

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

A POROSIDADE NAS PROPRIEDADES ESTÁTICAS E
NA FADIGA DO FERRO SINTERIZADO

TESE SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA PARA
OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM ENGENHARIA MECÂNICA

GABRIEL FEDERICO CALLE SOTELO

FLORIANÓPOLIS - SANTA CATARINA - BRASIL

DEZEMBRO DE 1993

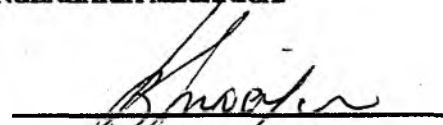
**A POROSIDADE NAS PROPRIEDADES ESTÁTICAS E NA FADIGA DO
FERRO SINTERIZADO**

GABRIEL FEDERICO CALLE SOTELO

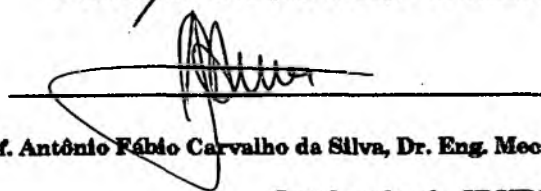
ESTA TESE FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE

DOUTOR EM ENGENHARIA

**ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO SÓLIDOS, APROVADA EM SUA
FORMA FINAL PELO CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA.**



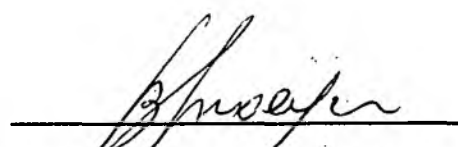
Prof. Berend Snoeijer, Dr. Ing. - Orientador



Prof. Antônio Fábio Carvalho da Silva, Dr. Eng. Mec.

Coordenador do CPGEM

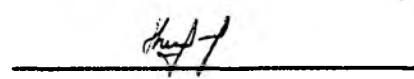
BANCA EXAMINADORA :



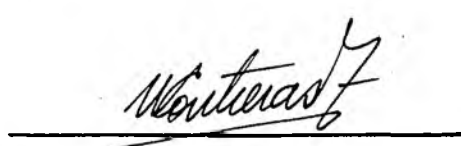
Prof. Berend Snoeijer, Dr. Ing. - Presidente



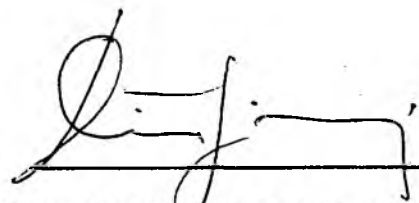
Prof. Aloisio Nelmo Klein, Dr. Ing.



Prof. Ingeborg Kühn-Arroyo, Dra. Eng. Mec.



Prof. Walter Contreras Zapata, Dr. Ing.



Prof. Dirceu Spinelli, Dr. Eng. de Materiais

A minha mãe Josefina Sotelo

(in memoriam)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador, Prof. Berend Snoeijer pela oportunidade de desenvolver a presente tese. Ao Prof. Aloísio Nelmo Klein pelas sugestões e incentivos que sempre foram valiosos. A Profª. Ingeborg Kühn Arroyo pelas discussões de alguns tópicos e correções do português da presente tese.

Durante a realização dos experimentos, colaboraram os bolsistas Ricardo Machado e Gilmar Cavalcanti Vicentin, em especial este último que trabalhou sem bolsa de estudos demonstrando capacidade nata de pesquisador. A eles o meu muito obrigado.

Ao CAPES pela bolsa de estudos de quatro anos, ao DAAD (Deutscher Akademischer Austauschdienst) pela bolsa de seis meses no "fraunhofer Institut für Betriebsfestigkeit (LBF)", na Alemanha. Ao Prof. Cetin Morris Sonsino deste centro de pesquisa em fratura e fadiga, pelo apoio tecnológico e humano.

RESUMO

Estudou-se a interação do poro com a matriz monofásica ferrítica nas propriedades estáticas e de fadiga avaliando qualitativa e quantitativamente: (1) O tamanho e a distribuição do tamanho dos poros para um mesmo percentual de volume poroso (2) O grau de arredondamento dos poros variando à temperatura de sinterização (3) O percentual de volume poroso pela fabricação via dupla compactação.

Neste sentido foi utilizado um método para preencher os poros com resina epóxi de tal maneira a manter o formato dos poros no processo de lixamento e polimento. Utilizou-se um analisador de imagens para medir as áreas e os perímetros dos poros. Foram feitos ensaios de fadiga por flexão plana alternante e uniaxial em alto número de ciclos, bem como um estudo fractográfico do processo de fratura, usando um microscópio eletrônico de varredura marca Jeol. Obteve-se como resultados que o percentual de volume poroso é uma característica insuficiente para avaliar as propriedades do sinterizado. Recomenda-se que uma caracterização clara, além da porosidade, deve conter o tamanho médio e a distribuição de frequências do grau de arredondamento dos poros. O tamanho dos poros é o fator mais influente nas propriedades estáticas e no limite de fadiga que a distribuição dos poros, evidenciando que poros de tamanho maior são pontos de iniciação de microtrincas. Deformação e coalescência dos poros na direção do carregamento é o mecanismo predominante na fratura em tração e em fadiga. A melhora do grau de arredondamento dos poros através do aumento do tempo de sinterização, também foi acompanhado de diminuição da porosidade, resultando na melhora das propriedades estáticas e de fadiga. Na fratura por fadiga em flexão plana as séries fabricadas via compactação/sinterização simples apresentaram fratura intergranular. No entanto, nas séries fabricadas via dupla compactação a fratura é mista intergranular-transgranular.

ABSTRACT

This is a study of the interaction between the pore and ferritic monophase matrix on properties static and fatigue, using both a qualitative and quantitative assessment: (1) The size and pore size distribution for the same porosity percentage (2) The degree of pore spheroidicity, varying according to the temperature of sinterization (3) The porosity percentage, through production by means of double compactation.

For this purpose, an experimental was made a method for filling in the pores with epoxy resin, so as to maintain their format during the grinding and polishing process. An image analyzer was utilized to measure the areas and perimeters of the pores. Fatigue tests were carried out by means of an alternating bending plane and uniaxial in a high number of cycles, as well as a fractographic study of the fracturing process, utilizing a Jeol scanning electronic microscope. The result showed that porosity percentage alone is an inadequate characteristic for assessing the properties of a sintered metal. It is recommended that a clear characterization should include, not only porosity, but also average size and frequency distribution of pore spheroidicity. The size of the pores is more influential factor in the static properties and in the fatigue limit than pore distribution, inasmuch as larger-sized pores were shown to be starting points microcracks. Pore deformation and coalescence in the loading direction is a predominant mechanism in fracture during traction and in fatigue, as well. An improvement in pore spheroidicity through an increase in sinterization time, also resulted in porosity reduction and consequently an improvement in static properties and fatigue. In fracture by fatigue on a bending plane, the series produced by means of simple compactation/sinterization show an intergranular fracture, while in the series produced by double compactation, the fracture is mixed intergranular-transgranular.

ÍNDICE

Resumo.....	v
Abstract.....	vi
Figuras.....	ix
Tabelas.....	xiv
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA MICROESTRUTURA E TERMINOLOGIA PERTINENTE A FADIGA.....	3
2.1 Grau de arredondamento.....	6
2.2 Trabalhos prévios em propriedades mecânicas.....	7
2.2.1 Limite de resistência.....	7
2.2.2 Limite de escoamento.....	9
2.2.3 Ductilidade.....	9
2.3 Fratura no ferro sinterizado.....	10
2.4 Fadiga em alto número de ciclos.....	11
2.5 Curvas de vida em fadiga.....	13
2.6 Análise estatística.....	14
2.6.1 Intervalos de confiança dos parâmetros A e B.....	15
2.6.2 Faixas de confiança para a curva S x N.....	16
2.7 Resumo.....	16
3. CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	18
3.1 Fabricação dos corpos de prova.....	18
3.2 Preparação metalográfica das amostras.....	22
3.3 Técnica de análise da superfície do corpo de prova e levantamento das curvas de vida em fadiga.....	28

4.	RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES.....	31
4.1	Análise metalográfica.....	31
4.2	Análise das áreas dos poros.....	45
4.3	Análise do fator de forma dos poros.....	57
4.4	Análise das propriedades mecânicas.....	65
4.5	Curvas de vida em fadiga.....	70
4.6	Carregamento á fadiga em flexão plana e uniaxial alternante.....	81
4.7	Comportamento dos poros no carregamento a fadiga.....	81
4.8	Proposta de um modelo qualitativo na formação da macrotrinca na fadiga por flexão plana.....	86
4.9	Análise fratográfica.....	87
4.9.1	Fratura em tração.....	87
4.9.2	Fratura por fadiga.....	90
5.	CONCLUSÕES.....	97
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	102

FIGURAS

Figura #		Pág. #
1	Porosidade aberta e fechada do ferro sinterizado em função da densidade.....	5
2	Dimensões da matriz de compactação (ISO 3928-77).....	20
3	Curva de aquecimento e resfriamento na sinterização.....	24
4	Forno de sinterização.....	26
5	Sistema de preenchimento dos poros.....	26
6	Dispositivo de sujeição dos corpos de prova para a MTS.....	30
7	Tamanho e forma dos poros das séries a)T1, b)T2, c)T3 e d)T4.....	33
8	Tamanho e forma dos poros das séries a)D1, b)D2, c)D3 e d)D4.....	34
9	Micrográfias evidenciando os tamanhos de grão das séries a)T1, b)T2, c)T4, d)D1 e)D3 e f)D4.....	37
10	Tamanho e forma dos poros das séries a)T3(20') e b)T3(480')..	39

11	Tamanho de grão das séries a)T3(20') e b)T3(480').....	40
12	Micrográfias das porosidades para as séries a)D4850 b)D4850R e c)D4850RS.....	42
13	Tamanho de grão das séries a)D4850, b)D4850R e c)D4850RS.....	44
14	Distribuição de frequência em função das áreas dos poros das séries T1, T2, T3 e T4.....	46
15	Distribuição de frequência em função das áreas dos poros das séries D1, D2, D3 e D4.....	47
16	Distribuição de frequência dos poros para o grupo 2 no intervalo de área menor de 100 μm^2 nas séries a)T3(20'), b)T3(60') e c)T3(480').....	49
17	Distribuição de frequência dos poros no intervalo de área de 100 á 500 μm^2 das séries a)T3(20'), b)T3(60') e c)T3(480').....	51
18	Distribuição de frequência das áreas nas séries a)T3(20'), b)T3(60') e c)T3(480') no intervalo de 500 á 2000 μm^2	53
19	Distribuição de frequência das séries a)D4 e b)D4850RS no intervalo de 500 á 2000 μm^2	55
20	Distribuição de frequência das séries a)D4 e b)D4850RS no intervalo de 100 a 500 μm^2	56
21	Distribuição de frequência dos poros das séries a)D4 e	

	b)D4850RS para as áreas menores de 100 μm^2	57
22	Distribuição de frequência dos fatores de forma das séries a)T1, b)T2 e c)T4.....	59
23	Distribuição de frequência em função do fator de forma nas séries a)D1, b)D2 e c)D3.....	61
24	Distribuição de frequência em função do grau de arredondamento para as séries a)T3(20'), b)T3(60') e c)T3(480').....	63
25	Distribuição de frequência em função do fator de forma das séries a)D4 e b)D4850RS.....	64
26	Propriedades mecânicas das séries D1, D2, D3 e D4.....	66
27	Propriedades mecânicas das séries T1, T2, T3 e T4.....	66
28	Propriedades mecânicas das séries T3(20'), T3(60') e T3(480').....	68
29	Propriedades estáticas das séries resultantes do processo de fabricação D4, D4850, D4850R e D4850RS.....	69
30	Curvas de vida em fadiga das séries a)T1, b)T2, c)T4 e forma dos poros, após terem atingido o critério de vida infinita em flexão plana, R=-1.....	71
31	Bandas de deslizamento, a)T4, $\pm 60\text{MPa}$, $5 \cdot 10^3$ ciclos, 200xx b)T4, $\pm 60\text{MPa}$, 10^4 ciclos, 1250xx c)T2, $\pm 80\text{MPa}$, vida infinita 2000xx.....	73

- 32 Curva de vida em fadiga em flexão plana com $R=-1$ das séries a)D1, b)D2 e c)D3 e forma dos poros, após terem atingido o critério de vida infinita.....75
- 33 Micrográfias das séries a)D1, b)D2, c)T1 e d)T2 do grupo 1 atacadas com nital, após terem atingido o critério de vida infinita.....77
- 34 Curvas de vida em fadiga em flexão plana, com $R=-1$ das séries a)T3(20'), b)T3(60') e c)T3(480') e forma dos poros, após terem atingido o critério de vida infinita.....79
- 35 Micrográfias para vida infinita em flexão plana com $R=-1$ das séries a)T3(20') e b)T3(480'), após terem atingido o critério de vida infinita.....80
- 36 Curva de vida em fadiga em flexão plana com $R=-1$ da série D4850RS e forma dos poros após terem atingido o critério de vida infinita.....80
- 37 Curvas de vida em fadiga com $R=-1$ da série D4 a) em flexão plana e b)uniaxial.....82
- 38 Microestruturas sob carregamento em fadiga uniaxial alternante, $R=-1$ a)D4, $\pm 60\text{MPa}$ $1,5 \cdot 10^5$ ciclos b)D4, $\pm 60\text{MPa}$ $5 \cdot 10^5$ ciclos e c)D4, $\pm 60\text{MPa}$ fratura intergranular-transgranular.....83
- 39 Comportamento dos poros por ação do carregamento à fadiga em flexão plana, $R=-1$ D4850RS, $\pm 150\text{MPa}$, a)0 ciclos b) 10^3 ciclos c) $3 \cdot 10^5$ ciclos d) $5 \cdot 10^5$ ciclos e)detalhe.....85

40	Modelo qualitativo na formação de macrotrincas.....	86
41	Superfície de fratura em tração da série D1.....	88
42	Superfícies de fratura por tração das séries a)T3(480'), macroscopia b)T3(480') 1000xx e c)T3(60').....	90
43	Microscopia eletrônica de varredura da superfície fraturada por fadiga em flexão plana da série a)T1, $\pm 100\text{MPa}$, 15xx b)T1, $\pm 100\text{MPa}$, 150xx.....	91
44	Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fraturada por fadiga em flexão plana da série a)T2, $\pm 100\text{MPa}$ 150xx b)T2, $\pm 100\text{MPa}$, 1000xx.....	92
45	Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da série a)D1, $\pm 90\text{MPa}$, 12xx b)D1, $\pm 90\text{MPa}$, 1000xx.....	94
46	Microscopia eletrônica de varredura das séries a)T3(60'), $\pm 60\text{MPa}$ b)T3(480'), $\pm 100\text{MPa}$	95
47	Microscopia eletrônica de varredura da série D4850RS, $\pm 150\text{MPa}$ em sua região de propagação.....	96

TABELAS

Tabela #	Pag. #
1. Composição química do pó de ferro ASC 100.29 no estado de fornecimento do fabricante, % em peso (Hoeganaes).....	19
2. Composição em peso (%) do pó de ferro ASC 100.29.....	19
3. Distribuição e tamanhos de partículas do pó de ferro peneirados.....	21
4. Processo de fabricação para as séries T1, T2, T3 e T4.....	23
5. Processo de fabricação para as séries D1, D2, D3 e D4.....	23
6. Processo de fabricação para as séries T3(20'), T3(60') e T3(480').....	24
7. Processo de fabricação para as séries D4 e D4850RS.....	25
8. Tamanho médio dos poros e porosidade para as variáveis do grupo 1.....	32
9. Tamanho de grão das séries do grupo 1.....	36
10. Tamanho médio dos poros das séries do grupo 2.....	38

11.	Tamanho médio de grão das séries do grupo 2.....	40
12.	Tamanho médio dos poros das séries D4 e D4850RS.....	43
13.	Tamanho de grão das séries D4 e D4850RS.....	43

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

A fabricação de componentes em ferro e aço pela técnica da metalurgia do pó vem crescendo continuamente nas últimas décadas. Esta técnica permite produzir componentes com estreitas tolerâncias dimensionais a custo menor que técnicas convencionais, tais como conformação mecânica e técnicas de fundição, quando grandes lotes de peças iguais são exigidos e a geometria destas é relativamente complexa.

Como consequência do processo de fabricação, as peças de ferro e aço sinterizado apresentam poros residuais cuja quantidade e forma dependem dos parâmetros do processo e da rota particular de processamento utilizada, bem como da matéria prima, isto é, das características dos pós. As modernas técnicas de compactação a quente ou de conformação a quente de pré-sinterizados levam a componentes com porosidade muito baixa (menos de 4%), mas apresentam custo significativamente maior que as rotas mais simples de compactação a frio.

As propriedades dos componentes produzidos por metalurgia do pó dependem do tamanho, forma e distribuição dos poros presentes. Estes afetam de forma mais acentuada a ductilidade, o limite de resistência e de fadiga. Contudo, quando presentes em pequena quantidade e com geometria arredondada tornam mais competitivas as propriedades, conforme pode ser constatado na substancial quantidade de dados experimentais contida na literatura [1-24].

Atualmente fabricam-se peças de uso comercial, com limite de resistência em torno de 1000 a 1100 MPa, que podem ultrapassar os

1300 MPa após tratamento térmico. Isto traz consigo uma expectativa muito grande quanto a resistência à fadiga, já que a relação entre o limite de fadiga e o limite de resistência, segundo dados da literatura técnica, está na faixa de 30 a 40% quando em flexão alternante. Esta relação de fadiga é baixa se comparada ao aço equivalente fabricado pela metalurgia convencional, que é de aproximadamente 45% [25-26].

Aspectos de extrema relevância como tamanho e distribuição de tamanho dos poros sobre as propriedades ainda não foram estudados sistematicamente. Deve-se esperar que todos estes aspectos relacionados à geometria dos poros, tamanho e distribuição de tamanho e percentual relativo, exerçam influência ao mesmo tempo, e, para analisar o efeito individual de cada um sobre as propriedades é necessário manter os demais rigorosamente invariáveis, o que, na prática, não é uma tarefa experimental fácil.

É objetivo do presente trabalho contribuir ao entendimento do assunto. Para tanto estudou-se a interação do poro com a matriz monofásica ferrítica nas propriedades estáticas e de fadiga, avaliando-se qualitativa e quantitativamente:

- 1 - O tamanho e a distribuição do tamanho dos poros para um mesmo percentual de volume poroso;
- 2 - O grau de arredondamento dos poros, obtido a partir da variação da temperatura de sinterização;
- 3 - O percentual de volume poroso, pela fabricação via dupla compactação.

Visando não alterar o formato dos poros quando do lixamento e polimento das amostras para análise metalográfica, utilizou-se um método de preenchimento dos mesmos com resina epóxi. Usou-se um analisador de imagens para medir as áreas e os perímetros dos poros. Foram feitos ensaios de fadiga por flexão plana alternante e uniaxial em alto número de ciclos, bem como um estudo fractográfico do processo de fratura, usando-se um microscópio eletrônico de varredura, marca Jeol.

CAPITULO 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DA MICROESTRUTURA E TERMINOLOGIA PERTINENTE A FADIGA

Componentes fabricados via metalurgia do pó apresentam, em decorrência do processo de fabricação, uma certa quantidade de volume poroso na sua microestrutura. Materiais como filtros possuem aproximadamente 30% de poros, componentes fabricados por compactação/sinterização simples estão em torno de 10%, os sinterizados via dupla compactação estão na faixa de 4% a 6% e aqueles fabricados por tecnologias de compactação à quente atingem porosidades inferiores a 4%. A presença destes poros, sua geometria, sua distribuição e seu tamanho interferem no comportamento mecânico, em especial sob solicitações alternadas. Em todos estes casos a presença da porosidade residual altera as propriedades mecânicas, evidenciando que um melhor entendimento da correlação entre as propriedades e a microestrutura do material, é de fundamental importância para o desenvolvimento de materiais de maior desempenho [27-31].

Atualmente a compreensão dos fatores que governam as propriedades mecânicas é incompleta, apresentando dificuldade especial na avaliação dos parâmetros microestruturais. Expressões matemáticas têm sido deduzidas, baseados em microestruturas idealizadas ou teorias que foram desenvolvidas em outras áreas, como no caso de combustíveis nucleares que contêm esferas de urânio, as quais não podem ser aplicadas ao ferro sinterizado que tem diferente comportamento microestrutural e parâmetros de fabricação específicos [32].

Estudos recentes em fadiga de baixo número de ciclos em ferro e aço sinterizados demonstram que componentes fabricados mediante

o processo compactação/sinterização simples são fortemente afetados pela predominância do fluxo plástico na matriz, mostrando deformações localizadas nas vizinhanças dos poros que causam a fratura entre os seus ligamentos, levando a propagação da trinca em um estágio muito curto. Isto evidencia o efeito negativo do poro nestes casos [33-35].

Existem numerosas pesquisas relacionadas ao estudo da porosidade na fadiga de alto número de ciclos [36-45]. Todas estão referidas ao percentual de volume poroso como parâmetro fundamental, deixando de quantificar o efeito do tamanho médio, da distribuição de tamanho e do grau de arredondamento dos poros. Atribuem a redução da vida em fadiga em alto número de ciclos a concentração de tensões locais na vizinhança dos poros, as quais resultam da formação de bandas de deslizamento localizadas, que posteriormente dão origem as microtrincas.

A porosidade total, P , é o parâmetro frequentemente usado para caracterizar materiais sinterizados devido a sua fácil determinação. A fabricação por compactação/sinterização simples do ferro apresenta encolhimentos praticamente desprezíveis na sinterização, implicando que a porosidade total depende fundamentalmente da pressão de compactação [46-48].

A distância entre poros do sinterizado é influenciada pelo tamanho de partícula do pó de ferro. Partículas finas levam a poros de diâmetro pequeno, que, dependendo da pressão de compactação e da temperatura de sinterização, podem estar relativamente distantes entre si, enquanto que partículas maiores podem resultar em poros maiores.

Os poros podem ser interconectados ou isolados, também denominados por alguns autores como abertos ou fechados, respectivamente; os fechados estão dispersos na matriz sólida formando uma cavidade fechada; os abertos formam uma união de pequenos poros, tendo o aspecto de ductos vazios no interior da amostra, e normalmente interceptam a superfície. Aqueles interconectados que não interceptam a superfície podem ser considerados como fechados. A densidade relativa

determina a quantidade de volume que o material está ocupando quando comparada com a densidade teórica, mas também pode sugerir o percentual de porosidade aberta e fechada como mostra a figura 1. As medidas de tamanho médio de poros obtidas através da metalografia ótica têm que ser acompanhadas de sua distribuição de frequências ou desvio padrão, para ter uma avaliação global da distribuição, onde deve então, ser aplicada a respectiva correção estereológica [49,50,51,52].

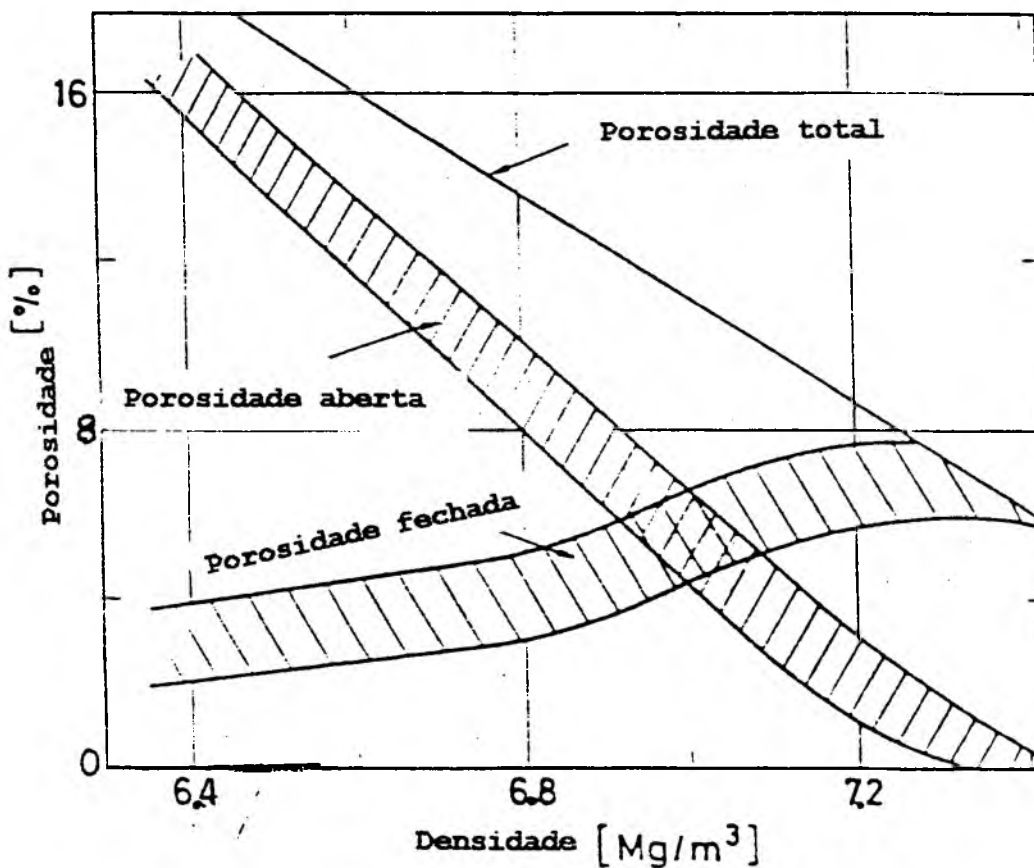


FIGURA 1 Porosidade aberta e fechada do ferro sinterizado em função da densidade [50].

Estudos recentes demonstram que o tamanho médio dos poros

é função do tamanho de partícula do pó e da pressão de compactação. O pó de ferro apresenta elevada compressibilidade e não é comum a formação de grânulos durante a sua mistura, mas o efeito da segregação de partículas não pode ser ignorado.

2.1 Grau de arredondamento

As maiores concentrações de tensão no carregamento estático e de fadiga estão localizadas nos poros de maior área superficial e de formato alongado, confirmando assim que o efeito forma do poro deve ser avaliado. Normalmente a forma do poro afeta as propriedades mecânicas devido ao efeito de entalhe que estes apresentam. Este efeito pode ser aliviado mediante a sinterização em tempos prolongados e/ou temperaturas elevadas, conduzindo assim a um arredondamento dos poros. Atualmente há diferentes métodos para quantificar o fator de forma dos poros. Fischmeister [53] propôs que o parâmetro, fator de forma, seja avaliado adimensionalmente e independentemente do tamanho do poro conforme:

$$K = 8/3 \cdot \Pi^2 \cdot L_p/L$$

sendo

K = Fator de forma do poro

$\Pi = 3.1416\dots$

L_p = Comprimento do perímetro médio dos interceptos

L = Comprimento do intercepto médio

No entanto, existem outros autores como James [54] que utilizam parâmetros de forma como:

$$S = 4 \cdot \Pi \cdot A/M^2$$

onde

S = Fator de forma do poro ou grau de arredondamento

A = Área do poro

M = Perímetro do poro

Este fator também é independente do tamanho do poro e permite prever quando o poro é circular ou alongado. O grau de arredondamento ou fator de forma do poro é proporcional a minimização do parâmetro S. pequenos valores de S significam, por tanto, pontos críticos do ponto de vista de resistência. Poros circulares apresentam $S = 1$.

2.2 Trabalhos prévios em propriedades mecânicas

A porosidade residual afeta decisivamente as propriedades de materiais fabricados por metalurgia do pó, tendo maior influência naqueles obtidos via compactação/sinterização simples. A resistência a tração, o limite de escoamento e o alongamento diminuem com o aumento da porosidade. A relação porosidade - propriedades mecânicas do ferro sinterizado tem sido amplamente estudada por diversos pesquisadores. Neste ítem, é feita uma revisão das publicações mais significativas relacionadas com os objetivos do presente trabalho.

2.2.1 Limite de resistência

Esta propriedade é a que mereceu uma maior quantidade de estudos, conforme pode ser observado na literatura técnica. Salak et al [55] e Haynes [56] compilaram um grande número de equações que, em sua grande maioria, procuram quantificar o limite de resistência do ferro sinterizado como função da porosidade total. No entanto, os valores encontrados na literatura diferem consideravelmente uns de outros, devido aos diversos processos e parâmetros de fabricação. Nestas equações existem basicamente dois tipos de aproximações, uma linear e outra exponencial. Salak obteve resultados mais precisos com a equação:

$$R_m = R_{m0} \cdot e^{(-K \cdot P)}$$

onde R_{m0} é o limite de resistência do ferro sem poros, que é de 344 MPa,

K é uma constante adimensional avaliada em 0,043 e P é a porosidade. Esta equação descreve uma tendência aceitável quando comparada aos resultados experimentais. Com o aumento da porosidade a resistência mecânica diminui.

Eudier [57] formulou um modelo baseado em um arranjo cúbico de poros esféricos propondo a seguinte equação:

$$R_m = R_{m0} (1 - 1,21P^{2/3})$$

Cabe observar que esta microestrutura idealizada não é condizente com a apresentada pelo ferro sinterizado.

Outros autores como Siegel e Hencel [55] descreveram a resistência à tração como função da área de contato entre partículas, A_c , do fator de forma, f , e a porosidade aberta P_o ou seja

$$R_m = R_{m0} \cdot e^{(-m \cdot (f / A_c (1 - P_o)))}$$

A_c é medida por métodos fractográficos e m uma constante.

Baseados nos resultados de amostras fabricadas a partir de pó de ferro atomizado e reduzido, Ledoux e Prioul [58] propuseram uma equação na qual apresentaram dois fatores: um deles continha a porosidade aberta, P_o , e outro a fechada, P_c . Eles argumentaram que a porosidade aberta está diretamente relacionada à distância entre partículas do compactado, enquanto que a porosidade fechada é o resultado da presença de poros no interior das partículas dos pós. Este argumento não está integralmente correto já que, por exemplo, peças com altas densidades obtidas de pós atomizados, que não são porosos, também apresentam poros fechados. Propuseram a seguinte relação :

$$R_m = R_{m0} (1 - 3,5 P_o) (1 - 1,2P_c^{2/3})$$

Note-se que o primeiro fator está relacionado a porosidade aberta, enquanto que o segundo à porosidade fechada. Os autores citados concluem que a porosidade aberta é o parâmetro de maior relevância sobre o limite de resistência.

Existe outro grupo de equações que descreve a correlação do limite de resistência com a microestrutura, baseado em modelos e

soluções analíticas orientados a condições idealizadas, tal como poros isolados, esféricos ou elipsóides [59,60].

2.2.2 Limite de escoamento

A forma e o percentual de volume de poros desenvolvem um papel fundamental no carregamento. A forma determina em que pontos os poros irão desenvolver as maiores concentrações de tensões. O percentual de poros indica o grau de enfraquecimento do material, conduzindo assim a um escoamento na vizinhança destes poros antes da deformação plástica macroscópica [61]. Haynes [62] observou que a distribuição de tensões próxima ao limite de escoamento é muito mais heterogênea que próxima do limite de resistência; com base nestas observações, propôs uma equação onde introduz o fator de concentração de tensão, K_p , na seguinte equação:

$$R_e = R_{p0} (1 - P) / K_p$$

onde R_e é o limite de escoamento do material sinterizado e R_{p0} é o limite de escoamento do material sem poros, K_p varia de 2,5 a 3,0.

2.2.3 Ductilidade

Os materiais sinterizados fabricados pelo processo de compactação/sinterização simples apresentam baixa ductilidade, devido aos parâmetros inerentes do processo de fabricação e conseqüentemente a porosidade residual, Salak [55] propôs a seguinte relação:

$$\delta = \delta_0 \cdot P^{K1} \cdot e^{(-P \cdot K2)}$$

$K1$ e $K2$ representam constantes empíricas, δ é o alongamento do sinterizado e δ_0 o alongamento do material sem poros.

Haynes [62] também propôs uma fórmula para a ductilidade introduzindo o número de pescoços, n , por área de seção transversal, que é descrito como uma função da porosidade ($n = 1 + CP^2$). Conforme este

autor:

$$\delta = \delta_0 \cdot (1 - P^{3/2}) / (1 + C \cdot P^2)^{1/2}$$

onde C é um fator empírico de sensibilidade à ductilidade.

A correlação entre ductilidade e volume deformado para o ferro sinterizado, no qual predomina uma microestrutura com porosidade isolada, foi observada experimentalmente por Vedula e Heckel [63]. Estes autores demonstraram que os poros de formato alongado concentram a deformação plástica no perfil agudo do poro, conduzindo a ligações entre os poros por instabilidade plástica, evidenciando assim uma queda na ductilidade. Nos casos de porosidade arredondada associadas à alta ductilidade, foi verificado uma distribuição uniforme de deformação ao longo da matriz, observando-se, inclusive, coalêscimento dos poros após grande quantidade de deformação.

2.3 Fratura no ferro sinterizado

A análise macro e microscópica da superfície de fratura mediante o uso da microscopia eletrônica permite visualizar os fenômenos envolvidos no processo de fratura para diversos tipos de carregamento. Esta análise possibilita a obtenção de informações que estão relacionadas diretamente ao processo de fabricação e/ou ao estado de carregamento, levando a possibilidade de determinar as microfases e os micromecanismos envolvidos no processo de deformação (dimples, bandas de deslizamento, etc.) que levam ao colapso. Uma inspeção a nível macroscópico mostra que a superfície de fratura por fadiga em sinterizados apresenta-se rugosa e irregular, e dificilmente podem ser distinguíveis os dois estágios característicos no processo de fratura por fadiga de materiais fabricados pela metalurgia convencional. Em estudos de superfícies de fratura por fadiga de ferro sinterizado, analisados para diferentes tipos de carregamento, foram observados a

formação de planos de escorregamento, de dimples e de traços de cisalhamento [64, 65, 66].

Uma observação relevante, baseada tanto na análise fractográfica como nas curvas de vida à fadiga, foi feita por Sonsino [11]. Esta demonstrou que componentes sinterizados são menos sensíveis ao entalhe que os equivalentes fabricados pela metalurgia convencional. Isto é consequência do mecanismo de fratura envolvido: a fadiga de materiais sinterizados ocorre pela fratura dos pescoços entre as partículas; nestes pescoços individuais, verifica-se que o efeito de concentração de tensão no entalhe é muito mais uma influência secundária do que principal.

Slesar [67], fazendo uso da microscopia eletrônica, definiu um parâmetro microestrutural que abrange os efeitos de tamanho, forma e distribuição dos poros, denominando-o "porosidade plana", P_x , obtendo resultados satisfatórios. Este é avaliado na superfície fraturada por metalografia quantitativa através da micrografia. Cabe salientar que, este novo parâmetro é fortemente dependente das condições de carregamento, e ainda leva a um maior número de variáveis que devem ser consideradas.

2.4 Fadiga em alto número de ciclos

Materiais fabricados via metalurgia convencional apresentam, no comportamento a fadiga, um processo de nucleação e crescimento de trincas, as quais passam progressivamente de curtas a longas, caracterizando dois estágios do processo, usualmente referidos na literatura como estágio I e estágio II. Dentre as trincas curtas estão englobadas tanto as que o são do ponto de vista microestrutural, como as trincas em transição .

A iniciação das trincas se dá a partir da formação de

bandas de deslizamento locais, que dão origem a intrusões e extrusões que se propagam segundo os planos de máxima tensão de cisalhamento, abrangendo comprimentos equivalentes a vários grãos. Com a continuação do ciclamento, o crescimento das trincas passa a se dar ao longo dos planos de máxima tensão normal, caracterizando o regime de trincas longas [68-71].

No ferro sinterizado não é possível caracterizar a presença de dois estágios nitidos. Neste observa-se a nucleação de microtrincas em uma grande quantidade de poros. Bankowski e Fielbach [72] apresentaram um modelo de propagação de trincas para o ferro sinterizado baseado em observações microscópicas. Propuseram que a fratura final ocorre como resultado da propagação de macrotrincas formadas pela coalescência de microtrincas nucleadas em poros e inclusões, observando que a propagação de microtrincas se dava no modo misto intergranular-transgranular. Sugeriram que este comportamento é decorrente da nucleação das microtrincas, que podem ocorrer tanto nos contornos como no interior dos grãos.

Ledoux e Prioul [58] afirmaram que a rugosidade superficial é o fator mais influente na fadiga em flexão alternante, e que em fadiga uniaxial, o volume da amostra calibrada representa a característica mais crítica quanto ao número de poros por unidade de volume carregado.

A iniciação da trinca em fadiga foi estudada por Holmes e Queeney [73]. Segundo estes autores, o efeito principal dos poros é facilitar a formação das trincas por efeito da concentração de tensões locais. No entanto, Kubicki [74] demonstrou que os poros grandes são os pontos de iniciação de microtrincas por efeito da forma irregular que estes apresentam. Em amostras contendo apenas porosidade isolada, Weiss [30] observou que as trincas por fadiga se iniciaram na parede dos poros. Ele também mostrou que em amostras fabricadas por compactação/sinterização simples com porosidade ao redor de 10%, a iniciação de trincas em fadiga, na maioria dos casos, praticamente

ocorem na superfície da amostra.

2.5 Curvas de vida em fadiga

As curvas de vida em fadiga em alto número de ciclos são levantadas assumindo dois critérios , um de fratura e outro de vida infinita. Rodzinac [64] , levantou curvas de vida em fadiga considerando o corpo de prova falhado quando este apresentou uma trinca superficial de 1,0 mm, e para o critério de vida infinita adoptou 10^7 ciclos.

A curva de vida em fadiga S (tensão) X N (número de ciclos), segundo Sonsino [11] é composta por três regiões bem definidas. A primeira denominada de baixo número de ciclos ($N < 5 \cdot 10^4$ ciclos), onde a parcela plástica da deformação total é sempre maior que a parcela elástica. Para esta região de solicitação o material necessita ter alta ductilidade, o que, em metalurgia do pó só se consegue em ligas especiais obtidas com tecnologia de compactação à quente. Na segunda região, chamada de vida finita ($5 \cdot 10^4 < N < 10^6$) é aquela onde as tensões são mais baixas que o limite de escoamento e mais altas que o limite de fadiga, e a parte elástica da deformação total é maior que a parte plástica. A terceira região de trabalho, ($N > 10^6$ ciclos) denominada de alto número de ciclos é caracterizada pela predominância da parcela elástica na deformação total.

Atualmente os componentes de máquinas fabricados via metalurgia do pó convencional são projetados na base de vida infinita, devido a presença da porosidade e da pouca deformação plástica macroscópica que estes apresentam.

A distribuição estatística da curva de vida em fadiga em suas três regiões, de forma conjunta, é desconhecida. Por isso não é recomendável que uma curva de uma região seja extrapolada para outra.

Devido a dispersão de resultados para uma mesma tensão faz-

se necessária uma análise estatística. Atualmente as indústrias aeronáuticas e automotivas analisam os resultados oriundos de ensaios de fadiga assumindo que a distribuição do logaritmo da vida em fadiga é normalmente distribuída [11].

Na prática, a análise da curva $S \times N$, fica restrita a uma análise linear, assumindo formas como:

$$\log N = A + B (S)$$

$$\log N = A + B (\epsilon)$$

$$\log N = A + B (\log S)$$

$$\log N = A + B (\log \epsilon)$$

onde A e B são constantes que dependem do material, das condições de carregamento, etc. O símbolo ϵ representa a deformação, considerada especialmente em fadiga de baixo número de ciclos.

Em todos estes tipos de curvas considerou-se as variáveis sob controle S ($\log S$) ou ϵ ($\log \epsilon$) como variáveis independentes e portanto, $\log N$ como a variável dependente.

2.6 Análise estatística

Ao estabelecer um determinado valor para a variável sob controle (variável independente), diversos resultados da variável dependente podem ser encontrados, já que o processo de fadiga é afetado pelas condições metalúrgicas das amostras e pelo estado de carregamento, que são aspectos inerentes ao processo. Daí a necessidade de uma análise estatística que permita definir o comportamento das curvas de vida em fadiga para certas condições. Para esta análise é necessário assumir as seguintes condições [75,76] :

- a) - Os valores da variável dependente são independentes entre si
- b) - Os resultados considerados como vida infinita não são considerados na análise

- c) - Os valores de S x N descrevem uma linha reta
- d) - A distribuição Log - Normal descreve a vida em fadiga N
- e) - A variância da distribuição do logaritmo normal é constante.

Sob estas considerações pode-se estabelecer que o comportamento da curva de vida em fadiga segue a seguinte equação:

$$Y = A + B X \quad (1)$$

Considerando que as condições de a) até e) sejam satisfeitas, os valores de A e B da equação (1) podem ser calculados por:

$$\hat{B} = \frac{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X}) (Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^k (X_i - \bar{X})^2} \quad (2)$$

onde \hat{B} representa o valor esperado de B, \bar{X} e \bar{Y} são os valores médios de X e Y, definidos como:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^k X_i}{K} ; \quad \bar{Y} = \frac{\sum_{i=1}^k Y_i}{K} \quad (3)$$

$$X_i = \log S_i ; \quad Y_i = \log N_i \quad (4)$$

sendo K o número total de amostras ou ensaios.

A equação recomendada para estimar a variância, β , da distribuição logaritmica normal assumida é [75]

$$\beta^2 = \frac{\sum_{i=1}^k (Y_i - \hat{Y})^2}{K-2} \quad (5)$$

2.6.1 - Intervalos de confiança dos parâmetros A e B

Inicialmente é necessário que os valores esperados de A e B sejam normalmente distribuídos com os valores de A e B da equação (1), respectivamente, e que também sejam válidas as condições de a) até e). Com todas estas considerações os intervalos de confiança para A e

B podem ser estabelecidos, usando-se a distribuição "t" [75].

Segundo (STP 313), os intervalos de confiança estão dados por:

$$\hat{A} \pm t_p \beta \left[1/K + \bar{X}^2 / \sum_{i=1}^K (X_i - \bar{X})^2 \right]^{0.5} \quad (6)$$

$$\hat{B} \pm t_p \beta \left[\sum_{i=1}^K (X_i - \bar{X})^2 \right]^{-0.5} \quad (7)$$

onde t_p é encontrado da distribuição "t". Obtendo-se com o nível de confiança, associado ao parâmetro desejado. Tal procedimento garante que os valores de A e B estejam dentro do intervalo com determinada certeza.

2.6.2 Faixas de confiança para a curva S x N

Estabelecendo que as condições de a) até e) sejam válidas, estas faixas podem ser calculadas pela equação:

$$\hat{A} + \hat{B}X \pm \sqrt{2F_p} \beta \left[1/K + (X-\bar{X})^2 / \sum_{i=1}^K (X_i - \bar{X})^2 \right]^{0.5} \quad (8)$$

onde F_p da equação (8) é recomendado na STP 313 [75].

2.7 RESUMO

Analisando a literatura nota-se que o percentual de volume poroso é uma característica insuficiente para definir a microestrutura. Parâmetros como forma, tamanho e distribuição dos poros têm sido recomendados por diversos pesquisadores como características adicionais para avaliar a microestrutura. A morfologia do poro associada a uma microestrutura polifásica nos aços sinterizados de alta resistência, aumenta o número de variáveis em estudo dificultando uma melhor compreensão da interação microestrutura - poro. Com a finalidade de contribuir ao entendimento do assunto, o presente trabalho avaliará a

relação poro-microestrutura monofásica no carregamento estático e de fadiga, quantificando o efeito da forma, do tamanho e distribuição dos poros nas propriedades estáticas e de fadiga. Além disso, é feito um estudo fractográfico do processo de fratura bem como uma análise do comportamento dos poros durante o carregamento a fadiga.

CAPITULO 3 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para o presente trabalho foi escolhido o ferro puro sinterizado uma vez que, dada a complexidade natural da análise do efeito da porosidade sobre as propriedades, em função da influência da sua forma, tamanho e distribuição de tamanho, considerou-se conveniente a sinterização de um material monofásico. Além disso, o ferro sinterizado encontra ampla utilização industrial em componentes estruturais. A composição química do pó de ferro é apresentada na tabelal.

Visando variar isoladamente cada um dos parâmetros em estudo - tamanho, distribuição, grau de arredondamento e percentual de volume poroso - produziu-se três grupos de amostras. O primeiro visou avaliar os efeitos de tamanho e distribuição dos poros nas propriedades estáticas e de fadiga para um mesmo percentual de volume poroso, proporcionando valores quantitativos em termos destes efeitos. O segundo teve como objetivo avaliar os efeitos do grau de arredondamento dos poros através da variação de um único parâmetro, o tempo de sinterização. Os tempos testados foram de 20, 60, e 480 minutos. O terceiro grupo quantificou o efeito da diminuição do percentual de volume poroso pela fabricação via dupla compactação.

3.1 FABRICAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova foram fabricados com as dimensões de acordo com as normas ISO 3928 e foram divididos nos seguintes grupos:

TABELA 1 - Composição química do pó de ferro ASC 100.29 no estado de fornecimento do fabricante em % de peso [Hoeganaes].

C	O	N	S	P	Si	Mn	Cr	Cu	Ni
<.01	.09	.001	.009	.005	<.01	.10	.03	.05	.05

Grupo 1 - variação do tamanho e distribuição do tamanho de partícula para um mesmo percentual de volume poroso.

Grupo 2 - variação do tempo de sinterização.

Grupo 3 - variação do processo de compactação/sinterização simples.

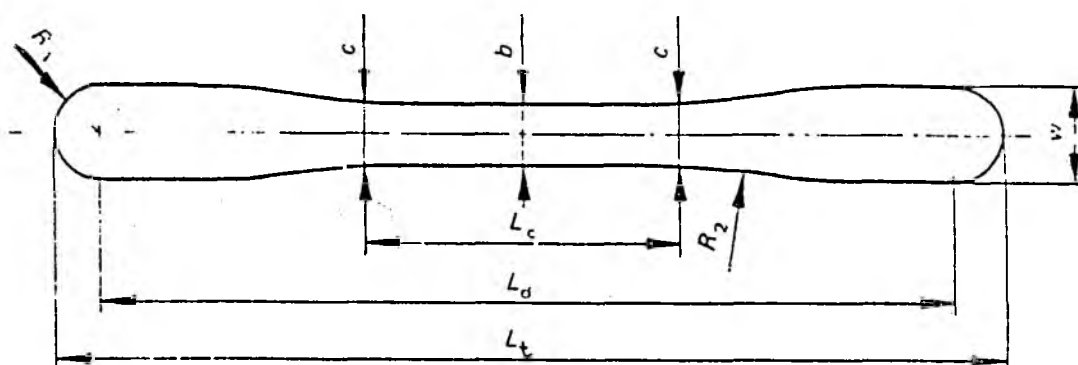
TABELA 2 - Composição em peso(%) do pó de ferro ASC 100.29

Distribuição em tamanho (μm)	Composição em peso (%)
< 45	9,51
< 45, 53 >	14,69
< 53, 63 >	8,86
< 63, 75 >	11,49
< 75, 90 >	13,69
< 90, 125 >	25,34
< 125, 150 >	4,48
< 150, 212 >	11,51
> 212	0,39

A composição em peso do pó de ferro ASC 100.29 foi determinada segundo a norma "Metal Powder Industries Federation 1985, Standart 05" resultando nos valores que podem ser observados na tabela 2.

Na fabricação das amostras do grupo 1, o pó de ferro foi peneirado e separado em quatro tamanhos (T_i) e quatro distribuições de tamanhos de partículas (D_i). As distribuições D_i foram obtidas pela relação diretamente proporcional ao percentual em peso. A tabela 3 apresenta as faixas de tamanhos e distribuições de tamanho de partículas utilizadas que, após a sinterização, resultaram em amostras constituídas por pós com quatro tamanhos e quatro distribuições de tamanho de poros.

Como lubrificante, adicionou-se 0,8% de estearato de zinco através da sua mistura ao pó de ferro durante uma hora, em um misturador em "Y". A compactação das amostras foi realizada numa matriz de dupla ação, com as dimensões mostradas na figura 2. Os corpos de prova tinham alturas entre 5,4 e 6,0mm conforme a norma ISO 3928-1977.



mm.

b	c	L_c	L_d	L_t	w	R_1	R_2
5,70 $\pm 0,02$	$b + 0,25$	32	81,0 $\pm 0,5$	89,7 $\pm 0,5$	8,7 $\pm 0,2$	4,35	25

FIGURA 2 Dimensões da matriz de compactação (ISO 3928 - 77)

TABELA 3 - Distribuições e tamanho das partículas do pó de ferro peneiradas

Variável	Tamanho(T) e Distribuição(D) (μm)
T1	< 45 , 53 >
T2	< 53 , 63 >
T3	< 90, 125 >
T4	< 150 , 212 >
D1	< 63 , 90 >
D2	< 53 , 125 >
D3	< 45 ,150 >
D4	< lote >

Considerando que tanto a compressibilidade do pó como a sinterabilidade dos compactados são função do tamanho de partícula dos pós, foi feita uma série de testes iniciais visando ajustar a pressão de compactação adequada para garantir a obtenção da densidade final, no estado sinterizado, aproximadamente igual em todas as amostras. Foi constatada a necessidade de utilizar-se uma pressão maior nas amostras com maior tamanho de partícula devido a sua menor sinterabilidade. A sinterização foi realizada em atmosfera de hidrogênio pré-purificado a uma temperatura de 1150°C durante 60 minutos. As tabelas 4 e 5 apresentam os parâmetros de processo utilizados na fabricação das amostras do grupo 1.

No grupo 2 prepararam-se corpos de prova com o mesmo tamanho de partícula, selecionando-se para tal a faixa especificada como T3. Os tempos de sinterização foram fixados em 20 minutos (T3(20')), 60 minutos (T3(60')), e 480 minutos (T3(480')). Na tabela 6 pode se observar que as densidades foram afetadas pelo tempo de sinterização e que o aumento de

densidade verificado nas amostras sinterizadas ao longo de 480 minutos não foi significativo quando comparado àquelas sinterizadas por 60 minutos.

No grupo 3, foi usado o pó de ferro conforme fornecido pelo fabricante. A pressão de compactação utilizada foi de 550 MPa, sendo que uma parte dos corpos de prova foram pré-sinterizados à 850°C durante 60 minutos, e em seguida recompactados com a mesma pressão. Todos os corpos deste grupo foram sinterizados à 1150°C durante 60 minutos. As amostras deste grupo que previamente foram pré-sinterizadas e recompactadas e posteriormente sinterizadas denominou-se D4850RS, conforme especificado na tabela 7.

Todas as sinterizações foram realizadas em um forno tubular de alumina de alta pureza em atmosfera de hidrogênio, nas instalações mostradas na figura 4. A retirada do lubrificante foi feita à 550°C em todas as séries em estudo. As velocidades de aquecimento e de resfriamento foram mantidas constantes em todas as sinterizações, conforme a curva apresentada na figura 3. A densidade das amostras foi medida utilizando-se o princípio de Arquimedes.

3.2 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA DAS AMOSTRAS

Para análise metalográfica, foi utilizado um sistema de preenchimento dos poros com resina epóxi, para que sua morfologia fosse mantida durante as etapas de lixamento e polimento. O epóxi foi introduzido nas amostras por efeito do vácuo, e em seguida secado à temperatura ambiente durante 24 horas. A técnica de impregnação consistiu em colocar as amostras em uma câmara à 180 mMPa de vácuo, durante 20 minutos. Este foi o tempo estimado para que todo o ar dos poros interconectados fosse removido. Em seguida os corpos eram

TABELA 4 - Processo de fabricação para as séries T1, T2, T3 e T4.

T1	T2	T3	T4
↓	↓	↓	↓
Mistura	Mistura	Mistura	Mistura
< 45,53 >	< 53,63 >	< 90,125 >	< 150,212 >
↓	↓	↓	↓
Compactação	Compactação	Compactação	Compactação
@ 550 MPa	@ 560 MPa	@ 570 MPa	@ 580 MPa
↓	↓	↓	↓
Sinterização	Sinterização	Sinterização	Sinterização
@ 1150°C	@ 1150°C	@ 1150°C	@ 1150°C
↓	↓	↓	↓
7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³

TABELA 5 - Processo de fabricação para as séries D1, D2, D3 e D4

D1	D2	D3	D4
↓	↓	↓	↓
Mistura	Mistura	Mistura	Mistura
< 63,90 >	< 53,125 >	< 45,150 >	< lote >
↓	↓	↓	↓
Compactação	Compactação	Compactação	Compactação
@ 520 MPa	@ 530 MPa	@ 540 MPa	@ 550 MPa
↓	↓	↓	↓
Sinterização	Sinterização	Sinterização	Sinterização
@ 1150°C	@ 1150°C	@ 1150°C	@ 1150°C
↓	↓	↓	↓
7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³	7,1 g/cm ³

mergulhados na resina que penetrava nos mesmos por efeito do vácuo e da

TABELA 6 - Processo de fabricação para as séries T3(20'), T3(60'),
T3(480')

T3 (20')	T3 (60')	T3 (480')
↓	↓	↓
Mistura	Mistura	Mistura
< 90,125 >	< 90,125 >	< 90,125 >
↓	↓	↓
Compactação	Compactação	Compactação
@ 570 MPa	@ 570 MPa	@ 570 MPa
↓	↓	↓
Sinterização	Sinterização	Sinterização
@ 1150°C	@ 1150°C	@ 1150°C
20'	60'	8 horas
↓	↓	↓
7,0 g/cm ³	7,1 g/cm ³	7,3 g/cm ³

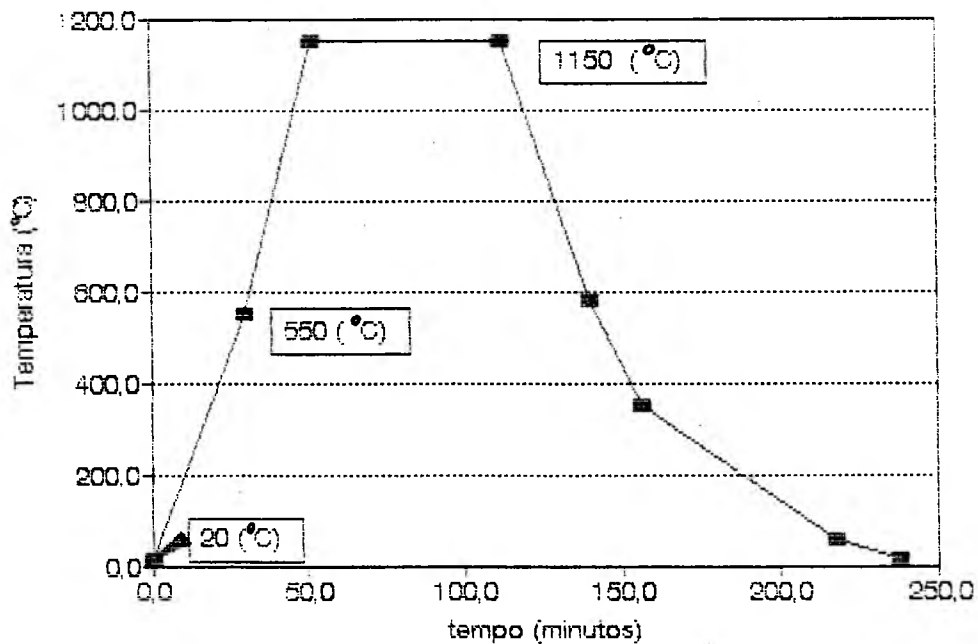


FIGURA 3 Curva de aquecimento e resfriamento na sinterização

TABELA 7 - Processo de fabricação para as séries D4 e D4850RS

D4	D4850RS
↓	↓
Mistura	Mistura
< lote >	< lote >
↓	↓
Compactação	Compactação
@ 550 MPa	@ 550 MPa
↓	↓
Sinterização	Pré - sinterização
@ 1150 °C	@ 850 °C
60'	60'
↓	↓
7,1 g/cm ³	Recompactação a 550 MPa
	↓
	Sinterização a 1150°C
	↓
	7,4 g/cm ³

capilaridade. Após 20 minutos, o sistema era desligado esperando-se 24 horas para que a resina secasse. O sistema de preenchimento utilizado é representado na figura 5.

Após o preenchimento dos poros, os corpos de prova foram preparados para análise metalográfica onde foi utilizado o seguinte procedimento:

1 - Desbaste em lixas de água, revestida de carbeto de silício, na seqüência de granulometrias 240, 320, 400 e 600

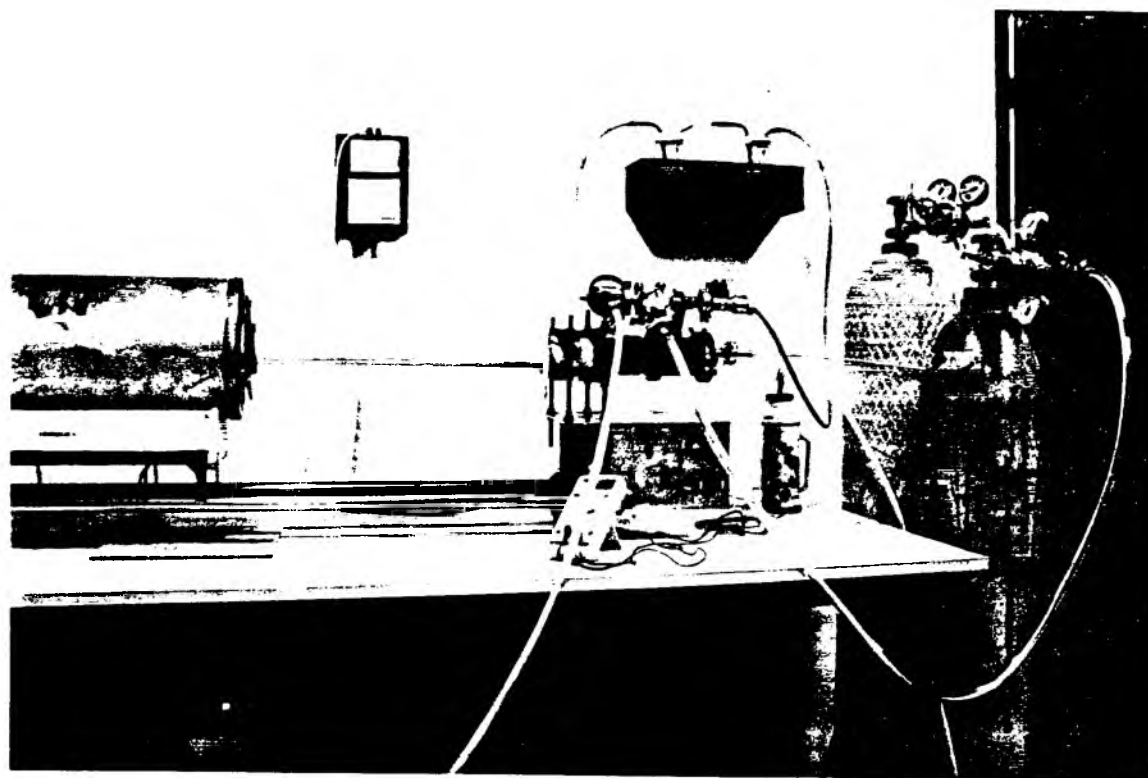


FIGURA 4 Forno de sinterização

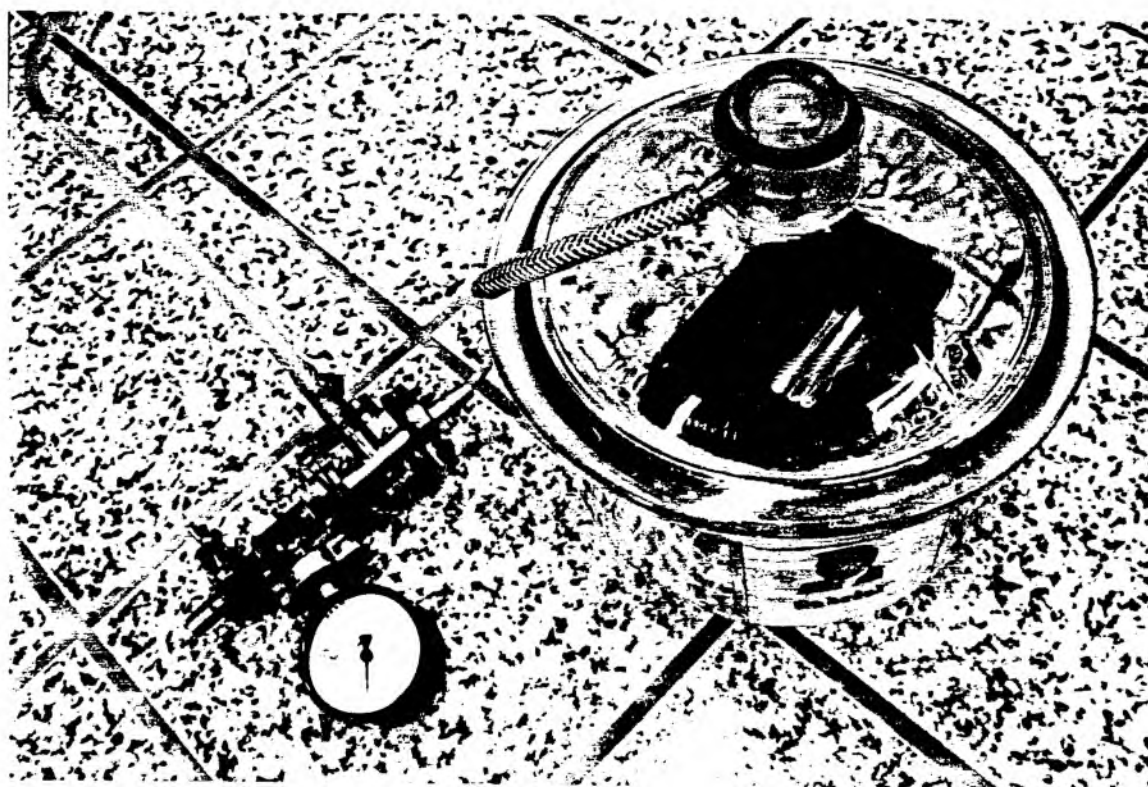


FIGURA 5 Sistema de preenchimento dos poros

- 2 - Polimento durante 10 minutos com pasta de diamante de 6 μm , seguido de limpeza com água destilada;
- 3 - Polimento durante 5 minutos com pasta de diamante de 1 μm , seguido de limpeza com água destilada;
- 4 - Polimento com alumina de 1 μm , durante 5 minutos, seguido de limpeza com água destilada;
- 5 - Polimento de 2 minutos com alumina de 0,3 μm , seguido de limpeza com água destilada e álcool;
- 6 - Ataque com solução de nital 2% em tempos de 10 a 20 segundos.

Após convenientemente preparadas as amostras foram analisadas em microscópio ótico Carl Zeiss - Neophot 30 com luz polarizada, onde pode ser observada uma significativa dispersão de tamanho de poros em todas as amostras.

Para medir a distribuição de frequências das áreas e o grau de arredondamento dos poros de todas as séries em estudo, foi utilizado um analisador de imagens Omnimet II. A frequência foi medida separando-se as áreas de poros em três intervalos, de 0-100, de 100-500, e de 500 a 2000 μm^2 . O grau de arredondamento ou fator de forma do poro foi avaliado usando o parâmetro $S = 4 \Pi A / M^2$, onde M é o perímetro e A área dos poros, conforme proposto por James [54]

A distribuição de frequências por áreas foi avaliada em 12 campos por intervalo de área, obtendo-se um total de 36 campos por amostra, o que representou 14,6 mm^2 da superfície total. Na medição do grau de arredondamento ou fator de forma, avaliou-se 12 campos varrendo-se, portanto, 4,88 mm^2 por amostra.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina Wolpert segundo a norma **ASTM E8-1987**, testando-se em média 6 corpos de prova por série, sendo em total 66 corpos de prova. Calculou-se o limite de resistência, o limite de escoamento e o alongamento total. As superfícies de fratura foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura de marca Jeol.

3.3 TÉCNICA DE ANÁLISE DA SUPERFÍCIE DO CORPO DE PROVA E LEVANTAMENTO DAS CURVAS DE VIDA EM FADIGA

Um dos aspectos fundamentais para o controle da deformação dos poros é a preparação dos corpos de prova que irão ser testados. Este compreende que toda a área crítica sujeita a carregamento esteja convenientemente preparada para posterior análise ao microscópio. Com esta finalidade, foi necessário desenvolver um sistema de polimento que permitisse polimento de toda a superfície do corpo de prova. Foram construídos microdiscos de polimento com diâmetro de 30mm e de forma hiperbolóide, de tal forma que o polimento atingisse a zona crítica.

As curvas de vida em fadiga foram levantadas testando-se as amostras nas máquinas Shenk, de flexão plana, e MTS 810 de carregamento uniaxial. Na Shenk foi levantada a curva de calibração recomendada pelo fabricante, para se ter a relação entre deformação (ou deslocamento do corpo de prova) e momento fletor aplicado. Associando a isto às dimensões geométricas das amostras, pôde-se obter a tensão, desde que esta se encontrasse na zona elástica. Na MTS, o alinhamento foi controlado pelo sistema de fixação com garras auto alinhadas de metal fundente. O controle de carga foi monitorado por um sistema servo eletrônico acoplado a uma célula de carga. Para fixar os corpos de prova, foram projetadas três tipos de garras que, quando acopladas a MTS, pudessem garantir a ausência de escorregamento. Dois, dos dispositivos projetados tiveram que ser descartados porque concentravam tensões na região de fixação dos corpos de prova. O terceiro dispositivo, e definitivo, pode ser visto na figura 6; com este conseguiu-se o alinhamento desejado e a ausência de escorregamento, atingindo-se a concentração das tensões no centro dos corpos de prova. Uma vez superados os problemas de alinhamento, as amostras foram testadas em alto número de ciclos sob controle de tensão segundo a norma **ASTM E466 82**. Durante os ensaios foram levantados dados

como tensão máxima e número de ciclos para atingir a fratura aplicando uma frequência de ensaio de 25 Hz e relação de tensões $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max} = -1$. As superfícies topográficas das fraturas, também foram estudadas para completar a análise das curvas de vida. As curvas de vida em fadiga foram levantadas segundo o critério de fratura que usou Rodzinak [64], que considera o corpo fraturado quando a trinca superficial atinge 1mm. E o critério de vida infinita foi estimado segundo Sonsino [11] que avalio a vida infinita em $2 \cdot 10^6$ ciclos. No levantamento das curvas de vida em fadiga foram testados sete níveis de amplitude de tensões para cada variável usando-se sete corpos de prova por cada nível de amplitude de tensão. Foram levantadas doze curvas de vida em fadiga, fazendo um total de 588 corpos de prova testados.

Com a finalidade de monitorar a deformação dos poros, até atingir o tamanho da trinca de 1 mm, os ensaios de fadiga foram interrompidos periodicamente a fim de tirar-se uma réplica metalográfica dos mesmos. Para cada interrupção foi examinada toda a superfície central do corpo de prova.

A determinação do tamanho médio dos poros e dos grãos foi obtida com auxílio de um banco metalográfico do tipo Neophot 30, segundo a norma **ASTM E 112** e usando o método planimétrico. Os valores encontrados foram posteriormente corrigidos pelo fator 0,79, devido a correção estereográfica [77].



FIGURA 6 Dispositivo de sujeição dos corpos de prova para a MTS.

CAPÍTULO 4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÕES

Após a fabricação dos corpos de prova e realização dos testes, foi obtida uma série de dados qualitativos e quantitativos que permitiram analisar em detalhes o comportamento dos poros por ação do carregamento. Os dados experimentais obtidos de cada um dos grupos em estudo, foram avaliados a partir de: análise metalográfica, propriedades estáticas, curvas de vida em fadiga, comportamento dos poros em fadiga e análise de fratura. É feita uma proposta qualitativa do comportamento dos poros no carregamento a fadiga.

4.1 ANÁLISE METALGRÁFICA

A fim de caracterizar a forma e o tamanho dos poros, bem como o tamanho dos grãos em função das faixas de granulometria usadas, procedeu-se a uma série de medidas através de metalografia quantitativa. As séries Ti representam amostras onde tinha-se uma estreita faixa de tamanho de partícula, aproximando-se da melhor maneira possível de um tamanho de unico partícula, enquanto que o oposto ocorre nas séries Di.

A tabela 8 apresenta os tamanhos médios dos poros para cada uma das séries do grupo I. Os tamanhos de poro das séries T1 e T2 estão de acordo com as observações feitas por Lenel [78] e Thümmel [79]. Segundo estes autores, a maior energia livre associada às áreas das partículas pequenas e a menor distância entre elas após a compactação, é responsável pelo menor tamanho dos poros. A redução no tamanho de

partícula leva a um aumento da cinética de sinterização devido à maior contribuição da difusão superficial como mecanismo de transporte de matéria no estágio inicial de sinterização, bem como à possibilidade de diminuição das distâncias de difusão. As séries T3 e T4, por ter um tamanho de partícula bem maior, não recomendado na metalurgia do pó ferrosa, apresentam tamanho de poro médio de 69,37 e 75,60 μm respcti-

TABELA 8 - Tamanho médio dos poros e porosidade para as variáveis do grupo 1

Variável	Tamanho de poro médio (μm)	desvio padrão	Porosidade (%)
T1	20,18	16,03	8,9
T2	21,01	17,37	8,9
T3	69,37	43,17	8,9
T4	75,60	50,12	8,9
D1	43,0	29,59	8,9
D2	45,14	32,02	8,9
D3	43,70	32,62	8,9
D4	37,52	23,10	8,9

vamente. Nas quatro primeiras séries nota-se que a relação entre tamanho de partícula e tamanho de poro médio, está em torno de 2 a 3. Os desvios padrões das séries T3 e T4 são elevados. Contatou-se que, devido a forma irregular das partículas de ferro, houve retenção de partículas de menor tamanho durante o peneiramento. Partículas de menor tamanho também são resultado da quebra das bordas de partículas maiores durante o processo

de mistura. Como resultado, observou-se poros pequenos e grandes distribuídos aleatoriamente na matriz, o que está de acordo com as observações feitas por Peterson [80,81]. A figura 7, apresenta o tamanho e forma dos poros das séries T1, T2, T3 e T4. As séries T1 e T2 não apresentam uma diferença significativa quanto ao tamanho dos poros devido ao tamanho de partícula médio usado. Este fato é corroborado pelos dados contidos na tabela 8.

Pode-se observar que nas séries T3 e T4 de maiores tamanhos de partículas, os poros além de grandes, apresentam forma bastante irregular. Como consequência, concentram maiores tensões, debilitando o material durante o carregamento. Note-se, ainda, a tendência generalizada de menor distância entre seus poros.

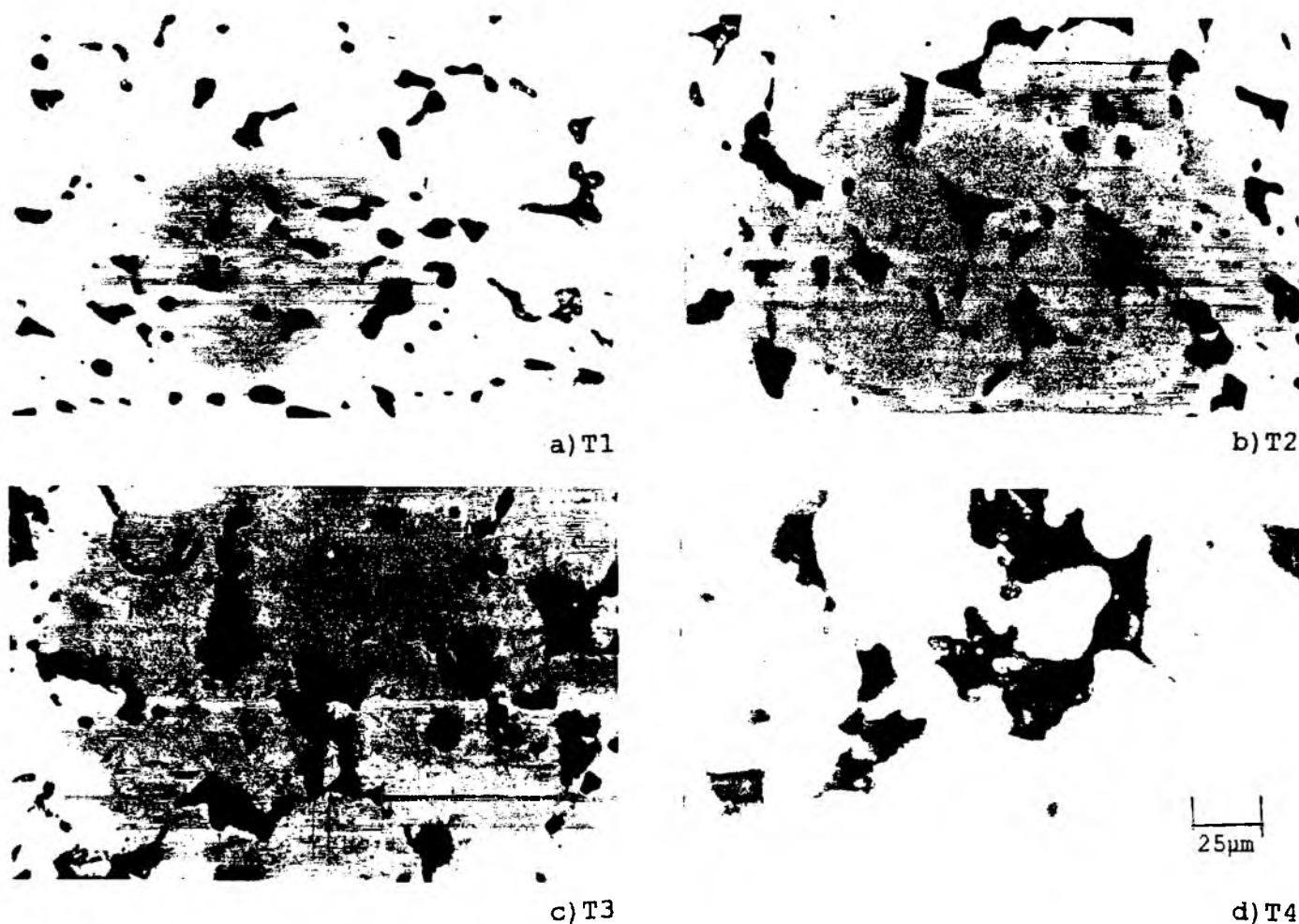


FIGURA 7 Tamanho e forma dos poros das séries a) T1, b) T2, c) T3 e d) T4

A figura 8 apresenta as micrografias das séries D1, D2, D3 e D4, nas quais verifica-se que o tamanho médio dos poros é aproximadamente idêntico. Isto se deve a presença de partículas pequenas em uma proporção similar à de partículas maiores, o que contribui para um melhor arranjo do material após a mistura. Por exemplo a distri-

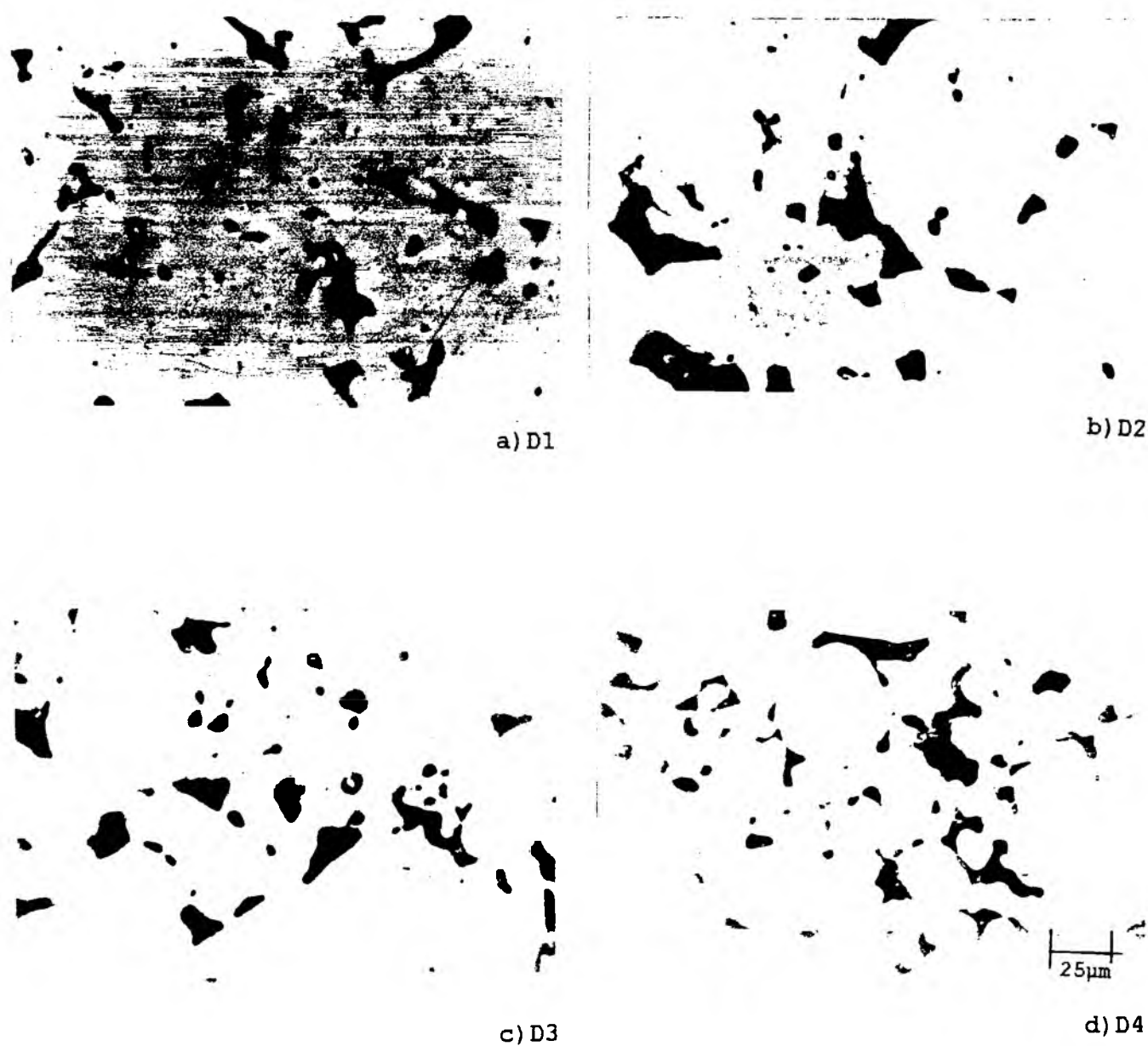


FIGURA 8 Tamanho e forma dos poros das séries a) D1, b) D2, c) D3 e d) D4

buição de tamanho de partícula da variável D2 contém a faixa D1, incluindo uma faixa maior e, como efeito compensatório, outra faixa menor, que D1, de maneira a melhorar o rearranjo de partículas do compactado, pelo preenchimento dos espaços vazios originados pelas partículas maiores. A distribuição de partículas das séries D3 e D4 é similar.

O tamanho de grão médio das partículas da série T1 foi de 55,03 μm com desvio padrão de 22,84; tamanho idêntico de grão, observou-se para as partículas da série T4. Por outro lado, a série T4 apresentou, em média 9 grãos por partícula e a série T1 2,7. Este fato ficou caracterizado após a medida dos tamanhos de grão das partículas antes de qualquer processamento. Observe-se que a carga aplicada na compactação das séries T4 e T3 foi superior àquela usada nas séries T1 e T2; este procedimento visou manter o mesmo percentual de volume poroso após a sinterização. Como resultado, houve maior deformação plástica nos grãos das séries T4 e T3, originando, durante a sinterização, sua recristalização e crescimento. Note-se que as séries de maior tamanho de partícula apresentaram maior tamanho de poros residuais bem como maior tamanho de grão [82,83].

Os tamanhos de grão das séries Di e Ti são apresentados na figura 9 e tabela 9. Pode-se verificar que as séries Di possuem tamanhos similares, devido à distribuição dos tamanhos de partículas do pó de ferro. Note-se que a distribuição em faixas de tamanho de partículas (Di), como as estudadas no presente trabalho, leva a obtenção de tamanho de poro médio bem como tamanho de grão médio similares para cada caso.

TABELA 9 - Tamanho de grão das séries do grupo 1

Variavel	Tamanho de grão médio (um)	Desvio padrão	Porosidade (%)
T1	45,97	21,79	8,9
T2	45,72	15,25	8,9
T3	55,14	24,10	8,9
T4	71,14	25,39	8,9
D1	49,73	14,36	8,9
D2	51,00	12,9	8,9
D3	51,16	14,02	8,9
D4	54,05	10,93	8,9



a) T1



b) T2

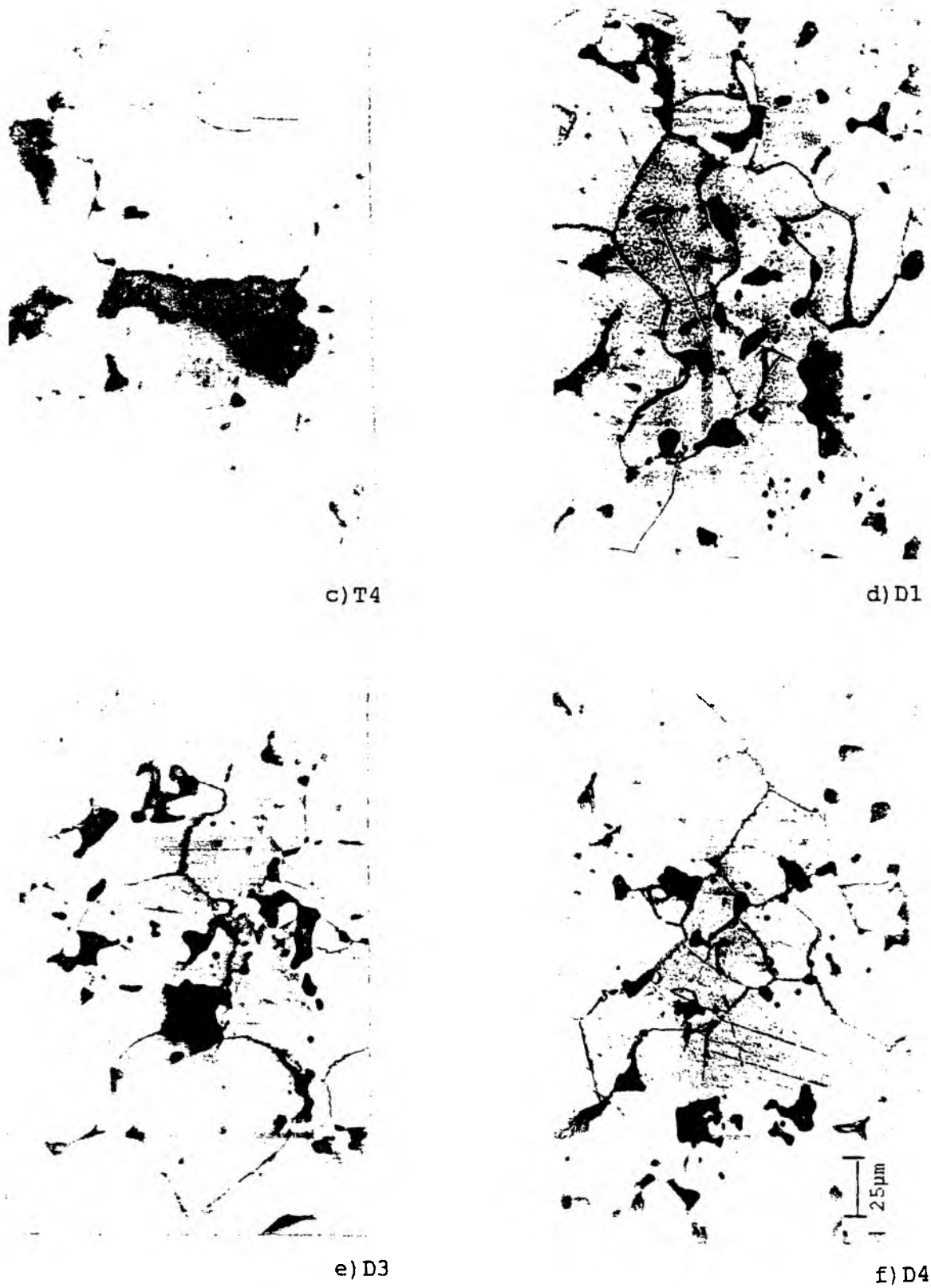


FIGURA 9 Micrográfias evidenciando os tamanhos de grão das séries a)T1, b)T2, c)T4, d)D1, e)D3 e f)D4

O grupo 2, no qual variou-se o tempo de sinterização em 20, 60 e 480 minutos, apresentou os tamanhos médio de poros mostrados na tabela 10.

TABELA 10 - Tamanho médio dos poros das séries do grupo 2

Variável	Tamanho de poro médio (μm)	Desvio padrão	Densidade (g/cm^3)
T3(20')	122,64	54,63	7,0
T3(60')	69,37	43,17	7,1
T3(480')	54,19	40,17	7,3

A sinterização sem fase líquida apresenta, no último estágio, mecanismos de sinterização que não levam a uma densificação significativa, mas que contribuem para que os poros atinjam seu menor estado de energia livre, ou seja, cada vez tornem-se mais esféricos [78]. A tabela 10, mostra a variação da densidade do material sinterizado em função do tempo de sinterização. Observa-se que, apesar da maior densidade após 480 minutos de sinterização, (T3(480')), o ganho foi pequeno por unidade de tempo de sinterização em relação ao ganho obtido entre a série sinterizada em 20', (T3(20')), e a série sinterizada em 60', (T3(60')). A série T3(20') apresenta níveis de densidade inferiores as outras séries como consequência do reduzido tempo de sinterização, apresentando tamanho médio de poros de 122,64 μm , o que é excessivo, para fins estruturais. Comparando com o sinterizado em 60'(T3), o tamanho médio do poro foi reduzido a 69,37 μm , caracterizando que tempos maiores de 20' são necessários para diminuir o tamanho médio do poro. O tamanho médio de poro para a série

sinterizada durante 480 minutos foi de $54,19 \mu\text{m}$, que quando comparado ao obtido na série sinterizada em 60', evidencia que tempos longos de sinterização não são decisivos na densificação, e que a relação custo-benefício limita o tempo de sinterização em patamares de 60', para este tamanho de partícula usado. Na figura 10 mostra-se as micrografias das séries do grupo 2, note-se que as séries T3(20') e T3(480'), apresentam notável diferença quanto à morfologia do poro, sendo que, na primeira, o formato é mais irregular. Aumentando-se o tempo de sinterização verifica-se um crescente arredondamento dos poros.

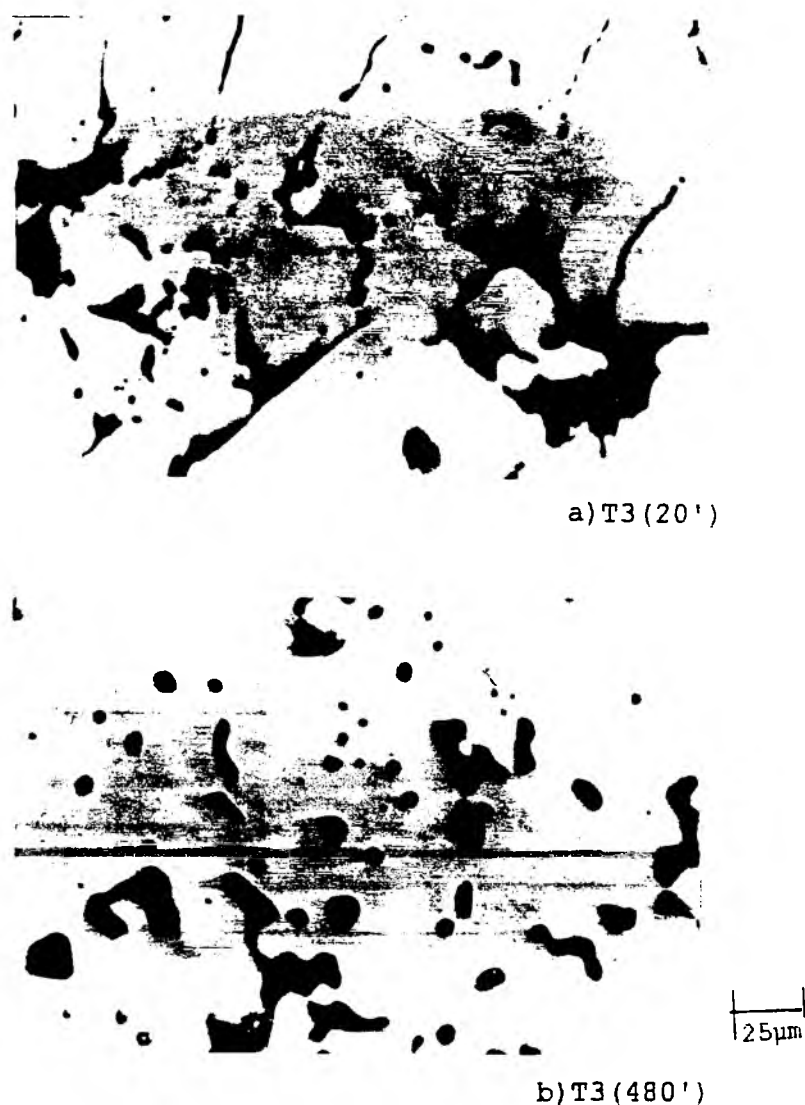


FIGURA 10 Tamanho e forma dos poros das séries a) T3(20') e b) T3(480')

O tamanho de grão destas séries é apresentado na tabela 11 e figura 11. Note-se que não há diferença significativa deste parâmetro nas séries sinterizadas em 20 e 60 Minutos. Observa-se um ligeiro crescimento de grão na série sinterizada durante 480 minutos, o que mostra que os mecanismos de sinterização em tempos longos agem preferencialmente no arredondamento dos poros.

Tabela 11 - Tamanho médio de grão das séries do grupo 2

Variável	Tamanho de grão médio (um)	Desvio padrão	Porosidade(%)
T3 (20')	56,96	15,11	10,2
T3 (60')	55,14	24,10	8,9
T3 (480')	61,24	12,32	6,4



a) T3 (20')



b) T3 (480')

FIGURA 11 Tamanho de grão das séries a) T3 (20') e b) T3 (480')

No grupo 3 modificou-se o processo de fabricação via compactação/sinterização simples, adicionando duas etapas: uma pré-sinterização e uma segunda compactação. A realização desta segunda compactação no ciclo de produção pode ser usada em todos os componentes nos quais a densidade é de vital importância. O uso de uma segunda compactação deve-se: a limitação tecnológica que impede a aplicação de altas pressões de compactação no processo convencional, já que o elevado desgaste reduz a vida da matriz; - a compressibilidade do pó de ferro que atinge um patamar, evidenciando que a densidade a verde atingiu seu máximo valor; - ao volume do lubrificante ocupado no compactado a verde que também impede um maior ganho na densidade a verde [84].

O restabelecimento da capacidade de deformação plástica após a primeira compactação somente pode ser obtido através de um aquecimento suficiente para que se atinja a temperatura de recristalização do material (pré-sinterização). Com este aquecimento, o encruamento e as tensões internas são removidas e o material readquire sua capacidade de deformar-se plasticamente, estando, portanto, em condições de sofrer uma maior densificação. Após a segunda compactação é feita a sinterização propriamente dita, objetivando-se altos níveis de propriedades estáticas e de fadiga. Na figura 12 são apresentadas as porosidades das séries compactada e pré-sinterizada à 850°C, denotado por D4850, compactada, pré-sinterizado e recompactada denotado por D4850R, e a compactada pré-sinterizada, recompactada e sinterizada, denotado por D4850RS. Note-se interconexão total dos poros na série D4850 (figura 12a)). Já para a série D4850R, os poros são reduzidos, tanto em tamanho como em percentual, evidenciando formato poligonal como o apresentado na figura 12b). Após a sinterização propriamente dita(série D4850RS), os poros tornam-se arredondados por efeito da temperatura e do tempo de sinterização, conforme pode ser visto na figura 12c).



a) D4850



b) D4850R



c) D4850RS

FIGURA 12 Micrográfias das porosidades para as séries a) D4850 b) D4850R e c) D4850RS

A série D4850RS apresenta uma diminuição em torno de 46% no tamanho médio do poro e uma redução de 3,8% no percentual de volume poroso em relação ao fabricado por pressão/sinterização simples, conforme mostra a tabela 12

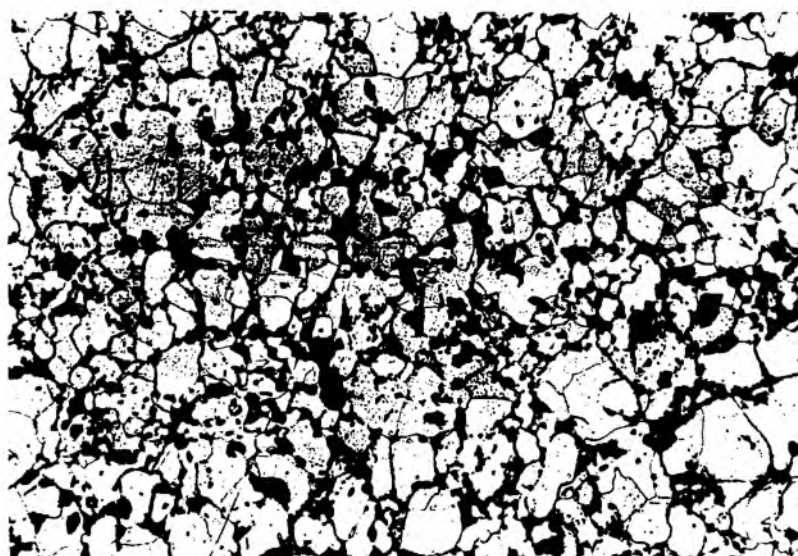
TABELA 12 - Tamanho médio dos poros das séries D4 e D4850RS

Variável	Tamanho de poro médio (um)	Desvio padrão	Porosidade (%)
D4	37,5	23,10	8,9
D4850RS	17,39	11,82	5,1

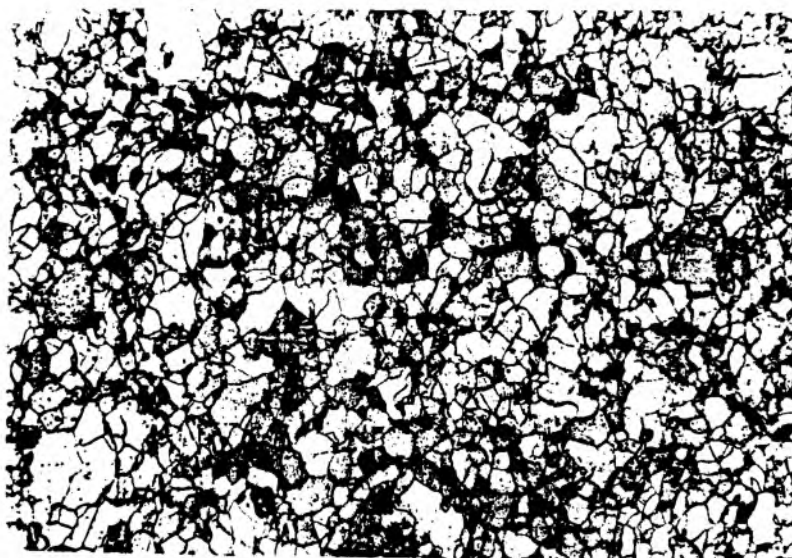
As amostras fabricadas via dupla compactação apresentam tamanho médio de grão da ordem de 68,18 μ m como consequência da recristalização e crescimento dos grãos durante a sinterização. A tabela 13 ilustra o fato. A figura 13 apresenta micrografias que evidenciam as diferenças observadas nas microestruturas das séries em análise. Note-se o tamanho médio dos grãos e a interconexão de poros na série pré-sinterizada (figura 13a). Já para a série D4850RS verificam-se o isolamento e arredondamento dos poros, notando-se, inclusive a presença de poros em maior quantidade no interior dos grãos (figura 13 c)).

TABELA 13 - Tamanho de grão das séries D4 e D4850RS

Variável	Tamanho de grão médio (um)	Desvio padrão	Porosidade (%)
D4	54,05	10,93	8,9
D4850RS	68,18	14,96	5,1



a) D4850



b) D4850R



c) D4850RS

FIGURA 13 Tamanho de grão das séries a) D4850, b) D4850R e c) D4850RS

4.2 ANÁLISE DAS ÁREAS DOS POROS

As áreas dos poros foram medidas usando-se um analisador de imagens. Foi realizada uma varredura de todas as superfícies a fim de se determinar entre que limites encontravam-se estas áreas. Obteve-se valores desde $4,3\mu\text{m}^2$ até $2.100\mu\text{m}^2$. Após a medição, as áreas foram separadas nos seguintes intervalos: de 0 - 100; de 100 - 500; de 500 - $2000\mu\text{m}^2$.

No grupo 1, de mesmo percentual de volume poroso, mediu-se as áreas T1, tal como é mostrado na figura 14. As séries T1 e T2 apresentam freqüências de poros com áreas menores que $100\mu\text{m}^2$ da ordem de 83,6% e 81,89%, respectivamente. As séries T3 e T4 apresentam, para este mesmo intervalo de área, freqüências da ordem de 69,90% e 67,50%, mostrando que há predominância de poros pequenos nas séries T1 e T2 o que é um efeito benéfico do ponto de vista de propriedades mecânicas. No entanto, as séries T3 e T4 apresentam freqüências de poros, no intervalo de 100 à $500\mu\text{m}^2$, de 21,15% e 23,84% superiores às freqüências de T1 e T2 que são de 17,88% e 17,40%, respectivamente. Nota-se que este aumento relativo das séries T3 e T4, traduzido no comportamento mecânico, indica a maior freqüência de poros com tendência a concentrar as maiores tensões; as áreas compreendidas entre 500 e $2000\mu\text{m}^2$ representam poros com características críticas, do ponto de vista de suportar o carregamento. As séries T3 e T4 foram as que apresentaram maiores freqüências, da ordem de 6,37% e 6,51% respectivamente. Neste mesmo intervalo de área, as freqüências das séries T1 e T2 atingem 0,92% e 0,96%, respectivamente, o que é um efeito benéfico, já que são poucos os pontos críticos concentradores de grandes tensões. Como pode-se notar, as séries T1 e T2 apresentam as maiores freqüências de poros menores de $100\mu\text{m}^2$ e ligeiros traços de poros com áreas compreendidas entre 500 e $2000\mu\text{m}^2$. O ideal seria que não existissem poros nos intervalos de 100 a $2000\mu\text{m}^2$, permitindo assim que o carregamento se

distribuisse mais uniformemente nos poros.

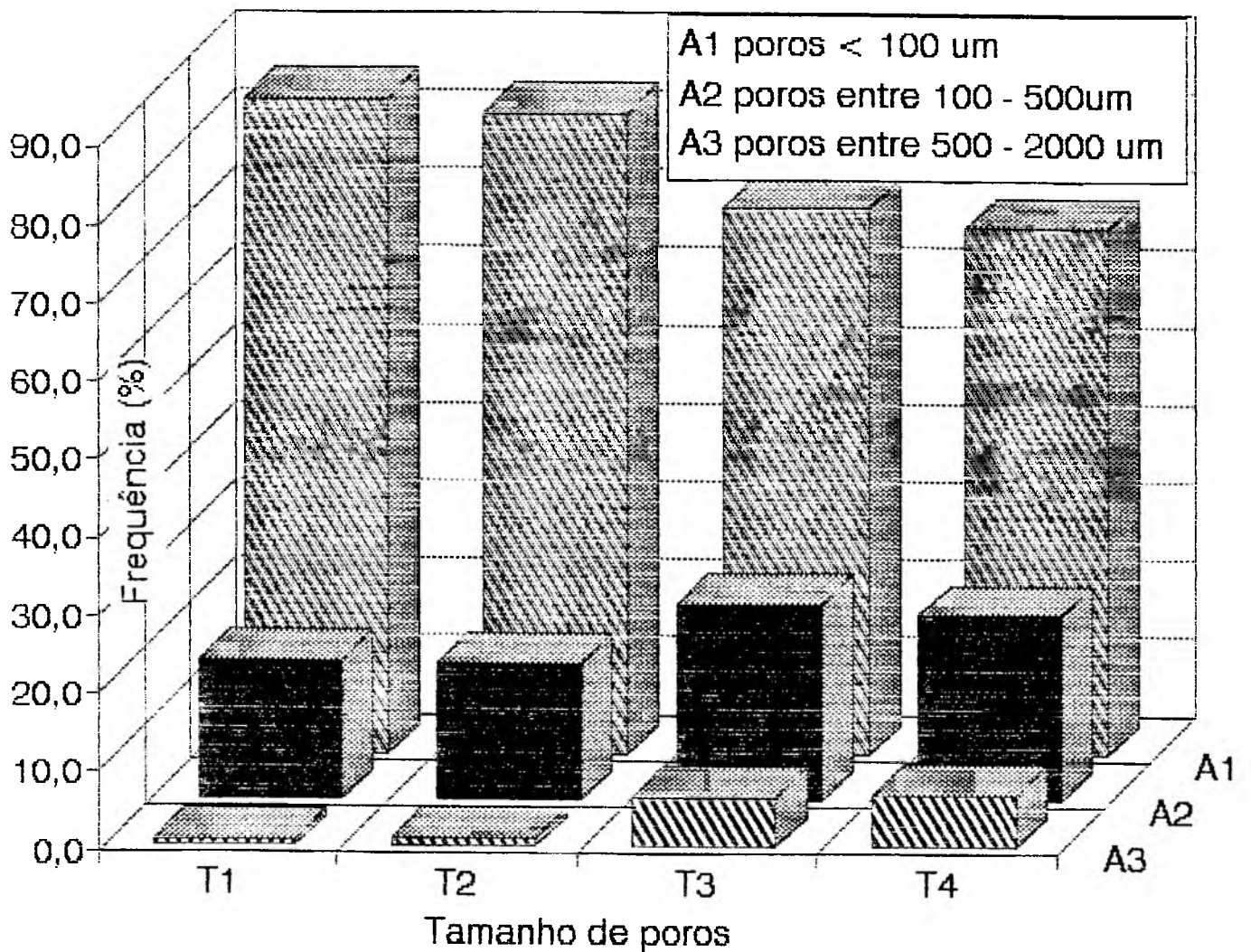


FIGURA 14 Distribuição de frequências em função das áreas dos poros das séries T1, T2, T3 e T4

Na figura 15, mostra-se a frequência de poros das séries D1, D2, D3 e D4. As distribuições de frequências são similares, notando-se uma pequena diferença na série D4. Esta série tem 78,96% de poros menores que $100 \mu^2$. Comparada à série D1, que possui 70,74% de poros neste intervalo de área, verifica-se uma ligeira diferença devido ao co-

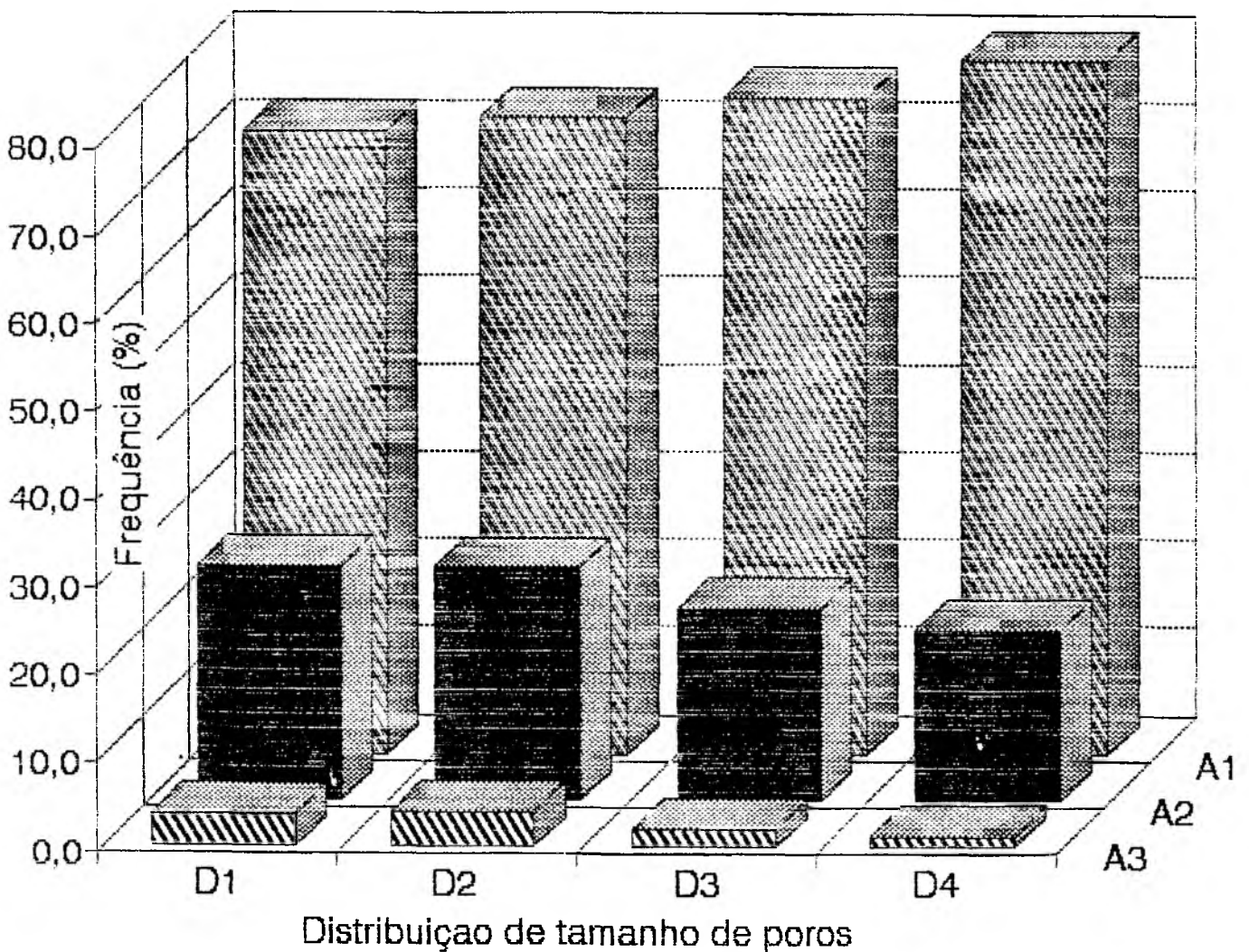
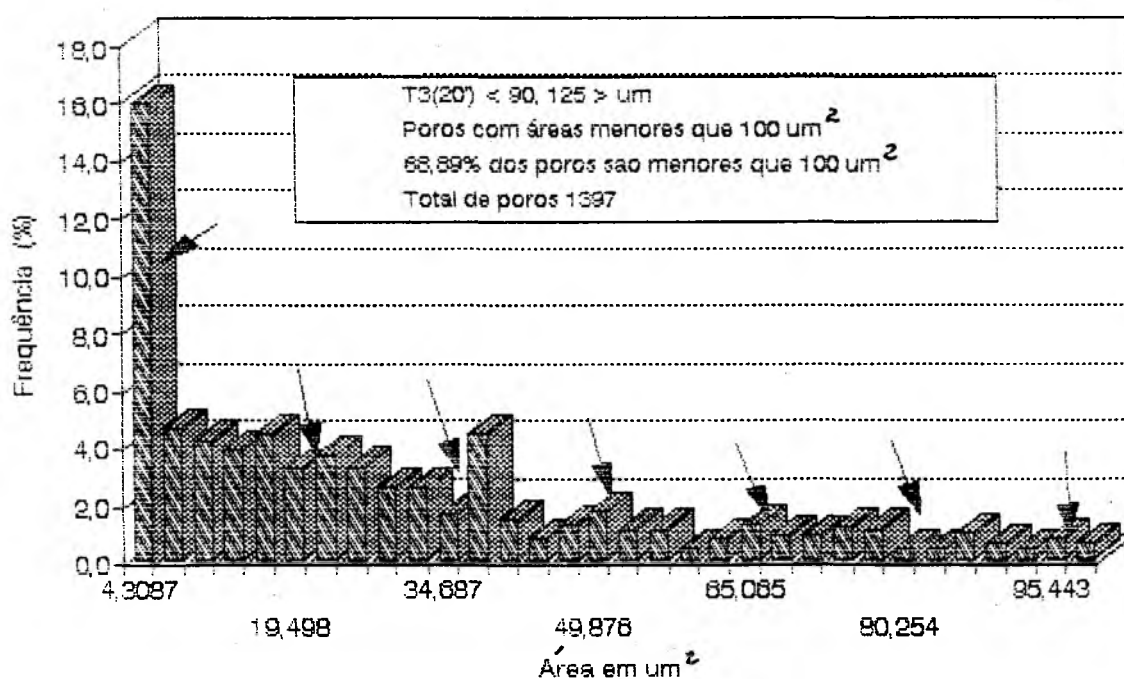


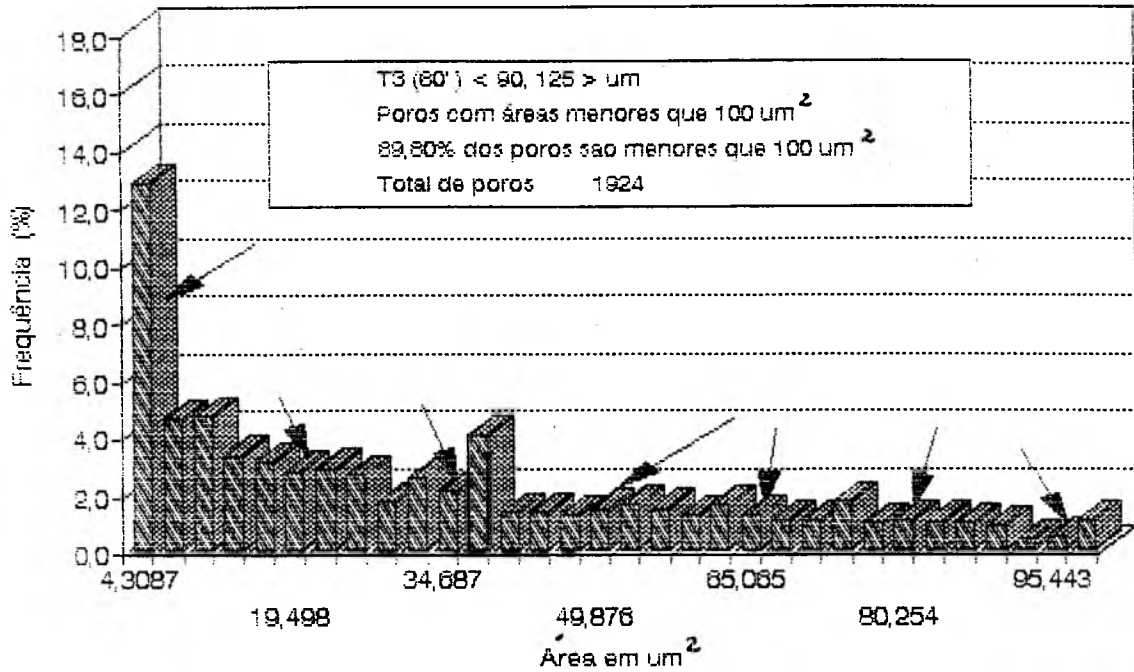
FIGURA 15 Distribuição de frequência em função das áreas dos poros das séries D1, D2, D3 e D4

nteúdo da faixa de partículas do pó de ferro. A série D4 contém partículas menores de $45 \mu\text{m}$, as quais, durante o processo de mistura, ocupam espaços vazios entre as partículas de tamanho maior, melhorando com isto o empacotamento e apresentando melhor distribuição de poros como consequência. No intervalo de área de 500 a $2000 \mu\text{m}^2$ a série D4 apresenta freqüências da ordem de $1,24\%$ em comparação a série D1 com freqüência de $3,51\%$ evidenciando assim que a série D4 apresenta um menor número de poros considerados críticos.

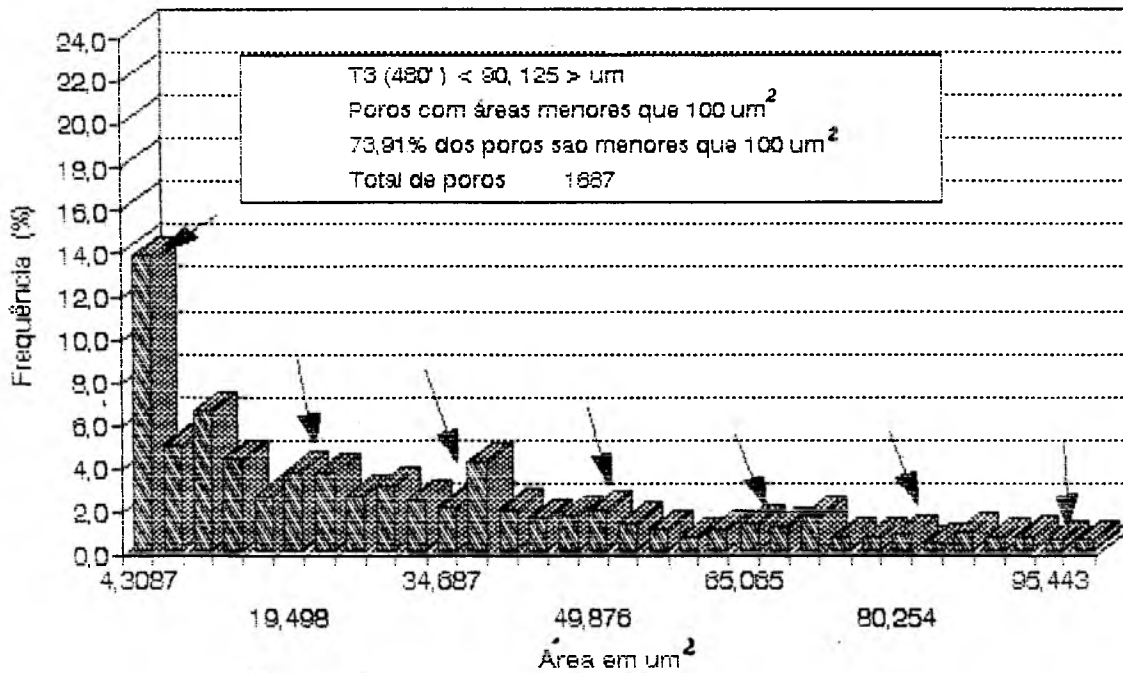
Também foram avaliadas as áreas dos poros das séries que resultaram da variação da temperatura de sinterização (grupo 2). Na figura 16 é apresentada a freqüência de poros para intervalos de área menor que $100 \mu\text{m}^2$, notando-se uma maior freqüência de poros neste intervalo de área para a série sinterizada 480 minutos, atingindo valores de $73,91\%$. Na realidade este aumento de freqüência nesta série, comparada aquela sinterizada por 20 minutos (T3(20')), não é significativo.



a) T3(20')



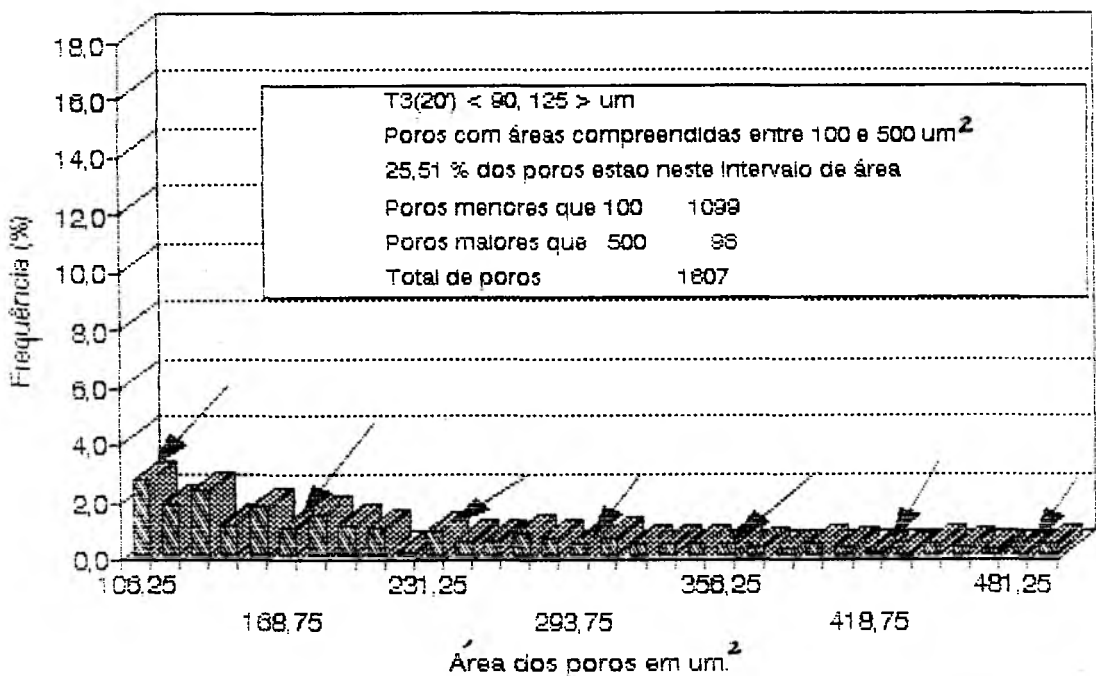
b) T3 (60')



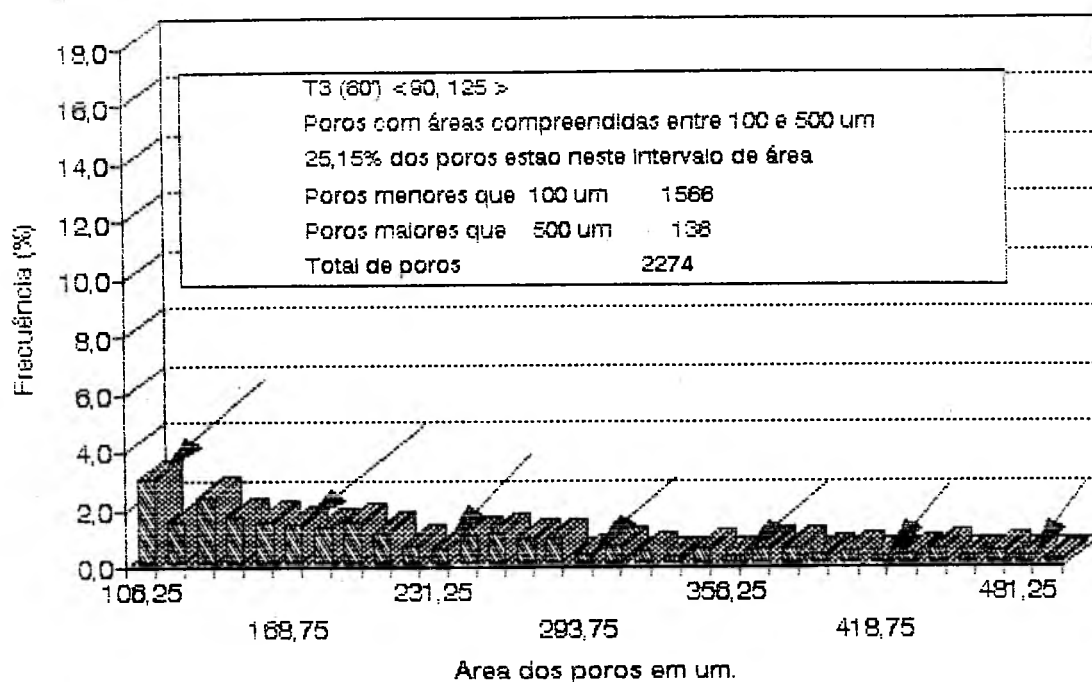
c) T3 (480')

FIGURA 16 Distribuição de frequência dos poros para o grupo 2 no intervalo de área menor de 100 μm^2 nas séries a) T3(20'), b) T3(60') e c) T3(480')

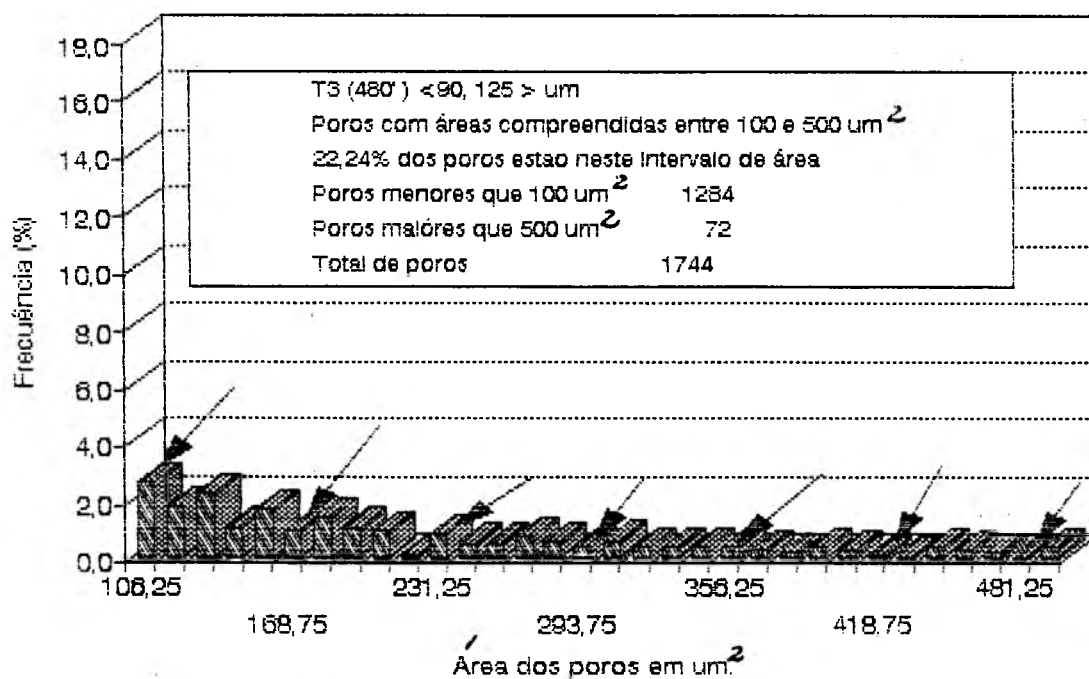
Na figura 17 as séries estão avaliadas para o intervalo de área de 100 a 500 μm^2 . As séries sinterizadas 60 minutos (T3) e aquelas sinterizadas 480 minutos não apresentam uma diferença significativa, notando-se que o aumento do tempo de sinterização foi gasto na melhora do grau de arredondamento dos poros e não na densificação do material.



a) T3 (20')



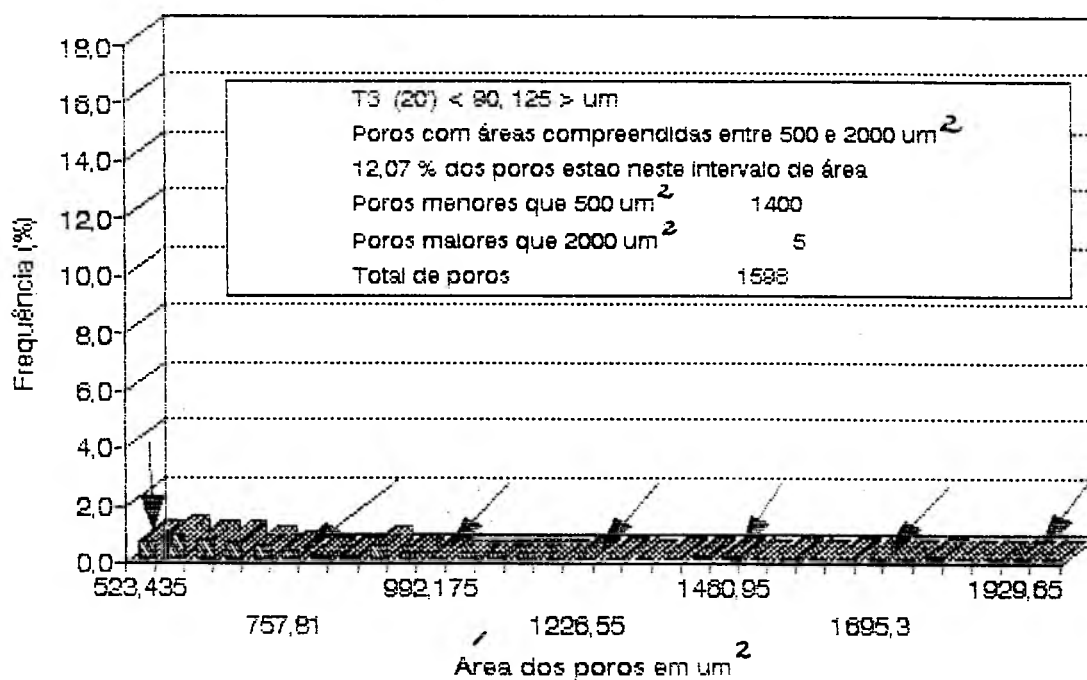
b) T3 (60')



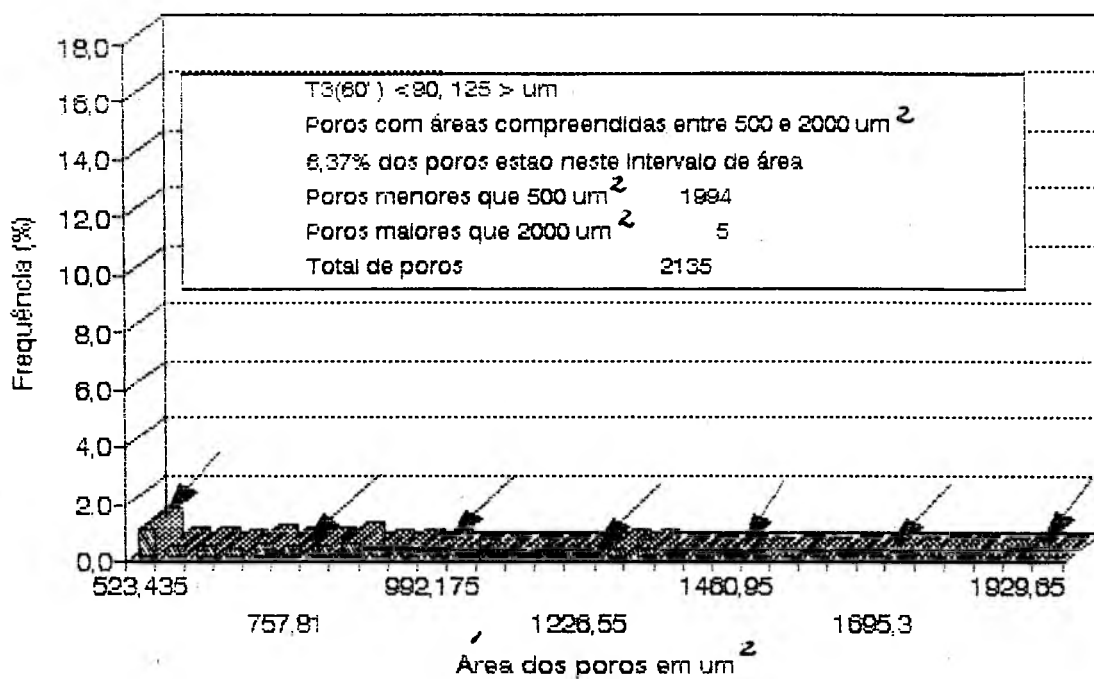
c) T3 (480')

FIGURA 17 Distribuição de frequência dos poros no intervalo de área de 100 à 500 um² das séries a) T3 (20'), b) T3 (60') e c) T3 (480').

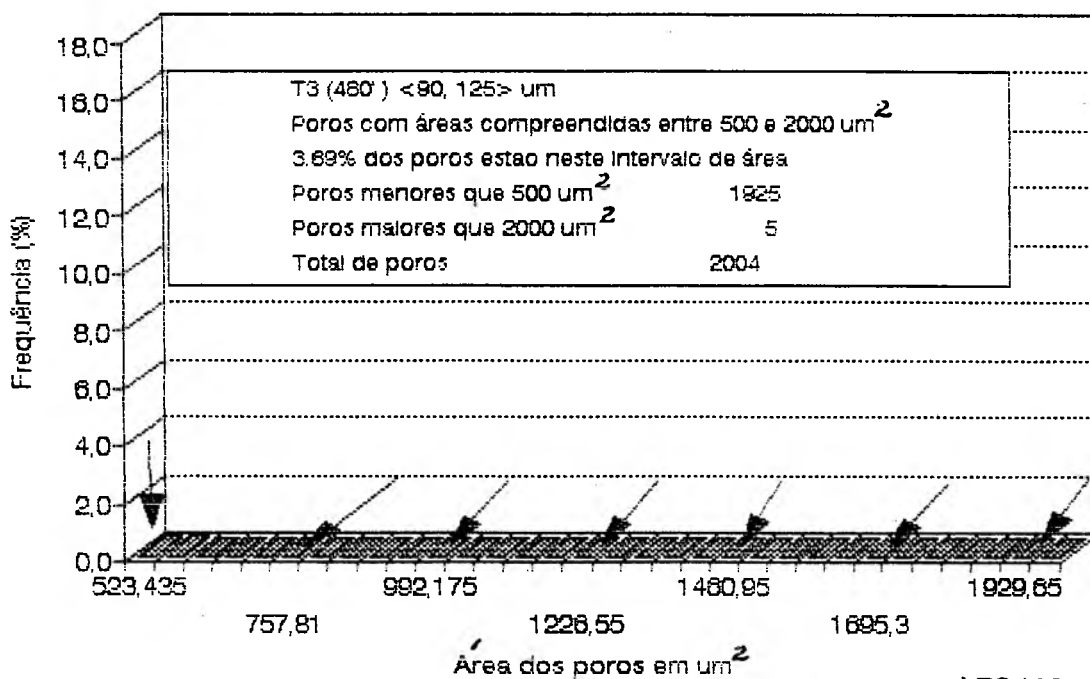
Na figura 18 apresenta-se a distribuição das áreas dos poros no intervalo de 500 a 2000 μm^2 , isto é, poros com área considerada como crítica para as condições de carregamento. Como era de se esperar a série sinterizada 20 minutos, devido ao menor tempo de sinterização, apresenta frequências da ordem de 12,07%, o que a torna crítica.



a) T3 (20')



b) T3 (60')

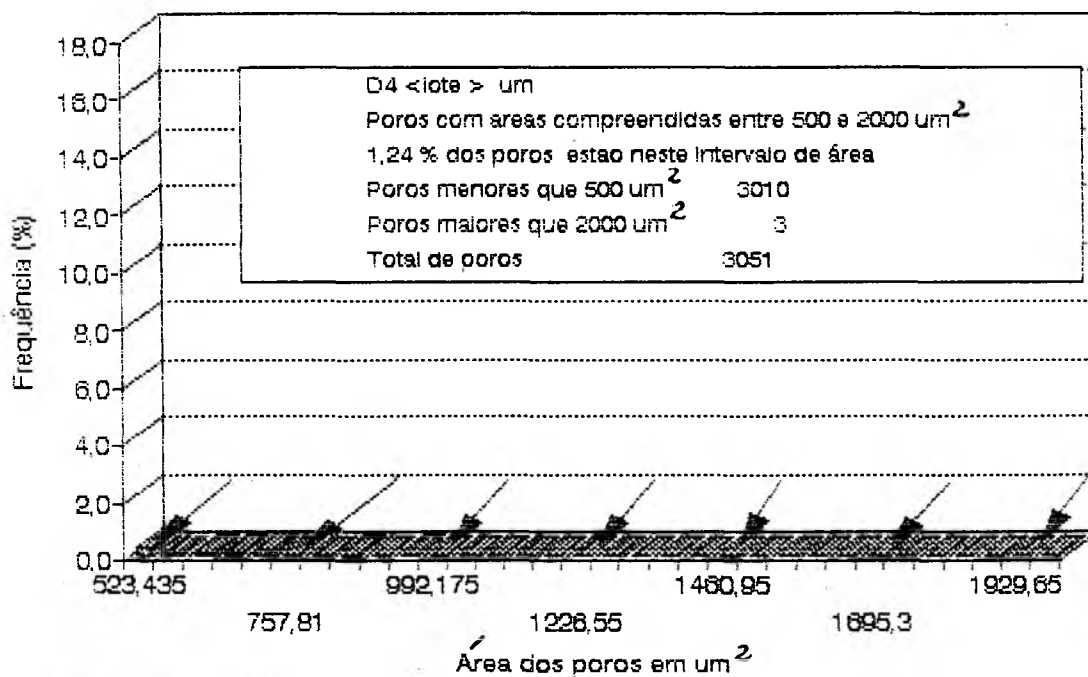


c) T3 (480')

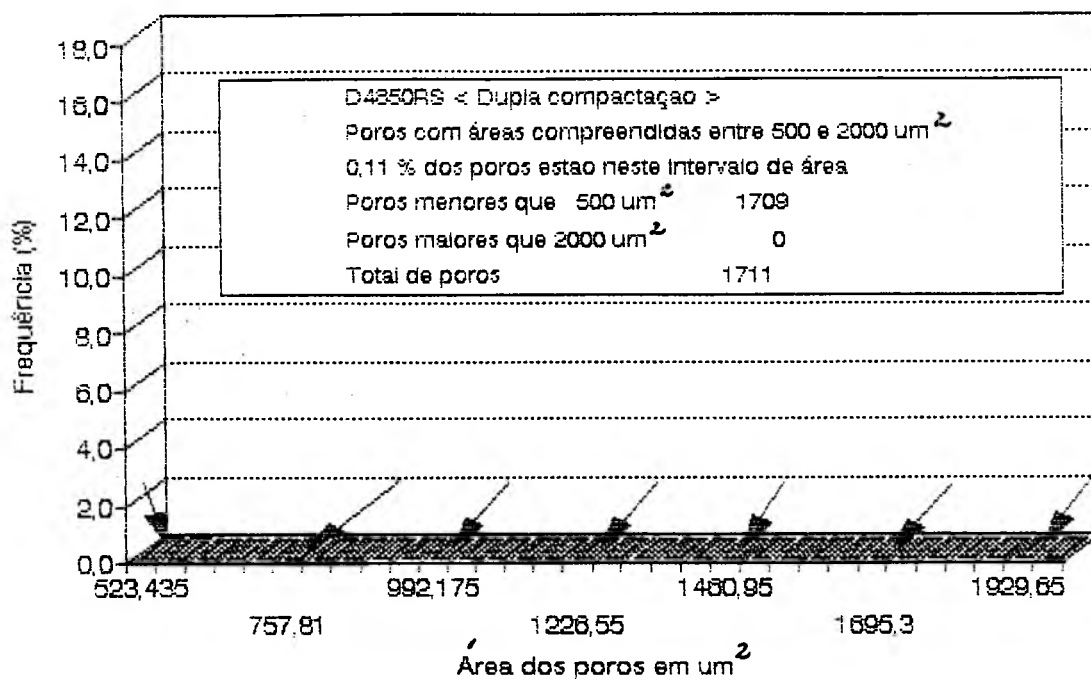
FIGURA 18 Distribuição de frequências das áreas nas séries a) T3(20') b) T3(60') c) T3(480') no intervalo de 500 à 2000 um².

Para o grupo 3, avaliou-se a distribuição de frequência das áreas dos poros das séries D4 e D4850RS. Nas figuras 19 e 20 são

apresentadas a distribuição de freqüência das áreas dos poros nos intervalos de área de 100 a 500 e de 500 até 2000 μm^2 , respectivamente. Nota-se uma diminuição do percentual de poros, passando de 19,28% da série D4 para 8,13% na série D4850RS no intervalo de área de 500 a 2000 μm^2 , por efeito da dupla compactação. No entanto, conforme pode ser visto na figura 21, atingiu-se um aumento significativo do percentual de poros menores de 100 μm^2 , que é de 91,16% na série D4850RS, evidenciando assim uma predominância significativa de poros pequenos, os quais melhoraram o desempenho do material quando do carregamento.

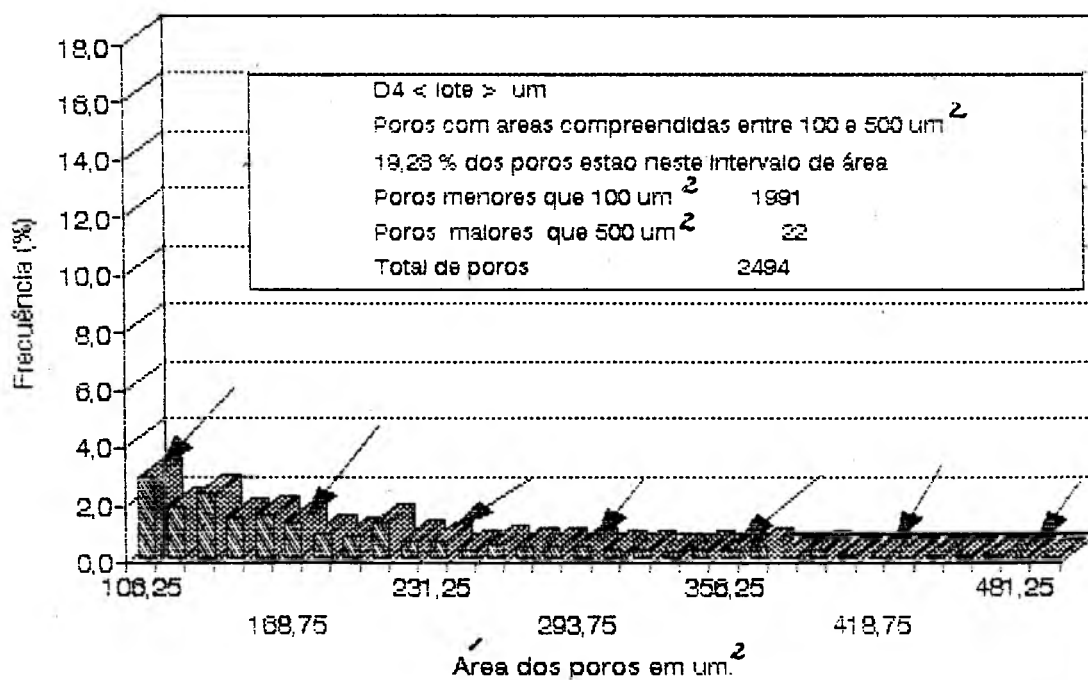


a) D4

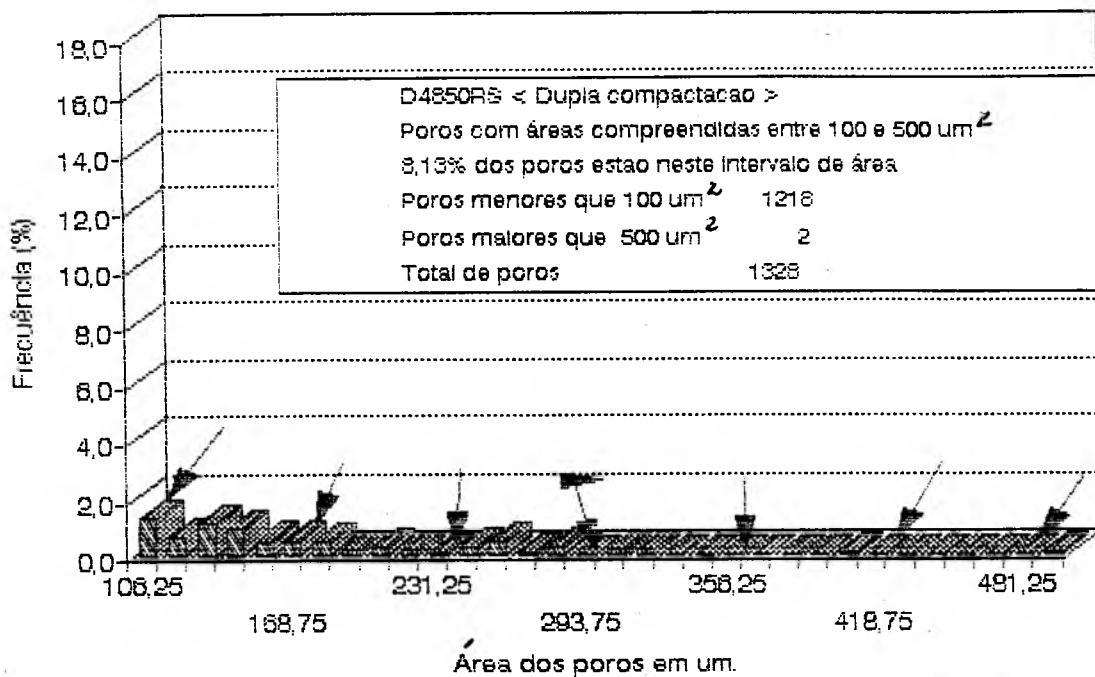


b) D4850RS

FIGURA 19 Distribuição de frequências das séries a) D4 e b) D4850RS no intervalo de 500 a 2000 μm^2

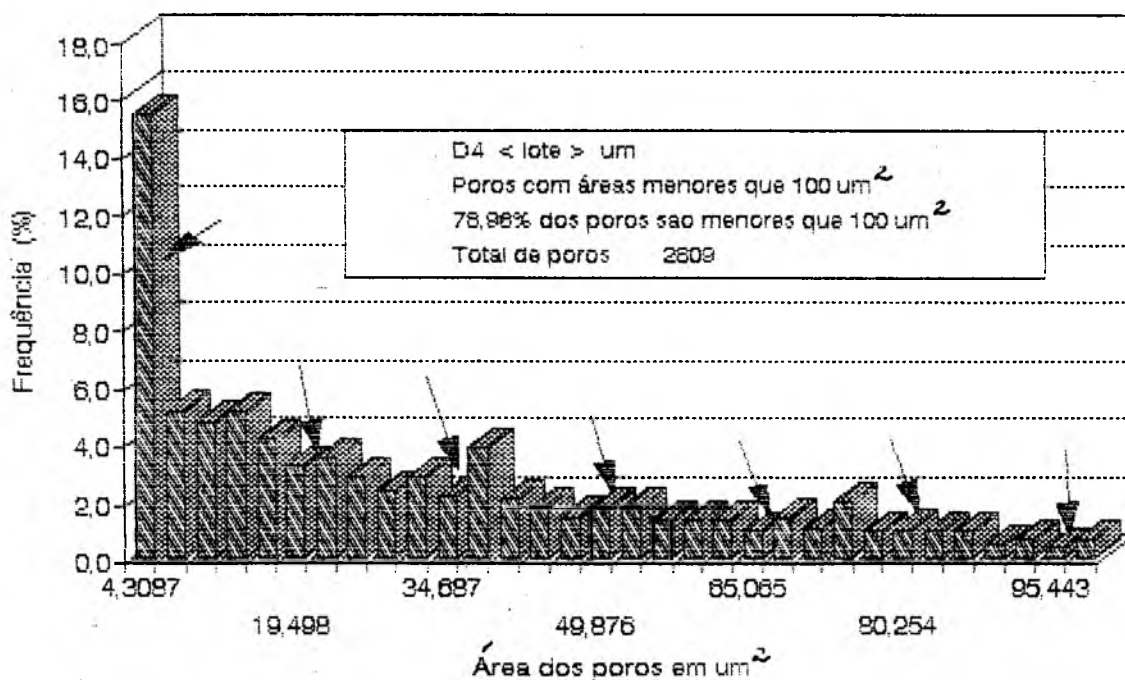


a) D4

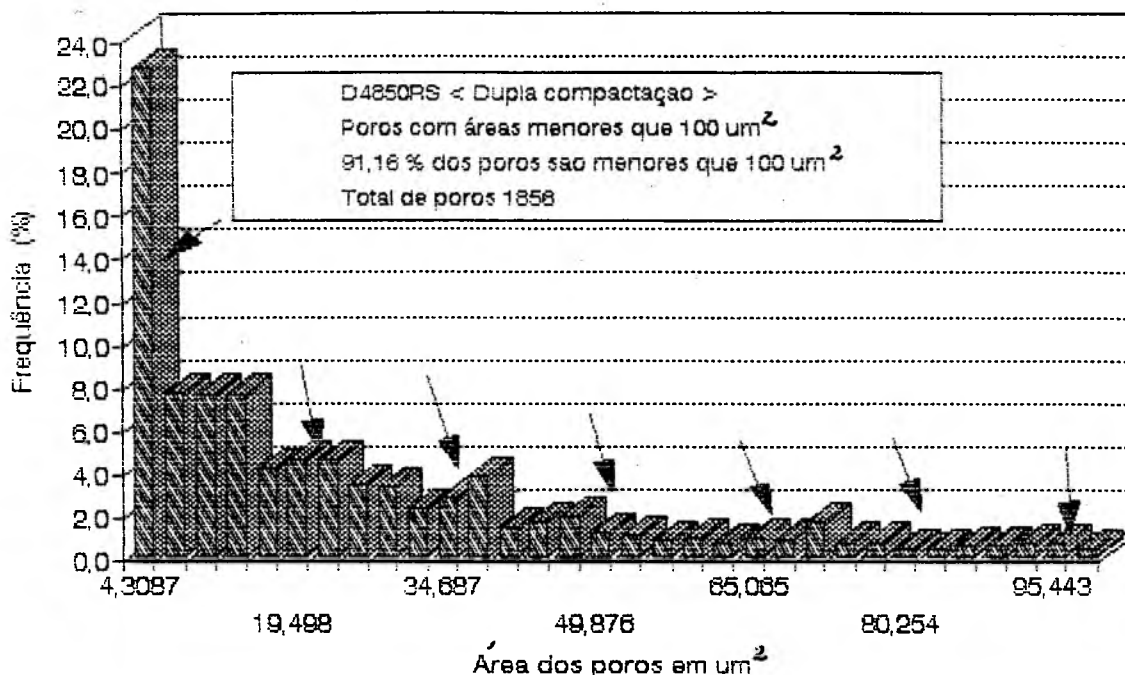


b) D4850RS

FIGURA 20 Distribuição de frequência das séries a) D4 e b) D4850RS no intervalo de 100 a 500 μm^2



a) D4



b) D4850RS

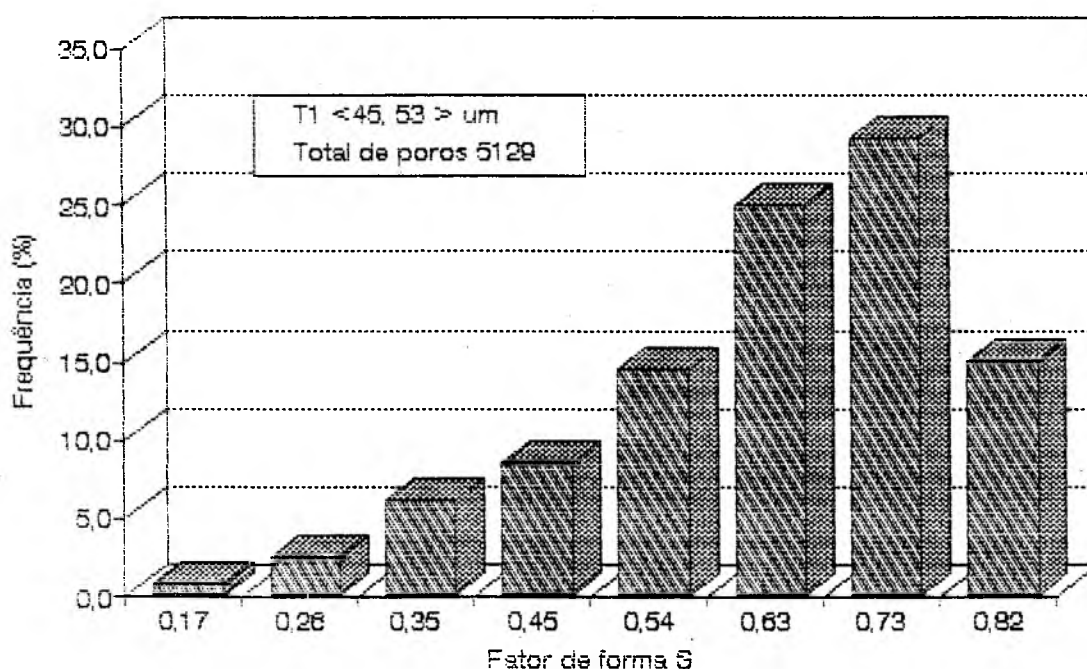
FIGURA 21 Distribuição de frequências dos poros das séries a) D4 e b) D4850RS para as áreas menores de 100 μm^2 .

4.3 ANÁLISE DO FATOR DE FORMA DOS POROS

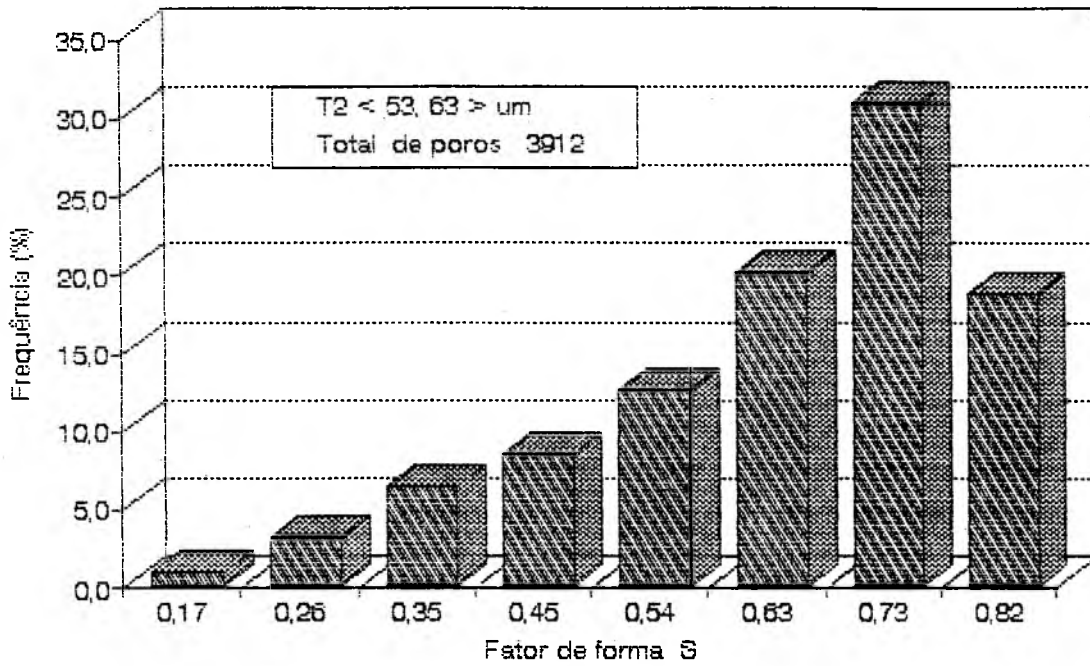
O fator de forma, s , ou também chamado de grau de arredondamento, foi avaliado usando-se um analisador de imagens que mede tanto as áreas como os perímetros dos poros. Este foi calculado conforme: $S = 4 \pi A/M^2$, onde A é área e M o perímetro do poro. Este fator foi avaliado para cada uma das variáveis em estudo. A figura 22 mostra a distribuição de frequência dos fatores de forma das séries T1, T2, e T4.

O fator de forma é um parâmetro referencial que permite antever o comportamento mecânico. Observa-se que as análises que serão

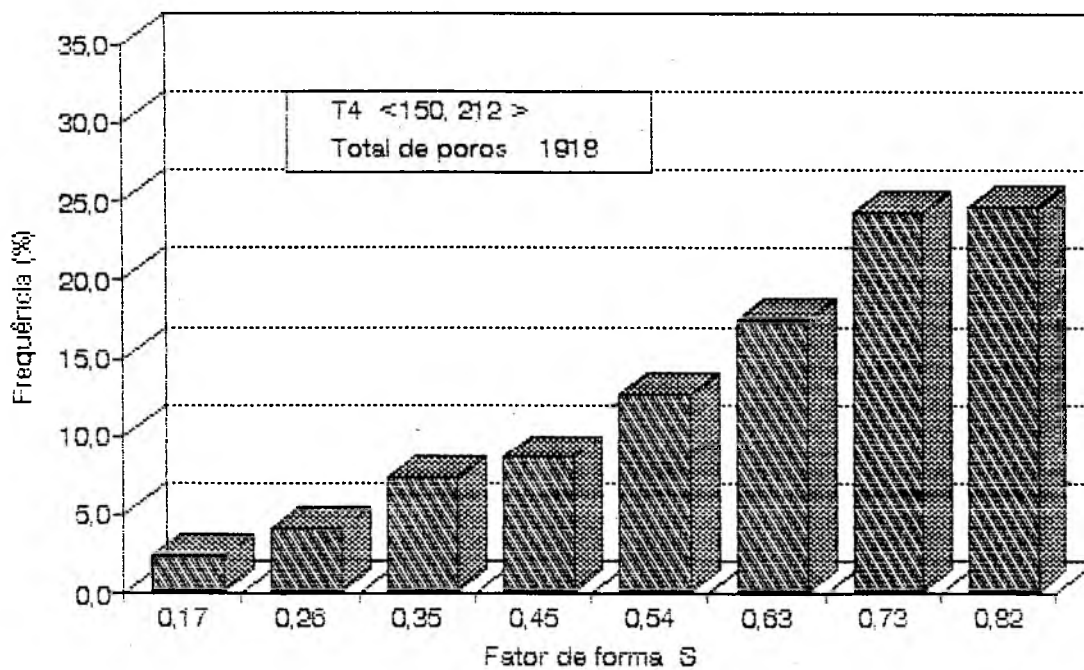
feitas estão referidas em relação aqueles valores do grau de arredondamento que estão perto de zero. Os poros cujo fator de forma tendem a zero são considerados críticos, já que seus formatos são de tendência alongada, o que representa um dos pontos principais para a formação de microtrincas. Poros de formato irregular e de considerável área, são pontos que enfraquecem o corpo sob carregamento. A série T4 da figura 22 apresenta grau de arredondamento mínimo de 0,17 com distribuições de frequência maior, quando comparadas com as séries T1 e T2. Evidenciando que uma área de tamanho considerável esta sendo ocupada por poros de formato alongado. Estas séries possuem graus de arredondamento mínimos, notando-se que o seu fator de forma nestas séries não caracteriza por si mesmo a microestrutura, precisando de outro parâmetro auxiliar para a caracterização completa da microestrutura.



a) T1



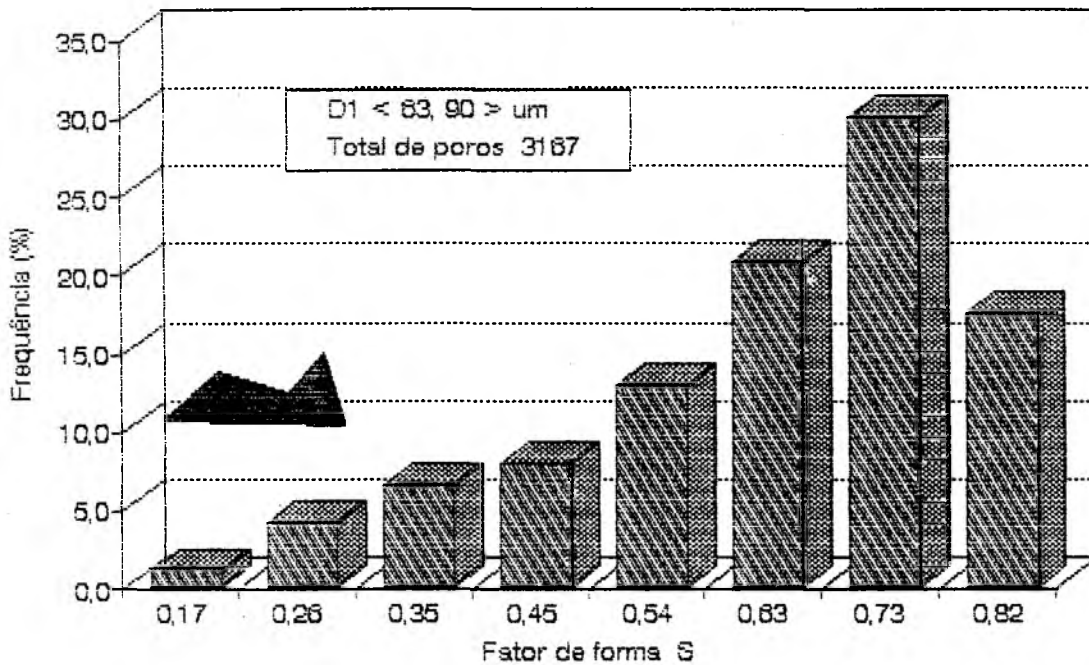
b) T2



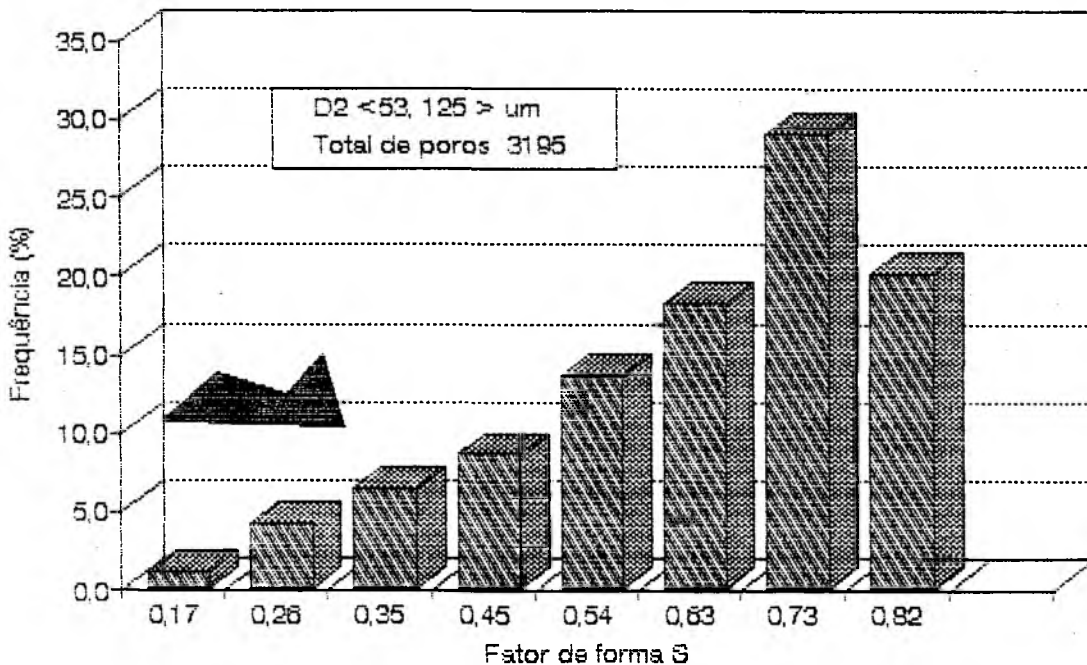
c) T4

FIGURA 22 Distribuição de frequência dos fatores de forma das séries a) T1, b) T2 e c) T4

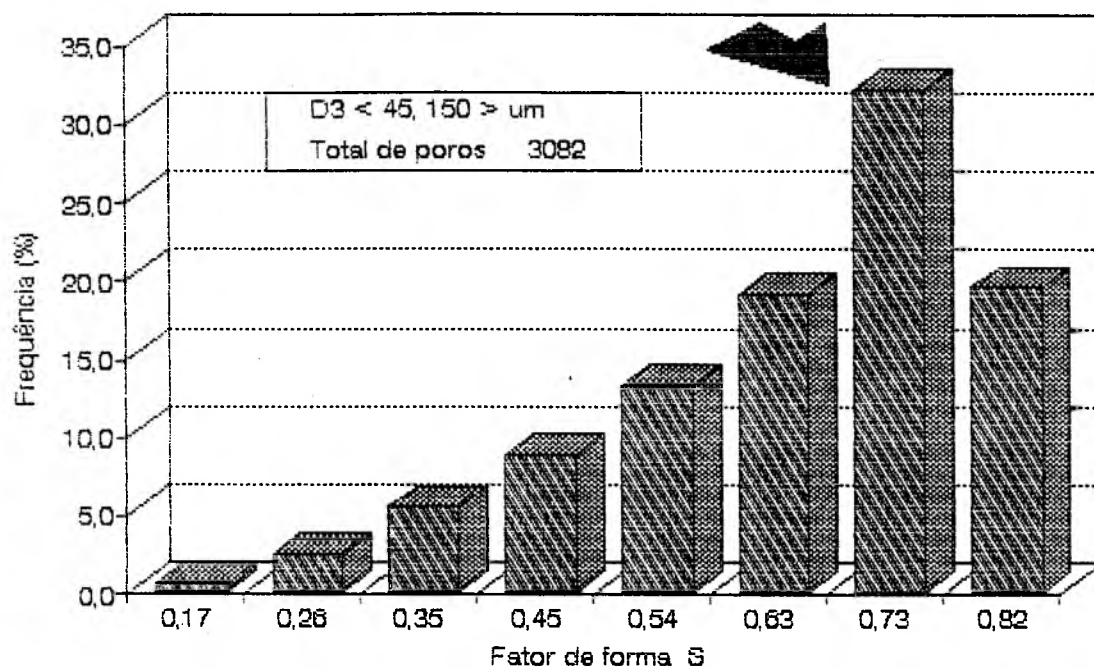
Na figura 23 pode-se observar que a quantidade de poros medida em cada área da amostra é praticamente a mesma, indicando que os poros ocupam aproximadamente a mesma área. A distribuição de frequência em função do fator de forma não apresenta diferença significativa. Este fato é corroborado nas metalografias das respectivas séries D1, D2 e D3.



a) D1



b) D2

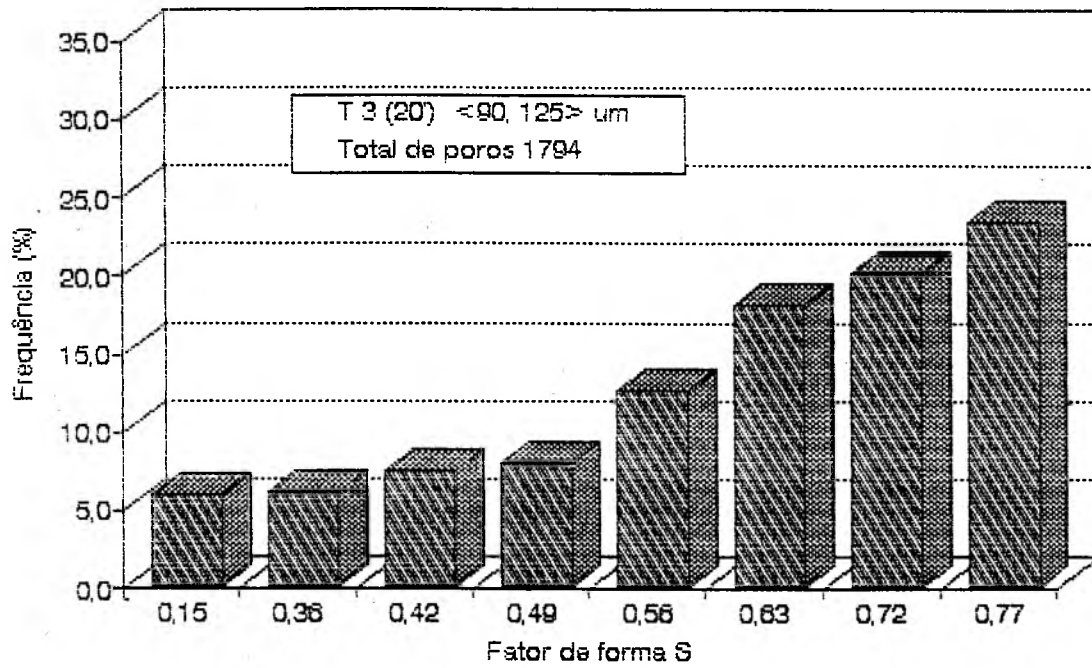


c) D3

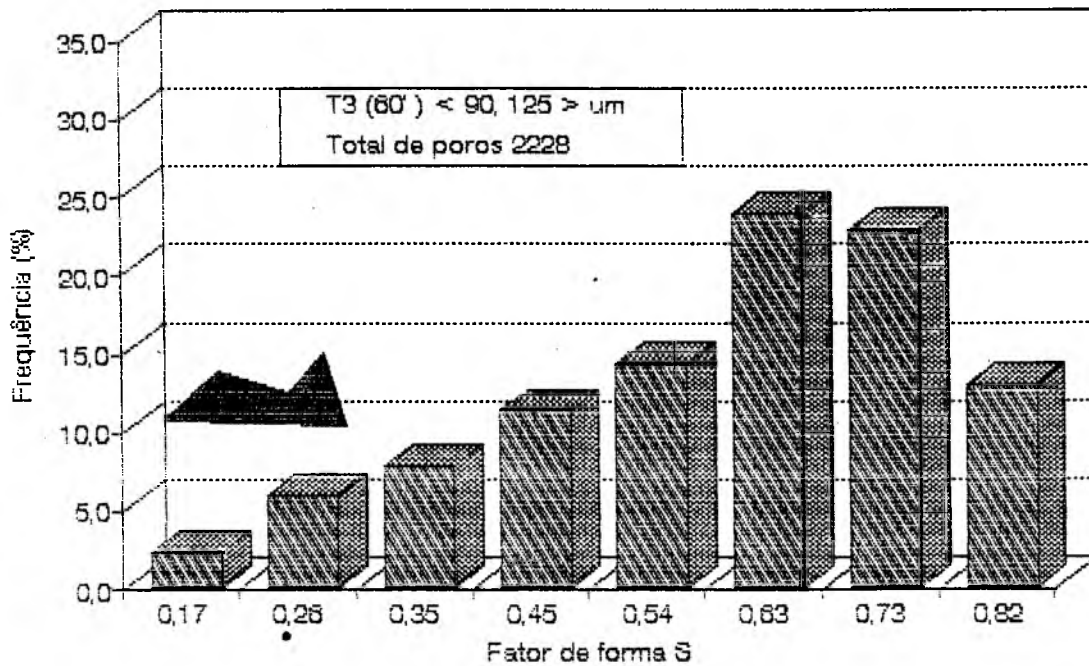
FIGURA 23 Distribuição de frequência em função do fator de forma nas séries a) D1, b) D2 e c) D3

A figura 24 mostra o grau de arredondamento ou fator de forma das séries T3(20'), T3(60') e T3(480'), mostrando fatores de forma da ordem de 0,15 com distribuições de frequências altas na série T3(20'). Esta característica demonstra uma tendência de poros de formato alongado que associados ao elevado tamanho médio dos poros, leva esta série a apresentar comportamento mecânico crítico. Por outro lado, a série T3(480') apresenta graus de arredondamento mínimo de 0,29, sendo

isto uma das justificativas de seu melhor desempenho no carregamento estático e de fadiga.



a) T3 (20')



b) T3 (60')

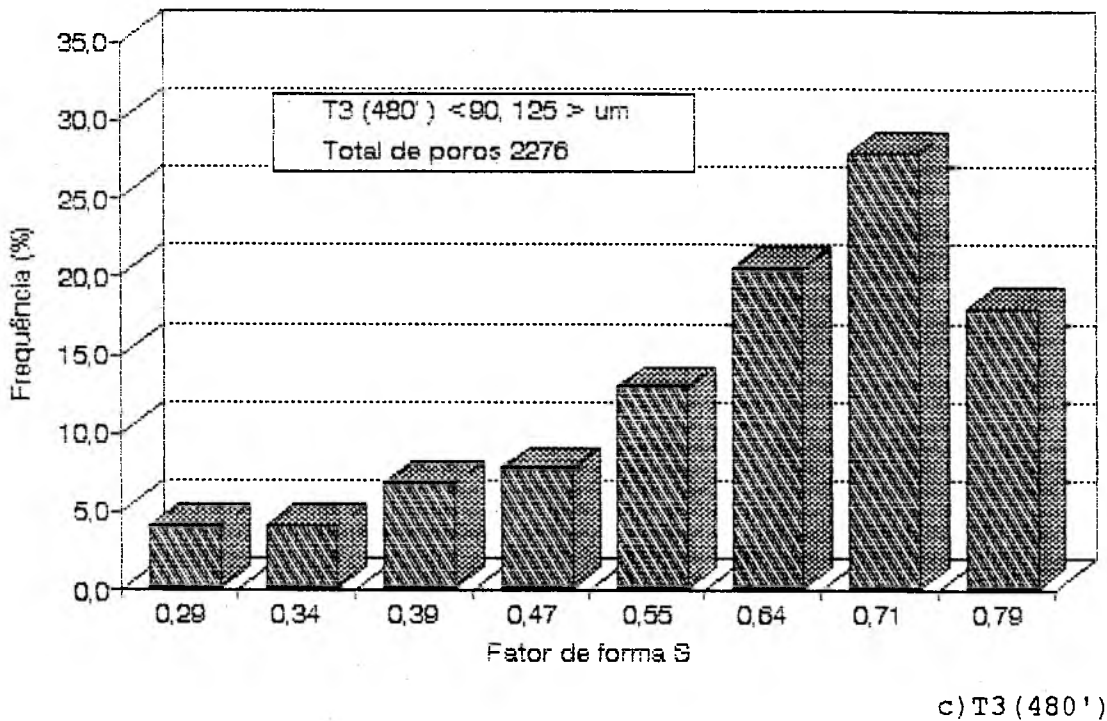
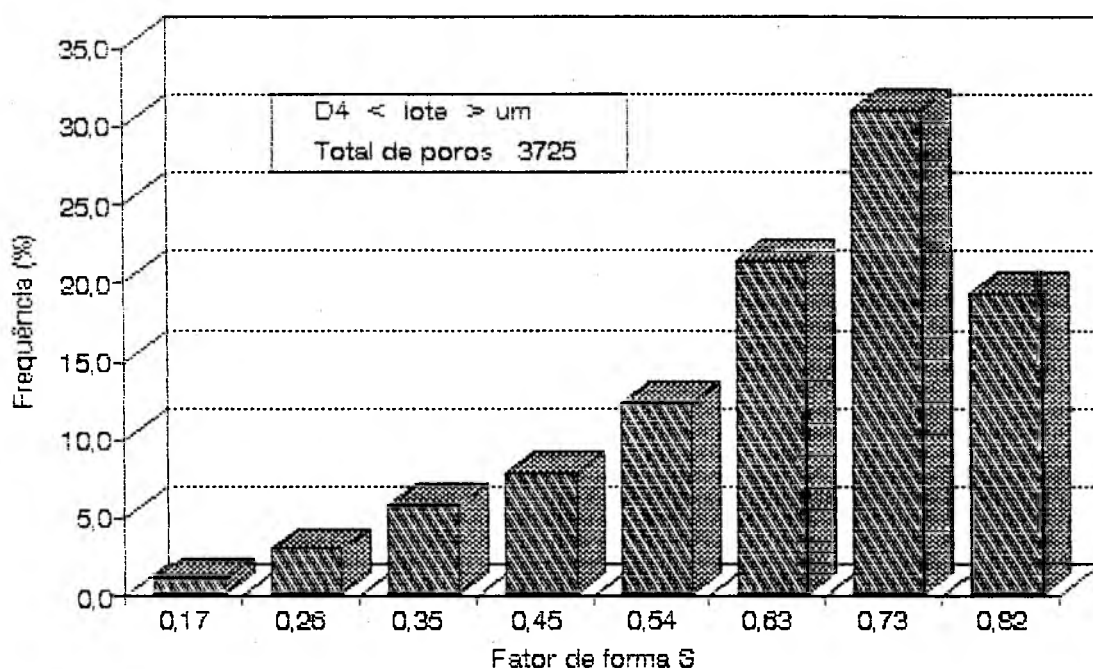


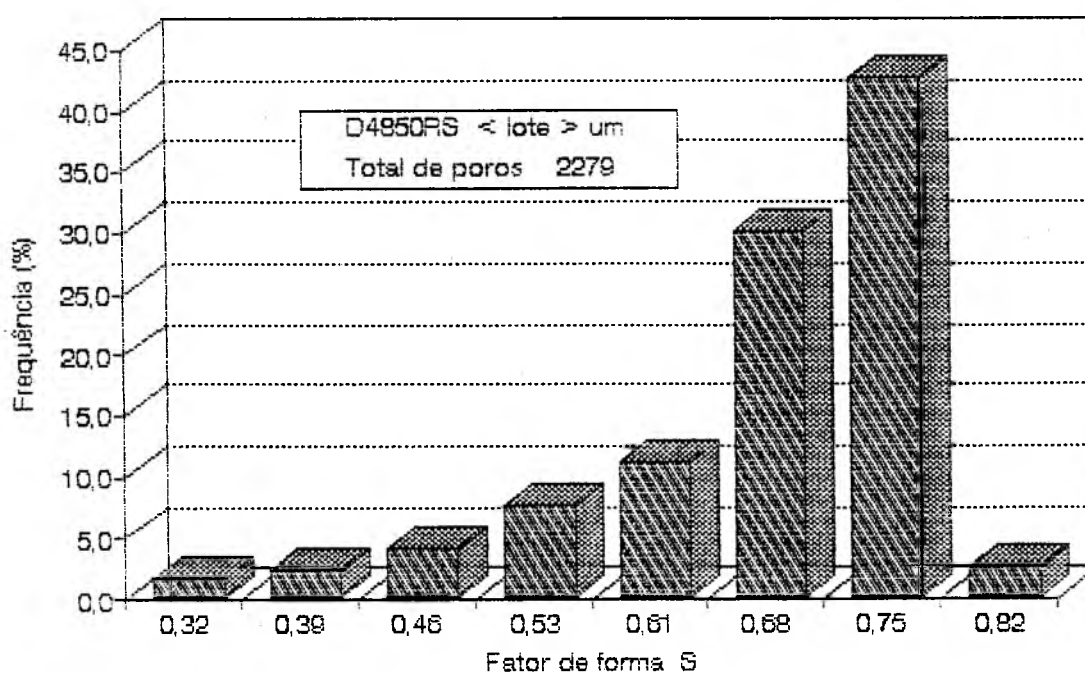
FIGURA 24 Distribuição de frequência em função do grau de arredondamento para as séries a) T3(20') b) T3(60') e c) T3(480')

No grupo 3 foram analisadas as séries D4 e D4850RS. Na avaliação quantitativa do formato dos poros, o menor grau de arredondamento observado na série com dupla compactação foi de 0,32. Este resultado certamente deve influenciar de forma positiva o comportamento dos poros mais críticos em relação à nucleação de microtrincas. Por outro lado, na série de corpos de prova fabricado por metalurgia do pó convencional, o menor grau de arredondamento observado

foi de 0,17; logo, estes poros com tendência mais irregular, apresentam as condições necessárias para elevar as tensões localmente. A figura 25 apresenta estas avaliações quantitativas.



a) D4



b) D4850RS

FIGURA 25 Distribuição de frequência em função do fator de forma das séries a) D4 e b) D4850RS.

4.4 ANÁLISE DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Foram avaliadas as propriedades à tração dos três grupos em estudo, obtendo-se dados de limite de resistência (R_t), limite de escoamento (R_e) e alongamento total (A).

Na figura 26 apresenta-se as propriedades mecânicas das séries Di do grupo 1, onde foi variada a distribuição de tamanho de partículas, resultando na variação da distribuição de tamanho de poros. A análise da distribuição de frequências por áreas dos poros e a avaliação do grau de arredondamento evidencia uma similaridade de resultados para as séries Di. A análise metalográfica e a contagem manual dos poros pelo método de Ferret, também mostram uma semelhança quanto ao tamanho médio de grão e de poro para todas as séries Di. As propriedades de limite de resistência, escoamento e alongamento são idênticas. Ou seja, as microestruturas nestas séries mostraram características similares, e, como decorrência, também o eram suas propriedades. Este resultado sugere que uma caracterização microestrutural que permita antever uma propriedade mecânica deve conter, além da porosidade, o tamanho médio e a distribuição do grau de arredondamento dos poros.

As propriedades mecânicas das séries Ti do grupo 1 são mostradas na figura 27. A série T1 foi a que apresentou melhores propriedades. As séries T1 e T2 apresentaram ligeira diferença quanto às propriedades, o que se comprova através da pouca diferença encontrada em seus parâmetros microestruturais, como grau de arredondamento, distribuição de frequências por áreas, tamanho médio de poros e de grãos. A série T4 apresentou as menores propriedades mecânicas, chegando a atingir valores de 90,8 MPa, representando isto 44,6% do limite de resistência da série T1.

O tamanho médio de poro da série T4 foi de 75,6 μ m enquanto que na série T1 foi de 20,18 μ m. Este aumento excessivo do tamanho médio

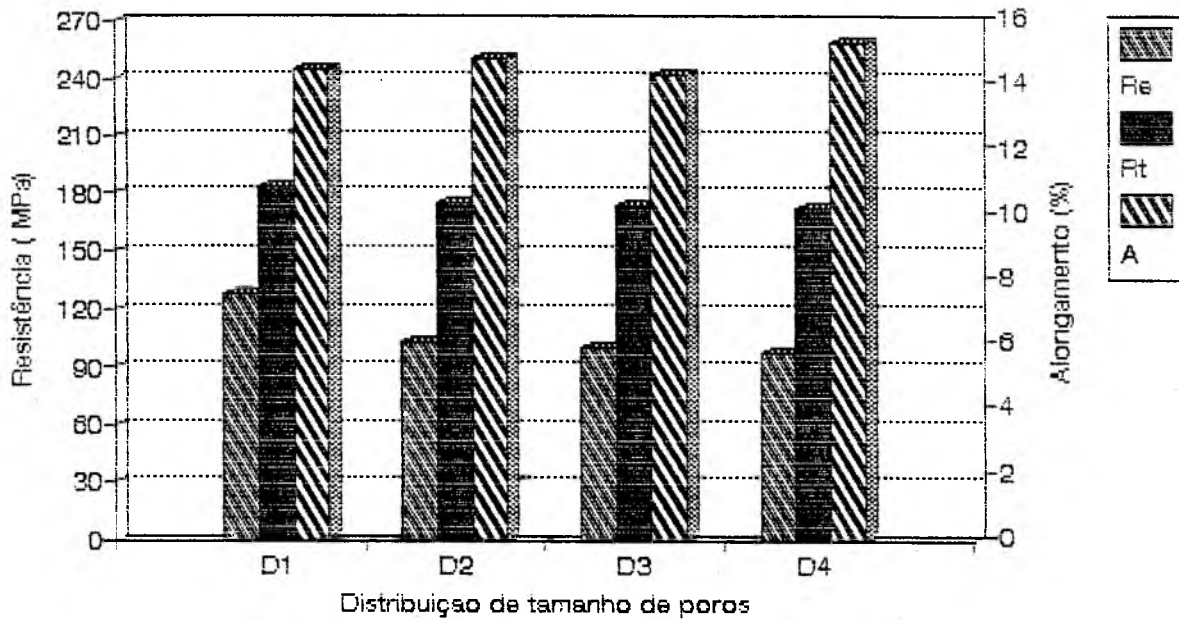


FIGURA 26 Propriedades mecânicas das série D1, D2, D3 e D4

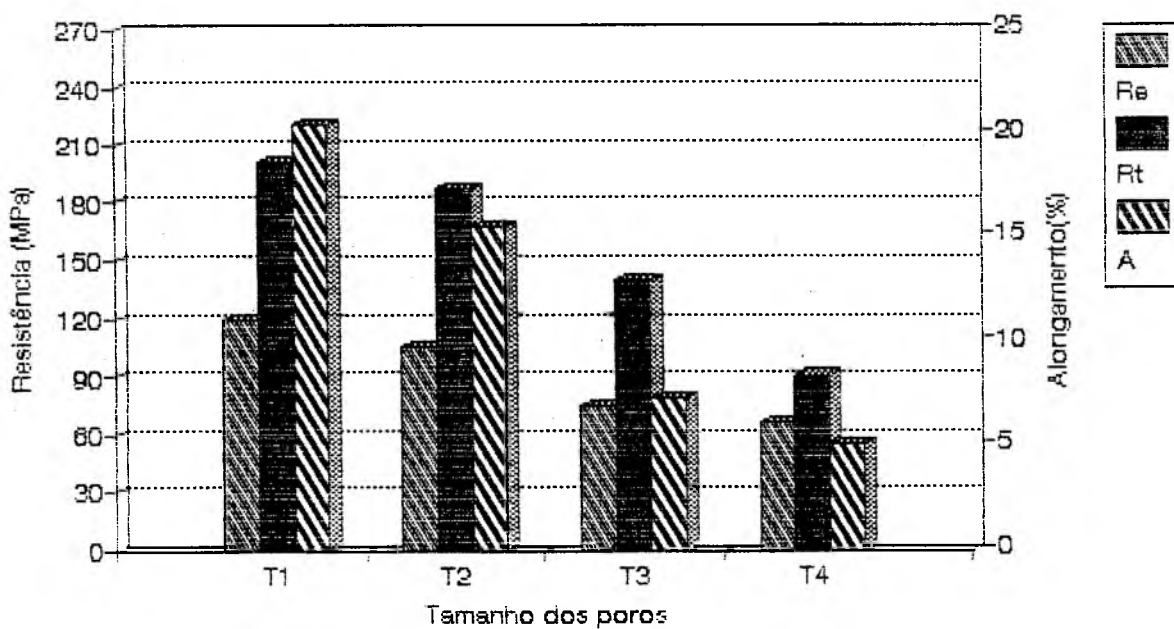


FIGURA 27 Propriedades mecânicas das séries T1, T2, T3 e T4

de poro na série T4 traduziu-se em uma redução significativa da resistência. Também a distribuição por áreas, evidencia uma predominância na distribuição de frequências das áreas compreendidas entre 500 e 2000 μm^2 na série T4. Isto é um fato prejudicial no comportamento mecânico. O alongamento total também caiu com o aumento do tamanho do poro de, 20,4% da série T1, para 5,12% na série T4. Percebe-se que a variação do tamanho médio do poro em um mesmo percentual de volume poroso leva a grandes alterações nas propriedades estáticas, o que está de acordo com os resultados apresentados por Kocsak e Lawley [85]. Conforme estes pesquisadores as propriedades estáticas são influenciadas fundamentalmente pelo tamanho médio do poro, pois este determina a área de deformação plástica útil, evidenciando que materiais com poros pequenos mostram elevadas propriedades mecânicas. Comprova-se assim que o percentual de volume poroso é uma característica importante, porem ela por si só não avalia completamente o material sinterizado, fazendo-se necessário uma abordagem do tamanho médio do poro e, se possível da distribuição do grau de arredondamento dos poros.

No grupo 2 variou-se a temperatura de sinterização com a finalidade de modificar o grau de arredondamento. A figura 28 mostra as propriedades mecânicas em função da temperatura de sinterização. A série sinterizada em 20 minutos apresentou tamanhos de poros da ordem de 122,64 μm com predominância de graus de arredondamentos inferiores com relação aos do mesmo grupo, tornando as propriedades mecânicas inferiores as das séries sinterizadas em 60 e 480 minutos. O alongamento da série sinterizada em 20' foi de 0,6%, como consequência do tamanho médio de poro excessivo. Notou-se que o aumento do tempo de sinterização melhorou o grau de arredondamento e diminui o percentual do volume poroso. Estes efeitos levam a uma melhoria das propriedades mecânicas, sobretudo no alongamento. Assim a série T3(60') atingiu 7,25% de alongamento, o que representou um aumento significativo, melhorando notadamente o comportamento mecânico, quando comparada com a série sin-

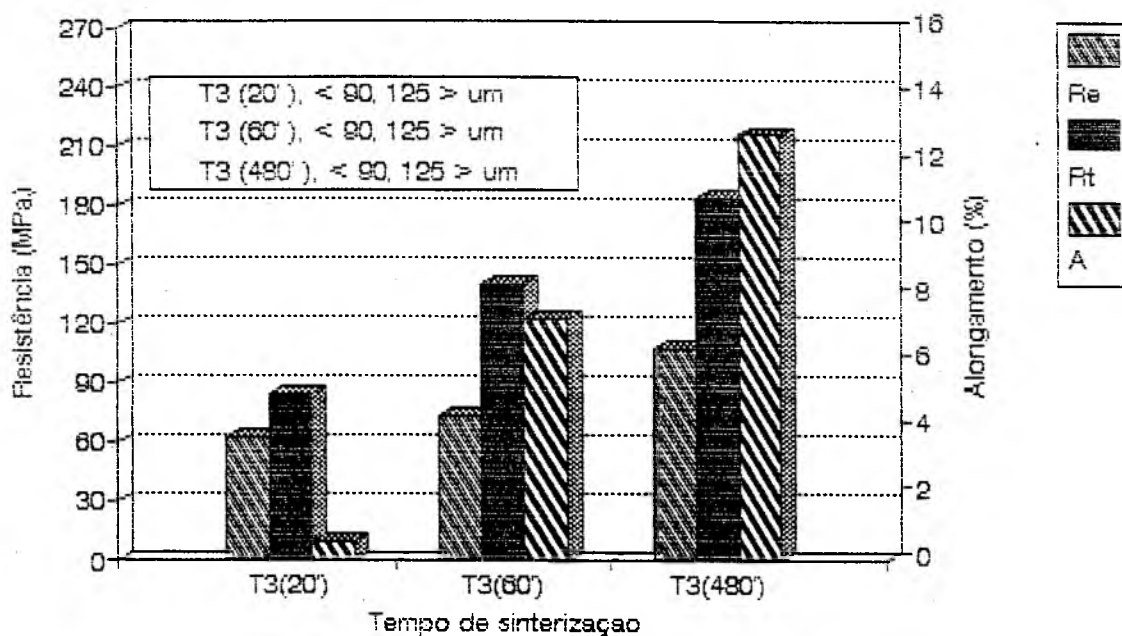


FIGURA 28 Propriedades mecânicas das séries T3(20'), T3(60'), T3(480')

terizada em 20 minutos.

Na figura 29 mostra-se as propriedades estáticas das amostras obtidas pelo processo de fabricação via dupla compactação. O material na condição D4850 apresenta propriedades inferiores, mas tem a vantagem de permitir uma nova deformação plástica (recompactação) e

estar isento de lubrificante. A série D4850R, evidencia um aumento no limite de resistência e limite de escoamento, resultante da deformação plástica produzida na segunda compactação. Também se observou uma diminuição do alongamento como consequência da grande deformação dos grãos. Já na série D4850RS, em relação a D4, verifica-se uma melhora do limite de resistência e do limite de escoamento, como decorrência da melhora no grau de arredondamento e do aumento da frequência de poros com áreas menores de $100 \text{ } \mu\text{m}^2$, ocasionado pela diminuição do volume poroso [86-90].

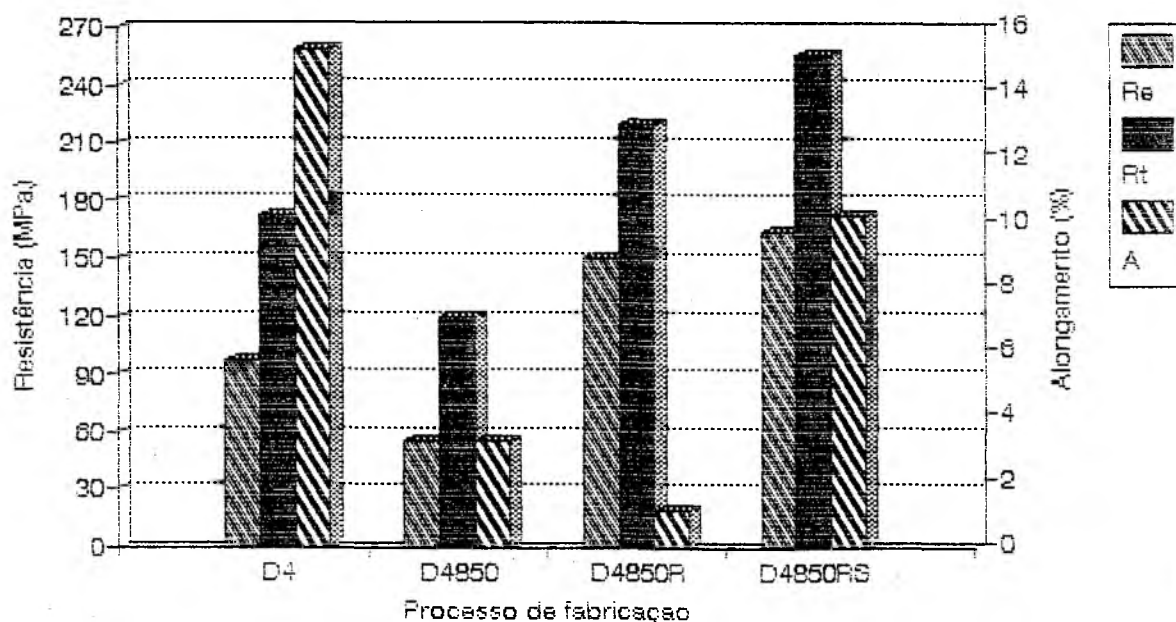
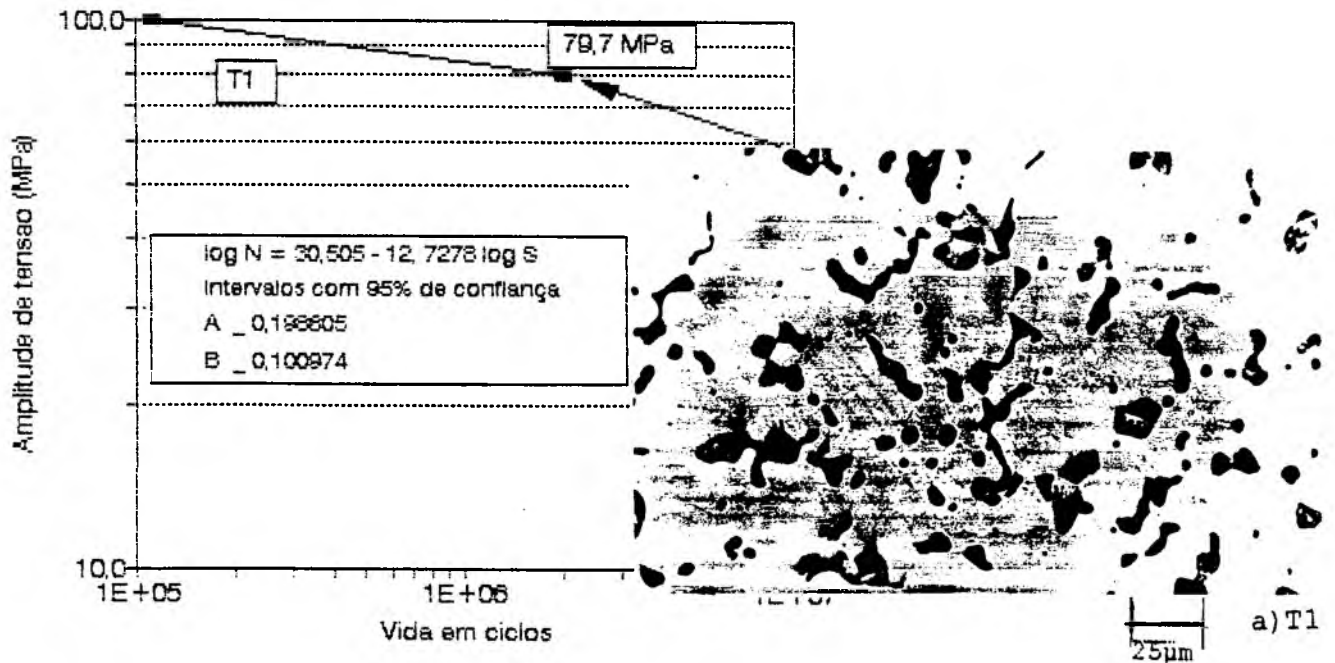


FIGURA 29 Propriedades estáticas das séries resultantes do processo de fabricação D4, D4850, D4850R, D4850RS

4.5 CURVAS DE VIDA EM FADIGA

As curvas de vida em fadiga foram levantadas assumindo todas as considerações do capítulo 2 e com critérios de vida infinita de $2 \cdot 10^6$ ciclos usado por Sonsino [11], e de fratura quando a trinca superficial atinge-se 1,0 mm [64]. Na figura 30 apresenta-se as curvas de vida em fadiga e suas respectivas microestruturas após atingido o critério de vida infinita, das séries T1, T2 e T4. A série T1 apresen-



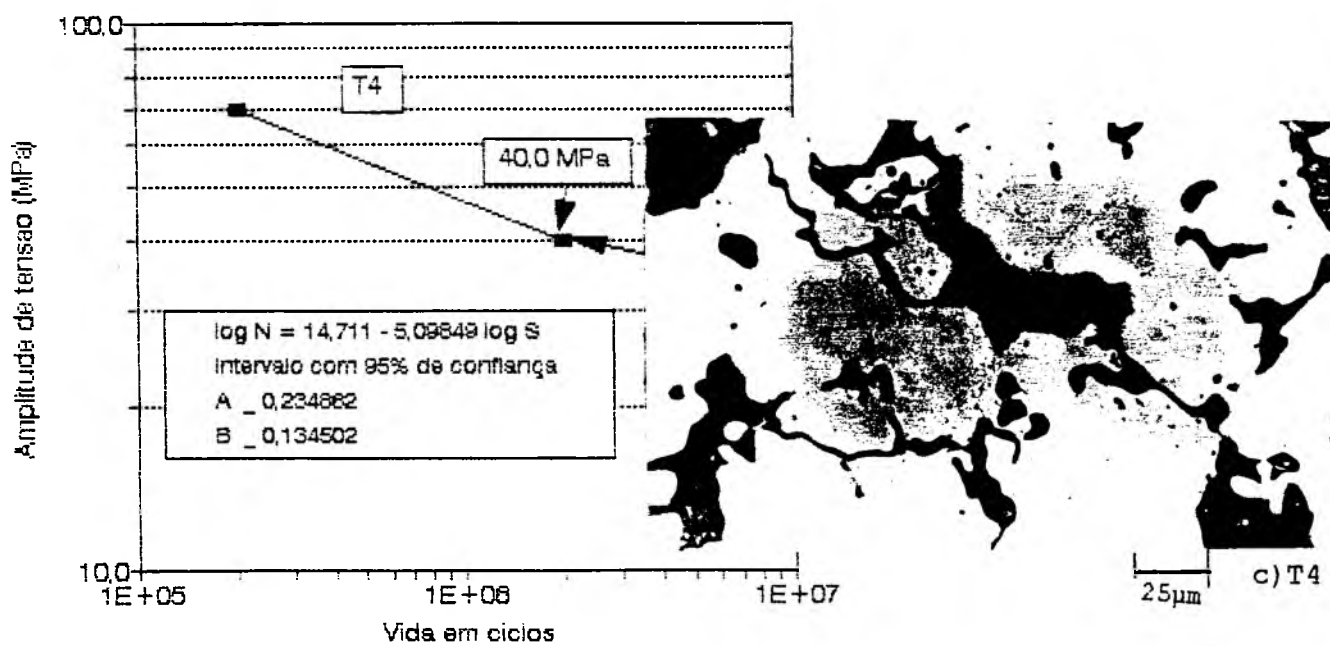
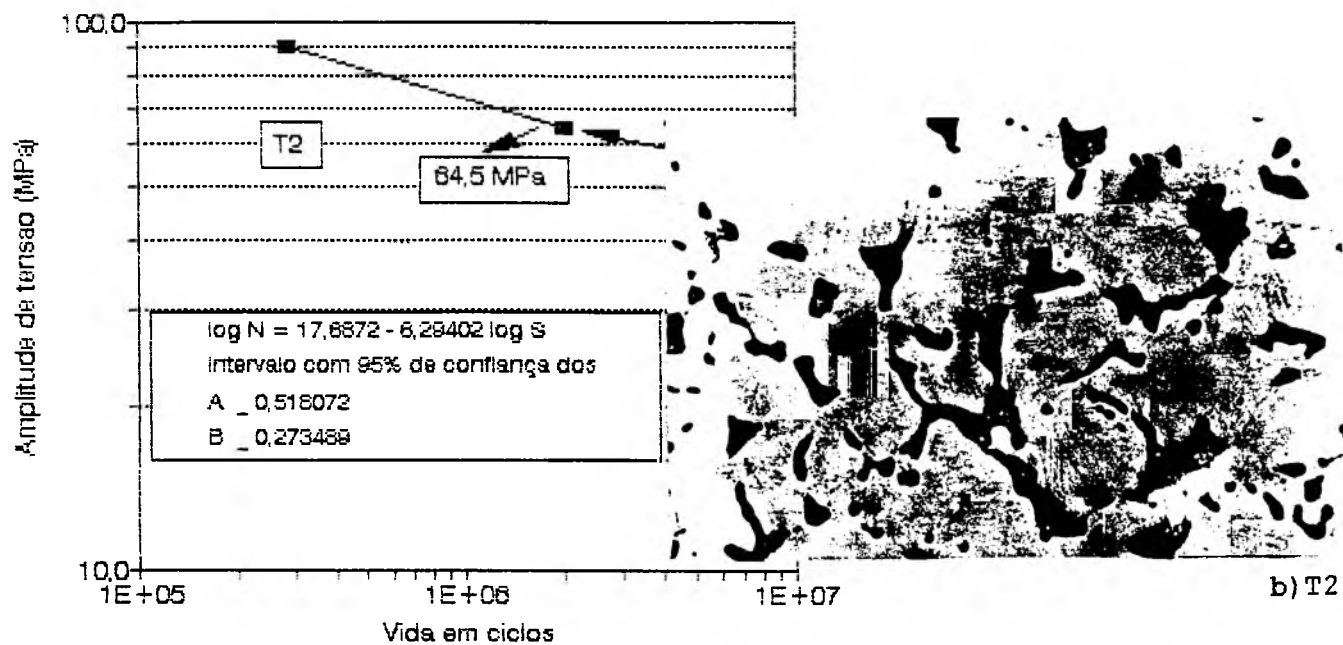


FIGURA 30 Curvas de vida em fadiga das séries a) T1, b) T2 e c) T4 e forma dos poros, após atingido o critério de vida infinita em flexão plana, $R=-1$

tou o maior limite de fadiga deste grupo, atingindo valores de 79,75 MPa. Este maior limite de fadiga deve-se ao fato, de que esta série apresentou menor tamanho médio de poro, e maior número de poros pequenos por unidade de área, o que leva a distribuição de tensões em um maior número de pontos, aliviando e distribuindo melhor o carregamento. Também a maior área útil desta série permite uma maior deformação plástica. Na série T2 observa-se quase o mesmo comportamento, com uma pequena diferença quanto ao limite de fadiga pelo efeito do leve aumento do tamanho de poro.

A série T4, apresentou limites de fadiga baixos quando comparados a série T1. Isto é decorrência de seus poros apresentarem uma forma bastante irregular e de grande tamanho. A pouca distância entre os poros, originou sua deformação e coalescência, diminuindo assim a vida em fadiga.

As micrografias mostradas na figura 30 representam a forma que adquirem os poros após atingida o critério de vida infinita. Percebe-se, em todas estas séries a formação de microtrincas nos poros de maior tamanho e de formato alongado, sendo eles os responsáveis pelos processos de nucleação e coalescência de poros. Na série T1 os poros de formato circular quase não se deformaram, sendo que a coalescência ocorreu entre os poros de formato alongado. Isto evidencia que a melhora no grau de arredondamento dos poros aumenta a vida no estágio de iniciação de microtrincas. Na série T4 a coalescência ocorreu predominantemente entre poros de maior área, notando-se também que os poros pequenos quase não se deformaram. Estas observações concordam com as mostradas por Kubiki [74] e Sonsino [91].

A figura 31 mostra a formação de bandas de deslizamento no perímetro dos poros e no contorno de grão. Na figura 31a) pode-se observar a superfície da amostra ampliada 200 vezes da série T4, após 5000 ciclos sob carregamento em flexão alternante de 60MPa, evidenciando a formação de microtrincas propagando-se através dos contornos de grão.

Na figura 31b mostra-se a formação de intrusões e extrusões nos bordos de grão e nos perímetros dos poros após 10^4 ciclos. A figura 31c), mostra a deterioração da superfície da série T2 pela intensificação das intrusões e extrusões através do carregamento, notando a coalescência de poros tendo como caminho preferencial os contornos de grão.

a) T4, ± 60 MPab) T4, ± 60 MPac) T2, ± 80 MPa

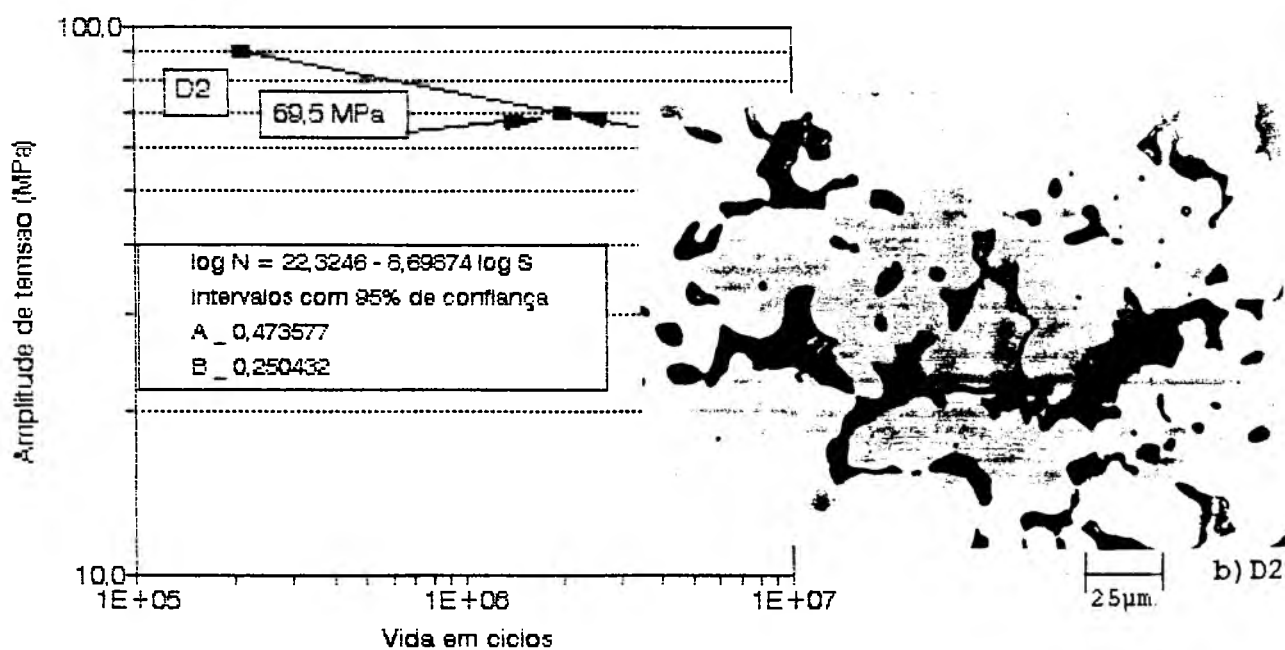
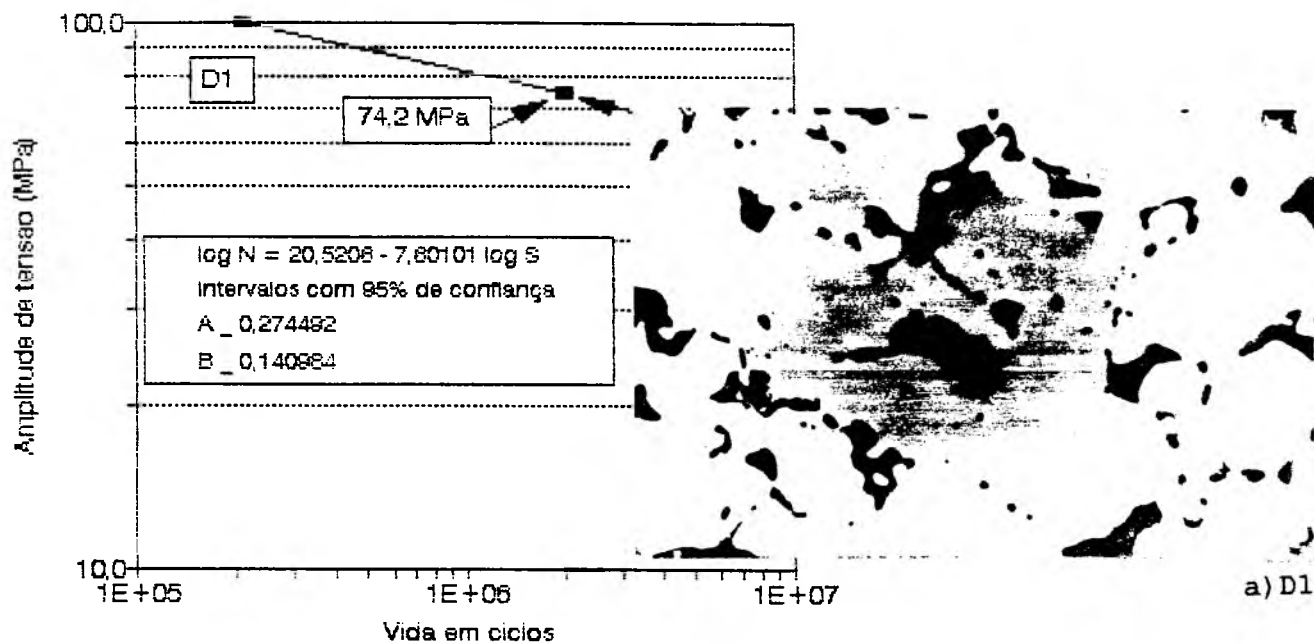
FIGURA 31 Bandas de deslizamento, a) T4, ± 60 MPa, $5 \cdot 10^3$ ciclos, 200xx

b) T4, ± 60 MPa; 10^4 ciclos, 1250xx

c) T2, ± 80 MPa; vida infinita, 2000xx

Na figura 32 são apresentadas as curvas de vida em fadiga e

suas respectivas microestruturas após terem atingido o critério de vida infinita, das séries D1, D2 e D3 do grupo 1.



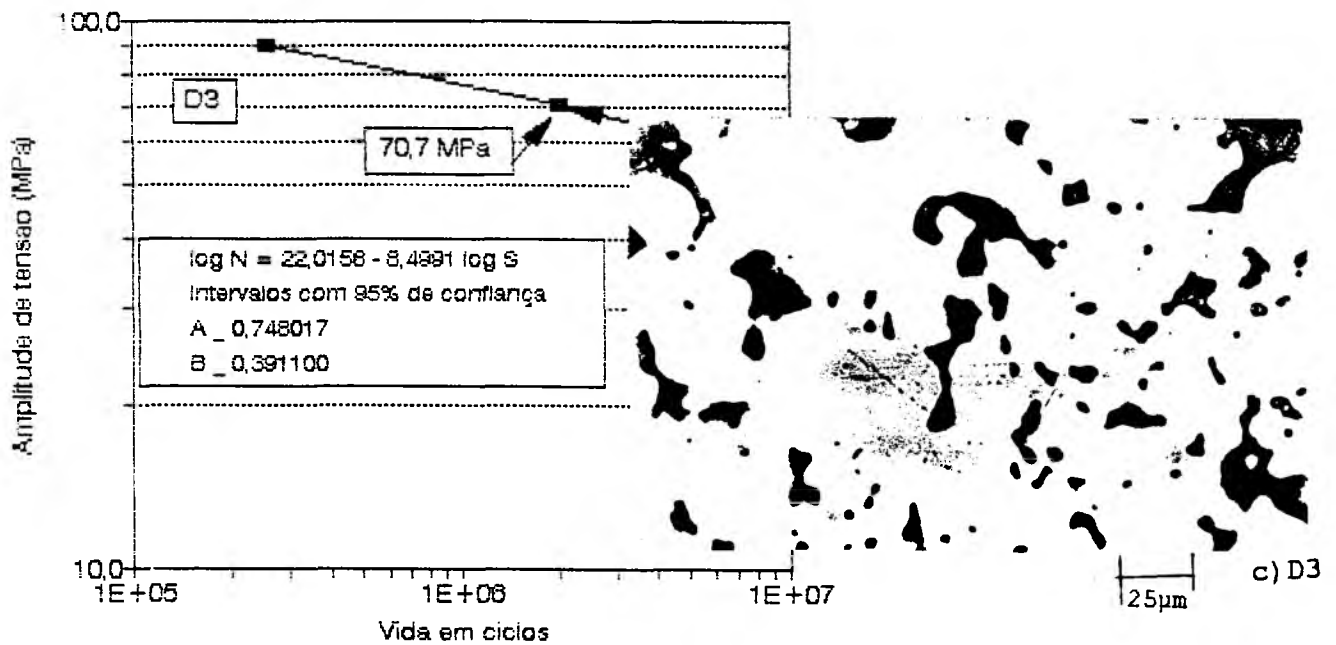
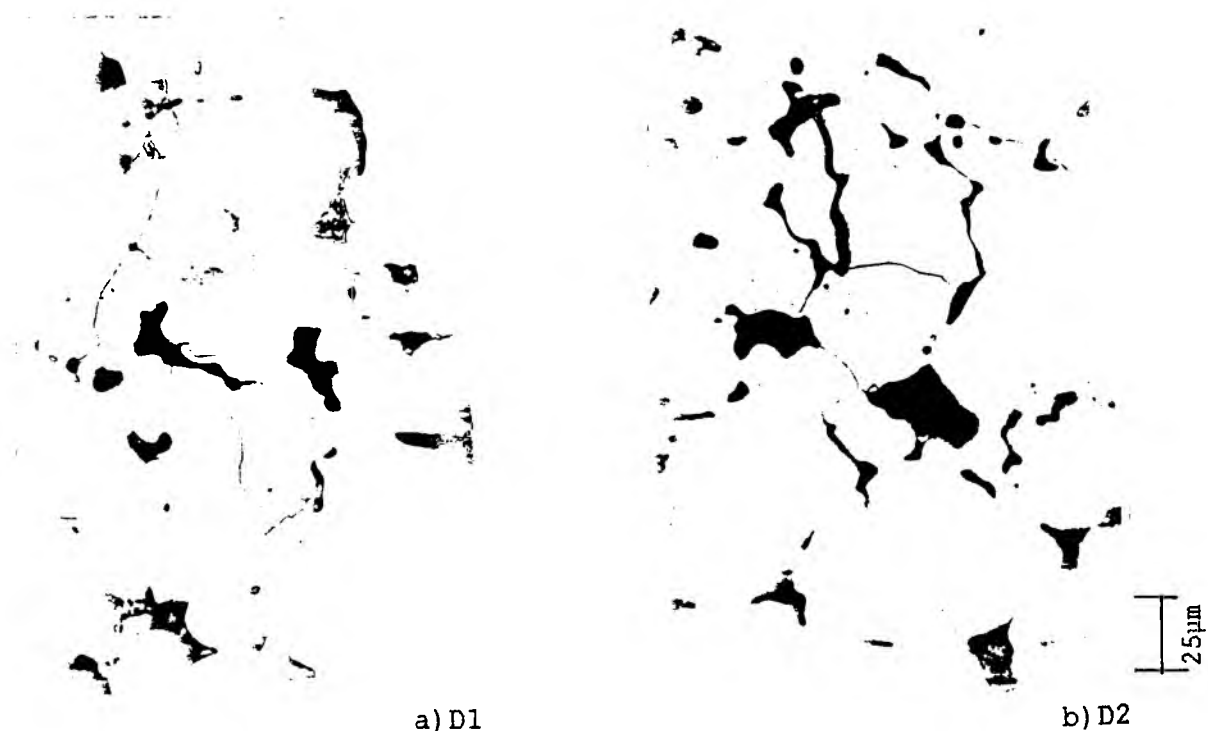


FIGURA 32 Curvas de vida em fadiga em flexão plana com $R=-1$, das séries a) D1, b) D2 e c) D3 e forma dos poros, após terem atingido o critério de vida infinita

Estas curvas apresentam um comportamento similar devido aos parâmetros microestruturais similares, ou seja, tamanho médio de poro e de grão e fator de forma, e ainda, mesmo percentual de volume poroso. Estes resultados estão de acordo com os trabalhos realizados por Miller

[92], que demonstrou que materiais que possuem microestruturas similares têm a um mesmo comportamento à fadiga. Na figura 32 são apresentadas as microestruturas após terem atingido o critério de vida infinita, evidenciando também que os poros de tamanho maior e formato alongado são os responsáveis pela coalescência dos mesmos. A figura 33, mostra as microestruturas das séries D1, D2 e T1, T2 com ataque químico de nital, após carregamento à fadiga para o critério de vida infinita. Nas figuras 31 e 32 as microtrincas apresentam um caminho tortuoso no processo de coalescimento dos poros, este caminho após o ataque químico mostrou ser ao longo dos contornos de grão como apresentado na figura 33. Assim, verifica-se que as tensões são intensificadas nos poros de tamanho maior e de formato alongado (grau de arredondamento tendendo a zero) com a propagação das microtrincas através dos contornos de grão.



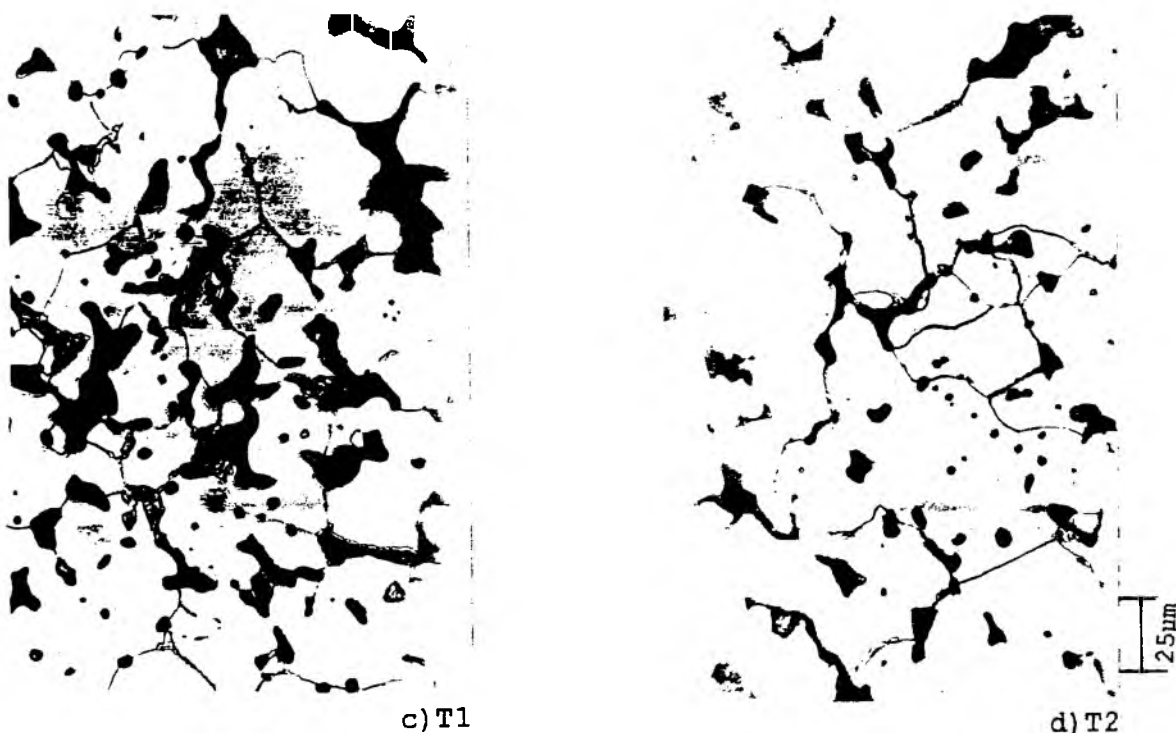
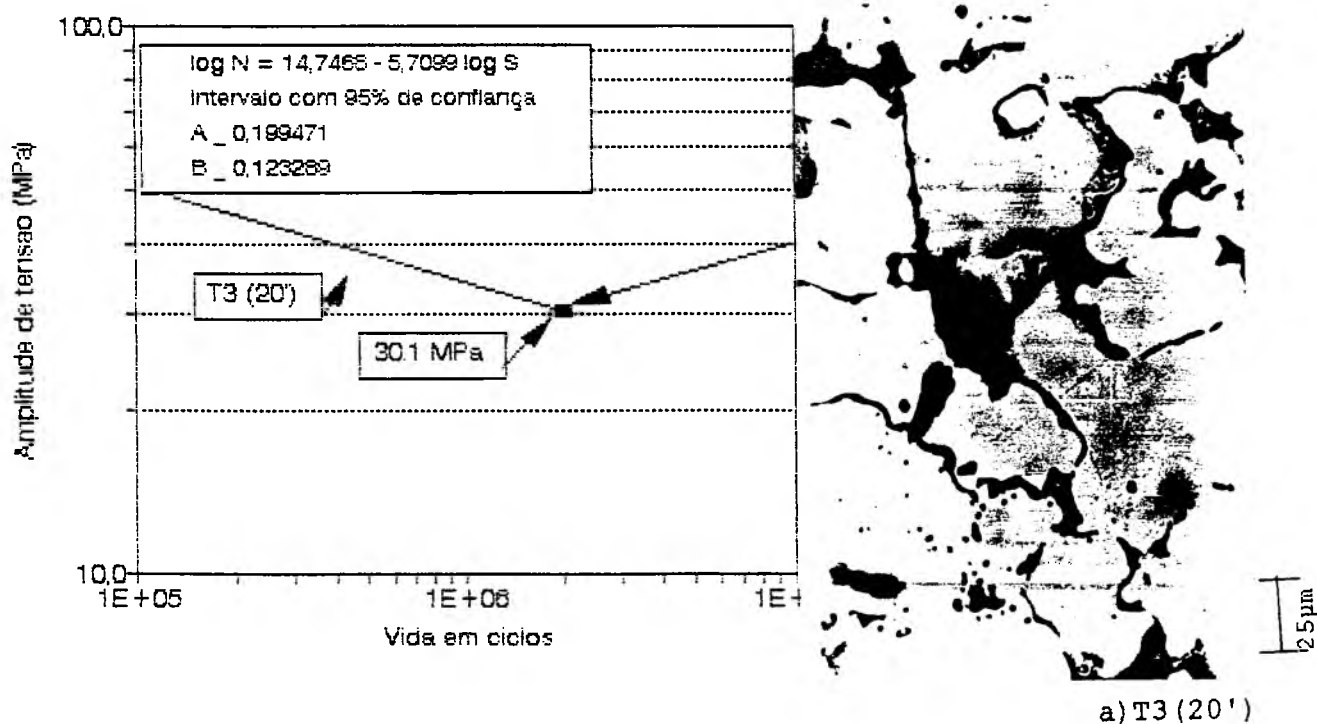


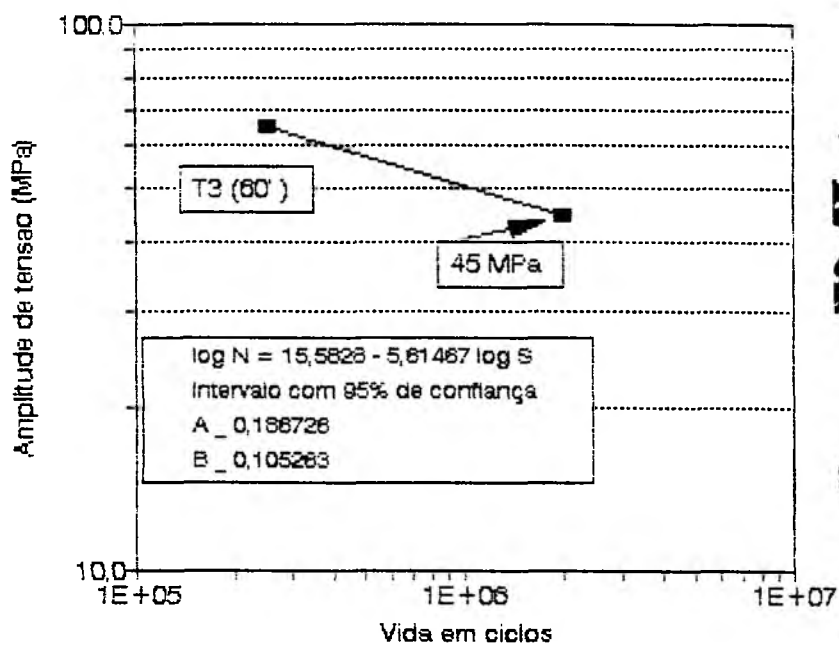
FIGURA 33 Micrográfias das séries a)D1, b)D2,c)T1 e d)T2 do grupo 1 atacadas com nital, após terem atingido o critério de vida infinita

A figura 34 apresenta as curvas de vida em fadiga das séries do grupo 2. A série T3(20') apresenta o limite de fadiga de 30,1 MPa que, quando relacionado a série T3(480') com limite de fadiga de 79,8 MPa, mostra que o incremento do tempo de sinterização aumenta o limite de fadiga. Mas, considerando a relação custo-benefício, o ganho não é vantajoso, já que tempos excessivos de sinterização incrementa os custos de fabricação. O baixo limite de fadiga da série sinterizada 20 minutos é decorrente do tamanho médio de poro em torno de 122 μm , contra 54,19 μm , da série sinterizada 480 minutos, e do baixo grau de arredondamento. A série T3 (480') apresentou os melhores resultados no limite de fadiga neste grupo, devido à presença na sua microestrutura, de um percentual de volume poroso e tamanho médio de poro menor, além de um melhor grau de arredondamento conseqüentes do tempo de sinterização. A figura 35 mostra que também neste grupo predomina a

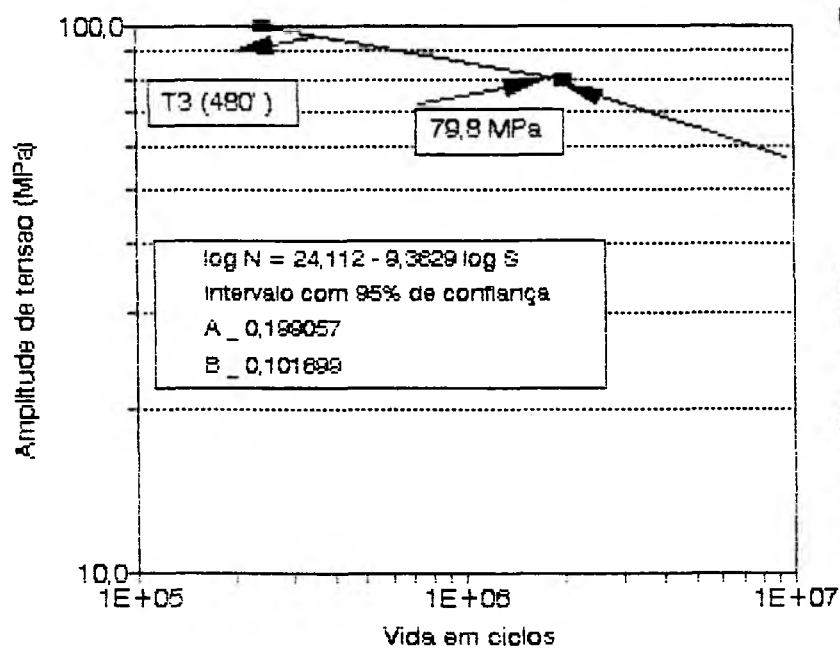
coalescência dos poros através dos contornos de grão.

No grupo 3 o limite de fadiga aumenta de 69,5 MPa (série D4,- obtida por pressão/sinterização simples) para 111 MPa (série D4850RS-fabricada mediante dupla compactação). A série D4850RS apresenta maior resistência a fadiga como consequência da redução do tamanho médio do poro, da diminuição do percentual de volume poroso, melhora no grau de arredondamento e do aumento do livre caminho médio entre poros. A figura 36 mostra as curvas de vida em fadiga e as micrografias avaliadas em vida infinita da série D4850RS. Note-se que os poros estão localizados tanto nos contornos de grão como dentro. O carregamento à fadiga origina deformação em todos estes poros intensificando em uns mais que outros [93].





b) T3 (60')



c) T3 (480')

FIGURA 34 Curvas de vida em fadiga em flexão plana, com $R=-1$, das séries a) T3(20'), b) T3(60'), c) T3(480') e forma dos poros, após terem atingido o critério de vida infinita.

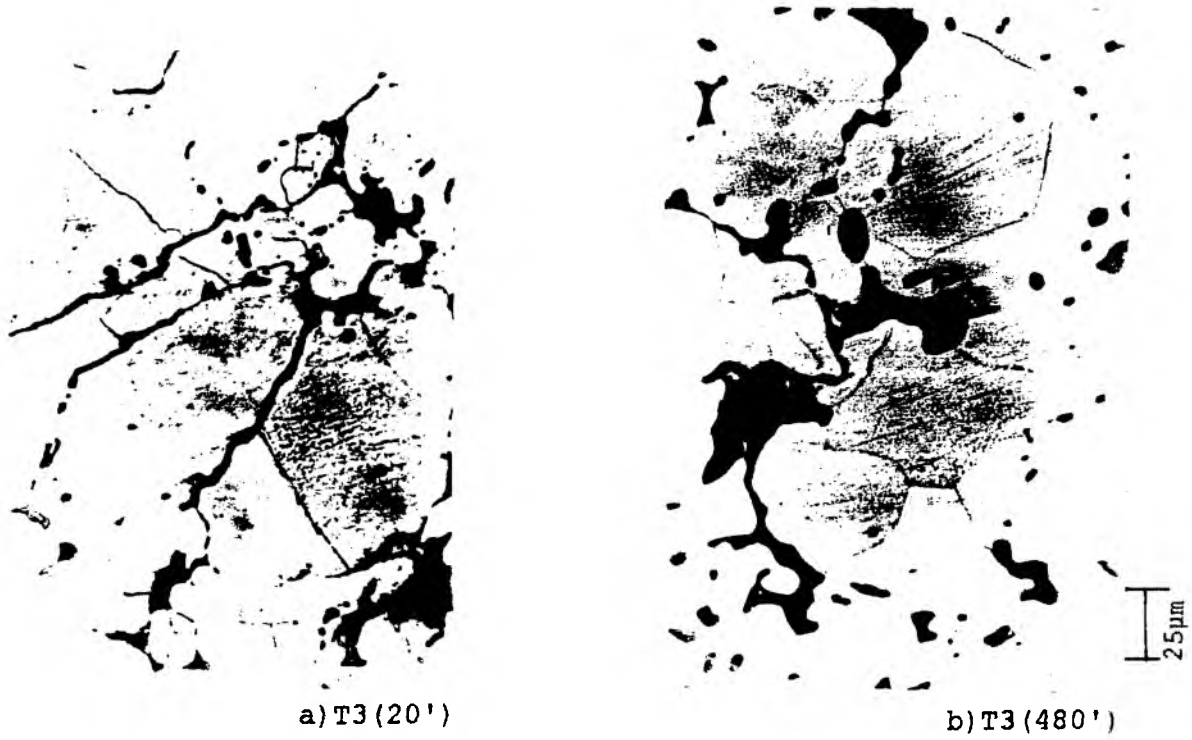


FIGURA 35 Microestruturas para vida infinita em flexão plana com R=-1 das séries a)T3(20') e c)T3(480'), após terem atingido vida infinita.

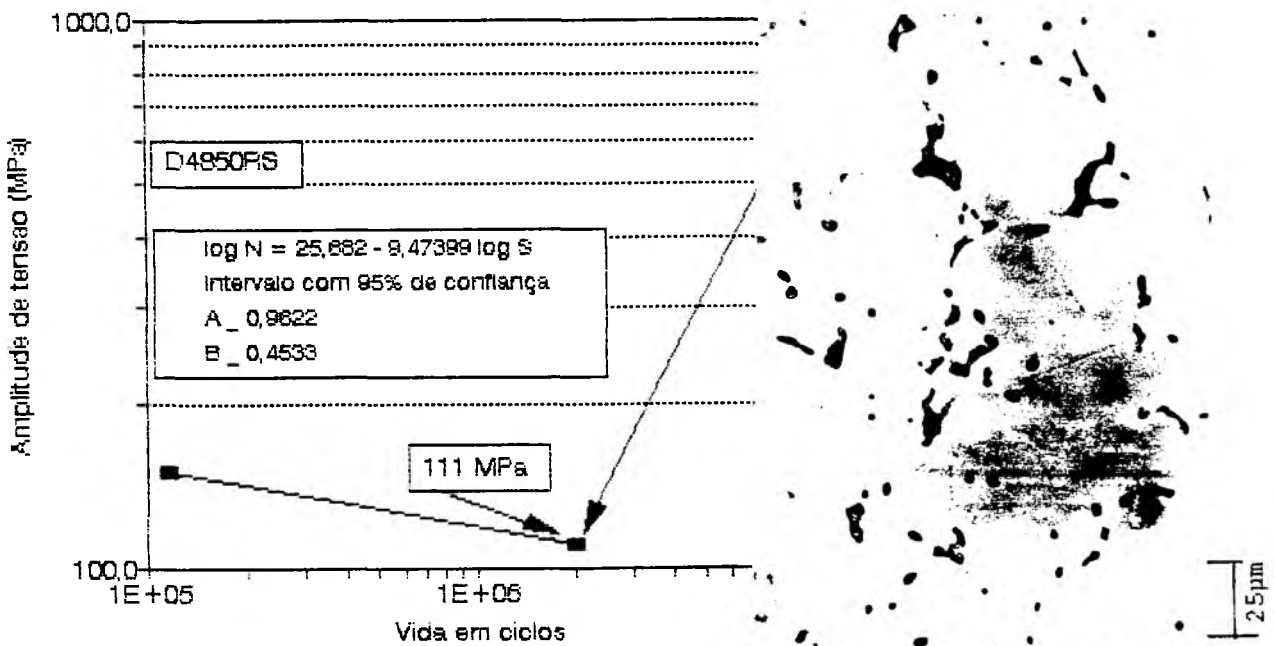


FIGURA 36 Curva de vida em fadiga em flexão plana com R=-1, da série D4850RS e forma dos poros após terem atingido o critério de vida infinita

4.6 CARREGAMENTO À FADIGA EM FLEXÃO PLANA E UNIAXIAL ALTERNANTE

Curvas de vida sob carregamento de fadiga em flexão plana e uniaxial são mostradas na figura 37 para a mesma série. O carregamento uniaxial leva a menor resistência à fadiga. Isto deve-se ao fato de que o carregamento, por ser de tração - compressão axial, atua sobre todo o volume do material, aplicando uma carga uniforme e igual em toda a seção crítica do corpo de prova. Já no carregamento em flexão plana, a distribuição de tensões é máxima na superfície e atinge um valor nulo no centro da seção crítica. Esta distribuição de tensões no carregamento em flexão faz com que a tensão real aplicada na seção crítica do corpo seja menor que a aplicada em carregamento uniaxial. A figura 38 apresenta a microestrutura da série D4 sob carregamento em fadiga uniaxial alternante, para ± 60 MPa. A figura 38a, apresenta a superfície do corpo de prova após $1,5 \cdot 10^5$ ciclos, nota-se uma tendência predominante de propagação das microtrincas através dos contornos de grão em seu estágio inicial. Na figura 38b evidencia-se a intensificação das bandas de deslizamento próximos a trinca, sem orientação preferencial, resultando uma maior deformação plástica perto da trinca. A figura 38c) mostra a coalescência de poros e a fratura mista intergranular-transgranular.

4.7 COMPORTAMENTO DOS POROS NO CARREGAMENTO A FADIGA

Os poros atuam como concentradores de tensão originando, por ação do carregamento, bandas de deslizamento. Estas atuam tanto no perímetro do poro com no contorno de grão. Nas interseções entre poro e contorno de grão intensificam-se as bandas de deslizamento, e os grãos vizinhos começam a decoalescer dando lugar a um alongamento do poro que,

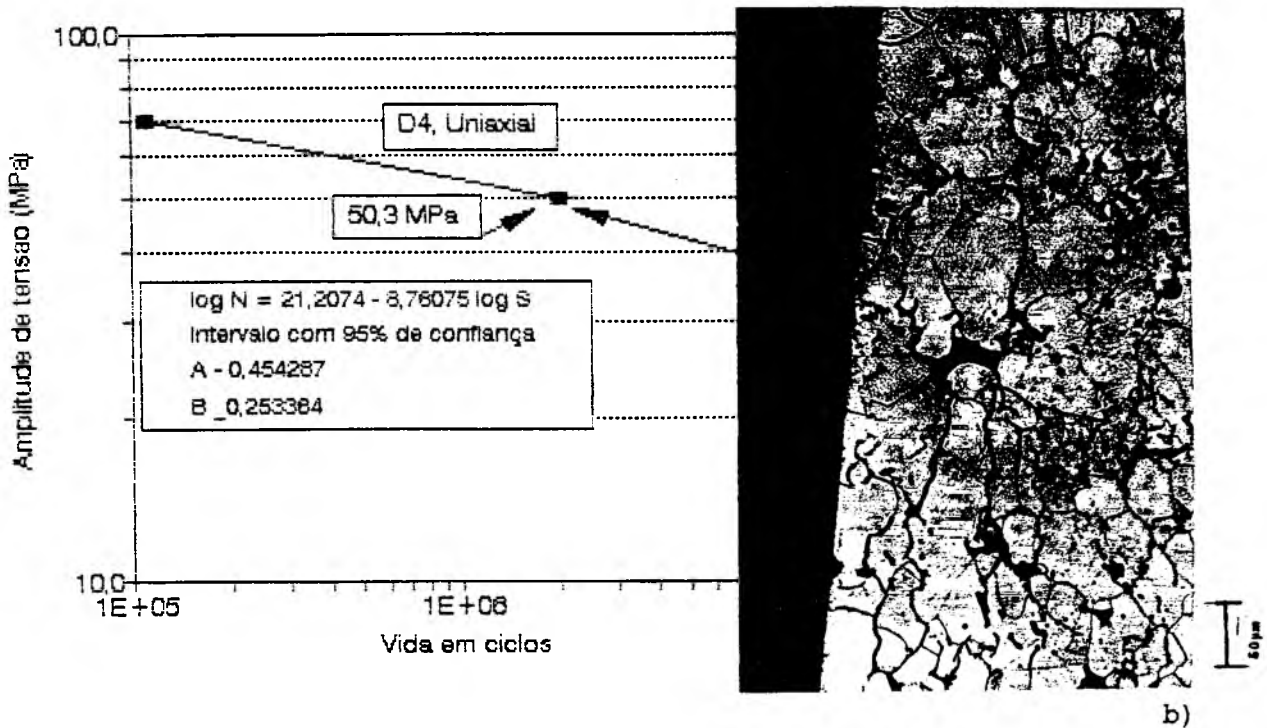
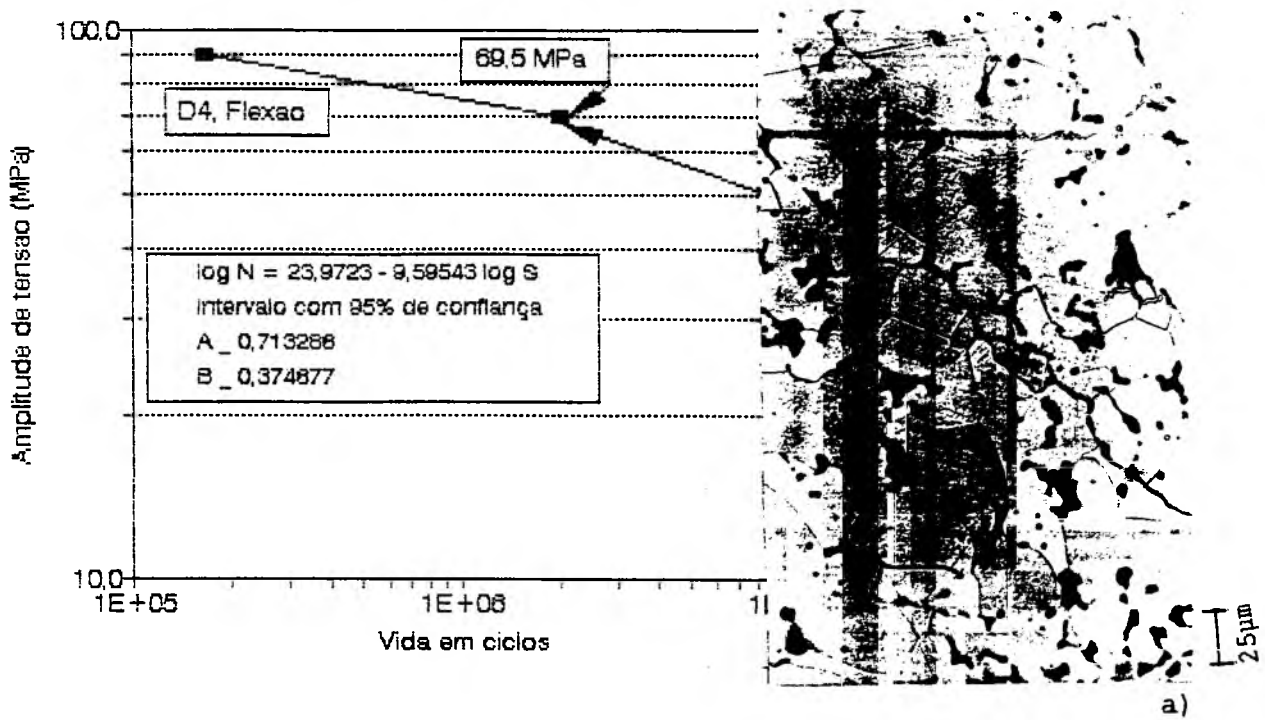


FIGURA 37 Curvas de vida em fadiga com $R=-1$ da série D4 a) em flexão plana e b) uniaxial

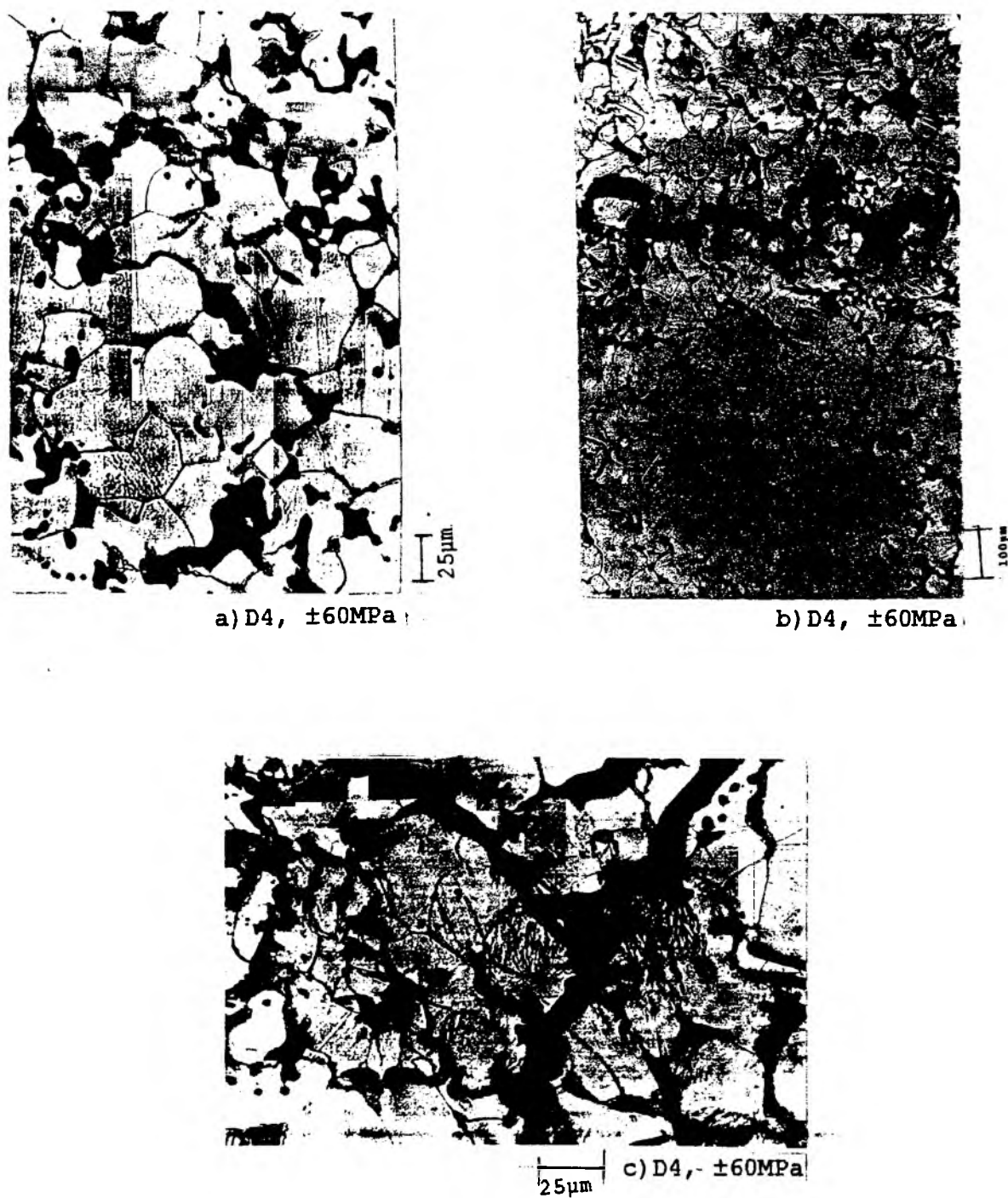
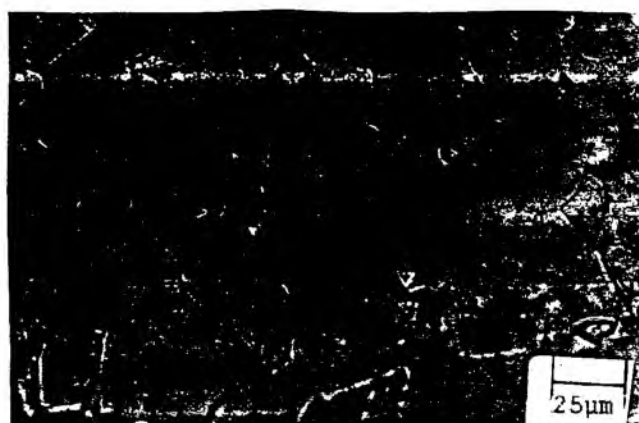


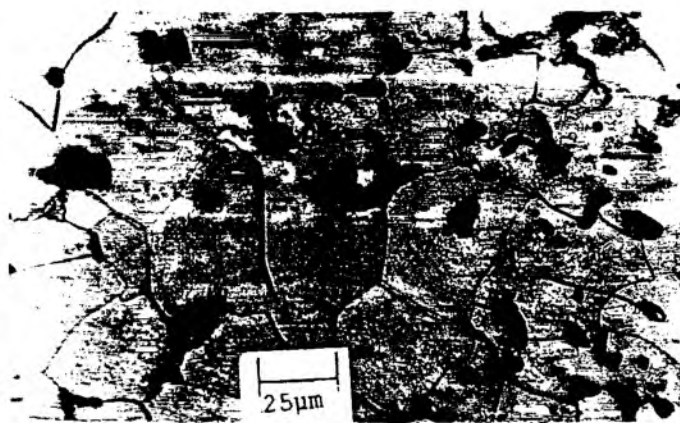
FIGURA 38 Microestruturas sob carregamento em fadiga uniaxial alternante, $R=-1$ a) D4, $\pm 60\text{MPa}$, $1,5 \cdot 10^5$ ciclos b) D4, $\pm 60\text{MPa}$, $5 \cdot 10^5$ ciclos c) D4, $\pm 60\text{MPa}$, fratura intergranular transgranular

dependendo do nível de solicitação, poderá originar macrotrincas, ocorrendo a fratura intergranular. Este fato foi observado no decorrer da presente pesquisa nos casos das séries fabricadas via pressão sinterização simples. Exceto no caso de carregamento uniaxial alternante da série D4, que mostrou fratura mista intergranular-transgranular.

No caso da série fabricada via dupla compactação observou-se fratura mista intergranular - transgranular. A localização dos poros tem um papel decisivo na iniciação das microtrincas. Na série D4850RS os poros estão localizados tanto no contorno de grão como no seu interior. Por efeito do carregamento, ambos tipos de poros são pontos críticos de iniciação de trincas, originando microtrincas que, por ação do coalescimento, formam as macrotrincas de modo misto transgranular - intergranular até atingir fratura. A figura 39 apresenta a formação da trinca no carregamento em fadiga por flexão plana, da série fabricada via dupla compactação. A figura 39a) mostra a superfície lateral do corpo de prova para zero ciclos, evidenciando poros circulares e sem deformação. A figura 39b) mostra a superfície após 1000 ciclos, observando-se deformação em quase todos os poros. A figura 39c) mostra a superfície após 300000 ciclos, notando-se coalescência de poros, tanto nos que estão nos contornos de grão como nos que estão dentro dos mesmos. Também se evidencia a formação de estrias superficiais pela intensificação das bandas de deslizamento. A figura 39d) apresenta a superfície fraturada após 500000 ciclos. observa-se propagação da trinca de modo misto intergranular - transgranular e a formação de estrias nos grãos perto da trinca. A figura 39e) mostra em detalhes a grande deformação plástica ocorrida no grão adjacente a trinca por efeito da formação das estrias de fadiga. Estes resultados concordam com as pesquisas realizadas por Bankowski e Fielbach [72].



a) 0 ciclos

b) 10^3 ciclosc) $3 \cdot 10^5$ ciclosd) $5 \cdot 10^5$ ciclos

e) detalhe

FIGURA 39 Comportamento dos poros por ação do carregamento á fadiga em flexão plana, $R=-1$, D4850RS, $\pm 150\text{MPa}$, a) 0 ciclos b) 10^3 ciclos c) $3 \cdot 10^5$ ciclos d) $5 \cdot 10^5$ ciclos e) detalhe

4.8 PROPOSTA DE UM MODELO QUALITATIVO NA FORMAÇÃO DA MACROTRINCA NA FADIGA POR FLEXÃO PLANA

Ao longo de todo o estudo pôde-se monitorar, sobre a superfície do corpo de prova, a coalescência das microtrincas para dar origem às macrotrincas. Notou-se, em todas as séries, que os poros de tamanho maior são os responsáveis pelo processo de iniciação de microtrincas. As séries fabricadas por pressão/sinterização simples mostraram coalescência de microtrincas através dos contornos de grão. No entanto, os fabricados via dupla compactação e aquelas fabricadas por pressão/sinterização simples e carregadas em tração-compressão, mostraram coalescência de microtrincas na forma mista intergranular - transgranular. Um modelo qualitativo é aqui proposto para a fadiga em flexão plana e matriz monofásica ferrítica. Uma seqüência de eventos é razoavelmente sugerida na ocorrência da formação da trinca. Estes eventos são mostrados no modelo físico apresentado na figura 48, que são resultados das observações feitas através das réplicas metalográficas durante o carregamento.

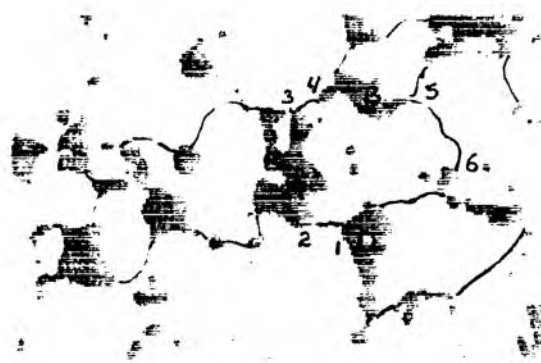


FIGURA 40 Modelo qualitativo na formação de macrotrincas

- (i) Nos primeiros ciclos formam-se as bandas de deslizamento nos poros A, B, C e D e também nos contornos de grão 1-2, 3-4 e 5-6. Por ação das bandas de deslizamento, nos interceptos dos contornos de grão com os poros, inicia-se a decoesão dos grãos, o que leva a deformação do poro que, preferencialmente, acontece na vizinhança do poro de tamanho maior; neste exemplo poro A. Poros que estão localizados no interior dos grãos também se deformam na direção do carregamento
- (ii) Na seqüência tem-se um problema estatístico: isto é, quais são os poros que se unem primeiro?. Isto depende da orientação, da forma e da curvatura do grão com relação à direção do carregamento.

4.9 ANÁLISE FRATOGRÁFICA

Foram analisadas, as superfícies de fratura das séries usando um microcópio eletrônico de varredura de marca Jeol. A análise foi realizada tanto nas superfícies de fratura por tração como nas superfícies de fratura por fadiga, notando-se, em ambos os casos, que a zona fraturada está localizada nos pescoços entre as partículas geradas na sinterização.

4.9.1 Fratura em tração

Os pescoços entre as partículas apresentam regiões críticas, elevando as tensões e representando o possível caminho da propagação das trincas. A figura 41 mostra as superfícies de fratura por tração da série D1. Observa-se grande deformação plástica nos pescoços dando a impressão da formação de "orelhas" na periferia do poro. Também pode-se notar a formação de planos de deslizamento. Isto concorda com as observações feitas por Pálfalvi et al. [94].

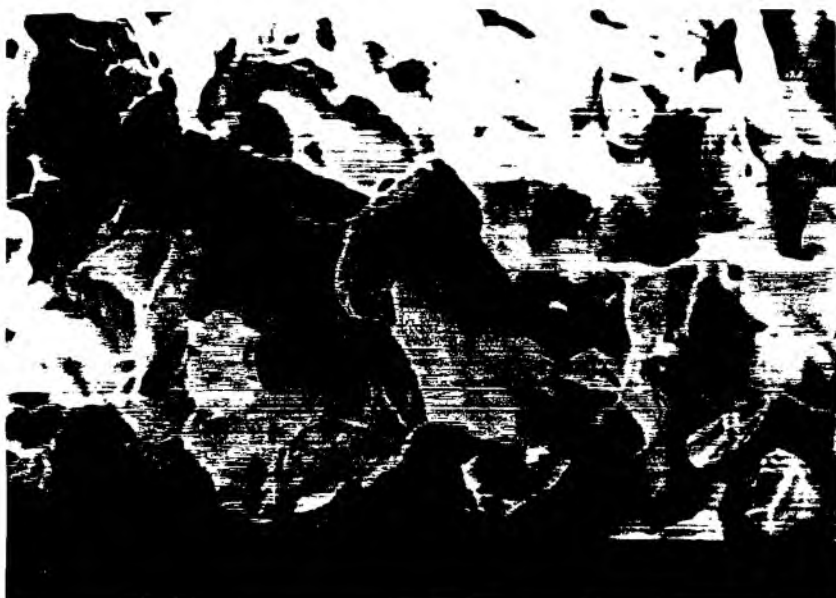
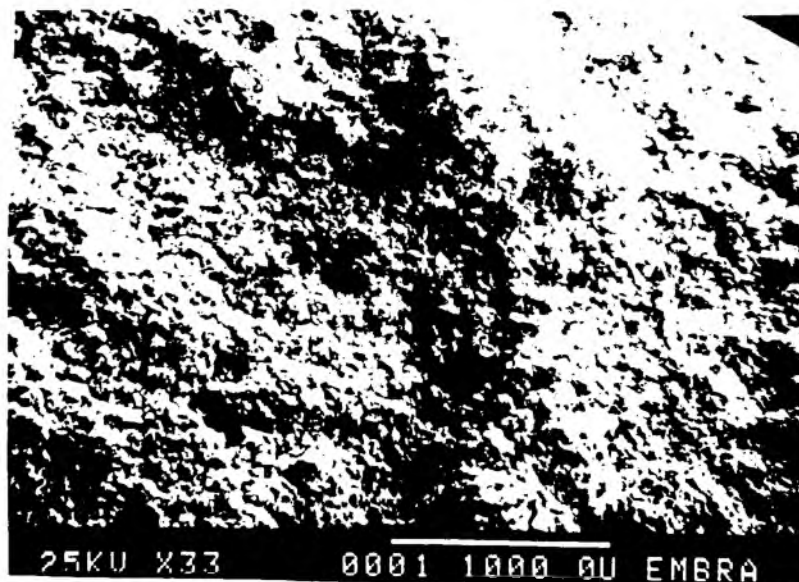


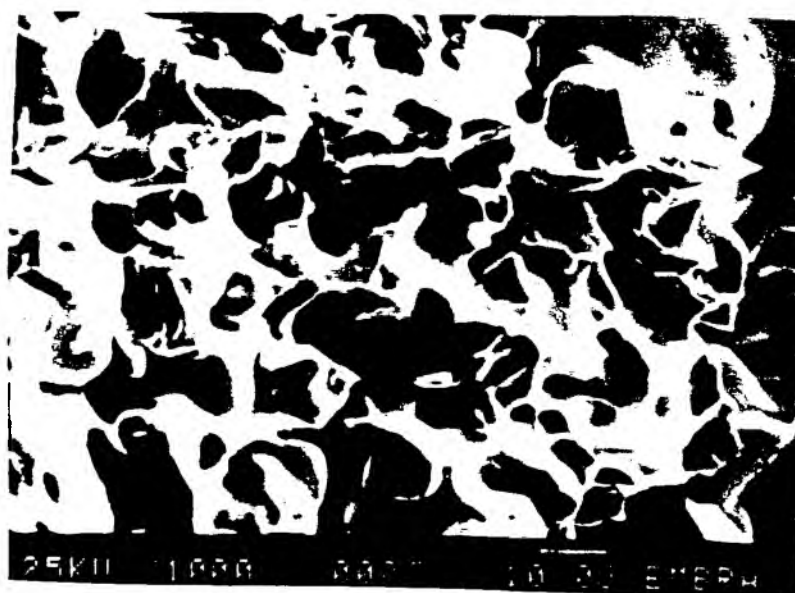
FIGURA 41 Superfície de fratura em tração da série D1

Na figura 42a) mostra-se uma região central do corpo de prova para a série sinterizada 480 minutos. Na figura 42b) a mesma região é mostrada com ampliação de 1000 vezes. Nota-se as grandes deformações entre as ligações das partículas, sugerindo assim um coalescimento de poros no processo de fratura. A figura 42c), mostra a superfície de fratura da amostra sinterizada em 60 minutos, apresenta poros de formato alongado com deformação plástica menor que na série

sinterizada em 480 minutos, onde também a coalescência de poros é o mecanismo principal de fratura.



a) T3 (480')



b) T3 (480')

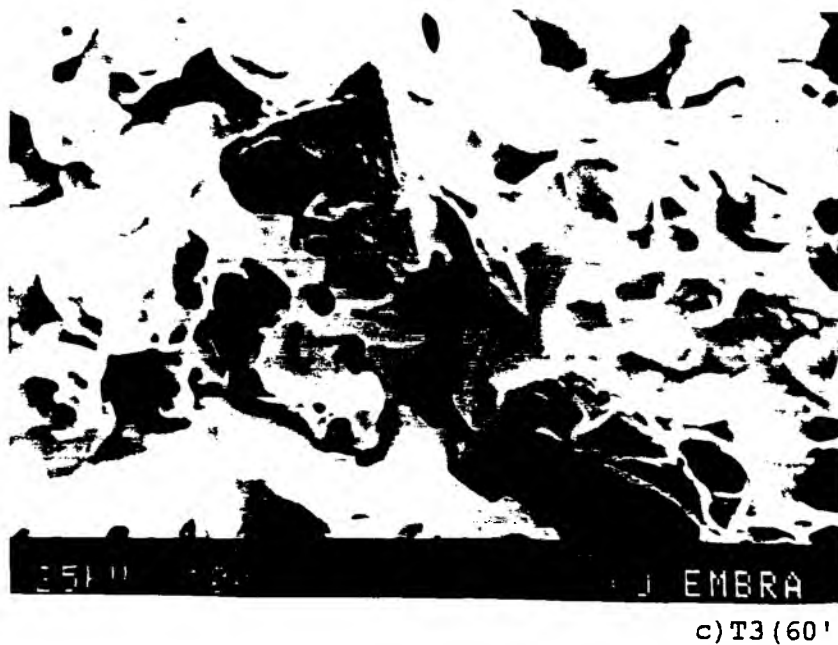
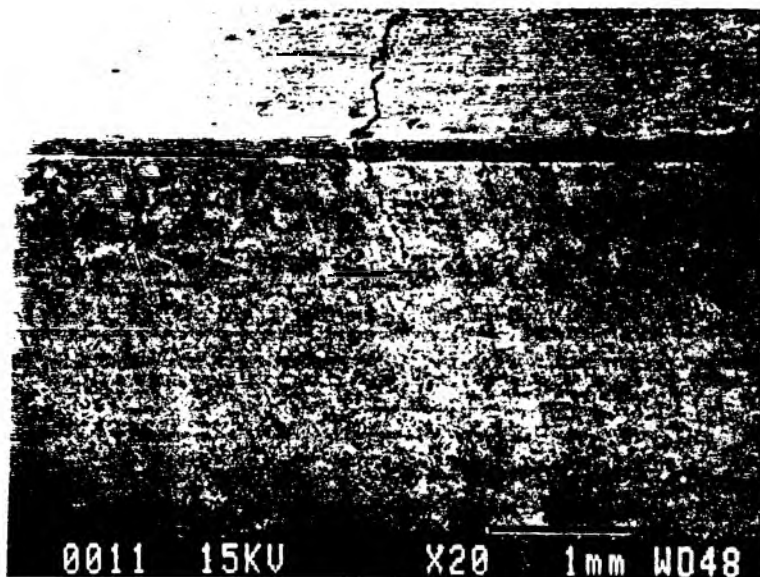
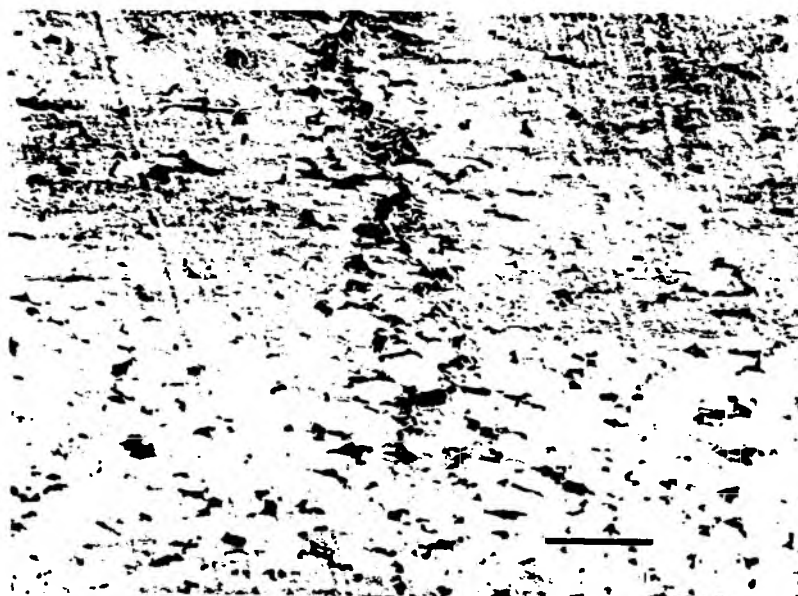


FIGURA 42 Superfícies de fratura por tração das series a) T3 (480'),
macroscopia b) T3 (480'), 1000xx e c) T3 (60')

4.9.2 Fratura por Fadiga

A análise visual da fratura por fadiga revelou uma superfície rugosa e plana. Uma tentativa de identificar a região que limita o estágio I, usando somente microscopia eletrônica de varredura não foi bem sucedida devido a natureza muito irregular da fratura. Na figura 43a) mostra-se a propagação da trinca em zig-zag da série T1,

carregada em flexão plana, ± 100 MPa. A figura 43b) mostra em detalhes a trinca sendo propagada através da coalescência de poros. Observa-se também que a direção da deformação do poro é a mesma do carregamento.

a)T1, ± 100 MPab)T1, ± 100 MPa

← →
 → ← carregamento

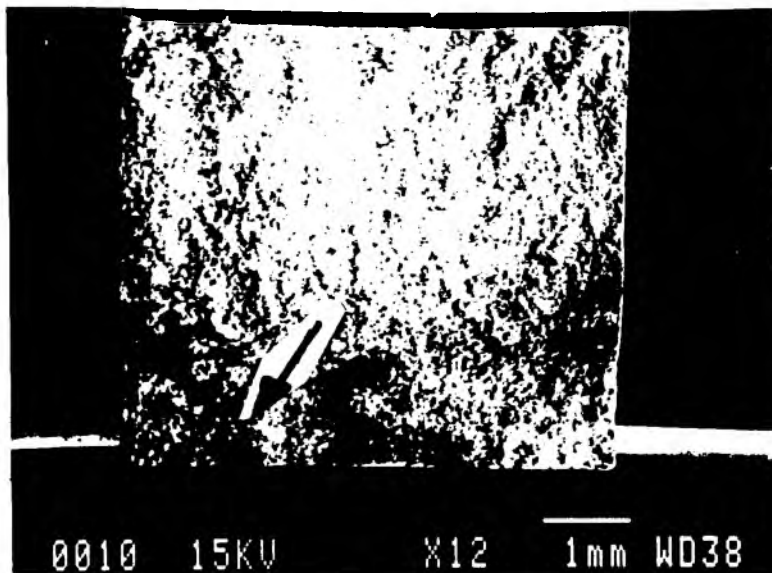
FIGURA 43 Microscopia eletrônica de varredura da superfície fraturada por fadiga em flexão plana da série a)T1, ± 100 MPa, 20xx b)T1, ± 100 MPa, 150xx

Na figura 44a) observa-se a superfície fraturada a 150 vezes, da trinca. Na figura 44b) mostra com mais aumentos a região indicada pela seta em a), notando que através dos pescoços, entre as partículas se originam a formação de planos de escorregamento durante a formação das microtrincas. Estas observações concordam com as determinadas por Fleck e Smith [95].

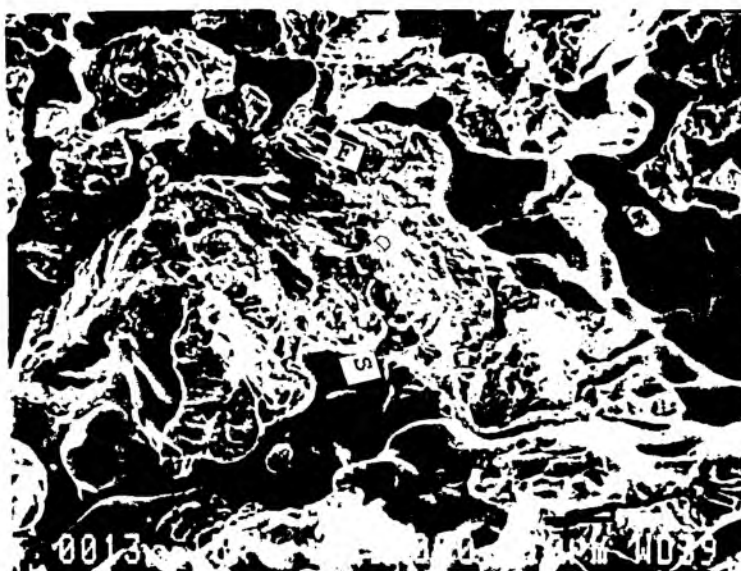


FIGURA 44 Microscopia eletrônica de varredura da superfície fraturada por fadiga em flexão plana da série a) T2, ± 100 MPa, 150xx
b) T2, ± 100 MPa, 1000xx

Na figura 45a apresenta-se a superfície macroscópica de um corpo de prova da série D1, carregado em flexão plana com $\pm 100\text{MPa}$. A figura 45b) evidencia, em detalhe, o ponto indicado pela seta na figura 45a). Observa-se que a fratura se propaga através dos pescoços entre as partículas. Ilustram-se estrias de fadiga (com a letra F), que ocorrem durante o carregamento evidenciando modo de fratura dúctil. Também há traços de modo de fratura fibrosa (indicado com D), e fratura por cisalhamento (S), concordando com as fractografias apresentadas com Franklin e Davis [96].



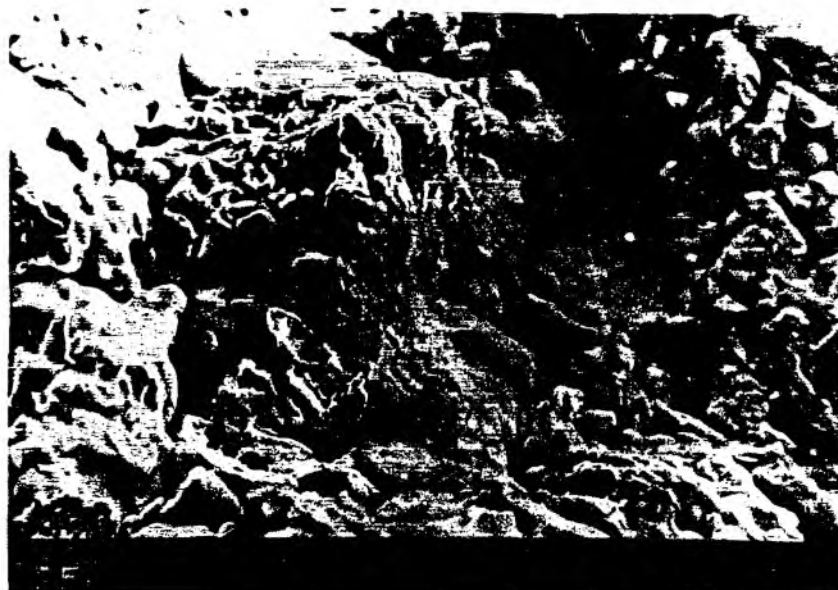
a) D1, $\pm 90\text{MPa}$



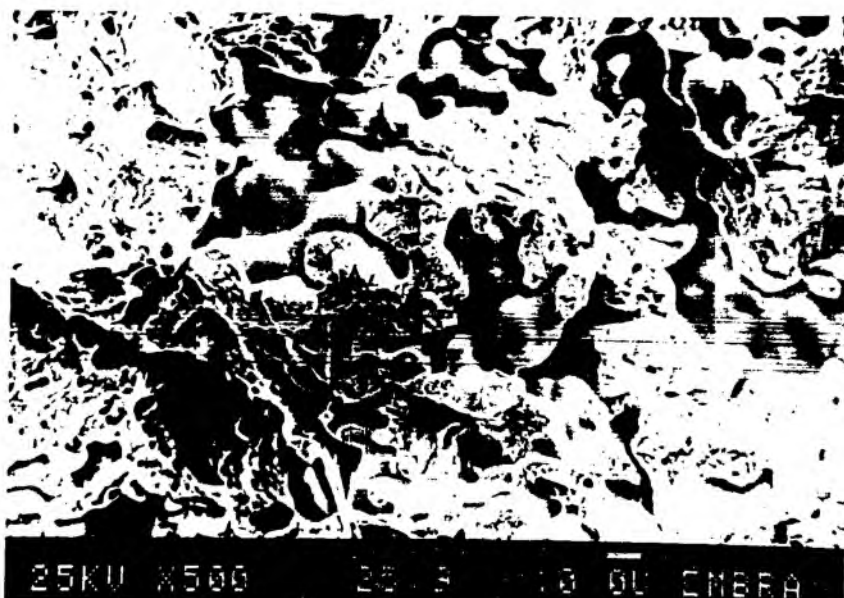
b) D1, ±90MPa

FIGURA 45 Microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura da série a) D1, ± 90MPa, 12xx b) D1, ± 90MPa, 1000xx.

Na figura 46a) mostra-se a séries T3 em sua região central notando coalescência de poros e pouca deformação plástica nos pescoços entre as partículas. Na figura 46b é mostrada a superfície de fratura em sua região central da série T3(480'), percebe-se o modo misto de dimples com estrias, evidenciando modo de fratura dúctil.



a) T3 (60')



b) T3 (480')

FIGURA 46 Microscopia eletrônica de varredura das séries a) T3 (60'), $\pm 60\text{MPa}$ b) T3 (480'), $\pm 100\text{MPa}$

Na figura 47 mostra-se a série D4850RS na região de propagação carregada em fadiga por flexão plana com ± 150 MPa. Esta superfície é totalmente diferente das demais. Nota-se predominância da formação de dimples, e traços de cisalhamento. observa-se grande deformação plástica nos pescoços. A presença do elevado número de dimples mostra que há grande deformação plástica durante o processo de fratura aumentando com isto a vida em fadiga.

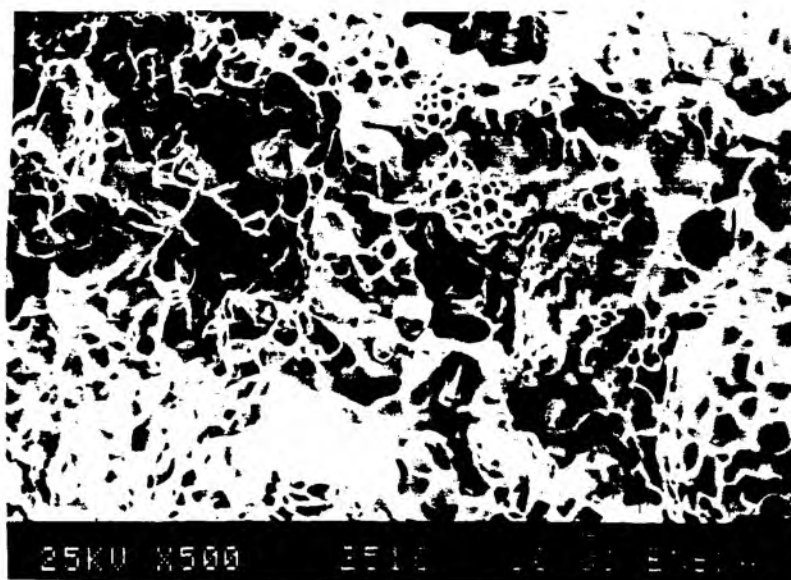


FIGURA 47 Microscopia eletrônica de varredura da série D4850RS, ± 150 MPa em sua região de propagação

CAPÍTULO 5 CONCLUSÕES

A quantificação do efeito dos poros nas propriedades estáticas e de fadiga, foi avaliado tendo-se como única variável o poro. Para tal, foram fabricadas amostras de ferro sinterizado com percentual de porosidade de 5,1% a 10,2%. A matriz monofásica facilitou o isolamento da variável poro. Neste sentido, obteve-se as seguintes conclusões:

1. Séries com o mesmo percentual de volume poroso apresentam propriedades estáticas e de fadiga diferentes, evidenciando que a porosidade é uma característica insuficiente para avaliar o sinterizado. Atualmente as propriedades do ferro sinterizado estão expressas de uma maneira geral em função da porosidade. Recomenda-se que uma caracterização clara, além da porosidade deve conter o tamanho médio e a distribuição de freqüências do grau de arredondamento dos poros.

2. O tamanho e a forma dos poros são fatores mais influentes nas propriedades estáticas e no limite de fadiga que a distribuição dos poros. Os poros de tamanho maior são pontos de iniciação de microtrincas. Estão normalmente associados a formato mais irregular e menor distância entre si.

3. Deformação e coalescência dos poros na direção do carregamento é o mecanismo predominante na fratura em tração e em fadiga.

4. A melhora do grau de arredondamento através do aumento do tempo de sinterização, também foi acompanhada da diminuição da porosidade, resultando na melhora das propriedades mecânicas e de fadiga.

5. Os efeitos quantitativos dos poros nas propriedades estáticas e de fadiga foram avaliadas nos seguintes grupos : (1) grupo 1 - Variação do tamanho e distribuição de tamanho dos poros através da variação do tamanho e distribuição do tamanho de partícula, para um mesmo percentual de volume poroso, (2) grupo 2 - Mudança no grau de arredondamento ou fator de forma mediante a variação da temperatura de sinterização, (3) grupo 3 - Variação da porosidade pela mudança do processo de fabricação compactação simples/ compactação dupla.

5.1 Com relação ao tamanho e distribuição de tamanho dos poros as seguintes observações/conclusões podem ser descritas:

(a) O aumento do tamanho médio do poro afeta fortemente as propriedades mecânicas. A série T4 comparada a série T1 apresenta um incremento de tamanho médio de poro de 274,0 %. Este incremento representa uma queda de 54,9%, no limite de resistência, 43,7% no limite de escoamento e 74,9% no alongamento, evidenciando que o alongamento é a propriedade mais afetada.

A distribuição do tamanho de poros mediante a variação da distribuição do tamanho de partículas (séries Di), não afetou significativamente as propriedades estáticas e o limite de fadiga, já que as microestruturas apresentaram similares tamanhos médio de grão e do poro e distribuição do grau de arredondamento ou fator de forma.

(b) O limite de fadiga foi avaliado em $2 \cdot 10^6$ ciclos. Deste grupo a série T1 foi a que apresentou maior limite de fadiga, devido ao menor tamanho médio de poro e a maior distância entre poros, mostrando necessitar de maiores tensões para incrementar a formação de bandas de deslizamento que dão origem a decoesão dos pescoços das partículas que resultam na formação de microtrincas que se propagam através dos contornos de grão. A série T4 comparada a série T1, mostrou uma queda em 49,7% no limite de fadiga, sugerindo que o aumento do tamanho dos poros prejudica o limite de fadiga.

(c) As superfícies de fratura por tração mostraram grande deformação dos pescoços entre as partículas antes do coalescimento dos poros nas séries Di e nas séries T1 e T2 . Isto ocorre devido a presença de poros pequenos em percentuais suficientes que permitem grande deformação plástica macroscópica da matriz antes da fratura.

(d) As superfícies de fratura por fadiga das séries Di, T1 e T2 apresentaram, estrias de fadiga , dimples e planos de cisalhamento, evidenciando modo de fratura dúctil. Nas séries T3 e T4 observou-se a formação de bandas de deslizamento nos pescoços e decoesão das partículas.

(e) A propagação das macrotrincas se dá por coalescência das microtrincas que se formam nos poros, resultando numa fratura intergranular na fadiga por flexão plana.

5.2 Com relação a variação do grau de arredondamento mediante a variação do tempo de sinterização, as seguintes observações/conclusões podem ser descritas:

(a) Observou-se ganhos com relação ao grau de arredondamento pelo aumento do tempo de sinterização. A série T3(480')

mostrou, através da metalografia quantitativa, poros com tendência quase circular. Em contrapartida, a série sinterizada por 20 minutos mostrou poros de formato irregular e com tendência de microtrincas. A análise via analisador de imagens comprovou esta tendência evidenciando poros com grau de arredondamento bem inferiores na série T3 (20')

(b) A resistência à tração, o limite de escoamento e o alongamento são melhorados com o aumento do tempo de sinterização. Esta melhoria deve-se ao efeito combinado do aumento do grau de arredondamento e a diminuição do volume poroso, sendo o alongamento a propriedade mais influenciada.

(c) O limite de fadiga da série T3(60') com relação a série T3(20') não apresentou ganhos significativos. Uma melhoria expressiva foi verificada na série T3(480') mostrando limite de fadiga de 79,85 MPa, evidenciando um ganho de 77,4% com relação a T3(60'). Atribui-se este ganho ao efeito combinado da diminuição do percentual de volume poroso e a melhora no grau de arredondamento.

(d) A superfície de fratura por tração mostra que a medida que se aumenta o tempo de sinterização, a tendência dos poros é tornar-se mais arredondados. Notou-se, ainda, grande deformação plástica dos pescoços entre as partículas

(e) As superfícies de fratura por fadiga mostram, na interface entre partículas, formação mista de dimples e estrias, em maior quantidade na série T3(480'), mostrando assim que o aumento do tempo de sinterização torna dúctil o processo de fratura.

5.3 A variação do percentual de volume poroso pela fabricação via dupla compactação, permite as seguintes observações/conclusões :

(a) A série fabricada via dupla compactação apresenta melhores propriedades de limite de resistência e de escoamento comparada com a série fabricada via compactação/sinterização simples. Isto deve-se a diminuição do percentual de volume poroso. A distribuição por áreas dos poros permite afirmar que a dupla compactação reduz o percentual de poros com áreas maiores de $100\mu\text{m}^2$ e aumenta o percentual de poros com áreas menores de $100\mu\text{m}^2$, atingindo valores de 91,16% nesta faixa.

(b) O limite de fadiga aumenta em 59,6%, quando comparado com a série fabricada via pressão/sinterização simples, devido a predominância de poros com áreas menores de $100\mu\text{m}^2$ e a melhora no seu grau de arredondamento, precisando de maiores tensões para originar microtrincas.

(c) As superfícies de fratura por fadiga apresentaram predominância na formação de dimples, evidenciando modo de fratura dúctil.

(d) A presença de poros tanto no interior como nos contornos de grão, originou microtrincas nestes poros, propiciando fratura mista intergranular - transgranular.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Mosca, E., PM Components use in the Transport Industry in Italy, Powder Metall., Vol.35 No.1 (1992) 38-40.
- [2] Kohno, T., Watanabe, R., Shinohara, K. and Nogami, S., Powder Metallurgy in Japan, Int. J. Metall. Powder Technol., Vol.28 No.1 (1992) 87-92.
- [3] White, D., Technology/Industry News, Int. J. Powder Technol., Vol. 29 No.3 (1993) 211-213.
- [4] Whittaker, D., PM Structural Components in the Car, Powder Metall., Vol.35 No.1 (1992) 35-37.
- [5] Lindskog, P.F. and Bocchini, G.F., Development of High Strength P/M Precision Components in Europe, Int. J. Powder Metall. & Powder Technol., Vol.15 No.3 (1979) 199-230.
- [6] Zapata, W.C., Estado Atual da Metalurgia do Pó, Metalurgia-ABM, Vol.43 No.361 (1987) 880-890.
- [7] Sonsino, C.M., Schlieper, G. and Huppmann, W.J., Influence of Homogeneity on the Fatigue Properties of Sintered Steels, Int. J. Powder Metallurgy. & Powder technol., Vol.20 No. 1 (1984) 20-28.
- [8] Kolaska, H., Schulz, P., Beiss, P. and Ernst, E., Investigation on Die Compaction, Powder Metall. Int., Vol.25 No.1 (1993) 30-35.
- [9] Hamuddin, M., Prediction of Mechanical Properties of Porous Materials and Cermets - A Critical Analysis, Powder metall. Int., Vol.19 No.19 (1987) 25-27.
- [10] Pohl, D., On the Fatigue Strength of Sintered Iron, Powder Metall. Int., Vol.1 No.1 (1969) 26-28.

- [11] Sonsino, C.M., Fatigue Design for Powder Metallurgy, World Conference on Powder Metallurgy, London, Vol.1 (1990) 42-48.
- [12] Buxbaum, O. und Sonsino, C.M., Betriebsfeste Bemessung von Bauteilen aus Sinterstahl und Ihre Sicherheit, Soderdruck aus Powder Metallurgy International, Vol.22 No.1 (1990) 49-52.
- [13] Ehlert, S.C., Kühn-Arroyo, I., Klein, A.N., Forjamento a frio de Pré-Formas de Aço Liga Sinterizado: Parte I - Análise Microestrutural, Proc. 9 CBECIMAT (Cong. Bras. de Eng. e Ciência dos Materiais), (1990) 9-12.
- [14] Ehlert, S.C., Kühn-Arroyo, I., Klein, A.N., Forjamento a Frio de Pré-Formas de Aço Liga Sinterizado: Parte II - Propriedades Mecânicas, Proc. 9º CBECIMAT (Cong. Bras. de Eng. e Ciência dos Materiais), (1990) 282-285.
- [15] Nazaré, S., Ondracek, G., Characterisation of Microstructure and Effects on the Properties of Porous Materials, Powder Metall. Int., Vol.6 No.1 (1974) 9-12.
- [16] Haynes, R. and Egediege, J.T., Effect of Porosity and Sintering Conditions on Elastic Constants of Sintered Irons, Powder metall., Vol.32 No.1 (1989) 47-52.
- [17] Leheup, E.R. and Moon, R.J., Strength and Elongation of Sintered Iron, Powder Metall., Vol.21 No.1 (1978) 1-9.
- [18] Glosch, P.K., Prasad, P.R. and Ray, S., Effect of Porosity on the Strength of Particulate Composites, Metallkde, Vol.75 (1984) 934-937.
- [19] Svilar, M. and Klar, E., Impact Strength and Fatigue Properties of Copper Infiltrated P/M - Steel, Int. J. Powder Metall., Vol.22 No.2 (1986) 105-112.
- [20] Hendrickson, A.A., Machmeiter, P.M. and Smith, D.W., Impact Forging of Powder Preforms: Current Assessment, Int. J. Powder Metall., Vol.28 No.3 (1992) 289-299.
- [21] Kühn-Arroyo, I., Klein, A.N., Aços Sinterizados: Correlação entre

- Propriedades Mecânicas e Microestrutura, Proc. 8° CBECIMAT (Cong. Bras. de Eng. e Ciência dos Materiais), (1988) 221-224.
- [22] Cytermann, R., A New Way to Investigate the Dependence of Elastic Moduli on the Microstructure of Porous Materials, Powder Metall. Int. Vol.119 No.4 (1987) 27-30.
- [23] Kuhn, H.A. and Downey, C.L., Deformation Characteristics and Plasticity Theory of Sintered Powder Materials, Int. J. of Powder Metall., Vol.7 No.1 (1971) 15-25.
- [24] Bourcier, R.J., Koss, D.A., Smelser, R.E. and Richmonds, O., The Influence of Porosity on the Deformation and Fracture of Alloys, Acta Metall. Vol.34 No.12 (1986) 2443-2453.
- [25] Weber, M., Comparison of Advanced Procedures and Economics for Production of Connecting Rods, Powder Metall. Int., Vol.25 No.3 (1993) 125-129.
- [26] Whittaker, D., Sintered Materials - Can They Under Fatigue Loads?, Materials & Design, Vol.12 No.3 (1991) 167-169.
- [27] Christian, D.J., German, R.M., Stoloff, N.S. and Sacher, R.S., Statistical Determination of Sintered Process Parameters Effects on Ferrous Powder Hight Cycle Fatigue Properties, Metal Powder Report, Vol.42 No.4 (1987) 261-270.
- [28] Beiss, P. Fatigue Strenght of Sintered Steels, Metal Powder Report, Vol.42 No.4 (1987) 243-249.
- [29] James, W.B. and O'Brien, R.C., Hight Performance Ferrous PM Materials: The Effect Alloying Method on Dinamic Properties, Metal Powder Report, Vol.42 No.4 (1987) 250-260.
- [30] Weiss, B. and Sticler, R., Methods for Predicting the Fatigue Strenght of PM - Materials, Modern Developments in Powder Metall. Pub. by MPIF Princeton NJ., Vol.21 (1988) 3-32.
- [31] Engström, U., Lindberg, C. and Tengzelius, J., Powders and Process for Performance PM Steels, Powder Metall., Vol.35 No.1 (1992) 67-72.

- [32] Cope, L.H., The mechanical Properties of Nuclear Cermets, *Metallurgia*, Vol. 72 (1965) 165-177.
- [33] Gerard, D.A. and Koss, D.A., Low cycle Fatigue Crack Initiation: Modeling the Effect of porosity, *Int.J.Powder Metall.*, Vol.26 No.4 (1990) 337-343.
- [34] Gerard, D.A., " The Influence of Porosity on low-cycle Fatigue". Dissertation. Michigan Technological University, (1989).
- [35] Barnby, J.T., Ghosh, D.C. and Dinsdale, The Fracture Resistance of Range of Sintered Steels, *Powder Metall.*, Vol.16 No.31 (1973) 55-71.
- [36] Pientrowski, A. and Harig, H., Investigation of the Fracture Behaviour of Sintered Steel, World conference on Powder Metallurgy, Vol.1 (1990) 440-445.
- [37] Lipp, K. and Sonsino, C.M., Development of Sintered Connecting Rods for Automotive Material Strenght on the Improvement of Fatigue Behaviour by Surface Roling, Worl Conference on Powder Metallurgy, *EUROMAT'89*, Vol.1 (1986) 206-210.
- [38] Sonsino, C.M., Tengzelius, J. and Schlieper, G., Influence of Sintered Material on the Improvement of Fatigue by Surface Rolling, World Conference on Powder Metallurgy, Vol.1 (1990) 497-508.
- [39] Danninger, H., Jangg, G., Weiss, B. and stickler, R., The Influence of Porosity on Static and Dinamic Properties of P/M Iron, World Conference on Powder Metallurgy Vol.1 (1990) 433-439.
- [40] Hamiuddin, Md., Correlation Between Mechanical Properties and Porosity of Sintered Iron and Steels-A Review, *Powder Metall. Int.*, Vol.18 No.2 (1986) 73-76.
- [41] Lindqvist, B., Influence of Microstructure and porosity on Fatigue Properties of Sintered Steels, *Modern Developments in Powder Metall.* Pu. by MPIF, Princeton NJ, Vol.21 (1988) 67-93.

- [42] Christian, K.D., German, R.M. and Paulson, A.S., Statistical Analysis of Density and Particle Size Influences Microstructural and Fatigue Properties of a Ferrous Alloy, Modern Developments in Powder Metall., Pu. by MPIF., Princeton NJ, Vol.21 (1988) 23-39.
- [43] Doib, N., Mellanby, I.J. and Moon, J.R., Fatigue Inhomogeneous Low Alloy PM Steels, Powder Metall., Vol.32 No.3 (1989) 209-214.
- [44] Sonsino, C.M. and Schlieper, G., Improvement of Mechanical Properties of Diffusion and Prealloyed Sintered Steels by Heat Treatments, Powder Metall. Int. Vol.24 No.6 (1992) 339-345.
- [45] Engdahl, P., Lindqvist, B. and Tengzelius, J., Fatigue Behaviour of PM Steels-Material Aspects, World Conference on Powder Metallurgy, Vol.2 (1990) 144-154.
- [46] Fischmeister, H.F. and Arzt, E., Densification of Powders by Particles Deformation, Powder Metall., Vol.26 No.2 (1983) 82-88. v
- [47] Heckel, R.W., A New Approach to the Study of Powder Compaction, Progress in Powder Met., Vol.17 (1961) 66-81.
- [48] Zapata, W.C., "Aceros Sinterizados con Niquel y cobre". Tesis, Universidad Politecnica de Madrid. (1986).
- [49] **Sotelo**, G.C., Snoeijer, B., Klein, A.N., Influência do Tamanho e Distribuição do Tamanho dos Poros nas Propriedades Estáticas e no Limite de Fadiga do Ferro Sinterizado, Proc. X CBECIMAT (Cong. Bras. de Eng. e Ciência dos Materiais), (1992) 540-543.
- [50] Danninger, H., Jang, G., Weiss, R. and Sticker, R., Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Iron Part I: Basic Consideration and Review of Literature, Powder Metall. Int., Vol.25 No.3 (1993) 111-117.
- [51] Khan, M.H., Calculation of Porosity in Sintered P/M, Int. J. Powder Metall. & Powder Technology, Vol.25 No.4 (1979) 271-276.
- [52] Bocchini, G.F., The Influence of porosity on the Characteristics of Sintered Materials, Int. J. Powder Metall., Vol.22 No.3 (1986) 185-202.

- [53] Fischmeister, H.F., Characterization of Porous Structures by Stereological Measurements, Powder Metall. Int., Vol.7 No.4 (1975) 178-188.
- [54] James, W.B., Fatigue Properties of Ferrous P/M Materials, Proc. II Sem. Metall. do pó da ABM, (1989) 193-227.
- [55] Salak, A., Miskovic, V., Dudrova, E. and Rudnayova, E., The Dependence of Mechanical Properties of Sintered Iron Compacts Upon Porosity, Powder Metall. Int., Vol.6 No.3 (1974) 128-132.
- [56] Haynes, R., " Mechanical Properties of Sintered Metal". Freund Pub. London, Great Britain (1981).
- [57] Eudier, M., Etude Theorique des Proprietes Mechaniques des Aciers Frites, Symp. Powder Metall. Stuttgart, Germany, Vol.1 (1968) 56-66.
- [58] Ledoux, L., Prioul, C., The Influence of pore Morphology on the Monotonic and Cyclic Properties of Sintered Iron, Modern Developments in Powder Metall., Pub. by MPIF, Princeton NJ., Vol.21 (1988) 41-53.
- [59] Griffiths, T.J., Davies, R. and Bassett, M.B., Analytical Study of Effects of Pore Geometry on Tensile Strength of Porous Material, Powder Metall., No.3 (1979) 119-123.
- [60] Nakamura, M. and Tsuya, K., Strength and Elongation of Sintered Iron, Powder Metall., No.3 (1979) 101-108.
- [61] German, R.M., Strength Dependence on porosity for P/M compacts, Int. J. Powder Metall. & Powder Technology, Vol.13 No.4 (1977) 259-271.
- [62] Haynes, R., A Study of the Effect of Porosity Content on the Ductility of Sintered Metals, Powder Metall., No.1 (1977) 17-20.
- [63] Vedula, K. and Heckel, R.W., Structure-Properties Relations for the Tensile Behaviour of Single Phase Ductile Sintered Materials, Modern Developments in Powder Metall., No.12 (1981) 759-777.
- [64] Rodzinak, D. and Slesar, M., The Fatigue Curve of Sintered Iron

- and its Microstructure and Fractographic Interpretation, Powder Metall. Int. Vol.12 No.3 (1980) 127-130.
- [65] Exner, H.E. and Pohl, D., Fracture of Sintered Iron, Powder Metallurgy Int. Vol.10 No.4 (1978) 193-196.
- [66] Komai, K. Minoshima, K. and Ishi, S., Recognition of Different Fracture Surface Morphologies using Computer Image Processing Technique, JSME Int. J. Séries A, Vol.36 No.2 (1993) 220-227.
- [67] Slesar, M., Dudrva, E. and Rudnayová, Plain Porosity as a Microstructural characteristics of Sintered Materials, Powder Metall. Int., Vol.24 NO.4 (1992) 232-237.
- [68] Taylor, D., The Behaviour of Short Fatigue Cracks, EFG Pub. 1, Eds. K.J. Miller and E.R. de los Rios, Mechanical Engineering, London, (1986) 479-490.
- [69] Radhakrishnan, V.M. and Mutoh, Y., The Behaviour of Short Fatigue Cracks, EFG Pub. 1 Eds. K.J. Miller and E.R. de los Rios, Mechanical Engineering, London, (1986) 87-99.
- [70] Miller, K.J., Short Fatigue Cracks, KA Pub., Eds. C. Moura Branco and L. Guerra Rosa, Série E: Applied Sciences- Vol.159 (1989) 3-22.
- [71] François, D., The Influence of the Microstructure on Fatigue, KA Pub. Eds. C. Moura Branco and Guerra Rosa, Série E: Applied Sciences Vol.159 (1989) 23-76.
- [72] Bankowski, R.S. and Fielbach, W.H., A Model for Crack Growth in Sintered Iron, Int. J. Powder Metall., Vol.16 No.3 (1970) 23-28.
- [73] Holmes, J. and Queeney, R.A., Fatigue Crack Initiation in a Porous Steel, Powder Metall., Vol.28 No.4 (1985) 231-235.
- [74] Kubicki, B., Zur Ermüdungsfestigkeit von Sintereisen, Proc. 8th Int. PM Conf. Dresden, Germany, Vol.2 (1985) 121-131.
- [75] Brownlee, K.A., " Manual on Fitting Lines ". STP 313, ASTM, (1962).
- [76] Little, R.E., " Manual on Statistical Planning and Analysis ".

STP 588, ASTM, (1975).

- [77] Schat, W., " Pulvermetallurgie Sinter und Verbundwerkstoffe". Cap. 4 (1970) 79.
- [78] Lenel, F.V., " Powder Metallurgy-Principles and Applications". Metal Powder Inds. Federation, Princeton (1980).
- [79] Thummler, F. and Thoma, W., The Sintering Process, Metallurgy Reviews, Vol.12 (1967) 68-108.
- [80] Peterson, J.E. and Small, W.M., Physical Behaviour of Water-Atomized Iron Powder: Particle Size Distribution and Apparent Density, Int. J. of Powder Metall. Vol.29 No.2 (1993) 131-137.
- [81] Peterson, J.E. and Small, W.M., Physical Behaviour of Water-Atomized Iron Powders: Effects of relative Humidity and Particle Size, Int. J. of Powder Metall. Vol.29 No.2 (1993) 121-129.
- [82] Kühn-Arroyo, I., " Homogeneização de Compactados de Misturas de pós: Estudo da Cinética, Modelação e Determinação Experimental". Tese. Universidade Federal de Santa Catarina, (1992).
- [83] Kühn-Arroyo, I., Horn-Vieira, M., Caracterização Microestrutural e Correlação com Propriedades Mecânicas de Liga Fe-Mn Sinterizada, Proc. I Semana da Conformação da ABM, (1993) 163-172.
- [84] Mosca, E. "Powder Metallurgy: Criteria for Design and Inspection". Mechanical Industry Research and Development Service, AMMA (1984).
- [85] Koczak, M.J., Lawley, A., The Effect of particle Size and Shape on the Mechanical Properties of Sintered Iron compacts, Powder Metall. Int., Vol.4 No.4 (1972) 186-191.
- [86] Sotelo, G.C., Snoeijer, B., Klein, A.N., Bertachini S., Influência da Dupla Compactação nas Propriedades Estáticas e de Fadiga do Ferro Sinterizado, I Semana da Conformação da ABM (1993) 459-477.
- [87] Sotelo, G.C., Snoeijer, B., Klein, A.N., A Porosidade na Precisão Dimensional e Rugosidade do Ferro Sinterizado, Proc. 48º Cong. da

- Assoc. Bras. de Metais, (1993) será publicado nos anais de 1994.
- [88] **Sotelo**, G.C., Snoeijer, B., Klein, A.N., Influência do Grau de Arredondamento nas Propriedades Estáticas e de fadiga do Ferro Sinterizado, Proc. 48º Cong. da Assoc. Bras. de Metais, (1993), será publicado nos anais de 1994.
- [89] **Sotelo**, G.C., Snoeijer, B., Klein, A.N., Influência da Distribuição e Tamanho dos Poros na Fadiga do Ferro Sinterizado-Análise Metalográfica e Fratógráfrica, Proc. XII COBEM Cong. Bras. de Eng. Mecânica Vol.III (1993) 1439-1442.
- [90] Dudrova, E. Parilák, L., Rudnayová, K and Pelikán K. Heterogeneity of Deformation Process in the Bulk of Porous Iron During Static Testing, Powder Metall. Int., Vol.19 No.3 (1987) 23-26.
- [91] Sonsino, C.M., Esper, F.J., Bemessungskriterien für Schwingbeanspruchte Bauteile aus Sinterstahl, Konstruktion 37 (1985) H.1, S. 1-10.
- [92] Miller, K.J., Metal Fatigue-Past, Current and Future, Parte C : JSMC Mechanical Engineering Science, Vol.205 (1992) 291-304.
- [93] Danninger, H., Jang, G. Weiss, B and Stickler, R., Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Iron Parte II: Experimental Study, Powder Metall. Int. Vol.25 No.4 (1993) 170-173.
- [94] Pálfabi, A., Vida-Simiti, I., Chicinas, I., Szabó and Magyarosy, I., Influence of Porosity on the Mechanical Characteristics of Sintered Porous Steel Sheets, Vol.20 No.4 (1988) 16-19.
- [95] Fleck, .A. and Smith, R.A., Effect of Density on Tensile Strength, Fracture, and Fatigue Crack Propagation Behaviour of Sintered Steel, Powder Metall. No.3 (1981) 121-125.
- [96] Franklin, .P and Davies, B.L., Metallographic Aspects of Fatigue of Sintered Iron, Powder Metall., Vol.21 No.1 (1978) 7-12.