



## **ESTUDO COMPARATIVO DO AQUECIMENTO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO PARA DIFERENTES DIÂMETROS DO CÁTODO CENTRAL: UMA APLICAÇÃO NA SINTERIZAÇÃO DE COMPACTADOS DE FERRO**

**Silvio Francisco Brunatto**

Universidade Federal do Paraná, Departamento de Engenharia Mecânica

[brunatto@demec.ufpr.br](mailto:brunatto@demec.ufpr.br) - Curitiba, PR, Brasil

**Ingeborg Kühn<sup>1</sup>, Joel Louis Rene Muzart<sup>2</sup>**

Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Mecânica

(1) [ingeborg@emc.ufsc.br](mailto:ingeborg@emc.ufsc.br), (2) [muzart@materiais.ufsc.br](mailto:muzart@materiais.ufsc.br) - Florianópolis, SC, Brasil

**Resumo.** *Recentemente foi verificada a possibilidade de se utilizar o efeito de uma descarga elétrica de cátodo oco, do tipo luminescente anormal anular, para sinterizar compactados de ferro puro e, simultaneamente, promover o enriquecimento superficial com elementos de liga provenientes de um cátodo externo. Visando o aprimoramento deste processo de sinterização, verificou-se a necessidade de se conhecer como o aumento de volume do material a ser processado influi no aquecimento do cátodo central e, portanto, da amostra, para uma determinada condição da descarga. O presente trabalho tem por objetivo apresentar o estudo comparativo do aquecimento para dois diâmetros diferentes do cátodo central (de 9,6 e 16,3 mm), mantendo-se constante o espaço radial entre-cátodos (de 5,8 mm). A obtenção das curvas de aquecimento em função do tempo de pulso ligado da fonte de potência foi realizada utilizando-se como parâmetros da descarga uma pressão de 3 Torr, tensão de pico de pulso de 460 V, período de pulso de 200  $\mu$ s, mistura gasosa de 80% Ar + 20%  $H_2$  e fluxo de 2  $cm^3/s$ . As medidas de temperatura variando entre 20 e 1300 °C foram realizadas por meio de termopares chromel-alumel, do tipo K, posicionados estrategicamente no interior das amostras (no cátodo central).*

**Palavras-chave:** *Descarga elétrica de cátodo oco, Aquecimento, Sinterização por plasma*

## 1. INTRODUÇÃO

O interesse no uso de técnicas assistidas por plasma no processamento de materiais metálicos vem crescendo significativamente nos últimos anos. A possibilidade de modificação das características superficiais de um material, resultante do bombardeamento das superfícies expostas pelas espécies do plasma (Chapman, 1980), alavancam o desenvolvimento de pesquisas na busca de novas técnicas e processos.

Dentro deste contexto merecem destaque as aplicações da descarga elétrica de cátodo oco (v. Engel, 1994). Coube a Paschen em 1916 um dos primeiros trabalhos publicados sobre este tipo de descarga (Simon et al., 1991). Atualmente, descargas elétricas de cátodo oco apresentam grande interesse tecnológico em diferentes tipos de aplicações, podendo-se destacar, na área de tratamentos superficiais de materiais ferrosos, estudos envolvendo cementação (Terakado et al., 1996) e nitretação (Benda et al., 1996) por plasma. Descargas elétricas de cátodo oco têm sido utilizadas também em técnicas de sinterização de material cerâmico (Bengisu et al., 1994) e de vaporização de cátodos e amostras, conforme verificado no campo da espectroscopia atômica.

Os fenômenos envolvidos no plasma e, em especial, nas descargas elétricas de cátodo oco têm sido motivo de estudo em diversos trabalhos de fundamentação. Nesses trabalhos ênfase tem sido dada à determinação das características das descargas luminescentes em cavidades de cátodos anulares e cilíndricos, relacionando, basicamente, parâmetros como pressão, geometria de cátodo, espessura de bainha catódica, voltagem, corrente e densidade de corrente, com os respectivos efeitos nos materiais, como aquecimento e “sputtering” (Benda et al., 1996; Simon et al., 1991; Terakado et al., 1996; Timanyuk et al., 1989).

Recentemente, os autores deste trabalho mostraram a possibilidade de se utilizar o efeito de uma descarga elétrica de cátodo oco para sinterizar compactados de ferro puro com enriquecimento superficial simultâneo de elementos de liga tais como Cr e Ni (Brunatto et al., 1998). Este processo, que associa à sinterização a deposição superficial de elementos de liga, foi desenvolvido tomando por base alguns aspectos fundamentais da descarga elétrica e do processamento de materiais por plasma, tais como: a) as características inerentes à descarga elétrica em regime anormal, que permitem o ajuste da corrente (e, portanto, da temperatura do material em processamento) controlando-se o potencial aplicado nos eletrodos; b) as propriedades da descarga elétrica de cátodo oco, como a alta taxa de ionização (que permite a obtenção de elevadas densidades de corrente, mesmo à baixas pressões) aliada ao mecanismo de sputtering; e c) as características peculiares ao processamento de materiais por plasma, destacando-se a ausência de poluentes residuais, a qualidade da atmosfera e a repetibilidade nas condições de tratamento, como mostrado na sinterização de aço inoxidável por plasma (Muzart et al., 1997).

O presente trabalho tem por objetivo apresentar um estudo comparativo do aquecimento em descarga elétrica de cátodo oco de amostras cilíndricas de ferro com diferentes diâmetros, posicionadas concentricamente no interior de um cátodo externo, mantendo-se constante o espaço radial entre-cátodos. Com este estudo, procurou-se caracterizar como o aumento de volume do material a ser processado influi no aquecimento do mesmo, para uma determinada condição da descarga elétrica, tendo-se em consideração que o mapeamento prévio das temperaturas alcançadas junto ao cátodo central é um fator essencial para o adequado processamento de compactados nesta técnica.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Na Figura 1 é apresentada uma fotografia de todo o aparato experimental utilizado para desenvolver este trabalho. Os detalhes construtivos do reator de sinterização e do sistema elétrico podem ser encontrados em Brunatto, et al. (1999).

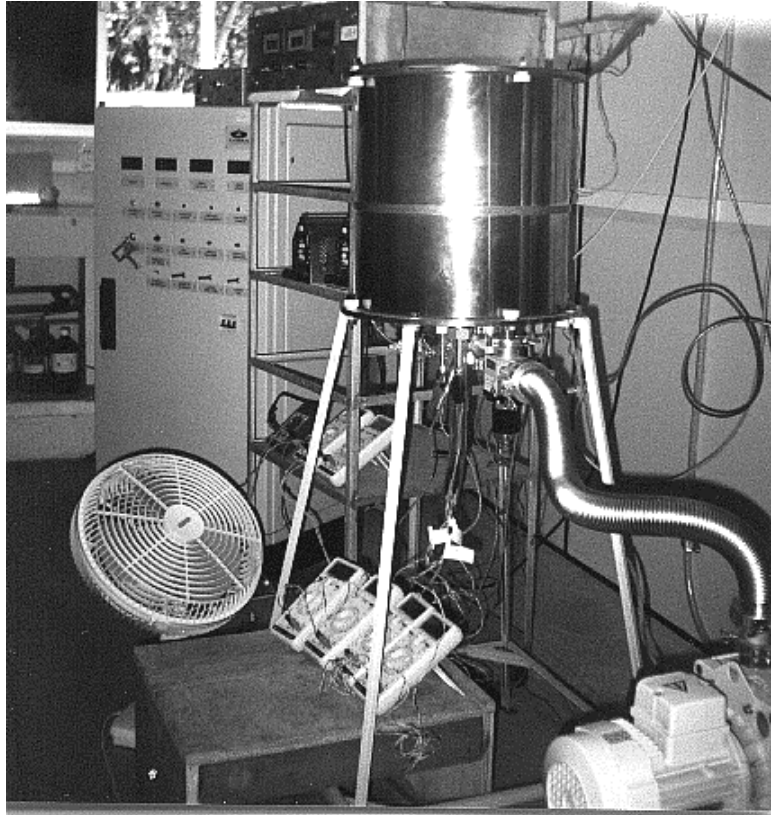


Figura 1 - Fotografia do aparato experimental utilizado.

Conforme indicado na Figura 1, a instalação apresenta uma bomba de vácuo mecânica de duplo estágio, responsável pela manutenção do fluxo de mistura gasosa a baixa pressão. O vácuo limite do sistema (reator de sinterização + tubulação condutora de gás com fluxímetros fechados) é da ordem de  $10^{-2}$  Torr.

O sistema elétrico, responsável pela obtenção da descarga elétrica, é formado por uma fonte de potência de tensão pulsada e por três eletrodos, sendo dois cátodos (cátodo central e cátodo externo, posicionados concentricamente um em relação ao outro) e um ânodo. A fonte de tensão pulsada apresenta um período de pulso de tensão de  $200 \mu\text{s}$  ( $t_{\text{LIG}} + t_{\text{DES}}$ ;  $t_{\text{LIG}}$  = tempo de pulso ligado;  $t_{\text{DES}}$  = tempo de pulso desligado). Os cátodos são ligados ao negativo da fonte. O ânodo, aterrado e ligado ao positivo da fonte, é constituído pela carcaça do reator juntamente com a estrutura de chapas que envolve ambos os cátodos. Esta estrutura tem a finalidade de atuar também como anteparo térmico, refletindo a radiação emitida pelas regiões luminescentes e pelas superfícies aquecidas, exercendo, assim, influência no resultado da medição de temperatura.

O cátodo central foi construído a partir de aço ABNT 1020, para dois diâmetros diferentes de 9,6 e 16,3 mm. Procurou-se manter o espaço radial entre-cátodos constante de

5,8 mm. Deve-se ressaltar que é no cátodo central que são posicionadas as amostras cilíndricas a serem sinterizadas sob o efeito da descarga elétrica de cátodo oco.

Os cátodos externos foram usinados a partir de aço ABNT 310, com diâmetros internos prefixados em 21,2 e 27,9 mm, comprimento de 25,4 mm e parede de 2,0 mm. O acabamento da superfície lateral interna dos cátodos foi obtido por meio de lixamento em torno mecânico, com aplicação sucessiva de lixas 320, 400, 600 e 1000.

Para a obtenção da curva de aquecimento utilizando o cátodo central com diâmetro de 9,6 mm, uma amostra de ferro já sinterizada de  $\varnothing$  9,6 x 10,0 mm foi apoiada sobre o suporte da amostra (apresentando  $\varnothing$  9,6 x 12,0 mm). Em cima desta amostra sinterizada foi colocada uma amostra de sacrifício de aço ABNT 1020, com  $\varnothing$  9,6 x 4,0 mm, com o objetivo de completar o preenchimento do cátodo central em um comprimento no mínimo idêntico ao do cátodo externo (de 25,4 mm). Esta medida foi adotada de modo a garantir uma descarga luminescente anular homogênea, gerando um bombardeamento mais uniforme em toda a superfície lateral do cátodo central, envolvido pelo cátodo externo.

As temperaturas, variando entre 20 e 1300 °C, foram medidas por meio de um termopar convencional chromel-alumel, do tipo K, de diâmetro 1,63 mm (bitola 14 AWG), com proteção metálica de aço ABNT 310 e isolamento cerâmico, posicionado a uma profundidade de 8 mm no interior do suporte das amostras (ver Figura 3). Estes termopares são indicados para a faixa de medição entre 0 e 1260 °C e apresentam como limites de erro  $\pm$  0,75% da temperatura medida (estando de acordo com a norma ASTM E-230/93, segundo o fabricante).

Em função de todo o estudo ter sido realizado com uma fonte de potência sem estabilização de tensão na entrada da mesma, os experimentos foram realizados sujeitos às flutuações de tensão da rede elétrica (flutuações máximas da ordem de 380 V  $\pm$  5% foram observadas). Em decorrência deste fato, o que dificultou a obtenção de uma condição de regime térmico optou-se por estabelecer como condição de equilíbrio, taxas de aquecimento iguais ou inferiores a 2,0 °C/min.

As curvas de aquecimento foram obtidas para um espaço radial entre-cátodos “a” de 5,8 mm, pressão de 3 Torr e tensão de pico de pulso da fonte ( $V_p$ ) de  $460 \pm 15$  V. A potência fornecida ao processo foi controlada pelo tempo de pulso ligado ( $t_{LIG}$ ). Foram utilizados, para um período de 200  $\mu$ s, tempos variando entre 8 e 180  $\mu$ s, de acordo com os indicados nos resultados. Deve-se enfatizar, ainda, que ambos os cátodos foram submetidos a uma mesma diferença de potencial, através de uma ligação elétrica em paralelo. Todas as curvas de aquecimento foram obtidas com fluxo de 2 cm<sup>3</sup>/s, na mistura gasosa de 80% Ar + 20% H<sub>2</sub> (com pureza de 99,999%). Esta mistura otimiza o efeito de aquecimento de componentes ferrosos, pelo bombardeamento iônico, em uma descarga elétrica linear (Muzart et al., 1997).

Para a realização do estudo comparativo de aquecimento foi construído um cátodo central com  $\varnothing$  16,3 mm e utilizado um cátodo externo com  $\varnothing$  27,9 mm. Este novo cátodo foi projetado também para verificar a variação da temperatura ao longo do cátodo central, junto à região efetivamente exposta à DECO. Neste caso foram utilizados três termopares posicionados à diferentes alturas de 9, 16 e 23 mm (T2, T3 e T4, respectivamente), equidistantes do termopar central (T1) conforme a representação da Figura 3a. Na Figura 3b é apresentada para fins comparativos a condição usual de estudo utilizada no presente trabalho para espaço a = 5,8 mm, com um único termopar (termopar de referência, T<sub>R</sub>).

O procedimento de limpeza do reator após abertura do mesmo para a montagem dos cátodos foi dividido em três etapas, previamente à determinação das curvas de aquecimento: a) limpeza dos cátodos, dos componentes cerâmicos refratários/isolantes e das amostras de ferro em éter de petróleo sob ultra-som durante 15 minutos; b) obtenção de vácuo limite de  $10^{-2}$  Torr, com lavagens (no mínimo duas) sob fluxo de argônio e hidrogênio; e c) pré-descarga, em alto fluxo, com aquecimento do cátodo central à temperaturas de 950 °C antecedendo à obtenção das medidas com cátodo externo.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 2 são apresentadas as curvas de aquecimento para duas condições de processamento (aquecimentos sem cátodo externo e para  $a = 5,8$  mm), em função do  $t_{LIG}$ , para o cátodo central com diâmetro de 9,6 mm (condição usual utilizada para os estudos de sinterização, de acordo com Brunatto et al., 1999).

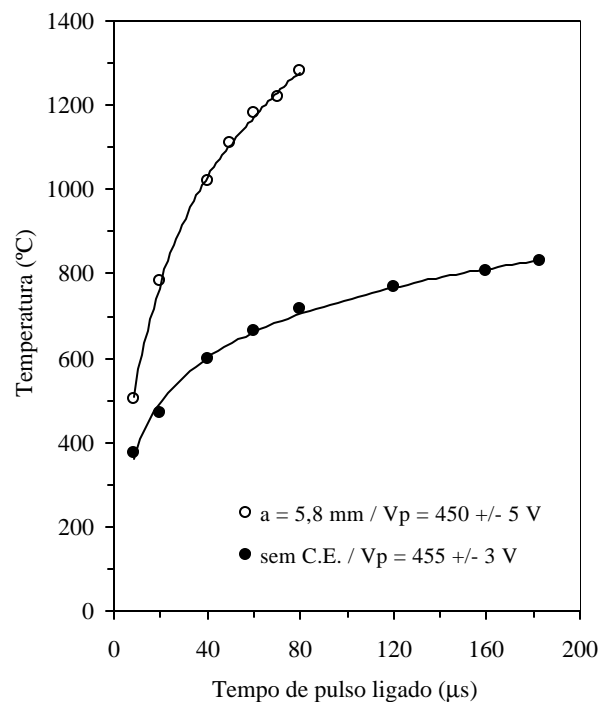


Figura 2 - Curvas de aquecimento em função do  $t_{LIG}$ , para o cátodo central apresentando diâmetro de 9,6mm, para duas condições distintas: a) com cátodo externo e b) sem cátodo externo (C.E.).

Estes resultados são representativos da condição considerada ideal para o aquecimento em descarga elétrica de cátodo oco de compactados de ferro apresentando diâmetro de 9,5 mm, a qual ocorre para um espaço radial entre-cátodos de  $a = 5,8$  mm, uma vez que temperaturas elevadas ( $T > 1000$  °C) são obtidas para  $t_{LIG}$  intermediários da ordem de 40 μs, para a pressão e voltagem utilizadas (Brunatto et al., 1999). A título de curiosidade, são também apresentadas nesta figura as temperaturas obtidas em descarga linear, em função do  $t_{LIG}$ , com ausência do cátodo externo, porém com as demais condições idênticas às utilizadas quando do processamento com o cátodo externo. As diferenças de temperaturas observadas ao longo das duas curvas dão um indicativo do ganho de aquecimento causado pelo efeito de cátodo oco, quando do processamento do cátodo central sob efeito da descarga elétrica.

Na Figura 3 são apresentadas duas situações distintas de aquecimento, onde procurou-se variar o diâmetro do cátodo central mantendo-se constante o espaço-a ( $a = 5,8$  mm) e a potência ou “input” de energia fornecida pela fonte -neste caso, o “input” é dado em função da  $V_p$  e do  $t_{LIG}$ , necessário para aquecer o cátodo central, desconsiderando-se a corrente total efetiva observada no processo-. Os pontos da curva de aquecimento apresentada na parte inferior da Figura 3a são resultados da média e desvio de três aquecimentos distintos. A condição de equilíbrio térmico ao longo de toda a amostra (cátodo central) foi especificada para variações de temperaturas máximas da ordem de  $1$  °C/min, medidas para cada termopar, a uma dada condição de aquecimento. As barras de erro indicadas junto aos grupos de medidas representam os desvios médios, sendo válidas para os quatro termopares.

A análise dos resultados da Figura 3a permite evidenciar uma tendência de aquecimento mais efetivo junto à superfície do cátodo central, uma vez que as menores temperaturas são verificadas no termopar central (T1). Para  $t_{LIG} = 50$   $\mu$ s, mediu-se uma temperatura da ordem de  $1184$  °C. Esta menor temperatura pode ser influenciada pela fuga de calor promovida junto a base da peça, não exposta ao plasma e isolada deste pela estrutura de sustentação dos componentes que compõem o cátodo em questão. As medidas obtidas com o termopar T4 ( $1214$  °C, para  $t_{LIG} = 50$   $\mu$ s) apresentando temperaturas ligeiramente maiores podem ser explicadas pela exposição ao plasma do topo do cátodo central, aumentando o fluxo líquido de espécies bombardeando a região indicada. Considerando-se os limites de erro dos termopares utilizados (de  $\pm 0,75\%$  da temperatura medida,  $\pm 9$  °C para  $1200$  °C, por exemplo) pode-se evidenciar temperaturas similares para os termopares T2 e T3 ( $1201$  e  $1206$  °C, respectivamente, para  $t_{LIG} = 50$   $\mu$ s), indicando assim uma região de menor variação de temperatura ao longo do eixo longitudinal do cátodo central. Deve-se frisar que esta região corresponde àquela em que se procurou posicionar as amostras de ferro para a realização do estudo de sinterização, de acordo com Brunatto et al., 1999.

Por fim, pode-se observar comparativamente que para condições similares de aquecimento, o cátodo de maior diâmetro (Figura 3a), diferentemente do que poder-se-ia supor, aqueceu à temperaturas maiores que o cátodo de diâmetro menor (Figura 3b, correspondente à condição usual). Para  $t_{LIG} = 50$   $\mu$ s, as temperaturas médias foram de  $1200$  °C ( $j = 24,5$  mA/cm<sup>2</sup>, para uma área de  $13,07$  cm<sup>2</sup>) e de  $1110$  °C ( $j = 20,8$  mA/cm<sup>2</sup>, para uma área de  $7,84$  cm<sup>2</sup>), respectivamente. Este fato pode ser explicado através da comparação das correntes medidas junto ao cátodo central ( $I_{CC}$ ) e ao cátodo externo ( $I_{CE}$ ), para ambas as situações estudadas. A razão entre as correntes  $I_{CC}/I_{CE}$  foi de  $0,71$  ( $320$  mA /  $450$  mA) para os cátodos de maiores diâmetros (Figura 3a) e de  $0,52$  ( $163$  mA /  $313$  mA) para os de menores diâmetros (Figura 3b), na condição analisada.

Para o caso estudado na Figura 3a, pode-se dizer que o aumento da área exposta à descarga elétrica é responsável pelas maiores temperaturas medidas neste conjunto de cátodos. Isto deve-se ao fato de que o aumento da área catódica leva a um incremento da corrente total e, conseqüentemente, da ionização da descarga. Fica deste modo caracterizado que o aumento do volume de material a ser aquecido no cátodo central não compromete de forma significativa a eficácia do aquecimento do mesmo, considerando-se os demais parâmetros da descarga elétrica idênticos.

Deve-se ressaltar, por fim, a necessidade de otimização da geometria e do posicionamento dos componentes a serem aquecidos pelo plasma, afim de reduzir, a um mínimo, a ocorrência de gradientes de temperaturas ao longo do cátodo central.

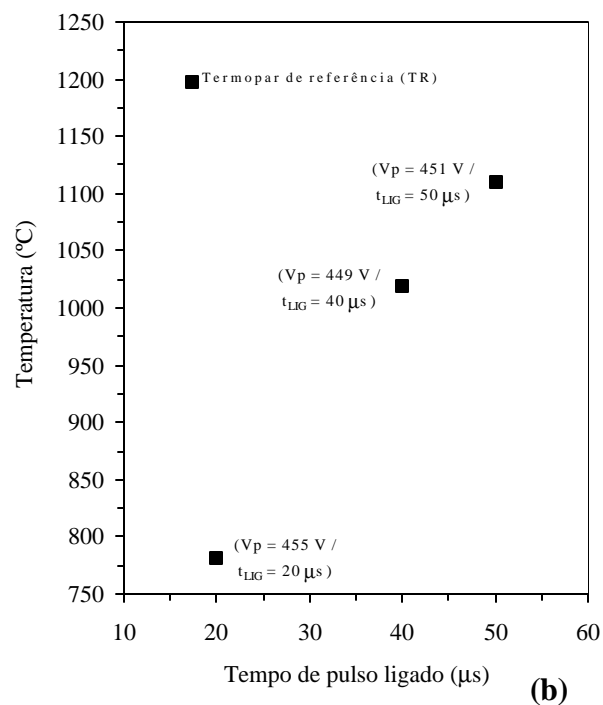
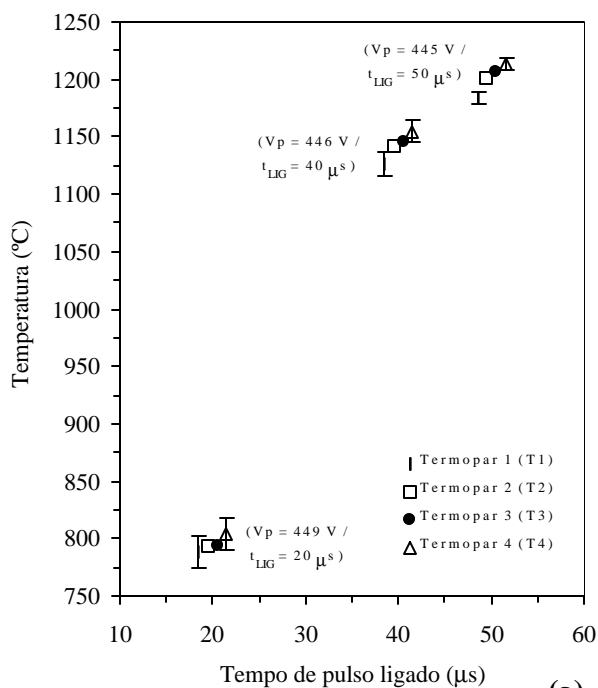
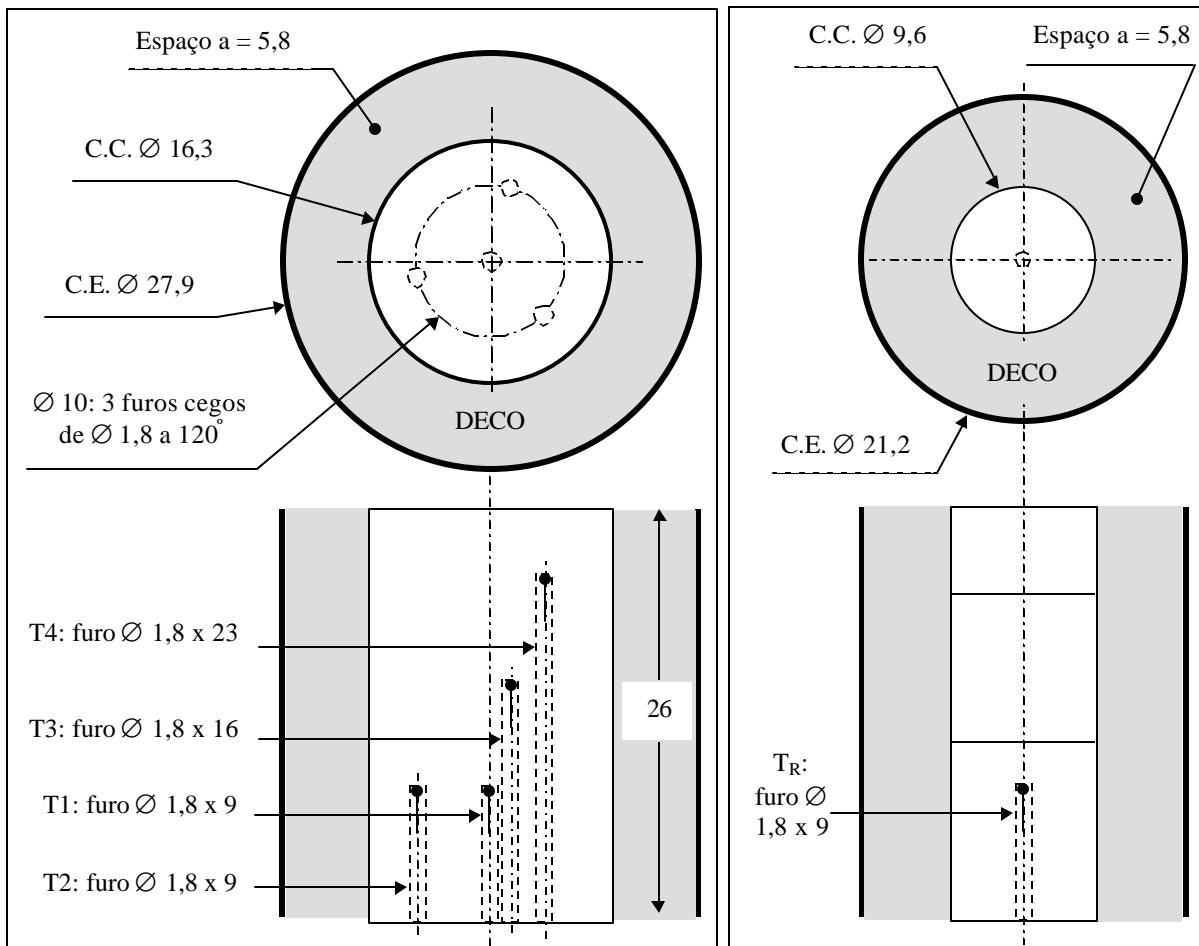


Figura 3 - Estudo comparativo do aquecimento para dois diâmetros diferentes do cátodo central, mantendo-se constante o espaço radial entre-cátodos de 5,8 mm: **(a)** cátodo central com  $\varnothing 16,3$  mm; e **(b)** cátodo central com  $\varnothing 9,6$  mm.

#### 4. CONCLUSÕES

Neste trabalho procurou-se determinar como o aumento de volume de material a ser processado influi no aquecimento do cátodo central, no processo de sinterização de ferro em descarga elétrica de cátodo oco. Constatou-se que este aumento de volume não compromete a eficácia do aquecimento do mesmo. Foi evidenciada também a necessidade de se otimizar a geometria e o posicionamento dos componentes a serem aquecidos, afim de diminuir a ocorrência de gradientes de temperaturas, ao longo do cátodo central.

#### REFERÊNCIAS

- Benda M., Vlcek J., Cibulka V. and Musil J., 1997, Plasma nitriding combined with a hollow cathode discharge sputtering at high pressures, J. Vac. Sci. Technol. A, vol. 15, n. 5, pp. 2636-2643.
- Bengisu, M. and Inal, O. T., 1994, Sintering of MgO and MgO-TiC ceramics by plasma, microwave and conventional heating, Journal of Materials Science, vol. 29, pp. 5475-5480.
- Brunatto S. F., Kühn I. and Muzart J. L. R., 1998, Hollow cathode discharge as an alternative technology for sintering metallic products, Acta Microscopica, vol. 7A, pp.93-96.
- Brunatto S. F., Kühn I. and Muzart J. L. R., 1999, Sinterização de ferro em descarga elétrica de cátodo oco: Caracterização do processo de aquecimento, Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, vol. 18, n. 2, pp.31-39.
- Chapman B., 1980, Glow Discharge Processes, John Wiley & Sons, New York.
- v. Engel A., 1994, Ionized Gases, American Institute of Physics, New York.
- Muzart, J. L. R., Batista, V. J., Franco, C. V. and Klein, A. N., 1997, Plasma sintering of AISI 316L stainless steel: the influence of the processing cycle on the sample density, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, vol. 3, pp. 77-84.
- Simon, C., Heuraux, S., Michel, H., et al., 1991, Materials effect of titanium and titanium alloys on hollow cathode discharge characteristics, J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 24, pp. 672-676.
- Terakado, K., et al., 1996, Simultaneous plasma treatment for carburising and carbonitriding using hollow cathode discharge, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27A, pp.401-405.
- Timanyuk V. A., Tkachenko V. M., 1989, Study of a glow discharge in an annular cathode cavity, Sov. Phys. Tech. Phys., vol. 34, n. 7, pp. 832-834.

#### COMPARATIVE STUDY OF HEATING IN HOLLOW CATHODE ELECTRIC DISCHARGE TO CENTRAL CATHODE WITH DIFFERENT DIAMETERS: AN APPLICATION IN IRON COMPACTS SINTERING

**Abstract.** *It was verified recently the possibility of utilizing the characteristic effects of a hollow cathode discharge, type annular abnormal glow discharge, to sintering pure iron compacts and, simultaneously, to promote a surface enrichment with alloy elements sputtered from an external cathode. To improve knowledge about this sintering process, it was verified the necessity of understanding how the increase in the material volume to be processed influence in the central cathode (or sample) heating, to a determined discharge condition. The objective of this work is presenting a comparative study of the heating for two different central cathode diameters (9.6 and 16.3 mm), keeping constant the inter-cathode radial space*



(5.8 mm). To achieve the heating curves as a function of pulse time switched on of the power source, the discharge parameters utilized were 3 Torr pressure, 460 V voltage, 200  $\mu$ s pulse period, 80% Ar + 20% H<sub>2</sub> gas mixture and 2 cm<sup>3</sup>/s gas flow. The temperature measures varying between 20 and 1300 °C were obtained by means of a chromel-alumel thermocouple, K type, strategically placed in the inner of the samples support (or central cathode).

**Keywords:** Hollow cathode discharge, plasma heating, plasma sintering.