

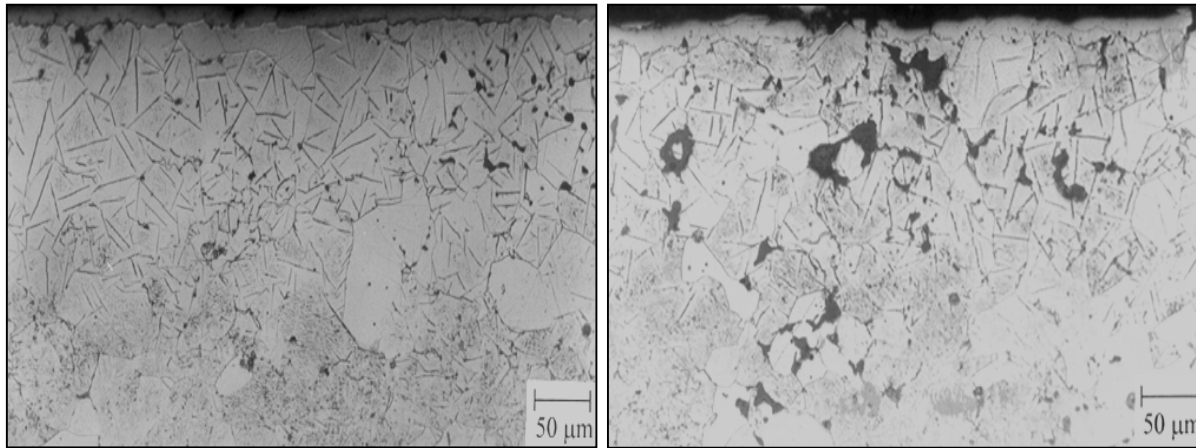
4.0 CONCLUSÃO

É mostrado que amostras de ferro puro sinterizadas submetidas a um banho de óleo durante 24 horas, pode ser totalmente limpas, quando são submetidas a uma descarga de hidrogênio a pressão de 2 Torr e temperatura de 300 °C durante 1 hora.

Foi evidenciado que a limpeza feita no reator de plasma permite uma nitretação eficiente, processada no mesmo reator com a simples mudança de mistura gasosa e na potência aplicada ao plasma, a fim de alcançar a temperatura de tratamento desejada.

5. REFERÊNCIAS

1. Belkind, A, S. Krommenhoek, H. Li, Z. Orban and F. Jasen, 1994, **“Removal of oil from metals by plasma techniques”**, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 68/69, p. 804.
2. Belkind, A , et al., 1995, *39th Annual Technical Conference Proceedings*, April 2-7, 1995, Chicago, Society of Vacuum Coaters, Albuquerque; p. 432
3. Belkind, A , H. Li , H. Clow , F. Jansen, 1995, **“ Oil removal from metals by linear multi-orifice hollow cathode”**, *Surface and Coatings Technology*, Vol.76/77, p. 738-743.
4. Belkind, A , H., et al., 1996, **“ Plasma Cleaning of Metals: Lubrificant Oil Removal”**, *Metal Finishing*, p. 19-22.
5. Bocchini, G. F., 1986, *The Intern. J. of Powder Metallurgy*, Vol. 22, n. 3, p. 185
6. Borba, E. C., 1998, **“Estudo Experimental da Nitretação em Ligas de Fe-C e Nitrocementação no Ferro Puro”**, Tese de Doutorado Eng, Mecânica, UFSC, Florianópolis, SC.,Brasil.
7. Clow, H. and Belkind, A., 1994, *in Proceedings of Eighth International Conference on Vacuum Web Coating*, Bakish Material Corp., Englewood, N.J.; p. 191
8. Fessmann, J., Grünwald, H., 1993, **“Plasma Treatment for cleaning of metal parts”**, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 59, p. 290-296
9. Hombeck, F., Bell, T., 1991, *Surface Engineering*, Vol. 7, n. 1, p. 45-52
10. Maliska, A.M., Klein, A.N., Souza, A. R.,1995 *Surface & Coating Technology*, Editora: Elsevier Science, Vol.70, p.175-179
11. Ohl, A., et al., 1995, **“Investigation of plasma surface cleaning in planar low-pressure microwave discharges”**, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 74-75, p. 59-62
12. Rembges, W., 1988, *Metal Powder Report*, p. 765
13. Strohmeier, B. R., 1989, *Journal of Vacuum Science Technology*, A7: 3238
14. Watanabe, S., 1992, **“Plasma Cleaning by use for Hollow-Cathode Discharge in a CHF₃ – SiO₂ Dry-Etching System”**, *Jpn J. Appl. Phys.*, Vol. 31, p. 1491-1498

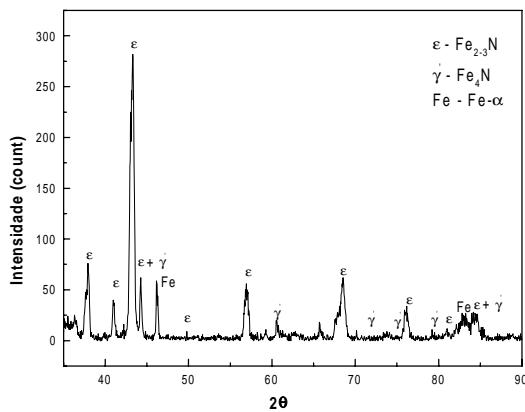


(a)

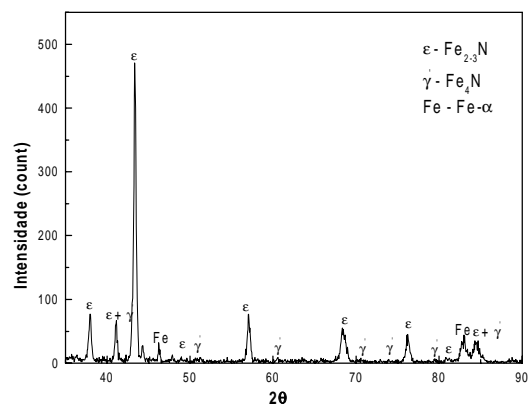
(b)

Figura 4- Microscopia ótica da camada nitrada de amostra: (a) não imersa em óleo e (b) imersa em óleo e submetida a uma limpeza de hidrogênio a 300°C.

A caracterização das fases por difratometria de raios-X destas amostras é apresentada na Fig. 5. Podemos observar que a amostra não submetida a banho de óleo (Fig. 5a), a camada é constituída de uma mistura das fases γ e ϵ , como é esperado quando à temperatura de nitretação é 560°C [18]. Na Fig. 5b, é observado predominantemente a fase ϵ , efeito atribuído a traços de carbono existente na superfície da amostra que favorece a formação da fase Fe_{2-3}N [6].



(a)



(b)

Figura 5- Difratograma da superfície da amostra nitretada por plasma: (a) amostra não imersa em óleo, (b) amostra imersa em óleo, com remoção deste a 300°C em plasma de hidrogênio

presença de carbono deve ser atribuída a existência de óleo no corpo de prova; já que as mesmas são de ferro puro. Além disso, observa-se que a partir de 1500 segundos a intensidade da banda se estabiliza indicando que a limpeza da amostra pode ser obtida em tempos menores do que 1 hora.

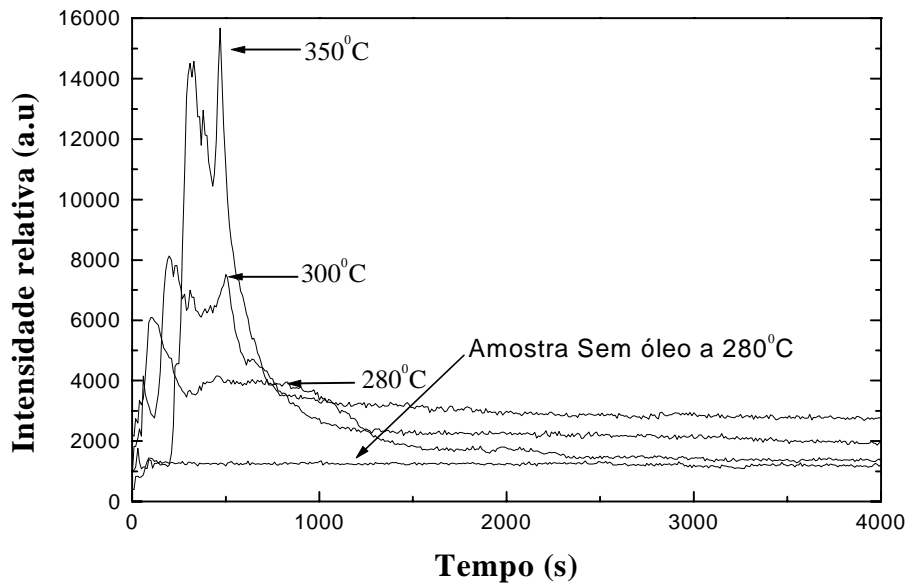


Figura 3 - Evolução da Intensidade da banda do CH em função do tempo em diversas temperatura.

Com a finalidade de comparar o processo de limpeza por plasma e o convencional, as amostras imersas em banho de óleo durante 24 horas foram submetidas a um processo de limpeza, constituído de banho em éter de petróleo com ultrasom; em seguida foi realizado um tratamento térmico num forno com atmosfera de hidrogênio a 350°C durante 1 e 2 horas.

Tanto para os tempos de 1 e 2 horas à medida de perda de massa foi de 99,02%, indicando que o processo convencional não permite uma remoção total de óleo.

3.3- Nitretação das amostras

Foram nitretadas amostras imersas em óleo e submetidas a uma descarga de hidrogênio bem como as amostras não colocadas em óleo. Podemos observar na Fig. 4, que a amostra colocada em óleo e submetida a uma descarga de hidrogênio apresenta uma camada nitretada similar a amostra não imersa em óleo. Em ambos os casos, a camada nitretada é formada de uma camada composta de aproximadamente de 8 μm de espessura e uma camada de difusão com precipitação de agulha de nitreto γ' e α'' .

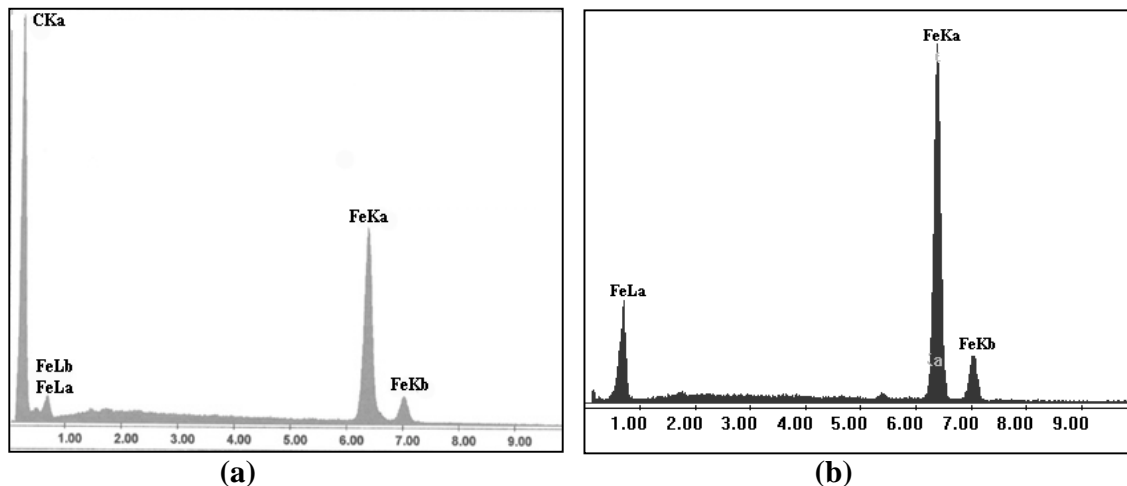


Figura 2- Análise química da superfície das amostras: (a) imersa em óleo, tratada com nitrogênio, (b) imerso em óleo, tratada com hidrogênio.

3.2- Limpeza com descarga de hidrogênio

Os resultados obtidos, mostram que a descarga de hidrogênio puro é a mais eficiente para a retirada de óleo de peça sinterizada. Um estudo da limpeza da amostra em função da temperatura, em plasma de hidrogênio puro é mostrado a seguir. A descarga foi realizada a pressão de 2 Torr durante 1 hora, com a temperatura variando de 180 a 350°C.

Os resultados de perda de massa (referente às amostras imersa em óleo) estão apresentados na Tabela 2, mostram que a remoção total do óleo é obtida a partir da temperatura de 300°C.

Tabela 2- Perda de massa em diferentes temperaturas, numa pressão de 2 Torr durante 1 hora em uma descarga de Hidrogênio

Temperatura (°C)	Perda de Massa (%)
180	99,81
200	99,89
260	99,90
280	99,97
300	100,00
350	100,00

A caracterização da descarga elétrica por espectroscopia ótica de emissão (Fig. 3) mostra a evolução da intensidade da banda de CH ($\lambda = 431,5$ nm) em função do tempo para diversas temperaturas utilizadas. Podemos observar, como esperado, que na amostra não imersa em óleo, não é detectada a presença da banda do CH. Nas amostras imersas em óleo, a banda do CH é observada com intensidade crescente à medida que a temperatura da descarga aumenta. Esta

Este resultado indica que a presença de hidrogênio atômico formado na descarga elétrica, provavelmente em maior quantidade no plasma de hidrogênio puro, contribui para uma melhor limpeza da amostra.

A análise microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras, mostra a presença de óleo na superfície das amostras tratadas em todas as misturas usadas com exceção da descarga de hidrogênio. A título ilustrativo na micrografia da Fig. 1, é mostrada a superfície da amostra tratada com a descarga de nitrogênio (Fig. 1a) e descarga de hidrogênio puro (Fig. 1b). Para comparar o aspecto da superfície tratada é mostrado junto a superfície de uma amostra não imersa em óleo. Podemos observar na Fig. 1a uma rugosidade na superfície da amostra imersa em óleo e tratada por plasma de nitrogênio, enquanto que na superfície da amostra não imersa em óleo esta rugosidade não é observada. Resultados semelhantes a limpeza com nitrogênio foram observados nas amostras submetidas a descargas de argônio puro e argônio / hidrogênio.

Na Fig. 1b, observa-se que o aspecto superficial da amostra imersa em óleo e submetida a descarga de hidrogênio, é idêntica a da amostra não colocada em óleo, confirmando a retirada total do óleo apresentada conforme os resultados da Tabela 1.

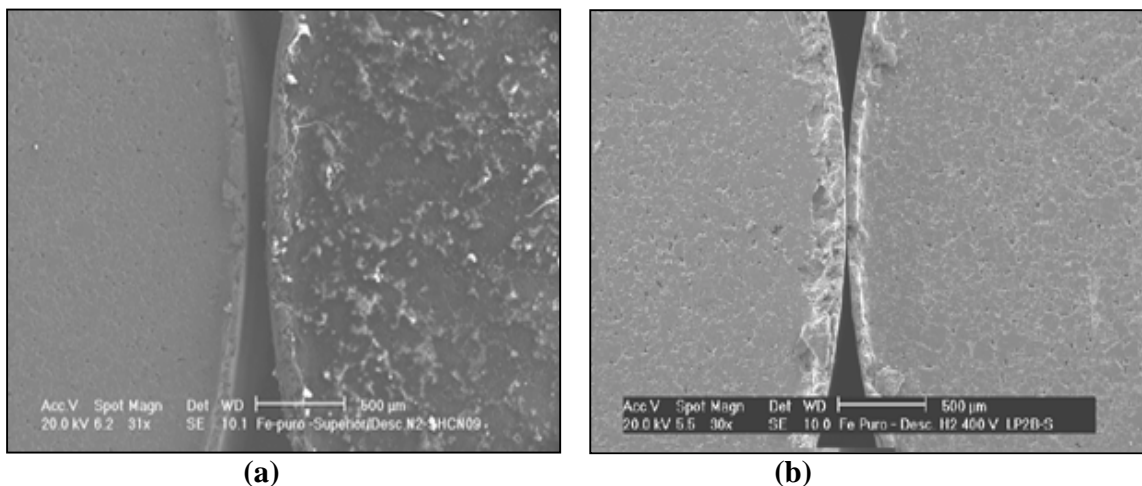


Figura 1- Micrografias eletrônica de varredura da superfície das amostras: (a) não imersa em óleo / imersa em óleo, tratada com nitrogênio, (b) não imersa em óleo / imersa em óleo, tratada com hidrogênio.

Os resultados da análise química realizada por microsonda na superfície, mostram a presença de um pico intenso de carbono na amostra de Fe-puro imerso em óleo e submetido a descarga de Nitrogênio (Fig. 2a). No caso da amostra submetida a descarga de hidrogênio, não é observado a presença do pico de carbono (Fig. 2b). Estes resultados estão de acordo com os resultados da tabela 1 e a observação das imagens de superfície mostrada na Fig. 1.

nitretação foi realizada no mesmo reator de plasma mantendo a mesma configuração usada no processo de limpeza.

Para efeito de comparação o mesmo procedimento de nitretação foi realizado em amostras não armazenadas em óleo e mantida sob vácuo.

Caracterização das amostras

Foi usada uma balança analítica para quantificar a perda de massa das amostras usando o processo de limpeza por plasma e o processo convencional.

A superfície das amostras foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e a sua composição química superficial determinada com auxílio de microsonda de raios-X de comprimento de onda dispersivo (*Philips XL-30*).

A camada nitretada foi analisada através de microscopia ótica (*Carl Zeiss- Neophot 30*) e as fases presentes na camada nitretada por difratometria de raios-X (*X'Pert*) usando a radiação $K\alpha$ do Cu.

Caracterização da Descarga

Durante a limpeza da amostra a descarga foi caracterizada por espectroscopia ótica de emissão. O equipamento utilizado é um monocromador *Jobin-Yvon HR 640*, de comprimento focal de 640 nm, com uma rede de difração holográfica de 1200 linhas /mm. O domínio espectral do equipamento varre de 190 a 900 nm. A radiação luminosa proveniente da descarga é captada através de uma fibra ótica e conduzida até a fenda de saída. Nesta fenda é conectada uma fotomultiplicadora *Hamamatsu R928*, com rendimento quântico máximo $\lambda = 400$ nm. O controle e a aquisição dos dados são realizados através do programa *PRISM*, instalado num computador *486DX2*. A comunicação entre o monocromador e o microcomputador é feita usando um controlador de interfaciamento *Spectralink*. A evolução temporal da intensidade da banda de CH ($\lambda = 431,5$ nm) foi usada para monitorar o processo de limpeza.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1- Amostras tratadas em diferentes misturas gasosas.

Os resultados de perda de massa (referentes às amostras imersas em óleo) obtidos em diferentes misturas gasosas a 300 °C durante 1 hora são apresentados na Tabela 1. Analisando os dados, podemos observar que a descarga de hidrogênio puro é mais eficiente.

Tabela 1- Perda de massa em diferentes misturas gasosas a 300°C, numa pressão de 2 Torr durante 1 hora.

Gás	Perda de Massa (%)
Argônio/Hidrogênio	99,89
Nitrogênio	99,90
Argônio	99,91
Hidrogênio	100,00

No tratamento de nitretação por plasma o óleo retido nos poros da peça sinterizada exsuda para a superfície, desestabilizando a descarga e contaminando o reator [5,912]. Portanto torna-se necessário remover todo o lubrificante das peças antes de submetê-las ao tratamento de nitretação por plasma.

Recentes trabalhos, mostraram que o uso do plasma de oxigênio tem sido muito eficiente para a remoção de óleo da superfície das peças de ligas de aços e alumínio. [8,11]. Muitos estudos têm sido feitos usando configuração de catodo oco de multi orifício linear com plasma de oxigênio, e os resultados demonstraram que a remoção do óleo da superfície metálica tem sido muito eficiente. [1-4,7,13-14].

Neste trabalho é apresentado um processo alternativo de limpeza de amostra de Fe-puro sinterizado, usando uma descarga em regime anormal de mistura gasosa de nitrogênio, hidrogênio e argônio. O aquecimento da peça colocado no anodo é obtido pela radiação de calor proveniente do cátodo. Além disso, as colisões dos elétrons com as moléculas da mistura gasosa produz espécies atômicas altamente reativas, principalmente de hidrogênio que contribuem para a eficiência do processo de limpeza.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Obtenção das Amostras

Amostra de Fe-puro foram produzidas à partir de pó de ferro 1000B da Hoeganaes. As amostras foram compactadas a frio em matriz uniaxial de dupla ação sob pressão de 600 MPa, usando 0,6% de estearato de zinco como lubrificante. A sinterização foi realizada a 1150°C, durante 1,0 hora em atmosfera controlada de hidrogênio pré-purificado. As amostras em forma cilíndricas com 10 mm de altura e 10 mm de diâmetro, após a sinterização parte delas foram acondicionadas em óleo e a outra parte foi nitretada num reator de plasma.

A Retirada de óleo das amostras sinterizadas foi realizada num reator de plasma. O reator é constituído de uma câmara de vácuo cilíndrica de 300 mm de diâmetro e 300 mm de altura, com a parte superior e inferior de aço inox e lateral de pyrex. A configuração dos eletrodos é constituída de um sistema catodo-anodo confinado. O catodo tem uma forma retangular de 50mm de comprimento, 10 mm de largura e 5 mm de altura e no interior do catodo é colocado um anodo aterrado, constituído de uma placa de 10 mm de largura e 2 mm de espessura. A amostra de ferro sinterizado é colocada sobre o anodo e a sua temperatura determinada usando um termopar (Cromel Alumel Tipo-K) inserido 5 mm no interior da amostra.

Uma bomba mecânica de duplo estágio permite a obtenção de um vácuo limite de 10^{-2} Torr. Um medidor de pressão a capacitância é usado para medir a pressão da mistura gasosa que é ajustada por meio de uma válvula colocada entre a câmara e a bomba de vácuo. A mistura gasosa é regulada por meio de medidor / regulador de fluxo gasoso.

Nitretação das amostras

Após a retirada de óleo as amostras foram nitretadas por plasma sob fluxo de $4 \text{ cm}^3/\text{s}$ de mistura gasosa composta por 75% de N_2 e 25% de H_2 . A nitretação foi efetuada a 560°C na pressão de 3,0 Torr durante 2 horas, usando o mesmo procedimento de Maliska et al [10]. A

RETIRADA DE ÓLEO DE AMOSTRAS SINTERIZADAS VIA PLASMA

Maria Antonia dos Santos
Rodrigo P. Cardoso
Antonio Rogério de Souza
Joel L. Muzart
Ana Maria Maliska

Universidade Federal de Santa Catarina, Laboratório de Materiais, Departamento de Ciências em Engenharia de Materiais, 88040-900, Florianópolis, SC, Brasil. E-mail:tuca@pg.materiais.ufsc.br

Resumo

Neste trabalho, são apresentados os resultados que mostram a viabilidade do uso do plasma para a retirada de óleo em peças sinterizadas. Amostras de ferro puro sinterizadas e armazenadas em óleo, foram tratadas em diferentes misturas gasosas - Ar, H₂, Ar / H₂ e N₂. Com a finalidade de mostrar o processo durante a limpeza, foi monitorada a banda de CH ($\lambda = 431,5$ nm) por espectroscopia ótica de emissão. As amostras, foram caracterizadas através da perda de massa, análise de superfície por microscopia eletrônica de varredura, microanálise química por energia dispersiva, microscopia ótica e difratometria de raios-X. Os resultados mostram que a descarga de H₂ a pressão de 2 Torr e temperatura de 300°C durante 1 hora, é mais eficiente para a retirada total de óleo das peças sinterizadas. Confirmando estes resultados as amostras tratadas nestas condições foram submetidas ao tratamento de nitretação e apresentaram resultados semelhantes aos obtidos em amostras não armazenadas em óleo.

Palavras-chaves: Limpeza de peças sinterizadas, Retirada de óleo, Limpeza de superfície por plasma.

1. INTRODUÇÃO

A porosidade é uma característica principal de componentes metálicos obtidas por metalurgia do pó. Após a sinterização, as peças podem necessitar de um ajuste dimensional, retornando para as prensas de compactação para uma calibração. Assim, com esta nova compactação, possíveis alterações podem ser reparadas garantindo as dimensões originais da peça. Óleos lubrificantes são utilizados em prensas de calibração para diminuir o atrito e extração das peças após seu ajuste. Outra importante função do óleo no armazenamento das peças é a proteção contra a oxidação. O lubrificante usado na calibração ou conservação dos componentes se torna um empecilho quando se deseja realizar um tratamento superficial. Um dos métodos usados para a retirada de óleo consiste em usar ultrassom com solvente (acetona, álcool ou éter de petróleo) e aquecimento da peça em um forno convencional com atmosfera de hidrogênio.