

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE PULSO NA CEMENTAÇÃO ASSISTIDA POR PLASMA

Laércio Malfatti

Sílvio Francisco Brunatto

Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó, Universidade Federal do Paraná, Curitiba-PR, 81531-980, Brasil

laercio.malfatti@ufpr.br

brunatto@ufpr.br

Rodrigo Perito Cardoso

Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó, Universidade Federal do Paraná, Curitiba-PR, 81531-980, Brasil

rodrigo.perito@ufpr.br

Resumo. Este artigo apresenta os resultados dos experimentos de cementação assistida por plasma à baixa temperatura do aço inoxidável martensítico AISI 410. O tratamento foi realizado em reator de plasma por um período de 12 horas na temperatura de 450 °C, variando o tempo de pulso do plasma e controlando a temperatura mediante sistema de aquecimento auxiliar. A câmara de vácuo do reator foi mantida na pressão de 3 Torr (400 Pa) e a mistura gasosa utilizada era composta de 99,5% (80% H₂ + 20% Ar) + 0,5% CH₄. Foi utilizada uma fonte de corrente contínua pulsada (4,2 kHz), com forma de onda quadrada com período de pulso de 240 µs e a tensão de pulso foi selecionada em 700 V. Foram realizados três tratamentos, sendo o tempo pulso (t_{ON}) fixado para cada tratamento em 10 µs, 20 µs e 30 µs. As amostras tratadas foram caracterizadas por difratometria de raios X (DRX), medidas de dureza da superfície tratada e medidas de perfil de dureza. Os resultados indicam que, para todos os tratamentos há expansão do parâmetro de rede da martensita e, conseqüentemente, endurecimento da superfície tratada, com perfil de dureza suave. Os maiores incrementos de dureza e profundidade de endurecimento foram observados para o tratamento com t_{ON} 20 µs.

Palavras chave: Tratamento termoquímico de cementação assistida por plasma à baixa temperatura, Aço inoxidável martensítico, Tempo de pulso (t_{ON}), Sistema de aquecimento auxiliar, Propriedades da camada tratada.

1. INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis martensíticos são baseados no sistema ternário Fe-Cr-C, apresentando estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado (tcc) na condição temperada. Estes aços foram desenvolvidos com o propósito de combinar boa resistência à corrosão sob condições atmosféricas e alta resistência mecânica (Brunatto, *et al.*, 2016). Aços inoxidáveis martensíticos com maiores teores de carbono podem ter maiores teores de cromo. Com isto, é favorecida a formação de carbonetos de cromo e de martensita de maior dureza, a qual depende diretamente do teor de carbono da liga. Porém, para certas aplicações é necessário melhorar suas propriedades de superfície, as quais podem ser obtidas por meio de tratamentos termoquímicos (Baniasadi, *et al.*, 2016).

Tratamentos termoquímicos à baixa temperatura assistidos por plasma são usados para aumentar a dureza superficial de aços inoxidáveis, sem comprometer sua resistência à corrosão. Entre esses tratamentos encontra-se a cementação, que apresenta resultados interessantes para melhoria do comportamento tribológico da superfície tratada em aços inoxidáveis martensíticos (Angelini, *et al.*, 2016).

Na cementação, a adição de átomos de carbono por difusão melhora propriedades da superfície dos aços inoxidáveis (Lai, *et al.*, 2012). Entre as melhorias, como resultado da formação de uma solução sólida supersaturada e/ou formação de carbonetos, estão a microestrutura obtida, as fases formadas e a dureza das amostras tratadas (Scheuer, *et al.*, 2011). Principalmente quando as condições de tratamento levam à maior espessura da camada de difusão, a cementação por plasma à baixa temperatura produz efetiva melhora da resistência ao desgaste dos aços inoxidáveis martensíticos (Angelini, *et al.*, 2016). Na cementação de aços inoxidáveis martensíticos temperados ocorre difusão do carbono na martensítica. A difusão do carbono ocasiona o aumento do teor de carbono retido em solução sólida no reticulado cristalino da matriz martensítica. Essa nova fase formada é denominada martensita expandida pelo carbono (α'c).

De acordo com Brunatto, *et al.* (2016), tensão e tempo de pulso (t_{ON}), pressão, composição da mistura gasosa e fluxo da mistura gasosa são parâmetros de processo que afetam o plasma e, conseqüentemente, o processo de cementação por plasma dos aços.

O tempo de pulso corresponde ao tempo em que o plasma (pulsado) permanece ligado (t_{ON}). Conseqüentemente, é durante este período que as espécies ativas são criadas (espécies precursoras do carbono, no caso da cementação). Havendo controle de temperatura independente do t_{ON}, pode-se definir o t_{ON} e manter-se a temperatura de tratamento

utilizando um sistema de aquecimento auxiliar. Quanto maior for o t_{ON} , maior será a disponibilidade de espécies ativas na superfície a ser tratada. Com isto, o potencial químico do carbono na superfície a ser tratada se torna mais elevado com o aumento do t_{ON} e o aparecimento indesejado de fuligem pode ocorrer para potenciais muito elevados de carbono, interferindo no processo de transporte de átomos de carbono do plasma para o substrato. Assim, neste trabalho pretende-se avaliar a influência do tempo de pulso do plasma (t_{ON}) nas características da superfície cementada. Para isto, foi escolhido o aço inoxidável martensítico AISI 410.

2. METODOLOGIA

Uma barra de 9,5 mm de diâmetro de aço inoxidável martensítico AISI 410 foi austenitizada em 995 °C por 1 h e depois temperada ao ar. Amostras cilíndricas de 9,3 mm de comprimento foram obtidas a partir do corte da barra temperada. A dureza das amostras na condição temperada foi de 436,5 HV0,3 e a composição química deste aço foi obtida pela técnica de espectrometria de emissão ótica, sendo os valores medidos apresentados na Tab. 1.

Tabela 1. Composição química do aço inoxidável martensítico AISI 410 obtida por espectrometria de emissão ótica.

amostra	Composição química (% em peso)												
	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	V	Nb
AISI 410	balanço	0,102	0,456	0,90	0,018	0,010	12,01	0,34	0,30	0,219	0,006	0,044	0,008

As amostras temperadas foram preparadas usando lixas de SiC na faixa de 120 a 1200 e depois polidas com suspensão abrasiva de Al_2O_3 de 1 μm . Nesta condição, foram submetidas a banho de ultrassom com álcool etílico (absoluto) por 10 min e levadas à câmara de vácuo do reator de plasma, que foi inicialmente evacuado até a pressão limite do sistema. Para limpeza da superfície a ser tratada, no estágio inicial as amostras foram expostas ao plasma com mistura gasosa de 80% H_2 + 20% Ar por 1 h e na temperatura de 300 °C. A partir deste ponto, a temperatura das amostras foi elevada até a temperatura de tratamento (450 °C) mediante o sistema de aquecimento auxiliar, sendo o t_{ON} fixado para cada tratamento. O tratamento ocorreu com uma mistura gasosa de 99,5% (80% H_2 + 20% Ar) + 0,5% CH_4 . A composição da mistura de gases e o fluxo dos gases foram ajustadas por três controladores de fluxo, de $8,33 \times 10^{-6} m^3 s^{-1}$ para H_2 e Ar e de $8,33 \times 10^{-8} m^3 s^{-1}$ para CH_4 . Durante a limpeza e o tratamento de cementação, a pressão da câmara de vácuo foi mantida em 3 Torr (400 Pa), o fluxo de gás foi de $200 cm^3 min^{-1}$ ($3,33 \times 10^{-6} m^3 s^{-1}$) e a tensão de pico aplicada foi de 700 V. Foram realizados tratamentos com t_{ON} 10 μs , 20 μs e 30 μs . O tempo de tratamento foi de 12 h para todas as condições.

Após tratadas, as amostras foram caracterizadas por difratometria de raios X (DRX - utilizando radiação $CuK\alpha$, com comprimento de onda $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) com o uso de difratômetro marca Shimadzu, modelo XRD7000, na configuração Bragg-Brentano, por medidas de dureza da superfície tratada com o uso de microdurômetro com indentador Vickers marca Shimadzu, modelo HVM-2T, para várias cargas, e por medidas do perfil de dureza com o uso de microdurômetro marca Wilson, modelo Tukon Tester com indentador Knoop, para a carga de 0,010 kgf.

3. RESULTADOS

A Figura 1 apresenta os padrões de DRX (entre 43 e 47°) da superfície das amostras de AISI 410, para as diferentes condições estudadas e de uma amostra não tratada. Verifica-se que os picos referentes às condições temperada e cementada com t_{ON} 10 μs estão próximos, mas com pequeno afastamento do pico relativo à condição cementada com t_{ON} 10 μs para um ângulo menor. Este afastamento indica uma expansão do parâmetro de rede da martensita em relação à condição temperada.

Para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μs e 30 μs , os picos apresentam-se mais afastados da condição não tratada. Há clara indicação de maior expansão do parâmetro de rede da martensita para o t_{ON} 20 μs em relação ao t_{ON} 30 μs .

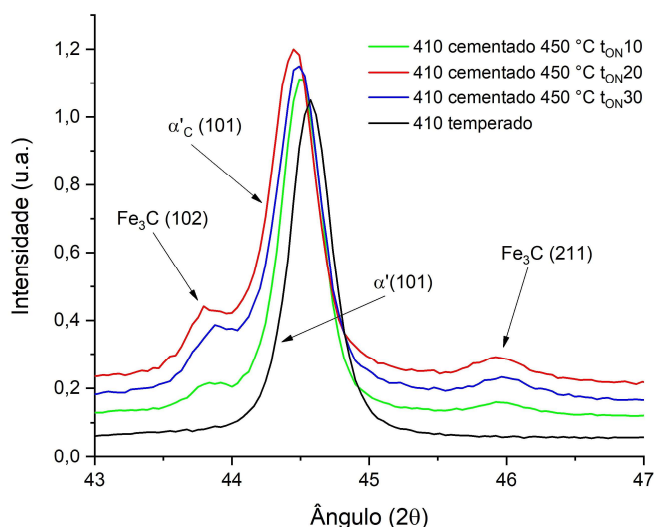


Figura 1. Padrões de DRX (entre 43° e 47°) do AISI 410 nas condições temperada e cementada a 450 °C com t_{ON} 10 μ s, 20 μ s e 30 μ s.

O perfil de dureza apresentado na Fig. 2 sustenta a observação de que houve endurecimento da condição cementada com t_{ON} 10 μ s em relação à condição temperada. Para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μ s e 30 μ s, os perfis de dureza são coerentes com os correspondentes padrões de DRX (Fig. 1) e dureza da superfície tratada (Fig. 3). Há um significativo aumento de dureza e profundidade de endurecimento para as amostras cementadas com t_{ON} 20 μ s e 30 μ s em relação ao caso com t_{ON} 10 μ s, porém muito próximos entre si.

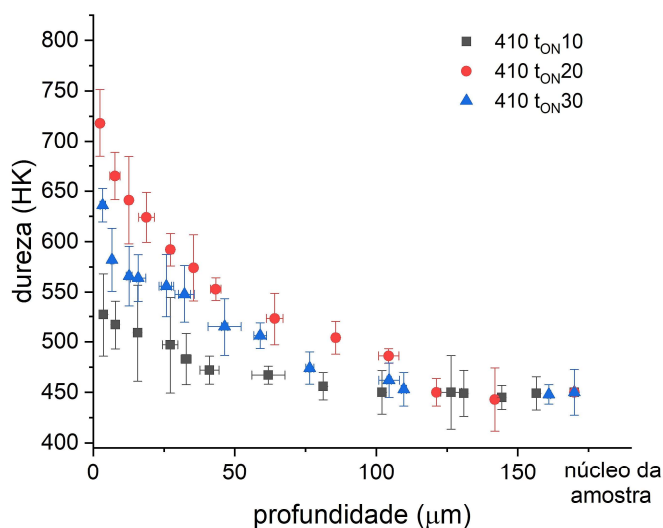


Figura 2. Perfil de dureza Knoop (HK) do AISI 410 na condição cementada a 450 °C com t_{ON} 10 μ s, 20 μ s e 30 μ s, da superfície tratada em direção ao núcleo da amostra. Carga de 0,01 kgf.

Na Figura 3 está apresentada a dureza da superfície tratada em todas as condições. Há um maior endurecimento da superfície tratada com t_{ON} 20 μ s, seguido pelo tratamento com t_{ON} 30 μ s e, por fim, pelo tratamento com t_{ON} 10 μ s. Este resultado concorda com o apresentado na Fig. 2, de que houve maior endurecimento do perfil da condição cementada com t_{ON} 20 μ s em relação à condição cementada com t_{ON} 30 μ s e desta em relação à condição cementada com t_{ON} 10 μ s.

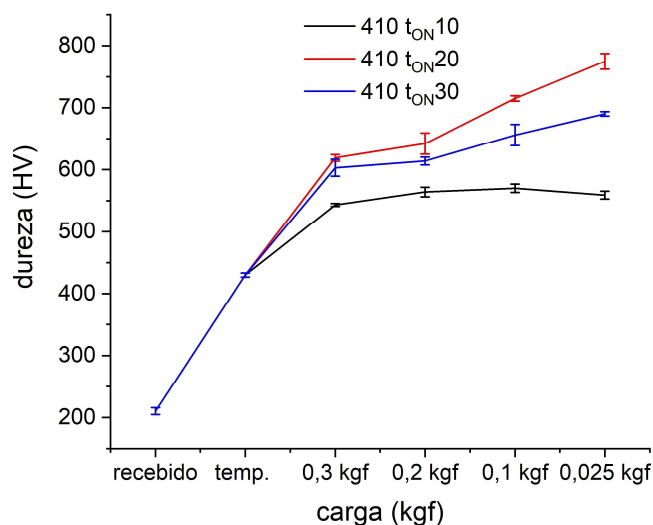


Figura 3. Dureza Vickers (HV) da superfície do AISI 410 nas condições como recebida (recozida), temperada e cementada a 450 °C com t_{ON} 10 µs, 20 µs e 30 µs, com cargas de 0,3 kgf, 0,2 kgf, 0,1 kgf e 0,025 kgf

Todos os resultados sugerem que a melhor condição de cementação, dentre as estudadas, seria aquela com t_{ON} 20 µs. Uma possível explicação para isso seria que a maior reatividade do plasma, no caso dos tratamentos com t_{ON} 30 µs, favorece a formação de fuligem, o que foi observado durante os experimentos. No caso da formação de uma camada de fuligem, esta age como uma barreira para o transporte de átomos de carbono para a superfície da amostra durante o tratamento. Deve-se destacar que, em casos extremos, o surgimento de fuligem na superfície da peça poderia levar a um possível aumento na densidade de arcos durante o processamento, consequente desestabilização da descarga elétrica (plasma) e, no limite, à extinção da descarga elétrica devido ao isolamento da superfície em tratamento no cátodo (Brunatto, *et al.*, 2016), o que não foi observado no presente trabalho.

4. CONCLUSÕES

Todos os tratamentos estudados ocasionaram expansão do parâmetro de rede da martensita e, consequentemente, endurecimento da superfície tratada, com perfil suave de dureza da superfície para o núcleo da amostra, sendo os maiores incrementos de dureza observados para as amostras cementadas com t_{ON} 20 µs, sugerindo que o potencial químico excessivo de carbono é prejudicial para o tratamento de cementação por plasma.

As amostras cementadas com t_{ON} 10 µs apresentaram menor ganho de dureza superficial e de profundidade de endurecimento entre as condições de tratamento estudadas.

5. REFERÊNCIAS

- Angelini, V., Boromei, I., Martini, C., Scheuer, C.J., Cardoso, R.P., Brunatto, S.F. e Ceschini, L., 2016. "Dry Sliding Behavior (Block-on-Ring Tests) of AISI 420 Martensitic Stainless Steel, Surface Hardened by Low Temperature Plasma-Assisted Carburizing". *Tribology International*, v. 103, p. 555–65.
- Baniasadi, F., Bahmannezhad, B., Nikpoor, N e Asgari, S., 2016. "Thermal Stability Investigation of Expanded Martensite". *Surface and Coatings Technology*, v. 300, p. 87–94.
- Brunatto, S.F., Cardoso, R.P., Scheuer, C.J., 2016. "Martensitic Stainless Steel: Direct Current Low-Temperature Plasma Carburizing". *Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys*, ed. Taylor & Francis Group, CRC Press, New York, p. 2153–68.
- Lai, J., Leuk, K., Lo, K. e Shek, C., 2012. *Stainless Steels: An Introduction and Their Recent Developments*, Bentham Science Publishers, Dubai, United Arab Emirates.
- Scheuer, C.J., Pereira, R. Cardoso, R.P. e Brunatto, S.F., 2011. "Low-Temperature Plasma Assisted Carburizing of AISI 420 Martensitic Stainless Steel: Influence of Process Parameters on the Treated Surface Properties". In *Materials Science & Technology*, Columbus, Ohio, USA.

6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

INFLUENCE OF PULSE TIME IN PLASMA ASSISTED CARBURIZING

Laércio Malfatti

Sílvio Francisco Brunatto

Plasma Assisted Manufacturing Technology and Powder Metallurgy Group, Federal University of Paraná, Curitiba-PR, 81531-980, Brazil

laercio.malfatti@ufpr.br

brunatto@ufpr.br

Rodrigo Perito Cardoso

Plasma Assisted Manufacturing Technology and Powder Metallurgy Group, Federal University of Paraná, Curitiba-PR, 81531-980, Brazil

rodrigo.perito@ufpr.br

Abstract. *This paper shows the results of the low temperature plasma assisted carburizing experiments of the martensitic stainless steel AISI 410. The treatment was carried out in the plasma reactor for 12 hours at the temperature of 450 °C, varying plasma pulse time and controlling the temperature through auxiliary heating system. The reactor vacuum chamber was kept in the 3 Torr (400 Pa) pressure and the gas mixture utilized was composed of 99,5% (80% H₂ + 20% Ar) + 0,5% CH₄. A pulsed continuous current source (4,2 kHz) was utilized, with square wave form with pulse period of 240 μs and the pulse was selected in 700 V. Three treatments were performed, the pulse time (t_{ON}) being determined for each treatment in 10 μs, 20 μs and 30 μs. The treated samples were characterized by X ray diffractometry (DFRX), hardness measurement of the treated surface and hardness profile measures. The results indicate that there is expansion of martensite network parameters for all treatments and, consequently, hardening for treated surface, with soft hardness profile. The greatest hardness increments and hardening depth were observed for the treatment with t_{ON} 20 μs.*

Keywords: *Low temperature plasma assisted carburizing thermochemical treatment, Martensitic stainless steel, Pulse time (t_{ON}), Auxiliary heating system, Treated layer properties.*

RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.