

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE TECNOLOGIA
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

Rafael Antonio Petersen Peripolli

**INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA DE
FERRO-FÓSFORO POROSA**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**Santa Maria, RS, Brasil
2019**

Rafael Antonio Petersen Peripolli

**INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA DE FERRO-
FÓSFORO POROSA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao
Curso de Graduação em Engenharia Mecânica
da Universidade Federal de Santa Maria
(UFSM, RS) como requisito parcial para
obtenção do título de **Engenheiro Mecânico**.

Orientadora: Prof^a Dr^a. Natália de Freitas Daudt

Santa Maria, RS, Brasil
2019

Rafael Antonio Petersen Peripolli

**INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA DE FERRO-
FÓSFORO POROSA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao
Curso de Graduação em Engenharia Mecânica
da Universidade Federal de Santa Maria
(UFSM, RS) como requisito parcial para
obtenção do título de **Engenheiro Mecânico**.

Aprovado em 16 de julho de 2019

Natália de Freitas Daudt, Dra. (UFSM)
(Presidente/Orientador)

Inácio da Fontoura Limberger, Dr. (UFSM)

Tiago dos Santos, Dr. (UFSM)

Santa Maria, RS, Brasil
2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à Deus, aos meus pais Antonio “In Memoriam” e Rosangela, ao meu irmão Gustavo, à minha namorada Silvia e toda a família que fez parte dessa conquista, pois sem eles este trabalho e muitos dos meus sonhos não se realizariam.

AGRADECIMENTOS

A concretização deste trabalho ocorreu, principalmente, pelo auxílio, compreensão e dedicação de várias pessoas. Agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram para a conclusão deste estudo e, de uma maneira especial, agradeço:

- A minha família, em especial a meus pais, Antonio “*In Memoriam*” e Rosangela, ao meu irmão Gustavo e à minha namorada Silvia por todo incentivo, exemplo, fonte de motivação e por não medirem esforços para me dar apoio em todos os momentos de minha vida.

- A minha orientadora, professora Natália Daudt, pela competência, seriedade, dedicação, experiência e conhecimentos compartilhados na elaboração deste trabalho.

- Aos professores presentes na graduação, que me capacitaram e trouxeram conhecimento, contribuindo para a formação pessoal e profissional como engenheiro.

- Ao LADIPP, principalmente à Professora Morgana Pizzolato por me possibilitar a experiência profissional durante todo período na equipe, compartilhando conhecimento e alavancando experiências de engenharia ao longo do curso.

- Aos Professores Inácio Limberger, Natália Daudt e Cristiano Scheuer, por todo espaço, condições, ferramentas e auxílio para que o trabalho pudesse ser realizado e posto em prática, e por ceder seus respectivos laboratórios.

- Ao Departamento de Engenharia Mecânica da UFSM, por propiciar toda a infraestrutura necessária a meu desenvolvimento, tanto em sala de aula como em meus projetos.

- Ao Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, por disponibilizar os equipamentos e matéria-prima para realização das etapas práticas do estudo.

- Ao Laboratório de Metalografia – Mecânica do Colégio Técnico Industrial de Santa Maria (CTISM), por disponibilizar a máquina de ensaio de compressão.

Por fim, agradeço à Universidade Federal de Santa Maria e a todos os envolvidos que de alguma forma estiveram presentes nestes anos relativos ao curso.

RESUMO

INVESTIGAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DA LIGA DE FERRO-FÓSFORO POROSA

Autor: Rafael Antonio Petersen Peripolli
Orientadora: Prof^a Dr^a. Natália de Freitas Daudt

O presente trabalho teve como objetivo produzir e ensaiar amostras porosas de uma liga ferro-fósforo porosa, através da metalurgia do pó. Foram analisadas três amostras com diferentes porcentagens de materiais e diferentes processos de produção. Inicialmente, o pó metálico e os componentes ligantes foram misturados de maneira mecânica e térmica, até obter um material de trabalho (*feedstock*) homogêneo de injeção. Em seguida, o *feedstock* foi compactado a quente para simular o processo de Moldagem por Injeção de Pós Metálicos na forma de cilindros com 12 mm de diâmetro e 10 mm de altura. Na sequência, as amostras 50:50 – *Forno* e 50:50 – *Plasma* com composição de 50 vol.% Fe-4%P e 50 vol.% ligantes, foram submetidas ao processo de extração química em banho de Hexano. Além disso, as amostras foram submetidas a extração térmica do ligante em forno resistivo, com exceção da amostra 50:50 – *Plasma* que foi realizada no reator de plasma. Por último, a etapa de sinterização foi realizada a 1050 °C a fim de promover a consolidação do pó metálico. Após o processo de sinterização, que foi realizado nas amostras anteriores e também na amostra 98:2 – *forno* com composição de 98 vol.% Fe-4%P e 2 vol.% ligantes, conclui-se a pesquisa com a investigação das propriedades mecânicas, através de testes de compressão. Os resultados reportaram que as amostras apresentaram boa resistência mecânica. Além disso, a morfologia dos pós do material de partida foi investigada por microscopia eletrônica e seu efeito na microestrutura e porosidade final foi avaliado através de microscopia ótica das amostras sinterizadas. A porosidade das amostras foi relativamente baixa de até 50%. A amostra com maior porosidade foi a 50:50 – *Plasma*, isso se deve ao fato de a extração térmica assistida por plasma realizar uma pré-sinterização na superfície da amostra, deixando seu interior mais poroso. Portanto, para uma aplicabilidade em próteses ósseas a amostra mais adequada é a 50:50 – *Plasma*. Mas em termos de resistência mecânica, a amostra 98:2 – *Forno* apresentou melhor desempenho.

Palavras-chave: Liga Ferro-Fósforo, Ensaio de Compressão, Propriedades Mecânicas, Metalurgia do Pó, Moldagem por injeção de pós metálicos.

ABSTRACT

RESEARCH ON MECHANICAL PROPERTIES OF THE POROSA IROSOPHORUS ALLOY

AUTHOR: Rafael Antonio Petersen Peripolli
ADVISOR: Prof^a Dr^a Natália de Freitas Daudt

The present work aimed to produce and test porous samples of a porous ferro-phosphor alloy through powder metallurgy. Three samples with different material percentages and different production processes were analyzed. Initially, the metal powder and the binder components were mechanically and thermally mixed until a homogeneous injection feedstock was obtained. The feedstock was then hot compacted to simulate the Metal Powder Injection Molding process in the form of cylinders 12 mm in diameter and 10 mm in height. Following, the samples 50:50 - Oven and 50:50 - Plasma with composition of 50 vol% Fe-4% P and 50 vol% binders were submitted to the chemical extraction process in Hexane bath. In addition, the samples were submitted to thermal extraction of the binder in a resistive furnace, except for the 50:50 - Plasma sample that was performed in the plasma reactor. Finally, the sintering step was performed at 1050 °C in order to promote the consolidation of the metallic powder. After the sintering process, which was performed in the previous samples and in the sample 98: 2 - furnace with composition of 98 vol% Fe-4% P and 2 vol% binders, the research concludes with the investigation of the properties. mechanical, through compression tests. The results reported that the samples presented good mechanical resistance. In addition, the morphology of the starting material powders was investigated by electron microscopy and their effect on the microstructure and final porosity was evaluated by optical microscopy of the sintered samples. The porosity of the samples was relatively low up to 50%. The sample with the highest porosity was 50:50 - Plasma, due to the fact that plasma assisted thermal extraction pre-sintered the sample surface, leaving its interior more porous. Therefore, for applicability in bone prostheses the most suitable sample is 50:50 - Plasma. But in terms of mechanical strength, sample 98: 2 - Oven showed better performance.

Keywords: Ferro-Phosphorus Alloy, Compression Testing, Mechanical Properties, Powder Metallurgy, Injection Molding of Metal Powders.

LISTA DE TABELAS E QUADROS

Tabela 1 - Amostras produzidas.	23
Tabela 2 - Composição química do pó de Fe-4%P.	24
Tabela 3 - Valores de porosidade obtidos através do software ImageJ.....	39
Quadro 1 - Variáveis de processamento da sinterização e seus efeitos.....	21

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Exemplo de peças automotivas produzidas com metalurgia do pó.	14
Figura 2 - Processo de Moldagem por Injeção de Metal.....	16
Figura 3 - Três situações possíveis em uma mistura de pó-ligante	18
Figura 4 - Os três estágios da sinterização em estado sólido: esquerda: estágio inicial, centro: estágio intermediário, direita: estágio final.	21
Figura 5 - Diagrama de fase da liga Fe-P	22
Figura 6 - Morfologia do pó de partida Fe – 4% P.....	24
Figura 7 - Molde para compactação do pó metálico.	25
Figura 8 - Componentes do molde para compactação do pó metálico.....	26
Figura 9 - Amostras após extração química, fabricadas com diferentes pressões para testes preliminares.	26
Figura 10 - Prensagem do pó metálico (prensa hidráulica).	27
Figura 11 - Exemplo de amostras logo após a compactação.....	27
Figura 12 - Amostras imersas em banho de Hexano (C ₆ H ₁₄).....	28
Figura 13 - Forno tubular resistivo do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.	29
Figura 14 - Fluxograma do processo de fabricação das amostras.	30
Figura 15 - Amostras embutidas em baquelite após sinterização.....	31
Figura 16 - Exemplo do <i>ImageJ</i>	33
Figura 17 - Equipamento utilizado para realização do ensaio de compressão.	34
Figura 18 - Amostra do primeiro experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico	37
Figura 19 - Amostra do segundo experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico.	38
Figura 20 - Amostra do terceiro experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico.	38
Figura 21 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras 50:50 - <i>Forno</i>	39
Figura 22 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras 50:50 - <i>Plasma</i>	40
Figura 23 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras 98:2 - <i>Forno</i>	41

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
1.1 Objetivos.....	12
1.2 Justificativa	12
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 Moldagem por injeção de pós metálicos	15
2.1.1 Preparação da carga injetável (<i>feedstock</i>)	17
2.1.2 Extração química e térmica do ligante.....	19
2.1.3 Sinterização.....	20
2.2 Ligas de Ferro-Fósforo.....	22
3 MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1 Materiais utilizados	23
3.2 Experimentos realizados	26
3.3 Análise microestrutural	30
3.3.1 Preparação metalográfica.....	30
3.3.2 Observação em microscópio	32
3.3.3 Análise de imagens	32
3.4 Caracterização das propriedades mecânicas	33
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
4.1 Análise microestrutural	36
4.2 Análise de imagens.....	39
4.3 Propriedades mecânicas.....	39
5 CONCLUSÃO.....	43
REFERÊNCIAS.....	44
APÊNDICE 1	47
APÊNDICE 2	48
APÊNDICE 3	49

1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó (*Powder Metallurgy* – PM) tem sido utilizada desde 1920 para a produção de uma ampla gama de componentes, tais como os componentes estruturais, rolamentos auto lubrificantes e ferramentas de corte. O processo de metalurgia do pó envolve a compactação do pó, produzindo uma peça com resistência mecânica que permite o manuseio com segurança, e o aquecimento do compactado a uma temperatura abaixo do ponto de fusão do principal constituinte. Assim, as partículas individuais coalescem, conferindo resistência mecânica suficiente ao material. Esse processo é chamado de sinterização (Dowson, 1990).

Quanto a importância da técnica da metalurgia do pó, pode-se destacar que em muitos casos, é a maneira mais adequada para produzir uma peça. Ainda, conforme Dowson (1990), existem duas razões principais para usar os produtos da metalurgia do pó, sendo a economia de custos em comparação com outros processos e o alcance de propriedades únicas como uma porosidade funcional.

Entre as tecnologias da metalurgia do pó, ressalta-se a Moldagem por Injeção de Pós Metálicos (*Metal Injection Molding* - MIM), a qual permite a produção de peças com alto grau de automação, e redução de custos em larga escala de produção (Daudt et al., 2018). Conforme a German (1990) e a Associação Europeia de Metalurgia do Pó (*European Powder Metallurgy Association*, 2013), a tecnologia do pó tem se tornado um processo de fabricação competitivo, aplicado a quase todos os tipos de materiais (metais, cerâmicas, compostos intermetálicos) e inseridos em distintos setores industriais (automotivo, químico, aeroespacial, biomedicina, armamentos, etc.).

Especificamente, MIM pode ser aplicada para a fabricação de metais porosos com um bom controle de porosidade e com geometria complexa. Metais porosos possuem combinações de propriedades únicas que não podem ser obtidas com polímeros densos, metais e cerâmicas ou espumas poliméricas, entre essas propriedades, cita-se a resistência mecânica, rigidez e absorção de energia. Assim, metais altamente porosos vêm atraindo a atenção devido à sua baixa densidade, alta porosidade, boa permeabilidade a líquidos e a gás, alta área de superfície e entre outras propriedades (Daudt et al., 2018).

Recentemente, a fabricação de peças altamente porosas de ligas de ferro-fósforo (Fe-P) por MIM foi reportada na literatura (Daudt et al., 2018). Os referidos autores demonstraram que o processo de *extração térmica do ligante* e a sinterização assistida por plasma aumentam

a fração volumétrica de poros e a precisão dimensional da peça, evitando distorções na superfície das peças moldadas além de diminuir o tempo de processamento.

Por tudo isso, e em função do crescente interesse na fabricação de metais porosos através da moldagem por injeção de pós metálicos (Dehghan-Manshadi et al., 2017), definiu-se como foco deste estudo a análise do comportamento mecânico e microestrutural de uma liga porosa de ferro-fósforo (Fe-4%P) produzida a partir da simulação física de MIM, usando a compactação a quente.

O trabalho se divide em quatro seções principais, sendo algumas subdivididas conforme as características temáticas. Na presente seção, tem-se a introdução ao tema, os objetivos (geral e específicos) e a justificativa do trabalho. Na segunda seção, apresenta-se os conceitos relativos à metalurgia do pó, destacando-se a moldagem por injeção de pós metálicos (MIM) e suas etapas de desenvolvimento. Na terceira seção tem-se a descrição dos processos realizados, como por exemplo, a confecção das amostras de liga altamente porosas. Por fim, a quarta seção se refere aos resultados encontrados, salientando-se as propriedades mecânicas e metalúrgicas do material.

1.1 Objetivos

O objetivo geral consiste em avaliar as propriedades mecânicas e metalúrgicas de peças porosas compostas por uma liga de ferro-fósforo (Fe-4%P) produzidas a partir da compactação a quente de feedstock, simulando o processo MIM e compactação a quente de pós metálicos. Para atingir o objetivo geral, elaborou-se os seguintes objetivos específicos:

- a) Avaliar o efeito da extração térmica do ligante assistida por plasma nas propriedades mecânicas das amostras de Fe-4%P;
- b) Avaliar a microestrutura das amostras;
- c) Avaliar as propriedades mecânicas utilizando ensaios de compressão.

1.2 Justificativa

Em relação à metalurgia do pó, pode-se destacar algumas vantagens, como a menor perda de matéria-prima; fácil controle da composição química do material; temperatura de sinterização baixa se comparada com a fundição; obtenção de componentes acabados com tolerâncias dimensionais estreitas; versatilidade: diferentes peças podem ser fabricadas com o mesmo equipamento, trocando-se apenas o ferramental de moldagem; processo produtivo de

fácil automação; uso mais eficiente de matérias-primas e de energia; processo mais econômico para a produção de peças em grandes séries (Binder, 2012).

Conforme Omar et al. (2003) a moldagem por injeção de pó metálico (MIM) é uma técnica relevante em função da produção em escala de componentes com precisão e forma complexa. Essa tecnologia fornece um método alternativo para produzir peças de precisão, pequenas, complexas e econômicas em altos volumes de produção que até então eram fabricadas por usinagem, fundição ou compactação uniaxial de pós (metalurgia do pó convencional) com etapas posteriores (Silveira, 2008).

A MIM estabeleceu credibilidade comercial na produção de diversos componentes, desde peças para o setor automotivo até pequenos componentes de artigos como óculos, relógios de pulso e joias (Omar et al., 2003). A MIM é uma técnica de fabricação bem consolidada para o aço inoxidável (Dehghan-Manshadi et al., 2017).

No presente estudo, utilizou-se uma liga porosa de ferro-fósforo. A escolha da matéria-prima é justificada pela importância de analisar os materiais porosos pela técnica de MIM, já que para esse tipo de material, a escala industrial ainda está em desenvolvimento. Assim, entre as espumas de ferro, as ligas porosas baseadas em Fe-P vêm se destacando devido às suas propriedades magnéticas macias melhoradas e ao preço relativamente baixo, sendo aplicadas em materiais de construção leves, implantes biodegradáveis e implantes biocompatíveis para liberação controlada de fármacos (Lia, Zhenga e Qin, 2014).

Dentre componentes de linha automotiva podem-se citar várias aplicações da metalurgia do pó para a produção de peças, dentre elas: amortecedores, bielas do motor, capas de mancal do virabrequim, polia sincronizadora do comando de válvula, rotores da bomba d'água e de óleo, injeção eletrônica, anéis do sensor do freio ABS, sistemas de freio, peças para caixas de mudança manual e automática, cubo de polias, motores elétricos, motor de arranque, velas de ignição, filamentos de lâmpadas, assentos de válvula, relês elétricos, pastilhas de freio e discos de embreagem. Algumas delas podem ser visualizadas na Figura 1. No País, em média, cada automóvel sai de fábrica com 6kg de componentes obtidos por meio de metalurgia do pó, contra 30kg nos automóveis norte-americanos.



Figura 1 - Exemplo de peças automotivas produzidas com metalurgia do pó.
Fonte: Grupo Setorial da Metalurgia do Pó, 2011.

Em relação ao processo de moldagem por injeção de pó metálico, uma etapa crítica é a extração do ligante, na qual o mesmo deve ser removido lentamente e com cuidado para evitar deformação devido à evaporação rápida do ligante ao descolamento das partículas do pó que podem resultar no colapso da peça (Silveira, 2008).

Por existirem muitas variações das operações de extração do ligante em termos de tipos de equipamentos e condições específicas de processamento (Binder, 2012), o presente estudo optou pelos processos de extração térmica e extração química. Particularmente, a técnica de extração térmica do ligante assistida por plasma (PAD – *Plasma Assisted Debinding*) foi investigada devido à sua relevância. Esta é uma técnica recente que vem sendo testada para aplicação industrial, logo é importante ter domínio científico e tecnológico da mesma (Binder, 2012).

Por tudo isto, o trabalho se justifica por analisar aspectos da técnica de moldagem por injeção de pós metálicos, a qual representa uma alternativa viável e de baixo custo para a fabricação seriada de componentes porosos com bom acabamento e, elevada precisão dimensional. Os achados da pesquisa poderão servir como referência para estudos futuros, especialmente, os que buscarem analisar os materiais porosos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Abordou-se neste capítulo a revisão de literatura utilizada para embasar esse estudo. No primeiro momento abordou-se o processo de moldagem por injeção de pós metálicos, o qual representa uma das formas de conformação da metalurgia do pó. Incluiu-se também a caracterização da matéria-prima utilizada (Fe-P) e por fim abordou-se as aplicações e propriedades dessa liga.

2.1 Moldagem por injeção de pós metálicos

Considerando a importância que a metalurgia do pó tem recebido na obtenção de peças metálicas, seu processamento pode ser basicamente resumido por algumas etapas: preparação da matéria-prima, conformação e fabricação, processamento térmico e acabamento do produto final. Em especial, a conformação pode ser realizada por algumas técnicas, como a prensagem, extrusão e moldagem por injeção, sendo essa última o foco desse trabalho.

A moldagem por injeção de pós (*Powder Injection Moulding*) foi desenvolvida pela primeira vez para a produção de cerâmica, na década de 1970, sendo adaptada para os pós metálicos no final dessa mesma década (Dowson, 1990). De maneira geral, moldagem por injeção de pós metálicos (MIM) utiliza as características mais úteis da metalurgia do pó (baixo custo, simplicidade, matérias-primas de baixo custo) e moldagem por injeção de plástico (capacidade de fabricar peças complexas e produção rápida) para fabricar componentes complexos de pequeno a médio porte, sendo adequado para produção em grande escala (Ergül et al., 2009).

De forma geral, o processo de moldagem por injeção de pós metálicos é composto por algumas etapas principais, caracterizadas como preparação da carga de injeção que consiste na homogeneização da matéria-prima e granulação, injeção da matéria-prima (*feedstock*), extração química do ligante (normalmente através de imersão em solvente), extração térmica do ligante e sinterização. Essas etapas compõem o processo de MIM, exemplificado pelo IFAM (*Fraunhofer Institute*) no *European Powder Metallurgy Association* (2013) e ilustrado na Figura 2.

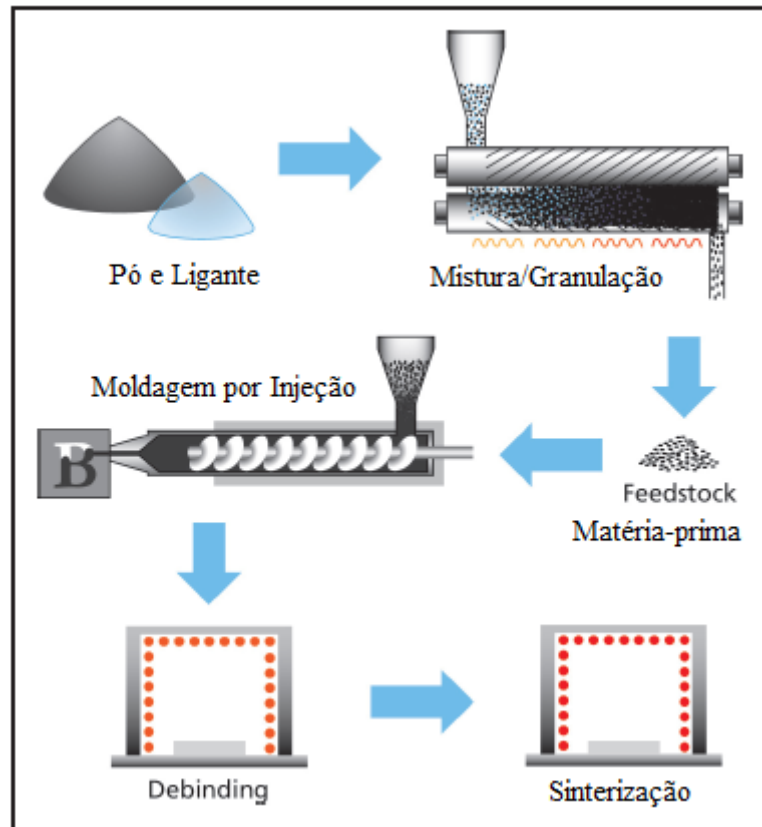


Figura 2 - Processo de Moldagem por Injeção de Metal

Fonte: Adaptado de *European Powder Metallurgy Association* (2013)

As etapas da Figura 2 mostram que o processo se inicia com a preparação da carga de injeção, na qual os pós metálicos são misturados com materiais ligantes (normalmente uma combinação de polímeros e ceras) para formar uma matéria-prima que possa ser moldada por injeção. Após a seleção do sistema adequado de pó e ligante os materiais são misturados e pré-compactados a uma temperatura ligeiramente maior do que o ponto de fusão dos ligantes (geralmente na faixa de 140-170 °C). A proporção de pó de metal para ligante, que é conhecido como “carga sólida”, é um fator importante para o processamento MIM e deve ser selecionado de modo que a mistura tenha boa fluidez enquanto minimiza a fração de ligante a fim de garantir a mínima retração volumétrica durante a sinterização (Dehghan-Manshadi et al., 2017).

O procedimento de mistura é extremamente importante para que a MIM seja bem-sucedida e deve garantir que após a mistura cada pó de metal individual esteja coberto por uma camada fina de ligante para fornecer fluidez suficiente para as etapas posteriores. Após a execução dessa etapa, tem-se a carga para a moldagem por injeção, conhecida por *feedstock*. A mesma geralmente é granulada em pequenos pedaços (Dowson, 1990) para que possa ser injetada em um molde.

Após a preparação da carga injetável, tem-se as etapas de injeção, *debinding* e sinterização. Em resumo, a etapa de injeção tem como propósito a passagem da carga injetável para a cavidade de um molde através da aplicação de uma pressão. Após a injeção o molde é aberto e a peça é removida, nessa etapa a peça produzida recebe nome de peça verde. A extração do ligante (*debinding*) refere-se à remoção do ligante dos componentes moldados (Omar et al., 2003), a qual pode ser feita por exemplo, por solventes e tratamento térmico. Já, a sinterização é entendida como o aquecimento controlado da peça verde, compreendendo uma etapa importante pois afeta a densidade final e as propriedades mecânicas das peças sinterizadas (Ji et al., 2001). Na subseção seguinte, será discutido sobre a matéria-prima utilizada no presente estudo.

2.1.1 Preparação da carga injetável (*feedstock*)

Existem alguns fatores para a definição da carga do injetável, correspondendo a características do pó, tais como tamanho, forma e distribuição, sistemas de ligante, processos de mistura e carregamento do pó (Dehghan-Manshadi et al., 2017).

Com isso, tem-se a carga injetável, que é o resultado da combinação das características do pó com as do ligante e da proporção entre ambos (Fusão, 2007). A seleção da quantidade ideal de pó e ligante é importante, a fim de evitar situações de excesso de ligante ou excesso de pó. O sistema ligante tem como objetivo envolver cada partícula do pó durante as etapas do processo (injeção e conformação). Além disso, o ligante é responsável por garantir a integridade física dos componentes injetados durante seu manuseio prévio a sinterização (Silveira, 2008).

De maneira geral, pouco ligante implica em um aumento na viscosidade da massa, dificultando a moldagem, resultando no preenchimento incompleto do molde. Por outro lado, excesso de ligante resulta em um tempo maior para a remoção e em uma maior retração volumétrica durante a sinterização, além disso pode resultar na separação entre o ligante e o pó metálico durante a injeção (Binder, 2012). Assim, a condição ótima é aquela em que o ligante preenche todos os vazios entre as partículas de pó, mantendo uma baixa viscosidade na massa, ou seja, todas as partículas de pó estão uniformemente cobertas por uma fina camada de ligante (Silveira, 2008). A Figura 3 ilustra as três situações possíveis: falta de ligante, quantidade ideal de ligante e excesso de ligante.

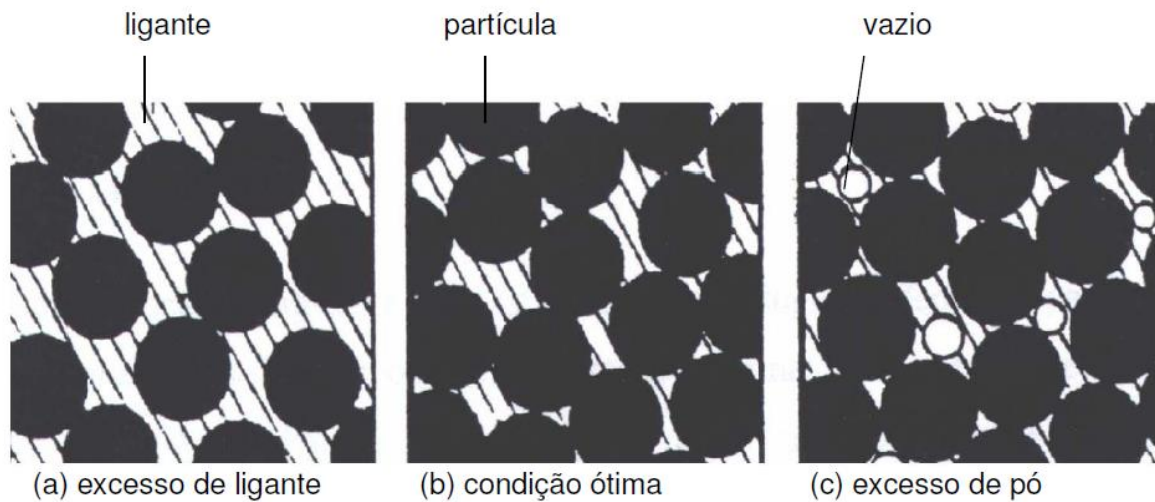


Figura 3 - Três situações possíveis em uma mistura de pó-ligante
Fonte: Silveira (2008).

Na moldagem por injeção de metal, geralmente, os sistemas de ligantes são formados por ceras ou polímeros de baixo peso molecular, como por exemplo: parafina, cera de abelha e cera de carnaúba. No entanto, estes materiais não possuem rigidez suficiente para promover resistência ao moldado, sendo necessário a utilização de polímeros de cadeia maior, como polietileno de alta densidade, polipropileno, poliestireno e acetato de vinil etila (Binder, 2012).

Esse sistema de ligante também é chamado veículo orgânico (V.O.). Ratifica-se que o mesmo é uma mistura de vários componentes, em geral orgânicos, os quais tem forte influência no empacotamento das partículas, formação de aglomerados, reologia da mistura, conformação, extração dos ligantes, precisão dimensional, defeitos e características químicas (Ourique, 2012).

Quanto a sua formação, os ligantes são constituídos por uma resina termoplástica, plastificantes e lubrificantes (Binder, 2012). A resina termoplástica é o ingrediente que confere resistência mecânica ao componente moldado. Já, os plastificantes são aditivos para melhorar a processabilidade do polímero, visto que reduzem a temperatura de transição vítrea e de fusão, tornando o polímero mais flexível.

Por fim, os lubrificantes atuam sobre os polímeros de forma similar aos plastificantes, porém com ação limitada. Eles podem reduzir o atrito das partículas de polímero com os elementos de máquina utilizados no seu processamento (Binder, 2012). O ácido atua como lubrificante das paredes do molde, sendo um carboxílico, formado por uma cadeia de 18 carbonos ($C_{18}H_{34}O_2$) (Ourique, 2012). Em relação a essa presença de carbono, destaca-se que, normalmente, a peça final possui uma incorporação de carbono. Essa questão é importante pois pode influenciar nas propriedades mecânicas do material.

No aço, por exemplo, a manutenção do teor de carbono pode afetar propriedades como resistência mecânica e o desgaste, pois elas estão diretamente relacionadas à concentração deste elemento. Peças produzidas pelo processo de moldagem por injeção, caracterizam-se geralmente por serem sinterizadas em sua forma final, sendo que os cuidados em relação à perda ou incorporação de carbono são essenciais para que o produto apresente suas melhores características (Neves, 1999). No caso específico das ligas de Fe-P a incorporação de carbono pode levar a diminuição da temperatura de fusão e conseqüentemente aparecimento de fase líquida durante a sinterização.

2.1.2 Extração química e térmica do ligante

Para realizar a remoção dos ligantes pode-se utilizar a remoção térmica e química. A escolha do processo depende do tipo de ligante e do pó utilizado, do custo e de disponibilidade de equipamento. Para a maior parte das amostras produzidas por MIM utiliza-se a extração química seguida pela extração térmica.

No caso da remoção química, a mesma geralmente é realizada pela imersão em solvente e demanda de 12 a 16 horas. Nessa etapa, os constituintes voláteis do ligante (menor peso molecular) são gradualmente dissolvidos através de um fluído (reagente químico), com ou sem aquecimento, deixando primeiramente, finos canais de poros. Posteriormente, tem-se a maior penetração do solvente, onde os poros já existentes crescem em tamanho e novos começam a aparecer. A eliminação do componente solúvel do sistema ligante origina uma estrutura com porosidade aberta que favorece a saída segundo polímero que se degrada a uma temperatura mais alta (chamado de polímero “esqueleto” ou “*back bone*”) que deve ser eliminado na etapa de extração térmica posterior (Silveira, 2008).

No caso específico do polímero solúvel parafina, os solventes utilizados para remoção química são o heptano e o hexano. Algumas desvantagens são vinculadas a esse solvente, tais como, toxicidade, a alta inflamabilidade, geração de resíduos que necessitam de local adequado para seu depósito e agente cancerígeno. Por isso, para a manipulação do mesmo deve-se utilizar materiais e estruturas adequadas, evitando prejuízos a pesquisa.

O processo de remoção térmica pode ser realizado por algumas técnicas, como degradação, evaporação, ou empregando um substrato poroso absorvente (fluxo capilar). De maneira geral, realiza-se a extração com a utilização de uma atmosfera de gases inertes, redutores ou oxidantes, com uma temperatura em torno de 500 °C (temperatura aplicada no forno tubular resistivo). No caso de pós metálicos o processo de extração adota gases inertes ou

reduzidores antes da sinterização, pois os óxidos formados constituem um obstáculo à sinterização (Fusão, 2007).

Ainda, o referido processo térmico pode ser do tipo extração térmica assistida por plasma. Nesse caso, o ligante é bombardeado por elétrons, ou íons do plasma proporcionando uma maior taxa da extração. O choque dos elétrons ou íons contra a superfície das peças proporciona a quebra das cadeias poliméricas, resultando em gases que são mais facilmente removidos (Silveira, 2008).

Comparando a extração térmica tradicional com a assistida por plasma, Fusão (2007), a partir de sua pesquisa, evidenciou que na extração por plasma, o tempo necessário para a extração é reduzido em um fator 4 e o consumo de gás em um fator 10. Os maiores ganhos estão na produtividade do novo processo que se revelou três vezes maior e no fato de que, em função do ambiente de plasma, a técnica tem se mostrado significativamente mais limpa.

De forma geral, na extração térmica, a peça é pré-sinterizada, permitindo sua manipulação em operações como a remoção de rebarbas e o próprio transporte até o local de sinterização, onde será consolidado em atmosfera controlada (Silveira, 2008).

2.1.3 Sinterização

A sinterização é definida como um tratamento térmico, sendo seu ciclo composto por alguns fatores importantes, tais como: taxa de aquecimento, tempo de sinterização, temperatura de sinterização e atmosfera de sinterização. Os mesmos são definidos conforme o material utilizado, já que esses fatores podem afetar a microestrutura, o tamanho e forma dos poros, além da densidade final, influenciando nas propriedades mecânicas (Ji et al., 2001).

Conceitualmente, a sinterização corresponde ao tratamento térmico de um pó ou compactado em uma temperatura abaixo do ponto de fusão do constituinte principal, tendo por objetivo aumentar a resistência mecânica, através da união das partículas. A mesma pode ser realizada em uma atmosfera gasosa ou no vácuo. Geralmente, são usados fornos aquecidos eletricamente, alcançando temperaturas em torno de 1150 °C para ligas de ferro.

Durante a sinterização, ocorre uma difusão atômica, com o crescimento das áreas soldadas durante a compactação e a diminuição da porosidade como mostrado na Figura 4. Essa operação é realizada sob uma atmosfera protetora, com temperaturas entre 60 e 90% do ponto de fusão do metal ou liga (*European Powder Metallurgy Association, 2013*).

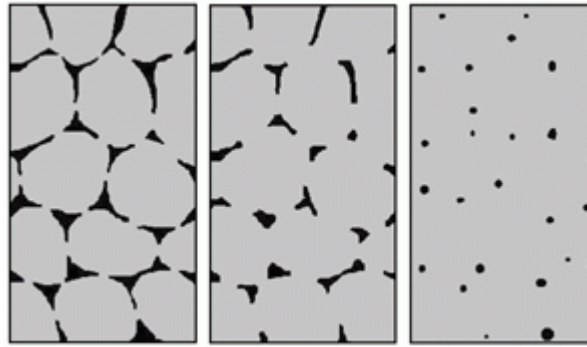


Figura 4 - Os três estágios da sinterização em estado sólido: esquerda: estágio inicial, centro: estágio intermediário, direita: estágio final.

Fonte: *European Powder Metallurgy Association* (2013).

Para evitar a oxidação do metal, atmosferas redutoras podem ser utilizadas. Esse controle é especial para a técnica MIM, devido a adoção de pós com tamanho de partícula menor e com composição mais precisa. A escolha da atmosfera também é importante, sendo que para alguns metais, uma atmosfera redutora pode ser utilizada, como por exemplo o hidrogênio. Para outras ligas, que também são oxidáveis, pode-se utilizar um gás inerte como argônio (*European Powder Metallurgy Association*, 2013). Em função dos diversos fatores envolvidos na sinterização, a mesma é um processo importante, sendo que as variáveis de processamento e seus efeitos são ilustradas no Quadro 1.

Quadro 1 - Variáveis de processamento da sinterização e seus efeitos.

Variável	Efeito
Aumento da temperatura	Crescimento de grão
	Engrossamento dos poros
	Grande retração
	Limitações do forno
	Custos mais altos
Aumento do tempo	Crescimento de grão
	Redução da produtividade
	Custos mais altos
Aumento da densidade de empacotamento	Quantidade menor de ligante
	Lenta remoção do ligante
	Menor retração
Aumento da quantidade de elementos de liga	Heterogeneidade
	Aumento da resistência
	Rápida sinterização
Decréscimo do tamanho de partícula	Custos mais altos
	Maior nível de impurezas
	Riscos de contaminação
Adição de aditivos	Crescimento de grão
	Distorção
	Endurecimento/fragilização

Fonte: Silveira (2008).

2.2 Ligas de Ferro-Fósforo

A liga de ferro-fósforo (Fe-4%P) caracterizada pela presença de aproximadamente 4% em massa de Fósforo em sua composição, que possui a função de reduzir o ponto de fusão da liga metálica, sendo responsável por promover a fase líquida e colaborar com o trabalho de coesão entre as partículas de ferro.

Assim, a adição de fósforo, possibilita a obtenção de propriedades mecânicas desejadas utilizando temperaturas de sinterização menores, devido à formação de fase líquida transiente (Bittencourt et al., 2016). O fósforo é conhecido como um aditivo de sinterização, quando se refere à sinterização de pó de Ferro. As formas de fósforo aparecem no eutético de fusão superior a 1051 °C, aumentando assim a atividade de sinterização. No entanto, a fase líquida está presente apenas no início da sinterização, posteriormente desaparecendo tornando o Fósforo homogeneamente distribuído na estrutura (Larsen, 2004). A Figura 5 mostra o diagrama de fase dessa liga.

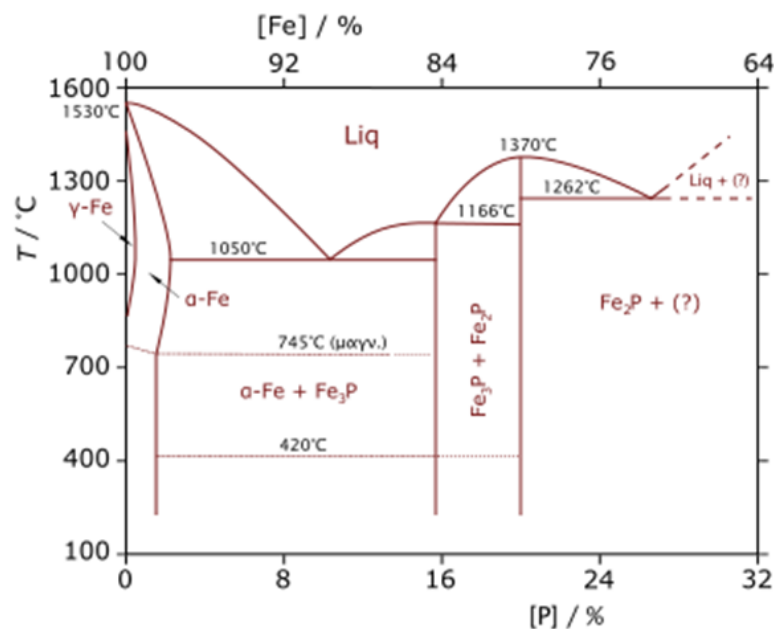


Figura 5 - Diagrama de fase da liga Fe-P

Fonte: De Góis (2011).

Quanto às propriedades da liga de ferro-fósforo, cabe ressaltar que no processo de moldagem devido ao uso de polietileno e parafina na carga injetável para permitir a injeção do pó metálico, normalmente há um aumento no teor de carbono na composição final da liga. As ligas de Fe-P são bastante sensíveis a adição de pequenas quantidades de carbono, de modo que adição de pequenas quantidades de carbono pode resultar em mudanças significativas tanto na microestrutura como nas propriedades mecânicas.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nessa pesquisa foram fabricados três tipos de amostras. As amostras do primeiro grupo (50:50 - *Forno*) foram produzidas a partir da compactação a quente da carga injetável com composição de 50 vol.% de Fe-4P e 50 vol.% de ligantes. Essas amostras passaram pelos seguintes processos: extração química do ligante em banho de hexano, extração térmica do ligante residual em forno tubular resistivo sob fluxo de gás argônio e sinterização das amostras em forno resistivo sob fluxo de gás argônio. As amostras do segundo grupo (50:50 - *Plasma*) foram produzidas da mesma maneira que as amostras 50:50 - *Forno*, exceto pela extração térmica do ligante residual, a qual foi realizada em um reator de plasma. As amostras do terceiro grupo são as amostras de referência (98:2 - *Forno*) e foram produzidas através compactação a quente da liga de Fe-4%P com adição de 2 vol.% de parafina e ácido esteárico, extração térmica do ligante e sinterização realizadas em forno tubular resistivo sob fluxo de gás argônio. Nas seções seguintes serão detalhados os materiais e métodos utilizados em cada experimento. A Tabela 1 detalha as amostras produzidas neste trabalho.

Tabela 1 - Amostras produzidas.

Amostras	Proporção Pós/Ligantes	Extração Química	Extração Térmica	Sinterização (Forno)
50:50 - Forno	50:50	Em hexano	Forno resistivo (500 °C, 60 min)	1050 °C, 60 min
50:50 - Plasma	50:50	Em hexano	Reator de Plasma, 30 min	1050 °C, 60 min
98:2 - Forno	98:2	-	Forno resistivo (500 °C, 60 min)	1050 °C, 60 min

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

3.1 Materiais utilizados

O pó de liga metálica escolhido para a fabricação das amostras e realização de testes foi o Ferro com adição de 4% em massa de fósforo. A liga Fe-4%P foi produzida pela mistura mecânica de pó de Fe (Höganas D90) com tamanho de partícula entre 45 e 150 μm e uma liga Ferro-Fósforo com composição de Fe_3P (Höganas, com 16% em peso de P e tamanho de partícula de 75 μm). Como mencionado anteriormente, o Fósforo possui o papel de reduzir o ponto de fusão da liga metálica, de acordo com a Figura 5, sendo responsável por promover a fase líquida e colaborar com o trabalho de coesão entre as partículas de ferro. A densidade do

Ferro é de $7,86 \text{ g/cm}^3$ e a densidade do Fósforo é de $1,823 \text{ g/cm}^3$ (Euro Aktion Indústria e Comércio, 2015).

A morfologia das partículas de Fe-4%P utilizado como material de partida pode ser observada na Figura 6. De acordo com a morfologia das partículas, verificou-se que elas têm um formato irregular, uma faixa larga de distribuição de tamanho de partícula, o que facilita a sua compactação.

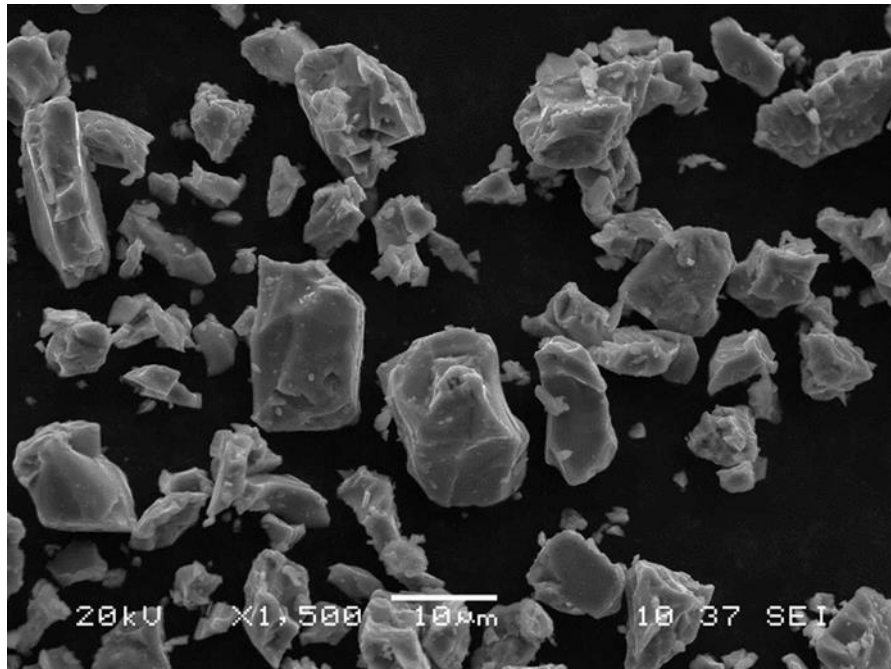


Figura 6 - Morfologia do pó de partida Fe – 4% P.
Fonte: Sapata Filho (2018).

A composição química do pó de Ferro analisada através de espectroscopia de fluorescência de raios-x por dispersão de comprimento de onda, encontram-se na Tabela 2:

Tabela 2 - Composição química do pó de Fe-4%P.

Composição	Fe	P	Mn	Ti	Ca	Si	Cr	V	Ni	Mg	Al	S
Pó de F-4% P	94,98	4,03	0,27	0,18	0,13	0,11	0,10	0,07	0,08	0,03	0,02	0,01

Fonte: Sapata Filho (2018).

A escolha desta liga foi baseada nas várias aplicações que ela possui, entre elas, o uso como biomaterial, que dependendo do grau de aperfeiçoamento, fabricação de peças e processos de fabricação, pode-se alcançar resultados satisfatórios na área de próteses para uso cardíaco, como *stents*, e próteses ósseas, em que é necessário, entre outros requisitos de biocompatibilidade, atingir uma porosidade semelhante do osso que irá substituir no corpo humano. Além disso, o pó de Ferro possui baixo custo e alta disponibilidade.

O sistema de ligante orgânico (*binder*) consiste de 60% em volume de parafina, 35% em volume de polietileno (Hostalen GA 7260G) e 5% em volume de ácido esteárico. A composição do sistema de ligantes foi escolhida a partir de dados da literatura (Daudt et al., 2018). O ácido esteárico e parafina agem como lubrificantes sólidos facilitando a retirada do componente de dentro do molde, reduzindo o desgaste das paredes e o atrito entre a massa do pó em contato com as superfícies das ferramentas (matrizes, punções e machos metálicos), e por redução do atrito entre as partículas de pós, são facilmente removidos em um ciclo preliminar à sinterização ou na extração química com hexano e não influenciam na composição química final da liga. O lubrificante é adicionado à mistura dos pós em pequenas percentagens, usualmente da ordem dos 0,5 % a 1,0 % do peso total da mistura dos pós metálicos.

O *feedstock* (carga injetável preparada a partir da mistura dos pós metálicos e o aglutinante orgânico - binder) a 150 °C, temperatura na qual seus componentes devem ser misturados de maneira homogênea. Para realizar as amostras 50:50 - *Forno* e 50:50 - *Plasma* o feedstock utilizado era composto de 50% de pós metálicos (Fe-4%P) e 50% de material ligante (*binder*). Um excesso de ligante foi colocado propositalmente nas amostras anteriores para resultar na formação de poros. A amostra 98:2 - *Forno* utilizou em sua composição, 98% de pó de Fe-4%P e 2% em volume de parafina e ácido esteárico.

Para realizar os experimentos foi necessário projetar (Apêndices 1, 2 e 3) e confeccionar (Figuras 7 e 8) um molde para prensar o pó metálico, capaz de produzir um compacto também chamado de peça-verde, com resistência mecânica suficiente para permitir o seu manuseio seguro até a próxima etapa. O molde utilizado na compactação deve ser submetido a várias sessões de elevada pressão na prensa hidráulica, e por isso foi fabricado com uma liga de aço de alta resistência.



Figura 7 - Molde para compactação do pó metálico.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

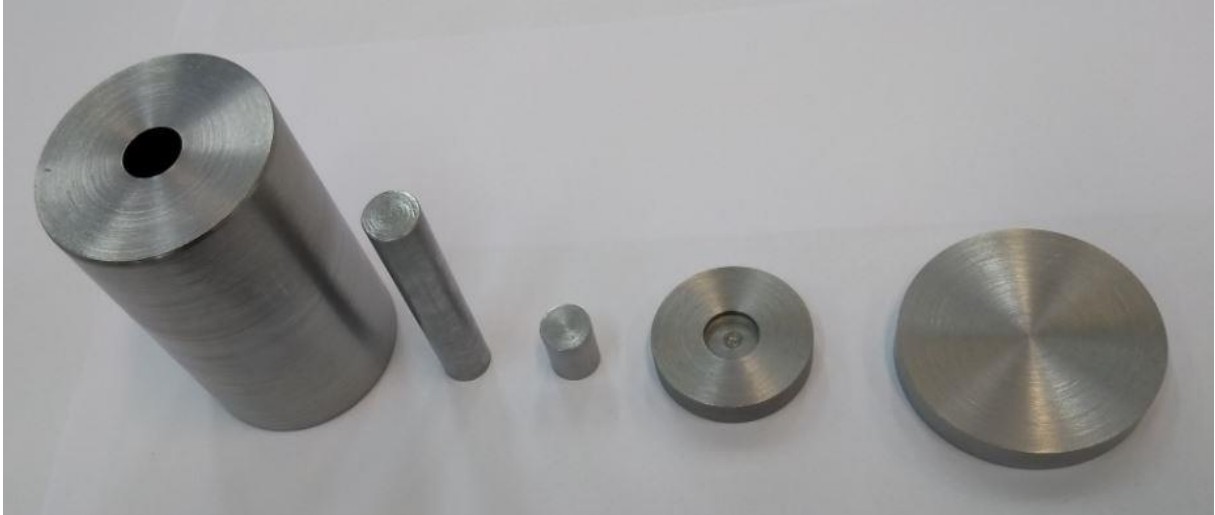


Figura 8 - Componentes do molde para compactação do pó metálico.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

3.2 Experimentos realizados

A fabricação das peças verdes foi realizada no Laboratório de Metalurgia Física da UFSM, realizando-se as etapas de mistura dos pós para posterior fase de compactação e extração química do ligante.

Previamente foram feitos diversos testes a fim de estabelecer a quantidade ideal de material a ser compactada para obtenção de amostras com uma altura de 10 mm. Os resultados dos testes indicaram que se atinge a altura referida com 7 gramas de material compactado. Além disso, foi testado a pressão (235 MPa, 315 MPa, 393 MPa) a ser aplicada na amostra para adquirir resistência mecânica suficiente para permitir o seu manuseio seguro até a próxima etapa. Evidenciou-se que o material com maior resistência mecânica foi compactado a pressão de 393 MPa (Figura 9), no qual a amostra apresentou menor quantidade de trincas na etapa seguinte de extração química do ligante.



Figura 9 - Amostras após extração química, fabricadas com diferentes pressões para testes preliminares.

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

As amostras 50:50 - *Forno* foram produzidas a partir da compactação do *feedstock* com composição de 50 vol.% Fe-P e 50 vol.% ligantes. Após definida a quantidade de *feedstock*, este foi pesado (aproximadamente 7 gramas por amostra) e inserido no molde, dando-se início ao processo de compactação a quente, conforme mostram as Figuras 10 e 11. Esse material sofreu um pré-aquecimento de 60 segundos no molde até atingir uma temperatura aproximada de 150 °C, a fim de amolecer o ligante, sendo que após transcorrido esse tempo o material foi compactado com uma pressão de 393 MPa durante 30 segundos.



Figura 10 - Prensagem do pó metálico (prensa hidráulica).
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

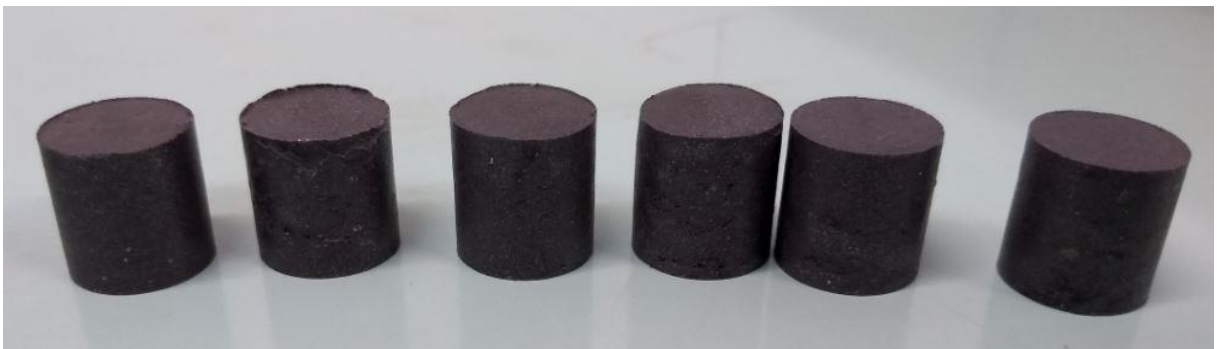


Figura 11 - Exemplo de amostras logo após a compactação.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

Após a etapa de compactação, as amostras seguiram para a fase de remoção química do material ligante. A etapa de remoção do ligante (denominada de “*debinding*” em inglês) consiste em extrair o material orgânico do componente injetado. É uma etapa crítica do processo, pois a remoção incorreta pode provocar a quebra da peça. As amostras foram imersas em banho (Figura 12) de Hexano (C_6H_{14}) para remoção do material ligante (parafina e ácido

esteárico) a uma temperatura de aproximadamente 60 °C por um período de 24 horas. Durante essa etapa algumas amostras trincaram, o que foi atribuído a alta taxa de aquecimento durante o *debinding*. Assim, acredita-se que o uso de taxas de aquecimento menores e de temperatura menor, por um maior período, devem evitar a formação de trincas.

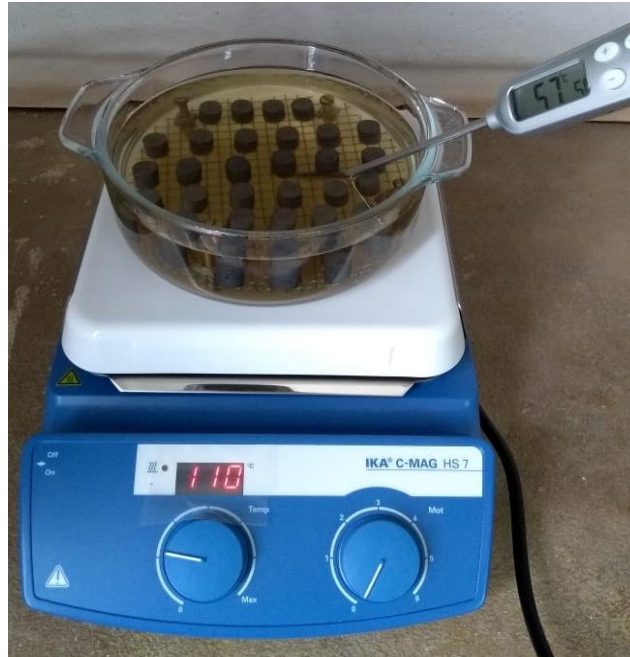


Figura 12 - Amostras imersas em banho de Hexano (C_6H_{14})
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

Os processos de extração térmica e sinterização em forno tubular resistivo (Figura 13) foram realizados, no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. A fim de remover o ligante residual, as amostras foram aquecidas até 500 °C com uma taxa de aquecimento de 1,00 °C/min, e mantidas nessa temperatura por 60 min para remoção total do ligante residual. A taxa de aquecimento de 1,00 °C/min foi utilizada para garantir uma lenta extração do ligante, evitando deformações das amostras. Após essa etapa, as amostras foram aquecidas até 1050 °C a uma taxa de 5,00 °C/min, a fim de completarem a sua sinterização. A temperatura de sinterização escolhida é suficiente para sinterização de fato, porém não muito alta a ponto de fundir o ferro, ocasionando a deformação e até mesmo a perda do formato.

Durante a extração térmica do ligante e sinterização, a atmosfera do forno deve ser controlada, pois quantidades altas de oxigênio resultam na oxidação das amostras e consequentemente deterioração das propriedades mecânicas. Para isso, foi realizado a sinterização sob fluxo de gás argônio, a fim de manter uma atmosfera interna livre de oxigênio. As amostras também foram colocadas em uma superfície de grafite formando uma atmosfera redutora, evitando assim a oxidação das amostras.



Figura 13 - Forno tubular resistivo do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

As amostras *50:50 - Plasma* foram produzidas seguindo as mesmas etapas descritas para as amostras *50:50 - Forno*, com exceção da extração térmica do ligante que foi realizada em Plasma. Na extração do ligante assistida por plasma, a peça é bombardeada por íons, o que proporciona uma maior taxa da extração em comparação a extração térmica. A colisão entre os íons do plasma promove o aquecimento da superfície da amostra, e os íons podem reagir com material do ligante quebrando as cadeias poliméricas e favorecendo a sua evaporação.

As amostras *98:2 - Forno* foram fabricadas a partir da compactação a quente do pó de Fe-4%P com adição de 2% de ligante. O pó de Fe-4%P associado com a parafina e o ácido esteárico foi inserido no molde, dando-se início ao processo de compactação a quente das amostras. Os processos seguintes consistiram na extração térmica do ligante e na sinterização de acordo com as amostras *50:50 - Forno*. A Figura 14 mostra um fluxograma do processo de fabricação das amostras.

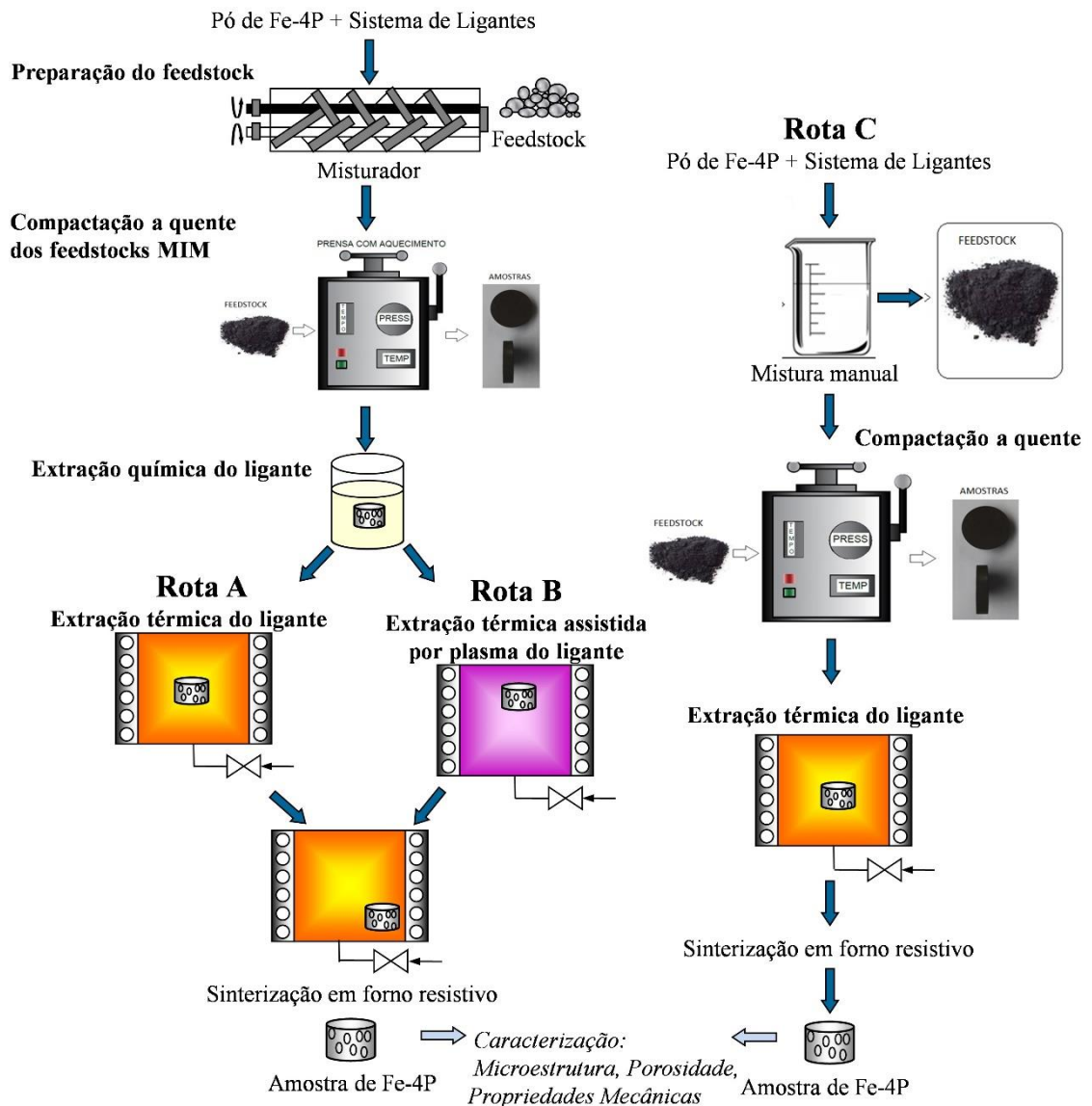


Figura 14 - Fluxograma do processo de fabricação das amostras.

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

3.3 Análise microestrutural

3.3.1 Preparação metalográfica

A fim de avaliar a microestrutura das amostras, elas passaram por uma etapa de preparação metalográfica que incluiu a seleção das amostras a serem analisadas, o corte, embutimento, lixamento e polimento. Também foi realizado o ataque químico em algumas delas com a finalidade de melhorar a análise da microestrutura.

Com o objetivo de observar as características do metal como tamanho do grão, natureza e forma, o primeiro passo foi realizar o corte da amostra em uma cortadeira automática utilizando um disco de diamante sob refrigeração. O corte com disco de diamante assegura a obtenção de uma superfície plana.

Após o corte das amostras, foi realizado o embutimento das mesmas para facilitar o manuseio das peças pequenas, evitar a danificação da lixa ou do pano de polimento e evitar o abaulamento da superfície. Foi realizado o embutimento a quente. Durante o embutimento a quente a amostra é colocada em uma prensa de embutimento com resina, neste caso foi utilizado o baquelite, que possui baixo custo e dureza relativamente alta. As amostras embutidas podem ser visualizadas na Figura 15.



Figura 15 - Amostras embutidas em baquelite após sinterização
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

Para uma adequada análise metalográfica é necessário um nível de qualidade na superfície da seção que será observada no microscópio ótico. Esta operação tem por objetivo eliminar riscos, marcas profundas e dar um bom acabamento à superfície, preparando-a para o polimento. Para isso, as amostras foram submetidas ao procedimento de lixamento manual sob água corrente onde foram utilizadas lixas de papel com granulometrias de número 220, 320, 400, 600 e 1200, utilizando-se sucessivamente lixas de granulometrias cada vez menor e sempre trabalhando as amostras em 90° de uma lixa para outra até desaparecerem os traços da lixa anterior.

O polimento é a etapa após o lixamento que tem o objetivo de remover completamente as marcas da peça. Para obter esta superfície polida foi utilizada alumina com granulometria de 0,4 μm e álcool, para abrasão e limpeza, respectivamente. O processo foi realizado em uma

politriz automática, aplicando alumina sobre o pano de polimento até que a amostra atingisse o polimento desejado.

Em algumas amostras foi realizado o ataque químico, com o objetivo de visualizar e identificar contornos de grão e as fases que constituem a sua microestrutura. Para realizar o ataque químico, a superfície da amostra a ser analisada foi colocada em contato com um reagente ácido, nesse caso, o ácido nítrico 2% em etanol. A amostra foi mergulhada por alguns segundos para que se chegasse ao nível de ataque desejado, caracterizando o ataque por imersão.

3.3.2 Observação em microscópio

Com a vista em corte das amostras devidamente polidas, pôde-se realizar a análise de sua microestrutura e, posteriormente com auxílio de *software*, a análise de imagens para contagem dos poros e verificação da porosidade do material sinterizado. As amostras foram analisadas em microscópio ótico (B201, Olympus). As imagens foram capturadas com diferentes aproximações (50x, 100x, 200x e 500x) em diferentes posições.

3.3.3 Análise de imagens

Para melhor quantização de área seccional referente aos poros, foi realizado um procedimento de tratamento de imagens e posterior análise de porosidade delas através do *software ImageJ*.

O *software ImageJ*, segundo seu próprio guia de uso, pode ser definido como um programa de processamento e análise de imagens Java de domínio público da NIH Image como um aplicativo para *download*, em qualquer computador com uma máquina virtual Java 1.5 ou posterior. O programa permite exibir, editar, analisar, processar, salvar e imprimir imagens de 8 bits, 16 bits e 32 bits. Também lê diferentes formatos de imagem como TIFF, GIF, JPEG e BMP. Entre suas funções pode-se citar a capacidade de calcular estatísticas de valor de área e pixel de seleções definidas pelo usuário, medir distâncias e ângulos, criar histogramas de densidade e gráficos de perfil de linha.

Através do *software ImageJ*, as imagens originais foram tratadas, sendo inicialmente filtradas no software para a opção *RGB Stack* para posterior aplicação da função *Threshold*, que permite uma padronização da imagem, possibilitando uma leitura bem definida, eliminando

tons intermediários, e deixando apenas binários, como branco e preto, como pode ser visto na Figura 16. As demarcações em preto representam os poros presentes em cada amostra.

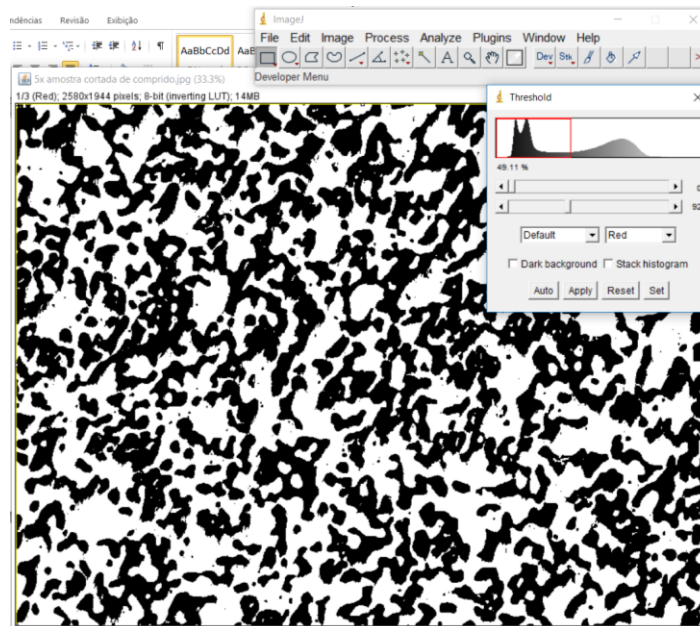


Figura 16 - Exemplo do *ImageJ*.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

3.4 Caracterização das propriedades mecânicas

Para a caracterização das propriedades mecânicas, as amostras produzidas de diferentes métodos foram selecionadas para realizar o ensaio de compressão após a sinterização. O ensaio de compressão consiste em comprimir a peça tendo como parâmetro fixo a velocidade de movimento de compressão do pistão da máquina. Ou seja, define-se inicialmente a velocidade constante com que a máquina irá comprimir a peça até o curso máximo. Este curso máximo, por sua vez foi limitado até atingir uma distância, próxima ao batente da máquina, que equivale à destruição ou deformação total da amostra seja 5 vezes, em que sua altura que inicialmente encontrava-se na faixa de 10 mm seja prensada até 2 mm.

As máquinas de teste mais comuns para os ensaios de resistência são máquinas universais, que são capazes de realizar testes de tração, compressão e flexão, tendo como função básica criar um diagrama de carga versus deslocamento. Uma vez gerado o diagrama, pode-se calcular a tensão e a deformação específica e obter características mecânicas dos materiais. Quanto ao tipo de operação, as máquinas de ensaio podem ser eletromecânicas ou hidráulicas. A diferença entre elas é a forma como a carga é aplicada. Em qualquer caso a referência é para máquinas de carregamento quase-estático. Os ensaios realizados neste trabalho foram feitos em uma máquina eletromecânica EMIC 23-100, Figura 17.



Figura 17 - Equipamento utilizado para realização do ensaio de compressão.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

O teste de compressão quase-estática uniaxial com taxa de deformação inicial de 0,01mm/s foi realizado à temperatura ambiente. Foi utilizado um controle de deslocamento para gerenciamento do ensaio de compressão, sendo este limitado a 70 kN para evitar cargas próximas aos limites da máquina. A carga e o deslocamento foram registrados automaticamente por um computador. Tensão (σ) e deformação (ϵ) foram calculadas de acordo com as equações 1 e 2, a partir da carga e deslocamento.

O primeiro pico da curva de deformação foi usado como limite de escoamento (definido como tensão de escoamento), em algumas amostras o comportamento dúctil durante a compressão com aparente encruamento foi observado através de um aumento contínuo da pressão, enquanto outras apresentaram um comportamento mais frágil, no qual observou-se a destruição completa das amostras.

Durante o ensaio de compressão são gerados pontos com dados da força aplicada e do respectivo deslocamento de compressão. Estes dados foram plotados em gráficos que evidenciam as curvas características de resistência à compressão de cada tipo de amostra.

As propriedades mecânicas foram avaliadas baseadas no comportamento das amostras durante ensaio de compressão, em que se gerou automaticamente um levantamento de dados computadorizado com as seguintes informações: deslocamento do equipamento, força que está sendo aplicada pela máquina na amostra e tempo correspondente em que foram obtidos os dados.

A partir dos dados de deslocamento da máquina, força aplicada pelo equipamento e os já conhecidos, altura e área de seção da amostra, tornou-se possível gerar gráficos de tensão e deformação através das seguintes relações:

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (1)$$

A tensão (1) aplicada a um material é a força (P) por unidade de área inicial (A) aplicada ao material. A tensão máxima que o material pode suportar antes de quebrar é chamada de tensão de ruptura ou tensão final.

$$\varepsilon = \frac{\delta}{L} \quad (2)$$

A deformação (2) em relação ao comprimento original (L) é chamada de deformação específica, e não possui unidade, pois é uma relação de dois comprimentos medidos, o inicial e o final.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para analisar os resultados da pesquisa, considerou-se os objetivos específicos. Ao avaliar o efeito da extração química, constatou-se que as amostras produzidas a partir da compactação dos *feedstocks* MIM (50:50) tiveram um encolhimento significativamente maior do que as amostras produzidas por compactação a quente da mistura de 98% Fe-4P e 2% Ligante. Primeiramente, ressalta-se a diferença de composição das amostras, já que as amostras 98:2 - *Forno* são formadas por uma quantidade pequena de ligante. Essa composição diferenciada faz com que não seja necessário utilizar a extração química do ligante, visto que o mesmo é extraído apenas na extração térmica.

Outro ponto a salientar é que as amostras 50:50 - *Forno* e 50:50 - *Plasma* foram submetidas aos dois processos de extração em função da quantidade de ligante presente. A extração química promove a remoção da parafina e do ácido esteárico o que torna a amostra porosa facilitando a remoção do polietileno durante a extração térmica, tornando-a mais rápida (*European Powder Metallurgy Association*, 2013).

Esta diferença de material e métodos de extração do ligante resultou em diferentes microestruturas e conseqüentemente diferentes propriedades mecânicas como será abordado nas próximas seções.

4.1 Análise microestrutural

Foi retirada uma amostra por lote e submetida ao processo de análise da microestrutura. Numa primeira etapa de análise as amostras não receberam o ataque químico com ácido nítrico 2% em etanol, assim pode-se analisar melhor os poros na estrutura (Figuras 18a, 19a e 20a). Na segunda etapa da análise as amostras foram atacadas com ácido nítrico 2% em etanol, podendo-se assim visualizar e identificar contornos de grão e fases que constituem a sua microestrutura (Figura 18b, 19b e 20b).

A Figura 18 mostra a microestrutura da amostra 50:50 - *Forno* com *feedstock* de material base nas porcentagens de 50% de pó de Fe-4%P e 50% de ligante. Com um aumento de 50x na (Figura 18a) é possível notar que a porosidade não está homogênea distribuída e alguns poros estão interconectados. Pode-se notar também que com um aumento de 100x (Figura 18b) visualiza-se a região de contorno de grão da amostra do primeiro experimento,

devido ao ataque químico em ácido nítrico 2% em etanol. Nas amostras atacadas não foi observada a presença de F_3P ou F_2P .

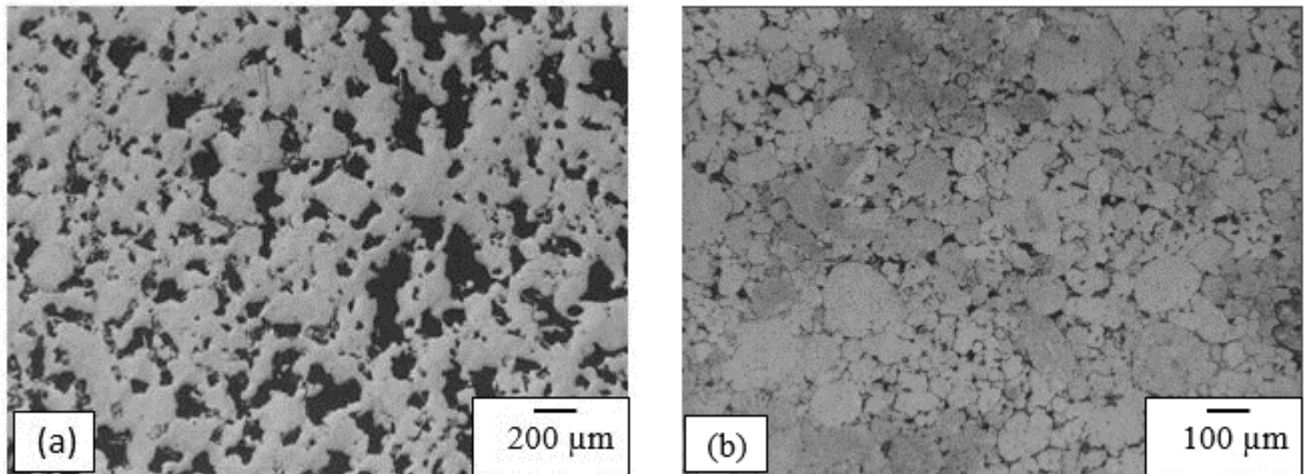


Figura 18 - Amostra do primeiro experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

A Figura 19 mostra a microestrutura da amostra *50:50 - Plasma*. Com um aumento de 50x (Figura 19a) é possível notar que há um aumento na porosidade devido ao processo de extração térmica do ligante por plasma, que pode resultar na sinterização de partículas da superfície durante a extração do ligante. A sinterização na superfície diminui a retração volumétrica das peças durante a etapa final de sinterização, o que aumenta a porosidade.

Os poros da amostra estão homoganeamente distribuídos e interconectados, o que é uma propriedade importante para aplicação na área de biomateriais como “*scaffolds*” que são arcabouços tridimensionalmente porosos, com propriedades bioativas e biodegradáveis, que servem de molde para a formação de novos tecidos e para liberação controlada de fármacos (Cheng, Liu e Wu, 2013). Pode-se notar também que com um aumento de 100x (Figura 19b) visualiza-se a região de contorno de grão da amostra, devido ao ataque químico em ácido nítrico 2% em etanol, assim como a amostra *50:50 - Forno*, não foram observados F_3P ou F_2P .

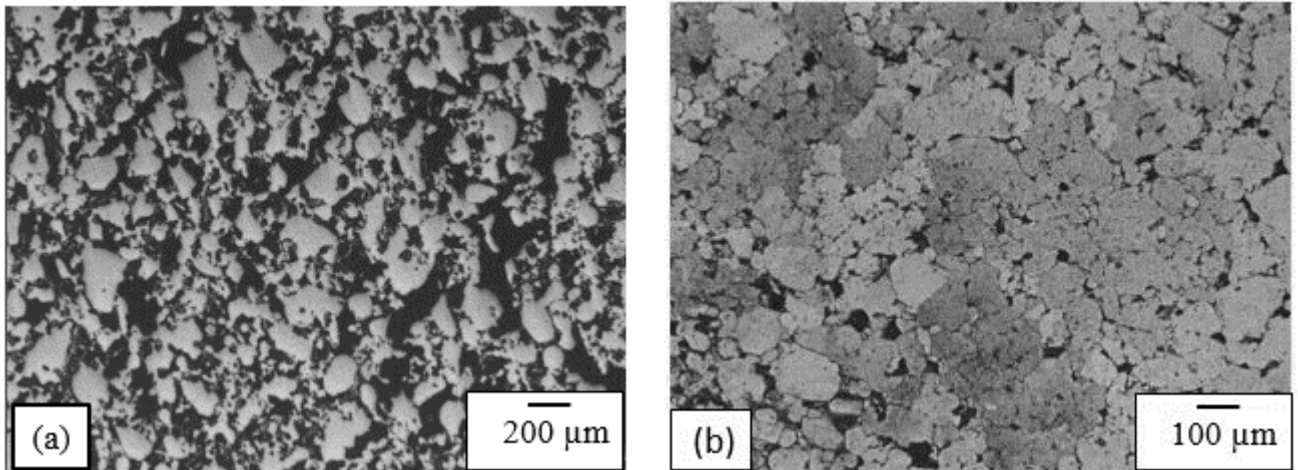


Figura 19 - Amostra do segundo experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico.

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

A microestrutura da amostra 98:2 - *Forno* é apresentado na Figura 20, que teve como material base 98% de pó de Fe-4%P com 2% em volume de parafina e ácido esteárico. Com um aumento de 50x na (Figura 20a) é possível notar que a porosidade diminui consideravelmente em relação as outras amostras. Isso pode ser explicado por sua composição possuir menor quantidade de material ligante. A região de contorno de grão pode ser visualizada com um aumento de 100x na (Figura 20b), devido ao ataque químico e também não foram observados F_3P ou F_2P .

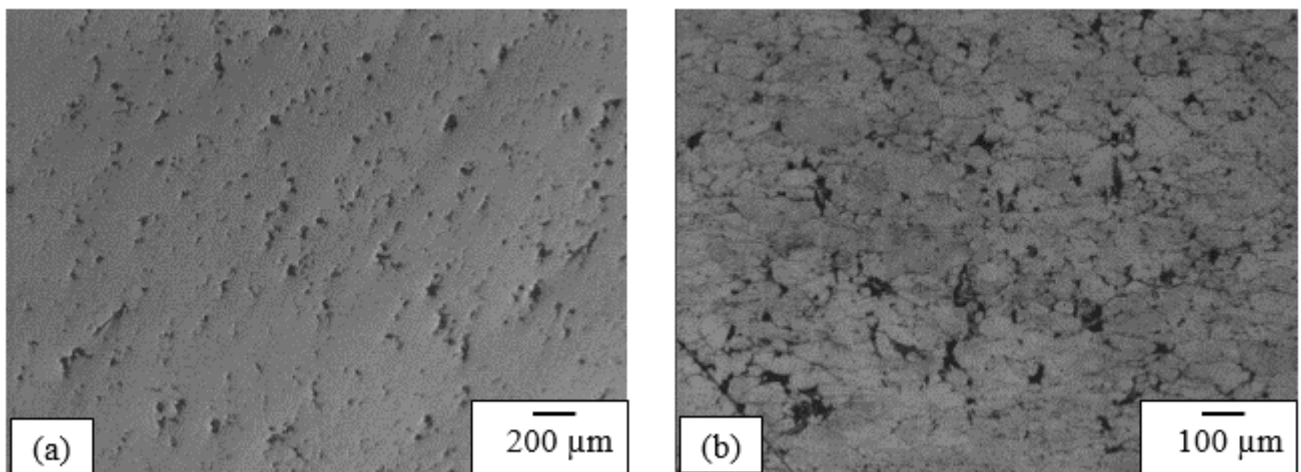


Figura 20 - Amostra do terceiro experimento, (a) aproximação 50x sem ataque químico, (b) aproximação 100x com ataque químico.

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

4.2 Análise de imagens

Após os ajustes dos parâmetros no software *ImageJ* obteve-se a porcentagem de porosidade das amostras, de acordo com a Tabela 3. A porosidade alcançada nas amostras 50:50 - *Plasma* foi similar a obtida por Sapata Filho (2018) em amostras produzidas pela técnica do agente espaçante.

Tabela 3 - Valores de porosidade obtidos através do software ImageJ

Amostra	% Área de poros
50:50 - Forno	24,768
50:50 - Plasma	47,426
98:2 - Forno	3,752

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

4.3 Propriedades mecânicas

A seguir podem ser visualizadas as curvas de tensão versus deformação para os ensaios de compressão realizados neste estudo. A Figura 21 mostra os resultados obtidos para amostras 50:50 - *Forno*. Essas amostras foram submetidas aos processos de extração térmica e sinterização em forno tubular resistivo.

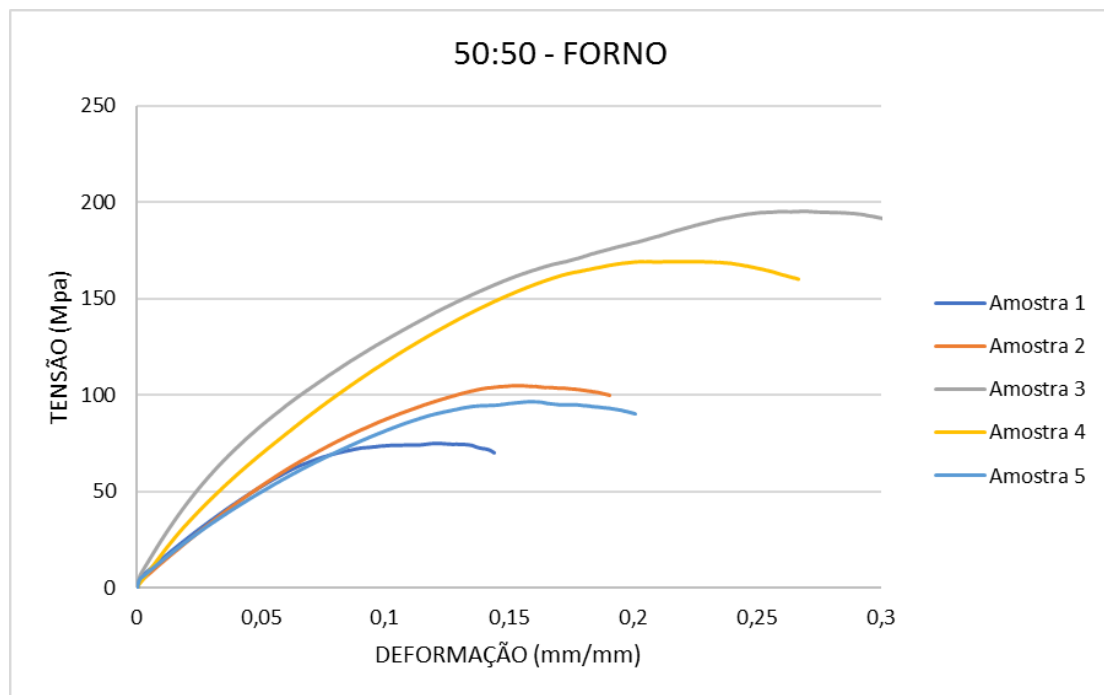


Figura 21 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras 50:50 - *Forno*.

Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

As análises dos resultados para corpos de prova de *50:50 - Forno* mostram que a tensão máxima suportada antes da primeira fratura ou perda de resistência das amostras está em torno de 195 MPa, deformação máxima em torno de 0,25% e tensão média (média das tensões máximas entre as amostras) aproximadamente de 128 MPa.

A grande disparidade dos resultados pode ser justificada pela formação de trincas durante a extração química do ligante, a otimização do processo de extração química do ligante através do melhor controle da taxa de aquecimento do solvente, e uso de menores temperaturas devem diminuir a presença de trincas e garantir uma maior homogeneidade das propriedades mecânicas.

A Figura 22 mostra os resultados obtidos para amostras *50:50 - Plasma* que usam o mesmo material base das amostras anteriores. A diferença em relação as amostras anteriores, está no processo de extração térmica que foi realizado por plasma.

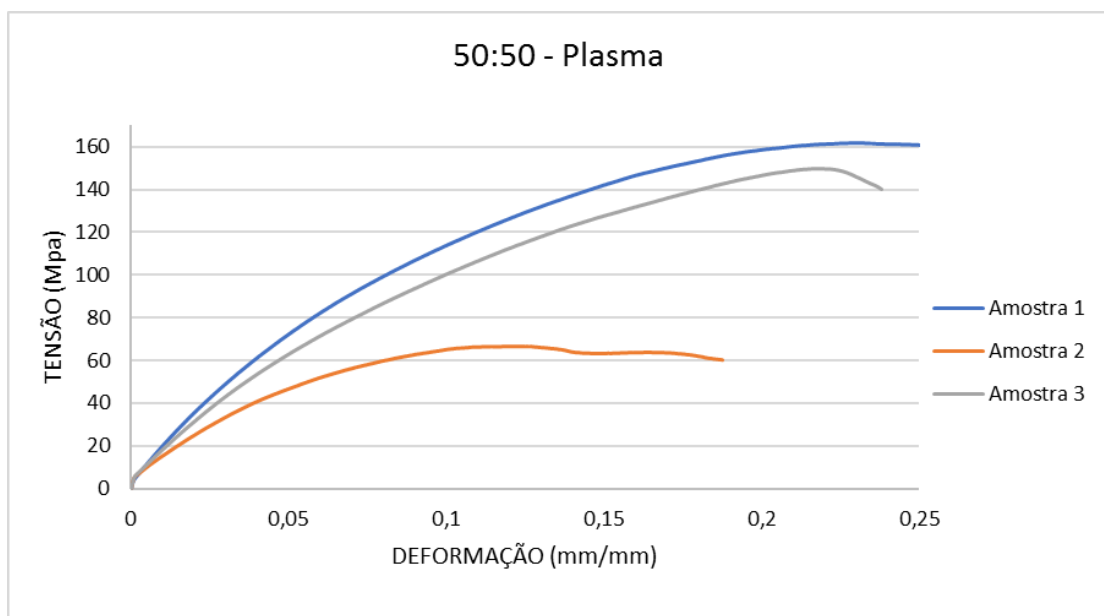


Figura 22 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras *50:50 - Plasma*.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

As análises dos resultados para os corpos de prova de *50:50 - Plasma* mostram que a tensão máxima suportada antes da primeira fratura ou perda de resistência das amostras está em torno de 160 MPa, deformação máxima em torno de 0,2% e tensão média aproximadamente de 126 MPa. Como esperado, a resistência mecânica dessas amostras foi inferior as amostras *50:50 - Forno* uma vez que possuem uma maior porosidade. Assim como nas amostras *50:50 - Forno* o grande desvio padrão da resistência a compressão das amostras *50:50 - Plasma* está associado a formação de trincas no processo de extração química do ligante.

Como discutido anteriormente, as amostras 50:50 - *Plasma* apresentaram uma porosidade similar às amostras das mesmas ligas obtidas pela técnica do agente espaçante (Sapata Filho, 2018). Entretanto, apresentaram uma resistência de compressão muito superior as amostras produzidas por Sapata Filho (2018), o qual encontrou uma tensão média de 30 MPa. A resistência mecânica mais elevada obtida nesse trabalho pode ser justificada pela ausência da formação de Fe_3P e Fe_2P que levam a fragilização do ferro e pela melhor homogeneidade dos poros. Nas amostras de Sapata Filho (2018), a formação de Fe_3P e Fe_2P deve-se a incorporação de carbono durante o processo de sinterização e remoção do agente espaçante no forno resistivo. A presença de carbono favorece a formação de Fe_3P e Fe_2P .

Nas amostras deste trabalho, os poros foram decorrentes do espaço vazio deixado pelo ligante e pela possível sinterização das partículas da superfície durante a extração do ligante por plasma. Tanto a extração química como extração por plasma removem a maior parte do ligante que seria fonte de incorporação de carbono, diminuindo, portanto, incorporação de carbono e conseqüente perda de ductilidade. Logo, o uso de moldagem por injeção combina a extração química e a plasma do ligante, sendo um método promissor para produção de peças altamente porosas de Fe-P com uma boa combinação entre porosidade e resistência mecânica.

A Figura 23 mostra os resultados obtidos para amostras de referência 98:2 - *Forno* que usam como material base a composição de 98% de pó de Fe-4%P e 2% em volume de parafina e ácido esteárico. Essas amostras não passaram pelo processo de extração química, foram submetidas somente aos processos de extração térmica e sinterização em forno tubular resistivo.

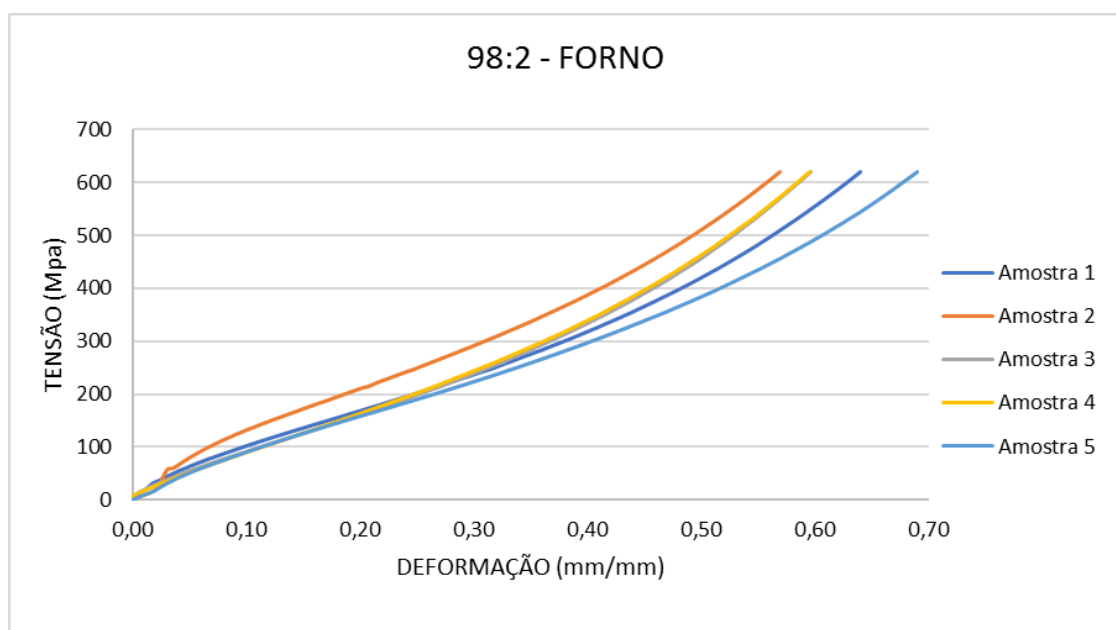


Figura 23 - Gráfico Tensão x Def. Específica das amostras 98:2 - *Forno*.
Fonte: Elaborado pelo autor (2019).

Para as amostras *50:50 - Forno* e *50:50 - Plasma* percebeu-se em vários momentos quedas nos valores de tensão aplicada. Estas quedas nos valores ocorreram devido à propagação de trincas, que levou inclusive a quebra das amostras e perda de contato das amostras com a máquina que realizava o ensaio de compressão.

As amostras contendo na sua composição 98% de pó de Fe-4%P e 2% em volume de parafina e ácido esteárico, são as que possuem melhor comportamento mecânico em relação as amostras ensaiadas. Alta performance pode ser justificada pela pequena quantidade de ligante em sua composição, o que resultou em uma baixa porosidade e como consequência com maior resistência mecânica.

5 CONCLUSÃO

A utilização da técnica de metalurgia do pó mostrou-se promissora para produção de ligas de ferro porosas, uma vez que permitiu a fabricação de amostras com uma resistência relativamente alta de 195 MPa ao escoamento em compressão.

Apesar das amostras *50:50 - Forno* e *50:50 - Plasma* atingirem boa resistência mecânica, percebe-se que algumas amostras tiveram comportamentos irregulares, mostrando-se quebradiças. A grande variação nas propriedades mecânicas está relacionada ao baixo controle do processo de extração química do ligante, o que pode ser facilmente melhorado. Logo, as amostras altamente porosas de Fe-P podem alcançar uma boa reprodutibilidade de suas propriedades mecânicas através da melhoria dos processos de extração do ligante.

As amostras *50:50 - Plasma*, apresentaram maior porcentagem de porosidade, devido a extração térmica ser realizada por plasma. Esse resultado corrobora com a literatura (Fusão, 2007; Silveira, 2008), mostrando que com a utilização do plasma a amostra sofre uma pré-sinterização na superfície da peça, tornando-a mais porosa.

A porosidade nas peças é recomendada para diversas aplicações biomédicas como próteses ósseas voltadas para a área de ortopedia, sendo um campo que pode trazer inúmeros benefícios visto que metais com grande porosidade criam a possibilidade de controlar parâmetros da sinterização, e assim obter densidades similares à vários tipos de estruturas ósseas diferenciadas em seres vivos.

A amostra *98:2 - Forno* apresentou maior resistência mecânica em relação as amostras que utilizaram o *feedstock* MIM como material base na compactação. Esse resultado se deve a diferença de composição das amostras, uma vez que as amostras com menor quantidade de material ligante apresentaram menor porcentagem de porosidade, e, portanto, elevada resistência mecânica.

Como sugestões para trabalhos futuros propõe-se investigar as etapas realizadas nas amostras *50:50 - Forno* e *50:50 - Plasma*, em especial, a etapa de extração química do ligante, melhorando o controle do tempo e da temperatura no processo. Ainda, cabe melhorar o processo de extração térmica do ligante assistida por plasma pois estas são as etapas cruciais para obtenção das propriedades desejadas como um bom controle do tamanho, quantidade de poros e as propriedades mecânicas.

REFERÊNCIAS

Achikita, M., & Ohtsuka, A. (1992). *U.S. Patent No. 5,091,022*. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

Auras, A.P.; Moro, N. *Metalurgia do Pó*. Florianópolis: CEFET/SC, 2007.

Binder, C. (2012). Desenvolvimento de novos tipos de aços sinterizados autolubrificantes a seco com elevada resistência mecânica aliada abaixo coeficiente de atrito via moldagem de pós por injeção. *Tese de doutorado*. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina.

Bittencourt, S.D., Ito, D. K., de Mattos Dias, M., de Aquim, P. M., de Martins, R. M., & Schaeffer, L. (2016). Estudo da influência do teor de fósforo nas propriedades magnéticas do ferro obtidas por metalurgia do pó. *Revista de Engenharia e Tecnologia*.

Cheng, J. B.; Liu, Y.H.; Wu, Y.F.; Zheng, J. *Mater. Sci. Technol.* 29 (7) (2013) 619–627.

Daudt, N. F., dos Santos, T. S., Limberger, I. F., Seeger, R. L., Dorneles, L. S., Binder, C., & Schaeffer, L. (2018). Highly porous Fe-2wt% P alloy produced by plasma assisted debinding and sintering of injection-molded parts. *Materials Letters*, 231, 163-166.

De Góis, F. C. (2011). *Estudar o comportamento de sinterização da liga ferrosa com adição de fosfeto de ferro(Fe₃P) nas propriedades do material*. Canoas, RS, Brasil.

Dehghan-Manshadi, A., Bermingham, M. J., Dargusch, M. S., StJohn, D. H., & Qian, M. (2017) Metal injection moulding of titanium and titanium alloys: Challenges and recent development. *Powder technology*, 319, 289-301.

Dowson, Gordon (1990). *Powder metallurgy: the process and its products*. Bristol: Adam Hilger.

Ergül, E., Özkan Gülsoy, H., & Günay, V. (2009). Effect of sintering parameters on mechanical properties of injection moulded Ti–6Al–4V alloys. *Powder Metallurgy*, 52(1), 65-71.

Euro Aktion Indústria e Comércio. (2015). *Tabela de Densidade dos Materiais*. Fonte: Euro Aktion Indústria e Comércio:

<http://www.euroaktion.com.br/Tabela%20de%20Densidade%20dos%20Materiais.pdf>

European Powder Metallurgy Association. (2013). *Metal Injection Moulding: A Manufacturing Process for Precision Engineering Components*.

Ferreira, José M.G. de Carvalho (2002). *Tecnologia da Pulverometalurgia*, Lisboa.

Fusão, Davi (2007). Estudo da extração de ligantes e da sinterização assistidas por plasma de peças produzidas por moldagem de pós por injeção. *Tese*. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina.

German, R. M. (1990). *Powder injection molding*. MPIF, Princeton, NY.

Ji, C. H., Loh, N. H., Khor, K. A., & Tor, S. B. (2001). Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using Taguchi method: final density. *Materials Science and Engineering: A*, 311(1-2), 74-82.

Larsen, R. M. (2004). On phosphorus as additive in iron based soft PM magnets. *Powder metallurgy*, 47(4), 332-334.

Li, Y., Li, L. Khalil, K. A., „Effect of powder loading on metal injection molding stainless steels. *Journal of Materials Processing and Technology*, Bd. 183, pp. 432-439, 2007.

Lia, H.; Zheng, Y.; Qin, L. *Progr Nat Sci-Mater* 24 (2014) 414–422.

Neves, J. C. K. D. (1999). Manutenção do teor de carbono na sinterização por plasma Ar-H₂-CH₄ de injetados em aço ao carbono baixa liga. *Dissertação de mestrado*. Programa de Pós-Graduação em Engenharia. Universidade Federal de Santa Catarina.

Omar, M. A., Ibrahim, R., Sidik, M. I., Mustapha, M., & Mohamad, M. (2003). Rapid debinding of 316L stainless steel injection moulded component. *Journal of Materials Processing Technology*, 140(1-3), 397-400.

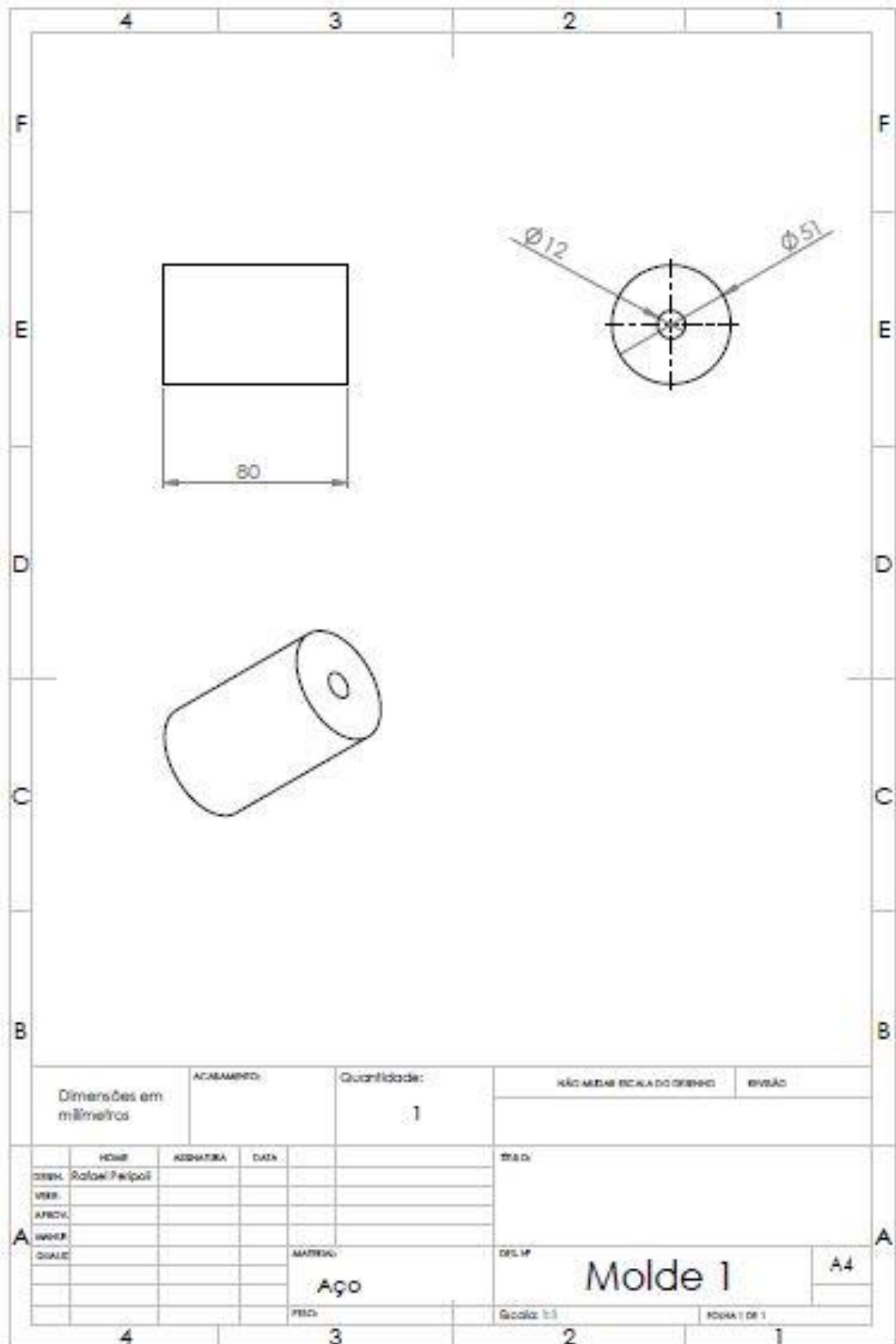
Ourique, P. A. (2012). Efeito das variáveis de processamento em misturas de alumina com ligantes orgânicos usadas na moldagem por injeção em baixa pressão. *Dissertação*. Programa de Pós-Graduação em Materiais. Universidade de Caxias do Sul.

Sapata Filho, F. (2018). Produção de peças altamente porosas de ferro a partir da técnica do agente espaçante. *Trabalho de Conclusão de Curso*. Departamento de Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Santa Maria.

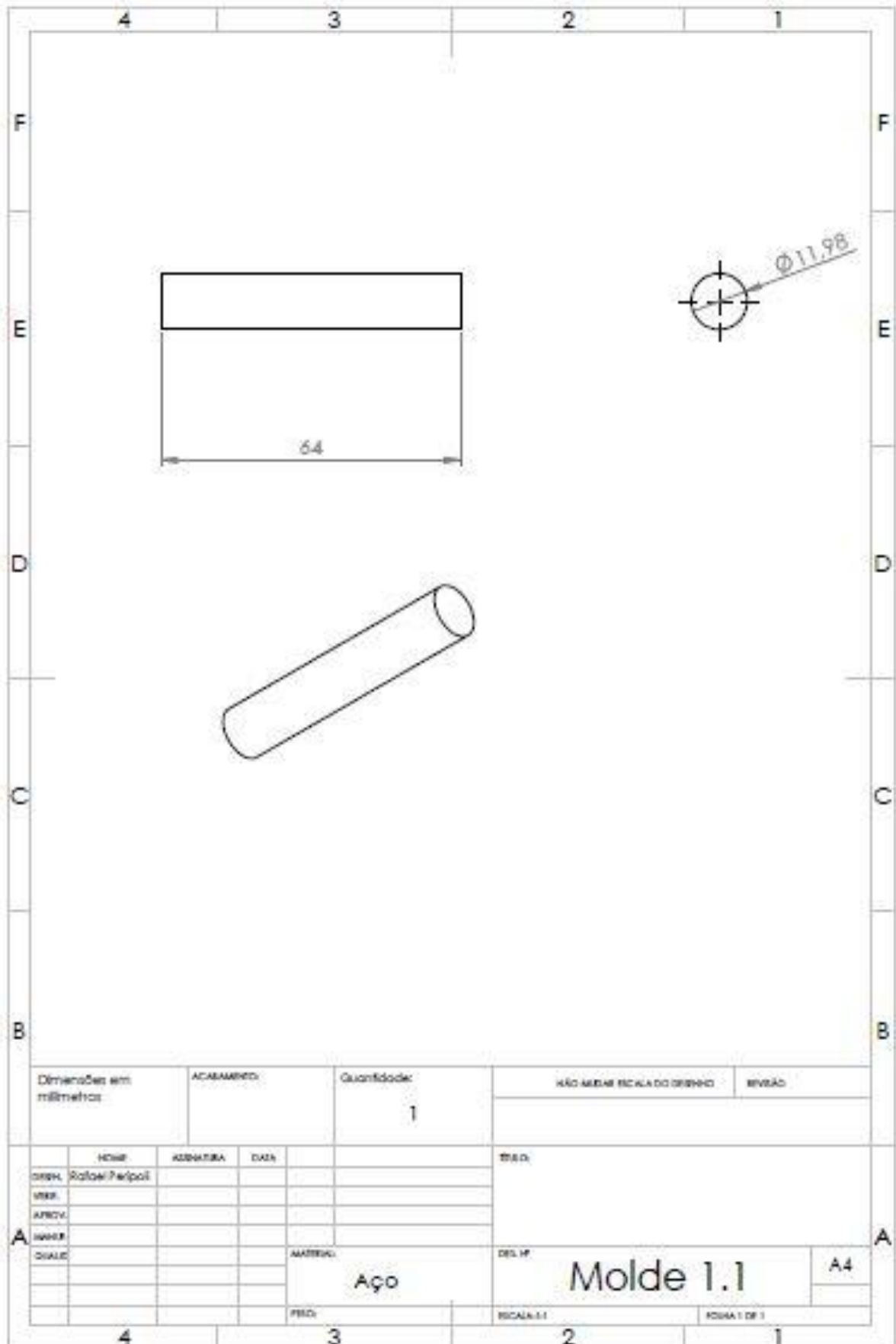
Silveira, W. D. (2008). Extração, assistida por plasma, de ligantes orgânicos de peças produzidas por injeção de pós: estudo da extração dos componentes de baixo peso molecular. *Dissertação*. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais. Universidade Federal de Santa Catarina.

Grupo Setorial da Metalurgia do Pó. (2011). *Grupo Setorial da Metalurgia do Pó - Aplicações*. Disponível em: <http://www.metalurgiadopo.com.br/Paginas/detalhes.asp?iType=1&iPic=16>

APÊNDICE 1



APÊNDICE 2



APÊNDICE 3

