

ESTUDO DO ALUMÍNIO OBTIDO POR METALURGIA DO PÓ VIA SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL E A PLASMA *

Arthur Körbes¹

Gilceu dos Santos Cardoso²

Luana de Lucca de Costa³

André Rosiak⁴

Diego Pacheco Wermuth⁵

Lirio Schaeffer⁶

Alexandre da Silva Rocha⁷

Resumo

Este trabalho objetiva utilizar pó de alumínio com alta pureza e baixa granulometria para fabricação de peças pelo método de sinterização convencional e a plasma, e analisar as propriedades mecânicas obtidas. Foi escolhido um pó com baixa quantidade de impurezas para que as condições de compactação e sinterização não fossem alteradas ou influenciadas por elas. A curva de compressibilidade foi traçada para descobrir a pressão ideal de compactação do pó. Posteriormente, os compactados foram sinterizados em um forno convencional com pressão positiva de nitrogênio e em um processo a vácuo assistido a plasma de nitrogênio. As amostras obtidas foram caracterizadas quanto a densificação, dureza, microestrutura e rugosidade superficial. Verificou-se que ambos os processos de sinterização são efetivos. No entanto, o processo a plasma foi capaz de produzir uma menor redução de densificação nas amostras, bem como a maior dureza superficial; já o processo convencional resultou em maior dureza interna nas amostras e menor rugosidade superficial.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; Curva de compressibilidade; Alumínio; Sinterização convencional; Sinterização assistida a plasma.

STUDY OF ALUMINUM OBTAINED BY POWDER METALLURGY CONVENTIONAL AND PLASMA SINTERIZATION

Abstract

This work has the objective to use a powder of aluminum with high purity and low granulometry to manufacture parts by two different sintering techniques: conventional and plasma, and to analyze mechanical properties obtained. A powder with a very low amount of impurities was chosen to not affect the compaction and sintering conditions. A compressibility curve of this powder was obtained experimentally to find out its ideal compaction pressure. After compaction, the compacts were sintered in a conventional process with a positive pressure of Nitrogen and in a vacuum nitrogen plasma assisted process. The obtained samples were investigated for densification, hardness, microstructure and surface roughness. In both processes the sintering was effective. However, the plasma process was able to produce the lowest reduction of densification and the highest surface hardness in the samples; and the conventional process was able to produce the highest internal hardness and the lowest surface roughness in the samples.

Keywords: Powder metallurgy, Compressibility curve, Aluminium, Conventional sintering, Plasma assisted sintering.

¹ Engenheiro Metalúrgico, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

² Engenheiro Mecânico, mestre em engenharia, doutoranda do programa de pós graduação em minas, metalurgia e materiais - PPG3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.

³ Engenheira Mecânica, mestre em engenharia, doutoranda do programa de pós graduação em minas, metalurgia e materiais - PPG3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brasil.

⁴ Engenheiro Metalúrgico, mestrando do programa de pós graduação em minas, metalurgia e materiais - PPG3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

⁵ Mestre em Engenharia Metalúrgica, doutorando do programa de pós graduação em minas, metalurgia e materiais - PPG3M, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil.

⁶ Prof. Titular. Dr. Coordenador do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto alegre, RS, Brasil.

⁷ Prof. Dr. Coordenador do Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto alegre, RS, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó (MP) é uma rota de produção considerada altamente avançada, economicamente viável e ecologicamente correta. No processo, peças complexas são produzidas em larga escala, com elevada precisão e qualidade. Modernos equipamentos de aquecimento e compactação, como fornos com alta capacidade e alta velocidade de ciclo de temperatura, injetoras e prensas mecânicas, hidráulicas e híbridas são utilizados no processo. Controlados via software, permitem ajustes de alta precisão e rapidez de reposta [1].

O método convencional de MP consiste nas etapas de obtenção do pó, mistura, compactação e sinterização. A etapa final de sinterização visa conferir o formato final desejado ao componente, atingindo as propriedades químicas e mecânicas desejadas. Isto é possível através da ligação atômica entre as partículas que ocorre durante o aquecimento a uma temperatura abaixo daquela de fusão do metal base ou da liga considerada. Esta etapa é fortemente influenciada pelas características do pó metálico, bem como pela temperatura, tempo e atmosfera empregados no aquecimento [2].

Na sinterização a plasma o compactado verde aquece dentro de uma câmara ao entrar em contato com um plasma inerte ou reativo. A peça verde começa a aquecer do exterior para o interior, pela ação de um bombardeamento de íons, que ocorre quando o plasma entra em contato com sua superfície externa. Quando a peça está isolada por algum anteparo e o contato não é direto, o aquecimento acontece por radiação. Neste processo as taxas de aquecimento podem atingir o valor de 150 °C/min e em teoria, devido a condução do calor na peça, é possível obter grandes gradientes de temperatura [3].

A metalurgia do pó do alumínio tem como característica melhorar as propriedades mecânicas do material significativamente. É possível produzir uma microestrutura mais refinada e uma maior uniformidade na distribuição da estrutura. Após o processo, o componente encontra-se com um formato bastante próximo ao definitivo, muitas vezes sem a necessidade de ajustes finais. [4].

Em virtude de apresentar uma ótima compressibilidade, o alumínio necessita de pressões de compactação baixas, enquanto materiais ferrosos necessitam de pressões superiores a 700 MPa para atingir densificação de até 90% de suas respectivas densidades teóricas [5]. A atmosfera a ser utilizada no processo de sinterização do alumínio impacta na densificação e resistência mecânica da amostra. Segundo Schaffer [6], a atmosfera que possibilita a obtenção de melhores propriedades mecânicas no alumínio é a atmosfera de nitrogênio.

Aqui, foram investigados os efeitos da utilização de um pó de alumínio com alta pureza e de pequena granulometria no processo de sinterização e nas propriedades finais das amostras obtidas via sinterização convencional e sinterização assistida a plasma. A pressão adequada para a compactação deste pó foi determinada através da curva de compactação. Ensaio qualitativos e quantitativos foram realizados para comparação entre as peças sinterizadas pelo método convencional e a plasma.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material de estudo foi um pó de alumínio, fornecido pela empresa Alcoa®, com teor de pureza 99,70%. A Tabela 1 apresenta os dados da análise química do material.

Tabela 1. Dados de Análise química do Alumínio, valores em % de massa.

Alumínio (%)	Ferro (%)	Silício (%)	Outros metais (%)
99,7	0,21	0,05	0,04

Com o intuito de definir a pressão ideal de compactação onde a amostra verde forma uma estrutura com densidade adequada para o manuseio e que permite uma melhor sinterização do material, foi levantada sua curva de compressibilidade. Para traçar a curva, o pó foi compactado em uma matriz uniaxial de simples ação de aço AISI D6. Com o diâmetro de 13 mm e altura de 52,50 mm em sua cavidade cilíndrica. E punções, superior e inferior, conforme mostra a Figura 1.

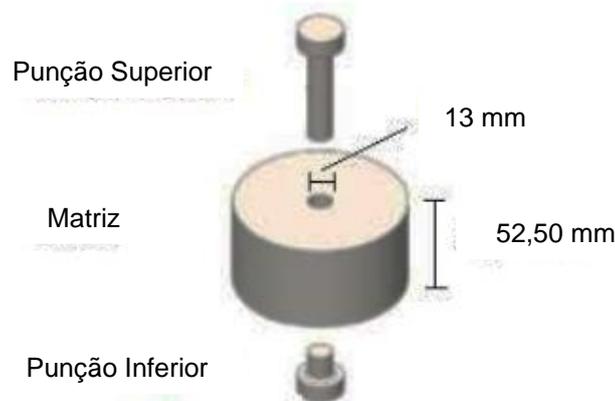


Figura 1. Desenho esquemático do ferramental utilizado na compactação.

O equipamento utilizado para a aplicação de cargas de compressão na matriz foi uma prensa hidráulica manual de 30 toneladas de capacidade da marca BOVENAU. Para obter uma curva com valores significativos foram compactadas 10 amostras com pressões que variaram de 100 MPa a 1000 MPa, com intervalos de pressão de 100 MPa.

Com a finalidade de reduzir os esforços de compactação sobre o ferramental, foi utilizado estearato de zinco como lubrificante. O pó de alumínio e o lubrificante foram previamente misturados até total homogeneidade da mistura. A massa do lubrificante utilizado foi proporcional a 1% da massa total do pó de alumínio.

Após a definição da pressão ideal de compactação foi realizada a compactação de 8 amostras verdes, com formato cilíndrico, possuindo diâmetro de 13mm e altura de 10,20mm.

Das 8 amostras verdes, a sinterização das primeiras 4 amostras foi realizada de forma convencional em um forno tipo mufla, da marca Sanchis®, modelo Tubular 1600. O aquecimento das amostras ocorreu através do efeito de irradiação térmica proveniente das resistências elétricas do forno. A atmosfera foi controlada com gás nitrogênio (99,99% de pureza), e o aquecimento das amostras iniciou em temperatura ambiente (25 °C) e aumentou gradativamente com a taxa de 10 °C/min

até alcançar a temperatura de 500 °C, onde permaneceu por uma hora e, então, ocorreu o resfriamento em forno até a temperatura ambiente.

A sinterização das últimas 4 amostras foi realizada em um reator para processamento a plasma. A fonte utilizada foi do tipo semi-pulsada. O aquecimento ocorre sob o regime de descarga luminescente anormal. A Figura 2 mostra esquematicamente o reator a plasma utilizado (a) e as 4 amostras sendo sinterizadas (b).

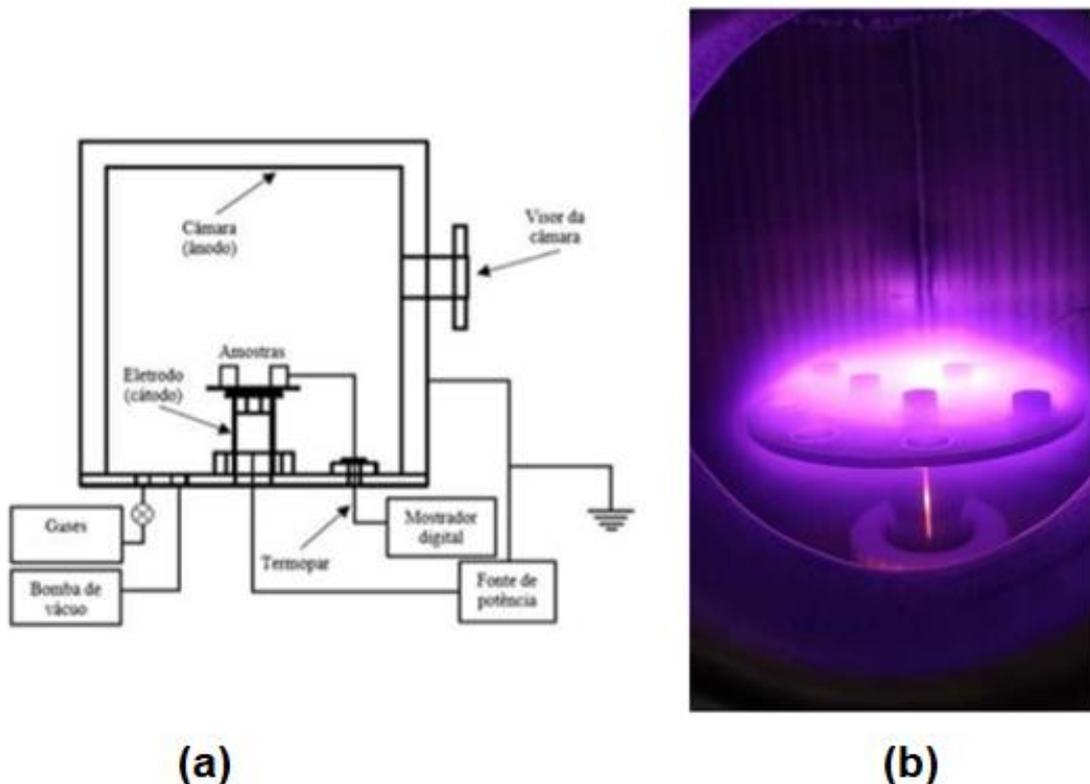


Figura 2. (a) Desenho esquemático reator a plasma. (b) amostras sendo sinterizadas a plasma.

A Tabela 2 apresenta os parâmetros empregados no processamento a plasma para a sinterização das amostras.

Tabela 2 Parâmetros de processo para as sinterizações a plasma.

Etapa	Tempo (min)	Faixa de temperatura (°C)	Taxa de aquecimento	Pressão (mbar)	Gás
Aquecimento 1	60	20-280	5	0,5-1	H2
Retirada do lubrificante	60	280	-	1	H2
Aquecimento 2	10	280-500	10	1-2	N2
Sinterização	60	500	-	2	N2

Para fins de caracterização das amostras sinterizadas, foram realizadas análises de granulometria a laser, análises de densificação, microdureza Vickers, microscopia eletrônica de varredura e rugosidade.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Distribuição de granulometria e morfologia do pó metálico

A Figura 3 apresenta a distribuição granulométrica do pó de alumínio.

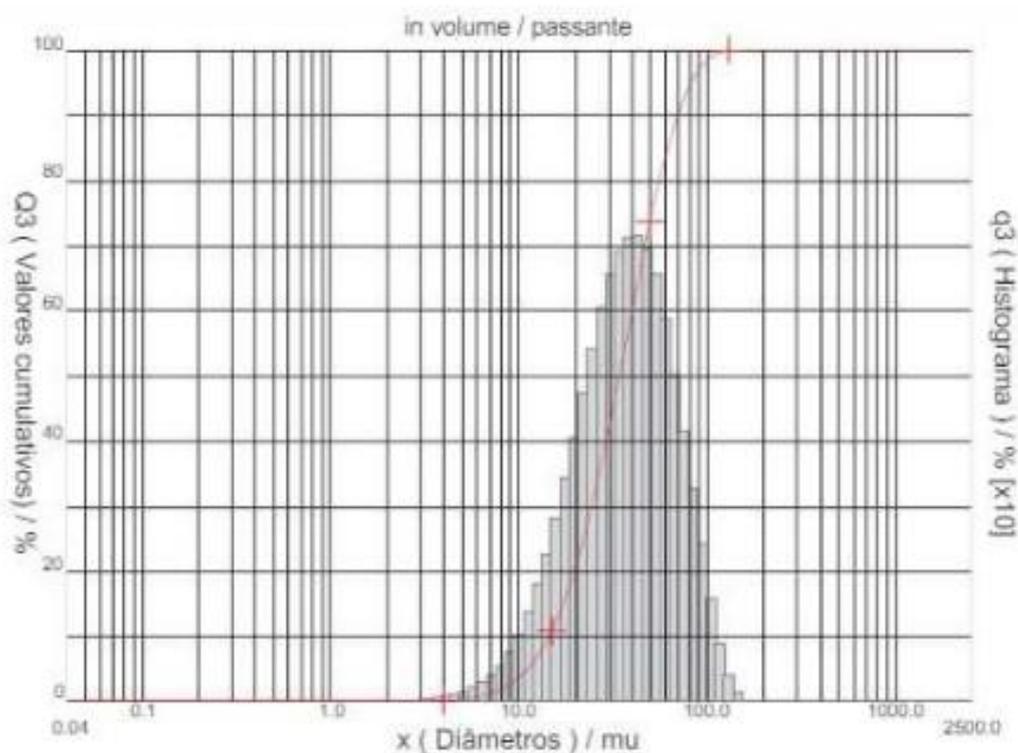


Figura 3. Distribuição granulométrica do pó de Alumínio.

Observa-se que o diâmetro médio de partícula é de 39 μm . O tamanho e a distribuição das partículas tem relação com as condições de operação. Quanto menor a partícula, maior a interação entre seus contornos de grãos, gerando condições superiores de operação.

A Figura 4 mostra as imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura, da matéria-prima utilizada. Observa-se que o pó apresenta granulometria heterogênea entre 10 μm e 80 μm aproximadamente. Na Figura 4 (b), com maior magnificação, é possível perceber com detalhes a forma irregular do pó. O formato irregular gera uma maior interação entre os contornos de grãos das partículas no processo de sinterização.

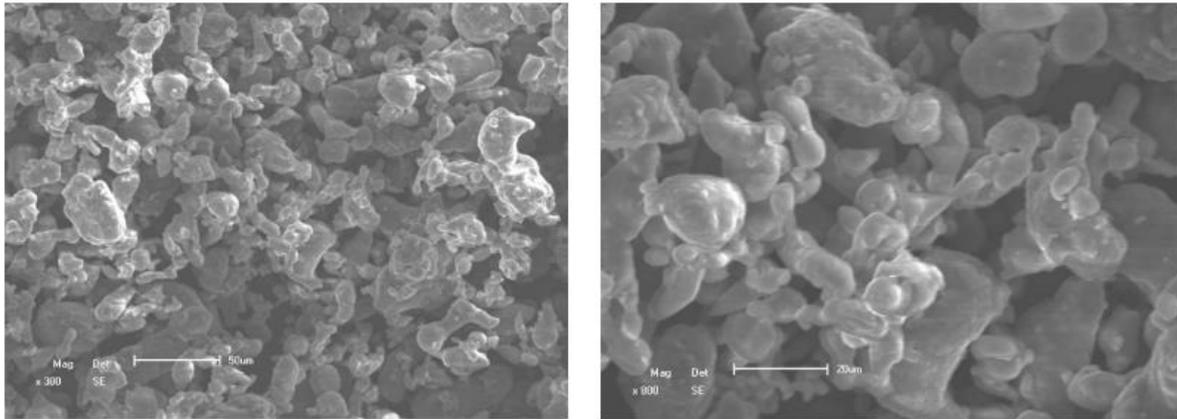


Figura 4. Imagem por microscopia eletrônica de varredura do pó de alumínio com aumento de (a) 300x e (b) 800x.

3.2 Curva de compressibilidade

A Figura 5 apresenta a curva de compressibilidade para a matéria prima de pó de alumínio utilizado, relacionando a pressão (MPa) e a densidade (g/cm^3).

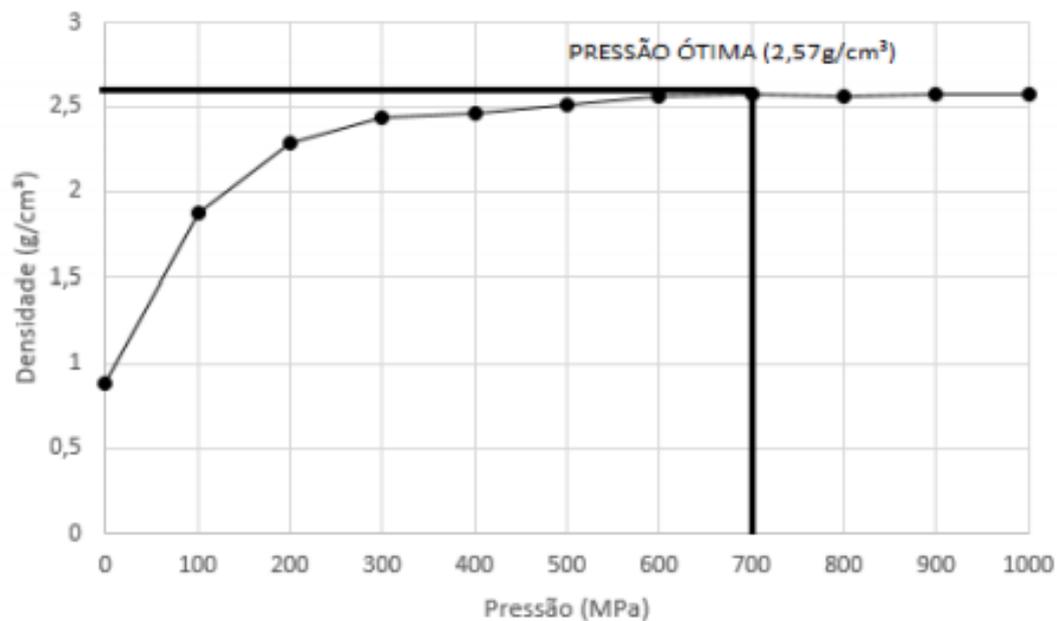


Figura 5. Curva de compressibilidade do pó de alumínio.

A pressão de compactação foi 700 MPa. Nesta pressão a densidade atingiu o valor de $2,57 \text{ g}/\text{cm}^3$, muito próximo a densidade teórica do alumínio, $2,7 \text{ g}/\text{cm}^3$. Acima desta pressão a densidade não sofreu grandes alterações.

3.3 Densificação

A Figura 6 mostra graficamente os valores de densificação obtidos para as amostras verdes e sinterizadas pelo processo convencional e a plasma.

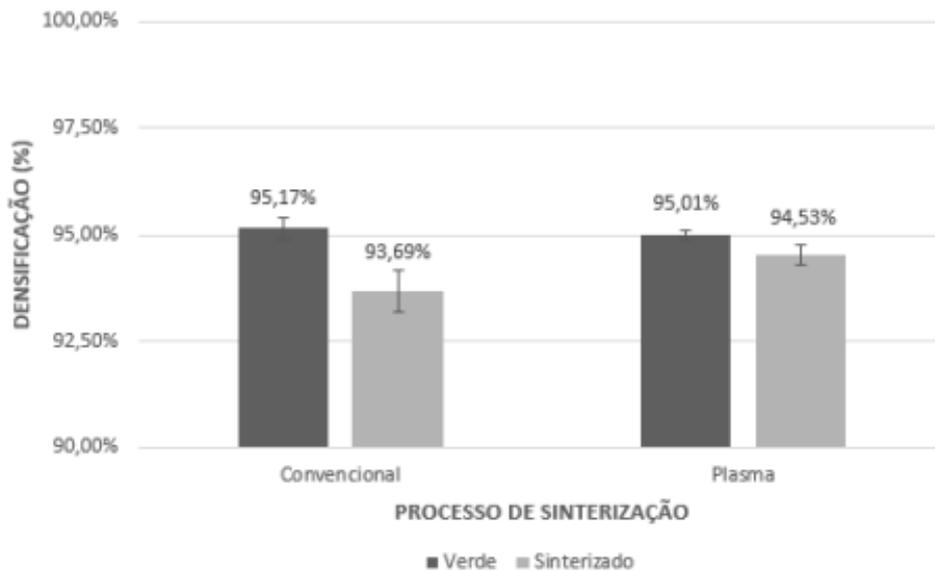


Figura 6. Densificação das amostras verdes e sinterizadas pelo processo convencional e a plasma.

Comparando as densificações dos diferentes processamentos, percebe-se uma queda após as sinterizações. Esta diminuição da densificação é um fenômeno conhecido e ocorre devido à expansão volumétrica das amostras durante os processos de sinterização. Esta expansão volumétrica ocorre pela presença de uma camada passivadora de óxidos na superfície do pó de alumínio e pode afetar a interdifusão das partículas [7].

O processo a plasma foi mais eficaz que a sinterização convencional em termos de densificação. O processo a plasma gerou uma menor diferença de densificação entre as amostras verdes e sinterizadas. Com uma diferença de 1,48% para o processo convencional e 0,48% para o processo a plasma. A escolha de uma matéria prima mais pura e com menor granulometria resulta em uma maior eficácia na densificação das amostras. Isso deve-se ao maior contato entre contornos de grão das partículas e a pureza na matéria prima.

3.4 Microdureza

A Figura 7 mostra os valores médios das microdurezas medidas na face e na seção transversal das amostras sinterizadas convencionalmente e a plasma. Observa-se que as peças sinterizadas a plasma atingiram uma dureza superficial maior quando comparadas com as sinterizadas convencionalmente. Esta pequena diferença na dureza, está relacionada ao bombardeamento iônico no processo a plasma, que torna a sinterização mais eficiente devido ao aumento da difusividade. Além disso, este fenômeno favorece a quebra da camada de óxido que envolve as partículas de alumínio.

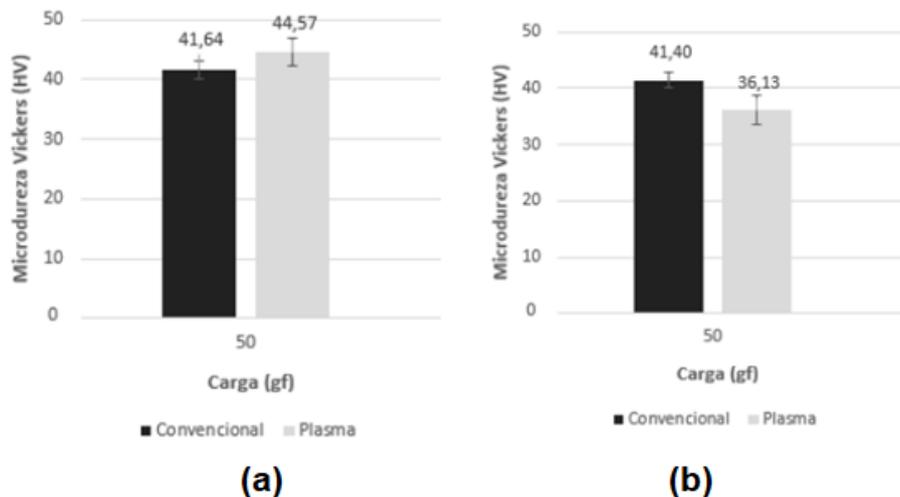


Figura 7. Microdurezas (a) na superfície e (b) na seção transversal das amostras para os processos de sinterização convencional e a plasma.

Os resultados das microdurezas no interior das amostras apresentam um pequeno decréscimo de valor quando comparados ao de sua superfície. A maior variação ocorreu nas amostras sinterizadas por plasma, com um decréscimo de 8,44 HV. Segundo Souza Júnior et al. [8], esta diferença deve-se a formação de um gradiente térmico entre a superfície da amostra e o seu interior, proveniente do bombardeamento iônico do plasma na superfície da amostra. Além disso, a temperatura na microregião superficial pode ser instantaneamente superior à temperatura média da peça, ocasionando uma maior densificação superficial do pó metálico.

3.5 Microscopia eletrônica de varredura da superfície

A Figura 8 mostra as imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura da superfície de uma peça sinterizada convencionalmente. Verifica-se na Figura 8(a) uma superfície em sua maior parte densificada e com alguns poros de tamanhos consideravelmente grandes em sua extensão. Na figura 8(b), é possível quantificar os tamanhos dos poros de morfologia irregular, que variam entre 10 μm e 200 μm . A Figura 9 apresenta a imagem obtida via microscopia eletrônica de varredura da superfície de uma peça sinterizada a plasma onde é possível observar uma superfície irregular, possivelmente ocasionada por microarcos do processo de *sputtering*, ou ainda por um aquecimento superficial demasiado que fundiu em parte as partículas do pó superficial. Segundo Cardoso [9], os poros da superfície de amostras sinterizadas a plasma são parcialmente selados pela deformação plástica gerada pelo bombardeamento iônico.

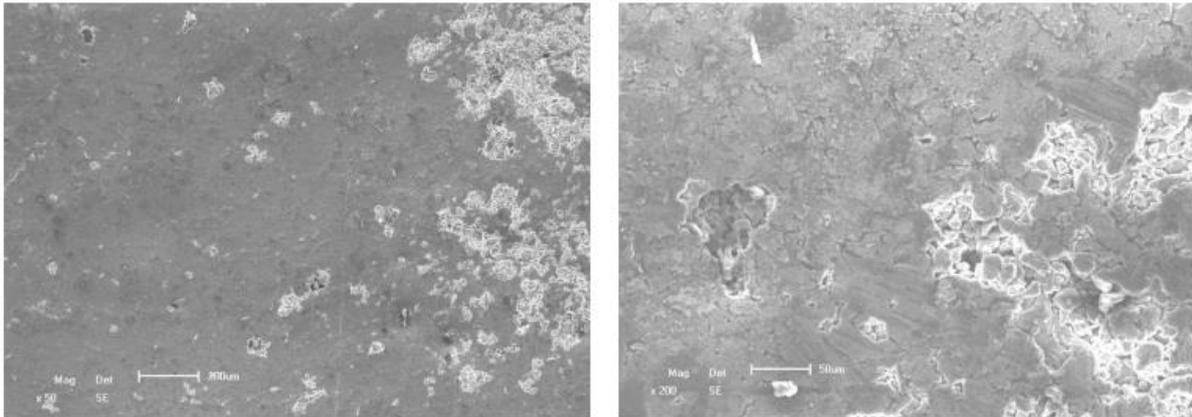


Figura 8. Imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura de amostra sinterizada pelo processo convencional com aumento de (a) 50x e (b) 200x.

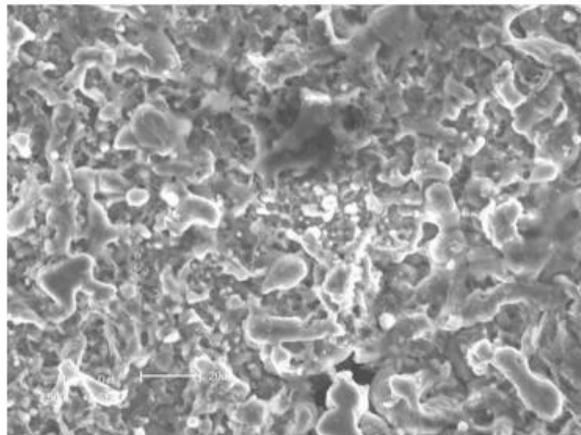


Figura 9. Imagem obtida em microscópio eletrônico de varredura de amostra sinterizada a plasma.

3.6 Rugosidade

A Figura 10, mostra graficamente a variação das rugosidades medidas na superfície das amostras sinterizadas convencionalmente e a plasma.

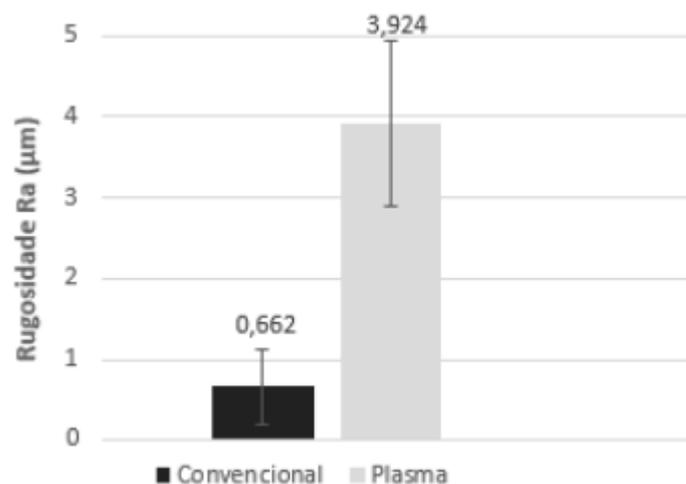


Figura 10. Rugosidade das amostras em função do processo.

Ao analisar a Figura 10, nota-se uma grande diferença de rugosidade superficial entre os processos de sinterização. A rugosidade superficial das peças sinterizadas a plasma foi cerca de 6 vezes superior as obtidas pelo processo convencional. Os valores baixos de rugosidade média são consequência da utilização de uma matéria prima livre de impurezas e com menor granulometria, o que propicia uma efetiva sinterização.

4 CONCLUSÃO

Este trabalho se propôs a comparar as propriedades de componentes sinterizados convencionalmente e a plasma utilizando pó de alumínio. A escolha de um pó com alta pureza, pequena granulometria e formato de partícula irregular resultaram em um bom produto final. A granulometria média de 39 μm e formato de partícula irregular propiciaram uma sinterização eficaz.

- A pressão ideal de compactação do alumínio foi definida como sendo de 700 MPa, Com esta pressão, foi possível produzir compactados verdes com densidades, 2,57 g/cm³, muito próximas a densidade teórica do alumínio.
- O processo que atingiu melhores resultados de densificação em seus sinterizados, foi o processo a plasma, com densificação média de 94,53%. Enquanto que a densificação média para as peças sinterizadas convencionalmente foi de 93,69%.
- As maiores microdurezas superficiais foram encontradas nas amostras sinterizadas a plasma, com o valor médio de 44,57 HV. Enquanto, a microdureza média medida nas peças sinterizadas convencionalmente foi de 41,64 HV.
- Nas peças sinterizadas a plasma houve uma pequena diferença de microdureza entre a superfície e seu interior, 8,44 HV, que pode ter ocorrido pela formação de um gradiente térmico entre a superfície da amostra com o seu interior.
- As imagens de MEV mostraram que as peças sinterizadas convencionalmente, demonstraram uma superfície em grande parte densificada e alguns poros irregulares. A superfície das peças sinterizadas a plasma, obteve uma aparência irregular que pode ter sofrido muito com os micro arcos do processo de sputtering, ou um possível aquecimento superficial demasiado que fundiu em parte as partículas do pó superficial.
- A superfície irregular das peças sinterizadas a plasma, proveniente do bombardeamento iônico do processo, apresentou uma rugosidade maior, 3,92 μm , que a rugosidade superficial, 0,66 μm , obtida pelo processo convencional.

REFERÊNCIAS

- [1] GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental. 1ª edição São Paulo: Metallum Eventos Técnicos, 2009. 320 p.
- [2] UPADHYAYA, G. S. Powder Metallurgy Technology. Cambridge International Science Publishing, 2002.
- [3] BRITO, F. Iran Gomes de; MEDEIROS, Catarine F.; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó. Holos, Rio Grande do Norte, v. 3, n., p.01-08, 01 mar. 2007.

- [4] TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. Physical Metallurgy and Processes. Handbook of Aluminum, vol 1, Cap 24, Dekker. New York, 2003.
- [5] DUDAS, J. H.; DEAN, W. A. The production of precision aluminium powder metallurgy parts. Light Metal Age, v. 27, n. 6, p. 18–24, 1969
- [6] SCHAFFER, G. B.; HALL, B. J. The Influence of the Atmosphere on the Sintering of Aluminum. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33, p. 3279–3284, 2002.
- [7] PIECZONKA, T.; SHUBERT, T.; BAUNACK, S.; KIEBACK, B. Sintering Behaviour of Aluminium in Different Atmospheres. Fraunhofer Institute, 2005.
- [8] SOUZA JÚNIOR, C.F., SINKA, V., ALVES JÚNIOR, C. Estudo do gradiente térmico desenvolvido durante a sinterização por plasma. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, São Paulo, p. 41401 – 41410, 2000.
- [9] CARDOSO, G. S. Desenvolvimento de um processo de sinterização a plasma para o alumínio com avaliação da influência da atmosfera gasosa. Porto Alegre: UFRGS, 2016.