2 - Difratoograma de raios X.	13
Figura 3 - Típica estrutura de uma camada nitretada.....	15
Figura 4 – Processo EDM	16
Figura 5 – Camadas superficiais obtidas após usinagem por descargas elétricas.....	19
Figura 6 – Micrografia de um aço D2 usinado por EDM	19
Figura 7 - Imagem de microscopia ótica da seção transversal da amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com água deionizada. Nital 2%.	21
Figura 8 - Imagem de MEV da seção transversal da amostra do aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com solução de água deionizada e uréia. Nital 2%.....	22
Figura 9 - Formação das camadas ZR e ZAC, utilizando eletrodo de cobre (a) e grafita (b). Nital 2%.....	22
Figura 10 - Morfologia das amostras EDM-ureia A e B e EDM-água C e D.....	23
Figura 11 - Imagem da solução de água deionizada com uréia e do condutivímetro.	25
Figura 12 – Máquina de EDM utilizada nos experimentos	25
Figura 13 – Painel de controle da máquina de EDM	26
Figura 14 - Fluxograma das etapas de desenvolvimento do trabalho.	27
Figura 15- Microscópio eletrônico de varredura.....	28
Figura 16 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 1. Nital 2%	31
Figura 17 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 2. Nital 2%	32
Figura 18 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 3. Nital 2%	33
Figura 19 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 4. Nital 2%	34
Figura 20 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 5. Nital 2%	35
Figura 21 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 6. Nital 2%	36
Figura 22 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 7. Nital 2%	37

Figura 23 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 8. Nital 2%	38
Figura 24 - Comparação da espessura da ZAC das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita.	39
Figura 25 - Comparação da espessura da ZR das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita.	39
Figura 26 - Comparação da espessura da ZAC das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita, a partir da média das médias.	40
Figura 27 - Comparação da espessura da ZR das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita, a partir da média das médias.....	40
Figura 28 - Média da camada nitretada das amostras usinadas com eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.	41
Figura 29 – Identificação das fases majoritárias	43
Figura 30 - Espectro de DRX obtido após NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre.	44
Figura 31 - Espectro de DRX obtido após NDE utilizando eletrodo ferramenta de grafita.	44
Figura 32 – Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de grafita na amostra 8. Nital 2%	45
Figura 33 - Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de cobre na amostra 4. Nital 2%	46
Figura 34 – Imagem da superfície do aço AISI 4140 via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de grafita. Nital 2%	46
Figura 35 - Imagem da superfície do aço AISI 4140 via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de cobre. Nital 2%	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do aço 4140.	24
Tabela 2 - Parâmetros utilizados na usinagem por EDM.....	27
Tabela 3 - Principais parâmetros adotados na DRX.....	29

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	9
2. OBJETIVOS	10
2.1 Objetivos Gerais	10
2.2 Objetivos Específicos	10
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	11
3.1 Nitretação	11
3.2 Usinagem por descarga elétrica	15
3.3 Nitretação através de EDM	20
4. MATERIAIS E MÉTODOS	24
4.1 Materiais	24
4.2 Preparação das Amostras e Caracterização Microestrutural	28
4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV	28
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
5.1 Análise Microestrutural	30
5.2 Difração de Raios X	42
5.3 Microscopia eletrônica de varredura	45
6. CONCLUSÕES	48
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	49
ANEXO A	52
ANEXO B	53
ANEXO C	54
ANEXO D	55

1. INTRODUÇÃO

Electrical Discharge Machining (EDM), é um processo de remoção de materiais eletricamente condutores por meio de descargas elétricas que produzem faíscas, repetidas vezes na presença de um líquido dielétrico, ao passo que uma diferença de tensão é aplicada entre o eletrodo e a peça. Segundo Santos (2013), o processo EDM tem se destacado na confecção de matrizes e moldes metálicos.

A nitretação é uma técnica de tratamento superficial utilizada para endurecer superfícies de metais, principalmente aços. A nitretação é realizada com o objetivo de elevar a dureza superficial e aumentar a resistência ao desgaste por deslizamento. (RASLAN, 2015; CHIAVERINI, 2008)

O processo EDM permite que algumas modificações superficiais sejam produzidas, podendo assim afetar as propriedades da peça usinada. Isso acontece devido ao canal de plasma formado, que podem conter partículas de materiais erodidos da peça, do eletrodo e do fluido dielétrico. De acordo com Kumar et al. (2009), os elementos químicos de interesse devem fazer parte do material do eletrodo ou do fluido dielétrico.

Os estudos de Santos (2013), demonstraram que superfícies de uma amostra do aço 4140 imerso em uma solução aquosa contendo ureia (fluido dielétrico), que passou por um processo de descargas elétricas geradas por EDM, produziam uma superfície enriquecida com nitretos, responsáveis pelo aumento da dureza da peça.

Nos estudos feitos por Santos (2013) e por Nicesio (2017), foi demonstrado a heterogeneidade da camada da zona refundida (ZR) e da camada da zona afetada pelo calor (ZAC) do aço 4140 usinado por eletroerosão utilizando como meio fluido dielétrico água deionizada e ureia. As diferenças de espessura das ZR e da ZAC das amostras produzidas podem estar associadas aos parâmetros elétricos utilizados, a natureza do canal de plasma e a sua intensidade. (SANTOS, 2013). Dessa forma, para obter uma camada nitretada uniforme é necessário um estudo dos parâmetros do processo para otimizar o produto obtido com a usinagem EDM em meio fluido dielétrico contendo água deionizada e ureia.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivos Gerais

Avaliar a uniformidade da camada nitretada pelo processo EDM do aço AISI 4140, em meio fluido dielétrico constituído de água deionizada e ureia farmacológica.

2.2 Objetivos Específicos

- ✓ Analisar por meio de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, a uniformidade das camadas nitretadas por eletroerosão do aço AISI 4140;
- ✓ Medir a espessura da zona refundida (ZR) e da zona termicamente afetada (ZAC);
- ✓ Investigar a influência dos eletrodos ferramenta de grafita e cobre, na homogeneidade da camada nitretada e morfologia da superfície;
- ✓ Determinar, por meio da difração de raio X (DRX), os nitretos formados.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Nitretação

A nitretação é uma técnica de tratamento superficial utilizada para endurecer superfícies de metais, principalmente aços. Segundo a American Society for Metals (2013), o segredo da nitretação ter grande importância nas aplicações industriais é o fato do processo não requerer uma mudança de fase de ferrita para austenita, ou austenita para martensita. O aço permanece na fase ferrita (ou cementita, dependendo da composição da liga) durante o processo. Isso significa que a estrutura molecular da ferrita, cúbica de corpo centrado (CCC), não muda sua configuração ou cresce na fase cúbica de face centrada (CFC), característica da austenita. Dessa forma, não há nenhuma alteração de tamanho molecular ou dimensional, apenas uma pequena mudança volumétrica devido a difusão do nitrogênio na superfície do aço.

Nitretação é um método de difusão termoquímico de nitrogênio na superfície do aço ou ferro fundido. A nitretação é realizada com o objetivo de elevar a dureza superficial e aumentar a resistência ao desgaste e a corrosão. O processo é realizado a temperatura inferior à crítica (entre 500° a 575°C), dessa forma as peças são menos suscetíveis a empenamentos ou distorção. (CHIAVERINI, 2008).

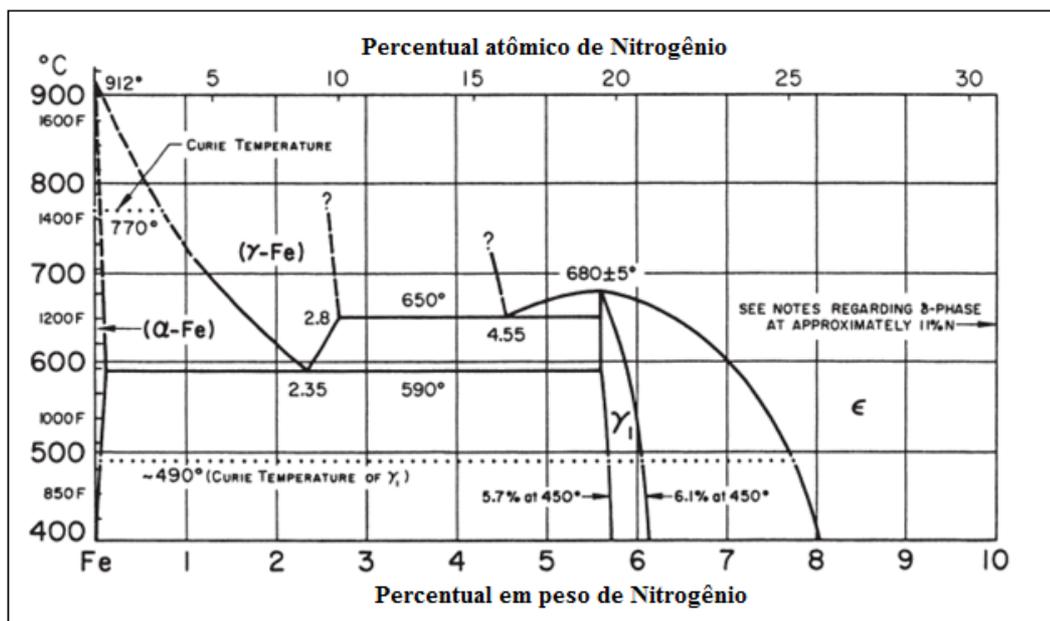
Segundo Zagonel (2006), o nitrogênio incorporado à superfície gera um potencial químico que compele a difusão de nitrogênio para o volume do material, formando uma camada superficial na qual são observados diversos efeitos que dependem da estrutura desse material e dos parâmetros do processo.

Por ser um átomo relativamente pequeno com relação ao ferro, o nitrogênio não pode ser colocado na rede cristalina do primeiro em um sítio substitucional, onde o nitrogênio ocuparia o lugar de um átomo de ferro. Ao mesmo tempo, o nitrogênio não é pequeno o bastante para ocupar sítios intersticiais. Essa característica forma um sistema semelhante ao ferro-carbono em certos aspectos. Apenas uma pequena quantidade de nitrogênio pode ser diluída na rede cristalina do ferro e fases cristalinas de nitreto de ferro são formadas para concentrações maiores que o limite de solubilidade. (ZAGONEL, 2006)

De acordo com o diagrama Fe-N, na temperatura de nitretação, o aumento da concentração de nitrogênio conduz a formação de outras fases. Dessa forma, apenas uma quantidade de nitrogênio pode ser diluída na rede cristalina do ferro, e fases cristalinas de nitretos de ferro são formadas para concentrações maiores que o limite de solubilidade. (ALVES JUNIOR, 2001)

O processo de difusão é baseado na solubilidade de nitrogênio no aço, de acordo com o diagrama de equilíbrio ferro-nitrogênio mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Diagrama Fe-N

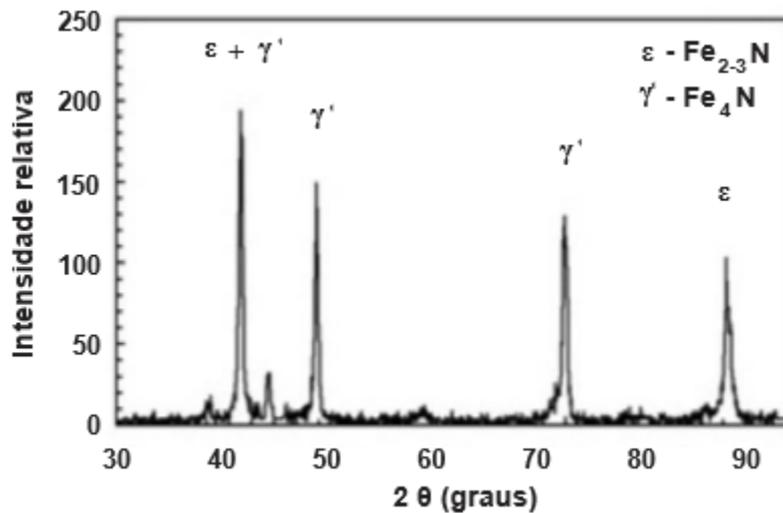


Fonte: American Society for Metals, 2003.

De acordo com o diagrama, o limite de solubilidade de nitrogênio no ferro é dependente da temperatura. Segundo Zagonel (2006), o primeiro nitreto a se formar tomando como base a temperatura de 450°C é denominado de gama (γ'), de estequiometria Fe_4N , cúbico de face centrada e com composição de nitrogênio de 5,9% em massa. Passando de 6.1% de N, a formação de uma fase superficial tende a ser predominantemente da fase épsilon ϵ ($\text{Fe}_{2+x}\text{N}_{1-x}$), na qual os átomos de ferro formam uma estrutura hexagonal compacta com os átomos de nitrogênio nos sítios octaédrais. Esta forma se destaca pela existência de numerosas estruturas ordenadas nas quais os átomos de nitrogênio guardam entre si máxima distância possível. Além dessas fases, pode ocorrer a precipitação da fase metaestável α'' – Fe_{16}N_2 , na qual os interstícios estão completamente ordenados. Segundo Alves Junior (2001), a fase α'' é uma transição entre a martensita e a fase γ' .

Essas fases que se formam quando o teor de nitrogênio ultrapassa o limite de solubilidade são precipitações de compostos intermetálicos, denominados nitretos. O diagrama de equilíbrio mostra como o controle de difusão do nitrogênio é crítico para o sucesso do processo (American Society for Metals, 2003, p.2). A precipitação desses nitretos ocorre de duas formas: na formação da camada de compostos, que se situa na superfície mais externa do material e na zona de difusão, onde esses nitretos se precipitam de forma intragranular fina e homogênea e na forma de nitretos intergranulares. A figura 2 apresenta o difratograma de raios X com os picos típicos dos nitretos.

Figura 2 - Difratograma de raios X.

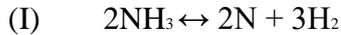


Fonte: MELLO, 2010.

A nitretação pode ser realizada através de três processos: a nitretação a gás, a nitretação líquida ou em banho de sal e ionitretação.

Na nitretação gasosa, a exposição do ferro (Fe) a uma fonte de gás de nitrogênio, quase sempre a amônia (NH_3), em temperatura elevada permite a formação de camadas nitretos de ferro. De acordo com Chiaverini (2008), nesse processo, a difusão é muito lenta, geralmente o tempo varia de 48 a 72 horas. A espessura da camada nitretada dificilmente ultrapassa 0,8 mm. A profundidade da camada e a chamada “camada branca” dependem da velocidade de dissociação de amônia e da temperatura do forno, além do tempo.

Segundo Pye (2003), a amônia começa a se decompor quando uma fonte de calor é aplicada, usualmente por uma fonte externa. A temperatura usual de nitretação é entre 500 a 570°C, onde a amônia é termodinamicamente instável e se decompõe em:



No instante da decomposição, a liberação de nitrogênio irá existir na forma atômica. Os átomos formados na decomposição são instáveis e irão se ligar a outros átomos e formar moléculas como as reações abaixo:

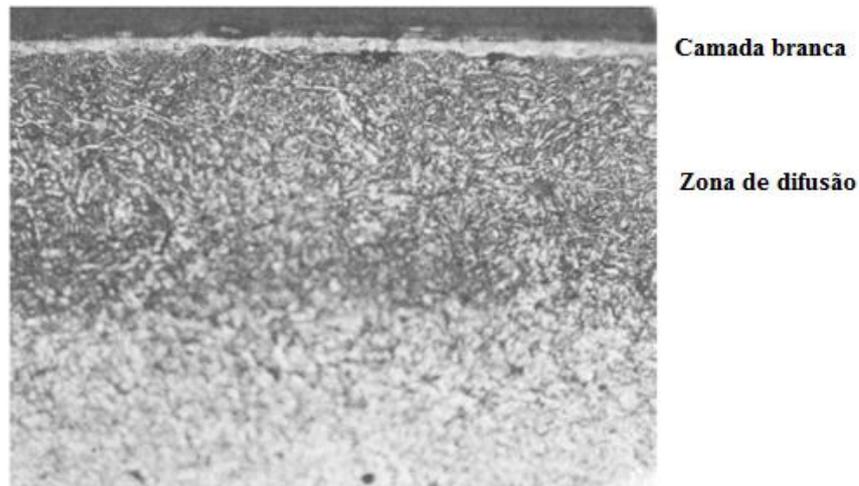


O nitrogênio liberado nessa reação na forma atômica, tem alta afinidade com ferro, e rapidamente vai se difundir nesse material em altas temperaturas.

O nitrogênio, em temperaturas adequadas, ao difundir-se no aço une-se aos elementos de liga formando nitretos estáveis e metaestáveis, que possuem elevada dureza. Estes nitretos de ferros formam uma “camada de compostos” ou “camada branca”, devido ao aspecto branco que apresentam na metalografia.

A formação de nitretos começa com uma série de crescimento de fases de nucleação na superfície do aço. A “camada branca” formada é frágil e compreende duas fases. O carbono presente no aço muda a morfologia do processo de nucleação, causando uma mistura de fases na superfície do aço, com a formação e reação de nitretos abaixo da superfície. A região imediatamente abaixo da camada branca é chamada de “zona de difusão”, essa região é formada por nitretos estáveis e pela reação do nitrogênio com os elementos formadores de nitretos, conforma a figura 3.

Figura 3 - Típica estrutura de uma camada nitretada



Fonte: Pye, 1997.

A ionitretação ou nitretação a plasma, segundo Balles et al. (2004), é o processo em que a peça a ser tratada é confinada em uma câmara previamente evacuada na qual é mantido um fluxo controlado de uma mistura gasosa, geralmente N_2-H_2 com a qual é produzido o plasma. O plasma é obtido num regime de descarga anormal aplicando-se uma tensão elétrica da ordem de 500V a 1000V DC entre a peça e o ânodo, que é geralmente a própria parede da câmara. A fonte é capaz de produzir uma corrente que fornece energia à peça para que seja aquecida e provocar a difusão dos átomos de nitrogênio na rede. Concomitantemente ocorre uma série complexa de reações químicas na interface sólido-plasma e que dão origem às diferentes fases de nitretos de ferro, formando camadas de depósitos na superfície da peça.

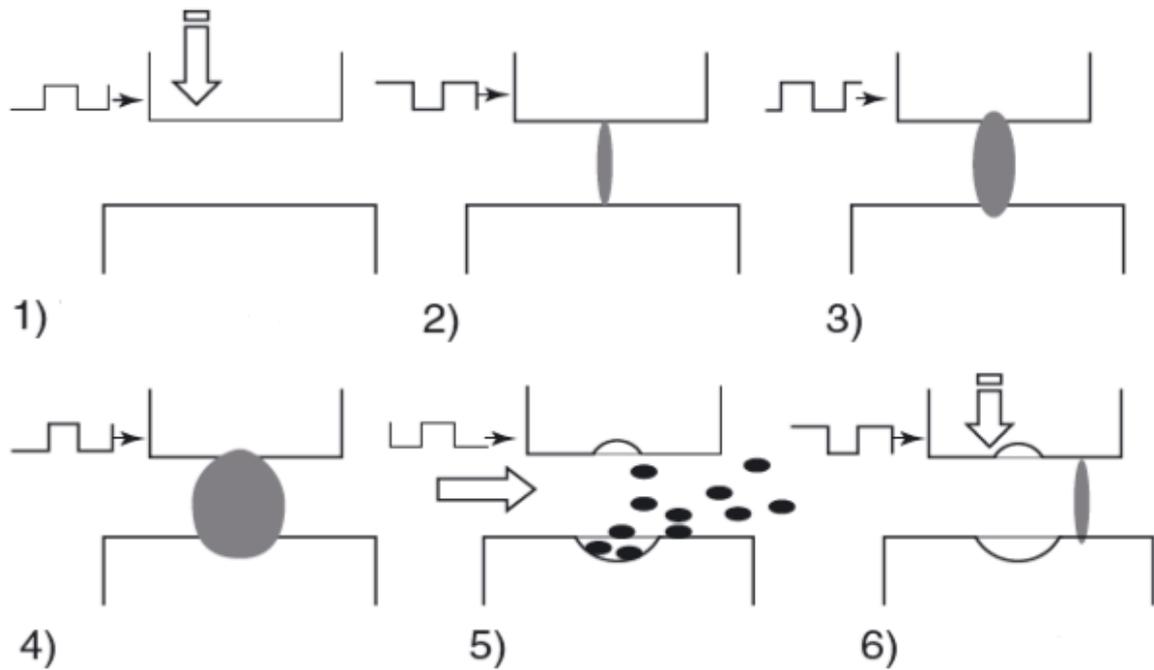
Segundo Alves Junior (2001), o sucesso da nitretação iônica se deve, entre outros fatores, a baixa temperatura de tratamento o que evita distorções dimensionais que podem ocorrer em outros tratamentos térmicos. O controle da camada, através das variáveis do processo, o tempo de tratamento inferior, num tempo máximo de 20 horas, e a uniformidade na espessura da camada.

3.2 Usinagem por descarga elétrica

Electrical Discharge Machining (EDM), é um processo de remoção de materiais eletricamente condutores por meio de descargas elétricas que produzem faíscas repetidas vezes na presença de um líquido dielétrico, ao passo que uma diferença de tensão é aplicada entre o eletrodo e a

peça. Este processo permite a usinagem de qualquer material, que seja eletricamente condutor, independentemente de sua dureza ou forma (Abu Zeid, 1997). Os méritos crescentes da EDM têm sido buscados intensamente pelo setor de manufatura, obtendo enormes benefícios econômicos e gerando importantes interesses de pesquisa. O processo é ilustrado na figura 4.

Figura 4 – Processo EDM



Fonte: Jahan, 2014.

No processo EDM, uma diferença de tensão é aplicada entre um eletrodo ferramenta condutor e um material de trabalho, a uma certa folga entre o material e o eletrodo, chamada de *gap*. Como o eletrodo ferramenta move-se em direção a peça submerso em um fluido dielétrico (usualmente água deionizada ou óleo hidrocarboneto), uma coluna de intenso fluxo eletromagnético é formada ao aproximar-se da peça. O campo elétrico é mais forte no ponto onde a distância entre o eletrodo e a peça é mínima. A medida que o efeito de isolamento do fluido dielétrico é quebrado por um alto campo elétrico, uma única faísca pode ser descarregada entre o eletrodo e peça. Esta única faísca, que ocorre em um intervalo pequeno entre o eletrodo e a peça conhecida como intervalo da faísca, funde e vaporiza o material, formando uma cratera na peça. (JAHAN, P. M., 2014, p. 2)

Como sua duração é pequena, a faísca funde e vaporiza uma pequena porção da peça de trabalho, com pouco efeito nas regiões adjacentes. Esse efeito cumulativo de uma sucessão de

faíscas sobre a superfície, faz com que a peça sofra erosão, dessa forma, o material retirado da superfície vai tomando a forma da ferramenta. (MCGEOUGH, 1988).

Quando a tensão através do *gap* se torna suficientemente elevada, é descarregado através da abertura, uma centelha no intervalo de microsegundos. Os íons positivos e os elétrons são acelerados devido a energia gerada pela corrente elétrica, produzindo um canal de descarga que se torna condutor. É nesse momento que a faísca salta, causando colisões entre íons e elétrons, e cria um canal de plasma. Essa reação de colisão dos íons positivos e elétrons inicia uma reação de alta energia, gerando um superaquecimento do local que leva a remoção do material. A remoção do material ocorre devido à vaporização instantânea do material, bem como devido a fusão. (MISHRA, BHATIA e RANA, 2014)

No final do impulso, quando a tensão é removida, a pressão cai repentinamente, e o metal superaquecido é evaporado. O metal é assim removido dos eletrodos. A relação entre a quantidade de metal removido do anodo e do cátodo, depende da contribuição dos elétrons e íons positivos no fluxo de corrente. (MCGEOUGH, 1988)

A medida que a diferença de potencial é retirada, o canal de plasma não é mais sustentado, o que causa uma redução repentina da temperatura; isso permite a circulação do dielétrico para retirar e transportar o material fundido da superfície em forma de partículas microscópicas. (MCGEOUGH, 1988).

Para Mcgeough (1988), “o processo de fusão e de sublimação do material da superfície da peça é um contraste com o processo de usinagem convencional, pois os cavacos não são produzidos mecanicamente. A taxa de material removido é baixa, uma vez que entre 85 a 90% do material fica redepositado.”

O fluido dielétrico serve para concentrar a descarga elétrica em um canal de pequena área de secção transversal. Ele também serve para resfriar os dois eletrodos, e empurrar os produtos da usinagem para fora do *gap*. A resistência elétrica do dielétrico influencia na descarga elétrica e no tempo de iniciação da faísca. Se a resistência é baixa, uma descarga antecipada vai acontecer. Se for alta, o capacitador irá atingir um valor mais alto de carga antes de acontecer a faísca. Isto é, a taxa de energia e a repetição da faísca dependem da condição entre os eletrodos no *gap*. (MCGEOUGH, 1988)

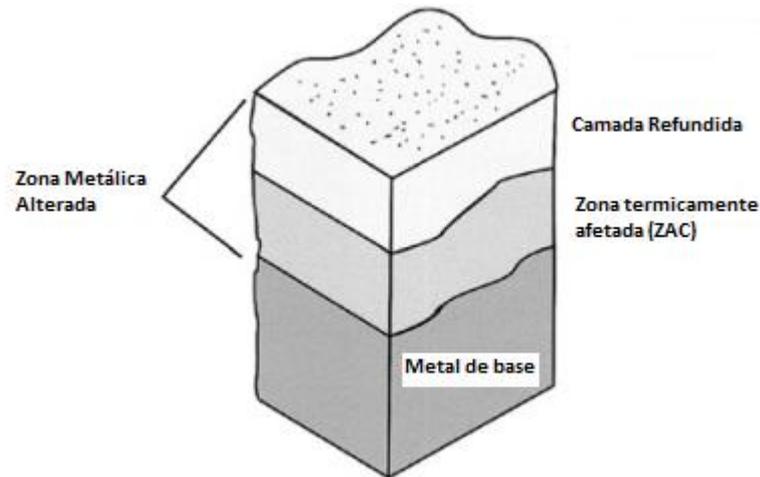
Metais com alto ponto de fusão e boa condutividade elétrica são normalmente usados como eletrodo ferramenta para o processo EDM, como a grafita e o cobre. O cobre tem como principais características a elevada condutividade elétrica e térmica, boa resistência à corrosão e a facilidade de fabricação, aliadas a elevadas resistência mecânica e à fadiga. (ASM HANDBOOK, v.2, 1990).

A grafita é um material que apresenta alto ponto de fusão (3727 °C) e baixa densidade. Segundo Lima (2008), por apresentar baixa densidade, pode-se fabricar eletrodos de grande porte o que facilita o manuseio dentro das fábricas. Mas a grafita apresenta dois inconvenientes, fragilidade e porosidade, o que aumenta os problemas com contaminação. A resistividade elétrica da grafita é maior que a do cobre.

Segundo Santos (2013), por ser um processo baseado em um mecanismo térmico de remoção de material, as camadas superficiais apresentam modificação na sua composição química e estrutural. Elas são afetadas termicamente na proporção da energia da descarga. A superfície da peça de trabalho é fundida e rapidamente solidificada pela ação de resfriamento do dielétrico, formando uma camada de refundido sob o substrato. Esta é a chamada “zona refundida”, que apresenta mudanças químicas, devido à interação com subprodutos do fluido dielétrico e do próprio eletrodo ferramenta, além de modificações na sua estrutura por causa da rápida solidificação do material. Ela possui, normalmente, composição e estrutura bastante heterogêneas. Além disso, ela apresenta propriedades mecânicas completamente diferentes daquelas encontradas no material base da liga.

Adjacente a “zona refundida” está a “zona afetada pelo calor” (ZAC), esta região é formada pelo aquecimento e resfriamento do material, e difusão de átomos de áreas com maior concentração para aquelas com menor concentração atômica a partir da camada refundida. As tensões térmicas que surgem no processo de fusão pode causar danos metalúrgicos graves, como a diminuição da resistência à fadiga. (MCGEOUGH, 1988). A figura 5 apresenta esquematicamente as camadas superficiais após usinagem por descargas elétricas.

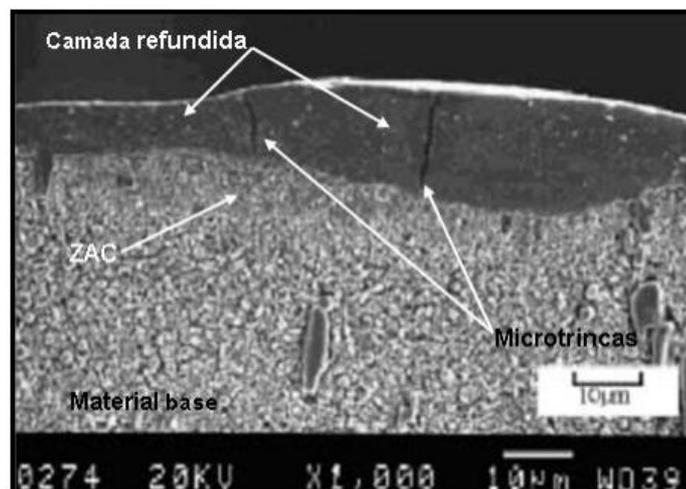
Figura 5 – Camadas superficiais obtidas após usinagem por descargas elétricas



Fonte: KUMAR et al., 2009.

Segundo Lee e Tai (2003), a ZAC possui estrutura bastante diferente do material original, apesar de não ter contato com o fluido dielétrico, isso porque o calor irradiado pelo plasma é capaz de alterar sua estrutura e composição química. que embora seja benéfica em termos de maior resistência à abrasão e à erosão, os defeitos no seu interior, como vazios, fissuras e tensões induzidas, provocam uma deterioração global da resistência mecânica do componente. A figura 6, foi obtida via microscopia eletrônica de varredura do aço rápido D2 usinado com eletrodo-ferramenta de cobre e querosene como fluido dielétrico, onde pode ser visto a camada refundida com microtrincas, que possui uma coloração mais escura, é possível ver também a zona afetada pelo calor, que apresenta estrutura diferente do material base.

Figura 6 – Micrografia de um aço D2 usinado por EDM



Fonte: Lee e Tai (2003).

Segundo os estudos de Patowari, Sasha e Mishra (2015), foi relatado que a superfície usinada por EDM contém uma camada refundida dura e irregular, e abaixo, uma zona afetada pelo calor. A camada superior, formada pela re-solidificação do metal fundido após a descarga, encontra-se fortemente ligada aos produtos da pirólise do fluido dielétrico. Em uma análise quantitativa do teor de carbono na superfície, verificou-se que o teor de carbono era nove vezes maior que do material base. A camada superficial formada pela solidificação da zona fundida apresenta alta dureza, boa aderência ao material base e boa resistência à corrosão. Porém, contém microtrincas, o que pode ser um problema para determinadas aplicações.

Segundo Lim et al. (1991) uma característica proeminente das superfícies usinadas por EDM é o aparecimento de microtrincas na superfície. Essas microtrincas se formam devido a tensão térmica, aquecimento e resfriamento rápido, e as transformações geradas na superfície do material. A densidade de microtrincas na superfície está relacionado com a intensidade da energia da descarga, podendo penetrar na zona afetada por calor e até no metal base.

3.3 Nitretação através de EDM

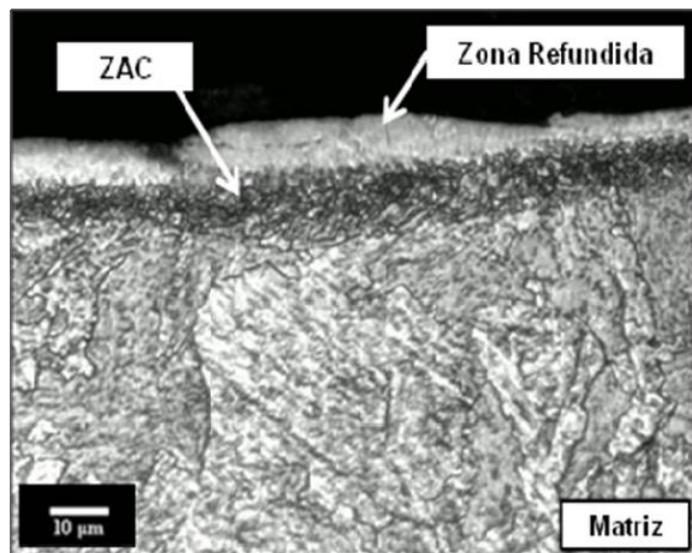
Embora EDM seja essencialmente um processo de remoção de material, esforços foram feitos para usá-lo como um método de tratamento de superfície. Muitas mudanças de superfície foram relatadas desde que o processo se estabeleceu nas ferramenteiras da indústria de transformação. (KUMAR et al., 2009)

Segundo Kruth et al. (1998), as camadas superficiais geradas em uma peça de aço usinada por EDM usando dielétrico de hidrocarbonetos têm maior teor de carbono do que o material de base e, portanto, apresentam maior resistência à abrasão e corrosão. Sob a alta temperatura da coluna de descarga, a camada mais externa pode absorver o carbono dos gases formados na coluna de descarga do dielétrico hidrocarboneto. O material do eletrodo foi encontrado na superfície da peça mesmo após a usinagem.

A nitretação por eletroerosão tem como vantagem o endurecimento da superfície independente das propriedades mecânicas do metal base da peça. Yan *et al.* (2005), por exemplo, estudaram a nitretação por eletroerosão como recobrimento em ligas de titânio, já que já que estas apresentam propriedades inadequadas na superfície (baixa resistência ao desgaste adesivo e abrasivo, além de um alto coeficiente de atrito), induzindo um maior desgaste.

A nitretação do aço AISI 4140 por descarga elétrica foi estudada por Santos (2013), que confirmou a viabilidade de nitretação do aço pelo processo EDM por penetração, utilizando como fluido dielétrico água deionizada e solução de água deionizada e ureia, na concentração de 10g/l. A figura 7 mostra uma microscopia ótica obtida por Santos (2013), em corte transversal.

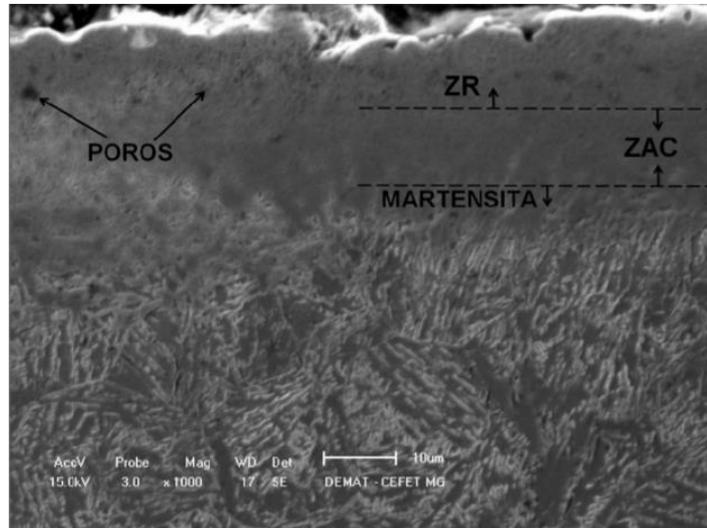
Figura 7 - Imagem de microscopia ótica da seção transversal da amostra de aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com água deionizada. Nital 2%.



Fonte: Santos (2013)

Segundo Santos (2013), a zona refundida (ZR) e a zona afetada pelo calor (ZAC) são zonas típicas de peças produzidas pelo processo EDM. Porém, na microscopia acima a zona afetada pelo calor (ZAC) se apresenta mais definida e com coloração mais escura, o que pode estar associada ao nitrogênio introduzido no material, é possível observar também uma zona formada pela estrutura martensítica, abaixo da ZAC. Outra evidência demonstrada por Santos (2013) é a presença de crateras e porosidades na ZR. De acordo com a figura 8, é possível observar essa presença e a formação da camada martensítica abaixo da ZAC. A estrutura martensítica formada indica que o calor gerado pelo processo foi suficiente para formar a nova fase.

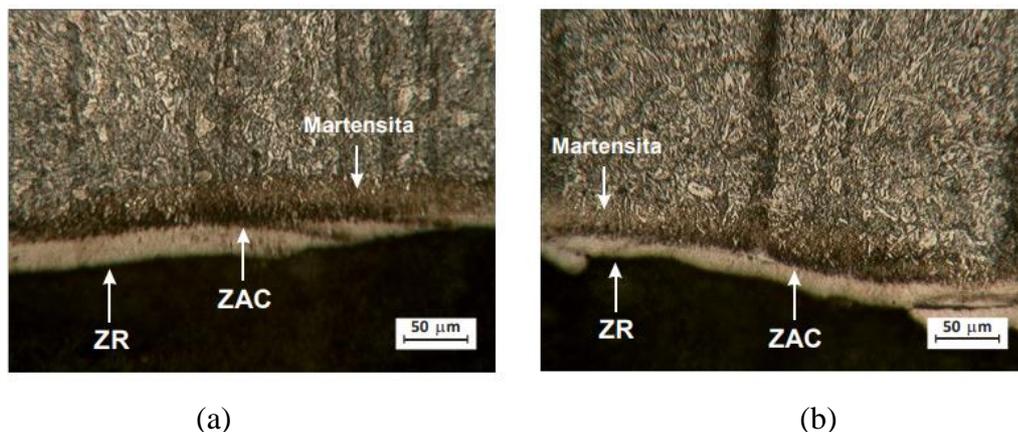
Figura 8 - Imagem de MEV da seção transversal da amostra do aço AISI 4140, usinada pelo processo EDM, com solução de água deionizada e uréia. Nital 2%.



Fonte: Santos (2013).

Nicesio (2017), estudou a camada superficial do aço 4140 usinado por eletroerosão utilizando meio fluído dielétrico água deionizada e ureia, e como eletrodo ferramenta cobre eletrolítico e grafita. Segundo Nicesio (2017), a ZR quando se utiliza eletrodo de grafita se apresenta com bastante irregularidade e se desprende do metal, que em relação com a camada que se utilizou eletrodo de cobre, se apresentava mais uniforme. A figura 9, obtida por microscopia óptica, evidencia a formação da ZR, camada mais superficial e de coloração mais clara, e a formação da ZAC, camada mais escura, logo abaixo da ZR.

Figura 9 - Formação das camadas ZR e ZAC, utilizando eletrodo de cobre (a) e grafita (b). Nital 2%



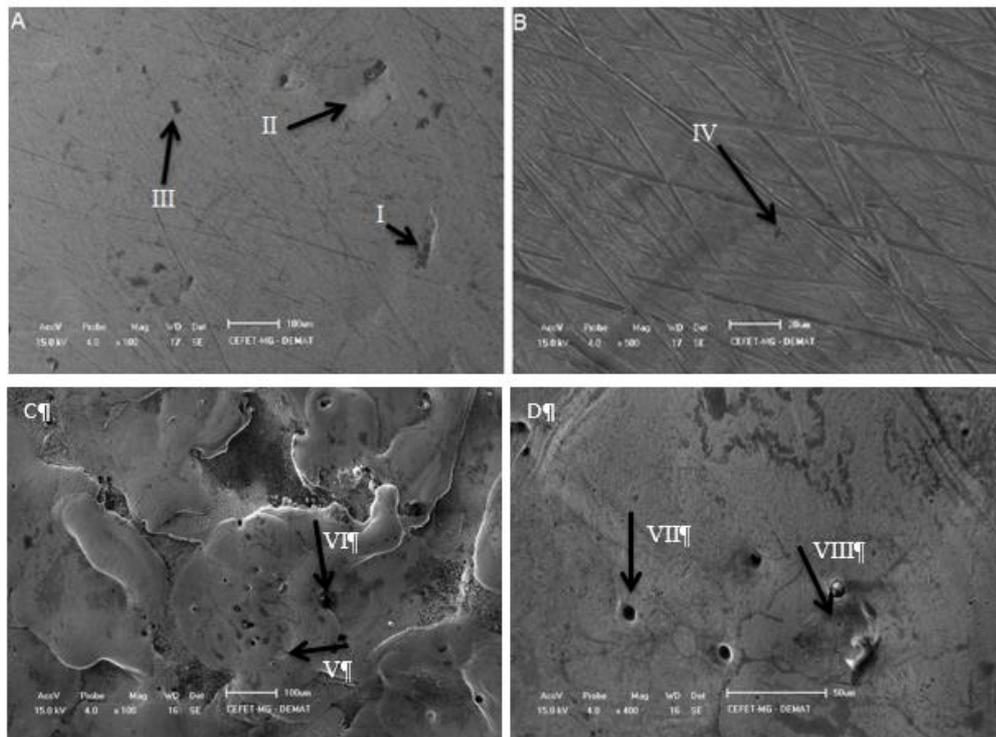
(a)

(b)

Fonte: Nicesio, (2017)

Nos estudos de Silva Júnior (2016), duas amostras do aço 4140 foram usinadas por EDM em meio com água deionizada e ureia. A figura 10 mostra a morfologia da superfície das amostras obtidas por microscopia de varredura (MEV). São identificados pontos com cratera ou poros, que são resultados que se assemelham aos encontrados nas bibliografias.

Figura 10 - Morfologia das amostras EDM-ureia A e B e EDM-água C e D.



(I), (II), (III), (IV), (V), (VI), (VII) e (VIII) – crateras ou poros

Fonte: Silva Júnior (2016).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho constituiu na análise da camada superficial do aço AISI 4140 nitretado pelo processo de usinagem EDM utilizando como eletrodo ferramenta o cobre e a grafita. As caracterizações foram feitas por meio de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raio X (DRX).

4.1 Materiais

Como eletrodo peça foi utilizado o aço AISI 4140, por apresentar potencial de nitretação pelo processo EDM de acordo com Santos (2013). A tabela 1 abaixo mostra a composição do aço liga AISI 4140. Nota-se a presença de elementos formadores de nitretos, como cromo e molibdênio.

Tabela 1 - Composição química do aço 4140.

Elementos	C (%)	Si (%)	Mn (%)	Cr (%)	Mo (%)
AISI 4140	0,40	0,25	0,90	0,95	0,20

Fonte: VILLARES METALS, 2004.

Como eletrodo ferramenta foi utilizado o cobre eletrolítico e a grafita. Adotou-se o formato cilíndrico, com 22mm de diâmetro e 30 mm de comprimento. As amostras foram fabricadas com dimensões de 15mm de comprimento e 19mm de diâmetro.

Os testes foram realizados em dois conjuntos de amostras, seis amostras foram usinadas com o eletrodo ferramenta de cobre eletrolítico e seis amostras foram usinadas com o eletrodo ferramenta de grafita.

Os fluidos dielétricos utilizados foram água deionizada e uréia 30g/l. A condutividade elétrica desses fluidos dielétricos foi monitorada antes e depois do ensaio, através de um condutivímetro portátil com compensação automática de temperatura, modelo CD203 da PHTeK com resolução de 0 μ S/cm á 1999 μ S/cm, como mostrado na figura 11.

Figura 11 - Imagem da solução de água deionizada com uréia e do condutivímetro.



(a)

(a) Solução de água deionizada e uréia



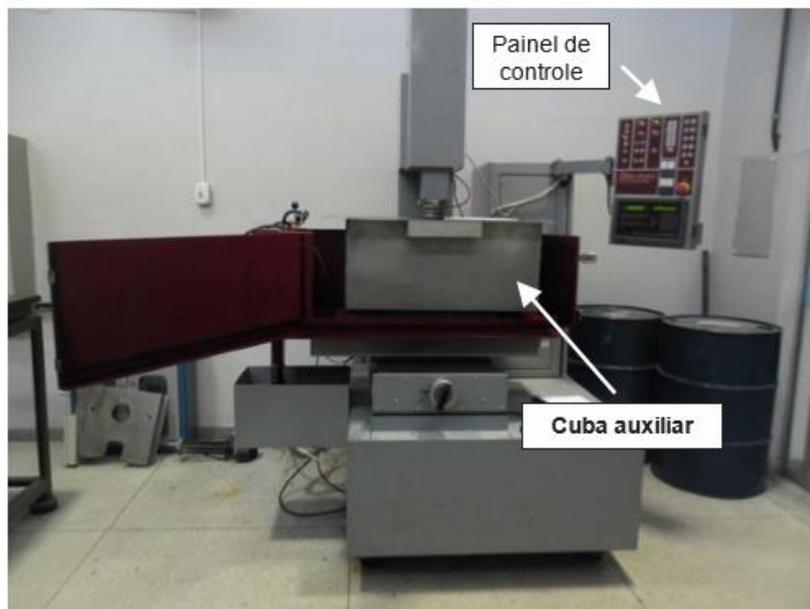
(b)

(b) condutivímetro

Fonte: Autora.

Os experimentos foram realizados em uma máquina de EDM convencional por penetração, instalada no laboratório de ajustagem do CEFET-MG, modelo Eletroplus EDM-540/340; Servspark, mostrada na Fig. 12. Ela possui porta eletrodo ferramenta, reservatório de fluido dielétrico, cabeçote, cuba principal e um painel de controle em que se ajusta os parâmetros do processo.

Figura 12 – Máquina de EDM utilizada nos experimentos

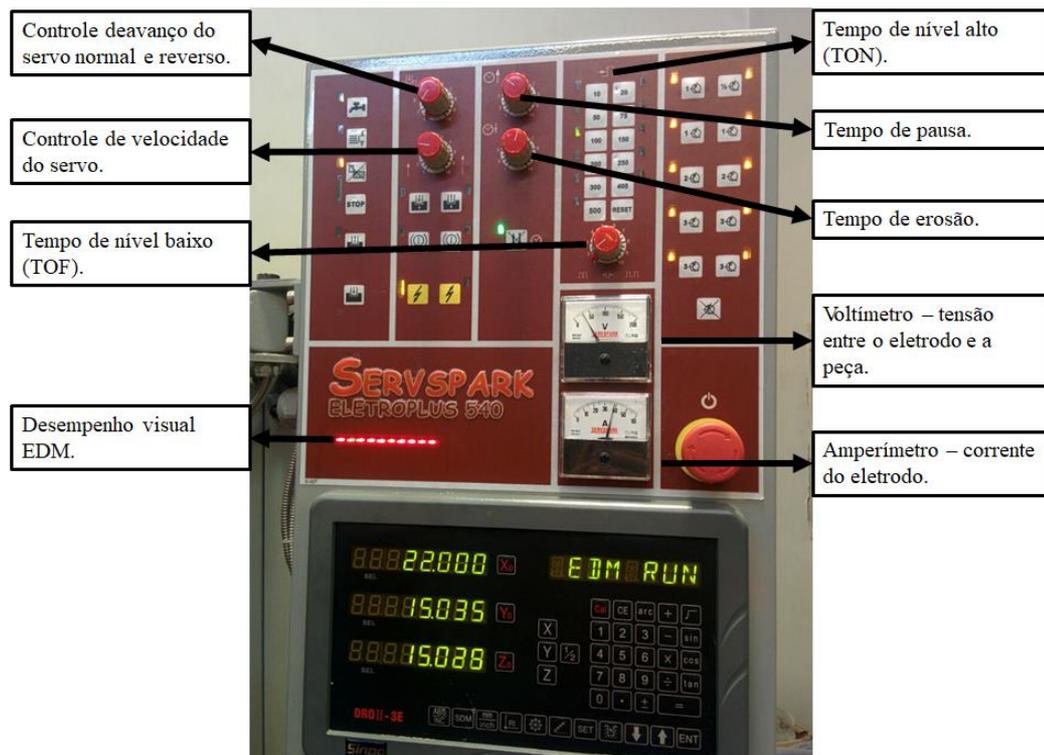


Fonte: Autora, 2017.

Para a elaboração dos testes alguns ajustes foram realizados na máquina de EDM. Uma cuba auxiliar foi inserida dentro da cuba principal, como mostrada na figura 12, para prevenir a corrosão da cuba da máquina causada pelos fluídos dielétricos. Além disso, foi utilizada uma bomba modelo CD 3002 de fabricação ASTEN com vazão de 51 L/m e pressão de 2 metros de coluna d'água (0,2 bar), motor elétrico de corrente alternada, rotação de 3100 RPM e potência de 120 Watts (0,16 CV), frequência de 60 Hz. O objetivo da bomba é proporcionar a limpeza de partículas em suspensão no local da fenda de trabalho, através de uma mangueira com jato d'água.

Para a realização da EDM vários parâmetros foram ajustados no painel de controle da máquina, como mostrado na Figura 13 e listados na tabela 2.

Figura 13 – Painel de controle da máquina de EDM



Fonte: Autora.

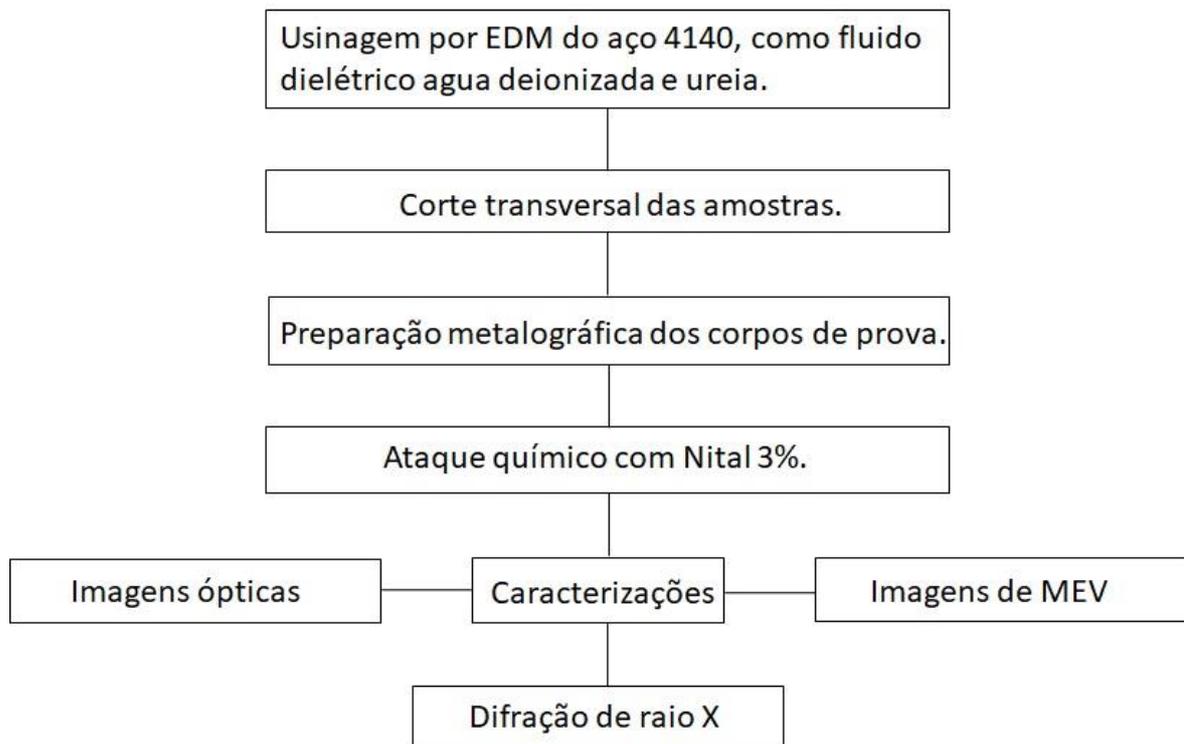
Tabela 2 - Parâmetros utilizados na usinagem por EDM

Polaridade do eletrodo ferramenta	Positiva
Tensão (V)	200
Corrente de trabalho (A)	40
Controle de avanço do servo no eixo Z, gap	A1=1*
Controle de velocidade do servo, cabeçote	A2=3*
Tempo de afastamento periódico da ferramenta	A3=4*
Tempo de erosão	A4=7*
Tempo de nível alto (pulso), Ton	A5=100
Tempo de nível baixo, Toff	A6=1

*Posição da chave

Fonte: Autora.

O fluxograma da figura 14 contempla as etapas de processamento, as quais o material foi submetido e a metodologia adotada no presente trabalho.

Figura 14 - Fluxograma das etapas de desenvolvimento do trabalho.

Fonte: Autora.

4.2 Preparação das Amostras e Caracterização Microestrutural

Os corpos de prova cilíndricos foram seccionados transversalmente para embutimento. Foi utilizado resina epóxi termo endurecível, que apresenta baixa contração e boa aderência, para obter melhores imagens no microscópio óptico. Todas as amostras foram preparadas manualmente em lixas de 400 e 600mesh. Após o lixamento, as peças foram polidas com pasta de diamante de 9 μ m e 3 μ m.

As amostras foram submetidas a ataque químico com Nital 3%, a fim de revelar a camada nitretada (Santos, 2013). A caracterização microestrutural foi realizada por meio do uso de um microscópio óptico marca Fortel com sistema de digitalização Kontrol modelo M713, que permitiu as medições das espessuras das ZR e das ZAC. As medições das camadas da ZR e da ZAC foram realizadas no programa ImageJ. Foram realizadas cinco medições em cada imagem.

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

Os corpos de prova foram observados em um microscópio eletrônico de varredura, Shimadzu - 550, com tensão de 15 kV e detecção de imagens de elétrons secundários, como mostrado na Figura 15.

Figura 15- Microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: Autora.

4.4 – Difração de raios X

A difração de raios X (DRX) foi realizada com corpos de prova submetidos a usinagem por EDM com eletrodos de grafita e de cobre, individualmente, visando verificar a formação dos nitretos de ferro. Foi utilizado o difratômetro Shimadzu XRD – 7000 X – “Ray Diffractometer”, existente no laboratório de caracterização do DEMAT/CEFET-MG. Os parâmetros utilizados estão indicados na tabela 3.

Tabela 3 - Principais parâmetros adotados na DRX.

Radiação	CuK α
Tensão	40,0 Kv
Corrente	30,0 mA
Velocidade de varredura	2°/min
Modo de varredura	Tempo fixo
Faixa de varredura	10° a 110°
Passo da amostragem	0,02°

Fonte: Elaborado pela autora.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análise Microestrutural

As figuras 16 a 23, obtidas por microscopia óptica, evidenciam a formação da ZR, camada mais superficial e de coloração mais clara, e a formação da ZAC, camada mais escura, logo abaixo da ZR. A formação dessas camadas foi confirmada nas amostras nitretadas com eletrodos de grafita e de cobre.

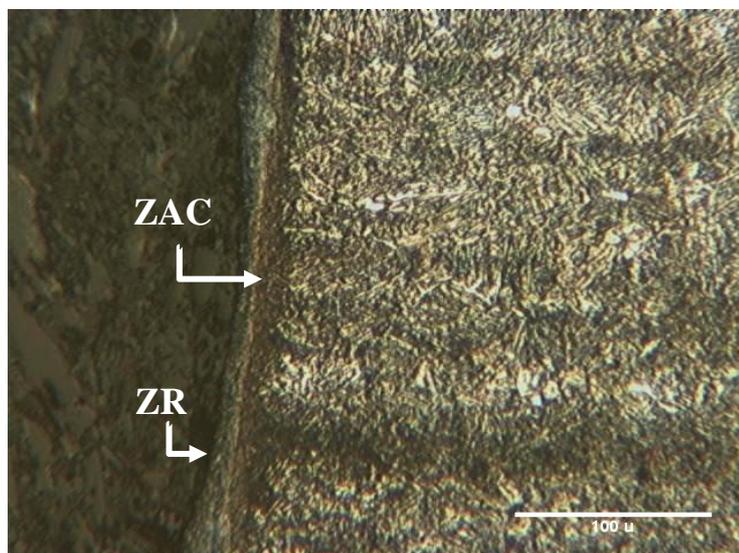
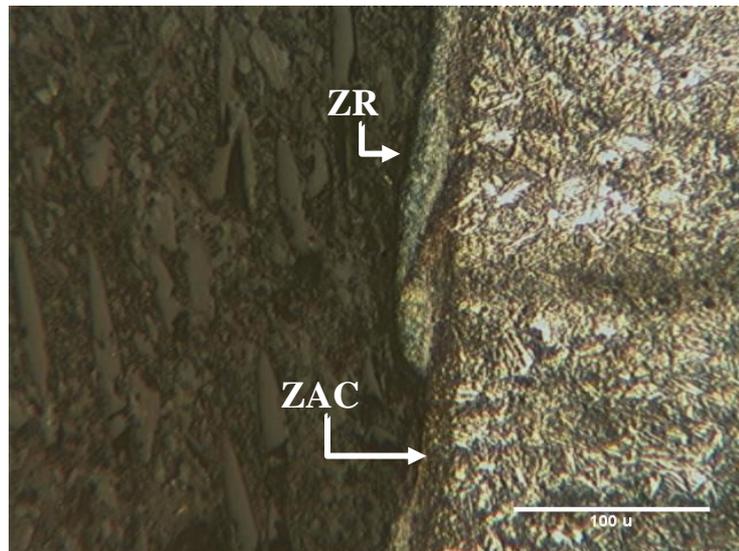
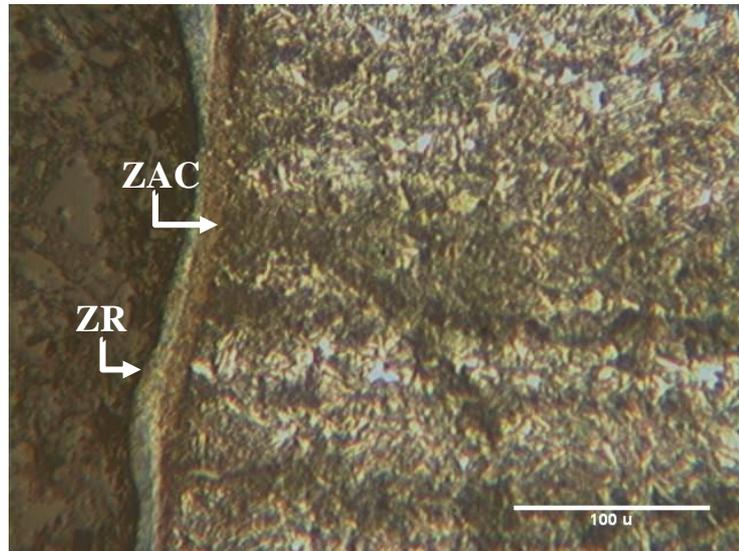
Verifica-se a formação da ZR, característica de peças usinadas por descargas elétricas. A espessura ocorre de maneira descontínua e, em alguns trechos das amostras, se apresenta fina e pouco perceptível. Em todas as imagens é possível observar a heterogeneidade da camada da ZR. Nas imagens que se utiliza eletrodo de grafita é possível observar a ZR se desprendendo do metal base. Em algumas imagens é possível observar a formação de microtrincas e poros, principalmente na zona refundida. Nota-se que a espessura média da ZR é superior a ZAC.

Consta-se em todas as imagens a ZAC, logo abaixo da ZR. Assim como a ZR, a ZAC apresenta distribuição heterogênea. Em algumas amostras a ZAC se apresenta mais bem definida e mais escura, segundo Santos (2013), essa diferença pode estar associada a quantidade de nitrogênio introduzido no material. Não foi observada estrutura martensítica abaixo da ZAC.

Nas imagens 19 e 20 não é possível observar a ZR, a ausência da ZR pode ser atribuída ao corte transversal feito nas amostras após a usinagem EDM ou a perda da ZR durante a preparação metalográfica.

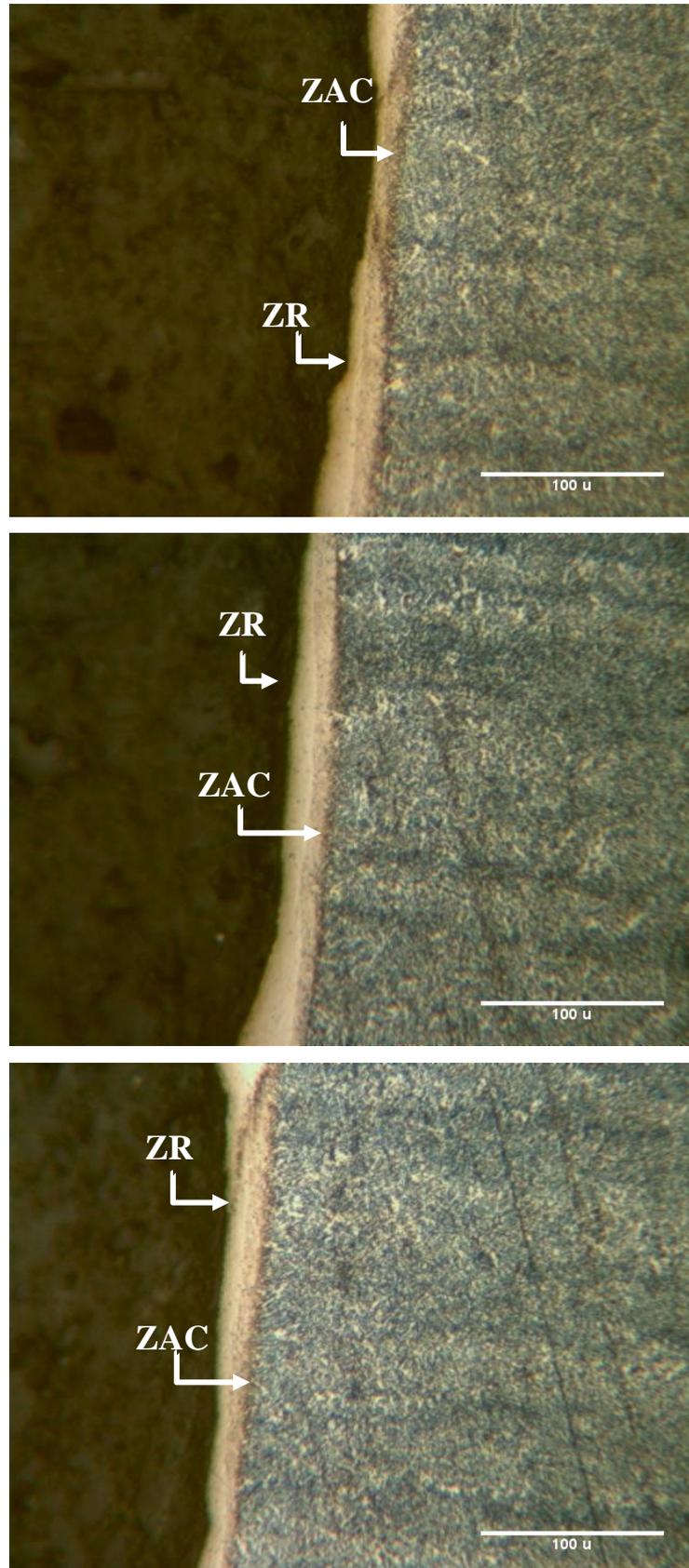
A usinagem com o eletrodo ferramenta de cobre apresentou menor quantidade de microtrincas quando comparado ao eletrodo de grafita. Essa observação foi demonstrada nos estudos de Lima (1997), que concluiu que o número de microtrincas bem como a sua extensão média, é maior quando se usina com eletrodo ferramenta de grafita do que quando se usina com eletrodo ferramenta de cobre.

Figura 16 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 1. Nital 2%



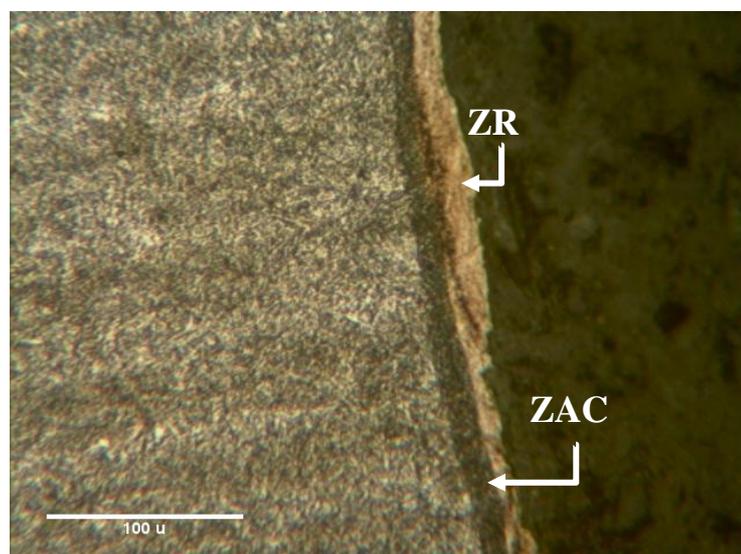
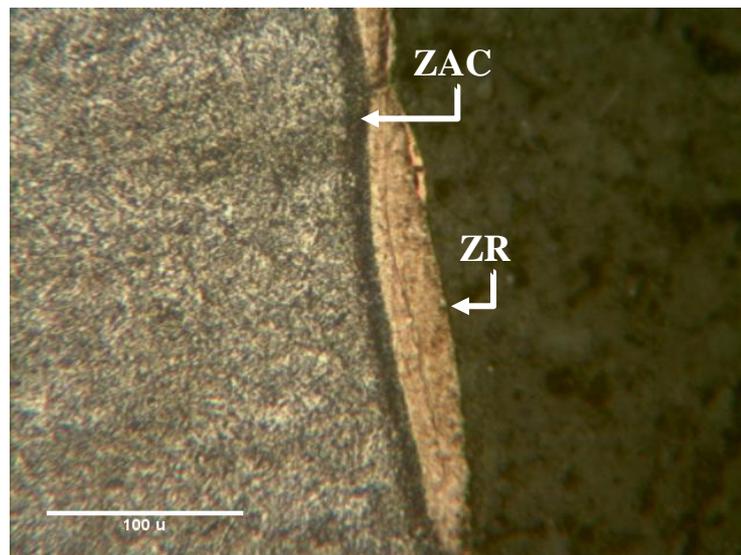
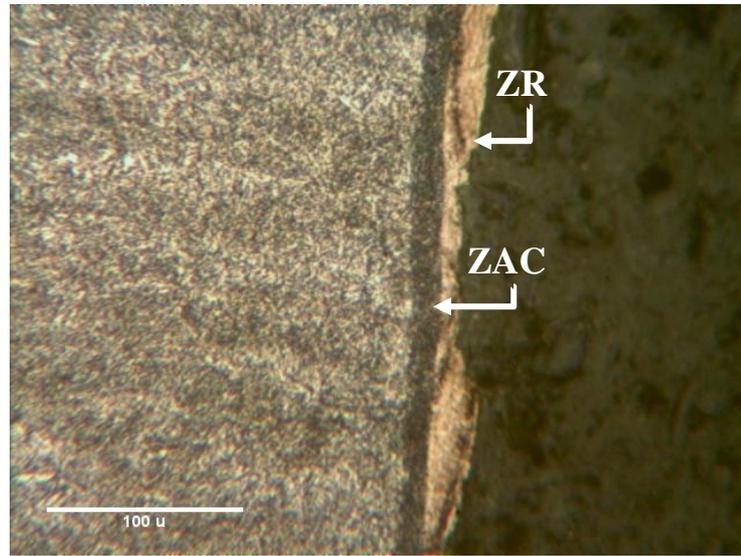
Fonte: Autora.

Figura 17 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 2. Nital 2%



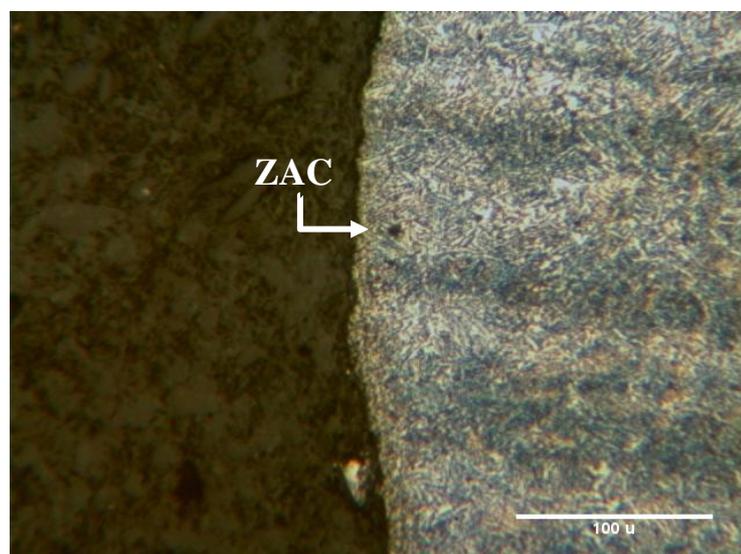
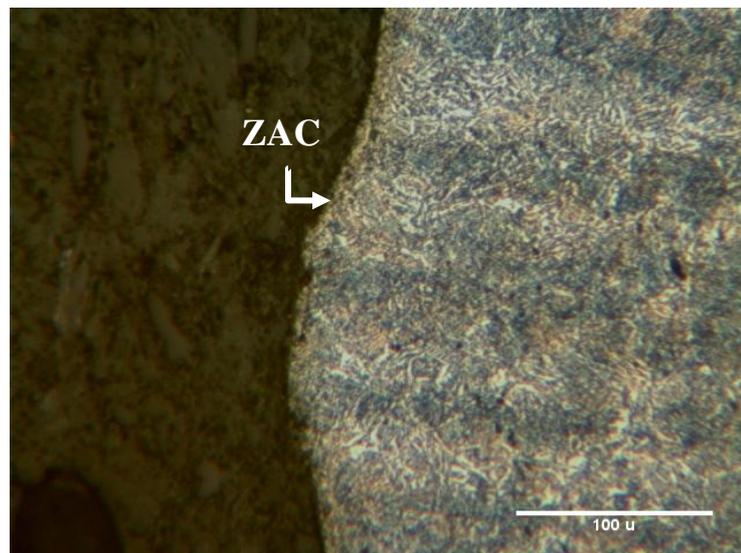
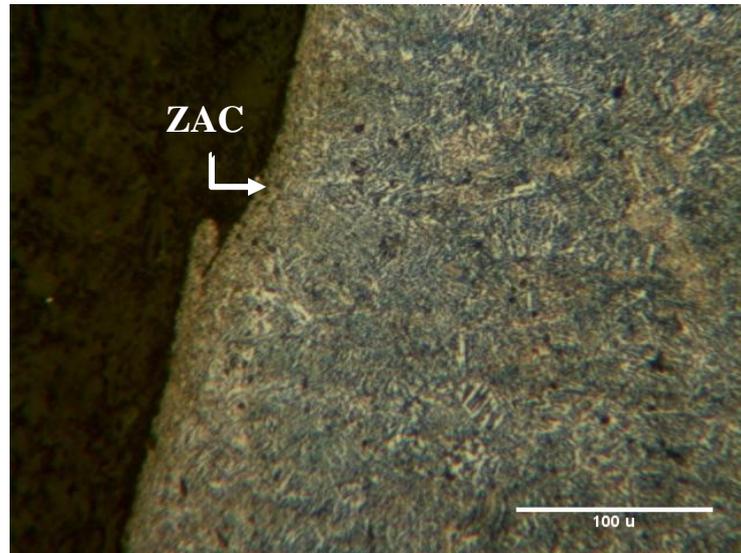
Fonte: Autora.

Figura 18 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 3. Nital 2%



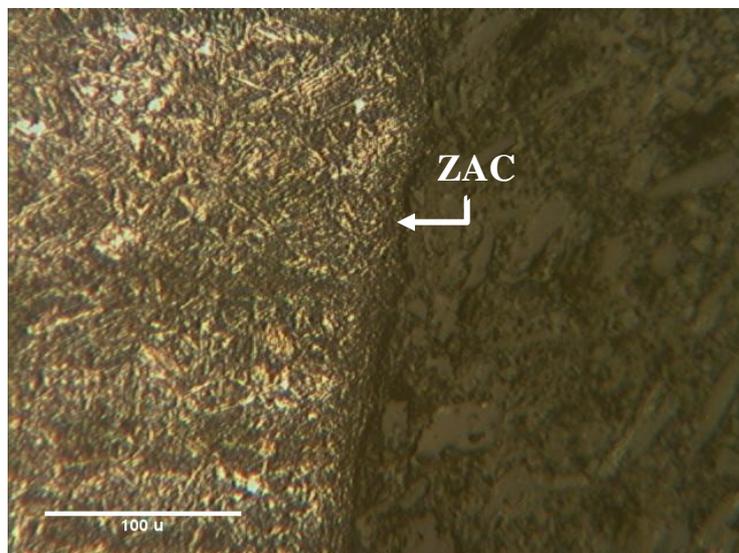
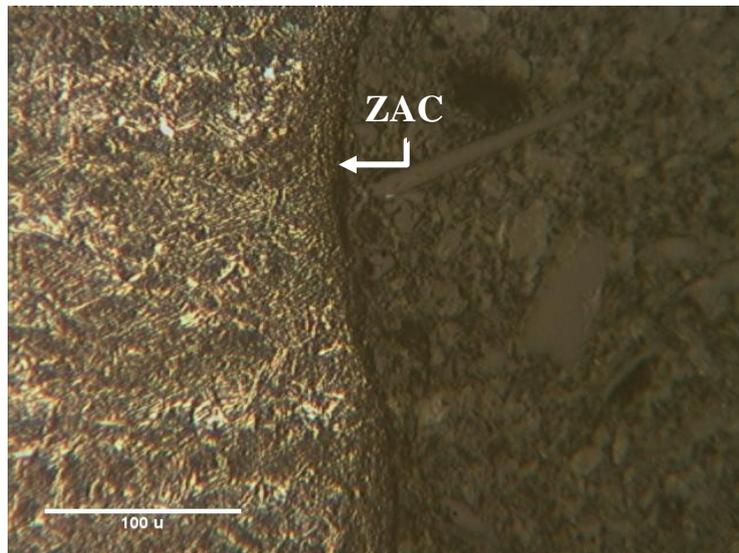
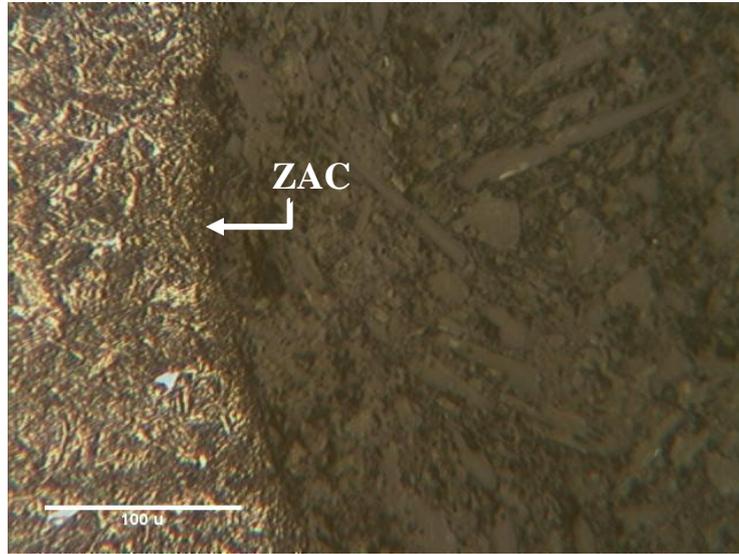
Fonte: Autora.

Figura 19 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de cobre na amostra 4. Nital 2%



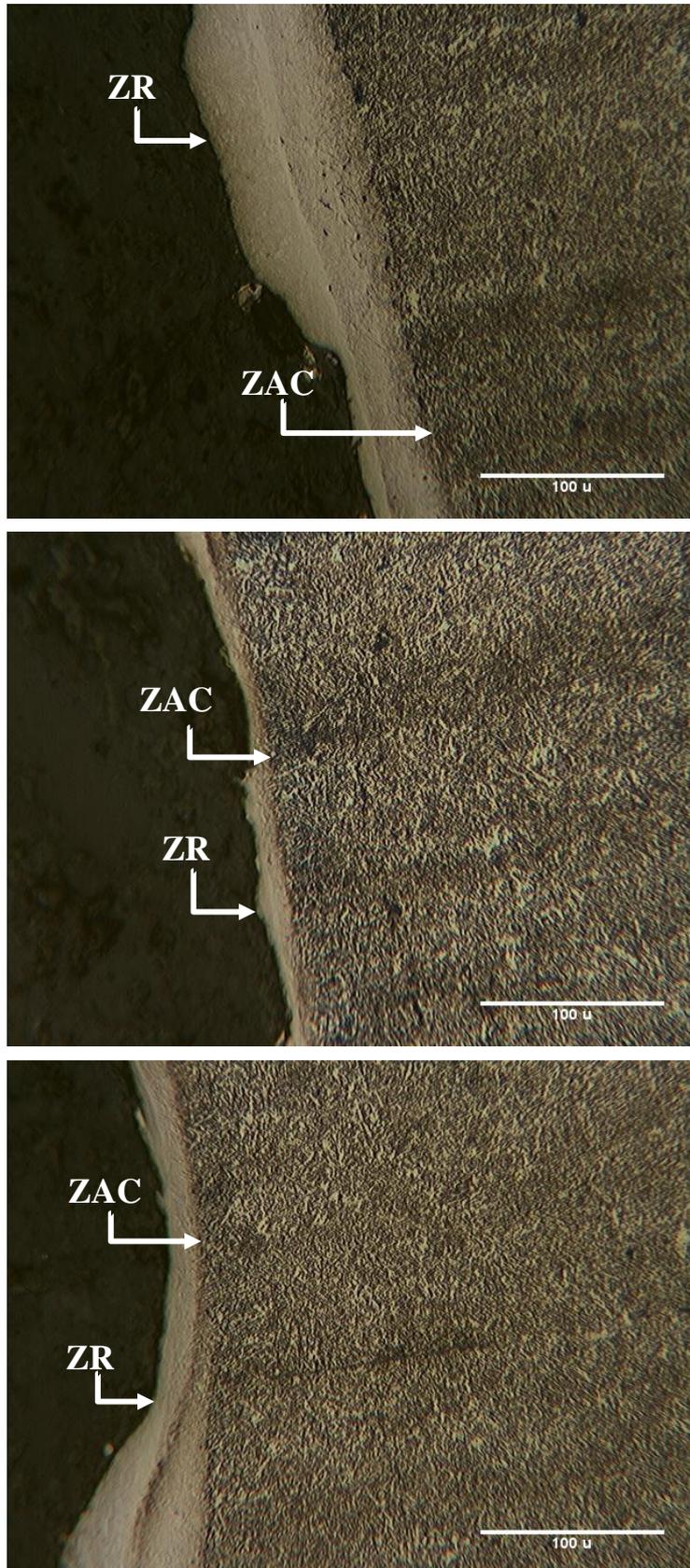
Fonte: Autora.

Figura 20 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 5. Nital 2%



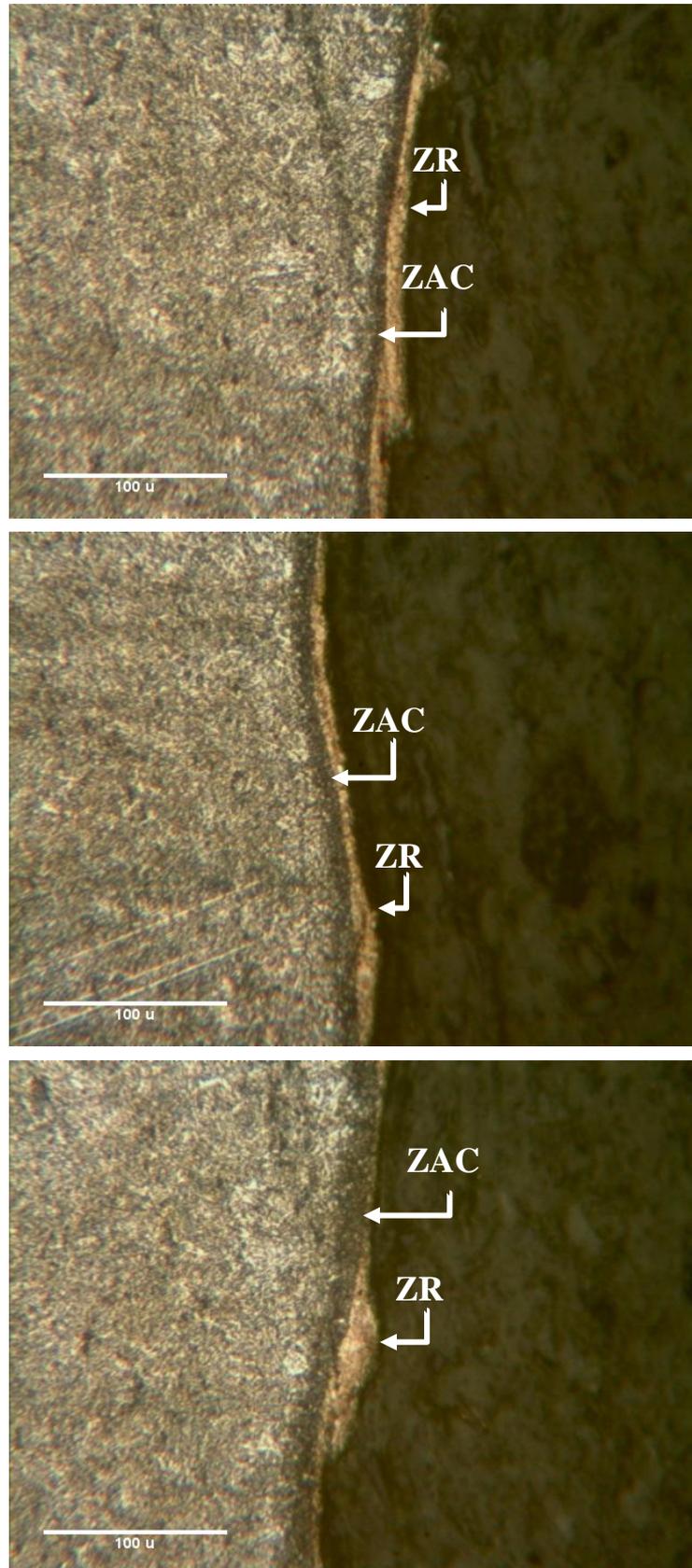
Fonte: Autora.

Figura 21 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 6. Nital 2%



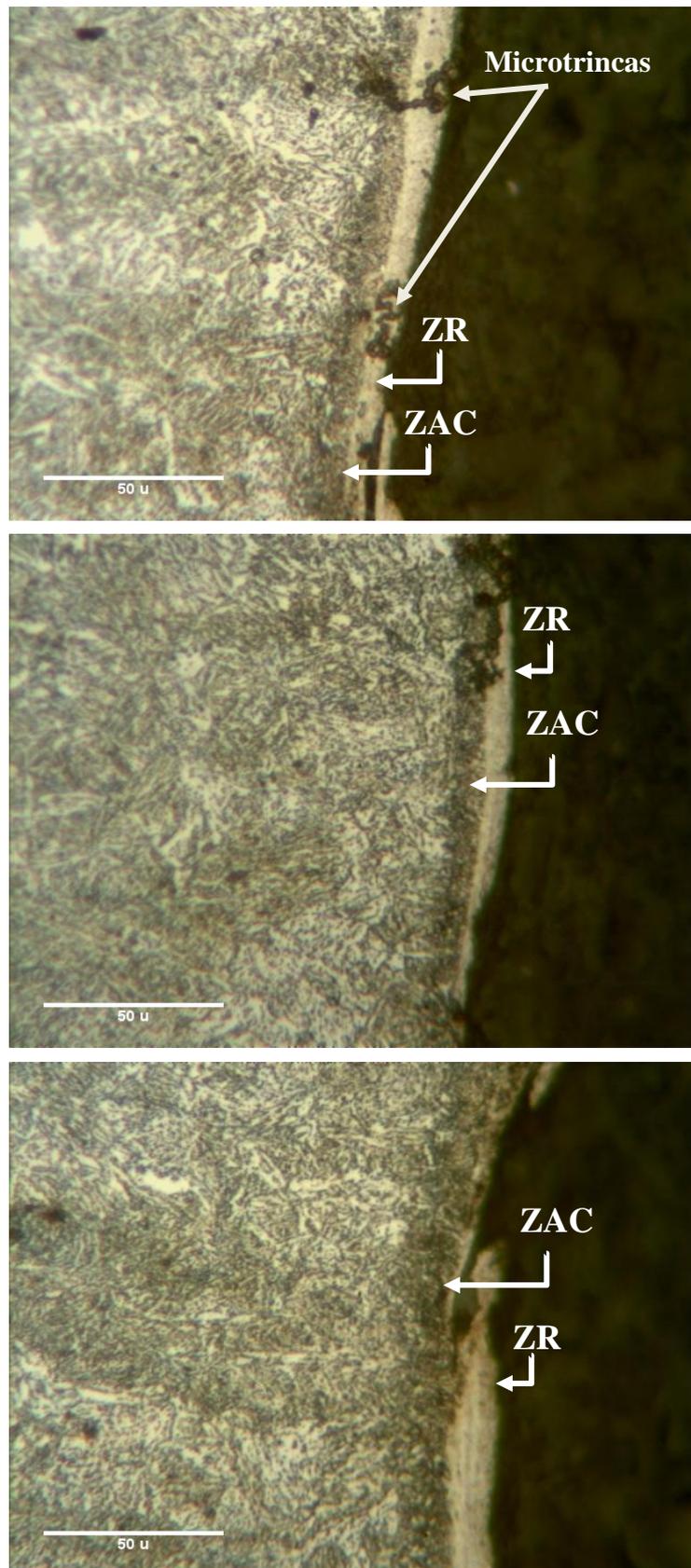
Fonte: Autora.

Figura 22 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 7. Nital 2%



Fonte: Autora.

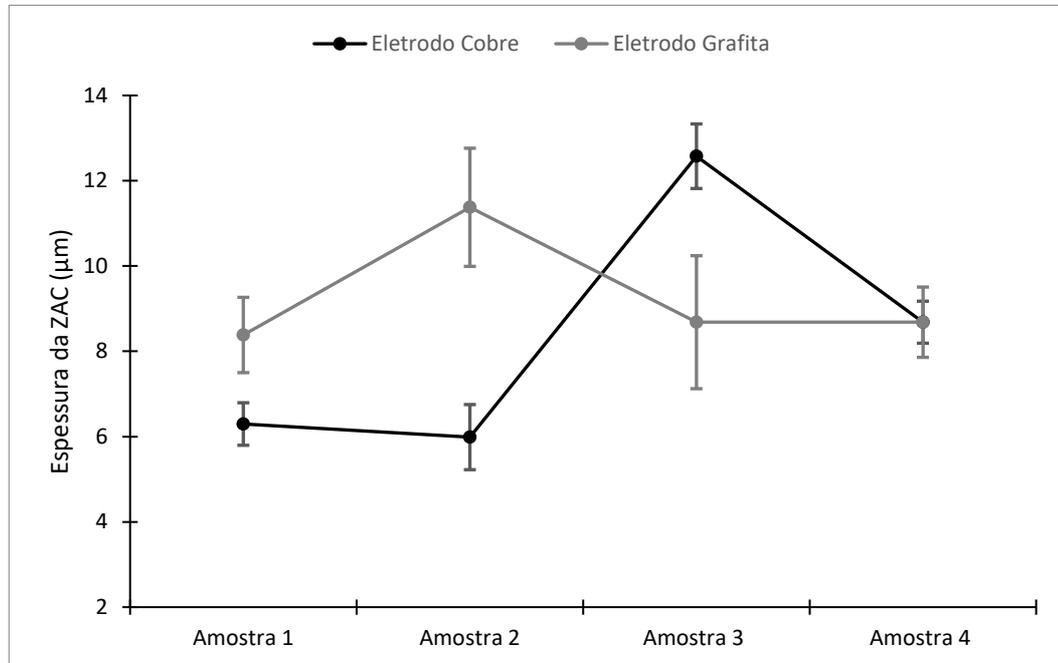
Figura 23 - Formação das camadas ZR e ZAC, observada via microscopia ótica, utilizando eletrodo de grafita na amostra 8. Nital 2%



Fonte: Autora.

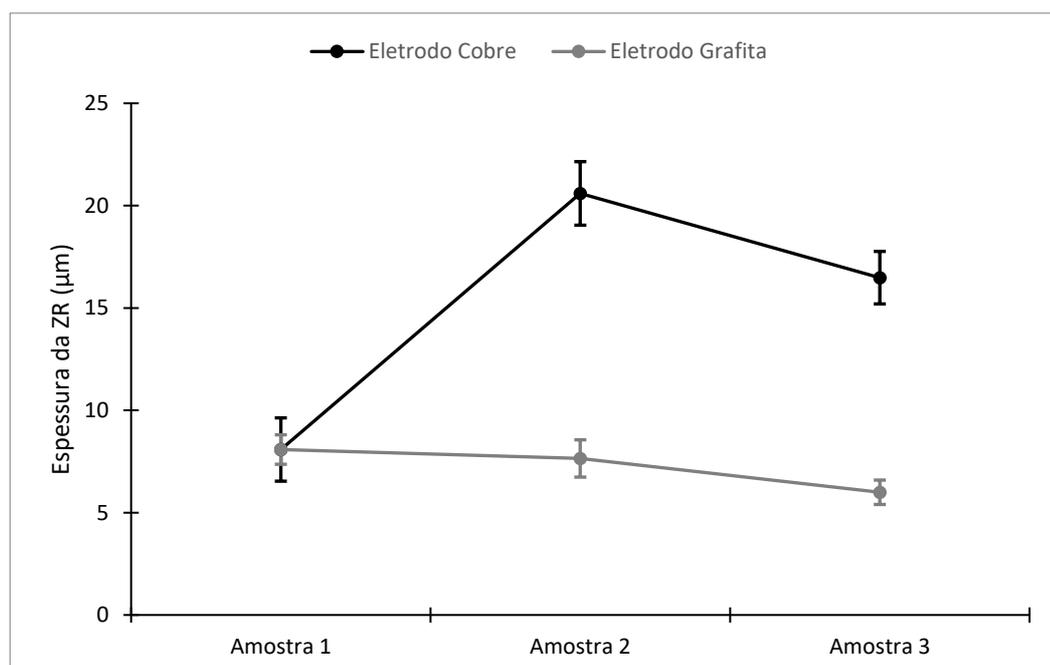
Em relação a medição da espessura das camadas da ZR e da ZAC, os gráficos ilustrados nas figuras 24 a 27 apresentam a média da espessura das camadas e o erro padrão.

Figura 24 - Comparação da espessura da ZAC das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita.



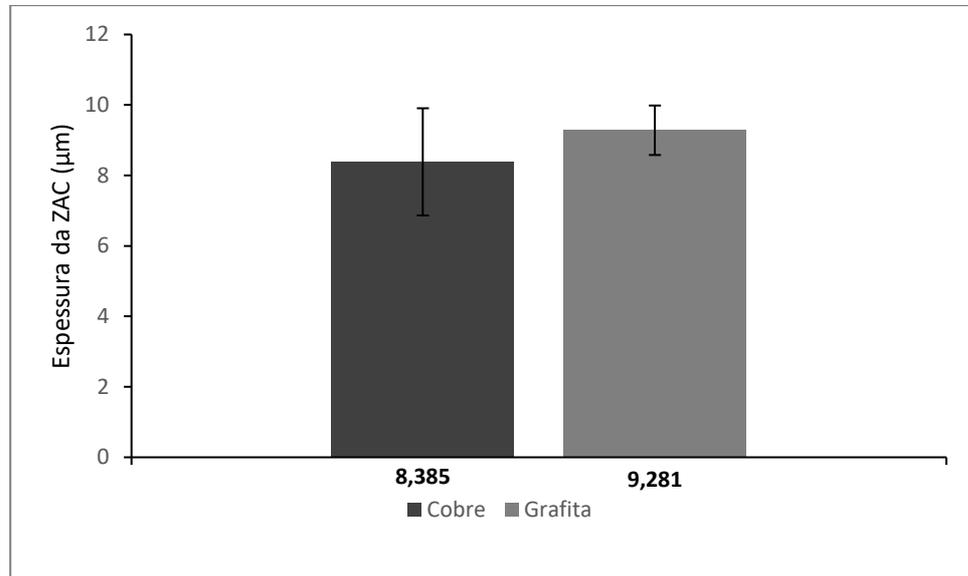
Fonte: Autora.

Figura 25 - Comparação da espessura da ZR das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita.



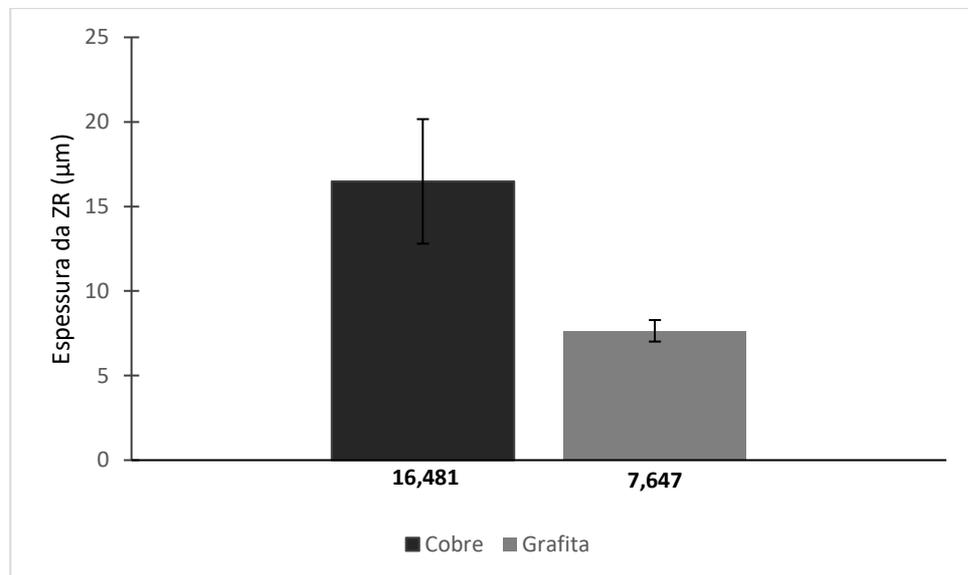
Fonte: Autora.

Figura 26 - Comparação da espessura da ZAC das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita, a partir da média das médias.



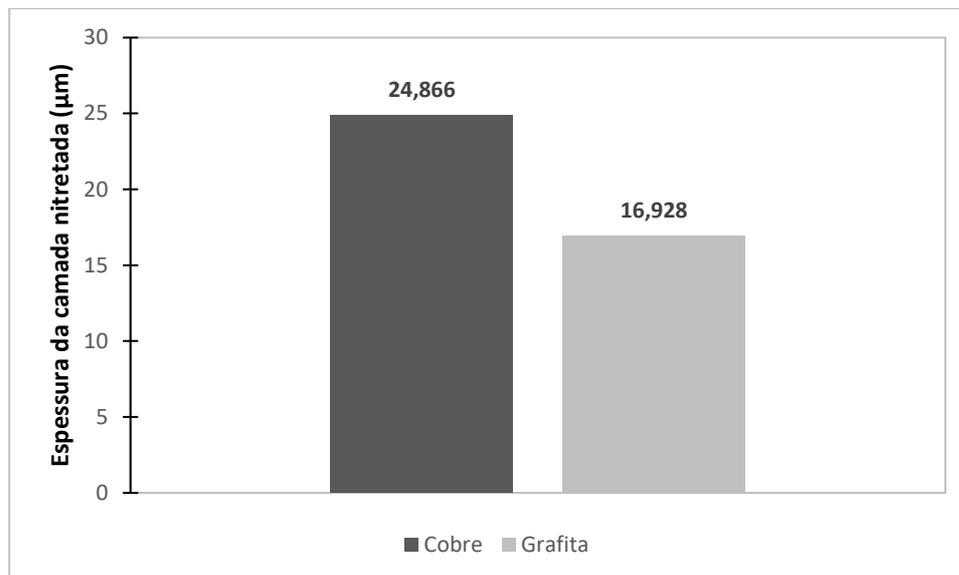
Fonte: Autora.

Figura 27 - Comparação da espessura da ZR das amostras utilizando eletrodo ferramenta de cobre e grafita, a partir da média das médias.



Fonte: Autora.

Figura 28 - Média da camada nitretada das amostras usinadas com eletrodo ferramenta de cobre e de grafita.



Fonte: Autora

Segundo o gráfico da espessura da ZAC, não é possível identificar qual eletrodo ferramenta teve um impacto no tamanho da espessura da camada, já que a média da espessura foi bem variada para ambos os eletrodos. Porém, em relação ao eletrodo ferramenta de grafita houve uma variação maior dos valores de espessura, o que indica uma heterogeneidade mais acentuada em relação ao eletrodo ferramenta de cobre.

Para os eletrodos ferramenta em relação a ZR, o eletrodo de cobre apresenta valores de espessura maiores que o eletrodo de grafita. De forma que o eletrodo de grafita apresentou menor variação dos valores de espessura, indicando uma camada mais uniforme que o eletrodo de cobre.

Os resultados obtidos por Santos (2007), das amostras do aço AISI 4140 usinadas por EDM em fluido dielétrico com água deionizada e ureia, utilizando como eletrodo ferramenta o cobre, demonstraram a heterogeneidade da ZAC e da ZR. A espessura total da ZAC e da ZR variaram entre $20,5 \pm 1,5$ e $22,6 \pm 0,8$. Estes resultados estão condizentes com os resultados encontrados neste trabalho.

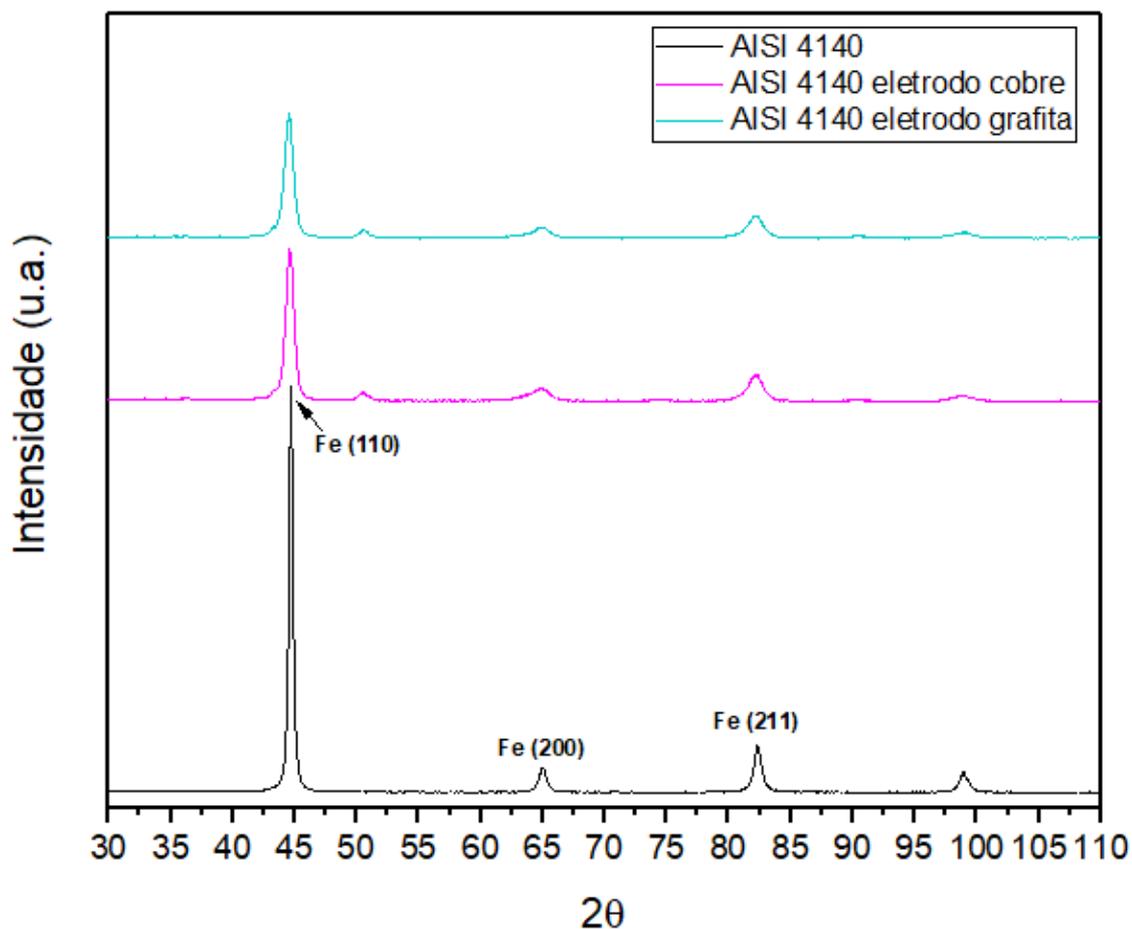
Como observado por Nicesio (2017), para o eletrodo de cobre a espessura da ZR é superior à espessura da ZAC, o que não foi observado para o eletrodo de grafita. Isso se deve a baixa

aderência da ZR no metal de base, principalmente à medida que a espessura da camada aumenta.

Os resultados das médias e desvios padrões (μm) das espessuras da ZAC e zona refundida (ZR) das amostras usinadas por EDM com água deionizada como fluido dielétrico, obtidos por análise micrográfica, com 25 medidas em diferentes regiões de cada uma das quatro amostras estão mostrados no anexo A, B, C e D.

5.2 Difração de Raios X

O difratograma da figura 29 permitiu confirmar a nitretação pelos novos picos formados após o processo de eletroerosão em relação a referência, e identificar as fases majoritárias presentes nas amostras. Conforme a figura 28, a fase predominante foi a Fe- α (cúbica de corpo centrado) com orientação cristalográfica (110). Em todos os difratogramas são encontrados picos cristalinos (110), (200), (211) e (220). Em relação a esses picos cristalinos, nas amostras usinadas os picos apresentam uma base mais alargada e distorcida, o que segundo Santos (2013), pode ser devido à presença do nitrogênio introduzido devido ao processo de EDM em fluido dielétrico de ureia.

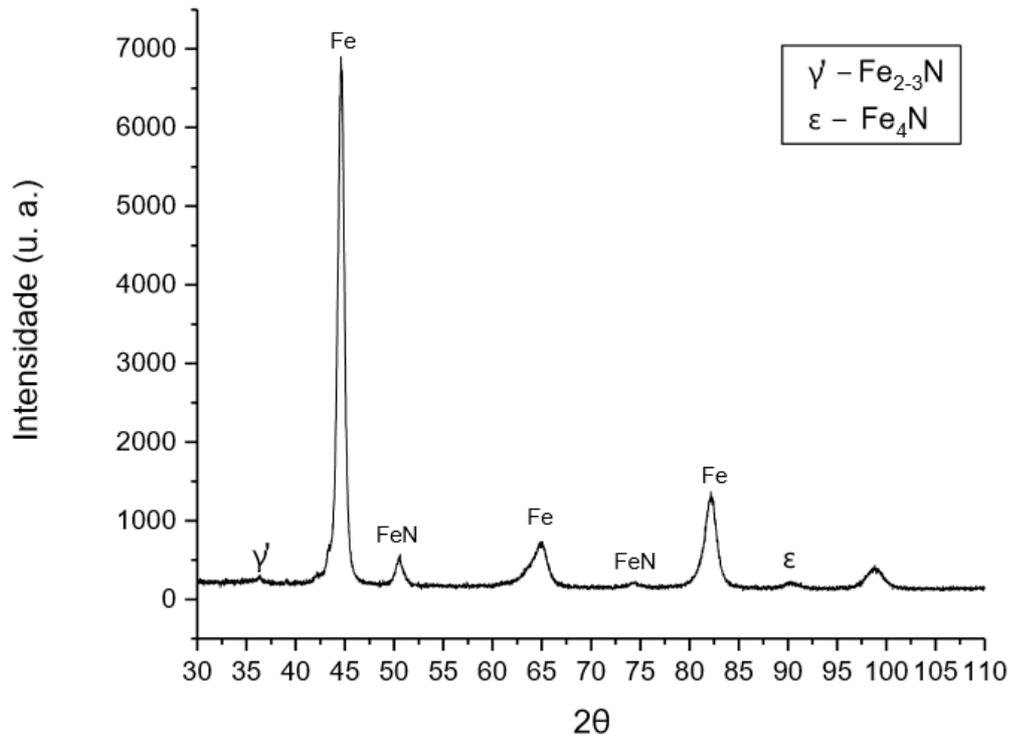
Figura 29 – Identificação das fases majoritárias

Fonte: Elaborado pela autora.

Com o intuito de identificar a presença de possíveis nitretos, os difratogramas foram trabalhados individualmente, porém com escala ampliada. As figuras 30 e 31 apresentam esses difratogramas com a identificação dos nitretos FeN , ϵ e γ' . Segundo Santos (2015), a pequena espessura das camadas nitretadas faz com que o volume difratado seja reduzido de tal forma que eventuais reflexões provenientes das camadas nitretadas sejam fracas.

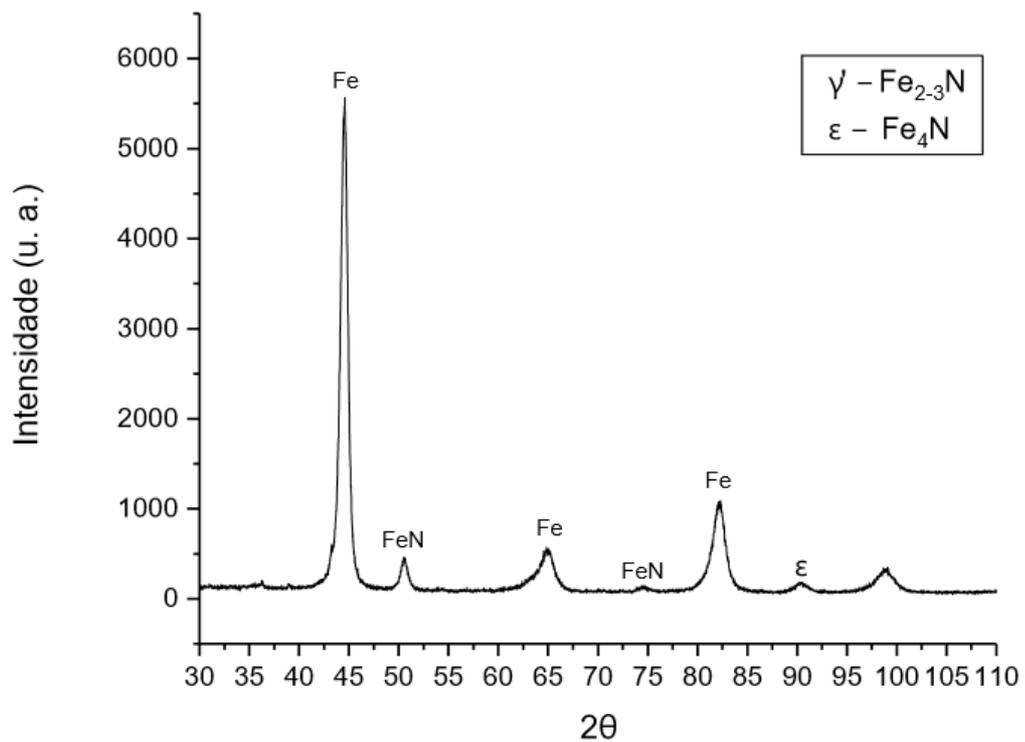
Os picos identificados nos difratogramas são compatíveis com os nitretos apontados por Santos (2013), Mello et al (2010) e Nicesio (2017).

Figura 30 - Espectro de DRX obtido após NDE utilizando eletrodo ferramenta de cobre.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 31 - Espectro de DRX obtido após NDE utilizando eletrodo ferramenta de grafita.



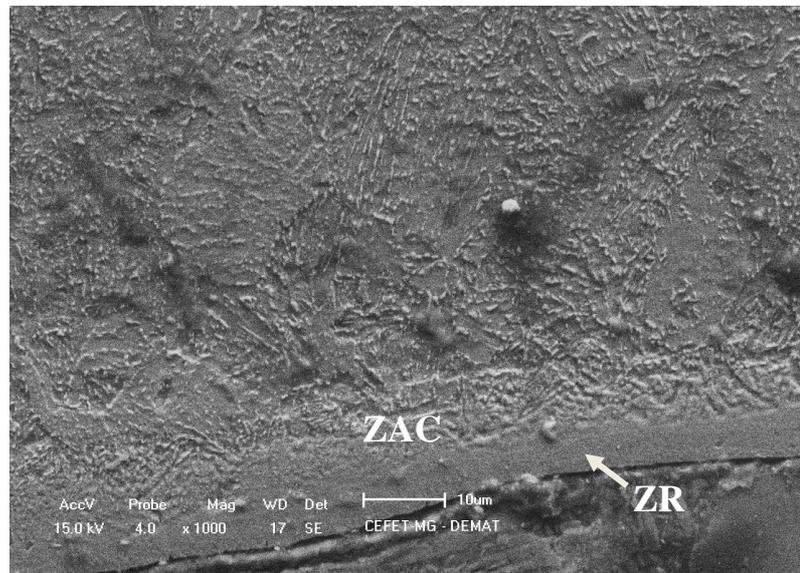
Fonte: Elaborado pela autora.

Segundo Zambon et al (2010) a fase ϵ é desejada para aplicações que requerem resistência ao desgaste e à fadiga sem choque. A fase γ' tem maior tenacidade, porém menor dureza e menor resistência ao desgaste e é aplicada em trabalhos com choque ou cargas severas.

5.3 Microscopia eletrônica de varredura

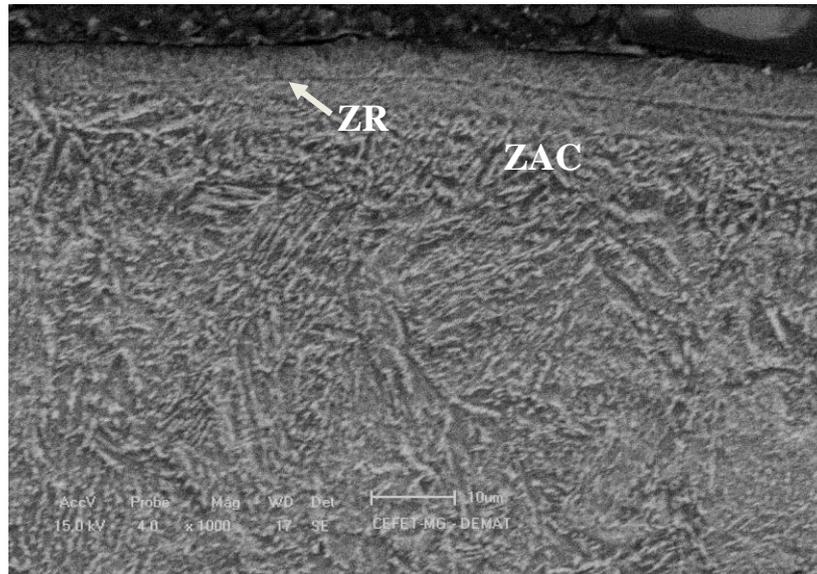
As imagens obtidas após o corte transversal das amostras por microscopia eletrônica de varredura, evidenciaram a formação das camadas ZR e ZAC, conforme ilustrado nas imagens 32 e 33.

Figura 32 – Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de grafita na amostra 8. Nital 2%



Fonte: Elaborado pela autora.

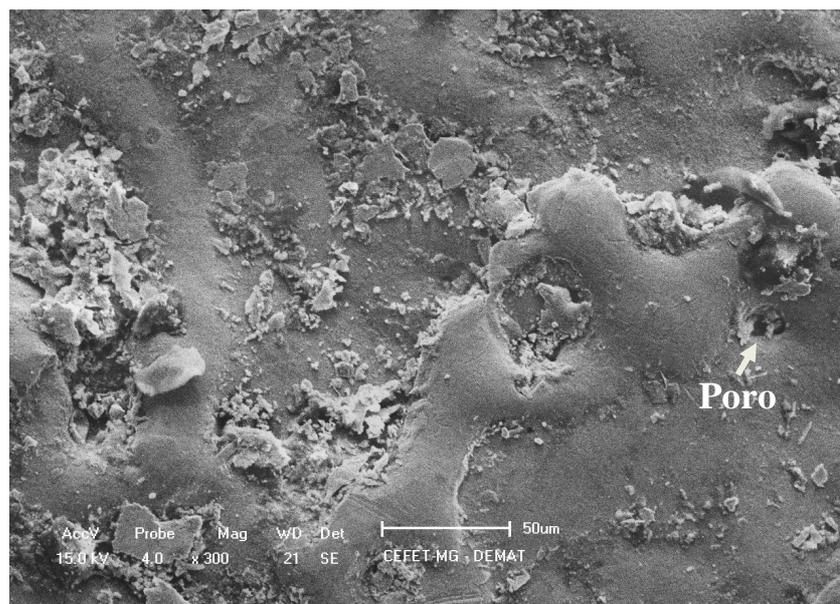
Figura 33 - Formação das camadas ZR e ZAC observada via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de cobre na amostra 4. Nital 2%



Fonte: Elaborado pela autora.

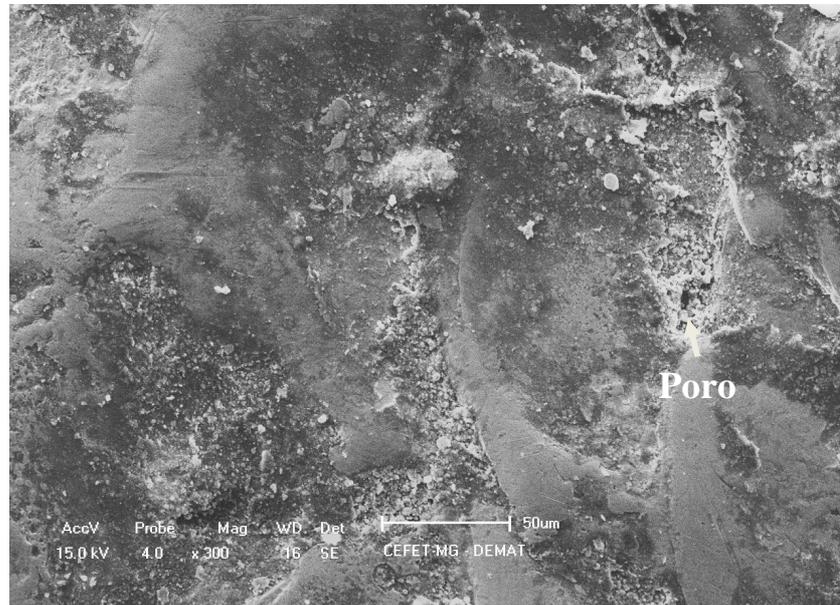
As imagens da superfície das amostras nitretadas utilizando como eletrodo ferramenta cobre e eletrodo ferramenta grafita são mostradas nas figuras 34 e 35. Ambas as imagens apresentam aspecto típico de superfícies usinadas por EDM.

Figura 34 – Imagem da superfície do aço AISI 4140 via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de grafita. Nital 2%



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 35 - Imagem da superfície do aço AISI 4140 via microscopia eletrônica de varredura, utilizando eletrodo de cobre. Nital 2%



Fonte: Elaborado pela autora.

6. CONCLUSÕES

A influência dos eletrodos utilizados no processo de nitretação por descargas elétricas do aço AISI 4140 foi avaliada. Para tanto, foram utilizados eletrodos ferramenta de cobre e grafita.

Através das análises microscópicas, foi possível observar a formação das camadas ZR e ZAC para todas as amostras, independente do eletrodo ferramenta utilizado. No entanto, a espessura da ZR se apresentou superior quando foi utilizada eletrodo ferramenta de cobre. Em relação a ZAC houve uma grande dispersão nos dados, o que impossibilita inferir a existência de uma tendência de comportamento em relação ao eletrodo utilizado. A média da camada nitretada usinada com eletrodo ferramenta de cobre foi de 24,866 μm , e a média da camada usinada com o eletrodo ferramenta de grafita foi de 16,928 μm . A morfologia das superfícies usinadas com os eletrodos ferramenta de cobre e grafita apresentaram aspectos semelhantes, contendo poros e crateras em ambos os casos.

O nitrogênio desprendido das soluções aquosas de ureia se implantou na superfície dos corpos de prova formando nitretos de ferro: FeN, γ' e ϵ . A formação desses nitretos foi constatada por DRX, por meio de seus picos característicos.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABU ZEID, O.A. On the effect of electro-discharge machining parameters on the fatigue life of AISI D6 tool steel, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 68 n.1, p. 27–32, 1997.

ALVES JUNIOR, C. **Nitreção a plasma: Fundamentos e Aplicações**. [s.l.]: Ufrn, 2001.

ASM Handbook, **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing**, ASM International (American Society for Metals), Ohio, USA, 2003.

ASM Handbook, **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**, ASM International (American Society for Metals), Ohio, USA, 1990.

BALLES, A. C. et al. Nitreção a Plasma Como Meio Alternativo ou Complementar à Oxidação Negra na Proteção à Corrosão do Aço de Baixo Teor de Carbono. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 9, n. 4, p.360-369, set. 2004. Disponível em: <<http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10617>>. Acesso em: 14 nov. 2016.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008. 599p.

JAHAN, M. P. *Electrical Discharge Machining (EDM): Types, Technologies and Applications*, Nova Science Publishers Inc. 2014.

KRUTH, J. P.; TONSHOFF, H. K.; KLOCKE, F. Surface and subsurface quality in material removal processes for tool making. *Proc. of ISEM*, v. 12, p. 33-64, 1998.

KUMAR, Sanjeev et al. Surface modification by electrical discharge machining: A review. **Journal Of Materials Processing Technology**, [s.l.], v. 209, n. 8, p.3675-3687, abr. 2009. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.09.032>.

LEE, H. t.; TAI, T. Y.. Relationship between EDM parameters and surface crack formation. **Journal Of Materials Processing Technology**. Taiwan, p. 676-683. maio 2003.

LIM et al. Solidification microstructure of electrodischarge machined surface of tool steels, *Mater Sci Technol*, v. 7, p. 239-248, 1991.

LIMA, F. E. **Rugosidade e integridade superficial do aço-rápido ABNT M2 após usinagem por descargas elétricas.** 1997. 1 v. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.

LIMA, R. M. **Utilização de fluidos dielétricos à base de óleos vegetais na usinagem por descargas elétricas por penetração.** 2008. 105 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2008.

MCGEOUGH, J. A. **Advanced Methods of Machining.** London: Kluwer, 1988. 247 p.

MELLO, J. D. B.; BINDER, C.; BINDER, R.; KLEIN, A. N. Effect of nature of nitride phases on microabrasion of plasma nitrated sintered iron. *Tribology*, n. 4, v. 4, p. 191-196, 2010

MISHRA, D. N.; BHATIA, A.; R., V.. Study on Electro Discharge Machining (Edm). **The International Journal Of Engineering And Science (ijes)**. Dehradun, p. 24-35. fev. 2014.

NICESIO, I. C. **Nitreção por descargas elétricas do aço AISI 4140 utilizando diferentes categorias de ureia.** 2017. 86 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia e Ciência dos Materiais, Cefet-mg, Belo Horizonte, 2017.

PATOWARI, P. K.; SAHA, P.; MISHRA, P. K.. An experimental investigation of surface modification of C-40 steel using W-Cu powder metallurgy sintered compact tools in EDM. **The International Journal Of Advanced Manufacturing Technology**, [s.l.], v. 80, n. 1-4, p.343-360, 24 mar. 2015. Springer Nature. <http://dx.doi.org/10.1007/s00170-015-7004-7>.

PYE, D. **Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing.** Ohio: Asm International, 2003.

RASLAN, A. A. **Implantação iônica em meio aquoso por EDM: resistência ao desgaste de aço AISI 4140.** Salvador-BA, 2015

SANTOS, R. F. **Nitretação por EDM do aço AISI 4140**. 2013. 109 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013.

SANTOS, C. E. **Influência da corrente elétrica no processo de nitretação por descargas elétricas do aço AISI H13**. 2015. 97f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte.

SILVA JÚNIOR, Herbert Eustáquio da. **Avaliação da resistência à fadiga da camada nitretada pelo processo de eletroerosão no aço aisi 4140**. 2016. 55 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.

VILLARES METALS. Catálogo Técnico: Composição Química de Aços Villares. 2004 **Catálogo online:** catálogo de produtos. Disponível em:<<http://www.villaresmetals.com.br/pt/villares/Downloads>>. Acesso em: 02 set. 2017.

YAN, B. H.; TSAI, H. C.; HUANG, F. Y. The Effect in EDM of a Urea Solution in Water on Modifying the Surface of Titanium. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. N. 45, p. 194-200. 2005.

ZAMBON, M. F.; CASTELETTI, L. C.; FERNANDES, F. A. P.; NASCENTE, P. A. P. Influência da temperatura na nitretação iônica dos aços DIN16MnCr5, AISI-420 e SAE-4140. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v.29, n.2, p. 77-80, 2010.

ZAGONEL, L. F., Tratamentos de Superfície de uma Liga Ferrosa por Íons de Nitrogênio. Tese de Doutorado – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2006.

ANEXO A

Tabela contendo as medições da ZAC nas amostras usinadas com eletrodo de grafita. Foram feitas 25 medições nas imagens obtidas por microscopia óptica no programa de imagem ImageJ.

Amostra 6	Amostra 7	Amostra 8	Amostra 9
4,192	8,084	6,587	10,778
3,293	5,988	5,389	11,677
2,695	6,587	6,287	8,084
8,683	7,186	7,784	10,18
4,192	11,377	5,988	11,377
21,257	17,964	14,072	6,287
8,383	23,054	8,383	8,084
15,269	25,451	11,976	6,287
13,473	25,451	9,581	5,988
5,09	17,365	10,778	5,389
13,473	5,988	8,683	5,09
9,88	8,383	35,03	9,88
14,371	8,982	28,443	6,287
6,893	8,383	24,253	6,587
5,099	7,192	23,054	9,581
5,689	25,15	16,766	16,168
6,886	17,368	6,886	14,671
7,784	17,665	6,295	9,286
8,383	25,75	7,192	8,383
11,68	9,885	7,186	11,078
10,483	10,778	10,479	20,659
13,476	11,381	6,287	19,76
11,677	12,275	7,192	8,383
8,683	6,886	10,184	8,683
7,79	11,381	10,18	8,084

	Amostra 6	Amostra 7	Amostra 8	Amostra 9
Média	8,383	11,377	8,683	8,683
Desvio Padrão	4,4159916	6,9264768	7,7988405	4,122903
Tamanho	25	25	25	25
Erro Padrão	0,8831983	1,38529536	1,5597681	0,8245806

ANEXO B

Tabela contendo as medições da ZAC nas amostras usinadas com eletrodo de cobre. Foram feitas 25 medições nas imagens obtidas por microscopia óptica no programa de imagem ImageJ.

Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
10,18	2,096	10,778	8,683
11,078	3,593	8,089	9,88
6,886	1,796	8,688	8,982
6,893	1,198	9,581	5,689
5,988	1,198	10,783	4,192
7,485	2,994	14,671	8,683
8,089	4,79	12,575	4,192
9,88	2,096	11,381	12,275
6,893	5,988	10,783	12,575
7,485	2,695	10,184	10,18
6,587	6,886	10,479	6,287
3,307	7,485	9,286	8,982
6,295	10,184	11,078	10,479
5,696	14,371	13,177	10,18
2,994	8,089	19,162	8,383
8,987	11,082	22,156	7,491
2,395	6,594	20,661	10,483
4,491	3,892	11,078	9,885
3,593	12,275	14,371	9,586
4,192	2,695	17,368	9,88
3,892	5,389	17,665	8,683
2,395	6,287	15,269	5,398
6,295	6,893	15,269	7,79
8,688	8,084	14,374	5,988
3,593	12,874	13,772	3,293

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
Média	6,295	5,988	12,575	8,683
Desvio Padrão	2,4946459	3,81936999	3,78537873	2,46265164
Tamanho	25	25	25	25
Erro Padrão	0,4989292	0,763874	0,75707575	0,49253033

ANEXO C

Tabela contendo as medições da ZR nas amostras usinadas com eletrodo de cobre. Foram feitas 25 medições nas imagens obtidas por microscopia óptica no programa de imagem ImageJ.

Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
16,168	17,059	13,529
23,054	17,059	17,059
26,048	27,653	10
24,551	23,647	9,412
20,958	27,084	22,941
18,263	16,481	16,481
16,467	17,069	10,588
5,689	21,773	17,647
14,671	20,664	18,235
1,796	37,101	27,647
8,383	0	30
8,084	20,009	29,412
4,79	25,889	25,882
6,886	30,594	21,765
10,184	8,824	11,176
10,18	20	17,059
12,578	25,294	14,718
4,192	24,713	14,706
3,293	20	14,118
4,491	34,123	20,597
2,096	25,889	7,059
2,994	20,597	10
3,892	18,824	11,176
3,593	12,367	15,294
1,497	17,069	18,235

	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3
Média	8,084	20,597	16,481
Desvio Padrão	7,734679378	7,76118115	6,4131215
Tamanho	25	25	25
Erro	1,546935876	1,55223623	1,2826243

ANEXO D

Tabela contendo as medições da ZR nas amostras usinadas com eletrodo de grafita. Foram feitas 25 medições nas imagens obtidas por microscopia óptica no programa de imagem ImageJ.

Amostra 5	Amostra 6	Amostra 7
12,275	10,605	5,398
13,776	6,471	7,485
8,084	11,765	6,287
7,491	9,43	3,892
6,587	15,294	3,605
8,084	14,13	9,586
7,485	4,118	9,281
7,192	4,118	8,383
8,383	21,176	5,988
6,587	18,833	10,18
8,383	5,882	5,389
6,893	6,471	7,79
14,97	7,647	5,996
8,084	5,882	6,295
6,594	4,706	2,395
4,192	4,706	6,587
3,293	8,256	5,988
7,192	5,912	2,695
14,374	7,059	3,892
8,987	7,647	5,09
8,688	7,059	13,772
9,286	8,843	11,68
19,461	12,941	11,082
7,784	12,353	2,695
5,689	12,941	4,79

	Amostra 5	Amostra 6	Amostra 7
Média	8,084	7,647	5,996
Desvio Padrão	3,59966848	4,556394225	2,980217172
Tamanho	25	25	25
Erro	0,7199337	0,911278845	0,596043434