

Adição de óxidos de níquel e ferro em ligas ferrosas produzidas via moldagem de pós por injeção

Addition of nickel oxide and iron oxide in base iron alloys manufactured by powder injection molding

Pablo Eduardo Junges Abreu¹
Sandra dos Santos Bonsenhor²

Resumo

A matéria-prima representa um custo significativo na composição do preço das peças produzidas por MPI (Moldagem do Pó por Injeção). Desta monta, para tornar o processo mais atrativo a novos projetos ou para conversão de projetos já existentes, neste estudo é adicionado pós de óxidos de menor custo, mais fácil obtenção e estocagem mais simples comparando-os com os equivalentes metálicos. Na produção da matéria-prima para injeção foram adicionados Fe_2O_3 (óxidos de ferro) e NiO (óxido de níquel) ao pó de ferro, obtendo corpos de prova de diferentes misturas. Para se atingir o objetivo final, os referidos óxidos são reduzidos durante as etapas de processamento via MPI com o mínimo de adaptações ao processo convencional obtendo propriedades mecânicas similares às ligas que utilizam apenas pós metálicos. Ao final, obteve-se materiais sem defeitos, com uma boa sinterização e redução dos óxidos.

Palavras-Chave: Sinterização; Redução de custo; Moldagem do Pó Por Injeção.

¹ Universidade Federal de Santa Catarina – Florianópolis – Santa Catarina – Brasil.

ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-9846-7206>

² Uniasselvi – Florianópolis – Santa Catarina – Brasil.

ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-4578-7624>

Abstract

The raw material represents a significant cost in the pieces price produced by PIM (Powder Injection Molding). With that in mind, to turn the process more feasible to new projects or upgrading existent ones, in this study, it was added less costing oxides powder of easier storage and acquisition comparing with their metal equivalents. Therefore, in the acquisition of the feedstock for the injection were added Fe_2O_3 (hematite) and NiO (Nickel oxide) obtaining test pieces. But to reach the final goal, the referred oxides are reduced during the processing steps via PIM, with the minimal adaptations compared with the conventional process, achieving mechanical properties similar to the alloys that use just metal powder. In the end, achieved workpieces without defects, with a good sintering and oxide reduction.

Keywords: Sintering; Cost Reduction; Powder Injection Molding.

1 Introdução

Entre os processos de fabricação utilizados para dar forma à matéria-prima, temos o que parte do particulado, agregado a partir de uma matriz/molde sendo a MP (Metalurgia do pó) um dos exemplos de processo nesta área. Partindo de pós metálicos ou cerâmicos, tendo sua forma definida através de pressão em uma matriz com a forma desejada, sendo o calor aplicado para promover a difusão e assim uma união dos pós. Para esta rota de fabricação, a matéria prima é mais custosa de se obter comparando-se com outros processos de fabricação [1].

Estudos realizados para melhorar as características mecânicas dos polímeros, seguiram o caminho da introdução de cargas metálicas, produzindo compósitos com características diferenciadas. Com o aumento desta carga, foi possível a inversão do que era antes um material de adição, agora sendo o material principal, possibilitando a produção de peças metálicas injetadas com uma pequena adição de polímeros, extraído ao longo do processo de fabricação. Com isto foi criada uma técnica muito utilizada na produção de peças com geometrias complexas, paredes finas e de tamanho reduzido, devido à ausência de gradientes de tensão, durante a moldagem (com baixa viscosidade e fluidez), aliando o processo de fabricação de injeção de polímeros, denominada MPI (Moldagem de pós por injeção), sendo considerada uma

evolução da técnica MP, pois possibilita desenvolver um espectro mais largo de materiais, com um controle dimensional melhor.

Contudo, os pós para a MPI são ainda mais caros que os pós para a MP, devido em grande parte à sua rota de fabricação, para obter as características necessárias objetivando a homogeneização e facilitar a injeção, sendo estas características a forma arredondada e tamanho de pó reduzido (menor que 20 μ m) [2].

Como exemplificação, o ferro é encontrado na natureza em forma de óxidos nos minérios, que precisam passar por todo um processo em alto-forno para a obtenção do ferro-gusa, por conseguinte segue às aciarias para a retirada das impurezas e redução do teor de carbono, obtendo-se o aço e o ferro comercialmente puro. Esta matéria-prima, por sua vez, sofre um processo de atomização para assim poder ser utilizada na MP. Já para a MPI a produção de pós de ferro é utilizado preferencialmente um processo físico-químico, denominado processo carbonila.

Devido a estes pontos, a matéria-prima representa metade dos custos do processo MPI, como pode ser observado na Figura 1. Desta forma, este estudo apresenta uma alternativa para a economia no custo da matéria prima, substituindo uma parte do pó metálico por um pó cerâmico (óxido), focando em ligas ferrosas com adição do elemento, Níquel (Ni). Complementando, no desenvolvimento da pesquisa se estudou o sistema Fe (Ferro), Ni (Níquel) e seus respectivos óxidos. Estes óxidos são facilmente redutíveis em atmosfera contendo hidrogênio, gás utilizado na extração térmica dos ligantes ou na fase de sinterização das amostras para se obter o aumento da rigidez, pois a estabilidade dos óxidos diminui com o aumento da temperatura [3]. Esta redução é importante pois tais óxidos não são desejáveis na composição da peça final, devido ao fato de poderem vir a alterar as características mecânicas das mesmas, culminando ao não atendimento das propriedades solicitadas, no projeto das peças.

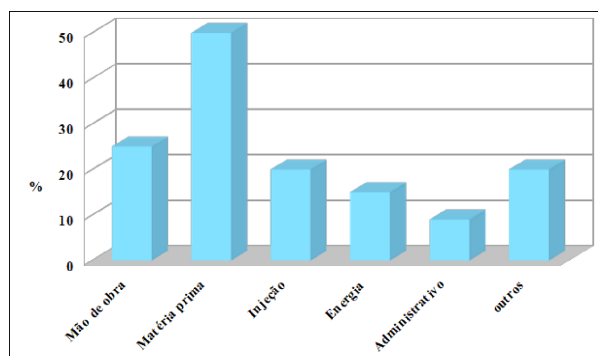


Figura 1 - Custos da rota de fabricação MPI [4].

Para modificar e se ter um atendimento a uma gama maior de requisitos de engenharia, o ferro sinterizado é produzido através da mistura de pós com outros elementos como o Níquel (Fe-Ni), Ferro com Níquel e Carbono (Fe-Ni-C), Ferro com Cobre e Carbono (Fe-Cu-C) e muitas outras combinações relacionadas, são utilizadas. Muitas das ligas são formadas com mistura de pós elementares, sendo homogeneizados durante a sinterização. Em específico, o níquel quando adicionado em separado na base ferro, forma uma solução sólida, com grande ductilidade e dureza [5].

Sendo o níquel um componente comumente utilizado, para melhorar a resistência e a temperabilidade. Assim, os aços-níquel sinterizados são tipicamente utilizados em peças estruturais sujeitas a tratamento térmico posterior, onde se faz necessário a combinação de alta resistência mecânica, de desgaste e impacto. Da mesma forma, o ferro-níquel pode ser utilizado na fabricação de um componente magnético mole sinterizado, de forma semelhante ao de uma peça estrutural, ou seja, compactação e sinterização ou injetados com excelente controle da microestrutura e tamanho de grão [5,6].

2 Revisão da Literatura

Os ferros não ligados (F-0000) são tipicamente usados em peças estruturais de baixa solicitação mecânica ou que exijam autolubrificação. Em altas densidades, o ferro não ligado é utilizado em aplicações magnéticas (ferro mole) [7].

Limite de resistência baixo, entre 150MPa e 230MPa é uma das características do Ferro não ligado, desta forma são utilizados outros elementos aceleradores para compor as ligas ferrosas induzindo uma rápida difusão, melhores ligações e alto limite de resistência [8].

O carbono adicionado a base Ferro, forma sem sombra de dúvida a mais importante liga ferrosa conhecida mundialmente, e como tal tem um nome específico: aço. Os aços (F-0005) são utilizados em aplicações de moderada solicitação de resistência e dureza também, quando se faz necessária a usinabilidade. Esses materiais podem sofrer tratamento térmico visando o aumento da resistência mecânica e ao desgaste, bem como tratamento de ferroxidação, que consiste da oxidação superficial controlada que leva ao aumento da dureza na superfície, também aumentando sua resistência ao desgaste e promovendo sua estanqueidade pelo fato de fechar os poros remanescentes do processo MP ou MPI [7].

Como um importante elemento de liga, para melhorar o limite de resistência, se faz necessário uma atenção especial para manter o carbono em níveis desejáveis, com o intuito de atingir o limite de resistência necessária, assim como outras propriedades que venham a ser importantes, o controle, para que o componente de engenharia atenda aos requisitos de projeto [5].

Para modificar e se ter um atendimento a uma gama maior de requisitos de engenharia o ferro sinterizado é produzido através da mistura de pós com outros elementos como o Níquel (Fe-Ni), Ferro com Níquel e Carbono (Fe-Ni-C), Ferro com Cobre e Carbono (Fe-Cu-C), e muitas outras combinações relacionadas, são utilizadas. Muitas das ligas são formadas com mistura de pós elementares que são homogeneizados durante a sinterização. Em específico, o níquel quando adicionado em separado na base ferro, forma uma solução sólida, com grande ductilidade e dureza. [5].

Níquel é um componente comumente utilizado para melhorar a resistência e a temperabilidade. Sendo que os aços-níquel sinterizados são tipicamente utilizados em peças estruturais sujeitas a tratamento térmico posterior, onde se faz necessário a combinação de alta resistência mecânica, de desgaste e impacto. Da mesma forma, o Ferro-Níquel pode ser utilizado na fabricação de um componente magnético mole sinterizado, de forma semelhante ao de uma peça estrutural, ou seja, compactação e sinterização ou injetados com excelente controle da microestrutura e tamanho de grão. [7,8].

3 Metodologia

Como elemento base para a matriz ferrosa foi utilizado o pó de ferro carbonila OM-CL da empresa BASF, com teor de carbono, de acordo com o fabricante, de no máximo 0,9% e oxigênio máximo de 0,4%. No entanto, as reações entre o carbono e o oxigênio com a atmosfera redutora entre 600°C e 700°C a perda de carbono se torna elevada. Sendo que o presente trabalho utilizou 2 ciclos térmicos que no total permaneceram dentro desta faixa de temperatura por cerca de 90 minutos, proporcionando uma descarbonetação dos corpos de prova [9].

Tabela 1 - Características dos pós utilizados.

Fornecedora	Nome comercial	Composição Básica	Densidade [g/m ³]	Fusão [°C]
Minasolo	Óxido de níquel	NiO	0,3 a 1,0	1984
Lanxess	Óxido de Ferro	Fe ₂ O ₃	4,4 a 4,7	1565

Fonte: autoria própria.

Como elemento portador de liga foi utilizado na mistura, óxido de níquel, também denominado de óxido níqueloso. Na Tabela 1 são listadas as principais matérias-primas utilizadas, em que se verifica também, o óxido de ferro, sendo este adicionado não como portador de elemento de liga, mas sim com o único intuito de redução de custos com a matéria prima.

Tabela 2 - Composição da massa de ligantes utilizada.

Elemento	Massa [%]
Polipropileno (PP)	42,7
Parafina	36
Acetato de vinil etila (EVA)	16,5
ACRAWAX™ C Powdered	4,5
Antioxidante	0,2
Total	100

Fonte: autoria própria.

3.1 Tamanho de Partículas

As etapas de processamento dos corpos de provas são fortemente influenciadas pelo formato, tamanho e distribuição de tamanho das partículas da matéria-prima. Com a utilização de pós menores e com uma maior dispersão de tamanho destes, se tem um melhor empacotamento, com a ocorrência de menores distanciamentos entre as partículas favorecendo o fenômeno de sinterização, pelo fato de se ter uma grande área de superfície e um contato mais íntimo entre as partículas reduzindo os espaços vazios, por conseguinte se obtêm uma maior energia de ativação

[8]. Desta forma, foi realizada a análise dos pós óxidos utilizados através do analisador de partículas da fabricante CILAS modelo 1190 sendo os resultados apresentados nas Figura 2 e Figura 3.

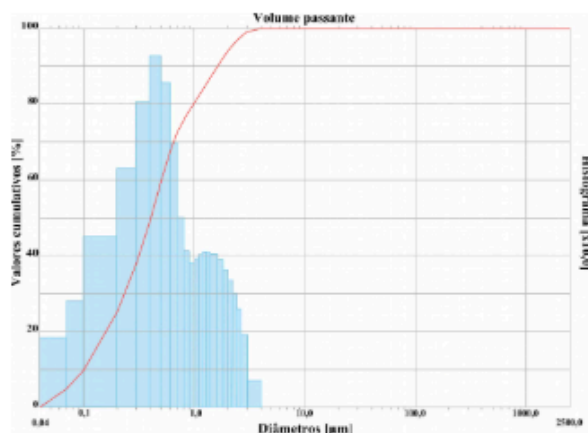


Figura 2 - Histograma Fe_3O_2 .
Fonte: autoria própria.

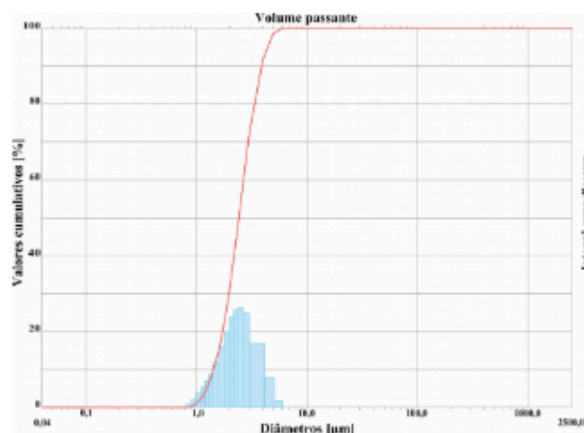


Figura 3 - Histograma NiO .
Fonte: autoria própria.

3.2 Difratometria de Raios-X

Para a caracterização das fases presentes foi utilizado um difratômetro Philips X'Pert SW com ânodo de cobre, radiação α com comprimento de onda de $1,54056\text{\AA}$. A configuração utilizada foi a geometria Bragg-Bretano, potência de 40kV e 30mA. Os parâmetros de leitura utilizados foram: tamanho do passo angular de $0,02^\circ$ e tempo de passo igual a 1s com intervalo de varredura, em 2θ , de 3 a 118° aproximadamente. A análise de fases foi realizada com o auxílio do programa computacional X'Pert HighScore.

Pode-se verificar na Figura 4 que o óxido de ferro se apresenta com a estrutura cristalina Fe_2O_3 (hematita). Sendo que, apenas um breve pico de AlFe_3 em torno da posição 25° não corresponde ao referido óxido de ferro. Se verifica também, outro breve pico de Fe em torno da posição 45° muito próximo a um de hematita podendo não ser considerado contaminante pois quando adicionado a matriz ferrítica se confundirá com esta.

Agora voltando as atenções para a Figura 5 onde se verifica que apenas 2 breves picos em torno da posição 45° e 52° não correspondem ao óxido de níquel, todavia, novamente, podendo não serem considerados contaminantes pois o NiO é o precursor do Ni sendo esse desejável na composição final do corpo de prova.

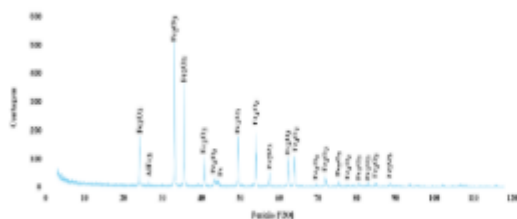


Figura 4 - Difratograma do pó de óxido de ferro.
Fonte: autoria própria.

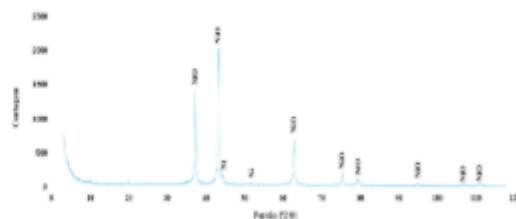


Figura 5 - Difratograma do pó de óxido de níquel. Fonte: autoria própria.

3.3 Mistura

As composições apresentadas na Tabela 3 foram produzidas para gerar a matéria-prima de injeção (*feedstock*), o carregamento sólido especificado foi de 92% em massa de pó, sendo os outros 8% em massa de ligantes com a composição apresentada na Tabela 2. Reômetro da Haake Poly Lab (modelo 557-1306), com rotores tipo sigma, foi utilizado como misturador.

Tabela 3 - Composição inicial das misturadas amostras produzidas.

Liga	Fe	FeO	NiO
A	Puro	-	-
B	Bal.	5%	-
C	Bal.	10%	-
D	Bal.	5%	5%
E	Bal.	-	5%
F	Bal.	-	10%

Fonte: autoria própria.

O processo de mistura ocorreu na temperatura de 180°C, na qual a fase ligante se apresenta no estado líquido promovendo assim, uma homogeneização melhor dos compostos. Outros parâmetros também importantes são o tempo de mistura de 90min e velocidade angular de 70RPM.

3.4 Injeção dos Corpos de Prova

A etapa de moldagem foi realizada utilizando-se uma injetora Arburg 320S 150-500 com força de fechamento de 50 toneladas, sendo apresentado na Tabela 4 os principais parâmetros empregados durante o processo de injeção.

Foram gerados, nesta etapa, corpos de prova para cada composição apresentada na Tabela 3, utilizando a cavidade do molde que está representada na Figura 6 (com as dimensões em milímetros), com espessura de 3,00mm.

Tabela 4 - Parâmetros utilizados na injeção dos corpos de prova.

Mistura	Parâmetros de injeção utilizados.		
	P. de Injeção	P. de recalque	T. de Injeção
Fe puro	200 bar	1000 bar	200 °C
Fe + 5%FeO	200 bar	1000 bar	200 °C
Fe + 10%FeO	201 bar	900 bar	200 °C
Fe + 5%FeO + 5%NiO	202 bar	900 bar	200 °C
Fe + 5%NiO	200 bar	900 bar	200 °C
Fe + 10%NiO	201 bar	900 bar	200 °C
Fe + 5%NiO	200 bar	900 bar	200 °C

Fonte: autoria própria.

Esta geometria para o corpo de prova não é descrita em normas vigentes, todavia seu emprego já foi descrito em trabalhos anteriores [11, 12], podendo, desta forma, ser considerada de ampla aceitação.

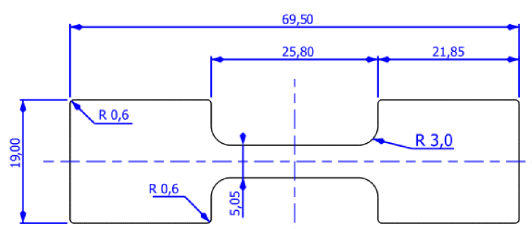


Figura 6 - Custos da rota de fabricação MPI [11].

3.5 Remoção do Ligante

Devido às características do sistema ligante utilizado, o processo de remoção deste foi realizado em duas etapas distintas, com o intuito de cumprir a remoção no menor tempo possível e com um diminuto impacto sobre o corpo de prova. A primeira etapa, consiste na exposição das amostras ao C_6H_{14} (hexano), um solvente químico, visando a remoção dos elementos de baixo peso molecular, abrindo poros que possibilitam a extração dos polímeros de maior cadeia. Nesta, o hexano é aquecido em torno de 55°C, abaixo do ponto de autoignição (65°C). Primeiramente, por um período de 3h, as amostras foram expostas ao vapor, após o resfriamento os componentes

foram, imersos no hexano e aquecidos até o mesmo patamar de temperatura, mantidos assim por 6h.

Para a extração do componente de alto peso molecular (polipropileno), foi efetuada uma remoção térmica em forno resistivo assistido por plasma, projetado por HAMMES [12]. A configuração do aparato para o posicionamento das amostras foi montado em potencial flutuante de tal maneira que a utilização do plasma se deu na região luminescente anormal. As condições do processo com um fluxo de $4,1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ de hidrogênio (com pureza de 99,999%) até a temperatura de 500°C. Após, o fluxo foi reduzido para $3,3 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ de uma mistura contendo 95% de argônio (também, com pureza de 99,999%) e 5% de hidrogênio. Aquecimento controlado iniciando com uma taxa de 7°C/min até 300°C, quando começa a extração térmica do PP (polipropileno), sendo a taxa de aquecimento reduzida para 0,7°C/min até se chegar a 500°C onde se garante que todo o polímero foi expurgado dos corpos de prova. Seguiu-se com uma taxa de aquecimento de 10°C/min até a estabilização de temperatura em 700°C na qual se realizou a pré-sinterização por 1h. Finalizado, o resfriamento foi realizado no próprio forno com uma taxa inicial de 10°C/min.

3.6 Sinterização

Para a sinterização, foi feito o uso do mesmo forno utilizado na extração térmica do ligante, com a mesma configuração, em potencial flutuante. A curva térmica utilizada iniciou-se com uma taxa de aquecimento controlado de 7°C/min até a temperatura de 300°C. Após, se adotou uma taxa de aquecimento de 10°C/min até a temperatura de 1150°C na qual cessou-se o aquecimento sendo a temperatura estabilizada por 1h. Findado este tempo, se utilizou uma taxa inicial de resfriamento de 10°C/min dentro do próprio forno.

Foi utilizada a atmosfera com 100% H_2 em um fluxo constante de $4,1 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$, com o objetivo de reduzir ao máximo os óxidos e deixar os canais abertos o maior tempo possível para a percolação do oxigênio.

3.7 Ensaio de Tração e Dureza

Foram realizados ensaios de tração de dureza e microdureza para verificar a influência da adição dos óxidos nas propriedades mecânicas das amostras.

Uma máquina MTS Criterion (modelo 45), para o ensaio de tração com uma amostragem de 3 corpos de prova, para cada composição.

Dureza Brinell, 3 medidas em cada corpo de prova com as composições apresentadas na Tabela 3. Utilizando um durômetro da marca Emcotest, modelo M4C/R G3, indentador esférico de aço AISI 52100 com diâmetro de 2,5mm, sendo a força normal utilizada 187,5kgf.

Já para a microdureza Vickers, foram feitas 10 medidas em pontos aleatórios por toda a superfície da área transversal da região de maior área do corpo de prova, onde se realizou uma seção a 4mm da borda externa. Foi utilizado o microdurômetro da marca Future-Tech modelo FM-800, indentador piramidal de base quadrada com ângulo de 136° entre os planos, carga normal de 50gf, tempo de carregamento de 15s.

4 Resultados e Discussão

Os óxidos presentes no material são considerados por muitos como uma séria contaminação com forte influência sobre as propriedades mecânicas, ao prejudicar a formação de contatos entre partículas na sinterização e provocar concentradores de tensões em poros e inclusões, assim diminuindo a resistência do material [15].

4.1 Ensaio de Tração

Analisando as Figura 7 e Figura 8, verifica-se que a adição de FeO reduz as propriedades mecânicas de σ_{Esc} (tensão de escoamento) e $\sigma_{máx}$ (tensão máxima de resistência).

Quando adicionado NiO, este claramente, ao menos em parte, foi reduzido durante o processo em Ni metálico, funcionando como elemento de liga, promovendo o endurecimento por solução sólida e no caso específico da adição de 5%NiO se tem ao mesmo tempo a alteração dos constituintes metalúrgicos obtidos. Desta forma, aumentando tanto a σ_{Esc} quanto a $\sigma_{máx}$, Figura 7 e Figura 8 respectivamente, e como é de se esperar o ϵ reduzido Figura 9. Normalmente o

aumento de resistência mecânica induz a redução de ductilidade dos materiais, levando a um menor ϵ , o que não ocorreu quando da adição concomitante de 5%FeO e 5%NiO, promovendo a melhoria de todas as propriedades mecânicas inclusive a ϵ , quando comparado com o Fe sem adição de óxidos.

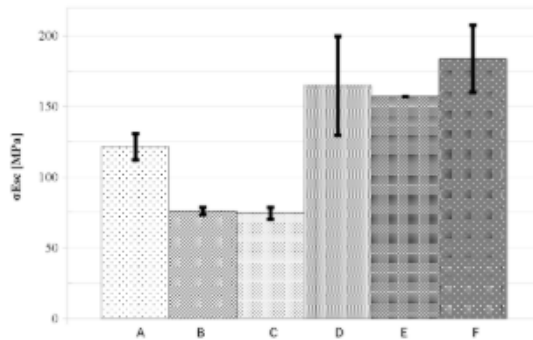


Figura 7 - Resultado do ensaio de tração σ_{Esc} .
Fonte: autoria própria.

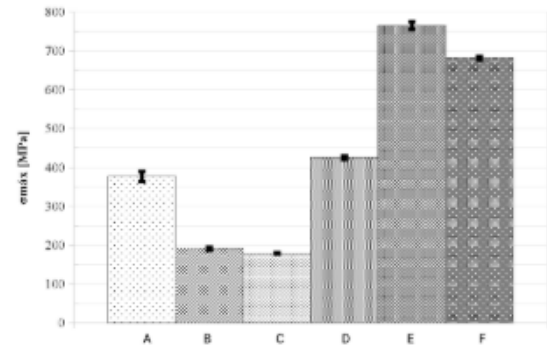


Figura 8 - Resultado do ensaio de tração $\sigma_{máx}$.
Fonte: autoria própria.

Focando no comportamento da $\sigma_{máx}$ apresentada na Figura 8, nota-se que a adição de Fe_2O_3 reduz esta propriedade com uma redução de mais de 49%, levando a uma perda ainda maior quando se adiciona 10%FeO, passando dos 52%. Mas, quando se adiciona NiO se tem uma melhora percentual de mais de 12% relativa ao ferro puro, mesmo na amostra D onde foi adicionado Fe_2O_3 concomitantemente com o NiO. Entretanto, quando se subtrai o Fe_2O_3 ficando apenas o NiO como óxido na amostra E se obtêm o melhor ganho entre as composições analisadas chegando aos 765MPa, com um ganho de mais de 100% sobre a composição A, demonstrando claramente que se tem uma boa redução do níquel, seguida de sua difusão provocando o aumento de resistência por solução sólida. No entanto, com a amostra F o ganho é menor apesar do aumento no teor de Níquel e por conseguinte o esperado aumento nas propriedades, contrariando desta forma as expectativas. Os trabalhos desenvolvidos por Wan *et al* [13] mostram que a adição de mais que 6% de Ni na composição do corpo de prova tende a reduzir todas as propriedades mecânicas. Assim, o máximo para ser adicionado de óxido na matriz metálica é o que leva a 6% de Ni para se ter os mecanismos de endurecimento atuando de forma eficaz. Com a adição de 5%NiO e sua total redução durante o processamento tem-se uma quantidade de aproximadamente 4% de níquel metálico na matriz, já a adição de 10% leva ao

aumento para aproximadamente 8%, acima da capacidade máxima sugerida, o que explica a redução de quase todas as propriedades mecânicas inclusive o ϵ para o corpo de prova com a composição F apresentado na Figura 9.

Voltando o foco para o ϵ da liga C que apresentou uma forte redução, em comparação com a liga B, estudos [14, 15] mostram que não somente a quantidade de poros, mas também o seu formato influenciam nas propriedades mecânicas. No transcorrer do aumento de força no ensaio de tração pode-se inferir que o formato do poro arredondando inicialmente tende a mudar a sua forma para acicular e daí sim aumentar o concentrador de tensão culminando no rompimento do corpo de prova. Essa teoria se sustenta nos trabalhos desenvolvidos, entre outros, por Cao *et al* [14] onde se apresenta a modificação do fator de forma do poro com a aplicação da tensão e por conseguinte a variação do fator de concentração de tensão, resultando na geração de microtrincas localizadas sendo sua propagação culminando na ruptura do corpo de prova. Nos trabalhos desenvolvidos por Tvergaard [15] ainda sobre este tema é tratado o fato do coalescimento de poros e por conseguinte o aumento de tamanho dos mesmos durante a aplicação da carga. O que pode ter ocorrido com a liga C, pela maior quantidade de óxidos sendo sua redução durante o processamento levando a uma maior quantidade de poros com um fator de forma não favorável, encurtando todo o processo de modificação e aglutinação dos poros, por conseguinte reduzindo sua capacidade de deformação até o rompimento do metal.

De uma maneira geral, verifica-se que a adição de Fe_2O_3 reduz quase todas as propriedades mecânicas, somente o ϵ aumenta com a adição de 5%FeO. Contudo, quando é adicionado 10%FeO todas as propriedades mecânicas são reduzidas, muito provavelmente devido ao aumento das descontinuidades de matéria promovida pelo componente óxido.

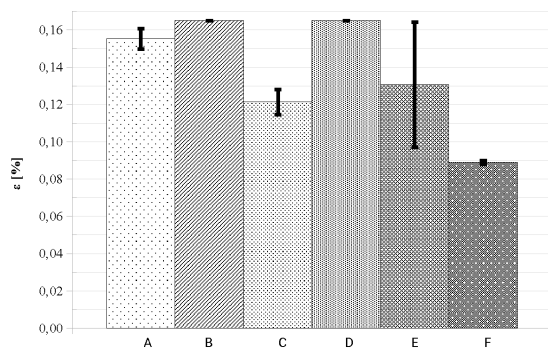


Figura 9 - Resultado do ensaio de tração ϵ . Fonte: autoria própria.

4.2 Ensaaios de Dureza

Nesta seção, também se verifica a degradação de propriedade com a adição de Fe_2O_3 . A retomada de dureza para aproximadamente o patamar do Fe sem adição de óxidos, somente é alcançada quando adicionado 5%NiO. Este fato ocorre tanto para a dureza Brinell Figura 10, quanto para a dureza Vickers Figura 11, sendo que na análise dessa, pode-se verificar um desvio padrão igual ou até menor ao do Fe puro, comparando-se com as amostras que são adicionadas Fe_2O_3 . Desta forma, não se pode considerar isoladamente essa redução de dureza como sendo relacionado ao aumento da porosidade do material tampouco ao óxido remanescente.

Analizando as amostras onde foi adicionado como óxido apenas o NiO, como já era esperado se tem um aumento de dureza. No entanto, com a adição de 10%NiO ocorre o contrário comparando-se com a adição de 5%NiO, indo de encontro com os resultados obtidos nos ensaios de tração.

O fato da grande dispersão dos resultados para a dureza Vickers pode ser relacionado, agora sim, as regiões endurecidas pelo níquel e com o tamanho e dispersão do tamanho de partícula do NiO (como pode ser observado na Figura 3), podendo ter favorecido a aglutinação e posterior regiões ricas em níquel. Somando-se a transformação metalúrgica como ocorreu nos trabalhos realizados por Schroeder [16].

Este comportamento pode ser explicado fazendo-se uma análise dos mecanismos de difusão, assim como a evolução dos poros, com a lenta difusão volumétrica do Ni no Fe e a

preferência dos átomos desse difundir no Ni, levando a interdifusão incompleta também entre o próprio NiO, propiciando a existência de regiões de níquel puro e regiões austeníticas ricas em níquel e regiões martensíticas. Também se deve considerar a geometria dos poros, e regiões de aglomeração destes [17].

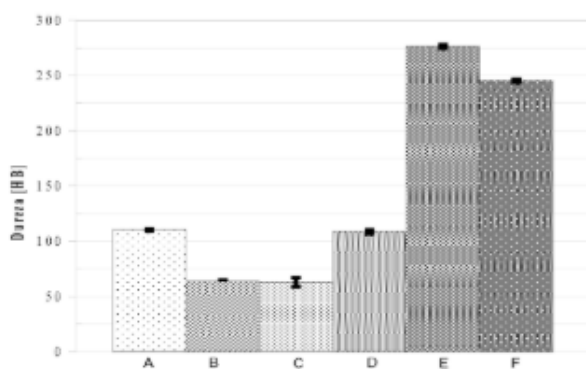


Figura 10 - Resultado do ensaio de dureza Brinell. Fonte: autoria própria.

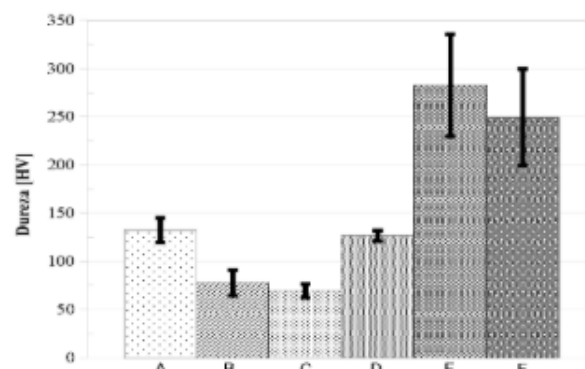


Figura 11 - Resultado do ensaio de dureza Vickers. Fonte: autoria própria.

5 Conclusão

A adição de óxidos se mostrou promissora pelo fato de não representar problemas durante o processamento via MPI, focando na redução e sinterabilidade nas etapas térmicas. Os materiais apresentaram boas propriedades mecânicas quando se adicionado o óxido de níquel, lembrando que para a MPI normalmente se é utilizado o níquel carbonila, um pó de elevado custo. Desta forma se usou o óxido de Níquel, um pó facilmente encontrado no Brasil e de custo relativamente baixo.

Quantidades de 10%NiO não se mostraram apropriadas, não só pelo fato do óxido, mas sim pelo próprio Ni reduzido degradar as propriedades mecânicas em geral, desta forma a quantidade de 5%NiO se mostrou mais vantajosa.

Referências

- 1 LOPES, Leonardo Ulian. Otimização da fabricação de ímãs à base de Nd-Fe-B via processo de moldagem de pós por injeção. Doutorado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.
- 2 Fang W, He XB, Zhang RJ, You XM, Qu XH. Effects of particle characteristics on homogeneity of green bodies in powder injection moulding. Powder Metallurgy. setembro de 2014;57(4):274-274-82.
- 3 Williams B. Size does matter!: The mass of information collected by US researchers has enabled the development of an economic simulation model for powder injection moulding.... Metal Powder Report. 2003;58(10):31-2.
- 4 German RM. Powder metallurgy of iron and steel. New York: Wiley; 1998. 496 p.
- 5 Thümmel F, Oberacker R. An Introduction to Powder Metallurgy. Institute of Materials; 1993. 360 p.
- 6 CREMONEZI, Alcides, et al. A metalurgia do pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental. São Paulo: Metallum Eventos Técnicos; 2009.
- 7 CREMONEZI, A. et al. A metalurgia do pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental. 1ª ed. São Paulo: SP Metallum Eventos Técnicos e Científicos, 2009. 320 p.
- 8 GERMAN, R. M.; JOHNSON, J. L. Metal powder injection molding of copper and copper alloys for microelectronic heat dissipation. International Journal of Powder Metallurgy, [s. l.], v. 43, n. 5, p. 55-63, 2007. Disponível em: <<http://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&db=iih&AN=27015963&lang=pt-br&site=eds-live&scope=site>>. Acesso em: 19 maio. 2019.
- 9 Ho YL, Lin ST. Debinding variables affecting the residual carbon content of injection-molded Fe-2 Pct Ni steels. Metallurgical and Materials Transactions A. 1o de janeiro de 1995;26(1):133-133-42.
- 10 MACHADO, R.. Projeto, construção e homologação de um reator industrial para extração de ligantes e sinterização assistidos por plasma (PADS) de peças injetadas. Mestrado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.
- 11 CONSONI, Deise Rebelo. Estudo do processo de obtenção de dissulfeto de molibdênio por plasma DC. Mestrado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.

12 KNEWITZ, Fábio Luis. Estudo do processo de dissociação de carvão de silício em matriz ferrosa durante a sinterização. Doutorado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

13 Hammes, G. Modificação da composição química da superfície de componentes metálicos via pulverização catódica em plasma projeto de equipamento e desenvolvimento de processo. Mestrado - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

14 Ma, E. (2000). Consolidation and mechanical behaviour of nanophase iron alloy powders prepared by mechanical milling. Powder Metallurgy, 43(4), 306. Disponível em: <https://search.proquest.com/docview/229517811?accountid=26642>

15 WAN HARUN WS, OSADA T, KANG H, TSUMORI F, MIURA H. Investigation of Fine Heterogeneous Microstructure on the Mechanical Properties of MIM Fe-Ni Alloy Steels. Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy. 2012;59(12):677–84. Disponível em: <https://doi.org/10.2497/jjspm.59.677>.

16 Cao T-S, Mazière M, Danas K, Besson J. A model for ductile damage prediction at low stress triaxialities incorporating void shape change and void rotation. International Journal of Solids and Structures. 15 de junho de 2015;63:240–63. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2015.03.003>.

17 Tvergaard V. Void shape effects and voids starting from cracked inclusion. International Journal of Solids and Structures. 1o de abril de 2011;48(7):1101–8. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2010.12.009>.