

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE PROCESSO SOBRE A COMPOSIÇÃO E O ACABAMENTO SUPERFICIAL DE AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

Silvio F. Brunatto <brunatto@demec.ufpr.br>

Doutorando em Engenharia Mecânica na UFSC - Florianópolis, SC, Brasil

Professor do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPR

Centro Politécnico Cx. P. 19011 - 81531-990 - Curitiba, PR, Brasil

Ingeborg Kühn <ingeborg@emc.ufsc.br>

Joel L. R. Muzart <muzart@materiais.ufsc.br>

Professores do Departamento de Engenharia Mecânica da UFSC

Campus Universitário - Trindade Cx. P. 476 - 88040-900 - Florianópolis, SC, Brasil

Resumo. No presente trabalho procurou-se estudar a influência do tempo de tratamento sobre o processo de sinterização de ferro, com enriquecimento superficial de elementos de liga (Cr e Ni), em descarga elétrica de cátodo oco. Amostras cilíndricas de pó de ferro foram compactadas com diâmetro de 9,5 mm e densidade a verde de $7,0 \pm 0,1 \text{ g/cm}^3$. A amostra, constituindo-se no cátodo central, foi posicionada concentricamente no interior de um cátodo externo usinado de um tubo de aço ABNT 310 (em átomos: 24,5% Cr, 16,2% Ni, 1,5% Mn, 1,5% Si, traços de carbono, balanço em Fe), resultando em um espaço radial entre-cátodos de 5,8 mm. As sinterizações foram realizadas a 1150°C , para os tempos de 1/2, 1, 2 e 4 horas. Para tanto, utilizou-se um fluxo de $5 \text{ cm}^3/\text{s}$, em mistura gasosa de 80% Ar + 20% H_2 (ultrapuros) e pressão de 3 Torr. A descarga elétrica foi gerada usando-se uma fonte de potência de tensão pulsada, com período de 200 μs . Dois aspectos distintos foram observados: o tempo apresenta papel importante no acabamento superficial da amostra, o que se reflete no aumento da rugosidade para tempos maiores, devido ao mecanismo de “sputtering”; e influencia de forma moderada a quantidade de átomos de elementos de liga depositados e difundidos na superfície da amostra. A caracterização por análise em microsonda evidenciou na superfície das amostras a presença de cromo (até 3,5%) e de níquel (até 3,0%, em átomos). Este enriquecimento superficial é atribuído ao mecanismo de “sputtering” dos elementos de liga provenientes do cátodo externo, deposição e conseqüente difusão destes elementos na amostra.

Palavras-chave: Descarga elétrica de cátodo oco, Sinterização por plasma, Deposição superficial, Enriquecimento superficial de ferro com elementos de liga, “Sputtering”

1. INTRODUÇÃO

O processamento de materiais utilizando a tecnologia de plasma vem apresentando um

destaque cada vez maior tanto a nível científico quanto tecnológico. Isto decorre principalmente pela capacidade quase ilimitada em se poder variar as microestruturas, composições e condições de processamento dos materiais, o que resulta em uma larga gama de diferentes métodos (Hirvonen, et al., 1996).

No Brasil, o uso da tecnologia de plasma para o processamento de materiais sinterizados tem sido estudado, de modo pioneiro, pelo Grupo de Plasma do Laboratório de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, com o desenvolvimento do processo de Sinterização por Plasma (Muzart, 1997). Um dos argumentos favoráveis a este processo é a obtenção de atmosferas de maior pureza, decorrente do processamento à baixa pressão.

Um fenômeno das descargas elétricas em regime anormal (Chapman, 1980), há muito conhecido, é o efeito de cátodo oco (v. Engel, 1994 - Hashiguchi & Hasikuni, 1987), onde o confinamento geométrico do plasma tende a concentrar as reações de ionização, elevando a densidade de corrente e, conseqüentemente, as temperaturas do gás e do(s) cátodo(s) a níveis significativos (Terakado et al., 1996). Nestas condições, pode-se esperar também um incremento do mecanismo de pulverização catódica ou “sputtering” (Benda, 1997), que consiste no arrancamento de átomos metálicos devido ao bombardeamento pelas espécies do plasma. Este efeito está representado na Figura 1, de forma esquemática.

Pode-se observar nesta figura o movimento que um elétron secundário realiza, ao longo da descarga, ao ser arrancado pelo bombardeamento do cátodo por um íon positivo. Como o potencial negativo das bainhas age no sentido de repelir o elétron, este é fortemente acelerado em direção a região luminescente fazendo um movimento oscilatório entre as bainhas opostas. Somente após ter perdido a maior parte de sua energia cinética, em função das colisões de ionização e de excitação, o elétron se dirige para o ânodo por difusão. Este efeito, caracterizado pelo aprisionamento dos elétrons de alta energia entre as paredes dos cátodos, levando ao incremento da ionização e excitação das espécies do plasma distingue basicamente a descarga elétrica de cátodo oco de uma descarga elétrica simples (linear).

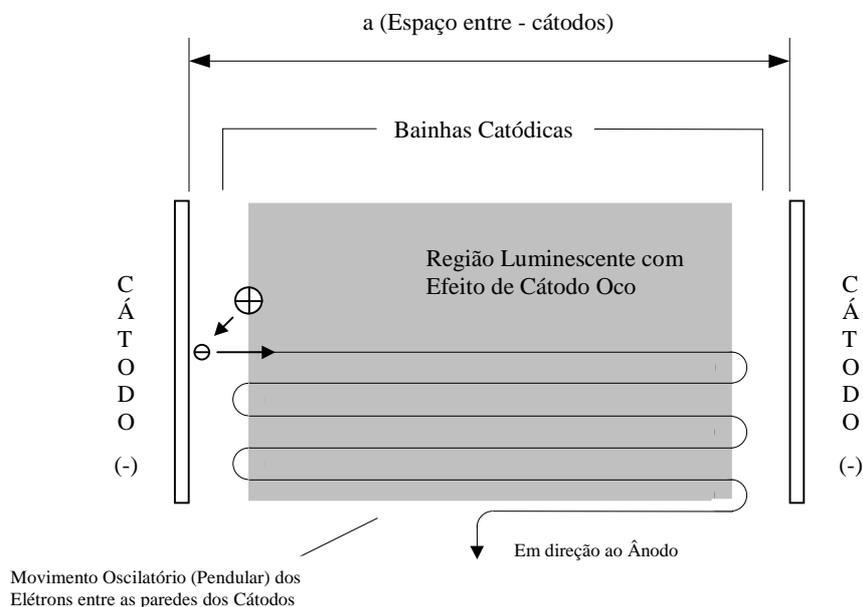


Figura 1- Representação esquemática (em um corte parcial) do efeito de cátodo oco para dois cilindros concêntricos e independentes. Representação válida também para cátodos planos.

Na prática, considerando as diversas geometrias e arranjos possíveis, o efeito de cátodo oco é verificado para produtos a.p (a = espaço entre – cátodos e p = pressão) variando entre

0,375 e 3,75 cm.Torr, sendo que descargas homogêneas têm sido mantidas com sucesso para comprimentos superiores a 1200 mm (Koch, H., et al., 1991). Para gases monoatômicos, a faixa para a qual o efeito de cátodo oco é verificado pode ser alargada para até 10 cm.Torr.

Em função das características da descarga elétrica de cátodo oco, vislumbrou-se a possibilidade de estudo de um processo de fabricação alternativo. Através do posicionamento concêntrico de um compactado de ferro no interior de um cátodo oco cilíndrico (externo), e sob ação de uma descarga luminescente anular (Timanyuk & Tkachenko, 1989), foi possível realizar em uma única planta de processamento a sinterização com alteração da composição química superficial do compactado. O cátodo externo, atuando como fonte de elementos de liga para a descarga elétrica, foi confeccionado a partir de tubos de aço ABNT 310, que apresenta quantidades significativas de cromo e de níquel.

O presente trabalho tem por objetivo apresentar os resultados obtidos no estudo da influência do tempo de tratamento sobre as características superficiais de amostras de ferro, sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco. Ênfase foi dada aos fenômenos relacionados ao “sputtering” de átomos metálicos, tanto no cátodo externo como no compactado situado no centro da descarga elétrica. Procurou-se enfatizar a viabilidade de se realizar um tratamento de sinterização de compactados de ferro associado a um enriquecimento superficial com elementos de liga. Dois aspectos distintos foram analisados: a influência do tempo de processamento sobre o acabamento superficial e sobre a quantidade de átomos de elementos de liga substitucionais depositados e difundidos na superfície da amostra.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Na Figura 2 encontra-se representado de forma esquemática o aparato experimental construído para o desenvolvimento deste estudo. Selecionou-se o ferro puro como material para processamento no cátodo central, uma vez que o mesmo possui considerável solubilidade para muitos elementos e apresenta um enorme campo de aplicação na metalurgia. A escolha do aço ABNT 310 (em átomos: 24,50% Cr, 16,20% Ni, 1,50% Mn, 1,50% Si, traços de C, balanço em Fe) como material do cátodo externo visou garantir a presença de elementos de liga em grande quantidade, disponibilidade de fornecimento e facilidade para a manufatura dos cátodos. No estudo deste processo, o cátodo externo atua como confinador geométrico do plasma além de servir como alvo ou fonte de elementos de liga para a descarga elétrica, através do mecanismo de “sputtering”.

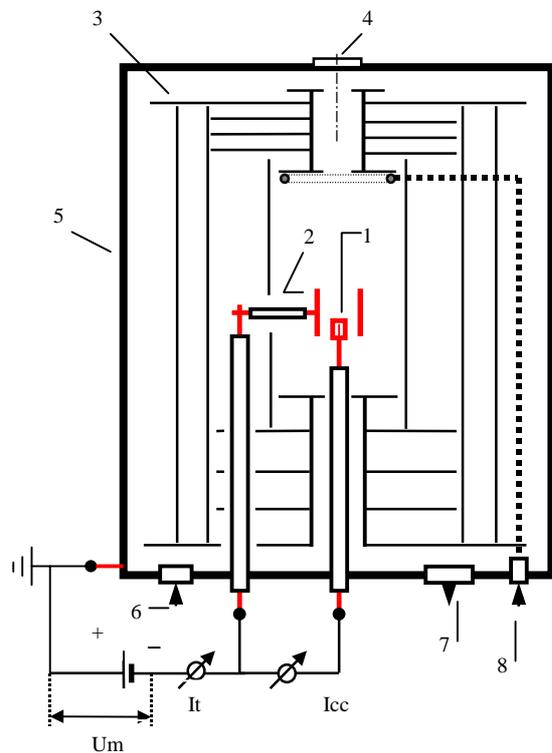
Na concepção do projeto do reator procurou-se garantir a possibilidade de uma montagem independente entre os cátodos central e externo, com ausência de contato elétrico, a fim de se poder medir individualmente as correntes elétricas em cada um dos cátodos.

O sistema elétrico (figura 2) é formado por três eletrodos, sendo dois cátodos e um ânodo. O ânodo, aterrado e ligado ao positivo da fonte, é constituído pela carcaça do reator juntamente com a estrutura de chapas (anteparos térmicos) que envolve ambos os cátodos. A fonte utilizada é de tensão pulsada apresentando um período de pulso de tensão de 200 μ s (tempo de pulso ligado + tempo de pulso desligado). A potência fornecida ao processo foi controlada pelo tempo de pulso ligado.

Os detalhes construtivos de ambos os cátodos (o externo e o central no qual se posiciona a amostra a ser sinterizada), procurando garantir uma descarga luminescente anular homogênea, estão devidamente explicados em trabalho anteriores (Brunatto et al., 1998).

Em função do estudo ter sido realizado com uma fonte de potência sem estabilização de tensão na entrada da mesma, os experimentos ficaram sujeitos às flutuações de tensão da rede elétrica (flutuações máximas da ordem de 380 V \pm 5% foram observadas). Entre a fonte de potência e o reator de sinterização foi posicionada uma resistência de carga em série com a finalidade de eliminar os riscos de entrada da descarga em regime de arco. É importante ressaltar que esta resistência controla basicamente a tensão de pico efetivamente fornecida aos

cátodos. Os cátodos foram submetidos a uma mesma diferença de potencial, através de uma ligação elétrica em paralelo.



- 1- Suporte da amostra (cátodo central) \varnothing 9,7 x 12 mm, com termopar cromel-alumel, tipo K;
- 2- Cátodo externo cilíndrico (oco) \varnothing 21,3 x 25,4 mm. Centro posicionado a 190 mm da base;
- 3- Anteparos térmicos constituídos de chapas de aço inoxidável planas e cilíndricas (ânodo). O primeiro anteparo cilíndrico envolvendo os cátodos apresenta \varnothing 105 x 205 x 1 mm;
- 4- Janela para observação;
- 5- Carcaça do reator: \varnothing 350 x 380 mm, em aço inoxidável ABNT 316 (aterrada, constituindo-se no ânodo);
- 6- Tomada para medida de pressão da câmara de processamento: Baratron, faixa de 0-10 Torr;
- 7- Saída para a bomba de vácuo;
- 8- Entrada de alimentação da mistura gasosa. Conductor e distribuidor de gás tubular de \varnothing 9,5 mm, com bocal apresentando \varnothing 80 mm e 10 furos de \varnothing 1,0 mm equidistantes e posicionado a uma altura de 300 mm da base do reator;

Um = medição da tensão média;
 Icc = medição da corrente no cátodo central;
 It = medição da corrente total.

Observar do exterior para o centro: região luminescente linear, cátodo externo cilíndrico (oco), região luminescente anular (efeito de cátodo oco) e cátodo central (ambos os cátodos sob um mesmo potencial).

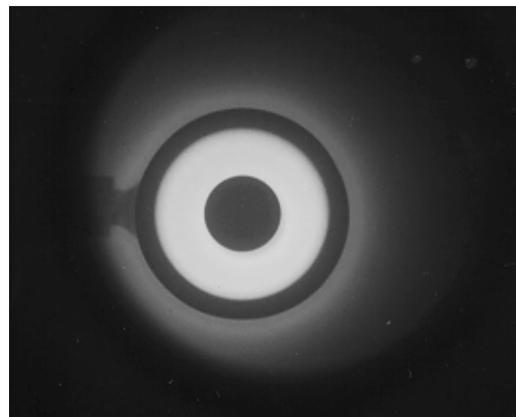


Figura 2- Representação esquemática do aparato experimental utilizado neste trabalho (parte superior da figura) e fotografia da planta durante o processamento (parte inferior).

O procedimento de limpeza do reator após abertura do mesmo para a montagem experimental dos cátodos, foi dividido em duas etapas:

- limpeza dos cátodos, dos componentes refratários e das amostras de ferro, em éter de petróleo sob ultra-som durante 15 minutos;
- obtenção de vácuo limite de 10^{-2} Torr, com lavagens (no mínimo duas) sob fluxo de argônio e hidrogênio (gases com pureza de 99,999%);

Com o objetivo de realizar o processo de sinterização em descarga elétrica de cátodo oco, amostras cilíndricas de ferro (pó Ancorsteel 1000C) foram compactadas com \varnothing 9,5 x 10,0 \pm

0,5 mm e densidade a verde de $7,00 \pm 0,10 \text{ g/cm}^3$, sem estearato de zinco. As sinterizações foram realizadas para tempos de ½, 1, 2 e 4 horas, a 1150°C , com fluxo de $5 \text{ cm}^3/\text{s}$, na mistura gasosa de 80% Ar + 20% H_2 . Como parâmetros de processo foram utilizados um espaço radial entre-cátodos de 5.8 mm e pressão de 3 Torr. A tensão de pico de pulso na saída da fonte variou entre $565 \pm 8 \text{ V}$.

O procedimento adotado no tratamento sinterização do compactado de ferro foi dividido em quatro etapas:

- realização de pré - descarga a 450°C , durante 30 minutos, na pressão de 1 Torr, com a resistência de carga ajustada em 100Ω ;
- novo ajuste da pressão para 3 Torr e da resistência de carga para 50Ω , com um aquecimento até o patamar de sinterização a uma taxa de $25 \pm 5^\circ \text{C} / \text{min}$;
- sinterização a 1150°C com a resistência de carga a 50Ω ; e
- resfriamento realizado sob fluxo, na mistura gasosa de tratamento.

A caracterização das amostras sinterizadas e do cátodo externo foi feita por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura e por análise em Microsonda de Energia Dispersiva de Raio-X, sem o uso de padrões químicos específicos. Toda a caracterização foi direcionada na superfície lateral das amostras cilíndricas e superfície lateral interna dos cátodos externos. Procurou-se observar os aspectos relacionados à morfologia do relevo e alteração da composição química das superfícies efetivamente expostas ao bombardeamento iônico. Foram obtidos os perfis de concentração de cromo e de níquel ao longo da seção transversal de cada amostra, preparadas por meio de procedimento metalográfico convencional.

Com relação à determinação dos pontos de composição dos perfis, foi utilizado um aumento de 1500x e uma área de varredura do feixe de elétrons de $5 \times 40 \mu\text{m}$. As análises foram realizadas de 5 em $5 \mu\text{m}$. Nos gráficos de perfis as medidas estão indicadas como valores médios pontuais (a $2,5 \mu\text{m}$) referentes à cada faixa analisada. Foram também calculadas por integração as áreas sob as curvas aproximadas de todos os perfis, no sentido de determinar efetivamente a influência do tempo de processo sobre a quantidade de elementos de liga depositada e difundida para o interior do material.

Para a determinação da composição química na superfície das amostras o aumento utilizado foi de 100X e a área de varredura do feixe de elétrons da ordem de $700 \times 900 \mu\text{m}$. Os valores obtidos para o enriquecimento superficial são resultados da média e desvio padrão de um total de 9 análises, realizadas em 3 geratrizes da amostra cilíndrica distanciadas de 120° , para as alturas de 2, 5 e 8 mm.

Por fim, foi determinada a perda de massa de cada uma das amostras, através da comparação das medidas de massa realizadas antes e após a sinterização. Para tanto foi utilizada uma balança eletrônica com quatro casas decimais.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 3 tem-se representado o gráfico comparativo dos valores médios das variáveis de processamento em função do tempo de sinterização, relativos aos 20 minutos finais no patamar de 1150°C . Os dados indicam uma boa repetibilidade para as correntes em ambos os cátodos. A densidade de corrente para manter a temperatura das amostras a 1150°C foi de aproximadamente 21 mA/cm^2 (área lateral do cátodo central, onde foram medidas as respectivas temperaturas, igual a $7,6 \text{ cm}^2$). Uma pequena diferença pode ser observada na tensão média efetiva e no tempo de pulso ligado. Constatou-se que a potência fornecida ao sistema tende a diminuir com o aumento do tempo de processamento. Para tempos longos é possível que esteja ocorrendo uma limpeza da atmosfera mais eficiente, uma vez que no início

do processo os componentes metálicos tendem a liberar átomos de oxigênio na descarga elétrica. A liberação de oxigênio é devido aos mecanismos de redução promovidos pela presença de hidrogênio e pelo “sputtering” preferencial de átomos leves à medida que os cátodos são aquecidos. Como o processo se desenvolve com a contínua renovação das espécies, devido ao fluxo de mistura gasosa, o aumento do tempo permite uma limpeza mais efetiva da descarga. Por sua vez, a presença de oxigênio na descarga tende promover um efeito de diminuição da temperatura (Maliska, et al., 1997), dado que o mesmo é um receptor de elétrons e formador de íons negativos. Neste caso pode-se prever uma diminuição da densidade eletrônica e da ionização da descarga, sendo necessário uma potência mais elevada para manter a temperatura da amostra, o que é evidenciado para tempos curtos de sinterização.

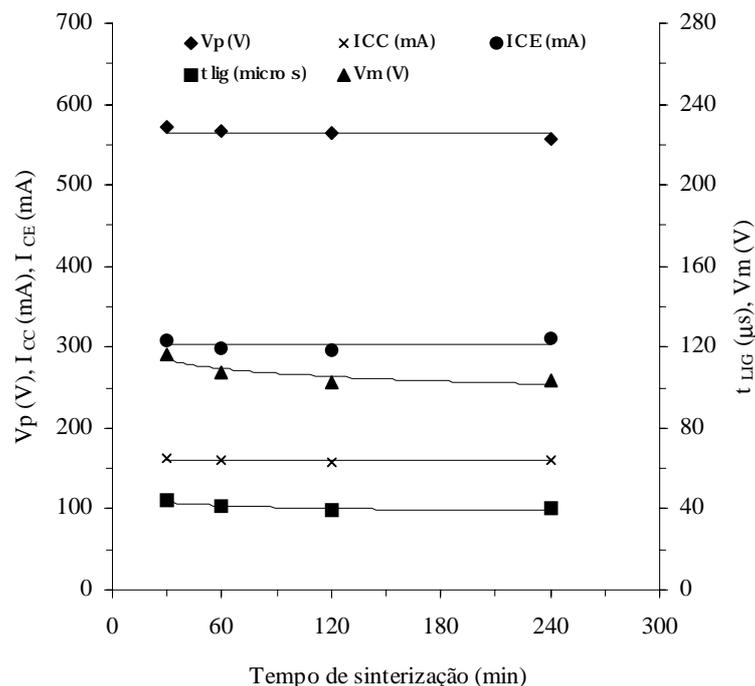


Figura 3- Gráfico comparativo dos valores médios das variáveis de processamento (relativos aos 20 minutos finais no patamar a 1150 °C), para tempos de sinterização de ½, 1, 2 e 4 horas em descarga elétrica de cátodo oco (V_p = tensão de pico de pulso na saída da fonte de potência, I_{CC} = corrente no cátodo central, I_{CE} = corrente no cátodo externo, t_{LIG} = tempo de pulso ligado, V_m = tensão média efetiva aplicada nos eletrodos).

Na Figura 4 são apresentados os resultados da análise química obtidos por microsonda para a amostra processada por 2 horas. A comparação dos espectros indica um enriquecimento de cromo (3,22% em átomos ou 3,00% em peso) e de níquel (2,54% em átomos ou 2,68% em peso) na superfície da amostra de ferro sinterizada (Figuras 4a e 4b, respectivamente). Na Figura 4c são apresentados os perfis de concentração de cromo e níquel, com as respectivas áreas calculadas sob as curvas indicadas. Em todas as amostras foi verificada a difusão do cromo para profundidades maiores que a do níquel. Este fato deve-se provavelmente a maior quantidade de cromo presente na descarga, o que está de acordo com a composição do material do cátodo externo. Os cálculos das áreas (Figura 4c) indicam de forma aproximada a quantidade de átomos de cromo (49,44 % at. x μm) e de níquel (26,01 % at. x μm) depositados e difundidos na amostra.

Na figura 5(a) pode-se observar a evolução da concentração superficial de cromo e níquel

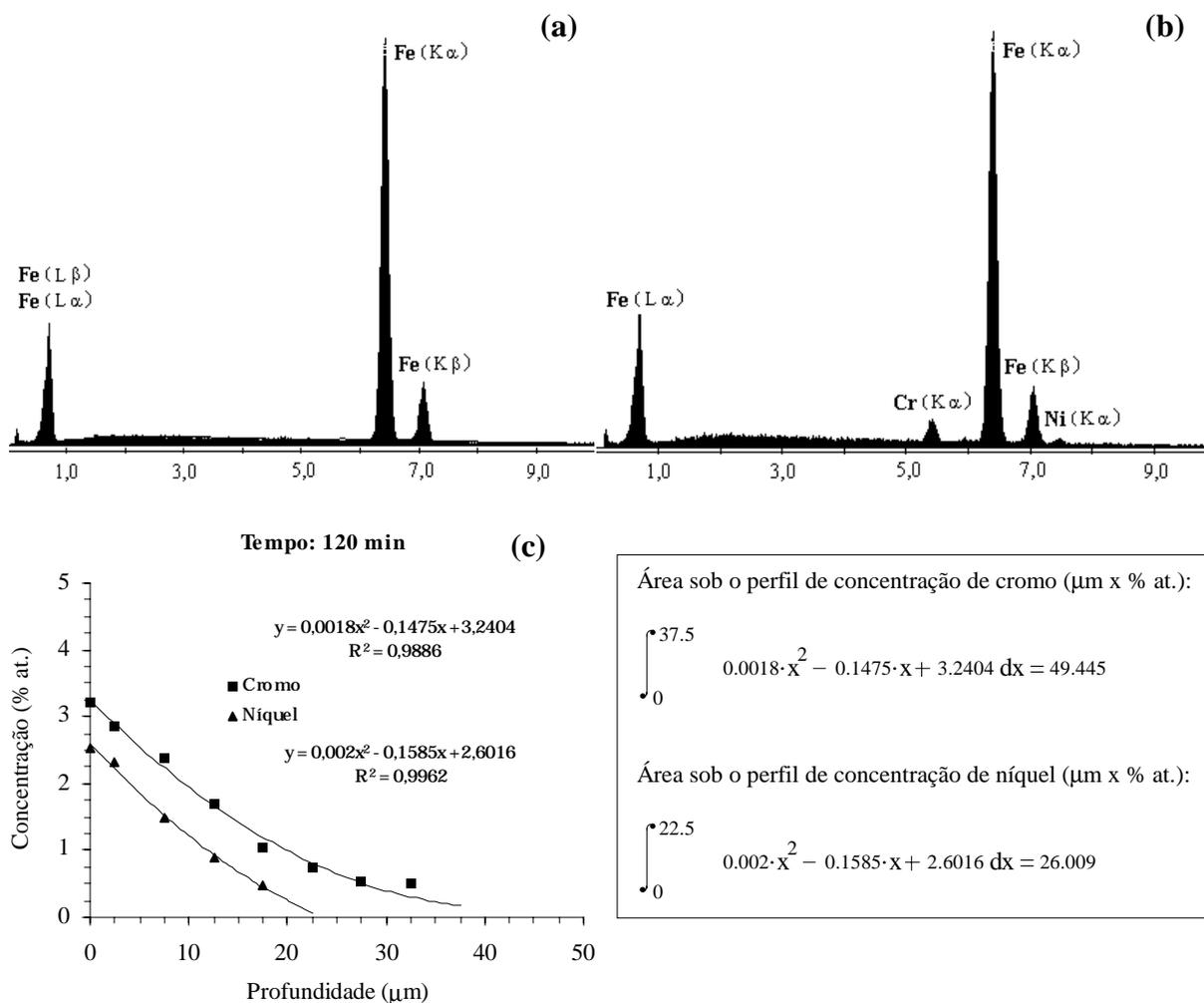


Figura 4- Resultados da análise química obtidos por microsonda para a amostra processada por 2 horas: composição da superfície lateral no estado compactado (a); composição da superfície lateral na condição sinterizada (b) e perfis de concentração de cromo e níquel, com as respectivas áreas calculadas sob as curvas indicadas (c).

em função do tempo de sinterização. Pode-se observar uma tendência de enriquecimento superficial máximo ocorrendo para tempos entre 1 e 2 horas para ambos os elementos de liga. Na Figura 5(b) é apresentada a evolução da quantidade de cromo e níquel depositada e difundida para dentro das amostras de ferro, representada pela área sob a curva do perfil de concentração. Fica evidenciado que para longos tempos o sistema atinge uma possível saturação. O contínuo bombardeamento superficial tende a arrancar os átomos recém depositados, além dos átomos de ferro da amostra, impedindo o crescimento do gradiente de concentração de elementos de liga. Por fim, a análise das Figuras 5(c) e 5(d) permite evidenciar que a fonte de elementos de liga para a descarga elétrica de cátodo oco, constituída pela superfície lateral interna do cátodo externo, sofre contínua alteração composicional em função do tempo de sinterização, para a condição de pressão de 3 Torr, adotada neste trabalho Enquanto a superfície externa continua praticamente inalterada com a composição original da liga (aço ABNT 310), a interna passa a apresentar quantidades de ferro e de argônio cada vez maiores à medida em que se aumenta o tempo de sinterização. A título de exemplo, para 4 horas de sinterização a composição da superfície lateral interna mudou de 24,50% Cr, 16,20% Ni, 1,50% Mn, 1,50% Si e balanço em Fe para 12,61% Cr, 3,78% Ni, 2,05% Ar e balanço em Fe. Isto decorre do intenso “sputtering” a que está também submetida a amostra de ferro, o

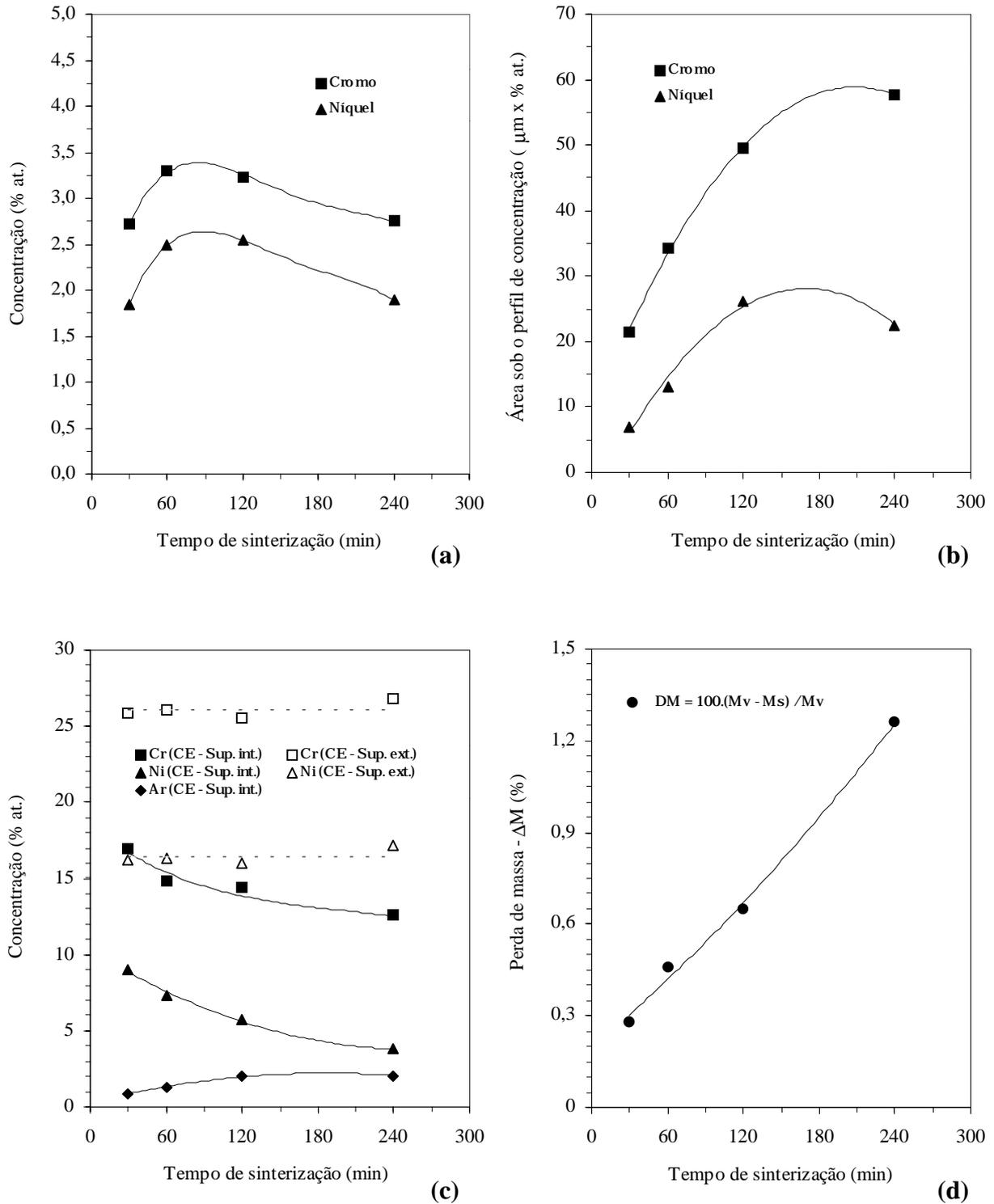


Figura 5- Quadro de resultados de todas as medidas e análises realizadas no presente trabalho, para tempos de sinterização de ½, 1, 2 e 4 horas: concentração de cromo e níquel na superfície lateral das amostras de ferro (a), área sob o perfil de concentração de cromo e de níquel, que indica a quantidade de cada elemento depositado e difundido na amostra (b), alteração da concentração de elementos de liga na superfície interna lateral do cátodo externo, devido a contaminação com átomos de ferro arrancados do cátodo central (c) e medidas da perda de massa (ΔM , em %) das amostras de ferro pelo mecanismo de “sputtering” (d).

que fica evidenciado pela perda de massa, que é tanto maior quanto maior for o tempo de tratamento (Figura 5d). Para 4 horas, foram verificadas perdas de massa de até 1,26%.

Ambos os efeitos, de enriquecimento superficial da amostra de ferro com elementos de liga arrancados do cátodo externo, bem como a contaminação do cátodo externo com átomos de ferro arrancados do compactado, podem ser atribuídos aos mecanismos de “sputtering”, de difusão de átomos metálicos na fase gasosa (plasma), e eventual deposição e difusão para o interior dos materiais dos cátodos.

Como as profundidades de difusão dependem do gradiente de concentração na superfície da amostra (2ª Lei de Fick), o processo de enriquecimento superficial das amostras de ferro é uma função do equilíbrio estabelecido entre as quantidades de átomos metálicos de ambos os cátodos que adentram na fase vapor e que difundem e depositam-se nas superfícies dos cátodos com a quantidade de átomos metálicos que sofrem a reevaporação, pelo contínuo bombardeamento pelas espécies do plasma.

Na Figura 6 são apresentadas duas figuras ilustrando a influência do tempo de sinterização no acabamento superficial do componente sinterizado. Pode-se observar o efeito do bombardeamento superficial para o tempo de ½ hora (Figura 6a) e de 2 horas (Figura 6b). É evidente que quanto maior o tempo de sinterização, maior é o dano superficial causado pelo mecanismo de “sputtering”, uma vez que na pressão adotada de 3 Torr, o efeito de retrodifusão foi ineficiente.

- O estudo da influência da pressão neste processo, já concluído e motivo de futura publicação, evidenciou que para pressões da ordem de 9 Torr, o problema da alteração composicional é minimizado, além de garantir um bom acabamento superficial da amostra sinterizada (já que a retrodifusão nesta pressão tende a ser bastante significativa), sem comprometer o enriquecimento superficial do componente de ferro- .

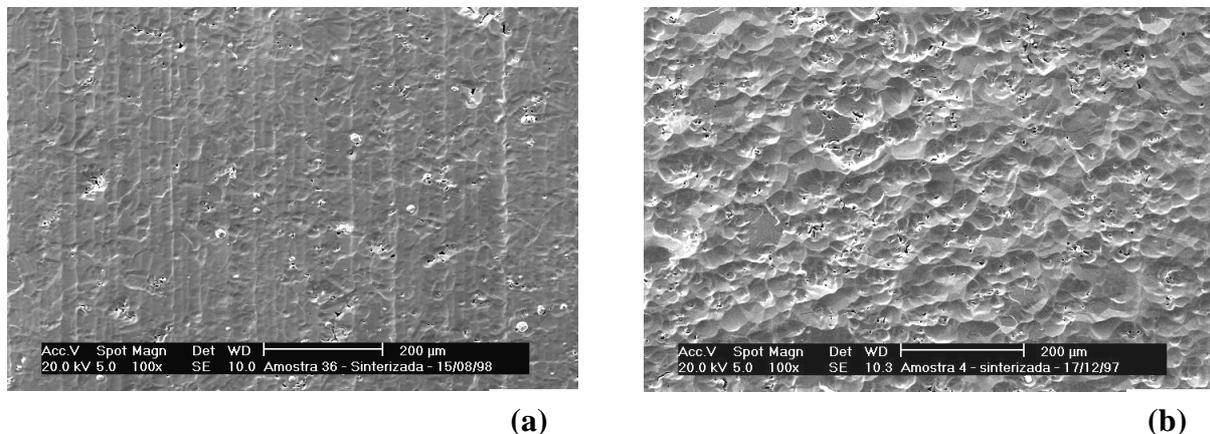


Figura 6- Influência do tempo de sinterização no acabamento superficial de amostras sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco. Pode-se observar o efeito do bombardeamento superficial para tempos de ½ hora (a) e de 2 horas (b).

4. CONCLUSÃO

Neste trabalho procurou-se estudar a influência do tempo de sinterização sobre as características superficiais de amostras de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco. Foi constatada a viabilidade de se realizar simultaneamente a sinterização de ferro com um considerável enriquecimento superficial de elementos de liga, tornando o presente processo potencialmente importante no sentido de otimizar propriedades superficiais de componentes sinterizados. Constatou-se também que o tempo de sinterização influi tanto na composição quanto no acabamento superficial da amostra sinterizada.

REFERÊNCIAS

- Benda M., et al., 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.
- Brunatto, S. F., et al., 1998, Hollow cathode discharge as an alternative technology for sintering metallic products, *Acta Microscopica*, Proceedings of the 6th Brazilian Conference on Microscopy of Materials 98, pp.93 - 96.
- Brunatto, S. F., Kühn, I. & Muzart, J. L. R., 1998, Sinterização de ferro com incorporação superficial de cromo e níquel em descarga elétrica de cátodo oco: influência do fluxo de mistura gasosa sobre o processo. CD-room, 13^o CBECIMAT, Curitiba, Pr, Brasil.
- Chapman B., 1980, *Glow Discharge Processes*, John Wiley & Sons, New York.
- v. Engel, A., 1994, *Ionized Gases*, 2nd ed. (de 1965), American Institut of Physics, New York.
- Hashiguchi, S. & Hasikuni, M., 1987, Theory of the hollow cathode glow discharge, *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 26, n. 2, pp. 271 - 280.
- Hirvonen, J.-P., et al., 1996, A barometer of plasma- and ion-assisted methods of surface modification, *Surface and Coatings Technology*, vol. 84, pp. 600 - 604.
- Koch, H., et al., 1991, *Hollow cathode discharge sputtering device for uniform large area thin film deposition*, *J. Vac. Sci. Technol. A*, vol. 9, n. 4, pp. 2374 - 2377.
- Maliska, A. M., et al., 1997, Influence of oxygen in a plasma nitriding process, *Journal of Materials Science*, vol. 32, pp. 6375 - 6382.
- Muzart, J. L. R., et al., 1997, Plasma sintering of AISI 316L stainless steel: the influence of the processing cycle on the sample density, *Proceedings of Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, MPIF, Part 3, pp.77 - 84.
- 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.

PROCESS TIME INFLUENCE ON THE COMPOSITION AND SURFACE FINISHING IN IRON SAMPLES SINTERED IN HOLLOW CATHODE DISCHARGE

Abstract. *This paper results from an attempt to study the influence of the sintering time on the sintering iron process, with surface enhancement of alloy elements, in hollow cathode discharge. The cylindrical sample of iron powder, being a central cathode, was placed concentrically in the interior of an outer cathode, machine-made from an AISI 310 steel tube. The sintering was carried out at 1150° C, using times of ½, 1, 2 and 4 hours, in gas mixtures of 80% Ar + 20% H₂, flow of 5 cm³/s, 3 Torr pressure and inter-cathode radial space of 5.8 mm. The discharge was generated using a pulsed voltage power source, with a 200 μs period. It has been observed that sintering time plays an important role both in surface finishing, which is reflected in the surface roughness, and in the quantity of atoms deposited and diffused on the sample surface. The microprobe characterisation showed the presence of until 3.5% Cr and 3.0% Ni (atom %). This surface enhancement is attributed to the sputtering mechanism of metallic atoms from the outer cathode, depositing and consequent diffusion of these elements in the sample.*

Key-words: *Hollow cathode discharge, Plasma sintering, Surface deposition, Iron sintering with alloy elements surface enrichment, Sputtering*