MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE – FURG

Escola de Engenharia - EE

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPMec

Alima Carlos Averú

SINTERIZAÇÃO DE PÓS METALICOS ELEMENTARES PARA A OBTENÇÃO DE UMA LIGA INCONEL PARA UTILIZAÇÃO NA INDÚSTRIA METAL-MECÂNICA

Rio Grande

2017

Alima Carlos Averú

SINTERIZAÇÃO DE PÓS METALICOS ELEMENTARES PARA A OBTENÇÃO DE UMA LIGA INCONEL PARA UTILIZAÇÃO NA INDÚSTRIA METAL-MECÂNICA

Dissertação Para Obtenção de Título

de Mestre em Engenharia Mecânica

Orientador: Luciano Volcanoglo Biehl, Dr

Rio Grande

2017

Alima Carlos Averú

Sinterização de pós metálicos elementares para a obtenção de uma liga inconel para utilização na indústria metal-mecânica/ Alima Carlos Averú. – Rio Grande, RS, 2017.

101 p. : il. (algumas color.); 30cm.

Orientador: Luciano Volcanoglo Biehl

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica PPMec, 2017.

1. Metalurgia do pó. 2. Sinterização de pós elementares. 3. Inconel 600 I.Luciano Volcanoglo Biehl. II. Universidade Federal do Rio Grande – FURG. III. Escola de Engenharia. IV. Mestre em Engenharia Mecânica.

Alima Carlos Averú

SINTERIZAÇÃO DE PÓS METALICOS ELEMENTARES PARA A OBTENÇÃO DE UMA LIGA INCONEL PARA UTILIZAÇÃO NA INDÚSTRIA METAL-MECÂNICA

Dissertação Para Obtenção de Título
de Mestre em Engenharia Mecânica
Area de concentração: Engenharia de Fabricação
Linha de Pesquisa: Engenharia de Soldagem e Materiais

Data:_____/_____/_____

Resultado: _____

Banca examinadora:

_____

Adão Felipe Oliveira Skonieski, Dr. (Professor do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Rio Grande do Sul – IFRS – Campus Rio Grande).

_____

Jorge Luis Braz Medeiros, Dr. Professor da Universidade Federal do Rio Grande – FURG.

_____

Orientador: Luciano Volcanoglo Biehl, Dr. (PPMec/FURG).

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE - FURG
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica
PPMec

Ata nº **07/2017** da Defesa de Dissertação de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Aos vinte e oito dias do mês de agosto de dois mil e dezessete, foi instalada a Banca de Defesa de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande - FURG, às quatorze horas e trinta minutos no Mini Auditório da Escola de Engenharia no Campus Carreiros da Universidade Federal do Rio Grande – FURG, a que se submeteu o mestrando **Alima Carlos Averú**, nacionalidade moçambicana, dissertação ligada a Linha de Pesquisa Engenharia de Soldagem e Materiais do PPMec, com o seguinte título: **SINTERIZAÇÃO DE PÓS METÁLICOS ELEMENTARES PARA A OBTENÇÃO DE UMA LIGA INCONEL PARA UTILIZAÇÃO NA INDÚSTRIA METAL-MECÂNICA** referendada pela Câmara Assessora do Curso, os seguintes Professores Doutores Adão Felipe Oliveira Skonieski e Jorge Luis Braz Medeiros, sob a presidência do Professor Luciano Volcanoglo Biehl. Analisando o trabalho, os Professores da Banca Examinadora o consideraram:

1. Adão Felipe Oliveira Skonieski: Aprovado
2. Jorge Luis Braz Medeiros: Aprovado
3. Luciano Volcanoglo Biehl: Aprovado

Foi concedido um prazo de 30 dias, para o candidato efetuar as correções sugeridas pela Comissão Examinadora (anexo) e apresentar o trabalho em sua redação definitiva, sob pena de não expedição do Diploma. A ata foi lavrada e vai assinada pelos membros da Comissão.

Assinaturas:

1. _____
CPF: 817.086.700-25
2. _____
CPF: 588.871.210-87
3. _____
CPF: 575.195.100-00

Alima Carlos Averú: _____

AGRADECIMENTOS

Meu agradecimento vai em primeiro lugar á Deus, por me conceder essa graça em minha vida.

O presente trabalho foi realizado com apoio do Programa Estudantes-Convenio de Pós-Graduação - PEC-PG da CNPq – Brasil.

Agradeço bastante a CNPq pela bolsa, pela atenção que toda equipe de PEC-PG tiveram comigo durante todo meu curso, a este órgão repito, muito obrigada.

Especial agradecimento ao meu Orientador Luciano Volcanoglo Biehl, pela amizade, aprendizado, incentivo e apoio incondicional dispensado, que muito contribuiu para a concretização deste sonho, a ele, vai meu muito obrigada por tudo.

Agradeço a minha mãe Elvira, aos meus irmãos Tomázia, Orlávio, Marla e Telmira, aos meus tios Lobato e Benjamim pelo amor, amizade, força moral, coragem e apoio incondicional em tudo na minha vida.

Aos professores, Mário Jonas, Lázaro Chissico e Brazão Mazula, Mocambicanos, que me apoiaram desde o inicio até ao fim desta trajetoria.

Aos professores de PPMec pelo aprendizado, em particular, vai o meu muito obrigada ao professor Jorge Braz Medeiros e ao professor Carlos Casanova por todo auxilio que me deram.

A toda Equipe de CEME-SUL da FURG pela disponibilidade de lá realizar as analises e pelo carinho da equipe, em particular ao Rudimar, Carol e a professora Águeda Turatti, obrigada.

Agradeço também a Técnica Thais Passos pelo suporte, disponibilidade sempre que precisei usar o Laboratório de Metalografia, e, aos Técnicos Bruno, Cristiano e Daniel, pelo apoio que me deram sempre que precisei.

Aos meus amigos Moçambicanos, Fonseca Dicossegane e Omar Abdulrehemane, pelo amor, companheirismo, incentivo e encorajamento sempre.

Aos meus colegas de turma, pela boa convivência durante o curso. As amizades que construí em Rio Grande e a todos os irmãos Católicos da Diocese de Rio Grande, obrigada pela amizade, carinho e afeto por mim demonstrado.

Sumário

LISTA DE FIGURAS 8
LISTA DE TABELAS 10
LISTA DE ABREVIATURAS 11
RESUMO 12
ABSTRACT 13
1. INTRODUÇÃO 14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 16
2.1 Obtenção e Caracterização de pós metálicos usados na sinterização 18
2.2. Composição e compactação de ligas metálicas na metalurgia do pó 21
2.3. Difusão entre elementos no estado sólido 23
2.3.1. Relação difusional entre elementos 25
2.3.2 Influência das Leis de Fick e da temperatura na difusão entre elementos 25
2.4. Sinterização na metalurgia do pó 29
2.4.1 Influência das Atmosferas na Sinterização 32
2.4.2 Difusibilidade na sinterização de pós elementares 33
2.4.3 Diferenças entre sinterizados por pós pré-ligados com por pós elementares 34
2.4.4 Sinterização da liga inconel 600 na metalurgia do pó 35
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 41
3.1- Material 41
3.2 Organograma Metodológico 42
3.3 - Análise dos pós de Ni, Fe e Cr 44
3.4 Composição da liga - inconel 600 45
3.5 Compactação dos pós 47
3.6- Sinterização dos Compactados 48
3.6 - Metalografia 49
3.7 – Caracterizações metalurgica e mecânica 51
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES 53
4.1 Análise dos pós por MEV/EDS sem filtro 53
4.2 Análise dos pós via DRX 60
4.3. Análise MEV e mapeamneto por EDS com filtro das amostras sinterizadas 62
4.4. Resultdos da análise Microscopio Ótico dos sinterizados 77
4.5 – Análises de Dureza por Micro-Indentação dos sinterizados 80
4.6 Comparação de Resultados 82
5. CONCLUSÕES 84
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 86

REFERÊNCIAS.....87
APÊNDICE A – Resultados de amostras parciais deste estudo.....96
APÊNDICE B: Análise de amostras pré-teste de Inconel 600 100

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Formas de partículas de acordo com diferentes métodos de obtenção do pó. 19
Figura 2: Algumas morfologias de partículas metálicas: a) Esférica; b) Arredondada; c) Aglomeradas; d) Irregular; e) Angular; f) Com picos; g) Dendrítica; h) Porosa. 20
Figura 3: Exemplo esquemático da formação de poros em misturas de pós com granulometrias diferentes. 21
Figura 4: Mecanismo de compactação e preenchimento do molde. 23
Figura 5: Diagrama esquemático exemplificando a propagação de átomos por difusão entre dois elementos. 27
Figura 6: Coeficientes de difusão em função da temperatura para algumas combinações de materiais 28
Figura 7: Principais estágios do processo de sinterização. 30
Figura 8: Micrografia da formação do pescoço entre partículas esféricas induzidas por sinterização 30
Figura 9: Densificação progressiva e crescimento de grão em várias etapas de sinterização: (a) etapa inicial; (b) etapa intermediária; (c) etapa final. 31
Figura 10: Típica microestrutura e tamanho de poro para as três etapas de sinterização com fase líquida: (a) Rearranjo de partículas; (b) Solução-Precipitação e (c) Remoção dos poros. .32
Figura 11: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização. 34
Figura 12: Diagrama ternário Fe-Ni-Cr, isotérmico a 1200ºC. 37
Figura 13: Diagramas binários (a) Fe-Ni e (b) Fe-Cr. 38
Figura 14: Pó elementar de Níquel, Ferro e Cromo usados neste trabalho. 41
Figura 15: Organograma explicativo da metodologia empregada neste trabalho. 42
Figura 16: Organograma ilustrativo de etapas para obtenção de corpos de prova com mistura. 43
Figura 17: Organograma ilustrativo de etapas na obtenção de corpos de prova sem mistura. 44
Figura 18: A-misturador y. B - matriz rígida e a máquina usada para compactação. C -forno usado para sinterização da liga. 47
Figura 19: Ilustração da matriz usada para compactação dos pós. 48
Figura 20: Tijolos usados para inserção do compactado no forno EDG 3000. 49
Figura 21: Corpos de prova recém-removidos do forno, ainda em brasa, na temperatura de sinterização 49
Figura 22: Sinterizados já resfriados a temperatura ambiente. 50
Figura 23: Ilustração do corte e embutimento de alguns corpos de prova da liga formada. 50
Figura 24: A - Corte ao meio da liga. B- Um dos lados dos cortes embutida. C - CP já lixada. .51
Figura 25: Caraterísticas do pó de Níquel A), Ferro B) e Cromo C), pela técnica MEV. 53
Figura 26: Caraterísticas do pó de Níquel pela técnica EDS e mapeamento dos elementos. 55
Figura 27: Caraterísticas do pó de Ferro pela técnica EDS. 56
Figura 28: Caraterísticas do pó de Cromo pela técnica EDS. 58
Figura 29: Drifratogramas dos pós, Níquel D), Ferro E), Cromo F) e todos juntos G). 60
Figura 30: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 90 minutos, com mistura (H) e sem mistura (I). 63
Figura 31: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 180 minutos, com mistura (J) e sem mistura (K). 65
Figura 32: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 270 minutos, com mistura (L) e sem mistura (M). 68
Figura 33: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 360 minutos, com mistura (N) e sem mistura (O). 71
Figura 34: MO de sinterizados por 90 minutos. 77

Figura 35: MO de sinterizados por 180 minutos.....78
Figura 36: MO de sinterizados por 270 minutos.....78
Figura 37: MO de sinterizados por 360 minutos.....79
Figura 38: Gráfico de dureza vickers dos sinterizados.....81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Rendimento de utilização de matérias-primas e consumo específico de energia.....17
Tabela 2: Composição química padrão para formação da liga Inconel 600. 39
Tabela 3: Algumas propriedades da liga Inconel 600. 40
Tabela 4: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Níquel via EDS sem filtro. ..56
Tabela 5: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Ferro, via EDS-sem filtro....57
Tabela 6: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Cromo, via EDS sem filtro. 59
Tabela 7: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada. 63
Tabela 8: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada. 65
Tabela 9: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada. 66
Tabela 10: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada. 67
Tabela 11: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada. 68
Tabela 12: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada. 69
Tabela 13: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada. 70
Tabela 14: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada. 72
Tabela 15: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada. 73
Tabela 16: Durezas Vickers dos sinterizados. 81

LISTA DE ABREVIATURAS

μm - Micrometro

°C - Graus Celsius

ASTM - American Society for Testing and Materials

CP - Corpo de prova

CP-M - Corpo de Prova com mistura

CP-SM – Corpo de Prova sem mistura

Cr – Cromo

CCC – Cúbica de corpo centrado

CFC – Cúbica de face centrada

CEME-SUL – FURG - Centro Microscópico Eletrônico Sul da Universidade Federa do Rio Grande

DRX – Difratometro de raio-X

EDS – Energy Dispersive Spectroscopy (Espectroscopia por Dispersão de Energias)

Fe – Ferro

g - Grama

g/cm3 - Grama por centímetro cúbico

ISO - International Organization for Standardization

P/M – Powder Metallurgy (Metalurgia do Pó)
PPMec – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

MPa - Megapascal

MEV – Microscópio eletrônico de varredura

MO – Microscópio ótico

HV - Vickers Hardness (Dureza Vickers)

Ni – Níquel.

RESUMO

Investir na tecnologia para alcance de uma boa eficiência e eficácia de processos produtivos constitui uma das tarefas fundamentais e com impacto positivo na produtividade, custos e qualidade do produto para a indústria metal-mecânica em geral e em particular da República de Moçambique. Estimulado pelos avanços tecnológicos, através do desenvolvimento de ligas formadas de pó, lubrificantes e métodos de produção de peças, a utilização da metalurgia do pó na produção de componentes metal-mecânicos reduz o custo total de produção, devido ao menor disperdício quando comparado a outros processos de fabricação mecânica. No entanto, dependendo da aplicação e da composição química, as superligas de Níquel podem ser fabricadas por processos como forjamento, fundição, laminação e por metalurgia do pó, e o processo de fabricação de materiais metal-mecânicos por metalurgia do pó é caracterizada essencialmente pela aplicação de suficiente temperatura para que haja a difusão de átomos na estrutura, gerando união das partículas, união essa denominado no final por sinterização. Este trabalho teve como objetivo principal a formação de uma liga inconel pela sinterização de pós metálicos elementares. Para avaliar a coerência dos pós de Níquel, Ferro e Cromo usados como material para obtenção da liga inconel 600, foram submetidos a análise em microscópio eletrônico de varredura aliada a sonda de espectrometria de energia dispersiva, como também, foram analisadas por difração de raio x. Pelos resultados obtidos nessas análises, confirmou-se que estavam qualitativamente aceitáveis para usa-los. Tiveram 2 formas amostrais dos sinterizados, 4 corpos de prova com mistura e outros 4 sem mistura, compactados por 1550MPa e 950MPa, respectivamente, todos sinterizados a 1200ºC em um forno a vácuo do tipo EDG 3000, em atmosfera controlada. Para cada 2 corpos de prova, foram sinterizados por 90 minutos, 180 minutos, 270 e por 360 minutos. Após o termino de sinterização, os sinterizados foram arrefecidos ao ar em temperatura ambiente, submetidos a preparação metalografica e depois caraterizados metalurgicamente e mecanicamente onde para isso foram feitas análises de espectrometria de energia dispersiva acoplado ao microscópio eletrônico de varredura e feitos ensaios de dureza vickers em todas 8 amostras. Pelos resultados das análises realizadas, o corpo de prova com mistura e sinterizada por 360, e, o corpo de prova sem mistura e sinterizada por 270 minutos apresentaram melhores resultados metalúrgicos em relação aos outros, mas, mecanicamente todos os corpos de prova revelaram-se com boa dureza vickers. Com tudo, o presente trabalho obteve a liga inconel 600, comprovando a capacidade de fabricação de componentes metálicos por sinterização de pós elementares pela metodologia empregada neste trabalho.

Palavras Chaves: Metalurgia do pó; Sinterização de pós elementares; Inconel 600.

ABSTRACT

Investing in technology to achieve a good efficiency and effectiveness of productive processes is one of the fundamental tasks and with a positive impact on productivity, costs and product quality for the metalworking industry in general and in particular the Republic of Mozambique. Stimulated by technological advances, through the development of powdered alloys, lubricants and parts production methods, the use of powder metallurgy in the production of metal-mechanical components reduces the total cost of production due to the lesser waste when compared to others mechanical manufacturing processes. However, depending on the application and the chemical composition, Nickel superalloys can be manufactured by processes such as forging, casting, rolling and powder metallurgy, and the process of manufacturing metal-mechanical materials by powder metallurgy is essentially characterized by application of sufficient temperature so that there is the diffusion of atoms in the structure, generating union of the particles, union that denominated in the end by sintering. This work had as main objective the formation of an inconel alloy by the sintering of elemental metallic powders. In order to evaluate the consistency of Nickel, Iron and Chromium powders used as material to obtain the 600 inconel alloy, they were submitted to scanning electron microscope analysis with the dispersive energy spectrometry probe, as well as analyzed by x-ray diffraction . From the results obtained in these analyzes, it was confirmed that they were qualitatively acceptable to use them. There were 2 sample forms of the sintered samples, 4 sampled specimens and 4 unmixed specimens, packed at 1550 MPa and 950 MPa, respectively, all sintered at 1200 ° C in a vacuum oven of the EDG 3000 type under controlled atmosphere. For each 2 specimens, they were sintered for 90 minutes, 180 minutes, 270 and 360 minutes. After the sintering, the sintering was cooled to room temperature, subjected to a metallographic preparation and then characterized by a metallurgical and mechanical analysis, where dispersive energy spectrometry coupled to the scanning electron microscope was carried out and vickers hardness tests performed all 8 samples. By the results of the analysis, the specimens were mixed and sintered by 360 and the unmixed and sintered specimens for 270 minutes presented better metallurgical results than the others, but mechanically all specimens were with good hardness vickers. However, the present work obtained the inconel 600 alloy, proving the manufacturing capacity of metallic components by sintering of elementary powders by the methodology employed in this work.

Keywords: Powder metallurgy; Sintering of elementary powders; Inconel 600.

1. INTRODUÇÃO

Com o mundo cada vez mais globalizado, a noção de investir na tecnologia para alcance de uma boa eficiência e eficácia de processos produtivos constitui uma das tarefas fundamentais e com impacto positivo na produtividade, custos e qualidade do produto para a indústria metal-mecânica em geral e em particular de Moçambique. Portanto, a utilização da metalurgia do pó na produção de componente metal-mecanicos favorece a redução do custo total de produção, quando o número de peças for elevado, e/ou para peças complexas devido ao menor disperdício quando comparado a outro processo de fabricação mecânica.

Os materiais de liga seleccionados na metalurgia do pó elementares, assim como na metalurgia convencional, visam obter melhores propriedades mecânicas. No entanto, os pós metálicos apresentam elevada magnitude/quantidade de superfície específica livre, tornando-os mais susceptíveis a oxidação. Além disso, uma peça sinterizada apresenta um excelente compromisso entre tolerâncias, custo, grau de acabamento, resistência mecânica e outras propriedades físicas e, inclusive, impacto ambiental.

A liga inconel 600 possui densidade 8,47 g/cm^3, muito resistente a uma ampla gama de meios corrosivos, não é magnética, possui excelentes propriedades mecânicas e apresenta combinação desejavel de alta resistência e uma boa soldabilidade sob uma ampla gama de temperaturas. Esta liga mesmo sem a metalurgia do pó pode ter outras aplicações tais como nas indústrias químicas e petroquímicas, aeroespacial, indústria de equipamentos para tratamento térmico, indústria de papel e celulose, processamento de alimentos, engenharia nuclear e componentes para turbinas a gás.

A inconel 600 é também aplicada em fabrico de peças na indústria metal-mecânica (principalmente peças complexas), aplicada também no fabrico de aquecedores, tubos evaporadores (com as placas de aço da liga/folha de grande resistência, por exemplo, é usada em fabrico de evaporador da água do mar, destiladores, eixo do equipamento e de hélice), condensadores, fornos, equipamento da separação de isótopo do enriquecimento de urânio, equipamento de fabricação do ácido clorídrico usado na produção de bombas e de válvulas, entre outras aplicações.

Uma vez que é possível diminuir ainda mais os custos, quando se utiliza pós elementares ao invés de pós da liga pronta, com uma evolução tecnologica eficiência,

de qualidade, a menor custo e rapidez na produção de peças e outros bens metálicos nas indústrias metal-mecânicas, surgiu a motivação necessária de sinterizar pós metálicos elementares de Niquel, Ferro e Cromo para obter uma liga inconel 600 com propriedade desejadas, favorecendo as condições económicas e de serviço em geral, revelando-se benefica usa-la também nas indústrias metal-mecânicas da República de Moçambique, tornando-se a justificativa para a escolha do título desta dissertação.

Diante das particularidades da metalurgia do pó, sinterização de pós metálicos misturados elementarmente por forma a obter uma liga inconel, divergindo do processo convencional de sinterização de pó inconel já pronto, evidencia que o estudo em causa é de impacto positivo, pois, é essa diferença que se deseja na obtenção da liga a partir de pós elementares, que se espera não só aumentar a eficiência da liga, como também, facilitar a sua obtenção a um custo menor em relação à compra do pó inconel já pronto para sinterizá-lo.

O problema do estudo esta na dificuldade da difusão dos elementos entre si, ou seja, na difusão dos elementos de pós metálicos diferentes, gerando uma intercambiabilidade destes, equilibrando a composição e possibilitando a formação de uma liga metálica homogénea concomitante à produção do componente, (DOBRZANSKI, 2007). Apesar das vantagens que esse estudo pode potencialmente trazer a República de Moçambique em particular e a área de pesquisa específica da metalurgia do pó, esse problema da difusibilidade que se dá apenas com os pós elementares, torna este, a característica do problema pesquisado no presente trabalho.

Com tudo, este trabalho de dissertação teve como objetivo principal, apresentar a obtenção de uma liga inconel a partir de sinterização de pós metalicos elementares. Para o alcance do objectivo geral, foi feita a identificação e análise dos pós elementares usados para obtenção da liga inconel 600, bem como a identificação do tipo técnicamente de compactação a usar e sinterização, análise dos corpos de prova sinterizados e comparação dos resultados obtidos.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Níquel e as suas ligas são de importância vital na indústria moderna, por sua capacidade de utilização em meios diferentes e as combinações destes fatores, por apresentar estrutura cristalina CFC estável até seu ponto de fusão, sem transformações alotrópicas de fase, possui solubilidade total ao cobre, e ampla faixa de solubilidade para elementos como cromo e ferro. Sob alguns aspectos, apresenta uma marcante similaridade com o ferro, sendo um pouco mais denso e duro que ferro, tendo propriedades mecânicas e magnéticas bastante similares, tornando-as dúctil e maleável, (SILVA, 2010; SERRA, 1981; TORRES, 2009; AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1987).

Dependendo da aplicação e da composição química, as superligas de níquel podem ser fabricadas por processos como forjamento, fundição, laminação e por metalurgia do pó, e as estruturas fabricadas por um desses processos, unidas por soldagem ou brasagem (DONACHIE, 1984).

Estimulado pelos avanços tecnológicos, através do desenvolvimento de ligas formadas de pó, lubrificantes e métodos de produção de peças (NARASIMHAN, 2001). M/P é uma técnica que evolui continuamente e rapidamente, impulsionado por avanços contínuos, tecnológicos na produção e processamento dos pós contemplando uma vasta variedade de ligas, razão pela qual ficou comprovada que rendia cerca de 1,854 bilhões de dólares só nos EUA em 1995 e superior a 1 milhão de toneladas na produção de metal em pó em todo o mundo, (*ASM Handbook, 1998)*, sendo que por exemplo na Europa, M/P é responsável por movimentar 6 bilhões de Euros anualmente favorecendo com que atualmente tenha uma produção mundial de 11 milhões de toneladas anuais, (EPMA, 2014).

Em vários estudos recentes sobre o uso da metalurgia do pó como um dos processos de fabricação de peças para a indústria metal-mecânica tem se revelado vantajoso do que diz respeito ao alto aproveitamento da matéria-prima (geralmente acima de 95% como mostrado na tabela 1), esse melhor aproveitamento reflete-se por conseguinte, no custo de fabricação, permitindo que o produto seja economicamente vantajoso frente aos obtidos por outros processos, (Grupo Setorial de Metalurgia do Pó, 2009).

Tabela 1: Rendimento de utilização de matérias-primas e consumo específico de energia.

Tecnologia de Produção	Rendimento no uso de matérias- primas (%)	Consumo específico de energia (MJ/Kg)
Fundição	90	30 - 38
P/M	**95**	**29**
Extrusão	85	41
Forjamento	75- 80	46 – 49
Maquinagem	40 - 50	66 - 82

Fonte: CARVALHO FERREIRA, 2002.

Por ser um processo com baixo impacto ambiental bom (não é poluente), e por exigir uma baixa energia de transformação do material, a metalurgia do pó permite as mais variadas combinações de elementos químicos, e por consequência, permite obter várias microestruturas, assim como, permite ótimas tolerâncias dimensionais, ótimo acabamento superficial, as propriedades mecânicas são dimensionadas de acordo com a aplicação, evitando-se assim o desperdício pelo uso de materiais superdimensionados. Permite a fabricação de altos volumes de peças com formas complexas com alta qualidade a menos custos, (CARVALHO FERREIRA, 2002; SILVA, 2011).

Com base na EPMA (2014), aproximadamente 80% dos pós-usados são provenientes de reciclagem. Associado aos altos níveis de aproveitamento dos materiais comparado com outros tipos de processo, como mostra a tabela 1, torna a metalurgia do pó um dos processos de fabricação mais sustentável e com mais uma vantagem economicamente e tecnologicamente viável.

Geralmente, processo de fabricação de materiais metalomecânicos por metalurgia do pó é caracterizada essencialmente pela aplicação de suficiente temperatura para que haja a difusão de átomos na estrutura, gerando união das partículas, união essa denominado no final por sinterização, (NEVES, 2005).

No processamento para fabricação de materiais via metalurgia do pó, é necessário que se cumpra algumas etapas básicas, (GROOVER, 2010; REZENDE at al, 2014), eis elas: Obtenção dos pós, Caracterização, Mistura dos pós, Compactação, e, Sinterização do compactado sendo esta fase final do processo.

No entanto, a metalurgia do pó (P/M) é uma técnica para a fabricação de compostos metálicos ou cerâmicos consistindo na transformação do pó em um material homogêneo e sólido pela aplicação duma determinada pressão e calor sob temperaturas abaixo do ponto de fusão do constituinte majoritário da liga, (BRAGA et al., 2007).

Para CHANG e CHANG (2014), metalurgia do pó (P/M) é um bom método para a fabricação de material de elevado ponto de fusão com melhores propriedades mecânicas, e, uma mudança sutil no processo de fabricação pode causar uma alteração significativa nas propriedades finais do material, (ASM *Handbook*, 1997).

2.1 Obtenção e Caracterização de pós metálicos usados na sinterização

Uma das formas de obter os pós metálicos é pela produção por atomização, em que um fluxo de metal fundido é disperso em pequenas partículas por um jato de água (atomização por água) ou de gás (atomização por gás), o material fundido é vazado sobre o jato de água ou de gás, dividindo o fluxo em gotas pequenas que solidificam-se, mas, com este processo é somente possível a produção dos pós pré–ligados usados na sinterização convencional, (EPMA, 2014).

Na sinterização de pós metálicos de forma elementar podem ser obtidos de forma mecânica, física, química e eletrolítica. Nisso, a escolha do processo de fabricação do pó esta diretamente relacionada com características importantes como: forma das partículas, tamanho das partículas, distribuição de tamanho das partículas, áreas de superfície específica, escoabilidade, densidade aparente e compressibilidade, o que torna a etapa de obtenção de pós uma das com importância significativa para a obtenção de materiais metalomecânicos por metalurgia do pó, (LOURENCO, 2004).

Höganäs (2010), afirma que 90% do pó de ferro no mundo são produzidos por atomização ou redução. Os pós de cromo e níquel podem ser obtidos a partir da redução de seus óxidos, e, para métodos químicos se destaca processo de redução em estado sólido, tendo como exemplo o processo de produção de pós de ferro da Höganäs, onde o minério de ferro (magnetita) é moído até a granulometria esperada e então passa por um processo de redução na presença de carbono.

Na figura 1 é apresentada esquematicamente as formas de partículas dos pós metálicos, os quais podem ser obtidos por diferentes processos.

Figura 1: Formas de partículas de acordo com diferentes métodos de obtenção do pó.

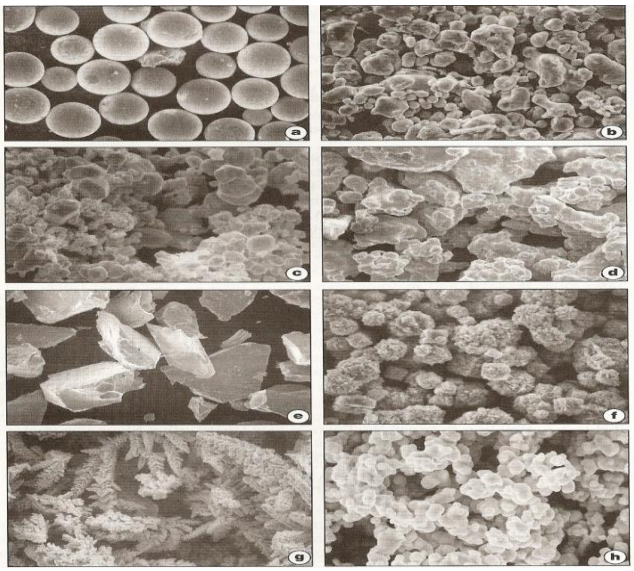
Fonte: CHIAVERINI, 1992.

A caracterização dos pós a serem usados na metalurgia do pó é fundamental, pois, sua morfologia, tamanho médio, forma das partículas, densidade, composição química, pureza, a compressibilidade e outros elementos que a compõe podem afetar seu posterior processamento, tornando-se responsável em grande parte pelas propriedades finais da peça obtida, e, na maioria das vezes essas caraterísticas dos pós definem a escolha de um determinado processamento do material (ASM, 1990; BRAGA e FERREIRA, 2007).

Alguns autores referem que, diferentes técnicas são utilizadas para avaliar o tamanho de uma partícula, e, entre as mais usadas destaca-se o peneiramento, dispersão de luz, análise por microscopia ótica (MO) e análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV), (GERMAN at al, 1997; CHIAVERINI, 2001).

Morfologicamente os pós mais encontrados (partículas metálicas) estão representados na figura 2.

Figura 2: Algumas morfologias de partículas metálicas: a) Esférica; b) Arredondada; c) Aglomeradas; d) Irregular; e) Angular; f) Com picos; g) Dendrítica; h) Porosa.

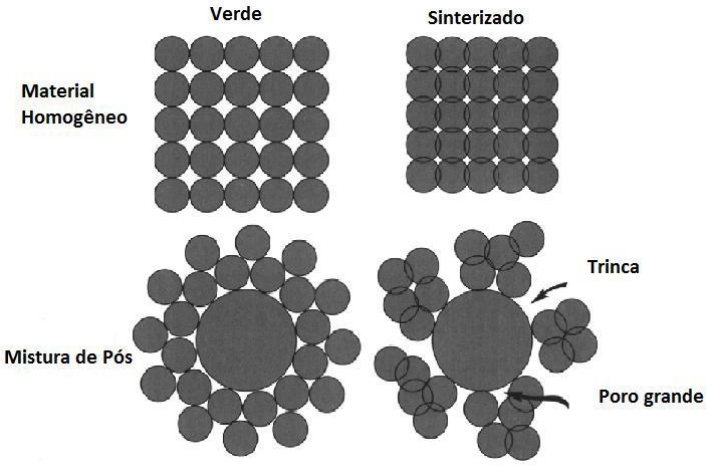


Fonte: GERMAN at al, 1997.

Quando certas massas de partículas são pequenas em tamanho, mas grande em área superficial específica, ocorre a adsorção de um grande volume de gases e outras impurezas, em que a inclusão ou liberação dessas impurezas têm grande importância prática no processo de sinterização, bem como a distribuição do tamanho das partículas (granulometria) principalmente quando aplicadas em misturas de pós, para além de influenciar na compactação porque o tamanho das partículas dita a distância média entre elas e influencia sobremaneira a dispersão dos elementos, (LUND et. al. 1962).

Estudos feitos por alguns autores revelaram a influência que o tamanho de partícula tem na metalurgia do pó, aonde se concluiu que pós metálicos compostos de partículas com maior diferenças de granulometria perdem coesão afetando diretamente os mecanismos de transporte durante a sinterização, (Vide figura 3) e para tal, materiais com muita afinidade com o oxigênio, tem se aplicado cargas elevadas, fazendo com que deformações aplicadas aos grãos na compactação facilitem também na quebra da camada superficial de óxido, mas, esse efeito é associado basicamente à deformação plástica e em materiais mais ligados. (JERNOT et. al, 1982; GERMAN, 1991; HÖGANÄS, 2010).

Figura 3: Exemplo esquemático da formação de poros em misturas de pós com granulometrias diferentes.



Fonte: adaptado de GERMAN, 1991.

2.2. Composição e compactação de ligas metálicas na metalurgia do pó

Compor uma liga metálica na metalurgia do pó, presume em misturem os elementos constituintes da liga pretendida de forma pré-ligada ou de forma elementar (dissociados) proporcionalmente normalizada de acordo com o tipo de liga, e para mistura os pós que formarão a peça após a sua compactação homogeneamente na forma particulada, geralmente os fabricantes fazem essas operações através de misturadores mecânicos ou compram as misturas já homogeneizadas diretamente dos fabricantes do pó base, (RESENDE, 2014).

As misturas que envolvem pó de níquel para formação de ligas tem sido de grande importância cuja presença permite alterar significativamente as propriedades do aço, pelo fato de auxiliar na distribuição de partículas intrinsecamente desiguais, característica de composições de diferentes pós, bem como na quebra de aglomerados de pós gerados naturalmente durante o transporte ou armazenagem, influenciando diretamente na homogeneização do material durante a sinterização, (LUND et al 1962; HÖGANÄS, 2013).

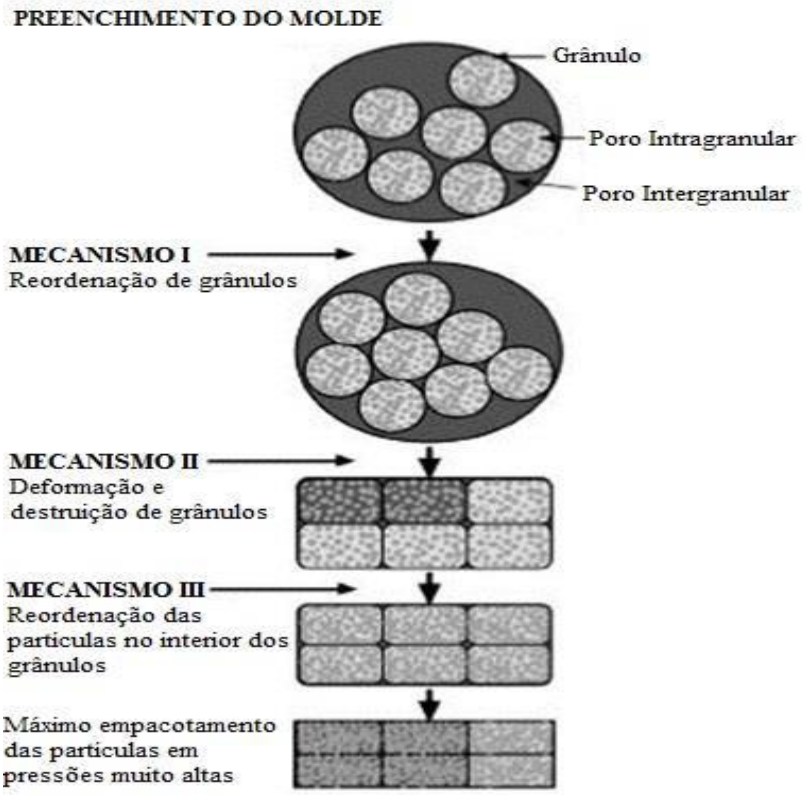
Na compactação são dadas as formas e as dimensões da peça, e, consegue-se quando necessário, o maior percentual de densificação para os pós-metálicos. Este procedimento tem grande influência sobre a sua densidade final, dadas as limitações

práticas e económicas da temperatura e do tempo de sinterização. Nesta etapa de compactação, os pós não sofrem qualquer deformação pelo que a densidade em verde do prensado é cerca de 65% da densidade teórica - porosidade entre 35 e 50%, (LASSNER, ERIK at al, 2010).

Geralmente tem sido difícil de fazer uma analise teórica da compactação a frio em uma matriz fechada, mas, na prática ela é relativamente simples de se aplicar, (AL-QURESHI at al, 2005). Pode-se dividir o comportamento dos pós, quando submetidos à compressão, em três estágios: No primeiro estágio as partículas de pó são rearranjadas de modo a eliminar parcialmente a formação de vazios, ou seja, ocorre assentamento das partículas na câmara, onde ocorre uma movimentação do pó com a finalidade de preencher os espaços vazios formados pelas partículas e neste estágio, a força gerada é somente a do atrito interno entre as partículas; No segundo estagio ocorre a deformação plástica das partículas e é devido ao aumento da carga que faz com que se desenvolva este estágio, caracterizando-se pelo envolvimento das partículas por poros conectados, onde a densidade varia entre 60 até 70% da densidade final; E no Terceiro estagio ocorre a fratura das partículas devido à sua fragilização pelo encruamento imposto na deformação, correndo no material o fechamento dos poros entre as partículas e o material começa a se comportar como um sólido poroso (CHIAVERINI, 2001; SKRINJAR, 2004; POQUILLON et al. 2002).

A figura 4 mostra um exemplo de como o mecanismo de compactação e preenchimento do pó no molde durante a compactação ocorre.

Figura 4: Mecanismo de compactação e preenchimento do molde.



Fonte: RESENDE, 2014; Aprud, Adaptado de ARUNACHALAN e SUNDARESAN, 1991.

2.3. Difusão entre elementos no estado sólido

Os átomos em materiais sólidos estão em movimentação constante, porém, mudando de forma rápida as suas posições e para que se realize essa movimentação deve existir um sitio adjacente vazio e o átomo deve possuir energia suficiente para quebrar as ligações atômicas que o une aos seus átomos vizinhos para poder então causar alguma distorção na rede cristalina durante o deslocamento, e, como essa energia geralmente é de natureza vibracional, a uma temperatura especifica, uma menor fração do número total de átomos é capaz de realizar movimento por difusão devido a magnitudes dessas suas energias vibracionais, (KANG, 2005; ASM, 2004; CALLISTER,2002).

As movimentações dos átomos através do reticulado cristalino provêm da difusão do material no estado sólido. Porem, o movimento é restringido pela sua própria estrutura cristalina por estes não terem liberdade de movimentação, por isso, a agitação térmica permite que átomos ganhem mobilidade e com o aumento da temperatura a amplitude de vibração torna-se maior, destorce o padrão cristalino e faz com que os átomos saiam com maior facilidade das posições de equilíbrio tornando-se capaz de migrar para outro ponto do reticulado (ASKELAND at al, 2010).

No entanto, a difusão pode ser vista resumidamente como sendo o fenômeno de transporte de material através do movimento dos átomos. Os mecanismos atômicos pelos quais a difusão ocorre, a matemática da difusão e a influência da temperatura e do componente que esta se difundindo revela-se sobre a taxa de difusão. E, o processo no qual os átomos de um metal se difunde para o interior de outro é chamado de Interdifusão e essa Interdifusão pode ser observada de uma perspectiva macroscópica pelas mudanças na concentração que ocorre ao longo do tempo, (CALLISTER, 2002).

Essa difusão pode ser classificada em dois mecanismos principais, difusão substitucional e intersticial. Na difusão substitucional (por lacuna), os átomos difundidos substitucionalmente ocupam o espaço de átomos de material de base e tanto a autodifusão assim como a interdifusão ocorrem por este mecanismo, somente alguns átomos com caraterísticas especificas podem se difundir desta maneira e estas caraterísticas são elucidadas pela regra de Hume-Rothery que se refere o tamanho relativo entre os átomos de base e o substituto, sua afinidade química, a valência relativa entre eles e o fator de reticulado que é a caraterística da estrutura cristalina (ASKELAND at al, 2010; ASM, 2004).

O mecanismo de difusão intersticial é encontrado para interdifusão de impurezas tais como Hidrogênio, Carbono, Nitrogênio e Oxigênio, que possuem átomos pequenos o suficiente para se encaixarem no interior das posições intersticiais, por isso, maioritariamente em ligas metálicas a difusão intersticial ocorre muito mais rapidamente do que a difusão por lacunas, essa difusão ocorre com um átomo se movendo de uma posição para outra e para esse movimento ocorrer o átomo deve passar por uma região de alta energia ate chegar ao outro interstício devendo destorcer a estrutura cristalina no caminho, e geralmente, maiores fatores de empacotamento demandam maiores distorções na rede fazendo com que tenha como consequência a dificuldade de difusão (CALLISTER, 2002; KANG, 2005).

2.3.1. Relação difusional entre elementos

Geralmente, a própria tendências de equilíbrio das composições tornam a percepção mais complexa pelo fato que a difusividade dos elementos sofrerem alterações por causa da variação de concentração pela estrutura cristalina e também pela deformação imposta nos grãos, portanto, adicionado a isso, os efeitos da baixa compactação gerada pela dissimilaridade dos pós tornam o processo de formação da liga esperada mais desafiador. (ASHBY, 1974).

A quantidade de um elemento que é transportado no interior de outro elemento é uma função de tempo, por isso, se pode afirmar que a difusão é um processo que depende do tempo, tornando-se preciso saber o quão rápido ocorrerá a difusão, denominada por taxa de transferência de massa, frequentemente expressa como fluxo de difusão ou taxa de difusão (J), essa taxa de difusão ela é definida como a quantidade de átomos ou massa M que esta passando em difusão através e perpendicularmente a uma superfície de área unitária de secção reta do sólido por unidade de tempo, como é ilustrada matematicamente na equação 1, (ASM, 2004; CALLISTER, 2002).

$$J = \frac{M}{At} \qquad \text{(Equação 1)}$$

Onde: A representa a área através da qual a difusão esta ocorrendo, e, t é o tempo de difusão decorrido.

E, se o fluxo difusivo não variar ao longo do tempo, nesse caso, existe uma condição de estado estacionário, que relaciona a difusão dos átomos de um material para a qual as concentrações ou pressões dos componentes em difusão se tornam constantes, (ASKELAND et. Al, 2010).

2.3.2 Influência das Leis de Fick e da temperatura na difusão entre elementos

Segundo ASM (2004), as Leis de Fick têm soluções para vários sistemas e ajudam a prever processos difusionais na formação de ligas. Essas Leis de Fick defendem matematicamente que a própria gradiente de concentração induz uma tendência de equilíbrio de composição em difusão, mas, para tal, a sua manifestação seria nos estágios iniciais da difusão, onde o gradiente é maior, reduzindo a forca

motriz a medida que o processo ocorre, (CALLISTER, 2002; ASM, 2004).

Matematicamente a difusão em estado estacionário ao longo de uma única direção (x) ela é relativamente simples, devido ao fluxo ser proporcional ao gradiente de concentração e essa expressão matemática é o que revela a Primeira Lei de Fick usada para determinar o fluxo por difusão, (CALLISTER, 2002).

$$J = - D \frac{dC}{dx} \qquad \text{(Equação 2)}$$

Onde: J - representa o fluxo de difusão; A constante de proporcionalidade D indica Coeficiente de difusão ou difusibilidade do elemento representando a facilidade que os átomos têm de se difundir no material, e é expressa em metros quadrados por segundo; C indica a concentração do soluto; x indica a distância; $\frac{dC}{dx}$ representa o gradiente de concentração; E, o sinal negativo nessa expressão indica que a direção da difusão se dá contra a gradiente de concentração, isto é, da concentração mais alta para a concentração mais baixa. Quando a difusão se dá de acordo a equação 2, o gradiente da concentração é a forca motriz, (ASKELAND et. al , 2010; CALLISTER, 2002).

Como a Primeira Lei de Fick equaciona o fluxo de átomos para gradientes fixos de concentração, ou seja, as concentrações nos estados não mudam com o tempo, (ASM, 2004). Nisto, em situações práticas que envolvem a difusão, o fluxo de difusão e o gradiente de concentração em um ponto específico no interior de um sólido variam ao longo do tempo, consequentemente, ocorre um esgotamento líquido do componente que se encontra em difusão, ou seja, à medida que ocorre a difusão há um equilíbrio de concentrações, reduzindo o gradiente, e o uso da equação 2 não mais é conveniente usando-se a equação diferencial, denominada como Segunda Lei de Fick, e, se o coeficiente de difusão for independente da composição simplifica-se para equação 4, (CALLISTER, 2002).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left(D \frac{\partial C}{\partial x}\right) \qquad \text{(Equação 3)}$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \qquad \text{(Equação 4)}$$

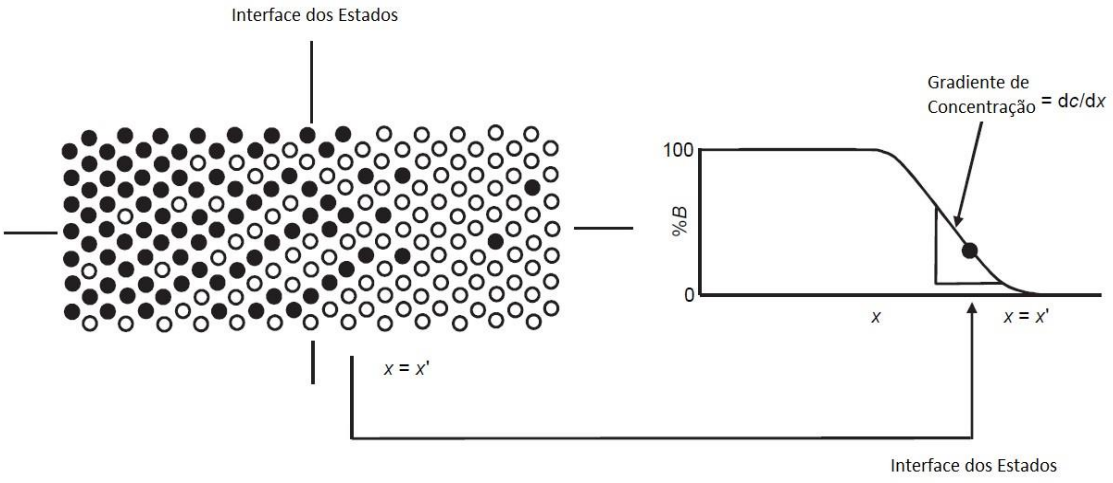
Alguns autores apresentam em seus estudos que para obter soluções favoráveis usando a equação 4 a que ter em conta especificadas condições de contorno que tenham um sentido físico (concentração em termos tanto da posição quanto do tempo), mas, na pratica uma solução importante para um solido Semi-

infinito por exemplo, a concentração na superfície deve ser mantida constante, (CRANK, 1980; CARSLAW e JAEGER, 1986; BRANDES, 1992).

A temperatura influência das mais profundas sobre os coeficientes e taxas de difusão, podendo ser relacionada como a equação de Arrhenius elucidada na equação 5, (ASM, 2004).

Existe uma relação entre a temperatura de fusão do material com a energia de ativação para a fusão, devido á observação de que maiores temperaturas ocorrem em materiais com energia de ligação atômica mais elevada, e a taxa com que ocorre a difusão está estreitamente ligada à temperatura e ao gradiente de concentração, e, nessa situação, a difusão ocorre para reduzir a energia livre do sistema, assim, os átomos das regiões mais concentradas difundem-se mutuamente para diminuí-la, em ambos estados, atingindo um equilíbrio, tal como elucida a figura 5, (ASM, 2004).

Figura 5: Diagrama esquemático exemplificando a propagação de átomos por difusão entre dois elementos.



Fonte: ASM, 2004.

Matematicamente pode-se verifica para caso da autodifusão do Fe no Fe α, o coeficiente de difusão ele aumenta em aproximadamente seis ordens de magnitude de 3,0 x 10^{-21} para 1,8 x $10^{-15}\, m^2/s$ com aumento de temperatura de 500º C para 900º C, e, essa dependência dos coeficientes de difusão em relação á temperatura se dá de acordo com a equação 6, (CALLISTER, 2002). Assim como na figura 6 que elucida o comportamento da difusividade de vários elementos em relação à

temperatura, (ASM, 2004).

$$D = D_o\, e^{\frac{Q}{RT}} \qquad \text{(Equação 5)}$$

$$D = D_o \exp\left(-\frac{Qd}{RT}\right) \qquad \text{(Equação 6)}$$

Onde: D = Coeficiente de difusão ou difusividade

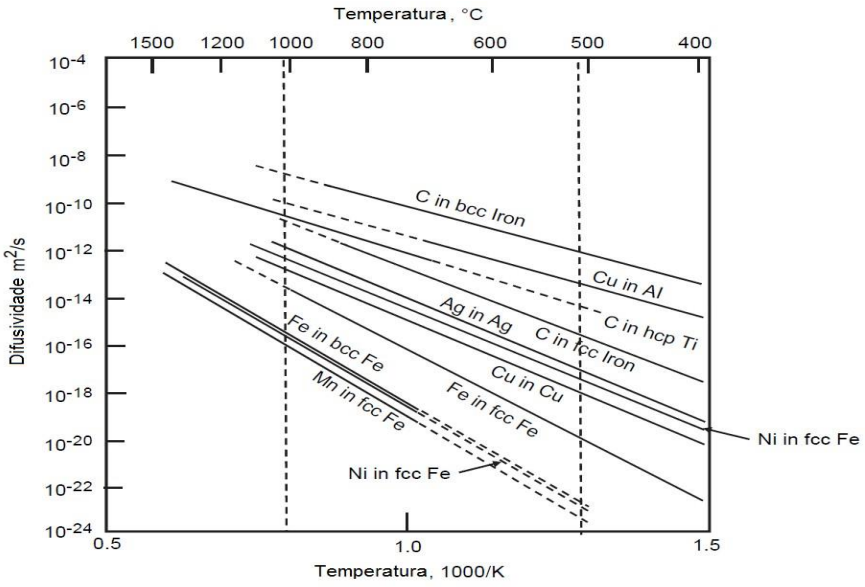
D_o = constante pré-exponencial independente da temperatura (m^2/s) ou Constante de difusividade para um dado sistema;

Qd = energia de ativação para a difusão (J/mol), cal/mol ou v/átomo;

R = constante ideal dos gases, 8,31 J/mol-K, 1,987 cal/mol-K ou 8,62 x 10^{-5} e V/átomo;

T = temperatura absoluta (K).

Figura 6: Coeficientes de difusão em função da temperatura para algumas combinações de materiais



Fonte: ASM, 2004.

2.4. Sinterização na metalurgia do pó

Na sinterização ocorre o aquecimento de peças já compactadas a temperaturas abaixo do ponto de fusão do metal base. Esta etapa é uma das mais importantes na consolidação do componente metálico, por se tratar de um processo complexo principalmente pelas transformações que ocorrem no material, nessa etapa, na massa de pó ocorre ligações entre partículas por difusão de átomos no estado sólido, através da aplicação de uma fonte de calor, implementando a resistência mecânica do componente, além de densificação e recristalização do material processado, (LOURENÇO, 2004).

Particularmente, a sinterização é um método útil para a fabricação de peças a partir de pós, através do aquecimento do material até que as partículas aderem umas às outras, (CHANG e CHANG, 2014). Normalmente a sinterização confere à massa de pó aglomerada as propriedades físicas e mecânicas desejadas, (BRITO at al, 2007).

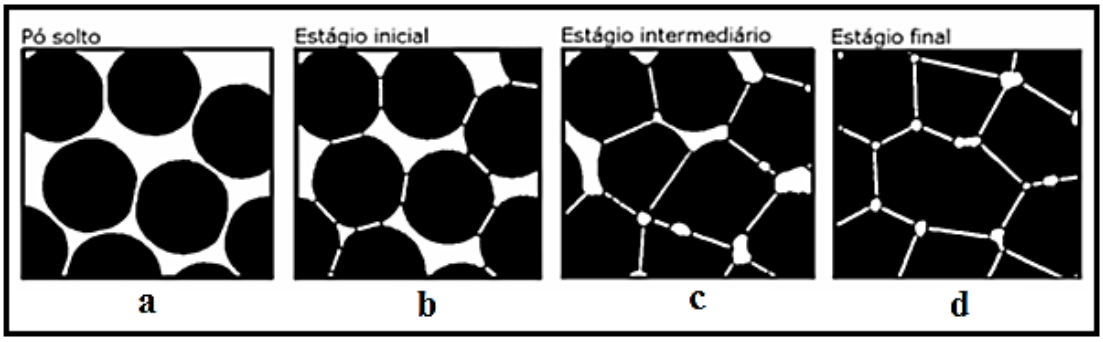
O processo de sinterização na metalurgia do pó objetiva fundamentalmente em obtenção da microestrutura final do componente, como tamanho do grão, porosidade, distribuição de fases e de elementos através de controlo de suas variáveis, para além da agregação dos pós (KANG, 2005).

Na tecnologia da Sinterizacao P/ M existem outras variações das operações básicas, como o *Metal Injection Moulding* e *Hot Isostatic Pressing*,(UPADHYAYA, 1992). E uma das mais recente técnica de fabricação P/M manufatura aditiva (*Additive Manufacturing*) chamando a atenção pela grande potencialidade, onde os componentes são produzidos na forma de impressão em 3D, (ZOU, 2014). Como a principal vantagem de P/M é a capacidade de produzir geometrias complexas com alta precisão, isso oferece a P/M a capacidade para a produção de componentes chamados *near net shape*, ou próximos a sua forma final, fazendo particularmente da metalurgia do pó um processo econômico por garantir alto rendimento das matérias primas, baixo consumo de energia e sem operações de acabamento nas pecas e/ou componentes provenientes deste processo (EPMA, 2014).

De materiais e pós com diferentes características, ha sinterização de diferentes formas, porém, podem-se agrupar todos estes tipos em duas classes: sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida, (RESENDE, 2014).

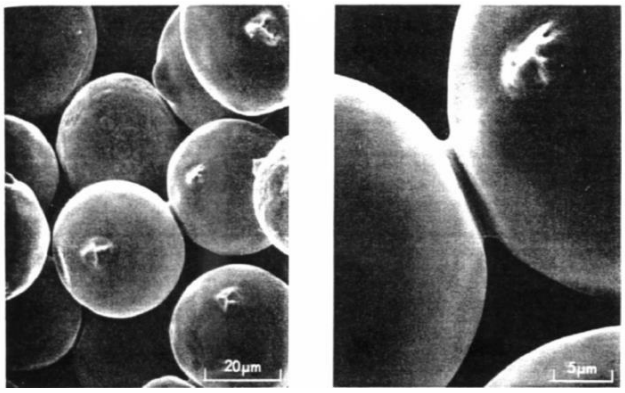
A sinterização em fase sólida ocorre em temperaturas onde nenhum dos elementos do sistema atinge o ponto de fusão (COSTA, 2004). Na sinterização via fase sólida à força motriz necessária para este fim é o ganho que será obtido, pela diminuição da energia total do sistema de partículas, com a diminuição da área livre total do sistema e a consequente minimização da alta energia associada às interfaces sólido-gás, e no processo de sinterização via fase sólida na etapa inicial as partículas formam muitos contatos entre si, quando a ligação entre elas cresce e a microestrutura varia como mostradas na figura 7 a) e b), durante essa etapa, o tamanho dos pescoços e o encolhimento são pequenos, o tamanho dos grãos não é muito maior do que a partícula de partida, e a forma dos poros, que formam uma estrutura aberta e amplamente interconectada, é bastante heterogênea e irregular (vide figura 9 a), e na etapa intermediária, os poros assumem uma forma cilíndrica interconectada (vide figura 9 c) e a sua estrutura apresenta-se bem mais homogênea e regular, (RESENDE, 2014).

Figura 7: Principais estágios do processo de sinterização.



Fonte: RESENDE 2014; GERMAN, 1997.

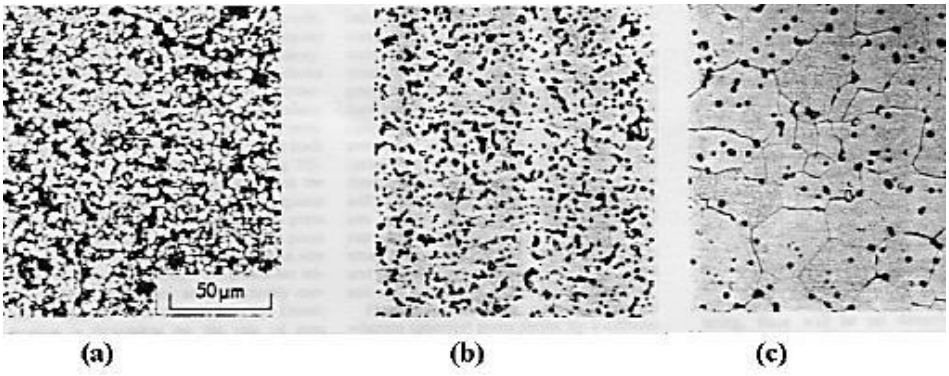
Figura 8: Micrografia da formação do pescoço entre partículas esféricas induzidas por sinterização.



Fonte: GERMAN, 1997; RESENDE, 2014.

Geralmente no final desta etapa, ocorre um crescimento dos grãos que ficam com um tamanho maior do que as partículas de partida como elucidado na figura 9 (b), além disso, quando a densidade atinge 92% da densidade teórica, ocorre uma mudança relativamente brusca na geometria dos poros, de cilíndricos interconectados mudam para esféricos isolados, e os poros esféricos não são muito efetivos para retardar o crescimento de grão, sua eliminação não é muito fácil e o seu surgimento é um sinal do início da última etapa de sinterização onde a taxa de densificação é baixa, ocorre basicamente o fechamento dos poros esféricos, que encolhem lentamente pelo preenchimento das vacâncias nos contornos de grãos e o crescimento de grão é claramente observado como pode ser visto nas Figuras 7 d e c, (RESENDE, 2014).

Figura 9: Densificação progressiva e crescimento de grão em várias etapas de sinterização: (a) etapa inicial; (b) etapa intermediária; (c) etapa final.

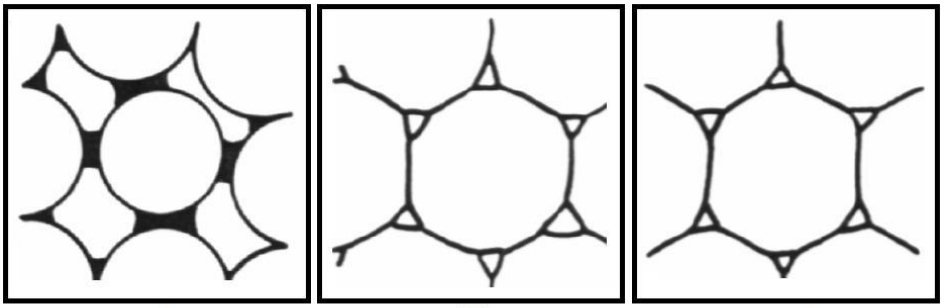


Fonte: GERMAN, 1997; RESENDE, 2014.

Na figura 10 é possível verificar as etapas da sinterização com fase líquida, onde a etapa inicial consiste do rearranjo de partículas, a etapa intermediária envolve o processo de solução-precipitação e a etapa final é a remoção dos poros, em que de acordo com SILVA Jr. (2008), a sinterização em fase liquida é caraterizada pelo aparecimento de uma fase liquida a determinada temperatura de sinterização, e este tipo de sinterização pode ocorrer por dois processos diferentes: Primeiramente, quando o liquido permanece presente durante todo o tempo, no qual o compacto esta na temperatura de sinterização e em segundo, chamado de sinterização em fase liquida transiente, onde o liquido é formado durante o aquecimento do compacto a temperatura de sinterização e desaparece por inter-difusão durante a temperatura de sinterização do mesmo.

Para sinterização sem fase líquida é necessário o uso de temperaturas na ordem de 70% da temperatura de fusão (temperatura absoluta) sob estas condições, como as partículas estão em contato uma com as outras, com o aumento da temperatura e/ou tempo de sinterização, ocorre um coalescimento e a formação de uma ponte de ligação entre elas chamada pescoço, (RESENDE, 2014).

Figura 10: Típica microestrutura e tamanho de poro para as três etapas de sinterização com fase líquida: (a) Rearranjo de partículas; (b) Solução-Precipitação e (c) Remoção dos poros.



Fonte: RESENDE, 2014, Aprud, Kwon,1991.

2.4.1 Influência das Atmosferas na Sinterização

A utilização de atmosferas durante a sinterização deve ser empregada levando-se em consideração as possíveis reações químicas que possam ocorrer entre esta e a amostra, em toda a gama de temperaturas e pressões, o forno e a atmosfera empregada regem mecanismos de transferência de calor: radiação, convecção e condução, sendo que gases inertes são bastante utilizados na sinterização de ligas de níquel criando uma atmosfera protetora sobre este, sem que ocorra nenhuma reação (desde que este possua pureza adequada). O hidrogênio é outro gás utilizado para materiais com afinidade ao oxigênio, pois, este cria uma atmosfera redutora sobre a camada de óxido, facilitando a adesão e a máxima integridade da peça sinterizada, (ASM, 1990).

Outro autor afirma que as atmosferas empregadas durante a sinterização da liga são de grande importância para impedir a entrada do ar no forno, que reagiria com

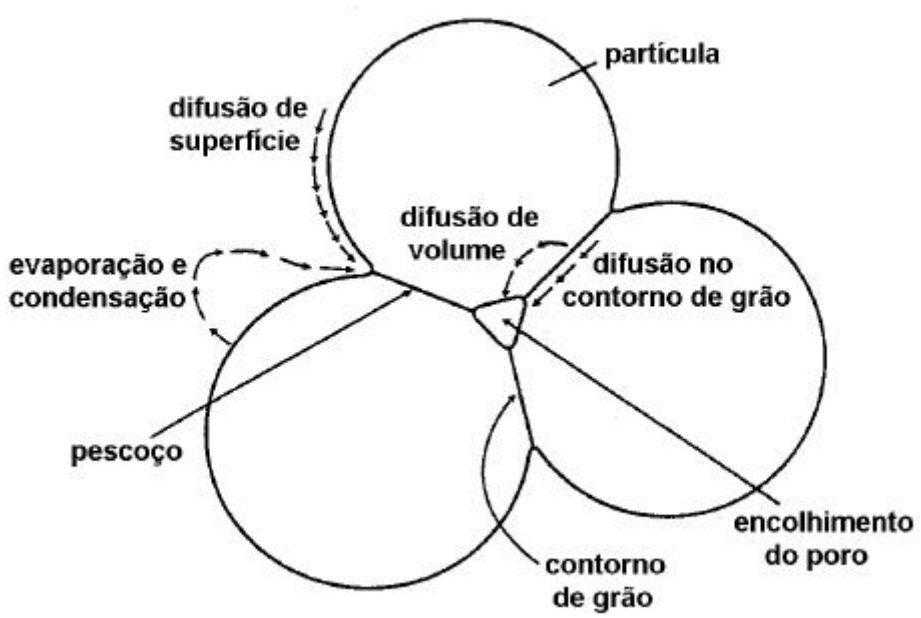
a amostra, facilitando a remoção de lubrificante ou ceras nos compactados caso estes sejam utilizados, reduz os óxidos presentes na superfície dos pós, e, transmiti uniformemente e eficiente o calor. O maior problema que se apresenta na obtencao de superligas de Niquel está na dificuldade da difusão dos elementos entre si, ou seja, na difusão dos elementos de pós-metálicos elementares diferentes, gerando uma intercambiabilidade destes, equilibrando a composição e possibilitando a formação de uma liga metálica homogénea concomitante à produção do componente. (DOBRZANSKI, 2007).

2.4.2 Difusibilidade na sinterização de pós elementares

A sinterização é um processo de consolidação por queima (na presença ou não de oxigénio), na qual as partículas do pó são unidas formando agregados de alta resistência mecânica, como consequência, tem-se a diminuição da porosidade da peça e o aumento da densificação, e, a sinterização ocorre a partir de 1/2 a 2/3 da temperatura de fusão, o suficiente para causar difusão atómica ou fluxo viscoso, sendo que a força motriz para a sinterização é a redução da área superficial (e da energia superficial) obtida pela substituição de um pó solto cujas superfícies têm alta energia (sólido-vapor), por um sólido ligado, cujos contornos de grão apresentam energia mais baixa, (BRAGA at al, 2007).

Entre tanto, a sinterização pode ser resumida pelo mecanismo de transporte de massa, como está demonstrada na figura 11, em que poros interpretados como grandes acúmulos de vacâncias, facilitam a compreensão da sinterização explicada pela sua movimentação e consequentemente pela difusão. Basicamente ocorrem 4 mecanismos de movimento atômico na sinterização: difusão superficial, difusão ao longo do volume, do contorno de grão e por evaporação-condensação, (GERMAN at al, 1997).

Figura 11: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização.



Fonte: GERMAN at al, 1997.

2.4.3 Diferenças entre sinterizados por pós pré-ligados com por pós elementares

A aplicação dos pós pode ser dividida em classes com relação aos diferentes mecanismos da formação da liga esperada, sendo que a aplicação mais simples é a de pós pré-ligados usado na sinterização convencional, onde os elementos de liga já estão difundidos no pó, assim o processo de sinterização visa somente a consolidação do material. Porém, a presença dos elementos da liga, torna as partículas mais resistentes à deformação, levando a prejuízos no processo de compactação, já que estas se deformam menos com a aplicação da carga, produzindo componentes menos densos. (NARASIMHAN, 2001; NEVES, 2005).

O processo de ligar elementarmente (dissociadamente) os componentes consistentes na utilização do pó de ferro de alta pureza misturado com os elementos de liga na proporção desejada é uma das formas de aplicação de elementos parcialmente ligados, onde há um recobrimento das partículas dos pós de base com uma camada do elemento a ser difundido. Este processamento é muito vantajoso pelo fato de que o material mantém a alta compressibilidade dos materiais puros, e os componentes também têm características distintas, como melhores características

em fadiga e em impacto comparado as ligas pré-ligadas de mesma composição, (HANEJKO et. al. 1995).

Alguns autores têm estudado está técnica apesar de recente, pois, tem se revelado eficiente, por ser capaz, por exemplo, de produzir aços que seriam impossíveis de se obterem pelo processamento de pós pré-ligados, como é o caso do estudo de obtenção de aços endurecíveis por precipitação utilizando pós pré-ligados com os elementos, mas com um nível de carbono muito baixo que é adicionado posteriormente na forma de mistura, estudados pelos autores, (HUTH et. al., 2009).

Para Sotelo at al (2005), na realidade as amostras fabricadas via processo convencional com pós de misturas simples e amostras com pós pré-ligados, assim como as amostras fabricadas via processo modificado com pós pré-ligados têm as mesmas fases, e, as diferenças de microdurezas apresentadas nas fases correspondente são devidas a três fatores: i) aos erros de medição das diagonais por ser da ordem de micras, ii) a composição química de cada fase, e iii) o processo de fabricação. Portanto o tipo de pó usado e a modificação no processo de fabricação levam a obter fases iguais, mas, com composições químicas diferentes.

Metalurgia do Pó (M/P) usando pós pré-ligados foi preferencialmente executado por alguns autores, onde pós-inoxidáveis austeníticos foram adicionados a pós-inoxidáveis ferríticos, o que garanti uma boa difusividade entre os elementos constituintes (DOBRZANSKI e BRYTAM, 2007).

2.4.4 Sinterização da liga inconel 600 na metalurgia do pó

A formação de ligas por metalurgia do pó, onde a homogeneização da composição ocorre durante a sinterização, os átomos devem difundir e homogeneizar do interior de um grão para outro, e este fenômeno se inicia nos pescoços entre partículas de materiais diferentes ainda nos estágios iniciais, sendo que, para a formação da liga depende muito desta área de contato grão-grão, e, como os átomos precisam percorrer caminhos mais longos a fim de se distribuírem igualmente no material, esta difusão de mais longo alcance demanda mais tempo e energia no processo de sinterização, (CAHN et. al, 1996).

A homogeneização ou formação da liga pela sinterização promove a difusão no estado sólido dos átomos solutos na matriz solvente e a difusão de átomos solventes nas partículas ricas em soluto, e, a cinética da homogeneização é complexa, sendo que a mistura e o trabalho mecânico também influenciam no processo, em que misturas inadequadas, por exemplo, podem aumentar a distância de inter-difusão, e exigirem em consequência um tratamento mais prolongado de homogeneização, (CHIAVERINI, 2011).

Quando são adicionados os elementos de liga na forma de misturas de pós-elementares, onde a formação da liga ocorre durante a sinterização, que por difusão em estado sólido se propaga e ocorre a homogeneização do material. A utilização de misturas de pós-elementares contribuiu significativamente para o avanço da metalurgia do pó de materiais ferrosos e garante maior flexibilidade, uma vez que é possível um controle maior dos componentes evitando desperdícios e contribuindo de certa forma na redução de custos, mostrando-se também como uma das vantagens do uso desta técnica. (NARASIMHAN, 2007; HÖGANÄS, 2013).

Desenvolver uma liga a partir de misturas de pós elementares e com diferentes isotermas buscando a difusão entre os elementos, com o intuito de eliminar a necessidade de obtenção de pós pré-ligados de elevado custo tem sido umas das boas opções atualmente na tecnologia da metalurgia do pó quando se refere a sinterização de pós metálicos elementares para formação de superligas de Níquel onde se pretende ter excelentes propriedades mecânicas e resistência a corrosão do material produzido na base dessa liga (NEVES at al, 2016).

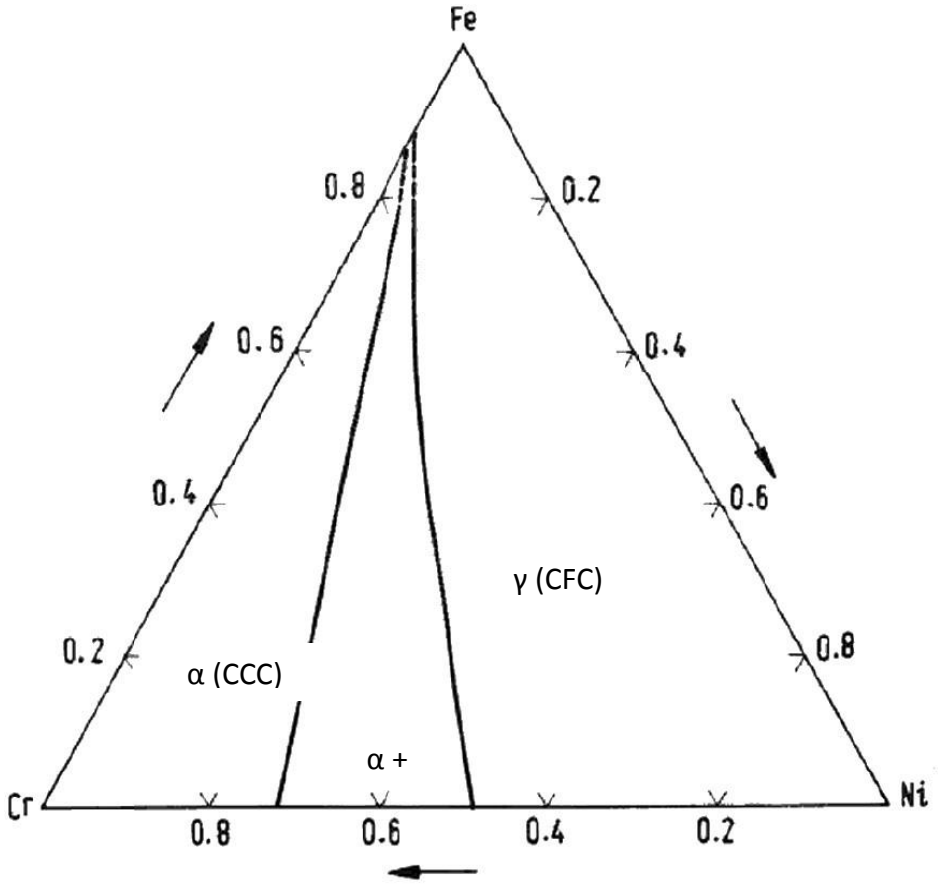
Segundo Miyano (2014), os materiais mesmo quando substancias puras, podem existir sob várias formas, e suas propriedades dependem significativamente da natureza, número e quantidade das possíveis formas diferentes em que se apresentam. Por isso, é importante conhecer em que condições esses materiais assumirão as suas varias formas, assim, o diagrama de fases é um método eficiente de predizer quais fases se encontram em equilíbrio para uma dada composição de liga a uma determinada temperatura, também se pode determinar a composição química de cada fase e calcular a quantidade de cada fase presente.

Demonstrou-se em um estudo da deposição de cromo sobre aços com diferentes composições que o rearranjo de átomos no interior do material ocorre em concentrações específicas, em torno de 13% para 1000ºC, e outro estudo abordando da difusão de cromo em superfícies de aços revelou que de forma preferencial o Ferro tende a se propagar para o interior da camada depositada de cromo em detrimento da

difusão do cromo no substrato, mas, quando atingida à composição crítica para mudança de estrutura para CCC, e, a adição de um terceiro elemento aumenta a solubilidade do cromo em estruturas CFC, como é o caso do Níquel, representado pelas linhas de solubilidade no diagrama ternário isotérmico a 1200ºC da figura 12, causando uma rejeição deste elemento nas estruturas CCC, e ficando consequentemente acumulado na fase γ, (DAVIES et. al, 1967; JHA et. al , 2001).

À medida que o Cromo se difunde e aumenta sua concentração no interior da estrutura do aço, neste estado CFC, altera para CCC. A difusão do Cromo na fase α tem sido de 45% maior do que em Ferro Y quando a temperatura atinge 1200ºC, porém, sob um aquecimento isotérmico ocorre uma descontinuidade da difusão do cromo sobre o aço, (DREWETT, 1969).

Figura 12: Diagrama ternário Fe-Ni-Cr, isotérmico a 1200ºC.



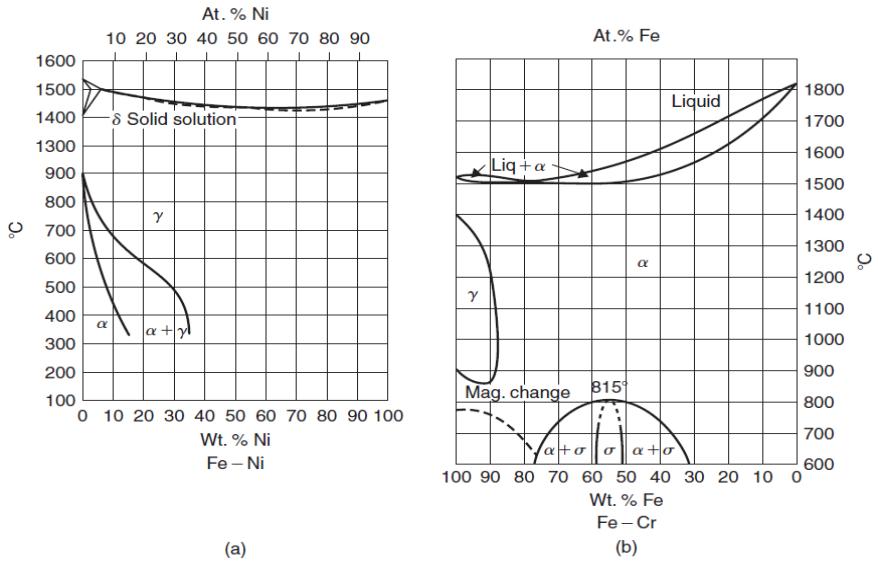
Fonte: DREWETT, 1969; MITCHELL et al, 1992; SAMAL et. al, 2007.

Portanto, é de extrema importância metalurgicamente referir que o ferro sofre transformações alotrópicas dependendo da temperatura em que se encontra, e no seu estado puro ele se cristaliza a partir de 1540°C, assumindo uma estrutura CCC,

chamado de Ferro δ, em temperaturas mais baixas, no intervalo entre 1395°C e 912°C, a estrutura muda para CFC, austenita (γ) e abaixo de 912°C a estrutura volta a ser CCC, ferro (α). Adicionando elementos na estrutura cristalina ocorre alteração de energia de ligação dos átomos no reticulado cristalino consequentemente altera também o equilíbrio das fases, facilitando na percepção das propriedades mecânicas e metalúrgicas da liga esperada, especialmente em ligas de aço inoxidáveis, (CAHN et. al, 1996; ASM, 2004).

O Cromo sendo um dos metais de transição ele desacelera a formação de campo austenítico (vide figura 13 b), e o Níquel com todas as características que ele apresenta, sendo ele metal com estrutura CFC, favorece a formação na liga uma estrutura mais compacta estabilizando assim o campo austenitico (Vide figura 13 a), fazendo com que essa fase seja estável a temperaturas ambiente e tornando-a á categoria de aços austeníticos. Na difusão do cromo, alguns efeitos da estrutura cristalina podem ocorrer, como se pode observar no diagrama binário Fe-Cr (Vide figura13 b), em temperaturas entre 825 e 1300ºC, um sistema de difusão cromo-ferro vai exibir uma região de transição de fases ditada pela concentração relativa destes elementos, (ASM, 2008; DREWETT, 1969; SAMAL et. al, 2007).

Figura 13: Diagramas binários (a) Fe-Ni e (b) Fe-Cr.



Fonte: DREWETT, 1969; SAMAL et. al, 2007.

As superligas à base de níquel, as quais contém mais que 30% de níquel, são materiais largamente utilizados em aplicações que requerem alta resistência mecânica, resistência à temperaturas elevadas e a corrosão, propriedades estas superiores às dos aços inoxidáveis e às dos aços de baixa liga, (DONACHIE, 1984).

No entanto, essas ligas à base de níquel são classificadas como ligas níquel-cobre (Monel), ligas níquel-molibdênio, ligas níquel-cromo-ferro (Inconel), ligas níquel-ferro-cromo-molibdênio (Incaloy), ligas níquel-cromo-molibdênio-tungstênio, ligas níquel-silício e ligas endurecidas por precipitação, e, as séries de ligas Inconel 600 são ligas austeníticas à base de níquel, as quais contêm 72% Ni (no mínimo), 14%-17% Cr e 6%-9% Fe, a presença de pequenas quantidades de Alumínio, Titânio, Niobio, Molibdênio e Tungsténio aumentam a resistência mecânica e a resistência à corrosão, (SIMS, 1972).

Portanto, as ligas com teor de Níquel superior a 30% dentre as superligas à base de Níquel destaca-se a liga austenítica 76,0%Ni-8,0%Fe-15,5%Cr (Inconel 600), empregada em estruturas e componentes que requerem resistência à corrosão e a alta temperatura na faixa de 1.200°C e que trabalham em meios agressivos, exigindo-se alta qualidade nas juntas soldadas apresentando a combinação desejável de alta resistência e boa soldabilidade sob uma ampla gama de temperaturas, (GELL, 1984).

Nas tabelas 2 e 3, estão elucidadas as percentagens da composição química recomendados pela norma *ASTM B166/ B564 Gr (2008),* que rege processo de obtenção da liga de níquel (Inconel 600), e algumas normas, *ASTM B214 (2015), ASTM B962 (2015), ASTM B933 (2015),* que regem de fabricação de componentes, por metalurgia do pó, bem como as suas propriedades.

Tabela 2: Composição química padrão para formação da liga Inconel 600.

Composição Química	Aproximada
Níquel	Mínimo de 72%
Cromo	14 – 17%
Ferro	6 – 10%

Fonte: *ASTM B166/ B564 Gr,* 2008.

Tabela 3: Algumas propriedades da liga Inconel 600.

Propriedades		
Densidade	8,47 g/cm^3	0.306 lb/in^3
Ponto de Fusão	1413°C	2575°F
Coeficiente de Expansão	13,3µm/m°C (20 - 100°C)	7.4 x 10^{-6} in/in°F (70 - 212°F)
Modulo de Rigidez	75,6 kN/mm^2	10965 ksi
Modulo de Elasticidade	206 kN/mm^2	29878 ksi

Fonte: *ASTM B166/ B564 Gr,* 2008.

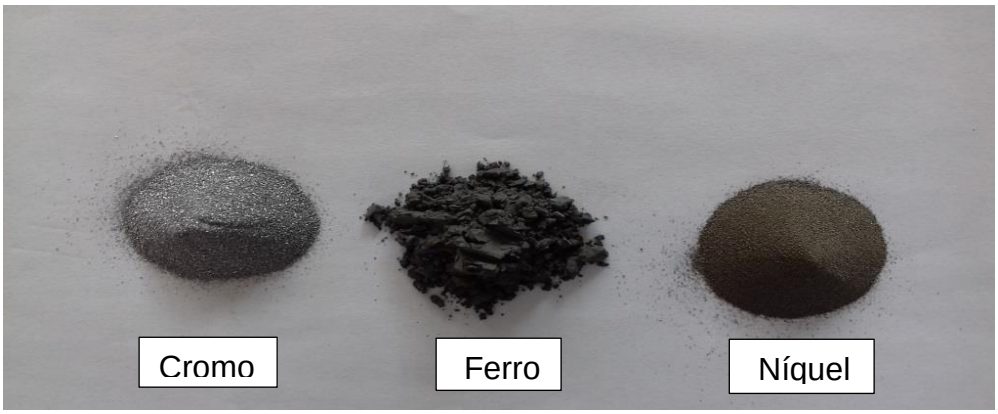
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1- Material

A presença de pós de elementos químicos diferentes com tamanhos diferentes, apesar de necessário, geralmente tem se revelado difícil para o processo de homogeneização desejada nos elementos de liga que se deseja formar. Neste trabalho foi utilizado pós elementares de Níquel, Ferro e Cromo comerciais (vide figura 14), com as seguintes características granulométricas e de composição fornecidas pelos fabricantes: O Níquel fornecido pela Citra do Brasil com tamanho médio de partícula inferior a 27 μm e composto por 99,98% de Níquel, para Ferro fornecido pela Höganas (ASC 100.29) com tamanho médio de partícula a 150 μm como recomenda a norma ASTM B214 (2015), com composição de 99,99% de Ferro, e para o Cromo fornecido também pela Citra do Brasil com tamanho médio de partícula inferior a 300 μm composto por 98,99% de Cromo, segundo dados dos fabricantes que aparecem na rotula de cada sacola d pó fornecidos.

Os corpos de prova de todas as análises feitas neste trabalho, foi a liga de Niquel Inconel 600 formada, cortada e preparada metalograficamente. A figura 13 mostra os pós elementares de Niquel, Ferro e Cromo usados neste trabalho, tal como foram fornecidos pelos fabricantes.

Figura 14: Pó elementar de Níquel, Ferro e Cromo usados neste trabalho.

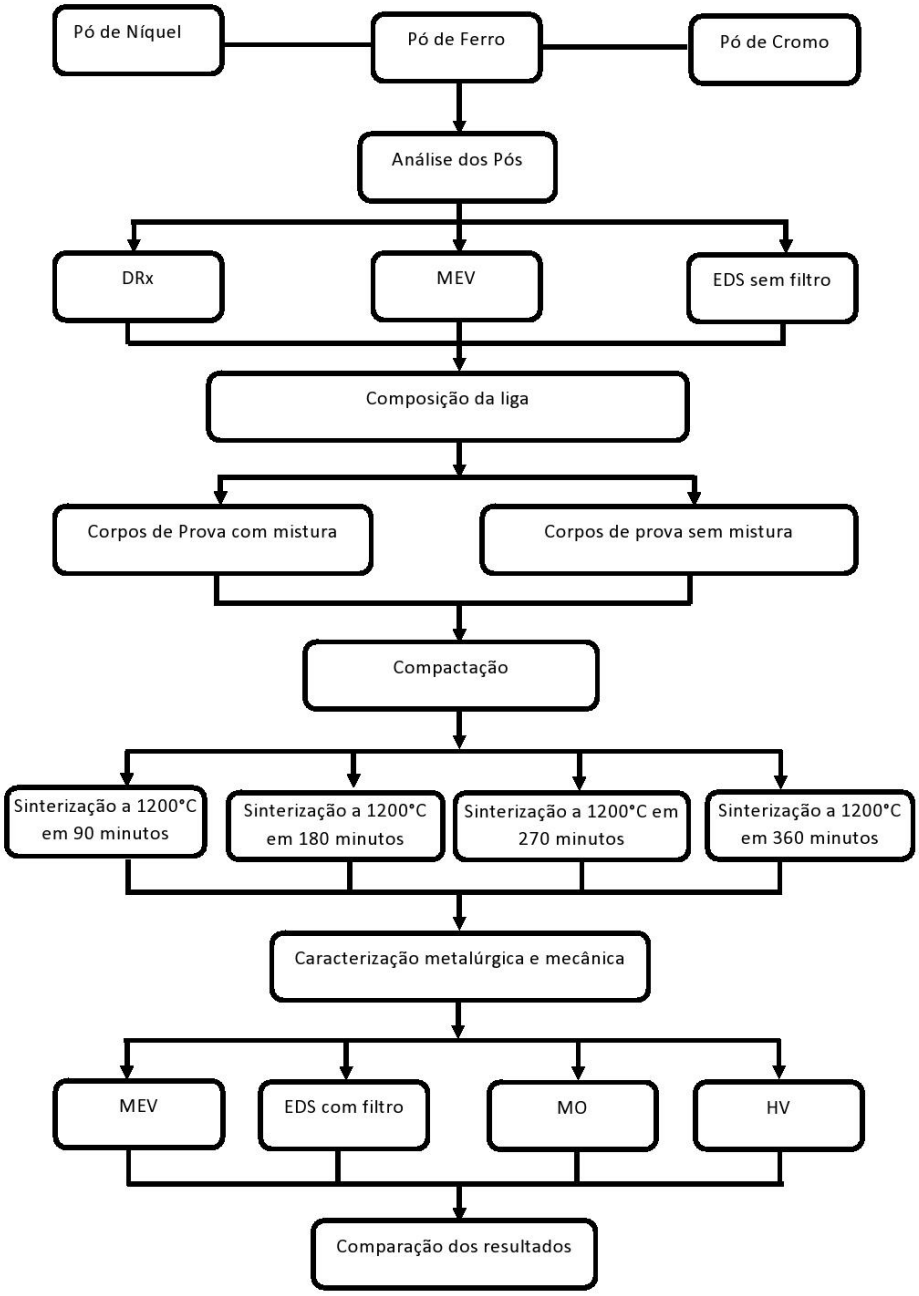


Fonte: Própria autora.

3.2 Organograma Metodológico

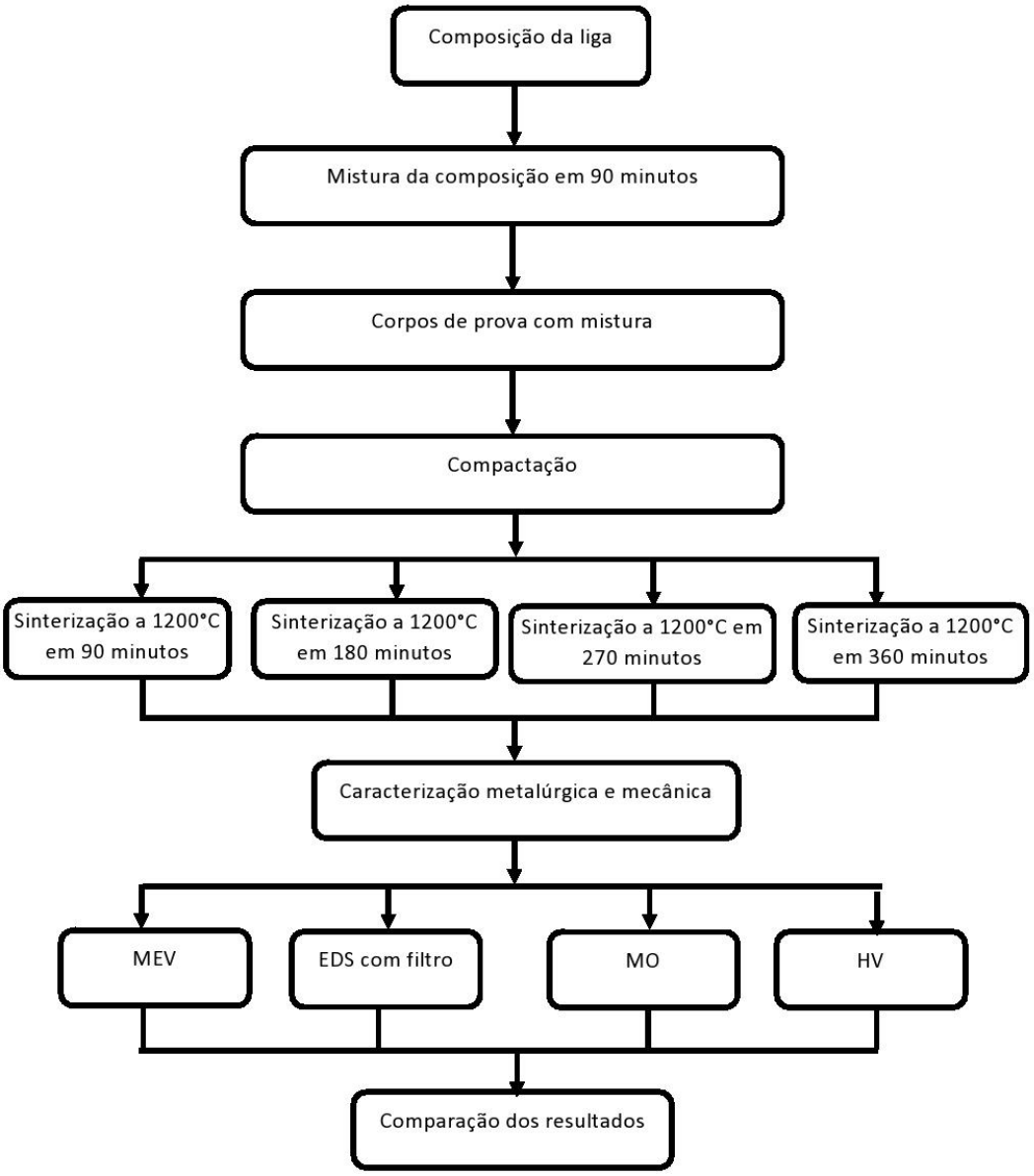
As figuras 15, 16 e 17 ilustram o organograma metodologico usado para a realização deste trabalho.

Figura 15: Organograma explicativo da metodologia empregada neste trabalho.



Fonte: Própria autora.

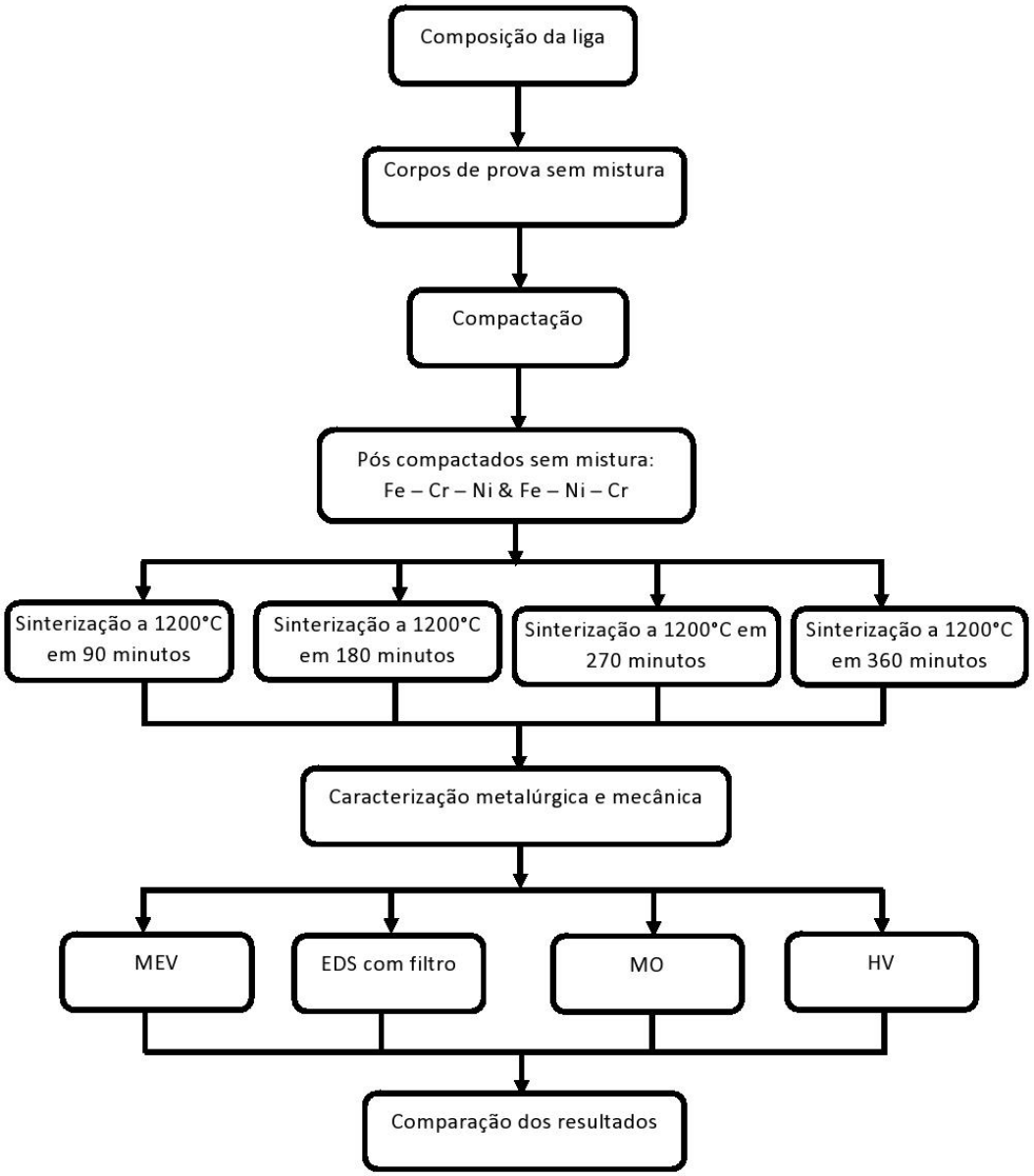
Figura 16: Organograma ilustrativo de etapas para obtenção de corpos de prova com mistura.



Fonte: Própria autora.

Sublinhar que tanto nos CPs com mistura, assim como nos CPs sem mistura, foram feitas 4 amostras em cada, retiradas de um dos 4 CPs com mistura e sem mistura sinterizadas durante 90, 180, 270 e 360 minutos, todos sinterizados a 1200ºC como mostra o organograma e detalhado em paragrafos mais adiante deste trabalho, totalizando 8 amostras da liga.

Figura 17: Organograma ilustrativo de etapas na obtenção de corpos de prova sem mistura.



Fonte: Própria autora.

3.3 - Análise dos pós de Ni, Fe e Cr

Assim como ASTM B214 (2015), e algumas normas ASTM que regem da fabricação de componentes por M/P e referencial teórico de alguns autores também citados neste trabalho, evidencia a necessidade de caracterizar os pós metálicos usados na formação de ligas por M/P, garantindo propriedades previsíveis e com

repetitividade, (SLOTWINSKI et. al, 2014). Neste trabalho, essa caracterização foi feita por via de análises laboratoriais por meio do MEV/EDS e DRX.

Foram analisadas as condições morfológicas das partículas dos pós elementares de Ni, Fe e Cr utilizados neste trabalho, assim como, suas respectivas composições usando a técnica do microscópio eletrônico de Varredura (MEV) acoplado a espectrometria de energia dispersiva (EDS) com filtro a fim de ver quantativamente e qualitativamente os elementos químicos contidos em cada pó usado e se existia ou não contaminação dos mesmos, e, para tal, o equipamento usado para essa análise metalúrgica dos pós foi JEOL JSM - 6610LV e o equipamento Bruker D8 Advance para difração de raio x (DRx) com seguintes parâmetros: ânodo de cobre e comprimento de onda λ=0,15406 nm e com um passo aplicado de 0,02º. Ambos os equipamentos do Centro de Microscopia Eletrônica do Sul, CEME-Sul da FURG.

3.4 Composição da liga - inconel 600

A composição da liga de Niquel – Inconel 600 através dos seus princípais elementos quimicos, os pós elementares de Ni-Fe-Cr apos analisada e verificada que estava em condições adequadas foram pesados individualmente em uma proporção estabelecida de forma padronizda pela autora deste trabalho, depois foram repesados em parametros proporcionais tambem estabelecida pela autora, mas, dentro dos intervalos do padronizado e estabelecido pela *ASTM B166/ B564 Gr* (2008) e de *ASTM* que regem do processo para produção de ligas de Níquel, Inconel 600 por metalurgia do pó, como mostrada na tabela 2.

Na pesagem individual dos pós para composicão da liga, usou-se uma balança de precisão, analogica de marca Marte, modelo AY220 com pesos padronizados em máximo 220g, minimo de 0,01g, com margem de erro 0,001g e com desvio padrão de 0,0001g. Nisso, as pesagens elementares dos pós foram feitas duas vezes, a principio, pesados em 50g de cada elemento químico separadamente, o equivalente a 100% da composição a ser formada, onde pelo cálculo estequiométrico correspondeu a composição da liga formada em 76%Ni-8%Fe-16%Cr, composição estabelecida pela autora, dentro dos intervalos padronizados pelas normas ASTM e em função do referencial teórico, descritas em outros parágrafos deste trabalho. A essa quantidade

pesada em cada elemento foi admitida como sendo o suficiente para obtenção de várias amostras (CP) da liga formada.

Para obtenção dos corpos de prova com mistura da liga formada com distribuição homogenia dos componentes, foram misturados durante 90 minutos a 45 RPM 38g de Ni, 4g de Fe e 8g de Cr a partir dos 50g de cada elemento pesados separadamente, correspondente a 100% da composição 76%Ni-8%Fe-16%Cr, e, para misturar a composição foi usado um misturador em Y ilustrado na figura 18-A, acoplado a um motor elétrico de 110V com objetivo de homogeneizar a composição da liga. E, apos a mistura, a composição foi pesada separadamente de 10g em 10g para compactar em uma matriz rígida cilíndrica isostaticamente a frio mostrada na figura 18-B, em uma prensa hidráulica manual para sua posterior sinterização.

Afim de melhor se avaliar a difusibilidade entre os três elementos químicos usados neste trabalho, bem como analise interfacial da sinterização da liga formada, optou-se em obtenção de corpos de prova sem mistura da mesma liga, ou seja, inconel 600 com a mesma composição de corpos de prova com mistura, 76%Ni-8%Fe-16%Cr, em que para tal, foram pesados separadamente os pós de 10g em 10g correspondente estequiometricamente a 100% da composição, em que foram repesados novamente separadamente em 7,6g de Ni, 0,8g de Fe e 1,6g de Cr correspondente aos 10g dos 100% da composição (76%Ni-8%Fe-16%Cr) da liga formada. Foram colocados diretamente na matriz usada para compactação de composição da liga, de forma sequencial, colocando-se Fe-Cr-Ni em algumas amostras, e, em outras Fe-Ni-Cr (um por cima do outro dentro da matriz) para posterior compactação em uma máquina universal de tração e compressão ilustrada na figura 18 B e sinterização dos mesmos, como mostrada na figura 17.

Figura 18: A-misturador y. B - matriz rígida e a máquina usada para compactação. C - forno usado para sinterização da liga.

Fonte: Própria autora.

3.5 Compactação dos pós

Após a pesagem de 10g em 10g da composição já misturada, foram colocadas em uma matriz rígida cilíndrica de aço com diâmetro interno Ɵ=18,75mm, mostrada na figura 19. Para os corpos de prova sem mistura foi diretamente colocado na matriz a composição, onde o processo de compactação foi feita pela aplicação uniaxial de carga sobre a matriz. Para tal, foram usadas duas máquinas em que uma foi máquina universal manual de ensaios pressão e compressão com carga máxima de 1000MPa, sendo que nesta, usada para compactação de corpos de prova sem mistura á 950MPa, e, a outra máquina foi uma prensa hidráulica manual com carga máxima de 3000MPa devidamente aferida, em que nesta, usada para compactação de corpos de prova com mistura á 1550MPa, para cada corpo de prova da liga formada.

Salientar que nesta etapa, a compactação, foi feita com base em recomendações da norma ASTM B925-15 (2008), especificamente secção 7 onde identifica o procedimento para a confecção de corpos de prova via M/P, a saber :

- O punção inferior, menor, foi inserido na matriz apoiado pelo espaçador elástico;
- O pó foi inserido na cavidade em seguida o punção superior;
- A montagem foi posicionada na prensa e aplicada uma carga de 1 tonelada, para apoiar a matriz e remover o espaçador;

- A carga é aplicada até seu valor final em uma taxa de aproximadamente 20MPa/segundo, não excedendo 10 segundos de permanência;
- A pressão é retirada, o punção inferior é removido e um espaçador superior é posicionado para a extração do compactado, realizada no mesmo equipamento.

Figura 19: Ilustração da matriz usada para compactação dos pós.

Fonte: Própria autora.

3.6- Sinterização dos Compactados

Após a compactação dos pós, os compactados a verde foram devidamente identificados e colocados em tijolos como mostra a figura 20, para que durante a sinterização as amostras não tenham contato direto com os tijolos refratários do forno evitando possíveis problemas nos refratários ou com as resistências contidas no interior do forno usado para sinterização.

Sabendo que ponto de fusão da liga inconel 600 é 1413°C e do elemento maioritário (Níquel) da liga é de 1455 e o forno a ser usado para sinterização deste trabalho tem a temperatura máxima de operação de 1250ºC**,** optou-se em usar 1200ºC como temperatura de sinterização para todas as amostras. O forno usado para sinterização deste trabalho é do tipo EDG 3000 - vácuo, ilustrado na figura 18 C, em atmosfera controlada (inertizado) de argônio 99% de pureza vazando-se o gás entre 6 l/min á 10 l/min no máximo segundo a instrução do manual do equipamento, a temperatura de 1200ºC (temperatura de sinterização usada) durante 90 minutos, outras

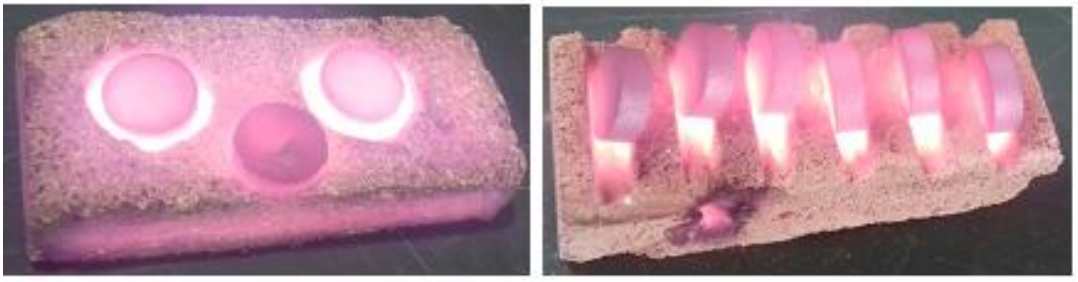
a 180 minutos, a 270 minutos e outras a 360 minutos de permanência no interior do forno, como mostra o organograma metodológico deste trabalho.

Figura 20: Tijolos usados para inserção do compactado no forno EDG 3000.

Fonte: Própria autora.

Passado tempo de sinterização programado para as amostras no forno, foram removidas ainda na temperatura de sinterização de 1200ºC e deixadas resfriar ao ar (temperatura ambiente), como mostrado na figura 21.

Figura 21: Corpos de prova recém-removidos do forno, ainda em brasa, na temperatura de sinterização.



Fonte: Própria autora.

3.6 - Metalografia

Após resfriarem as amostras como mostrada na figura 22, foram submetidas essas amostras antes da caracterização metalúrgica e mecânica por uma preparação metalográfica, onde primeiro foi feito um transversalmente na liga. As amostras foram embutidas com baquelite a quente para facilitar o seu lixamento, como mostra a figura 23, donde se usando uma lixa de água grossa com granulometria ISO P120 em

processo manual para remoção da camada mais externa de óxidos e outros subprodutos que possivelmente tenha afetado as amostras durante a sinterização, foi lixada em uma das partes cortadas e embutidas dos corpos de prova (amostras) durante 10 minutos, e feito isso, aplicou-se nas amostras a técnica padrão de metalografia para o lixamento mais fino com sucessão de lixas de granulometrias menores como recomenda a apêndice X2 da norma ASTM B933 (2015), isto é, uso de lixas de água ISO P180, ISO P240, ISO P320, ISO P400, ISO P500, ISO P600 e por fim na lixa ISO P1000.

Figura 22: Sinterizados já resfriados a temperatura ambiente.

Fonte: Própria autora.

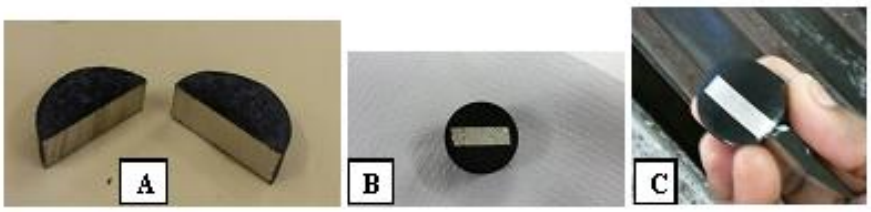
Figura 23: Ilustração do corte e embutimento de alguns corpos de prova da liga formada.

Fonte: Própria autora.

Após o lixamento das amostras (vide figura 24 C), foram submetidas a um polimento com 0,5 µm de alumina e agua potável em politriz manual por 8 a 10

minutos para cada amostra.

Figura 24: A - Corte ao meio da liga. B- Um dos lados dos cortes embutida. C - CP já lixada.



Fonte: Própria autora.

3.7 – Caracterizações metalurgica e mecânica

Na caracterização metaurgica da liga formada neste trabalho, recorreu-se ao uso de equipamentos tecnicos: microscopio otico (MO), microscopio eletrónico de varredura (MEV) do tipo JEOL JSM - 6610LV cedido pelo CEME-SUL da FURG, acoplado a espetrometro de energia dispersiva (EDS) em imagens com a técnica de elétrons diferenciando características como massa atômica dos elementos, qualidade e quantidade dos elementos contidos e mapa destes. Por esse acoplamento entre o EDS a MEV, a espectrometria de energia dispersiva possibilitou a quantificação e avaliar qualitativamente de forma percentual os elementos contidos na liga, as imagens obtidas a partir do microscópio eletrônico de varredura foram varridas durante 3 minutos e 30 segundos para cada imagem e mapeada em relação aos elementos de fundamental interesse na liga, onde gerou-se imagens correspondentes a micrografias da liga, sendo que a intensidade de cada pixel e as cores apresentadas identificam os elementos e o número de contagens obtidas em cada imagem.

Entre tanto, esta técnica MEV/EDS permite a diferenciação pela tonalidade da imagem obtida, de regiões com diferentes elementos, em que elementos mais leves aparecem mais escuros e os mais pesados mais claros (BRANDON et. al 2008).

Para caracterizar mecanicamente a liga formada, foram realizados ensaios de

dureza micro-indentação Vickers nos CPs da liga, para tal, foi usado um equipamento Micro Mardness Tester de marca SHIMADZU, modelo HMV devidamente aferida, onde os ensaios forma realizados com base recomendações procedimentais de normas ASTM E384 (2002), recomenda na realização de testes de dureza e ASTM B933 (2015) para realização de testes de micro indentação em componentes produzidos por metalurgia do pó.

Depois de polidos e limpos os CPs, conforme descreve o apêndice X2 da ASTM B933 (2015), em que ensaios devem ser feitos com carga de 100 gf aplicadas em pelo menos por 10 segundos tomando como medidas em 10 pontos distintos no máximo, aleatoriamente distribuídos ao longo da amostra. Neste trabalho, as identações foram feitas em regiões de material mais contínuo para evitar as regiões muito próximas a poros e em varias regiões para facilitar a analise da amostra toda, feitos com carga uniforme de 500 mN (HV 0,05) por 15 segundos em 6 pontos distintos, e, os resultados desta caraterização mecânica estão apresentados em um gráfico com a média das durezas de cada amostra associada aos seus desvio padrão.

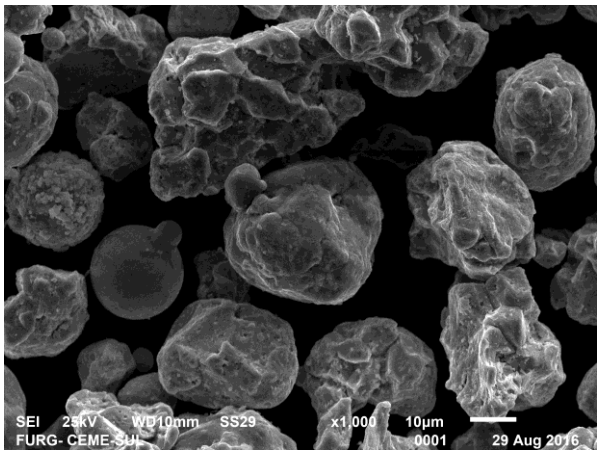
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capitulo, estão apresentados os resultados de todas as análises feitas neste trabalho desde os pós elementares usados para formação da liga, bem como, resultados das analises que caracterizam a liga formada metalurgicamente e mecanicamente.

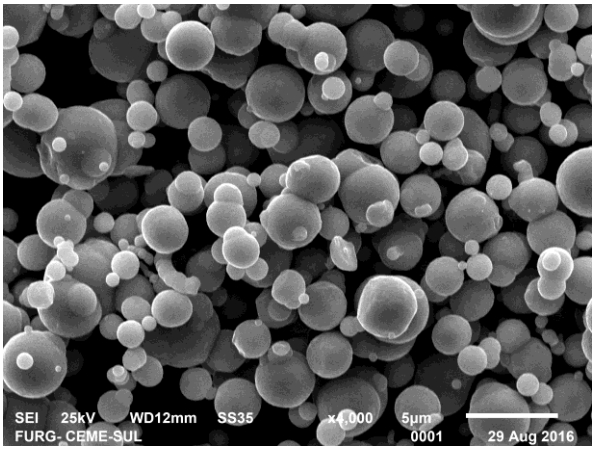
4.1 Análise dos pós por MEV/EDS sem filtro

Para o alcance do objetivo deste trabalho, a análise dos pós usados a fim de carateriza-los foi fundamental, como referiu ASM, 1990. Caracterizando dos pós elementares usados neste trabalho, foram feitas analises qualitativas e quantitativas de elementos contidos em cada pó com seu devido mapeamento, para tal, foi usado o espetrometro de energia despersiva (EDS sem filtro) acoplado ao microscópio eletrónico de varredura (MEV), como referenciado no iten 2.1da revisão bibliografica deste trabalho, pelos autores German at al, 1997 e Chiaverini, 2001. Os resultados estão apresentados nas figuras 25, 26, 27 e 28.

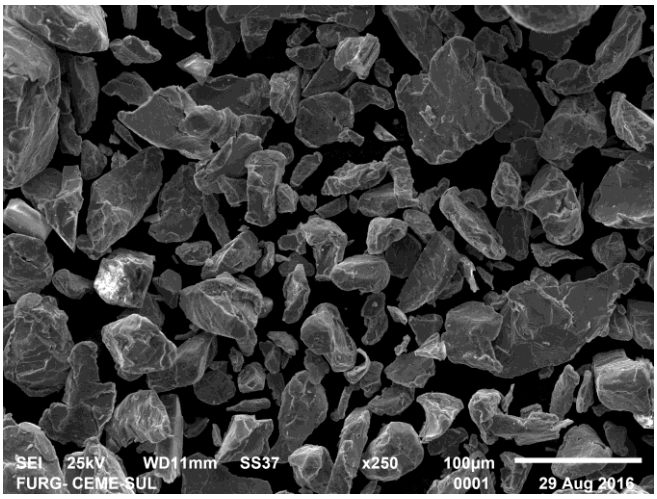
Figura 25: Caraterísticas do pó de Níquel A), Ferro B) e Cromo C), pela técnica MEV.



A)



B)



C)

Fonte: Própria autora.

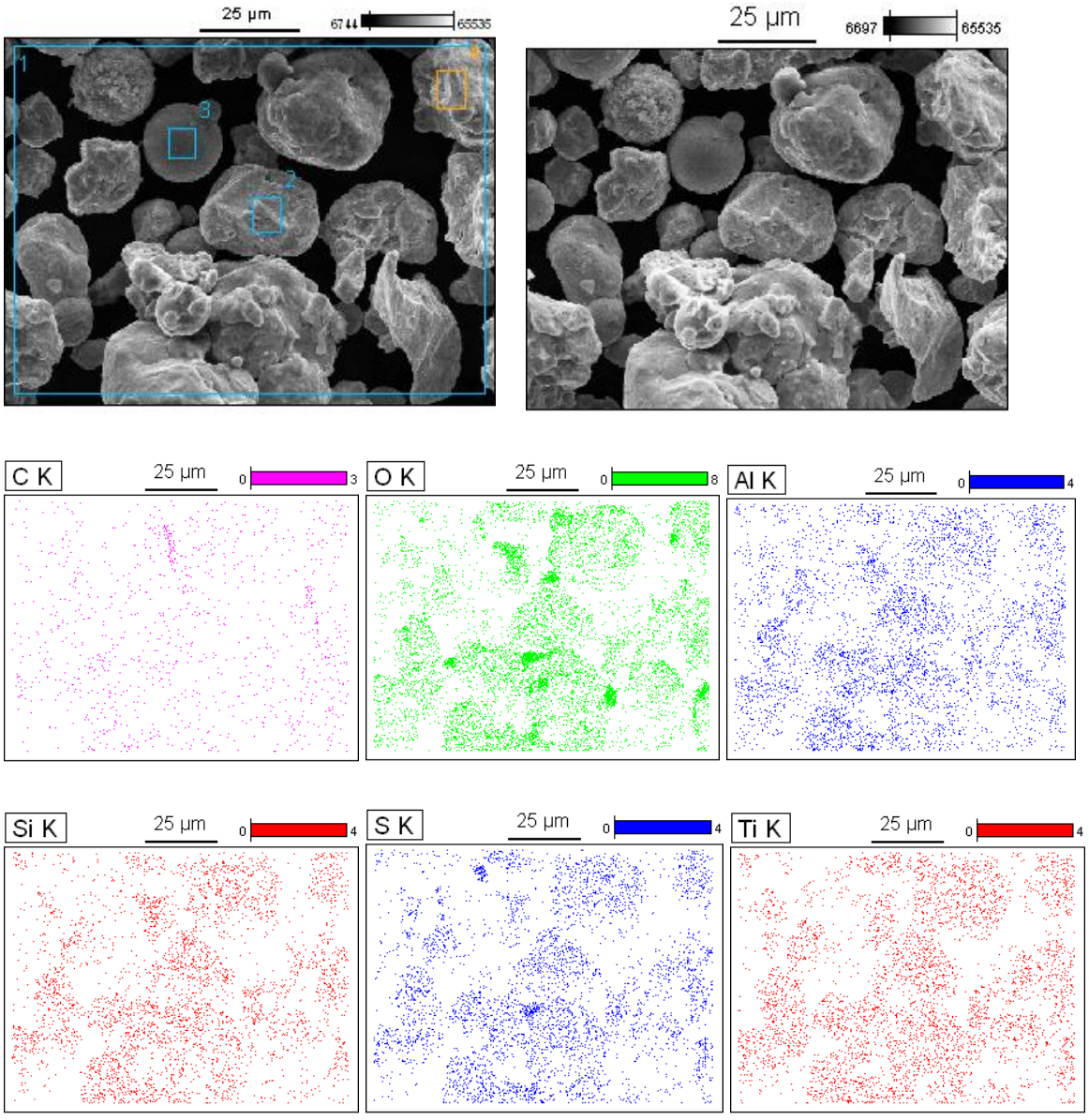
Pela imagem obtida no MEV, (na figura 25 A) existe um indicativo da distribuição granulométrica do pó metálico de Níquel com uma morfologia cúbica com pequenos formatos aciculares (na sua micrografia), confirmou-se o seu tamanho médio de partícula inferior a 27 µm como fornecido pelo fabricante do pó. Para o caso do pó de Ferro, revelou-se a existência de partículas dentro do tamanho fornecido e esperado entre 5 a 150 µm em 4.000 vezes como mostrada na figura 25 B) com morfologia circular, diferentemente do pó de Cromo que se apresenta morfologicamente angular e existência de formatos aciculares e com tamanho médio de partícula inferior a 300 µm mostrado na figura 25 C).

A morfologia, a forma dos grãos e o grau de homogeneidade das partículas tem um importante efeito sobre as características dos compactados, bem como para o processo final, demonstram que formas irregulares são mais suscetíveis à deformação, o que gera maior contato entre as partículas e maior densidade, (MARTIN et. al, 2003).

Apesar das diferenças granulométricas entre os pós, analisando as imagens obtidas no MEV, revelam similaridades entre o pó de Cromo e Ferro onde evidenciam maior tamanho de partícula em relação ao pó de Níquel. E como o Cromo se dissolve em sua maior parte na forma intersticial no ferro, tem se comportado como o que atrapalha mais a saída do carbono nele contido, nisso, a similaridade que as imagens no MEV demonstram com relação ao grão dos pós de Cromo e Ferro é favorável para que haja uma boa difusibilidade apreciável entre este elementos.

Analisados cada um dos três pós usados neste trabalho de forma individual por EDS de forma proporcional ao MEV, verificar qualitativamente (vide tabelas 4, 5 e 6) os elementos químicos presentes em cada pó metálico, e se houve ou não contaminação por outros constituintes, confirmar ou não o percentual do teor de cada elemento como fornecido pelos fabricantes foi o objetivo dessa analise de espectrometria de energia dispersiva. Nisto, as figuras 26, 27 e 28, mostram a espectroscopia sem filtro realizada no pó de Níquel, Ferro e Cromo aliados aos seus devidos mapeamentos, respectivamente.

Figura 26: Caraterísticas do pó de Níquel pela técnica EDS e mapeamento dos elementos.



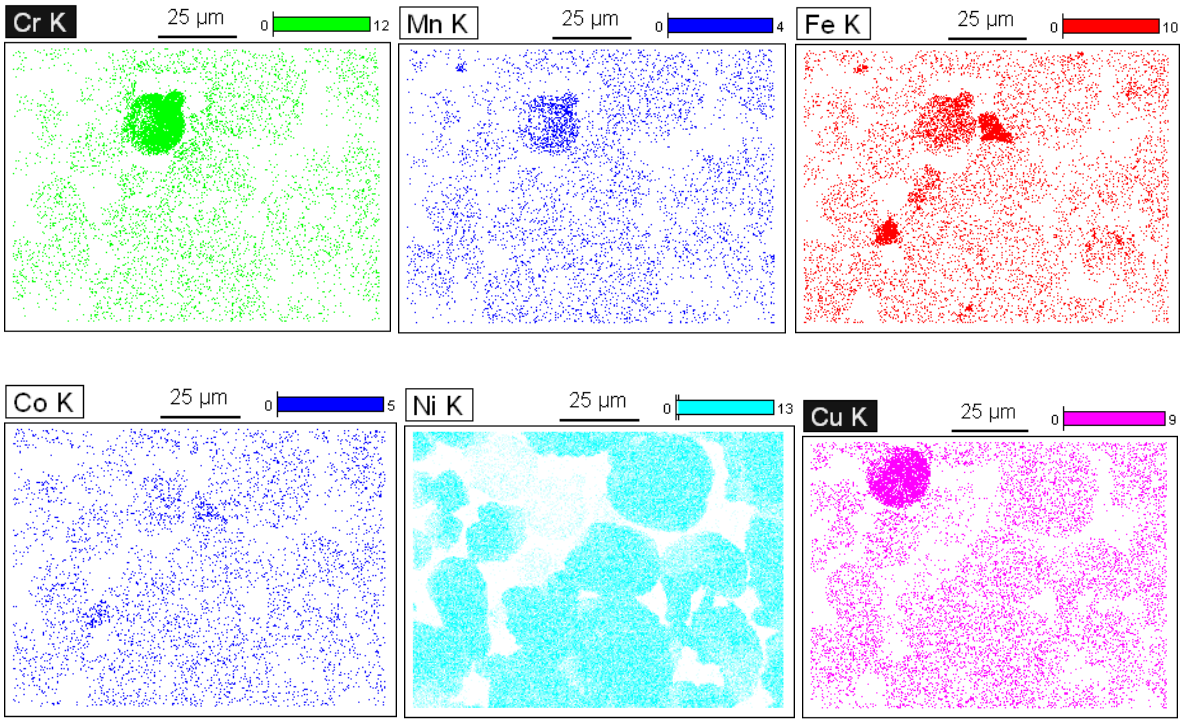
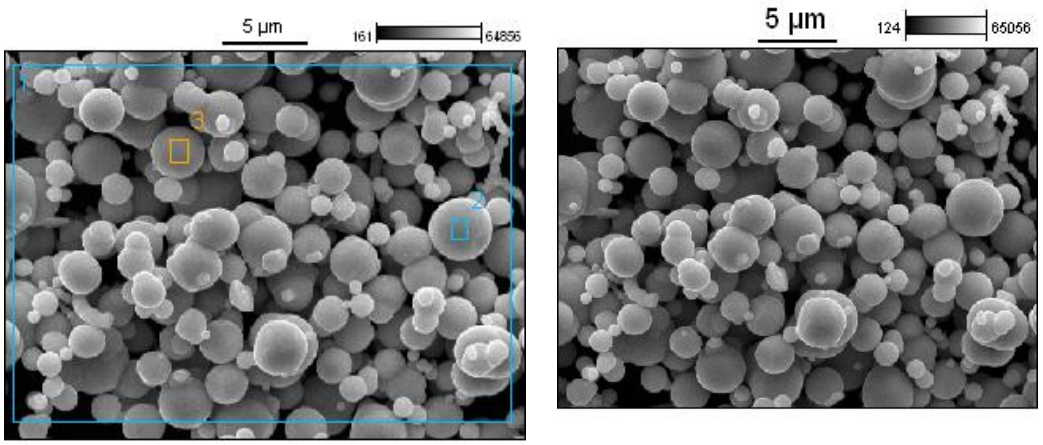


Tabela 4: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Níquel via EDS sem filtro.

Pó de Níquel	C-K	O-K	Al-K	Si-K	S-K	Ti-K	Cr-K	Mn-K	Fe-K	Co-K	Ni-K	Cu-K
Região 1	0.33	3.25	1.15	0.14		0.00	1.06	0.07	1.28	0.00	91.93	0.79
Região 2	0.22	5.47	1.11	0.12	0.23	0.01	0.22	0.00	0.53	0.08	92.00	0.00
Região 3	0.61	1.69	1.80	0.30		0.00	55.20	2.45	24.47	0.00	12.74	0.74
Região 4	0.08	7.31	1.15	0.11	0.10	0.00	0.04	0.00	0.91	0.04	90.26	0.00

Fonte: Própria autora.

Figura 27: Caraterísticas do pó de Ferro pela técnica EDS.



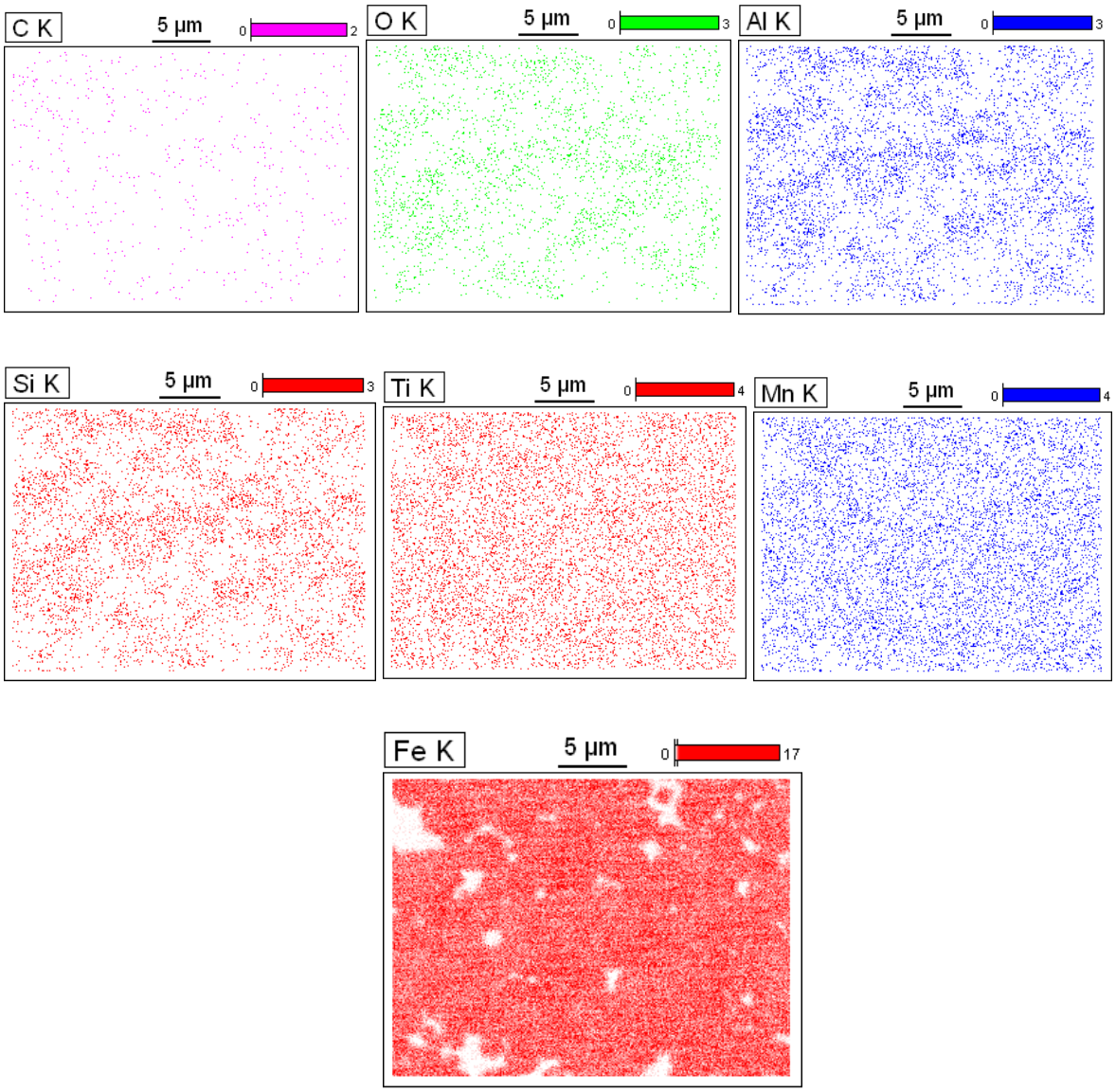
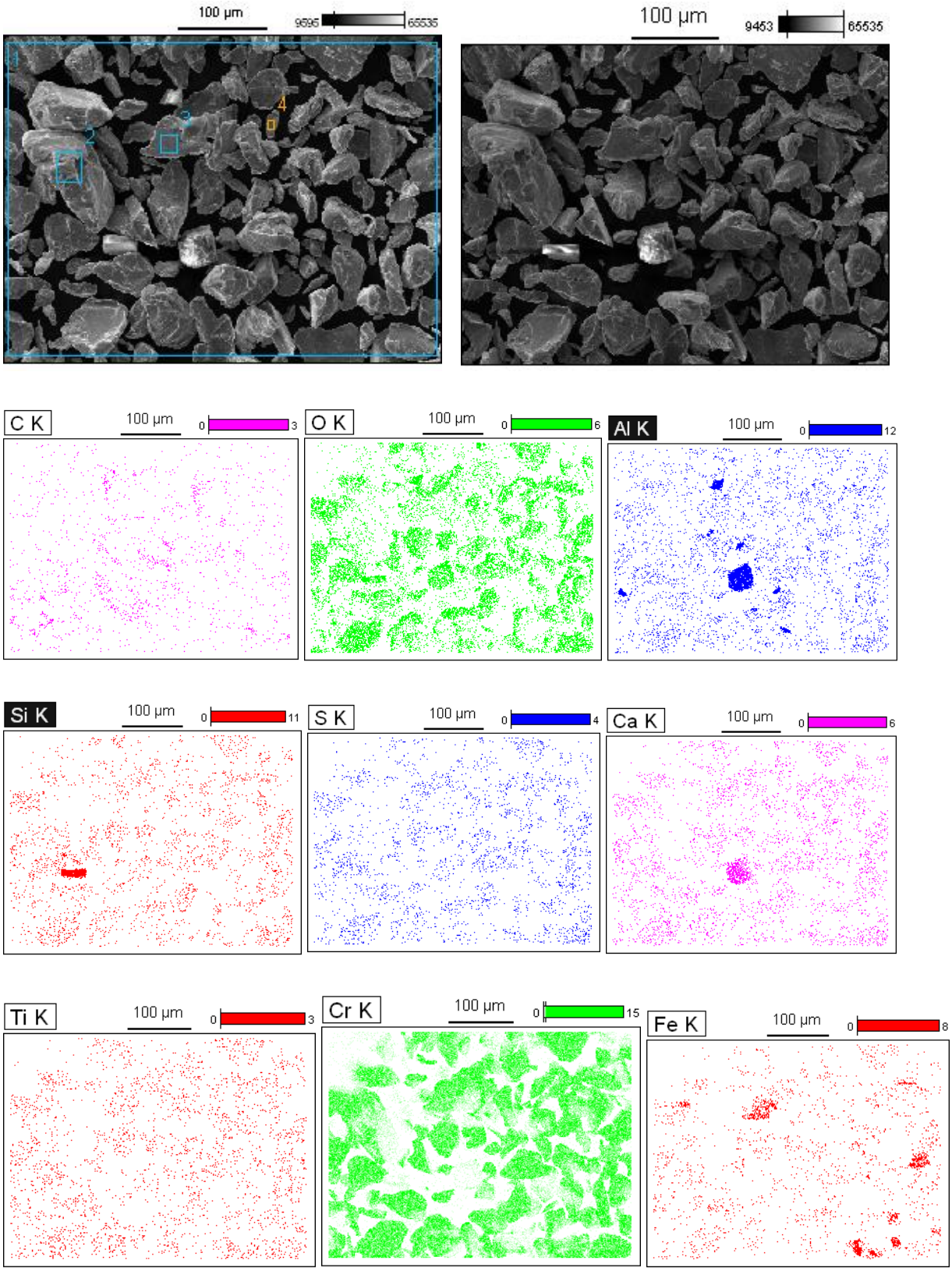


Tabela 5: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Ferro, via EDS-sem filtro.

Pó de Ferro	C-K	O-K	Al-K	Si-K	Ti-K	Mn-K	Fe-K
Região 1	0.00	0.09	0.60	0.02	0.00	0.14	99.15
Região 2	0.00	0.00	0.51	0.04	0.00	0.09	99.36
Região 3	0.00	0.00	0.71	0.06	0.00	0.00	99.23

Fonte: Própria autora.

Figura 28: Caraterísticas do pó de Cromo pela técnica EDS.



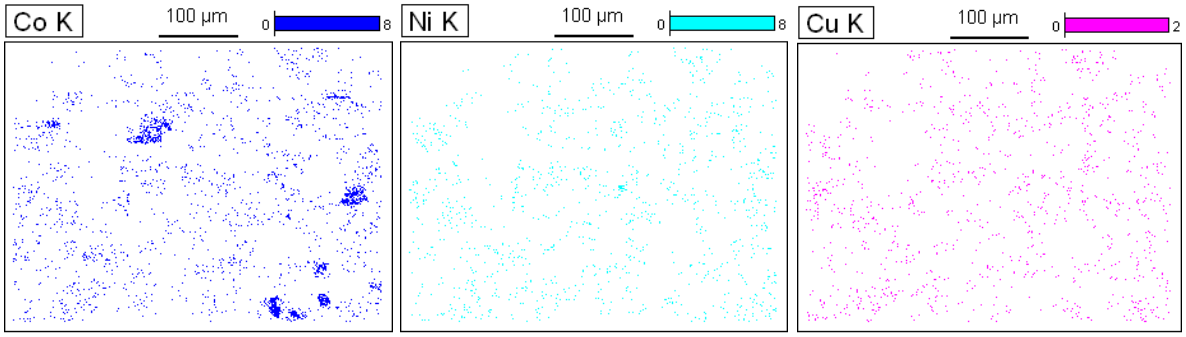


Tabela 6: Percentual qualitativo dos elementos contidos no pó de Cromo, via EDS sem filtro.

Pó de Cromo	C-K	O-K	Al-K	Si-K	S-K	Ca-K	Ti-K	Cr-K	Fe-K	Co-K	Ni-K	Cu-K
Região 1	1.49	2.33	2.00	0.56	0.03	0.39	0.00	91.57	1.56	0.00		0.06
Região 2	0.41	0.91	1.25	0.17	0.00	0.24	0.04	96.41	0.55	0.01	0.01	0.00
Região 3	0.30	1.44	1.14	0.16	0.02	0.25	0.00	80.22	16.40	0.00	0.06	0.00
Região 4	0.79	0.66	0.96	0.10	0.01	0.21	0.02	96.68	0.48	0.01	0.08	0.00

Fonte: Própria autora.

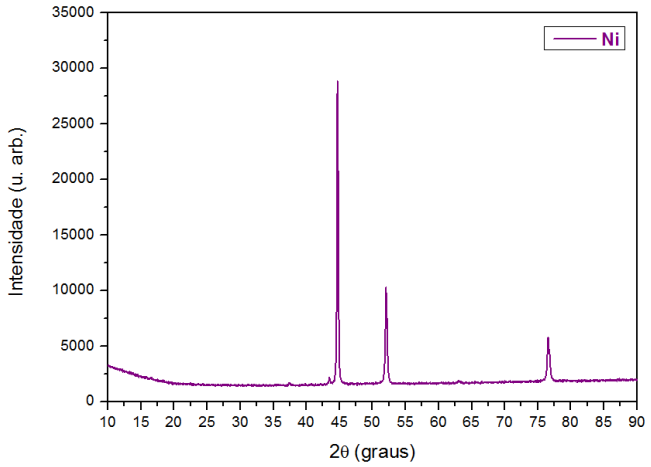
Análise dos pós por EDS objetivando identificar qualitativamente os elementos químicos contidos nos pós e verificação da possível ou não contaminação, bem como o real nível percentual qualitativo dos elementos principais (Ni, Fe e Cr), pelas imagens do mapeamento EDS reveladas nas figuras 26, 27 e 28, e os valores percentuais das regiões demarcadas nos elementos, contidos nas tabelas 4, 5 e 6, respectivamente, elucida a adequada qualidade e não contaminação dos pós afirmando as informações preliminares dos pós em que favoreceu ao seu uso neste trabalho, uma vez que pela técnica do EDS é mostrada a existência de bom grau de pureza nos componentes contidos nos pós usados.

Também se comprovou por essa técnica o tamanho médio de partícula do pó tal como fornecido pelos fabricantes, verificou-se no pó de Cromo e Níquel maior presença de oxigênio em relação ao pó de Ferro, o que não é de bom tornando ainda mais desafiador á obtenção de uma difusibilidade total entre os elementos, mas, não foi suficiente para que impossibilitasse de se seguir a diante, pois, o grau de pureza dos elementos era bom suficientemente para que se usassem, como mostra qualitativamente nestes EDS.

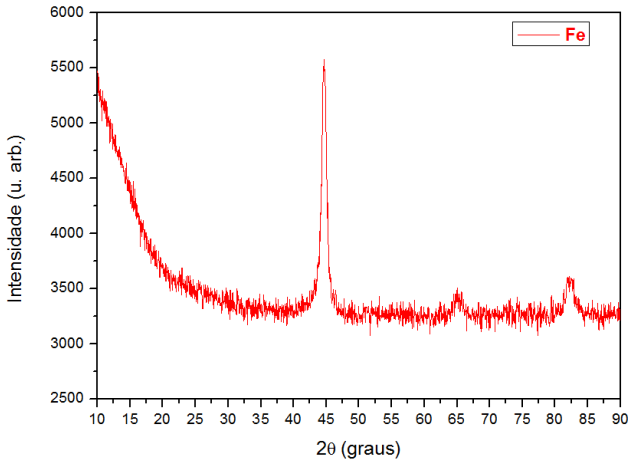
4.2 Análise dos pós via DRX

Na figura 29 está apresentada resultados de analise difratografica dos pós usados, onde o difratograma D) é o de Niquel, difratograma E) de Ferro, difratograma F) de Cromo e difratograma G) dos tres elementos juntos para melhor comparação de resultados. Com base nas informações dos espacamentos atomicos do Níquel, Ferro e Cromo, 3,5243; 2,8665; 2,8845, respectivamenteno, obtidos a partir da ficha catalografica da base de dados ICSD fornecida pela CEME-SUL FURG, o que facilita saber a sua irregularidade ou não, pelos picos demostrados graficamente.

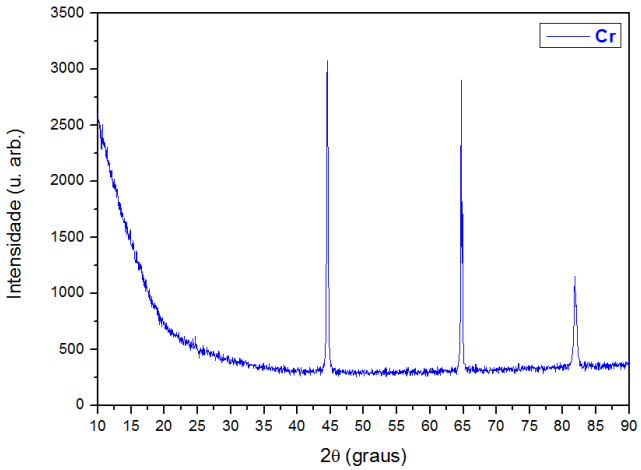
Figura 29: Drifratogramas dos pós, Níquel D), Ferro E), Cromo F) e todos juntos G).



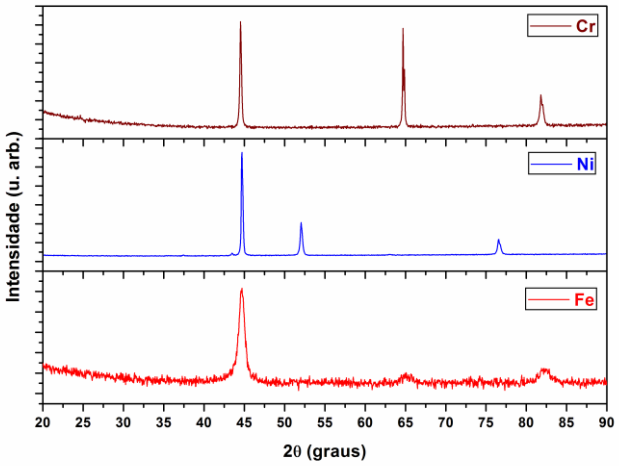
D)



E)



F)



G)

Fonte: Própria autora.

A partir dos difratogramas obtidos, o pó de Níquel bem como do Cromo, apresentaram picos com melhor definição, condizentes com o padrão desses elementos pelo fato de que possivelmente particulas menores e mais regulares deles, foram responsaveis para que houvesse esses menores aglomerados e menores alargamentos de picos, como mostra melhor a figura 29 G).

Em relação ao pó de Ferro, possivelmente pelo tamanho de partículas mais grosseiros tenham feito com que ocorra aglomerados de picos com maior alargamento de picos, como referiu Brandon et. al, 2008, em seu estudo, como

mostra também a figura 29 E), mas, mesmo com esse maior alargamento dos picos verificado em Ferro com relação ao Cromo e Níquel, não foi consideravel negativa ao ponto de se anular o uso do pó, pois, valores escalares estão dentro dos padrões consideráveis para esse elemento segundo o catalogo.

4.3. Análise MEV e mapeamneto por EDS com filtro das amostras sinterizadas

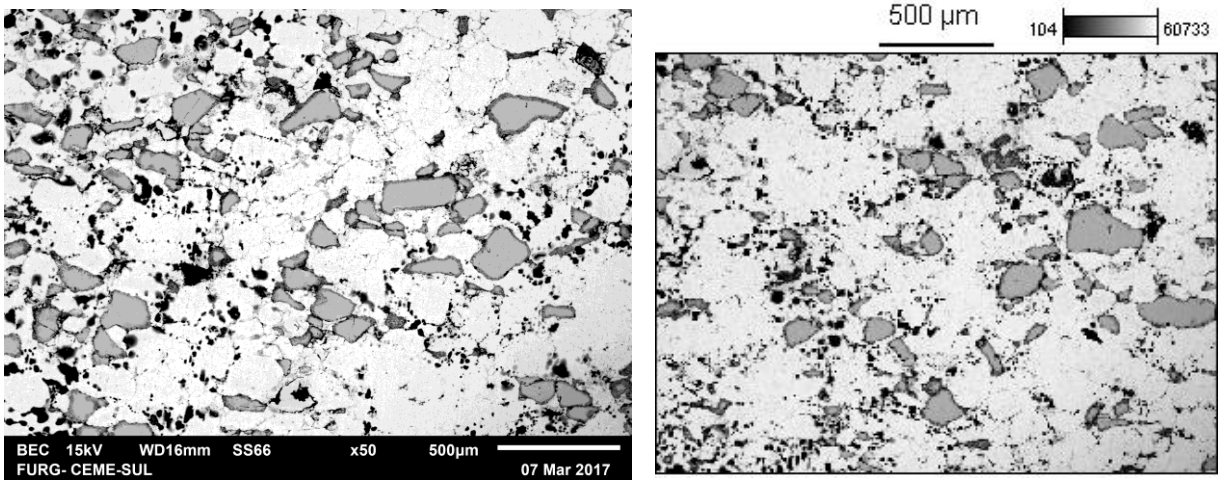
Estão apresentados resultados das análises MEV e mapeamento via EDS das regiões demarcadas dos corpos de prova sinterizadas, resultados esses em imagens ilustrativas da micrografia da liga formada neste trabalho em 8 amostras, apresentando-se resultados de sinterizados a 90 minutos, 180 minutos, 270 minutos e 360 minutos em dois corpos de prova (duas amostras) para cada tempo, como mostrado no cronograma metodológico deste trabalho, sendo que para cada tempo um corpo de prova é com mistura e outro sem mistura. As imagens das regiões analisadas nos 8 corpos de prova, obtida pela variação de elétrons retroespalhados evidenciado pelo mapeamento dos elementos filtrados, contidos na mesma região analisada estão demonstradas entre as figuras 30 e 33.

A figura 30 mostra resultados analisados nos corpos de prova da liga formada, com mistura e sem mistura, compactadas a 1550MPa e a 950MPa, respectivamente, ambas sinterizadas por 90 minutos a 1200ºC. Na figura 31 elucida resultados das analises feitas nas amostras (corpos de prova) sinterizadas por 180 minutos, com e sem mistura, a 1550MPa e 950MPa, respectivamente, também sinterizadas a 1200ºC.

Na figura 32 mostra resultados dos corpos de prova sinterizados por 270 minutos, também a 1200ºC, com mistura e sem mistura a 1550MPa e 950MPa, respectivamente. E, na figura 33 é apresenta resultados também de MEV e mapeamento via EDS com filtro, nos corpos de prova sinterizados também a 1200ºC, mas, por 360 minutos, com mistura e sem mistura a 1550MPa e 950MPa, respectivamente.

E, as tabelas 7 á 14 apresentam resultados percentuais da composição dos sinterizados em regiões analisadas em cada uma das amostras de corpos de prova.

Figura 30: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 90 minutos, com mistura (H) e sem mistura (I).



H)

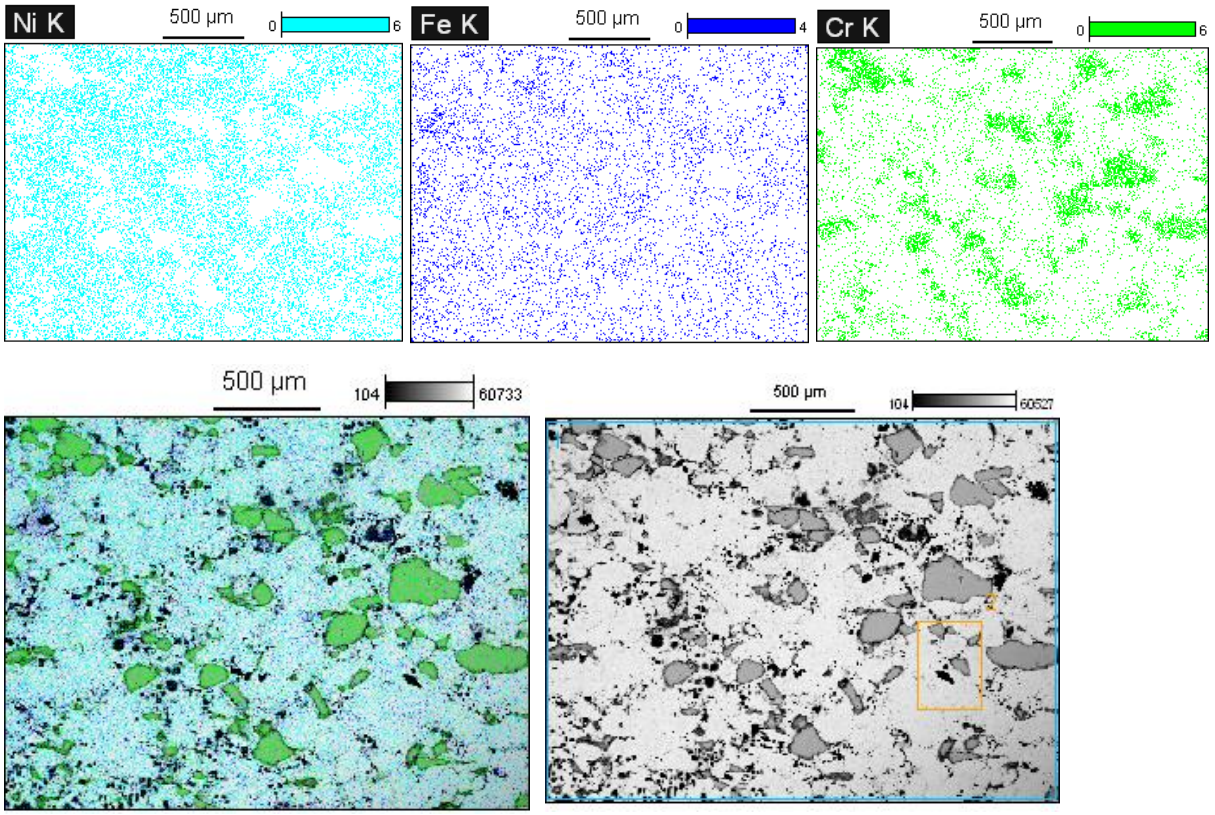
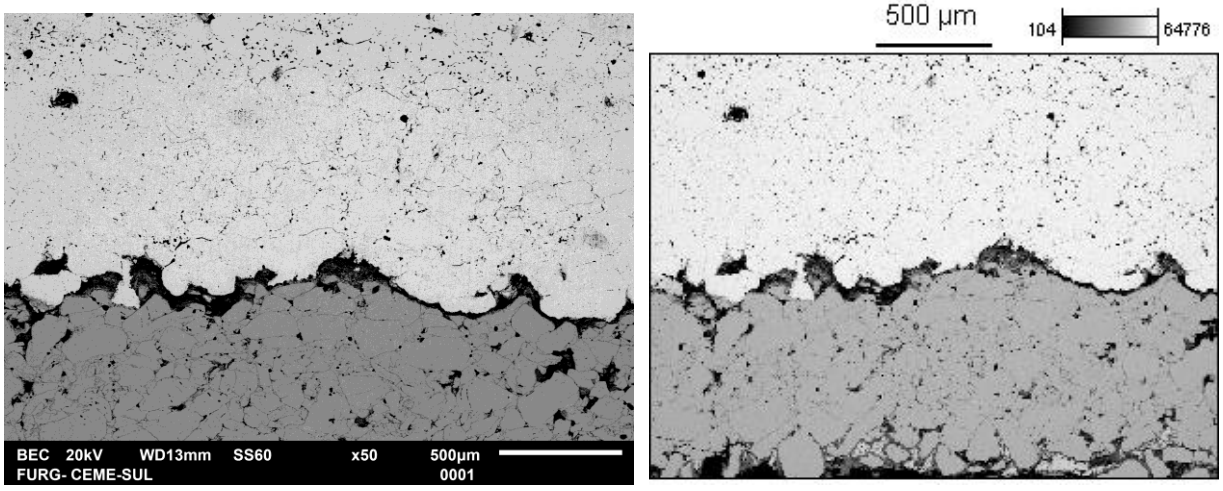


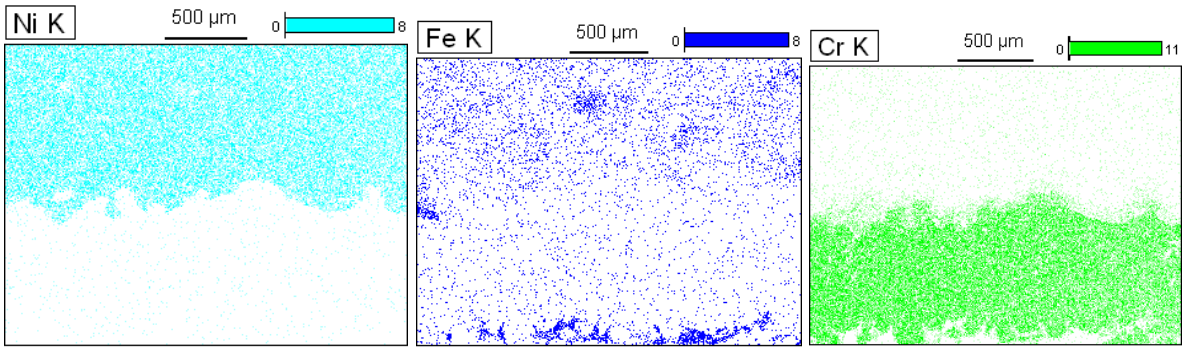
Tabela 7: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada.

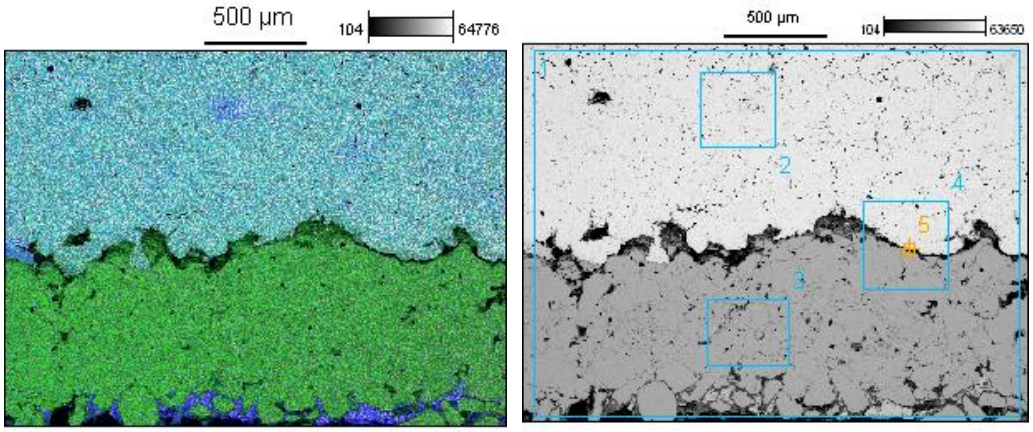
CP-M, sinterizada em 90 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	2.70	0.32	0.28	16.05	8.02	72.63
Região 2	1.05	0.37		14.14	10.29	74.15

Fonte: Própria autora.



I)





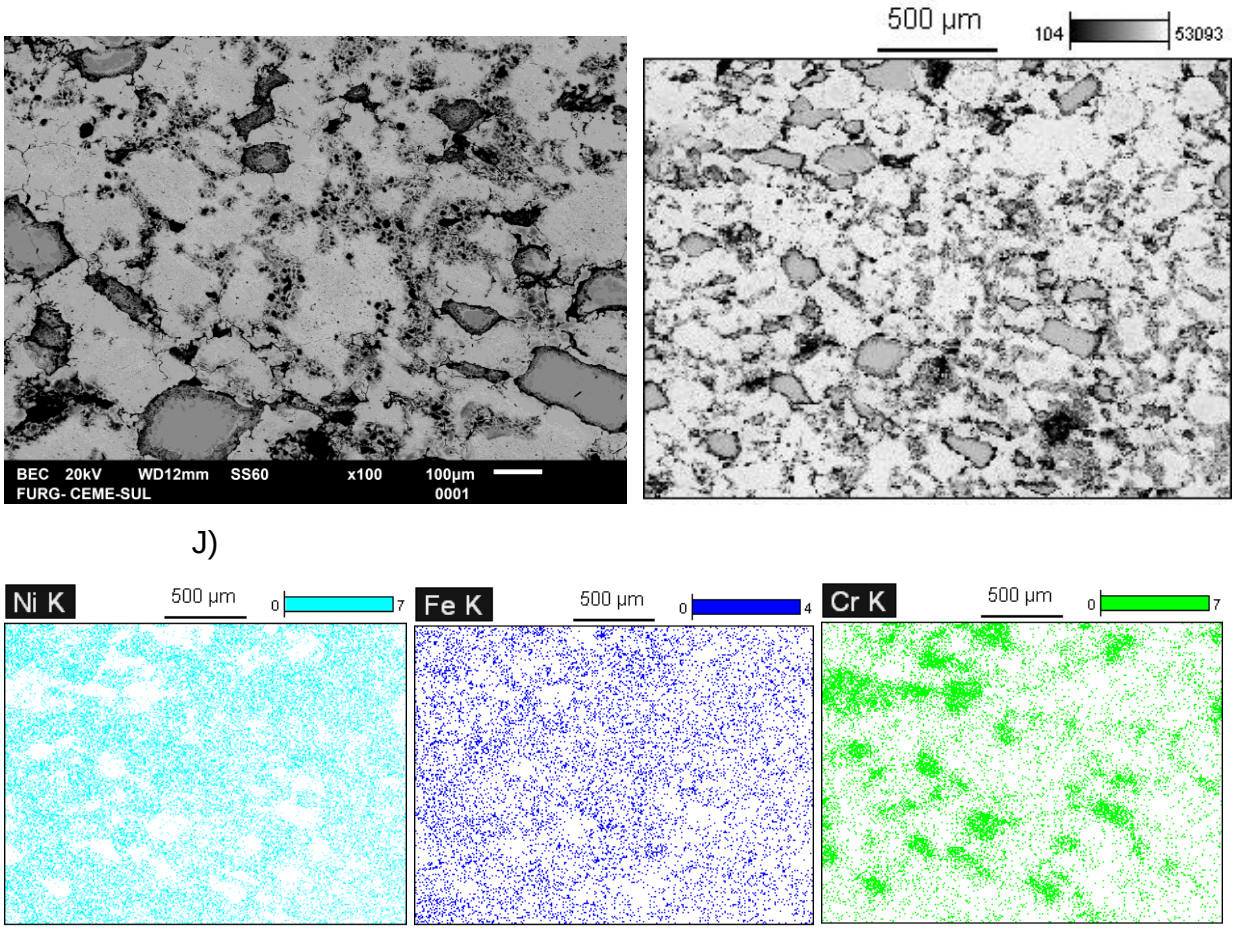
Fonte: Própria autora.

Tabela 8: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada.

CP-SM, sinterizada em 90 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1			0.46		3.66	
	4.61	0.33		40.04		50.90
Região 2	2.28	0.10	0.21	0.17	6.60	90.64
Região 3	5.49	0.30	0.22	93.39	0.60	
Região 4	4.13	0.19	0.94	47.76	0.67	46.31
Região 5	19.67	0.44	4.02	43.53		32.34

Fonte: Própria autora.

Figura 31: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 180 minutos, com mistura (J) e sem mistura (K).



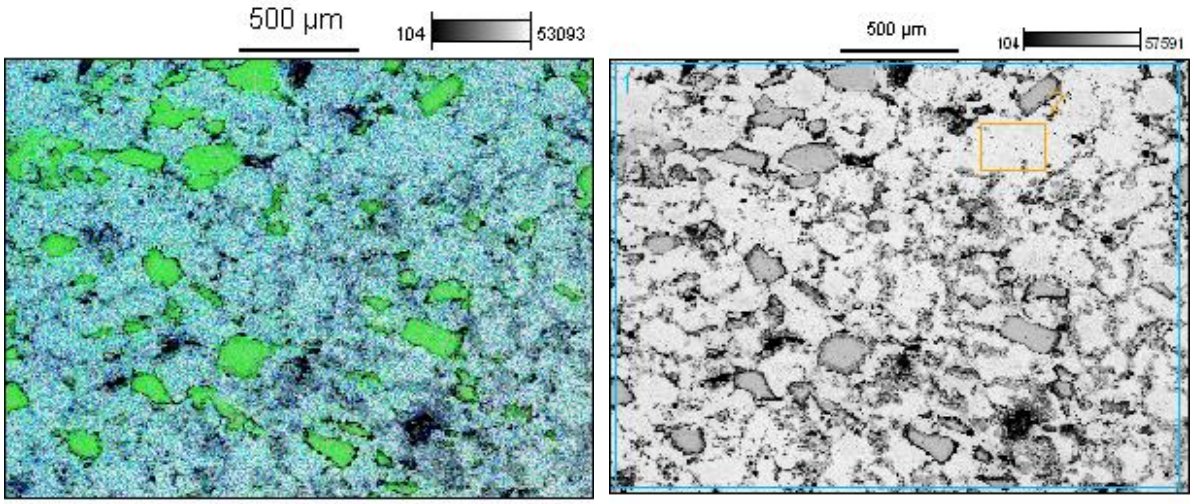
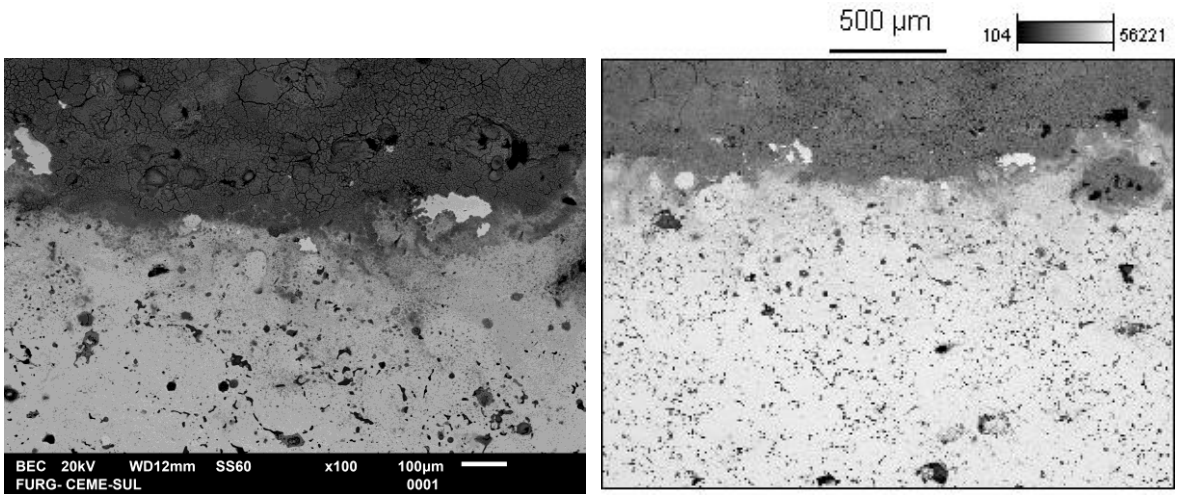


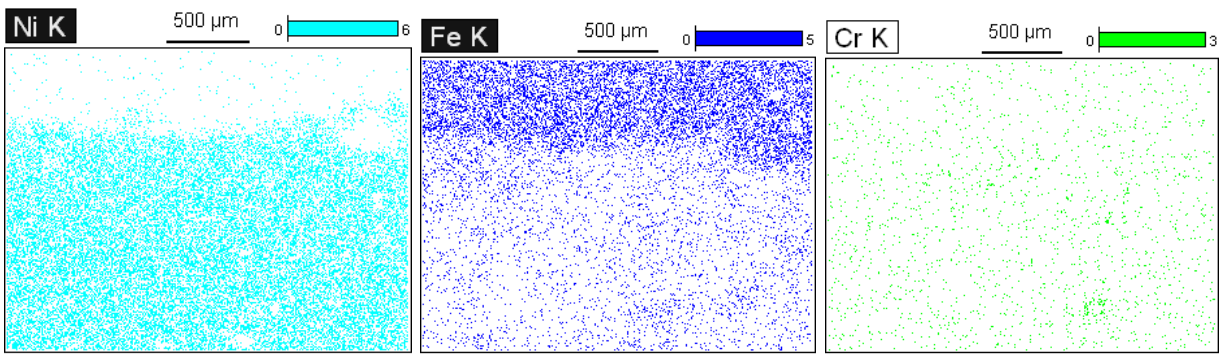
Tabela 9: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada.

CP-M, sinterizada em 180 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	3.04	0.36		15.61	8.02	72.97
Região 2	0.92			2.57	6.44	90.07

Fonte: Própria autora.



K) - 1



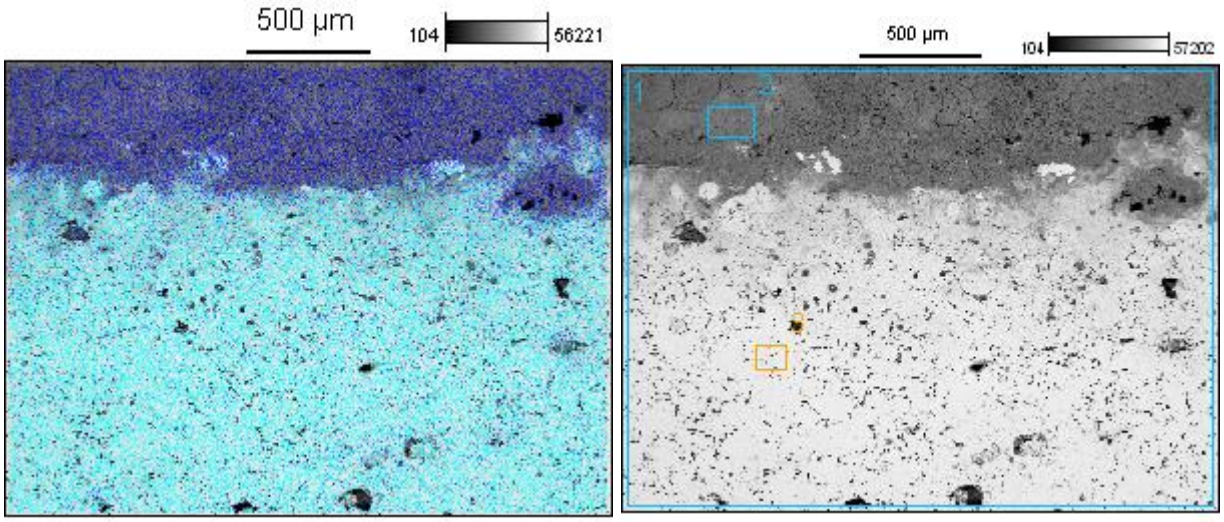
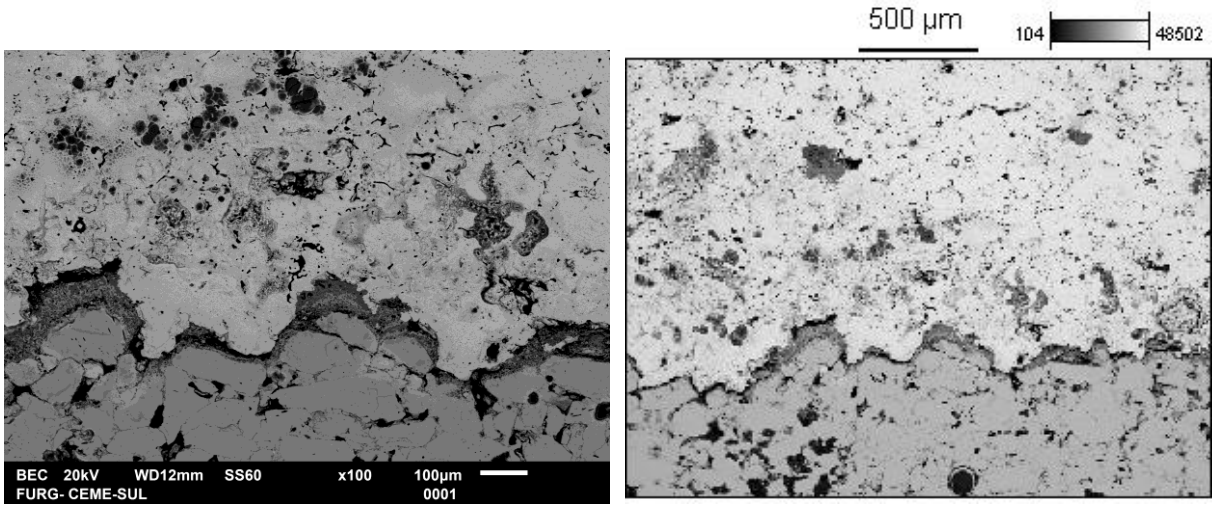


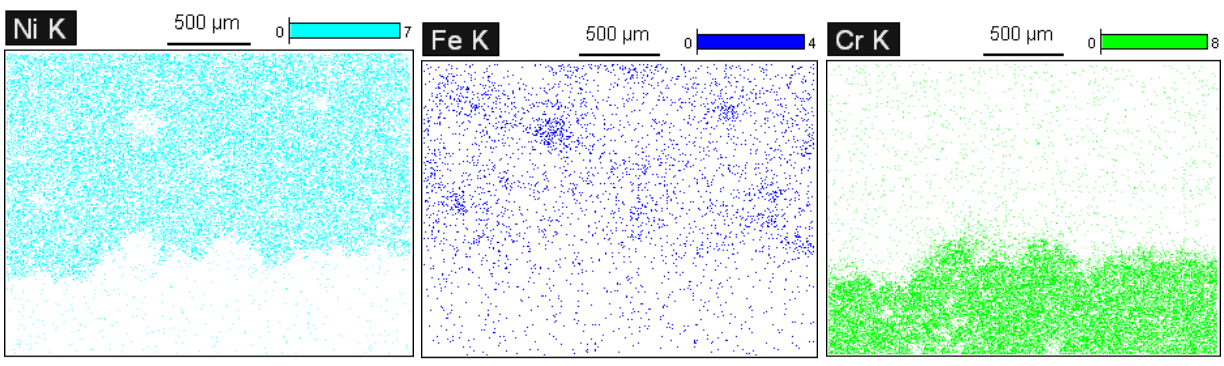
Tabela 10: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada.

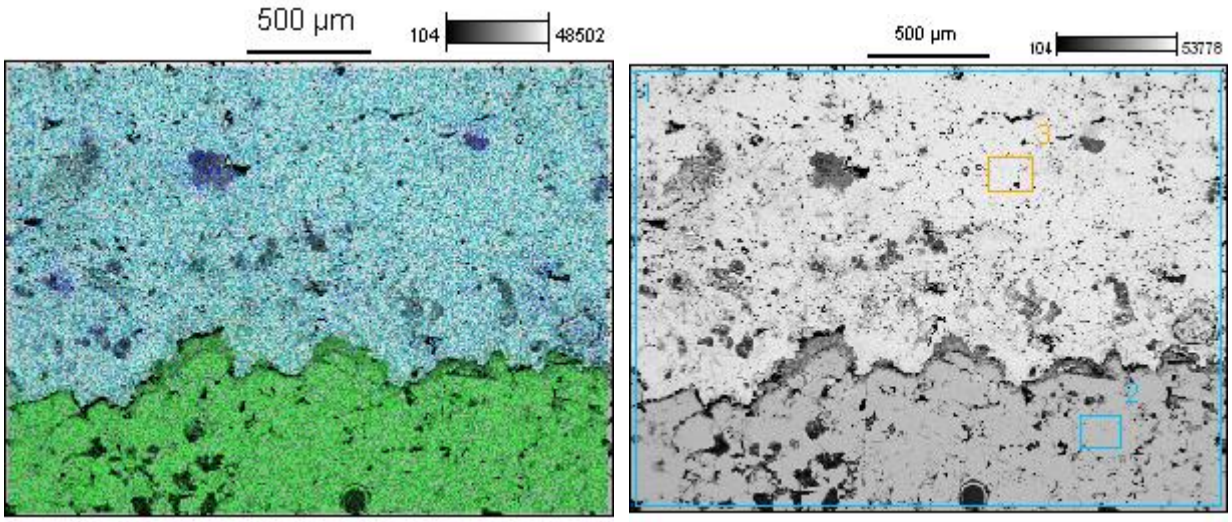
CP-SM, sinterizada em 180 minutos “1”	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	16.87	0.92	0.40	0.33	17.13	64.35
Região 2	34.08		0.21		65.21	0.50
Região 3	3.06	0.53			1.95	94.46

Fonte: Própria autora.



K) - 2





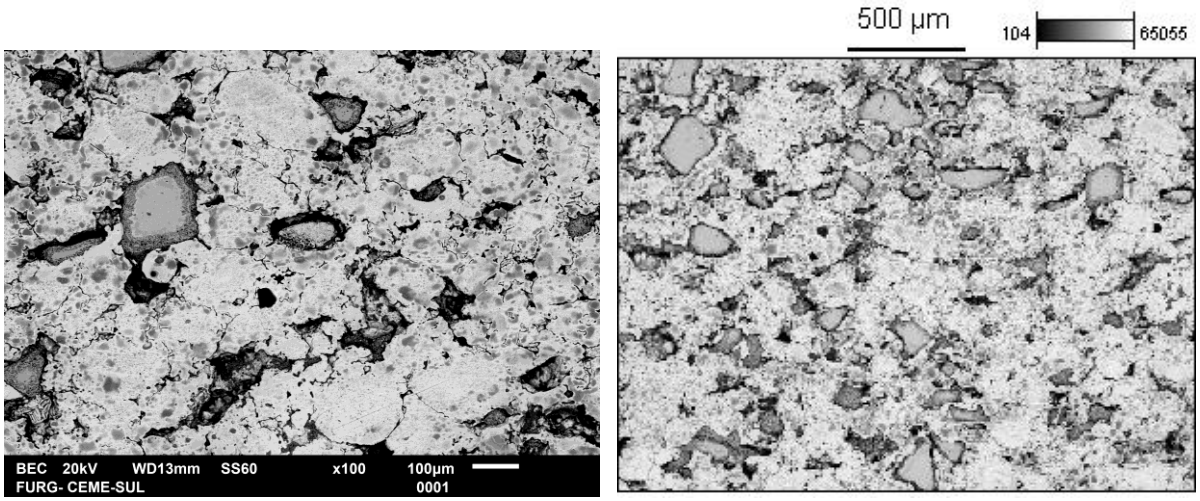
Fonte: Própria autora.

Tabela 11: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada.

CP-SM, sinterizada em 180 minutos “2”	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	10.12	1.18	0.45	27.03	3.35	57.87
Região 2	4.95	0.57	0.21	94.27		
Região 3	4.58	1.08			2.24	92.10

Fonte: Própria autora.

Figura 32: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 270 minutos, com mistura (L) e sem mistura (M).



L)

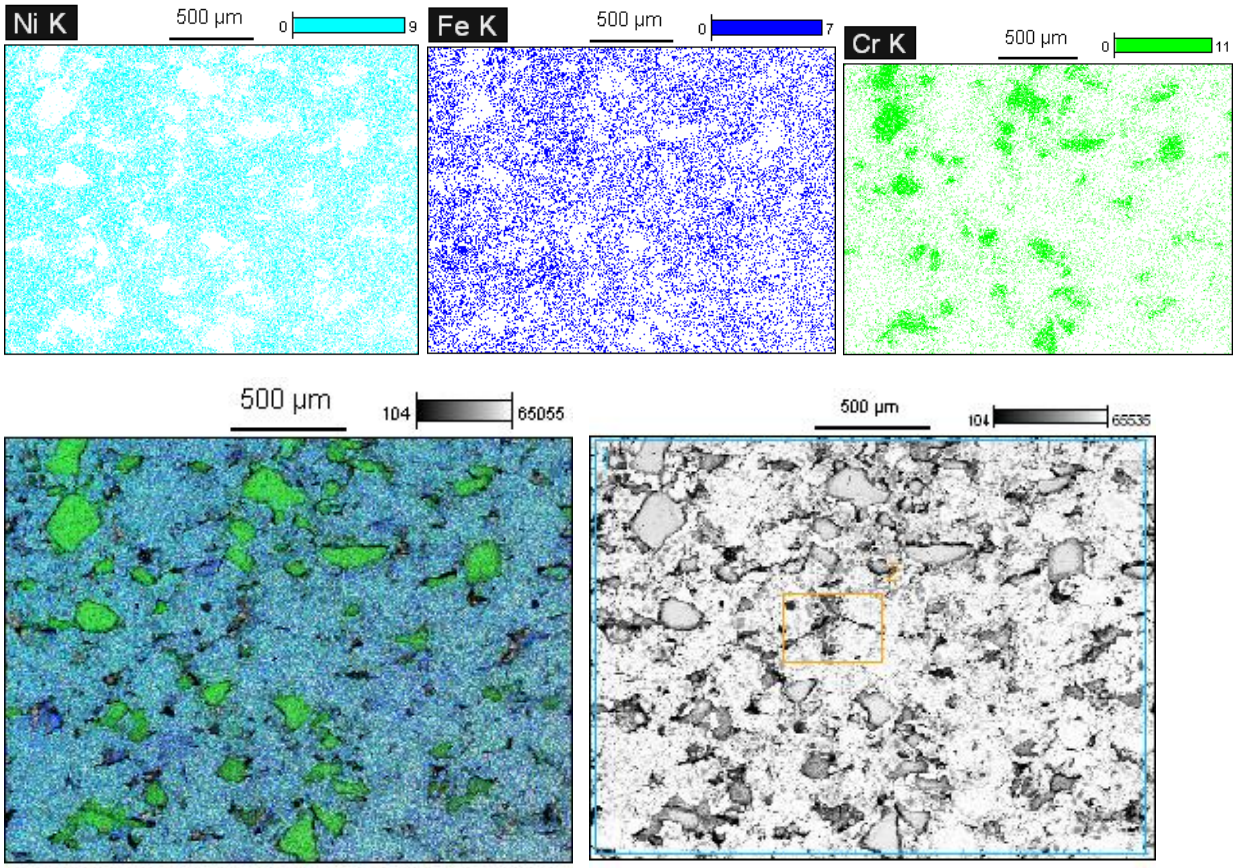
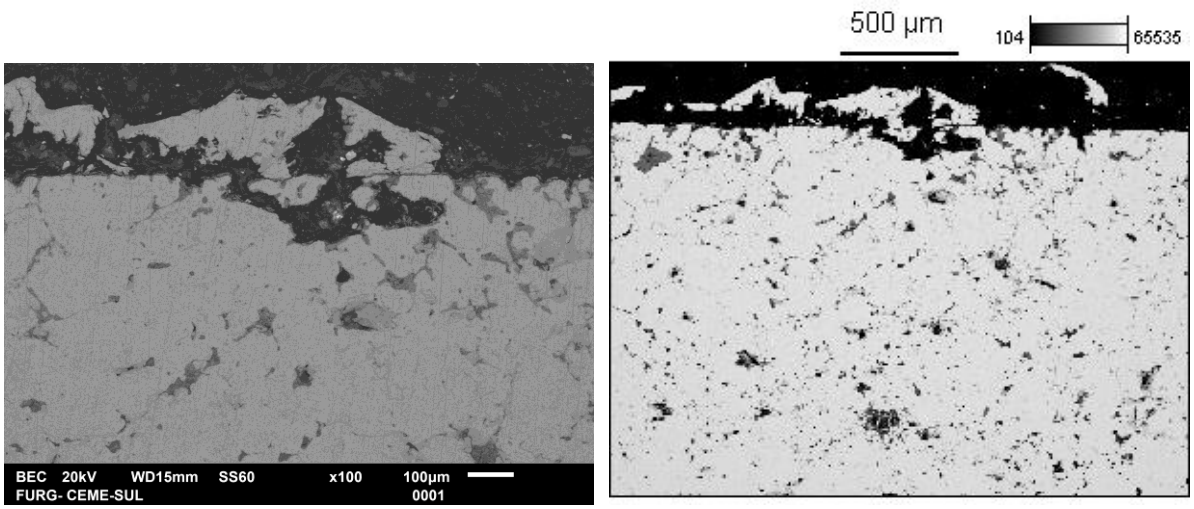


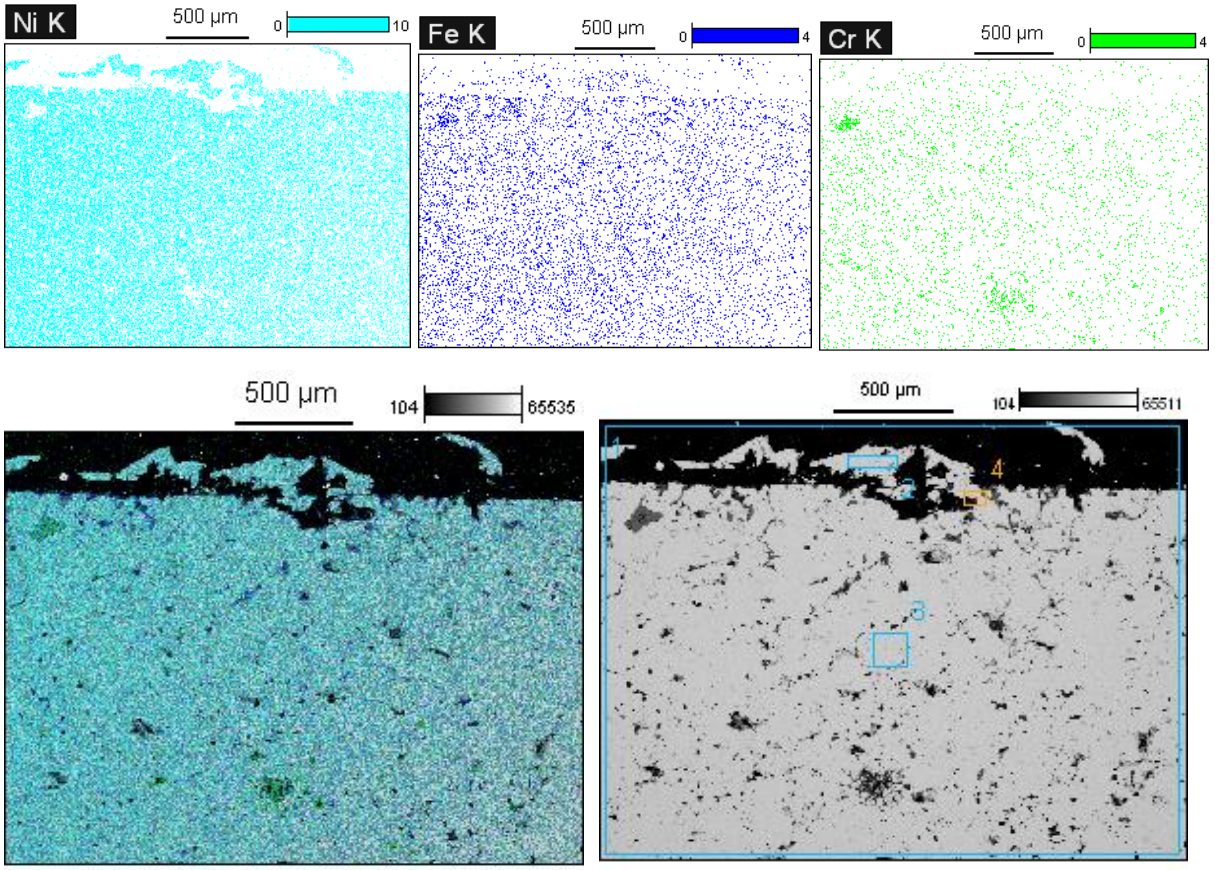
Tabela 12: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada.

CP-M, sinterizada em 270 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	3.07	0.31	0.35	15.99	8.07	72.21
Região 2	4.33	0.19	1.11	6.14	6.32	81.91

Fonte: Própria autora.



M)



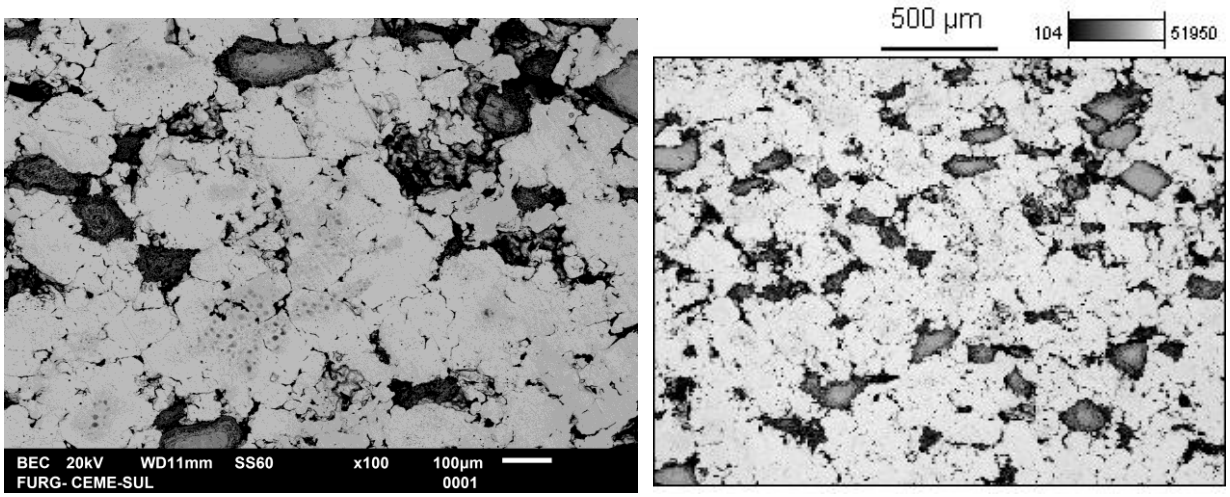
Fonte: Própria autora.

Tabela 13: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada.

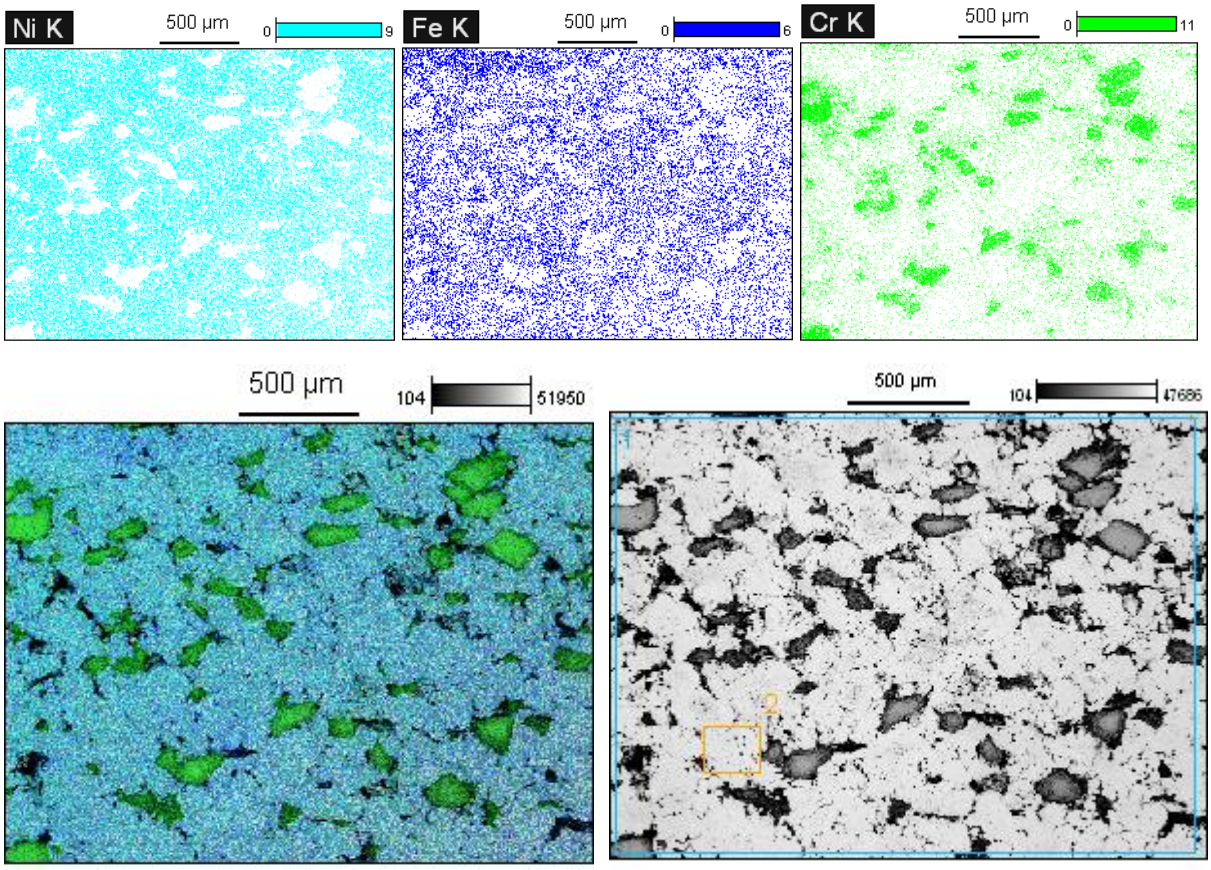
CP-SM, sinterizada em 270 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	5.54	0.31	1.33	0,90	3.53	88.39
Região 2	2.11		0.48		1.70	95.71
Região 3	1.73		0.33		3.62	94.32
Região 4	9.34	0.49	1.66		5.89	82.62

Fonte: Própria autora.

Figura 33: MEV/Mapeamento EDS dos sinterizados por 360 minutos, com mistura (N) e sem mistura (O).



N)

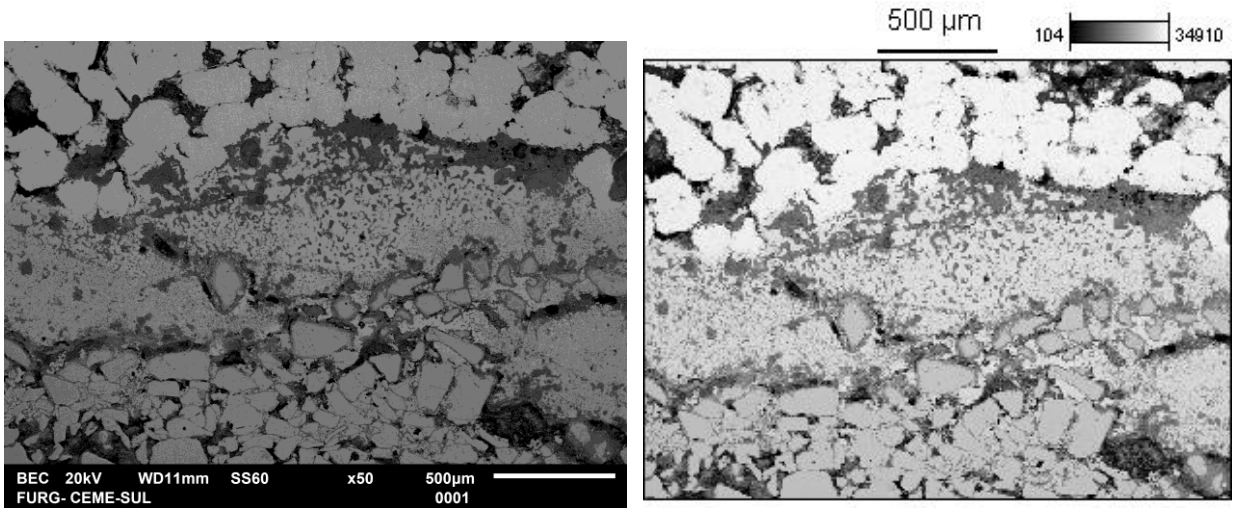


Fonte: Própria autora.

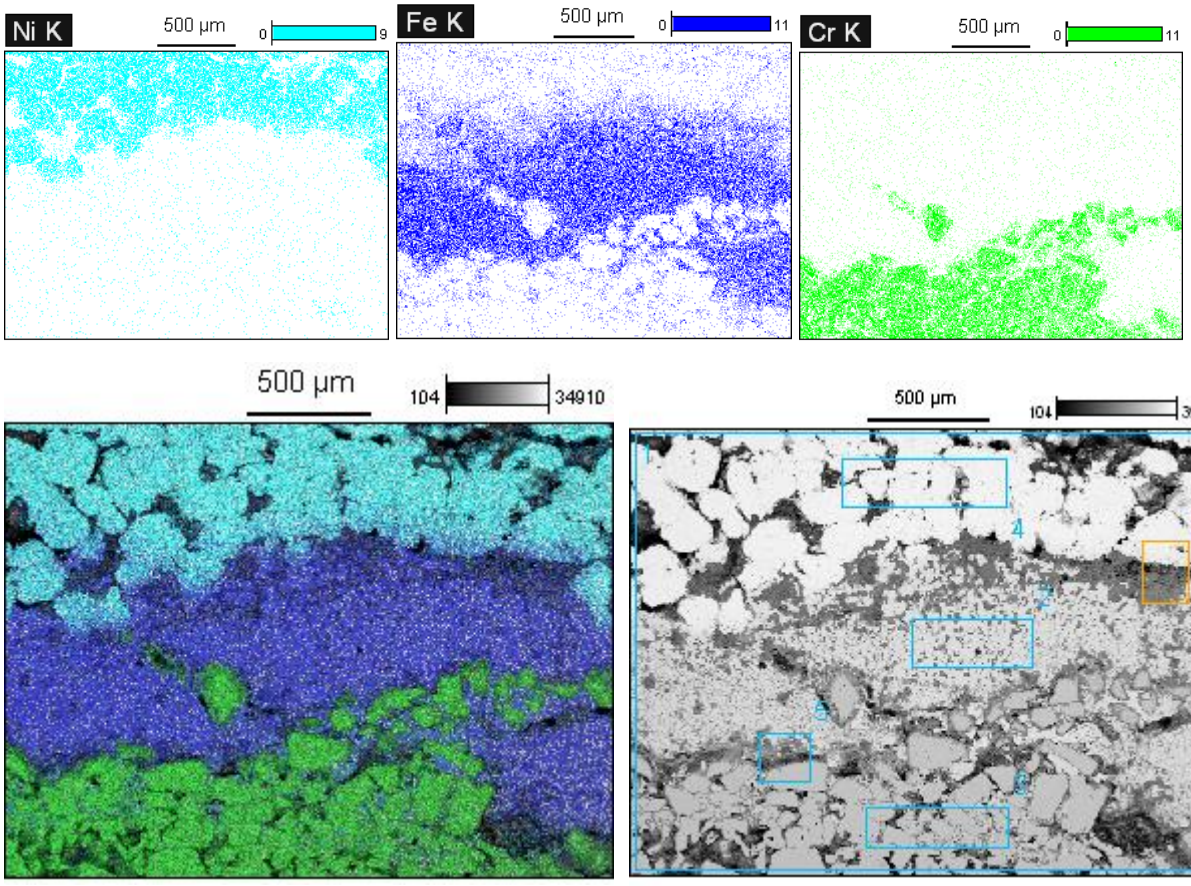
Tabela 14: Peso % de composição de corpo de prova com mistura, na região analisada.

CP-M, sinterizada em 360 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	1.59	0.68	0.56	15.90	8.10	73.17
Região 2	0.20	0.44	0.22	4.77	9.64	84.73

Fonte: Própria autora.



O)



Fonte: Própria autora.

Tabela 15: Peso % de composição de corpo de prova sem mistura, na região analisada.

CP-SM, sinterizada em 360 minutos	O-K	Al-K	Si-K	Cr-K	Fe-K	Ni-K
Região 1	7.87	0.19	0.91	16.84	8.39	65.8
Região 2	7.06		0.32		92.62	
Região 3	9.13	0.23	0.72	83.21	6.28	0.43
Região 4	3.37		1.59	0.23	4.20	90.61
Região 5	12.23		1.19	40.82	44.64	1.12
Região 6	17.32		1.19	0.45	50.72	30.32

Fonte: Própria autora.

Pelas imagens micrográficas de análises das amostras sinterizadas, por MEV e o mapeamento da região via EDS em que se mostra imagem das regiões analisadas, obtida pela variação de elétrons retroespalhados evidenciado pelo mapeamento dos elementos filtrados, contidos na mesma região analisada demonstrados nas figuras 30 á 33, pode-se notar que em todos corpos de prova atingiram o estágio final do processo de sinterização sólida, evidenciado pela figura 7 do item 2.4 na revisão de literatura, apesar de que a amostra K1 da figura 31 do corpo de prova sem mistura sinterizada por 180 minutos ter se mostrado não ter atingido por completo o estagio final de sinterização sólida, e, em todas amostras exibem poros irregulares confirmando a existência de macroporos e microporos interconectados, que favorecem a difusão entre os elementos de liga (GERMAN, 1991), em algumas amostras mais em relação as outras, como o caso das figuras 32 e 33 em relação a 30 e 31, respectivamente.

Para formação de uma liga metálica homogênea concomitante à produção do componente, é fundamental que haja a difusão dos elementos de pós metálicos diferentes, gerando uma intercambiabilidade destes, equilibrando a composição, (DOBRZANSKI, 2007).

Como o problema da difusibilidade que se dá apenas com os pós elementares, o que tornou desafiador para obtenção do objetivo deste trabalho, pelos resultados obtidos em todos 8 corpos de prova sinterizados em tempos diferentes, nas suas amostras analisadas verificou-se pelas imagens, fraca difusão do Cromo nos outros elementos, fazendo com que em algumas partes da região analisada das amostras o

Cromo não se difunda na totalidade, como mostram os mapas, ainda que tenha sido somente a 16% na composição da liga, particularmente nota-se com maior dificuldade no Níquel.

Nas amostras de corpos de prova com mistura, essa não difusão total do Cromo no Níquel e vice-versa, provavelmente seja pelo fato da mudança da estrutura cristalina que o Níquel proporciona, explicado no diagrama ternário Fe-Ni-Cr isotérmico a 1200ºC (figura 12) do item 2.4.4, podendo-se perceber a causa vagarosa e consequente fraca difusão do Cromo, e a existência da fácil solubilidade de cromo na estrutura CFC com o aumento do níquel.

Á medida que o Cromo se difunde e aumenta sua concentração no interior da estrutura do aço, o estado CFC altera-se para CCC e a difusão do Cromo na fase α ficando 45% maior do que em Ferro Y quando a temperatura atinge 1200ºC, (DREWETT, 1969), como mostrado no diagrama ternário Fe-Ni-Cr da figura 12.

Segundo Williams et. al, (1987), há uma facilitação da difusão do cromo em estruturas CCC, e, a mudança da estrutura de um componente tem efeito significativo nos valores de difusibilidade de um sistema todo.

Em algumas amostras de corpos de prova com mistura deste trabalho, como é o caso as das figuras, 30 (H) e 31 (J), sinterizadas a 90 minutos e 180, respectivamente, verificou-se maior irregularidade do Cromo e pelas imagens é notório pelos pontos escuros mais porosidade nestas amostras com relação as amostras apresentadas nas figuras 32 (L) e 33 (O), sendo que amostras (corpos de prova com mistura) das figuras 30 (H) e 31 (J) exibem poros mais próximos do formato angular com formato aciculares tal como mostrada na morfologia da caracterização do pó de Cromo, o que evidencia a fraca difusibilidade do Cromo com outros elementos de liga.

Em um estudo apresentado pelo Schneider (2016), em que sinterizou somente pós elementares de Cromo e Níquel misturados por 60 minutos, não revelou-se nas suas amostras bons resultados quanto a difusão dos elementos, independente das variáveis encontradas.

Nos corpos de prova sem mistura deste trabalho, tendo-se como objetivo avaliar quão um elemento de liga inconel 600 pode se difundir no outro, e, sabendo que é esta difusão que deve existir entre os elementos que torna mais desafiador a formação de liga com propriedades desejadas como referido sumariamente no ponto 2.3.1 da revisão bibliográfica no que tange a relação difusional entre os elementos, razão pela

qual, na compactação da composição da liga para CPs sem mistura, os pós elementares foram colocados um por cima do outro e não misturado, sinterizados por 90 e 180 minutos, mostradas nas figuras 30 (I) e 31 (K) mostram que em ambas amostras não houve difusibilidade total entre os elementos de liga, possivelmente pela carga de compactação usada aliada ao tempo de sinterização.

Na figura 30 (I) é notória nesta amostra pelo mapeamento a ocorrência fraquíssima da difusibilidade do Cromo em Níquel e vice-versa, o Ni assim como o Cr difundiu no ferro e o ferro nos dois elementos com fraquíssima intensidade. Na figura 31 (K), onde foram apresentados em dois resultados, K-1 e K-2 pelo fato que na mesma amostra no ato da análise houve dificuldade em analisar uma mesma região que tivesse os três elementos de liga pelo afastamento amplo entre eles, razão que levou analise de regiões separadas na mesma amostra, onde na K-1 revelou-se razoavelmente uma boa difusão entre os elementos, em relação a K-2 que notoriamente houve uma fraca difusão entre os elementos Cromo no Níquel e vice versa, verificando-se porosidade nas interfaces entre os elementos de liga, como mostra o MEV destes.

Como evidencia o diagrama binário Fe-Cr da figura 13 b, na difusão do cromo alguns efeitos da estrutura cristalina podem ocorrer, em temperaturas entre 825 e 1300ºC um sistema de difusão cromo-ferro exibe uma região de transição de fases ditada pela concentração relativa destes elementos.

Nas amostras sinterizadas por 270 e 360 minutos, elucidadas nas figuras 32 e 33, respectivamente, ambos os corpos de prova apresentaram melhor difusão entre seus elementos em relação aos sinterizadas por 90 e 180 minutos, principalmente nos dois corpos de prova com mistura (Vide figura 32 L e 33 N), e ambos também apresentam-se com poros irregulares confirmando a existência de macroporos e microporos interconectados que favorecem a difusão entre os elementos de liga.

Verificou-se maior regularidade no corpo de prova com mistura sinterizada por 360 minutos (vide figura 33 N) em relação ao corpo de prova também com mistura mas sinterizada por 270 minutos, que, pelas imagens nota-se pelos pontos escuros, menos porosidade e melhor difusibilidade entre os elementos, como mostra o mapeamento, revelando-se como o melhor corpo de prova com mistura entre as analisadas nesta técnica MEV/EDS, a amostra sinterizada por 360 minutos.

No entanto, de todos os corpos de prova sinterizados sem mistura, a amostra sinterizada por 270 minutos, mostrada na figura 32 M, revelou-se a que melhor em que os elementos de liga difundiram um no outro, ou seja, melhor difusão entre os elementos, mostrado pelas analisadas com maior intensidade de cores nos mapas dos elementos. No corpo de prova sem mistura sinterizada por 360 minutos, pelas imagens do MEV e mapeamento via EDS ilustradas (figura 33 O), revelou-se não adequada a difusão entre os elementos, principalmente do Níquel no Cromo e o Cromo no Níquel representadas por regiões de menor intensidade no mapa de Cromo a verde e Níquel a azul.

As tabelas 7 a 15 mostram análise qualitativa dos elementos contidos nas oito amostras sinterizadas, analisadas via EDS com filtro, elucidando o valor percentual elementarmente, de composição de liga para cada corpo de prova analisadas, revela fundamentalmente os valores percentuais de elementos filtrados em referência aos de maior interesse para este trabalho.

Os valores percentuais apresentados nessas tabelas evidenciam a formação da liga inconel 600 com composição química dentro e próximo da estabelecida, mais importante ainda, dentro dos intervalos de parâmetros percentuais recomendados pela ASTM na liga inconel 600, tal como mostra a tabela 2 do item 2.4.4 deste trabalho. Pelos resultados obtidos nas amostras analisadas na região com maior demarcação de todas as regiões analisadas via EDS e apresentadas nas figuras 30 á 33, a composição química da microestrutura, apresentados nas tabelas 7 a 15, comprovam também a formação da liga inconel 600 neste trabalho.

Com tudo, pelas micrografias mostradas nas 8 figuras, pode-se ver a possibilidade de distinção de difusibilidade entre os elementos pelas tonalidades diferentes de cores apresentadas na composição elementar de liga (vide os mapas) nas regiões analisadas, pois, os mapas via EDS das amostras confirmam o que as tabelas qualitativas percentuais dos elementos adquiridas também pela técnica EDS, elucidam, em que apresentam na maioria das 8 amostras proporções dentro do esperado, algumas regiões totalmente sem cromo e noutras com mais cromo que outros elementos, o que possibilita afirmar que este elemento foi incapaz de se propagar ou difundir totalmente nos outros elementos e os outros elementos nele, ficando concentrado em pequenas regiões.

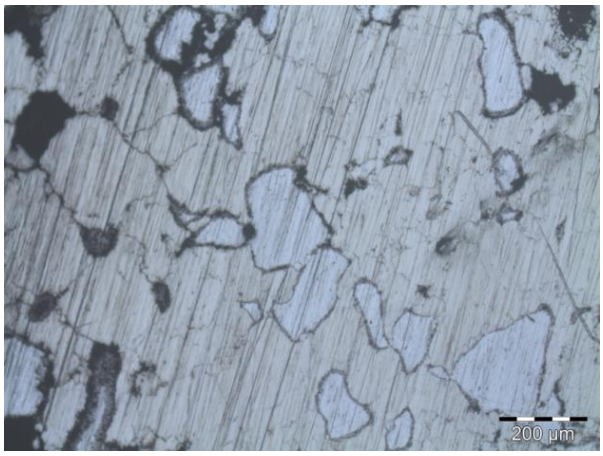
4.4. Resultdos da análise Microscopio Ótico dos sinterizados

As micrografias dos sinterizados por MO, estam apresentados nas figuras 34 a 37. Na figura 34 P e Q, mostra a micrografia de corpos de prova com mistura (compactado a 1550MPa) e sem mistura (compactado a 950MPa), sinterizados por 90 minutos, respectivamente.

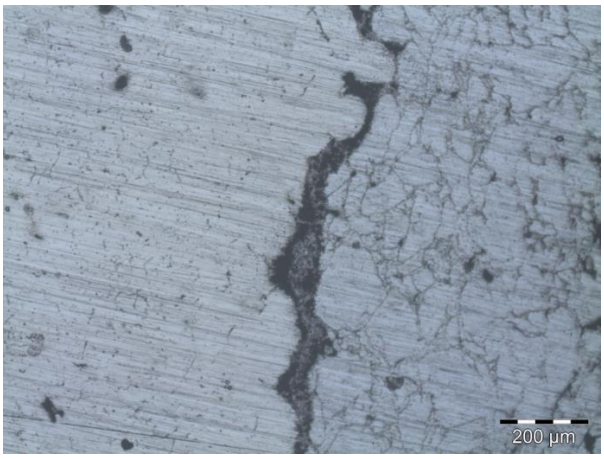
Na figura 35 R e S, apresenta resultados dos corpos de prova com e sem mistura dos sinterizados á 180 minutos, compactados a 1550MPa e 950MPa, respectivamente. Já na figura 36 T e U, mostra resultados dos corpos de prova com mistura e sem mistura, sinterizadas por 270 minutos, a 1550MPa e 950MPa de compactação, respectivamente.

A figura 37 V e X, mostra os resultados de MO dos corpos de prova sinterizados com e sem mistura, por 360 minutos, compactados a 1550MPa e 950MPa, respectivamente.

Figura 34: MO de sinterizados por 90 minutos.



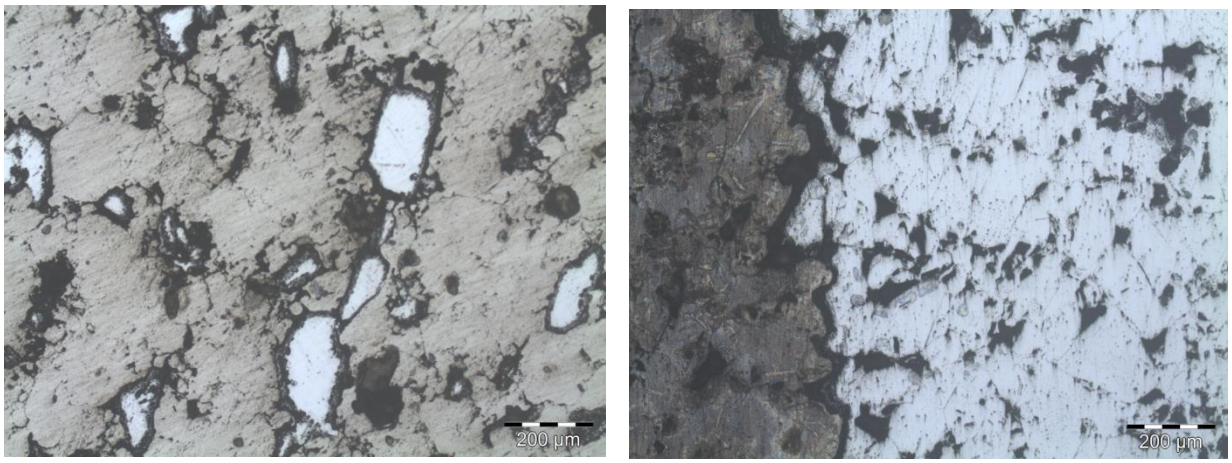
P)



Q)

Fonte: Própria autora.

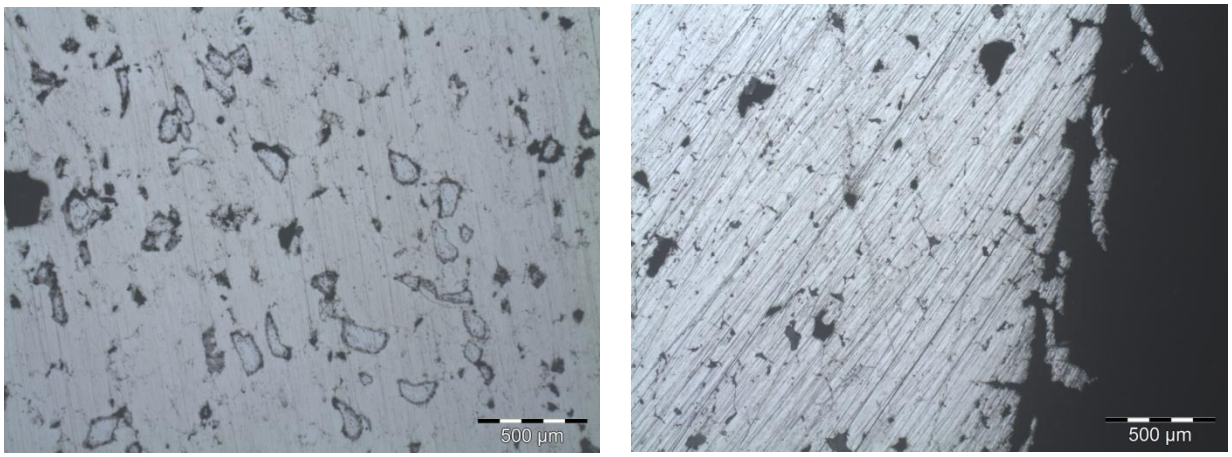
Figura 35: MO de sinterizados por 180 minutos.



R) S)

Fonte: Própria autora.

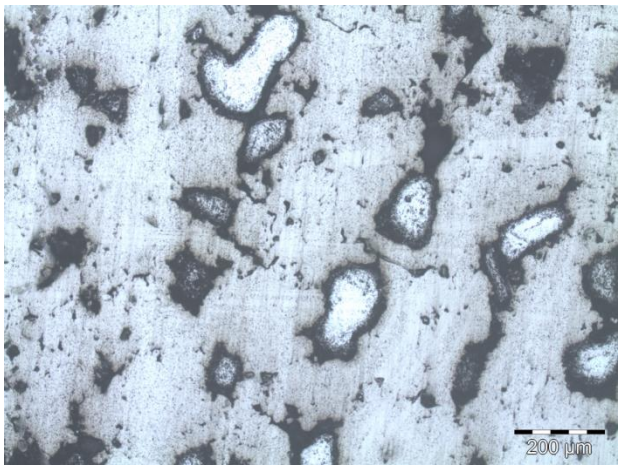
Figura 36: MO de sinterizados por 270 minutos.



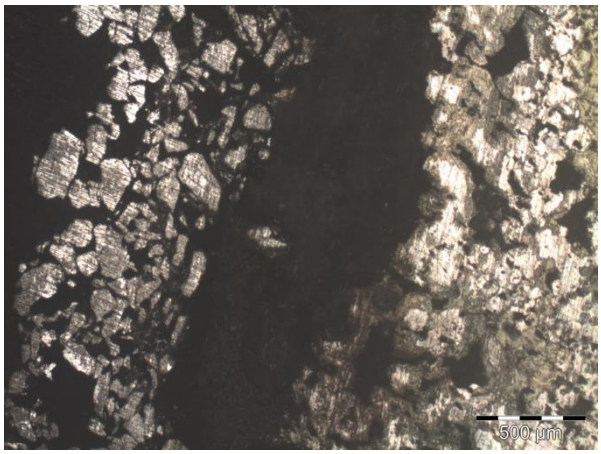
T) U)

Fonte: Própria autora.

Figura 37: MO de sinterizados por 360 minutos.



V)



X)

Fonte: Própria autora.

Pelas imagens do microscopio ótico, nota-se nas micrografias obtidas a evidencia da fraca difusibildade entre os elementos para os corpos de prova sem mistura, principalmente o sinterizados por 360 minutos, por 90 minutos e por 180, mostrados em figura 37 X, figura 34 Q, figura 35 S, respectivamente. Assim como, mostrada também nas micrografias de corpos de prova sinterizados com mistura a melhoria difusiva entre os elementos da liga, muito particularmente o Cromo segundo variável tempo de sinterização.

Entre tanto, para amostra de 90 minutos (vide figura 34 P), nota-se novamente presença de regiões mais claras predominantemente pelo Cromo, provavelmente pelo fato que no ponto em que a região analisada atingia uma composição critica para dada temperatura na medida em que o Cromo se difundia, tenham ocorrido alterações da fase y para α.

Na figura 34 Q, mostrou presença de vazios nas interfaces das particulas de Níquel com Cromo, possivelmente pela maior concentração de Cromo em algumas regiões, pela diferença existente de concentração de Cromo nas regiões analisadas tanto no corpo de prova com mistura (vide figura 34 P), assim como no corpo de prova sem mistura, sinterizada por 90 minutos, fazendo com que provavelmente seja uma das influências para que houvesse essa fraca difusibilidade entre elementos da liga, como mostra a figura.

A figura 35 S, também mostrou a presença de vazios nas interfaces

particularmente, nesta figura, evidenciou-se entre Níquel e Ferro. A figura 36 U foi a que melhor revelou-se por essa análise MO nos corpos de prova sem mistura, com boa difusão entre os elementos, mas, em contra partida, na figura 37 X evidenciou mais uma vez a fraca difusibiliadade entre o Ferro e Niquel, tanto que, foi possivel obsevar isso pelo vazio, maior alargamento entre as interfaces de particulas de Niquel e Ferro.

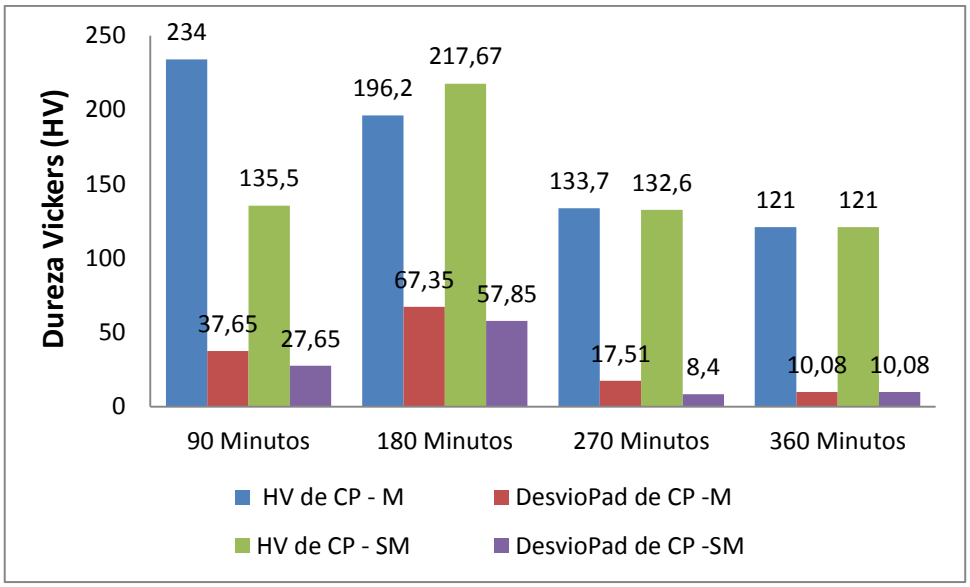
Na figura 37 V, amostra sinterizada por 360 minutos (corpos de prova com mistura), apresenta uma microestrutura muito mais homogenea e com poros bem definidos, provavelmente oriundos do fechamento entre as interfaces de particulas de Níquel, Ferro e Cromo, entre si.

Em suma, observou-se por essa técnica MO que houve melhorias nas micrografias pela variável tempo, o que evidenciou que quanto mais tempo as amostras permaneceram em sinterização, melhor se apresentou no resultado em termos de difusão entre os elementos nos corpos de prova com mistura, e para os corpos de prova sem mistura o sinterizado por 270 minutos revelou-se como melhor, tal como os resultados da técnica MEV/EDS havia evidenciado, revelando-se também a boa influencia que as Leis de Fick obviamente devem ter tido nos estágios iniciais da difusão como explicado no item 2.3.2 neste trabalho, pois houve a formação da liga esperada, inconel 600.

4.5 – Análises de Dureza por Micro-Indentação dos sinterizados

Aqui estam apresentados resultados de durezas de todos sinterizados neste trabalho, objectivando caraterizar mecanicamente a liga formada, pelos valores de dureza vickers apresentados. A figura 38 mostra o gráfico de durezas para as amostras tanto os corpos de prova sem misturas elucidados no grafico como HV de CP-SM, assim como para os corpos de prova com mistura elucidados no grafico como HV de CP-M, compactados a uma tensão de 950 e 1550MPa, respectivamente, resultante de médias das regiões analisadas em todos corpos de prova a uma carga uniforme de 500 mN (HV 0,05) por 15 segundos em 6 pontos distintos para cada.

Figura 38: Gráfico de dureza vickers dos sinterizados.



Fonte: Própria autora.

O gráfico acima de dureza é baseado nos valores médios das seis regiões analisadas para cada corpo de prova dos sinterizados fundamentada na norma da ASTM E92 (*Standard Test Method for Vickers Hardness and Knoop Hardness of metallic Materials*), 1997 e ASTM E384 (*Standard Test Method for microindentation Materials*), 2002, e, foram mostrados descriminadamente os seus valores médios de dureza vickers (HV) na tabela 16, bem como os desvios padrão para cada amostra.

Tabela 16: Durezas Vickers dos sinterizados.

Dureza das Amostras	**Região 1**	**Região 2**	**Região 3**	**Região 4**	**Região 5**	**Região 6**	**Média**	**DesvioPad**
CP-M, 90 Minutos	219	256	233	160	270	266	**234,00**	**37,65**
CP-M, 180 Minutos	237	269	277	150	105	139	**196,17**	**67,35**
CP-M, 270 Minutos	153	135	146	147	105	116	**133,67**	**17,51**
CP-M, 360 Minutos	79.0	128	136	108	113	120	**121,00**	**10,08**
CP-SM, 90 Minutos	125	196	119	119	119	135	**135,50**	**27,65**
CP-SM, 180 Minutos	302	152	149	241	192	270	**217,67**	**57,85**
CP-SM, 270 Minutos	97.9	121	125	142	134	141	**132,60**	**8,40**
CP-SM, 360 Minutos	79.0	128	136	108	113	120	**121,00**	**10,08**

Fonte: Própria autora.

Os resultados aqui apresentados evidencia que mesmo nos corpos de prova sinterizados com menor tempo e tensão de compactação, assim como os sinterizados com maior tempo e tensão de compactação, em todos houve uma boa distribuição entre os elementos de liga, muito particularmente o Cromo que se revelou ser

problemático nas análises pela técnica MEV/EDS e MO, aqui ele revelou-se mecanicamente ter tido uma boa e suficiente distribuição para não gerar grandes alterações no perfil de durezas, em todos os corpos de prova, razão pela qual os valores médios foram bons em termos de durezas vickers.

Analisando o gráfico de micro durezas vickers das amostras, mostrada na figura 38, e os valores de desvio padrão para cada amostra mostrado na tabela 16, nota-se que houve uma boa dispersão de valores de dureza para todas as regiões analisadas em todos os corpos de prova, evidenciado principalmente por essas faixas de valores coerentes nas médias de dureza de todos os corpos de prova, uma vez que a partir de 75 HV segundo norma ASTM E384, 2002 considera-se boa para a liga em questão.

Observa-se que nos corpos de prova com mistura e sem mistura ambos sinterizados por 180 minutos, foram os que tiveram desvio padrão muito elevado em relação aos outros corpos de prova sinterizados, mas, analisando individualmente as amostras, na maioria delas tiveram pouco desvio dos valores de dureza regionais dentro dos mesmos corpos de prova.

4.6 Comparação de Resultados

Fazendo uma comparação dos resultados de análises característicos feitos neste trabalho, há que frisar primeiro dos pós elementares usados como materiais, os resultados obtidos foram satisfatórios ao recomendado pela norma ASTM que rege de fabricação de materiais por metalurgia do pó, tanto que os resultados das análises feitas nos pós evidenciaram a coerência dos mesmos, com relação aos comerciais.

Comparando com os apresentado pelos autores Chiaverini (1992) e German at al (1997), no item 2 deste trabalho, pelas imagens obtidas no MEV, os pós de Níquel e Cromo apresentaram formatos aciculares, assim como o Ferro apresentou uma morfologia circular/arredondado, ao que apresentado nas figuras 1 e 2, respectivamente.

O problema da difusibilidade que se dá apenas com os pós elementares, como referenciado pelo Dobrzanski (2007), comparativamente aos resultados obtidos pelas análises MEV/EDS e MO nos sinterizados deste trabalho, onde através dos mesmos foi possível caracterizar metalurgicamente, mostraram a fraca difusibilidade dos elementos de liga, em particular o Cromo no Níquel e o Níquel no Cromo em quase

todas amostras sem mistura, excetuando a amostra sem mistura sinterizada a 270 minutos, e, nas amostras com mistura fazendo uma comparação entre elas nas técnicas analisadas mostraram-se melhor as sinterizadas por 270 minutos e 360 minutos, tanto pela analise MEV/EDS assim como pelo MO, evidenciando que quanto mais tempo as amostram permaneceram no forno de sinterização e atmosfera controlada evitando ocorrência prejudiciais ao resultado final dos sinterizados como referenciado no item 2.41 neste trabalho, melhor resultado ela apresentou em termos de difusão, reveladas pelo mapeamento dos mesmo e pela qualidade percentual dos elementos liga elucidados pela técnica EDS.

Geralmente, é mais fácil a difusão do Cromo em estruturas CCC, como pelos resultados apresentados neste trabalho e comparando de forma sumaria em todos corpos de prova que se evidenciou o Cromo como sendo problemático provavelmente deve ter sido pela razão de que em ligas de Níquel este elemento entre misturas com outros, mesmo sendo o elemento maioritário, geralmente pode mudar a estrutura cristalina da liga, como mostrada neste trabalho, a existência de solubilidade do Cromo na estrutura CFC com o aumento do Níquel, tal como mostra o Diagrama Ternário deste trabalho (vide figura 12), fazendo com que seja a resposta da demonstração a vagarosa e fraca difusão do Cromo, mostrada em alguns resultados deste trabalho, pois, a mudança da estrutura de um componente tem efeito significativo na difusibilidade de um sistema.

No entanto, para caracterização mecânica em que para tal, foi usada dureza por micro-indentação, revelaram em todas oito amostras a não tanta disparidade de valores de dureza vickers mesmo sendo que as regiões analisadas em cada amostra sinterizada foram de forma espalhada por todas elas.

Comparando sumariamente, entre todos resultados obtidos dos sinterizados deste trabalho, referir que em todas as micrografias apresentadas, revelaram microestruturas quase semelhantes, e, obtiveram valores de dureza vickers dentro dos esperados.

5. CONCLUSÕES

Tendo em conta os resultados obtidos por este trabalho, chegou-se a seguintes conclusões:

- O tempo de sinterização teve uma maior e significativa influência nos resultados obtidos, com relação a difusão do Cromo em outros elementos, mas, a tensão de compactação não revelou ter uma significativa influência nesse aspecto. A tensão de compactação teve uma fundamental influência na formação dos poros e na formação de estrutura final dos sinterizados neste trabalho;

- Os corpos de prova sinterizados por mais tempo mostraram-se melhor, particularmente os sinterizados por 270 minutos para os corpos de prova sem mistura e 360 minutos para os corpos de prova com mistura, tanto que apresentaram microestruturas similares as da liga com materiais pré-ligados;

- Os corpos de prova com mistura mostraram-se melhor em termos de difusibilidade entre os elementos de liga, em relação aos corpos de prova sem mistura, provavelmente pela baixa tensão de compactação. As micrografias obtidas tanto por MEV, assim como por MO de corpos de prova com mistura, apresentaram estruturas bem satisfatória similar as esperadas da liga com composição dentro dos parâmetros usados como referencia neste trabalho, obtidos por processos convencionais;

- Os resultados de dureza obtidos, confirmaram que apesar da não total difusão do Cromo, em todas amostras houve uma dissolução do Cromo suficiente para que tenham uma dureza boa, alcançando valores esperados;

- Apesar da formação da liga esperada, neste trabalho também se confirmou a real existência da problemática de dificuldade em se obter um material sólido, homogêneo pela sinterização de pós-elementares, ou seja, a difícil difusibilidade total entre elementos de liga sinterizados a partir de pós elementares;

- Não houve dissolução total entre os elementos em todas as amostras, e, a região analisada pela técnica EDS acoplado ao MEV, qualitativamente mostrou uma pequena região dentro da analisada, mais rica em Ferro, outra mais rica em Cromo e outra mais rica em Níquel, principalmente nos corpos de prova sem mistura, como mostraram os seus mapas, possivelmente pela falta de densificação, apesar de que a mistura global tenha uma proporção diferente;

- Segundo resultados obtidos por MEV/EDS, MO e Micro Dureza Vickers, evidenciou a formação da liga esperada, Inconel 600, podendo-se afirmar que com este estudo, nas variáveis e procedimentos metodológicos aqui aplicados teve um impacto positivo na criação condicional para a formação da liga 76%Ni-8%Fe-16%Cr, ou seja, houve a formação da liga esperada, inconel 600 por sinterização de pós elementares e com propriedades mecânicas esperadas.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Pelos resultados que este trabalho apresentou, sugere-se para trabalhos futuros:

- Realizar ensaios de corrosão e outros ensaios mecânicos como tração, compressão, charpy e fadiga para caracterizar por completo outas propriedades da liga;
- Aumentar a tensão de compactação para amostras sem misturas para que obtenha melhor difusão;
- Comparar e/ou analisar todos os fatores financeiros envolvidos na obtenção da liga inconel 600 por pós elementares em relação aos pré-ligados, para melhor completa evidencia de que os sinterizados por pós elementares são mais economicamente viável;
- Pela influência que o Cromo tem quanto a porosidade nos sinterizados, para próximos trabalhos sugere-se análise de grau de porosidade em todos experimentos através do programa IMAGEJ®;
- Analisar o tamanho de poros na microestrutura final do sinterização;
- Sugere-se também que se use % de Cromo um pouco abaixo do que se usou neste trabalho, mas dentro dos parâmetros recomendáveis para a liga em causa, pois, quanto mais Cromo difícil é a divisibilidade dificultando a difusão que resulta geralmente em maior grau de porosidade;
- Realizar mais experimentos com pós elementares usando diferente valor de temperatura de sinterização, e em tempos variados, com tensões de compactação diferentes também para identificação de outros possíveis resultados;
- Uso de tempo mínimo de 270 minutos e acima de 360 minutos;
- Estudar mais a problemática existente na dificuldade de difusão entre elementos de liga em sinterizados por pós elementares.

REFERÊNCIAS

ASKELAND, D. R., FULAY, P. P., BHATTACHARYA, D. K. 2010. Essentials of Materials Science and Engineering, *SI Edition, Second Edition, Cengage Learning.*

ASHBY, M. A. 1974. First Report On Sintering Diagrams, Acta Metallurgica, Vol 22.

ASM. 10th 1990. Nickel and nickel alloys*. In: (Ed.). Properties and selection of nonferrous alloys and special-purpose materials.* Ed. ASM *International. Metals Park, Ohio, v.1.*

ASM, Stainless Steels for Design Engineers. ASM International, 2008.

ASTM International, 1997. ASTM E92 Standard Test Method for Vickers Hardness and Knoop Hardness of metallic Materials, *West Conshohocken, USA.*

ASTM, 2004. Handbook of Comparative World Steel Standards, *Third Edition.*

ASM International, 1990. Metals Handbook-Volume 7 Powder Metal Technologies and Applications. *Materials Park, Ohio : ASM Internacional,.*

Article in *Materials Selection and Design,* Vol 20, *ASM Handbook,* 1997, p 745-753.

ASM International, 2002. ASTM E384 Standard Test Method for microindentation Materials, West Conshohocken, USA.

ASTM International, 2015. ASTM B933 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Powder Metallurgy (PM) Materials, *West Conshohocken, USA.*

ASTM International, 2008 ASTM B925 Standard Practices for Production and reparation of Powder Metallurgy (PM) Test Specimens, *West Conshohocken, USA.*

ASTM International, 2015. ASTM B962 Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle, *West Conshohocken, USA.*

ASTM International, 2008. ASTM B166/ B564 Gr Standard Practices for Production and Specifications of Inconel 600, West Conshohocken, USA.

ASTM International, 2015. ASTM B214 Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders, *West Conshohocken, USA.*

AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1987. Metals Handbook: Corrosion. *9th edition, Ohio, V. 13.*

ASM, 2004. Elements of Metallurgy and Engineering Alloy. ASM International.

Al-Qureshi, H. A., Galiotto, A.; Klein, A. N. On the mechanics of cold die compaction for powder metallurgy. Journal of Materials Processing Technology. 2005, V. 166, pág. 135–143.

BROOKS, C. R Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, 1984.

BRANDON, D. KAPLAN W.D. 2008. Microstructural Characterization of Materials, *2ª Ed., John Wiley and Sons.*

BRANDES, E. A. and G.B.BROOK (Editores), *Smithells Metal Reference Book, 7th edition. Butter-worth-Heinemann* Ltd., Oxford, 1992.

BRAGA, N. A.; FERREIRA, N. G. Obtenção de titânio Metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. São Paulo. Quim. Nova, Vol. 30, No. 2, 450-457, 2007.

BRITO, F. I. G., Medeiros, K. F. e Lourenço, J. M. Um Estudo Teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó. Holos. 2007, Vol. 3, pág. 204-211.

CHIAVERINI, V. 1992. Metalurgia do Pó. 3.ed. São Paulo: Editora ABM.

CHIAVERINI, V. - Tecnologia Mecânica, Volume II, 2a ed., Makron Books, 1986.

CALLISTER, W. D, Jr. 2002. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução, Rio de Janeiro, LTC Editora S.A.

CALLISTER, W. R.; RETHWISH, D. G. Materials Science and Engineering: An Introduction, Eighth Edition, Wiley 2009.

CARVALHO FERREIRA, J. M. G. 2002. “Tecnologia da Pulverometalurgia”, Fundação *Calouste Gulbenkian*, Lisboa 2002, págs. 19 – 35, 255 – 257.

CHIAVERINI, V. 2001. Metalurgia do Pó. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 326p.

CARSLAW. H. S. and J. C. JAEGER. *Conduction of Heat in Solids, 2nd edition, Clarendon Press,* Oxford, 1986.

CRANK. J., *The Mathematics of diffusion, 2nd edition, Clarendon Press,* Oxford, 1980.

COSTA, F. Síntese e Sinterização de Pós Compósitos do Sistema W-Cu. 2004. 195 f. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) – Universidade de São Paulo, São Paulo. 2004.

CAHN, R. W; HAANSEN, P. Physical Metallurgy Volume 3, Fourth Edition, Elsevier, 1996.

DE ALMEIDA BRAGA, N.; FERREIRA, N. G.; & CAIRO, C. A. A. 2007. "Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó." *Quim. Nova,* Vol. 30, No. 2, 450-457.

DELFORGE, D. Cavaco de um Aço Inoxidável Austenítico Reciclado por Metalurgia do Pó: Uma Rota Alternativa para o Reaproveitamento de Materiais Metálicos. 2007. 94 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2007.

DAVIES, G. A., PONTER, A. B., I. A. MENZIES, I. A. 1967. The Diffusion Of Chromium In Iron And Low Carbon Steels, ACTA METALLURGICA, VOL. 15.

DOBRZANSKI, L. A; BRYTAM, Z. 2007. Properties of duplex stainless steels made by powder metallurgy. *Archives of Materials Science and Engineering, Poland; v 28, n 4.*

DONACHIE, M. J. 1984. Superalloys Source Book. American Society for Metals, Ohio.

DREWETT, R. 1969. Diffusion coatings for the protection of iron and steel, *Anti-Corrosion Methods and Materials, Vol. 16, N. 6, pp. 10 - 14.*

European Powder Metallurgy Association - EPMA, 2014. Annual Report 2014, Disponível em <*http://www.epma.com/doc_details/382-annual-report-2014*>, Acessado em: Julho de 2016, no motor de busca *Google.*

European Powder Metallurgy Association - EPMA, Introduction to Powder Metallurgy, Disponível em <http://www.epma.com/doc_details/247-introduction- to-powder-metallurgy>, Acessado em: Julho de 2016, motor de busca Google.

FIG de Brito, KF Medeiros, JM Lourenço. Um Estudo Teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó - HOLOS, 2008.

GROOVER, M. P. 2010. Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes, and Systems. *4° ed. John Wiley & Sons.*

GELL, M.; KORTOVICH, C. S. et al. 1984. Superalloys. In: 5° International Symposrjm on Superalloys - High temperature alloys committee of the metallurgical, 1984.

GERMAN, R. M. 1991. Prediction of Sintered Density for Bimodal Powder Mixtures, *Metallurgical Transactions A, VOL. 23A, p. 1455*.

GOODFELLOW CATALOGUE. *Materials for Research and Development.* Cambridge, England, 1992/93.

GROOVER, M. P., Fundamentals of Moder Manufacturing, Prentice Hall, 1996.

GELL, M.; KORTOVICH, C. S. et al. Superalloys 1984. In: 5° INTERNATIONAL SYMPOSRJM ON SUPERALLOYS – HIGH TEMPERATURE ALLOYS COMMITTEE OF THE METALLURGICAL SOCIETY OF AIME, October 7-11, 1984, Pennsylvania. *Proceedings...* Pennsylvania, 1984. P. 399-419.

GERMAN, R. M.; BOSE, A. 1997. Injection molding of metals and ceramics. Metal Powder Industries Federation, Princenton, NJ.

HÖGANÄS, 2010. Handbook for sintered components, HÖGANÄS, Sao Paulo.

HUTH, S. THEISEN, W. Diffusion alloying – a new manufacturing method for PM tool steels, Powder Metallurgy, Vol. 52, N. 2, 2009.

HUTCHINGS, I. M. Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials. London: Edward Arnold, 1992.

HANEJKO, F. G. RUTZ, H.G ENGSTROM, U. JOHANSSON, B Properties of Diffusion Bonded Alloys Processed to High Densities, PMTech95 1995.

International Organization for Standardization, 1947. ISO entidade de padronização e normatização**,** Genebra, Suiça.

JHA, R., HAWORTH, C. W., ARGENT, B. B. 2001. The Formation of Diffusion Coatings on some Low-Alloy Steels and their High Temperature Oxidation Behaviour: *Part 1 Diffusion Coatings. Calphad, Vol. 25, No. 4, p. 651-665.*

JERNOT, J.P. CHERMANT, J.L. DESCHANVRES, A. MORDIKEB. L., Sintering Diagrams For Cobalt, Nickel And Iron Mat. Res. Bull., Vol. 17, pp. 815-822, 1982.

KANG, S. J. L. 2005. Sintering, Densification, Grain Growth and Microstructure. Elsevier.

Karageorgiou,V.; Kaplan, D. Porosity of 3D biomaterial scaffols and osteogenesis. Biomaterials. 2005, Vol. 26, pág. 5474-5491.

KALPAKJIAN, S., Manufacturing Engineering & Tecnology, 4th ed, Addison Wesley, 2000.

LASSNER, E., SCHUBERT, Wolf-Dieter, 2010. Tungsten – Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds – Vienna University of Technology, Vienna, Austria – p. 321 – 362.

LOURENÇO, J. M. Evolução microestrutural de ferro puro e ligas ferrosas sinterizadas por plasma. Dissertação de doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Fevereiro de 2004.

LUND, J. A., IRVINE, W. R., MACKIW, V. N. 1962. Studies of the sintering and homogenization of Nickel-Copper compacts, *Powder Metallurgy, Vol. 10.*

MARTIN, C. L., BOUVARD, D., SHIMA, S. 2003. Study of particle rearrangement during powder compaction by the Discrete Element Method. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids Vol. 51, p. 667 - 693.*

MORO, N; AURAS, A. Processos de Fabricação: a metalurgia do pó e o futuro da indústria. Florianópolis: Cefet-SC, 2007.

MITCHELL, D. R. G., YOUNG, D. J., KLEEMAN, W. Corrosion 1992, paper no. 302. NACE international, Houston, TX, 1992.

NARASIMHAN, K. S. 2001. Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy, *Materials Chemistry and Physics,* Vol. 67, p. 56–65.

NEVES, M. D. M. Sinterização de misturas de pós de liga de ferro para aplicações automotivas. Tese de Doutorado (Dotorado em Ciencias na Area de Engenharia Nuclear – Materiais), Instituto de Pesquisas Energeticas e Nucleares – IPEN, Universidade de Sao Paulo - USP, 2005.

NEVES, E. B. Sinterizacao de Misturas de Pós Elementares de uma liga de Fe-22,5Cr-5,5Ni. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecanica), Programa de Pós-Graduacao em Engenharia Mecanica, Universidade Federal do Rio Grande – Furg, Rio Grande, 2015.

Powder Metal Technologies and Applications was published in 1998 as Volume 7 of *ASM Handbook.*

POQUILLON, D., LEMAITRE, J., TAILHADES, P. & LACAZE, J. Cold compaction of iron powders — relations between powder morphology and mechanical properties Part I : Powder preparation and compaction. 126, 65– 74 (2002).

REZENDE, M. C.; ARAÚJO, L. S.; GABRIEL, S. B.; DILLE, J.; DE ALMEIDA, L .H. 2014. Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain

aging temperatures in Inconel 718 superalloy. *Alloys and Compounds, Volume 643, Supplement 1, 15 September 2015, Pages S256–S259, ISMANAM 2014.*

REALUM. Inconel 600. Disponível em:< http://www.realum.com.br/inconel.php> Data de acesso: 30 de Junho 2015.

SERRA, E. 1981. Stress Corrosion Cracking of Alloy 600. *Special Report by Electric Power Research histitute.* Palo Alto, California, (EPRINP-2114-SR).

SIMS, C. T.; HAGEL, W. C. *The Superalloys. Ed. by Sims and Hangel. J. Willey, New York. 1972.*

SAMAL, P. K. HU, B. HAUER, I. MARS, O**.** 2007. Optimization of corrosion Resistance and Machinability of PM 316L Stainless Steel, *Presented at Powder Metallurgy 2007.*

SCHNEIDER, T. H. Sinterização de Misturas de Pós de Fe-Cr e Fe-Cr-Ni Para a Formação de ligas por Difusão. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecanica), Programa de Pós-Graduacao em Engenharia Mecanica, Universidade Federal do Rio Grande – Furg, Rio Grande, 2016.

SLOTWINSKI, E. J. GARBOCZI, J. A. STUTZMAN, P. E. FERRARIS, FWATSON, . S. S. PELTZ, M. A. 2014. Characterization of Metal Powders Used Additive Manufacturing, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Volume 119.

SILVA, Cleiton Carvalho. Revestimentos de liga de níquel depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio - aspectos operacionais e metalúrgicos. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia e Ciências dos Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010. 325f.

UPADHYAYA, A.; Fujiki, A. Industrial PM research in good shape in japan. Metal Powder Report, Oxford, Janeiro, 2000.

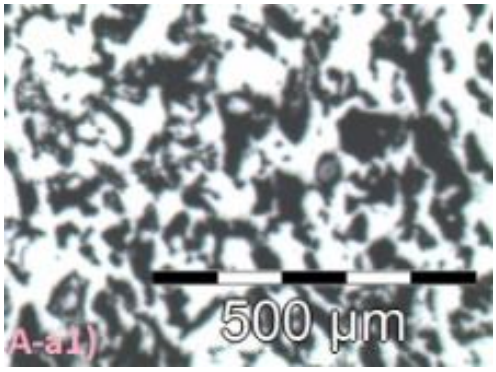
UPADHYAYA, G. S; Powder Metallurgy Technology, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, 1992.

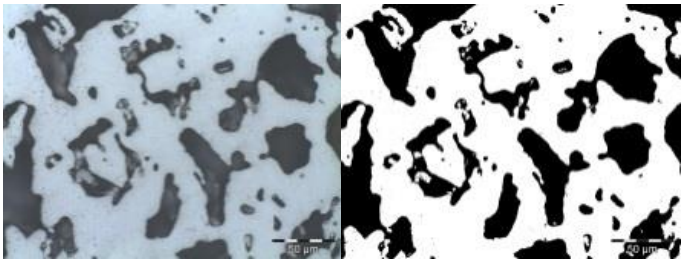
WILLIAMS, P. I. FAULKNER, R. G. Chemical volume diffusion coefficients for stainless steel corrosion studies, JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE Vol. 22, pp 3537-3542, 1987.

APÊNDICE A – Resultados de amostras parciais deste estudo

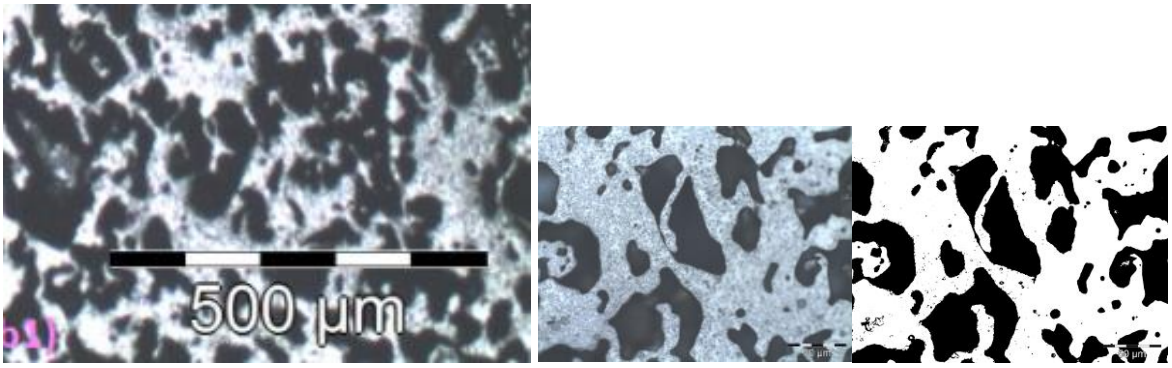
Dois experimentos A e B em %: A- Ni = 48%; Fe = 20%; Cr = 32% e B- Ni = 48%; Fe = 15%; Cr =37%. Compactados a 950MPa e sinterizados a 1200ºC em forno EDG – 3000 por 360 minutos.

Análise por microscopia ótico e análise de grau de porosidade através do programa IMAGEJ®



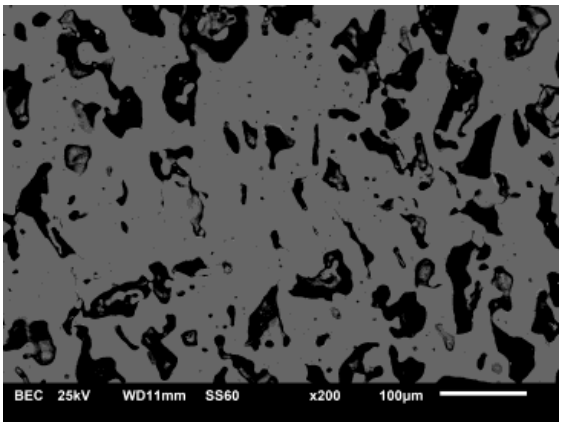


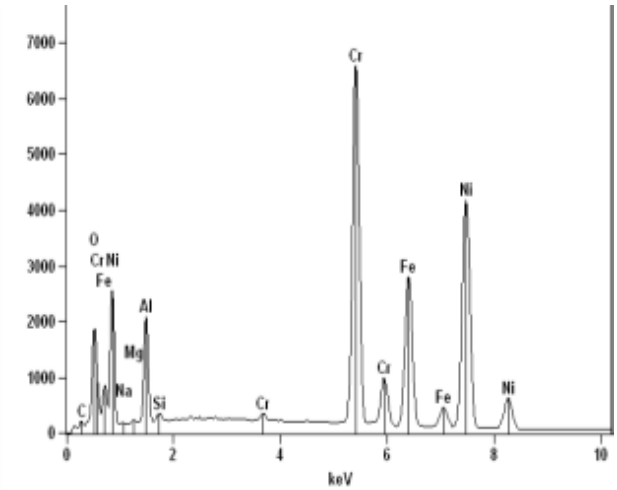
30% de porosidade

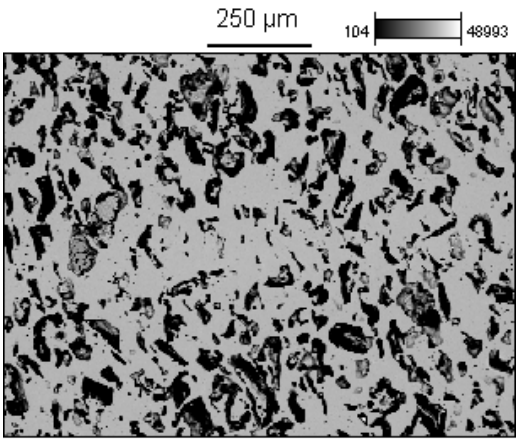


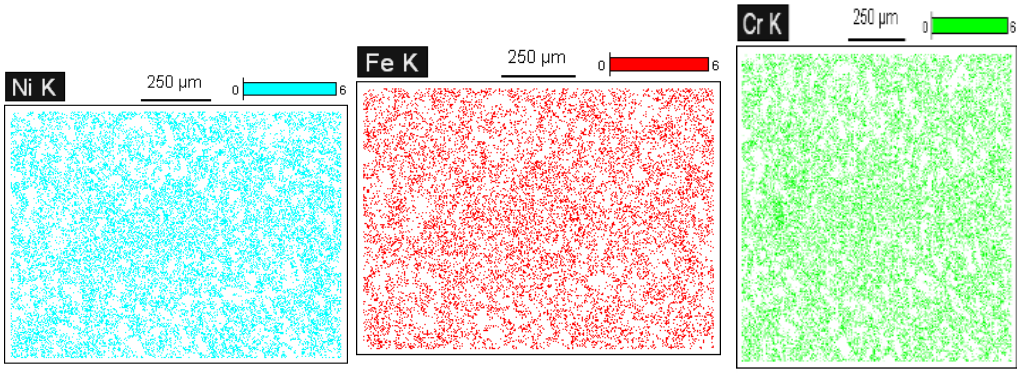
40% de porosidade

MEV e mapeamento via EDS de Experimento A:

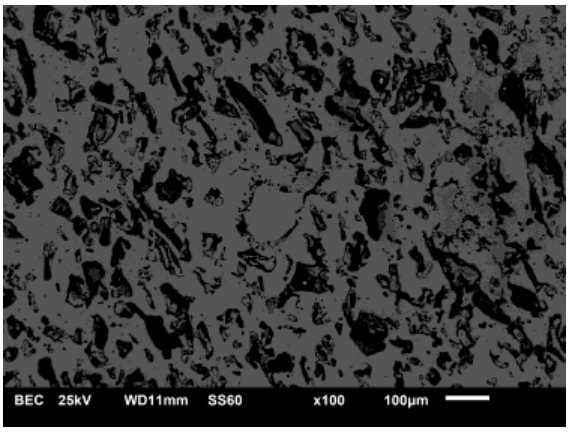


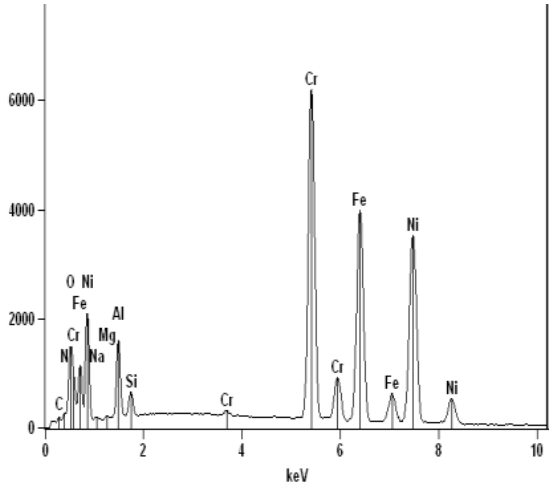


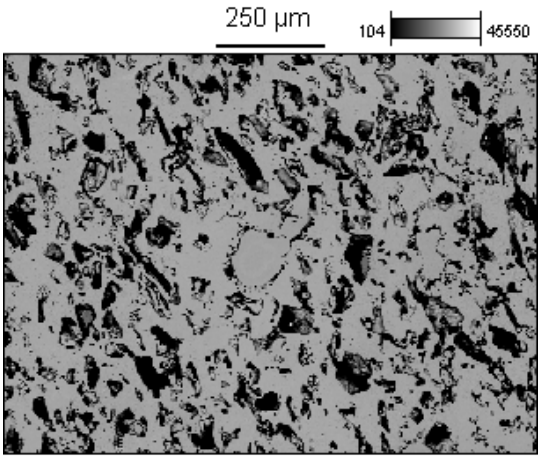


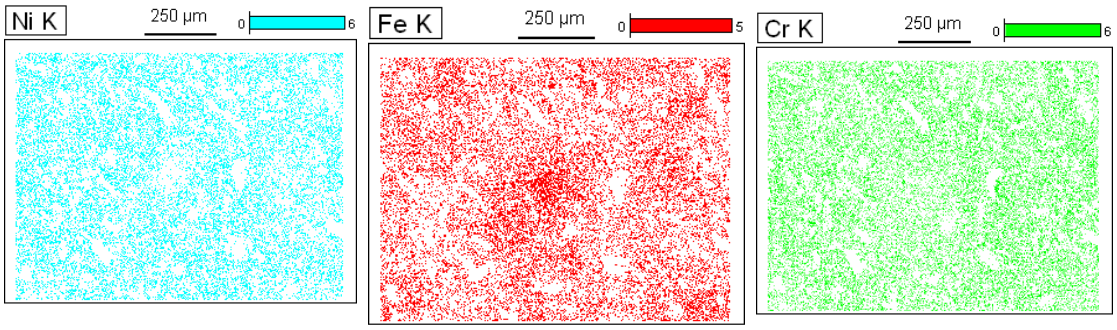


MEV e mapeamento via EDS de experimento B:



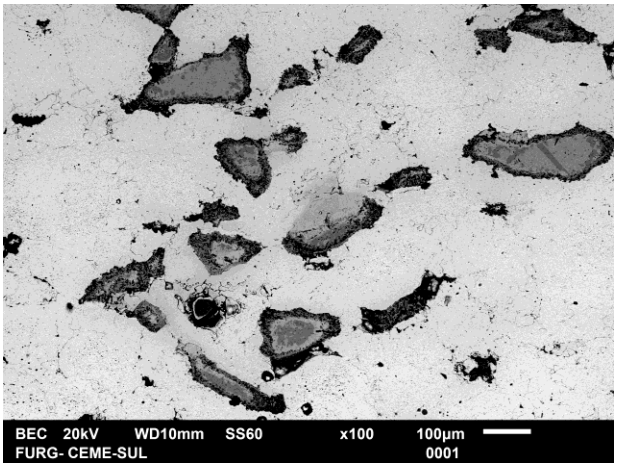


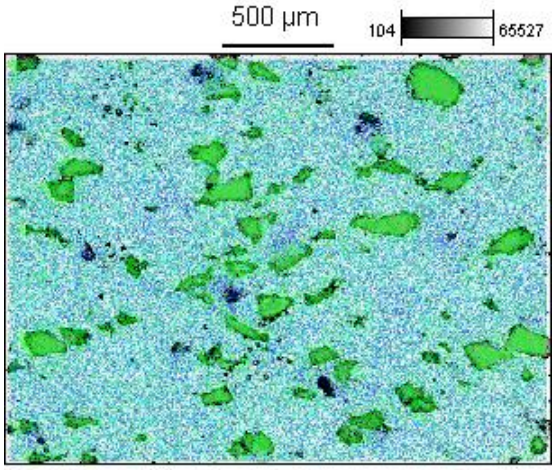


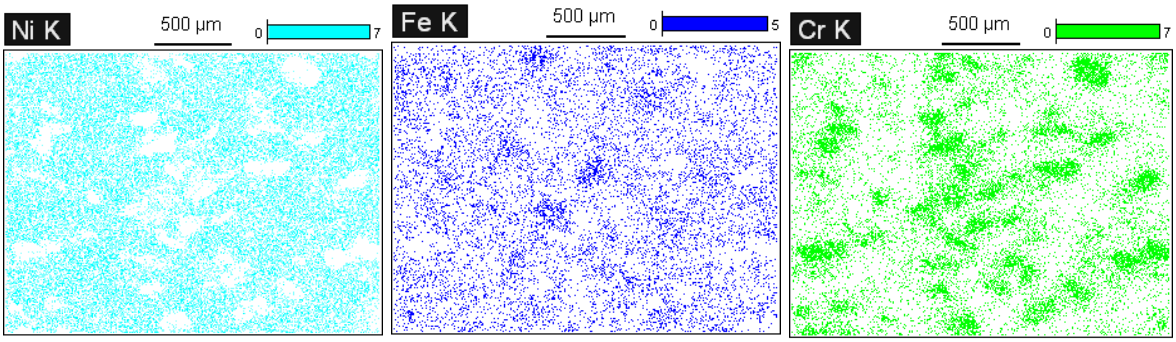
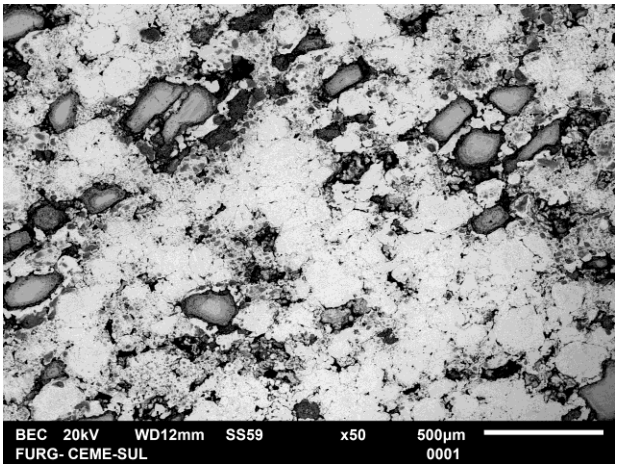
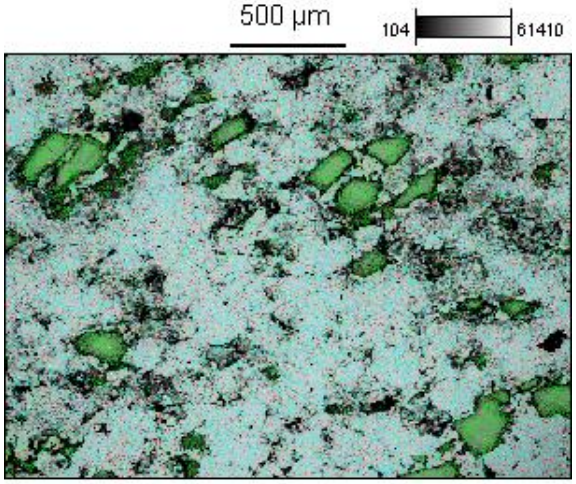
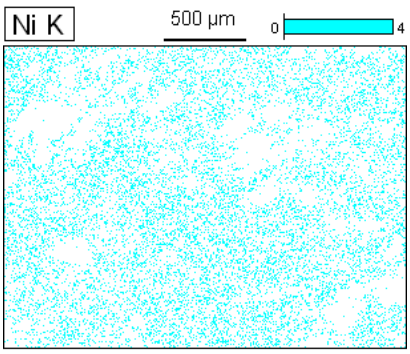
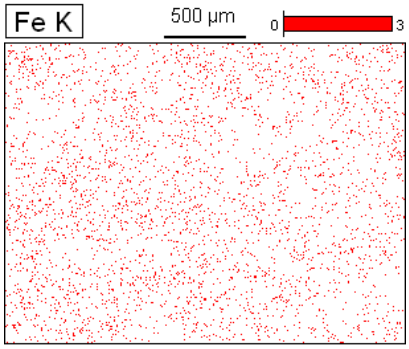
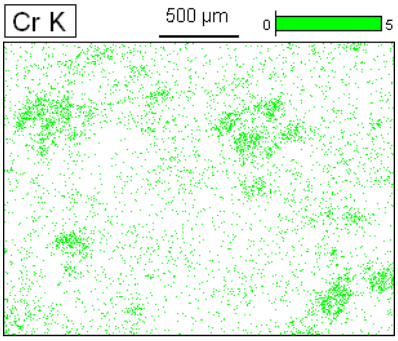

Ni K
250 µm
0
6
Fe K
250 µm
0
5
Cr K
250 µm
0
6

APÊNDICE B: Análise de amostras pré-teste de Inconel 600

Corpo de Prova com mistura: Compactado a 1000MPa, sinterizada por 270 minutos a 1200ºC.







Corpo de Prova com mistura B: Compactado a 1000MPa, sinterizada por 360 minutos a 1200ºC.