

CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS Fe-Ni PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ: INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS (DUREZA)¹

Cândido Jorge de Sousa Lobo²
Nathalia Cândido Figueiredo³
Marcelo José Gomes da Silva⁴

Resumo

A metalurgia do pó torna-se um processo importante para obtenção de peças com geometria complexa, tornando-as cada vez mais viáveis. O grande desafio é minimizar os prejuízos causados pela porosidade residual por esse procedimento. O propósito desse trabalho foi caracterizar e avaliar a influência da temperatura nas propriedades mecânicas (dureza) da liga Fe 70%-Ni 30%, utilizada em componentes eletrônicos e materiais estruturais de peças de motores automotivos, sendo produzidas por metalurgia do Pó (MP). As ligas Fe-Ni foram fabricadas a partir de pós compactados uniaxialmente a frio e sinterizadas, produzindo material com densidade próxima da teórica para essa classe de ligas. Foram realizadas simulações para previsão de fases presentes através do *software* Thermocalc. Em seguida os corpos de prova foram submetidos à uma sinterização por temperaturas de 1.000°C e 1.100°C para avaliar o aumento da dureza com a variação da temperatura. A microestrutura foi avaliada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) possibilitou visualizar uma diminuição na quantidade e no tamanho dos poros com o aumento da temperatura e por Espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDX) caracterizando a presença de martensita. Imagens do microscópio de força atômica (AFM) foram utilizadas para ilustrar a Martensita. Foram levantados os perfis de dureza das amostras em um durômetro ITDPMD-130, mostrando que o simples aumento da temperatura de sinterização resultou em um acréscimo de 12% na sua dureza média.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; Liga Fe-Ni; Propriedades mecânicas; Porosidade.

CHARACTERIZATION OF FE-NI ALLOY PROCESSED BY POWDER METALLURGY: THE INFLUENCE OF THE PARAMETERS IN THE MECHANICAL PROPERTIES (HARDNESS)

Abstract

Powder metallurgy becomes an important process for manufacture of parts with complex geometry, making it more feasible. The big challenge is to minimize the damage caused by the residual porosity by this procedure. The purpose of this study was to characterize and evaluate the influence of temperature on the mechanical properties (hardness) of alloy Fe-70% Ni 30%, used in electronics and structural materials for automotive engine parts, being produced by powder metallurgy (PM). The Fe-Ni alloys were produced from powders compressed uniaxially cold pressed and sintered, yielding material with near theoretical density for this class of alloys. Simulations were conducted to predict the phases present in the *software* Thermocalc. Then the specimens were subjected to a sintering temperature of 1,000°C and 1,100°C to evaluate the increase in hardness by varying the temperature. The microstructure was investigated by Scanning Electron Microscopy (SEM) view a possible decrease in the amount and size of pores with increasing temperature and energy dispersive spectrometry X-ray (EDX) characterizing the presence of martensite. Images of atomic force microscope (AFM) were used to illustrate the martensite. Were raised hardness profiles of samples in a durometer ITDPMD-130, showing that simply increasing sintering temperature resulted in an increase of 12% in its hardness.

Key words: Powder metallurgy; Fe-Ni alloy; Mechanical properties; Porosity.

¹ Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Eng. Mecânico, Mestre, Aluno de doutorado, Universidade Federal do Ceará (UFC), Brasil.

³ Graduação, Engenharia Metalúrgica, UFC, Brasil..

⁴ Eng. Mecânico, Doutor, Prof. Adjunto, UFC, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A Metalurgia do Pó (MP) se apresenta no cenário atual como alternativa dentro dos processos de fabricação. Schaerer⁽¹⁾ define MP como o ramo da indústria metalúrgica direcionado à produção de peças a partir de pós metálicos ou não metálicos, através de etapas importantes como obtenção do pó, compactação e tratamento de sinterização, quando necessário, em temperaturas abaixo do ponto de fusão do material de base, resultando em produtos com dimensões altamente precisas e com propriedades mecânicas desejadas.

O atendimento a requisitos e condições técnicas de fabricação, bem como o equacionamento os custos envolvidos pode redirecionar toda uma linha de pesquisa, fazendo com que o projeto muitas vezes se afaste de uma condição metalurgicamente ideal para que se torne viável e exequível. No entanto os estudos sobre MP para ligas estruturais são escassos devido ao nível de complexidade das transformações de fase ocorridas na liga. Aços sinterizados a base de níquel são os mais utilizados para a fabricação de peças estruturais. O níquel, por possuir uma alta taxa de difusão no ferro, pode ser adicionado na mistura para posterior formação da liga durante o processo de sinterização.

Desta forma este trabalho tem como objetivo explorar o processo de fabricação de ligas Ferro-Níquel, por meio da Metalurgia do pó, considerando os parâmetros relacionados à melhoria das propriedades mecânicas e características metalúrgicas. As etapas se propuseram à: identificar por meio de técnicas de difração as microestruturas presentes nas ligas, comparando com os diagramas de equilíbrio obtidos por meio do *Software* ThermoCalc, para avaliar a melhor composição percentual da liga a fim de obter microestruturas que contribuam para as propriedades mecânicas. Por fim, foi verificada a influência da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas do material.

1.1 Ligas Fe-Ni

Caracterizado por ter altas propriedades mecânicas e contra corrosão, as ligas Ferro-Níquel possuem uma vasta aplicação em componentes mecânicos. Pós pré-ligados Fe-4Ni-0,5Mo, com adições suplementares de níquel e cobre, foram pesquisados por Tsutsui⁽²⁾ para utilização em peças com elevada resistência mecânica, como engrenagens. O níquel é estabilizador da austenita, e no plano da metalurgia do pó, forma uma solução sólida com o ferro. Estudos realizados por Santos⁽³⁾ apresentam como resultado de um processo de resfriamento lento, a transformação de fase em uma liga Fe – 30%Ni, da fase Cúbica de Face Centrada (CFC) em Cúbica de Corpo Centrado (CCC) como sendo adifusional, característica da transformação de fase martensítica. Gallas⁽⁴⁾ descreve que ligas Fe-Ni usualmente resfriadas a partir de altas temperaturas até a temperatura ambiente, apresentam essa transformação de fase adifusional em composições de até 30%p de níquel.

1.2 Influência da Porosidade

O desenvolvimento de aços de alta resistência sinterizados (materiais ENKMA) expandiu a área de aplicação destes produtos. No entanto, com estes materiais, a precisão dimensional era de difícil controle devido à grande quantidade de contração que ocorre durante a sinterização, pois é necessário preenchimento dos poros para

a atribuição de uma boa resistência e isso faz com que a forma final seja menor que a inicial. A fim de reduzir custos é necessário o desenvolvimento de estudos para materiais que satisfaçam tanto a necessidade de altas resistências como elevados requisitos de precisão dimensional.

Saritas, Doherty e Lawley⁽⁵⁾ propõem uma relação direta da diminuição de poros residuais formados devido a morfologia dos pós ao aumento de temperatura, pois torna-se muito mais próxima a região de fase líquida podendo um dos componentes preencher as cavidades do poro aumentando a densificação.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Foram preparadas as misturas de pós com granulometria máxima de 40 μm na composição Fe-(70%p) Ni – (30%p), mediante uso de um misturador cônico industrial – Pyramid – durante 20 min sem utilização de ligante. A etapa de compactação foi realizada sob uma pressão de 350 Mpa, conforme descrito por Pacheco et al.,⁽⁶⁾ em matriz uniaxial de aço de diâmetro 15 mm, produzindo corpos verdes de altura 15 mm. As sinterizações foram realizadas a 1.000°C e 1.100°C em forno elétrico tipo bottom loading da marca Shaly (1.200°C), por um período de 1 hora com resfriamento lento à atmosfera do forno. As microestruturas foram observadas via microscopia de varredura utilizando MEV JOEL JSM-5510 e Microscopia de Força Atômica via AFM da marca Park Scientific Instruments - Autoprobe CP. Foi utilizada a ferramenta Thermocalc para previsão de fases presentes na liga processada para posterior comparação de fases obtidas através da técnica de espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDX). Para finalizar realizou-se ensaio de dureza na superfície interna do corpo de prova sinterizado, por todo seu diâmetro, por um durômetro ITDPMD-130.

3 RESULTADOS

O Diagrama de Equilíbrio obtido no *software* Thermocalc mostra, para uma liga composta de Fe (70%p) e Ni (30%p), uma microestrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) em sua totalidade a temperaturas acima de 600°C. Para temperaturas abaixo desse valor, o diagrama mostra uma transformação de parte da fase CFC em uma fase Cúbica de Corpo Centrado (CCC), ficando constituída a liga de duas fases (Figura 1).

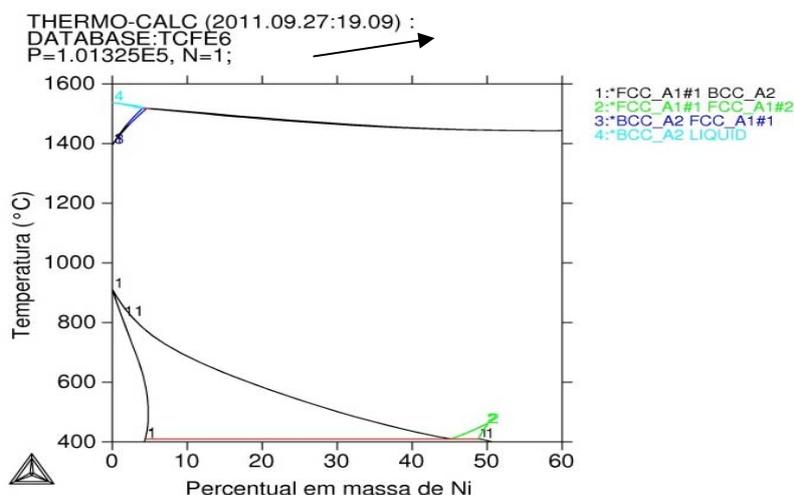


Figura 1. Diagrama obtido através do *software* Thermo-Calc de uma liga binária Fe-Ni. Fonte: Thermocalc UFC.

Para a amostra sinterizada a 1.100°C, as análises das imagens geradas pelos elétrons retro-espalhados no MEV (Figura 2), em conjunto com uso da técnica de EDX mostraram as composições descritas na Tabela 1.

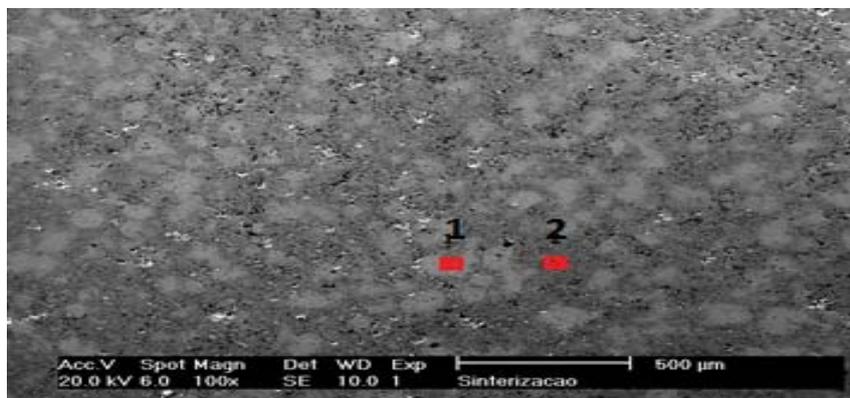


Figura 2. Análise química por EDS da mistura 70%Fe – 30%Ni sinterizada em forno elétrico, magnificação 100X. Fonte: MEV – UFC.

Tabela 1. Resultados da análise química das fases presentes na mistura 70%Fe – 30%Ni sinterizada, percentual atômico

PONTOS	Fe	Ni
1	99,83% +/-0.69	0,06% +/-1,24
2	50,19% +/-0.83	49,37% +/-1,54

Após a sinterização foram extraídas imagens através do AFM que se destacaram devido ao perfil diferenciado, obtido em uma análise realizada em regiões de pequeno grau de rugosidade (Figura 3).

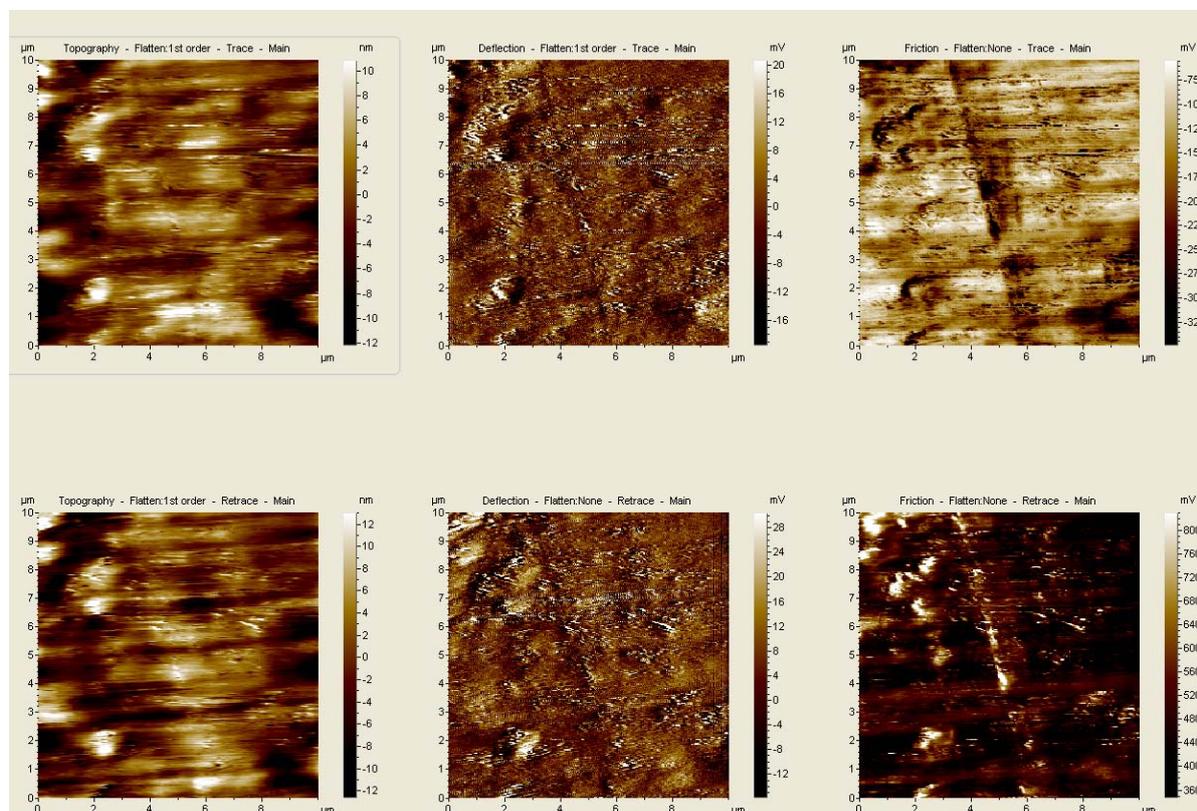


Figura 3. Imagem da amostra sinterizada à 1.100°C obtida no AFM. Área: 10 µm x 10 µm. Fonte: AFM Universidade de Fortaleza.

Nas imagens de fricção (coluna à direita), devido a diferença de atrito causada quando o material é heterogêneo, as cores clara e escura da imagem diferenciam a rugosidade. Ainda nestas imagens, observa-se o aparecimento em destaque de uma faixa larga, de 10 micrômetros de altura e cerca de 1 micrometro de largura em direção perpendicular ao lixamento, de coloração distinta do restante da amostra. Geralmente, isso é um indicativo de heterogeneidade de propriedade mecânica, que pode ser confirmado ao medir a rugosidade da região levando a crer na possibilidade de aparecimento da fase martensita, que por sua vez, aparece na faixa de fricção mais escura.

A mudança de propriedade que caracteriza distinção entre fases se percebe olhando a topografia da Imagem (coluna à esquerda) onde não se percebe essa mesma faixa significando que não há diferença entre picos e vales na mesma área.

As análises feitas através do MEV mostram na parte interna do corpo de prova uma sinterização satisfatória, porém o tamanho dos poros diminuiu consideravelmente quando se aumentou a temperatura de sinterização (Figura 4).

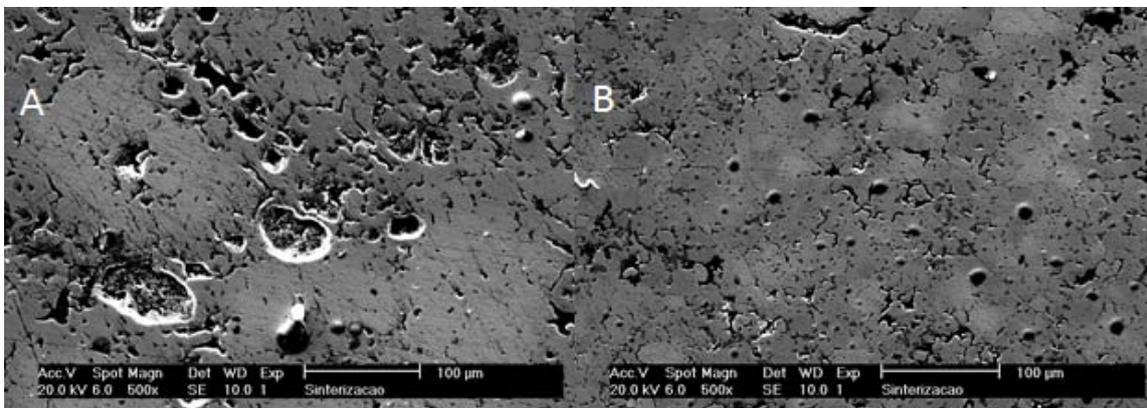


Figura 4. Imagem obtida através do MEV (a) Liga 70%Fe-30%Ni sinterizada à temperatura de 1.000°C; (b) Liga 70%Fe-30%Ni sinterizada à temperatura de 1.100°C. (Ampliação de 500 X). Fonte: MEV - UFC.

As peças sinterizadas apresentaram durezas obtidas através da média das medidas realizadas por todo o diâmetro do corpo de prova. Para a peça sinterizada à temperatura de 1.000°C a dureza média foi de $41 \pm 1,51$ HRC, para a peça sinterizada a 1.100°C esta mesma propriedade mecânica foi de $46 \pm 1,91$ HRC. A Figura 5 mostra o gráfico com o perfil de dureza das peças.

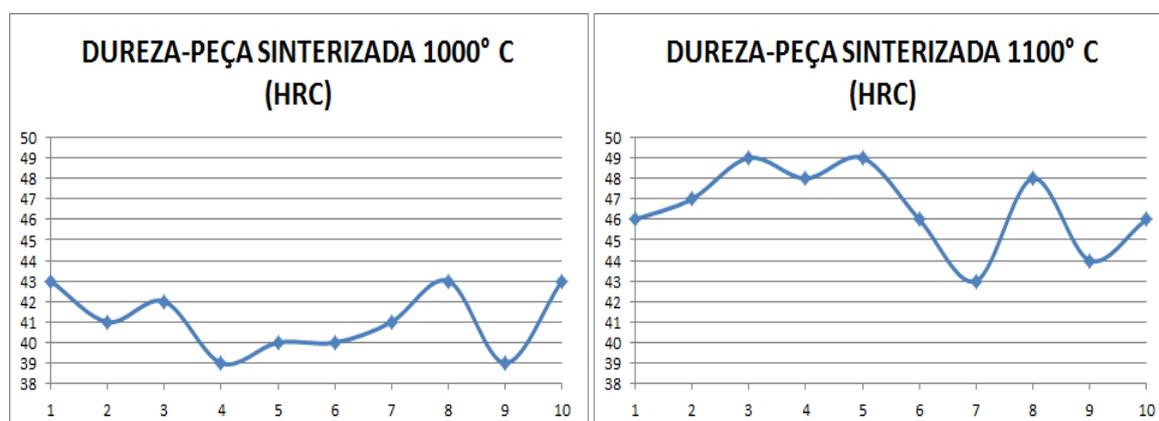


Figura 5. Gráficos de perfis de dureza das peças sinterizadas à temperatura de 1.000°C (à esquerda) e 1.100°C (à direita).

4 DISCUSSÃO

O *Software Thermocalc* sugere a formação de duas fases que é corroborada por Gates, Kelly e Zhang,⁽⁷⁾ onde a fase CCC é oriunda de uma transformação martensítica atérmica, baseada na matriz austenítica CFC. A metalurgia do pó como sendo um processo diferenciado e caracterizado pela união de partículas que não atingem a temperatura de fusão (como ocorre com os processos de fundição), também foi caracterizada conforme resultados de EDX e MEV como uma liga de fase binária composta de fase rica em ferro (atribuído a fase CCC) e um composto intermetálico rico em ferro e Níquel (podendo ser atribuído ao composto FeNi).

Através das imagens obtidas no AFM temos uma mudança de propriedade na imagem da fricção com formato característico da fase Martensita apresentado por Gates, Kelly e Zhang⁽⁷⁾ em ligas Fe-20%Ni-0,8%C. Com o aparecimento da Martensita eleva-se consideravelmente as propriedades mecânicas da liga objeto de estudo.

Outro fator importante é a diminuição da porosidade da liga influenciada pelo aumento da temperatura, conforme também descrito por Saritas, Doherty e Lawley.⁽⁵⁾ Com o aumento da temperatura de sinterização a fase rica em Níquel (que possui ponto de fusão mais baixo que o ferro) entra na região de transição da sinterização líquida, o que ajuda a diminuição de tamanho e quantidade de poros conforme Figura 4.

A fase rica em Martensita aliada a maior sinterização da temperatura de 1.100°C atribuíram um aumento de dureza em relação ao material sinterizado a 1.000°C. Não houve variação significativa na dureza em relação a posição da medida (por todo o diâmetro) o que leva a crer que a velocidade de resfriamento pouco afetou na microestrutura e fechamento dos poros.

5 CONCLUSÃO

As análises dos resultados permitiram concluir que, assim como o processo comum de obtenção da liga Fe-Ni (fundição) a Metalurgia do Pó também obteve a formação da fase Martensita que atribui maiores propriedades mecânicas a liga. O aumento da temperatura também influenciou diretamente nas propriedades visto que reduziram os defeitos (poros) atribuindo uma maior densidade ao material. Importante ressaltar que o aparecimento da fase Martensita não pode ser atribuída simplesmente a sinterização na faixa de temperatura de 1.100°C devendo ser exploradas outras faixas de temperaturas para relacioná-las ao aparecimento em maiores quantidades desta fase.

Agradecimentos

Universidade de Fortaleza (Unifor) pelo suporte técnico; e Prof. Dra. Flávia Abreu da Unifor.

REFERÊNCIAS

- 1 SCHAEERER, Magna Maria Monteiro. Análise numérica do comportamento de densificação de pós metálicos resultante do processo de compactação uniaxial. 2006. 89 f. Tese (Doutor) - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Coppe, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

- 2 TSUTSUI, Tadayuki. Technical Trends in the development of structural Materials and Outlook for the Future. Disponível em: <www.hitachi-pm.co.jp/tec/tec2008_e_03.pdf>. Acesso em: 22 fev. 2012.
- 3 SANTOS, Cláudia Nazaré Dos. Aspectos cristalográficos da transformação martensítica de uma liga fe-27%ni. 2008. 120 f. Tese (Doutor) - Ime, Rio de Janeiro, 2008. Disponível em: <http://www.ime.eb.br/arquivos/teses/se4/cm/Claudia_Nazare_dos_Santos.pdf>. Acesso em: 12 mar. 2012.
- 4 GALLAS, Márcia Russman. Efeito das Altas Pressões, Temperatura e Bombardeamento Iônico em Ligas INVAR FeNi. 1992. 137 f. Tese (Doutor) - Departamento de Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1992. Disponível em: <<http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/29706/000055679.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 12 mar. 2012.
- 5 SARITAS, Suleyman; DOHERTY, Roger D.; LAWLEY, Alan. Effect of porosity on the Hardenability of P/M Steels. Disponível em: <hoeganaes.com/TechPapersv2/98.PDF>. Acesso em: 22 fev. 2012.
- 6 PACHECO, P. D. et al. Obtenção de Ligas Fe-Cu Via Metalurgia do Pó: Microestrutura, Dureza e Limite de escoamento. Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo, Campos Dos Goitacazes, v. 26, n. 03, p.121-125, 19 set. 2007.
- 7 GATES, J. D., KELLY, P.M., ZHANG, M. -X.. A model of stress induced martensitic in Fe-Ni-C alloy. Materials Science and Engineering A273–275 (1999) 251–256.