

SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA DE LIGAS Fe-Ni-P INJETADAS

Severino Cesarino da Nóbrega Neto (1)(2)

Aloísio Nelmo Klein (2)

Paulo Antonio Pereira Wendhausen (2)

Víctor Bruno Canever (2)

(1) Centro Federal de Educação Tecnológica da Paraíba, Coordenação de Mecânica.

(2) Universidade Federal de Santa Catarina, Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Laboratório de Materiais, 88040-900, CP 476, Florianópolis, SC, Brasil. E-mail: cesarino@pg.materiais.ufsc.br

Resumo

Dentro da moldagem de pós por injeção, o sistema de liga Fe-Ni representa um papel de extrema importância industrial. A sua alta resistência mecânica associada a uma boa ductilidade faz com que este sistema de liga seja um dos mais empregados na indústria atual. Tradicionalmente, a temperatura de sinterização para as ligas Fe-Ni está compreendida na faixa de 1200 a 1250°C. Neste trabalho foi avaliado a introdução do fósforo ao sistema Fe-Ni, e a sua influência sobre a sinterabilidade e estabilidade dimensional dos componentes injetados. O fósforo, quando combinado com o ferro propicia o aparecimento de uma fase líquida a baixa temperatura (1049°C), que por sua vez interfere diretamente na difusividade do sistema. Um outro aspecto abordado neste trabalho é a porosidade resultante para as ligas Fe-Ni-P injetadas.

Palavras-chave: Moldagem por injeção, Fase líquida, Sinterabilidade, Porosidade

1. INTRODUÇÃO

O sistema de liga Fe-Ni, juntamente com os aços inoxidáveis representam as classes de materiais mais utilizados atualmente na indústria de moldagem de pós por injeção. De acordo com Zhang e German (1991), as ligas com até 6% de níquel são utilizadas em aplicações industriais variando de automóveis até aviões. Segundo Hwang e Shiau (1996), tanto na metalurgia do pó como na moldagem de pós por injeção, o níquel é um elemento de liga muito comum. Ele promove uma maior densificação na sinterização e aumenta a resistência, tenacidade e resistência a corrosão. O níquel abaixa a temperatura de transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ expandindo o campo $\alpha + \gamma$. Como ressalta Bain e Paxton (1966), o níquel é um elemento essencialmente gamagêneo.

Dentro da metalurgia do pó, o fósforo é reconhecido por ser um potente endurecedor do ferro e por apresentar a formação de uma fase líquida a baixa temperatura (1049°C). Além destes fatores, tanto Bain e Paxton como Lindskog et al (1977) deixam claro que o fósforo é um elemento essencialmente alfacênico. Lindskog e Carlsson (1972) ressaltam ainda que o fósforo deve ser adicionado em teores até 0,6% em peso, uma vez que este afeta diretamente as tolerâncias dimensionais dos componentes, podendo, em alguns casos, inviabilizar por completo o componente.

Tratando-se especificamente de componentes injetados, muito pouco tem sido pesquisado com relação a sinterização com fase líquida. O processo de moldagem de pós por injeção tem como uma das suas características a produção de componentes com pequenas dimensões e tolerâncias geométricas apertadas. Conforme German (1990), após a remoção do ligante os componentes injetados estão frequentemente próximos de 60% da densidade, enquanto que a densidade final após a sinterização aproxima-se de 100%. Portanto, a sinterização envolve uma substancial retração. Assim sendo, uma grande quantidade de fase líquida não pode ser utilizada porque o componente não apresenta a rigidez suficiente durante a sinterização para manter a sua forma, além do que, a retração inerente do processo, associado a um maior gradiente de retração proporcionado pela fase líquida, pode comprometer as dimensões finais do componente.

Este estudo foi realizado com o objetivo de se analisar o comportamento dimensional de componentes injetados sinterizados na presença de fase líquida. Para tanto, o fósforo foi introduzido gradativamente na forma de um portador Fe₃P a liga Fe-7Ni e foi feito um estudo da estabilidade dimensional destes componentes. Ainda dentro deste trabalho, foi realizado um estudo dilatométrico relativo ao efeito do fósforo sobre a sinterabilidade das ligas Fe-7Ni e como complemento, um pequeno estudo com relação a porosidade destes componentes.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para a realização do trabalho, foi injetado um corpo de prova do tipo retangular com comprimento igual a 24,5mm. As características dos pós utilizados no processo estão apresentadas na tabela 1. O sistema de ligante empregado foi do tipo multicomponente, sendo constituído por polipropileno, parafina e acetato de vinil etila (EVA). A quantidade de cada um destes no sistema, está indicado na tabela 2.

Tabela 1. Discriminação dos pós metálicos

Pó	Fabricante	Tipo	Tamanho Médio (µm)
Ferro	BASF	CL	6
Níquel	INCO	123	5
Fe ₃ P	SCM	P-120	<74

Tabela 2. Composição do ligante

Componente	(%) em massa da mistura
Polipropileno	3,63
Parafina	3,47
Acetato de Vinil Etila	1,40
Total	8,50

A mistura do pó metálico com o sistema ligante foi realizado em um misturador do tipo sigma, com controle de tempo, temperatura e torque. Para uma maior homogeneização da mistura, a massa de pó metálico foi previamente misturada por 30 minutos em um misturador do tipo Y, e a mistura do pó com os elementos do sistema ligante foi feita em três bateladas separadas. Para todas as bateladas, a temperatura empregada foi de 160°C, enquanto que o torque foi mantido a 60 rpm e o tempo em 30 minutos.

As amostras foram injetadas em uma máquina Arburg 320S, com força de fechamento de 50 toneladas, e a pressão de injeção utilizada para todas as amostras foi de 1200 bar.

A remoção do sistema ligante foi realizada em duas etapas distintas, sendo a primeira feita através de processamento químico e a segunda através de processamento térmico.

Para a remoção química do ligante foi utilizado como solvente hexano aquecido a 50°C. As amostras foram expostas primeiramente ao vapor de hexano por 2 horas e em seguida foram imersas no hexano aquecido por 4 horas. Ao final da etapa de remoção química, toda a parafina contida no sistema ligante tinha evaporado.

Após a etapa de remoção química, as amostras foram submetidas a remoção térmica, para a retirada do polipropileno e do EVA. O forno utilizado foi do tipo tubular e a taxa de aquecimento foi de 5°C/min, até atingir-se a temperatura de 450°C, onde foi executado um patamar por 60 minutos. No mesmo ciclo de remoção térmica, foi realizada a pré-sinterização das amostras, usando-se para tanto uma temperatura de 850°C por 15 minutos. Todo o ciclo de remoção térmica e pré-sinterização foi realizado na presença de um fluxo constante de hidrogênio.

A sinterização foi realizada também em forno do tipo tubular, e para tanto utilizou-se uma taxa de aquecimento média de 20°C/min em fluxo de hidrogênio constante. As amostras foram sinterizadas em duas temperaturas diferentes, sendo a primeira em 1000°C e a segunda em 1100°C. O tempo de permanência a temperatura final de sinterização para todas as amostras foi de 30 minutos.

As ligas utilizadas no trabalho estão indicadas na tabela 3.

Tabela 3. Discriminação das ligas

Liga	Composição (% peso)
01	Fe-7Ni
02	Fe-7Ni-0,2P

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Estudo da sinterabilidade

O estudo da sinterabilidade para as amostras foi feito a partir de ensaios dilatométricos. Os ensaios foram realizados em um dilatometro do tipo BP RB 2000 e as condições foram as mesmas para todas as amostras. A temperatura máxima foi de 1100°C e a taxa de aquecimento empregada foi de 10°C/min. Os ensaios foram realizados sob um fluxo constante de hidrogênio. A figura 01 apresenta os resultados dos ensaios dilatométricos.

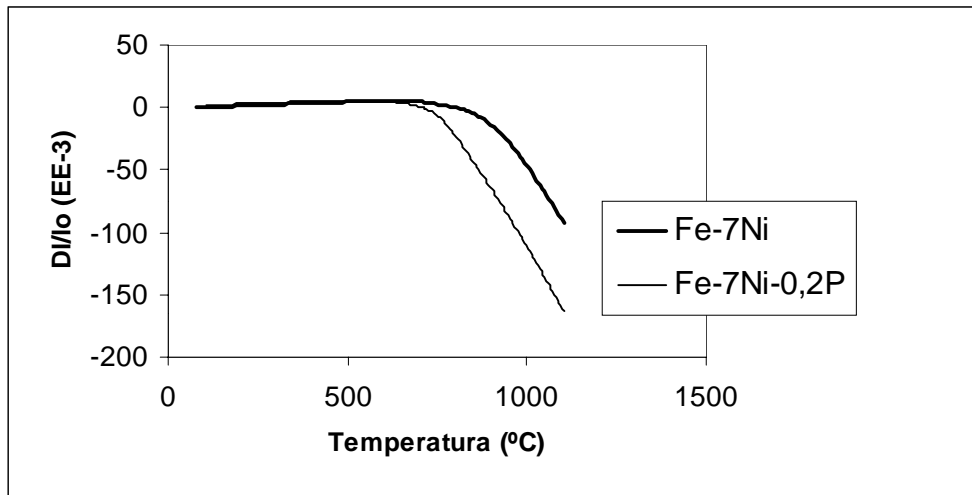


Figura 1. Análise dilatométrica para as ligas 01e 02

Como podemos perceber através da figura 01, a introdução do fósforo a liga Fe-7Ni provoca um deslocamento significativo no ponto de início de retração da amostra. Através da análise dilatométrica é possível também avaliar-se em que nível se dá a retração dimensional das amostras.

3.2 Comportamento dimensional

Para o estudo do comportamento dimensional, foram sinterizadas 5 amostras de cada liga em duas temperaturas diferentes. A tabela 4 apresenta a retração média das amostras para cada condição de sinterização.

Tabela 4. Retração das amostras

Liga	Amostra	Temperatura de Sinterização (°C)	Comprimento Inicial (mm)	Comprimento Final (mm)	Retração (%)
01	Fe-7Ni	1000	24,5	21,9	10,61
02	Fe-7Ni-0,2P	1000	24,5	21,5	12,24
01	Fe-7Ni	1100	24,5	21,1	13,88
02	Fe-7Ni-0,2P	1100	24,5	20,4	16,73

Os resultados apresentados mostram que a temperatura de sinterização é um fator preponderante na retração das amostras. Como pode ser visto na tabela 4, o conjunto de ligas Fe-7Ni-0,2P sinterizadas na temperatura de 1100°C foi a que apresentou a maior retração. Além do encolhimento natural devido a eliminação da porosidade residual do processo, estas amostras ficaram submetidas a fase líquida proveniente da fusão do eutético Fe₃P. Comparando a retração média das ligas 01 com aquelas das ligas 02 sinterizadas na mesma temperatura, fica evidente que a fase líquida influencia diretamente na retração final das amostras.

3.3 Análise da porosidade

A porosidade foi analisada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Na figura 02 apresenta-se a porosidade residual para a liga Fe-7Ni-0,2P sinterizada na temperatura de 1000°C enquanto que na figura 03 é mostrada a porosidade residual para esta mesma liga sinterizada na temperatura de 1100°C. Como podemos perceber claramente, o aumento de 100°C na temperatura de sinterização é capaz de diminuir consideravelmente a porosidade residual na amostra.

É necessário ressaltar-se que, para a segunda condição de sinterização, ou seja para temperatura de 1100°C existe a contribuição efetiva da fase líquida formada com a decomposição do eutético Fe₃P a 1049°C. No entanto, como as partículas de Fe₃P adicionadas foi de tamanho muito grande, a fusão do mesmo acarretou a presença de vazios relativamente grandes, como pode ser visto na figura 04.

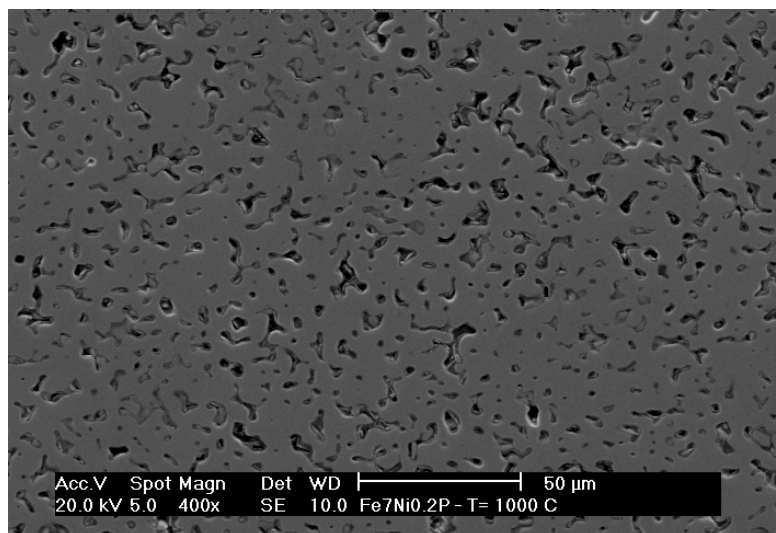


Figura 2. Liga Fe-7Ni_{0,2}P (MEV 400x)

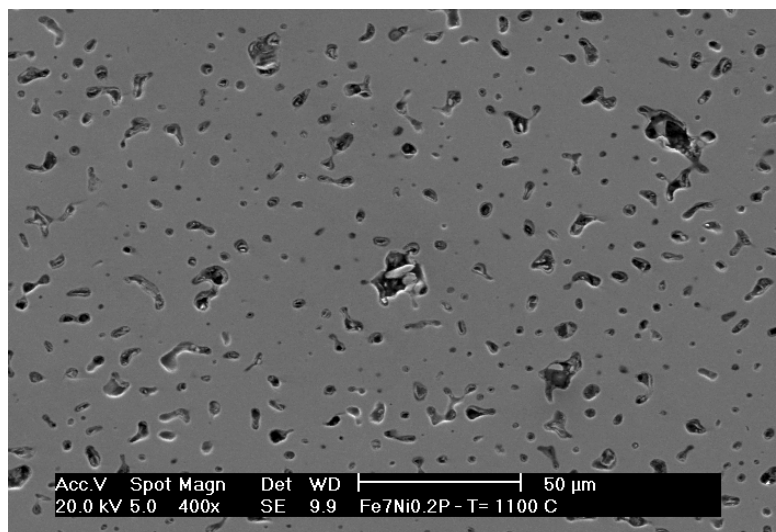


Figura 3. Liga Fe-7Ni_{0,2}P (MEV 400x)

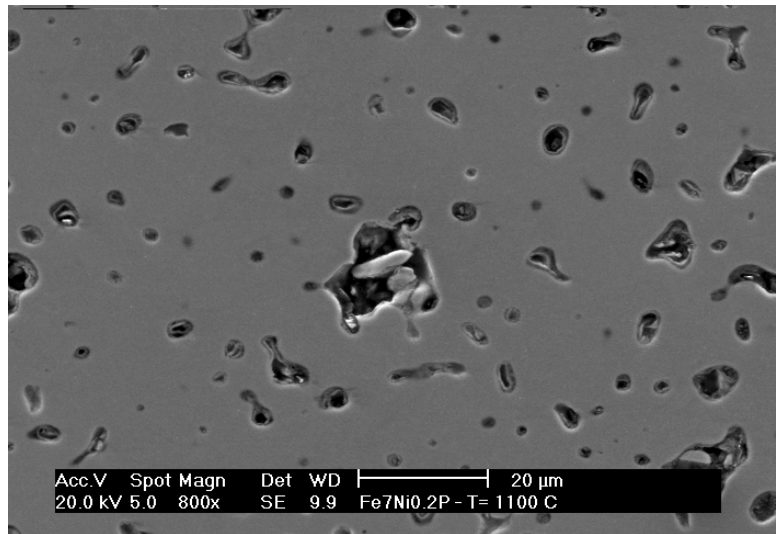


Figura 4. Liga Fe-7Ni-0,2P (MEV 800x)

4. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados apresentados, podemos concluir que a introdução de uma pequena quantidade de fósforo ao sistema de liga Fe-7Ni é capaz de modificar consideravelmente a temperatura de início de retração deste sistema.

A sinterização na presença de uma fase líquida dos componentes injetados, interfere diretamente na estabilidade dimensional dos componentes, aumentando consideravelmente a retração nas amostras, sendo necessário portanto, atenção especial com relação as tolerâncias dimensionais finais dos componentes.

Os componentes injetados e sinterizados na presença de fase líquida, apresentaram uma menor porosidade residual do que aqueles sinterizados sem a presença de fase líquida. No entanto, é necessário que se tenha um perfeito controle sobre o tamanho de partícula do portador de liga, de forma a que estes não venham a deixar vazios nos componentes e , conseqüentemente, comprometer a densidade final destes.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao programa PRONEX (Programa de Apoio a Núcleos de Excelência) - Finep, que financiou esta pesquisa.

6. REFERÊNCIAS

- Zhang, H., German, R. M., 1991, “The Role of Nickel in Powder Injection Molding”, The International Journal of Powder Metallurgy, Princeton, Vol. 27, No.3, pp.249-254.
- Hwang, K. S. and Shiau, M. Y. Effects of Nickel on the Sintering Behavior of Fe-Ni Compacts Made From Composite and Elemental Powders. Metallurgical and Materials Transactions B, Volume 27B, April 1996, pp. 203-211.
- Bain, E. C., Paxton, W. B., 1966, “Alloying Elements in Steel”, New York, ASM.

- Lindskog, P., Tengzelius, J. and Kvist, S. A. Phosphorus as an Alloying Element in Ferrous P/M. Modern Developments in Powder Metallurgy, Vol.10, H. H. Hausner (ed.), Plenum Press, N. Y. 1977, p. 97-128.
- Lindskog, P., Carlsson, A., 1972, "Sintered Alloys Based on Sponge iron Powder With Additions of Ferrophosphorus", Powder Metallurgy International, Vol. 4, n.1, pp.39-43.
- German, Randal M., 1990, "Powder Injection Molding", Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, USA, 521p.