

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

CONFORMAÇÃO A FRIO DE PRÉ-FORMAS SINTERIZADAS DE FERRO
PURO E DA LIGA Fe – 3,5%Ni

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA
CATARINA PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM
ENGENHARIA MECÂNICA

CARLOS EURICO COLLARES

FLORIANÓPOLIS, AGOSTO DE 1999

CONFORMAÇÃO A FRIO DE PRÉ-FORMAS SINTERIZADAS DE FERRO
PURO E DA LIGA Fe – 3,5%Ni

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA A OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE:

MESTRE EM ENGENHARIA

ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, APROVADA EM SUA FORMA
FINAL PELO CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA


Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein. – Orientador.


Prof. Ph.D. Julio Cesar Passos – Coordenador do curso

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. Ing. Augusto J. A. Buschinelli – Presidente


Prof. D. Sc. Carlos Augusto S. de Oliveira


Prof. Dr. Ing. Paulo A. P. Wendhausen

À minha mãe e à minha esposa

Agradecimentos

Ao Prof. Dr. Aloisio Nelmo Klein, pelo seu decisivo incentivo e orientação concedidos, para elaboração desta dissertação.

Ao M.Eng. Junior G. Justino pelas sugestões e discussões realizadas.

Ao engenheiro Hugo Calefi Dias, pela sua cooperação na execução de ensaios e auxílio na preparação do trabalho escrito.

Aos colegas do LABMAT-UFSC, pelo auxílio na realização de ensaios, em particular ao M.Eng. Rubens M. Nascimento.

À Fundação CERTI, pela oportunidade de utilização de seus laboratórios.

À EMBRACO pela realização de ensaios mecânicos.

À GERDAU pela execução dos ensaios mecânicos complementares.

À CAPES, pela bolsa de estudos e pelo apoio financeiro.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

Sumário

1.	Introdução.....	01
1.1	Situação e perspectivas do mercado de sinterizados.....	03
1.2	Vantagens do processo.....	06
1.3	Objetivos do estudo.....	10
2.	Revisão da Literatura.....	11
2.1	A influência do tipo de pó.....	17
2.2	A influência da compactação da pré-forma.....	19
2.3	A influência da sinterização.....	22
2.4	A influência da geometria da pré-forma, das condições de lubrificação e das condições de forjamento.....	24
3.	Procedimento Experimental.....	30
3.1	Materiais.....	31
3.2	Mistura dos pós.....	34
3.3	Compactação de pós.....	35
3.4	Pré-sinterização e sinterização.....	36
3.5	Forjamento a frio.....	39
3.6	Análise microestrutural e medição da microdureza.....	40

3.7	Ensaio mecânico e determinação da densidade de massa.....	42
4	Resultados e Discussões.....	47
4.1	Ciclos de processamento e propriedades mecânicas.....	47
4.2	Análise dilatométrica.....	63
4.3	Análise microestrutural.....	69
5	Conclusões.....	92
6	Propostas para Continuação dos Trabalhos.....	94
7	Referências Bibliográficas.....	95

Índice de Figuras

Figura 1 - Composição do mercado de peças sinterizadas na América do Norte.....	04
Figura 2 - Custo relativo de diferentes processos da metalurgia do pó.	05
Figura 3 - Evolução da forma no forjamento pelo processo tradicional e a partir de pré-forma de pó sinterizado.....	08
Figura 4 – Flange forjado a partir de pré-forma sinterizada.....	20
Figura 5 – Opções de desenho de pré-formas sinterizadas para forjamento do flange da Fig. 4.....	20
Figura 6 – Modos de forjamento e tensões nos poros para (a) recompactação e (b) recalque.....	25
Figura 7 – Esquema de zonas de deformação em um cilindro sob compressão axial, durante o recalque, com alto atrito nas superfícies superior e inferior, de contato com os punções.....	26
Figura 8 – Deformações na superfície livre durante o forjamento de uma peça em cunha, conforme o ângulo da cunha.....	28
Figura 9 – Variação da deformação limite a fratura durante o recalque de cilindros sinterizados de pós de liga de alumínio.....	29
Figura 10 – Morfologia do pó de ferro F1000B Ancorsteel. Aumento nominal 30X, MEV.....	32
Figura 11 – Morfologia do pó de níquel carbonila. Aumento nominal 4000X, MEV.....	34
Figura 12 – Desenho esquemático do sistema de sinterização utilizado.....	38

- Figura 13 – Sistema de medida da frequência de ressonância de barras, para determinação do módulo de elasticidade.....46**
- Figura 14 – Ciclos típicos dos processos empregados envolvendo compactação do pó, pré-sinterização, forjamento a frio e sinterização final.....48**
- Figura 15 – Densidades de massa após os diversos processos, em amostras de Fe puro (F) e Fe + 3,5% Ni (N), e os respectivos desvios padrão das medidas.....49**
- Figura 16 – Limite de escoamento em tração, $LE_{0,2}$, em pré-sinterizados forjados a frio com 40% de deformação e posterior sinterização, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos).....53**
- Figura 17 – Limite de resistência em tração, LR, em sinterizados forjados a frio com 40% de deformação e sinterizados, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos)..... 55**
- Figura 18 – Alongamento em tração A, em 25mm de comprimento útil, em pré-formas com 40% de deformação e sinterizados, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos).....58**
- Figura 19 – Módulos de elasticidade, E, medidos através da frequência natural de ressonância.....59**

- Figura 20 – Variação de densidade relativa com a deformação axial verdadeira no forjamento a frio de pré-formas sinterizadas.....60**
- Figura 21 – Variação do coeficiente de Poisson plástico no forjamento a frio de pré-formas de ferro pré-sinterizadas a 880°C, em função da densidade relativa.....62**
- Figura 22 – Variação do coeficiente de Poisson plástico no forjamento a frio de pré-formas de Fe + 3,5%Ni pré-sinterizados a 680°C, em função da densidade de massa relativa.....62**
- Figura 23 – Dilatometria de compactados de ferro puro e da liga Fe + 3,5%Ni.....63**
- Figura 24 – Variação dimensional na sinterização final após o forjamento a frio com 40% de deformação; Fe pré-sinterizado em 680°C e Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 880°C.....65**
- Figura 25 – Taxas da variação dimensional durante a sinterização de amostras após o forjamento a frio com 40% de deformação em Fe puro pré-sinterizado em 680°C e Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 880°C.....66**
- Figura 26 – Dilatometria de sinterização a 850°C de pré-formas em Fe, pré-sinterizadas a 880°C e forjadas a frio com 40%, 60% e 80% de conformação axial.....67**
- Figura 27 – Velocidades / taxas de variações dimensionais das pré-formas em Fe, pré-sinterizadas a 880°C e forjadas a frio a 40%, 60% e 80% de conformação axial.....68**

- Figura 28 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima ao plano de contato com o punção de forjamento. Aumento 365X. Ataque: Nital 2%.....70**
- Figura 29 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima a aresta da amostra ou vértice da seção transversal. Aumento 365X. Ataque: Nital 2%.....71**
- Figura 30 – Microestrutura da liga Fe + 3,5% Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima ao plano lateral onde ocorre deformação livre durante o forjamento. Aumento 730X. Ataque: Nital 2%.....71**
- Figura 31 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, mostrando aspectos da difusão Fe-Ni em baixa temperatura. Aumento 1460X. Ataque: Nital 2%.....72**
- Figura 32 – Diagrama de transformação de fases dinâmico Fe-Ni, para taxas de variação de temperatura entre 2°C/min e 150°C/min. α -ferrita, γ -austenita..... 73**
- Figura 33 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizada a 850°C. Aumento 365X. Ataque: NaHSO₃ 17%.....75**
- Figura 34 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizado a 1120°C. Aumento: 365X. Ataque: NaHSO₃ 17%..... 75**

Figura 35 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada em 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizada em 1120°C. MEV (BSE). Ataque: Nital 2%.....76

Figura 36 – Microestrutura do Fe puro, pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação axial e sinterizado em 850°C (F880/850). Aumento: 365X. Ataque: Nital 2%.....78

Figura 37 – Microestrutura do Fe puro, pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação axial e sinterizado em 1120°C (F880/1120). Aumento: 365X. Ataque: Nital 2%.....78

Figura 38 – Regiões da seção transversal analisadas em relação à porosidade no sistema automático de análise de imagens acoplado ao microscópio eletrônico de varredura.....79

Figura 39 – Porosidade na seção transversal (%) em amostra de Fe, pré-sinterizada em 880°C, forjada a frio com 40% de deformação e sinterizada em 1120°C (F880/1120).....80

Figura 40 – Porosidade na seção transversal (%) em amostra de Fe, pré-sinterizada em 880°C, forjada a frio com 40% de deformação e sinterizada em 850°C (F880/850).....81

Figura 41 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5 %Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de deformação (N680).....82

Figura 42 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de conformação e sinterizado em 850°C.....83

- Figura 43 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de conformação e sinterizado em 1120°C.....83**
- Figura 44 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (F880/850 – direção x).....85**
- Figura 45 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (F880/850 – direção y).....85**
- Figura 46 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (F880/1120 – direção x)...86**
- Figura 47 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (F880/1120 – direção y)...86**
- Figura 48 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (N680/850 – direção x).....87**
- Figura 49 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (N680/850 – direção y).....87**
- Figura 50 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (N680/1120 – direção x)...88**

**Figura 51 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni
pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de
deformação e sinterizado em 1120°C (N680/1120 – direção y)...88**

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Comparação entre os processos de forjamento a quente e a frio.....	09
Tabela 2 – Mecanismos controladores de crescimento dos contatos entre partículas.....	23
Tabela 3 – Variáveis consideradas e o respectivo número de níveis analisados.....	31
Tabela 4 – Codificação dos processos empregados.....	49
Tabela 5 – Fator de forma dos poros de amostras forjadas a frio com 40% de deformação.....	90
Tabela 6 – Resumo qualitativo comparativo de tendências de medidas efetuadas em relação ao processamento de sinterizados forjados a frio(sinterização alta 1120°C X sinterização baixa 850°C).....	91

Simbologia

- α – fase ferrítica com estrutura cúbica de corpo centrado
- γ – fase austenítica com estrutura cúbica de faces centradas
- ε_x – deformação na direção perpendicular à compressão de forjamento
- ε_y – deformação na direção de forjamento.
- μ – micro (10^{-6})
- ν – coeficiente de Poisson
- π – pi (3,1416...)
- ρ – densidade de massa
- ρ_{th} – densidade de massa teórica, sem poros
- σ – tensão normal
- τ – tensão cisalhante
- A** – alongamento em tração
- E** – módulo de elasticidade
- LE** – limite de escoamento em tração
- LR** – limite de resistência a tração
- ln** – logaritmo natural com base “e”
- t** – teste estatístico de significância da diferença entre medias usando distribuição de Student

Resumo

O presente trabalho de dissertação de mestrado envolveu-se com o forjamento a frio de pré-formas pré-sinterizadas de ferro puro e da liga Fe + 3,5% Ni em peso. O objetivo do trabalho experimental foi associar o comportamento mecânico estático do material à sua microestrutura e às condições de processamento. Como matéria prima para a fabricação das amostras utilizou-se pó de ferro atomizado Ancorsteel 1000B e pó de níquel carbonila. A pré-sinterização das pré-formas foi realizada nas temperaturas de 680° C, 880° C, 950° C e 1120° C, por 30 minutos, em atmosfera de hidrogênio. Após a pré-sinterização as amostras foram forjadas a frio com 40% de deformação verdadeira, em recalque (upsetting), e sinterizadas (sinterização final) a 850° C e 1120° C, por 30 minutos. Mediu-se o limite de resistência em tração, o limite de escoamento, o alongamento, o módulo de elasticidade (através da frequência de vibração natural) e o coeficiente de Poisson plástico. A microestrutura das amostras foi analisada por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de dispersão de energia de raios X, microdureza e análise automática de imagens. Análises dilatométricas contribuíram na análise da cinética de sinterização e mudanças de fases nos tratamentos térmicos. Os processamentos permitiram atingir densidades relativas superiores a 95% e alongamentos em tração de até 39%, no caso de corpos de prova de ferro puro e alongamento de até 27%, no caso da liga Fe + 3,5% Ni. Os melhores resultados de propriedades mecânicas estáticas foram atingidos com pré-formas de ferro pré-sinterizadas a 880° C e pré-formas da liga Fe + 3,5% Ni pré-sinterizadas a 680° C, ou seja, nas temperaturas que conferem maior densificação no forjamento a frio posterior. A sinterização final que proporcionou maiores valores de propriedades mecânicas foi a de 850° C para o ferro puro e de 1120°

C para a liga Fe + 3,5% Ni. A recristalização que ocorre durante a sinterização final, após forjamento a frio, aumenta a cinética do processo. O percentual volumétrico de poros, o tamanho, a forma e a dimensão maior dos poros é variável conforme a região da peça e tipo de tensões sofridas durante o forjamento a frio, em cada região. Estas diferenças e seus efeitos devem, portanto, ser previstos no projeto de pré-formas, considerando as regiões mais solicitadas das peças em serviço.

Abstract

The activities for this master degree dissertation were concerned with cold forging of sintered pre-forms of commercially pure iron and of the alloy Fe + 3,5% Ni (wt). The aim of the experiments was to correlate the static mechanical behavior of the materials to their microstructure and manufacturing conditions. The basic materials used to manufacture the samples were atomized iron powder Ancorsteel 1000B and carbonyl nickel powder. The sintering of pre-forms was performed under temperatures of 680 °C, 880 °C, 950 °C and 1120 °C, during 30 minutes, in commercial hydrogen atmosphere. After pré-sintering, the samples were cold forged to 40% true strain, by free forging (upsetting), and sintered (final sintering) at 850 °C and 1120 °C, during 30 minutes. Measured properties included ultimate tensile strength, tensile yield stress, elongation, Young modulus (through natural vibration frequency) and the plastic Poisson coefficient. The microstructure was analyzed by optical and scanning electron microscopy, energy dispersion spectroscopy (EDS), microhardness tests and automatic image analysis. Dilatometric tests were used to get more insight into the sintering kinetics and phases changes occurring during heat treatments. The employed manufacturing processes allowed to reach relative densities higher than 95% and elongations in tension up to 39%, in iron powder samples and elongations up to 27%, in Fe + 3,5% Ni alloy. The best static mechanical properties, were found in samples manufactured from iron powder compacts pre-sintered at 880 °C and in samples manufactured from Fe + 3,5% Ni powder compacts pre-sintered at 680 °C, i. e., under the temperatures which provided the highest densification in subsequent cold forging. The final sintering temperature which brought the best static mechanical properties

was 850 °C for iron samples and 1120 °C for Fe + 3,5% Ni alloy. The recrystallization that takes place during this final sintering, after the cold forging, enhances the process kinetics.

The volume fraction of pores, their size, shape and length changed according to part region and the stress state actuating during the cold forging, in each region. Such differences and so, its consequences shall be foreseen in pre-forms design, considering the highest stressed part regions knowledge, for the best service performance.

1. Introdução

Desde os primórdios da metalurgia do pó houve o emprego do forjamento a frio de pós. Quando o domínio dos processos de aquecimento por combustão ainda não era suficiente para a fundição de metais, o minério de ferro era aquecido tendo seus óxidos reduzidos, transformando-o em pedaços ou partículas de ferro esponja, que posteriormente eram forjadas a frio, batendo-os com pedras e dando forma aos primeiros implementos agrícolas e armas metálicas.

Posteriormente, a utilização de pós metálicos evoluiu para a obtenção de peças, não obtíveis por fundição; artesãos árabes e germânicos atritavam pedaços de ferro obtendo pó fino de ferro, o qual era oxidado e forjado repetidamente até obter-se óxidos finamente dispersos no material; este era, então, conformado em espadas de alta qualidade, endurecidas por dispersão de pequenas partículas de óxidos.

Mais recentemente, no início do século 20, outro marco no desenvolvimento da metalurgia do pó foi o surgimento do processo de produção de filamentos de tungstênio via metalurgia do pó, desenvolvido por W. D. Coolidge, o qual ainda hoje é utilizado. Neste processo, barras quadradas compactadas de pó de tungstênio são sinterizadas (aquecimento direto por passagem de corrente elétrica através das barras) e posteriormente laminadas e trefiladas até obter-se finos fios. O processo de obtenção de pré-formas de tungstênio por fundição revelou-se pouco atrativo economicamente devido ao seu elevado ponto de fusão, em torno de 3410°C.

Embora os exemplos citados sejam casos onde existem vantagens tecnológicas marcantes pelo emprego da metalurgia do pó, a moderna indústria que emprega este processo cresceu e estabeleceu-se baseada principalmente nas vantagens

econômicas e onde a precisão dimensional sobrepõe-se à importância das propriedades mecânicas [1-2].

É sabido que várias propriedades mecânicas de materiais sinterizados são melhoradas através de um aumento da densidade de massa [3-5], isto é, de uma diminuição da porosidade destes materiais. Decorrem deste conhecimento os esforços envidados no sentido de aumentar a densidade de massa de materiais sinterizados por diversas técnicas e tratamentos, utilizando pré-formas sinterizadas, e com isto aumentar o campo de utilização de peças sinterizadas no mercado de peças estruturais. Dentre estas diversas técnicas tem-se sobressaído a de forjamento, que na década de 1970 ganhou um grande impulso, com vários casos de sucesso na indústria automobilística, como engrenagens de caixas de câmbio e no início dos anos 1980, as bielas de motores empregados pioneiramente em produção no Porsche 928, fabricadas pela GNK da Inglaterra e passando a ser usadas pelos principais fabricantes automobilísticos em diversos motores. As vantagens deste emprego são não somente em expectativa de vida em serviço, mas principalmente comercial; devido à maior precisão dimensional e de massa oferecida pelo processo de forjamento de pré-formas sinterizadas em relação ao forjamento convencional, possibilitou-se a eliminação de massas de balanceamento nas bielas, diminuindo seu peso e operações adicionais de balanceamento.

A possibilidade de aumentar ainda mais a precisão dimensional de peças forjadas é prevista com o forjamento a frio de pré-formas sinterizadas uma vez que elimina-se a operação de forjamento sob alta temperatura e respectivas contrações térmicas. Alguns casos de sucesso comercial utilizando forjamento a frio foram desenvolvidos como o caso de corpos de velas de ignição pela divisão AC Electronics da GM [6] e de pistas de mancais, pela R. B & W [7]. No entanto, este processo tem se

mantido relativamente pouco utilizado apesar de reconhecidamente em crescimento [8].

Entre as limitações à utilização deste processo está o escasso conhecimento de seus limites e de sua influência em propriedades de peças, afim de aumentar a confiabilidade tanto em fabricação quanto no uso estrutural.

Diversos estudos e propostas de equações constitutivas sobre o comportamento plástico e elástico de materiais sinterizados têm sido publicados [9 – 21] baseados em teorias mecânicas do contínuo e/ou corrigidas empiricamente, como função da densidade de massa ou modelos idealizados de porosidade, sem considerar sua forma e distribuição e, por conseguinte, com resultados aproximados de baixa correlação com resultados experimentais ou válidos apenas para determinadas faixas limitadas de aplicação, embora alguns poucos autores reconheçam a importância da microestrutura do material e/ou da forma e distribuição dos poros [22 – 26].

Divisa-se, então, a importância de um aprofundamento no estudo do comportamento de materiais sinterizados conformados a frio e da influência de suas principais fases, sólida e vazios, através do estudo da sua microestrutura e porosidade a fim de fornecer subsídios a futuros desenvolvimentos teóricos de equações constitutivas.

1.1 Situação e perspectivas do mercado de sinterizados

As regiões que produzem as maiores quantidades de pós de ferro e aço são a América do Norte, Japão e Europa, nesta ordem decrescente.

O mercado de pós ferrosos na América do Norte tem sido crescente com taxa de crescimento anual média de 6.1 % na década de 1985 a 1995, sendo previstas taxas de crescimento anuais entre 4 e 6 % até o ano 2005 [27].

O mercado de peças fabricadas via metalurgia do pó está, também, em expansão, tendo como principal cliente a indústria automotiva, que utiliza em torno de 70% das peças produzidas na América do Norte, conforme mostra a Figura 1 [27], aproximadamente 88% das peças produzidas no Japão e em torno de 80% na Europa Ocidental [28], com emprego sobretudo no motor e transmissão mecânica / automática.

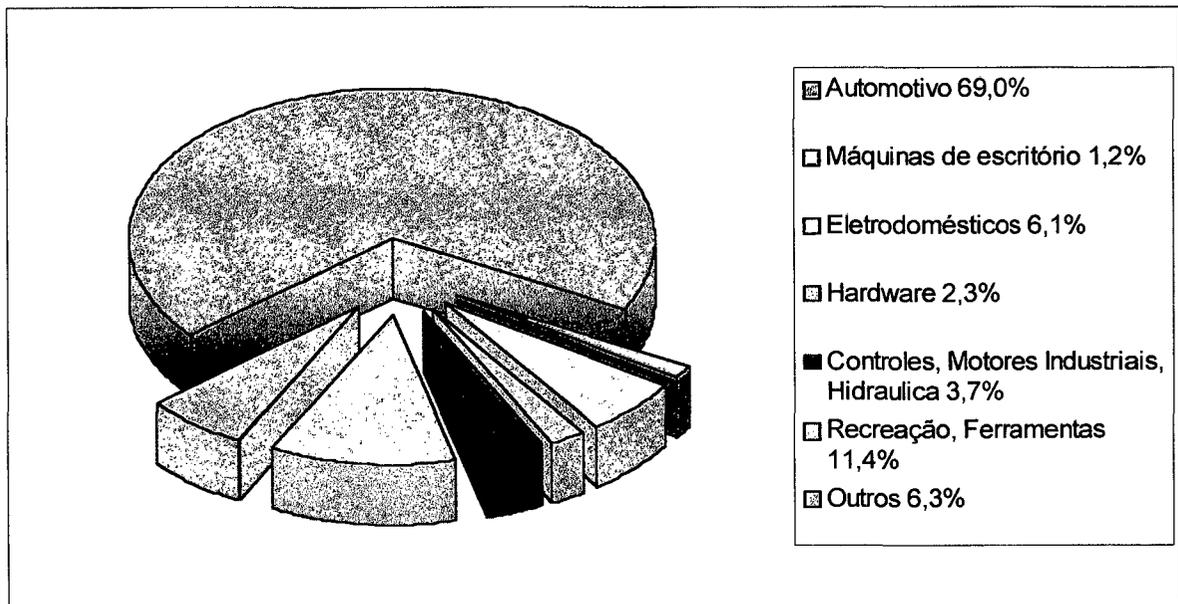


Figura1 - Composição do mercado de peças sinterizadas na América do Norte.

Foi observado [29], além do aumento da quantidade de peças produzidas, um aumento do seu valor; isto explica-se sobretudo pelo aumento de requisitos de geometria, tolerâncias dimensionais e propriedades mecânicas, já que peças usadas

principalmente em motores e transmissão estão normalmente sujeitas a solicitações térmicas e dinâmicas elevadas, com requisitos de tolerâncias dimensionais apertadas.

A Figura 2 mostra que o custo relativo de processos que elevam a densidade de massa de peças sinterizadas, e conseqüentemente as propriedades mecânicas da peça, tende a ser maior.

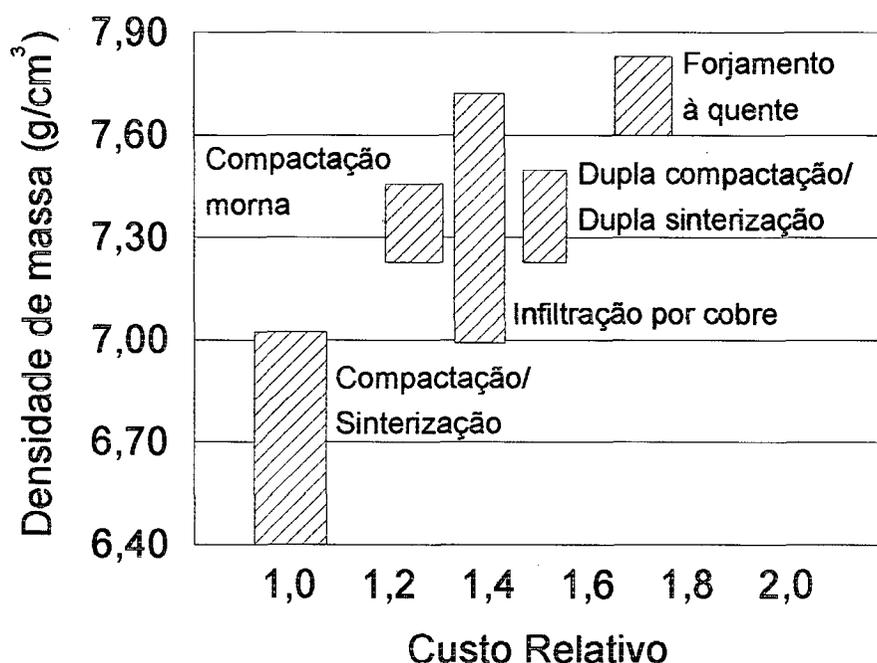


Figura 2 - Custo relativo de diferentes processos da metalurgia do pó. [29]

Apesar deste aumento de custo relativo das peças com maior densidade de massa, diversas peças forjadas a partir de pré-formas sinterizadas têm sido viabilizadas economicamente em produção, com propriedades mecânicas comparáveis às suas equivalentes usinadas a partir de material convencional de lingotamento [30,31] como, por exemplo, bielas de motores e engrenagens de transmissões.

Este emprego de peças estruturais tem feito com que a participação média de peças feitas por metalurgia do pó na massa de automóveis, na América do Norte, venha subindo gradativamente e esteja em cerca de 14 kg por automóvel, com previsão de 22 kg até o final da década [27].

O processo de fabricação de peças por metalurgia do pó em geral apresenta custos não recorrentes elevados decorrentes do emprego de matrizes de compactação, fornos de sinterização, prensas de forjamento, etc... e, portanto, as peças que oferecem maiores vantagens econômicas são as de médias e grandes séries; conseqüentemente, a metalurgia do pó encontrou na indústria automobilística um de seus grandes mercados. Conforme previsão do Departamento de Comércio Norte Americano, o volume de vendas no setor automobilístico continuará a mostrar forte crescimento nos países em desenvolvimento [27]. Isto faz com que a expectativa de crescimento do mercado de peças fabricadas por metalurgia do pó tenha mais este fator positivo, levando à crença da conveniência de investimento no desenvolvimento de linhas de pesquisa neste setor.

1.2 Vantagens do processo

As vantagens auferidas pelo uso da metalurgia do pó na produção de peças são conhecidas e incluem [30] :

1. Alta produtividade
2. Eliminação ou redução de operações de usinagem de acabamento
3. Capacidade de produção de peças complexas
4. Bom acabamento superficial

O forjamento a quente de pré-formas sinterizadas, além de conferir densidades de massa mais altas pela diminuição ou eliminação da porosidade e, portanto, aumentar as propriedades mecânicas da peça [30], apresenta vantagens em relação ao forjamento de materiais sólidos convencionais, como:

1. Menor utilização de material, devido ao maior controle sobre a pré-forma inicial e diminuição ou eliminação de rebarbas;
2. Menor incerteza dimensional e maior controle sobre a massa da peça;
3. Diminuição do número de passos de forjamento e, portanto, do número de matrizes necessárias; e
4. Diminuição da energia de forjamento, uma vez que a pré-forma sinterizada normalmente apresenta limites de escoamento iniciais mais baixos e diminuição da força para o forjamento pois elimina-se a rebarba e, portanto, a área forjada.

A Figura 3 mostra um exemplo de peça forjada evidenciando as diferenças no aproveitamento de material entre os processos a partir de metalurgia do pó e tradicional a partir de material de lingotamento.

O forjamento a frio de pré-formas sinterizadas apresenta as seguintes vantagens sobre o forjamento a quente:

1. Grande precisão dimensional, diminuindo a usinagem e o peso indesejado.

Engrenagens helicoidais, por exemplo, podem ser feitas economicamente por forjamento a frio, a partir de aço convencional, sem a necessidade de usinagem de acabamento [32,33]. A vantagem em precisão dimensional advém, sobretudo, por ser desnecessário o controle de contrações térmicas e da diminuição do desgaste de matrizes em relação ao processo de forjamento sob alta temperatura.

2. Previne a oxidação superficial uma vez que evita a exposição sob condições de atmosfera não controlada e altas temperaturas durante o forjamento. O processo, no entanto, pode requerer cargas maiores e, portanto, capacidade de prensa maior em relação ao processo de forjamento a quente de pré-formas sinterizadas; embora, devido a eliminação de rebarbas, possa apresentar vantagem em relação ao forjamento a frio convencional.

Uma desvantagem do forjamento a frio é o desconhecimento de limitações para o projeto de matrizes e pré-formas devido aos limitados estudos existentes associando a microestrutura ao comportamento mecânico do material.

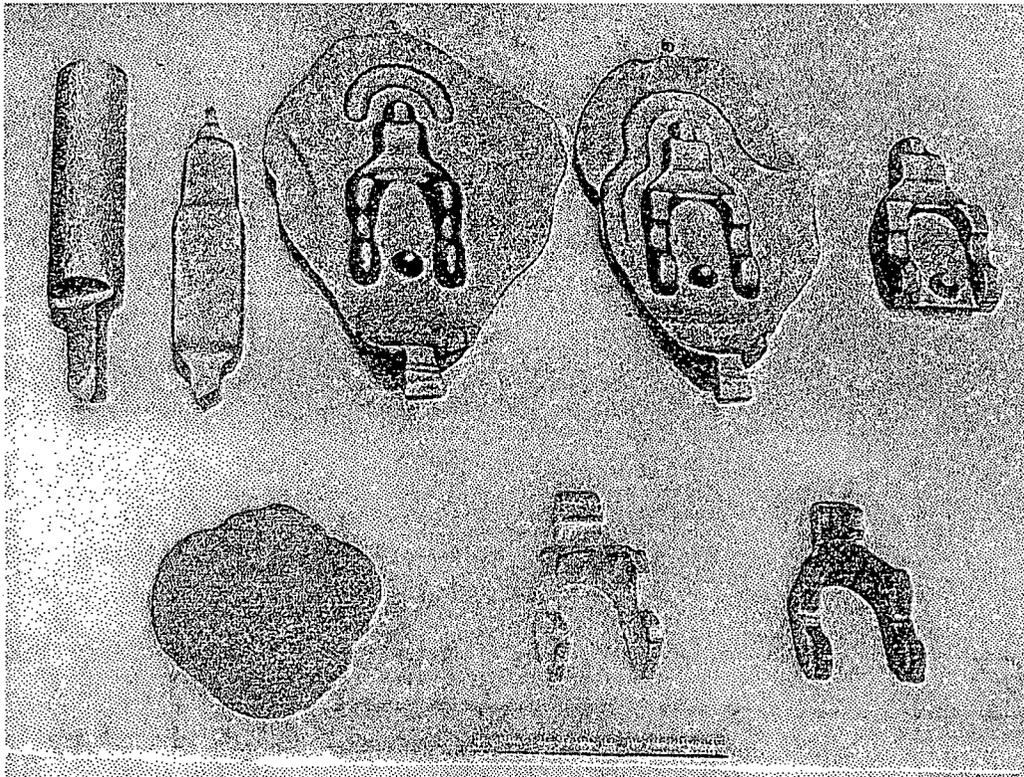


Figura 3 - Evolução da forma no forjamento pelo processo tradicional (seqüência acima) e a partir de pré-forma de pó sinterizado.

A tabela 1 apresenta uma comparação entre as operações necessárias nos processos de forjamento a frio e a quente.

Tabela 1 - Comparação entre os processos de forjamento a quente e a frio

Forjamento de sinterizados		Forjamento tradicional	
a quente	a frio	a quente	a frio
Operações			
Estoque de pós	Estoque de pós	Estoque	Estoque
Mistura	Mistura	Corte	Corte
Compactação da pré-forma	Compactação da pré-forma	"Centragem do tarugo"	Lubrificação
Sinterização	Sinterização	Aquecimento	"Centragem do tarugo"
Forjamento (1 operação)	Lubrificação da pré-forma	Forjamento	Recozimento
Acabamento (tratamento térmico)	Forjamento (1 operação)	Corte de rebarba	Forjamento
	Acabamento (tratamento térmico)	Acabamento (tratamento térmico)	Corte de rebarba
			Acabamento (tratamento térmico)
Características			
Pouca ou nenhuma usinagem		Muita quantidade de usinagem	Média quantidade de usinagem
Aproveitamento de mais de 90% do material		Aproveitamento de 40 - 50% do material	Aproveitamento de 60 - 80% do material

1.3 Objetivos do Estudo

Avaliar a potencialidade da conformação a frio/deformação a frio de pré-formas de ferro puro e ferro ligado ao níquel obtidas pela metalurgia do pó em função dos parâmetros de processamento e a influência destes e da microestrutura final obtida, nas propriedades mecânicas. Os parâmetros estudados foram: temperatura de pré-sinterização e temperatura de sinterização final, deformação a frio e a influência da adição de níquel no ferro.

Este estudo visa dar subsídios, para estudos futuros, sobre a importância de possíveis heterogeneidades e aspectos microestruturais no modelamento de propriedades mecânicas e suas equações constitutivas, visando previsões mais confiáveis no projeto de pré-formas sinterizadas e sua conformação a frio.

2. Revisão da Literatura

Os fundamentos da metalurgia do pó têm sido amplamente tratados na literatura [34-36].

O processo usual da metalurgia do pó envolve os seguintes passos básicos:

- Mistura de pós e lubrificante
- Compactação a frio em matrizes
- Remoção do lubrificante
- Sinterização
- Processos complementares

A mistura de pós tem a função de agregar os pós dos elementos de liga ao pó da matriz do material, bem como outros componentes quando for o caso, além da adição de lubrificante sólido e homogeneizar a mistura. O lubrificante adicionado tem como função diminuir o atrito entre as partículas de pó, bem como entre estas e o ferramental de compactação e, ainda, facilitar a extração do compactado sem que haja desagregação ou danos ao mesmo.

A compactação tem por finalidade, além da obtenção da geometria desejada à peça, aumentar a densidade de massa e os contatos entre as partículas, facilitando a sinterização posterior. Na compactação de metais dúcteis ocorre acomodação e deformação plástica das partículas e rompimento de eventuais camadas de óxidos, formando contatos metal-metal.

Após a compactação o lubrificante é extraído durante a etapa de aquecimento para a sinterização; uma extração incompleta do lubrificante resulta em contaminações indesejadas, que prejudiquem a sinterização e as propriedades da peça resultante [37].

A sinterização propriamente dita é um tratamento térmico da peça compactada, sob alta temperatura, mas abaixo do ponto de fusão do elemento químico ou pó preponderante, com a finalidade de gerar continuidade de matéria entre as partículas e aumentar a resistência mecânica da mesma. O tratamento térmico de sinterização é feito com controle da velocidade de aquecimento e resfriamento, do tempo e da temperatura e da atmosfera do forno. A atmosfera deve ser tal que permita não só reduzir óxidos indesejáveis mas evitar a perda não controlada de elementos de liga. Para isto, são úteis os diagramas de equilíbrio de formação de compostos [38] como óxidos, sulfetos, carbonetos e outros, sob diversas condições de temperatura e composições de atmosferas, para a escolha correta da atmosfera aplicável.

O processo tradicional de metalurgia do pó (compactação + sinterização) de ferro e aços, embora seja o mais adequado economicamente e sob o ponto de vista de propriedades requeridas em várias aplicações, não permite atingir altas densidades de massa (em geral são menores que $7,1 \text{ g/cm}^3$) conforme mostrado na Figura 2. Peças que sofrem solicitações mecânicas muito altas em serviço requerem maior densidade de massa (menor porosidade). Devido a isto têm sido desenvolvidas diversas técnicas ou rotas alternativas visando obtenção de maior densidade de massa, seja na fase de compactação, na fase de sinterização propriamente dita ou como processo complementar.

Dentre as estratégias de melhoria na compactação podemos citar o processo HIP ("hot isostatic pressing") [39], o DMC (dynamic magnetic consolidation) [39] e a compactação "morna" com lubrificantes especiais [40].

As estratégias para aumento de densidade de massa na fase de sinterização incluem a sinterização com formação de fase líquida transiente ou permanente [41]; a infiltração por cobre em pré-formas com poros intercomunicantes [42], constituindo-se

numa variante do processo de sinterização com fase líquida permanente; a sinterização sob alta temperatura (entre 1180°C e 1350°C para Fe e aço) [43]; sinterização de pós de dimensões nanométricas, ou seja, pós com tamanho de partículas extremamente fino, da ordem de algumas poucas dezenas de nanômetros [44]; sinterização ativada por plasma [39,55] e PIM (Powder Injection Molding) [45,46], com pós finos.

As estratégias para aumento da densidade de massa de peças que deverão estar sujeitas à altas solicitações mecânicas, envolvendo eventuais solicitações dinâmicas, entretanto, têm sido pautadas pela utilização de processos complementares à sinterização, sobretudo pelo alto grau de densificação, que aproxima-se de 100%, precisão dimensional e confiabilidade. Dentre estes processos podemos citar:

- “Double press, double sintering”
- Forjamento ou extrusão a quente
- Densificação seletiva
- Forjamento a frio

O processo “Double press, double sintering” consiste basicamente em recompactar uma peça sinterizada, eventualmente utilizando a mesma matriz da compactação anterior e re-sinterizar, aumentando sua densidade de massa (veja Fig. 2).

O forjamento e a extrusão a quente de pré-formas sinterizadas [39,47] é um processo complementar à sinterização em que a pré-forma é forjada diretamente após a retirada do forno de sinterização ou resfriada e após re-aquecida para a temperatura de forjamento (980°C a 1090°C). O re-aquecimento, em geral, permite menor exposição da peça sob atmosfera não controlada, que pode trazer oxidação e perda superficial seletiva de elementos químicos; permite ainda maior controle da lubrificação antes do forjamento e da temperatura de forjamento.

Os processos de forjamento e extrusão a quente permitem a obtenção de densidades de massa muito próximas da densificação completa ($> 96\%$), conforme pode ser visto na Fig. 2; por isto têm sido selecionados para peças que estarão sujeitas à altas solicitações mecânicas em serviço, incluindo solicitações dinâmicas. Peças sinterizadas produzidas por estes processos podem, em alguns casos, superar a resistência mecânica de peças equivalentes fabricadas pela metalurgia de lingotes convencionais [4].

A densificação seletiva é um processo usado em peças onde as regiões com solicitações mecânicas altas são localizadas e situam-se na superfície. Neste caso a superfície de uma pré-forma sinterizada sofre uma deformação plástica, geralmente a frio, provocando densificação superficial e proporcionando resistência mecânica adequada, como no caso de dentes de engrenagens [48], em que o aumento de resistência a tensões de contato e flexão na base dos dentes é significativo.

O forjamento a frio de pré-formas sinterizadas é um processo de densificação onde a pré-forma, ou seja, uma peça sinterizada com uma forma geométrica conveniente, é submetida a compressão sob temperatura ambiente, em matrizes abertas ou fechadas, de maneira que adquira sua forma final após deformação. Este processo permaneceu relegado a um plano secundário sobretudo devido à baixa ductilidade de materiais sinterizados sob esforços de tração à temperatura ambiente. Somente na década de 1970 este processo ganhou alguma ênfase quando alguns trabalhos experimentais [49-52] demonstraram ser possível a fabricação de peças de ferro e aço por extrusão direta, extrusão inversa, extrusão de tubos, forjamento em matrizes abertas e fechadas com cargas inferiores às necessárias para fabricação de peças similares a partir de pré-formas fabricadas por metalurgia de lingotes, construindo uma base sobre os fundamentos do processo de forjamento a frio de pré-

formas sinterizadas. Nestes estudos, ênfase foi dada sobretudo na verificação da conformabilidade e constatação de algumas propriedades mecânicas.

Posteriormente surgiram estudos [53,54] em que a compactação é feita sob alta pressão, em torno de 3GPa, com pós sem adição de lubrificantes, provocando um caldeamento sob pressão entre as partículas, num processo chamado pelo autor de "cold sintering", o que possibilitou uma sinterização posterior a temperaturas inferiores às utilizadas normalmente para sinterização, sendo esta melhoria na cinética de sinterização atribuída à difusão através de discordâncias existentes em alta densidade no pó encruado durante a compactação. Este processo permite densidades relativas de massa de peças próximas a 100%, tendo como inconveniente a grande capacidade necessária para prensas de compactação, resistência mecânica de matrizes e forças elevadas de ejeção das peças das matrizes de compactação.

Estudos posteriores [56-58] em pré-formas pré-sinterizadas a baixa temperatura a partir de pós elementares, em torno de 700°C, forjados a frio em matrizes abertas e sinterizadas sob alta temperatura (1250°C) constataram os benefícios do forjamento a frio sobre as propriedades mecânicas estáticas de sinterizados de Fe-Ni-C e Fe-Ni-Mo-C, evidenciando alguns aspectos da microestrutura obtida.

Assim como as peças sinterizadas pelo processo tradicional, as provenientes do forjamento a frio de pré-formas sinterizadas também apresentam porosidade heterogênea. A heterogeneidade no nível de porosidade entre as diversas regiões da peça no caso do sinterizado convencional provém, principalmente, da diferença de tensões de compactação sofrida nas diversas regiões devido ao atrito entre as partículas e das partículas com as paredes da matriz de compactação; em conseqüência as regiões da peça mais distantes das superfícies dos punções móveis de compactação tem, em geral, menor densidade de massa. No caso de peças que

sofrem o forjamento posterior à pré-sinterização, este modelo de densificação não é evidente uma vez que o forjamento acarreta distribuições de tensões no corpo da peça que alteram este padrão anterior onde as regiões de maior densificação são as regiões onde existem esforços cisalhantes e não necessariamente as regiões próximas aos punções/placas de compactação ou forjamento. Esta heterogeneidade do nível de poros tende a ser menor à medida que a peça tende a densidades próximas a 100% da densidade de massa teórica, dependendo, também, das condições de lubrificação/atrito [62]. Embora esta heterogeneidade tenha sido constatada [49,51] em peças forjadas a frio, só mais recentemente houve tentativa de modelar a distribuição de poros na peça [59-63], por análise de elementos finitos.

O conhecimento da distribuição e nível de porosidade adquire particular importância no caso de peças destinadas a maiores solicitações, uma vez que a resistência da peça em geral é estabelecida pela resistência da região mais solicitada e não necessariamente pelo nível de porosidade médio e resistência média, sobretudo em solicitações dinâmicas.

Além do nível de porosidade e da distribuição de poros e levando em consideração que propriedades como tensão de escoamento e módulo de elasticidade não são uma função linear da porosidade, pode-se cogitar de variáveis adicionais influentes no comportamento mecânico. Dentre estes fatores está a concentração de tensões induzida pela forma dos poros, Esta concentração de tensões, quando medida em sinterizados ferrosos [64], embora prevalecendo o fator inferior a 5 mostrou que em alguns poros pode atingir valores de até 12, isto é, com tensões de apenas 8,3% do valor do limite de escoamento do material, já começa a deformação plástica em alguns pontos do sinterizado. Este fator de concentração de tensões nos poros, por sua vez, sofre influência de mecanismos ou rotas de processamento que propiciem um menor

ou maior arredondamento de poros como a compactação, composição química dos pós, tipos de pós, temperatura e atmosfera de sinterização e deformações induzidas pelo forjamento.

A seguir serão abordados alguns destes aspectos influentes no comportamento mecânico e por conseguinte no comportamento durante o forjamento de pré-formas sinterizadas.

2.1 A influência do tipo de pó

Embora alguns autores [47] considerem as características do pó como de importância secundária na determinação do desempenho mecânico de um componente forjado, em favor das condições de processamento e microestrutura resultante, constata-se [50-52] que no caso do forjamento a frio a influência destas características não deve ser menosprezada.

Obara, Nishino e Saito [51] utilizando comparativamente pós de ferro eletrolítico, esponja e atomizado encontraram grande anisotropia em relação a resistência a tração estática; nas pré-formas forjadas a frio a partir de pós de ferro esponja e eletrolítico, especialmente no caso do pó eletrolítico, onde as partículas alongadas alinharam-se, durante a compactação e o forjamento numa direção perpendicular à direção de movimento das matrizes de forjamento, em corpos de prova cilíndricos, resultando em propriedades bastante inferiores na direção de compressão.

Em suas pesquisas Antes [50], utilizando pós de ferro esponja e atomizado, constatou que no forjamento a frio de pré-formas cilíndricas, a partir de densidades de massa iguais, a tensão necessária para provocar uma dada deformação, era maior no

caso do pó de ferro esponja. A taxa de densificação com a deformação foi menor no caso do ferro esponja e exibiu uma tendência maior ao trincamento no caso de pré-formas com densidades de massa maiores, em relação às pré-formas produzidas com pó de ferro atomizado. O aumento da tensão necessária para deformar as pré-formas cresceu com o aumento do teor de carbono adicionado ao material; no entanto, em todos os casos, as pré-formas suportaram grandes deformações, ultrapassando, em vários casos, os 100% de deformação verdadeira na direção de compressão da pré-forma.

Dower e Miles [52] constataram, na conformação a frio de pré-formas sinterizadas, uma tendência maior ao trincamento no caso de pré-formas de ferro esponja quando comparadas com pré-formas de ferro atomizado. Constatou-se, também, que o nível de oxigênio medido nas peças estava na faixa de 200 a 550 ppm, no caso de peças de ferro atomizado, e na faixa de 1200 a 2600 ppm no caso de pós de ferro esponja, quando processadas em condições semelhantes.

Note-se que o teor de oxigênio e de óxidos presentes no material é um fator importante [65] com forte influência sobre as propriedades mecânicas como resistência ao impacto, resistência à fadiga e redução de área durante a tração, tendo efeito negativo à medida que o teor cresce porque ao prejudicar a formação de contatos entre partículas na sinterização e provocar concentradores de tensões em poros e inclusões, tende a diminuir a resistência do material, sobretudo em solicitações dinâmicas.

Como o forjamento a frio requer cargas e pressões maiores para ser efetuado do que o forjamento a quente, devido aos maiores limites de escoamento no material verificados à temperatura ambiente, e este fator determina a capacidade de prensas de forjamento, verifica-se que o tipo de pó e sua composição química podem ter influência

no processamento e propriedades mecânicas obtidas em pré-formas sinterizadas forjadas a frio.

Busca-se, então, especificar pós que propiciem idealmente a necessidade de mínimas cargas e pressões para o forjamento a frio (aspecto relativamente menos importante no caso de forjamento a quente, devido as menores pressões necessárias) para peças estruturais, sendo em alguns casos necessária uma solução de compromisso entre estes dois aspectos.

Procura-se então utilizar pós de alta forjabilidade (capacidade de conformação sem trincar), como os pós elementares ou parcialmente/semi ligados por difusão sólida, com baixo nível de impurezas.

2.2 A influência da compactação da pré-forma

A compactação é o passo do processo que define a geometria, a massa e as dimensões da pré-forma, exercendo ainda grande influência sobre a densidade de massa final da mesma, dadas as limitações práticas e econômicas da temperatura e do tempo de sinterização [66].

Diferentemente da metalurgia do pó convencional, no entanto, o controle dimensional nesta fase do processo, perde importância em favor do controle de massa e de distribuição de densidade de massa na pré-forma [47], uma vez que a peça terá suas dimensões finais definidas através de processos complementares como o forjamento e eventualmente sinterização final.

Um aspecto fundamental no sucesso do forjamento para evitar defeitos como dobras e trincas e mesmo nas propriedades da peça final é a escolha criteriosa e

adequada do desenho da pré-forma. Para ilustrar este aspecto tome-se como exemplo [67] o flange mostrado na Figura 4, já conformado na matriz. Esta peça pode ser obtida pela conformação de pré-forma tubular cilíndrica. Dentre as opções, a Figura 5 mostra quatro possibilidades, das quais apenas uma resultou em peça final, sem trincas. As opções (b) e (d) provocaram trincas no raio de canto junto à matriz superior, quando o material escoou para preencher o vazio superior; as opções (a) e (c) corrigem este inconveniente ao não permitirem expansões em direção ao diâmetro externo, mas a opção (c) provocou trincas no topo da extremidade inferior do núcleo devido a tração provocada neste topo pelo atrito com as paredes laterais em cunha, durante o escoamento do material para preencher este vazio. Resulta, então, que somente a opção (a) foi capaz de produzir peças sem defeitos. Dado que as matrizes normalmente apresentam um custo elevado, este exemplo ilustra a importância da escolha adequada do desenho da pré-forma.

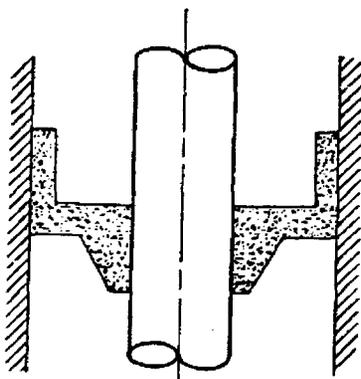


Figura 4 – Flange forjado a partir de pré-forma sinterizada.

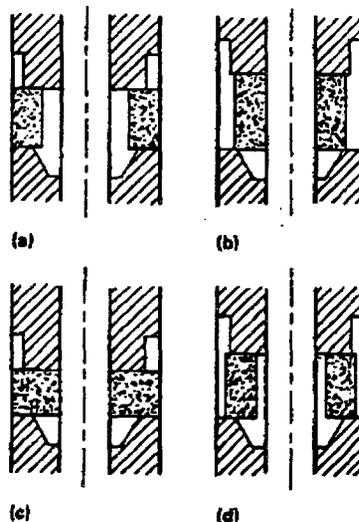


Figura 5 – Opções de desenho de pré-formas sinterizadas para forjamento do flange da Fig. 4

Uma vez que o forjamento da pré-forma é feito para as dimensões finais da peça, sem as rebarbas existentes no forjamento convencional, o controle de massa é importante para evitar sobrecarga nas matrizes ou falta de preenchimento. Neste aspecto, a homogeneidade de distribuição de massas/densidades na pré-forma também ganha importância.

Um aspecto que pode ter grande influência na deformação limite para fratura de pré-formas, durante o forjamento, é a densidade de massa, ou seja, da pressão de compactação [66], dada a sua influência na densidade de massa final da pré-forma.

Durante a deformação de um cilindro, por compressão axial, em forjamento livre lateralmente, desenvolvem-se tensões de tração que levam o cilindro à ruptura, com aparecimento de trincas laterais. Sabe-se que a diminuição da densidade de massa, ou seja, o aumento do volume de poros leva à menor capacidade em suportar alongamentos em tração [3-5]; o que tende a diminuir o limite de deformação. No entanto, a diminuição de densidade de massa leva a uma diminuição do coeficiente de Poisson plástico em sinterizados, o que tende a diminuir a expansão lateral do material e portanto a diminuir também o "barrilamento" e a magnitude das tensões de tração na superfície lateral do cilindro. Estes efeitos concorrentes sobre a influência da diminuição de densidade de massa na capacidade de deformação em tração levaram alguns autores [68] a crença de que compensam-se e que o limite de deformação à fratura neste modo de escoamento do material é independente da densidade de massa inicial da pré-forma. Porém, vários outros autores [16,49,69], em testes similares, reportaram uma diminuição da forjabilidade à medida que diminui a densidade de massa inicial da pré-forma. A diminuição da densidade de massa da pré-forma pode acarretar, também, um aumento da deformação e da carga necessárias para que seja atingida uma dada densidade de massa da peça forjada a frio [50]. Estas observações,

no entanto, não sugerem um aumento irrestrito da densidade de massa da pré-forma, uma vez que densidades menores, pela presença de um maior número de poros intercomunicantes, podem favorecer a redução de óxidos do pó, durante a sinterização, mas podem facilitar a oxidação e descarbonetação interna por exposição atmosférica antes do forjamento [65]. Assim, a escolha da densidade de massa da pré-forma deve ser adequada à qualidade do pó utilizado e às condições do processo.

2.3 A influência da sinterização

Os objetivos da sinterização das pré-formas são aumentar a capacidade de deformação sem o aparecimento de trincas e descontinuidades no material e conferir pureza química adequada eliminando óxidos e impurezas indesejáveis. Este último aspecto ganha ênfase, em relação à metalurgia do pó convencional, uma vez que, como já citado anteriormente, o efeito de óxidos e impurezas é bastante danoso às propriedades mecânicas dinâmicas de peças estruturais de alta densidade de massa, ao agirem como concentradores de tensões [47]; além disso os óxidos podem facilitar o aparecimento de trincas durante o forjamento. Isto significa que é importante a escolha de atmosferas e temperaturas capazes de reduzir os óxidos dos elementos químicos existentes nas ligas utilizadas. No caso de ligas ferrosas as atmosferas normalmente utilizadas são amônia dissociada, hidrogênio ou mesmo vácuo. A temperatura de sinterização mais freqüente é de aproximadamente 1120°C, que é o limite para fornos contínuos usuais, e os tempos de sinterização isotérmica praticados são de aproximadamente 30 minutos [47,65], com um patamar durante o aquecimento,

em torno de 500°C, para evaporação do lubrificante, dependendo do tipo de lubrificante utilizado [70].

Elementos de liga que formam óxidos muito estáveis, ou seja, com energia livre de formação muito grande em módulo (a energia livre de formação dos óxidos é negativa) [38] como o cromo, o manganês e o silício comumente não são usados em ligas ferrosas para forjamento [47].

A sinterização de pré-formas não visa tanto a densificação como no caso da sinterização convencional na metalurgia do pó, mas a união de partículas na medida para conferir uma forjabilidade adequada à pré-forma e para isto deve-se visar a união entre partículas sem que haja sua fragilização ou endurecimento pela difusão de elementos de liga.

Os mecanismos controladores do crescimento dos contatos entre partículas na sinterização e a influência qualitativa que estes mecanismos têm sobre a aproximação provocada entre partículas, isto é, sobre a retração dimensional, podem ser vistos na Tabela 2 [34].

Tabela 2 – Mecanismos controladores de crescimento dos contatos entre partículas.

MECANISMO	APROXIMAÇÃO ENTRE CENTROS DE PARTÍCULAS
Escoamento viscoso ou plástico	Sim
Evaporação e recondensação	Não
Difusão volumétrica	Sim
Difusão em contornos de grãos	Sim
Difusão superficial	Não

Estes mecanismos de formação do pescoço (“neck”) de união entre partículas ocorrem com ênfase variável em função do tempo e da temperatura de sinterização, inclusive durante o aquecimento.

Temperaturas mais altas que as usuais foram utilizadas em pós de ferro atomizado, ferro esponja e ligas de Fe, Ni e Mo que sinterizados a 1200°C e 1340°C apresentaram melhor forjabilidade a frio da pré-forma [52]. Temperaturas mais altas na sinterização de pré-formas, podem ser necessárias como por exemplo no caso de produtos de tungstênio e molibdênio, com temperatura de 2300°C por 8 horas [47].

2.4 A influência da geometria da pré-forma, das condições de lubrificação e das condições de forjamento

Existem basicamente dois modos de densificação no forjamento de pré-formas sinterizadas: a recompactação (“re-pressing”) e o recalque ou forjamento propriamente dito (“upsetting”). Ambos os modos de densificação são maneiras mais eficientes de diminuir a porosidade do que submeter a pré-forma a pressão isostática. Em ambos os casos, recompactação e recalque, desenvolvem-se componentes deviatóricas, ou seja, cisalhamento, no tensor tensão, além das componentes isostáticas. Isto, aumenta a eficiência no colapso de poros e conseqüente densificação das pré-formas [47,65]. A figura 6 ilustra os dois modos de forjamento e a maneira como deformam-se os poros. No caso da recompactação existe uma pequena diferença no estado de tensões entre a direção de forjamento e a direção perpendicular, provocando um pequeno escoamento lateral do material. A medida que a densidade de massa aumenta, o estado de tensões tende a um estado hidrostático, onde as paredes dos poros tendem a tocar-se quando sob pressão.

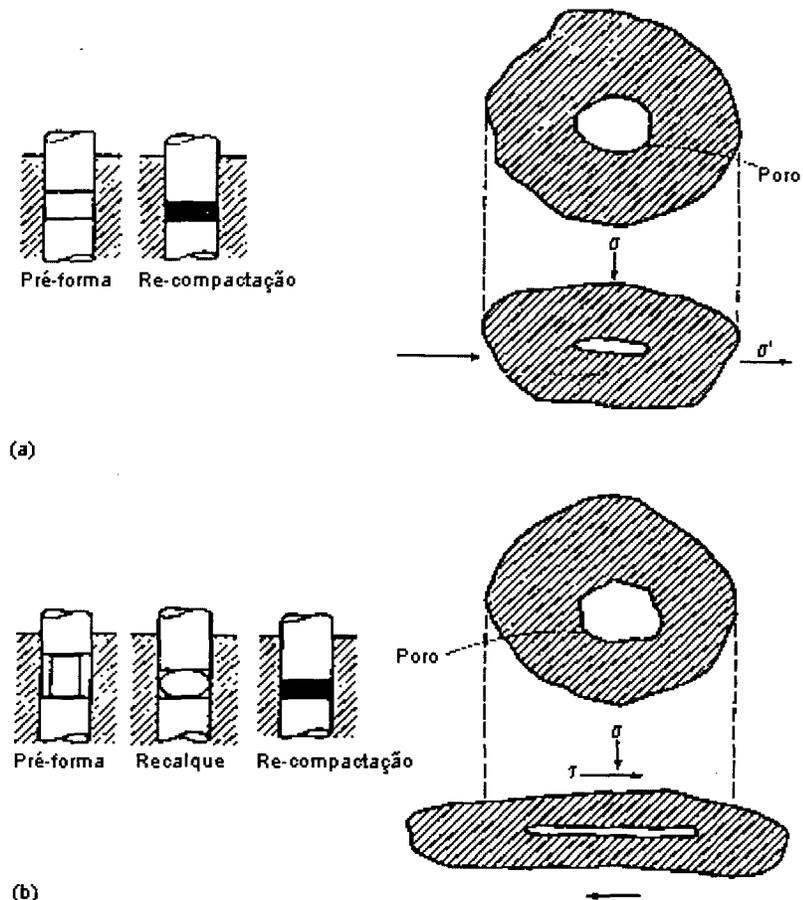


Figura 6 – Modos de forjamento e tensões nos poros para (a) recompactação e (b) recalque [4]

No caso do recalque existe um extenso fluxo lateral de material, sem restrição, durante o forjamento com uma combinação de tensões normais na direção de forjamento e tensões de cisalhamento na direção perpendicular, em torno dos poros.

As deformações e deslocamentos provocados por este estado de tensões, faz com que os filmes de óxidos que recobrem as superfícies das partículas metálicas sejam rompidos e provoquem contato íntimo entre superfícies limpas, ensejando adesão metálica e o desaparecimento de poros. A medida que o material entra em contato com as paredes laterais da matriz o estado de tensões tende ao hidrostático.

Entretanto, devido às forças de atrito existentes entre peça e matriz/punções, o estado de tensões que se desenvolve na peça, não é homogêneo. Assim, em um cilindro sob compressão axial, desenvolvem-se basicamente três regiões com estados de tensões/deformações qualitativamente distintos, conforme mostrado na figura 7.

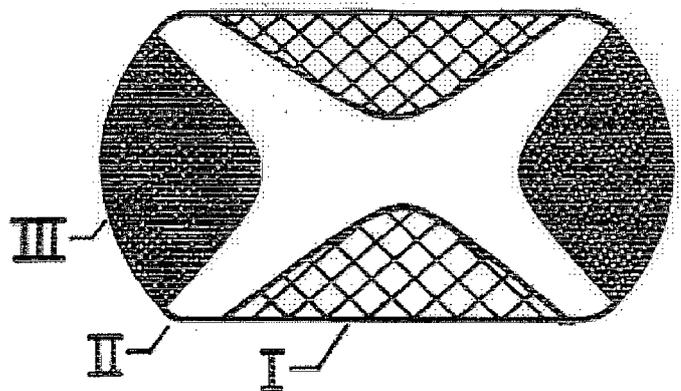


Figura 7 – Esquema de zonas de deformação em um cilindro sob compressão axial, durante o recalque, com alto atrito nas superfícies superior e inferior, de contato com os punções [47]

Na região I formam-se cones com um estado aproximadamente hidrostático de tensões onde coexistem tensões de compressão dos punções e tensões de compressão radiais devido ao atrito entre as superfícies da peça e os punções, que tendem a impedir a expansão radial. A região II, que envolve a região I, é caracterizada por altas tensões cisalhantes diagonais. A região III, que é a região de barrilamento, é submetida a esforços de compressão dos punções, superior e inferior, e tensões circunferenciais de tração. Estes estados diversos de tensões, podem provocar densificações e, portanto, resistência e comportamento mecânico diversos, conforme a região da peça. Esta heterogeneidade tende, no entanto, a ser reduzida à medida que o atrito com os punções é reduzido [47].

Utilizando-se lubrificantes que proporcionem um atrito baixo entre as superfícies da peça e as superfícies dos punções, é possível medir o coeficiente de Poisson, ou seja, a relação entre deformação lateral e axial na direção do forjamento. Note-se que, como existe densificação durante a deformação plástica, o coeficiente de Poisson plástico é variável, tendendo ao valor 0,5 de materiais homogêneos (sem poros) à medida que a densidade relativa de massa da pré-forma aproxima-se de 100%. Assim, o coeficiente de Poisson plástico não é expresso simplesmente pela relação entre a deformação lateral ϵ_x e a deformação na direção do forjamento ϵ_y , mas sim pela derivada no ponto $\nu = d\epsilon_x/d\epsilon_y$ da curva de $\epsilon_x \times \epsilon_y$.

Foi observado [47] que o coeficiente de Poisson plástico para pré-formas sinterizadas de Fe puro, forjadas a frio, segue uma relação $\nu_{\text{plast}} = 0,5\rho^{1,92}$ onde ρ é a densidade relativa à teórica, e quando aproxima-se de 1 o valor de ν tende a 0,5.

Exemplificando o caso da compressão em matriz em cunha, pode-se observar, com a ajuda da figura 8, a evolução das deformações superficiais ϵ_1 e ϵ_2 a medida que se processa o forjamento para o caso de um coeficiente de atrito de 0,1 entre matriz e peça. Observa-se que para ângulos de cunha entre 40° e 50° as forças de atrito são suficientemente altas para provocar deformações em tração positivas levando à ruptura superficial. Ângulos menores inicialmente provocam compressão; mas no caso de 30° e 20°, à medida que a superfície de atrito e as forças de atrito aumentam, as tensões revertem para tração, rompendo a superfície antes que o forjamento seja completado. Somente no caso de ângulos de cunha de 10°, não houve rompimento superficial. A variação do coeficiente de atrito tende a variar o ângulo máximo da cunha para obtenção da peça.

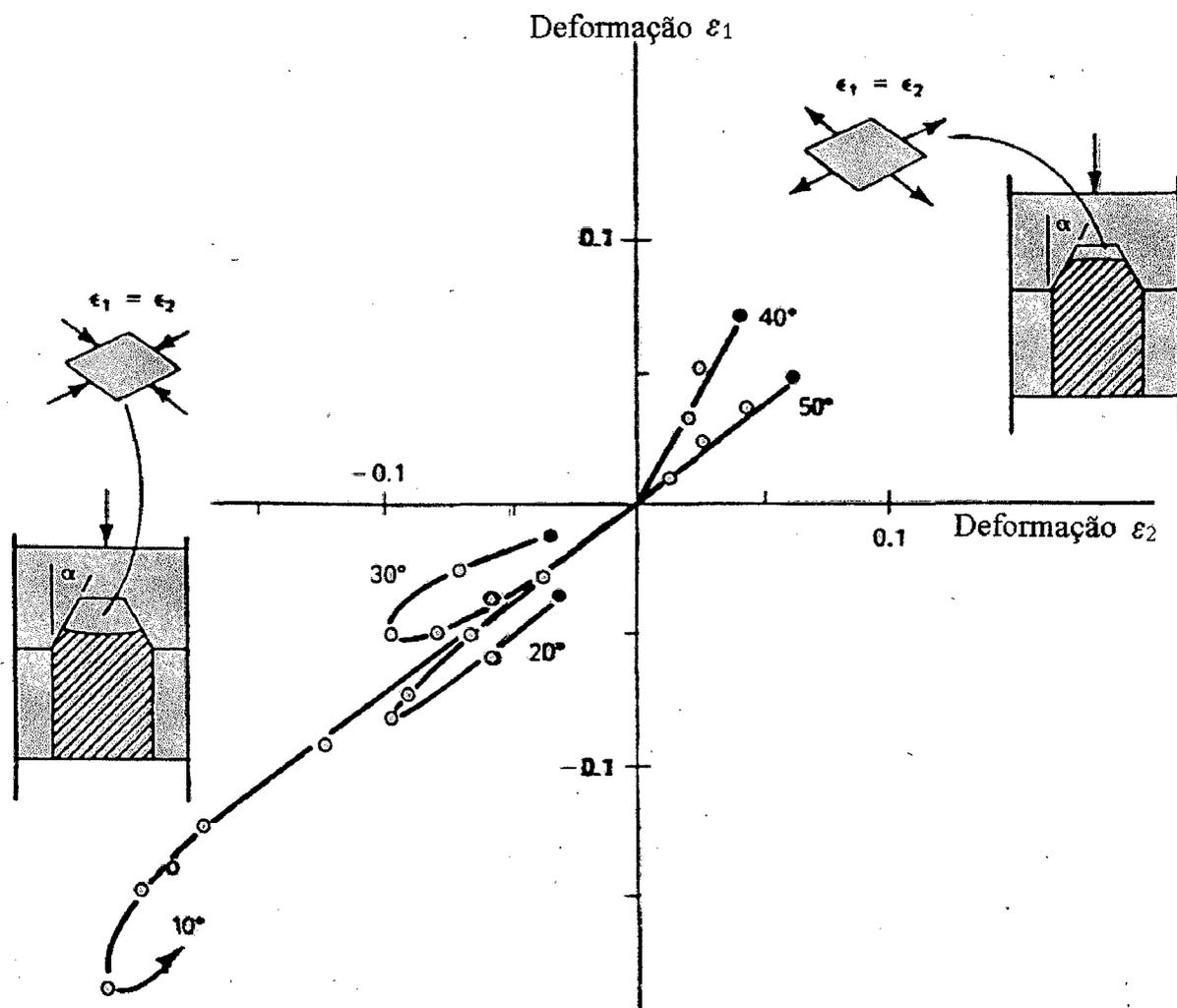


Figura 8 – Deformações na superfície livre durante o forjamento de uma peça em cunha, conforme o ângulo da cunha [65]

A forjabilidade de pré-formas depende, também, da razão de aspecto, ou seja, da relação entre altura H , na direção de forjamento, e o diâmetro D na direção perpendicular. Utilizando sinterizados de alumínio, foi observado [47] que o aumento da razão de aspecto inicial H_0/D_0 tende a retardar ou aumentar a deformação na altura, onde ocorre a fratura, conforme pode-se observar na figura 9.

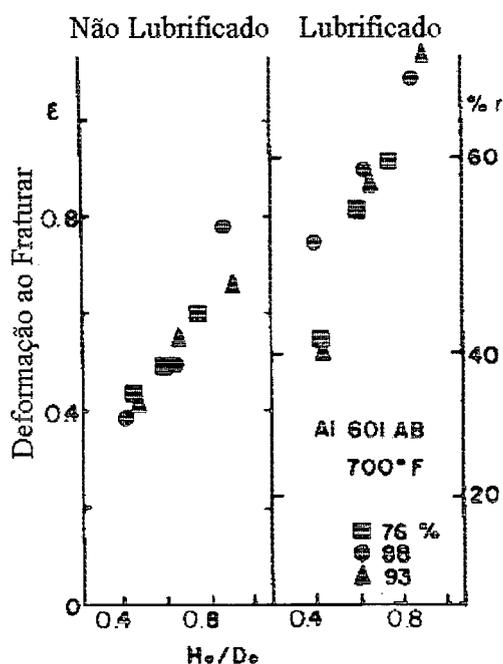


Figura 9 – Variação da deformação limite a fratura durante o recalque de cilindros sinterizados de pós de liga de alumínio [47]

Finalmente, pode ser mencionado quanto à velocidade de forjamento que enquanto no forjamento a quente é desejável uma alta velocidade de forjamento para evitar o efeito de "coquilhamento" da peça, ao resfriar as camadas externas pelo contato com a matriz mais fria, dificultando o preenchimento de vazios e eliminação de poros [65], no caso do forjamento a frio pode ser desejável uma velocidade de forjamento menor afim de diminuir o limite de escoamento do material [71] e com isto diminuir as forças necessárias ao forjamento.

3. Procedimento Experimental

A fim de estudar a influência de variáveis do processo de forjamento a frio sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas, escolheram-se variáveis que significativamente influenciam no custo do processo de forjamento a frio como as temperaturas de pré-sinterização e sinterização final, mantendo-se constante as demais condições como densidade a verde do sinterizado (pressão de compactação constante), tempo de pré-sinterização, condições de lubrificação superficial, tempo de sinterização final, grau de deformação a frio e taxa de deformação. Foram utilizados como materiais de estudo o ferro puro, servindo como referência, e a liga Fe-Ni obtida pela mistura de pós elementares.

As propriedades mecânicas e físicas analisadas foram: o limite de resistência a tração, o limite de escoamento em tração e o alongamento em tração. Foram produzidas cinco amostras nas mesmas condições para cada ponto medido. O módulo de elasticidade e a densidade de massa foram medidos em três amostras para cada condição / ponto medido.

Os aspectos microestruturais analisados foram: forma, tamanho e distribuição dos poros, tamanho de grão, composição química e microdureza.

A evolução da sinterização foi estudada através de ensaios de dilatométrica durante o processo.

Um resumo das condições analisadas pode ser visto na Tabela 3.

Tabela 3 – Variáveis consideradas e o respectivo número de níveis analisados

Variável	Níveis	No. de níveis
Mistura/ligas	Fe Fe 3,5%Ni	2
Compactação	600 MPa	1
Pré-Sinterização	680°C, 880°C, 950°C e 1120°C 30 min.	4
Forjamento	$\epsilon_y = 40\%$	1
Sinterização	850°C e 1120°C 30 min.	2
Propriedades mecânicas/físicas	Limite de resistência Limite de escoamento Alongamento Módulo de Elasticidade Coef. de Poisson Plástico Densidade de massa	6
Microestrutura	Forma de poros Tamanho de poros Densidade de poros Composição Microdureza	5

Procedimentos específicos utilizados nos diversos processos e caracterizações são abordados nos sub-capítulos seguintes.

3.1 Materiais

Foram utilizados pós metálicos elementares em função da maior ductilidade que oferecem em relação a pós ligados. O pó de ferro utilizado foi o atomizado F1000B da Ancorsteel. Pós atomizados podem proporcionar relativamente baixos níveis de óxidos e boa forjabilidade em pré-formas sinterizadas e forjadas a frio [52]. O diâmetro médio de partículas do pó de ferro foi de 97,4 μm , com desvio padrão de 54,3 μm , com partículas não maiores que 250 μm , com 6,6% em massa de partículas entre 250 μm e 180 μm , 11,7% de partículas entre 180 μm e 150 μm , 21,5% de partículas entre 150

μm e $106 \mu\text{m}$, 22% de partículas entre $106 \mu\text{m}$ e $75 \mu\text{m}$, 7,6% de partículas entre $75 \mu\text{m}$ e $63 \mu\text{m}$, 13,9% de partículas entre $63 \mu\text{m}$ e $45 \mu\text{m}$, e com 16,7%, de partículas menores que $45 \mu\text{m}$, quando medida com peneiras conforme norma ISO 4497 [72] (MPIF std. 05). A morfologia das partículas do pó de ferro utilizado pode ser observada na Figura 10, (microscópio eletrônico de varredura Philips XL 30 para obtenção de imagem por fluorescência de elétrons secundários).

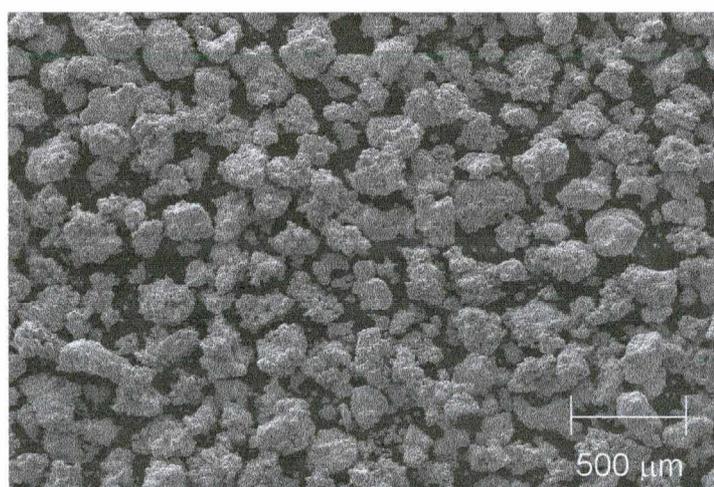


Figura 10 – Morfologia do pó de ferro F1000B Ancorsteel.

Aumento nominal 30X, MEV

A densidade de massa aparente do pó de Fe, determinada conforme a norma ISO 3923 (MPIF 04) [73], foi de $3,12\text{g/cm}^3$ com desvio padrão $0,04\text{g/cm}^3$.

Para a introdução do elemento de liga Ni utilizou-se pó elementar de Ni carbonila INCO. O Ni forma óxidos de baixa estabilidade que podem ser reduzidos a baixas temperaturas de sinterização [38] e, quando em solução sólida com o ferro, apresenta

tendência a estabilizar a fase austenítica, podendo conferir alta ductilidade e tenacidade à liga [74] e melhorar a densificação de sinterizados ferrosos [75,76]. Na metalurgia tradicional de lingotamento, ligas ferrosas ligadas ao níquel são utilizadas para aplicações onde se requer alta tenacidade e resistência ao impacto, como placas de vasos de pressão; as placas são normalizadas pela ASTM A203 [77], com teor nominal de níquel de até 3,5%. De uma maneira geral, a resistência ao impacto de materiais sinterizados é bastante inferior à dos materiais convencionais, isto é, fabricados a partir de lingotes; sua resistência ao impacto normalmente é medida em amostras não entalhadas, visto que os resultados em amostras entalhadas, como as usadas em materiais metálicos convencionais, forneceriam valores muito baixos e de pouca sensibilidade [78,79].

O pó de Ni carbonila utilizado apresentou tamanho médio de partícula de 3,8 μm com desvio padrão 3,1 μm . A determinação do tamanho de partícula foi feita por análise de imagens em seção metalográfica, com pó embutido em baquelite, lixado e polido em pó de alumina de 0,25 μm . As imagens foram obtidas em microscópio eletrônico de varredura com elétrons retroespalhados e analisadas em aplicativo AnalySIS 2.11. O método utilizado foi o da medida do intercepto, calculando o diâmetro médio das partículas após variação da direção da medição de 15° até completar 360°. Tomou-se medidas em três regiões distintas, abrangendo 1720 partículas. Visto que as seções medidas num plano metalográfico não são mediantemente as maiores seções, este valor de diâmetro médio deve ser corrigido por um fator $(4/\pi)$ [80] supondo partículas aproximadamente esféricas, resultando num tamanho médio de 4,8 μm . A morfologia das partículas de Ni utilizadas pode ser observada na fotografia da Figura 11; a forma das partículas é aproximadamente esférica e sua superfície áspera, típica de partículas de Ni carbonila.

A composição química de ambos os pós apresenta elementos como carbono e demais contaminantes apenas em teores marginais de impurezas.

A composição nominal da liga Fe-Ni foi de 3,5% em massa de níquel, e medida em balança com incerteza de 0,01g, em porções de 600g de mistura.

O lubrificante sólido escolhido para ser misturado aos pós foi o estearato de zinco, comumente utilizado na metalurgia do pó ferrosa[37], em proporção de 0,6% em massa.

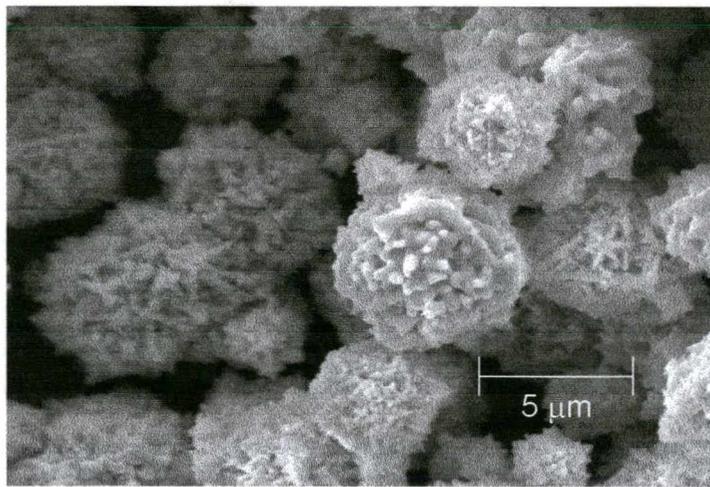


Figura 11 – Morfologia do pó de níquel carbonila.

Aumento nominal 4000X, MEV.

O gás utilizado como atmosfera na sinterização foi o hidrogênio comercial (pureza $\geq 99,5\%$ em massa).

3.2 Mistura dos pós

Para a mistura de pós foi utilizado um misturador tubular de aço inoxidável austenítico em forma de Y, com capacidade de 600g de mistura, com eixo de rotação

passando pela união dos segmentos. O misturador foi posto a girar, a uma rotação de 60 rpm, pelo tempo de 1 hora, para cada porção de 600g. Na preparação do pó a ser utilizado na compactação das amostras cilíndricas destinadas aos ensaios dilatométricos (sinterização dentro do dilatômetro), não foi adicionado lubrificante, afim de evitar contaminação do dilatômetro. As pesagens foram feitas em balança eletrônica com resolução de 0,01g.

3.3 Compactação de pós

As amostras foram compactadas em matrizes flutuantes de duplo efeito, isto é, utilizando punções inferiores e superiores e matriz apoiada sobre molas, a fim de minimizar a heterogeneidade da densidade de massa no compactado, que neste caso, tende a ser menos denso na região da linha neutra.

A pressão de compactação utilizada foi de 600MPa visando a obtenção de uma densidade a verde nos compactados em torno de $7,1 \text{ g/cm}^3$; esta pressão de compactação está próxima ao limite superior utilizado comumente na área de metalurgia do pó ferrosa. [34].

A matriz utilizada para a compactação das amostras destinadas aos ensaios de tração tinha suas dimensões baseadas na norma ISO 2740 [81] e a matriz para amostras de ensaios de compressão e dilatométrica tinha cavidade cilíndrica, com diâmetro de 9,5 mm, fabricadas em aço ferramenta temperado e revenido.

O controle da altura das amostras destinadas aos ensaios de tração foi feito por controle do volume de pó no enchimento da matriz de maneira que, após compactação, a altura do compactado a verde fosse de $9,1 \pm 0,1 \text{ mm}$; assim, após realizado o

forjamento do sinterizado, com deformação na altura ϵ_y de 40% previsto no plano de trabalho, os corpos de prova ainda tivessem a altura de 6mm, estabelecida em norma. Estas medidas do corpo de prova apresentam uma razão de aspecto (veja Figura 9) de 1,5 na região do comprimento útil de medida, antes do forjamento, isto é, a razão entre altura e largura é de 1,5.

No caso das amostras cilíndricas destinadas à medida do coeficiente de Poisson plástico, o controle da altura foi feito no enchimento da matriz por peso de pó, obtendo-se, após compactação, a altura de $14,3 \pm 0,1$ mm; isto permitiu manter a razão de aspecto em 1,5 como nas amostras destinadas aos ensaios de tração.

A prensa utilizada na compactação dos corpos de prova de tração foi uma prensa hidráulica com controle programável de carga e resolução de 50N; a utilizada na compactação das amostras cilíndricas foi uma prensa hidráulica com controle de pressão analógico e resolução de 500N.

3.4 Pré-sinterização e sinterização

Após compactadas, as amostras foram pré-sinterizadas em um forno de câmara tubular, fabricada em aço inoxidável AISI 310, em fluxo de hidrogênio. As amostras foram acondicionadas em lotes de 16 amostras por corrida, correspondendo ao número planejado para os ensaios de propriedades mecânicas por ponto de medida. A câmara foi aquecida em forno elétrico tubular pré-aquecido na temperatura de remoção/vaporização do lubrificante entre 470°C e 500°C e mantido nesta faixa de temperatura durante 30 minutos.

O sistema de medição da temperatura constava de termopar cromel-alumel (tipo K) acoplado a um multímetro digital com resolução de 0,01 mV. A incerteza do sistema é de $\pm (0,8\% + 0,03)$ mV o que equivale a $\pm 6^\circ\text{C}$ a 680°C e $\pm 10^\circ\text{C}$ a 1120°C . A temperatura do ambiente foi medida com um termômetro de bulbo com resolução de 1°C , para ser adicionada à indicação do termopar. A extremidade do termopar foi posicionada intracâmara, sobre a região central das amostras.

Após o patamar térmico da etapa de remoção do lubrificante (“dewaxing”) a temperatura do forno era regulada na temperatura de sinterização.

O desenho esquemático da câmara tubular de controle de atmosfera e forno de sinterização pode ser visto na Figura 12.

As temperaturas de pré-sinterização utilizadas foram: 680°C , 880°C , 950°C e 1120°C , durante 30 minutos, ou seja, duas temperaturas no campo ferrítico (680°C e 880°C) e duas no campo austenítico do ferro. A temperatura de pré-sinterização de 680°C foi escolhida como uma temperatura baixa, mas que ainda fosse suficiente para ativar os mecanismos de sinterização de mais baixa energia de ativação e, servisse ao mesmo tempo como tratamento térmico de recozimento para conferir maior ductilidade ao material encruado durante a compactação[82]. A temperatura de pré-sinterização a 880°C foi selecionada como uma temperatura próxima ao limite do campo ferrítico, onde tanto a difusão superficial [76] quanto a difusão volumétrica [83], que são dois importantes mecanismos de transporte da massa na sinterização, atingem elevados valores.

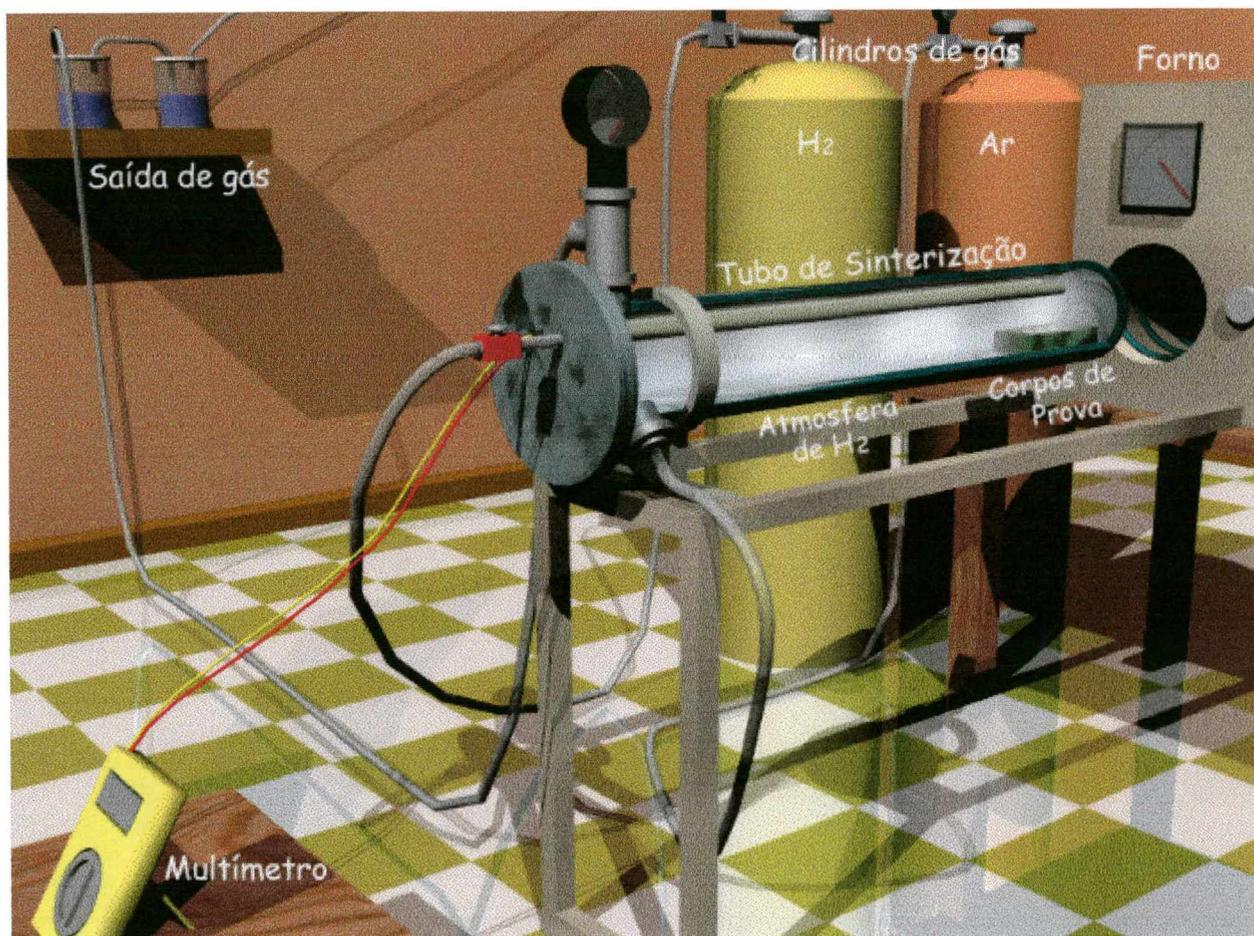


Figura 12 – Desenho esquemático do sistema de sinterização utilizado.

A temperatura de 950°C foi selecionada como uma temperatura próxima ao limite inferior do campo austenítico do ferro e a temperatura de 1120°C como a temperatura predominantemente utilizada industrialmente para a sinterização do ferro puro. Após a sinterização o fluxo de hidrogênio foi mantido até o resfriamento completo das amostras. A sinterização final, realizada após o forjamento, foi feita utilizando o mesmo equipamento e os mesmos procedimentos já utilizados na pré-sinterização; utilizou-se duas temperaturas, 850°C e 1120°C, visando estudar a influência desta na microestrutura final dos sinterizados.

Os efeitos benéficos de tratamentos térmicos posteriores ao forjamento a frio nas propriedades de ductilidade foram detectadas anteriormente [51]. A temperatura de 850°C foi escolhida como uma temperatura próxima ao limite da transformação de fase

α ferrítica para fase γ austenítica (912°C) onde o ferro apresenta coeficiente de autodifusão relativamente alto. No caso das ligas Fe+Ni esta temperatura, de acordo com o diagrama de equilíbrio Fe-Ni, é suficientemente alta para obter-se a fase γ , mesmo para composições de baixos teores de níquel, possibilitando a obtenção da fase metaestável martensítica cúbica [84,85] durante o resfriamento, de resistência mecânica mais alta do que a fase ferrítica.

As sinterizações no dilatômetro, que visavam avaliar a cinética do processo, foram realizadas em amostras cilíndricas, em aparelho Netzsch modelo 402 E, com velocidade de aquecimento de 20°C/minuto e sob fluxo de hidrogênio com pureza mínima de 99,999% e no máximo 5ppm de H₂O.

3.5 Forjamento a Frio

O forjamento a frio (temperatura ambiente) foi realizado em apenas um nível de deformação axial, a 40% de deformação verdadeira ($\ln(h_f/h_i)$). O nível de 40% foi escolhido como um valor mínimo que pudesse proporcionar densidades de massa finais acima das proporcionadas por processos usuais de sinterização e dupla compactação -dupla sinterização (veja figura 2), partindo-se de pré-formas com densidades de massa em torno de 7,1 g/cm³ [50]. No caso da obtenção de dados para traçado de curvas de coeficiente de Poisson plástico foram utilizadas amostras cilíndricas e níveis de deformação verdadeira de 20%, 40%, 60% e 80% no forjamento a frio.

As amostras com dimensões baseadas na norma ISO 2740 destinadas aos ensaios de tração foram forjadas utilizando prensa hidráulica semi-automática, com regulagem de carga e velocidade de êmbolo fixa de aproximadamente 0,015 m/s. As

amostras cilíndricas foram forjadas utilizando prensa hidráulica manual. Em ambos os casos, a altura final das amostras, após deformação, foi regulada para obtenção da altura desejada por calços metálicos que limitavam o curso final do êmbolo da prensa.

Para o forjamento as amostras foram posicionadas entre as placas inferior e superior e submetidas a forjamento irrestrito lateralmente; entre as placas e as amostras interpôs-se tiras de PTFE (Teflon) com espessura aproximada de 0,03 mm, afim de minimizar o atrito entre a matriz e as amostras, evitando o abaulamento lateral [47]. As placas utilizadas foram feitas em aço ferramenta temperado, com superfícies retificadas.

3.6 Análise microestrutural e medição da microdureza

Para análise microestrutural as amostras foram seccionadas e embutidas em baquelite, lixadas em lixas de grana 400, 600 e 1000 e após polidas com alumina de 1 μm e, finalmente, polidas com pasta de diamante de 1 μm . Para análise da porosidade as amostras foram observadas sem ataque químico e para análise de fases presentes e dos grãos as amostras da liga Fe + Ni, foram atacadas quimicamente com solução aquosa de 17% em peso de NaHSO_3 , por 25 a 30 segundos, ou com 50% Nital (2%) mais 50% Picral (4%), durante 20 segundos para melhor definição dos contornos de grãos. As amostras de ferro puro foram atacadas quimicamente com Nital a 2% vol. por 15 a 20 segundos.

A observação e o registro fotográfico das microestruturas para análise de poros foi feita em microscópio eletrônico de varredura (MEV) Philips modelo XL30 com elétrons retroespalhados (back scattered). As imagens foram registradas digitalmente e transferidas para microcomputador para a análise de imagens com o auxílio do

aplicativo AnalySIS 2.11. A preferência por microscopia eletrônica, em detrimento da ótica, deveu-se a sua maior profundidade de foco, evitando que as bordas dos poros, eventualmente arredondadas no polimento, causassem distorções na medida do seu tamanho e da sua forma.

A análise da composição química das fases presentes foi feita por análise de raios-x de energia dispersiva (EDS) acoplada ao microscópio eletrônico de varredura.

A observação das microestruturas para a análise de fases e tamanho de grão foi feita em microscópio ótico Leitz modelo Neophot 30, e o registro fotográfico foi acompanhado de fotografias de escala milimetrada, para correção de aumento provocado nas cópias fotográficas.

O fator de forma dos poros foi medido pelo analisador de imagens com base na fórmula [86]:

$$\text{Fator de forma} = 4\pi \cdot (\text{Área}/\text{Perímetro}^2)$$

O fator de forma definido por esta equação, é sempre um número entre zero e um; para um poro com um corte perfeitamente circular o fator de forma é igual a 1.

As seções escolhidas para análise metalográfica foram localizadas em seção transversal do comprimento útil de corpos de prova semelhantes aos utilizados para ensaios mecânicos, pertencentes ao mesmo lote. As análises quantitativas do fator de forma, tamanho e % de poros foram feitas em 36 imagens de 500 μm X 600 μm em cada seção, de maneira a cobrir um quadrante, com matriz 6 X 6, e os resultados extrapolados para os demais 3 quadrantes com imagens especulares.

As medidas de microdureza Vickers das diversas regiões e fases das amostras foram realizadas em amostras preparadas para metalografia, em microdurômetro Shimadzu HMV – 2000, com carga de 15g , conforme norma ISO 6507/3 [87].

3.7 Ensaios mecânicos e determinação da densidade de massa

A densidade de massa das amostras submetidas aos diferentes processos foi determinada através da medida de peso, em balança eletrônica com resolução de 0,01g, e o cálculo do volume com medida das dimensões da amostra por micrômetro. Este método foi preferido em relação ao método de Arquimedes normalizado pela ISO 3369 (MPIF Std 42) [88] em virtude de geometria favorável, como no caso dos corpos de prova usinados por retífica, em forma de barras de seção retangular, a partir de amostras destinadas a ensaios de tração ISO 2740. Estas barras de seção retangular, em número de três representantes de cada lote, eram posteriormente destinadas a ensaios não destrutivos de medida do módulo de elasticidade. No caso de amostras cilíndricas, a preferência pela medida do volume por cálculo a partir de medidas lineares deveu-se ao seu reduzido volume e massa de água deslocado (menor que 1 cm³) não satisfazendo os requisitos normativos, ao relacioná-lo à incerteza/resolução da balança. O diâmetro das amostras cilíndricas foi medido em dois pontos a 90° em cada extremidade; com a média destes valores foi feita uma nova média com a medida do diâmetro a meia altura do cilindro.

A densidade de massa utilizada para cálculo da densidade teórica, foi de 7,87 g/cm³ para o elemento Fe e de 8,90 g/cm³ para o elemento Ni [89].

Os ensaios de tração foram realizados em máquina universal de ensaios MTS do Laboratório de Materiais da Embraco de Joinville (Empresa Brasileira de Compressores) conforme norma ISO 82 [89]. A re-medida de uma das condições, de ferro puro pré-sinterizado a 1120°C, foi feita em máquina universal EMIC DL-10000 no Laboratório de Materiais da Gerdau. Os corpos de prova utilizados nos ensaios de

tração tinham suas medidas baseadas na norma ISO 2740 [81], com um comprimento útil nominal de 25 mm e com espessura da seção transversal retangular de 6mm.

Como largura da seção transversal, uma vez que esta apresentava, após o forjamento, um abaulamento de aproximadamente 0,2 mm, foi tomada a média entre a medida da dimensão a meia espessura, isto é, a região de largura máxima, e a média das larguras entre vértices da seção transversal. A medida da área da seção transversal inicial, conforme este procedimento, foi comparada à medida tomada como referência obtida seccionando-se o segmento do comprimento útil de corpo de prova de tração e medindo seu volume pelo método de Arquimedes [88] e dividindo-se o resultado pelo comprimento do segmento seccionado. A comparação resultou, conforme previsto, num valor menor, para a medida pelo método de cálculo através da medida de espessura e largura, mas em vista da diferença situar-se ao redor de 0,3% e inferior à incerteza dos métodos de medida, estimado em torno de 1% [90], o método foi considerado aceitável.

A utilização da área integral do corpo de prova, para ensaio de tração, tal qual forjado, sem usinagem, pretendeu evitar a supressão de regiões com porosidade superficial diferenciada que pudessem influenciar os resultados e levando em consideração que o forjamento a frio é tanto mais viável economicamente quanto menor for a necessidade de processos posteriores de usinagem, o que leva à tendência de utilização de peças com superfícies brutas de forjamento.

A medida do módulo de Young, foi feita por cálculo, a partir da medida da frequência fundamental de ressonância em flexão, utilizando a equação [91] :

$$E = 0,9465 (mf^2/b)(L^3/t^3)T_1$$

Onde E = módulo de Young (Pa)

m = massa da barra (g)

b = largura da barra (mm)

L = comprimento da barra (mm)

t = altura da seção transversal (mm)

f = frequência fundamental de ressonância em flexão (Hz)

T_1 = fator de correção calculado para compensação devido a comprimento finito, deformação lateral, etc.

As barras utilizadas para medida da frequência de ressonância possuíam nominalmente as medidas de 85,0 mm X 6,00 mm X 7,00 mm e foram obtidas através de usinagem por retífica da lateral e das extremidades de corpos de prova de tração, na quantidade necessária para satisfazer os requisitos normativos [92] de paralelismo e perpendicularismo. Foram utilizadas três barras representativas de cada lote de processamento.

A medida do módulo de Young por métodos dinâmicos pode apresentar valores maiores e maior precisão em relação a medidas feitas pelo método tradicional de medida no trecho linear de gráficos tensão X deformação [93] de materiais sinterizados. Note-se que devido à concentração de tensões provocada pelos poros, materiais sinterizados apresentam comportamento totalmente elástico, somente até valores de tensões significativamente menores que o limite de elasticidade do material homogêneo [64].

Em vista da rigidez relativamente alta das barras, algumas tentativas de medida da frequência fundamental de ressonância, com fixação por engaste em uma das extremidades, resultaram em valores significativamente diversos dos esperados devido a influência do engaste. Optou-se, então, por método baseado nas normas ASTM C1198 [91] e ISO 3312 [92] com apoio nos pontos nodais, isto é, de amplitude nula, para a vibração de ressonância na frequência fundamental.

O sistema de medida da frequência fundamental de ressonância consistiu de dois apoios de lâminas de barbear, posicionadas nos pontos nodais da barra cuja frequência de ressonância se deseja medir, a barra de seção retangular simplesmente apoiada, um eletroímã sob o centro da barra cujo núcleo distava de aproximadamente 0,5 mm; o eletroímã foi excitado por uma fonte de sinais HP modelo 8165A com variação mínima discreta de 10 Hz e geradora de onda quadrada, acoplada a um medidor de frequência HP Universal Counter, modelo 53131 A, com incerteza de 10^{-2} Hz. Uma vez que as frequências de ressonância dos corpos de prova considerados situavam-se no campo audível, optou-se por este método simples de detecção, que em testes preliminares revelou ser possível determinar com uma incerteza de 10 Hz. A incerteza relativa combinada máxima provável calculada [90] para o sistema foi de 0,6%, na faixa de frequências medidas.

A calibração inicial foi feita pela medida da frequência de ressonância de uma barra de aço carbono (0,148% C) medindo 80,3 mm X 6,00mm X 6,00 mm, resultando numa frequência medida de 4859 Hz, o que implica por cálculo, num valor do módulo de elasticidade de 208,7 GPa.

Um esquema do sistema de medida da frequência de ressonância pode ser visto na Figura 13; observar o corpo de prova bi-apoiado sobre o eletroímã com enrolamento de fios de cobre e ao fundo a fonte geradora de sinais, tendo sobre ela o medidor de frequência.

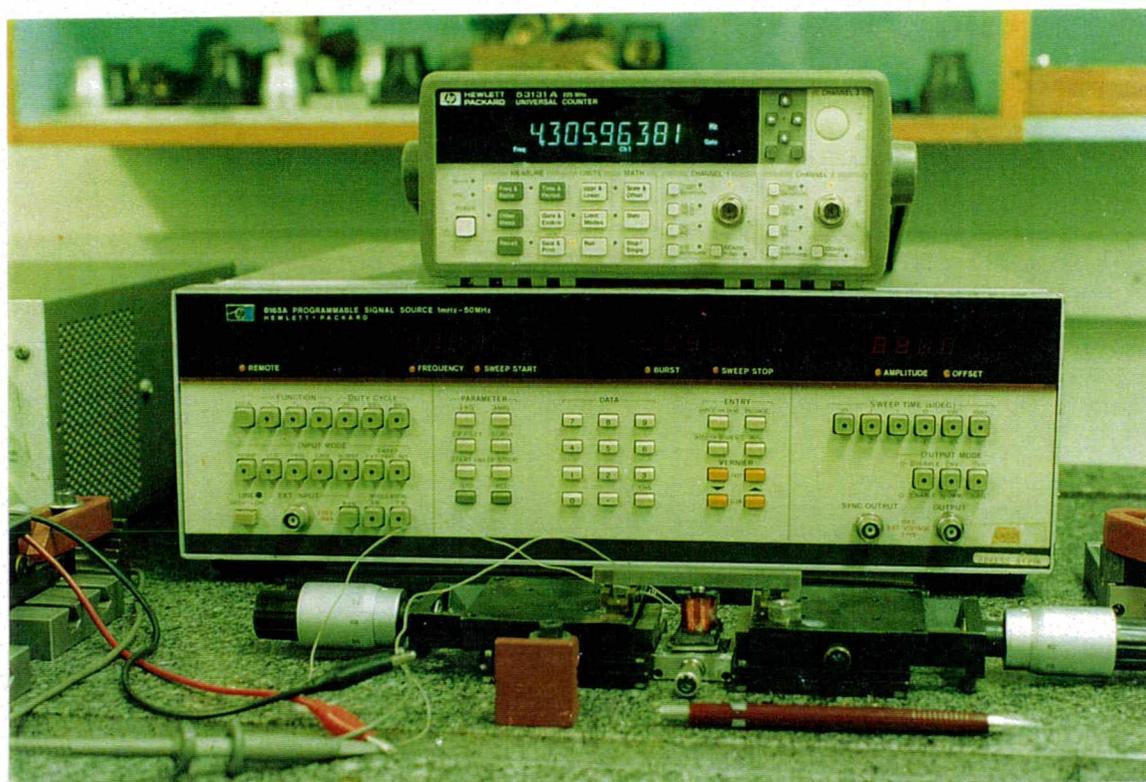


Figura 13 – Sistema de medida da frequência de ressonância de barras, para determinação do módulo de elasticidade.

4. Resultados e Discussões

4.1 Ciclos de processamento e propriedades mecânicas

A Figura 14 mostra os diversos ciclos de processamento empregados no forjamento a frio de pré-formas sinterizadas no âmbito do presente trabalho. O ciclo inclui as seguintes etapas em seqüência:

- compactação do pó (típicamente 3 minutos);
- patamar isotérmico de 30 minutos na temperatura de 470 °C, durante o aquecimento, visando a extração completa do lubrificante sólido misturado ao pó;
- patamar isotérmico de 30 minutos nas temperaturas de pré-sinterização escolhidas previamente (680, 880, 950 e 1120 °C), seguindo-se o esfriamento da amostra.
- forjamento a frio
- novo aquecimento e patamar isotérmico de 30 minutos nas temperaturas previamente definidas (850 e 1120 °C) para a sinterização final.

As curvas de aquecimento e resfriamento apresentadas na fig. 14 são registros reais de parte dos tratamentos efetuados.

O processamento prévio de mistura dos pós e do lubrificante demanda um tempo de aproximadamente 1 hora. A velocidade de resfriamento foi bastante variável em função da temperatura de sinterização considerada e das condições do ar ambiente na data de cada ensaio, sendo geralmente superior a 70°C/min em temperaturas acima de 700°C.

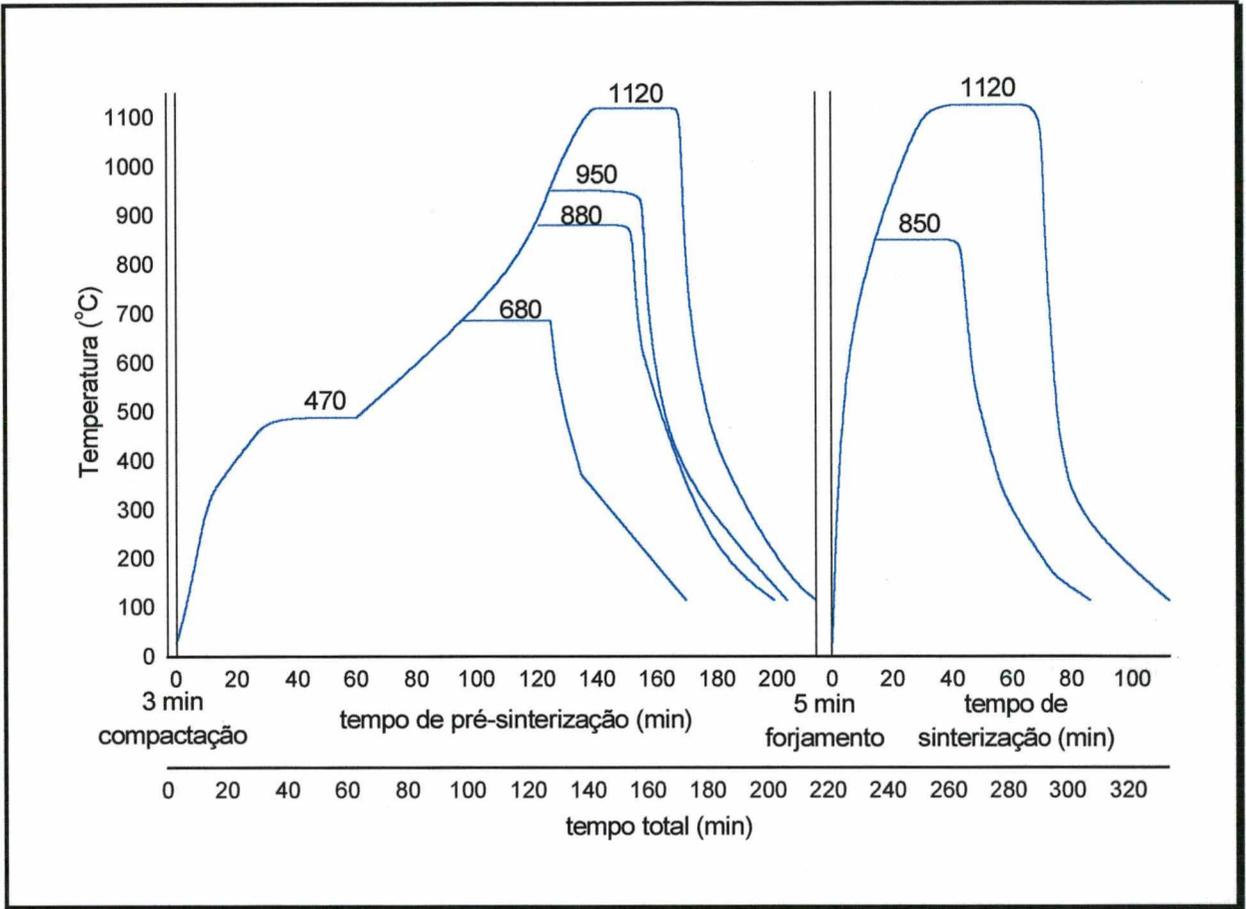


Figura 14 – Ciclos típicos dos processos empregados envolvendo compactação do pó, pré-sinterização, forjamento a frio e sinterização final.

O resultado das medidas de densidade de massa obtidas após o processamento para as amostras de ferro puro (grupo F) e da liga Fe + 3,5% Ni (grupo N) é apresentado na Figura 15, usando a codificação de amostras e grupos de amostras apresentada na Tabela 4. A incerteza relativa máxima provável do sistema de medida foi de 0,1%.

Tabela 4 – Codificação dos processos empregados

Código	Material	Temperatura de pré-sinterização	Deformação axial no forjamento	Temperatura de sinterização
F680/850	Pó de Fe atomizado	680°C	40% de deformação verdadeira	850
F880/850		880°C		
F950/850		950°C		
F1120/850		1120°C		
F680/1120		680°C		1120
F880/1120		880°C		
F950/1120		950°C		
F1120/1120		1120°C		
Nxxxx/yyyy	Pó de Fe atomizado + 3,5% (massa) Ni carbonila	demais dígitos similares à codificação acima		

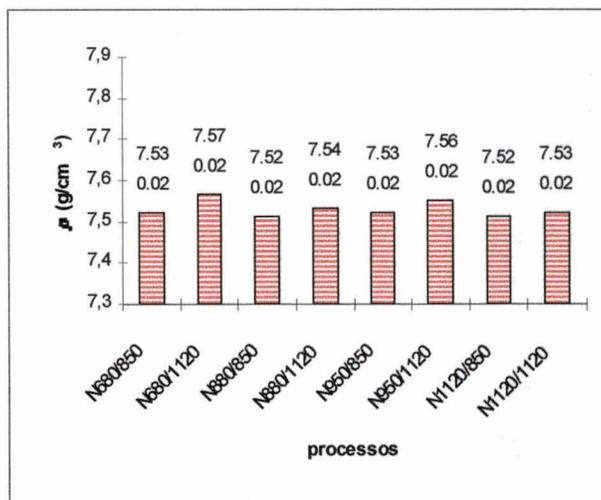
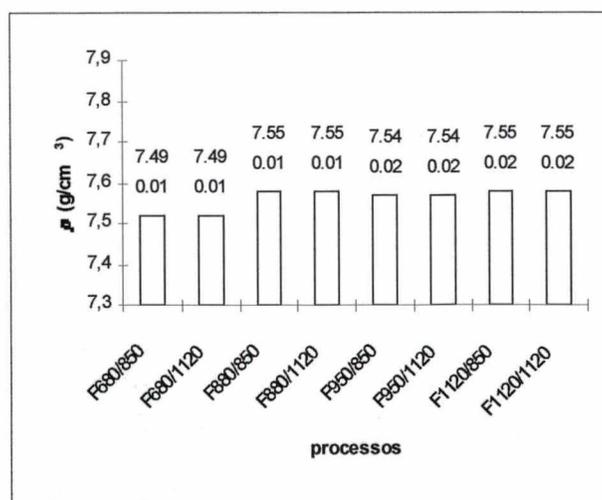


Figura 15 – Densidades de massa após os diversos processos, em amostras de Fe puro (F) e Fe + 3,5% Ni (N), e os respectivos desvios padrão das medidas.

As densidades de massa situam-se em um nível superior às verificadas em peças sinterizadas não forjadas (veja Figura 2), atingindo valores entre 7,49 e

7,57 g/cm³. Estes valores são considerados altos na metalurgia do pó ferrosa. É conveniente lembrar que uma quantidade de poros pequenos e arredondados apresenta influência benéfica no comportamento mecânico de aços sinterizados quando da solitação dinâmica; segundo a literatura [94], ocorre um mínimo na taxa de propagação de trincas em fadiga em ligas ferrosas sinterizadas com densidade de massa em torno de 7,5 g/cm³.

Comparando-se as densidades de massa medidas com a densidade teórica dos materiais estudados (para o ferro puro $\rho_{th} = 7,87 \text{ g/cm}^3$ e para a liga Fe + 3,5% Ni $\rho_{th} = 7,91 \text{ g/cm}^3$) tem-se uma densidade de massa relativa de 95,9% no caso de amostras de ferro pré-sinterizadas a 880°C e a 1120°C. No caso das amostras de Fe + 3,5% Ni, atingiu-se uma densidade de massa relativa de 95,7% nas amostras pré-sinterizadas a 680°C e sinterizadas a 1120°C.

A sinterização final (realizada após o forjamento a frio), no caso do ferro puro não influenciou a densidade de massa final; as amostras sinterizadas na temperatura de 1120°C (fase γ do ferro) e na temperatura de 850°C (fase α do ferro) apresentam mesma densidade de massa (mesmo percentual volumétrico de poros); no entanto, a temperatura de pré-sinterização influenciou a densidade de massa final, embora muito pouco; dentre as temperaturas de pré-sinterização utilizadas (680, 880, 950 e 1120 °C), as de 880 e 1120 °C levaram à densidades de massa mais altas. Tais resultados eram esperados em função do maior coeficiente de autodifusão do ferro [76,83] nestas temperaturas em comparação com as demais utilizadas. Deve-se lembrar que, o coeficiente de autodifusão do ferro é da ordem de 100 vezes maior na fase α do que na fase γ na mesma temperatura; assim, obtém-se difusividade semelhante nas temperaturas de 880 (fase α) e 1120 °C (fase γ).

No caso das amostras de Fe + 3,5%Ni, verifica-se, com respeito à influência da temperatura de pré-sinterização na densificação, o contrário do comportamento verificado nas amostras de ferro puro, isto é, as maiores densidades de massa ao final do processo ocorreram nas amostras pré-sinterizadas nas temperaturas onde ocorre menor difusividade (680°C e 950°C)[83]. Este comportamento pode ser explicado pelo fato de que nestas temperaturas ocorre menos interdifusão entre o Fe e o Ni, causando menos endurecimento da matriz ferro por solução sólida de Ni; em decorrência mantêm-se maior ductilidade e facilidade de fechamento de poros do material para o posterior forjamento a frio.

No caso da liga Fe + 3,5%Ni verifica-se, ainda, diferentemente do ferro puro, que a temperatura tem influência maior na densificação durante a sinterização final (após forjamento); todas as amostras da liga Fe + 3,5% Ni sinterizadas na temperatura mais alta, 1120°C, apresentaram densidades de massa levemente maiores que as sinterizadas na temperatura mais baixa, 850°C, mantidas as demais condições constantes. Isto deve-se ao fato de que o Ni é estabilizador da fase γ do Fe, fazendo com que na sinterização final em 850 °C uma apreciável parcela do volume da amostra já esteja na fase austenítica, na qual a difusividade é menor nesta temperatura. Estas observações, de certa forma, resgatam e dão importância ao papel da pré-sinterização no forjamento a frio de pré-formas pré-sinterizadas. Esta não é um mero passo no processo destinado a evitar o esboroamento da amostra durante o forjamento, mas um passo cuja especificação deve estar relacionada à composição química e ao diagrama de equilíbrio de fases do material a ser processado. Se desejar-se aumentar a densidade de massa da pré-forma pré-sinterizada por conformação a frio, deve-se escolher temperaturas de pré-sinterização que mantenham minimizada a interdifusão

dos componentes da mistura de pós para evitar o endurecimento da matriz por solução sólida (ou mesmo outro mecanismo de endurecimento).

De uma maneira geral, os resultados da medição da densidade de massa (apresentados na figura 15) mostram que as diferenças entre as diversas condições de pré-sinterização e sinterização final utilizadas no presente trabalho são muito pequenas em função de tratar-se de sinterizados de alta densidade de massa; no entanto, as diferenças no comportamento mecânico dos sinterizados podem vir a ser significativas [3,5].

Os resultados das medidas do limite de escoamento em tração, a 0,2% de deformação permanente, resultantes das várias condições de processamento, são apresentados na Figura 16. No caso dos sinterizados de Fe puro (grupo F) verifica-se que, embora algumas das condições tivessem apresentado os mesmos valores em termos de densidade de massa (Figura 15), não ocorreu o mesmo em relação ao limite de escoamento; as diferenças decorrem da microestrutura diferenciada obtida em cada rota de processamento. Verifica-se que as amostras de Fe puro que foram sinterizadas (após forjamento) na temperatura de 850°C em geral apresentaram valores de limite de escoamento maiores que as sinterizadas na temperatura de 1120°C. Este resultado deve estar relacionado ao menor crescimento dos grãos verificado na temperatura mais baixa. O maior valor obtido para o limite de escoamento foi de 219,7 MPa, obtido com sinterizações feitas em temperaturas próximas ao limite do campo da fase ferrítica, onde o coeficiente de autodifusão do ferro é maior ; este resultado foi obtido para as amostras do grupo F880/850 (pré-sinterização em 880°C, forjamento a frio com 40% de deformação e sinterização final em 850°C). Uma exceção a este comportamento ocorreu no grupo de amostras F1120/1120 (pré-sinterizadas em 1120°C e sinterizadas também em 1120°C), em que a temperatura de sinterização final maior proporcionou

um limite de escoamento maior, embora o valor seja ainda inferior ao obtido com as amostras do grupo F880/850 (pré-sinterizadas a 880°C e sinterizadas em 850 °C). Isto pode ter explicação em outros fatores microestruturais relacionados aos poros, que contrapõem-se ao efeito de menor tamanho de grão das amostras sinterizadas na temperatura mais baixa.

O valor relativamente alto do desvio padrão nas medidas do limite de escoamento das amostras de ferro puro (grupo F) sugere a necessidade de aumento do número de amostras, para aumentar o nível de confiança no resultado.

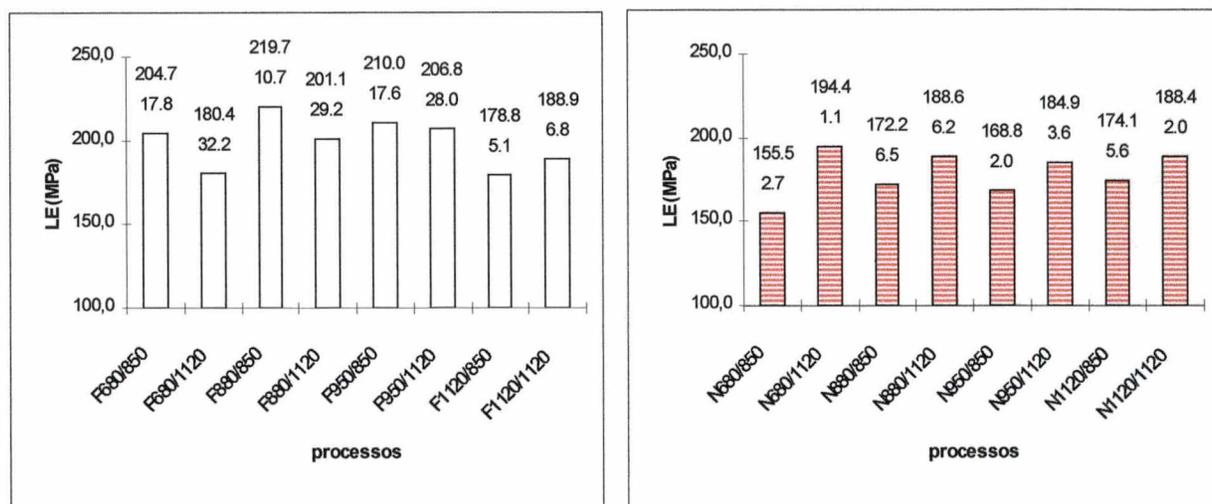


Figura 16 – Limite de escoamento em tração, $LE_{0,2}$, em pré-sinterizados forjados a frio com 40% de deformação e posterior sinterização, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos).

O limite de escoamento em tração das amostras de Fe + 3,5% Ni apresentou um comportamento antagônico ao apresentado pelas amostras de ferro puro; as amostras sinterizadas após forjamento na temperatura mais alta (1120 °C) apresentaram valores maiores. Isto pode ser explicado pela ação do níquel na microestrutura que tende a difundir-se preferencialmente na superfície das partículas e nos contornos de grão,

provocando um efeito inibidor do crescimento destes[76]; assim o tamanho de grão depende menos da temperatura de sinterização. No entanto, a homogeneização evolui mais rapidamente nas temperaturas mais elevadas, ocasionando aumento de resistência da matriz ferro quando da sinterização em temperaturas mais elevadas. O maior valor do limite de escoamento a tração entre as amostras de liga Fe + 3,5%Ni, foi de 194,4 MPa, encontrado em amostras pré-sinterizadas a 680°C e sinterizadas a 1120°C (N 680/1120). Note-se que, embora o níquel tenha o efeito de aumentar a resistência do ferro quando em solução sólida, as amostras de Fe + 3,5% Ni em geral apresentaram limite de escoamento em tração menor que o ferro puro. Este comportamento não esperado pode estar relacionado a fatores microestruturais, como a interdifusão incompleta entre Fe e Ni, propiciando a existência de regiões com baixo limite de escoamento como regiões de níquel puro, regiões austeníticas ricas em níquel (fase γ) [95], geometria de poros ou regiões porosas indutoras de concentração de tensões mais altas ou mesmo a existência de regiões ferríticas pré-tensionadas em tração, próximas às partículas de níquel; estas poderiam ser consequência da porosidade de interdifusão formada em decorrência do maior coeficiente de difusão do ferro no níquel que do níquel no ferro [76]. Isto gera vazios no ferro pelo efeito Kirkendall.

Estas observações, com respeito ao limite de escoamento das amostras forjadas a frio submetidas a diferentes temperaturas de pré-sinterização e sinterização, mostram que a densidade de massa ou o nível de porosidade total, isoladamente, não é uma variável suficiente para explicar a resistência mecânica estática de sinterizados ferrosos. A esta conclusão já se havia chegado anteriormente [96], embora estudando sinterizados de menor densidade de massa, onde materiais de ferro puro com o mesmo percentual volumétrico de poros, apresentaram resistência estática e a fadiga

diferentes, estando relacionadas mais ao nível de porosidade aberta e a microestrutura do que ao percentual de poros. No caso de materiais de alta densidade (>95%), no entanto, a porosidade aberta praticamente inexistente [34,96]; assim, as variáveis influentes devem estar em outras características microestruturais, como o tamanho e o fator de forma dos poros e heterogeneidades em relação ao elemento de liga.

A figura 17 apresenta os valores medidos do limite de resistência em tração (LR), obtido nas amostras das várias condições de processamento. As amostras de ferro puro (F) embora apresentando valores bastante próximos entre si, mostram uma ligeira predominância para os sinterizados de maior densidade de massa, ou seja, as amostras F880 e F1120, com valores médios de LR acima de 280 MPa; estes resultados sugerem que no ferro puro a principal influência sobre o limite de resistência está no percentual volumétrico de poros.

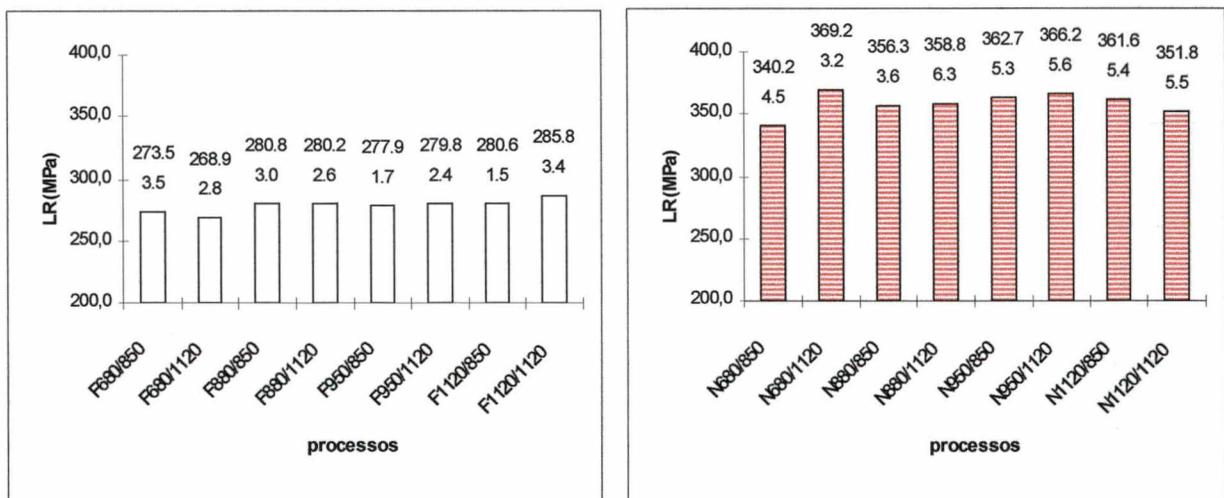


Figura 17 – Limite de resistência em tração, LR, em sinterizados forjados a frio com 40% de deformação e sinterizados, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos)

As amostras da liga Fe + 3,5%Ni apresentaram limite de resistência a tração maior que as de ferro puro, conforme esperado; mas os resultados sofreram influência

da variação da resistência do material em função dos diferentes graus de homogeneização do níquel no ferro e das fases formadas. As amostras nas quais a sinterização final foi feita na temperatura mais alta apresentaram maior limite de resistência à tração, exceto a N1120/1120. Assim, as amostras N1120/850 e N1120/1120, embora tenham apresentado densidade de massa similares, tiveram valores de limite de resistência a tração diferentes (pode-se concluir que são diferentes ao submeterem-se os resultados a um teste “t” estatístico[97], com uma confiança maior que 97,5%), com resultado maior para as amostras sinterizadas na temperatura mais baixa. Isto explica-se da seguinte maneira: para as velocidades de esfriamento praticadas quando do esfriamento a partir da temperatura de sinterização, a liga forma martensita cúbica nas regiões onde sua concentração é mais elevada (em geral acima de 5% em peso); embora o teor total de Ni adicionado seja apenas 3,5 % em peso, este foi adicionado na forma de partículas de Ni puro na mistura de pós. O grau de homogeneização alcançado durante a sinterização depende essencialmente da temperatura e do tempo de sinterização. Assim, na temperatura de sinterização final maior (1120 °C) maiores regiões da amostra alcançaram um teor de Ni suficiente para favorecer a formação de martensita cúbica no sistema Fe-Ni no esfriamento. No entanto, a amostra que sofreu duas sinterizações em 1120 °C (N1120/1120) tem menor resistência; nestas condições o grau de homogeneização já é elevado e restam menos regiões martensíticas no volume da amostra, isto é, o Ni encontra-se mais diluído e em menos regiões da amostra o seu teor ainda é suficientemente elevado para que ocorra a formação de martensita. As regiões mais ricas no elemento de liga em geral coincidem com as regiões dos contatos de sinterização (“necks”), uma vez que o enriquecimento das partículas de ferro se dá por difusão do elemento de liga a partir da superfície para o interior da mesma.

O maior valor médio encontrado para o limite de resistência à tração foi de 369,2 MPa no caso de amostras pré-sinterizadas a 680°C, forjadas a frio com 40% de deformação e sinterizadas a 1120°C (grupo N680/1120). Note-se que os valores de limite de resistência a tração encontrados para as amostras de Fe + 3,5%Ni foram maiores que os valores encontrados para amostras de Fe puro, ao contrário do comportamento verificado no limite de escoamento; isto deve-se basicamente a que o níquel e regiões com solução sólida Fe-Ni ou mesmo fases austeníticas ou martensíticas de Fe-Ni, apresentam limite de resistência a tração maior que o ferro [89].

Os valores de alongamento em tração relacionados aos vários grupos de amostras, podem ser vistos na Figura 18. As amostras sinterizadas na temperatura mais alta, 1120°C, apresentaram, após forjamento, maiores valores de alongamento do que as sinterizadas na temperatura mais baixa, 850°C, pois a sinterização em temperatura mais alta leva a um melhor fator de forma e maior coalescimento dos poros. No caso de amostras de ferro puro os valores em geral ultrapassaram 30%, exceto nas amostras pré-sinterizadas na temperatura mais baixa 680°C. As amostras de Fe + 3,5%Ni, apresentaram valores acima de 21% chegando a 27% no caso das amostras do grupo N680/1120.

Estes valores de alongamento em tração, das amostras forjadas a frio e sinterizadas, são bastante superiores aos encontrados para os mesmos materiais no estado apenas sinterizado (não forjado a frio), onde raramente atinge-se valores superiores a 9% [89,98] para ferro puro e 6% para ligas com este teor de níquel.

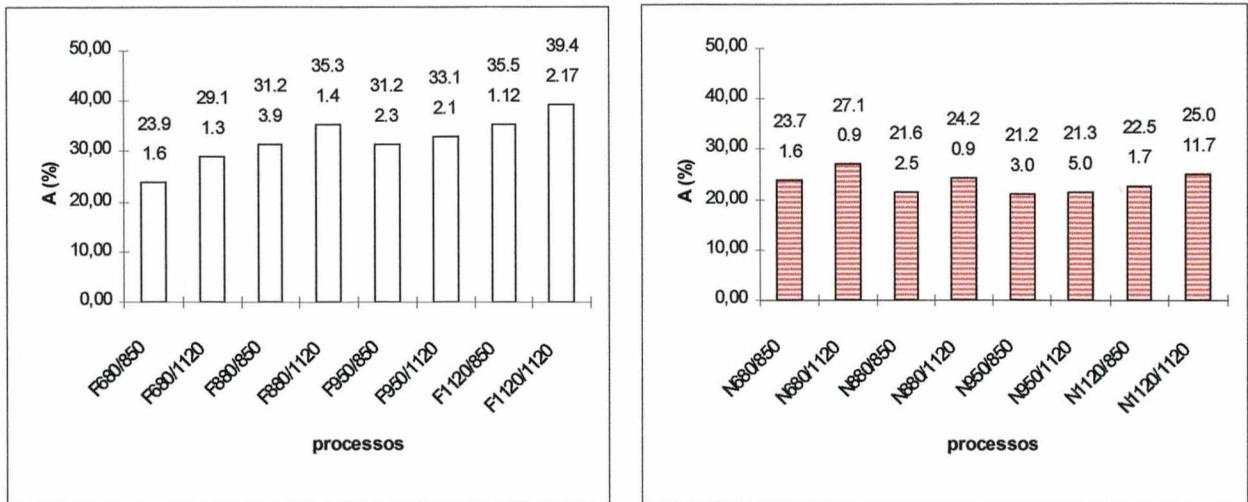


Figura 18 – Alongamento em tração A, em 25mm de comprimento útil, em pré-formas com 40% de deformação e sinterizadas, com seus respectivos desvios padrão da medida (veja Tabela 4 sobre codificação de processos)

Os valores do módulo de elasticidade, medidos através da frequência natural de ressonância com excitação transversal, são mostrados na Figura 19. Os valores medidos mostram relação com a densidade de massa e o material básico, onde tanto no caso das amostras de ferro puro quanto nas da liga Fe + 3,5%Ni, as condições de processamento que propiciaram maiores densidades de massa, levaram a maiores valores do módulo de elasticidade. Para a liga Fe + 3,5% Ni o maior valor encontrado foi 188,4 GPa (grupo N680/1120), e para o ferro puro registraram-se valores acima de 194 GPa (grupos F880/850, F880/1120 e F950/850). Os valores um pouco inferiores do módulo de elasticidade verificados na liga Fe-Ni explicam-se pela existência de solução sólida Fe-Ni, que tanto na sua forma ferrítica quanto na sua forma austenítica [95] possuem módulo de elasticidade menor que o ferro puro [89]. Em qualquer dos casos, no entanto, os valores do módulo de elasticidade são bastante superiores aos encontrados em ferro e aço sinterizados não forjados, que em geral não superam os 160 GPa [89,98]. Alguns estudos [99-101] sobre medida de módulo de elasticidade,

utilizando métodos estáticos e dinâmicos têm dado indícios da influência da morfologia de poros (concentração de tensões) no seu valor, seja através de diferenças ocasionadas nos poros em função do tempo e da temperatura de sinterização (arredondamento de poros) ou diferenças ocasionadas variando-se o tipo de pó utilizado na produção das amostras (diferenças de tamanho e forma de poros), para um mesmo valor de densidade de massa final do sinterizado. Entretanto, estas diferenças de módulo de elasticidade para uma mesma densidade de massa, são mais acentuadas quando medidas em sinterizados com maior porosidade [100].

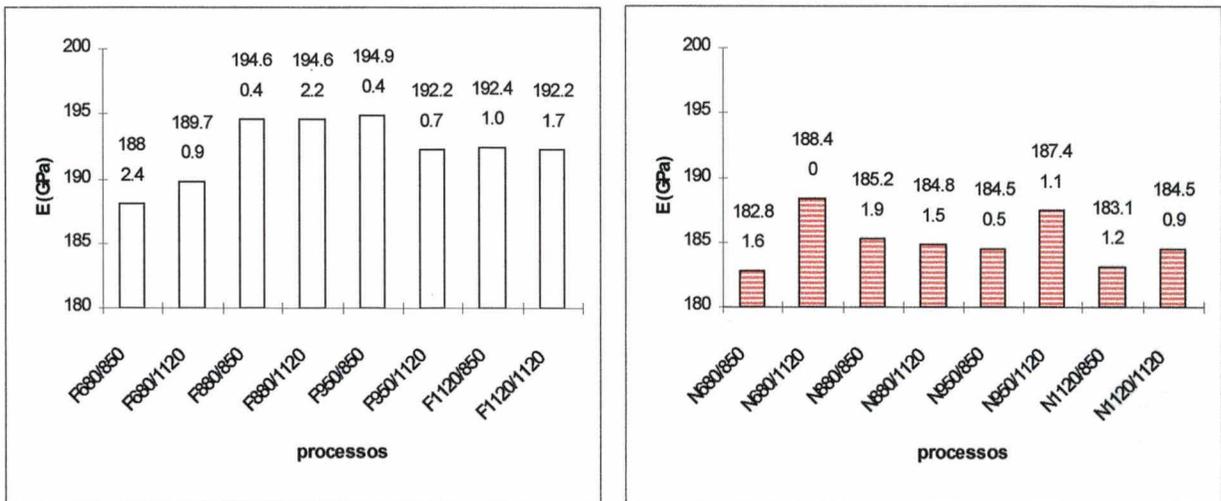


Figura 19 – Módulos de elasticidade, E, medidos através da frequência natural de ressonância.

No presente estudo, assim como ocorreu com o limite de escoamento, esperava-se uma maior influência da microestrutura e dos poros no módulo de elasticidade (diferenças provocadas por alta ou baixa temperatura de sinterização); no entanto, isto não se observou.

Visando a determinação do coeficiente de Poisson em ensaios de compressão, produziu-se amostras cilíndricas de ferro puro e da liga Fe + 3,5%Ni, com diâmetro de

9,5 mm. As amostras de ferro foram pré-sinterizadas em 880°C e as de Fe + 3,5%Ni em 680°C.

Determinou-se a evolução da densidade de massa relativa nestas amostras durante o forjamento a frio em compressão livre. Os resultados encontram-se na figura 20, conforme a deformação axial verdadeira $\epsilon_y = -\ln(h_f/h_o)$; quando deformadas até 80% não ocorreram trincas superficiais após o forjamento.

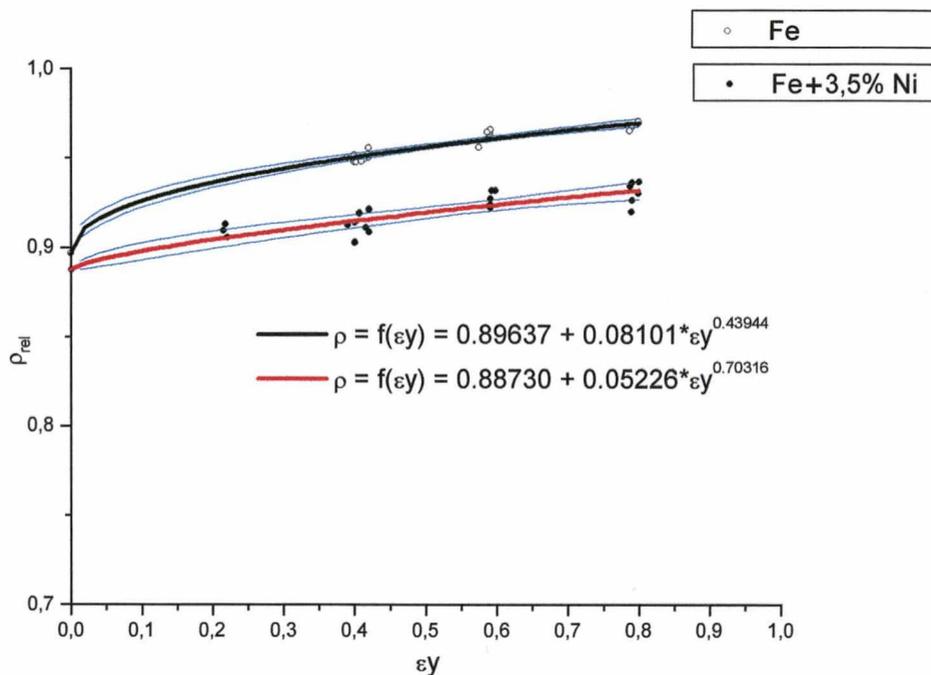


Figura 20 – Variação de densidade de massa relativa com a deformação axial verdadeira no forjamento a frio de pré-formas sinterizadas

O coeficiente de Poisson plástico de materiais homogêneos (não porosos) é constante e igual a 0,5, isto é, a relação entre as deformações radial e axial num cilindro sob compressão, uma vez mantido o volume inicial constante. No caso de materiais sinterizados porosos este valor é variável, uma vez que existe uma

densificação do material neste processo em função da redução do volume poroso. A variação do coeficiente de Poisson plástico no forjamento a frio de pré-formas cilíndricas de ferro pré-sinterizadas a 880°C e de Fe + 3,5%Ni pré-sinterizadas a 680°C, pode ser observada nas Figuras 21 e 22. Estes pontos $v_{\text{plast}} \times \rho$ foram obtidos através dos valores das derivadas $d\varepsilon_x/d\varepsilon_y$ das curvas ajustadas de variação das deformações radiais ε_x com as deformações ε_y na altura durante o forjamento a frio dos cilindros. Para efeito de comparação incluiu-se, na figura, a curva de evolução de $v_{\text{plástico}}$ observada por Kuhn et al [47] no forjamento a frio de pré-formas de ferro puro, pré-sinterizadas a 1093°C, partindo de várias densidades de massa iniciais. Observa-se que no caso do ferro puro houve coincidência entre os pontos e a curva proposta, o que não se verificou para a liga Fe + 3,5%Ni; indicando, neste último caso, uma deformação radial maior em relação ao ferro puro para uma mesma densidade de massa relativa e mesma deformação axial, em detrimento da densificação. Isto pode significar que existem, no caso da liga Fe + 3,5%Ni, poros mais resistentes ao colapso durante o forjamento a frio do que no caso do ferro puro. Isto é previsível quando tem-se, num mesmo material, alguns poros envoltos por material mais resistente que em outras regiões, como é o caso da liga Fe + 3,5%Ni, em função da homogeneização incompleta da mesma.

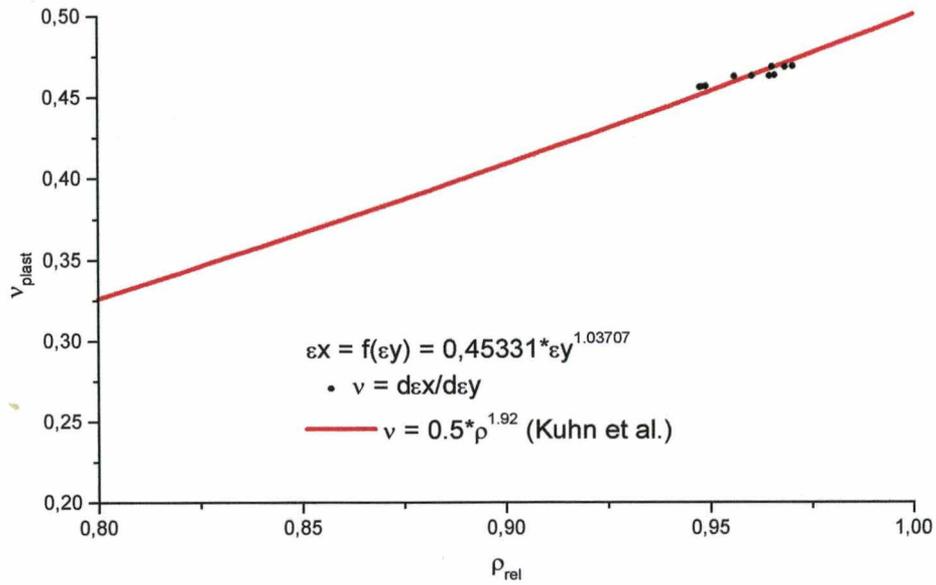


Figura 21 – Variação do coeficiente de Poisson plástico no forjamento a frio de pré-formas de ferro pré-sinterizadas a 880°C, em função da densidade relativa.

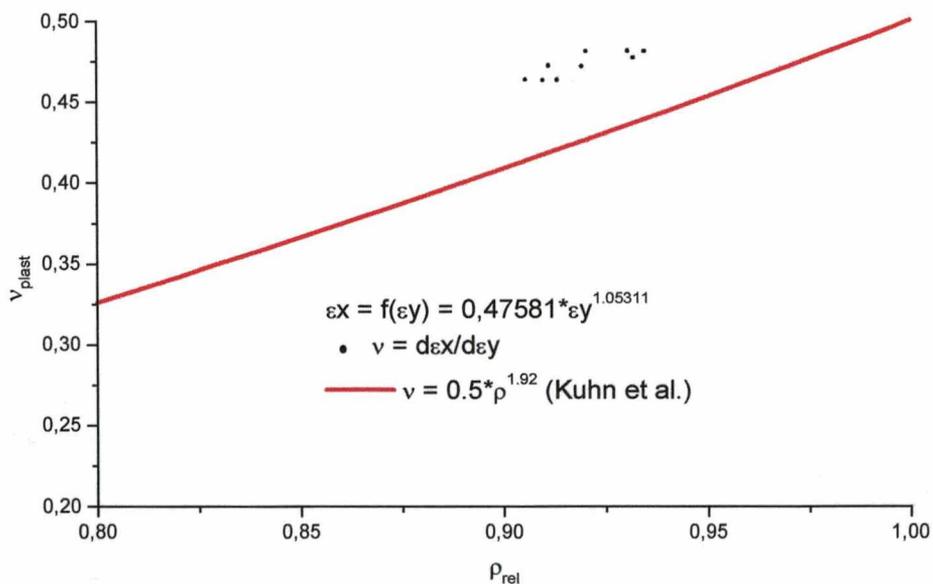


Figura 22 – Variação do coeficiente de Poisson plástico no forjamento a frio de pré-formas de Fe + 3,5%Ni pré-sinterizadas a 680°C, em função da densidade de massa relativa.

4.2 Análise dilatométrica

A figura 23 mostra a variação dimensional durante o aquecimento, a sinterização isotérmica por 30 minutos em 1120°C e o esfriamento de amostras cilíndricas, compactadas a 600MPa de pressão e sinterizadas num dilatômetro.

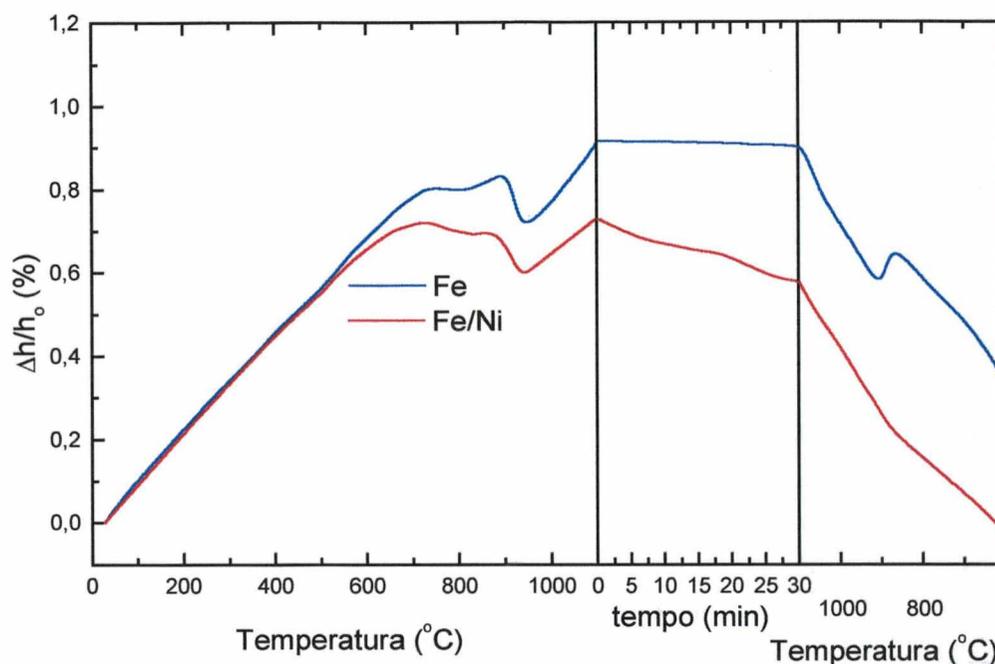


Figura 23 – Dilatometria de compactados de ferro puro e da liga Fe + 3,5%Ni.

A curva de sinterização do ferro puro mostra que a retração inicia em temperaturas próximo aos 600 °C. Além do início da retração por sinterização, ocorre, entre aproximadamente 650 a 800 °C, a redução das películas de óxido geralmente presentes na superfície das partículas de pó. Após a mudança de fase do ferro da estrutura ferrítica para a austenítica (contração brusca a 912°C) a taxa de retração passa a ser menor, devido ao menor coeficiente de autodifusão do ferro na fase γ [83], voltando a aumentar gradativamente à medida que a temperatura (e consequente-

mente o coeficiente de autodifusão do ferro) aumenta. A retração do ferro puro na sinterização é pequena em função do tamanho de partícula do pó utilizado (pouca superfície livre específica). Durante a sinterização isotérmica a retração continua com uma taxa pequena. Isto é conhecido na metalurgia do pó e justifica os melhores resultados obtidos no presente trabalho em termos de densidade de massa e resistência à tração do grupo de amostras F880/850 (pré-sinterização em 880°C aliada a sinterização em 850°C) ou seja, das pré-formas sinterizadas no campo ferrítico.

A curva de sinterização da liga Fe + 3,5%Ni, mostra que a retração inicia-se em aproximadamente 600°C, assim como no ferro; no entanto, em função da presença do níquel, a retração é maior, tanto na fase α como na γ , conforme esperado. Isto ocorre basicamente devido à ativação adicional em função do gradiente químico, que introduz no sistema um adicional de energia livre. Sob o ponto de vista de mecanismos, deve-se lembrar que o Fe possui coeficiente de difusão maior na rede cristalina do Ni do que na sua própria rede. O níquel, ao difundir-se, enriquece, inicialmente, as camadas superficiais das partículas de ferro e os contornos de grão; assim, produz caminhos de difusão dentro dos quais o ferro se difunde mais depressa, propiciando uma ligeira ativação do processo de sinterização[41,76,102]. Como o Ni é um elemento de liga estabilizador da fase γ do ferro, observa-se que a transformação de fase inicia-se em temperatura ligeiramente inferior ao caso do ferro puro, evidenciando que uma pequena fração volumétrica da amostra já se encontra na fase γ ao alcançar-se a temperatura de transformação (912°C) no aquecimento. Isto mostra que a homogeneização / interdifusão dos componentes da mistura de pós inicia-se em temperaturas relativamente baixas, embora, a sua cinética passe a ter taxas consideravelmente elevadas apenas em temperaturas mais altas. De acordo com a literatura [75,76] e os resultados da análise microestrutural, um grau de

homogeneização elevado só é atingido em temperaturas superiores e tempos de sinterização maiores que as usadas no presente trabalho.

Assim, as pré-formas de Fe + 3,5%Ni, mesmo quando pré-sinterizadas em temperaturas tão baixas quanto 680°C, já podem proporcionar resistência adequada permitindo o forjamento; no entanto, sem prejudicar a deformabilidade necessária para o forjamento a frio posterior, uma vez que a formação de solução sólida por interdifusão ainda é muito insipiente nesta temperatura.

O comportamento dilatométrico na sinterização após o forjamento a frio com 40% de deformação axial, em amostras de ferro pré-sinterizadas a 880°C e amostras de Fe + 3,5%Ni pré-sinterizadas a 680°C, pode ser visto na Figura 24.

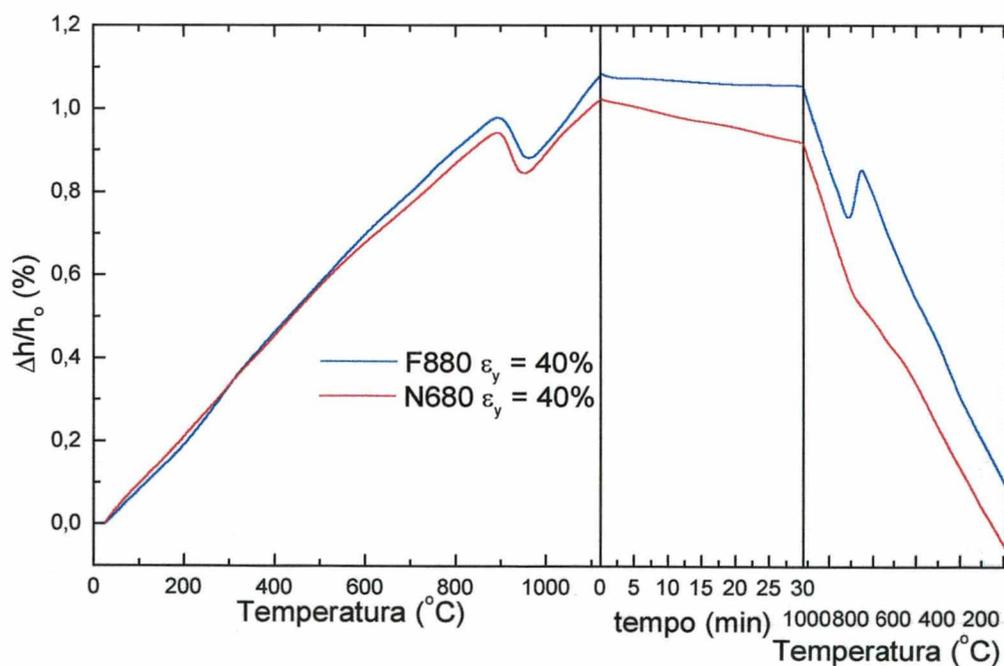


Figura 24 – Variação dimensional na sinterização final após o forjamento a frio com 40% de deformação; Fe pré-sinterizado em 680°C e Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 880°C.

Observa-se que a retração é menor do que no caso das amostras sem forjamento, em concordância com a menor porosidade das amostras após o forjamento. Além disso, a parte da variação dimensional observada na figura 23 devido à redução de películas de óxido está ausente nas curvas da figura 24, conforme esperado.

As derivadas das curvas dilatométricas da Figura 24, ou seja, as velocidades de variações dimensionais, podem ser vistas na Figura 25.

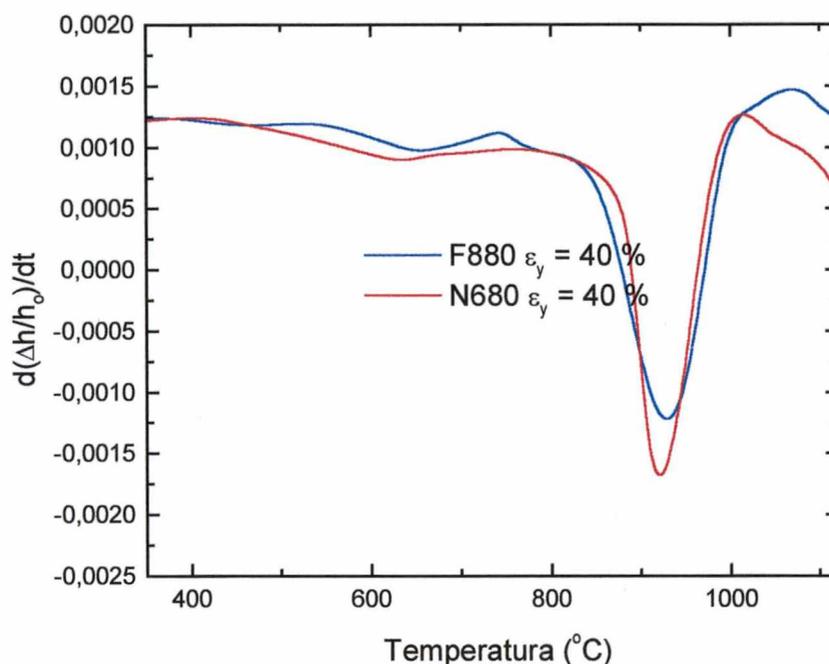


Figura 25 – Taxas da variação dimensional durante a sinterização de amostras após o forjamento a frio com 40% de deformação em Fe puro pré-sinterizado em 680°C e Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 880°C.

Observa-se, na Figura 25, que entre 600°C e 700°C ocorrem máximos picos, os quais devem estar associados à recristalização do material deformado a frio.

A figura 26 mostra curvas da variação dimensional obtidas na sinterização em 850°C de pré-formas de ferro puro, após terem sido pré-sinterizadas em 880°C e submetidas a 40%, 60% e 80% de deformação axial, respectivamente. Observar que a retração cresce com o respectivo grau de deformação a frio, demonstrando a ativação do processo de sinterização em função da deformação, que aumenta a energia livre do material.

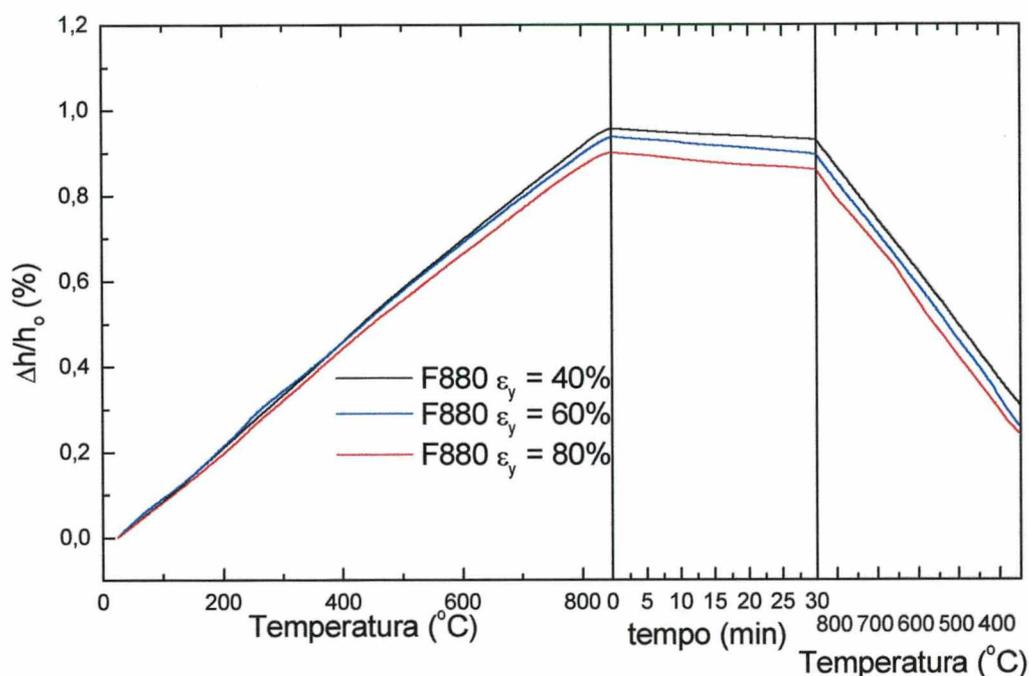


Figura 26 – Dilatometria de sinterização a 850°C de pré-formas em Fe, pré-sinterizadas a 880°C e forjadas a frio com 40%, 60% e 80% de conformação axial

As derivadas das curvas da Figura 26, ou seja, as velocidades de variações dimensionais das pré-formas de ferro, pré-sinterizadas a 880°C e submetidas aos diferentes níveis de deformação axial de 40%, 60% e 80% podem ser vistas na Figura 27.

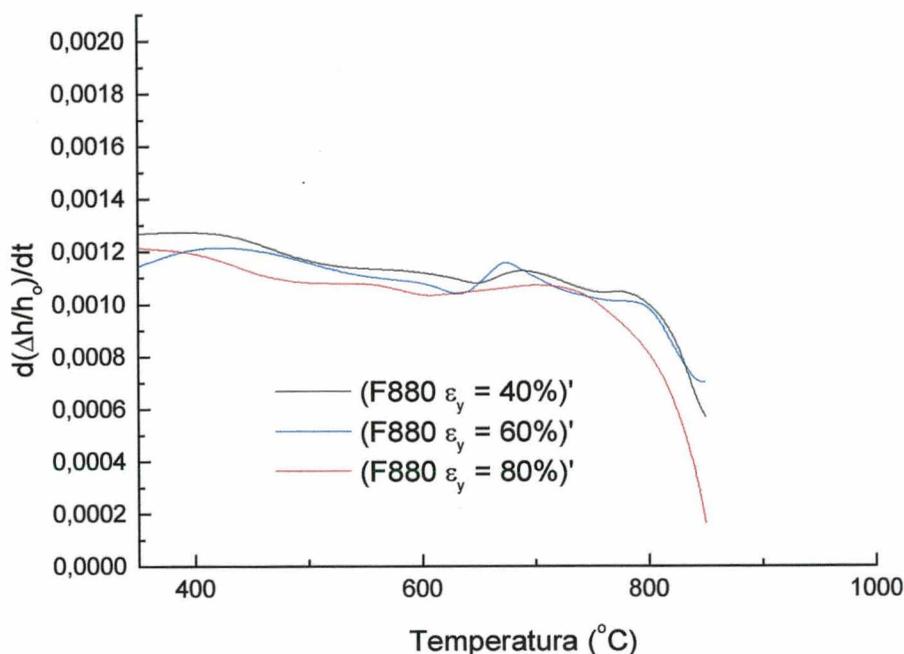


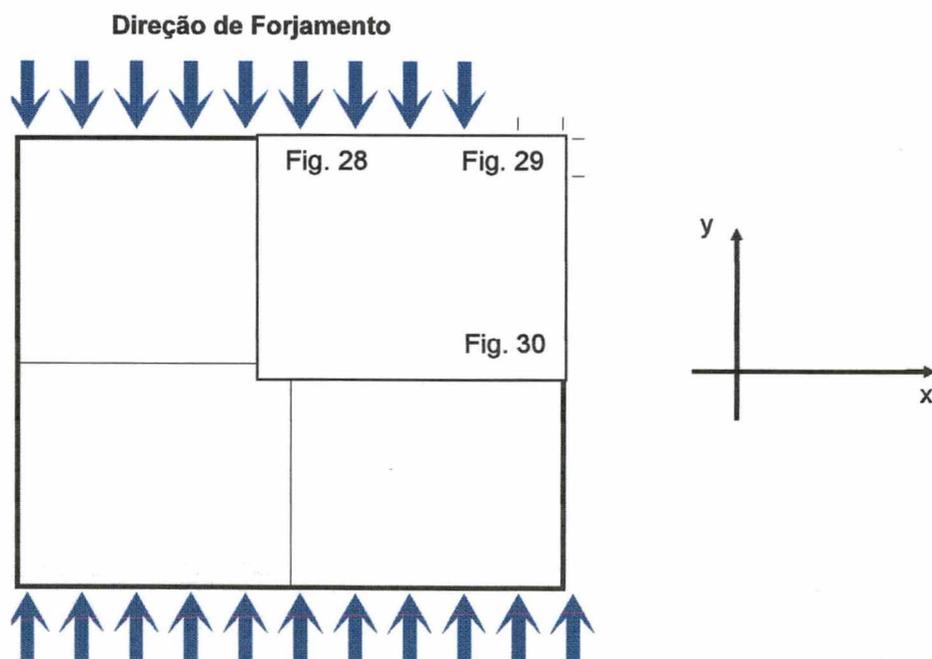
Figura 27 – Velocidades / taxas de variações dimensionais das pré-formas em Fe, pré-sinterizadas a 880°C e forjadas a frio a 40%, 60% e 80% de conformação axial.

Observa-se, na Figura 27, que os máximos de contração na faixa de temperaturas entre 600°C e 700°C, deslocam-se sucessivamente para temperaturas menores a medida que se aumenta o nível de conformação das pré-formas, dando indícios da recristalização do ferro ocorrida nestas temperaturas, o que gera novos e múltiplos contornos de grãos os quais são caminhos para difusão. Outro possível mecanismo de contração na sinterização durante o aquecimento poderia ser a fluência por discordâncias geradas por tensões de Laplace ou fluxo viscoso, com acomodação de partículas [103,104]. No entanto, esta última conjectura foi considerada menos provável, em vista do alto nível de deformação e acomodação de partículas pré-existente.

Desta maneira é observável um mecanismo de melhoria da sinterização relativo ao processo de forjamento a frio propiciado por uma possível recristalização e conseqüente melhoria da difusão em contornos de grãos, durante a sinterização posterior.

4.3 Análise microestrutural

O aspecto da microestrutura em diferentes regiões da seção transversal de uma amostra de Fe + 3,5%Ni, retirada do comprimento útil de um corpo de prova de tração, pré-sinterizada a 680°C e forjada a frio com 40% de deformação axial (N680), portanto antes da sinterização final, pode ser visto nas figuras 28, 29 e 30 representativas de regiões conforme indicado no esquema abaixo.



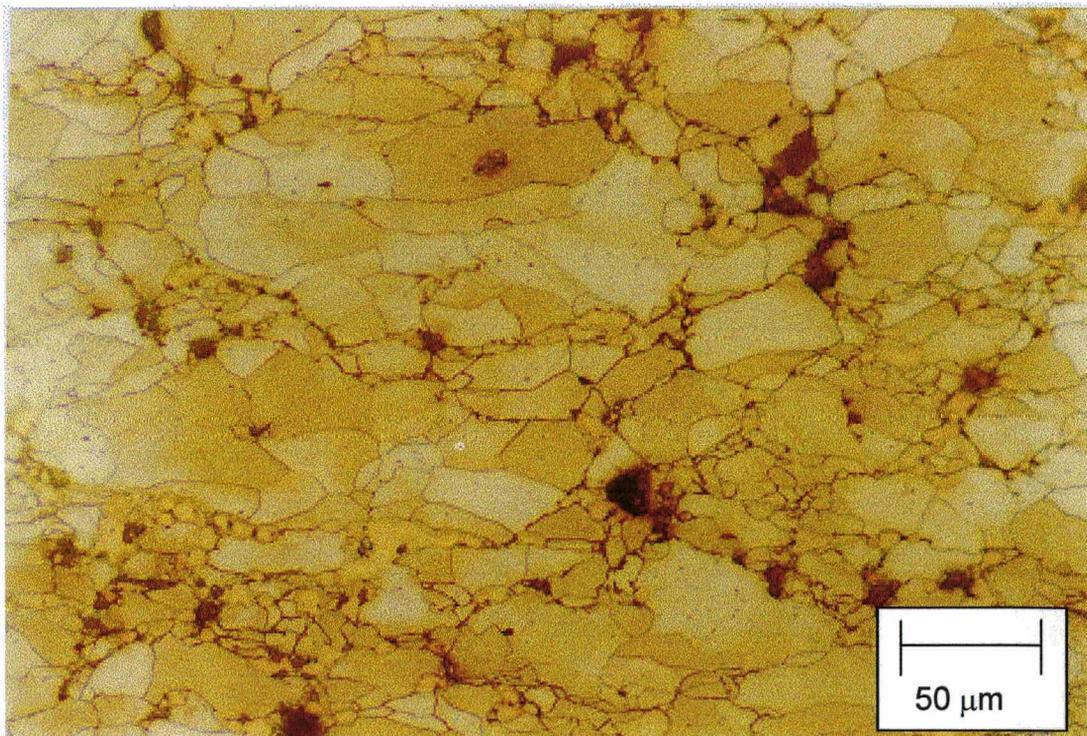


Figura 28 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima ao plano de contato com o punção de forjamento. Aumento 365X. Ataque: Nital 2%

A Figura 28 mostra os poros, alguns óxidos esparsos e os grãos de tamanho irregular, sem textura marcante, por tratar-se de uma região onde as tensões no forjamento são aproximadamente de compressão isostática (veja Figura 7). A dureza média no interior dos grãos de ferro nesta região foi de $158 \pm 4 \text{ HV}_{0.015}$.

A Figura 29 mostra grãos com forte textura na direção de cisalhamento máximo (veja Figura 7) durante o forjamento, com uma densidade de massa bastante alta, ou seja, quase ausência de poros. A dureza média no interior dos grãos de ferro nesta região foi de $182 \pm 2 \text{ HV}_{0.015}$.

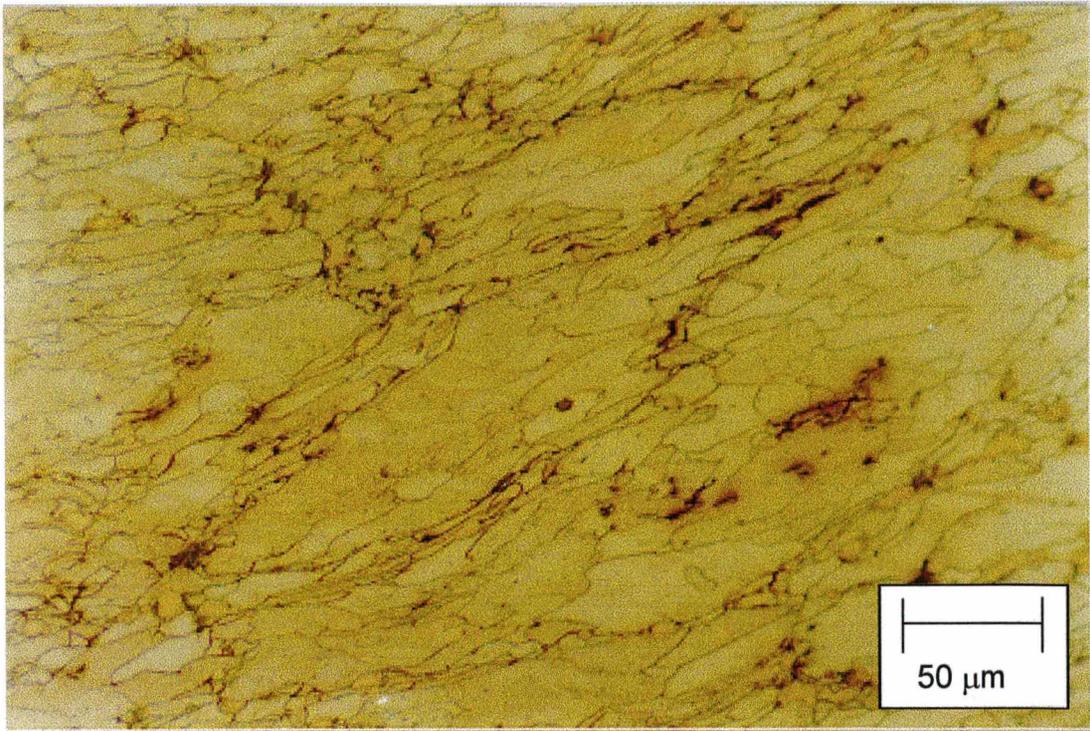


Figura 29 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima a aresta da amostra ou vértice da seção transversal. Aumento 365X. Ataque: Nital 2%

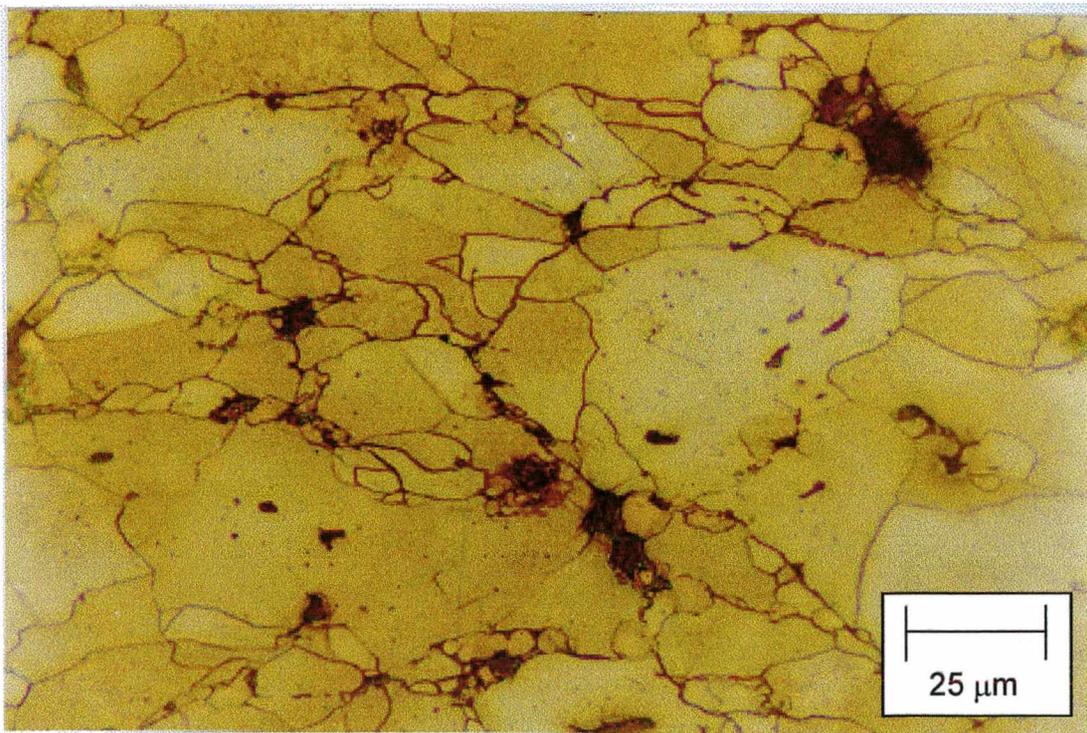


Figura 30 – Microestrutura da liga Fe + 3,5% Ni pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, em região próxima ao plano lateral onde ocorre deformação livre durante o forjamento. Aumento 730X. Ataque: Nital 2%

Na figura 30 observa-se maior porosidade do que as regiões mostradas nas figura 28 e 29 por tratar-se de uma região que, durante o forjamento, sofre tensões de tração e de compressão; os grãos são irregulares sem apresentar textura marcante. A dureza média no interior dos grãos de ferro nesta região foi de $178 \pm 4 \text{ HV}_{0.015}$.

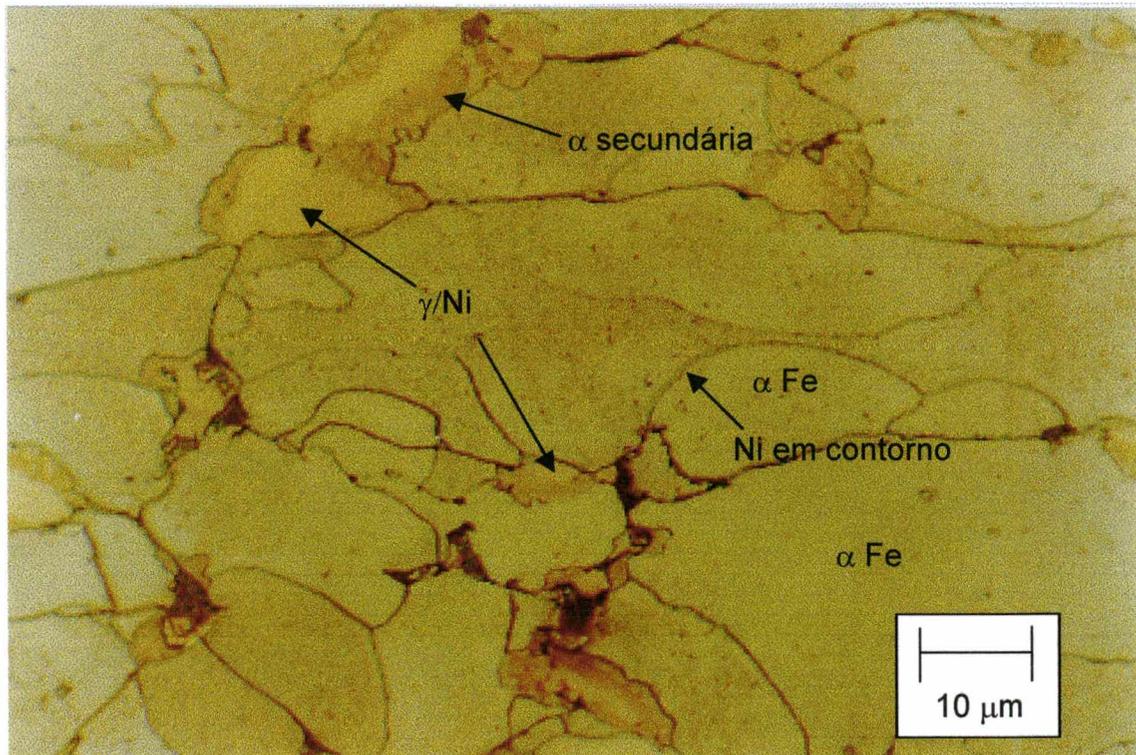


Figura 31 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C e forjada com 40% de deformação axial, mostrando aspectos da difusão Fe-Ni em baixa temperatura. Aumento 1460X. Ataque: Nital 2%

A figura 31 mostra uma ampliação da região da figura 28, onde pode-se perceber que, apesar da baixa temperatura de pré-sinterização (680°C), já houve difusão do ferro para dentro das partículas de níquel, formando-se uma borda não totalmente auténica. Esta contém núcleos em forma de pequenas ilhas contíguas de ferrita secundária α , formadas durante o resfriamento, em temperaturas intermediárias, entre 680°C e a temperatura ambiente, conforme previsto no diagrama de transformação dinâmica de fases da figura 32. Percebe-se, também, na figura 31, contornos de grãos mais claros, indicando a difusão do níquel neste caminho

preferencial, num processo de baixa energia, compatível com a baixa temperatura de sinterização.

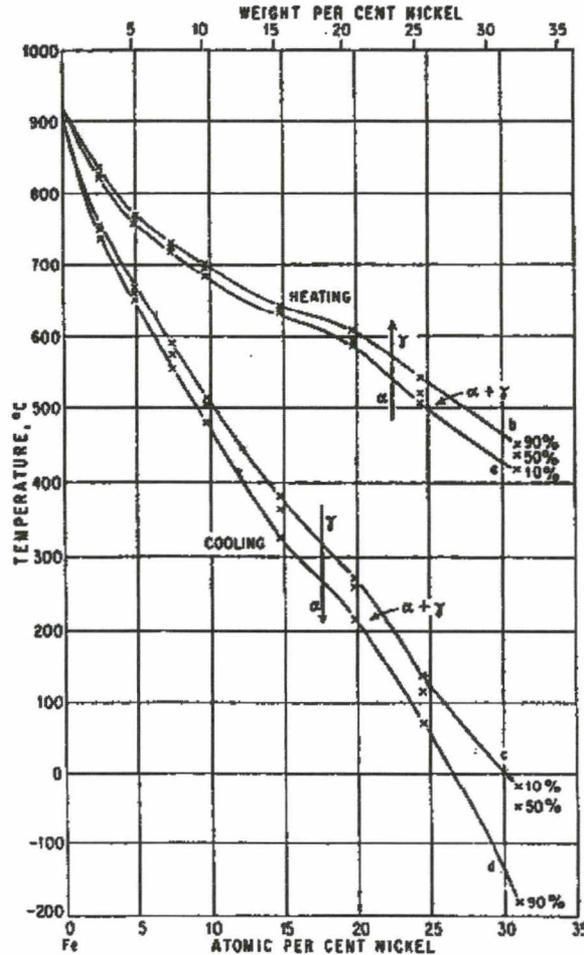


Figura 32 – Diagrama de transformação de fases dinâmico Fe-Ni, para taxas de variação de temperatura entre 2°C/min e 150°C/min [95]. α -ferrita, γ -austenita

A microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C, forjada a frio a 40% e após sinterizada a 850°C (N680/850) pode ser observada na figura 33. Pode-se observar as regiões ainda mais pobres em níquel, coincidindo com a região central das partículas maiores de ferro da mistura inicial, nas quais concentram-se os poros secundários formados em função da maior difusividade do ferro no níquel, conforme já citado acima.

A figura 34 mostra a microestrutura da mesma liga quando sinterizada em 1120°C (N680/1120). Observa-se um maior grau de homogeneização do Ni na temperatura mais alta de sinterização, criando maior volume de regiões de solução sólida Fe-Ni, o que resulta em propriedades mecânicas mais altas.

A micrografia da figura 35, obtida por microscopia eletrônica de varredura com elétrons retro-espalhados (BSE), mostra a presença de camadas de óxido na superfície interna de alguns poros primários, confirmada por análise de EDS. Esta provavelmente é resultante da reação do oxigênio do ar retido em poros abertos / comunicantes, remanescentes após a pré-sinterização, que foram fechados durante o forjamento a frio, não tendo oportunidade, então, de serem reduzidos na sinterização final.

A composição das regiões claras (esféricas), determinada por energia dispersiva de raios-x (EDS), acoplada ao microscópio eletrônico, é de aproximadamente 32% em peso de níquel. A dureza, medida na mesma região, variou entre 210HV_{0,015} e 250HV_{0,015}, confirmando ser uma região de austenita retida, conforme o diagrama de fases (fig. 32). Na região circunstante encontram-se alguns pontos com dureza entre 300HV_{0,015} e 325HV_{0,015}, confirmando a existência de martensita cúbica de níquel [84,85]. A dureza média no centro dos grãos ferríticos, após sinterização final a 1120°C (amostras do N680/1120), foi de 106 ± 2 HV_{0,015}, mostrando que nestes o teor de Ni em solução sólida ainda é muito baixo.

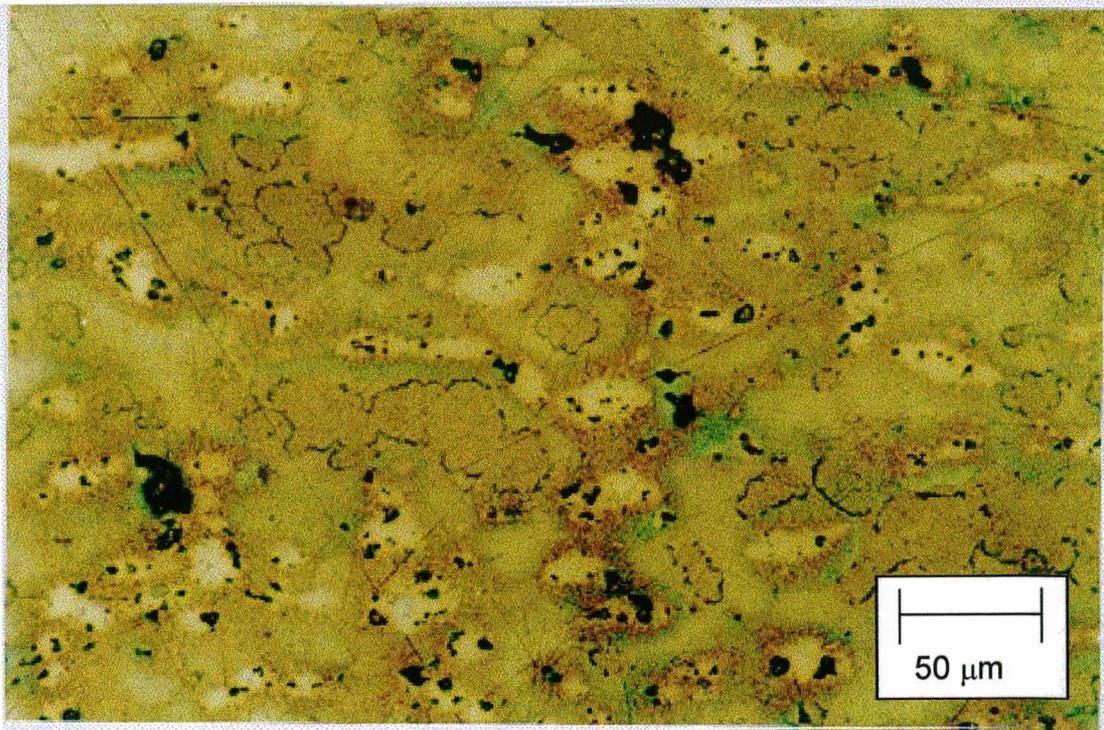


Figura 33 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizada a 850°C. Aumento 365X. Ataque: NaHSO₃ 17%

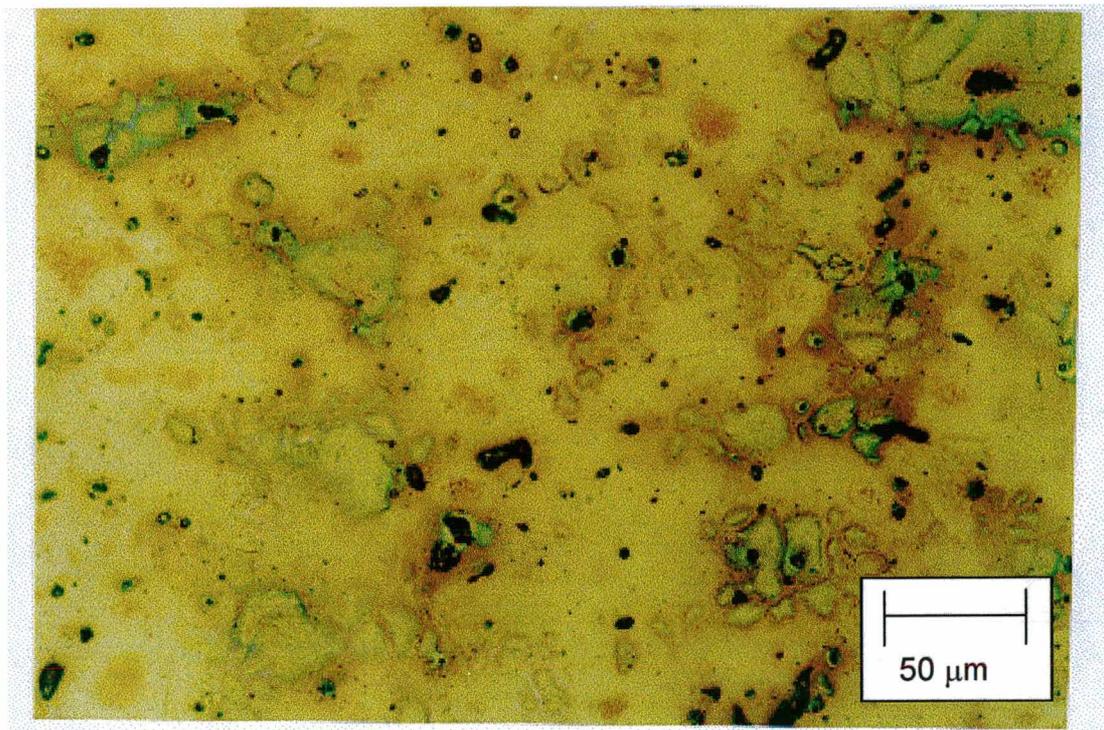


Figura 34 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada a 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizada a 1120°C. Aumento: 365X. Ataque: NaHSO₃ 17%

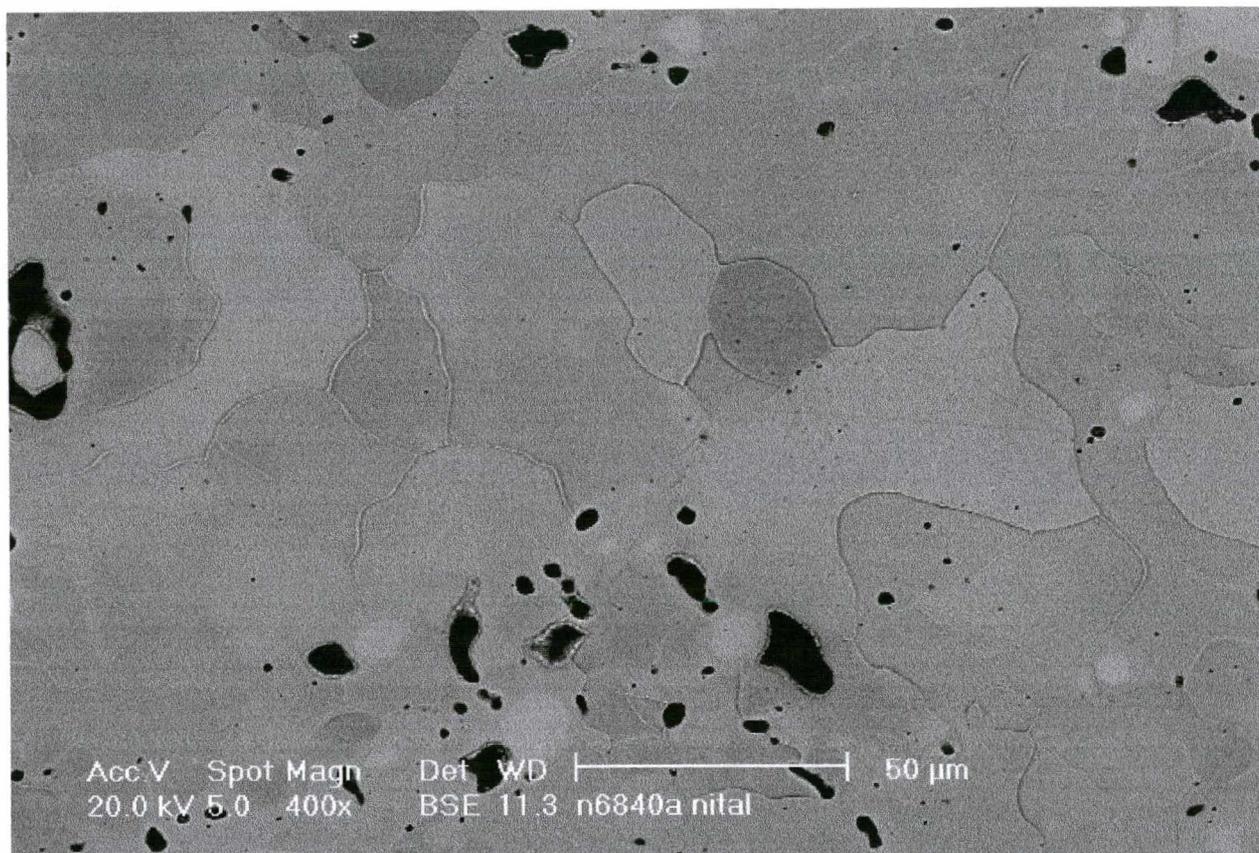


Figura 35 – Microestrutura da liga Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizada em 680°C, forjada a frio com 40% de deformação axial e sinterizada em 1120°C. MEV (BSE).

Ataque: Nital 2%.

Com base nas observações mencionadas acima, pode-se inferir que um dos caminhos para que se aumente a densidade de massa e as propriedades mecânicas dos sinterizados forjados da liga Fe-Ni, seria utilizar pó de ferro mais fino, ou seja remover a fração de pó com tamanho maior, tendo como resultado um grau de homogeneização maior.

As figuras 36 e 37 mostram a microestrutura das amostras de ferro puro, pré-sinterizadas a 880°C, forjadas a frio com 40% de deformação axial e sinterizadas a 850°C e 1120°C, respectivamente. É possível perceber o menor tamanho de grãos equiaxiais recristalizados, o que se obteve com a sinterização na temperatura mais

baixa, de 850°C, resultando em maiores valores de limite de escoamento em tração das amostras do grupo F880/850 em comparação às do grupo F880/1120.

A morfologia e a distribuição de poros tem sido objeto de estudos em sinterizados estruturais de alta densidade de massa [106-108] dada a sua importância como concentradores de tensões [64] e influência nas propriedades mecânicas, sobretudo de resistência à fadiga.

O percentual volumétrico, o fator de forma e o tamanho médio dos poros foram avaliados em distintas posições da seção dos corpos de prova. Tomou-se como base de medida um quadrante da seção, conforme mostrado na Figura 38, e extrapolou-se os resultados para os demais quadrantes. A evolução da porosidade na seção transversal, dentro do comprimento útil dos corpos de prova de ensaios de tração, pode ser observada analisando as figuras 39 e 40, relativas aos grupos de amostras F880/850 e F880/1120, respectivamente.

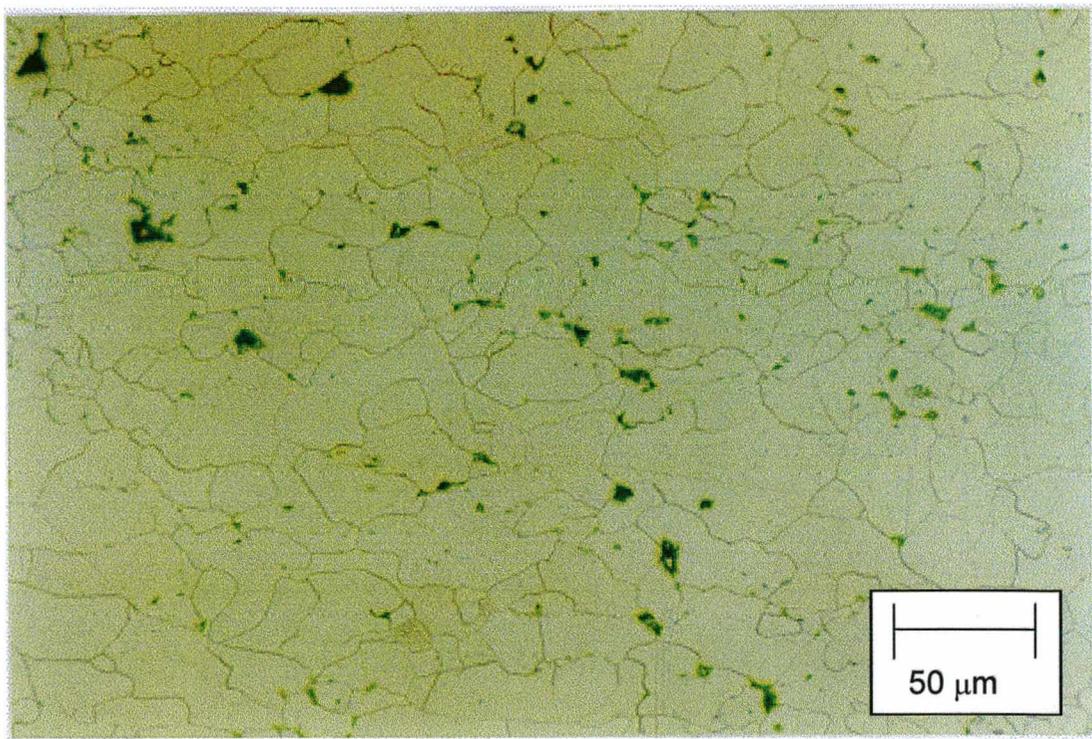


Figura 36 – Microestrutura do Fe puro, pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação axial e sinterizado em 850°C (F880/850).

Aumento: 365X. Ataque: Nital 2%

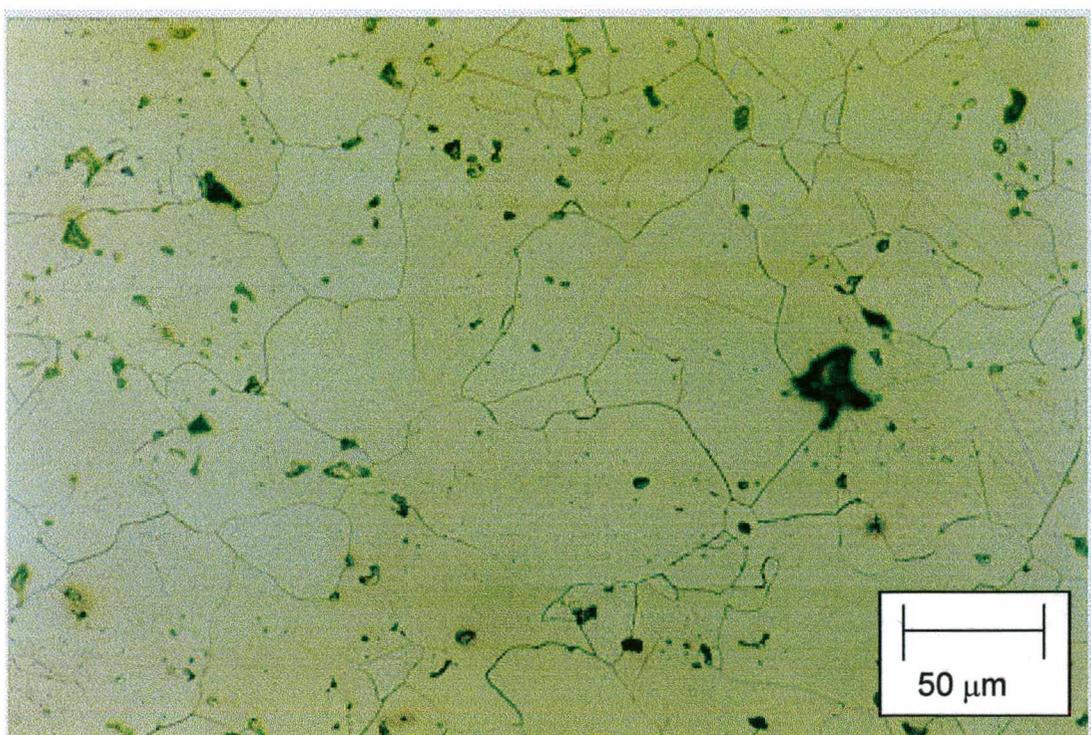


Figura 37 – Microestrutura do Fe puro, pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação axial e sinterizado em 1120°C (F880/1120).

Aumento: 365X. Ataque: Nital 2%

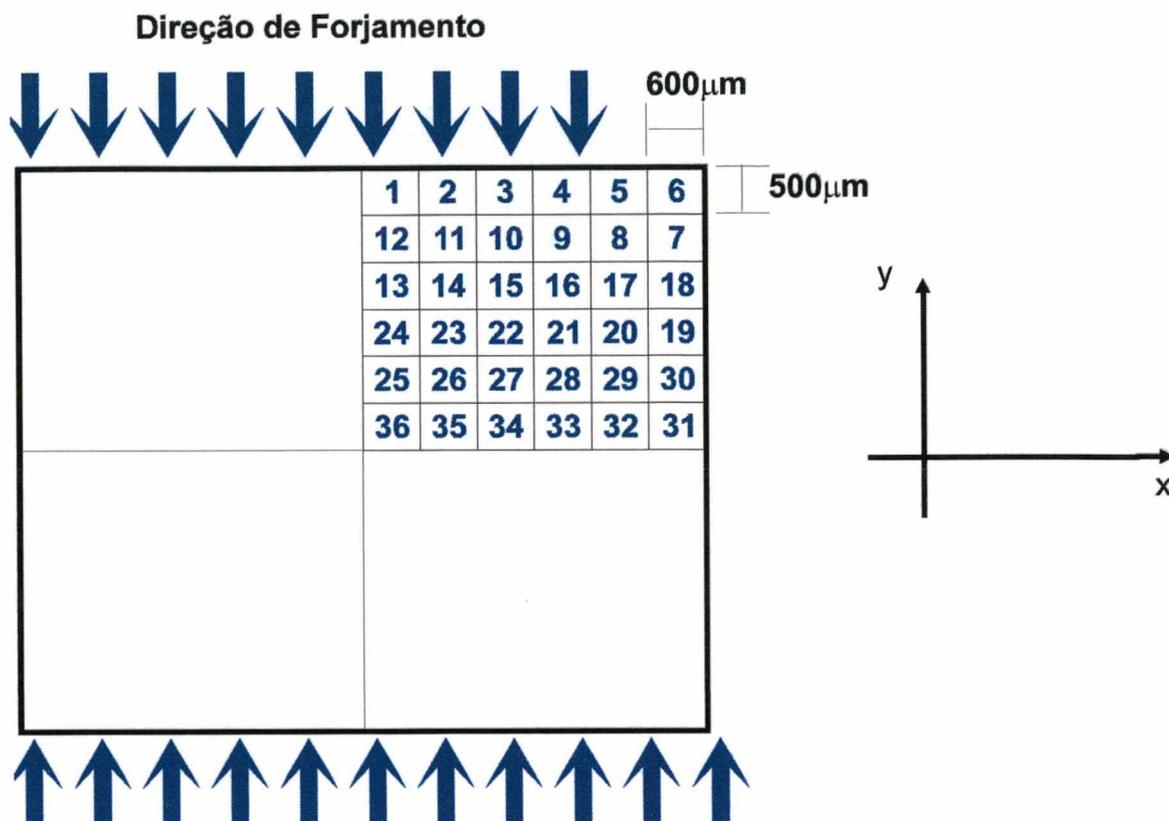


Figura 38 – Regiões da seção transversal analisadas em relação à porosidade no sistema automático de análise de imagens acoplado ao microscópio eletrônico de varredura.

Observa-se, nas figuras 39 e 40, que a região de menor densidade de massa, ou seja, onde a porosidade é maior, situa-se na região lateral de forjamento livre (região amarela), onde atuam tensões de tração durante o forjamento e que a região de porosidade grande é maior nas amostras sinterizadas em temperatura mais baixa (F880/850). As regiões de menor porosidade situam-se próximas aos vértices.

Os números fornecidos para a porosidade pelo programa do analisador de imagens, devem, no entanto, ser considerados como referências qualitativas e não como números absolutos, uma vez que o programa despreza poros menores que um

determinado número de pixels de imagem, o que em sinterizados com muitos poros pequenos ou pequenos aumentos de imagem, pode trazer diferenças significativas. Assim, neste caso, a densidade relativa medida por controle de massa forneceu uma densidade de massa relativa de 95,9%, ou seja, uma porosidade média de 4,1%. No entanto, nenhuma das figuras 39 ou 40, fornecem medidas maiores que 3% de porosidade, quando medidas pelo analisador de imagens.

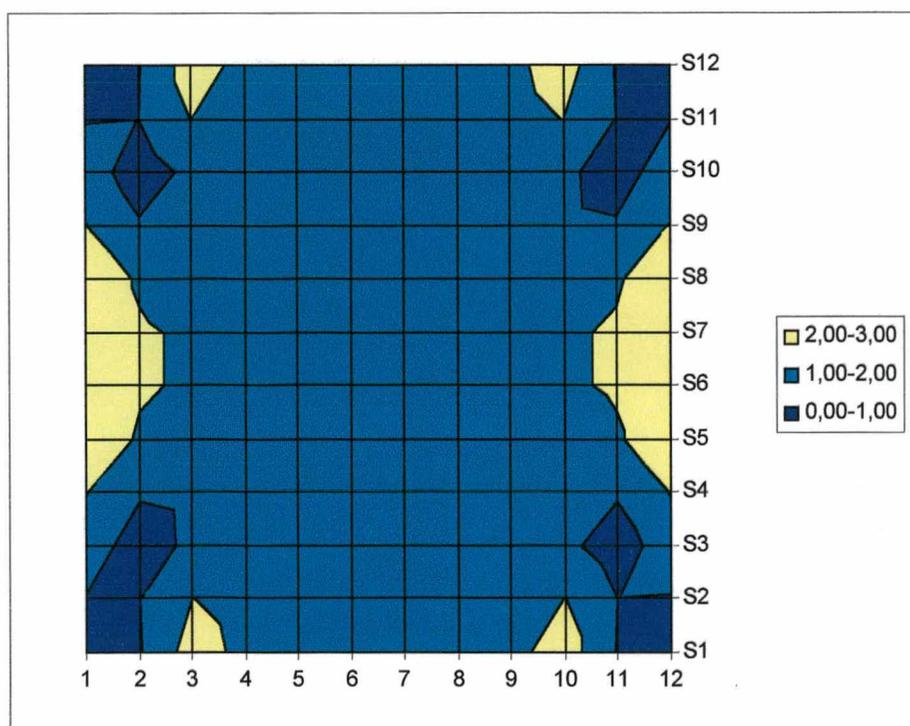


Figura 39 – Porosidade na seção transversal (%) em amostra de Fe, pré-sinterizada em 880°C, forjada a frio com 40% de deformação e sinterizada em 1120°C (F880/1120)

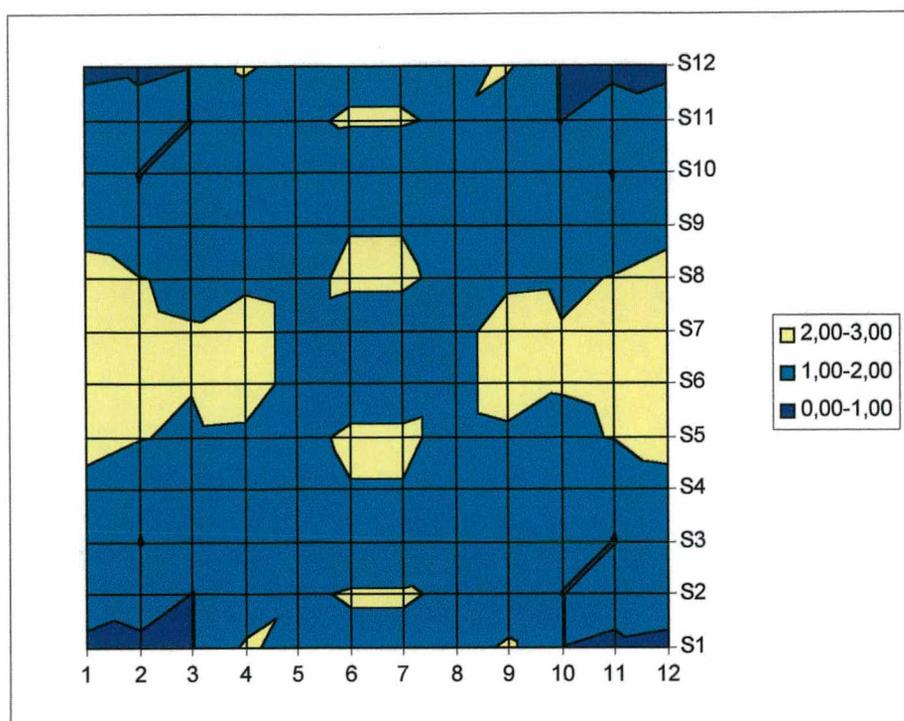


Figura 40 – Porosidade na seção transversal (%) em amostra de Fe, pré-sinterizada em 880°C, forjada a frio com 40% de deformação e sinterizada em 850°C (F880/850)

As figuras 41, 42 e 43 mostram a distribuição de porosidade (%) nas diversas regiões da seção transversal de amostras da liga Fe + 3,5%Ni. Observa-se que as regiões com maior porosidade ocorrem na amostra que não sofreu sinterização final (fig. 41); isto já era esperado, uma vez que na sinterização ocorre retração, conforme havia sido detectado na análise dilatométrica (fig. 24). A comparação da figura 43 com a 42, mostra, no entanto, que a amostra da liga Fe + 3,5% Ni, sinterizada na temperatura mais alta (1120°C) apresenta a região de porosidade grande, em dimensão maior que a sinterizada na temperatura mais baixa. Esta observação pode estar relacionada a retenção de ar nos poros fechados no forjamento a frio, que expandem-se mais devido à pressão maior durante a sinterização na temperatura mais alta, maior coalescimento de poros e maior porosidade de interdifusão. Observe-se que

estudos anteriores [106,109] detectaram uma elevação no limite de escoamento em ligas de níquel, quando sinterizadas em temperaturas maiores, mas detectaram também um decréscimo da resistência a fadiga, sem no entanto, correlacionar este comportamento a porosidade localizada.

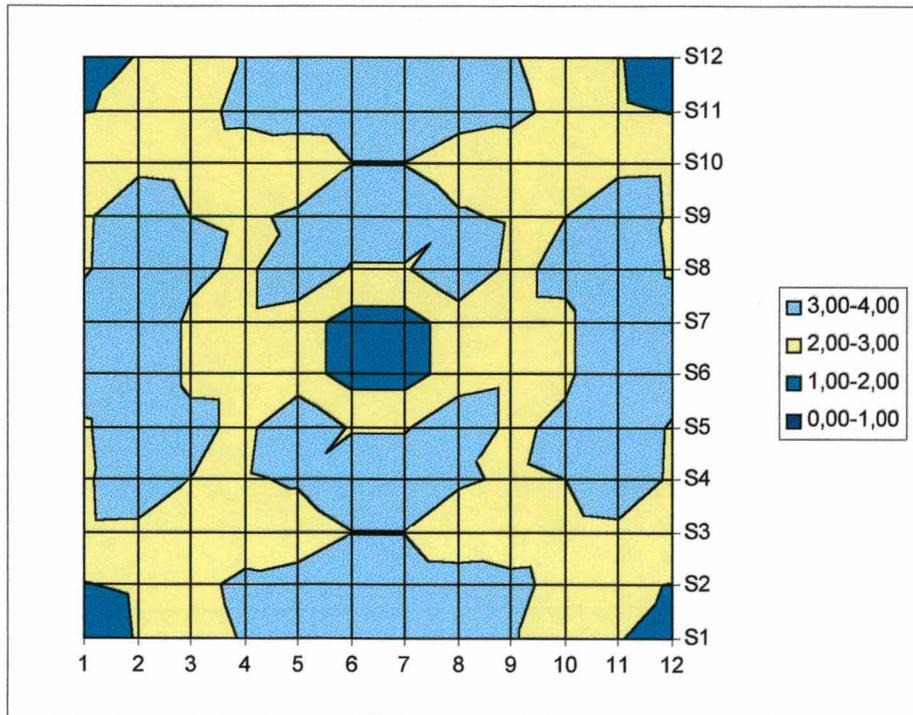


Figura 41 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5 %Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de deformação (N680)

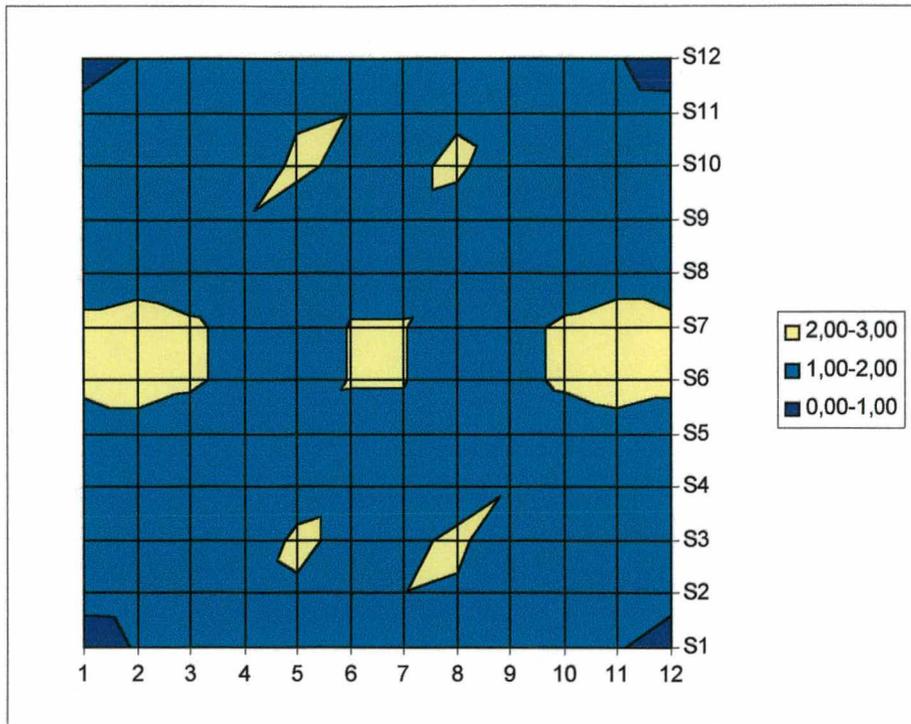


Figura 42 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de conformação e sinterizado em 850°C

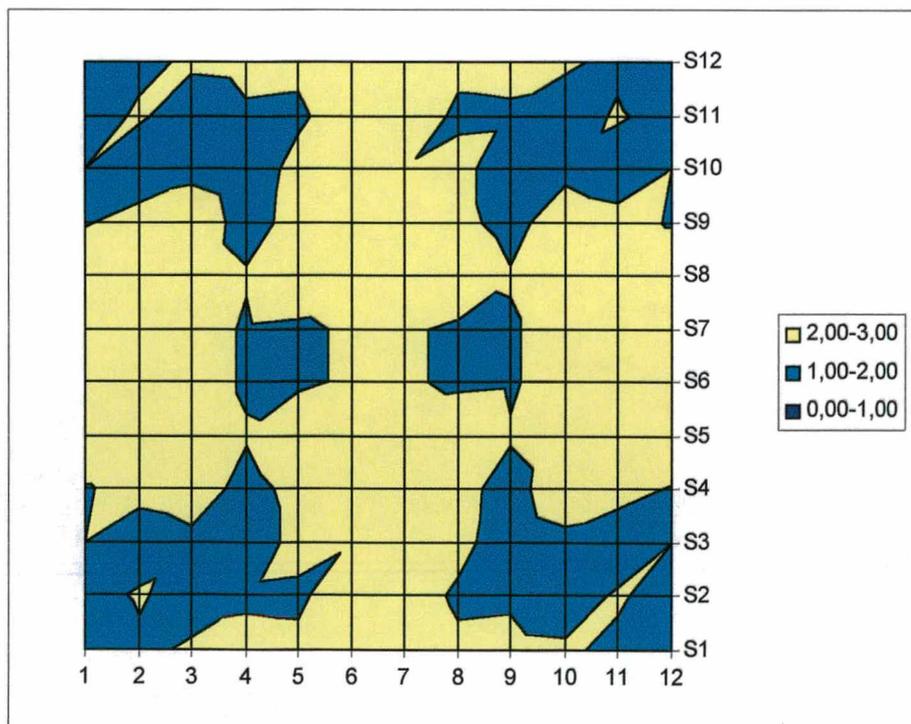


Figura 43 – Porosidade na seção transversal (%) em Fe + 3,5%Ni, pré-sinterizado em 680°C e forjado a frio com 40% de conformação e sinterizado em 1120°C

A distribuição do tamanho médio de poros (μm) foi medida em duas direções: transversal à direção de forjamento (direção x) e na direção de forjamento (direção y), conforme mostrado na figura 38, para determinar possíveis alongamentos preferenciais, mesmo após sinterização. Os resultados da medição das dimensões dos poros nas amostras de ferro puro encontram-se nas figuras 44 a 47. Comparando-se as figuras observa-se que mesmo a sinterização final não foi suficiente para evitar que os poros tenham dimensão maior no sentido transversal ao da direção de forjamento. Da mesma forma, foi observado que a região de poros maiores é a região lateral, submetida a tensões de tração durante o forjamento, e a região de poros menores é a de máximo cisalhamento (região em x ligando diagonalmente os vértices da imagem). A média do tamanho dos poros na amostra sinterizada em 1120°C na direção x ($3,74 \mu\text{m}$) foi ligeiramente maior que a média do tamanho de poros na amostra sinterizada a 850°C ($3,60 \mu\text{m}$). A significância da diferença não foi calculada por teste "t" em vista da distribuição não seguir uma curva normal.

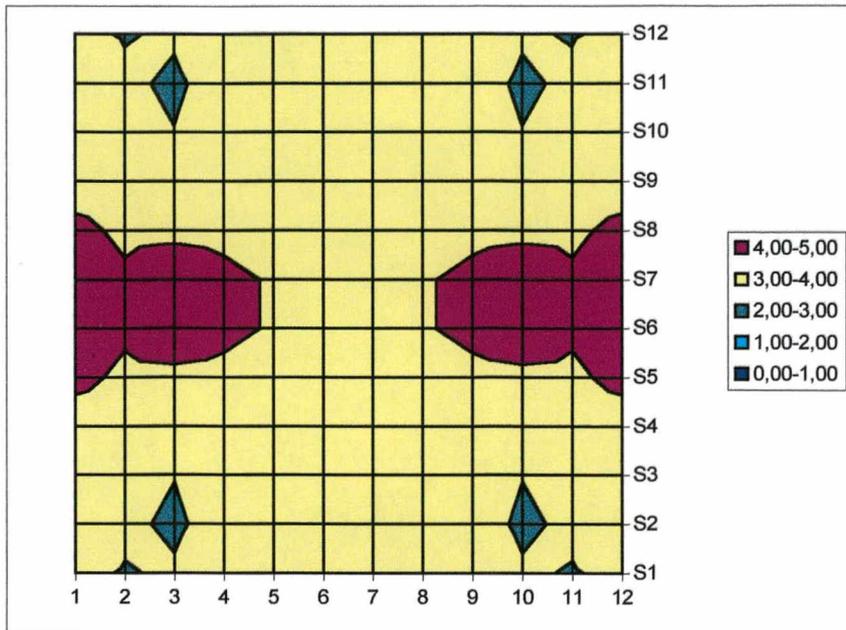


Figura 44 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (F880/850 – direção x)

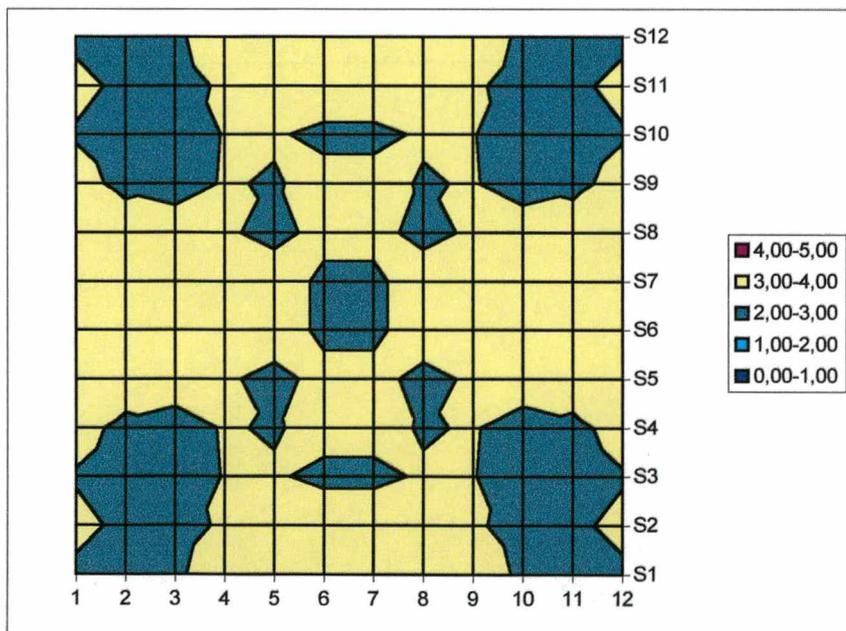


Figura 45 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (F880/850 – direção y)

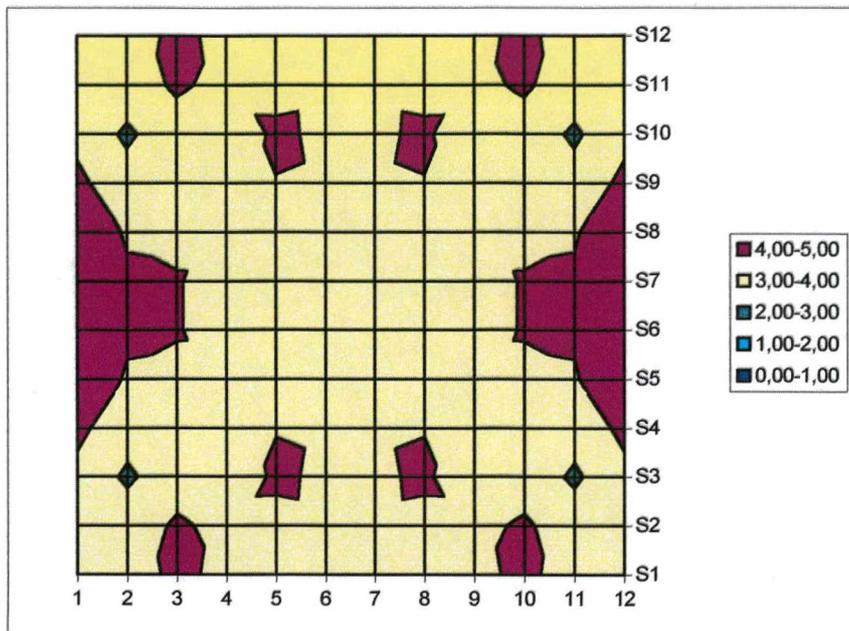


Figura 46 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (F880/1120 – direção x)

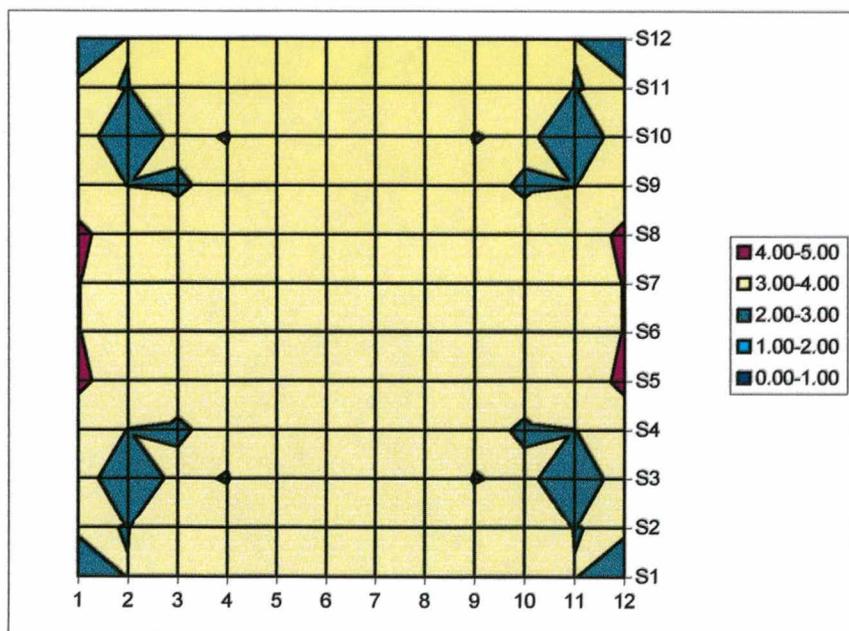


Figura 47 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe puro pré-sinterizado em 880°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (F880/1120 – direção y)

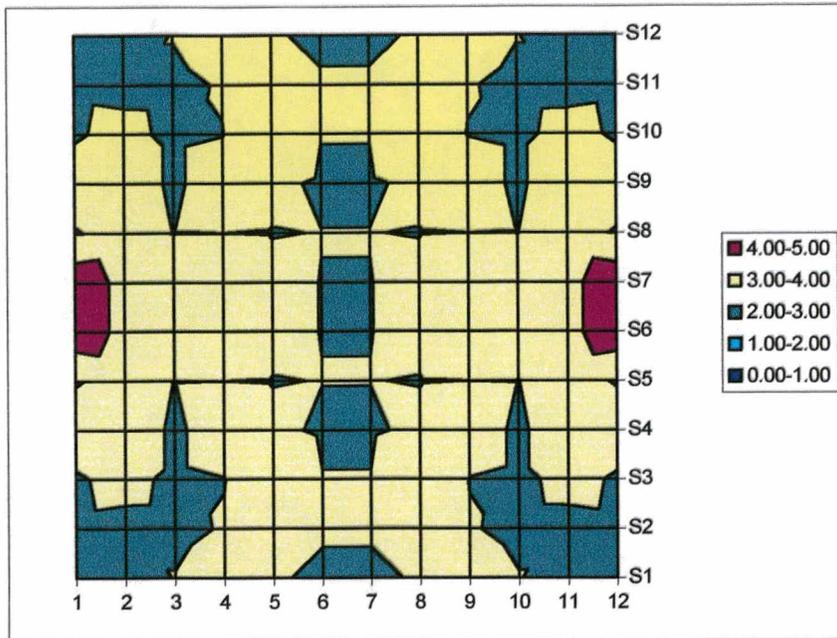


Figura 48 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (N680/850 – direção x)

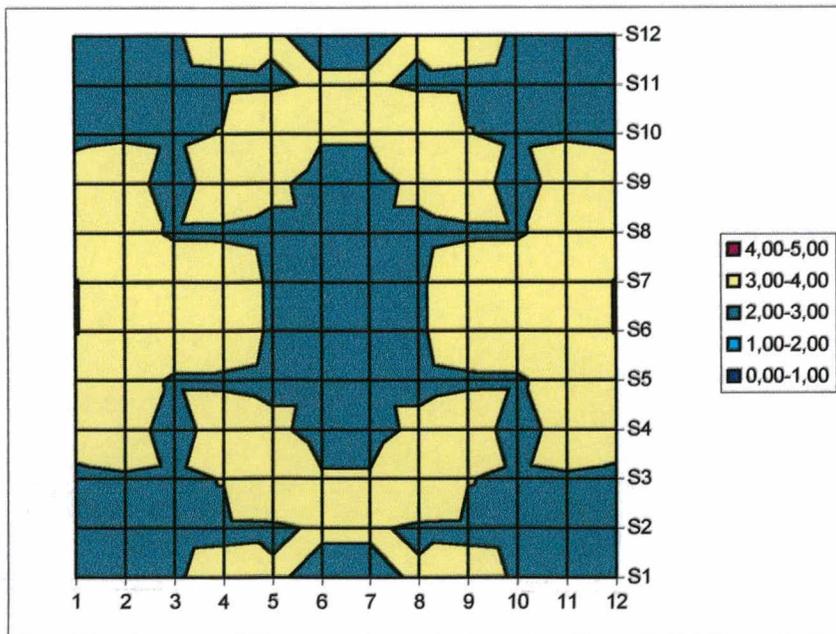


Figura 49 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C (N680/850 – direção y)

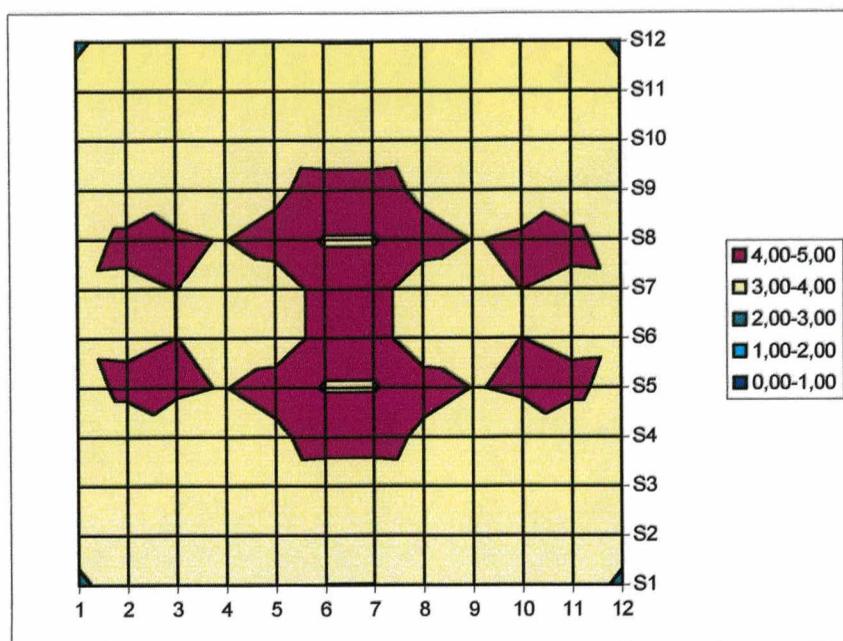


Figura 50 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (N680/1120 – direção x)

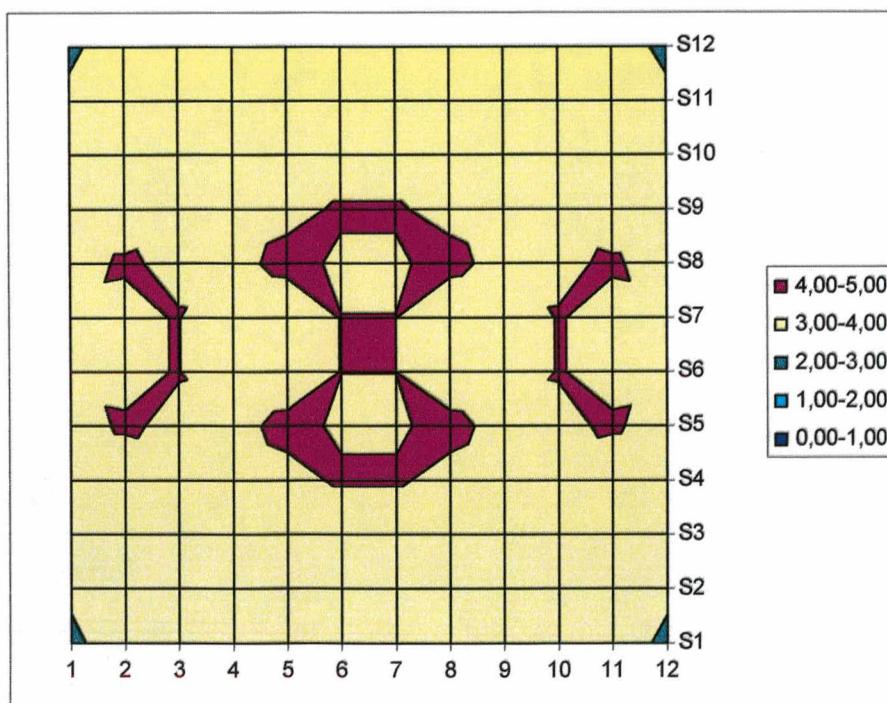


Figura 51 – Tamanho de poros na seção transversal (μm) em Fe + 3,5%Ni pré-sinterizado em 680°C , forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C (N680/1120 – direção y)

Os resultados da medição das dimensões dos poros nas amostras de liga Fe + 3,5%Ni encontram-se nas figuras 48 a 51. Da comparação das figuras deduz-se que, assim como nas amostras de ferro puro, os poros apresentaram, em média, maior dimensão na direção perpendicular à direção de forjamento (direção x) e, também, neste caso a média do tamanho de poros na amostra sinterizada em 1120°C na direção x (3,69 μm) é maior do que a média do tamanho de poros na amostra sinterizada em 850°C na mesma direção (3,12 μm). As médias na direção y (direção de forjamento) foram de 3,64 μm quando da sinterização em 1120°C e 3,04 μm quando da sinterização em 850°C.

Esta diferença entre as dimensões dos poros nas direções x e y dá indícios de que é possível verificar-se alguma anisotropia em propriedades mecânicas, com valores de propriedades mais baixas na direção do forjamento.

O fator de forma dos poros não apresentou diferenças significativas entre regiões de uma mesma amostra e seção transversal, apresentando, no entanto, diferenças entre as amostras conforme o processo de fabricação, como mostrado na Tabela 5.

Tabela 5 – Fator de forma dos poros de amostras forjadas a frio com 40% de deformação.

Processo	Fator de forma	Desvio padrão da medida
F880/850 - Fe, pré-sinterização 880°C sinterização 850°C	0,68	0,21
F880/1120 - Fe, pré-sinterização 880°C sinterização 1120°C	0,72	0,17
N680 - Fe 3,5%Ni, pré-sinterização 680°C como forjado	0,67	0,21
N680/850 - Fe 3,5%Ni, pré-sinterização 680°C sinterização 850°C	0,69	0,2
N680/1120 - Fe 3,5%Ni, pré-sinterização 680°C sinterização 1120°C	0,76	0,18

Na tabela 5 observa-se que os poros tendem, em média, a serem mais arredondados (valor 1 refere-se a um círculo perfeito), para temperaturas mais altas de sinterização. Observa-se, ainda, que a sinterização final tem o efeito de arredondamento dos poros. Este efeito benéfico do arredondamento de poros na sinterização em temperaturas mais altas contrapõe-se ao efeito negativo do aumento do tamanho de poros por coalescimento, também maior em temperaturas mais altas, em relação à concentração de tensões em torno dos poros. Estas observações podem explicar a aparente insensibilidade verificada, em relação a estes dois fatores, de propriedades mecânicas como o limite de escoamento em tração e o módulo de elasticidade, tornando-se, então, mais sensíveis a fatores como a porosidade total e a microestrutura do material, conforme já comentado no sub-capítulo 4.1.

Um resumo qualitativo das tendências das medidas efetuadas relativas a cada grupo de amostras e que embasaram algumas das conclusões, pode ser visto na Tabela 6.

Tabela 6 – Resumo qualitativo comparativo de tendências de medidas efetuadas em relação ao processamento de sinterizados forjados a frio (sinterização alta 1120°C X sinterização baixa 850°C)

Processo	Propriedades					Microestrutura			
	ρ	LR	LE	A	E	1/a	r	ρ'	m
F880/850	-	-	▲	▼	-	▲	▼	▲	▲
F880/1120	-	-	▼	▲	-	▼	▲	▼	▼
N680/850	▼	▼	▼	▼	▼	▲	▼	▼	▼
N680/1120	▲	▲	▲	▲	▲	▼	▲	▲	▲

F880/850 – Ferro puro (pó atomizado Ancorsteel 1000B) pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C.

F880/1120 – Ferro puro (pó atomizado Ancorsteel 1000B) pré-sinterizado em 880°C, forjado a frio com 40% de deformação, sinterizado em 1120°C.

N680/850 – Fe + 3,5%Ni (pó de Fe atomizado Ancorsteel 1000B e pó de Ni carbonila) pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 850°C.

N680/1120 – Fe + 3,5%Ni Ni (pó de Fe atomizado Ancorsteel 1000B e pó de Ni carbonila) pré-sinterizado em 680°C, forjado a frio com 40% de deformação e sinterizado em 1120°C.

- ρ - Densidade de massa
- LR - Limite de resistência em tração
- LE - Limite de escoamento em tração
- A - Alongamento em tração
- E - Módulo de Elasticidade
- a - Tamanho de poros
- r - Fator de forma dos poros
- ρ' - Porosidade alta localizada
- m - Microestrutura do material base

5. Conclusões

- 5.1** Os resultados de mais alto limite de escoamento médio, após forjamento axial com 40% de deformação verdadeira, foram obtidos com pré-sinterização em 880°C e sinterização final em 850°C em amostras de ferro puro (219,7 MPa) e com pré-sinterização em 680°C e sinterização final em 1120°C em amostras da liga Fe + 3,5%Ni (194,4 MPa),
- 5.2** Os níveis de alongamento em tração alcançaram 39% no caso de pré-formas de ferro puro forjadas a frio e sinterizadas e 27% no caso de pré-formas da liga Fe + 3,5%Ni forjadas a frio e sinterizadas.
- 5.3** As condições de pré-sinterização das pré-formas de Fe puro influenciam fortemente a densificação final no forjamento a frio em matriz aberta, para um mesmo nível de deformação.
- 5.4** A conformação a frio fomenta o transporte de matéria na sinterização posterior.
- 5.5** A conformação a frio possibilita controle do tamanho de grãos na recristalização durante a sinterização posterior.
- 5.6** No caso do ferro puro, a sinterização em baixa temperatura, no campo ferrítico, deve ser considerada como uma opção à sinterização tradicionalmente feita em temperaturas da ordem de 1120°C, na fase γ .
- 5.7** A microestrutura resultante no material forjado não é homogênea e varia conforme as diferentes tensões e deformações durante o forjamento.
- 5.8** A região de mais alta densidade de massa situa-se na região de maiores tensões cisalhantes, e a de menor densidade de massa, na região de maiores tensões de tração durante o forjamento; deve-se evitar que as regiões mais solicitadas das peças, em serviço, coincidam com as regiões mais tracionadas das pré-formas

durante seu forjamento. Ensaio de propriedades mecânicas devem ser feitos em amostras que contenham as regiões críticas de material.

5.9 As variações dimensionais durante a sinterização, após o forjamento a frio, são diferenciadas conforme o nível de deformação e densidade de massa da região, sendo, portanto, recomendável que as pré-formas sejam deformadas da maneira mais homogênea possível para evitar tensões residuais; deve-se considerar tais fatos para o projeto das pré-formas.

5.10 A dimensão dos poros na direção perpendicular à direção de forjamento é maior, podendo causar alguma anisotropia de propriedades.

6. Propostas para Continuação dos Trabalhos

- 6.1** Determinação de anisotropias em propriedades mecânicas de pré-formas sinterizadas e forjadas a frio.
- 6.2** Evolução da porosidade em tração, de pré-formas sinterizadas, com diferentes tipos de poros, e forjadas a frio.
- 6.3** Modelamento da evolução microestrutural em tração, após escoamento.
- 6.4** Estabelecimento de tamanhos de partículas ideais em ligas Fe-Ni, sinterizadas e forjadas a frio, para melhoria de propriedades mecânicas.
- 6.5** Determinação da influência da lubrificação entre ferramenta de forjamento a frio e peça, na microestrutura.
- 6.6** Associação de teorias da plasticidade a métodos de elementos finitos para previsão do escoamento durante o forjamento a frio de pré-formas.
- 6.7** Programa computacional para projeto de pré-formas sinterizadas e matrizes para forjamento a frio.
- 6.8** Fabricação de peças estruturais com requisitos de alta resistência mecânica e tolerâncias dimensionais reduzidas, por forjamento a frio de pré-formas sinterizadas.
Ex: engrenagens helicoidais.

7 Referências Bibliográficas:

1. ARNHOLD, V. et al. Parameters affecting the dimensional change of sinterea components. In: *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*. Princeton, NJ: MPIF, V.3, 1994. p. 237
2. JUSTINO, J. G., *Caracterização da Evolução Microestrutural e da Variação Dimensional de Buchas Auto Lubrificantes Sinterizadas sob Condições Industriais*. Florianópolis, 1997. Dissertação. Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC
3. LEE, P.W. ; FERGUSON B. L., *Ferrous Powder Metallurgy*. In: *Metals Handbook*, Desk Edition. Metals Park, Ohio: ASM, 1985, p. 25.3
4. JAMES, W. B ; McDERMOTT, M. J. ; POWEL, R. A. *Powder Forging*. In: *Metals Handbook*, 9th ed. v. 14. Metals Park, Ohio: ASM, 1988
5. THÜMLER, F. ; OBERACKER, R. *An Introduction to Powder Metallurgy*. London: he Institute of Materials, 1993. p. 255
6. HUPPMAN W. J. ; HIRSCHVOGEL, M. *Powder Forging*. In: *Int. Metals Reviews*, Review 233, 1979. p. 209
7. FERGUSSON, H. In: *Modern Developments in Powder Metallurgy*. Princeton, NJ: MPIF, v. 11, 1977. p. 173
8. WHITE D. G. *The Challenges of Growth: State – of – the – P/M Industry: North America*. *Int. Journal of Powder Metallurgy*, Princeton, NJ, p.33, jul/aug. 1998
9. KUHN, H. A. ; DOWNEY, C. L. *Deformation Characteristics and Plasticity Theory of Sintered Powder Materials*. *Int. Journal Powder Metallurgy*, v. 7, p. 15, 1971
10. GREEN, R. J. *A Plasticity Theory for Porous Solids*, *Int. Journal Mech. Sci.* v. 14, p. 215 , 1972

11. SHIMA, S. ; OYANE, M. Int. Journal Mech Sci. v. 18, p. 285, 1976
12. GURSON, A. I. ; Journal Eng. Mater. Technol. v. 99, p. 2, 1977
13. DORAIVELU, S. M. et al. A New Yield Function for Compressible P/M Materials. Int. Journal Mech. Sci., v. 26, n. 9/10, p. 527, 1984
14. DUSZCZYK, J. Plasticity Theory for Working of Porous Metals. J. Mater Shaping Technol., v. 9, p. 103, 1991
15. DIAS A. M. ; SCHAEFFER L. Theoretical and Experimental Analysis of Plasticity Equations for Porous Metals. Int. Journal Mach. Tools Manufact. v. 33, n. 4, p. 577, 1993
16. SUTHRADHAR, G. ; JHA A. K. ; KUMAR, S. Production of Sinter-forged Components. Journal of Materials Processing Technology, v. 41, p. 143, 1994
17. SUTHRADHAR, G. ; JHA A. K. ; KUMAR S. Cold Forging of Sintered Square Metal Powder Plate. Powder Metallurgy World Congress (PM' 94) Conference Proceedings: MPIF, v.1, 1994, p. 765
18. JHA, A. K. ; KUMAR S. Compatibility of Sintered Materials during Cold Forging. Int. Journal of Materials and Product Technology. V. 9, n . 4/5/6, p 281, 1994
19. SUTHRADHAR, G. ; JHA A. K ; KUMAR S. Cold Forging of Sintered Iron-powder Preforms. Journal of Materials Processing Technology, v. 51, p. 369, 1995
20. PALMA, E. S. Modelling of the Influence of Porosity on Volume Change of Porous Materials During Plastic Strain. In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Princeton, NJ: MPIF, v. 2, 1996, p. 7-395

21. BOCCHINI, G. F. The Influence of Porosity on the Characteristics of Sintered Materials. *The Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 22, n. 3, p. 185, 1986
22. STAHLBERG, U.P.A. ; KEIFE H. Influence of Compression on the Yielding of Porous Materials. *The Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 27, n. 3, p. 217, 1991
23. DANNINGER, H. ; SPOLJARIC, D. ; WEISS B. Microstructural Features Limiting the Performance of P/M Steels. *The Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 33, n. 4, p. 43, 1997
24. BOCCACCINI, A. R. et al. On the Effective Young's Modulus of Elasticity for Porous Materials. *Microstructure Modeling and Comparison between Calculated and Experimental Values. Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, v. 4, n. 2, p. 119, 1993
25. LUKOWSKI, j. ; MISIOLEK, W. Z. Cold Direct Extrusion of Iron Sintered Preforms. In: *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, Princeton, NJ: MPIF, v. 3, 1993, p. 189
26. YU, C. J. ; PRUCHER, T. A Semi-Empirical Model for the Elastic Properties of P/M Steel Alloys as a Function of Density In: *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1994*, Princeton, N.J: MPIF, v. 7, 1994, p. 1
27. WHITE, D. G. Challenges for the 21st Century. *Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 33, n. 5, p. 45, 1997
28. WHITTAKER, D. Process Economics and Technological Advances in P/M Automotive Parts. *Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 34, n. 4, p. 53, 1998
29. DOLLMEIER, K. ; PETZOLDT, F. P/M in Germany. *Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 33, n. 1, p. 39, 1997

30. JONES, P. K. The Technical and Economic Advantages of Powder – Forged Products. In: New Perspectives in Powder Metallurgy, NJ: MPIF, v. 6, 1973, p. 19
31. EILRICH, U. ; NEUBERT, H. New Materials and Optimized Processes for PF Components In: Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994, Princeton NJ : MPIF, v. 6, 1994, p. 75
32. LANGE, K. ; SZENTMIHALYL V. Optimized Cold Forging of Helical Gears by FEM – Simulation. In: XV Seminário Nacional de Forjamento(1995: Porto Alegre). Anais ... Porto Alegre. UFRGS, 1995, p. 25
33. GRUNING K. Forjamento a Frio. Metalurgia – São Paulo: ABM, v. 44, n. 364, p.274, 1988
34. THÜMLER, F; OBERACKER, R. An Introduction to Powder Metallurgy, London: The Institute of Materials, 1993
35. LENEL, F. V. Powder Metallurgy – Principles and Applications, Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation, 1980
36. KÜHN ARROYO, I. Homogeneização de Compactados de Misturas de Pós: Estudo da Cinética, Modelação e Determinação Experimental. Florianópolis, 1992. Tese. Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC
37. NAYAR, H. S. Delubrication Problems & Solutions in the P/M Industry In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1994, Princeton, N. J. : MPIF, v. 3, 1994. p. 117
38. DARKEN, L; GURRY, R. Physical Chemistry of Metals, Tokyo: Kogakusha Company, 1953. p. 342

39. BOSE, A. Review of Current and Advanced Hot Densification Processes In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1996, Princeton, N.J. :MPIF, v. 2, 1996, p. 5 – 259
40. RUTZ, H. G. ; HANEJKO, F. G. High Density Processing of High Performance P/M Materials In: Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 1994, Princeton, N.J: MPIF, v. 5, 1994. p. 117
41. GERMAN R. M. The Identification of Enhanced Sintering Systems Through Phase Diagrams In: Modern Developments in Powder Metallurgy, Princeton, N.J. : MPIF, v. 15, 1985. p. 253
42. THÜMLER, F; OBERACKER, R. An Introduction to Powder Metallurgy, London: The Institute of Materials, 1993. p. 227, 304
43. ARNHOLD, V. Actual State of High Temperature Sintering – Properties and Economics In: New Perspectives in Powder Metallurgy, Princeton, N.J. : MPIF, v. 9, 1990. p. 3
44. RITTNER, M. N ; ABRAHAM, T. Nanostructured Materials: An Overview and Commercial Analysis, The Int. Journal of Powder Metallurgy, v. 34, n. 6 , p. 33, 1998
45. GERMAN R. M ; CORNWALL R. G. World wide Market and Technology for Powder Injection Molding, The Int. Journal of Powder Metallurgy, v. 33, n. 4, p. 23, 1997
46. KULKARNI, K. M. Dimensional Precision of MIM Parts under Production Conditions, The Int. Journal of Powder Metallurgy, v. 33, n. 4, p. 29, 1997
47. KUHN, H. A. ; FERGUSON, B. L. Powder Forging, Princeton, N. J. : Metal Powder Industries Federation, 1990

48. JONES, P. K. ; BUCKLEY – GOLDER, K. ; SARAFINCHAN, D. Developing P/M Gear Tooth and Bearing Surfaces for High Stress Applications, The Int. Journal of Powder Metallurgy, v. 34, n. 1, p. 26, 1998
49. NAKAGAWA, T. et al. On the Cold Forging of Sintered Iron Powder Preforms In: Proceedings of 13rd International Machine Tool Design and Research Conference, London: McMillan, 1972. p. 455
50. ANTES, H. W. Cold Forging Iron and Steel Powder Preforms In: New Perspectives in Powder Metallurgy, New York : MPIF, v. 6, 1973, p. 165
51. OBARA, K. ; NISHINO, Y. ; SAITO, Y. The Cold Forging of Ferrous P/M Preforms In: Modern Developments in Powder Metallurgy, Princeton, NJ: MPIF, v. 7, 1974. p. 423
52. DOWER, R. J. ; MILES, G. I. The Cold Forging of Two Automobile Components from Sintered Powder Preforms, Powder Metallurgy International, v. 11, n. 3, p. 101, 1979
53. GUTMANAS, E. Y. Design of Alloys and Materials Using Cold Sintering In: Modern Developments In Powder Metallurgy, Princeton, NJ: MPIF, v. 15, 1985. p. 175
54. GUTMANAS, E. Y. ; LAWLEY A. Cold Sintering – A New Powder Consolidation Process In : New Perspectives in Powder Metallurgy, Princeton, NJ : MPIF, v. 8, 1987. p. 559
55. BATISTA, V. J. et al. Sintering Iron Using an Abnormal Glow Discharge, The Int Journal of Powder Metallurgy, v. 34, n. 8, p. 55, 1998

56. EHLERT, S. C. ; KÜHN – ARROYO I. ; KLEIN A. N. Produção de Peças de Média e Alta Liga por Conformação a Frio de Pré-formas Obtidas por Metalurgia do Pó In: Seminário de Metalurgia do Pó. 1989 (Proceedings), São Paulo: ABM (Associação Brasileira de Metais), 1989, p. 121
57. EHLERT, S. C. ; KÜHN – ARROYO, I. ; KLEIN, A. N. Forjamento a Frio de Pré-Formas de Aço Liga Sinterizado Parte I – Análise Microestrutural In: Anais do 9º. CBECIMAT, São Carlos, SP: UFSCAR – DEMA, 1990. p. 278
58. EHLERT, S. C. ; KÜHN – ARROYO, I. ; KLEIN, A. N. Forjamento a Frio de Pré-Formas de Aço Liga Sinterizado Parte II – Propriedades Mecânicas In: Anais do 9º. CBECIMAT, São Carlos, SP: UFSCAR – DEMA, 1990. p. 282
59. LUKOWSKI, J. ; GROSMAN, F. Plastic Forming of Porous Materials, Journal of Materials Processing Technology, v. 34, p. 373, 1992
60. LUKOWSKI, J. ; GROSMAN, F. ; MISIOLEK, W. Z. Computer Simulation of Plastic Flow in Porous Materials In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1992, Princeton, N.J.: MPIF, v. 2, 1992. p. 301
61. LUKOWSKI, J. ; MISIOLEK, W. Z. Densification of Iron Sintered Preforms In Indirect Cold Extrusion In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1994, Princeton, N.J. : MPIF, v. 6, 1994, p. 1
62. RANEK, M. N. ; BADAUWY, A. ; PARK, J. J. Simulation of Densification in Powder Metal Forging, MPR, p. 373, May 1989
63. LEE, J. H. ; ZHANG, Y. A Finite – Element Work – Hardening Plasticity Model of the Uniaxial Compression and Subsequent Failure of Porous Cylinders Including Effects of Void Nucleation and Growth – Part I: Plastic Flow and Damage, Journal of Engineering Materials and Technology, v. 116, p. 69,

1994

64. KUBICKI, B. Stress Concentration at Pores in Sintered Materials, Powder Metallurgy, v. 38, n. 4, p. 295, 1995
65. LEE, P. W. ; KUHN, H. A. P/M Forging In: ASM Handbook, v. 7, Metals Park, Ohio: ASM, 1993 . p. 410
66. THÜMLER F ; OBERACKER, R. An Introduction to Powder Metallurgy, London: The Institute of Materials, 1993. p. 200
67. LEE, P. W. ; KUHN, H. A. P/M Forging In: ASM Handbook, v. 7, Metals Park, Ohio: ASM, 1993. p. 413
68. KUHN, H. A. ; FERGUSON, B. L. Powder Forging, Princeton, N.J. Metal Powder Industries Federation, 1990. p. 93
69. ABDEL – RAHMAN, M. ; EL-SHEIKH, M. N. Workability in Forging of Powder Metallurgy Compacts, Journal of Materials Processing Technology, v. 54, p. 97, 1995
70. AUBORN, J. N. ; CHOO, J. S. Effect of Chemistry and Compact Density on the Decomposition of P/M Lubricants In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials – 1994, Princeton, N.J. : MPIF, v. 3, 1994. p. 103
71. DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy, Tokyo: Kogakusha, 1961. p. 254
72. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Metallic powders: determination of apparent density, ISO 3923, Paris.
73. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Metallic powders: determination of particle size by dry sieving, ISO 4497, Paris, 1983.
74. JANDESKA, W. F. How to Improve Toughness of Ferrous P/M Structures. In: Modern Developments in Powder Metallurgy, Princeton, N.J.: MPIF, v.15, 1985, p. 739.

75. ZHANG, H. ; GERMAN, R. M. The Role of Nickel in Iron Powder Injection Molding, *The Int. Journal of Powder Metallurgy*, v. 27, n. 3, p. 249, 1991.
76. HWANG, K.S ; SHIAU, M. Y. Effects of Nickel on the Sintering Behavior of Fe-Ni Compacts Made from Composite and Elemental Powders, *Metallurgical and Materials Transactions B*, v. 27B, p. 203, April 1996.
77. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Nickel, ASTM A203*, Philadelphia, 1979.
78. O'BRIEN, R. C. Impact and Fatigue Characterization of Selected Ferrous P/M Materials. In: *New Perspectives in Powder Metallurgy*, Princeton, N.J.: MPIF, v. 9, 1990, p. 363
79. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *Sintered metal materials, excluding hard metals – unnotched impact test piece, ISO 5754*, Paris
80. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *Estimating the Average Grain Size of Metals, ASTM E112*, Philadelphia, 1980.
81. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, *Sintered metal materials (excluding hard metal) – Tensile test pieces, ISO 2740*, Paris.
82. SILVA, A. L. da Costa ; MEI, P. R. *Aços e Ligas Especiais*, 2. ed., Sumaré, SP: Eletrometal S.A., 1988.
83. VAN VLACK, L. H. *Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais; tradução Edson Monteiro*, Rio de Janeiro: Campus, 1984. p. 157
84. LANG, F. H. ; KENYON, N. *Welding of Maraging Steels*, Bulletin n. 159. New York: Welding Research Council, 1971.
85. SHEWMON, P. G. *Transformations in Metals*. USA: McGraw-Hill, 1969. p. 343.

86. DEHOFF, R. T. ; AIGELTINGER, E. H. Experimental Quantitative Microscopy with Special Applications to Sintering. In: Perspectives in Powder Metallurgy, New York – London: Plenum Press, v. 5, 1970, p. 81.
87. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Metallic Materials – Hardness test – Vickers test – Part 3: Less than Hv 0,2 , 150 6507/3, Paris.
88. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Impermeable sintered metal materials and hardmetals – Determination of density, ISO 3369, Paris.
89. METALS HANDBOOK, Desk Edition, Metals Park, Ohio: ASM, 1985.
90. GUIA PARA EXPRESSÃO DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO, Primeira Edição Brasileira, Rio de Janeiro : INMETRO, 1997
91. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Sonic Resonance, ASTM C1198, Philadelphia, 1991.
92. INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Sintered metal materials and hard metals – Determination of Young's modulus, ISO 3312, Paris.
93. YU, C. J. ; PRUCHER, T. Measuring Young's Modulus and Shear Modulus – A Comparison of Dynamic and Mechanical Techniques. In: Advances in Powder Metallurgy, Princeton, N.J.: MPIF, v. 1, 1993, p. 273.
94. ESPER, F. J ; SONSINO, C. M. Fatigue Design for PM Components. Shrewsbury, England: European Powder Metallurgy Association, 1994. p. 28
95. HANSEN, M. Constitution of Binary Alloys, 2nd. ed. New York: McGraw Hill, 1958. p. 681

96. LEDOUX, L. ; PRIOUL, C. The Influence of Pore Morphology on the Monotonic and Cyclic Properties of Sintered Iron. In: Modern Developments in Powder Metallurgy, Princeton, NJ: MPIF, v. 21, 1988, p. 41
97. DUCKWORTH, W. E. Statistical Techniques in Technological Research. London: Methuen & Co, 1968. p. 29
98. METAL POWDER INDUSTRIES FEDERATION, Materials Standards for P/M Structural Parts, MPIF Standard 35, Princeton, NJ, 1997
99. GRIFFITHS, T. J. ; GHANIZADEH, A. Determination of Elastic Constants for Porous Sintered Iron Powder Compacts, Powder Metallurgy, v. 29, n. 2, p. 129, 1986
100. HAYNES, R. ; EGEDIEGE, J. T. Effect of Porosity and Sintering Conditions on Elastic Constants of Sintered Irons, Powder Metallurgy, v.32, n.1, p. 47, 1989
101. YU, C. J. et al. Resonant Frequency Measurements for the Determination of Elastic Properties of Powder Metallurgy Components. In: Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Princeton, NJ: MPIF, v.6, 1992, p.319
102. TREMBLAY, L. ; CHAGNON, F. Effect of Thermal Treatments on Properties of Diffusion Bonded Ferrous Powders. In: Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials, Princeton, NJ: MPIF, v. 1, 1996, p. 3-75
103. SCHATT, W. ; FRIEDRICH, E. Progress in Understanding Sintering, Key Engineering Materials, v. 29-31, p. 73, 1989
104. BOIKO, J. ; SCHATT, W. ; ADINGER, F. ; PETZOW, G. Densification Mechanisms During the Initial Stage of Solid-Phase Sintering. In: Proceedings of Powder Metallurgy World Congress, Paris, v. 2, 1994, p. 1497

105. SANDEROW, H. I ; PRUCHER, T. Mechanical Properties of Diffusion Alloyed Steels: Effect of Material and Processing Variables. In. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials, Princeton, NJ: MPIF, v.7, 1994, p. 341
106. JAMES, W. B. Fatigue Properties of Ferrous P/M Materials, In: Proceedings of Seminário de Metalurgia do Pó – 1989, São Paulo: ABM, 1989, p. 193
107. CHRISTIAN, K. D. ; GERMAN, R. M. Relation between Pore Structure and Fatigue Behavior in Sintered Iron – Copper – Carbon, The Int. Journal of Powder Metallurgy, v.31, n. 1, p. 51, 1995
108. CIMINO, T. M. et al. The Effect of Microstructure on Fatigue Properties of Ferrous P/M Materials. PM²TEC97. INTERNATIONAL CONFERENCE ON POWDER METALLURGY & PARTICULATE MATERIALS (1997: Chicago)
109. RUTZ, H. et al. The Effect of Microstructure on Fatigue Properties of High Density Ferrous P/M Materials. PM²TEC96 WORLD CONGRESS (1996: Washington)