



EVOLUÇÃO DA SINTERIZAÇÃO DA LIGA Fe-7Ni MOLDADA POR INJEÇÃO

Severino Cesarino da Nóbrega Neto

Centro Federal de Educação Tecnológica da Paraíba - COMEC

Av. 1º de Maio, 720 – Jaguaribe, João Pessoa – PB, CEP 58015-430

cesarino@pg.materiais.ufsc.br

Aloísio Nelmo Klein

Universidade Federal de Santa Catarina – EMC - LABMAT

Campus Universitário – Trindade, Florianópolis – SC, CEP 88040-900, CP 476

klein@materiais.ufsc.br

Paulo Antonio Pereira Wendhausen

Universidade Federal de Santa Catarina – EMC - LABMAT

Campus Universitário – Trindade, Florianópolis – SC, CEP 88040-900, CP 476

paulo@materiais.ufsc.br

Resumo. Amostras da liga Fe-7Ni (em peso) foram preparadas a partir de pós elementares através da moldagem de pós por injeção (Powder Injection Molding). A evolução da sinterização foi estudada e para tanto foram utilizadas cinco temperaturas diferentes (700, 800, 900, 1000, e 1100°C). Análises de microscopia eletrônica de varredura associada à espectrometria de energia dispersiva mostraram que a homogeneização da microestrutura para a liga Fe-7Ni ocorre para altas temperaturas de sinterização enquanto que através de ensaios de dilatométrica e análise da porosidade residual observou-se que a densificação para esta liga se dá preferencialmente dentro do campo ferrítico.

Palavras-chave: moldagem por injeção, sinterização, densificação, homogeneização.

1. INTRODUÇÃO

A moldagem de pós por injeção é uma técnica de processamento desenvolvida para a produção de componentes que apresentam no seu corpo uma alta complexidade geométrica e que requeiram altas taxas de densificação. Diferentemente da compactação de pó em matriz onde a densificação dos componentes se dá durante a moldagem, nesta técnica toda a densificação acontece durante a sinterização, que é acompanhada de uma alta retração linear. Dessa forma, a sinterização tem uma importância fundamental dentro do processo de moldagem de pós por injeção, pois todas as propriedades resultantes nos componentes estão intimamente relacionadas a esta etapa.

Dentro do campo da moldagem de pós por injeção ferrosa, o níquel é um elemento bastante utilizado, pois, conforme Hwang et al (1993), a sua adição ao ferro ativa o processo de sinterização. Já segundo Zhang e German (1991), a sua introdução ao ferro altera diversos fatores, como por exemplo, resistência mecânica, dureza, tenacidade e resistência à corrosão. De acordo com Hwang e Shiau (1996), um outro aspecto importante da utilização do níquel como elemento de liga se dá em função do gradiente de composição formado durante a sinterização. As partículas de níquel dispersas na matriz de pó de ferro geram um gradiente químico durante a sinterização que acelera a difusão e, por consequência, a densificação. Entretanto, a diferença existente entre os coeficientes

de difusão do ferro e do níquel, além do efeito estabilizador da fase austenítica apresentada pelo níquel podem interferir na sinterização dos componentes.

Assim sendo, este trabalho tem como objetivo apresentar a evolução da sinterização da liga Fe-7Ni processada através da moldagem de pós por injeção, e para tanto foram empregadas técnicas de microscopia eletrônica de varredura e análise dilatométrica.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A liga Fe-7Ni foi formada a partir de pós elementares carbonila, e as características dos pós utilizados estão apresentadas na Tab. (1). A morfologia das partículas de pó podem ser vistas nas Figuras (1) e (2).

Tabela 1. Características dos pós utilizados.

Tipo de Pó	Ferro	Níquel
Designação comercial	CL	Ni 123
Fornecedor	BASF	INCO
Tamanho médio de partícula (µm)	7,84	8,66
Carbono residual	< 0,05	< 0,05

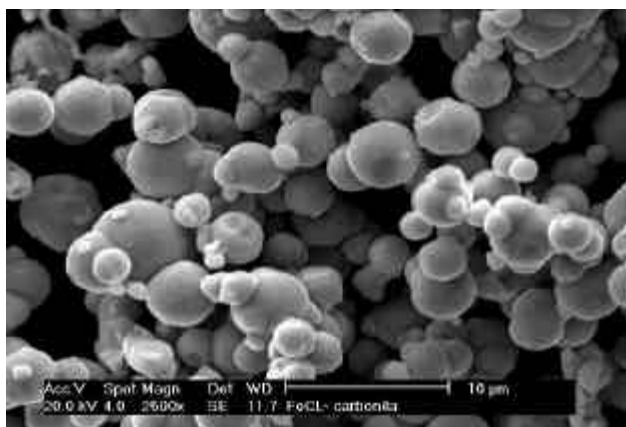


Figura 1. Morfologia das partículas de ferro

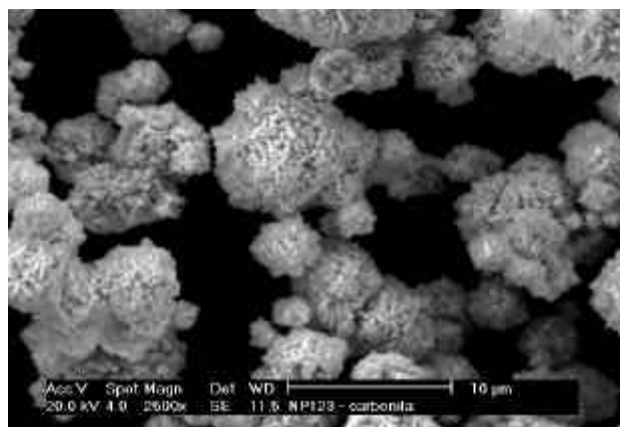


Figura 2. Morfologia das partículas de níquel

Analisando-se as Figuras (1) e (2) percebe-se que enquanto o pó de ferro apresenta uma morfologia perfeitamente esférica, as partículas de níquel apresentam uma forma esponjosa.

O ligante especificado foi do tipo multicomponente consistindo de 42,7% (em massa) de polipropileno, 40,8% de cera de parafina e 16,5% de acetato de vinil etileno (EVA). O ligante foi misturado com a carga de pó metálico em um misturador do tipo sigma e o carregamento sólido utilizado foi de 91,5% em massa de pó metálico (55,0% em volume). A massa resultante do processo de mistura (*feedstock*) foi injetada a 190°C e a remoção do ligante (*debinding*) foi realizada em duas etapas, sendo a primeira através da exposição dos componentes injetados em um solvente químico (hexano aquecido a 50°C) por 6 horas e a segunda etapa se deu através de degradação térmica sob fluxo de ar na temperatura de 250°C por 30 horas.

Na Fig. (3) pode ser visto o componente após a primeira etapa de remoção do ligante, onde se percebe a presença dos primeiros canais porosos resultantes da decomposição inicial do ligante pelo hexano aquecido. Já na Fig. (4) tem-se o componente injetado após a segunda etapa de remoção do ligante, ou seja, após a degradação térmica, onde se percebe a presença de partículas individuais de níquel rodeadas por partículas de ferro.

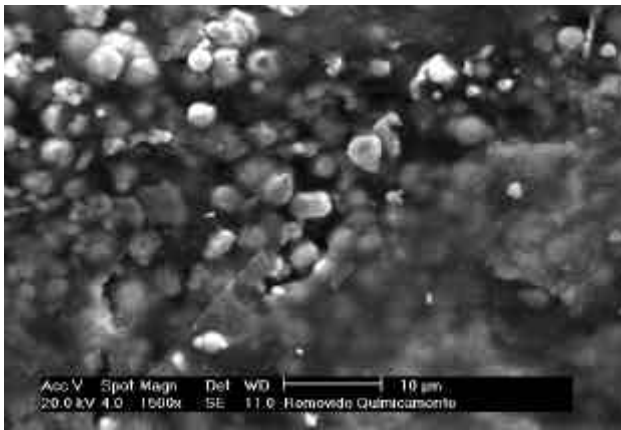


Figura 3. Componente após remoção química

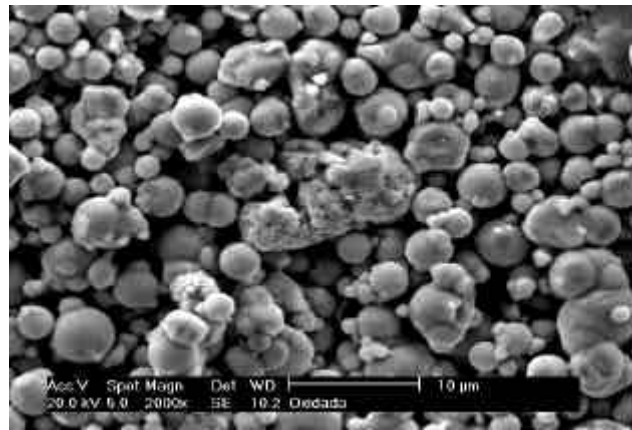


Figura 4. Componente após remoção térmica

Após a remoção do ligante os componentes foram sinterizados diretamente em um dilatômetro, sob atmosfera de hidrogênio puro pré-purificado a uma taxa de aquecimento de 10°C por minuto. O ciclo de sinterização foi interrompido nas temperaturas de 700, 800, 900, 1000 e 1100°C, e dessa forma foi possível avaliar-se a evolução da sinterização para a liga Fe-7Ni. Foram realizados ainda dois ciclos adicionais de sinterização nas temperaturas de 1100 e 1200°C com tempo de patamar isotérmico de 30 minutos, com o objetivo de avaliar-se a homogeneização da liga Fe-7Ni moldada por injeção.

3. RESULTADOS

3.1. Sinterização

A evolução da homogeneização em função da temperatura de sinterização para a liga Fe-7Ni pode ser analisada em termos de microestrutura através das Figuras (5) a (9). A quantificação da porosidade para estas Figuras foi realizada através do software IMAGO, desenvolvido pelo LMPT (Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas – Departamento de Engenharia Mecânica) da Universidade Federal de Santa Catarina.

Analisando-se a Fig. (5) percebe-se já a 700°C a presença dos primeiros sinais da sinterização através dos contatos entre as partículas, além de uma rede interconectada de poros e de duas fases distintas. A fase escura foi identificada através de espectrometria de energia dispersiva como sendo rica em ferro com pequenos traços de níquel, enquanto que a fase branca foi identificada como essencialmente níquel. Percebe-se através da Fig. (5) que as partículas de níquel encontram-se dispersas na matriz de ferro, e que, para esta temperatura de sinterização ainda é possível identificar-se claramente as partículas individuais deste elemento. Entretanto, para esta mesma temperatura de sinterização não é mais possível identificar-se as partículas individuais de ferro puro.

Quando a temperatura de sinterização foi alterada para 800°C, houve uma redução na porosidade residual com um conseqüente aumento nos contatos entre as partículas. Entretanto, a porosidade ainda permanece interconectada, como pode ser visto na Fig. (6). Nesta Figura ainda é possível perceber-se claramente a presença de partículas de níquel isoladas.

Para temperatura de sinterização de 900°C a Fig. (7) revela novamente a presença de regiões ricas em níquel, com uma nítida redução na porosidade residual. Nesta Fig. é possível observar-se ainda que a redução da porosidade residual implica no aparecimento em maior quantidade de regiões densificadas localizadas em torno das partículas de níquel. Entretanto, quando se compara a Fig. (7) com a Fig. (8), ou seja, quando a temperatura de sinterização foi alterada para 1000°C nota-se que o valor encontrado para a porosidade residual praticamente não foi alterado, e que as partículas de níquel continuam dispersas na matriz de ferro.

Já para temperatura de sinterização de 1100°C a microestrutura apresentada na Fig. (9) mostra novamente uma redução na porosidade residual e um aumento nas regiões densificadas. Um outro

aspecto visível nesta Figura é o aumento na homogeneização da liga, o que pode ser notado pela diminuição das regiões brancas ricas em níquel. A espectrometria de energia dispersiva revelou um aumento na quantidade de ferro dentro das áreas, como também uma maior concentração de níquel nas regiões escuras. Segundo Nakamura e Tsuya (1983), à medida que a temperatura de sinterização é elevada o níquel difunde gradualmente para dentro do ferro, isto é, a concentração de níquel na fase rica em níquel torna-se menor.

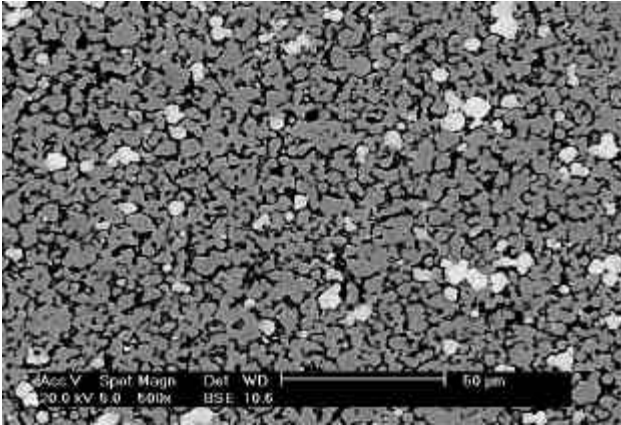


Figura 5. Fe-7Ni - Ts = 700°C (P = 29,67%)

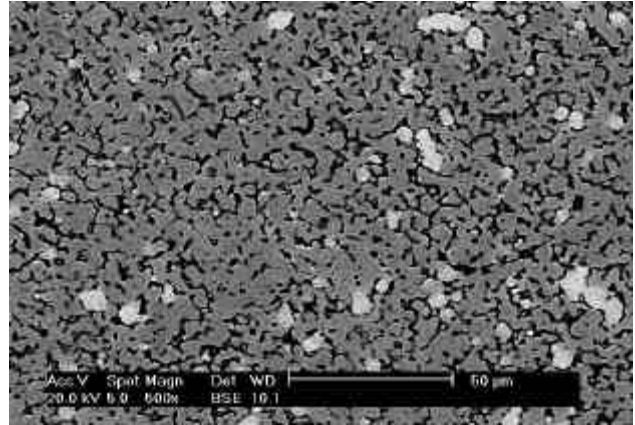


Figura 6. Fe-7Ni - Ts = 800°C (P = 25,57%)

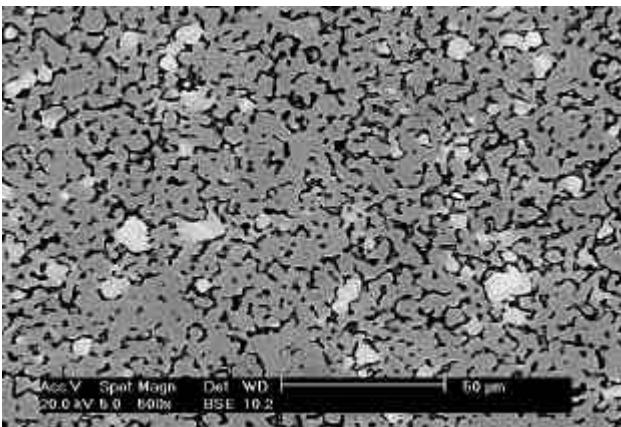


Figura 7. Fe-7Ni - Ts = 900°C (P = 22,95%)

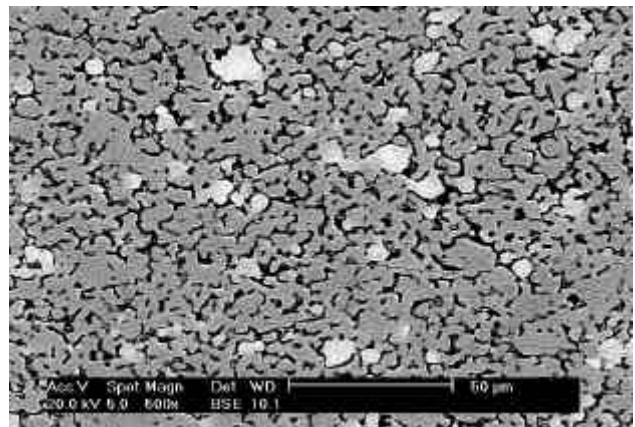


Figura 8. Fe-7Ni - Ts = 1000°C (P = 22,92%)

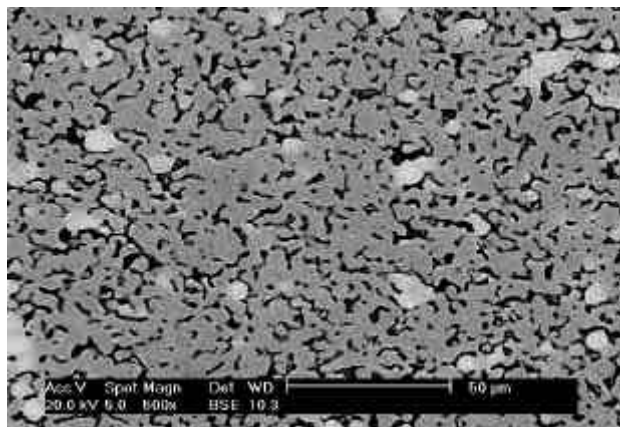


Figura 9. Fe-7Ni - Ts = 1100°C (P = 20,46%)

Com o objetivo de estudar-se a evolução da homogeneização durante a sinterização com o tempo de patamar isotérmico, amostras da liga Fe-7Ni foram sinterizadas nas temperaturas de 1100 e 1200°C por 30 minutos, e as suas microestruturas resultantes podem ser observadas nas Figuras (10) e (11).

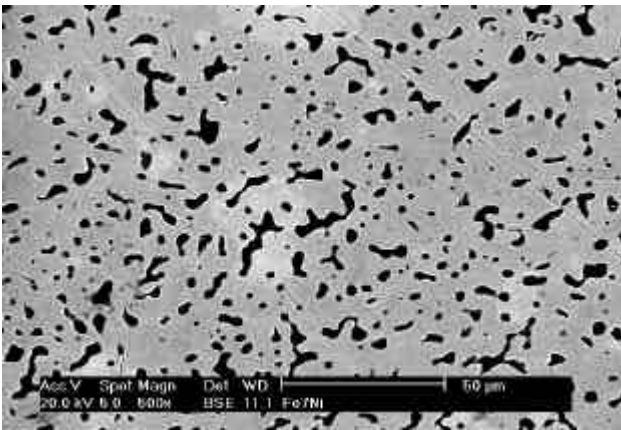


Figura 10. Fe-7Ni (Ts = 1100°C – t = 30 min)

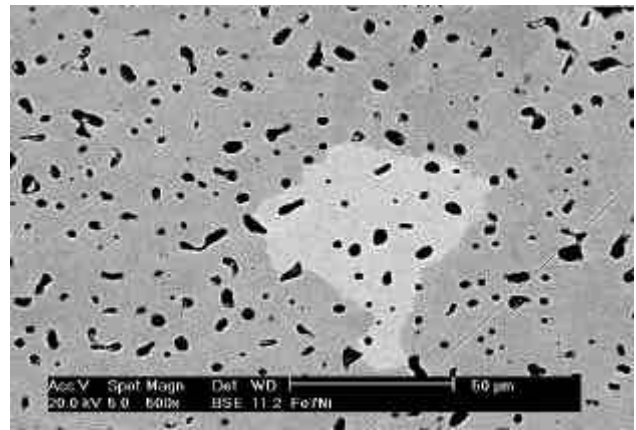


Figura 10. Fe-7Ni (Ts = 1200°C – t = 30 min)

Na Fig. (10), tem-se claramente uma amostra mais homogênea do que aquela apresentada na Fig. (9), mas mesmo nesta condição de sinterização ainda se percebe a presença de regiões esparsas ricas em níquel. Pode-se constatar também que, para esta condição de sinterização, a porosidade residual já não se encontra mais interconectada, o que se traduz numa considerável redução no seu valor residual que foi igual a 14,46%.

Para temperatura de sinterização de 1200°C e tempo de patamar isotérmico de 30 minutos, a microestrutura apresentada na Fig. (10) se apresenta com um nível de porosidade da ordem de 8,42%, e os poros se apresentam completamente isolados na matriz. Entretanto, apesar de utilizar-se uma alta temperatura de sinterização, uma completa homogeneização da liga Fe-7Ni ainda não foi alcançada como fica bastante claro através da região branca rica em níquel apresentada na Fig. (10).

3.2. Dilatometria

A análise dilatométrica foi utilizada com o objetivo de analisar-se a variação dimensional imposta as ligas do sistema Fe-7Ni e suas possíveis transformações alotrópicas durante a sinterização. Na Fig. (11) está apresentada a curva dilatométrica sem patamar isotérmico de sinterização. A taxa de aquecimento empregada foi 10°C por minuto e a atmosfera utilizada foi hidrogênio ultrapuro (99,999%).

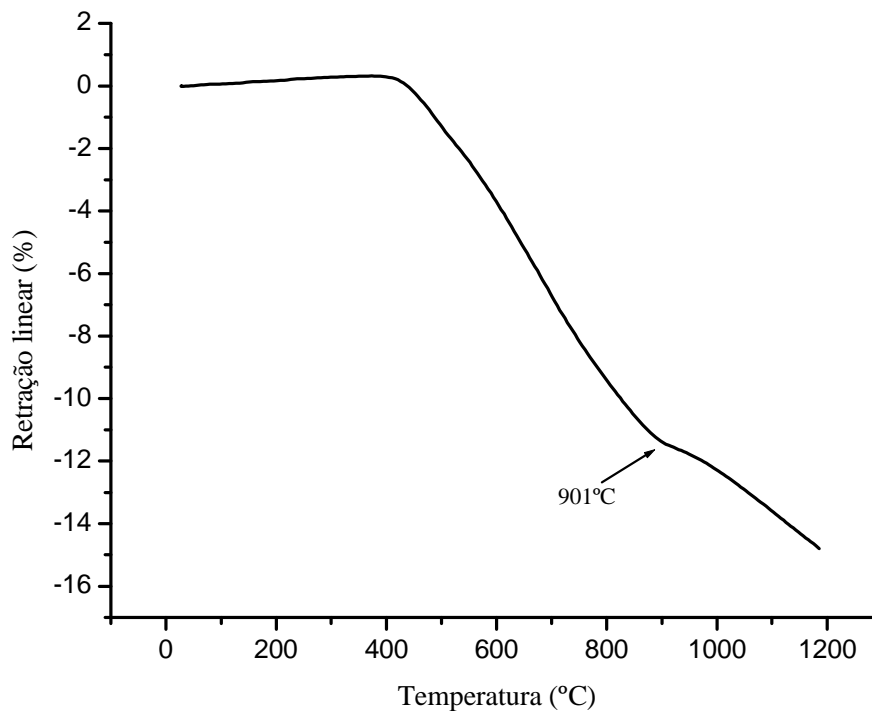


Figura 11. Curva dilatométrica para a liga Fe-7Ni

Analisando-se a Fig. (11) podemos perceber que a 700°C a retração linear apresentada pela amostra foi da ordem de 7,0%, enquanto que a 800°C a retração linear atingiu um valor próximo a 9,5%. Quando a temperatura de sinterização utilizada foi 900°C a amostra apresentou uma retração linear da ordem de 11,0%. Entretanto, quando a temperatura de sinterização foi alterada para 1000°C a retração linear apresentada foi de 12,0%.

Comparando-se os valores de retração linear encontrado através da dilatométrica com aqueles apresentados pela análise de porosidade residual, percebe-se que o aumento da temperatura de sinterização de 900 para 1000°C praticamente não interfere nestes parâmetros. A explicação para esta condição pode ser dada a partir da inflexão apresentada a 901°C na Fig. (11), que é o ponto de transformação alotrópica $\alpha \rightarrow \gamma$. De acordo com Thümmeler e Oberacker (1993), o maior fator de empacotamento apresentado pela célula cúbica de face centrada associado a um decréscimo no valor do coeficiente de autodifusão do ferro na fase γ comparado com a fase α , afetam diretamente as condições de sinterização. Segundo Zhang e German (1992), para ligas Fe-2Ni injetadas produzidas a partir de pós carbonila elementares, a maior parte da densificação ocorre abaixo de 1000°C. Ainda segundo estes autores, embora a densidade aumente pouco para temperaturas mais elevadas, existe uma significativa mudança na microestrutura que inclui a esferoidização dos poros e homogeneização do níquel, o que justifica as altas temperaturas utilizadas na sinterização de componentes injetados.

4. CONCLUSÕES

A evolução da sinterização para a liga Fe-7Ni injetada produzida a partir de mistura de pós elementares foi estudada. Ensaios de caracterização através de microscopia eletrônica de varredura, espectrometria de energia dispersiva, dilatométrica e análise de imagem foram utilizados e os resultados encontrados nos levam a concluir que a sinterização para esse sistema de liga se dá de forma heterogênea, ou seja, a homogeneização ocorre mais rapidamente dentro da região rica em ferro, enquanto que o níquel permanece isolado e sua homogeneização só acontecendo em altas temperaturas.

Entretanto, se a homogeneização da liga Fe-7Ni só acontece em altas temperaturas, através dos experimentos realizados foi possível também confirmar que a densificação para esta liga ocorre dentro do campo ferrítico, ou seja, abaixo de 900°C e, desta forma, para que se tenha um componente com as características mecânicas e microestruturais adequadas é necessário que se tenha um perfeito controle sobre as variáveis que interferem no ciclo de sinterização, tais como taxa de aquecimento, temperatura e tempo de patamar isotérmico.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq através do projeto PRONEX que financiou esta pesquisa.

6. REFERÊNCIAS

- Hwang, K.S. and Shiau, M.Y., 1996, "Effects of Nickel on the Sintering Behavior of Fe-Ni Compacts Made from Composite and Elemental Powders", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 27B, pp. 203-211.
- Hwang, K.S., Rau, R.F., Hwang, C.T. and Hsiao, M.Y., 1993, "Methods to Enhance the Sintering of Powder Injection Molded Iron Compacts", *Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, pp. 257-260.
- Nakamura, M. and Tsuya, K., 1983, "Effect of Heat Treatment on Structure and Mechanical Properties of Sintered Fe-Ni Alloys", *Powder Metallurgy*, Vol. 26, No. 3, pp. 149-154.
- Thümmeler F. and Oberacker, R., 1993, "Introduction to Powder Metallurgy", *The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy*, London, U.K., 332 p.

Zhang, H. and German, R. M., 1991, "The Role of Nickel in Iron Powder Injection Molding", The International Journal of Powder Metallurgy, Vol. 27, No. 3, pp. 249-254.
Zhang, H. and German, R. M., 1992, "Homogenization and Microstructure Effects on the Properties of Injection Molded Fe-2Ni Steel", Metallurgical Transactions A, Vol. 23A, pp. 377-382.

EVOLUTION OF SINTERING OF INJECTION MOLDED Fe-7Ni ALLOY

Severino Cesarino da Nóbrega Neto

Federal Center of Education Technology of Paraíba - COMEC
Av. 1° de Maio, 720 – Jaguaribe, João Pessoa - PB, Brazil, Zip Code 58015-430
cesarino@pg.materiais.ufsc.br

Aloisio Nelmo Klein

Federal University of Santa Catarina – EMC - LABMAT
Campus Universitário – Trindade, Florianópolis – SC, Brazil, Zip Code 88040-900, Po Box 476
klein@materiais.ufsc.br

Paulo Antonio Pereira Wendhausen

Federal University of Santa Catarina – EMC - LABMAT
Campus Universitário – Trindade, Florianópolis – SC, Brazil, Zip Code 88040-900, Po Box 476
paulo@materiais.ufsc.br

***Abstract.** Samples of Fe-7Ni (w/o) alloys were prepared of elemental powders by powder injection molding. The evolution of sintering was studied and were used five temperatures (700, 800, 900, 1000 and 1100°C). Scanning electronic microscopic associated to the dispersive energy spectrometry showed that the homogenization of microstructure of the Fe-7Ni alloy occurs at high sintering temperatures while that through of dilatometry analysis and residual porosity it was observed that densification occurs preferential in the **a** range.*

***Keywords:** injection molding, sintering, densification, homogenization.*