

NITRETAÇÃO POR DESCARGAS ELÉTRICAS DA LIGA DE ALUMÍNIO SILÍCIO

Eduardo A. O. Santos, eduardo.eaos@gmail.com¹

Ernane R. Silva, ernanerodrigues@gmail.com¹

Claudinei A. Nascimento, claudinei@cefetmg.br¹

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET MG, Av. Amazonas, 5.253, Bairro Nova Suíça, Belo Horizonte/MG, CEP: 30.421-169

Resumo: O alumínio e suas ligas apresentam vasta aplicação em diversos setores industriais, como automobilístico, aviação, médico e outros. Tamaña gama de aplicação ocorre devido à sua baixa densidade e fácil processabilidade, porém apresentam baixa dureza superficial e pouca resistência ao desgaste. O objetivo deste estudo é avaliar a viabilidade e eficiência de tratamento de superfície para elevar a dureza superficial e resistência ao desgaste da liga hipoeutética de alumínio silício fundido sob pressão. Para realizar esse melhoramento superficial foi utilizado usinagem por descargas elétricas visando a nitretação dos corpos de prova cilíndricos, alterando o eletrodo ferramenta e avaliando as diferentes propriedades resultantes. Os testes foram realizados utilizando uma máquina de EDM por penetração convencional e ureia dissolvida em água deionizada como fluido dielétrico. Para medir os diferentes aspectos foram realizados ensaios de microdureza Vickers, difração de raios-X, microscopia ótica e avaliação do desempenho no processo pela variação de massa dos eletrodos envolvidos. Os resultados mostraram que houve alteração superficial das amostras de alumínio, indicando a ocorrência da nitretação. A camada nitretada apresentou uma dureza superficial pelo menos 93% superior ao metal base antes do procedimento, justificando assim a realização do processo quando o material for submetido à condições adversas.

Palavras-chave: Liga de alumínio hipoeutética; nitretação por descargas elétricas; camada nitretada

1. INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio são usadas em uma grande variedade de produtos e processos industriais. O baixo ponto de fusão, facilidade na usinagem e a possibilidade de reciclagem são atrativos do alumínio. Devido ao seu baixo peso específico é muito aplicado para reduzir a massa final do produto. Apesar de tantas vantagens, a baixa dureza superficial e resistência ao desgaste limitam seu campo de aplicação (JAHAN et al., 2015).

O tratamento de superfície modifica as propriedades mecânicas superficiais ampliando a variedade de funções, dentre as possibilidades está a nitretação. A difusão de átomos nas camadas superficiais da liga de alumínio forma o Nitreto de Alumínio (AlN). O nitreto metálico apresenta alta condutividade térmica, boa resistência à corrosão, alta resistividade elétrica, elevada dureza (HV1400) e resistência ao desgaste melhorando significativamente as propriedades superficiais (GREDELJ et al., 2002).

A nitretação é um tratamento de superfície que tem como principal objetivo o endurecimento do metal base. Uma das maneiras que acontece o aumento na dureza superficial é por difusão do átomo de nitrogênio na rede cristalina de ligas ferrosas, por difusão intersticial ou por lacunas. Dessa forma não há transformação de fases nem precipitação de nitretos. (SANTOS, 2013). Em ligas não ferrosas, como as ligas de alumínio, a nitretação ocorre pela formação do Nitreto de Alumínio em suas camadas mais superficiais, diferentemente das ligas ferrosas (CHEN, STOCK, MAYR, 1994).

O nitreto de alumínio é formado na superfície do metal por difusão dos átomos de alumínio até os átomos de nitrogênio. Os átomos de Al se originam das camadas do interior do substrato, inferiores à camada de nitreto que se forma. Já o nitrogênio tem como origem uma fonte externa, que varia de acordo com o mecanismo de nitretação. A nitretação do alumínio se encerra quando finda alimentação de nitrogênio do mecanismo externo ou quando não é mais possível haver difusão dos átomos de alumínio nas subcamadas, devido ao seu gradiente de concentração. Cada uma dessas maneiras originam camadas nitretadas diferentes. Quando o limitador é o nitrogênio forma-se uma camada mais fina e homogênea, e quando o limitador é o alumínio forma-se uma camada mais espessa, porém heterogênea (MÖLLER et al., 2001).

Existem algumas formas de realizar a nitretação em diferentes substratos metálicos. A nitretação líquida, nitretação a gás e a nitretação a plasma mostram-se eficientes para aços ferramentas padrões (MÖLLER et al., 2001). Alguns estudos tem sido promissores no uso de técnicas específicas de nitretação à plasma em alumínio, com resultados que

mostram a formação de uma bicamada de 15µm com elevado aumento da dureza (HV1400) (EBISAWA & SAIKUDO, 1996).

Outra forma de realizar a nitretação de ligas de alumínio é por EDM (Electric Discharge Machining). O processo de EDM é uma tecnologia promissora que pode ser utilizada em qualquer material condutor de eletricidade. Trata-se de uma usinagem não convencional que utiliza sucessivas descargas elétricas que ocorrem entre eletrodo e o metal banhado em um líquido dielétrico (JAHAN et al., 2015). No experimento de Yan et al (2005) foi utilizado uma solução de ureia e água destilada como líquido dielétrico que favoreceu a decomposição do Nitrogênio e sua migração para a superfície da liga metálica e ocorreu a nitretação do metal em questão, o Titânio.

Este trabalho tem como objetivo avaliar a viabilidade da nitretação da liga de alumínio silício hipoeutética fundida sob pressão através da usinagem por descargas elétricas utilizando a ureia dissolvida em água deionizada como fonte de nitrogênio. Além de avaliar a formação da camada nitretada via microscopia ótica e mensurar a alteração no valor de microdureza Vickers, analisar o desempenho da nitretação e os nitretos formados.

2. METODOLOGIA

O procedimento proposto visava à modificação da superfície das amostras da liga de alumínio silício através da inserção de nitretos, ao realizar a usinagem por descargas elétricas.

2.1. Materiais e eletrodos peça e ferramenta

O material utilizado como eletrodo peça foi a liga hipoeutética de alumínio silício fundida sob pressão, com o intuito de verificar a ocorrência de nitretação nesse tipo de material. A descrição detalhada da composição química está presente na Tab. 1. Foram usadas seis amostras circulares para verificar a ocorrência de nitretação.

Tabela 1. Composição química (% em peso) da liga hipoeutética de alumínio, a mesma usada por MARTINS (2016) .

Elemento	Al	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn	Ni	Pb	Sn
% em peso	86,8	7,76	3,11	0,74	0,36	0,4	0,56	0,03	0,05	0,02

Os eletrodos ferramentas utilizados no experimento foram de cobre eletrolítico e grafita, três de cada em formato circular. Os eletrodos de grafita foram secados previamente no forno mufla por três horas a 400°C.

Os seis eletrodos foram separados em dois grupos, incluindo em cada grupo uma amostra segmentada ao meio para facilitar posterior análise metalográfica. Cada grupo utilizou um tipo de eletrodo ferramenta.

2.2. Fluidos dielétricos

Para a preparação do fluido dielétrico, utilizou-se água deionizada, utilizando água potável comum em um deionizador a base de resina. Um quilograma de ureia farmacológica foi dissolvido em 30 litros do solvente, resultando em uma concentração de 33,3 g/L.

2.3. Equipamento de usinagem por descargas elétricas

O equipamento utilizado foi uma máquina “Eletroplus EDM-540” da Sevspark. Ela possui um cabeçote de encaixe para o eletrodo ferramenta com movimentação vertical (eixo z). O equipamento opera em ciclos, em que o suporte do eletrodo ferramenta movimenta-se para baixo e se aproxima do eletrodo ferramenta a uma distância suficiente para que ocorra uma descarga elétrica entre eletrodos peça e ferramenta. Após um tempo pré-determinado, as peças voltam a se afastar e se reinicia o ciclo. Toda a operação e controle das variáveis são feitas pelo painel de controle da máquina.

Utilizou-se uma cuba adaptada para a realização do experimento com um suporte de encaixe para o eletrodo peça. O objetivo de utilizar essa cuba adaptada é evitar a contaminação pelo óleo mineral, que se utiliza para outros procedimentos de eletroerosão. A figura 1 ilustra o posicionamento do eletrodo ferramenta sobre o eletrodo peça. Além disso, é possível perceber o fácil manuseio do caçote porta amostras.

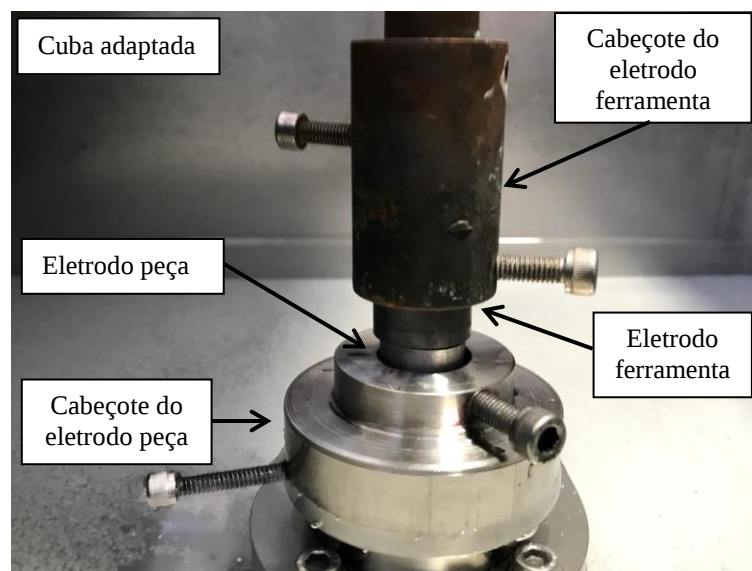


Figura 1. Máquina de EDM detalhada. Foto do autor.

Usou-se uma bomba auxiliar durante todo o processo de usinagem por descargas. O fluxo de fluido dielétrico foi direcionado à região entre os eletrodos, com o objetivo de evitar a deposição de resíduos oriundos do processo na superfície do eletrodo peça. Uma vez que os particulados gerados podem agir como isolantes na passagem de corrente entre os eletrodos e impedir que a nitretação ocorra.

Os parâmetros utilizados no procedimento estão evidenciados abaixo na Tab. 2:

Tabela 2. Parâmetros utilizados na EDM, elaborada pelo autor.

Parâmetros	
Polaridade do eletrodo ferramenta	Positiva
Tensão (V)	60
Corrente (A)	40
Tempo de pulso (T_{on}) (μs)	100
Tempo de pausa (T_{off})* (μs)	1,5
Fenda (gap)*	1
Tempo de erosão*	5
Afastamento periódico do eletrodo ferramenta*	3
Velocidade do Servo*	5
Tempo de duração de cada teste (minutos)	5

*Parâmetros ajustados no painel da máquina

2.4. Análises realizadas

Para realizar a análise das amostras após os procedimentos, foram realizadas a micrografia óptica, difração de raios-x, microdureza Vickers e calculado o desempenho da usinagem pela variação de massa.

As amostras foram observadas em microscópio óptico para avaliar a espessura da camada nitretada após o processo de eletrodeposição por descargas elétricas. Diferentes ampliações foram realizadas com o intuito de melhor avaliar a eficiência do processo.

A difração de raios x (DRX) foi utilizada para verificar a ocorrência de nitretos nas amostras. Através dos difratogramas obtidos, uma análise foi realizada para avaliação dos tipos de nitretos formados nas amostras após o experimento.

A microdureza Vickers utiliza o penetrador piramidal sob a ação de uma força de 10N em um período de 20 segundos. Foram efetuadas três medições por superfície e obtido o valor médio e desvio padrão. A imagem da superfície foi capturada por meio de câmera acoplada ao equipamento.

Para avaliar o desempenho da usinagem foram utilizadas três análises: taxa de remoção de material, taxa de desgaste e o desgaste volumétrico relativo. Todas três análises usam a diferença da massa dos eletrodos, que foram pesados em uma balança de precisão de 10^{-3} g antes e depois da usinagem.

A taxa de remoção de material (TRM) evidencia o volume removido do eletrodo peça em um determinado tempo de usinagem. Essa taxa é expressa em mm^3/min e é obtida pela Eq. (1).

$$\text{TRM} = \frac{(m_i - m_f)}{(0,002725) \cdot t} \quad (1)$$

Em que: m_i é a massa antes da usinagem e m_f é a massa após o EDM, dadas em grama. O t é o tempo em minutos do procedimento, que teve duração de 5 minutos, e $0,002725 \text{ g/mm}^3$ corresponde ao peso específico do alumínio.

A taxa de desgaste (TD) evidencia o volume perdido do eletrodo ferramenta durante a usinagem. Essa taxa é expressa em mm^3/min e dada pela Eq. (2).

$$\text{TD} = \frac{(m_i - m_f)}{\rho \cdot t} \quad (2)$$

Em que ρ é a peso específico do material do eletrodo ferramenta, para o cobre eletrolítico esse valor é de $0,0089 \text{ g/mm}^3$ e para o grafite é de $0,0021 \text{ g/mm}^3$. Além de usar o mesmo tempo t de 5 minutos.

O desgaste volumétrico relativo (DVR) é a relação entre as diferenças de volumes do eletrodo peça e ferramenta antes e depois do processo de EDM e dada pela Eq. (3).

$$\text{DVR} = \frac{\text{TD}}{\text{TRM}} \cdot 100 \quad (3)$$

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados e discussões são baseados nos valores obtidos na microdureza Vickers, nos difratogramas obtidos na difração por raios x, pela análise da microscopia ótica e por fim, pelo desempenho da eletroerosão. Considera-se, portanto, aspectos visuais, químicos e mecânicos para a avaliação da formação de nitretos.

3.1. Microscopia óptica

A eletrodeposição por descargas elétricas aplicadas à superfície do alumínio, usando ureia dissolvida em água deionizada produziu mudanças visíveis em microscópico óptico. A superfície perpendicular das amostras previamente seccionadas ao meio foi utilizada para observar as modificações ocorridas.

A Fig. 2 (A e B) retrata a ampliação da superfície do alumínio que sofreu EDM utilizando a grafita como eletrodo ferramenta, e a Fig. 3 (A e B) retrata as amostras com o cobre como eletrodo ferramenta. Nas quatro imagens é possível verificar a formação da camada superficial modificada, diferente do aspecto do substrato, com aspecto mais refinado. Portanto, é possível afirmar que houve mudança superficial através da EDM na liga de alumínio silício. Indicados pelas setas, as regiões mais escuras e de diferentes espessuras, portanto apresentaram aspecto heterogêneo na formação de nitretos.

Ao comparar as Fig. 2-B e 3-B é possível verificar que o eletrodo de cobre forneceu uma camada mais homogênea e espessa de nitretos de alumínio, ou seja, foi mais efetiva na modificação superficial.

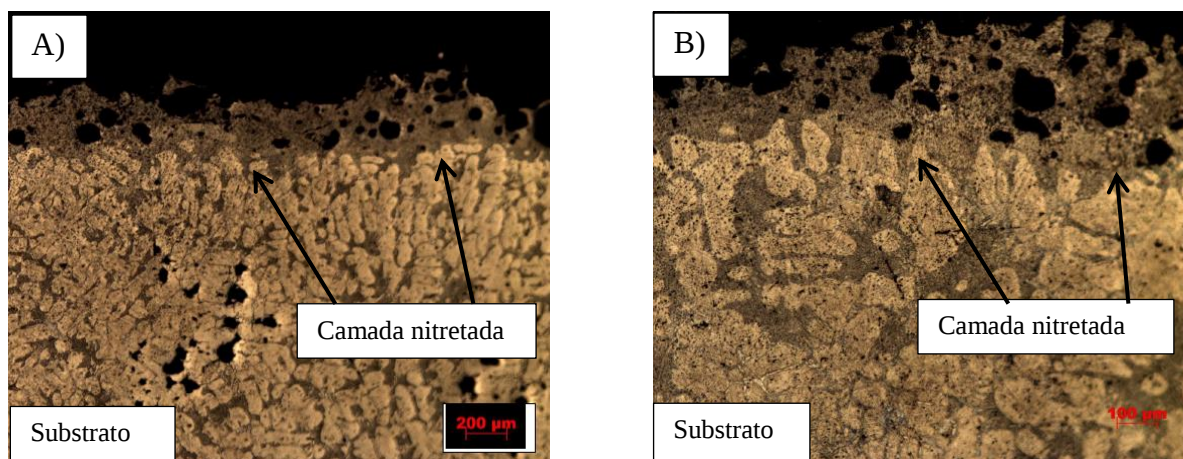


Figura 2. Microscopias ópticas em diferentes escalas da amostra de Al (A - 200 μm e B - 100 μm). Eletrodo ferramenta de grafita, elaborada pelo autor.

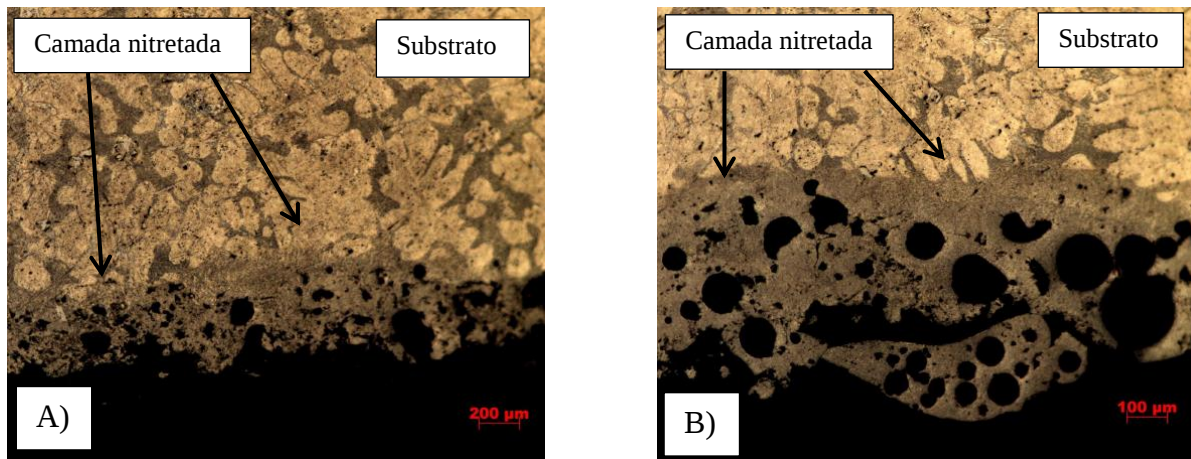


Figura 3. Microscopias ópticas da amostra de Al (A - 200 μm e B - 100 μm). Eletrodo ferramenta de cobre. Elaborado pelo autor.

3.2. Difração por raios x

A análise dos difratogramas de raios x (DRX) das amostras antes e depois do EDM permitiu identificar a presença de nitretos de alumínio após o procedimento.

O DRX da amostra do metal base antes do processo de eletrodeposição, Fig. 4, mostrou o esperado, com elevadas concentrações de Al e Al_2O_3 dada à alta reatividade do alumínio com oxigênio.

Os difratogramas de raios x após o EDM utilizando a grafita e o cobre como eletrodos ferramenta apresentaram resultados semelhantes, como é possível verificar nas Fig. 5 e 6. Ambas apresentaram picos referentes ao AlN, o que comprovam a eficácia do processo na alteração química superficial.

Além disso, picos referentes ao Al_2O_3 ficaram mais visíveis, uma vez que a eletrodeposição elevou a rugosidade e, portanto, um acréscimo na área superficial, o que leva a ampliação da concentração do óxido em sua superfície.

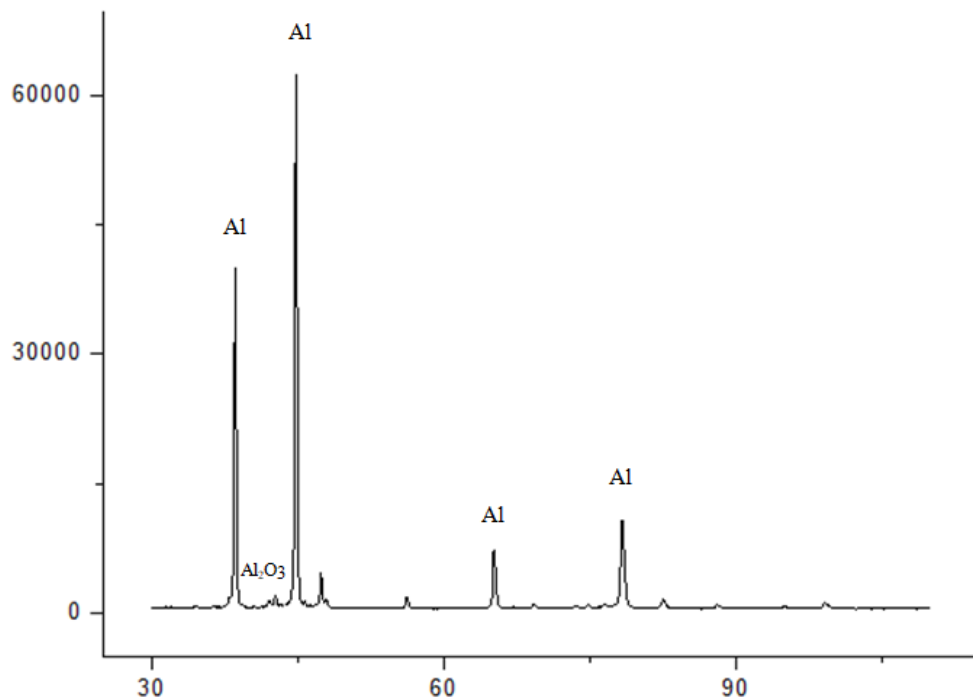


Figura 4. Difratograma da amostra de Alumínio antes do processo de EDM. Elaborado pelo autor.

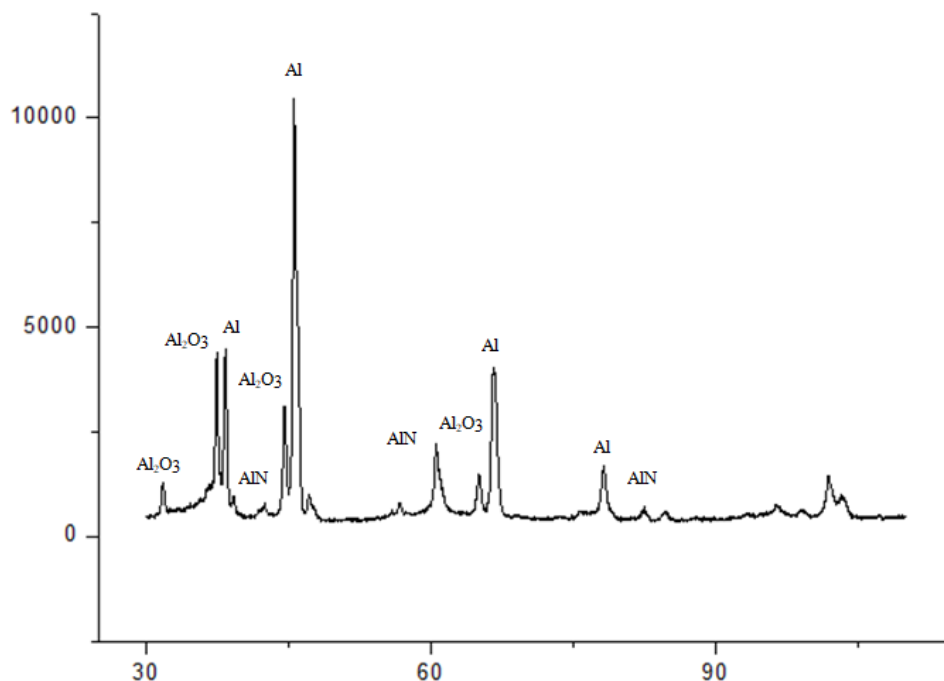


Figura 5. Difratoograma da amostra de alumínio após a EDM - Grafita. Elaborado pelo autor.

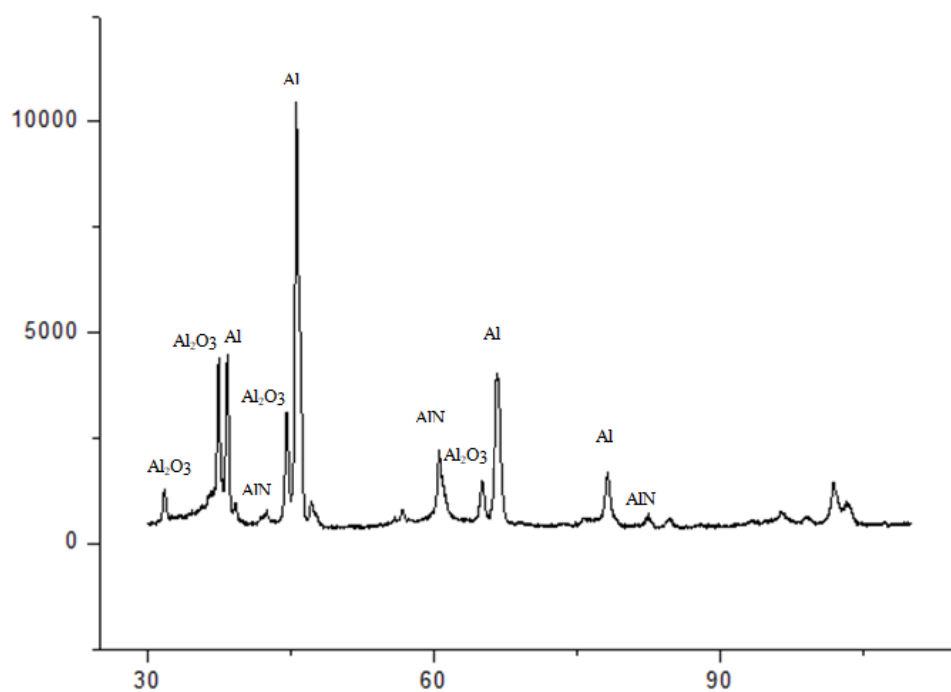


Figura 6. Difratoograma da amostra de alumínio após a EDM – Cobre. Elaborado pelo autor.

Na Fig. 7 é possível ver os dados das duas difrações sobrepostas, o que evidencia a grande semelhança entre os difratogramas, porém as diferenças são nítidas quando os dados são sobrepostos.

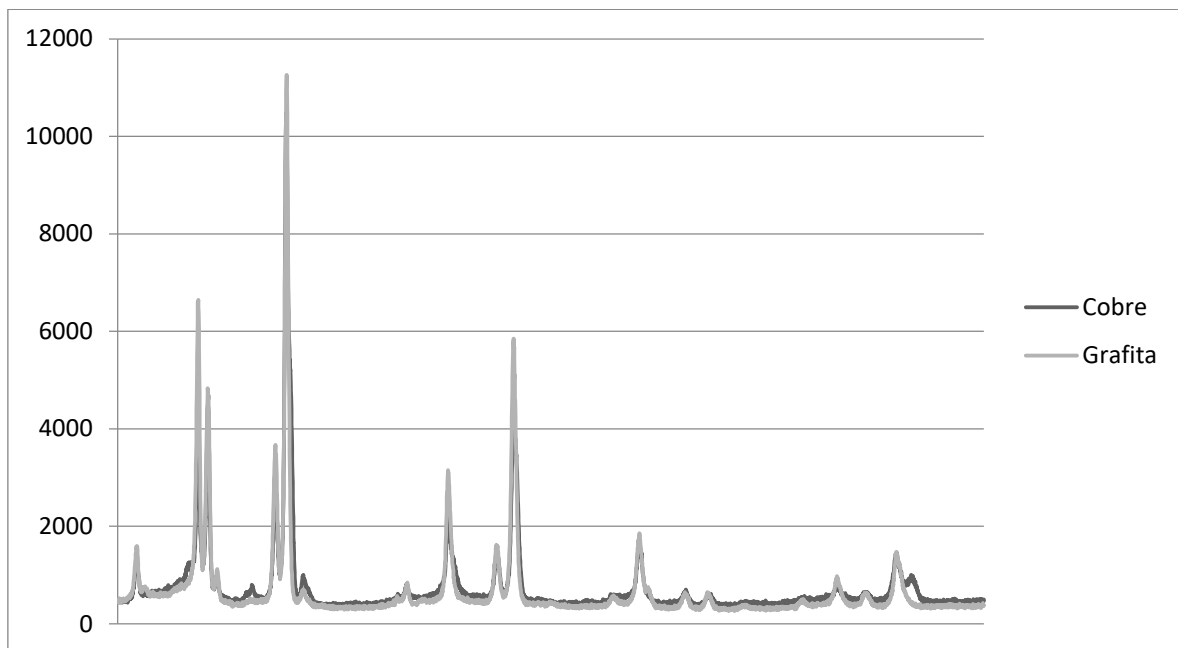


Figura 7. Difrátogramas sobrepostos das amostras de alumínio, elaborado pelo autor.

3.3. Microdureza Vickers

A partir da Tab. 3 é possível verificar os resultados obtidos pela microdureza Vickers das amostras antes e após a nitretação com os dois diferentes tipos de eletrodo, grafita e cobre. O identador penetrou sobre superfície superior. Os valores são correspondentes à média das durezas superficiais, o desvio padrão (DP) e a variação relativa da dureza, tendo como base de comparação o valor de dureza do metal base. No gráfico da Fig. 8 é possível comparar a dureza das três amostras.

Tabela 3. Valores de dureza Vickers das amostras, variação relativa e análise do DP. Elaborado pelo autor.

Dureza Vickers (HV)		
Amostras	Média ± Desvio Padrão	Variação relativa (%)
Metal base	76,67±8,97	0
Após EDM - Grafita	157,67±21,57	106
Após EDM - Cobre	148,00±19,00	93

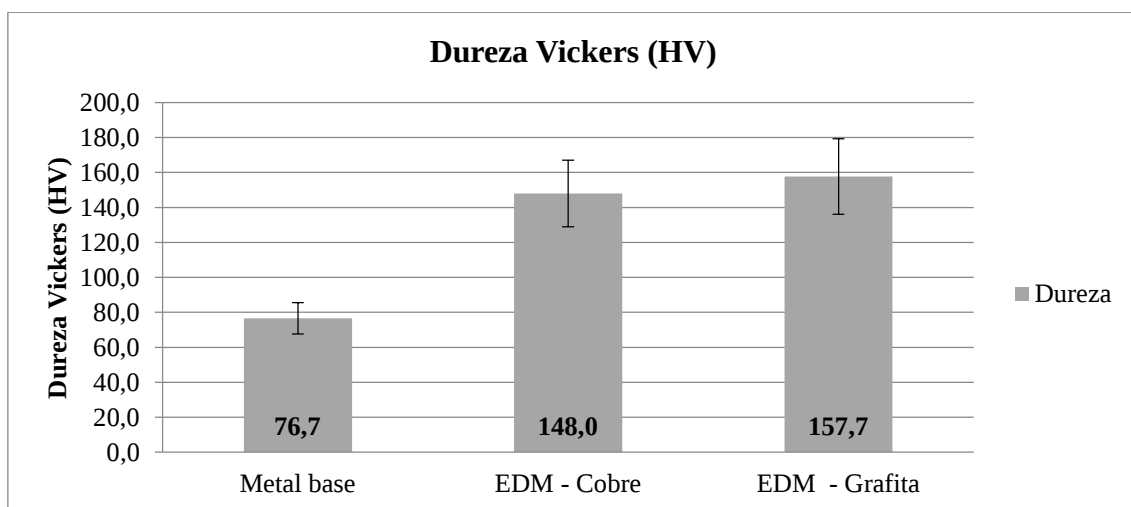


Figura 8. Representação gráfica com os valores de Dureza Vickers (HV) - Média e desvio padrão. Elaborado pelo autor.

O aumento da dureza Vickers após a eletroerosão por descargas elétricas no alumínio utilizando a ureia dissolvida em água deionizada como fluido dielétrico se deve à formação de nitretos de alumínio em sua superfície. Nota-se aumento significativo do valor de dureza, de 106% para a amostra em que o eletrodo ferramenta utilizado foi a grafita e de 93% para a amostra em que foi nitretadas utilizando o cobre, variações em relação ao valor médio do metal base.

O desvio padrão foi significativo, porém constante nas três amostras, mesmo antes da EDM. A amostra que utilizou a grafita como eletrodo ferramenta apresentou dureza Vickers mais elevada, porém um maior desvio padrão. Portanto ela foi mais heterogênea na hora de modificar a superfície do alumínio. Já amostra de cobre apresentou menor aumento na dureza Vickers, porém se mostrou mais homogênea.

Os resultados foram obtidos após três medições nas superfícies das amostras. A Fig. 9 (A - cobre e B - grafita) apresentam as superfícies experimentadas pelo penetrador piramidal de 10N por 20 segundos.

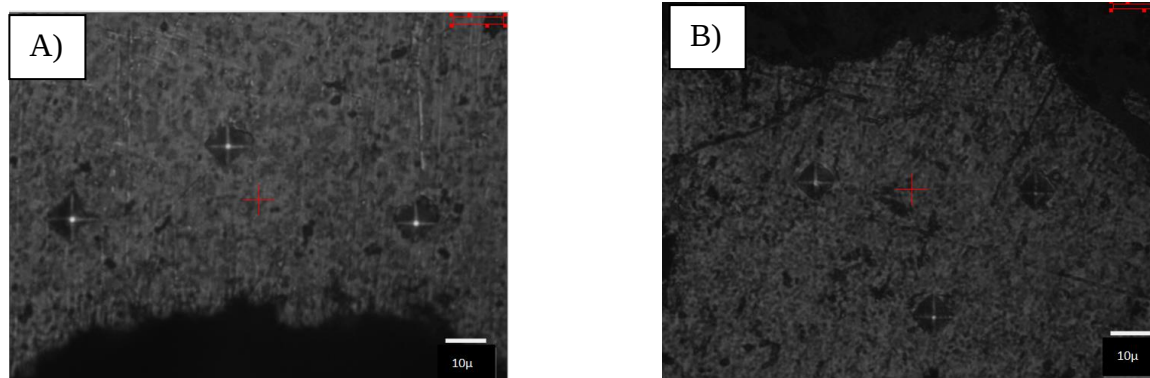


Figura 9. Imagem ampliada das marcações do ensaio de dureza. A – cobre e B - grafita. Elaborada pelo autor.

3.4. Avaliação do desempenho do processo de EDM

A Taxa de Remoção de Material (TRM) do eletrodo peça, Taxa de Desgaste do eletrodo ferramenta (TD) e Desgaste Volumétrico Relativo (DVR) são mostrados na Tab. 4. Os valores utilizados no cálculo foram pela comparação entre as massas antes e depois do processo de nitretação por EDM por 5 minutos.

Tabela 4. Valores de TRM, TD e DVR após nitretação por EDM do alumínio silício, elaborado pelo autor.

Eletrodo Ferramenta	TRM	TD	DVR
Grafita	28,04±17,32	-1,49±1,68	-5,92±8,13
Cobre	26,16±7,70	-0,83±0,14	-3,25±0,55

Nota-se uma grande variação nos valores de TRM, TD e DVR levando a um elevado desvio padrão. Esses valores são atribuídos ao alto valor de corrente utilizado no experimento, uma vez que o objetivo principal era garantir a eficácia do tratamento superficial.

As variações das TRM do eletrodo peça e das TD do eletrodo ferramenta do processo utilizando o cobre foram menores do que quando se utilizou grafita.

Os sinais negativos nos resultados de TD indicam que os eletrodos ganharam massa após o processo de EDM.

Portanto, para garantir a nitretação da superfície do alumínio por eletroerosão por descargas elétricas utilizando a ureia dissolvida em água deionizada, que foi contestado, foi necessário utilizar uma alta corrente, (40 A – corrente máxima da máquina), o que gerou um elevado desgaste dos eletrodos ferramenta e peça.

4. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos e do comportamento observado durante a eletroerosão do alumínio é possível concluir que:

- É possível realizar o endurecimento superficial de amostras de alumínio através da usinagem por descargas elétricas utilizando a ureia dissolvida em água deionizada como fluido dielétrico.
- É possível a utilização dos dois tipos de eletrodos ferramenta, cobre e grafita, na nitretação do alumínio.
- A formação de nitretos de alumínio acontece de maneira simultânea ao acréscimo de óxido de alumínio em sua superfície.
- As amostras que apresentaram maior ganho em dureza utilizaram o eletrodo ferramenta de grafita.
- As amostras que apresentaram modificação superficial mais homogênea utilizaram o eletrodo ferramenta de cobre.

- Quanto ao desempenho do processo de EDM, ao utilizar o eletrodo de cobre apresentou um menor desgaste volumétrico relativo.
- Ocorreu um ganho no valor de microdureza Vickers com eletrodo de cobre de aproximadamente 93% e de 106% com o eletrodo de grafita, aproximadamente.

5. REFERÊNCIAS

- CHEN, H., STOCK, H., & MAYR, P. (1994). Plasma-assisted nitriding of aluminium. *Surface and Coatings Technology*, pp. 139-147.
- EBISAWA, T., & SAIKUDO, R. (1996). Formation of aluminum nitride on aluminum surfaces by ECR nitrogen plasmas. *Surface and Coatings Technology*, pp. 622-627.
- GREDELJ, S., GERSON, A. R., KUMAR, S., & MCINTYRE, N. S. (2002). Plasma nitriding and in situ characterisation of aluminium. *Applied Surface Science*, pp. 234-247.
- JAHAN, M. P., KAKAVAND, P., KWANG, E. L., RAHMAN, M., & WONG, Y. S. (Maio de 2015). An experimental investigation into the micro-electro-discharge machining behaviour of aluminium alloy (AA 2024). *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, pp. 1127-1139.
- MARTINS, P. S. (2016). Estudo da furação em altas velocidades de corte em ligas de Al-Si utilizando brocas de aço rápido e metal duro sem e com revestimento de DLC (Diamond like carbon). Tese (Doutorado) - Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, p. 209.
- MÖLLER, W., PARASCANDOLA, S., TELBIZOVA, T., GÜNZEL, R., & RICHTER, E. (2001). Surface processes and diffusion mechanisms of ion nitriding. *Surface and Coatings Technology*, pp. 73-79.
- SANTOS, R. F. (2013). Nitretação por EDM do aço AISI4140. Tese (Doutorado). Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia.
- YAN, B. H., TSAI, H. C., & Yuan, H. F. (2005). The effect in EDM of a dielectric of a urea solution in water on modifying the surface of titanium. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, pp. 194-200.

6. RESPONSABILIDADE AUTORAL

“Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo deste trabalho”.

SILICON ALUMINUM NITRIDING BY ELECTRICAL DISCHARGES

Eduardo A. O. Santos, eduardo.eaos@gmail.com¹

Ernane R. Silva, ernanerodrigues@gmail.com¹

Claudinei A. Nascimento, claudinei@cefetmg.br¹

¹Federal Center of Technological Education of Minas Gerais – CEFET MG, Amazonas Avenue, 5.253, Nova Suíça, Belo Horizonte/MG, CEP: 30.421-169

Abstract. Aluminum and its alloys are widely used in various industrial sectors, such as automotive, aviation, medical and others. Such application range occurs due to its low density and easy processability, however they have low surface hardness and low wear resistance. The objective of this study is to evaluate the feasibility and efficiency of surface treatment to increase the surface hardness and wear resistance of the pressure-fused silicon aluminum hypoeutectic alloy. In order to perform this superficial improvement, it was used electrical discharge machining, aiming at the nitriding of the cylindrical specimens, altering the electrode tool and evaluating the different resulting properties. The tests were performed using an EDM machine by conventional penetration and urea dissolved in deionized water as dielectric fluid. To measure the different aspects, Vickers microhardness tests, X-ray diffraction, optical microscopy and evaluation of the process performance were performed by the mass variation of the electrodes involved. The results showed that there was a superficial alteration of the aluminum samples, indicating the occurrence of nitriding. The nitrided layer had a surface hardness at least 93% higher than the base metal before the procedure, thus justifying the process when the material is subjected to adverse conditions.

Keywords: Hypoeutectic aluminum alloy; nitriding by electric discharges; nitrided layer