

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA – UFSC
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE
MATERIAIS**

**ESTUDO DA DESCARBONETAÇÃO DURANTE A
SINTERIZAÇÃO POR PLASMA DE AÇO CARBONO**

**DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA
CATARINA PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ANTONIO COBOS

FLORIANÓPOLIS, SETEMBRO DE 2003

ESTUDO DA DESCARBONETAÇÃO DURANTE A SINTERIZAÇÃO POR PLASMA DE AÇO CARBONO

ANTONIO COBOS

**Esta dissertação foi julgada para obtenção do título de Mestre em Ciências e
Engenharia de Materiais**

**Especialidade ciências e engenharia de materiais e aprovada em sua forma final pelo
programa de pós-graduação em ciências e engenharia de materiais**

Profª. Drª. Ana Maria Maliska (EMC/UFSC) – Orientadora

Prof. Dr. Joel L. Muzart – Co-orientador

Prof. Dr. Alexandre Lago – Coordenador do Programa

BANCA EXAMINADORA

Profª. Drª. Inborg Kühn Arroyo (UFSC) – Presidente

Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho (UFSC)

Prof. Dr. Luis César Fontana (UDESC)

Prof. Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira (UFSC)

*“... nenhuma produção humana é individual.
...uma obra de arte, uma palavra, uma
idéia – reflete as conquistas ou as
mazelas de nossa espécie, durante a
construção do conhecimento.”*

Mônica Apolônio da Silva

AGRADECIMENTOS

A Ana Maria Maliska e Joel L. R. Muzart pela proposição do tema, discussões, orientação e compreensão que permitiram concluir esta dissertação.

A todos os professores que direta ou indiretamente me apoiaram com suas sugestões e amizade, contribuindo para a realização deste trabalho.

Aos bolsistas, pela sua presteza quando requisitados nas várias atividades, como preparação metalográfica, análises de Raios X, MEV e microdureza.

Ao Laboratório de Conformação na pessoa de Carlos Augusto pelas discussões e contribuição nas aquisições dos perfis de microdureza das amostras.

À empresa Lupatech S. A. – Caxias do Sul – RS, na pessoa de Waldir Ristow, pela análise de perfil de carbono.

Ao programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais-UFSC, que possibilitou enriquecer minha experiência profissional.

Ao CEFET – PR / PB, que apoiou o meu afastamento para realizar este trabalho de mestrado.

À banca examinadora, composta pelos professores Dr^a Ingborg Kuhn Arroyo, Dr. Luis César Fontana, Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho e Dr. Carlos Augusto Silva de Oliveira.

Aos amigos Carlos Queiroz e Jorge de Lourenço que me apoiaram ao longo do Curso e estiveram presentes em muitos momentos difíceis.

Aos companheiros e colegas do curso que apoiaram, discutiram e colaboraram com suporte conceitual durante a elaboração da parte experimental e descritiva da dissertação.

A Léa Indrusiak Weiss, pela colaboração na revisão do texto deste trabalho.

Aos meus filhos, Alisson e Vinícius por compreender meu afastamento durante o período deste trabalho.

À minha esposa Luciana pela colaboração, motivação, compreensão e paciência.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS	iii
ÍNDICE DE TABELAS	v
LISTA DE ABREVIACÕES	vi
ABSTRACT	viii
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 AÇO CARBONO	3
2.2 METALURGIA DO PÓ	5
2.2.1 Obtenção dos pós	6
2.2.2 Mistura dos componentes	6
2.2.3 Compactação da mistura de pós	6
2.3 SINTERIZAÇÃO	7
2.4 ATMOSFERAS DE SINTERIZAÇÃO	8
2.5 ENERGIA DOS ÁTOMOS	10
2.5.1 Mecanismos de movimentos atômicos	10
2.6 DIFUSÃO	11
2.6.1 Coeficiente de Difusão	13
2.7 MICROESTRUTURAS OBTIDAS NO TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS CARBONO	15
2.8 INFLUÊNCIA DO RESFRIAMENTO SOBRE A MICROESTRUTURA RESULTANTE	18
2.9 MICRODUREZA	19
2.10 SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL	20
2.11 FUNDAMENTOS DA DESCARGA ELÉTRICA (PLASMA)	21
2.11.1 Descarga Elétrica	23
2.11.2 Reações na Região Catódica (Bainha Catódica)	24
2.11.3 Reações de partículas com a superfície da amostra	24
2.12 DESCARBONETAÇÃO	25
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	29
3.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS POR MP A SEREM SINTERIZADAS	29
3.1.1 Pós utilizados	29
3.1.2 Amostras de ferro carbono	30
3.2 PROCESSAMENTO DAS AMOSTRAS	31

3.2.1	Sinterização em forno convencional	31
3.2.2	Sinterização por plasma.....	32
3.2.9	Processamento das amostras.....	38
3.3	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS	41
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	42
4.1	AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DA DESCARGA ELÉTRICA.....	43
4.1.1.	Comportamento V x I para catodo aberto e catodo confinado.....	43
4.1.2.	Comportamento V x I – anodo confinado e forno plasma	44
4.1.3	Influência do aquecimento e resfriamento sobre as microestruturas resultantes.	46
4.2	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E QUÍMICA DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS EM DIFERENTES CONFIGURAÇÕES DO PLASMA	49
4.2.1	Análise do teor de carbono nas amostras processadas por plasma.....	49
4.2.2	Microestruturas obtidas nas diferentes configurações do plasma.	51
4.3	INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PLASMA SOBRE AS MICROESTRUTURAS DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS POR PLASMA	54
4.3.1	Influência do tempo sobre a descarbonetação durante a sinterização por plasma.....	54
4.3.2.	Influência da pressão sobre a descarbonetação das amostras sinterizadas por plasma.....	55
4.3.3.	Influência da atmosfera sobre a descarbonetação das amostras sinterizadas por plasma.....	56
4.4	COMPARAÇÃO ENTRE A SINTERIZAÇÃO EM FORNO CONVENCIONAL E POR PLASMA.....	60
4.4.1	Amostras FeC sinterizadas em forno convencional e por plasma.....	60
4.4.2	Amostras convencionais tratadas em forno convencional e por plasma.....	61
4.5	MICRODUREZA DAS AMOSTRAS ASSOCIADA ÀS CONFIGURAÇÕES DE PLASMA	63
5.	CONCLUSÕES	66
6.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 2.2 - Principais mecanismos da difusão	11
Fig. 2.3 - Variação da concentração no tempo (modificada de [13])	13
Fig. 2.4 - Diagrama de equilíbrio de FeC – simplificado (modificado de [12]).....	17
Fig. 2.5 - Diagrama CCT para um aço 0,8 % C eutetóide (modificado de [15])	18
Fig. 2.5 - Identador de diamante VIKERS	19
Fig. 2.6 - Curva T x t, típica para a sinterização convencional	21
Fig. 2.7 - Representação de plasma básico sob efeito de um campo elétrico.....	22
Fig. 2.8 - Interação de partículas com a amostra (figura modificada de Brunatto [23])	25
Fig. 3.2 - Sistema básico de plasma	32
Fig. 3.2 - Configuração catodo aberto	35
Fig. 3.3 - Configuração catodo confinado	36
Fig. 3.4 - Configuração anodo confinado	37
Fig. 3.5 - Configuração forno plasma.....	38
Fig. 4.1 - Evolução de tensão e corrente da descarga elétrica durante a sinterização nas configurações catodo aberto e catodo confinado	44
Fig. 4.2 - Evolução de tensão e corrente da descarga elétrica durante a sinterização nas configurações forno plasma e anodo confinado	45
Fig. 4.3 - Comportamento característico de temperatura e tempo durante o processo de sinterização nas configurações plasma.....	46
Fig. 4.4 - Micrografia de resfriamento: amostras sinterizadas por plasma na configuração forno-plasma.....	48
Fig. 4.5 - Micrografias de amostras sinterizadas por plasma	54
Fig. 4.6 - Micrografias de amostras sinterizadas em 30 min. e 60 min.....	55
Fig. 4.7 - Micrografias de amostras sinterizadas à pressão de 665 Pa e 1330 Pa.....	56
Fig. 4.8 - Micrografias sinterizadas em atmosferas (95% Ar + 5% H ₂) e (5% Ar + 95% H ₂).....	57
Fig. 4.9 - Micrografias da superfície e do centro das amostras sinterizadas por plasma em atmosfera de H ₂	58
Fig. 4.10 - Micrografias de amostras sinterizadas por plasma com atmosfera de H ₂ pressão 665 e 1729 Pa	59
Fig. 4.11 - Micrografias de Fe-0,2 %C sinterizadas em forno convencional e forno plasma.	61
Fig. 4.12 - Micrografias de aço AISI 1020, comercial, tratados em forno convencional e plasma	62

Fig. 4.13 - Micrografias de aço AISI 1045, comercial, tratados em forno convencional e plasma	63
Fig. 4.14 - Perfil de microdureza Vickers (Carga 1,96N) amostra 0,45%C sinterizada Forno plasma – 5 Torr (665 Pa) – 60 min – 20%H ₂ + 80%Ar.....	64
Fig. 4.15 - Perfil de microdureza Vickers (Carga 1,96N) amostra 0,45%C sinterizada Forno plasma 5 Torr (665 Pa) – 30 min – 20%H ₂ + 80%Ar.....	64

ÍNDICE DE TABELAS

Tab. 2.1 - Coeficientes de difusão - tabela modificada de Padilha [13].....	14
Tab. 3.1 - Composição das amostras	29
Tab. 3.2 - Composição aproximada do pó de ferro TRIFER DC 177.....	30
Tab. 3.3 - Granulometria média do pó de ferro Trifer DC 177	30
Tab. 3.4 - Condições de sinterização das amostras Fe – 0,2% C	39
Tab. 3.6 - Condições de sinterização das amostras Fe – 0,8% C	40
Tab. 3.7 - Condições de tratamento térmico das amostras de aço comercial.....	40
Tab. 4.1 - Análise do teor de carbono	50

LISTA DE ABREVIACOES

Alfabeto Latino:

C	Densidade atmica	[tomos.cm-3]
D	Coeficiente de difuso	[cm ² .s-1]
D ₀	Fator pr-exponencial independente da temperatura	[m ² / s]
d	Espessura da bainha catdica	[cm]
E _c	Energia cintica	[eV]
F	Fluxo de espcies rpidas atingindo o ctodo	[espcie.cm-2]
I	Corrente eltrica	[A]
J	Fluxo mssico	[g.cm-2.s-1]
J	Fluxo molar	[tomos.cm-2.s-1]
HV	Dureza Vickers	[Vickers]
K	Temperatura absoluta Kelvin	[K]
L	Unidade de comprimento	[µm, mm, cm]
M	Massa molar	[g.mol-1]
N	Concentrao molar	[mol.cm-3]
p	Presso	[Pa],[Torr]
Q	Energia de ativao	[J/mol]
R	Constante universal de gases	[J/mol.K]
T	Temperatura	[K]
t	Tempo	[s]
V _p	Potencial do plasma	[V]
ddp	Diferena de potencial eltrico	[V]

Alfabeto Grego:

α	Referncia  fase ferrita	
γ	Referncia  fase austentica	
δ	Referncia  fase delta	
λ	Livre caminho mdio	[cm]
μ	Densidade de corrente	[A.cm-2]

RESUMO

Este trabalho confirma a viabilidade do uso da tecnologia de plasma para a sinterização de amostras produzidas por metalurgia do pó. Amostras FeC foram processadas em descarga luminescente anormal de argônio e hidrogênio com o objetivo de avaliar a descarbonetação ocorrida durante a sinterização. Aplicou-se descarga elétrica em diferentes configurações: catodo aberto e catodo confinado, com amostra colocada no catodo; anodo confinado e forno plasma, com amostra colocada no anodo.

No estudo foram processadas amostras com diferentes teores de carbono (0,20, 0,45 e 0,8%C). Foram variados também os parâmetros, pressão, tempo e mistura gasosa em cada processo de sinterização. As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica, microdureza e medida de teor de carbono.

Os resultados mostram que na sinterização de amostras FeC usando descarga luminescente anormal tem-se a descarbonetação da amostra de maneira homogênea sem ocorrer no entanto uma descarbonetação superficial das mesmas. As diferentes configurações utilizadas não causaram variação significativa na descarbonetação das amostras, apresentando, em todas, características semelhantes com relação à perda total de carbono, e não descarbonetação superficial. Já a variação do tempo e da pressão influencia a perda de carbono, apresentando uma maior perda de carbono com o aumento do tempo de sinterização e a diminuição da pressão. Os resultados mostram que, ao contrário da sinterização em forno resistivo, onde o aumento de teor de carbono da amostra causa uma maior descarbonetação na mesma, na sinterização por plasma não foi observada esta correlação. Os resultados mostram também a viabilidade de sinterizar via plasma aços carbono obtidos por metalurgia do pó sem a necessidade da adição de carbono na atmosfera. A não descarbonetação superficial da amostra possibilita a sinterização por plasma em atmosfera argônio/hidrogênio e, ainda, estimar o teor final de carbono.

ABSTRACT

This work confirms the viability of using plasma technology for samples produced by powder metallurgy.

FeC samples were processed in an abnormal argon and hydrogen glow discharge of to evaluate the decarburization phenomena that appear during the sintering process. The electric discharge was generated in four different configurations: open cathode and confined cathode, with sample placed in the cathode; confined anode and plasma furnace, with sample placed in the anode, inside the cathode.

The studies were carried out varying the carbon content in the samples, the pressure, the time and the gaseous mixture, in different sinterization cycles. The samples were characterized by optical microscopy, Vickers hardness and measurement of carbon content.

The results show that the FeC sintering using an abnormal glow discharge doesn't cause only superficial decarburization, but at the whole sample, homogeneously. The different configurations applied did not cause significant variation in the decarburization of the samples. Besides, it also presented similar characteristics of total carbon loss, including the not superficial decarburization. Increasing sintering time and decreasing pressure influence the carbon loss. It can also be noted that the decarburization is larger in samples sinterized in resistive furnace.

Therefore, plasma sintering is a useful method to obtain steel carbon through powder metallurgy, without addition of carbon in the atmosphere, once it reduces the decarburization process. In other words, the small amount of superficial decarburization makes possible the use of plasma sintering in argon/hydrogen atmosphere and also the estimation of remaining carbon content.

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

1. INTRODUÇÃO

O aço é um material que pode ser tratado termicamente e produzir diferentes microestruturas com propriedades mecânicas apropriadas bastante variadas para diferentes aplicações [1].

O processamento térmico de sinterização de uma liga ferrosa normalmente ocorre em uma temperatura no campo austenítico. Esta temperatura varia de 800 a 1200⁰C, dependendo da composição química.

Tratamentos térmicos comerciais são realizados em fornos convencionais, geralmente utilizando fornos com aquecimento resistivo (elétricos). Os fornos podem ter dimensões variadas, dependendo da necessidade, das condições técnicas e do potencial da indústria produtora.

O controle da atmosfera no processamento do aço é de grande importância para que o aço seja produzido com microestrutura e propriedades requeridas. Na atmosfera dos fornos de tratamento térmico a probabilidade de ocorrer a presença de oxigênio no ambiente do tratamento é elevada, e para certas composições do material ocorrem potenciais químicos que provocam reações indesejáveis. Por exemplo, a presença do oxigênio pode oxidar o material (aço) que está em tratamento, reagir com o carbono do aço e volatilizar na forma de CO ou CO₂, provocando a decarbonetação, ou, ao contrário, acrescentar-se à atmosfera um componente com carbono, proporcionando a carbonetação do material.

O carbono no aço, quando em tratamento térmico, forma carbonetos na matriz ferrosa tornando o aço um material bastante duro e resistente à tração. O maior ou menor teor de carbono implica na possibilidade de se obter um material mais duro e resistente ou mais dúctil. Um aço carbono dúctil está associado a um material com menos carbetos, e uma quantidade menor de carbetos deixa o aço

menos frágil, o que possibilita sua laminação, estampagem profunda e moldagem. O tipo de aço, carbonetado ou descarbonetado, detém propriedades mecânicas específicas que determinam sua aplicabilidade.

O tratamento térmico, sinterização, que utiliza descarga elétrica é uma tecnologia recente, mais econômica em vários itens de importância se comparada com métodos convencionais. Entre alguns itens de importância, podem-se citar: economia de material proveniente do processo metalurgia do pó, menor tempo do processo de sinterização, menor consumo de energia, maior limpeza no processo de sinterização [2]. As vantagens observadas durante este processo de sinterização são significativas e induzem buscar por meio de pesquisas, otimizar o processo.

Este trabalho teve como objetivo estudar a descarbonetação do aço durante a sinterização por plasma. Nos processos de sinterização com várias amostras, foram alternados parâmetros como pressão, tempo, configurações do plasma, teor inicial de carbono no aço, fluxo da mistura gasosa e atmosfera.

Para efeito comparativo, algumas amostras foram sinterizadas em forno resistivo sob atmosfera H_2 , à pressão atmosférica.

As amostras foram submetidas à preparação metalográfica, analisadas por microscopia ótica (MO), microdureza e teor de carbono total.

CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AÇO CARBONO

Os aços carbono são essencialmente ligas ferro carbono com grande variação de propriedades mecânicas, desde muito dúcteis a extremamente duros e resistentes ao desgaste. A microestrutura dos aços pode ser alterada por tratamentos térmicos e ou por alteração da composição química [1].

O ferro puro (ferro α ou ferrita) possui estrutura (CCC) na temperatura ambiente. É um material alotrópico que apresenta mudança de estrutura com a variação da temperatura. Possui uma resistência mecânica muito baixa e ductilidade alta, se comparado à liga ferro carbono.

Em temperaturas entre 723⁰C até 912⁰C, o ferro apresenta estrutura reticular cúbica de face centrada (CFC), chamada de ferro- γ , ou austenita. Acima de 1394⁰C até a temperatura de fusão (1538⁰C) cristaliza-se sob um reticulado cúbico de corpo centrado (CCC), chamado de Ferro - δ .

Cementita ou carbeta de ferro é um composto ferro carbono com excesso de carbono na relação limite de solubilidade. O excesso de carbono no reticulado cristalino resulta em uma célula unitária ortorrômbica de cementita Fe₃C, com 12 átomos de ferro para 4 átomos de carbono. A cementita é um composto de elevada dureza e resistência mecânica, porém frágil.

Pequenas concentrações de carbono são solúveis no ferro.

O aço carbono em geral contém de 0,008% a 2,1% de carbono em sua composição, além de elementos residuais de fabricação como Manganês (Mn), Silício (Si), Fósforo (P) e enxofre (S).

Os valores percentuais acima representam a solubilidade mínima e máxima de carbono (C), na estrutura cristalina do ferro à temperatura ambiente, sendo que a

solubilidade máxima somente poderá ocorrer na temperatura de 1148°C . O diagrama de fases na figura 2.1 [3] representa o equilíbrio de temperatura e limites de composição do ferro-carbono.

Os aços carbono são basicamente constituídos por austenita, ferrita, cementita (carbeto de ferro) e perlita.

A quantidade e a distribuição dos carbeto no ferro na matriz ferrítica são responsáveis pelas propriedades da maioria dos aços [4].

No resfriamento do aço carbono ocorre a precipitação da fase ferrita e cementita, formando a perlita em forma de lamelas finas, dispostas alternadamente. As propriedades mecânicas da perlita são intermediárias entre ferrita e cementita, dependendo da espessura das lamelas; quanto menor for o espaço entre as lamelas, mais duro e resistente é o aço.

Os processos de transformação dos metais e ligas metálicas em peças para utilização em conjuntos mecânicos são inúmeros e variados: pode-se fundir, conformar mecanicamente, soldar, usinar e utilizar a metalurgia do pó e, assim, obter a peça desejada. Evidentemente, vários fatores devem ser considerados quando se escolhe o processo de fabricação. Como exemplo, podemos lembrar: o formato da peça, as exigências de uso, o material a ser empregado, e assim por diante. Dentre as maneiras de processar o material metálico, este trabalho buscou otimizar o tratamento do aço produzido pela metalurgia do pó, quando submetido ao tratamento térmico por plasma.

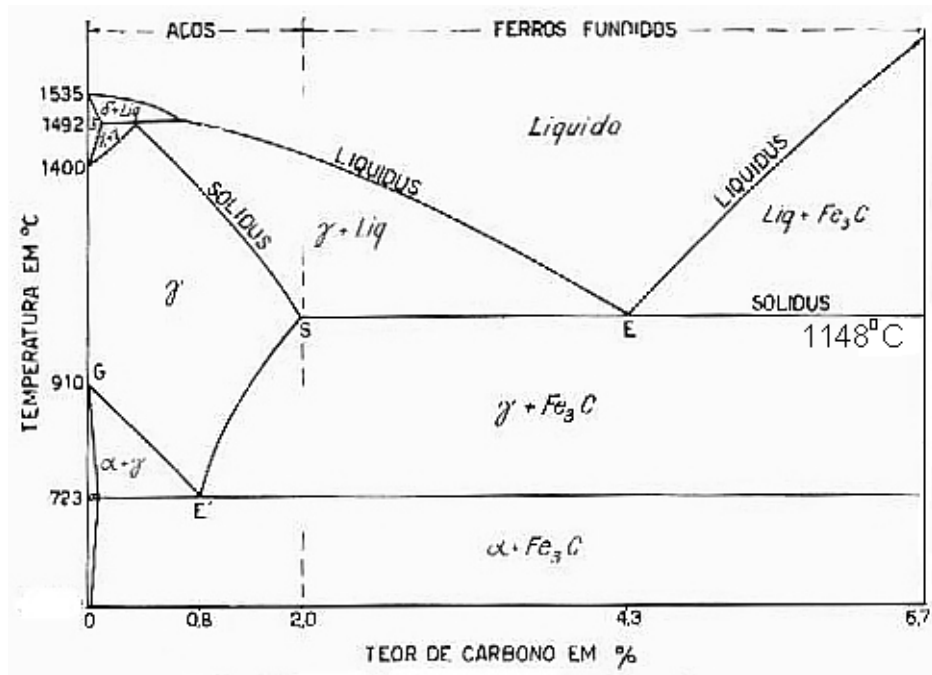


Fig 2.1-Diagrama de fases da liga ferro carbono simplificado (modificado de [4])

2.2 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é um processo usado para transformar, sem fusão, pós metálicos ou não, em peças ou componentes acabados. Esta tecnologia possibilita obter o produto final com geometria complexa e homogeneidade das fases, refletindo em uma redução de custos (menor perda de material) para a indústria [2],[5].

Peças ou componentes fabricados por meio da metalurgia do pó alcançam sua forma final após algumas etapas que consistem em:

- 1 – obtenção dos pós;
- 2 – mistura dos componentes;
- 3 – compactação / conformação;
- 4 – sinterização.

2.2.1 Obtenção dos pós

A produção de pós metálicos pode ser realizada por vários processos (moagem, atomização e redução). A escolha do processo está condicionada às suas possibilidades em transformar um dado material inicial com determinadas propriedades mecânicas, físicas e químicas, no produto final desejado [6].

2.2.2 Mistura dos componentes

A mistura adequada dos pós, na proporção desejada, é essencial para finalizar uma peça após a sinterização, dentro das propriedades mecânicas planejadas.

A mistura uniforme proporciona ao final do processo uma microestrutura homogênea. E para melhorar esta homogeneização é adicionado aos elementos da liga, um lubrificante, com a função de diminuir o atrito entre partículas da mistura e também das partículas com a parede do molde durante a compactação.

2.2.3 Compactação da mistura de pós

A moldagem e compactação de peças são responsáveis pela geometria e densificação da massa de pós. A partir da função desejada é determinado o tipo de moldagem e a pressão de compactação. A compactação pode ser a temperatura ambiente ou a quente.

As compactações podem ser realizadas por várias técnicas e dependem também de sua finalidade. Algumas das técnicas mais comuns são a: compactação uniaxial em matriz; compactação isostática; laminação de pós; extrusão de pós; forjamento de pré-sinterizados; injeção de pós; enchimento por vibração etc.

A maneira usual de se proceder a compactação consiste na aplicação de uma pressão de forma uniaxial em matriz de efeito duplo. Neste caso a densidade pode alcançar até 92% da densidade teórica, entretanto, quando se deseja um material com densidade da ordem de 96%, utiliza-se a compactação a quente, que é mais dispendiosa [6], [7].

2.3 SINTERIZAÇÃO

Sinterização é a ligação de partículas por atração atômica ou molecular, através de tratamento térmico. Para o caso do FeC obtém-se a densificação e recristalização do material, na forma de um corpo sólido tipicamente bifásico, poros e matéria densa [7].

A sinterização pode ocorrer em materiais monocomponentes ou multicomponentes no estado sólido.

Na sinterização na presença de fase líquida, o transporte de matéria ocorrerá por um mecanismo adicional que é o fluxo viscoso, que acelera o processo de densificação do material sinterizado. A fase líquida intensifica a cinética do processo de sinterização quando apresenta alta molhabilidade, pois facilita o rearranjo das partículas [6].

No estado sólido, a sinterização tem a difusão atômica como mecanismo principal de transporte de matéria. A difusão pode ocorrer de forma superficial, volumétrica, contorno de grão, evaporação e recondensação, dependendo da temperatura e pressão de vapor do material. Termodinamicamente, a sinterização pode ser associada ao transporte de matéria ativada pelo aquecimento de uma massa de pós ou compactado, fazendo diminuir sua superfície livre pelo crescimento de contato entre as partículas, gerando uma diminuição dos poros, alterando a geometria do material e diminuindo alguns dos defeitos da rede cristalina quando fora do equilíbrio termodinâmico.

A sinterização por plasma ativa a difusão por evaporação e recondensação devido à pulverização atômica que ocorre no catodo; desta forma, tem-se uma mobilidade maior dos átomos na superfície que aumenta a formação de necks pela difusão superficial [8].

Neste trabalho as amostras foram sinterizadas por plasma sem a presença de fase líquida.

2.4 ATMOSFERAS DE SINTERIZAÇÃO

Na área de materiais, utilizam-se com frequência as seguintes reações:

Equilíbrio de formação \Leftrightarrow dissociação de compostos

Equilíbrio de oxidação \Leftrightarrow redução com hidrogênio e carbono

Equilíbrio de carbonetação \Leftrightarrow descarbonetação

Proteção de materiais na sinterização com atmosfera controlada \Leftrightarrow Evitar oxidação ou descarbonetação.

Em processos térmicos convencionais de sinterização é possível controlar uma atmosfera no sentido de garantir as propriedades desejadas à microestrutura superficial final do produto sinterizado.

Em processos térmicos realizados por plasma, a sinterização ocorre pelo calor produzido por um efeito físico-químico, o bombardeio de íons e partículas neutras sobre o catodo. Neste processo ocorre a dissociação de átomos e moléculas que ativam uma série de espécies altamente reativas, e aceleradas contra o catodo. A formação das espécies e as colisões com o catodo originam reações químicas na atmosfera no interior do reator de plasma, diferentes das convencionais.

O controle da atmosfera de sinterização implica diretamente na administração do equilíbrio do potencial químico entre gases e os componentes do material presentes no interior do reator. Dentro das reações químicas possíveis de ocorrer entre a atmosfera e o aço na sinterização em sistemas convencionais, as mais comuns são oxidação/redução e carbonetação/descarbonetação.

Dentro das reações químicas e físico-químicas possíveis conhecidas em processos de sinterização de aços a plasma com atmosfera básica de Ar – H₂ e C, podem ocorrer espécies Ar⁺, ArH⁺, H₃⁺, H₂⁺, [9] H₂O, CO, CO₂, além de outras.

Em processos térmicos convencionais a oxidação e a descarbonetação de um material em tratamento térmico são produzidas por oxigênio, vapor d'água e dióxido de carbono, quando presentes em proporções elevadas em relação aos teores de hidrogênio e monóxido de carbono. A carbonetação é causada pelo monóxido de carbono e por hidrocarbonetos tais como o metano e outros [10].

Na sinterização do aço, são várias as reações que possibilitam a carbonetação/descarbonetação, mas os componentes químicos principais para realizar o efeito são: carbono, hidrogênio e oxigênio [11]. Algumas das reações importantes e que provavelmente ocorrem durante o desenvolvimento deste trabalho em forno convencional são:

o hidrogênio que reage com o carbono do aço formando metano, segundo a equação de equilíbrio 1.



o oxigênio que reage com o carbono do aço formando monóxido de carbono, equação 2.



o vapor d'água que reage com o carbono do aço para formar monóxido de carbono e hidrogênio,



As reações que podem ter ocorrido no tratamento térmico a plasma são as mesmas do processo convencional e ainda a formação, conforme Jorgensen [9], de espécies reativas como ArH^+ , Ar^+ , H_3^+ , H_2^+ , resultantes das colisões e ionizações na mistura gasosa Ar - H_2 no ambiente do plasma. Possivelmente, outras reações podem ocorrer no ambiente do reator, que até o momento são desconhecidas.

A oxidação/redução, carbonetação/descarbonetação são controladas pela temperatura e introdução de elementos químicos como hidrogênio, carbonetos e oxigênio na mistura gasosa, ou ainda, com espécies presentes na atmosfera, de forma a manter o equilíbrio do potencial químico entre os componentes presentes.

2.5 ENERGIA DOS ÁTOMOS

Na temperatura -273°C (zero absoluto), átomos de uma estrutura cristalina estão totalmente imóveis; isto significa encontrar átomos em posições correspondentes ao nível de menor energia. À medida que a temperatura desta estrutura cristalina aumentar, aumentará a vibração dos átomos em torno de sua posição de menor energia.

Átomos que sofrem movimentos pelo aumento de temperatura também podem ser deslocados na presença de campos elétricos e/ou magnéticos. Íons são facilmente deslocados de sua posição de menor energia (equilíbrio), desde que a energia de ativação seja maior do que a energia da posição original [12].

2.5.1 Mecanismos de movimentos atômicos

Muitos dos movimentos de átomos no interior dos sólidos ocorrem na presença ou não de defeitos na rede cristalina. Na figura 2.2(a) [12], pode ser observado o mecanismo do movimento de átomos na rede cristalina por meio das lacunas. Esta mudança de posição ocorre com pouca energia dos mesmos, isto é, um átomo em estado de pouca energia pode se mover de sua posição a uma outra vazia na estrutura cristalina.

A figura 2.2(b) [12], apresenta o mecanismo de movimento intersticial de átomos na estrutura cristalina e associa-se como o principal mecanismo da decarbonetação - difusão intersticial.

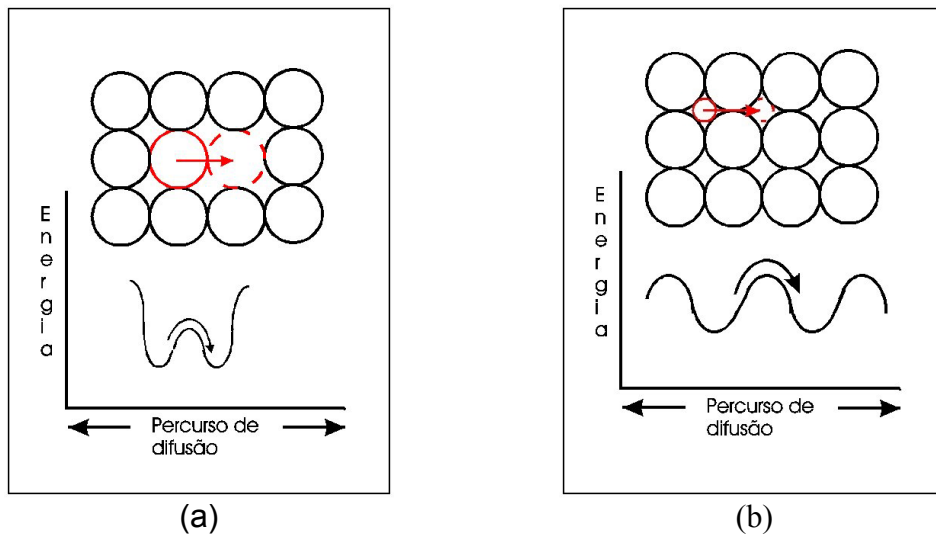


Fig. 2.2 - Principais mecanismos da difusão
 a) Difusão Substitucional b) Difusão Intersticial (modificada de [12]).

A energia cinética dos átomos em sólidos, líquidos e gases depende da energia de ativação.

Para a maioria dos sólidos, a energia de ativação é elevada e a energia utilizada normalmente é a térmica. Esta energia de ativação é responsável por provocar o movimento atômico na estrutura cristalina do sólido quando em tratamento térmico.

2.6 DIFUSÃO

Pela 1ª Lei de Fick o movimento dos átomos ocorre de regiões mais energéticas para regiões menos energéticas. O movimento dos átomos pode ocorrer pelo Gradiente de concentração, potencial ou pressão de átomos.

A 1ª Lei de Fick corresponde à equação

$$J = -D \left(\frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (4)$$

Onde

J = Fluxo ou densidade da corrente (taxa do fluxo de átomos por unidade de área)

D = Coeficiente de difusão

$\frac{dC}{dx}$ = Gradiente de concentração

O gradiente de concentração $\frac{dC}{dx}$, é neste caso igual a

$$\frac{C_A - C_B}{X_A - X_B} \quad (5)$$

C_A = Concentração atômica A

C_B = Concentração atômica B

X_A = Posição A

X_B = Posição B

A constante de proporcionalidade D é denominada coeficiente de difusão (difusividade) com unidade m^2/s ; esta grandeza é dependente do tempo, resultante da 2ª Lei de Fick.

Pela 2ª Lei de Fick,

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \quad (6)$$

Se o coeficiente de difusão for independente da composição, temos

$$\frac{\partial C}{\partial t} = -D \left(\frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \right) \quad (7)$$

O gráfico da figura 2.3 mostra a relação entre a variação da concentração com o tempo.

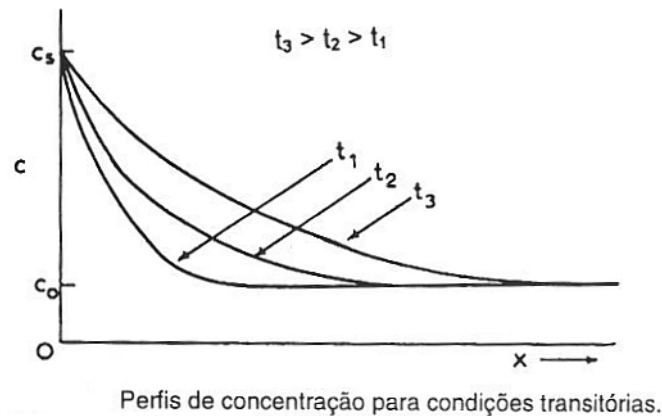


Fig. 2.3 - Variação da concentração no tempo (modificada de [13])

Através da 2ª Lei de Fick percebe-se que a variação de concentração é relacionada com o tempo, e sua homogeneização final é bastante lenta. A velocidade da homogeneização diminui com o gradiente da concentração, conforme figura 2.3.

2.6.1 Coeficiente de Difusão

A mobilidade de átomos em uma rede cristalina pode ocorrer pela superfície, pelo contorno de grão e volumetricamente. Na superfície e no contorno de grão da estrutura cristalina o movimento é facilitado pela ausência de barreiras de energia, e a difusão ocorre com menor resistência. A difusão no volume da rede cristalina ocorre com maior dificuldade, devido às barreiras de energia das interfaces entre grãos.

O calor é uma energia de ativação que aumenta a separação entre os limites de grãos, que supera a energia de interface entre grãos, permitindo que a difusão de átomos em redes cristalinas seja facilitada. A facilidade ou dificuldade para a difusão atômica é medida pelo coeficiente de difusão.

O coeficiente de difusão varia com a natureza dos átomos do soluto, com o tipo de estrutura e com a temperatura.

Na maioria dos materiais o coeficiente de difusão D obedece à equação de Arrhenius,

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad (8)$$

Onde

D_0 é o fator pré-exponencial independente da temperatura (m^2 / s)

Q é a energia de ativação para difusão (J/mol ; cal/mol ; V/átomo)

R é a constante dos gases

T é a temperatura absoluta (K).

Com a elevação da temperatura, os átomos de uma estrutura cristalina adquirem mais energia, o suficiente para superar as barreiras de energia, permitindo a difusão atômica.

A tabela 2.1 apresenta coeficientes de difusão obtidos experimentalmente para algumas estruturas e temperaturas.

Tab. 2.1 - Coeficientes de difusão - tabela modificada de Padilha [13].

Tabela 2.1 — Coeficientes de difusão de alguns sistemas.

Elemento que se difunde	Reticulado base	D_0 cm^2/s	Q kJ/mol	$D = D_0 \cdot \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$	
				20 °C cm^2/s	800 °C cm^2/s
H	α -Fe	0,002	12,14	10^{-5}	10^{-3}
H	γ -Fe	0,0067		10^{-10}	10^{-4}
C	α -Fe	0,0079	75,78	10^{-17}	10^{-5}
C	γ -Fe	0,21	141,52	10^{-27}	10^{-8}
Fe	α -Fe	5,8	250,0	10^{-46}	10^{-12}
Fe	γ -Fe	0,58	284,30	10^{-53}	10^{-14}
Ni	Cu	0,001	148,64	—	—
Cu	Ni	$65 \cdot 10^{-6}$	124,77	—	—
W	W		594,55		

2.7 MICROESTRUTURAS OBTIDAS NO TRATAMENTO TÉRMICO DE AÇOS CARBONO.

É mostrado, na figura 2.4 [3], o diagrama ferro carbono simplificado, com descrição aproximada da transformação microestrutural de aços, durante o resfriamento. A parte da figura que representa a faixa de temperatura utilizada neste estudo é evidenciada com fundo branco, por tratar-se do intervalo de resfriamento das amostras tratadas a 1130°C , à temperatura ambiente.

As propriedades mecânicas de um material metálico podem ser alteradas a partir do controle da formação de sua microestrutura. Observa-se então que um vasto número de variáveis influencia na obtenção de uma microestrutura apropriada para a utilização em peças de um conjunto mecânico [12].

As microestruturas de um material metálico monofásico podem ser alteradas pela deformação plástica, recristalização, solução sólida e orientação cristalina.

Para um material polifásico, as propriedades mecânicas podem ser controladas e alteradas modificando-se as mesmas variáveis utilizadas nos materiais metálicos monofásicos. Além disso, outros fatores, presentes especificamente nestes materiais, podem ser considerados nos processos de alteração e controle das propriedades, por exemplo, as quantidades relativas das fases da mistura, tamanho dos grãos nas várias fases, forma e distribuição das fases [12].

Os aços carbono apresentam uma microestrutura bifásica, e por esta razão estes mesmos fatores influenciam no aspecto final de sua microestrutura e conseqüentemente em suas propriedades mecânicas.

A adição de carbono ao metal ferro provoca modificações nas temperaturas das transformações alotrópicas do ferro. Por outro lado, a solubilidade do carbono em cada uma das formas alotrópicas é diferente, pois a solubilidade sofre mudanças com a temperatura.

Para este trabalho não se fará uma discussão de todos os fatores que possibilitam modificar a forma e propriedades mecânicas das microestruturas. A seguir, realiza-se uma breve discussão que envolve o controle do teor de carbono

inicial (quantidade relativa de fases), aquecimento e resfriamento contínuo sobre a microestrutura.

Os aços podem ter em sua microestrutura a composição de ferrita e cementita com aspecto lamelar chamada de perlita. As lamelas podem obter um formato de laminas finas ou grossas, dependendo da temperatura em que a perlita se forma. Quanto maior a quantidade das lamelas de cementita, mais duro e mais frágil será o material. Os aços podem obter diferentes formatos de lamelas, dependendo do tratamento térmico aplicado ao material [12].

Um aço eutetóide, com a composição de 0,8% de carbono, ao ser resfriado da região austenítica à temperatura ambiente, irá apresentar quantidades diferentes de perlita em relação a um aço hipoeutetóide com composição de 0,4%C. As diferenças são influenciadas pelo teor de carbono e pela velocidade de resfriamento. A partir do diagrama de equilíbrio (figura 2.4), é possível acompanhar o resfriamento destes aços e observar as mudanças nas microestruturas, que são semelhantes às microestruturas obtidas no desenvolvimento deste trabalho.

Uma liga do aço carbono eutetóide, sendo resfriada a partir da região austenítica (1130°C), permanece com textura estável e homogênea até atingir a linha (A_1) delimitadora de 723°C . Ao atingir a linha delimitadora, ocorre a precipitação de carbono na forma de Fe_3C , transformando toda austenita restante em perlita [14], [15].

Para uma liga de aço hipoeutetóide, sendo resfriada em condições semelhantes ao resfriamento realizado sobre o aço eutetóide, ocorre a transformação da austenita até a temperatura ambiente em duas etapas. Na primeira, gradualmente, até atingir a linha delimitadora A , (gráfico da figura 2.4), precipitando-se ferrita sobre os contornos de grão da austenita. Na segunda, gradualmente, até atingir a linha horizontal A_1 , de 723°C , onde ocorre a transformação da austenita restante em perlita. Como o ferro α (ferrita) forma solução sólida pouco extensa com o carbono, precipita-se formando um contorno contínuo ao redor de cada grão de austenita. A austenita resfriada lentamente

transforma-se em perlita. Assim, todo aço com teor de carbono abaixo de 0,8%C, e abaixo de 723⁰C, resfriado lentamente é constituído de ferrita proeutetóide e perlita [12], [14], [15].

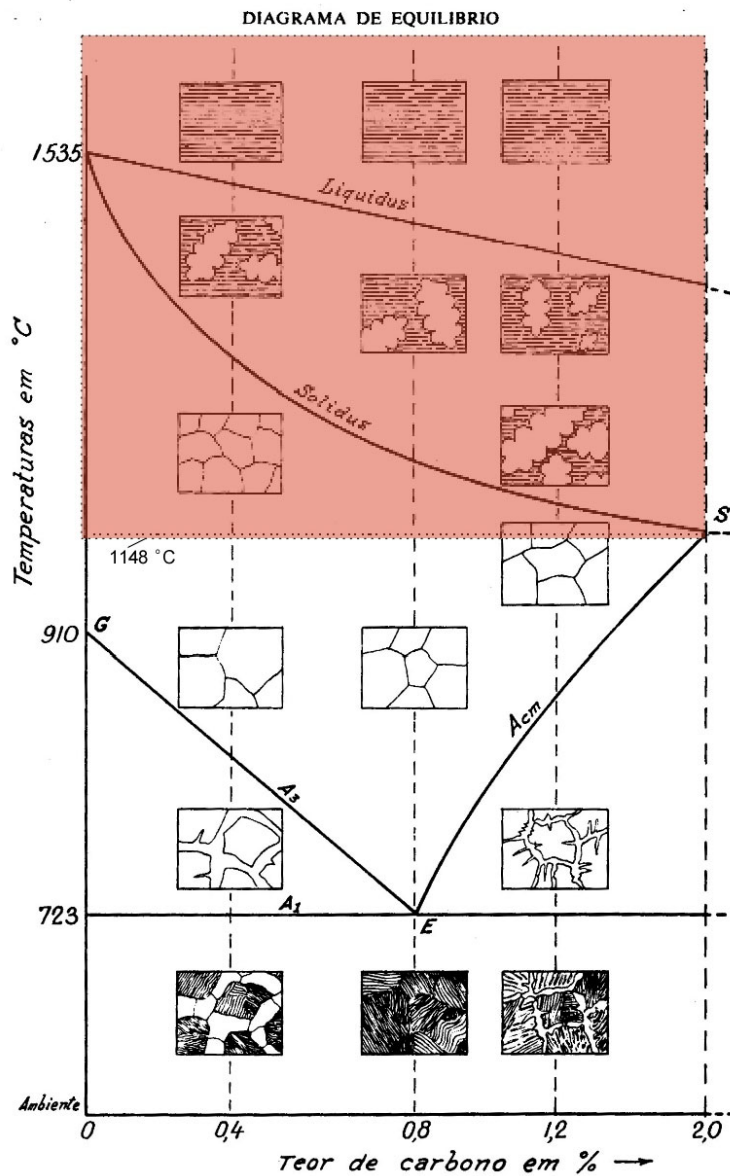


Fig. 2.4 - Diagrama de equilíbrio de FeC – simplificado (modificado de [12])

2.8 INFLUÊNCIA DO RESFRIAMENTO SOBRE A MICROESTRUTURA RESULTANTE.

Para um mesmo aço, velocidades diferentes de resfriamento irão resultar em diferentes microestruturas. Este comportamento pode ser visto no diagrama de resfriamento contínuo para um aço de composição eutetóide (figura 2.5). Conforme pode ser visto no diagrama, dependendo da velocidade de resfriamento, pode-se obter desde uma perlita grosseira, para o caso de um resfriamento lento, até uma microestrutura martensítica, para o caso de resfriamento muito rápido. Logo, a propriedade mecânica de um aço depende de vários fatores, mas o fator resfriamento determinará a disposição das fases ferrita e cementita em uma microestrutura.

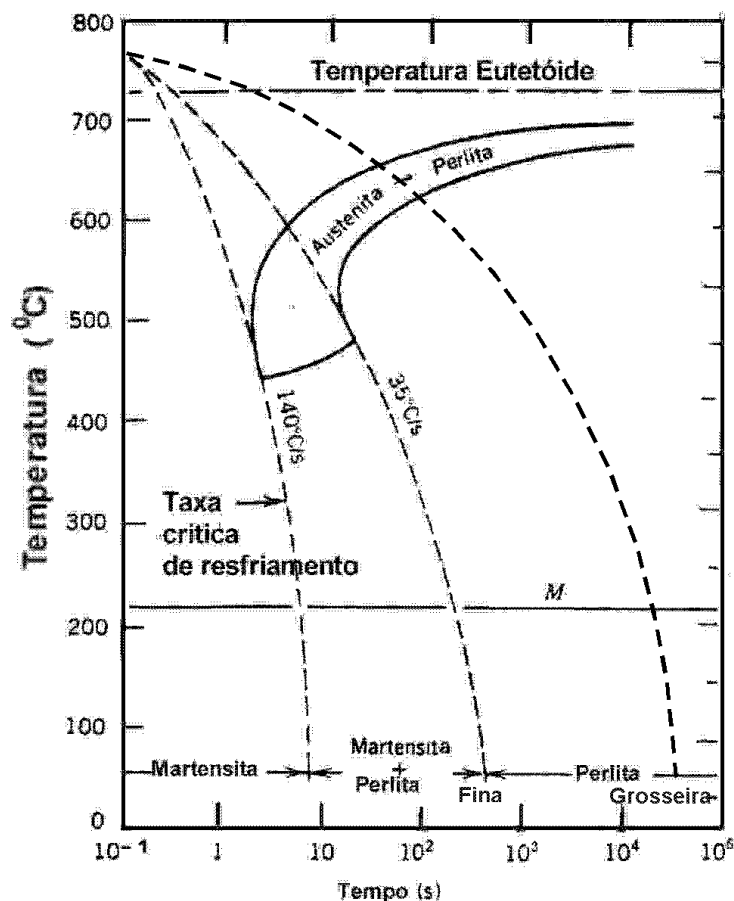


Fig. 2.5 - Diagrama CCT para um aço 0,8% C eutetóide (modificado de [15])

2.9 MICRODUREZA

É uma medida da resistência que um determinado material oferece à penetração de um outro material mais duro [16].

A dureza de um material dependerá de sua composição química, tamanho de grão, quantidade e distribuição de inclusões. As características de resfriamento são de grande importância para materiais metálicos como o aço. Existem tabelas e diagramas específicos para cada material desenvolvidos experimentalmente, determinando a dureza dos materiais, em função da composição química e do tempo de resfriamento.

A probabilidade de haver vazios (porosidade residual) e diferentes fases sob uma indentação em uma amostra obtida pela metalurgia do pó são bastante representativas, podendo, então, haver uma grande variação nos valores de dureza de ponto a ponto. Pode existir, portanto, um desvio dos valores nos perfis das amostras sinterizadas [7], [17].

A microdureza é um processo de medir dureza em áreas muito reduzidas, e a escala normalmente usada é a Vickers, com impressões no material na forma de pirâmide. O indentador é de diamante (alta dureza) com base quadrada em ângulos de 136° entre faces opostas. A impressão é realizada pelo indentador e visualizada com o microscópio ótico acoplado ao sistema de indentação. Em seguida são medidas as dimensões da impressão, conforme figura 2.5.

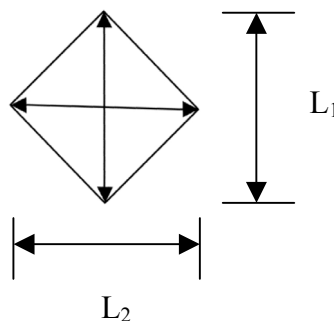


Fig. 2.5 - Identador de diamante VIKERS

A partir das medidas das diagonais L_1 e L_2 , utiliza-se a equação 20 e obtém-se o valor da dureza Vickers,

$$L = \frac{L_1 + L_2}{2} \quad (9)$$

$$HV = \frac{1,8544Q}{L^2} \quad (10)$$

Onde

Q é a carga aplicada em gf

L é a média do comprimento das diagonais da impressão.

O trabalho ora apresentado utilizou o reconhecimento das fases presentes em micrografias, associando com perfis de microdureza apresentados na literatura.

2.10 SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL

Este processo de sinterização é realizado em duas etapas. Para o caso da MP (metalurgia do pó), na primeira etapa utiliza-se uma temperatura adequada para retirar o lubrificante e fazer a limpeza necessária das amostras.

Normalmente, é utilizado estearato de zinco com a função de lubrificante em misturas de pós metálicos. O objetivo é reduzir o atrito entre o ferramental e amostra compactada.

A grafita além de fazer parte de algumas misturas como componente, pode ser misturada como lubrificante, devido às suas propriedades. Por exemplo, da mistura ferro e grafita pode-se obter o aço, e para esta mistura a grafita é o elemento carbono e ao mesmo tempo o lubrificante. Por esta razão, não se faz necessária a etapa de retirada de lubrificante, mas continua a etapa de limpeza dos óxidos das amostras, na temperatura de 400⁰C. Mantém-se esta temperatura por um tempo pré-definido e continua-se o processo até a temperatura de sinterização. Como segunda etapa, o sistema é mantido à temperatura controlada de sinterização

por outro tempo pré-definido. Após o controle do aquecimento nestes dois estágios, procede-se o resfriamento das amostras, ainda dentro do forno.

O gráfico da figura 2.6 representa a curva típica de sinterização em forno convencional.

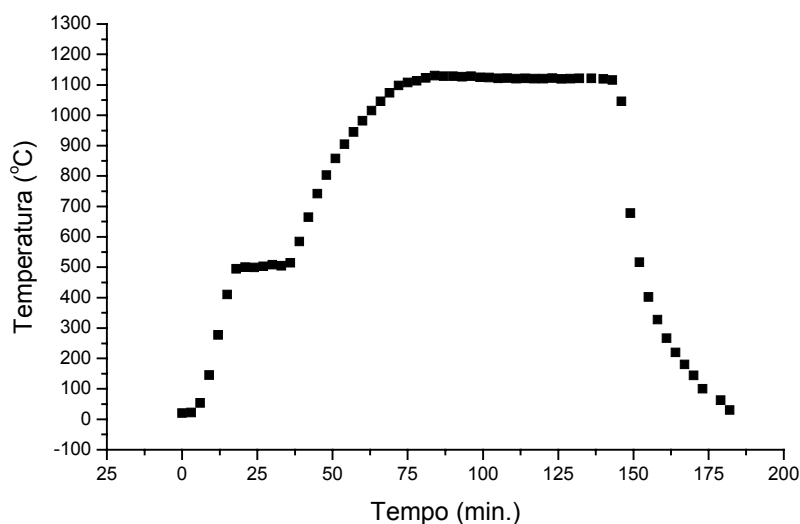


Fig. 2.6 - Curva T x t, típica para a sinterização convencional

2.11 FUNDAMENTOS DA DESCARGA ELÉTRICA (PLASMA)

O plasma é um gás ionizado que pode ser acelerado e guiado por campos elétricos e magnéticos. As pesquisas sobre plasma estão originando conhecimentos para novas tecnologias industriais e exploração de energia, além de uma maior compreensão do universo [18], [19].

Pelo fato de os plasmas serem condutivos e responderem a campos elétricos e magnéticos, podem ser fontes eficientes de radiação e ser usados em inúmeras aplicações.

Esta tecnologia utiliza a condição de que um plasma específico pode ser produzido por um campo elétrico que gera uma descarga elétrica quando aplicado sobre uma mistura gasosa.

Uma diferença de potencial elétrico aplicado entre dois eletrodos com condições apropriadas de temperatura e pressão pode gerar uma descarga elétrica.

Elétrons conduzidos e acelerados pelo campo elétrico dão início a processos de colisões com partículas neutras do gás (átomos e moléculas), promovendo a ionização destes. A ionização do gás origina uma descarga elétrica de aspecto brilhante que caracteriza a formação do plasma.

O plasma, segundo Chapman [20], é uma descarga luminescente decorrente de um gás parcialmente ionizado, constituído de concentrações aproximadamente iguais de cargas positivas e negativas mais um grande número de espécies neutras.

Na sua forma mais simples, mostrada na figura 2.7, a descarga luminescente consiste de um catodo e um anodo imersos em um meio gasoso a baixa pressão. A aplicação de um campo elétrico através dos eletrodos causa a dissociação do gás e aceleração de elétrons e íons positivos no sentido dos eletrodos opostos. Os elétrons acelerados pelo campo elétrico iniciam os processos de colisões com partículas neutras do gás, promovendo a ionização destas.

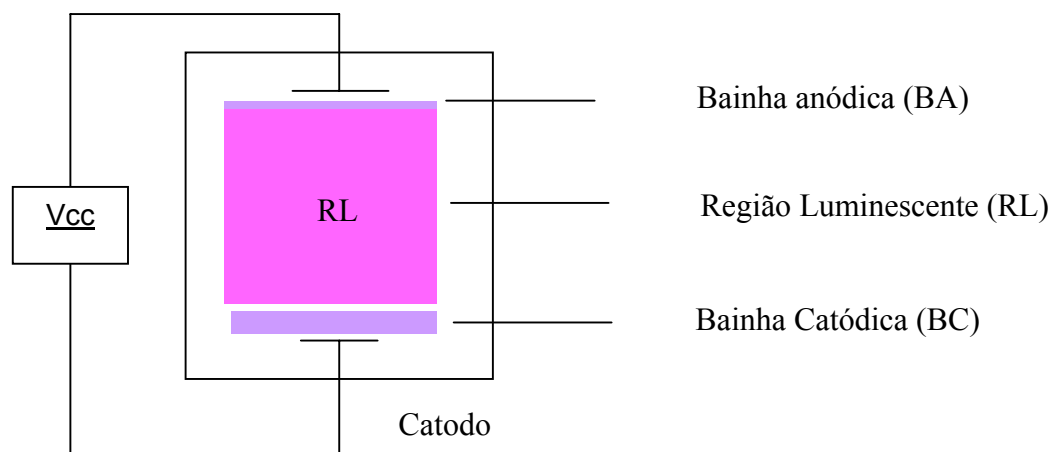


Fig. 2.7 - Representação de plasma básico sob efeito de um campo elétrico

A produção da região luminescente depende de sete regiões. Para o desenvolvimento deste trabalho considera-se necessário apresentar apenas três regiões: bainha anódica (BA), espaço escuro do catodo ou bainha catódica (BC) e região luminescente, como mostrado na figura 2.7.

Partículas que se encontram na região escura BC, interface, região luminescente e catodo (plasma – superfície) são fortemente aceleradas em direção

ao catodo, adquirindo energia suficiente para causarem modificações na superfície do catodo. Partículas rápidas (íons), com alta energia cinética, quando colidem com a superfície da amostra (catodo), convertem parte da energia em calor, aquecendo-a, e outra parte pode provocar processos como [7]:

emissão de elétrons do alvo (elétrons secundários);

pulverização (ejeção de átomos da amostra como consequência das sucessivas colisões entre átomos provocados pelo impacto iônico);

implantação - os íons podem penetrar na amostra onde ficarão implantados;

rearranjo estrutural – o impacto pode causar rearranjo estrutural da camada superficial, podendo ocorrer desde a formação de vacâncias e interstícios, até mudanças estequiométricas;

os íons podem ser absorvidos, ejetados, ligados ou reagirem entre si, modificando-se;

se o produto da reação com a superfície não for volátil, ocorre o crescimento de um filme (depósito);

se as partículas se localizarem logo abaixo da superfície pode ocorrer o processo de implantação.

As partículas que atingem a superfície do catodo podem se implantar por difusão no material, após provocar ejeção, pulverização (sputtering) de elétrons, íons e átomos de sua superfície.

2.11.1 Descarga Elétrica

A descarga elétrica no interior da câmara do reator provoca dissociações de átomos e moléculas, transformando-as em partículas altamente energéticas que possibilitam a obtenção de temperaturas suficientemente elevadas para sinterizar a amostra.

As altas temperaturas no reator de plasma são provocadas principalmente pelas colisões de partículas geradas na região luminescente com o catodo (amostra). O número de colisões aumentará com o aumento da corrente elétrica aplicada sobre os eletrodos do sistema. Aumentado-se a ddp aplicada sobre os

eletrodos, aumenta a densidade de corrente, que é responsável pelo aumento de temperatura. O valor da corrente elétrica depende do gás utilizado e da pressão no interior da câmara.

A descarga elétrica tem comportamento que depende de fatores como geometria do reator, configuração utilizada, tipo de gás ou mistura gasosa, pressão interna do sistema e da ddp aplicada [21].

2.11.2 Reações na Região Catódica (Bainha Catódica)

Na região luminescente formam-se íons e espécies excitadas que irão reagir na superfície do catodo. Os elétrons energéticos colidem com moléculas do gás, causando os fenômenos de dissociação e excitação das moléculas, tornando-as mais reativas. Quando se utiliza a mistura gasosa $\text{Ar} + \text{H}_2$ para o processo de sinterização, as reações de maior ocorrência na região luminescente são as colisões entre elétrons e moléculas.

Para Batista [22], o processo metalúrgico de sinterização de materiais metálicos por plasma é possibilitado pelo bombardeamento da amostra colocada no catodo por íons e espécies neutras rápidas produzidas na região luminescente. O intenso bombardeamento sobre o catodo eleva a temperatura da amostra possibilitando a sinterização. Para que o processo de sinterização ocorra dentro do reator de plasma, é necessária a aplicação de correntes elétricas elevadas e isto é possibilitado pelo aumento da ddp entre catodo e anodo.

2.11.3 Reações de partículas com a superfície da amostra

A figura 2.8, extraída de Chapman [20] e modificada, permite-nos visualizar o processo das reações de partículas com a superfície da amostra. Nela estão esquematizadas as principais reações que ocorrem na interface da região luminescente do plasma com a superfície do catodo (amostra) e o processo de difusão de espécies da mistura gasosa para a superfície e seu interior.

As espécies formadas no interior do reator de plasma, como elétrons, íons negativos e positivos, partículas neutras e radicais livres, fazem parte das interações mostradas na figura 2.8.

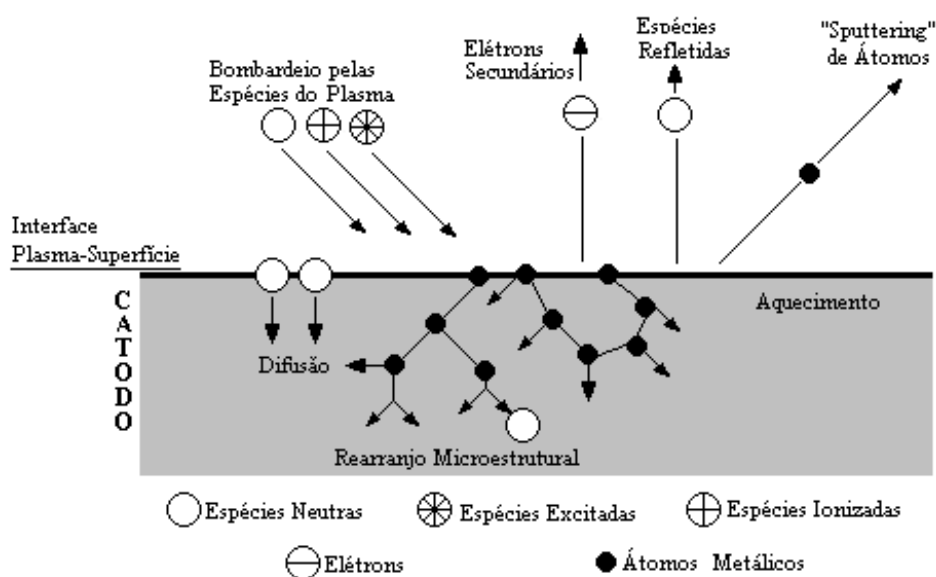


Fig. 2.8 - Interação de partículas com a amostra (figura modificada de Brunatto [23])

Apenas parte da energia produzida nas colisões das partículas na fase gasosa com o catodo (amostra) representa o calor necessário para efetivar o processo de sinterização. A outra parte está envolvida em outros possíveis processos, como emissão de elétrons secundários, reflexão de íons incidentes, implantação dos íons no substrato, pulverização (“sputtering”) e colisões em cascata que resultam em rearranjos estruturais na superfície do substrato [21].

A interação físico-química das partículas com a superfície do substrato é responsável pelos principais efeitos de rearranjo da rede cristalina e da difusão de espécies para a superfície e para o interior da amostra.

2.12 DESCARBONETAÇÃO

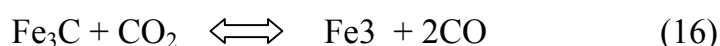
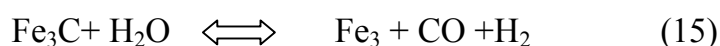
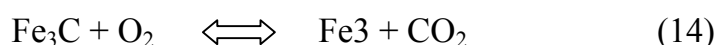
O conteúdo de carbono dentro do aço é essencial para manter as combinações das propriedades específicas que se deseja. Geralmente, níveis elevados de carbono podem aumentar a dureza e manter a resistência mecânica de um aço. A manutenção do carbono em todos os materiais nem sempre é importante e requisitado. Alguns materiais precisam se manter livres de carbono, principalmente quando o objetivo é obter um material para aplicações específicas,

como materiais dúcteis para conformação e/ou magnéticos. As características de uma microestrutura podem ser definidas a partir do projeto da composição química, aquecimento (tratamento térmico) e resfriamento durante o processo de sinterização [24].

Na sinterização de ferro e carbono (aço) podem ocorrer vários problemas, como oxidação, carbonetação e descarbonetação, conforme mencionado no item 2.4 - atmosferas de sinterização.

Normalmente é utilizado um artifício para diminuir problemas durante o processo, objetivando reduzir óxidos, manter o equilíbrio entre carbonetação e descarbonetação, por meio de uma atmosfera que em princípio equilibra o potencial químico do ambiente. Entretanto, o hidrogênio que é utilizado para reduzir os óxidos também pode reagir com carbono e alterar o conteúdo de carbono do material, pois as reações químicas podem ocorrer com todos os componentes presentes na atmosfera.

Na sinterização convencional de FeC, algumas das reações reversíveis prováveis no interior da atmosfera do forno são:



Na sinterização por plasma, além de ser possível ocorrerem as mesmas reações que ocorrem em processos convencionais, pode ocorrer uma série de outras

reações, devido às várias espécies formadas pela ionização e colisões de partículas da mistura gasosa com componentes químicos do material da amostra no ambiente do tratamento.

Nem todas as espécies formadas no interior do reator de plasma são conhecidas e previsíveis, pois dependem de vários fatores, como, energia das ligações dos átomos, composição química do material e impurezas que estiverem presentes no ambiente do tratamento. Trabalhos com aços foram analisados por espectrometria de massa (separação de íons de acordo com a razão massa/carga, e registros de suas intensidades), permitindo identificar parte das espécies formadas no interior do reator. Outras espécies, por apresentarem um tempo de vida muito curto, foram detectadas por esta técnica. Trabalhos realizados no Labmat sobre nitretação e carbonetação empregaram a técnica de espectrometria de massa para avaliar as espécies formadas durante o processo [7], [17], [25], [26].

Por exemplo, das composições químicas comuns que provavelmente ocorreram nos processos de sinterização e citadas anteriormente como FeC, H₂O, H₂, O₂, Ar, além de todas as fragmentações (espécies) formadas pelas colisões e ionização, pode resultar uma série de reações que possibilitam a descarbonetação, já que qualquer reação que combine com o carbono pode retirá-lo por difusão e eliminá-lo da estrutura por meio do sistema de vácuo.

Estas reações podem provocar tanto a redução de óxidos, como a carbonetação e descarbonetação, dependendo da direção de balanço das reações. Quantidade em excesso de qualquer um dos componentes na atmosfera fará com que resulte em produtos químicos nem sempre desejados, como é o caso de manter o carbono ou não, eliminar ou não óxidos na microestrutura. O efeito de manter o carbono no aço em sinterização depende essencialmente do controle da atmosfera do forno para se obter a microestrutura com as propriedades desejadas.

A carbonetação ou descarbonetação pode ocorrer em uma peça, em sua totalidade ou parcialmente. A parcial pode ocorrer em forma gradual, da superfície ao centro. Assim como nos tratamentos superficiais, convencionais, os tratamentos termoquímicos superficiais por plasma também causam a descarbonetação

superficial [7], [17], [25][26][27]. Ao contrário, a carbonetação também pode ser proporcionada.

Neves [17] mostrou, em seu trabalho de mestrado, que, com a adição de CH_4 na mistura gasosa, obteve a carbonetação em suas amostras de trabalho. A carbonetação realizada por Neves [17] foi proposital, com o objetivo de compensar a difusão de carbono do aço, em tratamento térmico. A carbonetação realizada no período de sinterização foi por saturação de carbono com o gás CH_4 no interior da atmosfera.

Normalmente uma peça sinterizada e resfriada lentamente e que não tenha sofrido descarbonetação mantém em sua microestrutura carbonetos na matriz de ferro, em forma lamelar ou perlítica, o que pode ser previsto pelo diagrama de equilíbrio de fases do FeC, gráfico da figura do 2.1.

CAPÍTULO 3 – PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo será apresentada uma descrição do equipamento, material utilizado, técnicas de preparação do material desenvolvido, metodologia utilizada e as formas pelas quais foram realizadas as análises dos ensaios experimentais.

3.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS POR MP A SEREM SINTERIZADAS

O pó de ferro DC 177 foi misturado à grafita em misturador rotativo do tipo Y por 60 minutos, para cada lote com graduação de grafita específica. Após a mistura de ferro com grafita estar homogênea, foi compactada com a prensa hidráulica manual, obtendo-se amostras em forma cilíndrica com dimensões aproximadas de 9,51 mm de diâmetro e 6,00 mm de altura. Foram compactadas amostras de ferro carbono (Fe + grafita), em lotes com graduação de composição diferentes, conforme tabela 3.1.

Tab. 3.1 - Composição das amostras

Composição		Correspondência
99,8% Ferro	0,2% grafita	Aço 1020
99,55% Ferro	0,45% grafita	Aço 1045
99,2% Ferro	0,8% grafita	Aço 1080

3.1.1 Pós utilizados

- Ferro - Conforme catálogo dos fornecedores, (HÖGANÄS BRASIL LTDA) o pó de ferro com nome comercial “TRIFER DC 177”, com a composição apresentada na tabela 3.2:

Tab. 3.2 - Composição aproximada do pó de ferro TRIFER DC 177

Composição		
Ferro	Mínimo	95%
Molibdênio	Máximo	0,6%
Enxofre	Máximo	0,8%
Níquel	Máximo	3%
Silício	Máximo	2,5%

Este é um pó de ferro puro, atomizado e reduzido, destinado à fabricação de peças de média densidade, 6,4 a 6,8 g/cm³ por compactação e sinterização. (Especificação do produto Trifer DC 177)

A granulometria aproximada do pó metálico é mostrada na tabela 3.3.

Tab. 3.3 - Granulometria média do pó de ferro Trifer DC 177

COMPOSIÇÃO GRANULOMETRICA (MALHA, NORMA ASTM E11)				
Malha	%	ASTM B 214-92	Mínimo	Máximo
60 (0,250 mm)	%	ASTM B 214-92	-	0,1
100 (0,150 mm)	%	ASTM B 214-92	-	15
140 (0,106 mm)	%	ASTM B 214-92	10,0	30,0
200 (0,075 mm)	%	ASTM B 214-92	10,0	30,0
325 (0,045 mm)	%	ASTM B 214-92	20,0	40,0

- Grafita – Tipo UF4 (HÖGANÄS BRASIL LTDA)

3.1.2 Amostras de ferro carbono

Foram confeccionados 4 (quatro) lotes de amostras:

- lote de amostras com mistura de 99,80 % de ferro e 0,20% de carbono (grafita) em princípio equivalente ao aço AISI 1020;
- lote de amostras com mistura de 99,55% de ferro e 0,45% de carbono (grafita), equivalente ao aço 1045;
- lote com a mistura 99,2% de ferro e 0,8% de carbono (grafita) equivalente ao aço AISI 1080;

- lote de amostras de aço comercial (convencional) laminado AISI 1020 e AISI 1045.

As amostras de FeC foram compactadas com dimensões de 10 mm de diâmetro e 6 mm de altura.

As amostras de aço comercial foram seccionadas de barras laminadas com 8/16" de diâmetro e altura de 6 mm.

As amostras, num total de 61, foram distribuídas e utilizadas na sinterização por quatro configurações do sistema térmico por plasma, em diferentes condições de atmosfera, pressão e tempo. Parte destas amostras foi utilizada em forno convencional (resistivo), sinterizada e/ou tratada por aquecimento e resfriamento. A forma da sinterização e/ou tratamento será detalhado no decorrer desta dissertação.

3.2 PROCESSAMENTO DAS AMOSTRAS

3.2.1 Sinterização em forno convencional

Neste processo, as amostras foram sinterizadas em uma câmara tubular móvel, inserida no forno resistivo (Yung, modelo TU3513), em ciclos distintos.

O forno foi aquecido até 400⁰C, sob uma atmosfera com fluxo controlado de H₂. A amostra foi mantida no interior da câmara, no patamar de temperatura por 20 min., com o objetivo de eliminar óxidos presentes.

Na seqüência do mesmo ciclo, a temperatura foi elevada a 1130⁰C e mantida por 60 min., sob a mesma atmosfera controlada, e à pressão atmosférica.

Cada amostra foi resfriada dentro da câmara tubular no forno sob atmosfera controlada, no mesmo ciclo, e distinto.

As amostras FeC, em princípio equivalentes ao aço (AISI) 1020 1045 e 1080, foram sinterizadas e resfriadas em condições semelhantes. O gráfico da figura 2.6 representa o ciclo de aquecimento e resfriamento das amostras em ciclos distintos.

As amostras sinterizadas no sistema de forno convencional foram posteriormente preparadas, caracterizadas e utilizadas na comparação com as amostras processadas nas configurações de plasma.

3.2.2 Sinterização por plasma

A figura 3.2 representa o sistema básico de sinterização por plasma.

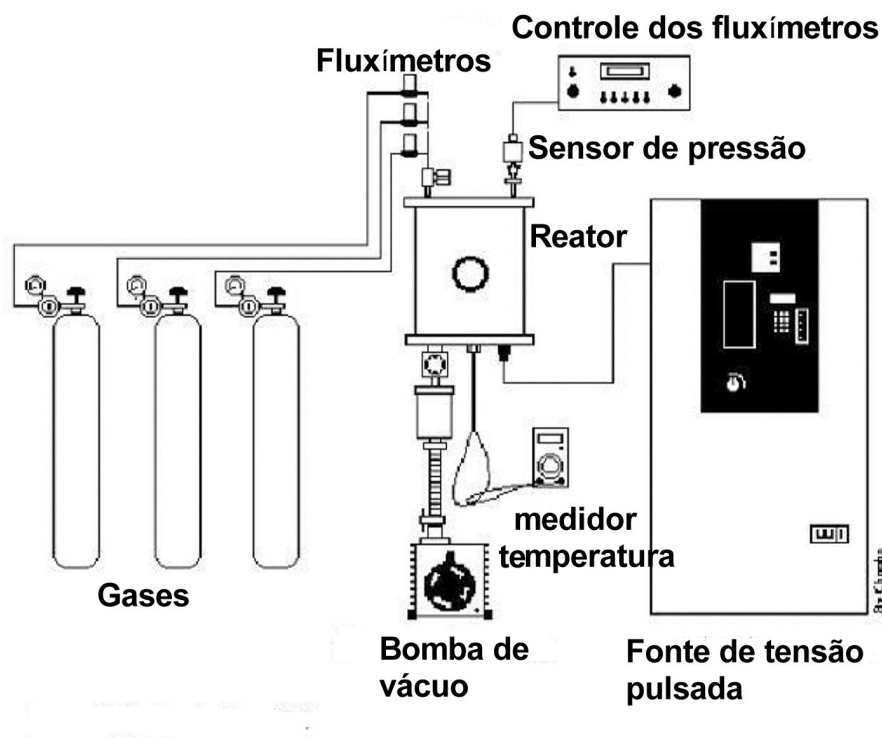


Fig. 3.2 - Sistema básico de plasma

A câmara de vácuo (reator) é constituída por um cilindro de aço inoxidável de 8 mm de espessura, 260 mm de altura e 300 mm de diâmetro. As tampas, superior e inferior, são removíveis, também de aço inoxidável, com 16 mm de espessura, e acopladas com vedações através de um anel de silicone. Na tampa inferior encontram-se: saída para bomba de vácuo, entrada para a mistura gasosa, para os eletrodos (catodo e anodo) e uma saída para medição de temperatura. Os isolamentos elétricos são feitos com material cerâmico. As vedações de vácuo na tubulação são feitas com anilhas de borracha.

O vácuo do sistema é obtido através de uma bomba mecânica tipo rotativa, de duplo estágio, com capacidade de vazão de 20,5 m³/h, obtendo uma pressão limite de 1,3 Pa (10⁻² Torr). A medida do vácuo é feita com um sensor capacitivo de 1729 Pa (13 Torr) fundo de escala, fabricado pela Edwards. Os gases usados para obtenção da mistura gasosa são hidrogênio e argônio; sua quantidade pode ser

ajustada por meio dos fluxímetros de 500 SCCM (Standard Cubic Centimeter /minute).

A fonte de tensão utilizada para fornecer a tensão de trabalho na alimentação do plasma é fabricada pela empresa Conversores Estáticos Brasileiros Ltda., tensão de entrada 220/380 V, tensão de saída 150 a 750 V, corrente máxima 6 A e tempo máximo de pulso ligado 200 μ s.

As sinterizações por plasma foram realizadas nas configurações de catodo aberto, catodo confinado, anodo confinado e forno plasma. Estas configurações são acopladas no interior da câmara de vácuo e dispostas conforme figuras 3.2-3.5.

Para a seleção e sinterização das amostras por plasma, foi adotado o seguinte procedimento: na primeira etapa da sinterização foi realizada a limpeza (desoxidação) da amostra (em todos os ciclos), à temperatura de 400⁰C/ 20 min; na segunda etapa do processo de sinterização elevou-se a temperatura do sistema a (1130 \pm 10)⁰C, e mantido este patamar em cada ciclo e configuração.

A atmosfera gasosa básica de sinterização por plasma das amostras de aço foi uma mistura de argônio e hidrogênio.

Os parâmetros que fazem parte do processo de sinterização e que foram controlados são: temperatura, pressão, atmosfera, tempo e teor de carbono das amostras.

A temperatura de sinterização foi fixada em (1130 \pm 10)⁰C, em todos os processos.

A atmosfera e a pressão foram distintas para cada ciclo de sinterização. Em cada ciclo e individualmente uma amostra foi submetida ao tratamento térmico.

As amostras foram caracterizadas por MO, microdureza e teor de carbono total.

A disposição do conjunto amostra e eletrodos no interior do reator foi chamada de configuração de sinterização. As sinterizações foram realizadas em quatro configurações: catodo aberto, catodo confinado, anodo confinado e forno plasma e são representadas nas figuras 3.2 - 3.5 e descritas nos itens a seguir **a**, **b**, **c** e **d**.

a) Catodo aberto

A configuração catodo aberto é composta por uma haste de aço AISI 1020 com diâmetro de 5 mm, e sobre a mesma é acoplado um suporte para colocar a amostra referência (medida de temperatura) e a amostra a ser tratada. A haste é confeccionada de forma que possa inserir em seu interior a passagem de um termopar até a amostra referência colocada sobre a extremidade da haste, e esta, por sua vez, suporta a amostra a sinterizar. Nesta configuração o catodo é polarizado negativamente e envolvido pela carcaça do reator aterrada (anodo - cilindro de aço inoxidável de 8 mm de espessura, 260 mm de altura e 300 mm de diâmetro).

O aquecimento da amostra se dá pelo bombardeamento de íons e átomos neutros da região luminescente do plasma diretamente sobre o catodo (amostra).

A mistura básica do gás no interior do reator é composta por argônio e hidrogênio. O argônio tem características importantes, principalmente pela massa atômica relativamente alta, pureza e pelo baixo custo. O hidrogênio é adicionado por melhorar as condições da descarga, diminuir a formação de arcos elétricos dentro da câmara, já que o regime de tensão é bastante elevado. Além disso, o hidrogênio possui um papel de redutor. A disposição dos componentes do reator de plasma na configuração catodo aberto para sinterizar as amostras é mostrada na figura 3.2.

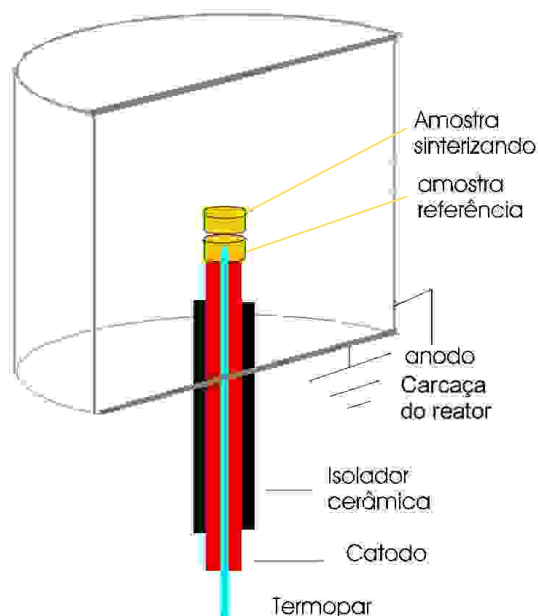


Fig. 3.2 - Configuração catodo aberto

b) Catodo confinado

A configuração catodo confinado apresenta a mesma disposição da configuração catodo aberto, mas neste caso o catodo, polarizado negativamente, é envolvido por um anodo cilíndrico com 30 mm diâmetro conectado ao terra (anodo - cilindro de aço 1020 de 1mm de espessura, 100 mm de altura e 30 mm de diâmetro), como pode ser visualizado na figura 3.3.

Esta é uma configuração que, pela aproximação do catodo com o anodo, diminui o caminho médio de percurso das partículas da região luminescente com a amostra, diminuindo o tempo da interação, aumentando a energia das colisões entre si e dos impactos com o catodo.

O aquecimento da amostra se dá pelo bombardeamento de íons e átomos neutros da região luminescente do plasma diretamente sobre o catodo (amostra).

A mistura básica do gás no interior do reator é composta por argônio e hidrogênio (funções semelhantes em todas as configurações), com condições de pressão específicas a cada ciclo de trabalho. A disposição dos componentes do

reator de plasma na configuração catodo confinado para sinterizar as amostras é mostrada na figura 3.3.

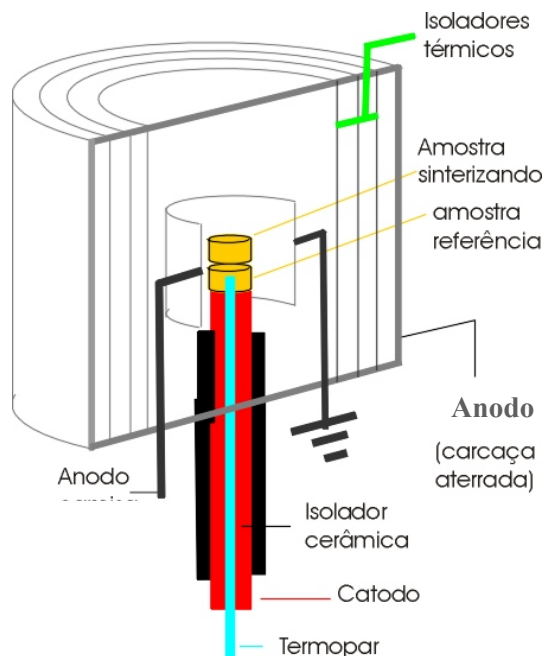


Fig. 3.3 - Configuração catodo confinado

c) Anodo confinado

Na configuração anodo confinado, a amostra (ânodo) é submetida ao potencial elétrico da bainha anódica que é bastante baixo, (V_p) na ordem de 10V.

Nesta configuração o ânodo é aterrado e o bombardeamento de íons e elétrons é de baixa energia. Isto faz com que haja uma baixa ativação da superfície da amostra tratada, por estas partículas carregadas, ao contrário do que ocorre na configuração catodo.

A sinterização da amostra nesta configuração é realizada pelo aquecimento do catodo (radiação térmica) e pelo adicional bombardeamento de elétrons de baixa energia que alcançam o ânodo.

A disposição básica desta configuração é mostrada na figura 3.4.

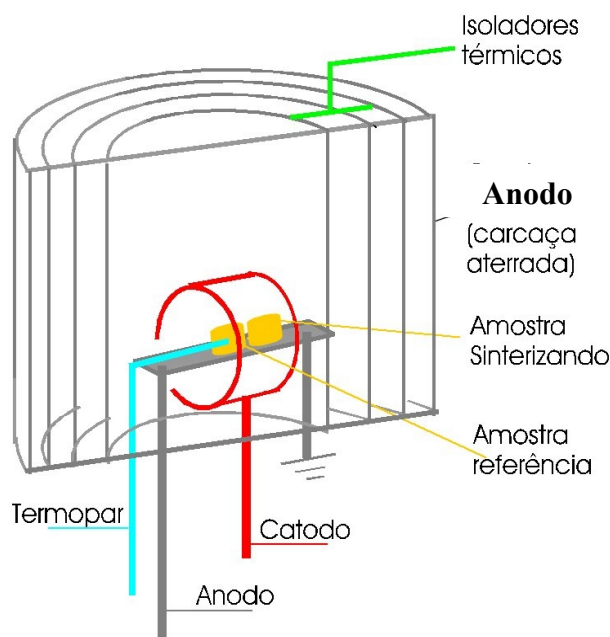


Fig. 3.4 - Configuração anodo confinado

d) Forno plasma

A sinterização na configuração forno-plasma depende do aquecimento do catodo que envolve o anodo, que neste caso é praticamente fechado, e a amostra está no seu interior. Em outras palavras, a amostra está no interior do anodo protegida da maior parte das partículas energéticas, enquanto o catodo sofre os bombardeios das partículas energéticas e é aquecido. A energia térmica obtida pelo catodo é então emitida para o anodo aquecendo-o, e conseqüentemente, a amostra em seu interior.

A sinterização é realizada no mesmo ambiente do plasma, (mesma atmosfera, pressão e mistura gasosa), mas sem bombardeamento de partículas direto sobre a amostra, pois é protegida pelo anodo isolando-a eletricamente da maior parte das colisões de espécies de alta energia. Este é o processo de tratamento por plasma mais próximo do sistema forno convencional, pois a amostra somente é aquecida por radiação térmica emitida pelo catodo.

A disposição básica desta configuração é mostrada na figura 3.5.

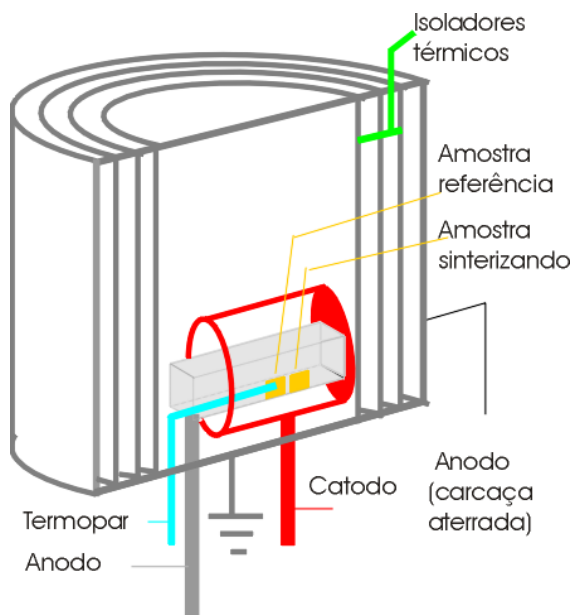


Fig. 3.5 - Configuração forno plasma

3.2.9 Processamento das amostras

As tabelas 3.4 – 3.7, resumem as condições experimentais aplicadas sobre as amostras de FeC. Esta tabela tem como objetivo a visualização dos efeitos resultantes observados na microestrutura, que posteriormente serão discutidos com o tipo e parâmetros de tratamento aplicado à amostra.

Tab. 3.4 - Condições de sinterização das amostras Fe – 0,2% C

Configuração	Atmosfera (%)	Pressão (Pa)	Tempo (min.)	Tempo limp.da amostra (min. – atm.).
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂ + Ar
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo aberto	H ₂	1729	30	20 - H ₂

Tab. 3.5 - Condições de sinterização das amostras Fe – 0,45% C

Configuração	Atmosfera (%)	Pressão (Pa)	Tempo (min.)	Tempo limp.da amostra (min. – atm.).
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo confinado	95H ₂ + 5Ar	1330	60	20 - H ₂
Catodo confinado	5H ₂ + 95Ar	1330	60	20 - H ₂

Tab. 3.6 - Condições de sinterização das amostras Fe – 0,8% C

Configuração	Atmosfera (%)	Pressão (Pa)	Tempo	Tempo limp.da amostra (min. – atm.)
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	30	20 - H ₂
Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	30	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	1330	30	20 - H ₂
Catodo confinado	20H ₂ + 80Ar	1330	60	20 - H ₂
Anodo confinado	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Forno plasma	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂
Catodo aberto	H ₂	1729	30	20 - H ₂
Catodo aberto	4H ₂ + 96Ar	400	30	20 - H ₂
Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	1729	30	20 - H ₂
Forno plasma	H ₂	1729	30	20 - H ₂
Anodo confinado	H ₂	1729	30	20 - H ₂

Tab. 3.7 - Condições de tratamento térmico das amostras de aço comercial

(%) C Aço comercial	Configuração	Atmosfera (%)	Pressão (Pa)	Tempo (min.)	Tempo limp.da amostra (min. – atm.)	Referência
0,45	Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂	
0,45	Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂	
0,45	S/trat.					X
0,20	Catodo aberto	96H ₂ + 4Ar	665	30	20 - H ₂	
0,20	Catodo aberto	4H ₂ + 96Ar	665	30	20 - H ₂	
0,45	Catodo aberto	H ₂	1729	60	20 - H ₂	
0,45	Catodo aberto	4H ₂ + 96Ar	665	60	20 - H ₂	
0,20	Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	60	20 - H ₂	
0,20	Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	60	20 - H ₂	
0,20	S/trat					X
0,45	Catodo aberto	20H ₂ + 80Ar	665	30	20 - H ₂	
0,45	Convencional	H ₂	1,01.10 ⁵	30	20 - H ₂	

3.3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

A caracterização das amostras foi realizada por Microscopia Ótica (MO), perfil de microdureza e teor de carbono total.

Microscopia ótica – As amostras observadas por MO foram submetidas ao procedimento metalográfico através do corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque para análise micrográfica.

O ataque foi realizado com ácido nital (dissolução 2%).

Esta análise foi realizada com a finalidade de avaliar a descarbonetação superficial e do centro da amostra. O Instrumento utilizado foi o microscópio ótico CARL ZEISS – JEAN NEOPHOT 30.

Microdureza – O perfil de microdureza foi realizado no material sinterizado. Este estudo permitiu avaliar a dureza e confirmar a observação microestrutural. Para este fim foi utilizado o Instrumento Shimadzu HMV 2000, disponível na UFSC/LABCOMF. As medidas de microdureza foram obtidas aplicando uma força pontual de 1,96 N (200 gf).

O teor de carbono total das amostras foi realizado para estimar as diferenças na descarbonetação ocorrida na sinterização por forno convencional e configurações de plasma. Esta análise foi realizada através da combustão em alta temperatura no aparelho LECO WR – 112 (Wide range carbon determinator – model 788 - 600) disponível na empresa Lupatech. Neste aparelho a amostra aquecida a alta temperatura durante a combustão libera gases que são comparados aos gases liberados por uma amostra padrão sujeitas às mesmas condições de aquecimento. A diferença da quantidade dos gases liberados pelas amostras analisadas possibilita inferir o teor de carbono.

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados experimentais obtidos da descarbonetação ocorrida durante a sinterização por plasma de amostras Fe-C com diferentes teores de carbono (0,20, 0,45 e 0,80 %C). O estudo do processamento foi realizado em descarga elétrica de argônio e hidrogênio em diferentes geometrias da descarga:

- catodo aberto - com amostra colocada no catodo;
- catodo confinado - com amostra colocada no catodo;
- anodo confinado - com amostra colocada no anodo;
- forno plasma - com amostra colocada no anodo.

Foram também variados os parâmetros da descarga: tempo, atmosfera e pressão.

A apresentação e a discussão dos resultados serão divididas em seis partes. Primeiramente será abordado o estudo das variáveis macroscópicas do plasma (voltagem, corrente) para cada configuração estudada, bem como o ciclo de aquecimento e resfriamento a que são submetidas as amostras (seção 4.1).

Em seguida, é feita uma correlação entre a composição química e as microestruturas resultantes das sinterizações realizadas nas diferentes configurações do plasma (seção 4.2).

Na seção 4.3 é analisada a influência dos parâmetros tempo, pressão e atmosfera sobre a descarbonetação ocorrida nas amostras sinterizadas nas

diferentes configurações do plasma. Medidas de microdureza são apresentadas na seção 4.5.

Na seção 4.4 é apresentado o estudo comparativo realizado em amostras sinterizadas em forno convencional e por plasma.

4.1 AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DA DESCARGA ELÉTRICA.

Com o objetivo de conhecer o comportamento das diversas configurações usadas neste estudo, é apresentada, para cada configuração, a variação da corrente e voltagem. Encerrando esta seção, são apresentados os diversos ciclos de aquecimento e resfriamento a que foram submetidas as amostras.

4.1.1. Comportamento $V \times I$ para catodo aberto e catodo confinado

Na figura 4.1 é apresentada a curva característica de tensão e corrente durante o processo de sinterização nas configurações catodo aberto e catodo confinado. Observa-se que em torno de 200 volts ocorre uma queda brusca de tensão e uma elevação da corrente. A alteração brusca de tensão e corrente identifica o término da limpeza com H_2 e a adição do argônio no fluxo gasoso. A adição do argônio no sistema aumenta significativamente a densidade iônica, refletindo no aumento da corrente elétrica. Posteriormente ocorre equilíbrio das reações, e a curva $V \times I$ assume um comportamento linear até o patamar da temperatura de sinterização.

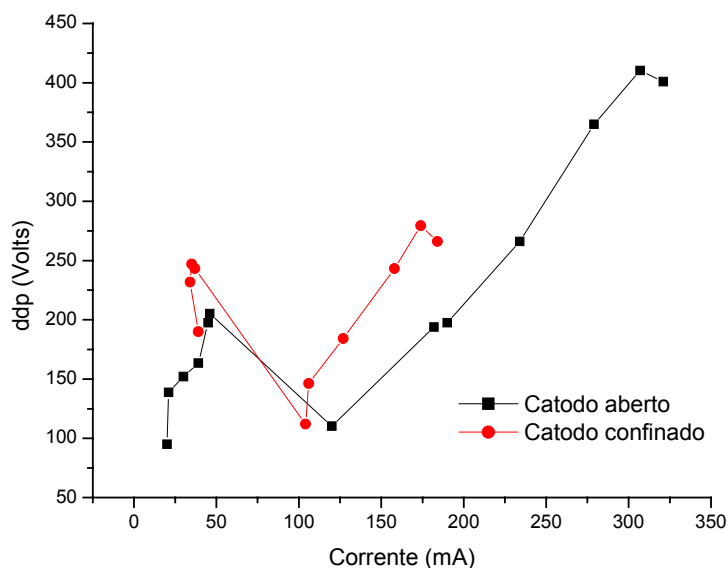


Fig. 4.1 - Evolução de tensão e corrente da descarga elétrica durante a sinterização nas configurações catodo aberto e catodo confinado

4.1.2. Comportamento $V \times I$ – anodo confinado e forno plasma

O gráfico da figura 4.2 apresenta a curva característica de tensão e corrente aplicadas à descarga elétrica nas configurações anodo confinado e forno plasma. Neste caso ocorre uma diferença acentuada quanto ao acréscimo de corrente elétrica ao final do período de limpeza com H_2 . Ao término da limpeza da amostra com H_2 , é adicionado o argônio ao fluxo gasoso e ocorre uma queda de tensão menor que nas configurações catodo aberto e catodo confinado; no entanto, a corrente aumenta rapidamente e com intensidade maior, devido ao aumento das colisões de partículas energéticas sobre o catodo que nestas configurações possui uma maior área sujeita a colisões. Na região onde o catodo envolve o anodo, sua área é de 3000 mm^2 . Já nas configurações catodo aberto e confinado, a área é de 200 mm^2 .

A corrente absorvida pelo sistema, como visto na revisão bibliográfica, está relacionada com as colisões das partículas sobre o catodo, isto é, depende de sua área, em todas as configurações de sinterização por plasma.

A densidade de corrente é calculada pela relação

$$\mu = I/S \text{ (A/cm}^2\text{)} \quad (17)$$

sendo

μ = densidade de corrente

I = Corrente

S = Área

A partir de uma tensão em torno de 170 Volts (valor médio), a corrente aumenta com o aumento da ddp aplicada ao sistema, com uma tendência linear até o patamar da temperatura de sinterização, onde permanece com mínimas variações pelo tempo de sinterização.

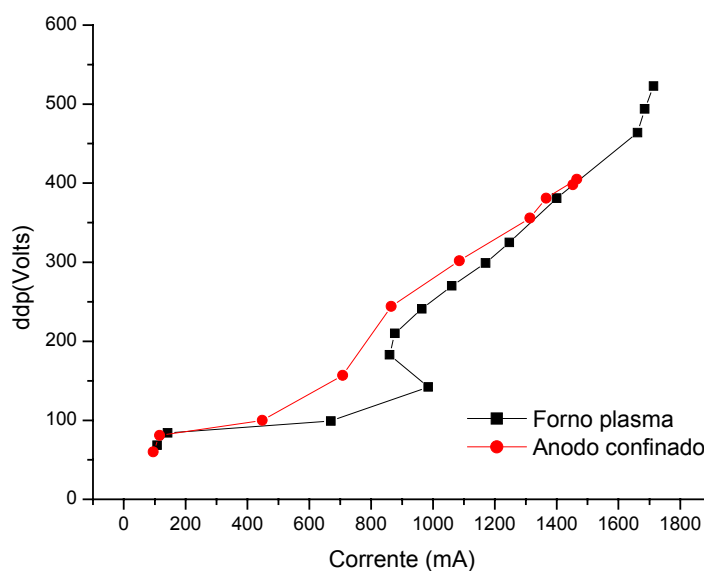


Fig. 4.2 - Evolução de tensão e corrente da descarga elétrica durante a sinterização nas configurações forno plasma e anodo confinado.

4.1.3 Influência do aquecimento e resfriamento sobre as microestruturas resultantes.

Conforme foi visto nas seções anteriores, como resultado do comportamento da voltagem e da corrente nas diferentes configurações utilizadas, o tempo de aquecimento e resfriamento das amostras será ligeiramente diferente. No entanto, em todos os casos, as curvas apresentam comportamento semelhante ao processo convencional (resistivo), conforme pode ser visto na figura 4.3. As diferenças no tempo de aquecimento e resfriamento são justificadas pela inércia térmica quando o sistema é submetido ao efeito da condução de radiação térmica, nas diversas configurações do sistema plasma.

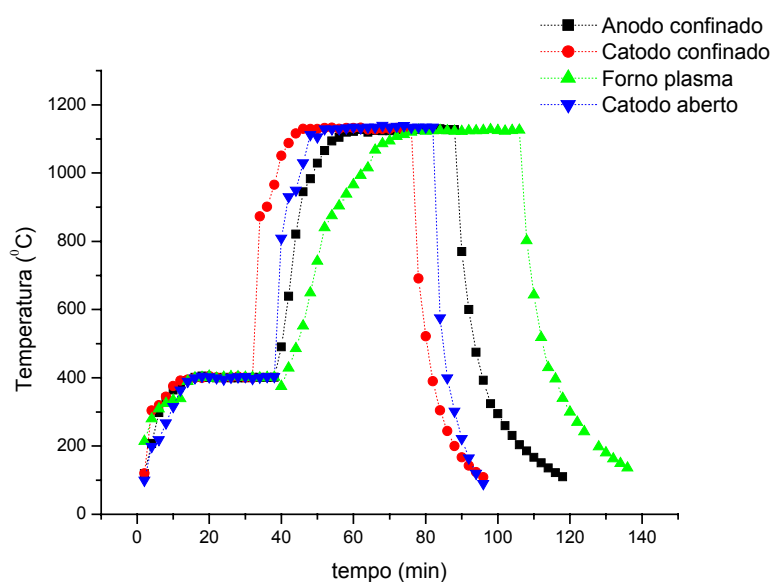


Fig. 4.3 - Comportamento característico de temperatura e tempo durante o processo de sinterização nas configurações plasma.

Na sinterização por plasma, nas configurações anodo confinado e forno plasma, é necessário o uso de protetores térmicos, devido à maior radiação térmica fornecida pelo catodo para toda a carcaça do reator, e que poderia gerar problemas, como vazamento no sistema de vácuo, prejudicando o processo.

Na configuração catodo aberto não é utilizado o conjunto de proteções térmicas ao sistema, pois o aquecimento da “carcaça”, cilindro externo, é da ordem de 50°C, e, portanto, é aceitável que o sistema funcione sem os protetores

térmicos. O fato de realizar o processo de sinterização sem os protetores permite que o resfriamento do conjunto seja mais rápido, tanto que a taxa de resfriamento do mesmo para esta configuração é da ordem de $70^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Este resfriamento mais rápido tem uma influência imediata sobre a morfologia da microestrutura. Esta configuração foi a que apresentou a maior taxa de resfriamento obtido neste trabalho.

A configuração catodo confinado apresenta uma taxa de resfriamento mais baixa, na ordem de $55^{\circ}\text{C}/\text{min}$., pois o cilindro (anodo) que esta confinando o catodo sofre o aquecimento em conjunto com o sistema quando a amostra está em sinterização. O conjunto de protetores térmicos que estão presentes nesta configuração também sofre o aquecimento e, em consequência, um tempo maior para o resfriamento da amostra.

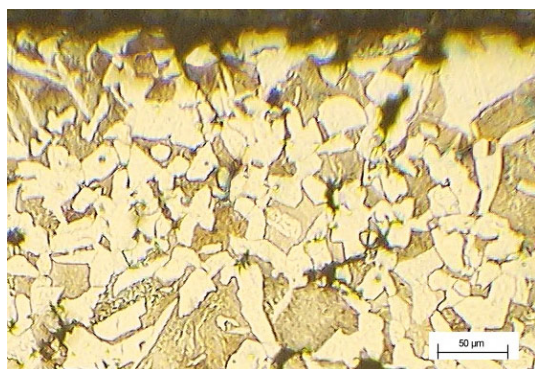
Na configuração anodo confinado, os eletrodos anodo e catodo estão a uma distância pequena, na ordem de 10 mm, provocando uma baixa resistência elétrica, intensa densidade iônica e, em consequência, um aumento da corrente. Além da proximidade entre os eletrodos, o catodo que envolve o anodo possui uma área maior às colisões de íons e átomos neutros. O catodo neste caso é um componente da configuração anodo confinado que armazena uma quantidade maior de energia térmica e transfere-a ao anodo e ao sistema todo, gerando a necessidade do uso de protetores térmicos para reduzir o aquecimento do conjunto todo e evitar problemas decorrentes. A taxa de resfriamento é da ordem de $38^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

A configuração forno plasma apresenta a configuração de mais baixa taxa de resfriamento, na ordem de $33^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Além dos protetores térmicos do sistema confinado, o anteparo para diminuir as colisões de íons e átomos neutros, diretamente sobre a amostra, é um elemento a mais no sistema com energia térmica armazenada que deve ser dissipada. A figura 2.8 mostra o mecanismo que provoca o aquecimento da amostra, e esta configuração tem o objetivo de isolar a amostra destas colisões. Reforçando a exposição do item 3.2.8 (d), que tratou sobre a configuração do forno plasma, o mecanismo que permite o aquecimento da amostra ocorre pelo bombardeio das partículas energéticas apenas sobre o catodo. O catodo

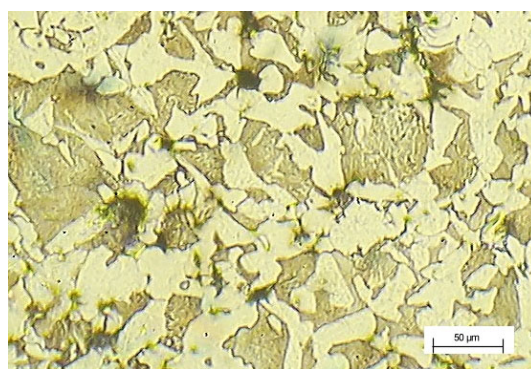
está envolvendo o anodo que tem uma geometria fechada, e a amostra está no interior do anodo. O aquecimento da amostra no interior do anodo ocorre pela radiação térmica fornecida pelo catodo que foi aquecido pelas colisões de alta energia.

Comparando-se as curvas do resfriamento das amostras tratadas nas configurações por plasma com as curvas da figura 2.5 (diagrama CCT), para o caso do aço carbono de composição eutetóide, observa-se que em todos os ciclos realizados a austenita formada no aquecimento irá se transformar em perlita durante o resfriamento. O resfriamento das amostras, até aproximadamente 600°C , ocorreu depois de 200 s, o que, pelo diagrama CCT, mostra a formação de perlita.

Analisando o formato da perlita nas microestruturas da figura 4.4, as velocidades de resfriamento a que as amostras foram submetidas e comparando com o diagrama de resfriamento, observa-se que a perlita resultante apresenta aspecto intermediário entre a perlita fina e grosseira. As microestruturas adquiridas com as taxas do resfriamento aplicado neste trabalho apresentaram morfologias semelhantes.



a) Amostra 0,45% C – Superfície Superior Forno plasma 10 Torr 30 min.



b) Amostra 0,45% C - Centro Forno plasma 10 Torr 30 min.

Fig 4.4 - Micrografia de resfriamento: amostras sinterizadas por plasma na configuração forno-plasma.

Analisando as microestruturas obtidas na superfície e no centro das amostras, observa-se que, devido à espessura das amostras, a diferença entre a

velocidade de resfriamento na superfície e no interior da amostra praticamente não causou modificação na morfologia e no tamanho de grãos.

4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E QUÍMICA DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS EM DIFERENTES CONFIGURAÇÕES DO PLASMA

A partir das análises químicas, observa-se a existência de descarbonetação nas amostras sinterizadas processadas por plasma. Estes resultados foram corroborados pelas microestruturas obtidas destas amostras.

4.2.1 Análise do teor de carbono nas amostras processadas por plasma

As análises de teor de carbono realizadas nas amostras sinterizadas por plasma mostraram a ocorrência de descarbonetação em todas as amostras. Estes resultados são apresentados na tabela 4.1 onde é mostrada a relação das amostras sinterizadas nas seguintes condições: pressão, configuração de sinterização, teor de carbono inicial (antes da sinterização) e teor de carbono final (após a sinterização). Para efeito de comparação são apresentados também os resultados de amostras sinterizadas em forno convencional.

Tab. 4.1 - Análise do teor de carbono

Amostra	Configuração	Teor carbono inicial (%)	Tempo Sinterização (min.)	Pressão (Pa)	Teor carbono final (%)	(%) Perda de carbono
1	Convencional	0,2	60	$1,01 \times 10^5$	0,15	25,0
2	Convencional	0,8	60	$1,01 \times 10^5$	0,22	72,5
3	Convencional	0,8	60	$1,01 \times 10^5$	0,15	81,3
4	Forno plasma	0,8	30	665	0,51	36,3
5	Catodo aberto	0,8	60	665	0,52	35,0
6	Catodo aberto	0,8	30	665	0,43	46,3
7	Catodo aberto	0,8	30	1330	0,54	32,5
8	Forno plasma	0,8	60	665	0,52	35,0
9	Forno plasma	0,45	30	665	0,30	33,3
10	Forno plasma	0,45	30	1330	0,36	20,0
11	Forno plasma	0,45	60	665	0,34	24,4
12	Catodo aberto	0,45	30	665	0,33	26,6
13	Catodo aberto	0,45	60	665	0,27	40,0
14	Forno plasma	0,8	30	1729	0,47	41,0
15	Anodo confinado	0,8	30	1729	0,52	35,0

Apesar de não ter sido possível precisar uma relação entre a descarbonetação ocorrida e as diferentes configurações do plasma, analisando os resultados, observa-se que a mesma é bem inferior à que ocorre em forno resistivo. Observa-se também que o aumento do teor de carbono na amostra não causa um significativo aumento na descarbonetação, como ocorre na sinterização em forno resistivo. Conforme pode ser visto na tabela 4.1, quando sinterizado em forno convencional a perda de carbono aumenta de 25 para 73% quando o teor de carbono da amostra passa de 0,2 para 0,8%. Já sob as mesmas condições de sinterização, em forno plasma, a descarbonetação é de 33 e 38% para amostras contendo 0,45 e 0,8% de carbono respectivamente. A configuração catodo aberto apresentou uma maior descarbonetação com o aumento do teor de carbono. Neste caso, sob as mesmas condições de sinterização, na amostra com 0,45% C a variação do teor de carbono foi de 26,6%; já na amostra com 0,8%, foi de 46,3 %.

O fato de as amostras com maior teor de carbono apresentarem uma descarbonetação maior pode ser justificado pelo já exposto na revisão bibliográfica, item 2.8, quando trata das diferenças microestruturais do ferro carbono obtidas nos tratamentos térmicos.

Quanto a maior descarbonetação observada nas amostras sinterizadas na configuração catodo aberto, pode ser justificada pela colisão de espécies de alta energia sobre a amostra. As espécies de alta energia podem gerar defeitos sobre a superfície da amostra, facilitando a difusão do carbono.

Analisando a tabela observa-se também que existe uma tendência de diminuição da descarbonetação com o aumento da pressão. Este último pode ser explicado pelo fato de ocorrer uma diminuição da bainha catódica com o aumento da pressão. O aumento da pressão provoca uma diminuição do livre percurso médio entre as espécies. Este efeito faz com que haja diminuição da energia dos elétrons na região luminescente. Para manter o nível de ionização é necessário, então, aumentar a ddp no sistema e, conseqüentemente, ocorre aumento da corrente. Este efeito ocorre pela diminuição do livre percurso médio entre colisões, aumentando-se a seção de choques entre átomos do catodo e espécies presentes na mistura gasosa, elevando-se a probabilidade de recondensação na superfície de origem. Esta pode ser uma razão pela qual a sinterização a uma pressão maior origina uma descarbonetação geral menor.

4.2.2 Microestruturas obtidas nas diferentes configurações do plasma.

As microestruturas obtidas nas diferentes configurações de sinterização por plasma confirmam os resultados de descarbonetação da amostra. Esta descarbonetação não se limitou somente à região superficial, mas ocorreu em toda a extensão da amostra (cilindros com $h = 6$ mm e $d = 10$ mm), conforme pode ser visto na figura 4.6. Em todos os casos as microestruturas das amostras sinterizadas são características de amostras com teores de carbono inferior ao da mistura.

No caso da configuração catodo aberto, onde a amostra funciona como catodo, sem a presença de anteparos, apesar das colisões das espécies com alta energia cinética sobre a amostra, gerando vazios e promovendo a difusão de forma mais rápida, pela formação de vacâncias ou pares íons-vacâncias, não foi observada uma descarbonetação superficial expressiva. Analisando as microestruturas da

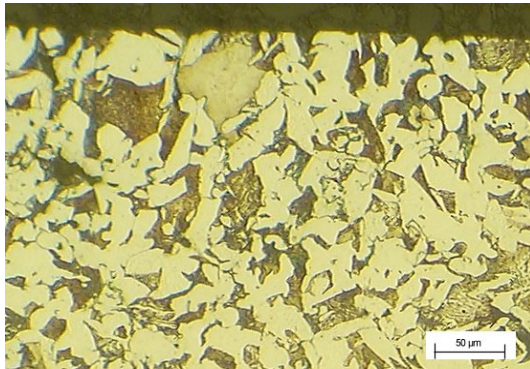
figura 4.6, que correspondem a amostras com 0,45%C, não é possível afirmar que existe uma diferença entre a quantidade de carbono presente na superfície e no centro da amostra. O que se observa é que, tanto na superfície quanto no centro da amostra, o teor de carbono é inferior a 0,45%. Neste caso, conforme a análise química realizada, o teor de carbono é de 0,33%.

Observa-se, pelas micrografias da figura 4.6 (*a* e *c*) para diferentes condições de sinterização, que a descarbonetação continua existindo, porém, com pouca ou quase nenhuma diferença entre as duas superfícies. Isto pode ser atribuído também ao fato do selamento da porosidade superficial pelo bombardeio de íons e átomos neutros [28] nestas configurações, dificultando a saída do carbono para fora da amostra. Com a porosidade superficial aberta, tem-se uma maior facilidade dos átomos de carbono encontrarem mais rapidamente uma superfície livre.

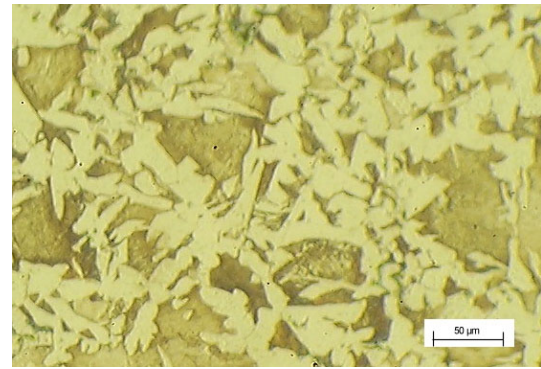
As microestruturas das amostras sinterizadas na configuração catodo confinado apresentam aspectos semelhantes com as do catodo aberto. Nesta configuração, semelhante ao que ocorre na configuração catodo aberto, a amostra é bombardeada por íons e neutrons rápidos, apenas com anteparo em volta do catodo para confinamento do calor.

Na configuração anodo confinado e forno plasma os resultados de descarbonetação também foram semelhantes aos das demais configurações do plasma. A configuração anodo confinado tem como principal mecanismo para o aquecimento da amostra a radiação térmica emitida pelo catodo, pois este é aquecido pelo bombardeamento de íons e átomos neutros. Além do aquecimento provocado pela radiação térmica do catodo, tem-se bombardeamento dos elétrons e íons de baixa energia.

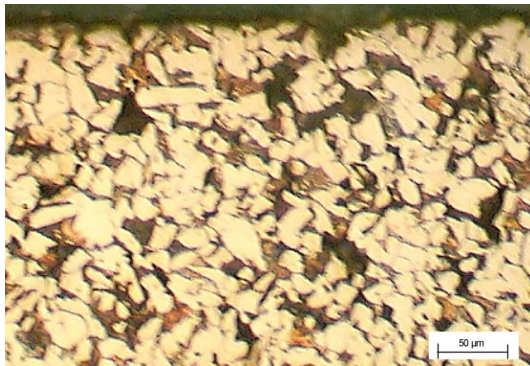
Já na configuração forno plasma, o aquecimento ocorre basicamente pela radiação térmica do catodo, que é aquecido pelo bombardeamento de íons e átomos neutros, já apresentado no item 3.2.8 (*d*), em paralelo com a figura 3.5. Nesta configuração o potencial (ddp) é alto e a corrente elevada, como pode ser observado na figura do gráfico 4.2.



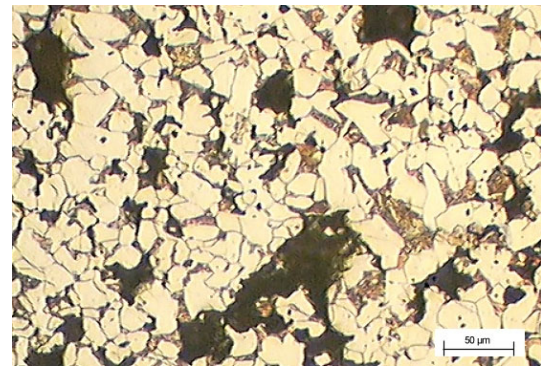
a) Amostra 0,45%C Superfície
catodo aberto – 665 Pa



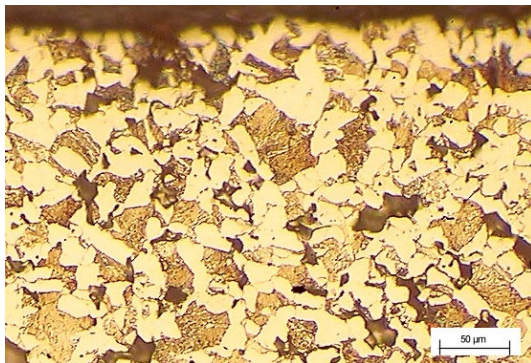
b) Amostra 0,45 C% centro
catodo aberto - 665 Pa



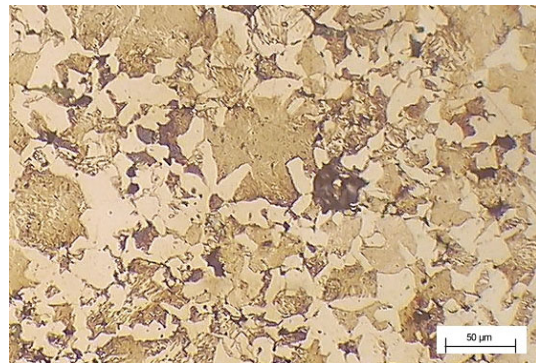
c) Amostra 0,45% C superfície
catodo confinado - 665 Pa – 30 min.



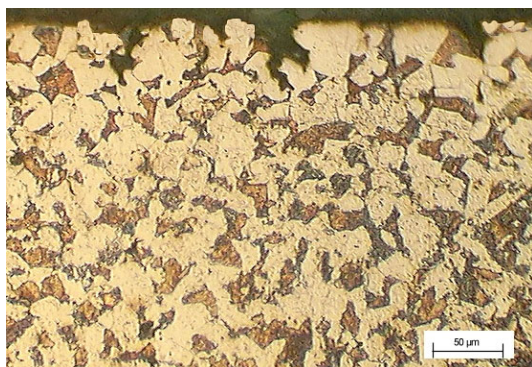
d) Amostra 0,45% C – centro
catodo confinado 665 Pa



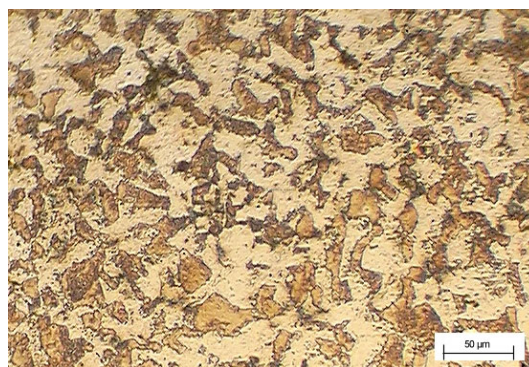
e) Amostra 0,8% C – Superfície
anodo confinado 665 Pa 30 min.



f) Amostra 0,8% C – centro
anodo confinado 665 Pa 30 min.



g) Amostra 0,45% C – Superfície
Forno plasma 665 Pa 30 min.



h) Amostra 0,45% C - Superfície
Forno plasma 665 Pa 30 min.

Fig. 4.5 - Micrografias de amostras sinterizadas por plasma

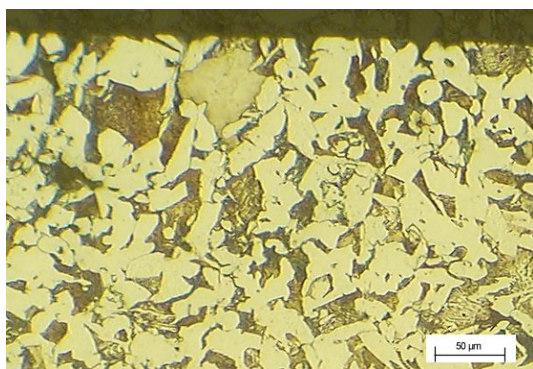
4.3 INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DO PLASMA SOBRE AS MICROESTRUTURAS DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS POR PLASMA

Nesta seção serão analisadas as influências do tempo, pressão e mistura gasosas sobre a descarbonetção das amostras.

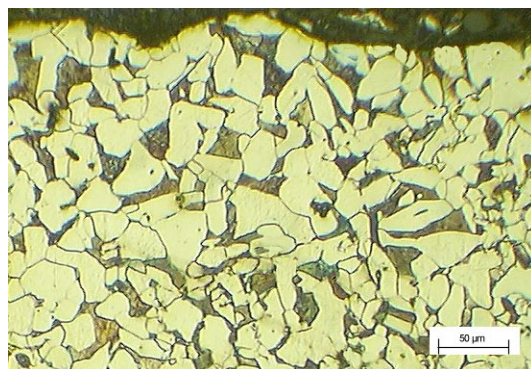
4.3.1 Influência do tempo sobre a descarbonetção durante a sinterização por plasma

Analisando os resultados apresentados na tabela 4.1, observa-se um aumento da descarbonetção com o aumento do tempo de sinterização no plasma. A análise de carbono total das amostras com composição Fe-0,45 %C, sinterizadas na configuração catodo aberto, sob atmosfera 80% Ar + 20% H₂ e à pressão de 665 Pa, a primeira por 30 min., e a segunda por 60 min., mostra uma descarbonetção diferente. A Segunda amostra apresenta descarbonetção total menor, 26,6%, enquanto a primeira apresenta descarbonetção total de 40%. Parece-nos razoável acreditar que a permanência por 30 min., a mais no processo térmico tenha aumentado o número de reações com componentes químicos e espécies presentes na câmara do reator, além de ocorrer um maior tempo de difusão do carbono, gerando esta maior descarbonetção.

Estes resultados podem ser visualizados observando-se a figura 4.6. São mostradas as micrografias das amostras sinterizadas em 30 min. e 60 min., sob atmosfera de 80% Ar + 20% H₂. As micrografias das amostras apresentam uma descarbonetação parcial na superfície e no centro, em ambos os tempos de tratamento. As amostras que foram submetidas a um tempo maior de tratamento apresentam uma descarbonetação maior tanto na superfície quanto no centro, e a descarbonetação é observada pelo aumento na quantidade de ferrita presente nas amostras sinterizadas durante uma hora.



a) Amostra sinterizada 0,45 % C
Catodo aberto 30 min./665 Pa



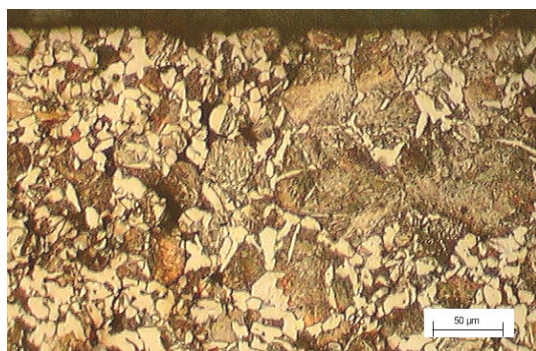
b) Amostra sinterizada 0,45 % C
Catodo aberto 60 min./665 Pa

Fig. 4.6 - Micrografias de amostras sinterizadas em 30 min. e 60 min.

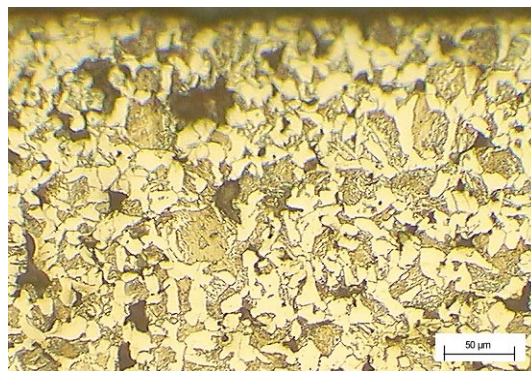
4.3.2. Influência da pressão sobre a descarbonetação das amostras sinterizadas por plasma

Os resultados apresentados na tabela 4.1, análise teor de carbono, mostram que existe uma tendência ao aumento da descarbonetação com a diminuição da pressão durante a sinterização por plasma. Como pode ser visto, analisando a tabela, para o caso das amostras contendo 0,8%C sinterizadas em catodo aberto durante 30 min., a 1330 Pa (10 Torr), a perda de carbono foi de 33% e a 665 Pa (5 Torr), de 46%. Para amostras contendo 0,45%C e sinterizadas sob as mesmas

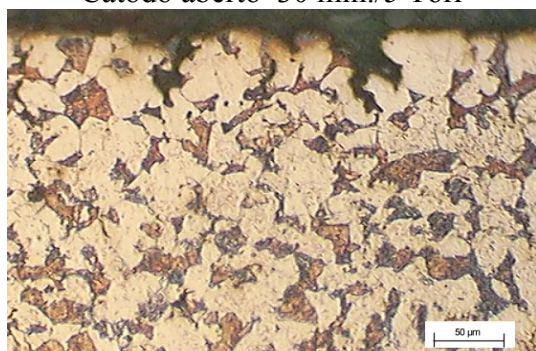
condições em forno plasma a descarbonetação foi respectivamente de 20% para 1330 Pa e 33,3% para 665 Pa. A figura 4.7 mostra as microestruturas obtidas das amostras sinterizadas em configurações plasma, 5 Torr (665 Pa) e 10 Torr (1330 Pa).



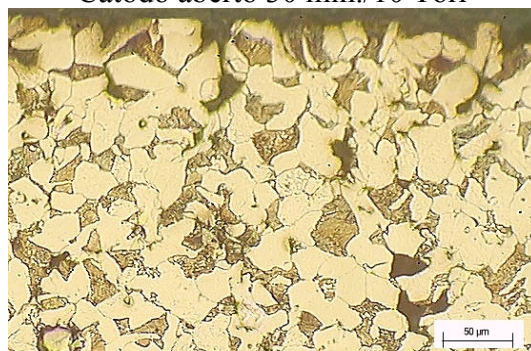
e) Amostra 0,8% C – sinterizada
Catodo aberto 30 min./5 Torr



f) Amostra 0,8% C – sinterizada
Catodo aberto 30 min./10 Torr



a) Amostra 0,45% C sinterizada
Forno plasma 30 min./665 Pa



b) Amostra 0,45% C sinterizada
Forno plasma 30 min./1330 Pa

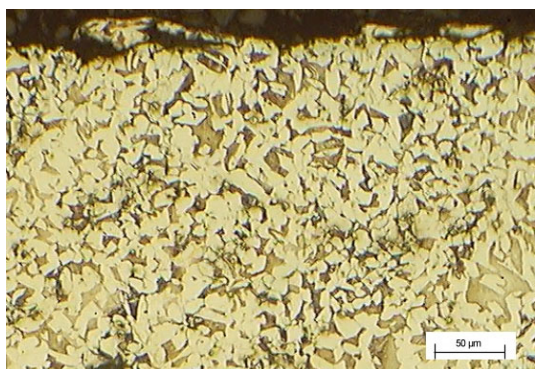
Fig. 4.7 - Micrografias de amostras sinterizadas à pressão de 665 Pa e 1330 Pa

4.3.3. Influência da atmosfera sobre a descarbonetação das amostras sinterizadas por plasma

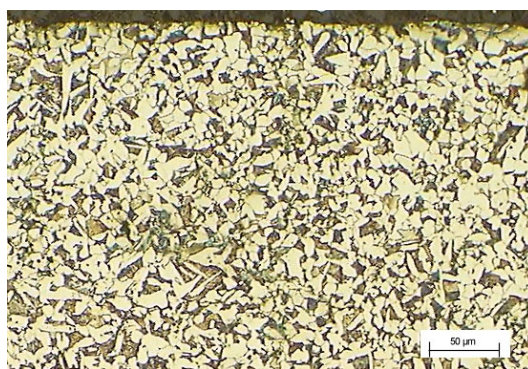
A sinterização por plasma de componentes metálicos é normalmente realizada em atmosfera de argônio/hidrogênio. O uso do argônio é recomendado devido à sua massa atômica, adequada para causar o aquecimento da amostra, e a seu elevado teor de pureza obtido a baixo custo. O hidrogênio é adicionado na mistura, pois, além de eliminar a formação de arcos durante o tratamento, confere

características redutoras à atmosfera. Logo, as amostras foram sinterizadas em atmosferas contendo a mistura 80%Ar / 20%H₂ e para efeitos comparativos, foram variadas as proporções da mistura.

Amostras Fe-0,45%C foram sinterizadas em atmosferas Ar/H₂ com diferentes proporções (95%Ar/5%H₂ e 5%Ar/95%H₂) com o objetivo de avaliar a influência do argônio sobre a difusão do carbono. Os resultados da análise química e da análise microestrutural não foram conclusivos quanto a uma maior ou menor descarbonetação em relação a mistura utilizada. Na figura 4.8 é possível visualizar este resultado na amostra contendo 0,45%C e sinterizada em atmosfera 95%Ar+5%H₂. Ambas as amostras foram sinterizadas na mesma configuração catodo confinado e fluxo de 240 SCCM.



a) Amostra 0,45% C sinterizada
Catodo confinado 95% Ar + 5% H₂ 1330 Pa

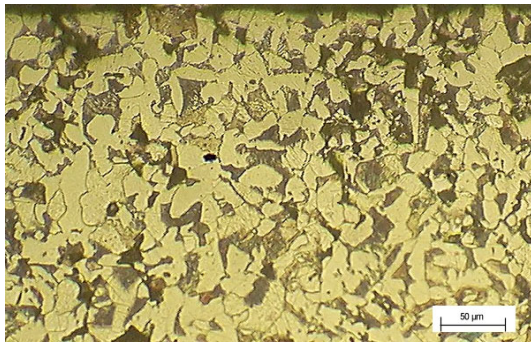


b) Amostra 0,45% C sinterizada
Catodo confinado 5% Ar + 95% H₂ 1330 Pa

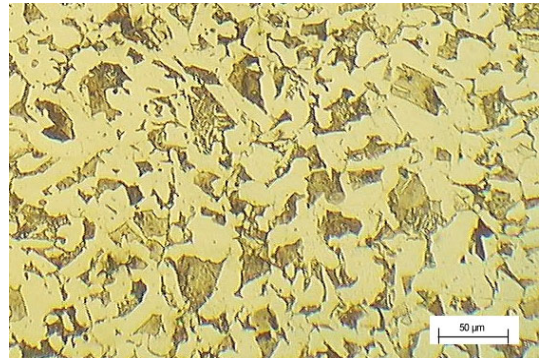
Fig. 4.8 - Micrografias sinterizadas em atmosferas (95% Ar + 5% H₂) e (5% Ar + 95% H₂)

O hidrogênio em princípio reage com carbono e oxigênio presentes na amostra formando de CH₄, CO, CO₂ e poderá ser eliminado pelo sistema de vácuo, provocando a descarbonetação das amostras. Esperava-se a ocorrência de uma maior descarbonetação nas amostras sinterizadas em atmosferas ricas em hidrogênio. No entanto, tanto as análises químicas (tabela 4.1) como a análise microestrutural (figuras 4.9 e 4.10) não mostraram diferenças na descarbonetação.

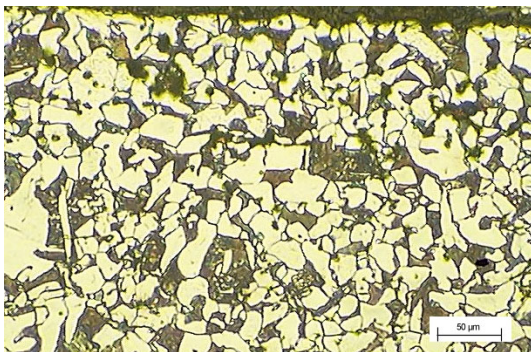
Semelhante ao que ocorreu na sinterização na mistura 80Ar/20H₂, em todas as configurações utilizadas, a descarbonetação foi geral e não superficial. Observou-se também que em todo o volume da amostra obteve-se manutenção do carbono nas amostras, e a presença de perlita na microestrutura também é uniforme e homogênea.



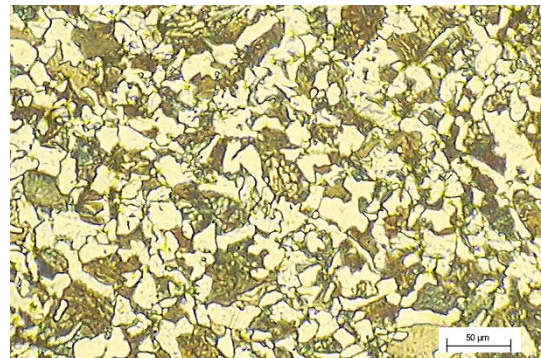
a) Amostra 0,2% C - superfície
catodo aberto 30 min.



a) Amostra 0,2% C - centro
catodo aberto 30 min.

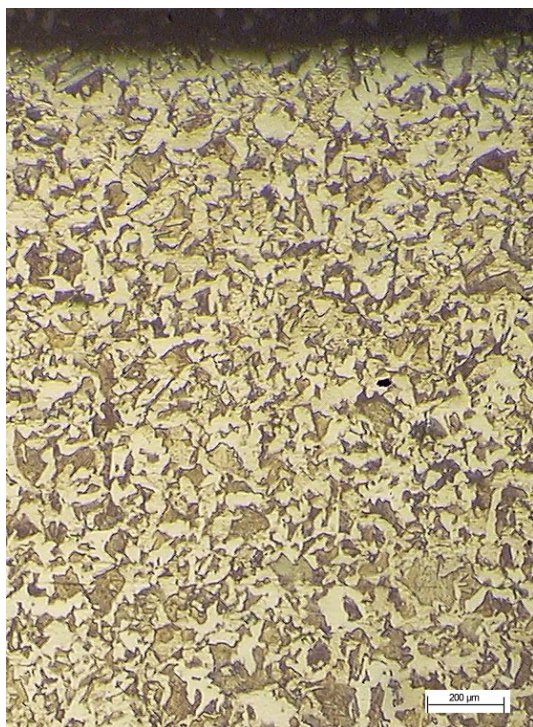


c) Amostra 0,45% C - superfície
catodo aberto 30 min.



d) Amostra 0,45% C - centro
catodo aberto 30 min.

Fig. 4.9 - Micrografias da superfície e do centro das amostras sinterizadas por plasma em atmosfera de H₂



g) Amostra FeC 0,8% C sinterizada anodo confinado 30 min.



h) Amostra FeC 0,8% C – sinterizada forno plasma 30 min.

Fig. 4.10 - Micrografias de amostras sinterizadas por plasma com atmosfera de H₂ pressão 665 e 1729 Pa

Apesar de ser esperada uma descarbonetação mais intensa em amostras sinterizadas em atmosferas ricas em hidrogênio e uma menor descarbonetação em atmosferas rica em argônio, os resultados foram semelhantes para os dois casos. Provavelmente a presença do argônio pode ser um dos elementos responsáveis pela possível formação dos radicais que promovem a descarbonetação do material em tratamento. Espécies originadas do argônio, como Ar^+ , Ar_3^+ , Ar_2^+ , ou outras formadas na descarga, podem reagir com o hidrogênio e o carbono ou somente com o carbono, retirando-o da amostra.

Fenômenos semelhantes de descarbonetação com atmosfera de argônio foram observadas por Silva [26] em misturas de Ar-O₂, de onde se concluiu que o argônio pode estar decompondo os óxidos e desta forma fazendo com que o oxigênio decomposto auxilie na difusão do carbono para a superfície do material, provocando sua saída na forma de CO₂.

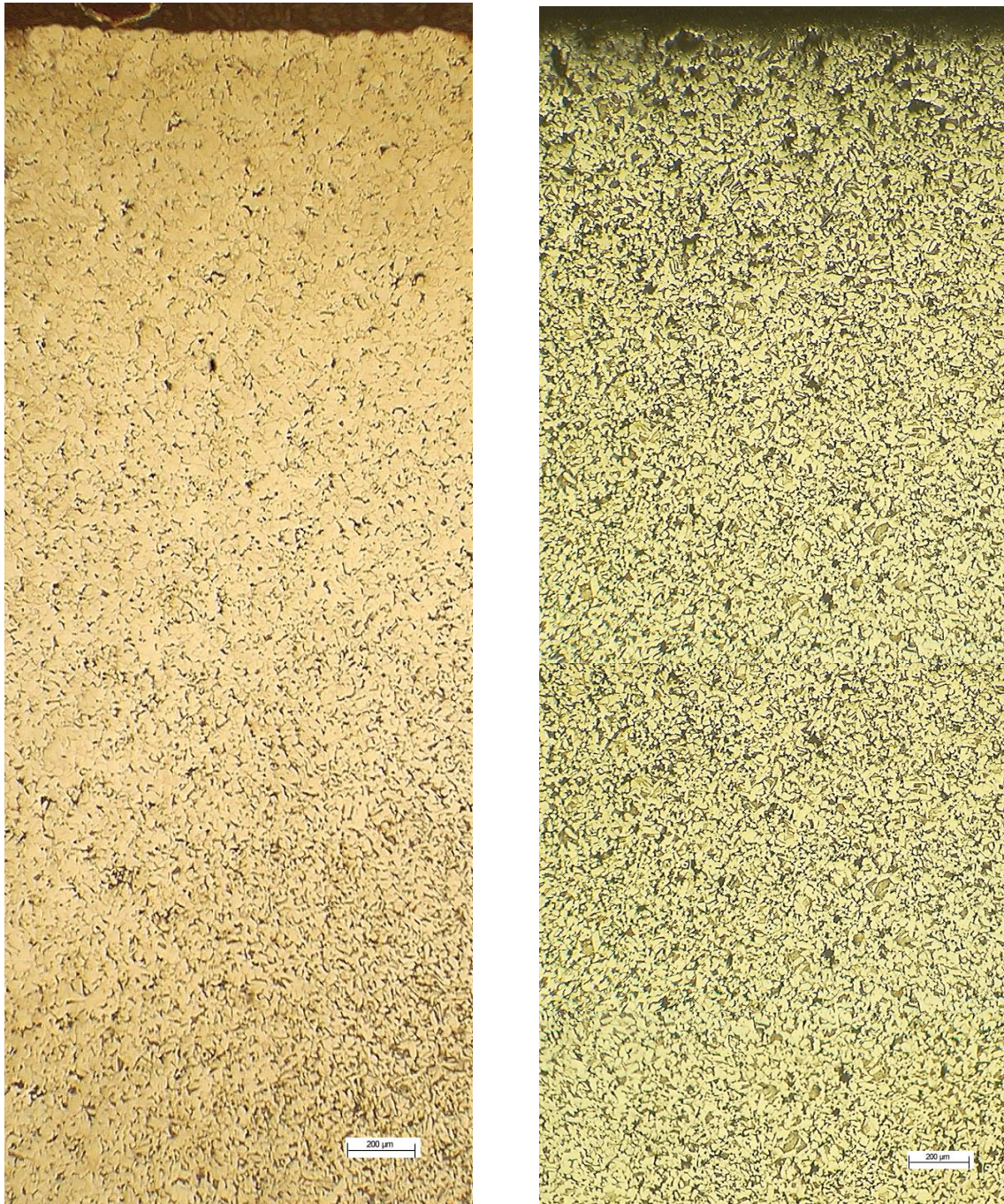
4.4 COMPARAÇÃO ENTRE A SINTERIZAÇÃO EM FORNO CONVENCIONAL E POR PLASMA

Nesta seção é avaliado o efeito da descarbonetação que ocorre durante a sinterização em forno resistivo e a sinterização em reator de plasma. Foi também realizado um tratamento térmico em amostras de aço AISI 1020 e 1045 simulando o ciclo térmico a que foram submetidas as amostras durante a sinterização.

4.4.1 Amostras FeC sinterizadas em forno convencional e por plasma

Foram sinterizadas amostras de ferro 0,2% C, para verificar e comparar a profundidade de descarbonetação entre o forno convencional e o plasma. Estas amostras foram sinterizadas em atmosferas normalmente usadas nestes processamentos, ou seja, hidrogênio para forno resistivo e argônio/hidrogênio para plasma.

Analisando a figura 4.11 observa-se a descarbonetação superficial que ocorre quando da sinterização em forno convencional. Em nenhum caso das amostras processadas, nas diversas configurações do plasma, foi observada descarbonetação superficial. A descarbonetação que ocorreu foi homogeneamente distribuída em toda a amostra.



a) Amostra sinterizada - forno convencional 60 min., 1 atm – H₂. b) Amostra sinterizada - forno plasma 60 min., 665 Pa - 80 % Ar + 20 % H₂

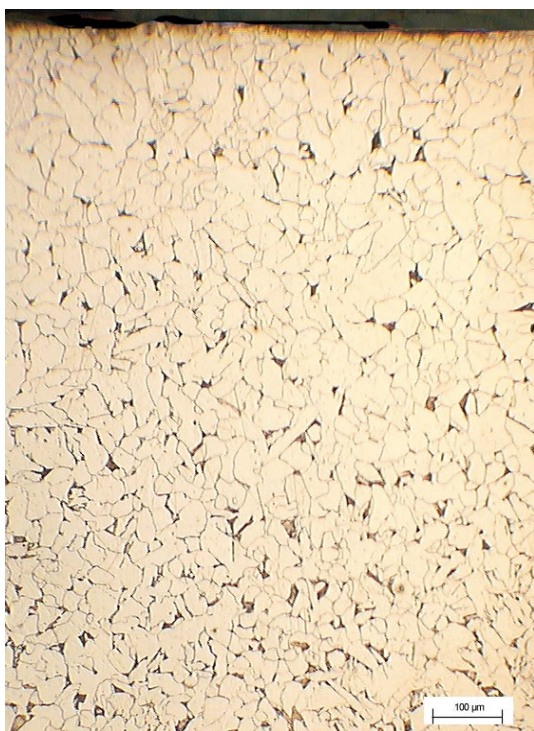
Fig. 4.11 - Micrografias de Fe-0,2 %C sinterizadas em forno convencional e forno plasma.

4.4.2 Amostras convencionais tratadas em forno convencional e por plasma

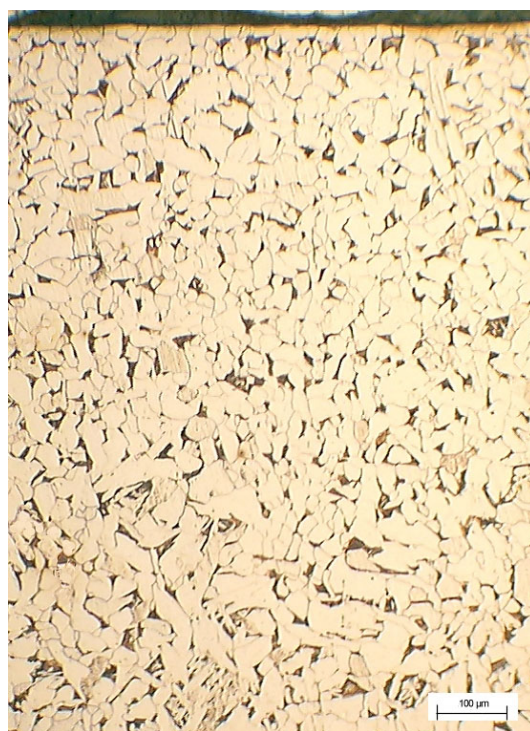
Com o objetivo de avaliar a influência das atmosferas de Ar e H₂ sobre a descarbonetação, amostras de aço convencional 1020 e 1045 foram tratadas em

atmosfera de hidrogênio a 1130°C, durante 30/60 min, em forno convencional e por plasma.

Analisando as figuras 4.12 e 4.13 observa-se que as amostras tratadas em forno convencional apresentaram uma intensa descarbonetação superficial, o mesmo não ocorrendo com as amostras tratadas por plasma. Estes resultados confirmam os resultados obtidos durante a sinterização por plasma.

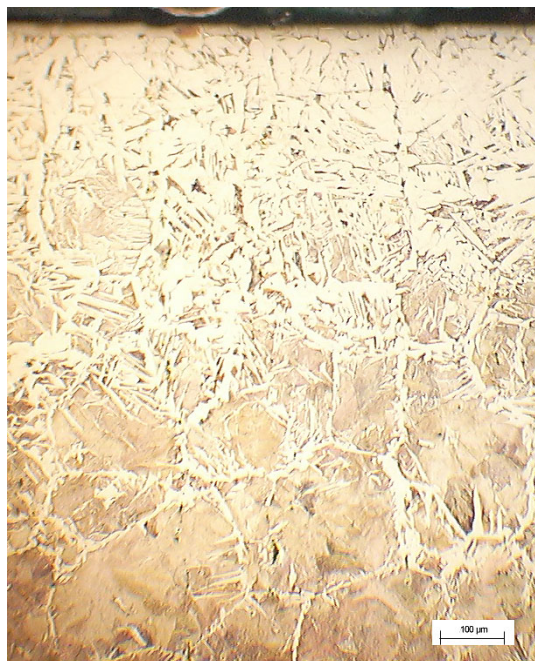


a) Amostra - FeC 1020 -
Forno convencional - H₂ - 1atm - 60 min.



b) Amostra L - FeC 0,2% C - tratada
catodo aberto - 665 Pa - 60 min., - 80 %
Ar + 20 % H₂.

Fig. 4.12 - Micrografias de aço AISI 1020, comercial, tratados em forno convencional e plasma



a) FeC 0,45% - Tratamento convencional
100% H₂ - 60 min.



b) FeC 0,45% - Tratamento em plasma
catodo aberto – 80% Ar + 20% H₂ - 60
min.

Fig. 4.13 - Micrografias de aço AISI 1045, comercial, tratados em forno convencional e plasma

4.5 MICRODUREZA DAS AMOSTRAS ASSOCIADA ÀS CONFIGURAÇÕES DE PLASMA

Devido a presença de poros nas amostras sinterizadas, as medidas de microdureza apresentam dispersão nos resultados.

A figura dos gráficos 4.14 mostra os perfis de microdureza da amostra, sinterizada em forno plasma sob atmosfera de 20%H₂ + 80%Ar, pressão de 665 Pa, por 60 min. Outra amostra sinterizada em condições semelhantes, diferindo no tempo, apresenta seu perfil de microdureza na figura 4.15.

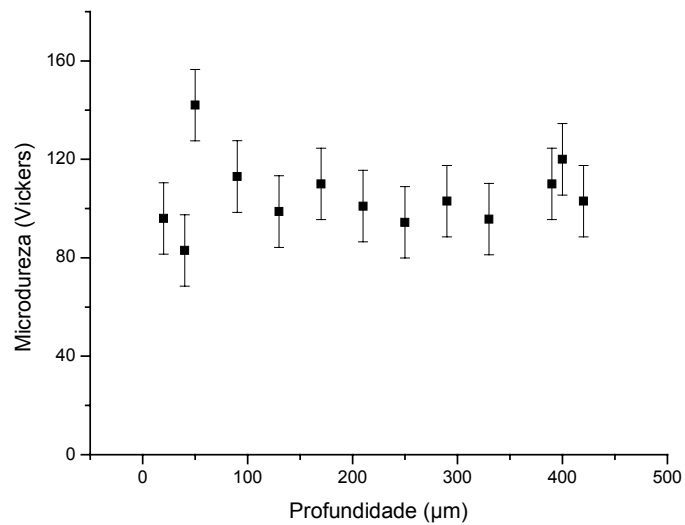


Fig. 4.14 - Perfil de microdureza Vickers (Carga 1,96N) amostra 0,45%C sinterizada Forno plasma – 5 Torr (665 Pa) – 60 min., – 20% H_2 + 80%Ar.

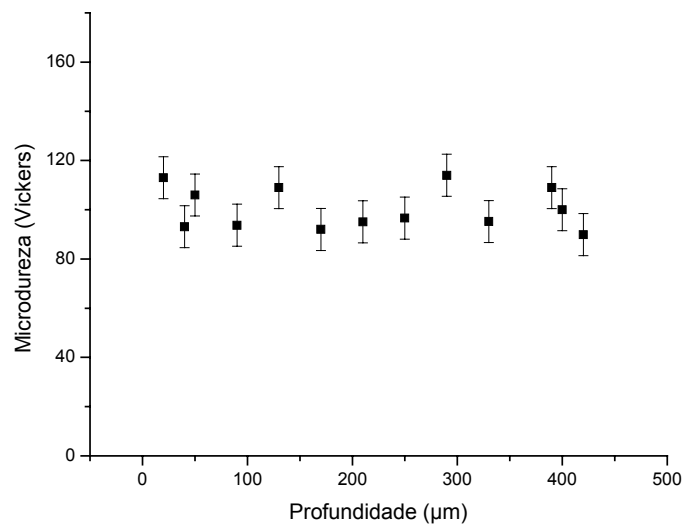


Fig. 4.15 - Perfil de microdureza Vickers (Carga 1,96N) amostra 0,45%C sinterizada Forno plasma 5 Torr (665 Pa) – 30 min., – 20% H_2 + 80%Ar.

Os valores de microdureza obtidos nas diferentes amostras sinterizadas por plasma mostraram que não existe diferença entre a dureza na superfície e no centro da amostra. Os perfis confirmam os resultados da análise microestrutural, ou seja,

as amostras sinterizadas não apresentam descarbonetação superficial, mas sim uma descarbonetação homogeneamente distribuída em toda a amostra.

CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES

5. CONCLUSÕES

Os resultados e as conclusões foram apresentados e discutidos no decorrer do capítulo 4. Neste capítulo será apresentado um resumo das principais conclusões deste trabalho. Os resultados confirmam a viabilidade do uso da tecnologia de plasma para a sinterização de amostras produzidas por metalurgia do pó.

A sinterização de amostras FeC usando descarga luminescente anormal não causa a descarbonetação superficial. A descarbonetação ocorre de maneira homogênea e em toda a amostra.

As amostras sinterizadas nas configurações em diferentes configurações do plasma: catodo aberto, catodo confinado, anodo confinado e forno plasma, apresentaram as mesmas características. Em todas as configurações as amostras não apresentaram descarbonetação superficial e a perda de carbono total foi semelhante.

O aumento do teor de carbono nas amostras sinterizadas por plasma não causou uma maior descarbonetação nas mesmas. Já na sinterização em forno resistivo, quanto maior o teor de carbono, maior será a descarbonetação total.

A variação do tempo e da pressão influencia a perda de carbono. O aumento do tempo de sinterização e a diminuição da pressão causam um aumento da descarbonetação da amostra.

A descarbonetação ocorrida nas amostras foi semelhante, independente da mistura utilizada, ou seja, tanto atmosferas ricas em hidrogênio ou ricas em argônio não apresentaram descarbonetação superficial, e a descarbonetação total foi semelhante.

Amostras de ferro carbono sinterizadas em forno convencional e plasma apresentam diferença acentuada na descarbonetação. Além da acentuada descarbonetação superficial presente nas amostras sinterizadas em forno resistivo, a perda de carbono é também bem mais intensa nestas amostras.

Os resultados mostram a viabilidade de sinterizar via plasma aços carbono obtidos por metalurgia do pó sem a necessidade da adição de carbono na atmosfera. A não descarbonetação superficial da amostra possibilita a sinterização por plasma em atmosfera argônio/hidrogênio e, ainda, estimar um teor final de carbono.

CAPÍTULO 6 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CORNELL, O R; Bhadeshia, H. K. D. H; Metals and Alloys Metallographic Specimen M0, Decarburization of Steel [online] - Disponível na internet. <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/abstracts/lecture1.html> - 2002
- [2] ZAPATA, W. C; - Estado atual da metalurgia do pó. – ABM Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Vol. 43, p.880, 1987. BORSOI A. C; Hennig R; Rafael S.C; Lirio S; "Novas Técnicas Exigem Novos Materiais e Atualização de Testes" Revista Máquinas e Metais - Nº 417 -Outubro de 2000 - Pág.: 110-121.
- [3] COPAERT, H; - Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns – Edgard Blucher Ltda., São Paulo, 1974.
- [4] CHIAVERINI; V., Aços-Carbono e Aços-Liga, Característicos Gerais, Tratamentos Térmicos, Principais Tipos, 2ª edição, São Paulo, 1965
- [5] BORSOI A. C; Hennig R; Rafael S.C; Lirio S; "Novas Técnicas Exigem Novos Materiais e Atualização de Testes" Revista Máquinas e Metais - Nº 417 - Outubro de 2000 - Pág.: 110-121.
- [6] KLEIN, A. N; Notas de aulas da disciplina processamentos de materiais a partir do pó. 3º trimestre 2001.
- [7] MALISKA, A. M; – Influência de elementos de liga e do oxigênio no processo de nitretação por plasma em aços sinterizados. – Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica, UFSC, 1995.

- [8] MUZART, J. L; Batista, V. J. B; Franco, C. V; Klein, A. N; – “Plasma sintering of AISI 316L stainless: The influence of processing cycle on sample density”. Advances in powder Metallurgy & Particulate Material. Ed. Metal Powder Industries Federation, 3 (1997).
- [9] BUDTZ-JORGENSEN C.V; KRINGHOJ P; BOTTIGER J; - The critical role of hydrogen for physical sputtering with Ar-H₂ glow discharges, - Surface and Coatings Technology 116 – 119 (1999) 938 – 943.
- [10] KLEIN A. N; BRUNATTO S. F; – Metalurgia do pó – Apostila da disciplina Metalurgia do pó,. Pg., Ciências Materiais, UFSC, SC.
- [11] GERMAN R.M; - Sintering theory and practice – The Pennsylvania State University, Pennsylvania, John Wiley & Sons, Inc, 1996, 550p.
- [12] VAN VLACK, L. H; - Princípios de ciência dos materiais – Edgard Blucher Ltda., São Paulo, 1970.
- [13] PADILHA, A. F; - Materiais de Engenharia Microestrutura e Propriedades – Editora Hemus, São Paulo, SP – 1997.
- [14] CALLISTER, Willian Jr., Materials Science and engineering – An Introduction, 3 rd ed., John Wiley & Sons, Inc, USA, 1994
- [15] SHACKELFORD J. F; - Materials science for engineers – Prentice-Hall, Inc. – Upper Saddle River, New Jersey, 2000.
- [16] SOUZA, S. A; Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos, - São Paulo, Edgard Blücher, 1974.
- [17] NEVES, J. C. K; - Manutenção do teor de carbono na sinterização por plasma Ar-H₂-CH₄ de injetados em aço ao carbono baixo liga. – Dissertação de Mestrado, Curso de Pós-Graduação em Ciências de Materiais, UFSC, 1999.
- [18] GAELZER R; – Assunto de pesquisa - Instabilidades Reativas e Cinéticas em Plasmas – www.ufpel.tche.br/ifm/petfisica/plasma.htm

- [19] RIE K.T; Recent advances in plasma diffusion processes - Surface and Coatings Technology 112 (1999) 56–62.
- [20] CHAPMAN, B; - Glow Discharge Process. – New York: John Willey & Sons, 1980. 406p.
- [21] BATISTA, J V; - Desenvolvimento do processo de sinterização de materiais metálicos por plasma. – Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica, UFSC, 1998.
- [22] BATISTA, V.J A; Mafra, M; Muzart, J.L.R.; Klein, A.N.; Back, N;- Plasma sintering: a novel process for sintering metallic components a Lab. Interdisciplinar de Mater. , LABMAT, Santa Catarina, Brazil Materials Science Forum Volume 299-300, 1999, Pages 249-253.
- [23] BRUNATTO S. F; – Estudo e Desenvolvimento do Processo de Sinterização de Compactados de Ferro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de elementos de liga em descarga elétrica de catodo oco., - Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica, UFSC, 2000.
- [24] KRASS, G; Steels: Heat Treatment and Processing Principles, ASM International, 1990. - Metals handbook, Volume 4, Heat Treating, American Society for Metals, Metals Park, O.H., 1991
- [25] ORTIZ, P. E; - Estudo da Nitretação por Plasma: Correlação Plasma – Superfície – Tese Doutorado, Curso de Pós-Graduação em Ciências de Materiais, UFSC, 2000
- [26] SILVA, H. R. T; - Estudo sobre a descarbonetação de aços submetidos a tratamentos superficiais por plasma – Dissertação de mestrado - Curso de Pós-Graduação em Ciências de Materiais, UFSC, Maio 1999.
- [27] BROKMAN, A; TULER, F. R; A study of mechanisms of ion nitriding by the application of a magnetic field – J. Appl. Phys. 52(1), January 1981, pg. 468 – 471.

- [28] MALISKA, A. M; PAVANATI, H. C; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R; The influence of ion energy bombardment on the surface porosity of plasma sintered iron – Materials Science and Engineering A00 (2002) 1 – 6.