

ESTUDO DA POROSIDADE SUPERFICIAL E DO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE AMOSTRAS DE FERRO PURO SINTERIZADAS POR PLASMA

D.R. Consoni^{1*}; C. Binder¹; H.C. Pavanati¹; J.D.B. de Mello²; A.N. Klein¹

¹UFSC, LabMat, Caixa Postal 476, 88040-900, Florianópolis, SC

²UFU, LTM, Bloco 1R, Campus Santa Mônica, 38400-902, Uberlândia, MG

Recebido: 30 de agosto, 2007; Revisado: 17 de setembro, 2007

Palavras-chave: Sinterização por plasma; Metalurgia do pó; Tribologia

RESUMO

A fim de se obter componentes com melhores propriedades superficiais, diversas técnicas alternativas, baseadas na tecnologia de plasma estão, sendo estudadas, dentre as quais pode-se citar a sinterização em cátodo para modificação da porosidade superficial. Neste trabalho, os componentes produzidos por Metalurgia do Pó (MP) foram sinterizados em um reator a plasma em regime de descarga luminiscente anormal. Utilizaram-se amostras compactadas com partículas de diâmetro na faixa de 20 a 200 μm (tamanho médio de 100 μm) e partículas fracionadas com diâmetro médio menor 45 μm . Os estudos foram realizados a fim de avaliar a influência do bombardeamento iônico e do tamanho de partícula na porosidade superficial e no comportamento tribológico das amostras de ferro sinterizadas por plasma.

ABSTRACT

In order to obtain components with improved properties, several alternative techniques, based on plasma technology, have been studied. Surface porosity of plain iron could be modified by using plasma sintering. In this work, components produced by PM were sintered on a plasma reactor in the presence of an abnormal glow discharge. Two samples were produced using particles with different range size. One set of samples were produced with the full range of size of the powder (20-200 μm) with mean diameter of 100 μm . Another set of samples were produced using fractioned powder, with particle size fewer than 45 μm . Studies were carried out in order to evaluate the influence of ion energy bombardment and the particle sizes, on the surface porosity and tribological behaviour.

1. INTRODUÇÃO

A fabricação de componentes pela metalurgia do pó é um processo conhecido a centenas de anos. O estudo desta tecnologia vem apresentando um acentuado aumento nas últimas décadas devido ao seu elevado potencial estratégico de fabricação de peças de pequeno porte. Este crescente interesse pela metalurgia do pó é função de sua produção econômica em série, e a vantagem de obter peças acabadas mui-

tas vezes sem a necessidade de operações posteriores. Neste sentido, novas tecnologias estão sendo desenvolvidas e empregadas com objetivo de melhorar a produtividade e/ou a qualidade dos componentes produzidos por esta técnica [1]. A quantidade de poros presente no material sinterizado e o tamanho dos mesmos possui uma grande influência sobre suas propriedades. Componentes sinterizados são normalmente mais susceptíveis ao desgaste, corrosão e fadiga do que os materiais fabricados por fundição, conformação ou usinagem [1-3]. Geralmente estes componentes são usados em situação de deslizamento relativo onde a presença de porosidade provoca a redução intrínseca da resistência, em consequência, da capacidade de carga. Além disso, essa porosidade pode ainda afetar os mecanismos de desgaste atuantes na superfície das peças sinterizadas. Somente em alguns casos certa quantidade de poros pode ser benéfica ou ainda requerida, dependendo do tipo de aplicação do componente [1].

Técnicas alternativas para sinterização vêm sendo estudadas atualmente para melhorar a propriedades dos materiais sinterizados [4-7]. Dentre as várias técnicas utilizadas pode-se destacar o processo de sinterização por plasma, desenvolvido no LabMat-UFSC [8]. O presente trabalho utiliza tal técnica para, além de sinterizar, produzir modificação superficial causada pelo bombardeamento iônico, átomos/moléculas e neutros rápidos.

1.1 Objetivo Geral do Estudo

Avaliar a porosidade superficial e caracterizar tribologicamente ferro puro sinterizado via plasma comparando com amostras sinterizadas em forno resistivo.

1.2 Objetivos Específicos do Estudo

Variar a energia de plasma, a fim de estudar a influência do bombardeamento iônico na porosidade superficial de amostras de ferro puro compactadas;

Analisar o efeito do tamanho de partícula na porosidade superficial;

Estudar o efeito da densificação superficial na topografia de superfície e no desgaste abrasivo das amostras sinterizadas por plasma.

* deise@emc.ufsc.br

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste estudo foram utilizadas amostras compactadas com partículas de diâmetro na faixa de 20 a 200 μm (tamanho médio de 100 μm) chamadas de “pó grosso” e partículas fracionadas de diâmetro médio menor que 45 μm chamadas de “pó fino”. O processo de compactação das amostras foi realizado em matriz uniaxial de duplo efeito com 12 x 32 x 8 mm³, com pressão de compactação de 600 MPa, de tal forma que se alcançou aproximadamente uma densidade a verde (ρ_v) 7,0 g/cm³.

Os componentes produzidos por MP, foram sinterizados em um reator a plasma (figura 1), em regime de descarga luminiscente anormal, posicionadas no cátodo. As amostras de ferro foram sinterizadas na temperatura de 1150 °C por 60 em atmosfera de 20% H₂ e 80% Ar. Utilizaram-se quatro diferentes tensões 400 V, 500 V, 600 V e 700 V.

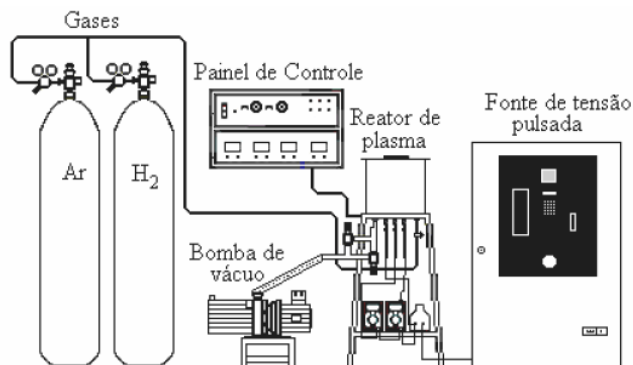


Figura 1 - Aparato experimental utilizado no processamento de sinterização por plasma [9].

A pressão de sinterização variou de acordo com a tensão usada, variando desta forma a energia do plasma, como pode ser observado na Tabela 1. A variação da energia de bombardeamento dos íons foi estimada seguindo procedimento apresentado por Maliska, et al. [10] e Pavanati [11]. A título de comparação, o mesmo ciclo de sinterização foi realizado no método convencional em forno resistivo.

Tabela 1 - Condições de sinterização por plasma na configuração cátodo a 1150 °C por 30 minutos.

Ton (μs)	Voltagem (V)	Energia de Plasma (V/Pa.mm)	Pressão (Pa)
160	400	1.5	2533
	500	2.4	1333
	600	3.4	666
	700	4.7	533

As micrografias da superfície das amostras sinterizadas foram obtidas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com detector de elétrons retro-espalhados (BSE). A quantificação da porosidade foi realizada usando imagens binarizadas, através do programa computacional de análise de imagens Imago 2.2.4 (ESSS). Os ensaios de desgaste abrasivo foram realizados em um equipamento de microabrasão do tipo esfera livre mantendo-se a carga nominal entre 0,44 e 0,47N.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para determinar a influência dos íons, espécies neutras rápidas e elétrons na sinterização da camada superficial, foi feita a quantificação da porosidade superficial através de análise de imagem. Na Figura 2 observa-se a diferença na topografia entre as amostras.

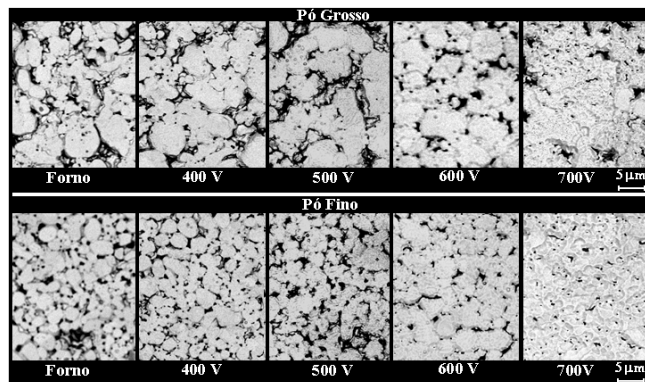


Figura 2 – Topografia das amostras sinterizadas em diferentes configurações e tamanho de partícula.

Para a amostra sinterizada por plasma em 700 V, verificou-se um significativo selamento da porosidade na superfície. A 700 V a energia dos íons bombardeando a superfície é bem maior, quando comparada com as demais tensões utilizadas, como pode ser observado na tabela 1. O selamento da porosidade associado com o aumento da condensação de átomos de ferro resultante da pulverização catódica (*sputtering*), e também com uma maior difusão dos átomos, ocasionada pela mais alta energia de bombardeamento dos íons na superfície da amostra. Constata-se também uma melhor sinterização nos contatos entre as partículas na amostra sinterizada por plasma em 600 V, quando comparada com as amostras sinterizadas no forno e por plasma a 400 e 500 V. Utilizando a técnica de sinterização por plasma, com a amostra no cátodo, os íons que chegam à interface entre a região luminiscente e a bainha catódica são fortemente acelerados em direção ao cátodo. Para os níveis de pressão utilizados no processo de sinterização por plasma (entre 500 e 2000 Pa) tem-se um fluxo de íons com energia, tipicamente da ordem de 10 a 60 eV [12-14] – causando três principais efeitos: aquecimento, pulverização de átomos do cátodo e transferência de energia cinética para os átomos numa camada superficial. Quando se mantém a pressão em 533 Pa (700 V), o livre caminho médio dos íons e átomos do gás é mais alto se comparando com a pressão de 2533 Pa para a condição de sinterização 400 V. Logo, é esperado que a energia cinética dos íons bombardeando a superfície da amostra – que é diretamente proporcional ao campo elétrico aplicado ao cátodo e inversamente proporcional a pressão do gás – é significativamente maior na condição 700 V do que na condição 400 V. Como consequência do *sputtering*, ocorre uma alta concentração de átomos de ferro na fase gasosa seguida de uma elevada condensação. Portanto, a maior energia dos íons bombardeando a superfície da amostra resulta em uma maior retro deposição de átomos, bem como

uma difusão ativada, contribuindo para o selamento da porosidade na superfície. Esse efeito foi observado com menor intensidade principalmente nas amostras sinterizadas nas voltagens 400 e 500 V

Os valores obtidos com a quantificação da porosidade superficial são apresentados na Figura 3.

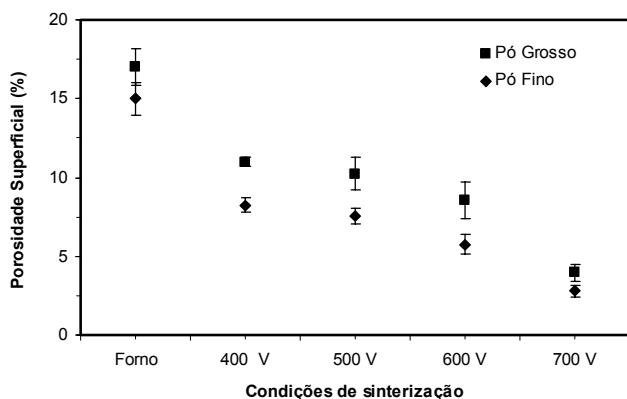


Figura 3 - Variação da porosidade superficial em função da condição de sinterização.

As amostras sinterizadas no forno apresentam uma porosidade superficial de 17,0 $\pm$ 1,0. Para sinterização por plasma nas condições de 400, 500 e 600 V, considerando-se a dispersão dos resultados, obteve-se a mesma porosidade, na faixa de aproximadamente 11% a 9% para o pó grosso e 8% a 6% para o pó fino. Por outro lado, para amostras sinterizadas por plasma a 700 V, a porosidade variou de 3,9% $\pm$ 0,3% para o pó grosso e para o pó fino a porosidade variou de 2,8% $\pm$ 0,5%. A partir destes resultados pode-se notar que para todas as condições de sinterização, a porosidade superficial mostrou-se de 2 a 3 pontos percentuais menor, para o pó fino, quando comparada com as amostras sinterizadas com o pó grosso. Tal efeito pode ser explicado pelo maior número de pontos de ativação para partículas menores. Segundo German [15] a difusão superficial e de contorno de grão são fortemente influenciadas pelo tamanho de partícula. Os processos de difusão interfacial são favorecidos por partículas pequenas devido a grande área por volume. Partículas pequenas e pequenos poros têm uma alta energia por unidade de volume, maior área de superfície e curvatura mais elevada. Cada um destes fatores contribui para uma sinterização mais rápida.

Na figura 4 observamos os valores do percentual de apoio Tp que fornece a informação da área de apoio efetivo (sustentação) da superfície.

Observando a figura 4 nota-se que as amostras sinterizadas com pó grosso possuem uma área de apoio menor, quando comparadas com as amostras de pó fino. Pós com partículas maiores geram poros maiores, logo a superfície de apoio efetivo é menor. As amostras sinterizadas por plasma a 700 V apesar de possuir uma porosidade superficial menor quando comparadas com as outras condições de sinterização possui um percentual de apoio menor. A energia cinética dos íons bombardeando a superfície da amostra é significativamente maior na condição 700 V resultando em uma maior retro

deposição de átomos gerando assim uma superfície ondulada, diminuindo desta forma a área efetiva de apoio. Tal ondulação gerada pela retro deposição pode ser observado na figura 5.

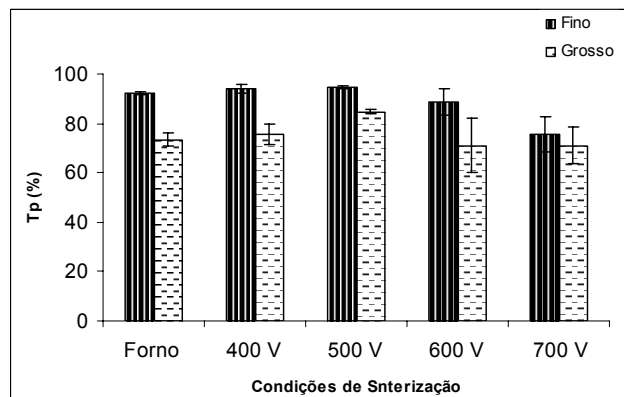


Figura 4 - Percentual de apoio das amostras sinterizadas (Tp).

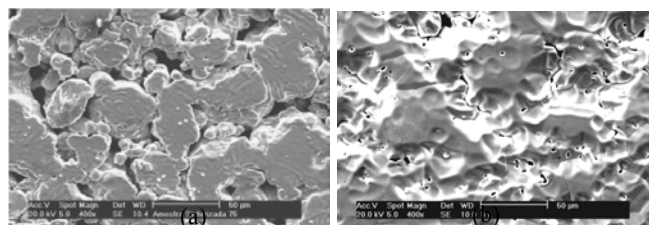


Figura 5 - Amostra sinterizada a 400 V (a) e amostra sinterizada a 700 V (b).

O coeficiente de desgaste abrasivo foi realizado com o intuito de caracterizar a influência da condição de sinterização e do tamanho do pó de ferro sobre a resistência ao desgaste abrasivo. A figura 6 apresenta o valor do coeficiente de desgaste abrasivo médio.

Os valores do coeficiente de desgaste se mantiveram muito próximos, variando de $29 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$ a $32 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$. O fato de não ter sido observado diferença significativa nas taxas de desgaste pode ser atribuído à reduzida espessura da região densificada.

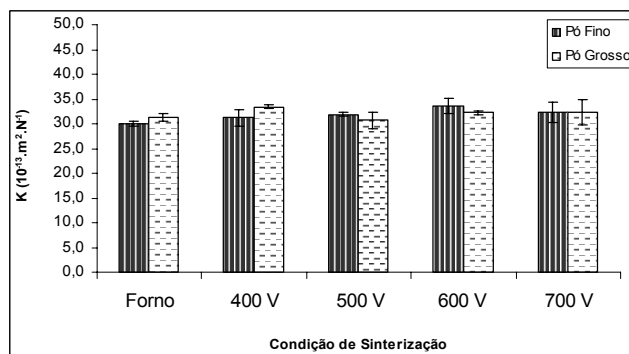


Figura 6 - Variação da porosidade superficial em função da condição de sinterização.

Estes resultados levam a crer que a carga utilizada no ensaio tenha sido muito maior que a necessária para que se fosse percebido alguma diferença.

4. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos no presente trabalho foi possível relacionar alguns pontos conclusivos sobre o processo de sinterização por plasma utilizando descarga DC. Um resumo das principais conclusões:

- A porosidade superficial das amostras sinterizadas por plasma na configuração cátodo é dependente da energia dos íons que bombardeiam as amostras. Esta energia, por sua vez, é dependente da voltagem aplicada ao cátodo e da pressão; quanto mais elevada a voltagem, menor a porosidade superficial
- O tamanho de partícula de pó também influencia na quantidade de porosidade superficial. Para tamanho de partícula menor que 45 μm houve uma redução de 2 a 3 pontos percentuais na quantidade de porosidade superficial, quando comparado com amostras com tamanho médio de partícula de 100 μm .
- O processo de sinterização por plasma altera a superfície real de contato. As amostras compactadas com pó grosso possuem uma área de apoio menor, quando comparadas com as amostras de pó fino. Pós com partículas maiores geram poros maiores, logo, a superfície de apoio efetivo é menor. As amostras sinterizadas por plasma a 700 V possuem uma superfície efetiva de contato menor devido às irregularidades (ondulações) geradas pelo bombardeamento iônico.
- Os valores do coeficiente de desgaste medido para as amostras sinterizadas se mostraram muito semelhantes, variando de $29 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$ a $32 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \cdot \text{N}^{-1}$. Este fato pode ser atribuído à elevada força normal aplicada na realização do ensaio de desgaste abrasivo, levando a um desgaste com valores muito próximos para todas as amostras.

REFERÊNCIAS

1. GERMAN, R.M., *Powder Metallurgy Science*, 2nd ed., Princeton, New Jersey, 1994.
2. TOSIC, M.M.; TERZIC, I.; GLIGORIJEVIC, R., *Vacuum* 40 (1990) 131.
3. REMBGES, W., *Metallurgical Powder Reports* 43 (1988) 765.
4. WANG, S.W.; CHEN, L.D.; KANG, Y.S.; MIINO, M.; HIRAI, T., *Materials Research Bulletin* 35 (2000) 619.
5. CLARK, D.E.; FOLZ, D.C.; WEST, J.K., *Materials Science and Engineering A* 287 (2000) 153.
6. KHAING, M.W.; FUH, J.Y.H.; LU, L., *Journal of Materials Processing Technology* 113 (2001) 269.
7. OMORI, M., *Materials Science and Engineering A* 287 (2000) 183.
8. BATISTA, V.J.; MUZART, J.L.R.; KLEIN, A.N.; SOUZA, A.R., *Desenvolvimento do Processo de Sinterização de Materiais Metálicos por Plasma*, INPI Privilégio de inovação nº. 9603488-2, 2004.
9. LORENÇO, J.M., *Evolução Microestrutural de Ferro Puro e Ligas Ferrosas Sinterizadas por Plasma*. Tese de Doutorado (2004). Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis (SC).
10. PAVANATI, H.C., *Sinterização de Ferro Puro com Enriquecimento Simultâneo de Cromo em Descarga Elétrica em Regime Anormal*. Tese de Doutorado (2005). Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis (SC).
11. MALISKA, A.M.; PAVANATI, H.C.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R., *Materials Science and Engineering A* 352 (2003) 273.
12. MASON, R.S.; PICHILINGI, M., *Journal of Physics D: Applied Physics* 27 (1994) 2363.
13. DAVIS, W.D.; VANDERSLICE, T.A., *Physical Review B* 131 (1963) 219.
14. BUDTZ-JORGENSEN, C.V.; BOTTIGER, J.; KRINGHOJ, P., *Vacuum* 56 (2000) 9.
15. GERMAN, R.M., *Sintering Theory and Practice*. Wiley Interscience, Toronto, 1996.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Embraco pelo apoio na pesquisa e a empresa ESSS, pelo software Imago.