

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**  
**ESCOLA POLITÉCNICA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS**  
**TRABALHO DE FORMATURA**

# **ESTUDO COMPARATIVO ENTRE OS PÓS DE FERRO DS 205 E F100.29**

**Autor: Marcos Camasmie Ferraretto**

**Orientador: Prof. Dr. Cyro Takano**

**Co-orientador: Eng. Raul Soares de Araújo Neto**

**Novembro de 2002**

## **RESUMO**

O presente estudo visa comparar as propriedades de dois diferentes tipos de pós de ferro: F100.29, da Höganäs e DS 205, da Domfer. Os resultados são de interesse para as empresas do ramo, pois esses pós são largamente utilizados para a produção de peças sinterizadas. Foram estudadas propriedades dos pós, como taxa de escoamento, densidade aparente e distribuição granulométrica, resistência à flexão em três pontos do compactado à verde e propriedades do sinterizado, como dureza e resistência à flexão em três pontos. Por microscopia óptica foram analisadas as porosidades do sinterizado e por microscopia eletrônica de varredura, o formato dos grãos de pó.

O pó F100.29 apresentou, em relação ao DS 205 maior velocidade de escoamento, maior densidade de sinterizado, maior dureza após sinterizado, menor resistência à verde e distribuição granulométrica semelhante. A adição de cobre na liga causou maior variação dimensional positiva para os dois tipos de pó, aumento da porosidade, aumento da resistência mecânica, aumento na dureza final e convergência das taxas de escoamento.

Os ensaios foram realizados na EPUSP e na Metalpó, empresa com significativa presença no mercado de sinterizados.

## **AGRADECIMENTOS**

À Metalpó Ind. e Com. Ltda e ao Engenheiro Raul Soares de Araújo Neto, pela oportunidade de estágio.

Ao orientador Professor Doutor Cyro Takano pelas valiosas discussões.

Aos pais Luciano e Claudia pelo apoio durante toda minha vida.

## SUMÁRIO

### ÍNDICE DE FIGURAS

### ÍNDICE DE TABELAS

<b>I) OBJETIVOS .....</b>	<b>6</b>
<b>II) INTRODUÇÃO.....</b>	<b>6</b>
<b>III) REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>6</b>
1. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS .....	6
1.1. Aspectos Gerais.....	6
1.2. Amostras de pó .....	7
1.3. Critérios para comparar pós .....	8
2. COMPACTAÇÃO .....	13
3. SINTERIZAÇÃO .....	14
3.1. Teoria da sinterização.....	14
3.2. Estrutura dos poros na sinterização .....	17
3.3. Efeitos da compactação na sinterização.....	18
3.5. Mistura entre pós .....	18
3.6. Melhorando a sinterização.....	19
4. ATMOSFERAS .....	20
<b>IV) METODOLOGIA.....</b>	<b>22</b>
<b>V) RESULTADOS .....</b>	<b>24</b>
<b>VI) CONCLUSÃO.....</b>	<b>35</b>
<b>VII) REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>36</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1: ESQUEMA DE ACOMODAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE TAMANHO HOMOGÊNEO QUANDO DEPOSITADAS SOMENTE PELA AÇÃO DA GRAVIDADE .....	7
FIGURA 2: ESQUEMA DE ACOMODAÇÃO DAS PARTÍCULAS DE DIFERENTES TAMANHOS, ONDE ESPAÇOS VAZIOS FORAM OCUPADOS POR PARTÍCULAS DE MENOR TAMANHO.....	7
FIGURA 3: MISTURADORES: (A) DUPLO-CONE E (B) V.....	8
FIGURA 4: DIFERENTES MORFOLOGIAS DE PÓS METÁLICOS.....	10
FIGURA 5: ESQUEMA DE ACOMODAÇÃO DAS PARTÍCULAS APÓS VIBRAÇÃO ATÉ A ESTABILIZAÇÃO DA DENSIDADE BATIDA. ....	12
FIGURA 6: FUNIL HALL.....	12
FIGURA 7: EMPESCOÇAMENTO OCORRIDO EM UM FILTRO DE COBRE.....	15
FIGURA 8: ESQUEMA DE CONTRAÇÃO DOS POROS E FORMAÇÃO DE CONTORNOS DE GRÃO .....	15
FIGURA 9: MECANISMO DE ISOLAMENTO DOS POROS .....	17
FIGURA 10: ESQUEMA DO ESPALHAMENTO E DIFUSÃO DO COBRE FUNDIDO ENTRE PARTÍCULAS DE FERRO .....	19
FIGURA 11: FOTO DO ESPALHAMENTO E DIFUSÃO DO COBRE FUNDIDO ENTRE PARTÍCULAS DE FERRO.....	19
FIGURA 12: DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA ACUMULATIVA .....	25
FIGURA 13: TEMPO DE ESCOAMENTO .....	26
FIGURA 14: DENSIDADE APARENTE.....	27
FIGURA 15: DENSIDADE À VERDE .....	28
FIGURA 16: DENSIDADE SINTERIZADO.....	28
FIGURA 17: VARIAÇÃO DIMENSIONAL DO COMPRIMENTO.....	29
FIGURA 18: VARIAÇÃO DIMENSIONAL DA ALTURA .....	29
FIGURA 19: VARIAÇÃO DIMENSIONAL DA LARGURA.....	30
FIGURA 20: POROSIDADE.....	30
FIGURA 21: DUREZA .....	31
FIGURA 22: RESISTÊNCIA À VERDE.....	31
FIGURA 23: RESISTÊNCIA SINTERIZADO.....	32
FIGURA 24: POROSIDADES VARIANDO DE ACORDO COM O TEOR DE COBRE.....	33
FIGURA 25: FORMATO DAS PARTÍCULAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	34

## ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1 - FATORES DE FORMA .....	11
TABELA 2 - EFEITO DAS VARIÁVEIS NO PROCESSO.....	18
TABELA 3 - COMPOSIÇÃO QUÍMICA .....	24
TABELA 4: DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA .....	25

## I) Objetivos

Comparar as propriedades mecânicas dos pós F100.29 e DS 205 assim como as propriedades das peças obtidas a partir desses pós.

## II) Introdução [1] [2] [3]

A metalurgia do pó possibilita a fabricação de componentes complexos, com boa tolerância dimensional e alta qualidade. Esse processo é adequado para grandes produtividades. Além de permitir o controle da porosidade do material, assim como sua composição química e microestrutura.

Comparando-se a metalurgia do pó com a fundição, são evitados problemas de segregação além de ser mais econômico em termos de matéria prima, pois dispensa o uso de massalotes e de canais de alimentação. Etapas de usinagem para retirada de rebarbas, massalotes e canais de alimentação não são necessárias. A metalurgia do pó é muito boa para fabricar peças de metais refratários ou muito reativos, pois não é necessário fundi-los, porém esse processo só se aplica a grandes escalas de produção devido ao elevado custo dos equipamentos e do pó metálico.

## III) Revisão Bibliográfica

### 1. Caracterização dos pós [1]

#### 1.1. Aspectos Gerais

Em um projeto de engenharia é importante conhecer a as propriedades químicas, como composição e presença de filme de óxidos, as propriedades físicas, como atrito entre as partículas, taxa de escoamento e densidade aparente, assim como a morfologia dos pós os quais estamos trabalhando. Essa pesquisa se limitou aos ensaios tradicionais na caracterização de pós por serem estes os comumente aplicados na indústria.

O formato e o tamanho individual das partículas afetam o comportamento de uma grande quantidade de pó como no caso de uma peça sinterizada, por exemplo:

Intuitivamente, podemos imaginar que um pó com partículas esféricas apresente uma maior velocidade de escoamento que um pó com partículas irregulares.

Um pó esférico de tamanho homogêneo deixará inúmeros espaços vazios, como pode ser visto na **figura 1**

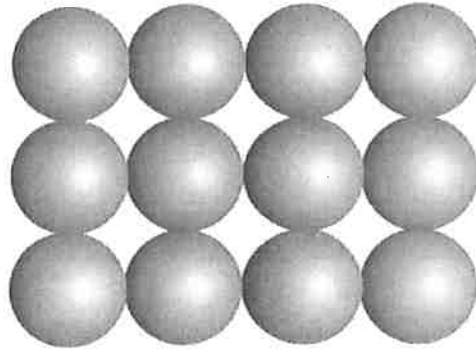


Figura 1: Esquema de acomodação das partículas de tamanho homogêneo quando depositadas somente pela ação da gravidade

Se partículas menores forem adicionadas, elas poderão ocupar esses espaços, aumentando a densidade a verde da peça (**figura 2**) .

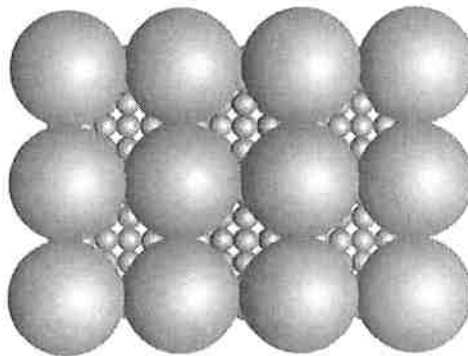


Figura 2: Esquema de acomodação das partículas de diferentes tamanhos, onde espaços vazios foram ocupados por partículas de menor tamanho

## 1.2.Amostras de pó

Para realizar um estudo sobre um pó é necessário que a amostra seja significativa, pois o pó pode sofrer segregação devido à vibração ao qual pode ter sido submetido dentro de sua embalagem durante o transporte. A tendência é de que os finos se concentrem na parte



inferior enquanto os grãos maiores se concentram na parte superior da embalagem. Normalmente, na indústria, os pós são homogeneizados em um misturador antes de serem utilizados. Na **figura 3** podem ser observados dois tipos de misturadores comumente usados na indústria. Para preparar as amostras de pó deste estudo, foi utilizado um misturador do tipo **b**.

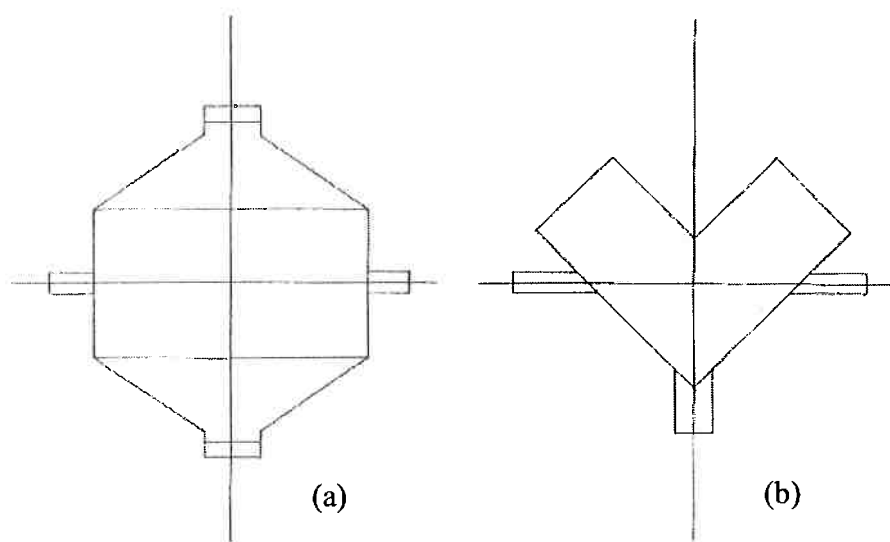


Figura 3: Misturadores: (a) duplo-cone e (b) v [3]

Comparando-se amostras retiradas da parte superior com amostras retiradas da parte inferior do recipiente no qual o pó foi transportado é possível saber se ocorreu a segregação do pó.

### 1.3. Critérios para comparar pós

#### 1.3.1. Tamanho das partículas

Conhecer a distribuição granulométrica das partículas é de grande importância para um projeto envolvendo pós metálicos. A seguir são descritos sucintamente alguns métodos para a medição granulométrica dos pós.

##### 1.3.1.2. Peneiramento

É o mais rápido e usual método. A peneira é uma malha composta por fios de pequena espessura sendo que o número de fios por polegada linear define o “mesh”, que é a unidade usual. Quanto maior for o número de fios, menor terá que ser a partícula para passar pela malha. A limitação desse processo é a dificuldade que existe para peneirar pós muito finos,

pois por se tratar de um processo mecânico, pequenas partículas podem ficar em suspensão no ar e não passar pela peneira.

Esse método leva em consideração apenas uma dimensão para definir o tamanho das partículas. No caso de partículas esféricas essa dimensão é o diâmetro, definindo muito bem a granulometria do pó. No caso de partículas irregulares, podem existir outras dimensões como altura, largura e comprimento. Essas partículas, quando peneiradas, são medidas por apenas uma de suas dimensões. Por Exemplo, uma partícula cilíndrica de altura igual a duas vezes o seu raio, pode passar pela mesma abertura que uma partícula esférica de mesmo raio.

#### 1.3.1.3. Microscopia

A análise manual, sem utilização de softwares analisadores de imagens é muito precisa, porém medir uma quantidade significativa pode ser muito demorado e cansativo. Se for utilizado um analisador de imagens, é comum, no caso de partículas irregulares, duas partículas serem contadas como uma maior.

#### 1.3.1.4. Sedimentação

Analisa-se como as partículas sedimentam dentro de um fluido (gás ou líquido) com viscosidade e densidade conhecida. Esse método é indicado para partículas pequenas.

#### 1.3.1.5. Dispersão Luminosa

Baseia-se na interrupção de um feixe de luz por partículas dispersas em um fluido.

#### 1.3.1.6. Condutividade elétrica

É medida a variação da condutividade elétrica de um fluido com as partículas em suspensão ao passar por uma estreita abertura. Quanto maior forem as partículas, menor será a condutividade da suspensão.

#### 1.3.2. Formato da partícula

O formato da partícula pode influenciar a taxa de escoamento, densidade aparente e compressibilidade do pó. O formato das partículas pode introduzir a erros na medição da distribuição granulométrica.

Fator de forma – Define-se como a maior dimensão dividida pela menor dimensão da partícula de pó. No caso de uma partícula esférica o fator de forma é 1. Na **figura 4** podem ser observados vários tipos de formatos de partículas.

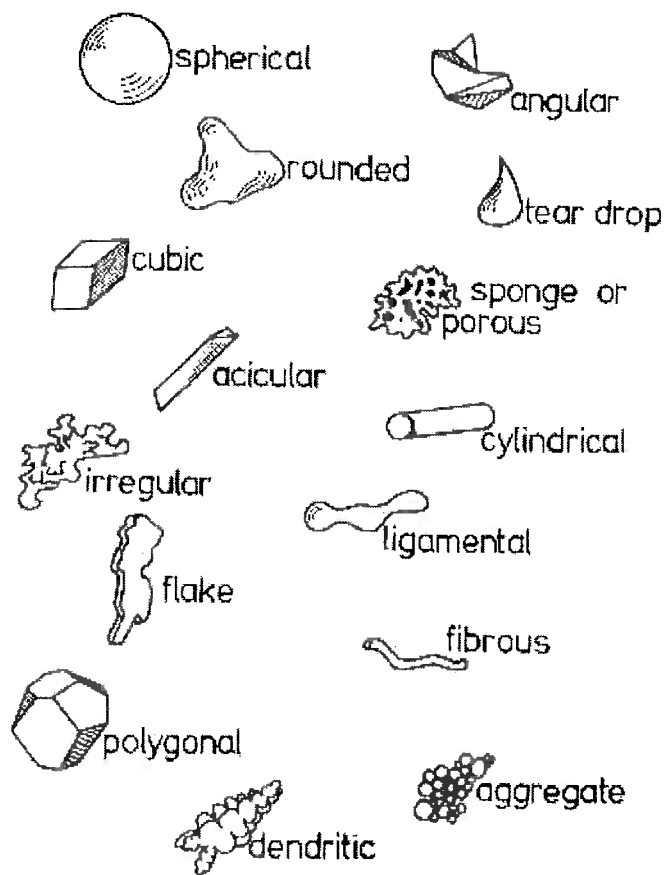


Figura 4: Diferentes morfologias de pós metálicos

Área específica como fator de forma.

A área específica é expressada em termos de área por unidade de massa. Para um pó com todas as partículas esféricas de apenas um tamanho é definido da seguinte maneira:

$$S = a / m = a / \rho.v = 6 / \rho D$$

Onde: a = área

m = massa

$\rho$  = densidade

v = volume

D = diâmetro

Para partículas de formatos diferentes a definição é diferente:

$S = k / \rho D$ , onde k é o fator de forma. Na **tabela 1** é possível ver fatores de forma correspondentes a formatos de partículas

Tabela 1 - Fatores de forma

Formato	Fator k
Esfera	6,00
Elipsóide	7,57
Cilindro	6,86
Cubo	7,44
Paralelepípedo	9,38
Lamela	24,00

### 1.3.3. Atrito entre as partículas

As conseqüências diretas do atrito entre as partículas são a taxa de escoamento e compressibilidade, que podem influenciar diretamente a densificação. Esse conceitos são muito importantes para o projeto de ferramentas de compactação com enchimento automatizado, assim como para misturadores de pó.

O atrito atrapalha a fluidez do pó, se o atrito for alto, a fluidez será baixa.

A densidade aparente do pó é a densidade quando o pó é depositado em um recipiente sem nenhuma agitação ou força externa, ocupando o maior volume possível.

A densidade batida é a maior densidade possível de ser alcançada pela vibração sem a aplicação de nenhuma força externa. A densidade teórica leva em conta a liga sem a presença de porosidades.

Comparando-se a **figura 1** com a **5** é possível perceber a diferença entre densidade batida e densidade aparente.

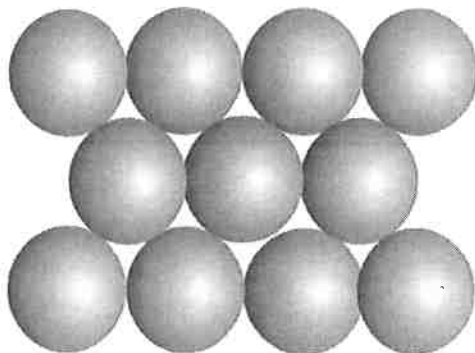


Figura 5: Esquema de acomodação das partículas após vibração até a estabilização da densidade batida.

O atrito entre as partículas pode ser medido pelo ângulo de deposição do pó, entretanto o método mais utilizado consiste na medida do tempo que 50 g de pó levam para passar por um funil mostrado no esquema mostrado na **figura 6**. A densidade aparente também pode ser medida por este dispositivo, pois o pó é depositado sem a ação de forças externas no recipiente colocado abaixo do funil, o qual tem o volume conhecido e mede-se a massa.

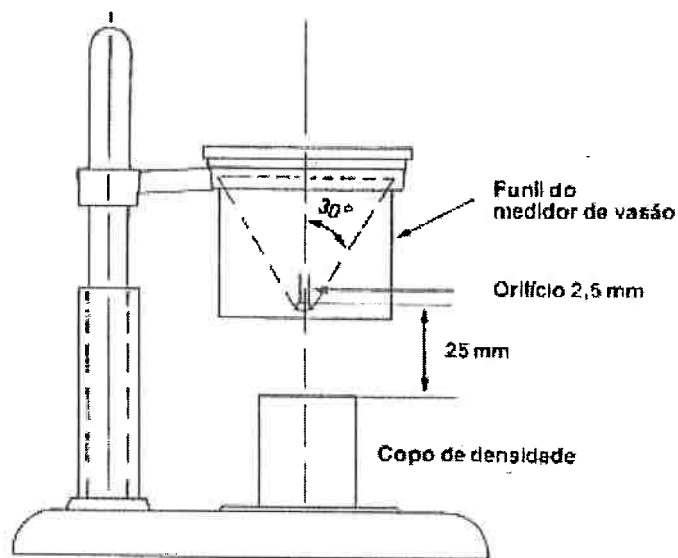


Figura 6: Funil Hall

#### 1.3.3.1.Efeitos do atrito entre as partículas

##### Densificação do pó

Na maioria das aplicações que envolvem pós é desejada uma boa densificação. É possível chegar a uma maior densidade aparente regulando-se o tamanho dos grãos, pois grãos menores podem ocupar o espaço livre existente entre os maiores. Mas se quantidades muito grandes de finos forem adicionadas, poderá ocorrer um decréscimo da densidade, pois o pó fino tem uma maior área específica, que resulta em um maior atrito entre as partículas. Quanto maior o atrito, as partículas se acomodam de uma maneira que tem contato com menos partículas vizinhas, resultando em mais espaços vazios, ou seja, menor densidade. Partículas esféricas costumam apresentar maiores taxas de escoamento, em contrapartida, uma menor compressibilidade. Partículas irregulares arredondadas podem ser usadas para conciliar escoabilidade com compressibilidade.

#### 1.3.3.2. Efeito do atrito na mistura de pós

Os pós devem ser misturados antes do uso para eliminar a segregação que pode ter ocorrido durante o transporte, adição de elementos de liga e adição de lubrificante. O atrito entre as partículas, o equipamento de mistura e o tempo de mistura são os principais parâmetros a serem levados em conta na mistura.

Pelas propriedades intrínsecas como formato da partícula ou propriedades magnéticas pouco pode ser feito. As atenções são concentradas nas propriedades extrínsecas, pois essas podem ser controladas. Uma diminuição da quantidade de pó pode ajudar na misturabilidade, pós oxidados podem ter maiores velocidades de escoamento. A umidade aumenta a fricção entre as partículas, impedir que o pó escoe.

## 2.Compactação [1]

Na compactação a pressão é utilizada para dar forma às peças. Antes da compactação a densidade máxima que pode ser alcançada é a densidade batida do pó. Durante a compactação as partículas se re-arranjam, além de sofrer deformação plástica, aumentando o número de partículas com que cada partícula tem contato, diminuindo os espaços vazios entre as partículas. A compactação cria uma força de adesão entre as partículas. A resistência mecânica depois desse processo de junção a frio é chamada resistência a verde.

### 3.Sinterização [1]

A compactação dá ao pó metálico o formato básico, mas as propriedades mecânicas não são satisfatórias. A sinterização fornece energia térmica para se iniciar a junção e melhorar as propriedades mecânicas.

O metal compactado começa a se unir quando a energia térmica necessária para ativar o processo é fornecida. Nos pontos de contato entre as partículas ocorre o empescoamento e seu crescimento.

A peça à verde tem uma grande energia de interface, a uma temperatura suficientemente alta o transporte de massa por difusão torna-se significativo. A passagem de um átomo de um grão para outro é favorável à redução da energia de interface, diminuindo a área total de superfície. A difusão é um processo termicamente ativado, ou seja, é necessário que se forneça energia de ativação para o processo ocorrer.

A relação entre raio do pescoço ( $X$ ) e raio da partícula ( $R$ ) é dado por  $X/R$ . Nesse trabalho essa relação não será estudada, pois trata-se de partículas irregulares e de diferentes tamanhos, além de que a sinterização atinge um alto grau, sendo impossível medir o tamanho das partículas e dos pescoços após a sinterização.

#### 3.1.Teoria da sinterização

Nem toda a energia de interface está disponível como potencial, em todas as superfícies de sinterização formam-se contornos de grão, que tem uma certa energia associada. Caso não seja fornecida energia térmica o suficiente, a sinterização pode parar, pois o potencial não tem energia o suficiente para que o processo continue ocorrendo.

A **figura 7** a seguir mostra um filtro de cobre, peça sinterizada sem compactação precedente, onde é possível observar o empescoamento.

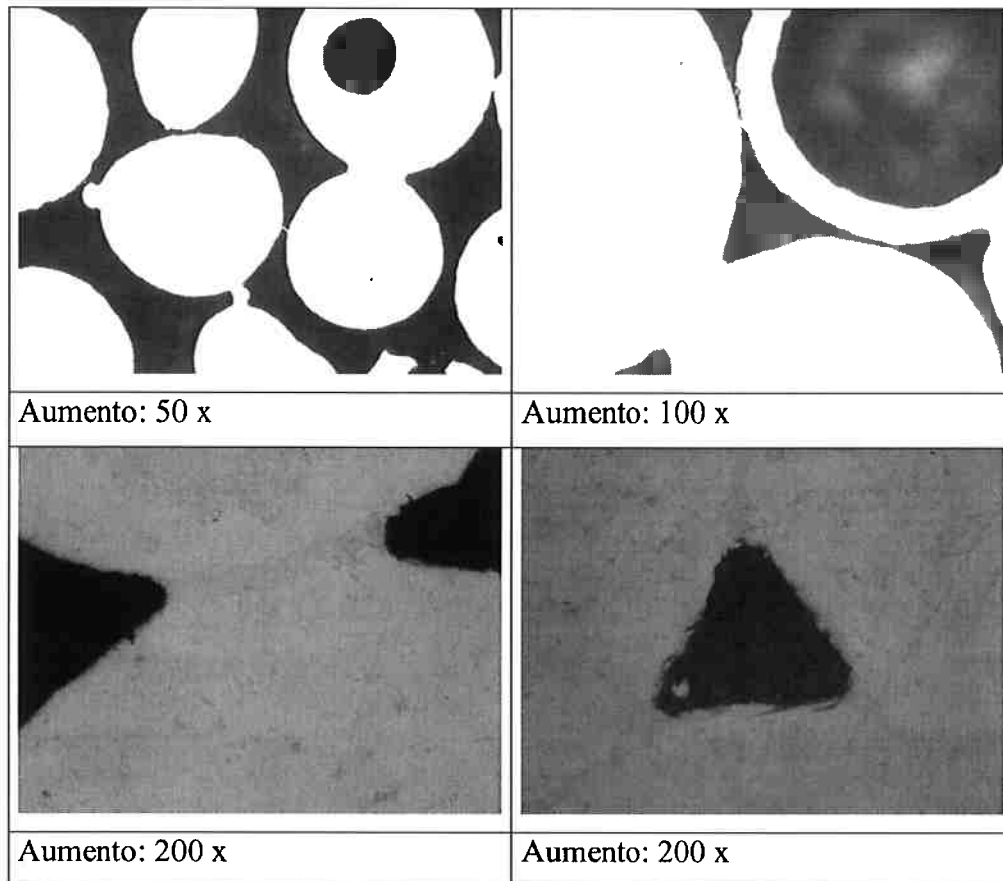


Figura 7: Empescoçamento ocorrido em um filtro de cobre

A união entre as partículas começa com um ponto de contato, a partir daí ocorre a contração do poro, dando lugar a contornos de grão como pode ser visto na **figura 8**.

Os poros vão diminuindo até que perdem a estabilidade e esferoidizam. Nessa forma os poros deixam de ser uma barreira ao crescimento de grão, além disso, o isolamento dos poros resulta em uma menor taxa de densificação.

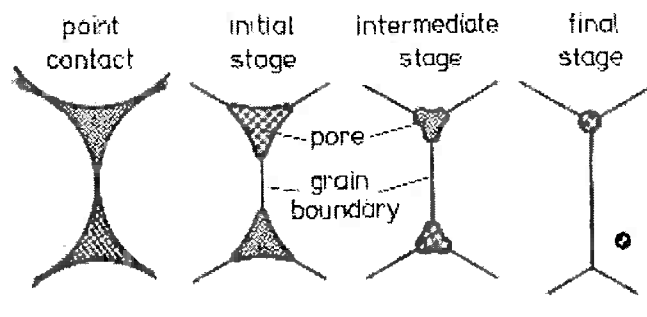


Figura 8: Esquema de contração dos poros e formação de contornos de grão



### 3.1.1.Mecanismos de transporte

No início da sinterização o transporte de massa ocorre principalmente por difusão na superfície. Nos estágios mais avançados, além da difusão na superfície ocorre a difusão no volume, promovendo a migração de massa do interior da partícula para o pescoço.

### 3.1.2. Estágio Inicial da Sinterização

A superfície das partículas na região do pescoço é côncava, ou seja, uma menor pressão de vapor, em relação a partícula, é a de equilíbrio. Conseqüentemente ocorre uma passagem de massa da partícula (convexa) para o pescoço.

A distribuição granulométrica pode afetar o fenômeno, pois mais pontos de contato podem ser observados.

Durante a transferência de massa pode ocorrer variação dimensional.

O acompanhamento da densidade é muito importante para conhecer o comportamento do material.

### 3.1.3.Estágio Intermediário

Esse estágio tem grande importância nas propriedades finais das peças, caracterizado pela densificação e crescimento de grão. A rede de porosidades continua interconectada, mas a sua superfície se torna mais lisa.

Para minimizar a variação dimensional é possível sinterizar em tempos e temperaturas menores, porém, mais pressão deve ser dada na compactação.

O formato dos poros e dos grãos controla a taxa de sinterização.

Durante a sinterização a interação entre contornos de grão e poros pode ser duas maneiras:

- O poro é arrastado pelo contorno de grão que se move de devido ao crescimento de grão.
- O poro não se move juntamente com o contorno de grão, ficando isolado no meio do grão.

A configuração do poro e a proximidade dos contornos de grão são importantes. Os poros localizados nos contornos de grão desaparecem mais rapidamente que os poros isolados.

Nesse estágio as porosidades ainda estão interconectadas. O aumento dos pescoços continua durante essa etapa. Também ocorre o transporte pela superfície que é o

responsável pelo alisamento dos poros e também permitindo o transporte dos poros com o contorno de grão.

Longos períodos de sinterização são necessários para causar grandes diferenças de densidade ou porosidade. Alternativamente a temperatura tem um complexo efeito no processo de sinterização. Taxa de difusão, crescimento de grão e movimentação dos poros são processos ativados termicamente.

Os maiores efeitos da temperatura são nas taxas de difusão e crescimento de grão. A taxa de densificação é favorecida pela alta difusividade e por grãos pequenos. Partículas de segunda fase ajudam a segurar os contornos de grão e os poros.

#### 3.1.4. Estágio final de sinterização

Poros continuam sendo isolados pelo mecanismo que pode ser observado na **figura 9**.

Para longos tempos de sinterização pode ocorrer o coalescimento dos poros, formando poros maiores, mas diminuindo sua quantidade.

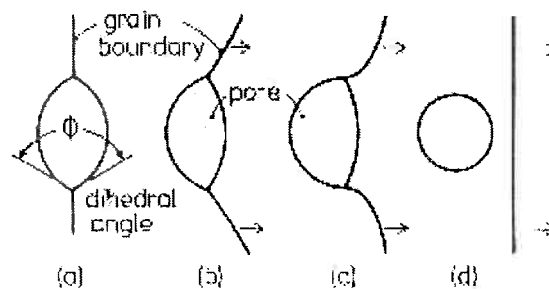


Figura 9: Mecanismo de isolamento dos poros

#### 3.2. Estrutura dos poros na sinterização

No estágio inicial muitos poros estão próximos e localizados no contorno de grão. No início seu formato é o de uma rede interconectada de canais. No estágio intermediário os poros começam a se tornar mais lisos. O tamanho dos poros aumenta conforme começa a ocorrer o crescimento de grão. Simultaneamente com o coalescimento ocorre a contração dos poros. O número de poros diminui enquanto o tamanho pode aumentar ou diminuir. No estágio final da sinterização os poros começam a se isolar e esferoidizar. A taxa de contração nessa etapa é muito baixa, especialmente quando os poros começam a se separar dos contornos de grão. Usualmente a porosidade diminui com o tempo de sinterização. Pode ocorrer um aumento de tamanho das porosidades, mas seu número diminui.

### 3.3.Efeitos da compactação na sinterização

Normalmente pressão é aplicada sobre os pós, exceto na produção de filtros. A compactação diminui a porosidade, ou seja, a peça apresentará menor contração durante a sinterização. A proximidade contribui para uma alta taxa de sinterização no estágio inicial da sinterização.

A compactação contribui com o aumento da resistência, densidade, definição de forma, aumento do tamanho do pescoço e melhor controle dimensional. A contração é inversamente proporcional a densidade à verde.

### 3.4.Efeito das variáveis do processo: **tabela 2**

Tabela 2 - Efeito das variáveis no processo

<b>variáveis</b>	<b>vantagens</b>	<b>desvantagens</b>
diminuição do tamanho das partículas	partículas pequenas sinterizam mais rapidamente	dificulta a compactação (aumento do atrito)
longos tempos de sinterização	aumenta o grau de sinterização	crescimento de grão, aumento de custo
temperatura	aumenta a velocidade de sinterização	aumenta contração, crescimento de grão, aumenta o custo
aumento da força de compactação	diminui a porosidade, diminui a contração após sinterização, aumenta a resistência mecânica	desgaste da ferramenta
elementos de liga	melhora as propriedades	Pode ocorrer segregação Pode dificultar a compactação

### 3.5.Mistura entre pós

Se as difusividades dos pós forem diferentes, é possível que ocorra a formação de poros e variação dimensional positiva na peça pelo mecanismo de Kirkendal. O metal A, em menor quantidade se difunde no metal B, deixando porosidades no lugar que ocupava anteriormente. Esse aumento dimensional pode ser intensificado pela fusão do metal A, que no estado líquido pode molhar uma superfície maior, formando mais interface para que

ocorra a difusão. Um bom exemplo disso é o caso estudado nesse projeto, onde o cobre penetra nos contornos de grão do ferro e se difunde, provocando o inchamento dos grãos, deixando porosidades no local onde estava anteriormente. Esse processo de difusão do cobre no ferro ocorre até que não exista mais cobre puro. Esse mecanismo pode ser visto nas **figuras 10 e 11**. Esse inchaço pode ser controlado selecionando-se pós mais finos, menor pressão de compactação, menor taxa de aquecimento, adições de carbono (para ligas de Ferro)

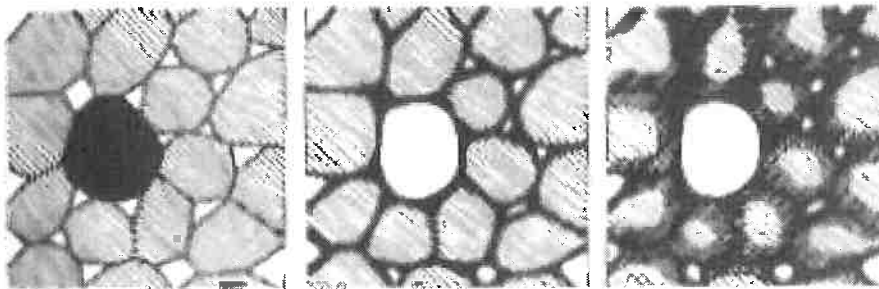


Figura 10: Esquema do espalhamento e difusão do cobre fundido entre partículas de ferro [2]

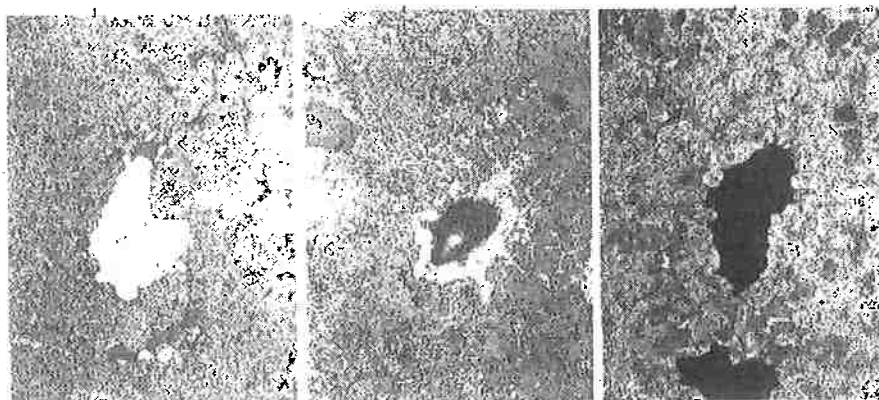


Figura 11: Foto do espalhamento e difusão do cobre fundido entre partículas de ferro [2]

### 3.6.Melhorando a sinterização

#### 3.6.1.Pressão à quente

A difusividade depende da microestrutura. No ferro, é maior na ferrita (CCC) que na austenita (CFC). A densificação durante a sinterização aumenta proporcionalmente com a quantidade de ferrita estabilizada na temperatura de sinterização. Por exemplo, o níquel é gamagênico e diminui a densificação, já o fósforo é ferritizante, e aumenta a densificação.

### 3.6.2.Sinterização com fase líquida

Muitas técnicas são desenvolvidas para se abaixar a energia de ativação da sinterização pois pode diminuir o tempo e temperatura de sinterização.

Pode ser um metal que tenha baixo ponto de fusão se torne líquido durante a sinterização. Esse aditivo não deve ser solúvel no metal de base, mas o metal de base deve ser solúvel no metal de adição, pois o metal de base irá se difundir rapidamente pelo metal de adição agilizando a sinterização. A adição deve ficar segregada para que isso ocorra.

Em um sistema de duas fases envolvendo misturas de pós pode ocorrer a formação de fase líquida devido aos diferentes pontos de fusão. Em um sistema assim o líquido pode promover um rápido transporte de massa.

O líquido deve formar um filme ao redor da fase sólida, por isso a molhabilidade é muito importante.

O sólido deve ser solúvel no líquido e o transporte por difusão deve ser rápido o suficiente. Esse tipo de sinterização é bom para aumentar a densidade e diminuir a porosidade da peça.

O mecanismo pode ser dividido em três partes para um melhor entendimento.

- Fusão e molhamento
- Difusão do metal sólido no líquido
- Sinterização

A fase líquida pode ter uma concentração de soluto o suficiente para cruzar a sólidos, solidificando-se.

Esse fenômeno pode parecer contraditório com o que ocorre no caso estudado nesse trabalho, explicado no item 3.5, pois ao invés de ocorrer contração, ocorre o inchaço das misturas cobre-ferro. É importante lembrar que o teor de cobre nas amostras é de no máximo 2%.

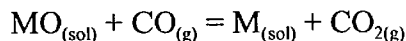
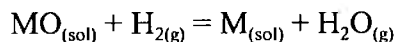
Pode ser explicado pela penetração do líquido ao longo dos contornos de grão do ferro, como consequência, essas partículas se separam.

## 4. Atmosferas [1]

Existem muitos fatores a serem levados em conta na hora de se escolher a atmosfera do forno. Pode haver necessidade de proteção contra oxidação, a atmosfera pode ajudar na

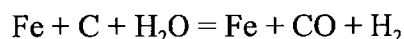
saída de lubrificantes. A atmosfera também pode ser redutora, que além de proteger contra a oxidação pode reduzir óxidos existentes. O carbono também pode ser controlado pela atividade do carbono da atmosfera.

Pós metálicos podem apresentar perda de massa durante a sinterização, que pode ser dada pela equação:



Quanto mais óxidos superficiais forem removidos, melhores são as propriedades do sinterizado.

Na presença de carbono na peça pode ocorrer a seguinte reação:



Com o aumento do ponto de orvalho, a descarbonetação pode ser intensificada.

A atmosfera endotérmica resulta da conversão catalítica entre gás natural e ar em uma mistura de hidrogênio, nitrogênio e monóxido de carbono. É muito usado na sinterização de aço, ferro, bronze e níquel.

Nas atmosferas endotérmicas e exotérmicas sobra uma pequena porcentagem de metano não queimado, que reage com o vapor d'água formando monóxido de carbono e hidrogênio.

Atmosfera exotérmica é composta por 6,5 partes de ar e 1 parte de gás natural. É indicada para ferro, aço e ligas de cobre. Não é bom para ligas que oxidam facilmente como cromo e zinco.

Amônia dissociada pode ser usada como substituta para  $\text{H}_2$ . A molécula de amônia é quebrada em nitrogênio e hidrogênio. O hidrogênio promove a redução de óxidos, o inconveniente dessa atmosfera é que, mesmo sendo considerado inerte, o nitrogênio pode formar nitretos. Hidrogênio e metanol são adicionados para dar a atmosfera um caráter redutor. [2]

O uso de vácuo é indicado para metais refratários, metais muito reativos e resistentes a corrosão. A baixa pressão de  $\text{O}_2$  dá ao vácuo um caráter redutor.

O hidrogênio é o gás mais eficiente na redução, na presença de umidade o poder redutor diminui e a atmosfera torna-se descarbonetante (assumindo materiais ferrosos).

O nitrogênio é considerado inerte na maioria dos casos, porém pode ocorrer nitretação. Gases inertes como argônio e hélio podem provocar redução, pois os óxidos precisam de uma pressão de oxigênio para ficarem em equilíbrio, como a pressão parcial de  $\text{O}_2$  muito baixa, ocorre a redução. A redução pelo vácuo age pelo mesmo princípio. A atmosfera de amônia dissociada ao mesmo tempo é redutora e nitretante. A atmosfera exotérmica é

redutora e descarbonetante. A endotérmica pode ser redutora, carbonetante e descarbonetante.

A atmosfera tem grande influência na sinterização, pode reduzir, oxidar, endurecer, descarbonetar, aumentar a taxa de sinterização, mas mantê-la constante não é fácil, pelas portas do forno, pode haver entrada de ar, reduzindo muito o efeito da atmosfera criada dentro do forno.

## IV) Metodologia

- Granulometria (ASTM B 214 – 86)

Amostras de 100 g de pó são colocadas em um conjunto de peneiras acopladas a um aparelho vibratório. São medidas as massas de pó retidas em cada peneira.

- Elaboração das misturas

As quantidades determinadas de cada matéria prima são colocadas juntas em um misturador de pequeno porte e misturadas por 10 minutos. Ver **figura 3 b**.

- Densidade aparente (ASTM B 212 – 89)

O pó é depositado sob a ação apenas da gravidade em um recipiente com o volume de 50cm<sup>3</sup>. Medindo-se a massa contida em um recipiente de volume conhecido fica fácil determinar a densidade.  $D = \text{massa} / \text{volume}$

- Taxa de escoamento (ASTM B 213 – 90)

O tempo necessário para 50g de pó passarem pelo funil Hall é definido como taxa de escoamento. Ver **figura 6**.

- Compactação

Os corpos de prova foram obtidos pela prensagem de 17 g de pó a 450 MPa em uma ferramenta de 12,738 mm x 31,818 mm.

- Sinterização

Os corpos de prova foram sinterizados em um forno industrial de esteira da Combustol, onde permaneceram na zona de preaquecimento a 980 °C por 30 minutos, na zona de sinterização, a 1130 °C por 80 minutos e finalmente para a zona de resfriamento por mais

50 minutos, deixando o forno a uma temperatura de aproximadamente 80 °C. Atmosfera ponto de orvalho de 8,8 °C.

- Densidade

As densidades dos corpos de prova, tanto a verde como sinterizado, foram medidas da mesma maneira, onde era pesado ao ar, em água e novamente ao ar. A segunda medida ao ar é necessária pois o material é poroso, e quando é colocado na água, sofre infiltração.

- Densidade a verde e sinterizado

A densidade foi calculada a partir dos valores de peso ao ar e peso submerso em água.

- Dureza

Medições feitas em um durômetro universal

- Flexão em três pontos (Norma interna da Metalpó, Ind e Com. Ltda)

Foi utilizada uma máquina tração-compressão com o travessão acionado por uma rosca sem fim, a uma velocidade constante de 2 mm/s. A medida era feita através de uma célula de carga acoplada ao travessão superior.

A distância entre os dois apoios foi de 18 mm.



## V) Resultados

### 1) Composição Química

Tabela 3 - Composição Química<sup>1</sup>

Elemento %	Pó	
	DS 205	F100.29
<b>C</b>	0,015	0,05
<b>S</b>	0,02	--
<b>Si</b>	0,05	--
<b>P</b>	0,015	--
<b>Mn</b>	0,15	--
<b>Fé</b>	99,75	99,65
<b>Outros</b>	--	0,3

### 2) Misturas

Foram feitos ensaios de três misturas de cada pó, sendo com 0%, 1% e 2% de cobre, todos com 0,8% de estearato de zinco. Foram colhidas 10 amostras de cada mistura, calculada a média e desvio padrão.

---

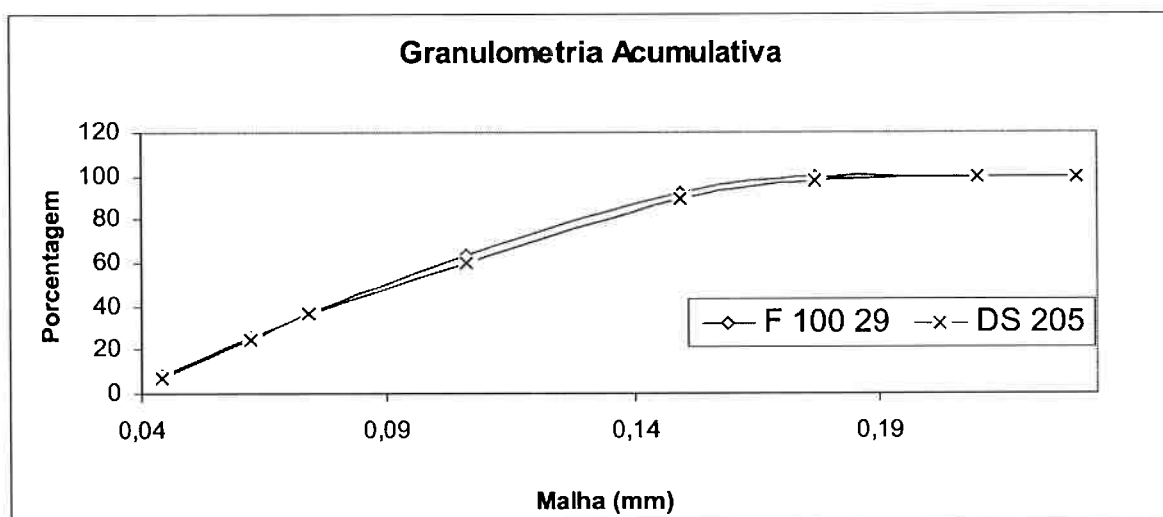
<sup>1</sup> Dados fornecidos pelo fabricante

### 3) Granulometria

A granulometria foi medida a partir dos pós puros, por peneiramento, o resultado pode ser visto na **tabela 4** e no gráfico abaixo

**Tabela 4: Distribuição Granulométrica**

Mesh		mm		F 100 29	DS 205
-	+	-	+	%	%
	65		0,21	0,00	0,50
65	80	0,21	0,18	0,15	1,46
80	100	0,18	0,15	8,00	8,47
100	150	0,15	0,11	28,59	29,41
150	200	0,11	0,07	26,58	23,32
200	250	0,07	0,06	10,60	11,90
250	325	0,06	0,04	18,00	17,58
325		0,04		8,08	7,36
Total				100	100
Perdas de 1,5%					



**Figura 12: Distribuição granulométrica acumulativa**

Os pós apresentaram distribuição granulométrica semelhante.

#### 4) Taxa de Escoamento

O tempo necessário para 50g de pó passarem pelo funil é definido como taxa de escoamento.

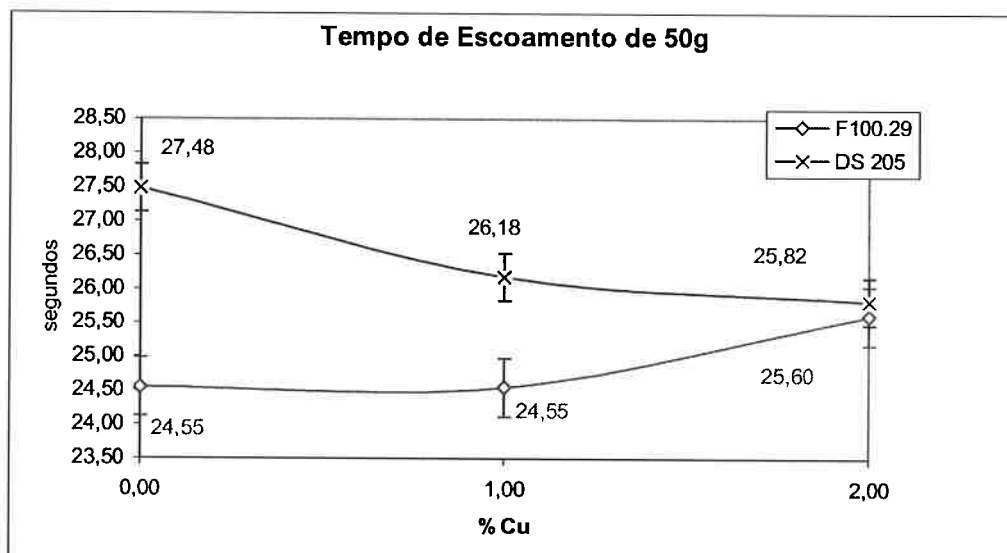


Figura 13: Tempo de escoamento

Os pós puros apresentam diferentes valores para a taxa de escoamento, mas a adição de cobre contribui para que essas taxas tendam para um mesmo valor. Na média, o pó F100.29, apresenta uma maior velocidade de escoamento ao DS 205, aumentando a eficiência do equipamento na compressão, ou seja, uma maior produtividade pode ser alcançada. As adições de cobre contribuem para a convergência do tempo de escoamento, isso é um indício que a escoabilidade do cobre está entre a dos dois tipos de pó.

## 5) Densidade Aparente

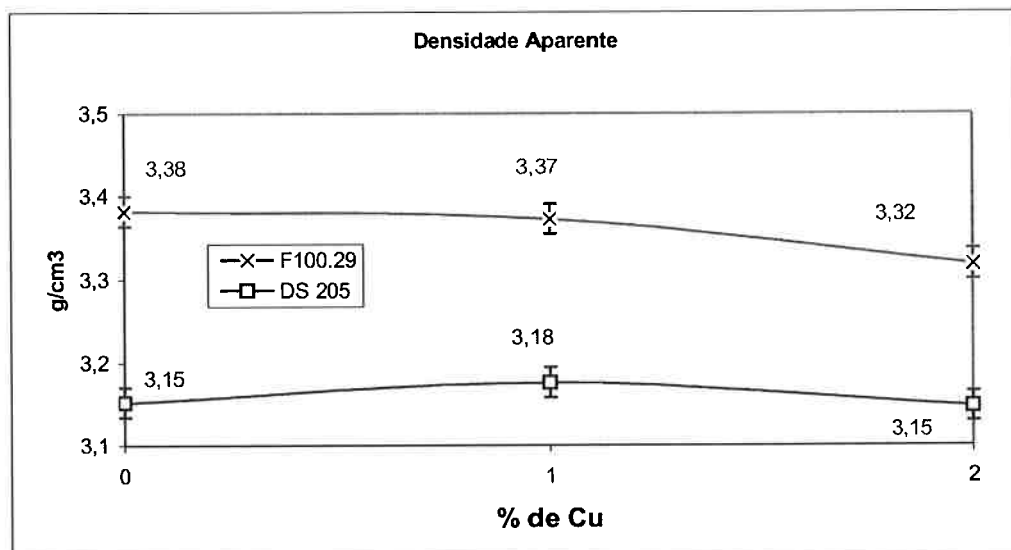


Figura 14: Densidade aparente

Esse resultado é coerente com a escoabilidade dos pós. O pó F100.29 apresenta uma maior velocidade de escoamento e uma maior densidade aparente.

## 6) Densidade à Verde

Os corpos de prova utilizados para se medir a densidade a verde foram obtidos pela prensagem de 17 g de pó a 450MPa em uma ferramenta de 12,738mm x 31,818mm. A densidade foi calculada a partir dos valores de peso ao ar, peso submerso em água e peso ao ar após imersão em água.

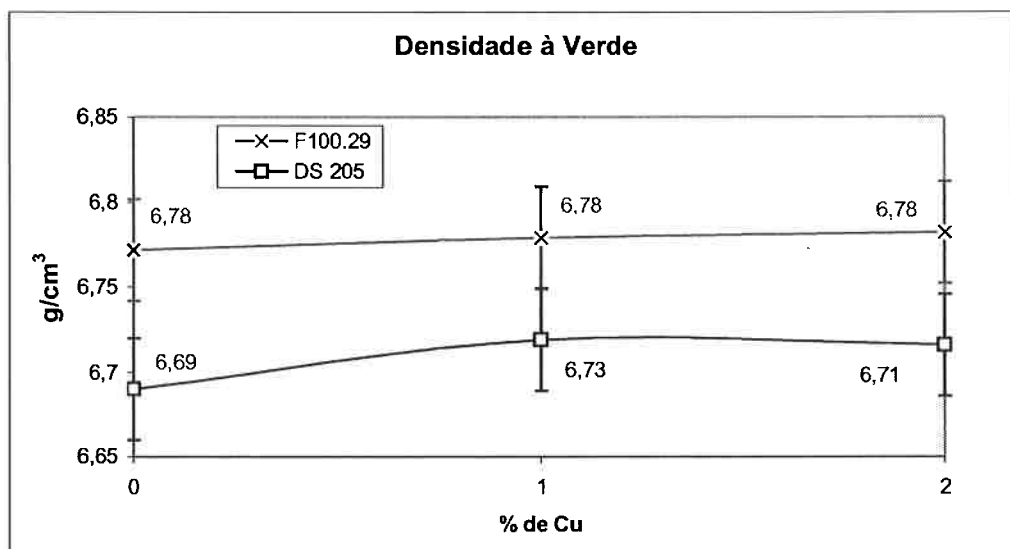


Figura 15: Densidade à verde

A maior densidade à verde do pó F100.29 indica que uma menor força de compressão será suficiente para se chegar a densidade desejada.

#### 7) Densidade Sinterizado

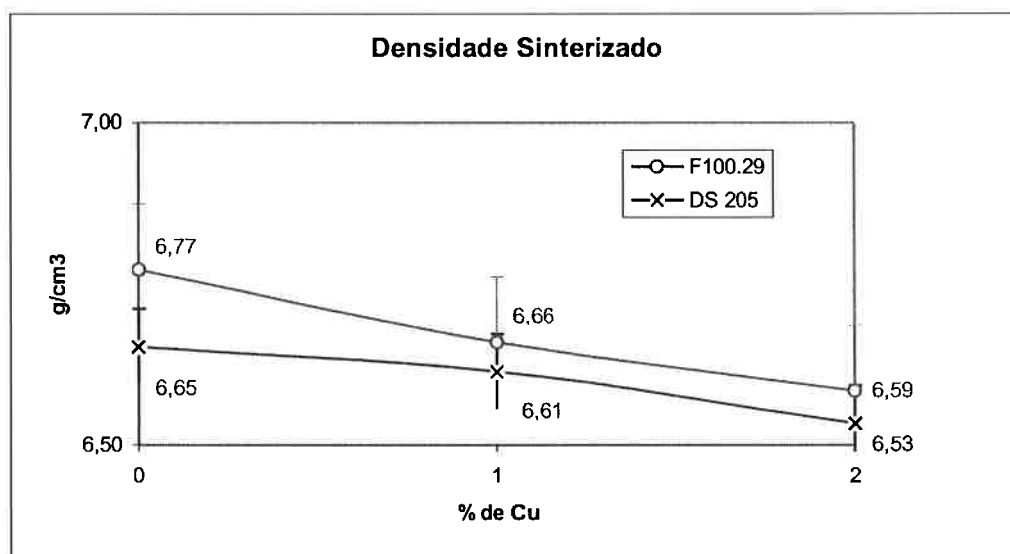


Figura 16: Densidade sinterizado

Mesmo levando-se em conta a barra de desvio, o sinterizado obtido a partir do pó F100.29 apresenta uma maior densidade que o obtido a partir do DS 205.

Adições de cobre causam a diminuição da densidade do sinterizado obtido a partir de ambos pós, resultado coerente com a variação dimensional que ocorre durante a sinterização, que será mostrada no item seguinte.

#### 8) Variação Dimensional Peça Sinterizada / Peça à Verde

É a variação dimensional entre a peça à verde e a peça sinterizada, definida como:  

$$(\text{dimSinterizado} - \text{dimVerde}) / \text{dimVerde}$$

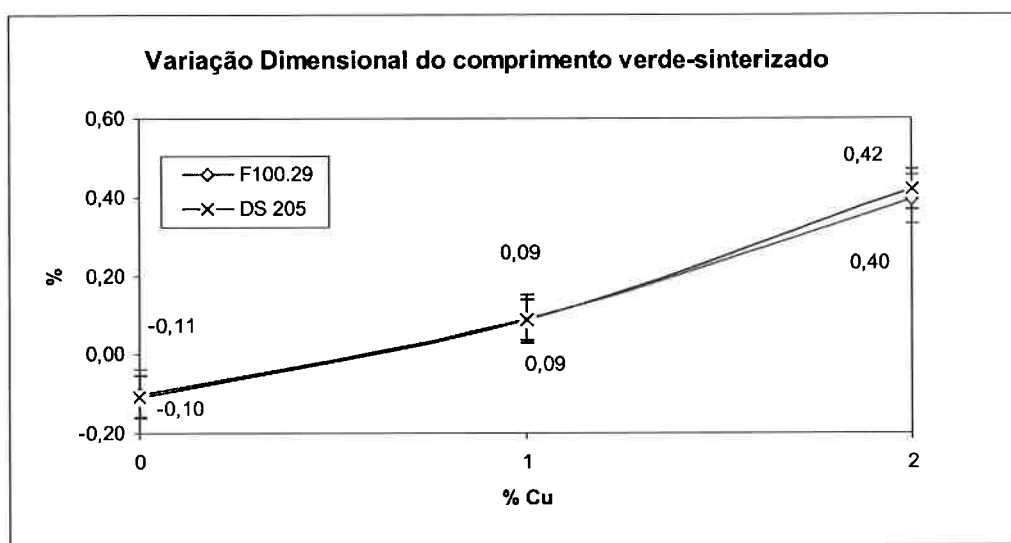


Figura 17: Variação dimensional do comprimento

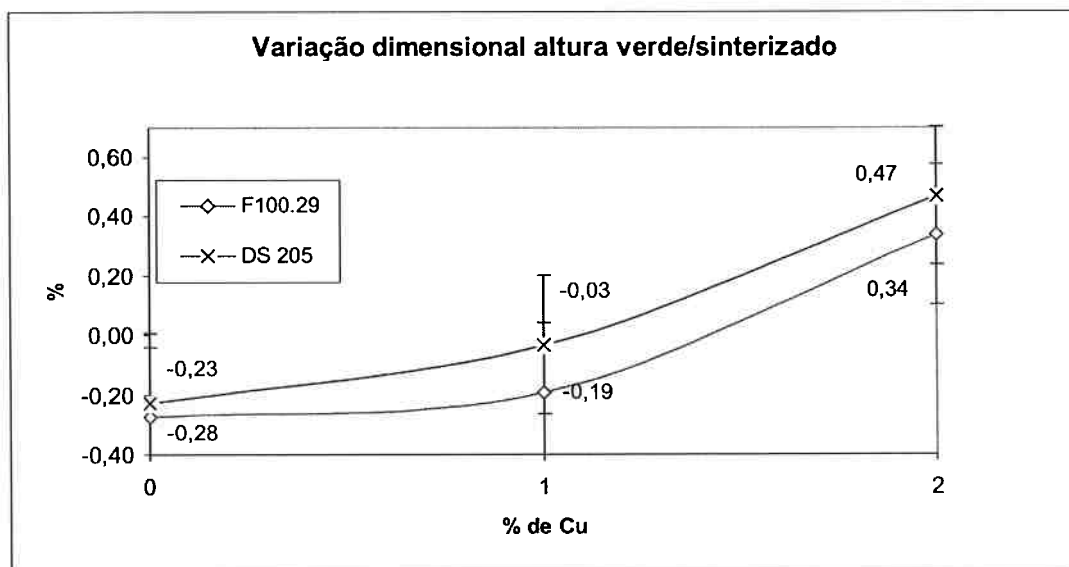


Figura 18: Variação dimensional da altura

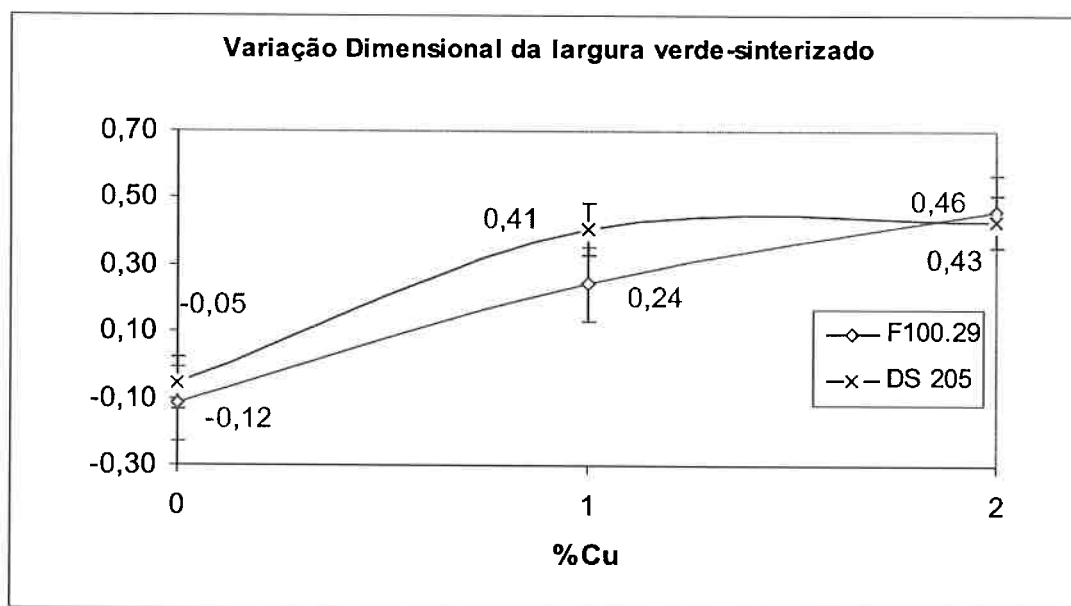


Figura 19: Variação dimensional da largura

O aumento do teor de cobre aumenta a variação dimensional da peça ao ser sinterizada. O pó DS 205 parece ser um pouco mais sensível que o F100.29 a influência do teor de cobre na variação dimensional da peça após a sinterização.

#### 9) Porosidade do Sinterizado

A porosidade do material obtido foi definida como:  $1 - (\text{densidade} / \text{densidade teórica})$

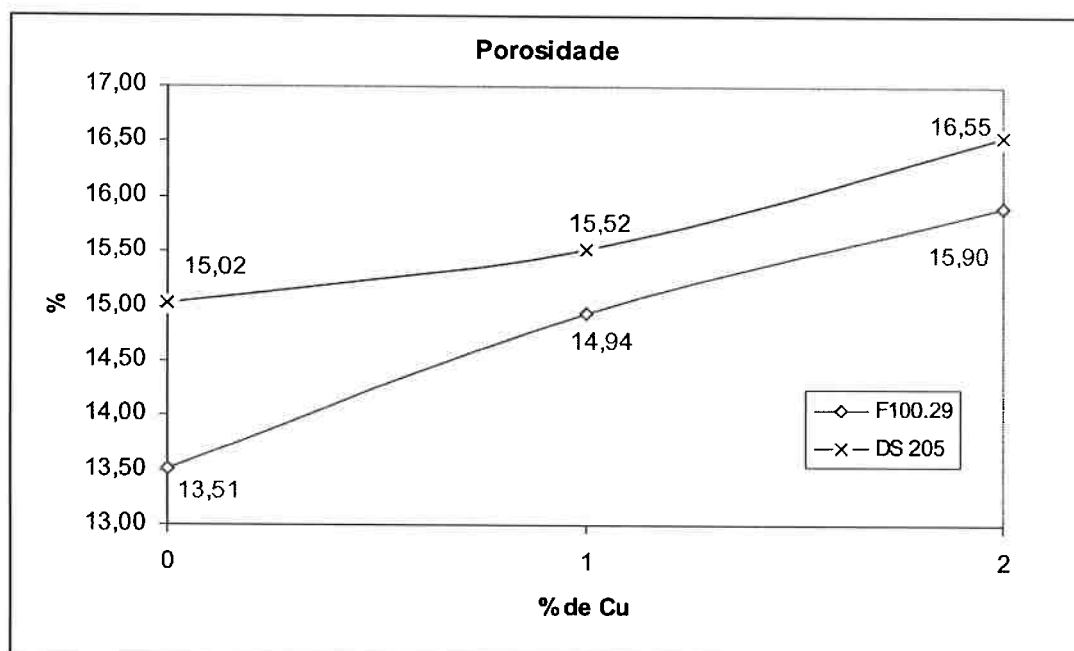


Figura 20: Porosidade

O aumento do teor de cobre resulta em um aumento da porosidade, conseqüentemente uma diminuição da estanqueidade

#### 10) Dureza

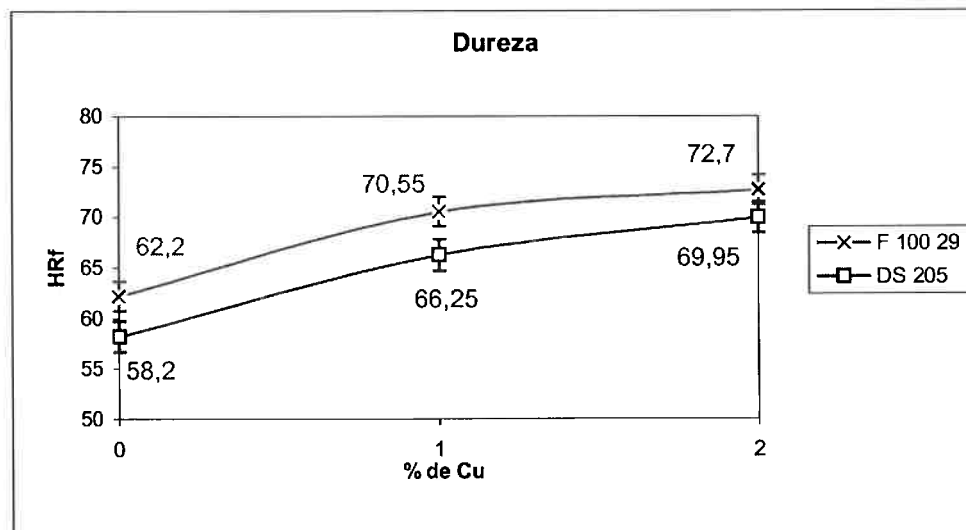


Figura 21: Dureza

A peça obtida a partir do pó F100.29 tem dureza maior. O aumento do teor de cobre ocasiona aumento da dureza

#### 11) Resistência

Os corpos de prova foram submetidos a um ensaio de flexão em 3 pontos

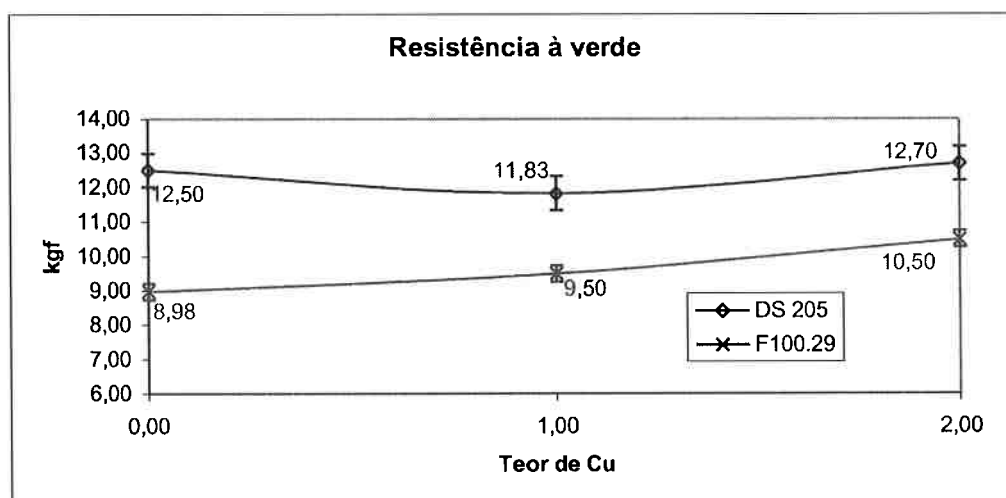


Figura 22: Resistência à verde



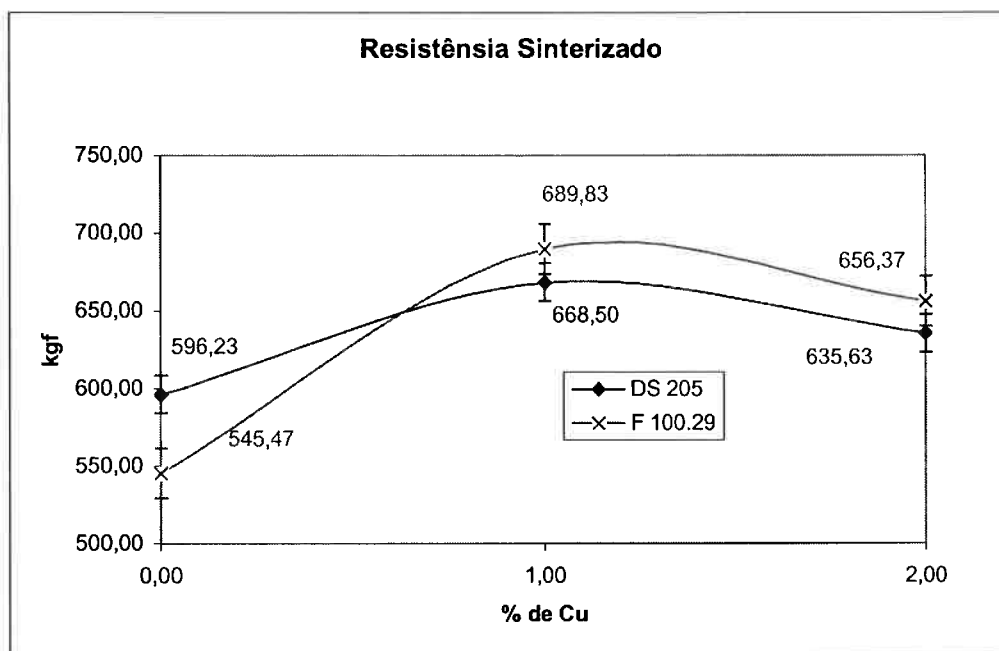


Figura 23: Resistência sinterizado

A resistência mecânica à verde do pó DS-205 é maior que a do F100.29

A resistência mecânica dos sinterizados aumenta para teores de 1% de cobre e diminui para teores de 2% de cobre, porém se mantém acima da resistência inicial. Esse resultado não era esperado, pois de acordo com o item 9) **Porosidade do sinterizado**, a porosidade aumenta, intuitivamente a resistência deveria diminuir, mas isso não ocorreu.

## 12) Microscopia óptica

O cobre presente nas misturas, durante a sinterização, passa para o estado líquido e por capilaridade se espalha pelas porosidades, deixando sua antiga posição vazia.

As microestruturas da **tabela 6** mostram ambas ligas, após a sinterização, com e sem a adição de cobre. Podemos observar que as ligas contendo cobre apresentam poros maiores, o que é um indicio de que o material que ocupava aquele espaço anteriormente saiu de lá, no caso o cobre. Esse mecanismo também pode ser observado nas **figuras 10 e 11**.

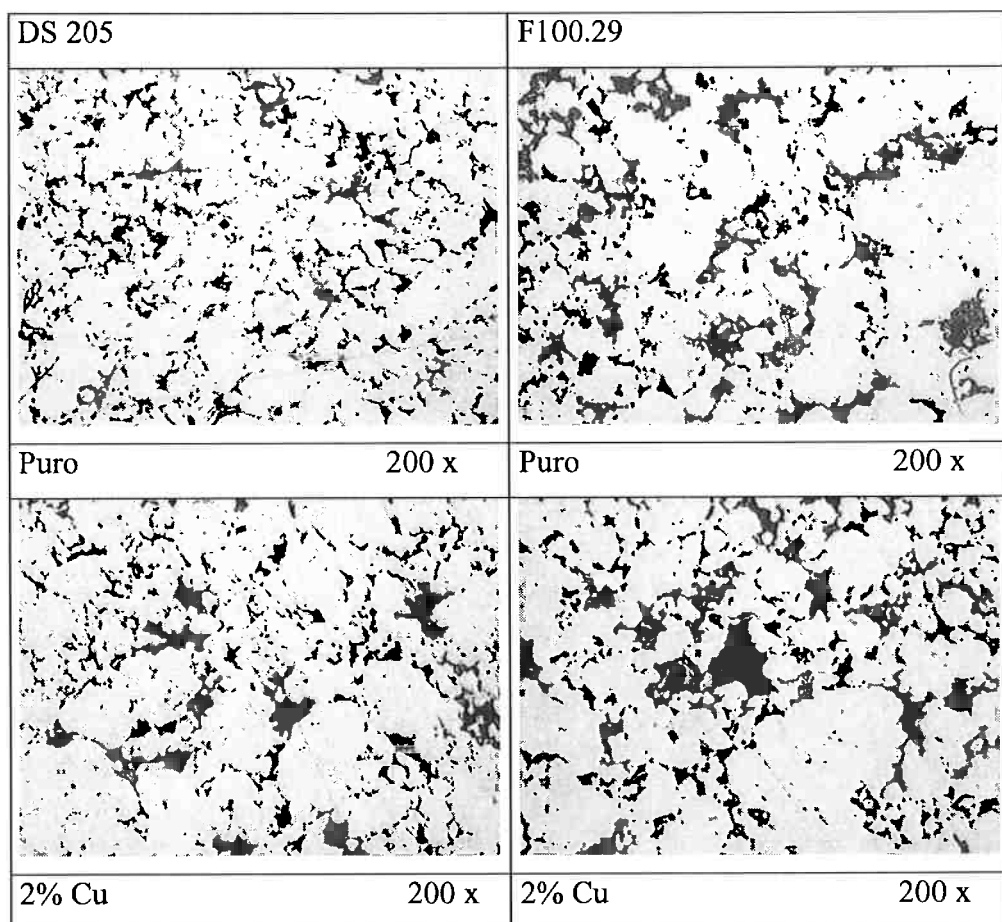


Figura 24: Porosidades variando de acordo com o teor de cobre

### 13)Microscopia Eletrônica de varredura

O formato de ambas partículas é bem semelhante, mas o pó DS 205 apresenta um sutil alongamento, que nas fotos da **figura 25** pode ser facilmente notado.

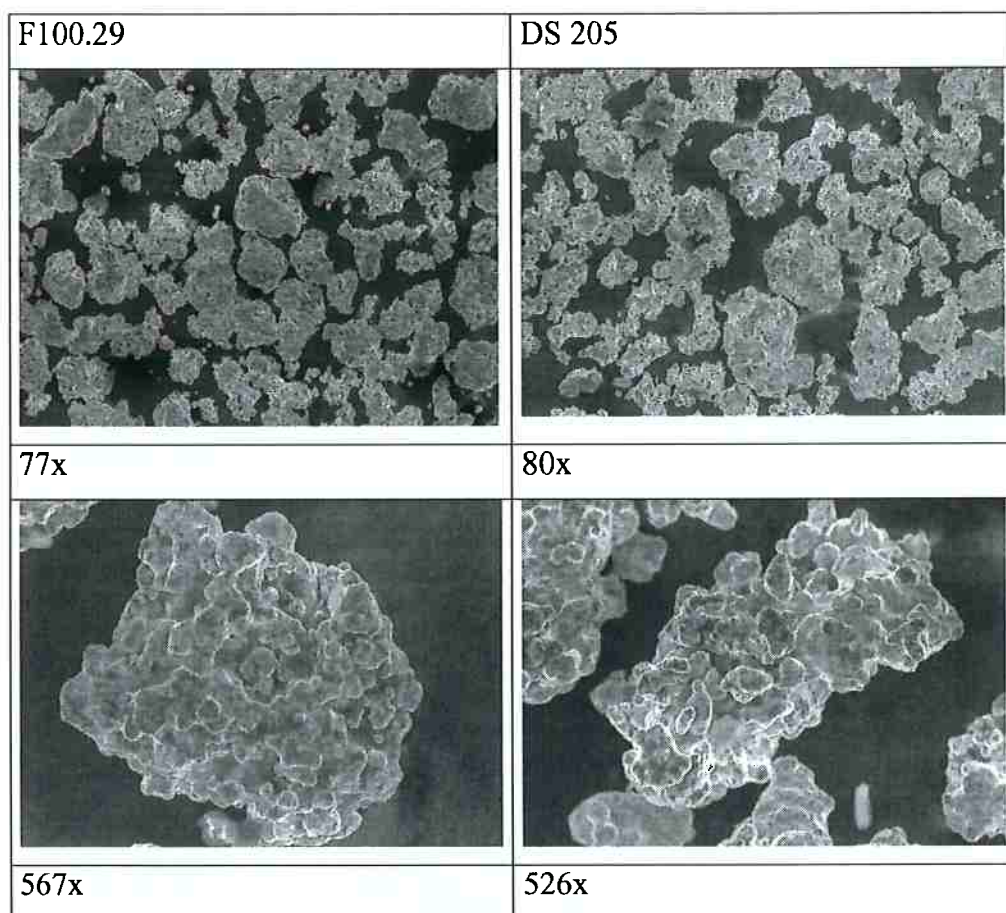


Figura 25: Formato das partículas por microscopia eletrônica de varredura

## VI) Conclusão

O pó F100.29 apresentou, em relação ao DS 205:

- Distribuição granulométrica semelhante
- Maior velocidade de escoamento
- Maior densidade do sinterizado
- Maior dureza após sinterizado
- Menor resistência à verde

A adição de cobre na liga representou:

- Maior variação dimensional positiva para os dois tipos de pó
- Aumento de porosidade
- Resistência mecânica
- Aumento na dureza final para os dois tipos de pó
- Convergência das taxas de escoamento

## VII) Referências Bibliográficas

1. German, R. M. Powder Metallurgy Science - 1946
2. Höganäs Handbook
3. Miskulin, M. C. Influência do Lubrificante na Resistência à Verde e Resistência do Sinterizado de Pó de Ferro Trifer DS 205
4. ASTM Standards, Volume 02.05
5. Metals Handbook