



## SINTERIZAÇÃO POR PLASMA DE Fe-0,7P USANDO AS CONFIGURAÇÕES CATODO E ANODO-CATODO CONFINADO

**Jorge Magner Lourenço**

Laboratório de Materiais / LabMat – Depto de Engenharia Mecânica / UFSC & - CEP 88040-900 – Florianópolis – SC - Brasil Fone (0XX48) 331-9268, e-mail: [jorge@pg.materiais.ufsc.br](mailto:jorge@pg.materiais.ufsc.br).  
Centro Federal de Educação Tecnológica – RN / CEFET-RN – GETIN – Natal – RN

**Ana Maria Maliska & Joel L. R. Muzart**

Laboratório de Materiais / LabMat – Depto de Engenharia Mecânica / UFSC - CEP 88040-900 – Florianópolis – SC - Brasil Fone (0XX48) 331-9268, Fax (0XX48)234-0059

**Resumo.** Neste trabalho apresenta-se os resultados de um estudo comparativo entre os processos de sinterização em forno convencional e por plasma da liga Fe-0,7%P. Duas diferentes configurações de descarga elétrica foram usadas neste trabalho: numa delas a amostra funciona como catodo e na outra a amostra funciona como anodo (também denominada anodo-catodo confinado). As amostras foram sinterizadas por plasma nestas duas configurações em atmosfera de argônio e hidrogênio a 7,5 Torr por 1 hora numa temperatura de 1120°C. Os melhores resultados de densificação foram obtidos na sinterização por plasma. Medidas de densidades geométricas mostram que resultados superiores de densificação da liga Fe-P foram obtidos com a configuração anodo-catodo confinado. No entanto, a análise da superfície das amostras sinterizadas mostra que um melhor selamento superficial foi obtido na configuração catodo. A presença da fase líquida transiente a 1050 °C não ocasionou a desestabilização da descarga elétrica na sinterização na configuração catodo.

**Palavras-chave:** Sinterização por plasma, Metalurgia do pó, Anodo-Catodo e Catodo

### 1. INTRODUÇÃO

A técnica tradicional para sinterizar compactados se dá através de fornos resistivos, também chamada de processo convencional de sinterização, onde o calor é fornecido através da irradiação térmica proveniente de uma resistência elétrica.

Um novo conceito de aquecimento por plasma foi desenvolvido pelos pesquisadores do Laboratório de Materiais (LabMat) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) para processar materiais metálicos, mostrado em vários trabalhos como (Muzart, 1997; Batista, 1998; Batista, 1999 e Lawall, 2001). Normalmente a configuração da descarga usada é aquela em que a amostra funciona como catodo. Neste caso, a forma de aquecimento se dá pelas inúmeras colisões que ocorrem na bainha catódica provocando a troca de cargas e energia cinética entre átomos e moléculas de argônio e hidrogênio produzindo espécies iônicas e partículas neutras rápidas que ao chocarem-se com a amostra provoca o seu aquecimento. A peça a ser tratada se encontra totalmente envolvida pelo plasma, característica da configuração catodo. Nesta configuração é muito freqüente a formação de microarcs podendo causar danos na amostra. Afim de evitar este problema um outro esquema de eletrodos foi montado, o qual consiste em processar o material na geometria anodo-catodo confinado (amostra no anodo). Nesta configuração, a amostra é aquecida pela irradiação térmica proveniente do catodo e pelo bombardeamento de elétrons e íons de baixa energia, conforme (Chapman, 1980).

Com a finalidade de analisar a influência das geometrias utilizadas no plasma e comparar seus efeitos com o processo convencional de aquecimento, amostras de Fe-0,7%P foram sinterizadas em forno convencional e por plasma na configuração catodo e anodo-catodo confinado. A escolha do fósforo como elemento de liga se deve a característica de ser ferritizante e formador de fase líquida transiente a 1050°C ativando o processo de sinterização.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Foram utilizados pó de ferro (DC177) e pó de fósforo na forma de portador de liga ( $Fe_3P$ ) ambos da Hoeganaes. Os pós foram pesados e adicionados a eles 0,8% de estearato de zinco, misturados por uma hora em um misturador do tipo Y; em seguida foram compactados a 600Mpa em matriz uniaxial de duplo efeito com 9,5mm de diâmetro.

A retirada do estearato de zinco (dewaxing) foi realizado em forno convencional e por plasma na configuração anodo-catodo confinado. O dewaxing em forno convencional realizou-se em uma temperatura de 500°C por 30 minutos, enquanto por plasma fez-se a 350°C por 30 minutos numa atmosfera de hidrogênio, conforme (Santos, 2001).

O processo de sinterização foi realizado em forno convencional e por plasma nas duas configurações citadas anteriormente. A sinterização convencional foi realizado em forno tubular de aquecimento resistivo, marca Jung, modelo TU3513, a temperatura de 1120°C por 1 hora. Já o processo de sinterização por plasma utilizou-se um reator cilíndrico de vidro pyrex de 300mm de diâmetro por 300mm de altura protegidos lateralmente por chapas de aço inoxidável para confinamento do calor desprendido, sendo as vedações inferior e superior deste reator de chapa de 16mm de aço inox. O anodo foi aterrado e o catodo polarizado negativamente usando uma fonte de tensão pulsada de 5KW com período de pulso de 240 $\mu$ s. As condições de temperatura e tempo foram os mesmos utilizados no processo convencional, 1120°C por 1 hora, com uma pressão de 1995 Pa (7,5 Torr) e fluxos de 0,8 cm<sup>3</sup>/s e 3,2 cm<sup>3</sup>/s de hidrogênio e argônio, respectivamente. A temperatura do processo foi medida por termopar do tipo K.

As amostras foram caracterizadas utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura Philips XL30, um Microscópio Ótico Carl Zeiss-Jean Neophot 30 e um difratômetro modelo Philips X'Pert.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir, serão caracterizadas as amostras da liga ferro-fósforo, Fe-0,7%P, sinterizadas em forno convencional e por plasma utilizando as configurações geométricas de descarga elétrica catodo e anodo-catodo confinado. O principal propósito deste trabalho é mostrar a viabilidade prática de se processar sinterização por plasma de uma liga ferrosa, tendo o fósforo como um elemento ferritizante e formador de fase líquida transiente a 1050°C. A tabela a seguir, mostra os resultados de densificação antes e depois das amostras serem tratadas.

Tabela 1. Resultados de densificação das amostras tratadas

Amostras (configuração)	Densidade à verde (kg/m <sup>3</sup> )	Densidade sinterizada (kg/m <sup>3</sup> )
Número 01 (forno convencional)	6950	7180
Número 02 (forno convencional)	6970	7210
Número 03 (anodo-catodo)	6940	7240
Número 04 (anodo-catodo)	6970	7300
Número 05 (anodo-catodo)	6950	7210
Número 06 (catodo)	6970	7140
Número 07 (catodo)	6960	7090
Número 08 (catodo)	6980	7090

As amostras referidas anteriormente foram sinterizadas obedecendo aos mesmos ciclos térmicos. A figura (1) mostra as configurações de descarga elétrica usadas no processo de sinterização por plasma.

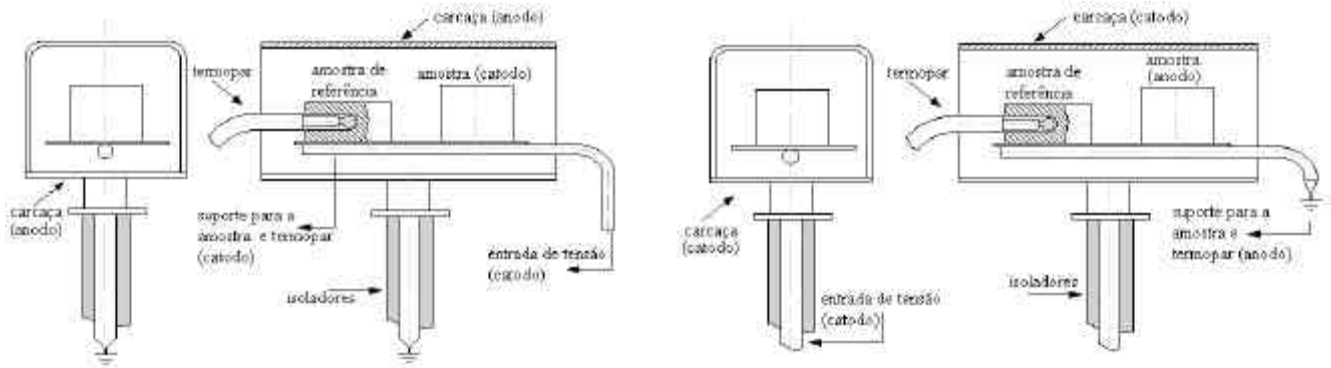


Figura 1. Configuração catodo (esquerda); e configuração anodo-catodo confinado (direita). Esquemas concedidos por Pavanati (2000).

Realizou-se uma limpeza por quinze minutos a 500°C nas amostras tratadas por plasma com o objetivo de reduzir alguns óxidos e fornecer maior estabilidade a descarga, conforme mostra a figura (2).

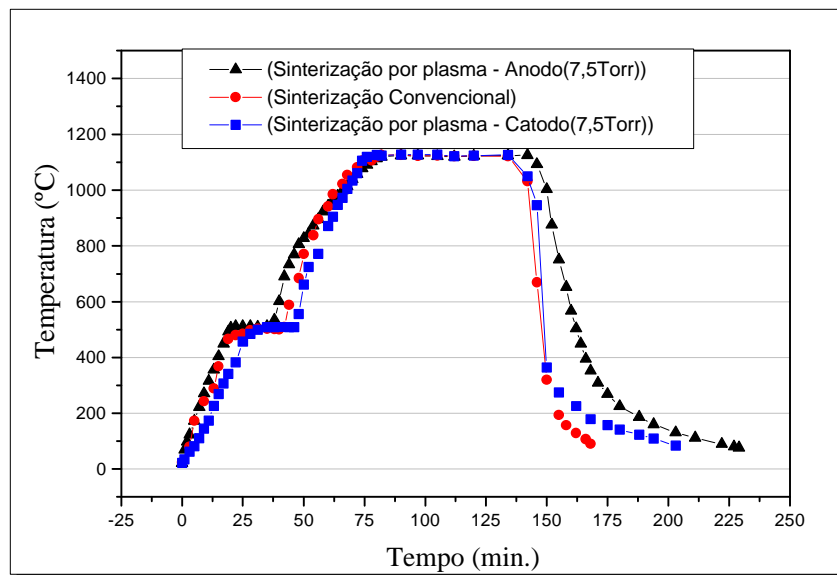


Figura 2. Ciclos térmicos de sinterização por plasma e convencionalmente

A figura (3.a) mostra a superfície da amostra sinterizada em forno convencional; a figura (3.b) revela a superfície da amostra sinterizada por plasma utilizando a configuração anodo-catodo confinado; e por último a micrografia (3.c) mostra a superfície da amostra sinterizada na geometria de descarga catodo.

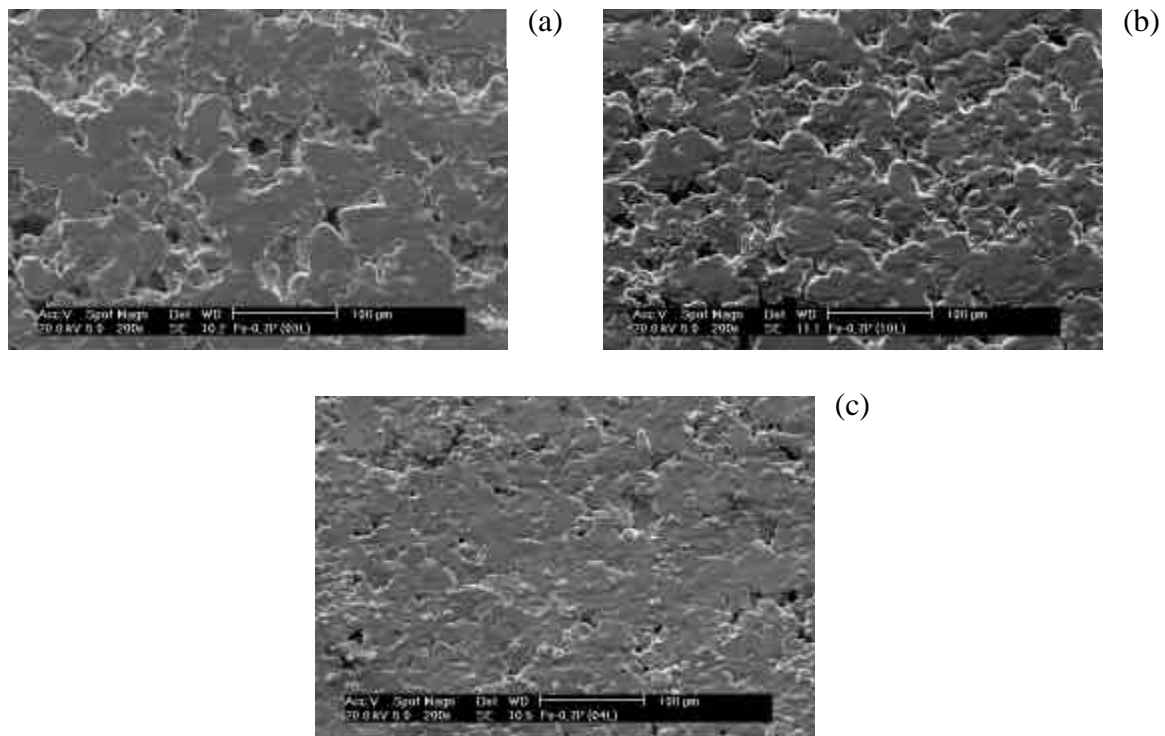


Figura 3. Amostras sinterizadas convencionalmente (a), por plasma na geometria anodo-catodo confinado (b) e por plasma na geometria catodo (c)

Analisando a superfície das amostras na figura 3, observa-se que tanto no processo convencional como por plasma tem-se um bom resultado de sinterização com formação dos “necks” entre partículas. No entanto, quando as amostras foram sinterizadas por plasma na geometria catodo, notou-se que houve um melhor selamento superficial, conforme figura (3.c). Esta amostra foi processada na geometria catodo, na qual uma diferença de potencial de aproximadamente 500V foi aplicada entre a região luminescente e o catodo (amostra) ocasionando um fluxo de íons fortemente acelerados da região luminescente em direção ao catodo. Nessa geometria e a uma pressão de 7,5 Torr ( $\cong 1000\text{Pa}$ ) tem-se bombardeamento de íons e espécies neutras rápidas na superfície da amostra com energia entre 10 e 60 eV. Como consequência, tem-se uma maior mobilidade dos átomos superficiais de ferro ocasionando um melhor selamento superficial nessa geometria. Já na sinterização realizada na configuração anodo-catodo confinado, com a amostra no anodo (aterrado), o potencial da bainha anódica é tipicamente da ordem de 10V. Neste caso, tem-se o bombardeamento de elétrons energéticos e íons com energia menor que 1eV, causando uma mobilidade dos átomos superficiais muito menor que a configuração catodo (Mason, 1994; Chapman, 1980).

Os resultados de medidas de densidade apresentados na configuração anodo-catodo confinado e catodo equiparam-se com os resultados obtidos no processo convencional. As amostras tratadas na geometria anodo-catodo confinado apresentaram um ligeiro ganho de densificação,  $7,25\text{g/cm}^3 \pm 0,04$ , em relação ao processo convencional,  $7,19\text{g/cm}^3 \pm 0,02$ . Já na geometria catodo, os resultados ficaram ligeiramente abaixo quando comparados com os processos convencional e por plasma na geometria anodo,  $7,11\text{g/cm}^3 \pm 0,03$ . A descarga na geometria catodo apresentou-se bastante estável, sem microarcos, mesmo na presença de fase líquida a  $1050^\circ\text{C}$ , talvez pela baixa reatividade do fósforo na presença de hidrogênio atômico e pouco tempo de permanência da fase líquida transiente.

Os difratogramas das amostras sinterizadas por plasma e convencionalmente estão apresentados na figura (4). Percebe-se que nenhuma fase além da ferrita foi encontrada quando se utilizaram as duas configurações geométricas da descarga elétrica, catodo e anodo-catodo confinado. Os picos da

ferrita encontram-se mais alargados e levemente deslocados para esquerda, devido à solução sólida substitucional do fósforo.

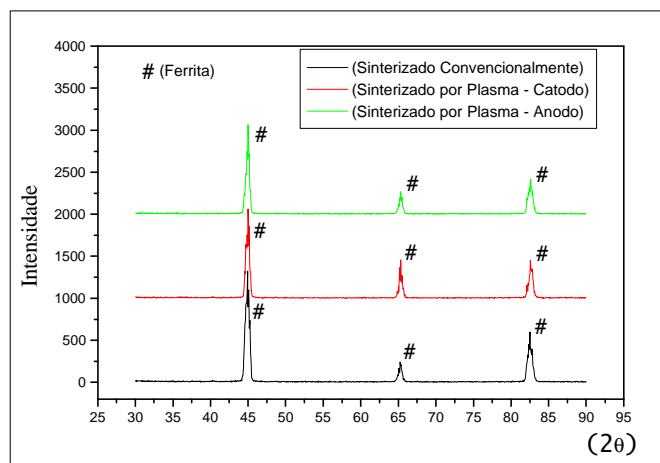


Figura 4. Difratogramas das amostras sinterizadas

As micrografias (5.a), (5.b) e (5.c) da figura (5) representam as amostras caracterizadas por microscopia ótica com aumento de 500x, atacadas com nital 2%. As micrografias (5.a), (5.b) e (5.c) são respectivamente amostra processada em forno convencional, amostra processada por plasma na configuração anodo-catodo confinado e amostra processada por plasma na configuração catodo. Analisando as microestruturas observa-se que as amostras processadas convencionalmente, no anodo e no catodo, mantiveram tamanhos de grãos aproximados, diferentemente dos resultados apresentados para o ferro puro, onde ocorreu um maior crescimento de grão (Lawall, 2000).

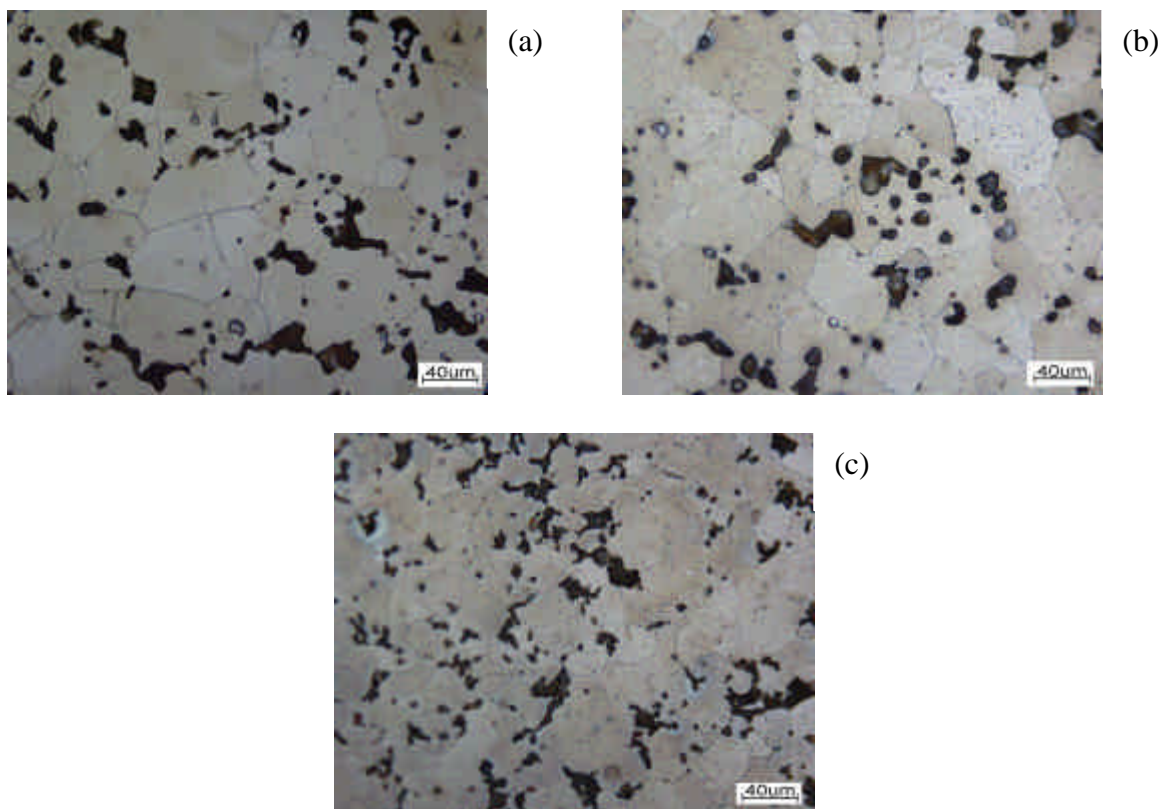


Figura 5. Amostras sinterizadas convencionalmente (a), por plasma na geometria anodo-catodo confinado (b) e por plasma na geometria catodo (c)

### 3. CONCLUSÕES

A liga ferrosa contendo fósforo sinterizada por plasma nas duas configurações de descarga em regime anormal, catodo e anodo-catodo (amostra no anodo), apresentou bons resultados de densificação. As amostras sinterizadas no catodo apresentaram melhor selamento na superfície devido à mobilidade dos átomos superficiais da amostra como resultado do bombardeamento dos íons e neutros rápidos da bainha catódica. A microestrutura nas duas configurações apresentou-se homogeneizada sem crescimento de grãos. A presença da fase líquida transiente a 1050 °C não ocasionou a desestabilização da descarga elétrica na sinterização na configuração catodo.

### 4. AGRADECIMENTOS

A Hoganas do Brasil pelos pós metálicos cedidos;  
Ao PNONEX e CNPq;

### 5. REFERÊNCIAS

- Batista, J.V. ; Binder, R. ; Klein, A.N. ; Muzart, J.L.R., 1998, “Sintering iron using an abnormal glow discharge”. The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 34, nº 8, p55-61.
- Batista, J. V. et al., 1999, “Plasma sintering: a novel process for sintering metallic components”. Ed. Trans Tech Publications, Switzerland, vol.299-300, p.249-253.
- Chapman, B., 1980, “Glow Discharge Process”. New York: John Willey & Sons, 406p.
- Lawall, T.I., 2001, “Estudo do processo de compactados de ferro em descarga elétrica na configuração anodo-catodo confinado”. 110f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.
- Mason, R. S.; Allot, R. M., 1994, “The theory of cathodic bombardment in a glow discharge by fast neutrals”. J. Phys. D: Appl. Phys, vol.27, p.2372-2378.
- Muzart, J. L., Batista, J.V., Franco, C. V. and Klein, A. N., 1997, “Plasma sintering of AISI 316L stainless steel: the influence of processing cycle on the sample density”. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Material, vol. 3, p. 77-84.
- Pavanati, H.C., 2000, “Análise do crescimento de grão em amostras de ferro puro processadas por plasma”. Florianópolis: UFSC, 27p.
- Santos, M. A. et al., 2001, “Plasma dewaxing and sintering of compacted unalloyed iron”. PTECH, Florianópolis, SC, Brasil.

### 6. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

## **PLASMA SINTERING OF Fe-0,7P USING CATHODE AND CONFINED ANODE-CATHODE AS CONFIGURATIONS**

### **Jorge Magner Lourenço**

Laboratório de Materiais / LabMat – Depto de Engenharia Mecânica / UFSC & - CEP 88040-900 – Florianópolis – SC - Brasil Fone (0XX48) 331-9268, e-mail: [jorge@pg.materiais.ufsc.br](mailto:jorge@pg.materiais.ufsc.br).  
Centro Federal de Educação Tecnológica – RN / CEFET-RN – GETIN – Natal – RN

### **Ana Maria Maliska**

Laboratório de Materiais / LabMat – Depto de Engenharia Mecânica / UFSC - CEP 88040-900 – Florianópolis – SC - Brasil Fone (0XX48) 331-9268, Fax (0XX48)234-0059.  
E-mail: [ana@materiais.ufsc.br](mailto:ana@materiais.ufsc.br)

**Joel Louis Rene Muzart**

Laboratório de Materiais / LabMat – Depto de Engenharia Mecânica / UFSC - CEP 88040-900 – Florianópolis – SC - Brasil Fone (0XX48) 331-9268, Fax (0XX48)234-0059.

E-mail: [muzart@materiais.ufsc.br](mailto:muzart@materiais.ufsc.br)

***Abstract.** In the present work, the characteristic of conventional furnace and plasma sintering of Fe-0,7%P is investigated. The configuration of electrical discharge used in this work is that where the sample works as cathode or anode (also called confined anode-cathode). The samples were sintered in those configurations using argon and hydrogen atmosphere at 7,5 Torr a pressure and temperature of 1120°C during 1 hour. Measurements of geometric density show better results when carry out at confined anode-cathode configuration compared to the conventional process. The cathode configuration shown a better superficial sealing due to ions and neutrals fast bombardment which transfer energy to superficial atoms of sample give them mobility. The electrical discharge was stable even with the presence of the transient liquid phase during the sintering process at the cathode configuration.*

***Keywords.** Plasma Sintering, Powder Metallurgy, Anode-Cathode and Cathode.*