

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

**Felipe Gonçalves Jedyn**  
**Rodrigo Perito Cardoso<sup>+</sup>**  
**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

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

**Resumo.** Este estudo apresenta os resultados obtidos de um novo tratamento híbrido envolvendo têmpera e cementação assistida por plasma à baixa temperatura, em um aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM de alta temperabilidade, variando-se a composição química da mistura gasosa da cementação. Tal tratamento possibilita a obtenção de uma camada superficial de austenita expandida/estabilizada por carbono, sobre um substrato martensítico, uma vez que é realizado no campo da austenita metaestável do referido aço. Neste novo processo, a etapa de cementação é realizada na sequência da têmpera do aço estudado, que é interrompida precisamente na temperatura especificada de cementação, logo acima de sua  $M_s$ . A composição da mistura de cementação foi variada para três diferentes teores de metano ( $CH_4$ ), no caso 0,1%, 0,25% e 0,5%, em volume, os quais foram adicionados numa mistura base de 80% de  $H_2$  + 20% de Ar. A caracterização das amostras foi realizada usando-se microscopia confocal laser, DRX, MEV e análise por EDS. Os resultados obtidos são promissores visto que camadas de austenita expandida/estabilizadas por carbono foram obtidas para todas as condições testadas. Apesar da variação da mistura gasosa não ter apresentado influência significativa na espessura da camada de austenita expandida/estabilizada por carbono, as amostras processadas com maior teor de  $CH_4$  tendem a mostrar uma formação de fuligem mais intensa, a qual resulta na necessidade de maiores tempos de pulso ligados da fonte de energia de corrente contínua, para manter a temperatura de cementação constante em 400°C.

**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

A obtenção de camadas de austenita expandida em aços inoxidáveis austeníticos através de tratamentos termoquímicos assistidos por plasma à baixa temperatura pode resultar em uma desejável combinação de propriedades superficiais, tornando estes materiais mais resistentes do ponto de vista tribológico sem que isto implique na perda de sua resistência à corrosão (Bell e Sun, 2002; Cheng et al., 2005; Sun e Haruman, 2006; Casteletti et al., 2014; Barcelos et al. 2017). Os materiais submetidos a estes tratamentos são mais resistentes ao desgaste, em consequência do aumento na dureza, e à fadiga, em função das tensões residuais compressivas introduzidas na camada tratada (Michal et al., 2006; Dong, 2010). Além disso, a camada gerada em condições de paraequilíbrio pode ser mais resistente à corrosão em relação àquela do aço não tratado (Bell e Sun, 2002; Cheng et al., 2005; Casteletti et al., 2014; Cisquini et al., 2019). Recentemente, Toscano et al. (2020) apresentaram resultados de um novo tratamento térmico-termoquímico híbrido, aplicável em aços de alta temperabilidade, no caso o aço ASTM CA6NM, que tornou possível a obtenção de uma camada de austenita expandida, no caso, por nitrogênio, sobre um substrato martensítico.

Nos tratamentos termoquímicos assistidos por plasma à baixa temperatura realizados de forma convencional, os aços inoxidáveis martensíticos são, em geral, tratados no estado temperado e revenido, como nos estudos de Allenstein et al. (2012) e Allenstein et al. (2014). Uma outra maneira é para o aço simplesmente temperado, com a amostra inicialmente apresentando estrutura martensítica, sendo então revenida durante o tratamento (Scheuer et al., 2012a; Scheuer et al., 2012b; Scheuer et al., 2013). Nesta nova metodologia, porém, o tratamento termoquímico ocorre com o aço estando no campo da austenita metaestável.

No presente estudo, a influência da mistura gasosa na obtenção de austenita estabilizada pelo carbono a partir de um novo tratamento híbrido de têmpera e cementação assistida por plasma no campo da austenita metaestável é discutida. Da mesma forma que no estudo realizado por Toscano et al. (2020), o substrato tratado neste trabalho é do aço inoxidável martensítico ASTM CA6NM, que possui altíssima temperabilidade (Crawford, 1974), o que é de fundamental importância para o desenvolvimento destes novos tratamentos.

## 2. METODOLOGIA

### 2.1. Preparação das amostras

Amostras do aço ASTM CA6NM, apresentando composição química, em peso, de 0,025% C, 0,910% Mn, 0,508% Si, 0,024% P, 12,51% Cr, 3,89% Ni, 0,459% Mo, S não detectado e Fe em balanço, foram cortadas nas dimensões aproximadas de 30 x 25 x 10 mm<sup>3</sup>. As amostras foram então temperadas ao ar, após austenitização a 1000°C por 30 minutos, e revenidas por 4 horas a 620°C. Estes tratamentos térmicos foram realizados de forma a assegurar que todas as amostras tivessem a mesma condição inicial. Previamente à realização dos tratamentos assistidos por plasma, as amostras foram ainda lixadas e polidas e tiveram as fases presentes caracterizadas para o estado inicial (temperado e revenido) pela técnica de difração de raios X. As varreduras foram realizadas na configuração  $\theta$ -2 $\theta$  (Bragg-Brentano), com velocidade de varredura de 1°/ minuto no intervalo de 30° a 120°. Para esta técnica de caracterização, foi utilizado o equipamento XRD-7000 (Shimadzu), com radiação CuK $\alpha$  ( $\lambda$  = 1,54 Å), corrente de 20 mA e tensão de 40 kV.

### 2.2. Aparato utilizado no tratamento

Os tratamentos termoquímicos foram realizados em um reator de plasma, o qual pode ser compreendido como uma câmara de vácuo de formato cilíndrico com 380 mm de altura por 350 mm de diâmetro. A evacuação da câmara se dá por uma bomba mecânica de duplo estágio, sendo a pressão interna medida através de um manômetro capacitivo e regulada automaticamente por meio de uma válvula do tipo borboleta, ligada à saída dos gases, e atrelada a um controlador PID. Além disso, fluxímetros mássicos, também atrelados a um controlador, regulam o fluxo dos gases de tratamento (Ar, H<sub>2</sub> e CH<sub>4</sub>), os quais são transportados para dentro do sistema através de tubos de cobre. Uma fonte de corrente contínua e tensão pulsada de onda retangular foi utilizada para gerar a descarga. Cada amostra foi posicionada no cátodo, o qual foi polarizado negativamente a uma tensão de 700 V, mantida inalterada em todos os tratamentos. A potência entregue ao plasma e, consequentemente, o controle da temperatura da amostra, se deu por meio da variação do tempo de pulso ligado da fonte ( $t_{on}$ ). Por fim, a aferição da temperatura foi feita por meio de um termopar do tipo K, posicionado no centro da amostra.

### 2.3. Tratamento híbrido de têmpera e cementação

O tratamento híbrido, realizado aqui neste trabalho, consiste basicamente em aquecer e austenitizar completamente a amostra e depois resfriá-la, num processo de têmpera interrompida, até a temperatura na qual a etapa de cementação é realizada. A interrupção do referido tratamento térmico, a uma temperatura superior à de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) para o aço ASTM CA6NM, coincide com o início do tratamento termoquímico de cementação, o qual é realizado isotermicamente nesta temperatura. A cementação ocorre então no campo da austenita metaestável, o que só possível graças a altíssima temperabilidade da liga. Todas essas etapas ocorrem sob plasma, o qual só é desligado após o término do tratamento termoquímico, quando, por fim, a amostra é resfriada até a temperatura ambiente. Consequentemente, enquanto que a superfície do material mantém a estrutura austenítica, fato este que se deve à estabilização dessa pelo carbono, o núcleo sofre transformação de fase, passando a apresentar estrutura martensítica.

O diagrama da Figura 1 apresenta, de forma esquemática, as etapas deste tratamento, as quais consistem em: (1) aquecer a amostra, sob um fluxo H<sub>2</sub>, a 350°C e pressão de 3 Torr ( $\approx$  400 Pa) para a sua limpeza por *sputtering*; (2) *sputtering* da amostra pelo período de 10 minutos; (3) aquecer a amostra, mediante aumento progressivo do  $t_{on}$  e da pressão (até 9 Torr  $\approx$  1,2 kPa), a 1050°C para a austenitização da amostra. O aquecimento foi realizado mediante bombardeamento iônico sob uma atmosfera de 80% de H<sub>2</sub> + 20% de Ar; (4) manter a amostra pelo período de 45 minutos sob os mesmos parâmetros de atmosfera gasosa, pressão e temperatura da etapa anterior para esta seja completamente austenitizada; (5) resfriar, através da redução gradual do  $t_{on}$  e da pressão (até 3 Torr), a amostra até a temperatura na qual é realizado o processo de cementação; (6) efetuar a cementação por plasma no campo da austenita metaestável do aço e; (7) interromper a descarga elétrica após o término da cementação, resfriando, consequentemente, a amostra até a temperatura ambiente. Esta etapa se deu sob uma atmosfera gasosa contendo H<sub>2</sub> e Ar.

Três diferentes tratamentos foram realizados neste estudo, variando-se, na etapa (6), a mistura gasosa. Foram utilizados três diferentes teores de metano, no caso 0,1%, 0,25% e 0,5% de CH<sub>4</sub>, em volume, os quais foram adicionados em uma mistura de base fixada em 80% de H<sub>2</sub> + 20% de Ar. A mistura fixa de 80% de H<sub>2</sub> + 20% de Ar contendo baixos teores de CH<sub>4</sub> foi escolhida levando em conta resultados obtidos em estudos envolvendo a cementação assistida por plasma à baixa temperatura (Scheuer et al., 2012a; Scheuer et al., 2012b). Todos os tratamentos foram realizados sob o mesmo fluxo de mistura gasosa de 300 sccm ( $\approx$  5,00  $\times$  10<sup>-6</sup> Nm<sup>3</sup>s<sup>-1</sup>). Os demais parâmetros, sendo eles a temperatura, o tempo de cementação e a pressão foram mantidos constantes em 400°C, 4 horas e 3 Torr, respectivamente.

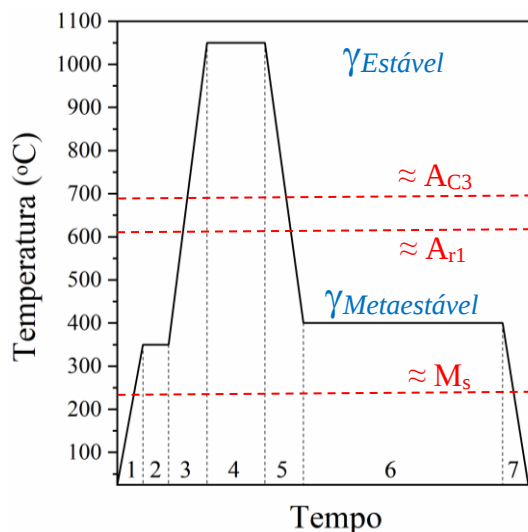


Figura 1. Etapas do tratamento híbrido, sendo também indicados os campos da austenita estável ( $\gamma_{Estável}$ ), acima da temperatura  $A_{C3}$ , da austenita metaestável ( $\gamma_{Metaestável}$ ), entre temperaturas  $M_s$  e  $A_{r1}$ . As linhas tracejadas em vermelho indicam as temperaturas  $M_s$ ,  $A_{r1}$  e  $A_{C3}$

## 2.4. Caracterização das amostras tratadas

As fases presentes na região superficial das amostras cementadas foram determinadas com auxílio da técnica de difratometria de raios X (DRX). Os parâmetros utilizados foram os mesmos já descritos na seção 2.1. A microestrutura tanto na superfície quanto na seção transversal, previamente preparada (após o adequado seccionamento da amostra e a deposição de uma camada de níquel sobre a camada tratada) por lixamento, polimento e ataque químico por Vilella, foi observada utilizando-se de um microscópio confocal laser da marca Olympus e modelo OLS4000. A espessura média das camadas (bem como o desvio padrão) foi obtida através de doze medidas, sendo quatro medidas de espessura realizadas em três regiões distintas da seção transversal de cada amostra. A formação de carbonetos decorrentes do tratamento de cementação foi verificada com auxílio de espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Esta análise foi realizada com auxílio do microscópio eletrônico TESCAN, modelo VEGA3, com sonda Oxford (Xmax-80) acoplada.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

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

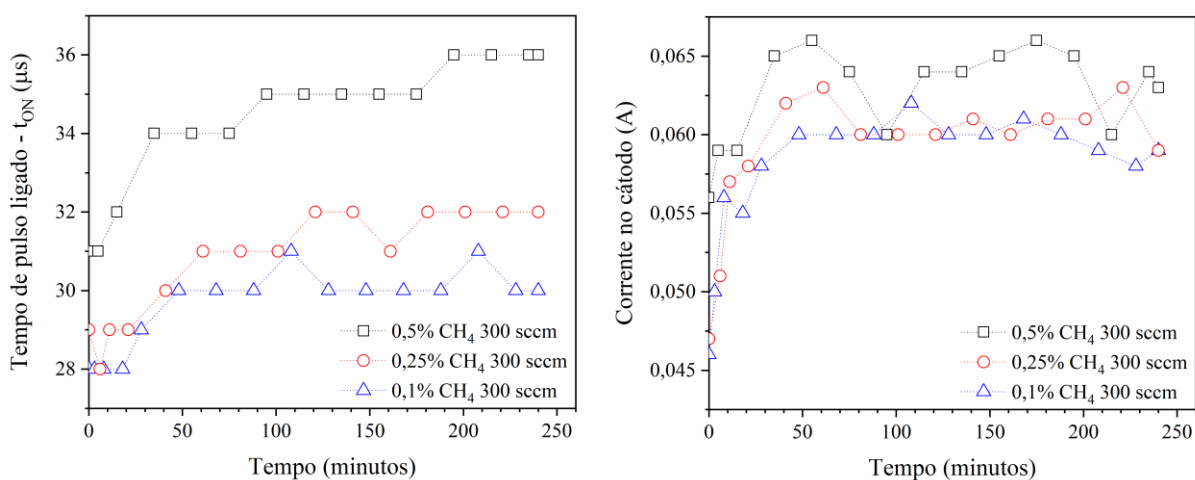


Figura 2. Variação do  $t_{on}$  e da corrente no cátodo ( $I$ ) ao longo de toda a etapa de cementação

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

| Condição do tratamento           | $t_{on}$ ( $\mu s$ ) | $I$ (mA)   |
|----------------------------------|----------------------|------------|
| 0,10% CH <sub>4</sub> / 300 sccm | 30,2 / 0,4           | 59,6 / 1,0 |
| 0,25% CH <sub>4</sub> / 300 sccm | 31,9 / 0,4           | 60,7 / 1,3 |
| 0,50% CH <sub>4</sub> / 300 sccm | 35,5 / 0,5           | 63,9 / 2,0 |

Na Figura 2 e na Tabela 1 são apresentados de forma resumida como variaram os principais parâmetros da descarga elétrica durante o tratamento de cementação. Os resultados claramente indicam a necessidade do uso de um  $t_{on}$  maior, para manter a temperatura de tratamento em 400°C, quando o teor de metano adicionado à mistura gasosa é aumentado. Similarmente, verificou-se também níveis de correntes elétricas ( $I$ ) medidas no cátodo maiores quando do uso de misturas mais ricas em metano. Este resultado é importante, pois conforme será apresentado à frente (Fig. 3), evidências de formação de fuligem foram observadas nas amostras tratadas, sendo este efeito tanto mais intenso quanto maior o teor de metano na mistura utilizada. Como a fuligem tende a atuar como isolante elétrico, no processo de corrente contínua, tal efeito tem que ser compensado, daí a necessidade de se aumentar o  $t_{on}$  para manter a temperatura de tratamento.

### 3.2. Formação de fuligem

Em todos os tratamentos, aqui estudados, a formação de fuligem foi observada, o que foi feito de maneira qualitativa, através da observação da superfície das amostras tratadas (Fig. 3). Neste caso, um maior teor de metano na mistura gasosa de tratamento implica diretamente numa maior oferta de carbono atômico no plasma, o que já foi discutido por Scheuer et al. (2012b), sendo esta oferta decorrente de processos de colisões entre as espécies do plasma, que levam à dissociação das moléculas de metano. Pode-se supor, assim, que a taxa de átomos de carbono que chegam na superfície, quando do uso de maiores teores de metano, passa a ser maior do que a taxa destes átomos que se difundem para dentro da superfície exposta ao plasma, claramente indicando que o seu enriquecimento por carbono é limitado pela difusão atômica.

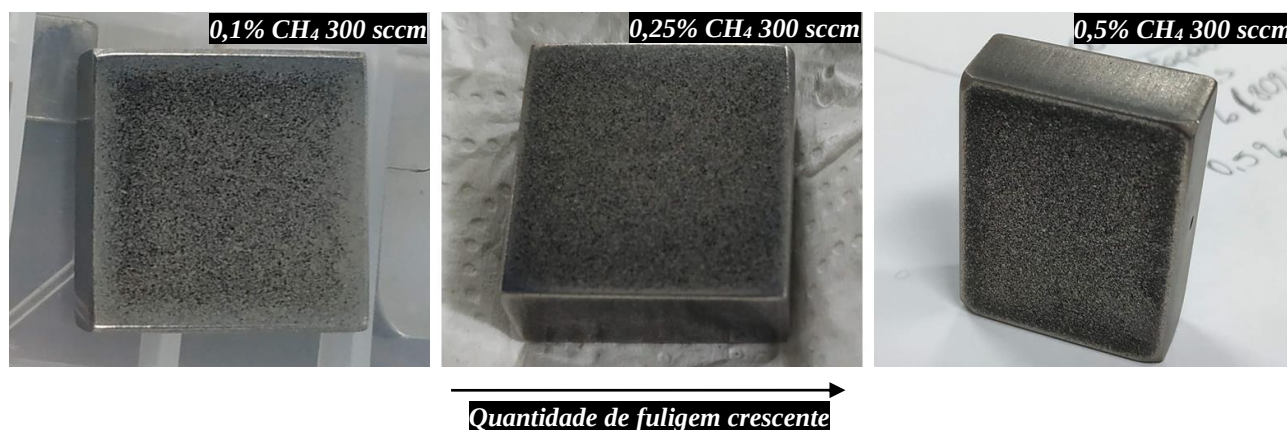


Figura 3. Presença de fuligem na superfície das amostras tratadas

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

Os padrões de DRX obtidos para as superfícies cementadas e não-cementadas (amostras em sua condição inicial apenas temperada-revenida) são apresentadas na Fig. 4. Estes resultados indicam a formação de uma camada de austenita expandida/estabilizada por carbono ( $\gamma_c$ ) na superfície de todas as amostras cementadas, o que se justifica, primeiramente, pela mudança na intensidade dos picos das fases presentes após os tratamentos. Enquanto que, nas amostras tratadas, a intensidade dos picos referentes à austenita ( $\gamma$ ) aumenta, o oposto ocorre para os picos referentes a fase martensita ( $\alpha'$ ), cuja intensidade é reduzida significativamente. Além disso, a expansão da rede pelo carbono se torna visível pelo deslocamento dos picos da austenita para menores valores de  $2\theta$  (deslocamento dos picos para a esquerda), o que está de acordo com o que foi discutido por Sun et al. (1999b) e Christiansen e Somers (2005). Tais modificações dos picos, tanto em intensidade quanto em posição, podem ser melhor visualizados no detalhe da Fig. 4.

A formação de camadas de austenita em todos os tratamentos, independentemente dos parâmetros de processo aplicados, é confirmada pela observação da microestrutura da superfície das amostras cementadas, apresentada na Fig. 5. Em todas as imagens, pode ser notada a presença de contornos de macla, característicos da microestrutura austenítica (Sun et al., 1999a; Sun et al., 1999b; Toscano et al., 2020). Esta morfologia difere daquela obtida no núcleo das mesmas amostras, caracterizada por uma microestrutura tipicamente martensítica na forma de ripas (Fig. 7).

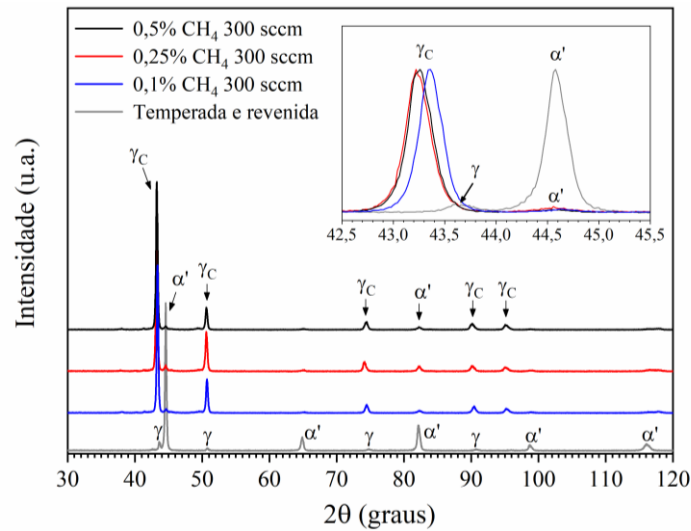


Figura 4. Difratogramas obtidos para as amostras tratadas

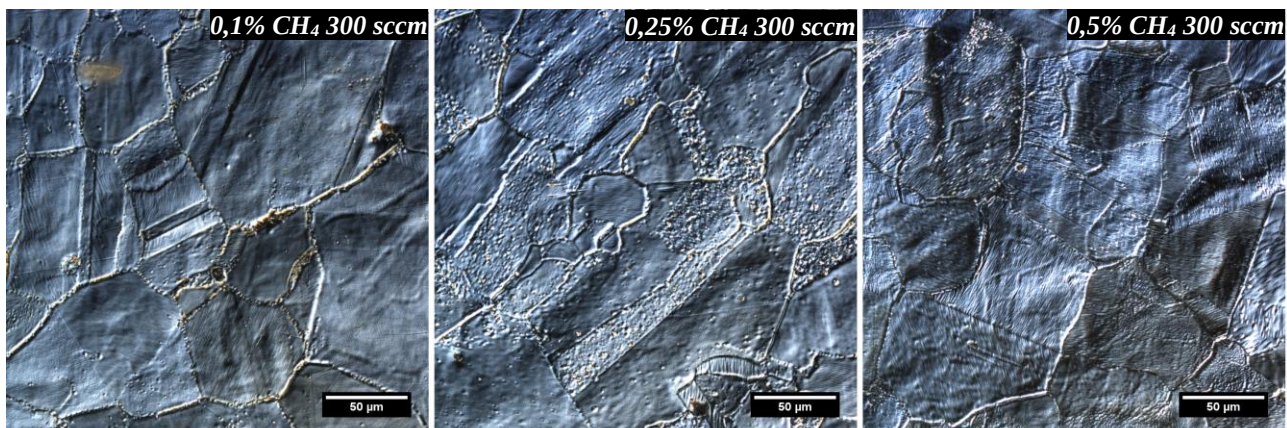


Figura 5. Micrografias obtidas por microscopia confocal das superfícies das amostras tratadas

A possível precipitação de carbonetos durante os tratamentos de cementação realizados não pode ser descartada. Na imagem referente à microestrutura da superfície da amostra tratada na condição de 0,25% de  $\text{CH}_4$  e 300 sccm (Fig. 5), é possível observar a presença de marcas superficiais, as quais aparentam se formar preferencialmente em certas orientações cristalográficas. A Figura 6 apresenta as análises de EDS em linha feitas sobre algumas dessas marcas, podendo ser observado (para a posição das marcas) um aumento no teor de carbono (linha vermelha) e uma redução no teor de ferro (linha azul), não tendo ocorrido variação dos elementos cromo e níquel presentes na liga. Mesmo sabendo que tais análises não produzem valores confiáveis para os teores do elemento carbono, a variação dos elementos citados indica que algumas dessas marcas consistem, na verdade, de precipitados do tipo carboneto de ferro (cementita).

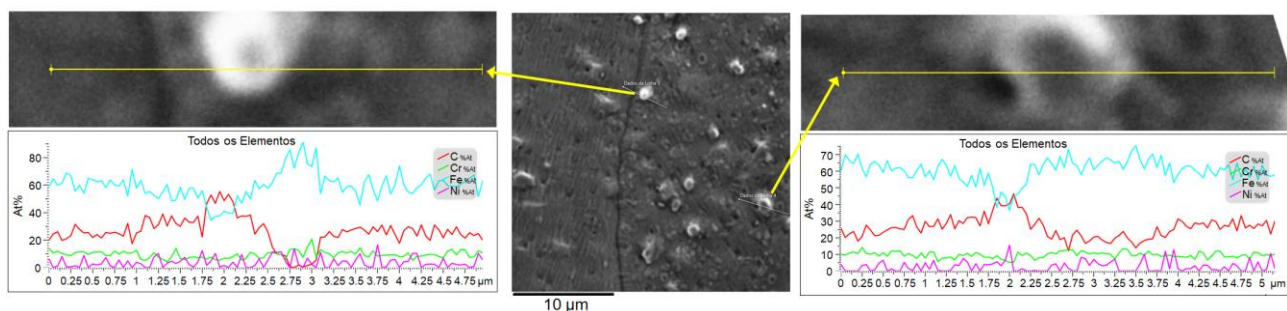


Figura 6. Análise de EDS para a amostra tratada nas condições de 0,25% de  $\text{CH}_4$  e 300 sccm

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

A microestrutura da seção transversal das amostras cementadas é apresentada na Fig. 7, de tal forma que cada imagem está dividida em três partes. No lado esquerdo, com ampliação de 1000x, é possível observar a camada de austenita expandida/estabilizada por carbono ( $\gamma_C$ ), imediatamente abaixo da camada protetiva de níquel e acima do substrato martensítico. No centro de cada imagem, a região da camada é novamente mostrada, entretanto com ampliação de 200x. Por fim, o lado direito corresponde ao núcleo da amostra tratada, também ampliado 200x. A comparação, em todos os casos, entre as morfologias da microestrutura martensítica presente no substrato, abaixo da camada (imagens do centro) e da microestrutura, também martensítica, do núcleo de cada amostra (imagens à direita), parece indicar a presença de uma região de transição entre a superfície tratada e o núcleo da amostra. Esta região de transição, que parece ter uma menor densidade de ripas de martensita, as quais também apresentam uma morfologia diferente daquela obtida no núcleo, poderia representar uma extensa zona de difusão do carbono, da ordem de 400  $\mu\text{m}$ . No entanto, mais estudos são necessários para que esta hipótese seja averiguada.

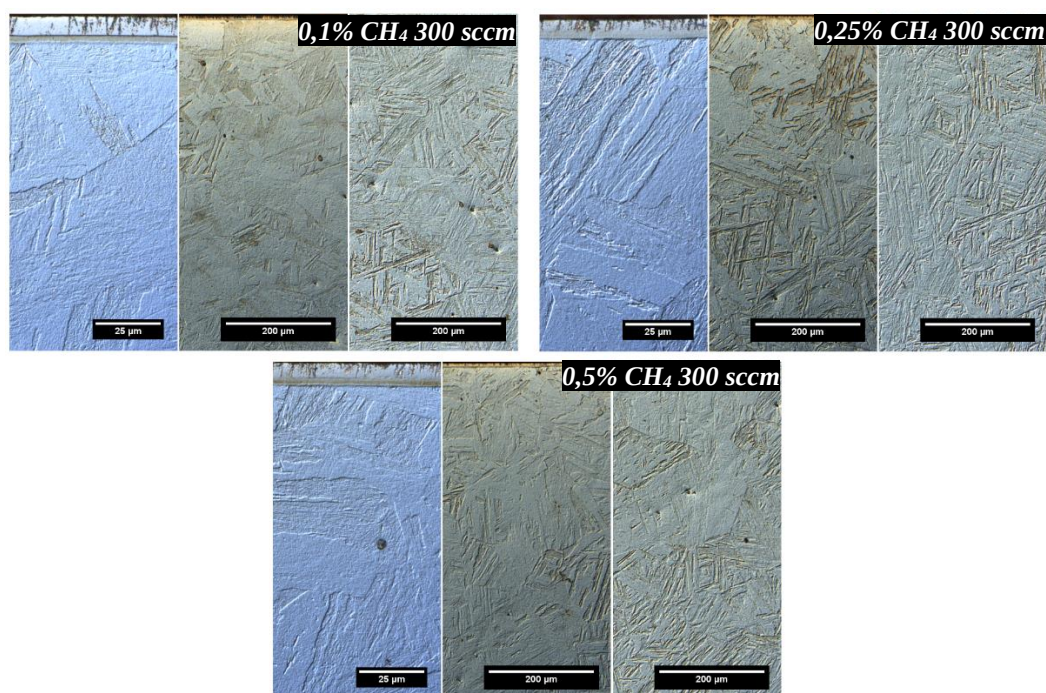


Figura 7. Microestrutura da seção transversal das amostras tratadas (microscopia confocal)

Os resultados referentes à espessura das camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono ( $\gamma_C$ ), obtidas para todos os tratamentos realizados, está apresentada na Tabela 2. É possível observar que o uso de diferentes misturas gasosas apresentando diferentes ofertas de carbono não alterou de modo significativo a espessura das camadas obtidas. A mesma hipótese levantada para justificar a maior presença de fuligem para maiores volumes de metano, na mistura gasosa, é agora aplicada a este resultado, ou seja, acredita-se que a saturação da superfície por carbono, limitada pela difusão, é independente da quantidade de metano nela usada.

Tabela 2. Média e desvio padrão da espessura das camadas de  $\gamma_C$

| Condição do tratamento         | Espessura da camada de $\gamma_C$ ( $\mu\text{m}$ ) |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------|
| 0,10% $\text{CH}_4$ / 300 sccm | 3,03 / 0,14                                         |
| 0,25% $\text{CH}_4$ / 300 sccm | 2,95 / 0,17                                         |
| 0,50% $\text{CH}_4$ / 300 sccm | 3,01 / 0,13                                         |

## 4. CONCLUSÕES

Foi verificado neste estudo que, independentemente da composição química da mistura gasosa utilizada nos tratamentos, camadas de austenita expandida/estabilizada por carbono ( $\gamma_C$ ) foram obtidas com sucesso através deste novo tratamento híbrido. Como esperado, misturas gasosas mais ricas em metano foram responsáveis pela maior formação de fuligem, entretanto, esta variável de processo não teve influência sobre a espessura das camadas, indicando que a

saturação da superfície pelo carbono, neste novo tipo de tratamento, é um processo fortemente limitado e controlado pela difusão atômica.

## 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, n. 3, 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.
- Casteletti, L.C.; Lombardi Neto, A.; Totten, G.E., 2014. "Nitriding of Stainless Steels". *Metallography, Microstructure, and Analysis*, Vol. 3, p. 477-508.
- 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 Gas Mixture on the Formation of Carbon-Stabilized Austenite Surfaces

Felipe Gonçalves Jedyn

Rodrigo Perito Cardoso<sup>+</sup>

Silvio Francisco Brunatto

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

<sup>+</sup>Currently at Federal University of Santa Catarina

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

**Abstract.** *This study presents results obtained from a new hybrid treatment involving hardening and low-temperature plasma assisted carburizing on the high hardenability martensitic stainless steel ASTM CA6NM, varying the chemical composition of the carburizing gas mixture. This treatment allows obtaining an expanded carbon-stabilized austenite layer, over a martensitic substrate bulk since it is carried out in the metastable austenite field of the steel. In this new process, the carburizing step is carried out immediately after the interrupted quenching of the studied steel, precisely at the specified carburizing temperature, just above the  $M_s$  temperature. The composition of the carburizing mixture was varied for three different levels of methane ( $CH_4$ ), in this case 0.1%, 0.25% and 0.5%, in volume, which were added in a base mixture of 80%  $H_2$  + 20% Ar. The samples were characterized by confocal laser scanning microscopy, XRD, SEM and EDS analysis. The results obtained are promising since layers of expanded carbon-stabilized austenite were obtained for all the tested parameters. Although the use of the gas mixture did not have any significant influence on the thickness of the expanded carbon-stabilized austenite layer, processed samples with higher  $CH_4$  content tended to show a more intense soot formation, which resulted in the need for using longer pulse switched-on times of the DC power supply, to keep the carburizing temperature of 400°C constant.*

**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.