

SINTERIZAÇÃO POR PLASMA DE AÇOS CARBONO NA CONFIGURAÇÃO ÂNODO-CÁTODO CONFINADO¹

Alan Neves Bonetti²

Henrique Cezar Pavanati³

Ana Maria Maliska³

Resumo

Neste trabalho amostras de Fe-0,8% C foram compactadas em uma matriz uniaxial de duplo efeito, com pressão de compactação de 600 MPa e posteriormente sinterizadas a 1150 °C durante 60 min em forno de aquecimento resistivo e em reator de plasma na configuração ânodo-cátodo confinado. A atmosfera usada no reator de plasma foi de 95% H₂ e 5% Ar, e no forno convencional 100% H₂. A tensão de pico aplicada ao cátodo na configuração ânodo-cátodo confinado foi de 700 V, tempo de pulso ligado de 180 μs sendo que a pressão foi ajustada com o intuito de se obter a temperatura desejada. O aquecimento das amostras no plasma na configuração ânodo-cátodo confinado é proveniente da radiação de calor proveniente do cátodo que sofre bombardeamento das espécies energéticas do plasma. A caracterização microestrutural foi realizada por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e medições de microdureza. Os resultados mostram uma intensa descarbonetação superficial nas amostras sinterizadas no forno convencional. Nas amostras sinterizadas por plasma, se observa uma leve descarbonetação, sendo que esta ocorre de maneira homogênea em toda a amostra. Neste caso não foi observada uma descarbonetação superficial, como apresentado nas amostras sinterizadas em forno resistivo. Estes resultados podem estar relacionados com as diferentes pressões de sinterização no processo convencional e por plasma. No forno convencional a pressão em que é realizada a sinterização é cerca de duas ordens de grandeza superior a do plasma. Este fato é comprovado realizando-se a sinterização em reator híbrido de sinterização. Os resultados obtidos no estudo demonstram também a viabilidade de sinterizar via plasma aços carbonos obtidos por metalurgia do pó sem ter que se preocupar com a ocorrência de descarbonetação superficial.

Palavras-chave: Metalurgia do pó, Sinterização por plasma, Aços ao carbono.

PLASMA SINTERING OF CARBON STEELS IN CONFINED CATHODE-ANODE CONFIGURATION

Abstract

In this work samples of Fe-0.8%C, compacted to a pressure of 600 MPa using a double action press with moving die body, were sintered at 1150 °C during 60 min in resistive furnace and in a plasma reactor, using a confined anode-cathode configuration. The atmosphere used in plasma was gas mixture of 95% H₂ and 5% Ar, and in conventional furnace 100% H₂. In plasma reactor the sintering was carried out applying a voltage of 700 V to the cathode and adjusting the pressure in order to reach the desired temperature. In the confined anode-cathode configuration, the samples were positioned on a holder acting as the discharge anode, inside a hollow cathode. The cathode was heated by the bombardment of ions and fast neutrals accelerated in the cathode sheath and, as a consequence of the confined geometry, the sample was efficiently heated by thermal radiation. The sample characterization was carried out by optical microscopy, scanning electron microscopy and microhardness test. The results show an intense decarburization at the surface in samples sintered in the conventional furnace. In the case of the samples sintered in plasma reactor it was also observed a slight decarburization. However, it occurs in the whole sample. In this case no superficial decarburization was observed. This effect can be attributed to the different sintering pressure used in both processing techniques. The sintering pressure in the conventional furnace was two orders of magnitude higher than in the plasma reactor. It is confirmed when hybrid plasma/resistance heating is used to sintering carbon steels. The results of this study show also the viability of sintering carbon steel by plasma in the confined anode-cathode configuration without superficial decarburization.

Key words: Powder metallurgy; Plasma sintering; Carbon steel.

¹ Contribuição técnica apresentada na 61ª Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho de 2006, Rio de Janeiro – RJ

² Depto. de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina – Titulação: Engenheiro

³ Depto. de Engenharia Mecânica – Universidade Federal de Santa Catarina – Titulação: Doutor

1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó (MP) é muito utilizada na fabricação de peças de pequeno porte, pois é uma técnica limpa, com desperdício mínimo de material, bom controle microestrutural e dimensional. Além da sua produção econômica em série, tem-se também a vantagem de se obter peças acabadas sem a necessidade de posteriores operações de usinagem. Uma das vantagens da metalurgia do pó (MP) é a possibilidade da adição controlada de elementos de liga ao componente principal da mistura. No caso dos aços, os elementos de liga mais importantes são: C, Cu, Ni, P, Al, Cr, W, Co, Mo, entre outros.⁽¹⁾

O aço ao carbono é um material que pode ser tratado termicamente e produzir diferentes microestruturas com propriedades mecânicas interessantes para uma série de aplicações. Neste caso, a variação do teor de carbono pode causar alterações significativas nas suas propriedades mecânicas. Logo, o controle da atmosfera no processamento destes aços é fundamental para que o mesmo seja produzido com a microestrutura e propriedades requeridas.⁽²⁾

Um processo alternativo para a sinterização de componentes metálicos, desenvolvido recentemente no LabMat-UFSC, faz uso de descargas elétricas. Trabalhos já foram desenvolvidos e estão sendo realizados envolvendo a sinterização de ferro puro em diferentes configurações do plasma.^(3,4) Aços ao carbono já vem sendo sinterizados há várias décadas pela metalurgia do pó em fornos convencionais e, recentemente, com a utilização de descargas elétricas (sinterização por plasma) tem demonstrado ser muito eficiente no processamento destes materiais metálicos.⁽⁵⁾ O processamento de materiais através destas descargas elétricas apresenta vantagens sobre o método tradicional em fornos de aquecimento resistivo, como: atmosferas mais puras, formação de radicais que auxiliam na redução de eventuais óxidos, quebra de moléculas orgânicas, economia de energia pelo aquecimento localizado, baixa emissão de poluentes na atmosfera, possibilidade da utilização da pulverização catódica para o enriquecimento superficial.

Neste trabalho objetiva-se estudar a descarbonetação de aços carbonos durante a sinterização por plasma, utilizando-se a configuração ânodo-cátodo confinado, atmosfera de 95% H_2 e 5%Ar. Para efeito comparativo, algumas amostras foram sinterizadas em forno resistivo sob atmosfera H_2 , à pressão atmosférica. Foram também realizados ciclos adicionais de sinterização em reator híbrido de plasma com aquecimento resistivo auxiliar, no intuito de individualizar os efeitos dos parâmetros da descarga e de processamento. As amostras foram submetidas à preparação metalográfica, analisadas por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura, além de medições de microdureza.

2 MATERIAL E MÉTODOS

As amostras foram produzidas a partir de pó de ferro atomizado DC177 da Höganäs Brasil Ltda., adicionadas a 0,6% em peso de estearato de zinco. A mistura foi efetuada num misturador “Y” com rotação de 20 rpm durante 1 hora. A compactação foi realizada a 600 MPa em matriz uniaxial de duplo efeito, obtendo-se amostras com 9,5 mm de diâmetro, 6 mm de altura e densidade à verde de, aproximadamente $7,0 \cdot 10^{-6} \text{ g/m}^3$.

A sinterização em forno com aquecimento resistivo foi realizada num forno tubular Jung (TU3513). Dentro deste forno é inserido um tubo de aço inoxidável

ABNT 310, dentro do qual se encontram as amostras. O mesmo é então vedado e o ar interno removido com auxílio de uma bomba de vácuo. A sinterização é realizada com atmosfera de hidrogênio (99,998%) sendo mantido um fluxo de, aproximadamente, $1.10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$.

A etapa de sinterização por plasma foi realizada num reator em escala de laboratório. O sistema é mostrado na Figura 1a, sendo o mesmo descrito em detalhes em trabalho anterior.⁽⁶⁾ Foi utilizada a configuração ânodo-cátodo confinado (Figura 1b), onde a amostra é colocada sobre o ânodo da descarga envolvida por um cátodo metálico. A medição da temperatura foi realizada com o auxílio de um termopar tipo K, inserido 5 mm dentro de uma amostra de referência disposta simetricamente àquela a ser sinterizada (Figura 1b).

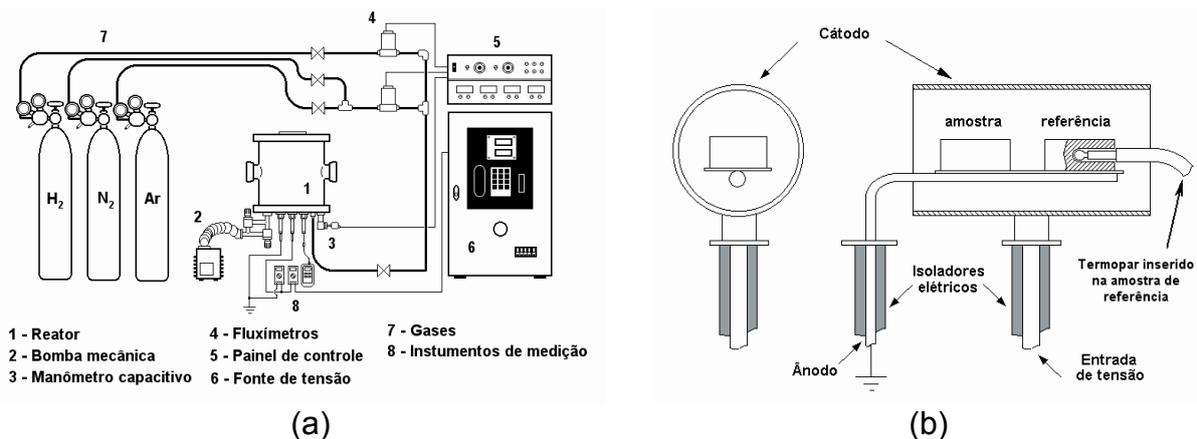


Figura 1. Desenho esquemático do sistema de sinterização (a) e da geometria dos eletrodos na configuração ânodo-cátodo confinado (b).

A tensão aplicada ao cátodo é obtida através de uma fonte de tensão pulsada, (CEBRA – CA5001X) de 5 kW de potência, tensões negativas de saída de 400, 500, 600 e 700 V, corrente máxima de 5 A e período máximo de pulso igual a 250 μs .

Foi estudada a influência dos dois tipos de processamentos (plasma e forno) na sinterização de ferro puro com adição de 0,8% C. As amostras foram sinterizadas a 1150 °C durante 60 minutos. Na sinterização por plasma foi usado tensão de pico de 700 V e tempo de pulso ligado da fonte de 180 μs .

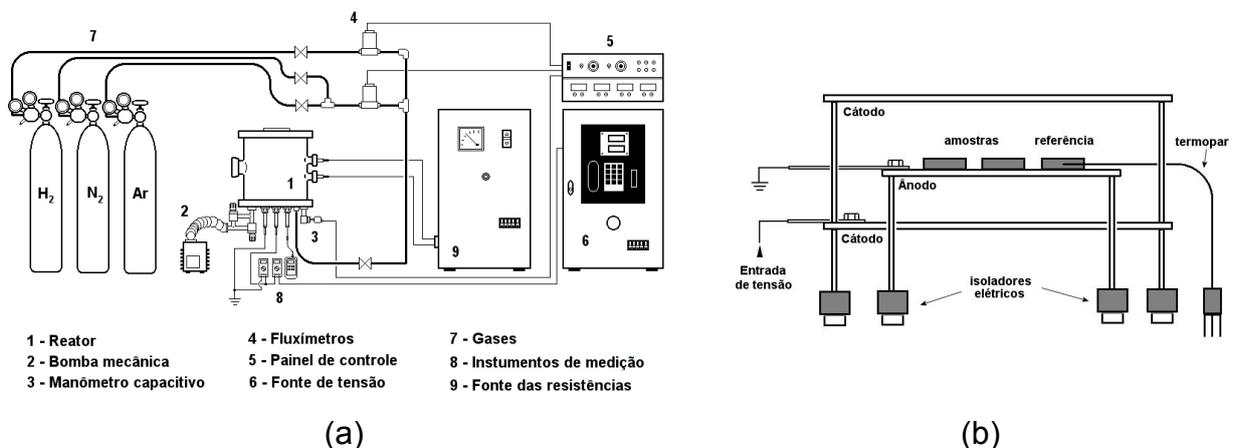


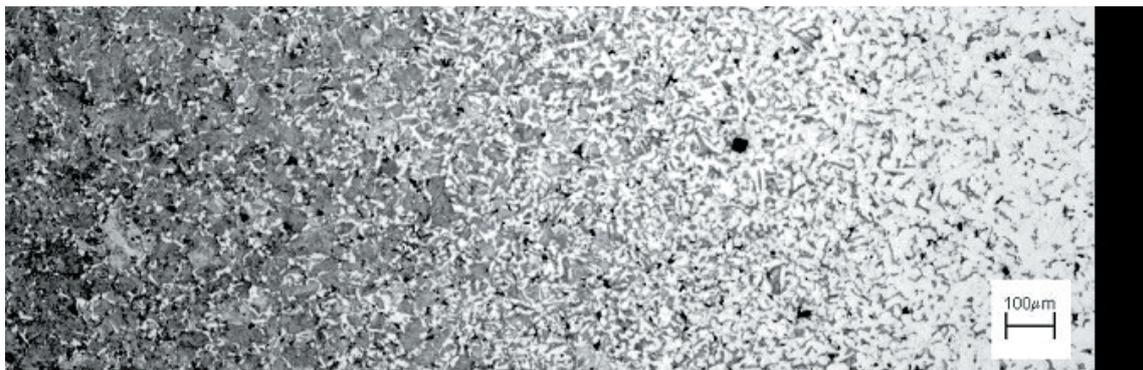
Figura 2. Desenho esquemático reator híbrido de sinterização (a) e da geometria dos eletrodos na configuração ânodo-cátodo confinado do mesmo (b).

Foram também realizados ciclos de sinterização em reator híbrido, onde ora foi utilizada somente a descarga elétrica como fonte de energia ora somente as resistências. Neste caso, foi possível ter dois ciclos idênticos, podendo-se então individualizar o efeito do plasma na microestrutura das amostras sinterizadas. Na Figura 2a é mostrado o esquema do reator híbrido de sinterização e na Figura 2b, a geometria de eletrodos utilizada.

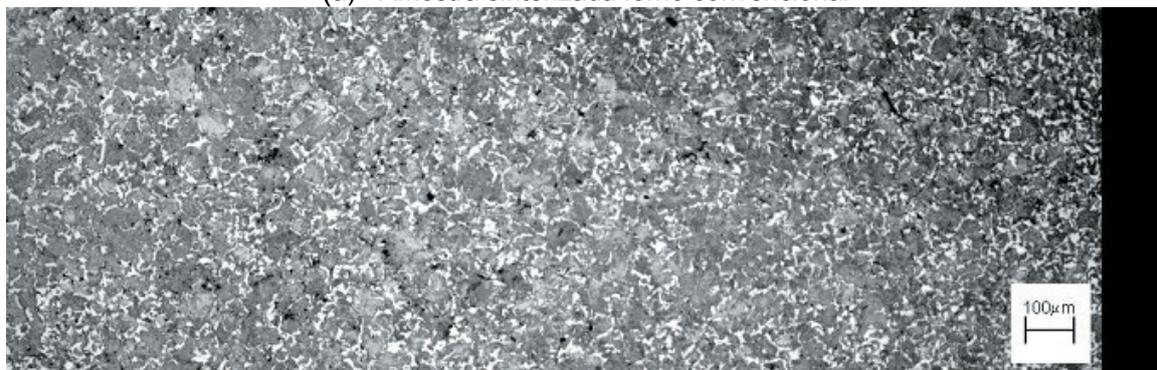
Para se efetuar a caracterização microestrutural das amostras sinterizadas evidenciando a região enriquecida durante a sinterização, as mesmas foram seccionadas, preparadas metalograficamente e atacadas com Nital 2%. As análises da microestrutura das amostras foram realizadas por microscopia ótica (Leica DM 4000 M). A análise da topografia superficial foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (Philips XL30). As curvas de microdureza foram obtidas na escala Vickers utilizando-se um microdurômetro HMV 2 versão 1.23 (Shimadzu). A medida de microdureza foi utilizada para a determinação de dureza dos microconstituintes individuais presentes na microestrutura e na determinação de profundidades de superfícies cementadas e descarbonetadas.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura das amostras sinterizadas nos dois métodos de sinterização é mostrado na Figura 3, abaixo.



(a) - Amostra sinterizada forno convencional



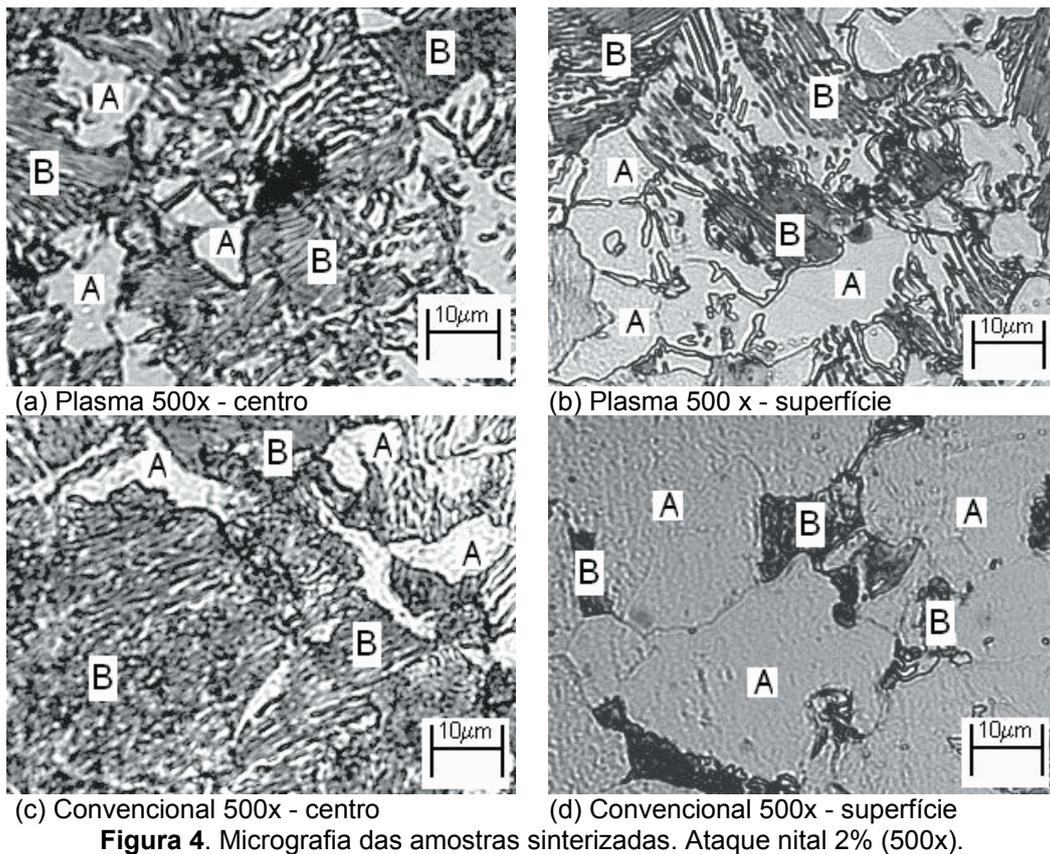
(b) - A sinterizada por plasma

Figura 3. Micrografia da superfície das amostras sinterizadas - Aumento 50x - Ataque Nital 2%.

Na amostra sinterizada ao forno (Figura 3a), verificou-se uma intensa descarbonetação superficial. Essa região descarbonetada é caracterizada pela área mais clara, a direita da imagem. Nota-se que a quantidade de perlita diminui gradativamente do interior para a superfície da amostra. A partir desta micrografia

pode-se dizer que, durante a sinterização, um forte gradiente químico na superfície da amostra atuou no sentido de remover carbono da amostra. Na Figura 3b, é mostrado a seção transversal da amostra sinterizada em reator de plasma. Neste caso não é perceptível a redução da quantidade de perlita na região superficial, logo, nesta amostra não ocorreu descarbonetação superficial. Essa perda de carbono modifica as propriedades mecânicas do material, podendo ser prejudicial ao componente sinterizado.

Na Figura 4, é apresentada com maior ampliação à microestrutura obtida em ambos os processos. Como o aço sinterizado apresenta composição eutetóide, a microestrutura obtida é basicamente perlítica.⁽⁷⁾



Na Figura 4a é mostrado a região central de uma amostra sinterizada no plasma, onde se evidencia a presença de perlita cobrindo praticamente toda a área da imagem, característica de um aço com composição eutetóide (Fe-0,8% C). A Figura 4b mostra a superfície da mesma amostra, sendo possível perceber uma pequena descarbonetação, denotado pela presença das regiões de ferrita (indicado na figura como região A). Na Figura 4c, região central de uma amostra sinterizada no forno convencional, observa-se também a presença de perlita cobrindo quase toda a área da imagem (região B), de forma similar àquela mostrada na Figura 4a. No entanto, na superfície desta amostra (Figura 4d) observa-se uma intensa descarbonetação evidenciada pela maior quantidade de ferrita quando comparado ao de perlita.

Resultados semelhantes no que diz respeito à descarbonetação superficial já haviam sido obtidos no trabalho de Cobos (2003), onde foram sinterizados aços-carbono com diferentes percentuais de carbono, atmosferas e configurações do plasma e comparados com a sinterização em forno resistivo. Algumas hipóteses

sobre a não descarbonetação superficial ocorrida no plasma foram sugeridas, mas não foi lançada nenhuma hipótese sobre o porquê da ocorrência deste fenômeno no forno resistivo e não ocorrência no plasma.

Uma das possíveis causas para a ocorrência da descarbonetação superficial no forno resistivo, se deve a diferença da pressão de sinterização, que neste caso é cerca de duas ordens de grandeza maior que na sinterização por plasma, conforme pode ser observada na Tabela 1 abaixo. No caso da sinterização em forno resistivo, a pressão de hidrogênio sendo maior, o aporte de hidrogênio na superfície do aço durante a sinterização é mais elevado, intensificando o potencial químico para a remoção de carbono, podendo causar a descarbonetação superficial das amostras processadas em forno convencional.

Tabela 1. Parâmetros do processo de sinterização.

Rota de sinterização	Plasma	Forno
Temperatura de sinterização (°C)	1150	1150
Tempo de patamar na sinterização (min)	60	60
Atmosfera gasosa	95% H_2 +5%Ar	100% H_2
Pressão de trabalho (Pa)	$2,12 \cdot 10^3$	$1,01 \cdot 10^5$
Fluxo dos gases (m^3/s)	$4,0 \cdot 10^{-6}$	$1,0 \cdot 10^{-6}$

É importante observar que a composição da atmosfera gasosa foi praticamente a mesma, conforme Tabela 1, logo, é razoável supor que a descarbonetação distinta nos dois processos não seja atribuída à esta pequena diferença na composição da atmosfera de sinterização.

A caracterização superficial das amostras foi realizada por microscopia eletrônica de varredura, com o objetivo de avaliar a topografia das amostras processadas e a evolução dos mecanismos de sinterização. As mesmas regiões foram fotografadas antes e após o processo de sinterização, conforme a Figura 5.

Observa-se a evolução dos estágios de sinterização nas Figuras 5b e 5d, onde está evidenciado a formação dos contatos entre as partículas, além do isolamento e o arredondamento dos poros.

A topografia das amostras sinterizadas no forno resistivo e por plasma na configuração ânodo-cátodo confinado apresentam características semelhantes. Conforme estudado em trabalho anterior⁽⁴⁾ a porosidade superficial das amostras sinterizadas por plasma na configuração ânodo-cátodo confinado é similar àquela obtida quando sinterizado ao forno. Neste caso, a porosidade superficial e os contatos entre as partículas de pó se apresentam também de forma bastante similar. Essas características superficiais influenciam nas propriedades tribológicas do material.

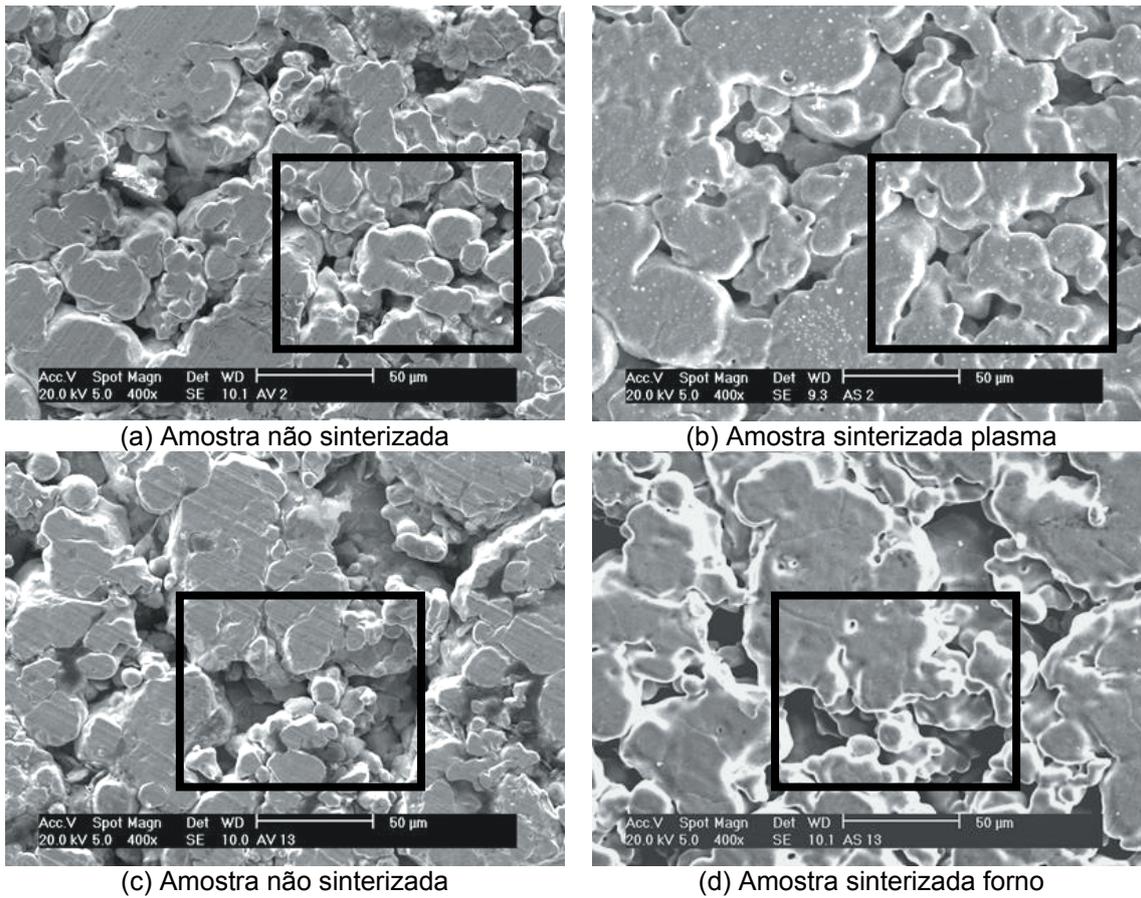


Figura 5. Análise da topografia da superfície das amostras

A descarbonetação superficial pode ser também evidenciada a partir do perfil de microdureza das amostras (Figura 6), visto que, como citado anteriormente, a descarbonetação ocasiona alteração nas propriedades mecânicas do material.

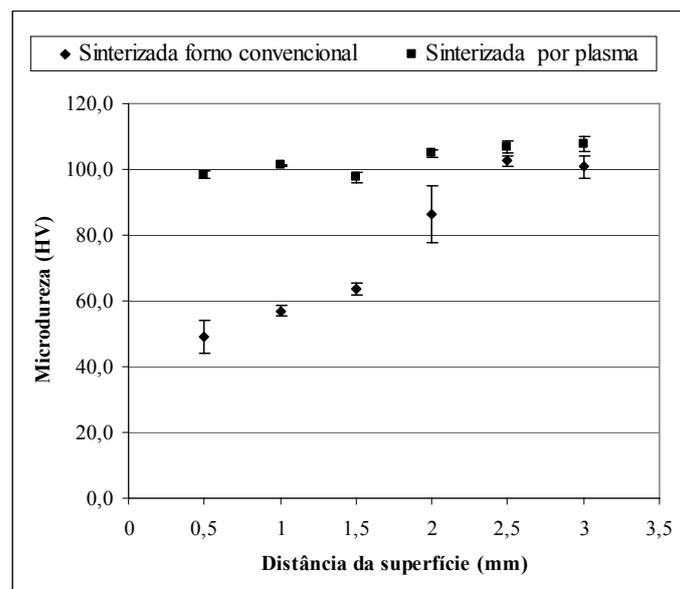
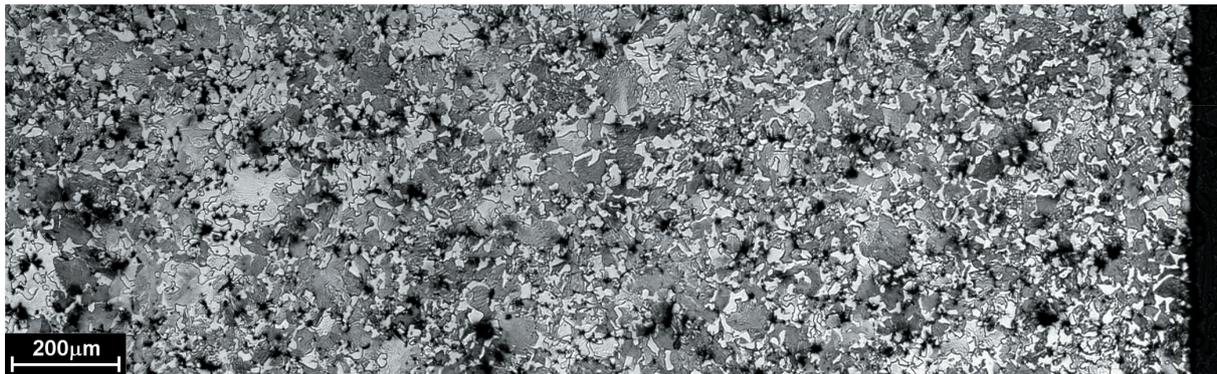


Figura 6. Perfil de microdureza (Carga 1,96N)

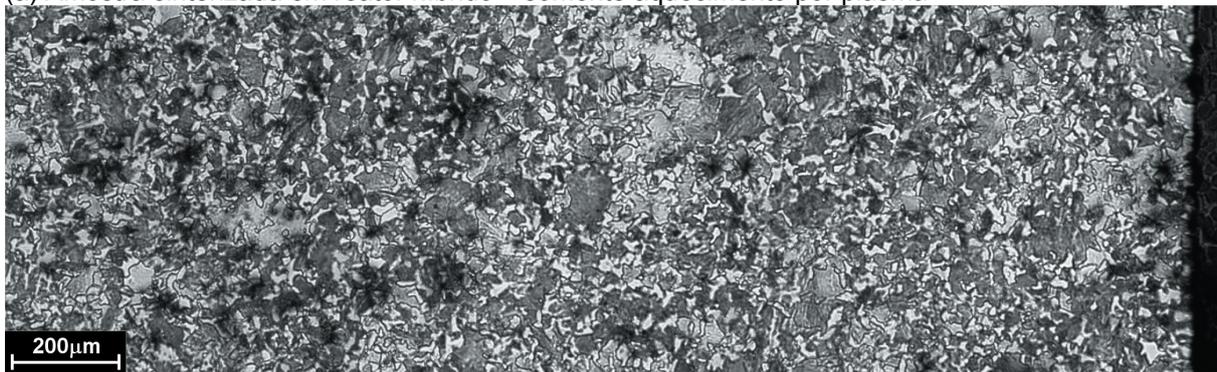
Os valores obtidos mostram uma diferença de microdureza entre o centro da amostra e as extremidades. Esta característica torna-se mais evidente na amostra processada em forno convencional onde a descarbonetação superficial foi acentuada. Na amostra processada por plasma essa diferença também ocorreu, mas com menor intensidade visto que a descarbonetação foi menos acentuada nessas amostras.

Fazendo-se o estudo da sinterização em reator híbrido, é possível realizar uma melhor análise do efeito do plasma na manutenção do carbono. Neste caso, é usado o reator para obter amostras processadas sob as mesmas condições de pressão e fluxo dos gases utilizando somente plasma ou somente aquecimento resistivo. Assim, pode-se individualizar o efeito do plasma e da pressão dos gases na câmara.

As micrografias das amostras obtidas com a sinterização em reator híbrido são mostradas na Figura 7. É possível notar que neste caso não ocorreu a descarbonetação acentuada na superfície quando utilizado somente aquecimento resistivo (plasma desligado). Além disso, pode-se notar que as microestruturas das amostras sinterizadas com as diferentes fontes de aquecimento (resistência e plasma) são bastante similares. Este resultado mostra que o plasma não é responsável pela manutenção do carbono na superfície da amostra, como sugerido anteriormente.⁽⁵⁾ Tendo-se em mãos estes argumentos, pode-se supor que a pressão dos gases na câmara seja o efeito de maior peso para a descarbonetação observada na sinterização de aços ao carbono em forno de aquecimento resistivo.



(a) Amostra sinterizada em reator híbrido – somente aquecimento por plasma



(b) Amostra sinterizada em reator híbrido – somente aquecimento resistivo

Figura 7. Micrografias da superfície das amostras sinterizadas em reator híbrido- Aumento 50x - Ataque Nital 2%.

4 CONCLUSÕES

Os resultados mostram uma intensa descarbonetação superficial nas amostras sinterizadas no forno convencional. Nas amostras sinterizadas por plasma, também se observa uma leve descarbonetação, sendo que esta ocorre de maneira homogênea em toda a amostra. Com o estudo realizado em reator híbrido de sinterização pode-se atribuir esta descarbonetação na superfície a maior pressão de trabalho no forno convencional que é duas ordens de grandeza maior que no plasma. A topografia das amostras sinterizadas no forno resistivo e por plasma na configuração ânodo-cátodo confinado apresentam características semelhantes. A sinterização por plasma utilizando descarga luminescente anormal mostra-se como uma nova e eficaz forma de sinterização de componentes processados a partir do pó. No entanto, é necessário ainda um estudo mais aprofundado acerca desta nova forma de sinterizar materiais ferrosos.

REFERÊNCIAS

- 1 GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy Science**. 2nd. ed. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1994. 472 p.
- 2 THUMLER, F.; OBERACKER, R. **An Introduction to Power Metallurgy**. Great Britian: The institute of Materials, 1993. 332p.
- 3 BATISTA, V.J.; BINDER, R.B.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R. Sintering Using an Abnormal Glow Discharge, **The international Journal of Powder Metallurgy**, Princeton, NJ, v.34, n.8, p.55-62, 1998.
- 4 MALISKA, A.M.; PAVANATI, H.C.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R., The influence of ion energy bombardment on the surface porosity of plasma sintered iron, **Materials Science and Engineering A**, v.352, p.273-278, 2003.
- 5 COBOS, A. **Estudo da descarbonetação durante a sinterização por plasma em aço carbono**. Florianópolis, 2003. 71 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina.
- 6 PAVANATI, H.C.; MALISKA, A.M.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R., Sintering unalloyed iron in abnormal glow discharge with superficial chromium enrichment, **Materials Science and Engineering A**, v.392, p.313-319, 2005.
- 7 HUPPMANN, W. J.; DALAL, K. **Metallographic Atlas of Powder Metallurgy**, Freiburg: Shmid, 1986. 190p.