

# SINTERIZAÇÃO POR PLASMA DE AÇOS EM DESCARGA DE CATODO/ANODO CONFINADO

<sup>1</sup>Oscar R. K. Montedo

<sup>2</sup>Ana Maria Maliska

<sup>2</sup>Joel L. R. Muzart

<sup>1</sup>Universidade Federal de Santa Catarina, Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, LABMAT, Departamento de Engenharia Mecânica, Bloco B, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil. E-mail: [oscarrkm@pg.materiais.ufsc.br](mailto:oscarrkm@pg.materiais.ufsc.br)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Santa Catarina, LABMAT, Departamento de Engenharia Mecânica, Bloco B, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil.

## Resumo

Este trabalho apresenta e discute os resultados obtidos na sinterização das ligas metálicas Fe-1,5%Si e Fe-1,5%Mo, processadas em forno convencional e por plasma. Os resultados mostram que a sinterização por plasma da liga Fe-1,5%Mo apresenta características semelhantes às realizadas em forno, com diminuição da porosidade superficial. No caso da liga Fe-1,5%Si, a presença de fase líquida inviabiliza o uso do plasma na configuração catodo. A sinterização da liga Fe-1,5%Si pode ser efetuada na configuração anodo. Neste caso ocorre perda significativa do elemento silício quando comparada com a sinterização convencional.

**Palavras-chave:** Sinterização por plasma, descarga catodo-anodo, aços sinterizados

## 1. INTRODUÇÃO

O tratamento de materiais via plasma tem sido bastante usado nos últimos anos para uma série de aplicações industriais. O tratamento superficial de nitretação por plasma mostrou-se o mais adequado para tratamento de aços sinterizados, como encontrado em Bocchini *et al.* (1990) e Metin *et al.* (1987). Além dos tratamentos termoquímicos superficiais, as descargas fracamente ionizadas tem sido usadas também para o processamento de materiais metálicos, em particular a sinterização de ferro puro e aço inoxidável 316L [Batista *et al.* (1998), Batista *et al.* (1999) e Muzart *et al.* (1997)].

Devido às numerosas colisões que ocorrem entre os íons e átomos ou moléculas na bainha catódica, tem-se a produção de íons e espécies neutras rápidas que se chocam com a amostra (catodo), causando o aquecimento desta. No entanto, a presença de descarga sobre a amostra, em muitos casos, causa a formação de arcos com possível danificação da amostra e, neste caso, uma geometria alternativa consiste em colocar a amostra no anodo.

Neste trabalho, com a finalidade de analisar a influência dos diferentes processamentos e dos elementos de liga presentes no material, foram sinterizadas amostras metálicas de Fe-1,5%Mo e de Fe-1,5%Si em forno tubular e por plasma, usando as configurações catodo e anodo. O silício apresenta inúmeras vantagens quando o objetivo é o endurecimento do ferro, como exposto por Arroyo *et al.* (1986). Adicionalmente, a liga Fe-1,5%Si forma fase líquida a 1200 °C e as vantagens da sinterização com fase líquida são discutidas por Danninger (1988). O molibdênio, por não

formar fase líquida na sinterização, na liga Fe-1,5%Mo, foi usado para servir de comparação com os resultados obtidos pela liga Fe-1,5%Si. Ambos, Si e Mo, são importantes na metalurgia ferrosa para posterior tratamento superficial com nitrogênio, com o objetivo, por exemplo, de aumentar-se a dureza, como apresentado por Maliska (1995). As amostras foram sinterizadas a 1200 °C, durante 1 h e 2 h, em uma atmosfera gasosa de argônio/hidrogênio e caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura. Análises de composição química por microsonda com energia dispersiva e medidas de perda de massa foram também realizadas.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a preparação das amostras foram utilizados os seguintes pós:

- pó de ferro puro (Fe 1000B – Hoeganaes);
- pó portador de ferro-silício, contendo 15% de Si;
- pó de molibdênio puro.

Os pós foram pesados e misturados em um misturador em Y, com adição à mistura de 0,6% de estearato de zinco como lubrificante sólido. As misturas de pós foram compactadas em uma matriz cilíndrica a frio, de dupla ação, de 9,5 mm de diâmetro, com pressão de 600 MPa. Em seguida, cada liga foi submetida a um processo de retirada do ligante em um forno tubular de resistências elétricas, entre 500 e 540 °C, por 30 min, em pressão atmosférica com hidrogênio ultra-puro.

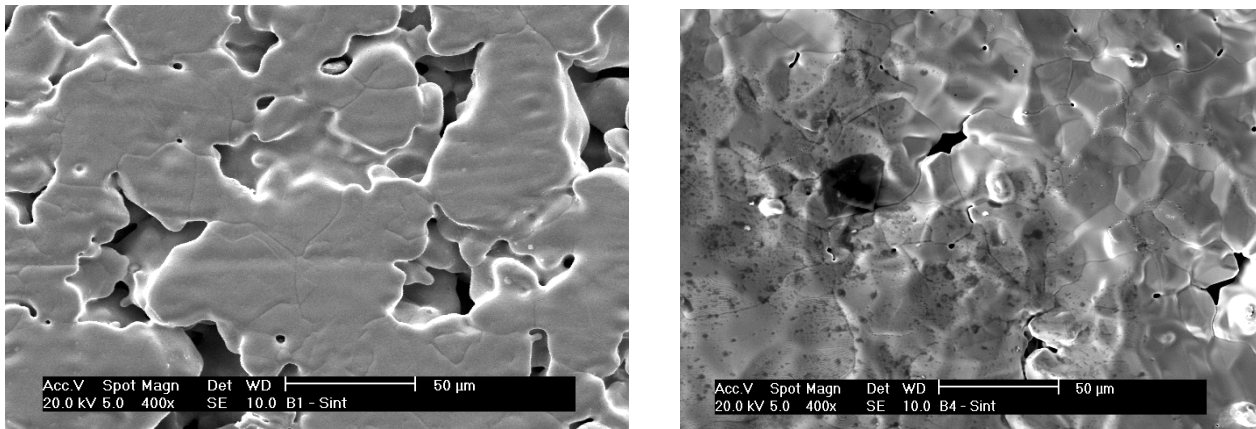
A sinterização foi executada por dois processos distintos: convencional, em forno tubular, e por plasma, nas configurações catodo e anodo. Na sinterização convencional realizada em forno tubular, a temperatura de sinterização foi de 1200 °C por 2 h para ambas as ligas, Fe-Si e Fe-Mo, em atmosfera de hidrogênio ultra-puro. Na sinterização por plasma, usando o mesmo equipamento descrito em Batista *et al.* (1998), as condições foram as mesmas para ambas configurações, catodo e anodo: 1200 °C por 1 h e 2 h, com pressão total do sistema de 1330 Pa (10 Torr) e vazões de hidrogênio e de argônio ultra-puros de  $6,72 \times 10^{-5} \text{ m}^3\text{s}^{-1}$  e  $1,93 \times 10^{-4} \text{ m}^3\text{s}^{-1}$ , respectivamente.

As amostras foram caracterizadas através da perda de massa (balança analítica Shangping modelo FA 1604), de Microscopia Eletrônica de Varredura (Philips XL30) e de Microanálise Química por Energia Dispersiva (EDAX).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com o objetivo de comparar a sinterização convencional e por plasma sem a presença de fase líquida, foram preparadas e sinterizadas amostras de Fe-1,5%Mo. Os resultados das micrografias são apresentados na figura 1. Nelas podemos observar uma grande semelhança no aspecto superficial das amostras sinterizadas nos diferentes processos. Através dos espectros mostrados na figura 2, correspondentes às micrografias da figura 1, observou-se que não houve uma perda de molibdênio no plasma superior a do forno tubular. As medidas da redução de massa da amostra reforçam esta afirmação: 0,27% no forno tubular e 0,26% no plasma. Experimentalmente, no processamento por plasma foi observado que a descarga elétrica manteve-se estável durante todo o ciclo de sinterização.

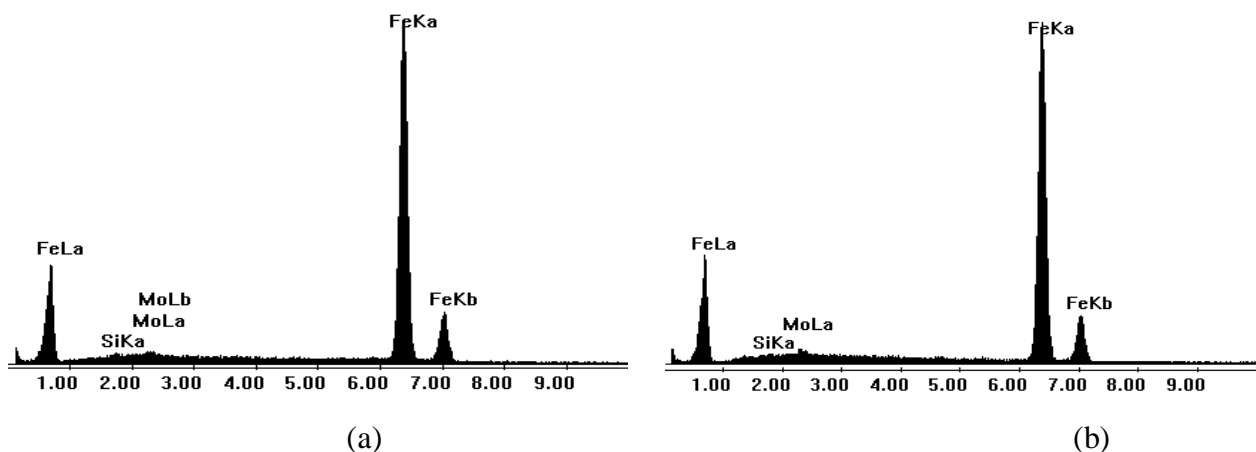
Para investigar a influência da formação de fase líquida no processamento de materiais ferrosos por plasma, foram preparadas e sinterizadas amostras da liga Fe-1,5%Si. A figura 3 apresenta as micrografias destas amostras sinterizadas em forno tubular e por plasma na configuração catodo. Em forno tubular, o tempo de sinterização foi de 2 h, enquanto que por plasma no catodo, o tempo foi de apenas 1 h. Durante todo o ciclo de sinterização foi observado microarcs e, após 1 h, o sistema ficou muito instável e os constantes arcs impediram a continuidade do processo. Novas sinterizações por plasma no catodo nas mesmas condições anteriores apresentaram o mesmo comportamento. Analisando as micrografias podemos



(a)

(b)

**Figura 1.** Micrografias das amostras de Fe-1,5%Mo sinterizadas (a) em forno tubular e (b) por plasma, por 2h



(a)

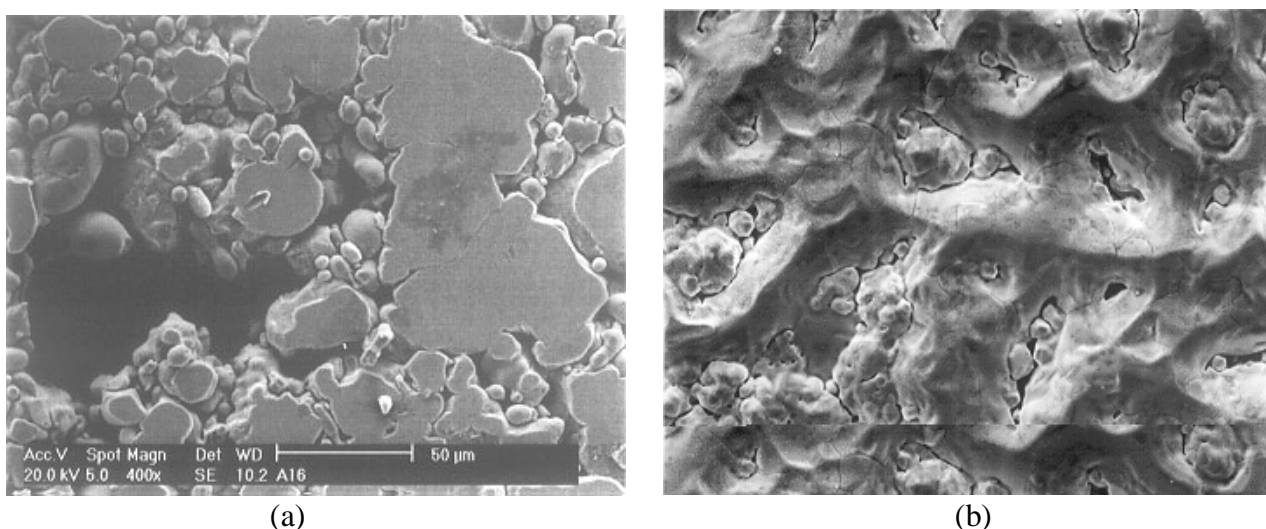
(b)

**Figura 2.** Espectros das amostras de Fe-1,5%Mo sinterizadas (a) em forno tubular e (b) por plasma no anodo, por 2 h

observar que enquanto a microestrutura obtida da sinterização em forno apresenta boa homogeneidade de composição, confirmada por análise química por microsonda, a

microestrutura obtida da sinterização por plasma no catodo apresenta várias regiões microestruturalmente diferentes. Aparentemente o bombardeio das espécies ativas do plasma na amostra provocaram uma significativa redução na porosidade superficial. No entanto, não houve tempo suficiente para ocorrer a completa difusão dos elementos para a obtenção de uma microestrutura homogênea.

Isto pode ser verificado na figura 4, que apresenta espectros de duas regiões distintas da amostra: a região referente à nova fase formada (região homogênea) e a região isolada e heterogênea da amostra. A região homogênea apresentou a composição de 0,8% de silício e 99,2% de ferro, muito próxima da composição de uma região representativa da amostra (0,7%).



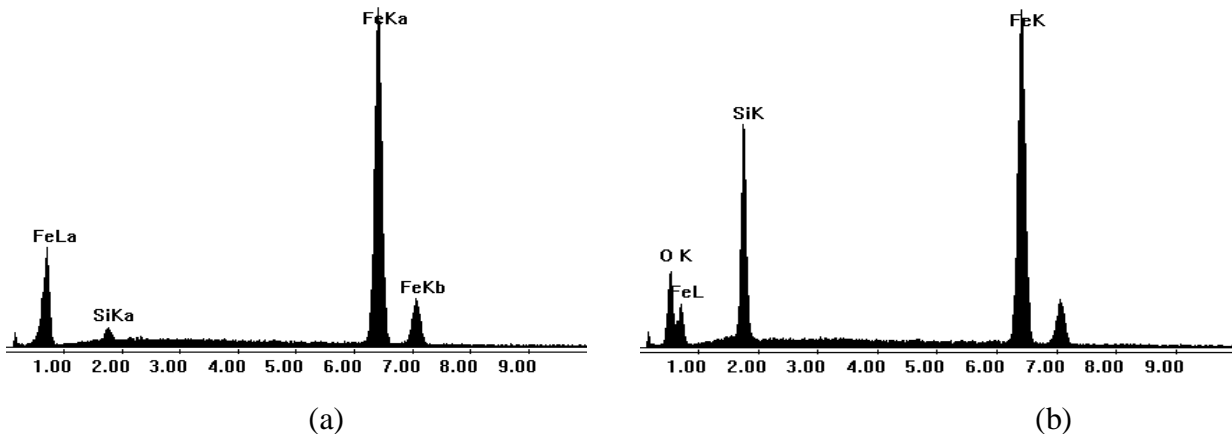
**Figura 3.** Micrografias das amostras de Fe-1,5%Si sinterizadas (a) em forno tubular e (b) por plasma

A região heterogênea apresentou em torno de 12% de oxigênio e 12% de silício. A presença de uma quantidade importante de oxigênio indica que durante a formação da fase líquida, o bombardeamento iônico provocou a difusão do silício na superfície, favorecendo a oxidação devido ao oxigênio e vapor de água residual na câmara do reator. Como consequência, a difusão do silício foi dificultada, impedindo a homogeneização da superfície da amostra.

As amostras sinterizadas foram cortadas transversalmente e a composição química média na superfície e no centro da peça de uma região representativa foi avaliada. Os resultados são apresentados na tabela 1. Nela podemos observar que a composição no interior da amostra sinterizada é comparável à do compactado (1,5% Si); no entanto, a composição de silício na superfície do sinterizado por plasma no catodo teve uma redução significativamente maior. Isto indica que o bombardeamento iônico é importante na redução do teor de silício superficial. Complementarmente, a redução em massa da amostra sinterizada em forno convencional foi de 0,25%, enquanto que no catodo, a redução foi de 0,32%.

A sinterização da liga Fe-1,5%Si foi também realizada na configuração anodo com a finalidade de avaliar o comportamento sem o bombardeamento iônico na amostra. O resultado do aspecto superficial é apresentado na figura 5. Nela é possível observar que o aspecto da superfície é muito semelhante àquela sinterizada no forno tubular. A análise da composição química por microsonda -indicou uma redução de silício superficial, porém menor do que aquela observada

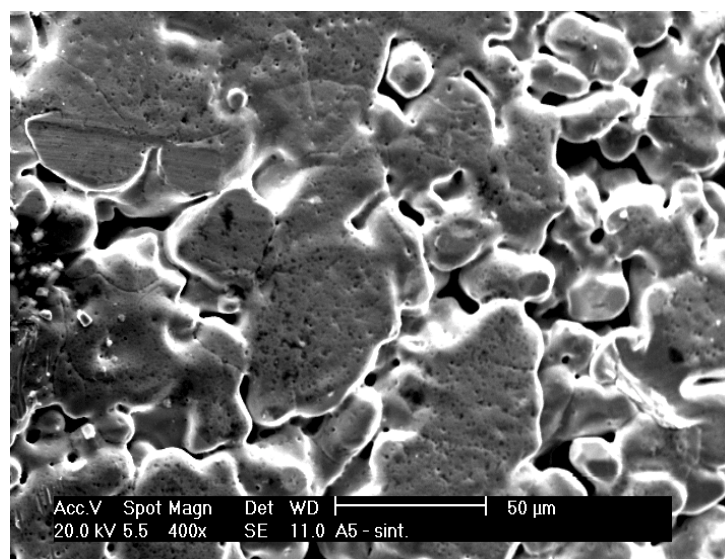
na amostra sinterizada no catodo. A perda de massa foi de 0,23% e, assim, vemos que no plasma há evaporação superficial de silício, mas mais acentuada na amostra sinterizada no catodo, provavelmente devido ao bombardeio das espécies ativas neste.



**Figura 4.** Espectros da amostra de Fe-1,5%Si sinterizada por plasma no catodo: (a) região homogênea e (b) região heterogênea

**Tabela 1.** Composição química de diferentes regiões das amostras sinterizadas

AMOSTRA	POSIÇÃO	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM MASSA DE Si)
FORNO TUBULAR	CENTRO	1,62
	SUPERFÍCIE	1,33
PLASMA NO CATODO	CENTRO	1,46
	SUPERFÍCIE	0,71



**Figura 5.** Micrografia da amostra de Fe-1,5%Si sinterizada por plasma no anodo , por 2 h

Em razão dos dados apresentados até aqui, podemos atribuir que a causa para a instabilidade da descarga e a formação dos microarcos durante a sinterização da liga Fe-1,5%Si por plasma é devido a formação de SiH na descarga elétrica. Sua origem deve-se: (a) à utilização de hidrogênio gasoso como gás redutor, com formação de hidrogênio atômico no plasma que retira o silício da amostra, e (b) à formação de fase líquida, onde a pressão de vapor do silício é alta. No catodo, o bombardeamento iônico é muito intenso sobre a amostra com conseqüente facilidade para a evaporação de silício da superfície. No caso do anodo, também há formação de SiH; no entanto, como a amostra é bombardeada por elétrons, menos energéticos, a retirada de silício superficial é menor, como comprovado pelos espectros. Nesta geometria foram observados poucos microarcos e foi possível concluir o ciclo de 2 h de sinterização. Cabe ressaltar que na sinterização convencional há a presença de hidrogênio molecular, que é menos reativo que o hidrogênio atômico presente no plasma, e por isso a redução de silício superficial neste tipo de processamento é consideravelmente menor, apesar de também haver evaporação de silício. Pode-se verificar a importância da presença de fase líquida na sinterização por plasma. Na liga Fe-1,5%Mo, que não forma fase líquida na sinterização e o elemento molibdênio não reage com as espécies ativas do plasma, o processamento por plasma ocorreu sem a formação de arcos, de formas que a microestrutura obtida no plasma foi muito semelhante àquela obtida na sinterização convencional.

#### 4. CONCLUSÃO

A sinterização em fase líquida por plasma torna a descarga muito instável com formação de microarcos. A situação é acentuada quando tenta-se sinterizar a liga de Fe-1,5%Si no catodo em presença de hidrogênio gasoso, devido provavelmente à formação de SiH. No anodo, a situação é menos crítica, devido à perda menor de silício, e uma investigação mais criteriosa sobre as condições de processamento deve ser conduzida. Se fase líquida não estiver presente na sinterização, como na liga Fe-1,5%Mo, então a sinterização por plasma ocorre com a descarga estável sem a presença de arcos, fornecendo um resultado semelhante ao da sinterização convencional. Este trabalho mostra a importância de ter-se o cuidado na escolha do elemento de liga apropriado para a sinterização em fase líquida, como forma de evitar-se a formação de compostos que desestabilizem a descarga pela reação com as espécies ativas do plasma.

#### 5. REFERÊNCIAS

- Arroyo, I. K., Klein, A.N. & Palma, E. S., 1986, "Recentes avanços na técnica de liga na metalurgia do pó ferrosa", Anais do 7<sup>o</sup> CBCIMAT, Florianópolis, SC, Brasil, pp. 357-361.
- Batista, V.J., Binder, R., Klein, A.N. and Muzart, J.R.L.. "Sintering iron using the abnormal glow discharge". Inter. J. of Powder Metal., Vol. 34, n<sup>o</sup> 8, pp. 55-62
- Batista, V.J., Mafra, M., R., Klein, A.N., Muzart, J.R.L. and Back, N.. "Plasma sintering: A novel process for sintering metallic components". Mater. Sci. Forum, 299-3, pp. 249-253
- Bocchini, G.F., Molinari, A., Tesi, B. and Bacci, T.. Metall. Powder Report, pp. 772.
- Danninger, H., 1988, "Sintering of Mo alloyed P/M structural steels", Powder Metallurgy International, Vol. 20, n<sup>o</sup> 4, pp. 7-11.
- Maliska, A. M., 1995, "Influência de elementos de liga e do oxigênio no processo de nitretação por plasma em aços sinterizados", Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil, pp. 146.

- Metin, E. and Inal, O. T. . J. Mater. Sci., 22, pp. 2782.
- Muzart, J. L. R., Batista, V.J., Franco, C.V. and Klein, A. N.. “Plasma sintering of AISI 316L stainless steel: The influence of processing cycle on the sample density“. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Material, 3, pp. 77-84.