

TRATAMENTO HÍBRIDO DE TÊMPERA E CEMENTAÇÃO POR PLASMA NO CAMPO DA AUSTENITA METAESTÁVEL EM AÇO DE ALTA TEMPERABILIDADE: INFLUÊNCIA DO FLUXO DE MISTURA GASOSA NA OBTENÇÃO DE AUSTENITA ESTABILIZADA PELO CARBONO

Felipe Gonçalves Jedy
Rodrigo Perito Cardoso⁺
Silvio Francisco Brunatto

Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma e Metalurgia do Pó, 81531-990, Curitiba, PR, Brasil

⁺Atualmente na Universidade Federal de Santa Catarina
felipejedyn@ufpr.br, rodrigo.perito@labmat.ufsc.br, brunatto@ufpr.br

Resumo. O presente trabalho discute os resultados obtidos para o uso de diferentes taxas de fluxo de mistura gasosa em um novo tratamento híbrido, o qual consiste na têmpera seguida da cementação assistida por plasma à baixa temperatura do aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM de alta temperabilidade. Uma vez que a etapa de cementação é realizada inteiramente no campo da austenita metaestável, o que só é possível devido a altíssima temperabilidade da liga escolhida, este tratamento permite a formação de uma camada superficial de austenita expandida/estabilizada por carbono, à temperatura ambiente, sobre um substrato martensítico. O fluxo da mistura gasosa de cementação foi variado para três diferentes taxas volumétricas, no caso 100, 200 e 300 sccm, tendo em vista uma mistura gasosa fixa de 80% de H₂ + 20% de Ar contendo 0,1% de CH₄. As amostras foram caracterizadas por microscopia confocal laser e DRX. Foram formadas camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono para todos os casos, independentemente das taxas de fluxo testadas. Além disso, foi observado que camadas mais espessas foram obtidas para o uso de menores taxas de fluxo gasoso, que resultaram também na maior presença de fuligem.

Palavras chave: Tratamento híbrido de têmpera e cementação por plasma. Aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM de alta temperabilidade. Austenita metaestável. Austenita estabilizada pelo carbono.

1. INTRODUÇÃO

Toscano et al. (2020) desenvolveram, recentemente, um novo tratamento térmico-termoquímico híbrido para aços altamente temperáveis, que permitiu que uma camada de austenita expandida/estabilizada por nitrogênio fosse formada em um substrato de aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM, apresentando uma matriz de martensita revenida. O referido trabalho de Toscano et al. (2020) apresentou-se, assim, como um grande “divisor de águas” no campo dos estudos dos tratamentos termoquímicos superficiais, pois até então camadas de austenita expandida produzidas através de tratamentos termoquímicos assistidos por plasma à baixa temperatura eram tão somente obtidas em aços inoxidáveis austeníticos. O interesse na obtenção da austenita expandida na superfície dos aços inoxidáveis recai no fato de que esta fase normalmente apresenta melhores propriedades superficiais, tanto mecânicas como eletroquímicas, o que se traduz em superfícies mais resistentes em termos de suas propriedades tribológicas e de corrosão (Bell e Sun, 2002; Cheng et al., 2005; Sun e Haruman, 2006; Casteletti et al., 2014; Barcelos et al. 2017). A maior resistência ao desgaste, obtida na austenita expandida, está relacionada ao aumento da dureza superficial. Além disso, tensões residuais de natureza compressiva estão presentes nesta fase, o que a torna mais resistente à fadiga (Michal et al., 2006; Dong, 2010). O enriquecimento da austenita por átomos intersticiais N ou C a baixas temperaturas, na condição de paraequilíbrio, de forma que não ocorra a precipitação de nitretos ou carbonetos de cromo nos aços inoxidáveis, pode ainda produzir camadas mais resistentes à corrosão em comparação ao material não tratado (Bell e Sun, 2002; Cheng et al., 2005; Casteletti et al., 2014; Cisquini et al., 2019).

O desafio de se obter uma camada de austenita expandida na superfície de aços inoxidáveis martensíticos, junto ao Grupo de Tecnologia de Fabricação Assistida por Plasma da UFPR, teve início com os primeiros resultados apresentados por Allenstein et al. (2012), quando fortes evidências da transformação da superfície martensítica-revenida de um aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM em austenita expandida por nitrogênio foram apresentadas, pela primeira vez, na literatura técnica especializada. Naquele trabalho, confrontando-se resultados obtidos através da observação microestrutural, DRX, medições de concentração de nitrogênio por SIMS e WDS e do uso do diagrama de constituição de Kakhovskii, a premissa aqui colocada foi confirmada a partir das seguintes constatações: i) da presença de estrutura semelhante à grãos geminados (*twinned-grains*) apresentando bandas de escorregamento, típico de estrutura altamente deformada (que é o caso da austenita expandida por intersticial nitrogênio, apresentando tipicamente elevado estado de

tensões residuais compressivas); ii) das modificações do padrão de DRX das amostras estudadas (claramente evidenciando o deslocamento dos picos originais de austenita e martensita para ângulos 2θ menores, sempre alargados e com intensidades reduzidas em relação aos originais observados a partir da condição não-nitretado); e iii) da concentração de nitrogênio medida, predizendo a fase austenita no diagrama de constituição de Kakhovskii (Allenstein et al., 2012).

Deve-se destacar ainda que, nos tratamentos de nitretação ou cementação por plasma à baixa temperatura aplicados aos aços inoxidáveis martensíticos e realizados de maneira convencional, as amostras são, usualmente, tratadas no estado temperado e revenido (apresentando, portanto, estrutura martensita cúbica de corpo centrado, ccc), como nos estudos de Allenstein et al. (2012) e Allenstein et al. (2014). O termo “convencional”, aqui utilizado, justifica-se pelo fato de que o tratamento por plasma é realizado aquecendo-se o substrato de matriz martensítica da temperatura ambiente até a temperatura de nitretação e/ou cementação. Similarmente, ao invés de se realizar o tratamento termoquímico em um substrato temperado-revenido, uma outra forma que se apresenta é a de submeter o substrato de aço tão somente na condição como-temperado, com a amostra apresentando, inicialmente, martensita com estrutura tcc (tetragonal de corpo centrado), quando a mesma é, então, simultaneamente revenida ao longo do tratamento; este é o caso observado nos trabalhos de cementação por plasma à baixa temperatura de Scheuer et al. (2012a; 2012b e 2013). Em todos estes casos, aqui considerados, apesar do tratamento de nitretação e/ou cementação ocorrer normalmente acima da temperatura M_s (de início de formação martensítica), o material a ser tratado não se encontra de fato austenítico (mesmo sabendo-se que a temperatura do tratamento termoquímico à baixa temperatura se apresenta, normalmente, dentro do campo da austenita metaestável do respectivo diagrama de transformação isotérmica do aço considerado), já que a fase inicialmente presente na superfície do aço a ser tratado e, portanto, a ser enriquecida com nitrogênio e/ou carbono, respectivamente, é a própria martensita originalmente presente à temperatura ambiente, a qual foi obtida a partir da têmpera do aço, como usualmente feito em todos os tratamentos clássicos de têmpera.

Diferentemente, neste novo tratamento híbrido de têmpera-cementação, aqui apresentado, a cementação ocorre, porém, com todo o núcleo e a superfície do substrato do aço se apresentando com a fase austenita em todo o seu volume, pois a cementação é realizada imediatamente na sequência da têmpera interrompida do aço (o qual é inicialmente austenitizado no campo da austenita estável, $\gamma_{Estável}$, acima da sua temperatura A_{c3} e temperado, podendo ser resfriado sob plasma à uma temperatura qualquer entre A_{r1} e M_s , no caso, aqui, justamente para a temperatura de cementação, promovendo-se assim a transformação da sua austenita estável em austenita metaestável, $\gamma_{Metaestável}$, onde ocorre sua última etapa de tratamento, ou seja, sua cementação isotérmica – ver Fig. 1). Em resumo, este procedimento inovativo, possibilita garantir que todo o tratamento superficial é, de fato, realizado numa superfície austenítica, já que o aço e sua microestrutura se encontram efetivamente no campo da austenita metaestável de seu respectivo diagrama de transformação isotérmica (também conhecido como diagrama tempo-temperatura-transformação). Na Figura 1, juntamente com o esquema deste novo tratamento híbrido, foram indicadas de forma aproximada algumas temperaturas de interesse junto ao aço ASTM CA6NM, através das respectivas isotermas (linhas tracejadas em vermelho) A_{c3} , importante na etapa de aquecimento, A_{r1} , importante no resfriamento e M_s , a partir da qual, até a temperatura ambiente, toda a austenita metaestável neste aço seria transformada em martensita, como de fato ocorre. Por fim, deve-se destacar que para o aço aqui estudado, as conhecidas curvas em “C” de transformação da austenita em ferrita e carbonetos só ocorrem para tempos maiores que 30 horas (Crawford, 1974), confirmando sua altíssima temperabilidade, a qual é fundamental para a realização deste novo tratamento, daí as mesmas não terem sido representadas esquematicamente na Fig. 1.

Assim, no presente trabalho, foi estudada a influência do fluxo de mistura gasosa na obtenção de austenita estabilizada pelo carbono a partir de um novo tratamento híbrido de têmpera e cementação assistido por plasma à baixa temperatura no campo da austenita metaestável do aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM de alta temperabilidade.

2. METODOLOGIA

2.1. Preparação das amostras

Os tratamentos deste estudo foram realizados em amostras do aço ASTM CA6NM, apresentando as dimensões aproximadas de 30 x 25 x 10 mm³. A composição química (em peso) da liga foi determinada através da técnica de espectrometria de emissão ótica, resultando em 0,025% C, 0,910% Mn, 0,508% Si, 0,024% P, 12,51% Cr, 3,89% Ni, 0,459% Mo, 0% de S (não detectado) e Fe (balanço). Para garantir a mesma condição prévia, todas as amostras foram submetidas aos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, definindo o seu estado inicial antes dos tratamentos assistidos por plasma. Estes tratamentos foram realizados em forno a vácuo. Na têmpera, as amostras foram resfriadas ao ar após austenitização a 1000°C por 30 minutos, enquanto que o revenimento foi realizado a 620°C por 4 horas (condições típicas para este aço). Estas amostras foram submetidas a etapas de lixamento, com lixas de carboneto de silício entre as gramaturas de 120 e 1200, e polimento usando suspensão de alumina (Al₂O₃) de 1,0 µm. Antes de serem submetidas aos tratamentos térmicos e termoquímicos assistidos por plasma, as amostras (no estado inicial) foram caracterizadas por difratometria de raios X, com radiação CuK α ($\lambda = 1,54$ Å), tensão de 40 kV e corrente de 20 mA. Foram realizadas varreduras na configuração θ - 2θ (Bragg-Brentano), no intervalo de 30° a 120°, com velocidade de varredura de 1°/minuto.

2.2. Aparato utilizado no tratamento

O reator de plasma utilizado é constituído por uma câmara de vácuo cilíndrica de aço inoxidável, com 380 mm de altura por 350 mm de diâmetro. A pressão interna é controlada de forma automática por um controlador ligado a uma válvula borboleta acoplada à saída da câmara, onde ocorre a evacuação dos gases por meio de uma bomba mecânica de duplo estágio. A pressão é aferida por meio de um manômetro capacitivo e o fluxo dos gases é controlado por fluxímetros mássicos, acoplados a um controlador. A descarga elétrica foi gerada por uma fonte de tensão pulsada de onda retangular de corrente contínua com a qual o cátodo (no qual é posicionada a amostra) foi negativamente polarizado. A frequência da fonte é de 4,2 kHz e o período de pulso ($t_{on} + t_{off}$) é de 240 μ s. Nos tratamentos assistidos por plasma, a tensão de pico foi mantida constante em 700 V e, por conseguinte, a potência transferida para o plasma foi controlada através do tempo de pulso ligado (t_{on}), sendo então a temperatura da amostra controlada através do ajuste do t_{on} . A temperatura foi medida no centro da amostra através de um termopar do tipo K (cromel-alumel), de diâmetro de 1,63 mm, com proteção metálica (aço AISI 310) e isolamento cerâmico.

2.3. Tratamento híbrido de têmpera e cementação

O tratamento híbrido foi realizado integralmente sob plasma, tanto nas etapas de aquecimento quanto de resfriamento. Após a sua completa austenitização, as amostras, ainda sob o plasma, são resfriadas até a temperatura de cementação, superior a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) para o aço ASTM CA6NM. Devido à alta temperabilidade do aço, a estrutura do material permanece austenítica no decorrer de todo o tratamento termoquímico. Após a conclusão do tratamento, e com o consequente resfriamento da amostra até a temperatura ambiente, o núcleo do material sofre transformação martensítica enquanto que a superfície permanece austenítica, devido à estabilização da austenita pelo carbono.

Cada uma das etapas deste tratamento pode ser observada na Fig. 1, sendo elas: (1) aquecimento da amostra para a limpeza por *sputtering* a 350°C sob H_2 puro e pressão de 3 Torr (aproximadamente 400 Pa); (2) limpeza da amostra por *sputtering* por 10 minutos; (3) aquecimento até a temperatura de austenitização, de 1050°C, sob plasma, com atmosfera gasosa de 80% de H_2 + 20% de Ar. Nesta etapa de aquecimento, o t_{on} e a pressão foram aumentados gradualmente, tendo sido a pressão elevada até o limite de 9 Torr (aproximadamente 1,2 kPa); (4) permanência da amostra, para a sua completa austenitização, a 1050°C por 45 minutos sob a mesma mistura gasosa e pressão; (5) resfriamento (sob plasma) até a temperatura de cementação no campo da austenita metaestável (acima de M_s). O resfriamento da amostra foi realizado mediante progressiva redução do t_{on} e da pressão, de 9 Torr para 3 Torr, na qual todos os tratamentos foram realizados; (6) realização dos tratamentos termoquímicos de cementação por plasma e, por fim, (7) resfriamento da amostra, após o desligamento da descarga, até a temperatura ambiente sob um fluxo de H_2 e Ar.

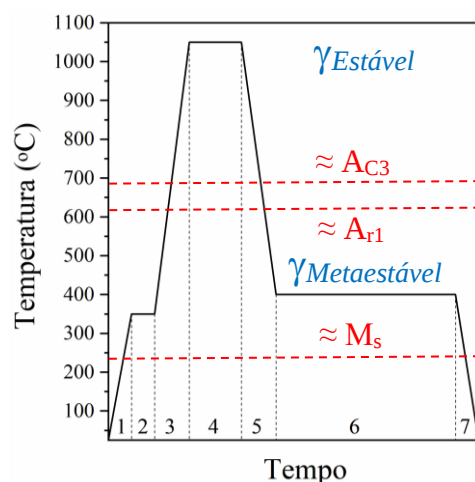


Figura 1. Etapas do tratamento híbrido (indicados os campos da Austenita estável ($\gamma_{Estável}$), acima da temperatura A_{c3} ; Austenita metaestável ($\gamma_{Metaestável}$), entre temperaturas M_s e A_{r1} ; e linhas tracejadas vermelhas indicam as temperaturas M_s , A_{r1} e A_{c3})

Em todos os três tratamentos, correspondentes à etapa (6), o tempo e a temperatura de cementação foram mantidos fixos em 4 horas e 400 °C, respectivamente, para uma pressão, também constante, de 3 Torr. Neste estudo, o fluxo de mistura gasosa foi variado usando-se três diferentes taxas de vazão volumétricas, no caso 100, 200 e 300 sccm (1,67, 3,33 e $5,00 \times 10^{-6} \text{ Nm}^3\text{s}^{-1}$, respectivamente), tendo sido utilizada uma mistura gasosa com composição fixa de 80% de H_2 + 20% de Ar contendo + 0,1% de CH_4 (metano). Esta mistura gasosa está de acordo com os melhores resultados obtidos em estudos envolvendo a cementação por plasma à baixa temperatura (Scheuer et al., 2012a; Scheuer et al., 2012b).

2.4. Caracterização das amostras tratadas

Ensaio de difração de raios X (DRX), usando os mesmos parâmetros de medida das amostras não tratadas foram realizados para a determinação das fases formadas na superfície das amostras. Para a verificação da microestrutura, a superfície e a seção transversal das amostras tratadas foram observadas com auxílio de microscópio confocal laser. Para a determinação da espessura média da camada foram coletadas três imagens e para cada imagem, quatro medidas de espessura foram tomadas. Além do corte, o preparo das amostras de seção transversal consistiu na deposição de uma camada de níquel sobre a superfície tratada (para evitar arredondamento de borda na preparação) e nas etapas de lixamento e polimento. Por fim, para o ataque químico utilizou-se reagente Vilella.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Variação dos parâmetros elétricos do plasma (descarga elétrica luminescente)

A variação dos parâmetros da descarga elétrica (t_{on} e corrente no cátodo) ao longo da etapa isotérmica do tratamento (cementação), são apresentados na Fig. 2 e na Tabela 1. Através destes resultados, pode ser observada uma leve tendência do uso de menores tempos de pulso ligado (t_{on}) para que a temperatura de tratamento seja mantida em 400°C, à medida em que a taxa de fluxo é aumentada. Verificou-se também, para o uso de maiores taxas de fluxo de mistura gasosa, uma tendência de crescimento da corrente elétrica (I). A importância desses resultados fica clara quando estes são comparados aos resultados expostos na Fig. 3 (apresentados a seguir) que envolvem a formação de fuligem, a qual foi mais intensa nas amostras tratadas com uma taxa de fluxo menor. Durante o processo em corrente contínua, a fuligem se comporta como um isolante elétrico, tornando necessário um aumento do t_{on} , ou seja, um aumento no período de tempo no qual o cátodo (a amostra) é bombardeado pelas espécies ativas do plasma, de forma que a temperatura de cementação seja mantida constante quando do uso de uma taxa de fluxo menor.

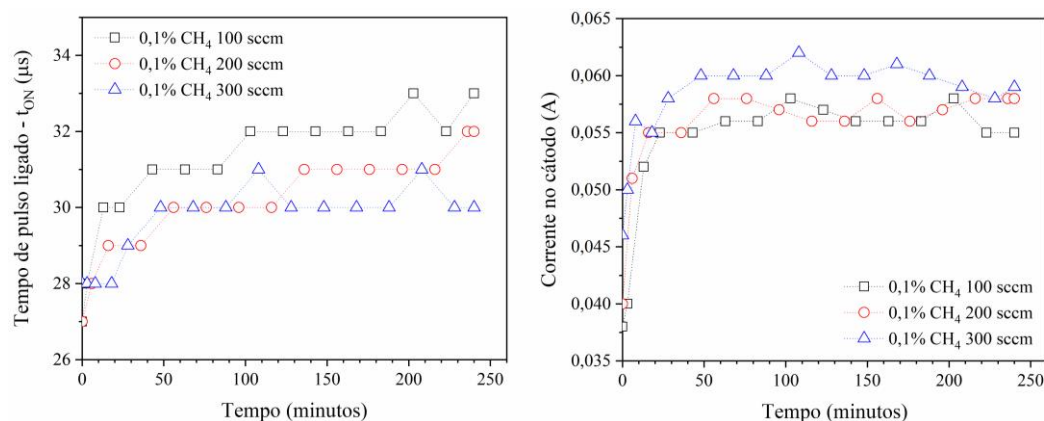


Figura 2. Variação do t_{on} e da corrente no cátodo (I) ao longo de toda a etapa de cementação

Tabela 1. Média e desvio padrão do t_{on} (μs) e I (mA) nos 120 minutos finais da etapa de cementação

Condição do tratamento	t_{on} (μs)	I (mA)
0,10% CH ₄ / 100 sccm	32,3 / 0,5	56,1 / 1,1
0,10% CH ₄ / 200 sccm	31,3 / 0,5	57,3 / 1,0
0,10% CH ₄ / 300 sccm	30,1 / 0,4	59,6 / 1,0

Este fenômeno, da maior formação de fuligem quando menores taxas de fluxo de mistura gasosa são usados, pode estar associado ao tempo médio no qual as moléculas de gás permanecem dentro da câmara (τ) antes de serem evacuadas do sistema. A Eq. 1, apresentada por Chapman (1980), relaciona o tempo de permanência, τ , com os parâmetros p (pressão), V (volume do sistema) e Q (vazão de gás):

$$\tau = \frac{pV}{Q} \quad (1)$$

Através da Eq. (1), é possível verificar que a redução da vazão de gás implica em um maior tempo de permanência das espécies no interior da câmara. Considera-se, dessa forma, a hipótese de que tenha havido mais tempo para a dissociação de moléculas de CH₄ favorecendo a deposição de carbono na forma de fuligem na superfície da amostra. Além disso, é sabido que o uso de uma taxa de fluxo adequada é benéfico no processo de limpeza do gás de processo, a

partir de sua renovação mais efetiva em todo o sistema, no caso a câmara de descarga elétrica, onde o tratamento ocorre (Brunatto et al., 2007). Um dos ganhos de se trabalhar com um fluxo mais adequado pode ser diretamente relacionado à diminuição do t_{on} e, portanto, a um menor consumo de energia efetivamente transmitida ao plasma, para manter a temperatura da peça. Então, os resultados aqui apresentados, corroboram com os previamente apresentados por Brunatto et al. (2007).

3.2. Formação de fuligem

A presença de fuligem foi verificada para os três tratamentos realizados por meio da análise visual das superfícies das amostras após os tratamentos, ou seja, de forma qualitativa, o que pode ser observado na Fig. 3. Neste estudo envolvendo o uso de diferentes fluxos de mistura gasosa, uma crescente intensidade de fuligem pôde ser observada para taxas de fluxo menores. Este fenômeno não estaria diretamente relacionado à uma possível maior ou menor oferta de metano, já que a mistura gasosa de tratamento se manteve inalterada neste estudo e, sim, ao maior tempo de permanência das moléculas de metano, dentro do sistema de tratamento, tornando possivelmente a dissociação destas moléculas tanto mais efetiva quanto maior o tempo de permanência das mesmas, conforme já visto. Pode-se supor, assim, que a taxa de átomos de carbono que chegam na superfície do cátodo é maior quando uma taxa de fluxo menor é utilizada. Este resultado será confirmado a frente (ver Fig. 7), quando forem comparadas as espessuras das camadas cementadas obtidas aqui neste trabalho, as quais foram maiores para o uso de taxas de fluxo menores.



Figura 3. Presença de fuligem na superfície das amostras tratadas

3.3. Formação de camadas de austenita expandida (estabilizada pelo carbono)

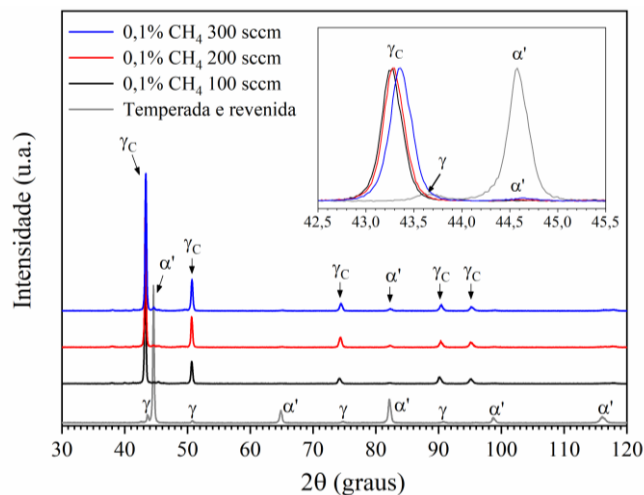


Figura 4. Difratogramas obtidos para as amostras tratadas

A Figura 4 apresenta os padrões de DRX gerados para a superfície das amostras no estado inicial (temperada e revenida) e após os tratamentos de cementação sob diferentes fluxos de mistura gasosa, os quais evidenciam que camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono (γ_C) foram obtidas em todos os tratamentos termoquímicos. O primeiro ponto a ser observado é a diferença na intensidade dos picos das fases austenita (γ) e martensita (α') para a amostra no estado inicial e para as amostras cementadas: nota-se, após os tratamentos, que a intensidade dos picos da martensita (α') é reduzida de maneira significativa, ao mesmo tempo em que um aumento, também significativo, é observado na intensidade dos picos da austenita (γ). Isso indica a formação de uma camada austenítica na superfície das amostras. Outro ponto é o deslocamento dos picos da austenita para a esquerda, ou seja, para menores valores de 2θ , o que evidencia,

como apontado por Sun et al. (1999b) e Christiansen e Somers (2005), que de fato houve uma expansão da rede da austenita por átomos de carbono para as amostras cementadas, sendo possível então chamar esta fase de austenita expandida por carbono (γ_C). O detalhe da Fig. 4 permite a observação mais clara de tais alterações citadas nos padrões de DRX para os picos de maior intensidade das fases mencionadas. Por fim, nos resultados aqui apresentados, fica nítido que uma maior expansão da rede cristalina pelo carbono é claramente evidenciada ao se usar taxas de fluxo menores.

A microestrutura superficial das amostras submetidas aos tratamentos termoquímicos (Fig. 5), para a qual contornos de macla, tipicamente encontrados na austenita (Sun et al., 1999a; Sun et al., 1999b; Toscano et al., 2020) se fazem presentes, evidencia a presença de camadas austeníticas em todos os três tratamentos realizados neste estudo. Vale notar a grande diferença entre a microestrutura presente na superfície em relação àquela obtida no núcleo das amostras cementadas, para as quais a martensita em forma de ripas se faz presente, como mostra a Fig. 6.

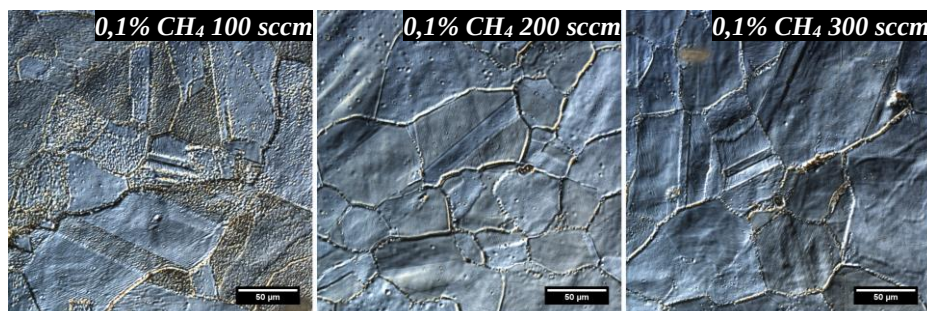


Figura 5. Micrografias obtidas por microscopia confocal das superfícies das amostras tratadas

3.4. Microestrutura do substrato e espessura das camadas de austenita expandida

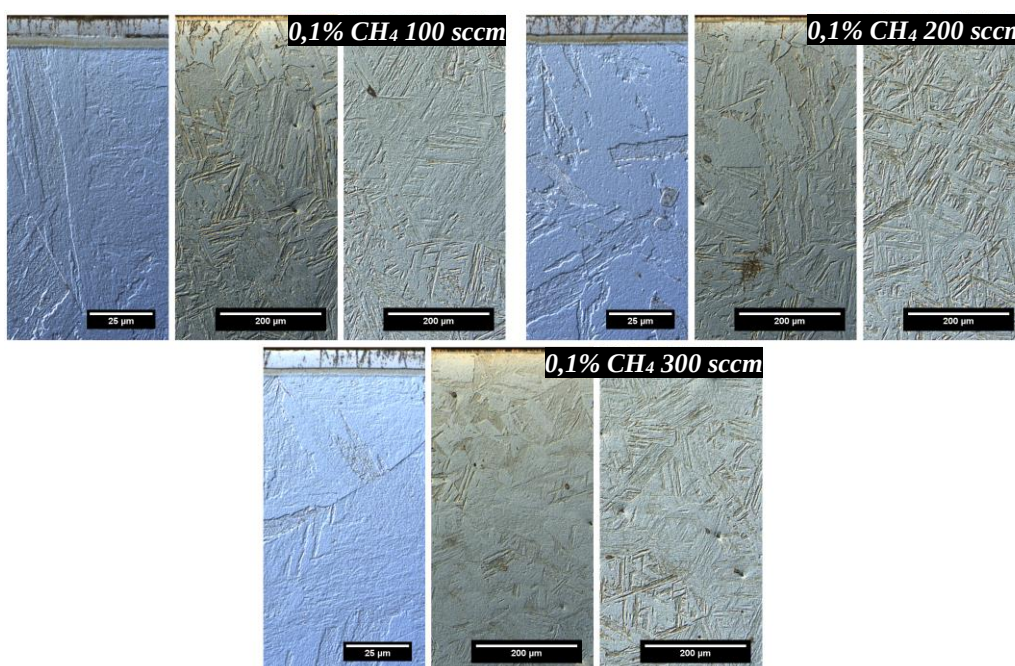


Figura 6. Microestrutura da seção transversal das amostras tratadas (microscopia confocal)

A Figura 6 apresenta, para cada um dos três tratamentos de cementação, a microestrutura referente à seção transversal das amostras. O primeiro detalhe a ser observado é a camada de austenita expandida/estabilizada por carbono (γ_C), visível no lado esquerdo de cada imagem (ampliação de 1000x). A camada de γ_C é facilmente distinguível da camada protetiva de Ni (no topo) e do substrato martensítico, abaixo dela. O segundo detalhe importante, envolve a comparação entre microestrutura presente no substrato, sob a camada (no centro de cada imagem, ampliado 200x) com aquela referente ao núcleo (no lado direito de cada imagem, igualmente ampliado 200x). Apesar de ambas as microestruturas se referirem à martensita em forma de ripas, existe uma diferença na morfologia e na densidade dessas ripas, a qual parece ser menor para a região do substrato em comparação ao núcleo. Essas diferenças indicam que existe uma extensa zona de transição (com aproximadamente 400 μm de espessura) no substrato, logo abaixo da camada, no sentido núcleo das amostras. Apesar de um estudo mais aprofundado e embasado por outras técnicas de caracterização se fazer necessário, supõe-se aqui que esta região consista numa faixa de difusão do carbono.

A Figura 7 apresenta a espessura média (bem como o desvio padrão) das camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono (γ_C) produzidas através dos tratamentos híbridos aqui realizados. Fica evidente que a espessura das camadas obtidas foi significativamente alterada pelo uso de diferentes taxas de fluxo de mistura gasosa, sendo que camadas mais espessas foram obtidas quando do uso de menores taxas de fluxo. A mesma suposição feita com relação a influência da taxa de fluxo sobre a formação de fuligem é considerada aqui: a maior espessura de camada seria uma consequência direta da maior taxa de átomos de carbono chegando na superfície do cátodo para o uso de uma menor taxa de fluxo.

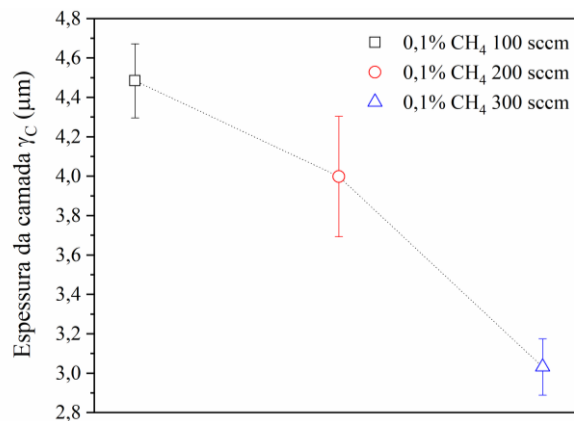


Figura 7. Espessura das camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono (γ_C) para todos os tratamentos

4. CONCLUSÕES

Este estudo comprovou que camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono (γ_C) foram produzidas para todas as condições de fluxo de mistura gasosa utilizada. A taxa de fluxo foi determinante tanto na quantidade de fuligem formada como na espessura das camadas obtidas, visto que, apesar da maior formação de fuligem, camadas mais espessas foram obtidas quando do uso de taxas de fluxo de mistura gasosa menores.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES (Código 001), CNPq (Universal Processo N. 482380/2012-8), MCTI-CNPq-Aquaviário (Processo N. 456347/2013-5), Fundação Araucária (Projeto PRONEX-NESAP N. 46744), Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da Universidade Federal do Paraná, Laboratório de Óptica de Raios X e Instrumentação da Universidade Federal do Paraná (FINEP CT-INFRA 793/2004 e 3080/2011).

6. REFERÊNCIAS

- Allenstein, A.N.; Cardoso, R.P.; Machado, K.D.; Weber, S.; Pereira, K.M.P.; Dos Santos, C.A.L.; Panossian, Z.; Buschinelli, A.J.A.; Brunatto, S.F., 2012. "Strong evidences of tempered martensite-to-nitrogen-expanded austenite transformation in CA-6NM steel". *Materials Science and Engineering A*, Vol. 552, p. 569-572.
- Allenstein, A.N.; Lepienski, C.M.; Buschinelli, A.J.A.; Brunatto, S.F., 2014. "Improvement of the cavitation erosion resistance for low-temperature plasma nitrided Ca-6NM martensitic stainless steel". *Wear*, Vol. 309, p. 159-165.
- Barcelos, M.A.; Barcelos, M.V.; Araújo Filho, J.S.; Franco Jr. A.R.; Vieira, E.A., 2017. "Wear resistance of AISI 304 stainless steel submitted to low temperature plasma carburizing". *REM, Int. Eng. J., Ouro Preto*, Vol. 70, p. 293-298.
- Bell, T.; Sun, Y., 2002. "Low-temperature plasma nitriding and carburising of austenitic stainless steels". *Heat Treatment of Metals*, Vol. 3, p. 57-64.
- Brunatto, S.F.; Muzart, J.L.R., 2007. "Influence of the gas mixture flow on the processing parameters of hollow cathode discharge iron sintering". *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 40, p. 3937-3944.
- Casteletti, L.C.; Lombardi Neto, A.; Totten, G.E., 2014. "Nitriding of Stainless Steels". *Metallography, Microstructure, and Analysis*, Vol. 3, p. 477-508.
- Chapman, B.N., 1980. *Glow discharge process: sputtering and plasma etching*. New York: John Wiley & Sons.
- Cheng, Z.; Li, C.X.; Dong, H.; Bell, T., 2005. "Low temperature plasma nitrocarburising of AISI 316 austenitic stainless steel". *Surface & Coatings Technology*, Vol. 191, p. 195-200.
- Christiansen, T.; Somers, M.A.J., 2005. "Low temperature gaseous nitriding and carburising of stainless steel". *Surface Engineering*, Vol. 21, n. 5-6, p. 445-455.
- Cisquini, P.; Ramos, S.V.; Viana, P.R.P.; Lins, V.F.C.; Franco Jr., A.R.; Vieira, E.A., 2019. "Effect of the roughness produced by plasma nitrocarburizing on corrosion resistance of AISI 304 austenitic stainless steel". *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 8, n. 2, p. 1897-1906.

- Crawford, J.D., 1974. "CA-6NM - An Update". In *29th Annual Steel Founders' Society of America. Technical and Operating Conference*. November.
- Dong, H., 2010. "S-phase surface engineering of Fe-Cr, Co-Cr and Ni-Cr alloys". *International Materials Reviews*, Vol. 55, n. 2, p. 65-98.
- Michal, G.M.; Ernst, F.; Kahn, H.; Cao, Y.; Oba, F.; Agarwal, N.; Heuer, A.H., 2006. "Carbon supersaturation due to paraequilibrium carburization: Stainless steels with greatly improved mechanical properties". *Acta Materialia*, Vol. 54, p. 1597-1606.
- Scheuer, C.J.; Cardoso, R.P.; Pereira, R.; Mafra, M.; Brunatto S.F., 2012a. "Low temperature plasma carburizing of martensitic stainless steel". *Materials Science and Engineering A*, Vol. 539, p. 369-372.
- Scheuer, C.J.; Cardoso, R.P.; Zanetti, F.I.; Amaral, T.; Brunatto, S.F., 2012b. "Low-temperature plasma carburizing of AISI 420 martensitic stainless steel: Influence of gas mixture and gas flow rate". *Surface and Coatings Technology*, Vol. 206, p. 5085-5090.
- Scheuer, C.J.; Cardoso, R.P.; Mafra, M.; Brunatto, S.F., 2013. "AISI 420 martensitic stainless steel low-temperature plasma assisted carburizing kinetics". *Surface & Coatings Technology*, Vol. 214, p. 30-37.
- Sun, Y.; Haruman, E., 2006. "Low Temperature Plasma Surface Alloying of Austenitic Stainless Steels". *Solid State Phenomena*, Vol. 118, p. 85-90.
- Sun, Y.; Li, X.; Bell, T., 1999a. "Low temperature plasma carburising of austenitic stainless steels for improved wear and corrosion resistance". *Surface Engineering*, Vol. 15, n. 1, p. 49-54.
- Sun, Y.; Li, X.; Bell, T., 1999b. "Structural characteristics of low temperature plasma carburised austenitic stainless steel". *Materials Science and Technology*, Vol. 15, n. 10, p. 1171-1178.
- Toscano, T.D.; Cardoso, R.P.; Brunatto S.F., 2020. "A Novel Concept of Hybrid Treatment for High-Hardenability Steels: Concomitant Hardening and Paraequilibrium Thermochemical Treatment to Produce Interstitially Hardened/Stabilized Austenite Surfaces". *Steel Research International*, Vol. 2000189, p. 1-4.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

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

Hybrid Hardening and Carburizing Plasma Assisted Treatment in the Metastable Austenite Field for High Hardenability Steel: Influence of the Gas Mixture Flow on the Formation of Carbon-Stabilized Austenite Surfaces

Felipe Gonçalves Jedyn

Rodrigo Perito Cardoso*

Silvio Francisco Brunatto

Federal University of Paraná, Graduate Program of Mechanical Engineering, Plasma Assisted Manufacturing Technology & Powder Metallurgy Group, 81531-990, Curitiba, PR, Brazil

*Currently at Federal University of Santa Catarina

felipejedyn@ufpr.br, rodrigo.perito@labmat.ufsc.br, brunatto@ufpr.br

Abstract. The present work discusses the results obtained for the use of different gas flow rates in a new hybrid treatment, which consists in hardening followed by low-temperature plasma assisted carburizing of the high hardenability martensitic stainless steel ASTM CA6NM. Since the carburizing step is carried out entirely in the metastable austenite field, which is only possible due to the chosen alloy high hardenability, this treatment allows the formation of an expanded carbon-stabilized austenite surface layer, at room temperature, over a martensitic substrate bulk. The gas mixture flow was varied for three different volumetric rates, in this case 100, 200 and 300 sccm, using a constant base gas mixture of 80% H₂ + 20% Ar containing 0.1% CH₄. The samples were characterized by laser confocal microscopy and XRD. Expanded carbon-stabilized austenite layers were formed for all cases, regardless of the gas flow rates tested. In addition, it was observed that thicker layers were obtained for the use of lower gas flow rates, which also resulted in a greater presence of soot.

Keywords: hybrid treatment of hardening and plasma carburizing, high-hardenability martensitic stainless steel ASTM CA6NM, metastable austenite, carbon-stabilized austenite

RESPONSIBILITY NOTICE

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