



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

CÂNDIDO JORGE DE SOUSA LOBO

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS Fe-Ni e Fe-Ni-Mo
PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ.

FORTALEZA

2014

CÂNDIDO JORGE DE SOUSA LOBO

ESTUDO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE LIGAS Fe-Ni e Fe-Ni-Mo
PROCESSADAS POR METALURGIA DO PÓ.

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciências dos Materiais. Área de concentração: Propriedades físicas e mecânicas dos materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva.

Co-orientador: Prof. Dr. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira.

FORTALEZA

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca de Pós-Graduação em Engenharia - BPGE

-
- L782e Lobo, Cândido Jorge de Sousa.
Estudo das propriedades mecânicas de ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo processadas por metalurgia do pó /
Cândido Jorge de Sousa Lobo. – 2014.
158 f. : il. color. , enc. ; 30 cm.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de
Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de
Materiais, Fortaleza, 2014.
Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais.
Orientação: Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva.
Coorientação: Prof. Dr. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira.
1. Ciência dos materiais. 2. Moagem de alta energia. 3. Raios X - Difração. 4. Mecânica - Ensaios.
I. Título.



Universidade Federal do Ceará
Centro de Tecnologia
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais

PARECER DA COMISSÃO DE TESE DE DOUTORADO

CÂNDIDO JORGE DE SOUSA LOBO

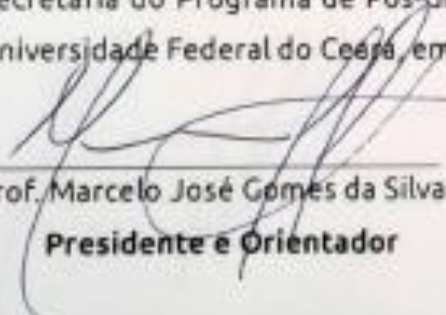
Estudo das propriedades mecânicas de ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo processadas por metalurgia do pó

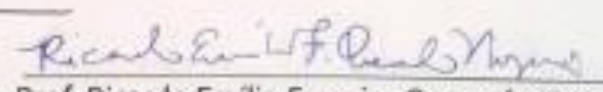
A Comissão de Tese composta pelos professores **Marcelo José Gomes da Silva**, Presidente e Orientador, da Universidade Federal do Ceará; **Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira**, co-orientador, da Universidade Federal do Ceará; **Jeferson Leandro Klug**, da Universidade Federal do Ceará; **Marcelo Camargo Severo de Macêdo**, da Universidade Federal do Espírito Santo e **Wanderley Ferreira de Amorim Júnior**, da Universidade Federal de Campina Grande; considera o candidato:

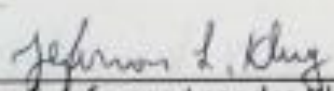
APROVADO

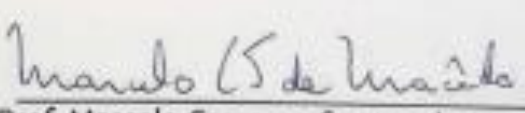
NÃO APROVADO

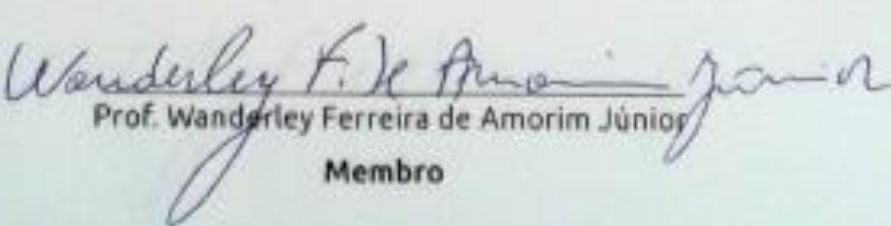
Secretaria do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, em 30 de maio de 2014.


Prof. Marcelo José Gomes da Silva
Presidente e Orientador


Prof. Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira
Membro


Prof. Jeferson Leandro Klug
Membro


Prof. Marcelo Camargo Severo de Macêdo
Membro


Prof. Wanderley Ferreira de Amorim Júnior
Membro

A Deus.

A meus pais, Miguel Matias e Elsa Maria.

A minha esposa, Francisca.

Ao meu filho, Miguel Lobo.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me manter com saúde e nunca permitir que eu desistisse deste sonho.

À meus pais, pelos valorosos ensinamentos e toda dedicação na educação dos filhos, por todo amor, carinho e compreensão nas horas mais difíceis. Essa vitória é de vocês por merecimento.

À minha esposa e meu filho que se tornaram peças fundamentais na minha vida e estímulo para a conclusão desta obra.

Ao professor, orientador e amigo prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva, por toda a paciência e sabedoria transmitida.

Aos demais professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais por todo o apoio, em especial o co-orientador Ricardo Emílio Ferreira Quevedo Nogueira, por me abrir as portas do programa e assim permitir a concretização desse sonho.

Ao coordenador do Lacam (Laboratório de Caracterização de Materiais da UFC) prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, por disponibilizar toda a infraestrutura do laboratório para as análises e ensaios do presente trabalho.

Ao coordenador do Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos prof. Dr. Igor Frota de Vasconcelos, pela disponibilidade de equipamentos e apoio no processamento de moagem dos pós.

À Universidade de Fortaleza, em especial a professora Lúcia Barbosa por toda confiança, ensinamento e apoio na fabricação dos moldes além da compreensão nas ausências da universidade pelo tempo que fui colaborador da mesma.

Ao Instituto Federal do Ceará (IFCE) e Faculdade Católica Rainha do Sertão (FCRS) por todo apoio dado pelo tempo que também fui colaborador dessas instituições.

À Universidade Federal Rural do Semiárido (UFERSA) pelo apoio prestado na aquisição de matéria prima e disponibilidade dos laboratórios para realização de ensaios.

Aos meus colegas professores da UFERSA: Manoel Quirino, Rodrigo Codes, Luis Morão, Fernanda, Victor, Zoroastro Vilar, Fabrício, Alex, Romulo, Edson e Evaristo pelo apoio e companheirismo principalmente na reta final desta caminhada.

Aos meus colegas de programa de pós graduação: Jorge Luis, Luiz Paulo, Mohammad, Flavinho, Iran, Halison, Joelane, Suely, Neuman, Francisco Iran e Everton, por todo o companheirismo e ajuda nas disciplinas.

Aos bolsistas de iniciação científica que passaram pelo projeto: Nathalia, Amanda, Mirela e Giovanni, pela dedicação do tempo, esforço e conhecimento na construção deste trabalho.

Aos profissionais, técnicos e tecnólogos em mecânica: Karlisbênio Tarso, Romário, Ruy e José Milton, por todo apoio técnico e ajuda nos ensaios.

À professora Evanice Avelino pela ajuda nos resultados estatísticos que muito ajudaram na conclusão do trabalho.

Aos meus amigos/irmãos: Daut de Jesus, George Oliveira, Pedro Henrique, Cristiano Sousa, Herlânio Pessoa, Lia Mayra e Neurismar Araújo por todo incentivo dado, apoio nas noites sem dormir, e dedicação a causa.

Muito Obrigado a todos!

RESUMO

Os produtos feitos de ferro puro contendo Ni expandiram enormemente as aplicações de produtos sinterizados, incluindo a fabricação de peças que suportam altas cargas em automóveis tais como transmissões. O diagrama de equilíbrio de ligas Fe-Ni demonstram a presença de fases α e FeNi_3 , porém as transformações de fases necessitam de uma satisfatória homogeneização química, obtidas por processos convencionais de fabricação de ligas por elevação dos componentes ao estado líquido. Já a sinterização por fase sólida facilita a formação de clusters, uma vez que as partículas se unem sem mudança de estado, o que implica em regiões cuja composição química difere bastante da composição global. Deste modo, este trabalho pretende contribuir com um estudo direcionado a identificação de fases em ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo sinterizadas a temperatura de 1100°C e processadas por moagem de alta energia (MAE), de forma a avaliar: a interface dissimilar formada entre os elementos, analisar os fenômenos encontrados na mesma e identificar características metalúrgicas após a sinterização que contribuam para aumento da dureza, microdureza, limite de resistência a tração e módulo de elasticidade. O estudo apresentará a determinação do diagrama de equilíbrio através do software ThermoCalc, técnicas de difração por raios X e espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS), além de análises de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados mostraram a presença das fases estáveis como α (CCC) e fase metaestáveis como FeNi (CFC Austenita). As análises microscópicas demonstram também uma heterogeneidade com diferentes percentuais de Níquel e Ferro ao longo das amostras.

Palavras-Chave: Ferro-Níquel, Metalurgia do pó, Moagem de Alta Energia, Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

The products made of pure iron containing Ni greatly expanded the applications of sintered products , including the manufacture of parts that withstand high loads such as transmissions in cars . The equilibrium diagram of Fe-Ni alloys demonstrate the presence of α and FeNi₃ phase , but the phase transformations require a satisfactory chemical homogenization obtained by conventional processes for production of alloys by elevation of the liquid components . The solid-phase sintering facilitates the formation of clusters , since the particles together without change of state, which implies regions whose chemical composition differs significantly from the overall composition . Thus , this paper aims to contribute to a study aimed at identifying phases in alloys Fe - Ni and Fe - Ni - Mo sintered at temperature of 1100 ° C and processed by high energy ball milling (RBM) in order to assess the following: interface formed between dissimilar elements , analyze the phenomena found in it and identify metallurgical characteristics after sintering contributing to increased hardness, microhardness , ultimate tensile strength and modulus of elasticity . The study shall determine the equilibrium diagram through Thermocalc software , diffraction , X-ray spectrometry and X-ray energy dispersive (EDS) , and the analysis of optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM) . The results showed the presence of stable phases as α (CCC) and metastable phase as FeNi (CFC austenite). The microscopic analysis also demonstrated heterogeneity with different percentages of Nickel and Iron along the samples.

Keywords : Iron -Nickel , Powder metallurgy , mechanical alloying , Mechanical Properties

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ilustração das diversas formas de partículas: a) Fibroso; b)Dendrítico; c) Poligonal; d) Arredondado; e) esférica; f) irregular.....	28
Figura 2 – Multiplicação dos pontos de contato por redução do tamanho médio de partícula.....	29
Figura 3 – Comportamento da densidade relativa X pressão aplicada: a) proposta por Heckel; b) Proposta por Helle.....	31
Figura 4 – Mecanismos de transporte individual de massa: (1) Difusão superficial (2) Evaporação e Recondensação (3) Difusão Volumétrica (4) Difusão em Contorno de Grão.	35
Figura 5 – Endurecimento de Ferrita α por adição de elementos de liga	42
Figura 6 – Diagrama de Equilíbrio do Sistema Ferro-Níquel.....	43
Figura 7 – Imagens da fase martensita presente em ligas Fe-Ni-Co	44
Figura 8 – Martensita induzida por tensões nas ligas Fe-Ni-C.....	45
Figura 9 – Imagens obtidas por SEM de estruturas de $FeNi_3$	47
Figura 10 - Micrografia de grãos de ferrita α e austenita γ em ligas Fe-18%Ni-0,5Cr.	48
Figura 11 – Molde cilíndrico para compactação de corpos de prova	50
Figura 12 – Molde metálico para fabricação do corpo de prova do ensaio de tração. a) Molde desmontado b) Molde montado.	51
Figura 13 – Moinho planetário para moagem de alta energia.	52
Figura 14 – Forno Mufla 1400°C sem proteção gasosa.	53
Figura 15 – Fluxograma da metodologia empregada no trabalho.	56
Figura 16 – Máquina de ensaios universal Instron	58
Figura 17 – Desenho esquemático do corpo de prova para ensaio de tração.	60
Figura 18 – Micrografias das partículas de pó de Fe puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.	61
Figura 19 – Micrografias das partículas de pó de Ni puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.	62
Figura 20 – Micrografia das partículas de Ni puro obtidas no MEV. a) 5.000X e b) 10.000X.....	63

Figura 21 – Micrografias das partículas de pó de Mo puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.	63
Figura 22 – Difratoograma do pó de ferro sem processamento.	65
Figura 23 – Difratoograma do pó de Níquel como recebido.	66
Figura 24 – Difratoograma do pó de Molibdênio como recebido.	67
Figura 25 – Curvas das análises termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA) para a mistura de Fe-30%Ni-1%Mo.	68
Figura 26 - Difratoograma da mistura Fe-30%Ni a baixa energia (25 rpm).	71
Figura 27 - Difratoogramas comparativos entre a mistura a baixa energia (25 rpm) e moagem de alta energia à 200 rpm por 1h, 2h, 4h.	72
Figura 28 - Diagrama obtido através do THERMOCALC de uma liga binária Fe-Ni.	74
Figura 29 – Diagrama obtido através do THERMOCALC de uma liga Fe-Ni-2% Mo	75
Figura 30 – Fração de austenita em função da temperatura para as ligas Fe30Ni e Fe28Ni2Mo.	76
Figura 31 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de uma amostra sinterizada a 1000°C – a) 500X, b)1000X.	77
Figura 32 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de uma amostra sinterizada a 1100°C em 2000X. a) Região 1, b) Região 2.	78
Figura 33 – Imagem obtida por microscopia óptica de uma amostra sinterizada a 1050°C.	79
Figura 34 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1000°C.	80
Figura 35 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1050°C.	81
Figura 36 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1100°C.	82
Figura 37 – Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 2ton para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.	83
Figura 38 – Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 4 t, para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.	84
Figura 39 – Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 6t para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.	85

Figura 40 – Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 8 t, para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.....	86
Figura 41 – Curva de dureza Rockwell B de amostras com cargas de compactação de 2 t, 4 t, 6 t, 8 t.	88
Figura 42 – Aspecto do corpo de prova após a compactação.....	89
Figura 43 – Micrografia da liga obtida no MEV após a sinterização - Magnitude 500X	90
Figura 44 – Micrografia obtida no MEV mostrando as regiões onde foram realizados o EDS. a) Região 1, b) Região 2.....	90
Figura 45 – Resultado do EDS das regiões 1 (Esquerda) e 2 (Direita)	91
Figura 46 – Micrografia indicativa de Line Scan para as duas regiões.	92
Figura 47 – Perfil de linha de composição química (Line Scan).....	93
Figura 48 – Micrografia da liga A1 com EDS de área: a) Identificação da área ensaiada por EDS de Área. b) Sobreposição dos elementos Fe e Ni com a micrografia da área. c) Imagem de EDS dos elementos (Fe - azul e Ni - verde).....	94
Figura 49 – Análise de EBSD para região entre as fases propostas para a liga A1. a) Padrão de Qualidade. B) Fases Identificadas: Ferrita α (amarelo) e Austenita (Vermelho).....	95
Figura 50 – Picos de difração de raios X da liga Fe-30%Ni sinterizada a 1100°C (A1)..	96
Figura 51 – Microdureza das fases da liga Fe30%Ni – 1100°C e 2 t.	97
Figura 52 – Microdureza das fases da liga Fe30%Ni – 1100°C e 8 t (A1).....	98
Figura 53 – Micrografia das Ligas aumento de 1000x. a) A1. b)B1. c)C1. d)D1	101
Figura 54 – Micrografia da liga B1 com fases identificadas para ensaio de EDS a) Região escura. b) Região Clara..	102
Figura 55 – Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga C1.....	103
Figura 56 – Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga D1.....	104
Figura 57 – Análise de EBSD para região entre as fases propostas para a liga C1. a) Padrão de Qualidade. B) Fases Identificadas: Ferrita α (amarelo) e Austenita (Vermelho).....	105
Figura 58 – Difratoograma de Raios X para as ligas A1, B1, C1, D1.....	106
Figura 59 – Perfil de dureza das ligas A1, B1, C1, D1.	107
Figura 60 – Corpos de provas das ligas sinterizadas C1, F1 e G1.	109

Figura 61 – Micrografias com ampliação de 1000X das ligas sinterizadas: a) C1, b) F1.	110
Figura 62 – Micrografia das regiões para EDS da liga F1.....	111
Figura 63 – Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga F1	112
Figura 64 – Difratoograma de Raios X para as ligas A1, C1 e F1.....	113
Figura 65 – Perfil de dureza das ligas A1, C1 e F1.....	114
Figura 66 – Micrografias com ampliação de 1000X das ligas sinterizadas: a) H1, b) H2, c) H3.	116
Figura 67 – Micrografia da liga H2 com identificação das regiões para EDS Pontual.	117
Figura 68 – Espectro de EDS da liga H2 para: a) Região 1; b) Região 2.....	118
Figura 69 – Micrografia da liga H3 com identificação das regiões para EDS Linear (Line Scan).	119
Figura 70 – Perfil de composição de EDS Linear para a liga H3 (Line Scan).	120
Figura 71 – Micrografia da liga H3 com EDS de área: a) Identificação da área ensaiada por EDS de Área. b) Imagem da distribuição de Partículas de Fe (vermelho). c) Imagem da distribuição de Partículas de Ni (verde) d) Imagem da distribuição de Partículas de Mo (branco).	121
Figura 72 – Difratoograma de Raios X para as ligas A1, H1, H2 e H3.....	122
Figura 73 – Perfil de dureza das ligas A1 H1, H2 e H3.	123
Figura 74 – Gráfico de Média das Durezas para a Variável Elemento de Liga – Curva de Tendência e Lei de Formação.....	130

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Produtos Sinterizados, aplicações e propriedades	23
Tabela 2 – Vantagens da MP em relação aos materiais e ao processamento para produções em larga escala	25
Tabela 3 – Temperatura e Tempos de Sinterização	34
Tabela 4 – Tabulação cronológica das fórmulas para calcular as temperaturas Ms e aplicação ao ferro puro.....	46
Tabela 5 – Composição química do pó de Fe obtida por FRX.....	64
Tabela 6 – Composição química do pó de Ni obtida por FRX.....	64
Tabela 7 – Composição química do pó de Mo obtida por FRX.	64
Tabela 8 – Relação entre picos observados nos difratogramas dos pós elementares e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg	67
Tabela 9 – Densidade aparente dos pós elementares	69
Tabela 10 – Relação entre picos observados nos difratogramas da figura 17 e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg	71
Tabela 11 – Densidade aparente da mistura Fe-30Ni processadas por Baixa Energia (25 rpm) e Alta Energia (200 rpm – 1h,2h,4h).....	73
Tabela 12 – Dados de EDX da amostra sinterizada a 1100°C.....	78
Tabela 13 – Determinação do percentual de porosidade da liga sinterizada a 1000°C, 1050°C e 1100°C	79
Tabela 14 – Dureza média em Hockwell B e desvio padrão dos corpos de prova sinterizados	82
Tabela 15 – Determinação do percentual de porosidade da liga compactada a 2t, 4t, 6t, 8t.	87
Tabela 16 – Dureza média Rockwell B e desvio padrão dos corpos de prova compactados a 2 t, 4 t, 6 t, 8 t.	88
Tabela 17 – Quantificação da composição química identificada pelo EDX pontual indicado na Figura 44.....	91

Tabela 18 – Relação entre picos observados nos difratogramas da figura 50 e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg	96
Tabela 19 – Média e desvio padrão para as medidas de microdureza Vickers das amostras na região da ferrita.....	99
Tabela 20 – Média e desvio padrão para as medidas de microdureza Vickers das amostras na região da fase Austenita.	99
Tabela 21 – Identificação e especificação das ligas processadas de acordo com as variáveis analisadas.	100
Tabela 22 – Quantificação da composição química identificada pelo EDX pontual indicado na Figura 44 53	101
Tabela 23 – Dureza média das ligas A1, B1, C1, D1	107
Tabela 24 – Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, B1, C1, D1: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração	108
Tabela 25 – Quantificação da composição química por EDX da liga F1	111
Tabela 26 – Dureza média das ligas A1, C1, F1	115
Tabela 27 – Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, C1, F1: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração	115
Tabela 28 – Quantificação da composição química por EDX da liga H2	119
Tabela 29 – Dureza média das ligas A1, H1, H2 e H3	124
Tabela 30 – Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, H1, H2 e H3: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração.	124
Tabela 31 – Síntese de propriedades obtidas para todas as ligas: Fases, Dureza, M.E. e LRT.	126
Tabela 32 – Porosidade das ligas obtidas para todas as variáveis estudadas (tempo de moagem, velocidade de rotação, % de molibdênio).	127
Tabela 33: Resultados exploratórios dos difratogramas das ligas.....	128
Tabela 34: Quantificação de fases por EBSD das ligas A1 (baixa energia) e C1 (alta energia).....	129

Tabela 35 – Resultados do Teste Anova para as propriedades de Dureza, M.E. e LRT das variáveis	130
--	-----

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
1.1	Prefácio.....	17
2	OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS	20
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1	Metalurgia do pó	21
3.1.1	<i>Classificação e aplicações da metalurgia do pó</i>	22
3.1.2	<i>Os pós metálicos</i>	26
a)	<i>Técnicas e processamentos de pós metálicos</i>	26
b)	<i>Redução</i>	27
c)	<i>Influência das características dos pós</i>	28
d)	<i>Compactação</i>	29
3.1.3	<i>Sinterização</i>	32
a)	<i>Temperatura de sinterização</i>	33
b)	<i>Sinterização por fase sólida</i>	34
c)	<i>Sinterização por fase líquida</i>	36
3.1.4	<i>Moagem de alta energia</i>	36
a)	<i>Variáveis do processo de moagem de alta energia</i>	38
3.2	Ligas ferro níquel	41
3.2.1	<i>Diagrama de equilíbrio Fe-Ni</i>	42
3.2.2	<i>A fase martensita nas ligas Fe-Ni</i>	43
3.2.3	<i>A fase austenita em ligas Fe-Ni</i>	46
3.2.4	<i>A fase FeNi_3 nas ligas Fe-Ni</i>	46
3.2.5	<i>A fase ferrita α nas ligas Fe-Ni</i>	47
3.2.6	<i>Influência do molibdênio como elemento de liga (EL)</i>	48
4	MATERIAIS & MÉTODOS	50
4.1	Materiais utilizados	50
4.1.1	<i>Pós metálicos</i>	50
4.1.2	<i>Moldes</i>	50
4.1.3	<i>Equipamentos</i>	51

4.2 Metodologia	54
4.2.1 Caracterização física (densidade aparente) e microestrutural dos pós. .	57
4.2.2 Processamento de moagem de alta energia (mae).....	57
4.2.3 Compactação dos corpos de prova.....	57
4.2.4 Estudo termodinâmico do sistema Fe-Ni e Fe-Ni-Mo.....	58
4.2.5 Sinterização e preparação dos corpos de prova sinterizados para análise metalúrgica.	58
4.2.6 Caracterização microestrutural para identificação de fases	59
4.2.7 Caracterização das propriedades mecânicas dos corpos de prova sinterizados	60
4.2.8 Cálculo do percentual de porosidade (% poros)	61
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
5.1 Caracterização dos pós elementares	62
5.1.1 Resultados de MEV	62
5.1.2 Fluorescência de raios X (FRX).....	65
5.1.3 Difração de raios X (DRX)	66
5.1.4 Termoanálises	69
5.1.5 Densidade aparente dos pós não processados.....	70
5.2 Caracterização dos pós após mistura.....	71
5.2.1 Difração de raios X (DRX) após mistura.....	71
5.2.2 Densidade aparente após mistura	74
5.3 Diagrama de equilíbrio.....	74
5.4 Estudos preliminares (temperatura de sinterização – pressão de compactação)	77
5.4.1 Temperatura de sinterização – análise microscópica.....	77
5.4.2 Temperatura de sinterização – porosidade.....	80
5.4.3 Temperatura de sinterização – resultados de dureza	81
5.4.4 Carga de compactação – análise microscópica.	84
5.4.5 Carga de compactação – porosidade	87
5.4.6 Estudo da pressão de compactação – resultados de dureza.....	88
5.5 Caracterização microestrutural Fe-30%Ni - 1100°C e 8 t (a1).	90
5.5.1 Microdureza da liga Fe-30%Ni – 1100°C – 2 t e 8 t (a1).	98
5.6 Influência das variáveis do processo.....	100

5.6.1	<i>Tempo de moagem</i>	101
a)	<i>Caracterização metalúrgica</i>	101
b)	<i>Propriedades mecânicas</i>	107
5.6.2	<i>Velocidade de rotação (rpm)</i>	109
a)	<i>Caracterização metalúrgica</i>	109
b)	<i>Propriedades mecânicas</i>	114
5.6.3	<i>Elemento de liga (Mo)</i>	116
a)	<i>Caracterização metalúrgica</i>	116
b)	<i>Propriedades mecânicas</i>	124
5.7	Considerações finais: ligas por variável	126
5.7.1	<i>Síntese dos resultados</i>	126
5.7.2	<i>Teste de significância anova para as propriedades</i>	130
6	CONCLUSÕES	133
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	135
	REFERÊNCIAS	136
	APENDICE A – ARQUIVOS CIF DAS FASES UTILIZADAS NO TRABALHO	143
	APÊNDICE B – ARQUIVOS PDF DAS FASES UTILIZADAS NO TRABALHO	155

1 INTRODUÇÃO

1.1 Prefácio

A Metalurgia do Pó (MP) é uma técnica de obtenção de peças metálicas fortemente difundida no cenário mundial, principalmente no ramo automotivo. A crescente utilização se dá devido a alta produtividade, minimização dos custos energéticos para transformação, redução de perdas de matéria prima e um bom controle dimensional e estrutural. Para determinados componentes, esta é a única técnica possível de fabricação, onde se procura formas complexas ou conformação de materiais com alta resistência mecânica. O Brasil atualmente detém uma boa parcela deste mercado, embora os maiores usuários desta tecnologia continuem sendo Estados Unidos, Japão e Europa.

A indústria automotiva e seus fornecedores cada vez mais estão substituindo componentes feitos por processos tradicionais pela metalurgia do pó, que permite obter formas mais complexas e que atendam as exigências técnicas do projeto. Componentes de motores projetados com formas complexas, elevada precisão e expostos a ambientes com alto nível de agressividade corrosiva, são alvo de esforços e estudos.

Este método de processar materiais consiste basicamente no aquecimento de uma massa de pós, compactados a uma dada pressão e com geometria específica, a uma temperatura abaixo do ponto de fusão do componente principal da liga. Com o uso desta técnica, é possível obter as propriedades físicas, químicas e mecânicas desejadas, tendo-se, desta forma, considerável economia de energia quando comparado a outros processos de fabricação, como por exemplo, a fundição. A principal vantagem da metalurgia do pó é a possibilidade de obtenção do componente com geometria, dimensões e microestrutura já no estado final desejado.

A MP basicamente é composta por quatro etapas: Produção e obtenção dos pós, mistura, compactação e sinterização. A sinterização compreende uma fase importante no processo de consolidação da estrutura, onde são verificadas as transformações de fases, união de partículas dissimilares, redução de porosidade e conseqüentemente formação da resistência mecânica final.

Outro fator que influencia diretamente nas propriedades mecânicas das ligas processadas por MP é o processo de formação do particulado, classificados por mistura (Baixa energia) e moagem (alta energia). A moagem de alta energia constitui na quebra e micro soldagem de partículas, implicando na formação de novas fases intermetálicas que contribui significativamente para as propriedades finais da liga.

A grande dificuldade envolvendo esses componentes é relacionada a combinação de propriedades a serem desenvolvidas que atendam aspectos como altas resistências mecânicas, além do menor custo possível.

Adições de elementos de liga em aços sinterizados tem sido alvo de intensas pesquisas em diversos países. Em geral, os desenvolvimentos envolvem estudos de aprofundamento da técnica de sinterização, com o objetivo de alcançar conhecimento sobre o comportamento das diversas ligas e de suas aplicações em inúmeras áreas da engenharia.

Aços sinterizados a base de cobre e níquel são os mais utilizados para a fabricação de peças estruturais. O níquel, pode ser adicionado à matriz de ferro na mistura para posterior formação da liga durante o processo de sinterização. Os produtos feitos de ferro puro contendo Ni parcialmente difundido as aplicações de produtos sinterizados, incluindo a fabricação de peças que suportam altas cargas em automóveis tais como transmissões e suspensão.

Trabalhos envolvendo elementos de ligas já foram desenvolvidos. A sinterização de ligas utilizando materiais pré-ligados, por exemplo, Fe-Cr, Fe-Ni-Cu, Fe-Cr-C, Fe-Mo-Si, adicionados ao pó de ferro para formação de liga, têm sido estudados por Kawata (2003) para uso em inserto de assento de válvula de exaustão. Pós pré-ligados Fe-4Ni-0,5Mo, com adições suplementares de níquel e cobre, foram pesquisados por Tsutsui (2008) para utilização em peças com elevada resistência mecânica, como engrenagens. Em materiais estruturais sinterizados, propriedades mecânicas foram melhoradas pela adição de elementos de liga com alta temperabilidade, começando com a liga do sistema Fe-Cu-C, tornando possível alcançar propriedades nunca alcançadas em materiais convencionais.

Os diagramas de equilíbrio apresentam as transformações de fase possíveis em um material no qual os componentes foram levados ao estado líquido para a formação da liga, o que favorece uma melhor homogeneização da mistura. Já

a sinterização por fase sólida facilita a formação de clusters, uma vez que as partículas se unem sem mudança de estado, o que implica em regiões cuja composição química difere bastante da composição global. O níquel é estabilizador da austenita, e no plano da metalurgia do pó, forma uma solução sólida com o ferro.

A obtenção do equilíbrio envolve altas taxas de difusão, contudo, para a temperatura de 600°C a taxa é $D=10^{-22}$ m²/s, caindo consideravelmente em temperaturas mais baixas. Consequentemente são necessários tempos muito longos para se estabelecer o equilíbrio GALLAS(1992).

Muito embora objeto de inúmeros experimentos científicos, não existe ainda uma teoria universalmente aceita para explicar os mecanismos envolvidos na Metalurgia do Pó, como sinterização, compactação e microestruturas resultantes. Estas variáveis dependem muito da característica física do material e das condições de processamento.

Deste modo, este trabalho pretende contribuir com um estudo inovador na fabricação de uma liga Fe-30%Ni, com adição de elementos de liga (Molibdênio), utilizado como material estrutural, de forma a avaliar: a interface dissimilar formada entre os elementos, analisar as transformações de fases encontradas na mesma, estudar as características físicas e metalúrgicas após a sinterização, e a influência das variáveis de processo nas propriedades mecânicas da mesma.

2 OBJETIVOS GERAL E ESPECÍFICOS

Este trabalho tem como objetivo investigar os efeitos das variáveis de processo em ligas Fe-30%Ni obtidos por Metalurgia do Pó, considerando parâmetros relacionados a melhoria das propriedades mecânicas e metalúrgicas.

Os objetivos específicos do trabalho são:

- Identificar as fases presentes nas ligas, comparando com os diagramas de equilíbrio obtidos por meio do Software ThermoCalc, a fim de obter as fases formadas;
- Determinar a influência do Molibdênio (elemento de liga) nas características metalúrgicas, propriedades mecânicas de dureza e tração do material;
- Avaliar a influência das variáveis pressão de compactação e temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas de dureza e tração do material;
- Estudar e analisar o comportamento da liga, obtida por moagem de alta energia, com ênfase nas variáveis de velocidade de rotação e tempo de moagem, em relação a mistura simples (baixa energia);
- Avaliar a interface entre os pós dos diferentes componentes (Fe-Ni e Fe-Ni-Mo), de forma a correlacionar a difusão entre os mesmos, com a formação das fases e características metalúrgicas resultantes.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Metalurgia do Pó

A Metalurgia do Pó (MP) é seguramente um dos processos de fabricação mais antigos que se tem conhecimento. Os primeiros grandes artefatos dessa técnica são datados de 6000 a.C., onde se evidencia grandes peças de ferro obtidos através da mistura de minério e carvão de lenha. (MOURISCO, 1995)

Os primeiros produtos considerados mais modernos fabricados pela MP só foram concebidos no início do século XX quando surgiram os primeiros filamentos de Tungstênio para lâmpadas elétricas incandescentes. Com o avanço de outras técnicas e processos como a usinagem por exemplo, a MP foi importante no processo de obtenção de ferramentas de corte ou estampos. As primeiras ferramentas feitas de carbonetos de Tungstênio e Titânio vieram na década de 20 e tinham como objetivo promover um avanço nas possibilidades de materiais usinados visto que por esse método se tinha a limitação da dureza. (DE BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008)

No início do século XX, foram desenvolvidos processos para obtenção de peças de tungstênio (temperatura de fusão = 3410°C) e de molibdênio (temperatura de fusão = 2610°C) por metalurgia do pó. Mas a produção só se expandiu mesmo após a Segunda Guerra Mundial, para atender à demanda da florescente indústria automobilística. Hoje são inúmeras as aplicações industriais de peças produzidas por este processo (MORO & AURAS, 2007).

Esta tecnologia, comparada à metalurgia convencional, tornou-se competitiva tanto por razões tecnológicas quanto por razões econômicas. Onde for preciso produzir grandes quantidades de peças, de formas complexas ou com material base de alto ponto de fusão, sempre haverá espaço para a metalurgia do pó. Este é um processo moderno, mas os avanços científicos e tecnológicos não param, e andam a passos cada vez maiores. E isso influencia tanto na indústria quanto na sociedade (MORO & AURAS, 2007).

Os principais avanços ocorreram no início do século XX, com o domínio dos processos de fabricação dos pó por redução e eletrólise a busca de uma técnica que permitisse a fabricação de peças com materiais refratários de alto ponto de fusão como o Tungstênio e o Molibdênio, até então limitados pelos processos já existentes.

Assim os primeiros produtos que marcaram o desenvolvimento do processo por MP tinham o Tungstênio como metal de base tais como os filamentos de lâmpadas elétricas e contatos elétricos (RAMAKRISHNAN, 1980).

3.1.1 Classificação e Aplicações da Metalurgia do Pó

A Metalurgia do Pó (MP) se apresenta no cenário atual como alternativa dentro dos processos de fabricação. Schaerer (2006), define MP como o ramo da indústria metalúrgica direcionado à produção de peças a partir de pós metálicos ou não metálicos, através de etapas importantes como obtenção do pó, compactação e tratamento de sinterização, quando necessário, em temperaturas abaixo do ponto de fusão do material de base, resultando em produtos com dimensões altamente precisas e com propriedades mecânicas desejadas.

A Metalurgia do pó objetiva transformar, sem fusão efetiva, pós metálicos e não metálicos usando pressão e calor, através de um tratamento térmico de sinterização que substitui a fusão clássica e que se realiza a uma temperatura menor que a temperatura de fusão da maioria dos materiais envolvidas (70%), permitindo obter peças com formato final ou próximo. É considerado um processo de conservação de energia, pois cerca de 94% da matéria prima inicial permanece após a sinterização, levando grande vantagem em relação a processos de fabricação convencionais. (PALMEIRA *et al.*, 2007)

Segundo Palmeira *et al* (2007), os produtos obtidos pela metalurgia do pó podem ser divididos em dois grandes grupos:

- Os materiais que por suas características próprias ou pelas propriedades finais desejadas, só podem ser obtidos pela técnica de compactação e sinterização, a partir de pós;
- Os produtos que, embora possam ser fabricados pelos processos metalúrgicos convencionais, têm na MP uma produção com mais eficiência, (facilidade de automação) e economia (extrusão de tubos sem costura).

O setor de metalurgia do pó vem experimentando desenvolvimento

tecnológico significativo no sentido de otimizar as propriedades dos materiais e a sua performance em serviço, a fim de atender indústrias altamente sofisticadas como aeroespacial, eletrônica e nuclear. Os principais avanços incluem desde os novos processos de consolidação, as recentes técnicas para produção de pós, e superligas com propriedades superiores aquelas fabricadas pelos processos metalúrgicos tradicionais. A Tabela 1 demonstra as aplicações por cada grupo de materiais utilizados na Metalurgia do pó.

Tabela 1 – Produtos Sinterizados, aplicações e propriedades.

PRODUTOS	APLICAÇÕES	MATERIAL	PROPRIEDADES
Estruturais	<ul style="list-style-type: none"> • Veículos Motorizados • Veículos Ferroviários • Eletrodomésticos • Máquinas Agrícolas • Mecânica Fina: Máquina de escrever e de calcular, fotocopiadoras e computadores. 	<ul style="list-style-type: none"> • Ligas de Ferro Puro • Fe-Cu-Ni • Fe-Cu-Ni-Mo • Fe-Cu-P 	<ul style="list-style-type: none"> • Boa Resistência Mecânica
Peças Porosas	<ul style="list-style-type: none"> • Filtros Metálicos • Mancais e Buchas Autolubrificantes • Condensadores • Próteses para uso medicinal • Eletrodomésticos 	<ul style="list-style-type: none"> • Ligas de Cu e Ni • Ligas Ferrosas Inoxidáveis 	<ul style="list-style-type: none"> • Alta tensão de Capilaridade
Materiais Refratários	<ul style="list-style-type: none"> • Indústria Bélica e Nuclear • Filamentos de Lâmpadas • Resistência de Fornos 	<ul style="list-style-type: none"> • Ligas de W-Mo Nb, Ta • Ligas de W com adições de 	<ul style="list-style-type: none"> • Altas resistências mecânicas a elevadas temperaturas e à Corrosão.

Materiais de Fricção	<ul style="list-style-type: none"> • Proteção contra Radiação • Ferramentas antivibratórias • Lâminas para turbina • Freio e Embreagens para Veículos Automotivos e aviões • Peças para barcos, guindastes, locomotivas, máquinas industriais e motores elétricos 	<p>Cu, Ni e Fe</p> <ul style="list-style-type: none"> • Ligas de Cu e Fe-Cu com adições de SiC e SiO₂ e Al₂O₃ 	<ul style="list-style-type: none"> • Alto ponto de fusão • Alto Coeficiente de Fricção • Boa resistência mecânica e ao desgaste • Boa condutividade térmica
Contatos Elétricos	<ul style="list-style-type: none"> • Reguladores de voltagem • Interruptores de ignição • Relés, disjuntores e contactores elétricos • Peças para a indústria automobilística 	<ul style="list-style-type: none"> • Ligas de W e Ag puros • Ligas de Ag-W e Ag-WC • Ag-Ni, Cu-W, Cu-WC 	<ul style="list-style-type: none"> • Boa resistência mecânica • Boa condutividade térmica e elétrica
Metal Duro	<ul style="list-style-type: none"> • Ferramentas para mineração e perfuração • Ferramentas para laminação, trefilação e extrusão • Matrizes e Punções para forja, estampagem, corte, compactação dos pós e Insertos para fresa. 	<ul style="list-style-type: none"> • Ligas WC-Co 	<ul style="list-style-type: none"> • Elevada Dureza e resistência ao desgaste • Boa resistência Mecânica • Alto ponto de fusão

Fonte: CHIAVERINI (2001)

A partir da classificação de materiais utilizados na MP, existe uma diversidade de aplicações para esse processo com as mais diversificadas características, podendo envolver aplicações de resistência ao calor, altas porosidades, dentre outros. GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ (2009).

Para Jesus Filho (2006), os insertos para assentos de válvulas na indústria automotiva são componentes fabricados por MP. São fabricados a partir de diversos materiais, desde bronze-alumínio até ferros fundidos e aços de alta liga. Quanto ao processo de fabricação, inicialmente eram feitos por fundição, mas atualmente assentos preparados por metalurgia do pó são comumente encontrados no mercado.

A aplicação mais importante, que responde por cerca de 70% do total das peças produzidas, é na indústria automotiva. Em 1999, as peças produzidas por MP para aplicações em veículos leves familiares americanos estavam em torno de 15,9 kg, o que representa aproximadamente 1% do peso total do automóvel. Diversos tipos de pós metálicos são fabricados comercialmente, com destaque para o pó de ferro, com uma produção somente nos EUA de aproximadamente 560.000 t/ano, que representa cerca de 74% do total produzido. (MORO & AURAS, 2007)

A MP é selecionada como rota de produção de peças industriais por duas razões básicas: menor custo do produto acabado em relação a outros processos; e ser o único processo de obtenção de determinados componentes.

As principais vantagens na seleção de materiais na manufatura de componentes automobilísticos por MP estão apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 - Vantagens da MP em relação aos materiais e ao processamento para produções em larga escala

1. Economia proveniente da tecnologia “Near Net Shape”

- Maior produtividade;
- Maior automação;
- Minimização do uso de matéria-prima;
- Menor número de sequências de usinagem complexas;
- Possibilidade de produção de peças de média complexidade com uma estreita tolerância dimensional.

2. Processos de junção não convencionais

- Possibilidade de montagem de vários componentes em um mesmo processo de fabricação.

3. Propriedades projetáveis e controláveis, função de:

- Composição da liga;
- Densidade;
- Teor de pureza;
- Controle de processo.

Fonte: GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ (2009).

Independente do processo de obtenção do pó é evidente que os resultados no fim dos processos são diferentes, tal diferença vem nas características dos pós. Um detalhe muito importante é a maneira de como é retirado o pó do seu recipiente, esta ação é chamada de amostragem, onde a retirada inadequada do pó do seu recipiente pode influenciar nas suas características. As misturas ferrosas são consideradas de nível complexo, devido a existência de pós de aço pré-ligados, como por exemplo, o molibdênio e o níquel. As características presentes nos pós são o tamanho e forma da partícula, microestrutura da partícula, pureza e composição química, porosidade da partícula, densidade aparente, velocidade de escoamento, superfície específica, compressibilidade e resistência a verde. (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009)

3.1.2 Os Pós Metálicos

a) Técnicas e Processamentos de Pós Metálicos

A necessidade cada vez maior de pós metálicos com características especiais tais como pureza elevada e baixo nível de inclusões, estrutura nanocristalina (técnicas de solidificação rápida) e tamanho médio de partículas abaixo de 50 µm, vem propiciando a retomada das pesquisas para o desenvolvimento de novas

tecnologias de produção desses pós e o aprimoramento das técnicas em uso. (LEITE; ZSCHOMMLER SANDIM; CINTHO, 2011)

A princípio, os vários processos de obtenção de pós metálicos podem ser agrupados nas seguintes classes: (BOICKO, 2011)

- * Processo eletrolítico
- * Métodos químicos e físico-químicos (redução)
- * Atomização de metais líquidos
- * Melt-spinning
- * Processamento mecânico

Uma das maiores limitações da tecnologia convencional para a fabricação de novos materiais é a afinidade de ligações entre alguns elementos na formação de ligas. Quando se trata de materiais cujos elementos possuem pontos de fusão bastante diferentes, as limitações são mais acentuadas prejudicando o desenvolvimento de peças ou componentes mecânicos mais resistentes. Na MP essa limitação praticamente não existe, sendo possível a elaboração de ligas, por exemplo, à base de metais refratários como o tungstênio e o molibdênio com prata e cobre. (BOICKO, 2011)

b) Redução

Dentre os métodos de obtenção de pós metálicos por meio de reações químicas, o mais comum é a redução de óxidos pela utilização de um agente redutor gasoso (hidrogênio, amônia dissociada, gás natural, etc.), ou sólido (carvão ou grafite). (GALIOTTO, 2005)

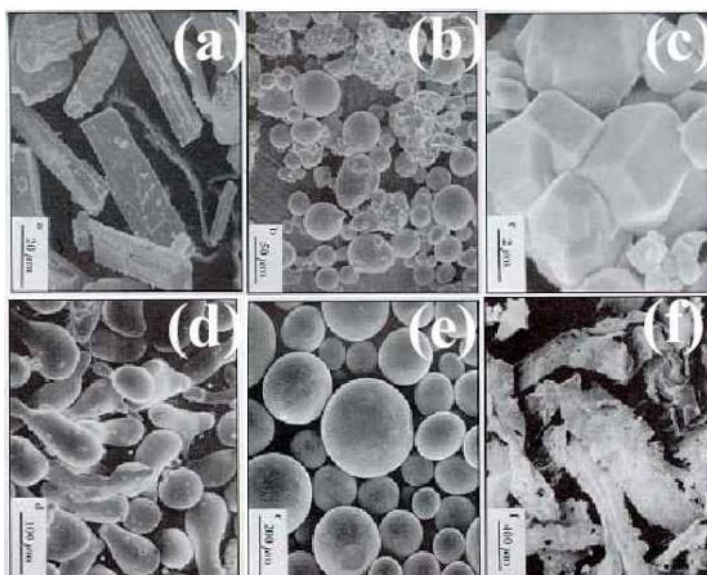
Os pós de Ferro e Níquel são os materiais com maior produção em escala comercial por esta técnica. O método utilizado é a redução de concentrados de magnetita após mistura com coque e calcário. Uma outra alternativa para a produção do pó de ferro é a redução de carepa de laminação por hidrogênio. Os pós obtidos são grosseiros, com tamanho médio de partícula na faixa de 70 μm . (GALIOTTO, 2005)

c) **Influência das Características dos Pós**

Entre as características mais importantes dos pós metálicos estão a forma e o tamanho das partículas individuais. Para o projeto de uma peça sinterizada, a distribuição granulométrica das partículas é outra informação importante. Os vários métodos de obtenção de pó metálicos conduzem a diversas formas, tamanhos, distribuição e outras características dos pós, sendo imprescindível o domínio do processo de obtenção e caracterização dos pós para se chegar a uma peça final que atenda os quesitos de engenharia (SCHAERER, 2006).

As formas geométricas das partículas mais comuns são acicular, dendrítica, angular, fibrosa, granular, porosa, nodular, irregular ou esférica. A Figura 1 mostra os diversos formatos de partícula. Quanto mais irregular for a partícula maior será a área superficial específica livre para interação entre as moléculas na sinterização formando uma peça mais compacta e com melhores propriedades mecânicas.

Figura 1 - Ilustração das diversas formas de partículas: a) Fibroso; b) Dendrítico; c) Poligonal; d) Arredondado; e) Esférica; f) Irregular



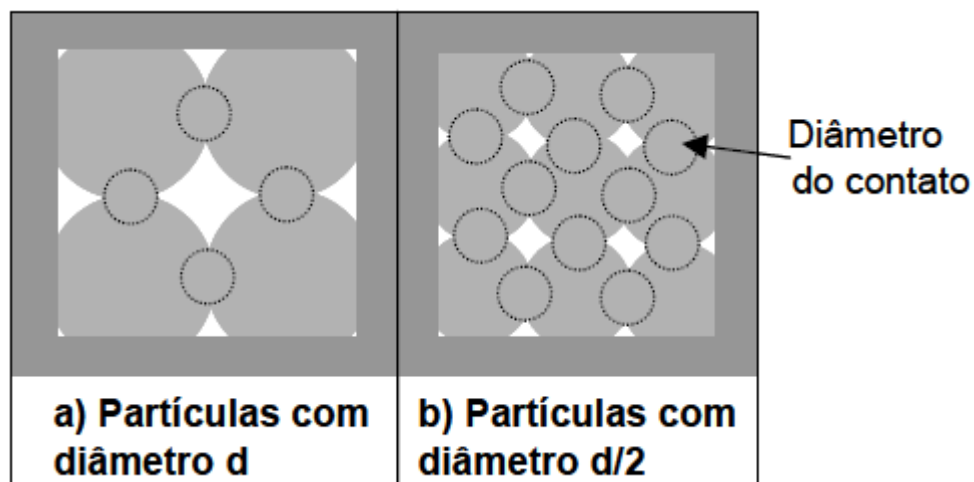
Fonte: Mourisco (2005)

Quando a variável analisada é o diâmetro médio das partículas a mesma influencia em algumas características do produto final. Por exemplo, uma partícula maior permite menor compactação, enquanto uma menor permite uma superfície com menor rugosidade. (NUNES, 2003).

Embora o excesso de energia livre do compactado a verde domine a força motriz da sinterização, esta não domina a cinética relacionada a densificação. Esta cinética é influenciada pela distância entre a matéria permitindo ou não o transporte de massa. Esta é sem dúvidas a grande influência do tamanho de partícula e não a maior energia livre contida nas maiores superfícies. (GALIOTTO, 2005).

A Figura 2 ilustrará o efeito da menor distância proporcionada pela menor partícula percebendo que o número de pontos de contato entre partículas se multiplica à medida que se diminui o tamanho médio. (GALIOTTO, 2005).

Figura 2 - Multiplicação dos pontos de contato por redução do tamanho médio de partícula.



Fonte: Galiotto (2005).

d) Compactação

Os materiais em pó são definidos como sendo aglomerados de partículas, podendo ser seco ou úmido. O tamanho dos grãos pode variar desde milímetros de diâmetros a micrometros ou até mesmo nanômetros e seu estudo se encontra em diversas áreas da ciência e da engenharia. A consolidação do pó constitui uma importante etapa na fabricação de produtos na metalurgia do pó, consistindo na transformação de pós em peças resistentes, utilizando pressão e calor. Parte dessa transformação consiste na compactação de uma massa para a produção do compactado verde, que poderá ser submetido ao processo de sinterização para a obtenção de uma estrutura mais coerente, se necessário (PALMEIRA *et al*, 2007), ÖZKAN; BRISCOE, 1996).

O processo de compactação é, geralmente, dividido em dois estágios. O primeiro estágio é caracterizado pelo rearranjo das partículas e crescimento localizado dos pescoços, apresentando baixa densidade relativa ($\rho < 0,9$).

No segundo estágio, com alta densidade relativa ($\rho > 0,9$), observa-se o fechamento dos canais interconectados, com a formação de poros isolados, acarretando maior coesão entre as partículas (NUNES, 2003).

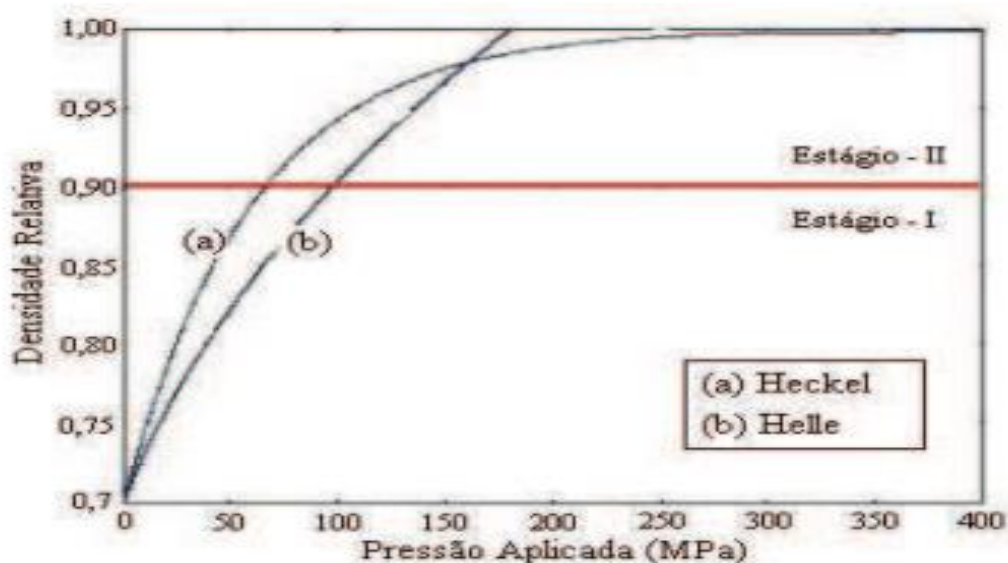
Um poro funciona como um concentrador de tensão e desempenha um importante papel na falha do material. O papel da porosidade sobre mecânica e as propriedades físicas dos materiais é bastante estudado. A formação de poros secundários no local das partículas originais Ni é um fenômeno quase inexistente uma vez que sua alta compressibilidade aliada a temperatura de fusão próxima a do Fe, impossibilita a difusão por fase líquida.

Observa-se que as propriedades mecânicas de aços melhora com o aumento da pressão de compactação, que se dá devido à diminuição e mudança na morfologia dos poros e diferente mecanismo de difusão de Fe e Ni. Muitos pesquisadores observaram que o tamanho das partículas de Níquel não tem efeito sobre a forma significativa dos poros finais. (VERMA; ANAND; UPADHYAYA, 2006)

Alguns autores consideram a fase em que o pó se encontra solto no interior da matriz, antes da aplicação de qualquer carregamento, como o estágio zero do processo de compactação. A figura 3 mostra duas curvas obtidas por Heckel (1961) (a) e por Helle *et al.*, (1985) (b), que relacionam a densidade com a pressão aplicada e os estágios I e II do processo de compactação.

A porosidade, como influência direta da compactação também influencia no tratamento térmico de ligas feitas por metalurgia do pó. Estudos realizados por Saritas e colaboradores (2002), demonstram um comportamento de menor capacidade de têmpera em ligas sinterizadas, quando comparadas aos processos convencionais de fabricação como fundição.

Figura 3 - Comportamento da densidade relativa X pressão aplicada: a) proposta por Heckel; b) Proposta por Helle.



Fonte: Helle et al. (1985)

A densidade média do compactado possui uma relação muito estreita entre a pressão de compactação aplicada e a altura final do compactado. Briscoe; Özkan (1996), mostraram que a densidade a verde é função do logaritmo da pressão de compactação para pós confinados e que a curva de compactação apresenta duas regiões distintas e aproximadamente lineares.

Essa relação, pressão aplicada – altura final do compactado, se dá após o ponto da pressão de união, e pode ser descrita de acordo com a seguinte equação:

$$\rho(h) = A + B \ln(\sigma(h)); \quad (1)$$

Onde,

$$\sigma(h) = P_a \exp(-C \times h/D) \quad (2)$$

$\sigma(h)$ é a tensão média em função da altura do compactado, P_a é a pressão de compactação e $\rho(h)$ é a densidade média ao longo do eixo axial na direção da altura do compactado (SCHAERER, 2006).

Briscoe; Özkan (1996), em seus experimentos utilizando pó de ferro encontraram os seguintes valores para os parâmetros $A = 1943,9 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$ e $B = 87 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

3.1.3 Sinterização

Existem, rigorosamente falando, dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. A força motora para a ocorrência de qualquer tipo de sinterização é a diminuição da energia livre superficial do conjunto de partículas.

Esta diminuição ocorre por meio do desaparecimento da interface material/poro, que é substituída pela interface material/material, quando a porosidade desaparece. Estes dois tipos básicos de sinterização são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura, sendo que com o primeiro tipo é possível se obter uma estrutura com porosidade controlada, enquanto que o fechamento total da porosidade é mais facilmente obtido através da sinterização por fase líquida. (BRITO, MEDEIROS & LOURENÇO, 2007).

Durante a sinterização, a porosidade da estrutura é fechada. Para isto, material deve ser deslocado para preencher os espaços vazios. É justamente o modo como este material é deslocado que indica o tipo de sinterização. Deste ponto de vista, a cinética de sinterização difere grandemente quando existe ou não um líquido presente na estrutura. Por isso, o processo de sinterização é dividido nos tipos básicos citados anteriormente. (BRITO, MEDEIROS & LOURENÇO, 2007)

A principal força motriz da sinterização é a redução de energia total do sistema, associada às áreas de superfícies livres e das interfaces. As tensões, decorrentes das superfícies e interfaces tendem a diminuir pela redução da área. Nos pós existe um excesso de energia atribuído a elevada área de superfície. Durante a sinterização a área de superfície é diminuída pelo aumento da área de contato. Para assegurar a continuidade da sinterização é necessário que os átomos tenham mobilidade suficiente para atingir novas posições. A mobilidade atômica depende da temperatura. (MOON, 1999).

A energia para ocorrer a sinterização é proveniente da energia de superfície. Em pós irregulares e finos a energia total é maior do que em pós esféricos de maior granulometria.

Dois fatores contribuem para a sinterização: movimentação atômica e as tensões relacionadas, a curvatura das superfícies e as interfaces. A relação entre as tensões (δ) geradas pelas forças capilares e as tensões superfície é dada pela

equação de Laplace: (THUMMLER, F.; THOMMA .W, 1987); (METALS HANDBOOK, 1994)

$$\delta = \gamma (1/r_1 + 1/r_2) \quad (3)$$

Onde:

γ = Tensão de superfície

r_1 e r_2 = Raios de curvatura de partículas em contato.

Na sinterização de uma mistura de pós de ferro deve ocorrer a difusão dos elementos de liga, com objetivo de formar uma liga com maior homogeneidade, no entanto, cada um destes elementos apresenta um diferente coeficiente de difusão. Normalmente, a taxa de difusão é baixa, portanto, a homogeneização da microestrutura é lenta, se comparada com outros fenômenos, como por exemplo, a formação dos pescoços durante a sinterização. A homogeneidade da sinterização depende da difusividade dos constituintes, da área de contato entre os elementos de liga e do tamanho das partículas de ferro. (LOURENÇO, 2004)

Dentro destas classes básicas, existem muitas variações de cinética de sinterização, devido a enorme variedade de materiais sinterizáveis, suas relações e as relações entre estas e os fatores geométricos significantes (tamanho e forma de partículas). Devido a isto, quando se deseja determinar a cinética de sinterização de dado sistema, a rigor, deve-se examinar criteriosamente o caso específico, usando as teorias como subsídio, ao invés de se tentar enquadrar o processo dentro das teorias existentes, como é usualmente feito (BRITO, MEDEIROS, LOURENÇO, 2007).

a) Temperatura de Sinterização

Normalmente a temperatura especificada de sinterização é da ordem de 3/4 da temperatura de fusão da liga considerada. No caso do Ferro, por exemplo, a temperatura de sinterização varia entre 1000°C e 1150°C. As temperaturas e tempos de sinterização usualmente empregadas em MP estão indicados na Tabela 3. O tempo indicado é o de permanência da peça no patamar de temperatura de sinterização (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009).

Tabela 3 – Temperatura e Tempos de Sinterização

Material	Temperatura (°C)	Tempo (Min)
Alumínio	595-625	10-30
Bronze	760-860	10-20
Cobre	840-900	12-45
Latão	840-900	10-45
Ferro / Ferro Grafita	1000-1150	8-45
Níquel	1000-1150	30-45
Aço Inox	1090-1290	30-60
Imãs Alnico	1215-1300	120-150
Metal Duro	1425-1480	20-30

Fonte: (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009)

b) Sinterização por Fase Sólida

Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. Existem diversas formas de transporte de material: por fluxo viscoso (caso dos vidros, materiais amorfos e também cristalinos, submetidos à pressão), por difusão atômica (os cristais) ou por transporte de vapor (materiais com alta pressão de vapor). (BUBANI et al., 2007)

Em todos estes casos, material é transferido para a região de contato entre partículas vizinhas. Outras formas de transporte, até mais eficientes do que estas citadas, devem ser consideradas porque envolvem deslocamento de partículas inteiras, como deslizamento e rotação de partículas, e não deslocamento de átomos individuais. Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. A difusão é o mecanismo básico presente no processo de sinterização. Devido às partículas de pós terem uma alta área superficial, a energia livre presente nestes pós é alta. (BUBANI et al., 2007)

No início do processo de sinterização, a movimentação atômica é elevada. Ao final do ciclo de sinterização, a movimentação é mais lenta, e a difusão em estado sólido controla a densificação, em termos de movimentação atômica. Os poros são vistos como grandes acúmulos de vazios (vacâncias), logo os mecanismos de sinterização são avaliados a partir da movimentação de vacâncias, as quais

determinam a densificação do material. (TRUDEL, 1992)

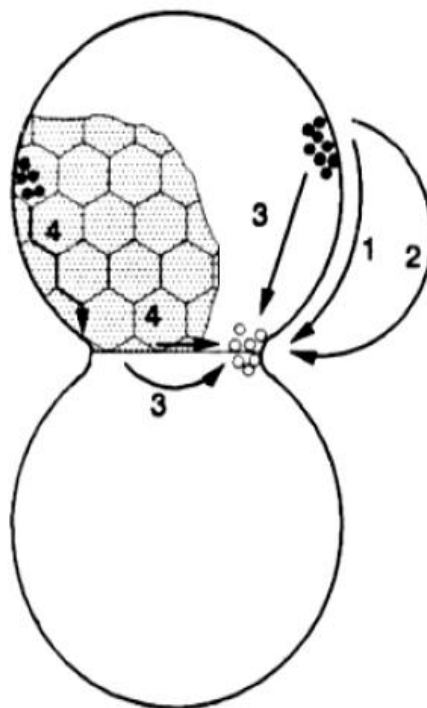
Segundo Thümmler e Thomma (1993) os mecanismos de transporte de massa se dividem em:

- Movimentação de átomos individuais: difusão superficial, difusão volumétrica via vacâncias, difusão volumétrica via intersticiais, difusão em contorno de grão, vaporização e recondensação;

- Movimentação coletiva: fluxo plástico (estado sólido), fluxo viscoso (fase líquida), deslizamento de contorno de grão e rotação de partículas;

A difusão superficial produz apenas o aumento do contato entre as partículas visto que a massa fica restrita na superfície da partícula. A baixas temperaturas a difusão superficial se sobrepõe as demais pelo fato de requerer a menor energia de ativação na sinterização da maioria dos metais. Partículas de pós finos facilitam esse tipo de difusão por terem a maior superfície específica livre. A Figura 4 mostra como ocorre cada tipo de transporte de massa que ocorre entre duas partículas policristalinas (LOURENÇO, 2010).

Figura 4 - Mecanismos de transporte individual de massa: (1) Difusão superficial (2) Evaporação e recondensação (3) Difusão Volumétrica (4) Difusão em Contorno de Grão.



Fonte: (LOURENÇO, 2010)

c) Sinterização por Fase Líquida

A sinterização por fase líquida acontece devido à formação de líquido na estrutura. Este líquido pode ser causado pela fusão de um dos componentes do sistema ou pode ser o resultado de uma reação entre, pelo menos, dois dos componentes do sistema. (DE BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008)

A ocorrência deste líquido tem papel decisivo na determinação dos mecanismos de sinterização e do aspecto final da estrutura sinterizada. A sinterização com fase líquida é um modo bastante atraente de consolidação de materiais dificilmente sinterizáveis por fase sólida e para a obtenção de materiais compósitos. (DE BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008)

3.1.4 Moagem de Alta Energia

A moagem de alta energia foi inicialmente estudada por Benjamin (1960) em meados dos anos 60 (SURYANARAYAMA, 2001). A moagem de alta energia conhecida como “Mechanical Alloying” consiste em processar materiais de diferentes arranjos visando a redução das partículas e a uniformidade. A utilização desta técnica fora pesquisada inicialmente para a produção de superligas à base de ferro e níquel. O processamento das partículas por moagem de alta energia constitui em uma técnica simples e baixo custo, normalmente realizado a seco (TORRES; SHAEFFER, 2010).

O processo de Moagem de Alta Energia (MAE) é uma síntese mecano-química em que as misturas de pós de diferentes metais ou ligas são moídas conjuntamente para obtenção de uma liga homogênea, através da transferência de massa. Durante o processo, as partículas de pó são continuamente deformadas, soldadas a frio, quebradas e re-soldadas. A técnica consiste basicamente no processamento de materiais na forma de pós, juntamente com corpos de moagem, que podem ser esferas de aço ou outro material de alta dureza, inseridos em um vaso de moagem, geralmente feito do mesmo material das esferas. (LIN; HONG; LEE, 2000)

Por vibração ou rotação as esferas chocam-se com as paredes do vaso resultando em uma prensagem do pó a cada impacto, e deste modo o pó é repetidamente levado a solda, fratura e ressolda num intenso processo cíclico de

transferência de energia que possibilita a Nano estruturação dos materiais moídos. Atualmente, vem permitindo a obtenção de materiais compósitos, materiais nanoestruturados, compostos intermetálicos, soluções sólidas amorfas, entre outros. (LIN; HONG; LEE, 2000)

Durante a moagem de alta energia, alta deformação é introduzida nas partículas. Isso é manifestado pela presença de vários defeitos cristalinos, tais como discordâncias, vazios, falha de empilhamento e aumento no número de contornos de grão. A presença desses defeitos, além do refinamento da microestrutura que diminui as distâncias de difusão e do aumento da temperatura durante a moagem, aumentam a difusividade dos elementos solutos na matriz, resultando na produção de pós com alta sinterabilidade em relação à moagem convencional (HWANG, 2000).

A compactação de peças é responsável pela definição da geometria e densificação da mistura de pós. A principal propriedade que afeta a compactação é a compressibilidade do pó, que pode ser definida como a extensão segundo a qual uma massa de pó pode ser densificada pela aplicação de pressão. A compressibilidade é uma característica importante, pois determina a pressão a ser exercida pelo ferramental para se conseguir uma determinada densidade da peça (TORRES; SHAEFFER, 2010).

Para a metalurgia do Pó o principal requisito é que a liga apresente um bom desempenho no que se diz respeito a aglomeração das partículas e uma distribuição homogênea na peça sinterizada (TORRES; SHAEFFER, 2010).

A ação de moer por alta energia começa inicialmente em agrupar nas proporções desejadas os pós, em seguida a mistura e introduzida no recipiente do moinho, são adicionadas as esferas de moagem nas proporções devidas (massa pó, massa bola) Logo após a realização das ações relacionadas anteriormente acopla-se o recipiente fechado ao moinho e dá-se início ao processo de moagem. Levando em considerações todos os parâmetros previamente definidos como: (SURYANARAYAMA, 2001).

- Velocidade de Moagem
- Temperatura
- Tempo de Moagem

- Tipo de Moinho
- Relação Massa Bola/Pó
- Atmosfera de Moagem
- Material do Cadinho

Todas as variáveis são exclusivamente independentes. Pode-se citar como exemplo o tempo de moagem com a temperatura, tamanho das esferas com a velocidade (SALGADO, 2002).

a) Variáveis do Processo de Moagem de Alta Energia

- Tipo de Moinhos

Vários moinhos podem ser selecionados para conduzir o processamento dos pós, diferenciando de acordo com a suas características e do tipo e quantidade de pó a serem processados, temperatura durante a moagem, tipo de pó entre outros (SALGADO, 2002).

O emprego do termo alta energia não é usado apenas para diferenciar estes moinhos dos moinhos convencionais, usado simplesmente para a mistura ou uma pequena redução na granulometria dos pós, mas também estabelecer a ideia de que só se alcança os objetivos dentro de um determinado intervalo de tempo com a introdução da alta energia na moagem. A escolha se dá pelo tipo de aplicação desejada e das características dos componentes do pó, os moinhos se diferenciam pela velocidade de operação, capacidade de controle de atmosfera, temperatura entre outros. Dentre os moinhos que mais se destacam, no que se diz a respeito ao uso, pode-se citar: (SURYANARAYAMA, 2001)

- Moinhos do tipo SPEX possuem a capacidade 10 a 20g de pó por vez, são os mais comumente usados para exames laboratoriais e de triagem da liga. Os movimentos de agitação são combinados abalos laterais fazendo com que haja a moagem das partículas do material. Este tipo de moinho possuem amplitudes que varia cerca de 5cm e velocidade de rotação de aproximadamente 1200rpm, gerando uma grande força que é imposta sobre as partículas (SURYANARAYAMA, 2001).

- Moinhos de bolas planetários possui uma capacidade um pouco maior, algumas centenas de pó em relação ao tipo de moinho citado anteriormente. O nome deste tipo de moinho se dá devido ao reservatório dos pós giram em torno do eixo do moinho, devido a essa rotação à força centrífuga existente faz com que haja a moagem devido ao choque das bolas de metal duro com os pós (SURYANARAYAMA, 2001).
- Moinho tipo atritor consiste em um cilindro vertical e um eixo rotativo (impulsionador) com pás horizontais, que são ligadas diretamente no motor que gera movimento de rotação. Conforme as pás giram, as esferas vão realizando tensões de cisalhamento nos pós. A energia do processo é aumentada com o aumento da rotação do motor este tipo de moinho tem a capacidade de produzir grandes capacidades de pós (entre 0,5 a 40kg) além de operar com atmosfera inerte (SURYANARAYAMA, 2001).

- Velocidade de Moagem

Com aumento da rotação do moinho, maior a energia transferida ao pó, afirma Salgado (2002). Pode-se assumir que a energia do sistema provém grande parte da força centrífuga e frequência de impactos. Porém, existirão certas limitações para a velocidade máxima a ser empregada na moagem, uma delas é que o movimento das esferas podem não ocorrer, a temperatura no interior do recipiente alcançar valores muito elevados (em alguns casos essa temperatura é desejável para que ocorra o processo difusivo).

Altas temperaturas geradas também podem promover a contaminação dos pó. A temperatura máxima alcançada difere para cada moinho e seus valores são amplamente variados. (SURYANARAYAMA, 2001).

- Tempo

Segundo Pinto (2008), o tempo de moagem é ponderado uma das variáveis mais importantes na moagem de alta energia, sendo este que irá ditar o ponto de equilíbrio entre fratura e soldagem a frio do pó. O tempo será determinado com o tipo de mistura escolhida, do tipo de moinho usado, intensidade da moagem, temperatura de moagem, relação massa pó massa bola entre outros.

Normalmente é preferível curtos períodos de moagem, até mesmo por questões produtivas, com isso, deve-se obter ajustes minuciosos nos parâmetros de moagem visando acelerar o processo de homogeneização microestrutural e química (SURYANARAYAMA, 2001).

É de fundamental importância frisar que tempos avançados de moagem, contribuem para o aumento da temperatura influenciando diretamente na contaminação, aparecimento de fases indesejadas podem se formar além disso atrapalha na homogeneização química e microestrutural (SURYANARAYAMA, 2001).

- Material do Cadinho

O material cujo cadinho fora fabricado deve ser levado em consideração, pelo fato que este é que irá ser submetido à constante atrito e inúmeros impactos, que as bolas de metal duro provocarão, nas paredes. Com os choques, possa ser que o material do cadinho venha a se desprender e se incorporar com o material que está sendo processado alterando assim a composição química. Por outro lado se o material do recipiente for de mesma composição química do pó deveram ser tomadas medidas para compensar o sobreposto (PINTO, 2008).

- Proporção em Massa Bola /Pó

Este é um parâmetro de grande importância dentro do processo de moagem de alta energia, pois está diretamente ligada com o nível de energia no sistema. Basicamente aumentando a razão bola/pó adiciona-se mais energia na moagem. Segundo PINTO (2008), a razão entre as massa bola/pó, é uma das variáveis mais importantes no processo de moagem. O valores usados vão desde 1:1 até 220:1. Salgado (2002), afirma que para os moinhos do tipo SPEX a relação mais usual é 10:1 enquanto para o moinho do tipo atritor é 50:1.

A relação de massa bola/pó apresenta um efeito significativo no tempo requerido para sintetizar um determinado composto. Geralmente, o tempo de moagem é reduzido com o aumento da relação bola/pó devido as partículas de pós estarem mais suscetíveis ao choque por unidade de tempo (SALGADO, 2002).

- Atmosfera de Moagem

A atmosfera na qual está sendo realizada a moagem de alta energia possui um papel importante nas características final do produto. O maior efeito da atmosfera na moagem de alta energia consiste na contaminação dos pós. Diante disto o pó deve ser moído, no cadinho, sob vácuo ou gases inertes, como hélio ou argônio. Tornando assim o processo de prevenção de formação de óxidos, no produto, mais eficiente (MANUEL, 2008).

- Temperatura

A temperatura de moagem é outro aspecto considerado de grande importância na moagem, uma vez que, influencia diretamente na qualidade do produto final e na difusão entre os pós. Como a difusão está envolvida nos processo de formação de soluções sólidas, intermetálicos, fases amorfas ou nanoestruturas, é de esperara que a temperatura tenha um efeito significativo no sistema (PINTO, 2008; SALGADO, 2002).

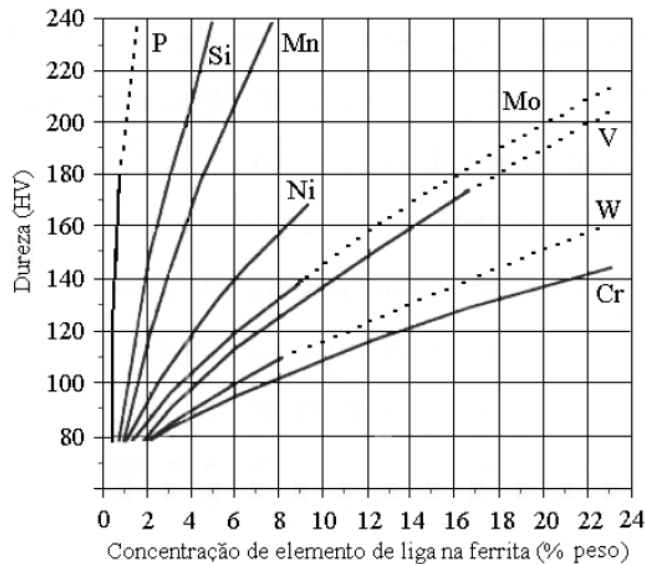
Mostrou-se que durante a formação de fases monocristalinas as deformações sofridas no material são menores e o tamanho das partículas provenientes da moagem em elevadas temperaturas são maiores (SURYANARAYAMA, 2001).

3.2 Ligas Ferro Níquel

A necessidade de melhorar a resistência mecânica de materiais sinterizados ferrosos cresce a cada ano devido ao aumento das aplicações estruturais desses materiais. Os elementos de liga tem como função conferir características específicas ao material de base ou matriz, como aceleradores de difusividade atômica por exemplo. Estes elementos de liga melhoram as propriedades mecânicas pelo efeito de solução sólida substitucional, após homogeneizados pela sinterização. A homogeneização do material ocorre efetivamente na etapa de sinterização, entretanto em alguns casos esta homogeneização pode não acontecer por completo devido a baixa difusividade característica de cada elemento de liga. (LOURENÇO, 2004)

A Figura 5 mostra o comportamento da propriedade mecânica de dureza com os elementos de liga na fase Ferrita α . (LOURENÇO, 2004)

Figura 5 - Endurecimento de Ferrita α por adição de elementos de liga.



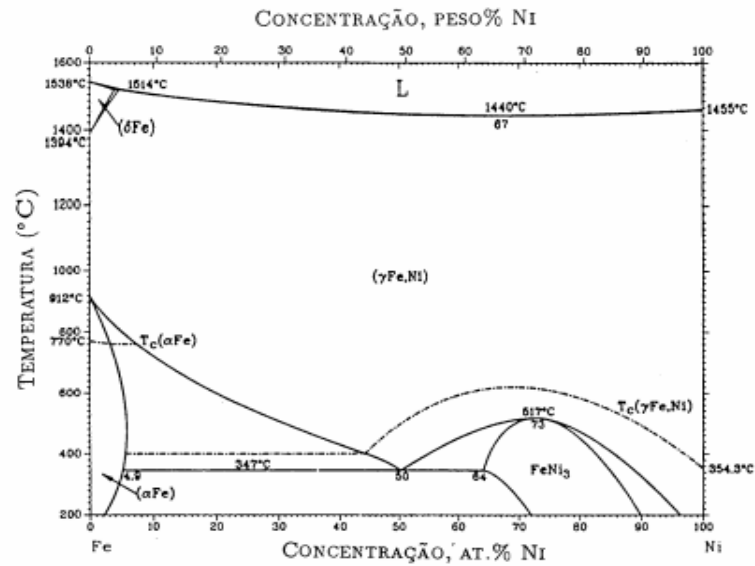
Fonte: Lourenço (2004)

Caracterizado por ter boas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão, as ligas Ferro-Níquel possuem uma vasta aplicação em componentes mecânicos. Pós pré-ligados Fe-4Ni-0,5Mo, com adições suplementares de níquel e cobre, foram pesquisados por Tsutsui (2008), para utilização em peças com elevada resistência mecânica, como engrenagens. O níquel é estabilizador da austenita, e no plano da metalurgia do pó, forma uma solução sólida substitucional com o ferro, devido a semelhança entre esses elementos referente a raio atômico.

3.2.1 Diagrama de Equilíbrio Fe-Ni

Uma importante ferramenta na visualização das fases presentes e determinação das propriedades mecânicas em função das quantidades de fases presentes das ligas metálicas é o diagrama de equilíbrio. A Figura 6 mostra o diagrama de equilíbrio do sistema Ferro-Níquel, baseado numa seleção de dados experimentais que demonstram várias transformações importantes principalmente na fase sólida. GALLAS (1992)

Figura 6 - Diagrama de Equilíbrio do Sistema Ferro-Níquel.



Fonte: ASM METALS HANDBOOK (1990)

As fases em equilíbrios são:

- Fase Líquida (L);
- Fase (δ), CCC, Solução sólida em altas temperaturas;
- Fase (γ), CFC, Solução sólida;
- Fase (α), CCC, Solução sólida em baixas temperaturas;
- Composto Intermetálico FeNi₃, abaixo de 517°C.

Importante ressaltar que esta configuração experimental foi obtida através de processamentos tradicionais de obtenção de ligas, o que traz ainda mais importância para verificação e comprovação através da metalurgia do pó, que por sua característica básica não leva os componentes à temperatura de fusão. (GALLAS, 1992)

3.2.2 A fase Martensita nas ligas Fe-Ni

Apesar da especificação do diagrama na Figura 6, as ligas Fe-Ni que trabalham a temperatura ambiente experimentam uma forma metaestável (α_2 e γ') ou as duas, dependendo da composição, e não a mistura das duas fases em equilíbrio, α e FeNi₃, que seria o resultado da transformação eutetóide.

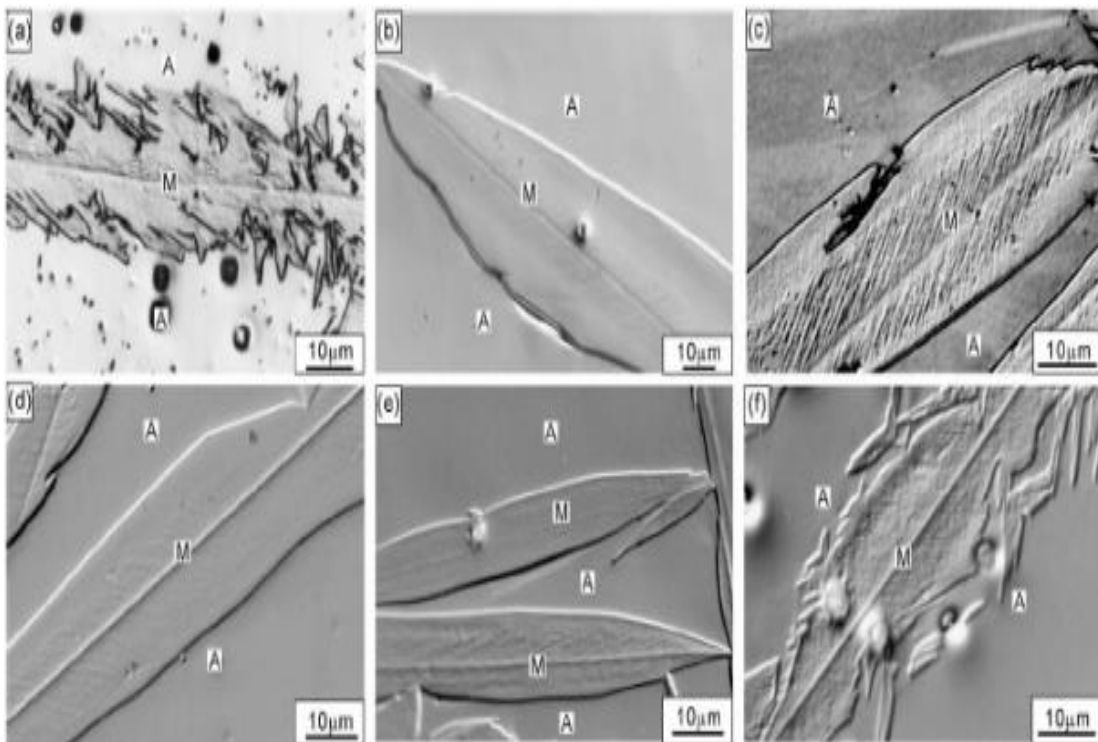
A obtenção do equilíbrio envolve altas taxas de difusão, contudo, para a temperatura de 600°C a taxa é $D=10^{-22}$ m²/s, caindo consideravelmente em

temperaturas mais baixas. Consequentemente são necessários tempos muito longos para se estabelecer o equilíbrio (GATES *et al*, 1999); (KAKESHITA, 2000).

Para Gallas (1992), ligas Fe-Ni compostas por até 27%p de Ni se resfriadas a partir de 577°C experimentam essa transformação martensítica. A fase α_2 é uma solução supersaturada tendo a mesma composição da fase γ da qual ela se formou. É importante ressaltar que a estrutura da fase α_2 é CCC e não Tetragonal como a Martensita do diagrama Fe-C, porém existe muita similaridade na microestrutura das duas martensitas devido ao modo que elas se transformam, vindas da fase γ .

Estudos foram realizados visando o entendimento e compreensão desta transformação, que até o momento não é bem compreendida. Foram observadas em estudos como Santos (2008) que investigava o volume e a forma da martensita em ligas Fe-Ni-Co. A Figura 7 mostra o aparecimento da fase martensítica.

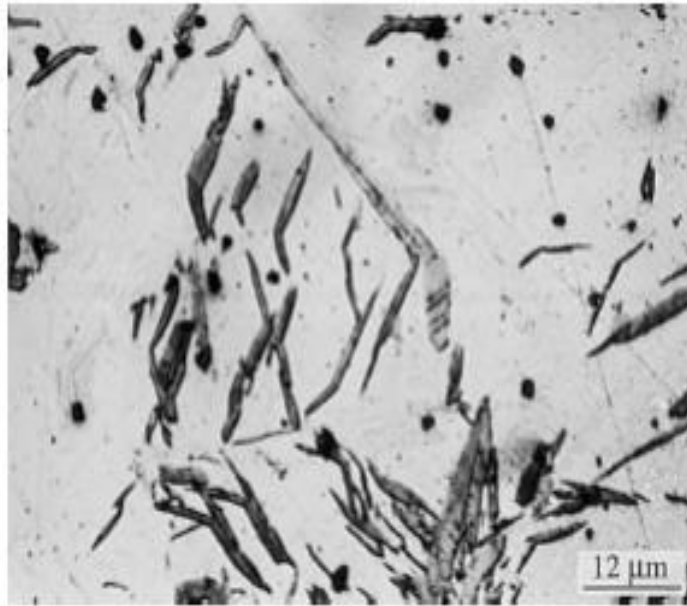
Figura 7- Imagens da fase martensita presente em ligas Fe-Ni-Co.



Fonte: Santos (2008)

Gates *et al.*(1999), usando um modelo teórico, estudaram uma liga Fe-20%Ni-0,8%C. Trata-se, neste caso, de martensita induzida por deformação conforme mostra a Figura 8.

Figura 8 - Martensita induzida por tensões nas ligas Fe-Ni-C.



Fonte: Gates *et al* (1999).

Uma lamela de martensita cresce de um contorno de grão ao outro em cerca de 10^{-7} s, ou seja a interface α_2/γ alcança velocidades perto da velocidade do som.

A martensita se desenvolve independentemente da ativação térmica, apesar de algumas ligas Fe-Ni exiba crescimento com características isotérmicas. Conforme Liu *et al*, (2001) *apud* Huallpa (2011) existe uma relação direta entre os elementos de liga e a temperatura de início de transformação martensítica (Ms) conforme Tabela 4.

Tabela 4 - Tabulação cronológica das fórmulas para calcular as temperaturas Ms e aplicação ao ferro puro.

No.	Source	Date	Equation	Calculated Ms temperature for pure iron
1	Payson and Savage	1944	$M_s (^{\circ}C) = 499 - 308C - 32,4Mn - 27Cr - 16,2Ni - 10,8Si - 10,8Mo - 10,8W$	499
2	Carapella	1944	$M_s (^{\circ}C) = 496(1 - 0,62C)(1 - 0,092Mn)(1 - 0,0033Si)(1 - 0,045Ni)(1 - 0,07Cr)(1 - 0,029Mo)(1 - 0,018W)(1 + 0,012Co)$	496
3	Rowland and Lyle	1946	$M_s (^{\circ}C) = 499 - 324C - 32,4Mn - 27Cr - 16,2Ni - 10,8Si - 10,8Mo - 10,8W$	499
4	Grande and Stewart	1946	$M_s (^{\circ}C) = 538 - 350C - 37,7Mn - 37,7Cr - 18,9Ni - 27Mo$	538
5	Nehrenberg	1946	$M_s (^{\circ}C) = 499 - 292C - 32,4Mn - 22Cr - 16,2Ni - 10,8Si - 10,8Mo$	499
6	Steven and Haynes	1956	$M_s (^{\circ}C) = 561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo$	561
7	Andrews	1965	$M_s (^{\circ}C) = 539 - 423C - 30,4Mn - 12,1Cr - 17,7Ni - 7,5Mo$ (linear)	539
			$M_s (^{\circ}C) = 512 - 453C - 16,9Ni - 9,5Mo + 217(C)^2 - 71,5(C)(Mn) + 15Cr - 67,6(C)(Cr)$ (nonlinear)	512
8	Liu	1981	$M_s (^{\circ}C) = 550 - 361C - 39Mn - 35V - 20Cr - 17Ni - 10Cu - 5Mo - 5W + 16Co + 30Al$	550
9	Liu	1981	$M_s (^{\circ}C) = 538 - 317C - 33Mn - 28Cr - 17Ni - 11Si - 11Mo - 11W$	538
10	Zhao	1992	$M_s^{TM} (^{\circ}C) = 420 - 208,33C - 72,65N - 43,36N^2 - 16,08Ni + 0,7817Ni^2 - 0,02464Ni^3 - 2,473Cr - 33,428Mn + 1,296Mn^2 - 0,02167Mn^3 + 30,00Mo + 12,86Co - 0,2654Co^2 + 0,001547Co^3 - 7,18Cu - 16,28Ru + 1,72Ru^2 - 0,08117Ru^3$	420
11	Zhao	1992	$M_s^{LM} (^{\circ}C) = 540 - 356,25C - 260,64N - 24,65Ni + 1,36Ni^2 - 0,0384Ni^3 - 17,82Cr + 1,42Cr^2 - 47,59Mn + 2,25Mn^2 - 0,0415Mn^3 + 17,50Mo + 21,87Co - 0,468Co^2 + 0,00296Co^3 - 16,52Cu - 17,66Ru$	540
12	Liu et al.	2000	$M_s (^{\circ}C) = 795 - 25,000C - 45Mn - 35V(Nb + Zr + Ti) - 30Cr - 20Ni - 16Mo - 8W - 5Si + 6Co + 15Al$ (for $C < 0,005$)	795
			$M_s (^{\circ}C) = 525 - 350(C - 0,005) - 45Mn - 35V(Nb + Zr + Ti) - 30Cr - 20Ni - 16Mo - 8W - 5Si + 6Co + 15Al$ (for $0,005 \leq C < 0,02$)	525

^aMs temperature for twinned martensite.

^bMs temperature for lath martensite.

Fonte: Liu et al, (2001) *apud* Huallpa (2011)

Estudos realizados por Rios e Guimarães (2008), mostram que para uma liga de Fe-31(%) Ni- 0,01. (%) C há transformação parcial por resfriamento à temperatura $M_s \approx 220$ K, evidenciando que para essa composição o início de transformação ocorre abaixo da temperatura ambiente.

3.2.3 A Fase Austenita em ligas Fe-Ni

Vários estudos apontam o níquel como um estabilizador da austenita a temperatura ambiente, e esta fase (CFC) apresenta propriedade mecânica mais elevada que a fase ferrítica, importante para o comportamento do material. A Austenita é uma fase metaestável a temperatura ambiente, concorrendo com a Martensita e o composto intermetálico Fe-Ni₃. (KOZELKOVA 2005).

Como mostrado através do diagrama de equilíbrio na região rica em Fe, as fases presentes em baixas temperaturas são ferrita α e FeNi₃. Porém, em resfriamentos desde o campo austenítico em ligas que contêm entre 10 e 25% de Ni, a austenita não se descompõe nas composições de equilíbrio mencionadas, mesmo se forem exposições prolongadas de tempo em temperaturas que pertencem ao campo bifásico.

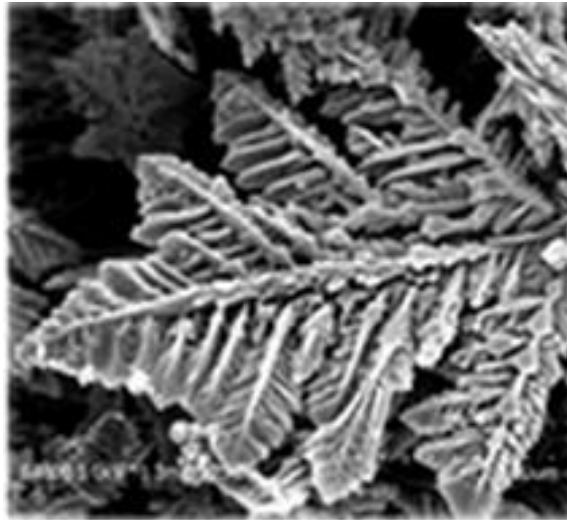
Em troca, durante o resfriamento, a austenita se transforma em martensita de microestrutura cúbica de corpo centrado pelo mecanismo adifusional de cisalhamento, como nos aços convencionais. Magnée et al. analisaram o tratamento termodinâmico da transformação martensítica para ligas de Fe-Ni, onde os teores de níquel estão compreendidos entre 9,5 a 33,2%.

3.2.4 A fase FeNi₃ nas ligas Fe-Ni

O composto intermetálico FeNi₃ é obtido no diagrama para composições elevadas de níquel (em torno de 70%p de Ni), precisando assim de grandes períodos de permanência da temperatura no resfriamento para obtenção de valores consideráveis. Este composto possui dureza relativamente maior quando comparado à fase Fe α pois é obtida por solução difusão somada a deformação da rede cristalina inicial com a inserção do elemento ferro em sua estrutura CFC. (GAŚIÓR; MOSER; DEBSKI, 2009).

Esta fase gera bastante interesse devido suas excelentes propriedades magnéticas além de propriedades mecânicas satisfatórias. Sua forma é aparentemente dendrítica podendo inclusive ser confundida com as formas das placas de martensita, conforme Figura 9.

Figura 9 - Imagens obtidas por SEM de estruturas de FeNi₃.



Fonte: adaptado de Zhou e colaboradores (2008).

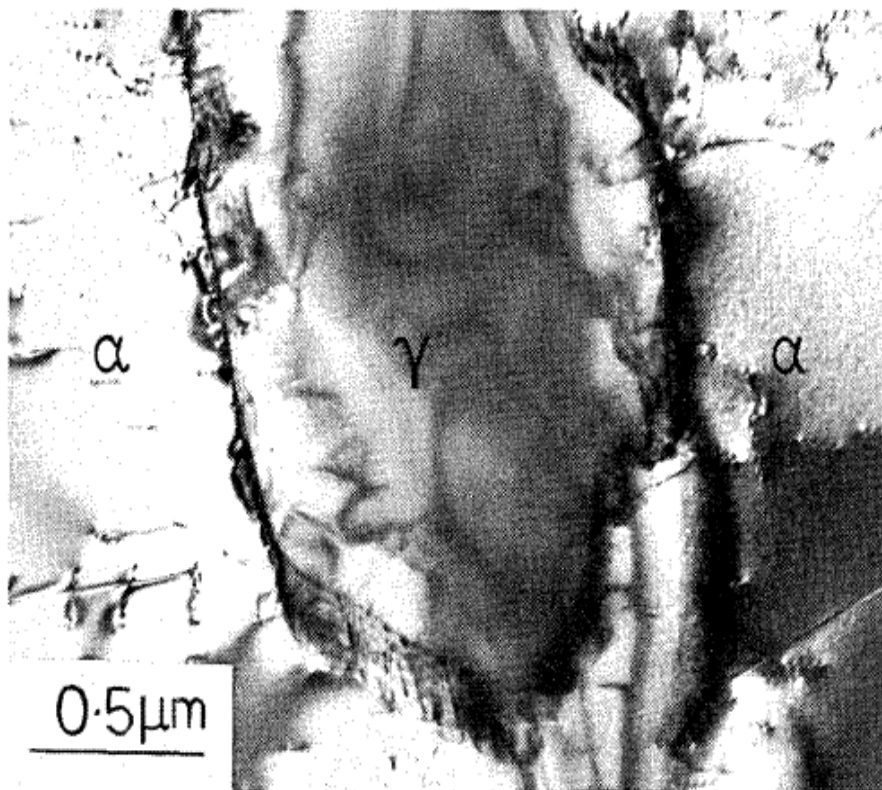
3.2.5 A fase Ferrita α nas ligas Fe-Ni

A morfologia dos grãos de ferrita formada a partir de austenita é considerada de ligas ferrosas, para ligas sinterizadas por fase sólida essas zonas são mais facilmente encontradas onde ocorre pouca difusão, ou seja, onde se tem pouca presença de elementos de liga. A influência dos elementos de liga é quase inexistente para essa fase. (HONEYCOMBE, 1980).

A ferrita possui alta ductilidade com estrutura CCC, para ligas Fe-Ni. Em aços com baixo percentual de elemento de liga a ferrita é obtida com maiores percentuais na composição global o que atribuirá menor dureza no produto. (YANG; WILLIAMS; GOLDSTEIN, 1996)

A Figura 10 apresenta micrografia da fase ferrita α , demonstrando a interface da mesma com a fase austenítica γ .

Figura 10 - Micrografia de grãos de ferrita α e austenita γ em ligas Fe-18%Ni-0,5Cr.



Fonte: Honeycombe (1980)

3.2.6 *Influência do Molibdênio como Elemento de Liga (EL)*

Segundo Straffelini e colaboradores (1999), a adição do molibdênio promove um aumento de diversas propriedades mecânicas e da temperabilidade. Normalmente, o Mo é adicionado como pó pré-ligado na forma de Fe-Mo. A presença do Elementos de liga nos pós pré-ligados reduz a compressibilidade. No entanto, resultados obtidos em ensaios de compactação apresentados por Trudel (1992) mostraram uma menor redução da compressibilidade, quando da adição de Mo em teores inferiores a 1 % (em massa), em relação aos elementos de liga. Cr, Mn e Ni.

Os valores obtidos nos ensaios de dureza, após a sinterização e o tratamento térmico mostraram que o Mo possibilita maior valor desta propriedade em relação da distância analisada, quando comparado aos outros Elementos analisados. Os resultados de dureza obtidos por Furukimi e colaboradores (1995) confirmaram ser o molibdênio o elemento químico de liga com melhor resposta ao tratamento térmico de sinterização.

O aumento do teor de molibdênio em aços proporcionou um leve decréscimo no limite de escoamento (LE) de ligas Fe-Cr-Mo a temperatura ambiente, em contra partida, as demais propriedades mecânicas foram aumentadas, acompanhado por um aumento da razão entre o limite de escoamento a 600°C e o limite de escoamento a temperatura ambiente ($LE_{600^{\circ}C}/LE$) e um decréscimo significativo da razão elástica (LE/LR), que é divisão entre o limite de escoamento e o limite de resistência, ambos medidos a temperatura ambiente. (CALADO, 2008).

O estudo também aponta que o teor de molibdênio proporciona o endurecimento da ferrita por solução sólida (grande parte do Mo permanece em solução sólida) e endurecimento da matriz ferrítica pela precipitação de carbonetos de molibdênio e formação de clusters de molibdênio. (CALADO, 2008).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo será dividido em dois tópicos descrevendo os materiais utilizados (pós metálicos, moldes e equipamentos) e metodologia.

4.1 Materiais Utilizados

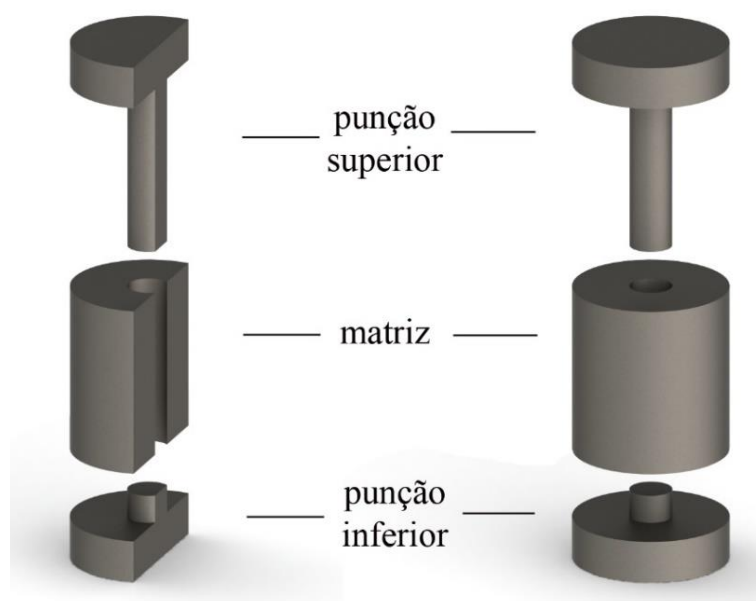
4.1.1 Pós Metálicos

Neste trabalho foram utilizados pós de Ferro (granulometria de $40\mu\text{m}$), Níquel (granulometria de $55\mu\text{m}$), Molibdênio (granulometria de $55\mu\text{m}$), fornecidos pela indústria IMASH (SP). Esse material, amplamente utilizado em componentes de transmissão automobilísticos, foi caracterizado como etapa inicial dos trabalhos.

4.1.2 Moldes

Para compactação do material primeiramente foi utilizado um molde cilíndrico de 16 mm de diâmetro da cavidade de compactação, para testes de microestrutura e determinação de dureza conforme ilustra a Figura 11.

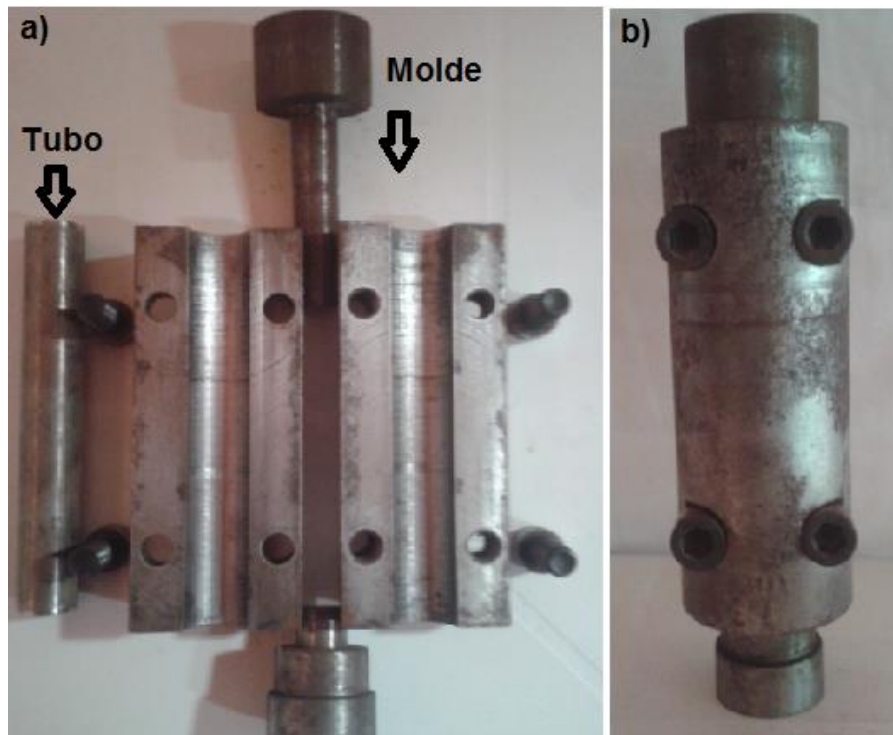
Figura 11 – Molde cilíndrico para compactação de corpos de prova.



Fonte: Alves (2013).

Os corpos de prova para o ensaio de tração foram fabricados a partir de um molde metálico bi-partido unido com parafuso Allen conforme Figura 12. A cavidade da matriz possui 20mm de diâmetro e comprimento útil de 150mm, como forma de se obter sobremetal para usinagem do corpo de prova.

Figura 12 - Molde metálico para fabricação do corpo de prova do ensaio de tração. a) Molde desmontado b) Molde montado.



Fonte: Autoria Própria

A compactação para a tração foi realizada com o auxílio de um tubo de aço SAE 1045 para facilitar a retirada do molde como mostrado na Figura 12 (a). A retirada do corpo de prova de dentro do tubo foi realizada através de um aquecimento no conjunto (tubo + corpo de prova) a temperatura aproximada de 200°C, ocasionando uma dilatação térmica diferenciada nos materiais dissimilares e assim destacando o corpo de prova do tubo.

4.1.3 Equipamentos

Os equipamentos utilizados neste trabalho podem ser divididos basicamente em: equipamentos para caracterização dos pós e corpos de prova, equipamentos para sinterização, equipamentos para mistura e moagem de alta

energia, equipamentos para os ensaios metalográficos, equipamentos para levantamento das propriedades mecânicas.

a) ***Equipamentos para caracterização dos pós e corpos de prova:***

- Fluorescência de Raios X – ZSX Mini II – Rigaku
- Difração de Raios X – Difratorômetro
- Análise Termogravimétrica e Análise Térmica Diferencial – Shimadzu 50
- MEV/EDS-Microscópio Eletrônico de Varredura com Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios X.
- MEV/EBSD-Microscópio Eletrônico de Varredura com difração de elétrons retro-espalhados.

b) ***Equipamentos para mistura de pós e moagem de alta energia.***

O processamento feito a baixa energia (25rpm) foi realizado em um misturador simples com rolos e transmissão por correia disponível no laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal do Ceará (UFC). A moagem de alta energia foi realizada em um moinho tipo planetário de alta energia da marca Fritsch modelo pulverisette 6 conforme Figura 13.

Figura 13 - Moinho planetário para moagem de alta energia



Fonte: Gurgel (2013)

c) Equipamentos para sinterização dos corpos de prova.

Para sinterização foi utilizado forno Mufla sem proteção gasosa com temperatura máxima de 1400°C, conforme Figura 14.

Figura 14 – Forno Mufla 1400°C sem proteção gasosa.



Fonte: Universidade de Fortaleza (UNIFOR).

d) Equipamentos para os ensaios metalográficos.

Para a execução dos ensaios metalográficos e conseqüente levantamento das características microestruturais dos corpos de prova das ligas fabricadas, os seguintes equipamentos foram utilizados:

- Serra de fita.
- Equipamento para corte metalográfico.
- Lixadeira rotativa.
- Politriz automática.
- Microscópio óptico.

e) Equipamentos para levantamento das propriedades mecânicas.

Os equipamentos utilizados no levantamento das propriedades mecânicas das juntas de união e revestimento são citados abaixo:

- Microdurômetro.
- Máquina universal de tração.
- Durômetro com escala Rockwell.

4.2 Metodologia

A metodologia empregada neste trabalho está dividida em vinte e cinco etapas, conforme segue abaixo:

Etapa 1: Revisão Bibliográfica.

Etapa 2: Caracterização dos pós;

Etapa 3: Mistura e compactação dos pós (corpo de prova);

Etapa 4: Ensaio Preliminares: determinação da temperatura de sinterização;

Etapa 5: Sinterização: 1000°C, 1050°C e 1100°C;

Etapa 6: Ensaio preliminar: determinação da carga de compactação;

Etapa 7: Sinterização dos Corpos de prova compactados a 2t, 4t, 6t, 8t;

Etapa 8: Caracterização microestrutural dos corpos de prova sinterizados à 100°C e 8t (A1);

Etapa 9: Determinação das propriedades mecânicas e do % de porosidade dos corpos de prova sinterizados à 1100°C e 8t (A1);

Etapa 10: Moagem de alta energia da liga Fe30%Ni sinterizada à 1100°C, 8t, velocidade de rotação de 200 rpm variando o tempo de moagem em 1h (B1), 2h (C1) e 4h (D1).

Etapa 11: Sinterização dos corpos de prova B1, C1 e D1;

Etapa 12: Caracterização microestrutural dos corpos de prova B1, C1 e D1;

Etapa 13: Determinação das propriedades mecânicas de dureza, microdureza e tração, além do % de porosidade dos corpos de prova B1, C1 e D1;

Etapa 14: Moagem de alta energia da liga Fe30%Ni sinterizada à 1100°C, 8t, tempo de moagem de 2h, variando a velocidade de rotação 200rpm (C1), 400rpm (F1) e 600rpm (G1).

Etapa 15: Sinterização dos corpos de prova C1, F1 e G1;

Etapa 16: Caracterização microestrutural dos corpos de prova C1, F1 e G1;

Etapa 17: Determinação das propriedades mecânicas de dureza, microdureza e traça, além do % de porosidade dos corpos de prova C1, F1 e G1;

Etapa 18: Moagem de alta energia da liga Fe30%Ni sinterizada à 1100°C, 8t, tempo de moagem de 2h, velocidade de rotação 200rpm inserindo percentual de molibdênio em 0,5% (H1), 1% (H2), 2% (H3).

Etapa 19: Sinterização dos corpos de Prova H1, H2 e H3;

Etapa 20: Caracterização microestrutural dos corpos de prova H1, H2 e H3;

Etapa 21: Determinação das propriedades mecânicas de dureza, microdureza e tração, além do % de porosidade dos corpos de prova H1, H2 e H3;

Etapa 22: Teste estatístico ANOVA por software SPSS ANOVA one-way, com Post Hoc de Tukey.

Etapa 23: Análise e discussão dos resultados;

Etapa 24: Defesa da tese;

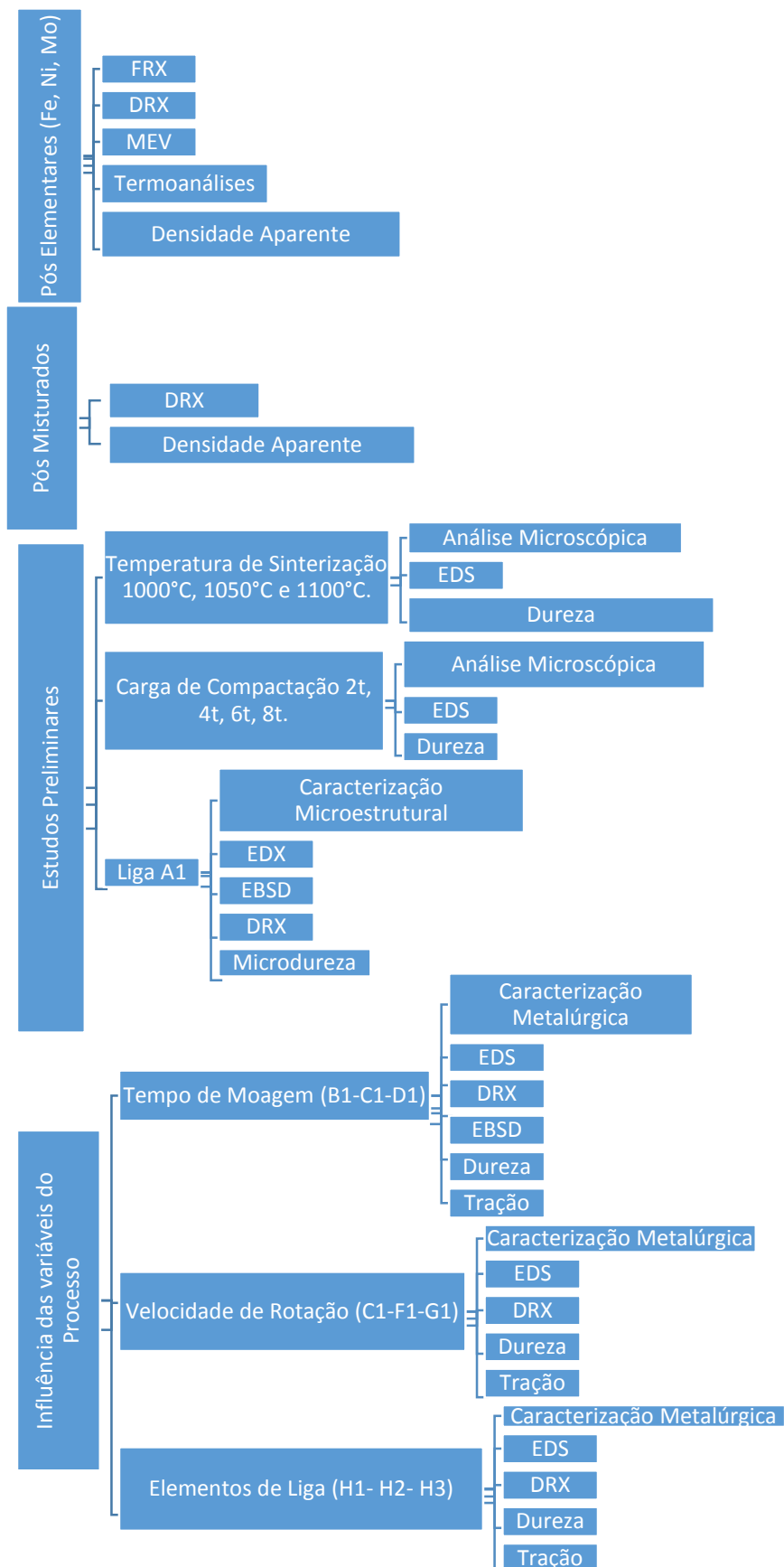
Etapa 25: Publicação de trabalhos técnico-científicos.

Os resultados preliminares serviram de base para determinação de parâmetros que foram fixados ao longo de todo trabalho.

O melhor resultado obtido para a variação de temperatura (1100°C) foi utilizado na sinterização dos corpos de prova utilizados para a determinação da carga de compactação e posterior caracterização da liga A1.

A Figura 15 demonstra a síntese da metodologia utilizada através do fluxograma.

Figura 15 - Fluxograma da metodologia empregada no trabalho.



Fonte: Autoria Própria

4.2.1 Caracterização Física (densidade aparente) e Microestrutural dos Pós.

Pequenas amostras retiradas dos pós foram submetidas a preparação metalográfica para análises das macroestruturas e microestruturas presentes utilizando microscopia eletrônica de varredura, Fluorescência de Raios X, Difração de Raios X, Análise Termogravimétrica (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA).

Para características físicas dos pós foi determinada a densidade relativa dos pós elementares e misturados. Define-se densidade aparente de um pó solto a massa deste pó livre colocado na matriz de compactação por unidade de volume (g/cm^3).

4.2.2 Processamento de Moagem de Alta Energia (MAE).

Foi utilizada para a moagem uma jarra de aço inoxidável 316L com esferas de 10 mm de diâmetro na proporção de 1g do material para 10g de esferas (1/10) Pinto (2008) e Manuel (2008).

A atmosfera da moagem utilizada foi sem proteção gasosa ou vácuo. A programação do moinho intercalava 30 minutos de moagem para 10 minutos de resfriamento (parada), para evitar o superaquecimento da jarra e consequente travamento por dilatação da tampa em relação a cavidade.

4.2.3 Compactação dos corpos de prova

Os corpos de prova tanto para a caracterização microestrutural quanto para ensaios de tração, dureza e microdureza foram compactados em uma máquina de ensaio universal Instron 5684 com capacidade de 10t mostrada na Figura 16.

A utilização deste equipamento se fez necessária para aumentar o controle de distribuição da carga e evitar empenamento dos punções dos moldes, muito comum em processamento das prensas hidráulicas manuais.

A velocidade de compactação utilizada foi de 0,2 mm/s usado como referência para não ocorrer o travamento do molde, uma vez que altas velocidades causavam esse fenômeno.

Figura 16 – Máquina de ensaios universal Instron.



Fonte: Universidade de Fortaleza (Unifor)

4.2.4 Estudo termodinâmico do sistema Fe-Ni e Fe-Ni-Mo.

Utilizando um programa termodinâmico, THERMOCALC (banco de dados TCFE6), foram levantados diagramas de fase com base nos teores das ligas apresentadas (Fe-Ni e Fe-28%Ni-2%Mo).

Através destes diagramas pretende-se analisar a influência do elemento molibdênio no sistema Fe-Mo e, assim, tentar determinar as fases para uma determinada composição de liga.

4.2.5 Sinterização e preparação dos corpos de prova sinterizados para análise metalúrgica.

Para esta etapa foram compactados e sinterizados 2 corpos de prova com média de 16g e dimensões especificadas na matriz de compactação. A programação para a sinterização foi determinada pela capacidade do equipamento (5°/minuto e com permanência de 1h à temperatura de sinterização e resfriamento ao forno até a temperatura ambiente).

Os corpos de prova obtidos nas etapas 7, 11, 15 e 19 foram submetidos a ensaios metalográficos para avaliação da fase resultante, utilizando microscopia ótica, e de varredura das regiões citadas, de modo a avaliar a difusão e suas influências nas fases formadas, bem como a relação dos parâmetros de sinterização utilizados com as fases presentes e as características das interfaces entre as fases diferentes.

As amostras foram lixadas utilizando lixas com granulação de 80, 220, 320, 400 e 600, polidas com pasta de diamante de 6, 3, 1 e ¼ µm (no caso das análises macroestruturais as amostras foram polidas somente até a pasta de 6 µm) e posteriormente atacadas quimicamente. Os corpos de prova foram atacados por uma solução de Nital (5% HNO₃) após lixamento e polimento.

4.2.6 Caracterização microestrutural para identificação de fases

A identificação das fases presentes em cada uma das etapas se deu a partir de análises simultâneas de EDS, EBSD e DRX. Para EBSD e DRX as devidas fases foram identificadas levando em consideração seu cadastro junto ao banco de dados COD (*Crystallography Open Database*) do portal de pesquisa da CAPES. As informações principais utilizadas para identificação de fases foram grupo espacial e parâmetro de rede. Para a difração de Raios X foi utilizado um tubo de cobalto com comprimento de onda $\lambda = 1,78897 \text{ \AA}$. Os apêndices dispõem de todos os arquivos cristalográficos (PDF e CIF) utilizados no trabalho.

Cálculo do tamanho de cristalito em ligas de Fe-Ni.

Equação de Debye-Scherrer:

$$t = \frac{K\lambda}{B\cos\theta} \quad (4)$$

Onde K é uma constante (Fator de forma) que vale 0,9, λ é o comprimento de onda da radiação usada para fazer as medidas. B é a largura do pico a meia altura (FWHM).

Após análise de dez áreas aleatórias de EBSD será calculada a média dos percentuais de cada fase para os processamentos de baixa e alta energia.

4.2.7 Caracterização das propriedades mecânicas dos corpos de prova sinterizados

Para a avaliação das propriedades mecânicas dos corpos serão utilizados os ensaios de microdureza *Vickers*, Dureza Hockwell e Tração. O ensaio de microdureza *Vickers* foi realizado para avaliar possíveis diferenças de dureza entre as fases presentes.

Foram realizados ensaios de microdureza *Vickers* segundo a norma ASTM (2002). Os ensaios de microdurezas foram realizados com dois propósitos distintos: levantar o perfil de microdureza ao longo de cada fase, ao longo da interface dissimilar entre as fases.

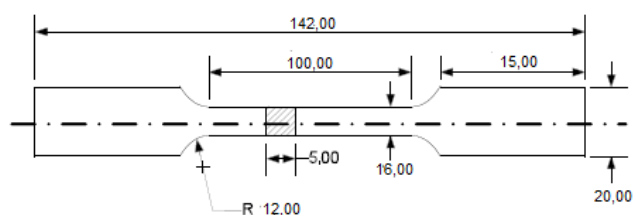
A dureza contribuiu para uma avaliação Macroestrutural da liga e foi principal característica utilizada para relacionar as variáveis estudadas.

As normas que orientaram estes ensaios foram a ASTM E18 (Standard methods for Rockwell hardness and Rockwell superficial hardness of metallic materials) e a ISO 6508-1 (Metallic materials - Rockwell hardness test - Part 1: Test method (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)).

Corpos de prova de seção circular foram usinados para a realização de ensaios de tração a temperatura ambiente de acordo com a norma NBR 6152 e ASTM E 8 – 03, conforme está apresentado na Figura 17.

Foram compactados 4 corpos de prova para cada variável, onde se descartou o resultado com maior variação da média para minizar possíveis erros de fabricação. A velocidade escolhida para o ensaio foi a mínima especificada pela norma uma vez que os primeiros ensaios determinaram um módulo de elasticidade abaixo de 150 GPa. ($2\text{N/mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$). O valor da constante para determinação das dimensões dos corpos de prova escolhido para o ensaio foi o $K=5,65$.

Figura 17 - Desenho esquemático do corpo de prova para ensaio de tração.



Fonte: Adaptado de Guimarães (2011).

4.2.8 Cálculo do Percentual de Porosidade (% Poros)

Para porosidade foi calculada a densidade teórica da liga proposta através da equação:

$$\% \text{ Poros} = [1 - (DM/DT)] \times 100, \text{ onde:} \quad (5)$$

DM= Densidade Medida

DT= Densidade Teórica, obtida pela equação da densidade teórica para compósitos

$$DT = \% \text{vol do elem.1} \times \text{Densid. elem. 1} + \% \text{vol do elem. 2} \times \text{Densid. elem. 2} \quad (6)$$

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

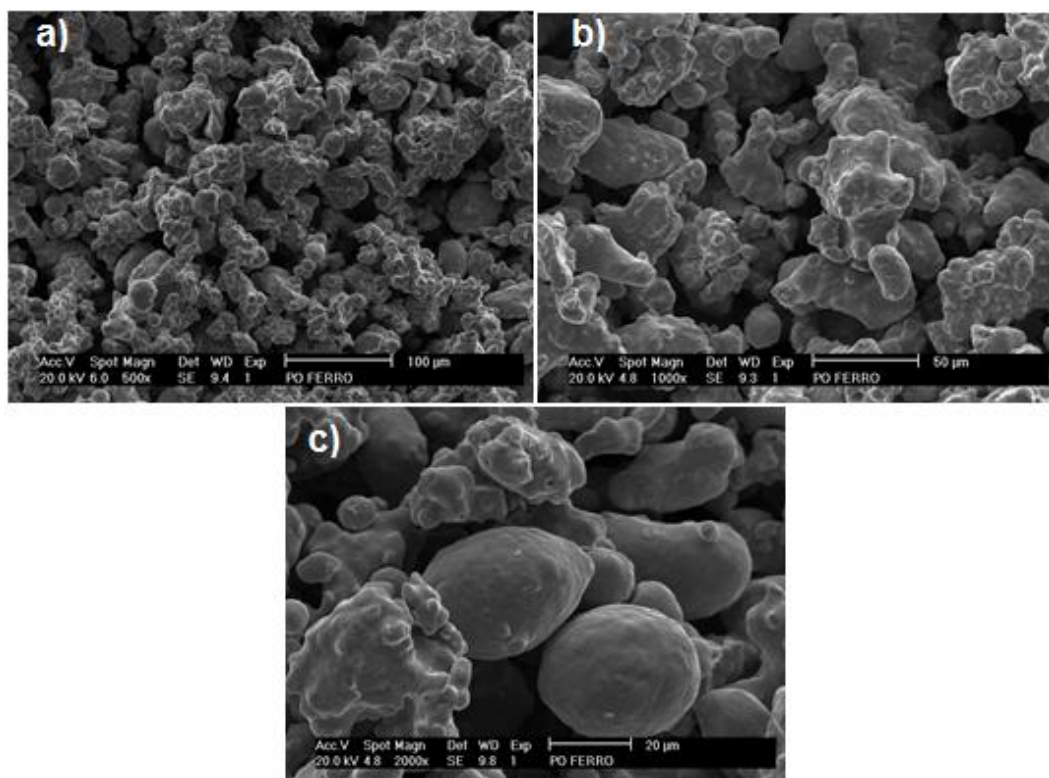
5.1 Caracterização dos Pós Elementares

A caracterização dos pós elementares se divide em resultados de MEV para análise de tamanho e forma das partículas, Fluorescência de Raios X (FRX) e Difração de Raios X (DRX) para análise de composição e pureza, Análise Termogravimétrica (TG) e Análise Térmica Diferencial (DTA) para caracterização de transformações e fenômenos nos pós elementares e Densidade Aparente dos pós não processados.

5.1.1 Resultados de MEV

A Figura 18 apresenta a micrografia do pó de Fe puro obtida no MEV. É possível observar que as partículas apresentam formas distintas que vão desde formatos circulares definidas à irregulares. As partículas não são maiores que 55 μm , o que ratifica a especificação do fabricante para o pó de ferro.

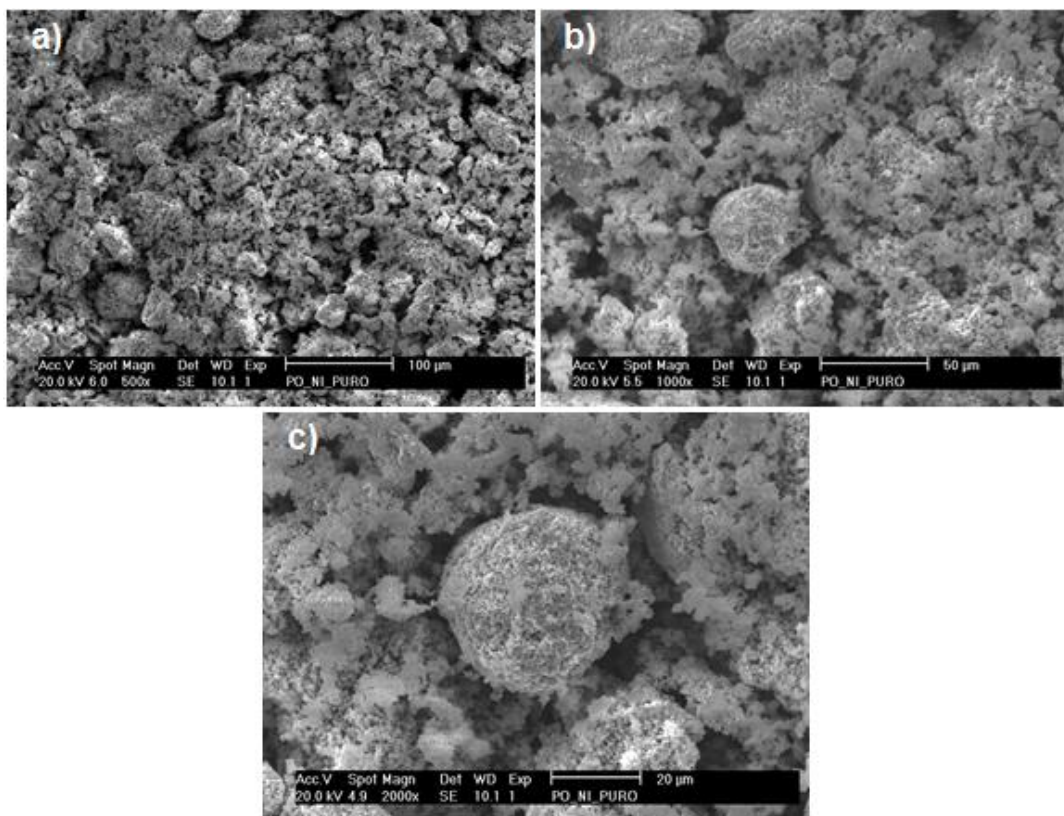
Figura 18 - Micrografias das partículas de pó de Fe puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.



Fonte: Autoria própria.

O formato irregular da maioria de algumas partículas é favorável a sinterização, pois aumenta a sua área superficial específica. Contudo, quando aliado a tamanhos menores de partículas, gera forte tendência a formação de clusters (aglomerados), o que prejudica a homogeneidade das propriedades ao longo do material sinterizado. A Figura 19 apresenta as micrografias das partículas de Ni puro obtidas pelo MEV. Observa-se que as partículas apresentam um formato do tipo irregular à dendrítico, em alguns locais, bastante indefinido, com a aparência de um aglomerado de partículas menores sobre uma partícula maior. Com relação ao tamanho, é possível notar que as partículas possuem um tamanho bem menor que as partículas de Fe.

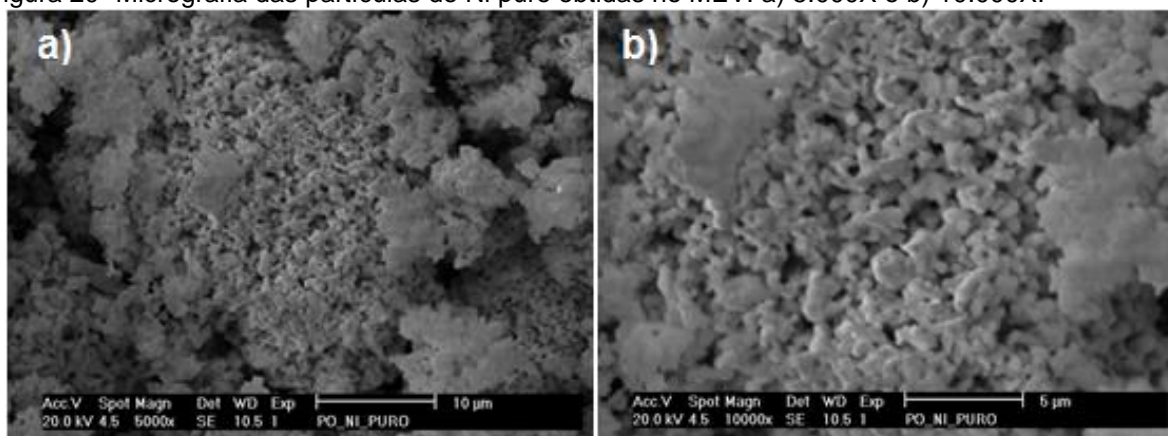
Figura 19 - Micrografias das partículas de pó de Ni puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.



Fonte: Autoria própria.

As partículas dendríticas são apresentadas na Figura 20 onde não é possível distinguir se as mesmas fazem parte de uma cadeia de aglomerados unida em uma partícula maior ou se são micro partículas independentes. A densificação do compactado a verde e da peça sinterizada tem relação inversa ao tamanho de partícula, quanto menor a partícula maior será sua densificação.

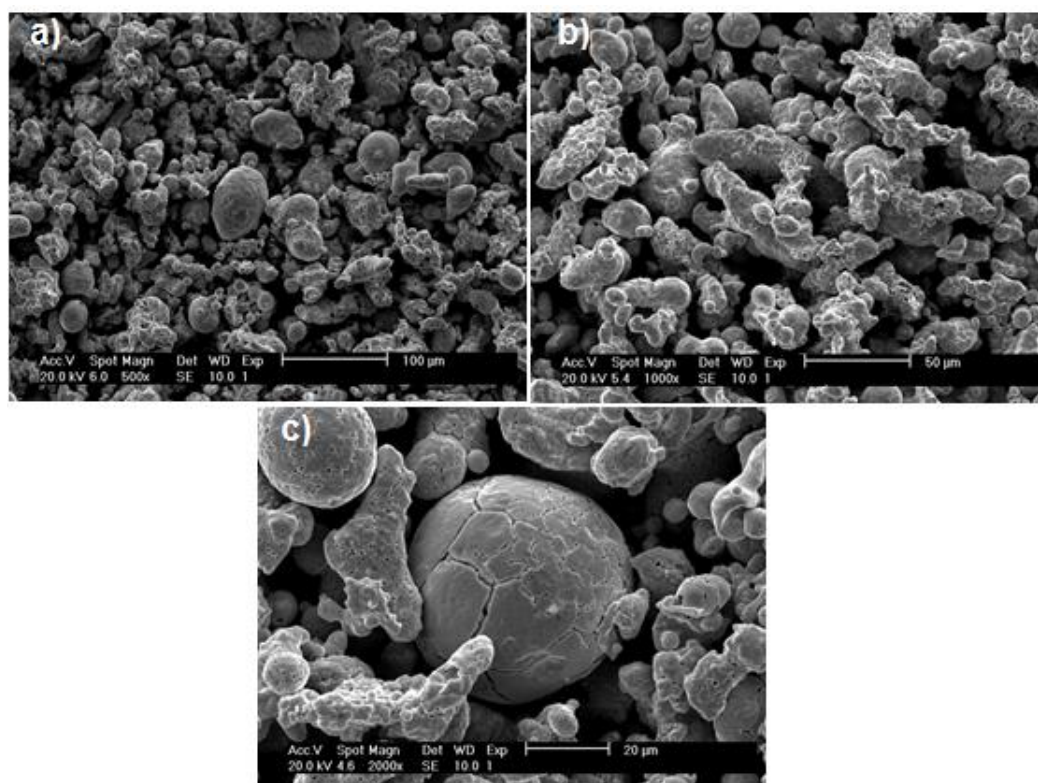
Figura 20- Micrografia das partículas de Ni puro obtidas no MEV. a) 5.000X e b) 10.000X.



Fonte: Autoria própria.

As partículas de Molibdênio possuem o formato mais irregular dentre as matérias primas utilizadas neste trabalho. A maioria de suas partículas é granular e possui tamanho máximo de 40 µm. A Figura 21 mostra o formato descrito bem como as medidas de tamanho médio que põe o material em conformidade com o descrito pelo fornecedor.

Figura 21 - Micrografias das partículas de pó de Mo puro obtidas pelo MEV. a) 500X, b) 1000X e c) 2000X.



Fonte: Autoria própria.

5.1.2 Fluorescência de Raios-x (FRX)

O método quali-quantitativo permite explorar a composição química da amostra diretamente observada pelo espectro de Raios X emitido por cada elemento. De acordo com a tabela 5, verifica-se um grau de pureza em torno de 99,8% para o Ferro. Observa-se que a impureza com teor mais elevado no Fe é o elemento silício (0,11%), seguido pelo manganês.

Tabela 5 - Composição química do pó de Fe obtida por FRX.

Elemento	% em massa
Fe	99,779
Si	0,108
Mn	0,049
Cr	0,040
Ca	0,024
Total	100,00

Fonte: Autoria própria.

A Tabela 6 mostra os resultados de fluorescência para o pó de Níquel. O grau de pureza é mais baixo que para o Ferro (99,1%), entretanto a impureza mais presente neste elemento é o Ferro (0,4%) que também é elemento desejável da liga. Verifica-se também com valores relevantes, a Sílica (0,183%), o Cromo (0,162%) e o Cobalto (0,141%).

Tabela 6 - Composição química do pó de Ni obtida por FRX.

Elemento	% em massa
Ni	99,106
Fe	0,408
Si	0,183
Cr	0,162
Co	0,141
Total	100,00

Fonte: Autoria própria.

A Tabela 7 apresenta a composição para o pó de Molibdênio. Conforme o resultado obtido o pó de Molibdênio é o que apresenta o menor número de elementos de impureza, sendo verificado apenas Fe (0,373%), Si (0,100%) e S (0,027%). O grau de pureza é de 99,5% em massa.

Tabela 7 - Composição química do pó de Mo obtida por FRX.

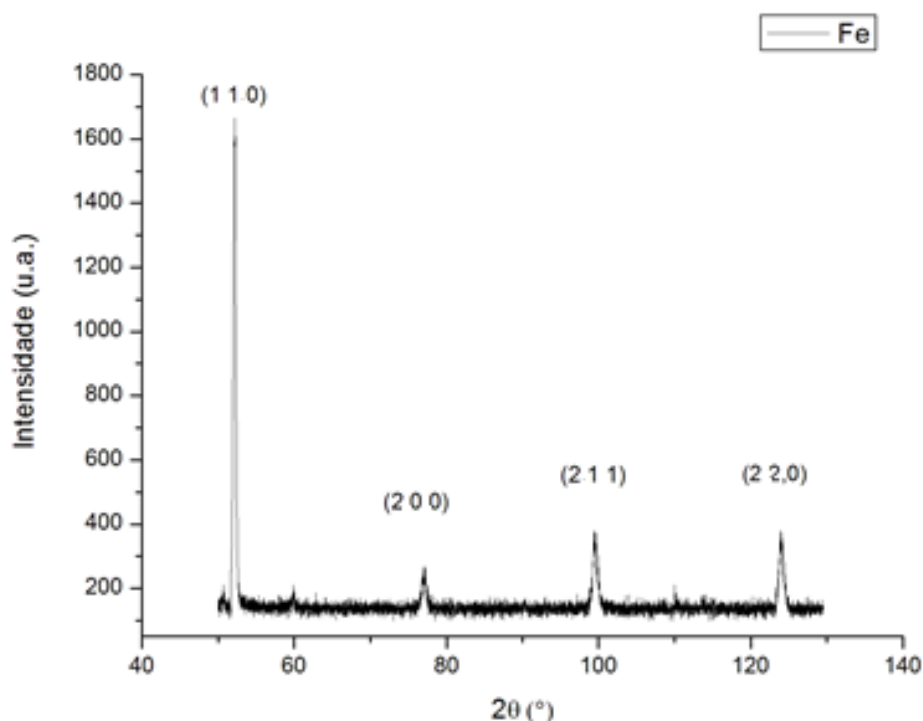
Elemento	% em massa
Mo	99,500
Fe	0,373
Si	0,100
S	0,027
Total	100,00

Fonte: Autoria própria.

5.1.3 Difração de Raios X (DRX)

As Figuras 22, 23 e 24 representam os difratogramas dos pós elementares como recebidos, sem qualquer processamento térmico ou mecânico com intuito de confirmar o resultado obtido na FRX .A Figura 22 mostra os picos de difração do pó de ferro puro, onde os picos difratados são dos planos presentes na fase ferrita α não conseguindo detectar a presença de impurezas devido à existência em pequenas quantidades.

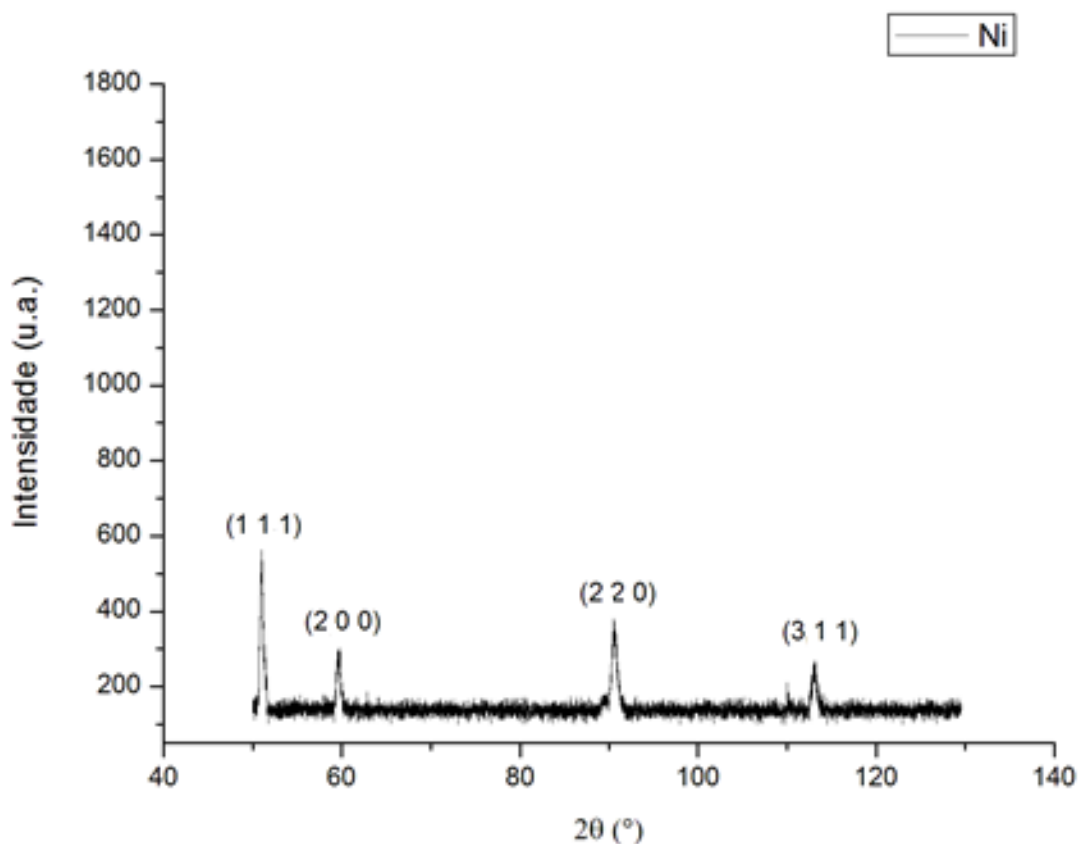
Figura 22 - Difratograma do pó de ferro sem processamento.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 23 mostra os picos de difração do pó de Níquel puro, onde os picos difratados são dos planos presentes no Níquel (CFC), também representando um alto grau de pureza.

Figura 23 - Difratoograma do pó de Níquel como recebido

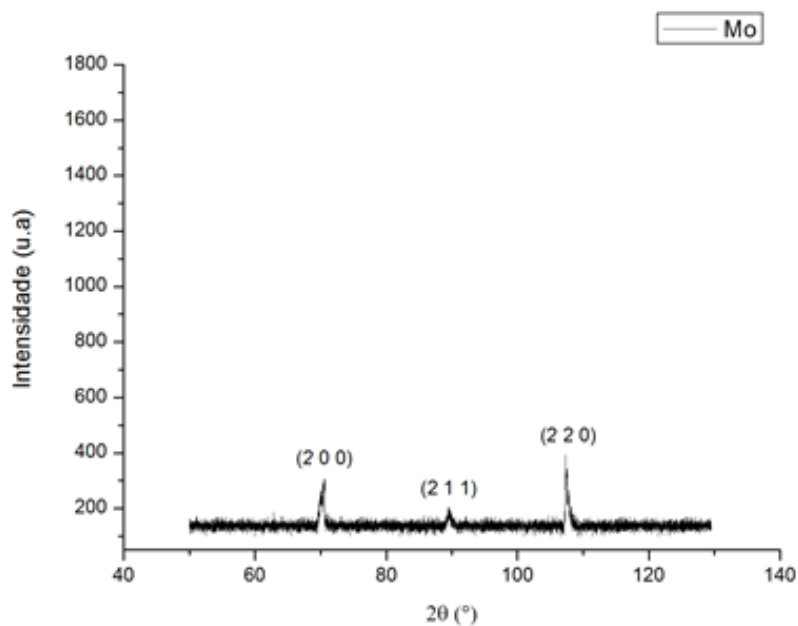


Fonte: Autoria própria.

A Figura 24 mostra os picos de difração do pó de Molibdênio puro, onde os picos difratados são correspondentes a estrutura do Molibdênio, com a não observância do pico referente ao plano (110) responsável por um ângulo 2θ de aproximadamente $47,5^\circ$ que não está contemplada nos limites do ensaio. O molibdênio também possui níveis de impureza imperceptíveis ao difratômetro.

Os pós elementares analisados para composição das ligas apresentaram um alto grau de cristalinidade, por seu picos bem definidos e identificados. A relação entre os picos dos pós analisados e os calculados pela lei de Bragg para cada elemento estão apresentados na Tabela 8.

Figura 24 - Difratoograma do pó de Molibdênio como recebido.



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 8 apresenta a descrição dos picos observados para os pós elementares e os respectivos picos calculados e expostos no PDF (*Powder Diffraction File*) para cada fase.

Tabela 8 - Relação entre picos observados nos difratogramas dos pós elementares e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg.

Fase	Pico Observado (2θ) A1	PDF	Diferença entre os picos (2θ)
Fe (CCC)	52,387	52,335	0,052
	77,215	77,168	0,047
	99,675	99,605	0,070
	123,777	123,767	0,010
Ni (CFC)	51,260	51,432	-0,172
	61,189	61,338	-0,149
	92,208	92,335	-0,127
	115,323	115,530	-0,207

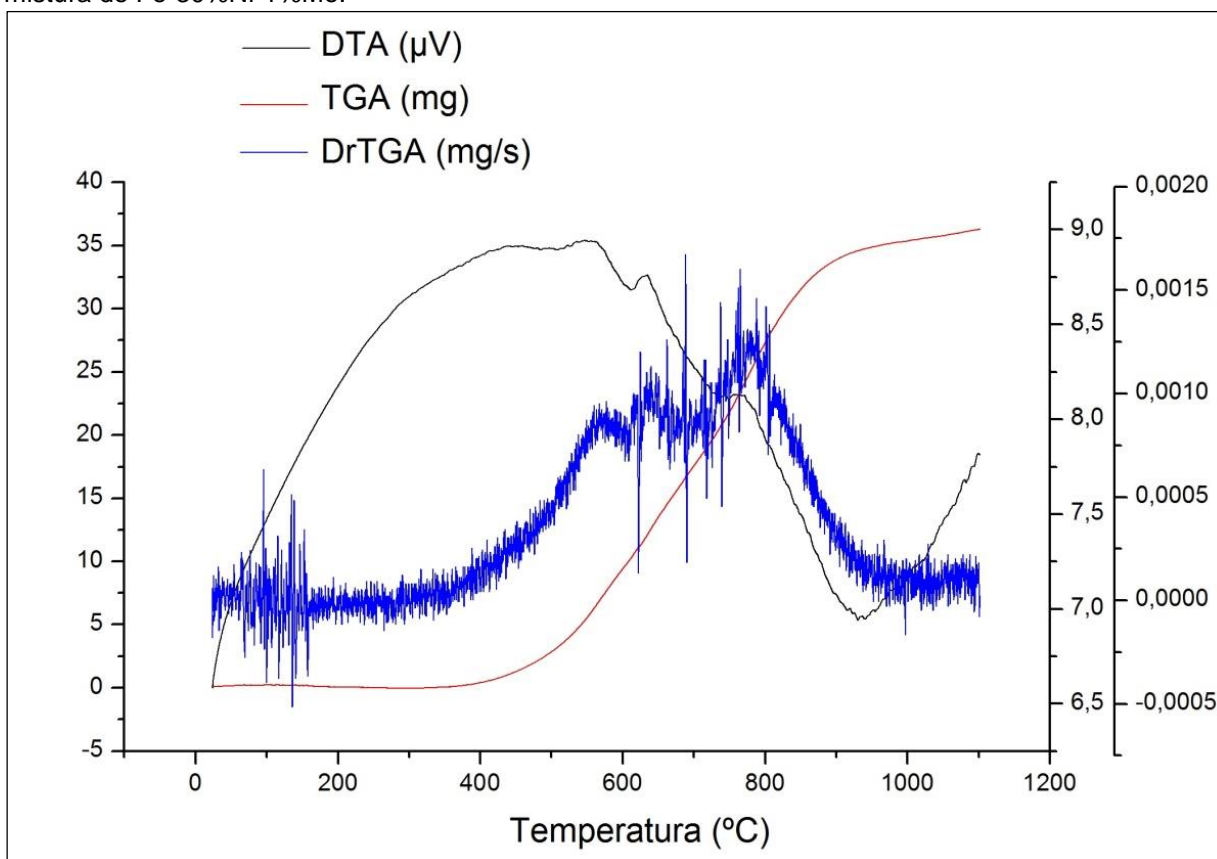
Mo (CCC) 01-1267	69,680	69,443	0,237
	88,800	88,470	0,330
	107,670	107,322	0,348

Fonte: Autoria Própria.

5.1.4 Termoanálises

A partir do gráfico da Figura 25 é possível observar que houve um aumento da massa da amostra com o aumento da temperatura na faixa entre 450 °C e 900 °C. Devido ao elevado teor de ferro na mistura associado à sua exposição ao ar atmosférico, uma vez que o ensaio não foi realizado em atmosfera controlada, ocorreu a formação de óxido, o que explica o ganho de massa observado. Este resultado também se confirma na curva derivada, curva de DrTGA (em azul).

Figura 25 - Curvas das análises termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA) para a mistura de Fe-30%Ni-1%Mo.



Fonte: Autoria própria.

Observa-se, ainda na Figura 25, que a curva de DTA apresenta picos e vales que indicam a ocorrência de eventos associados à mudança de temperatura. Os picos com concavidade voltada para baixo indicam a ocorrência de uma reação exotérmica, do contrário, a reação é endotérmica. O trecho da curva que corresponde às temperaturas entre 300°C-600°C aproximadamente, indica a ocorrência de uma reação exotérmica, reforçando o indicio da oxidação da mistura. Por outro lado, o trecho correspondente a temperaturas entre 850°C-930°C, representa um evento endotérmico, situando-se na região onde não mais ocorre nenhuma alteração significativa na massa da amostra, indicando assim, que esta ocorrência deve estar relacionada a transformação de fases.

Uma vez que as ligas foram misturadas em condições de baixa energia, com o objetivo apenas de homogeneizar a amostra, deve-se levar em consideração as mudanças de fase dos pós puros, pois na condição de baixa energia não há interação efetiva entre as partículas de pó. No diagrama de fase da liga Fe-Ni (figura 6), observa-se que para o ferro puro há uma mudança de fase na temperatura de 912 °C, na qual há a transformação alotrópica do Fe- α CCC para o Fe- γ CFC. Já para o níquel, nenhuma mudança é observada até a sua temperatura de fusão (1455 °C). Assim, pode-se associar o evento endotérmico associado ao último pico como a transformação alotrópica do ferro. Para o Molibdênio também não se observa nenhuma transformação ou fenômeno até a faixa de temperatura do ensaio (1150°C).

5.1.5 Densidade aparente dos pós não processados

A partir dos pós elementares foi determinada a densidade aparente da matéria prima, fator importante para a curva de compactação do material e conseqüentemente para as propriedades mecânicas. A Tabela 9 mostra os valores para os pós de Ferro, Níquel e Molibdênio.

Tabela 9 - Densidade aparente dos pós elementares.

Elementos	Densidade Aparente (g/cm³)
Fe	3,19 ±0,03
Ni	3,03 ± 0,02
Mo	3,06 ± 0,02

Fonte: Autoria própria.

As densidades calculadas estão dentro da faixa de valores divulgados pelos fornecedores (até 6 g/m³) para todos os pós, no entanto, os pós se

apresentaram com características homogêneas conforme seus respectivos desvios padrão.

O ferro se apresentou como o pó mais denso e o níquel o menos denso, sendo esperada para a mistura uma densidade aparente próxima à encontrada por esse procedimento. A densidade aparente dos pós é influenciada diretamente pelo formato uma vez que analisando os valores de densidade para os elementos (Fe= 7,874 g/cm³; Ni= 8,908 g/cm³; Mo= 10,280 g/cm³), o níquel possui densidade maior que o ferro, no entanto se apresenta neste trabalho com maior irregularidade de forma (ASM, 1990).

5.2 Caracterização dos pós após mistura

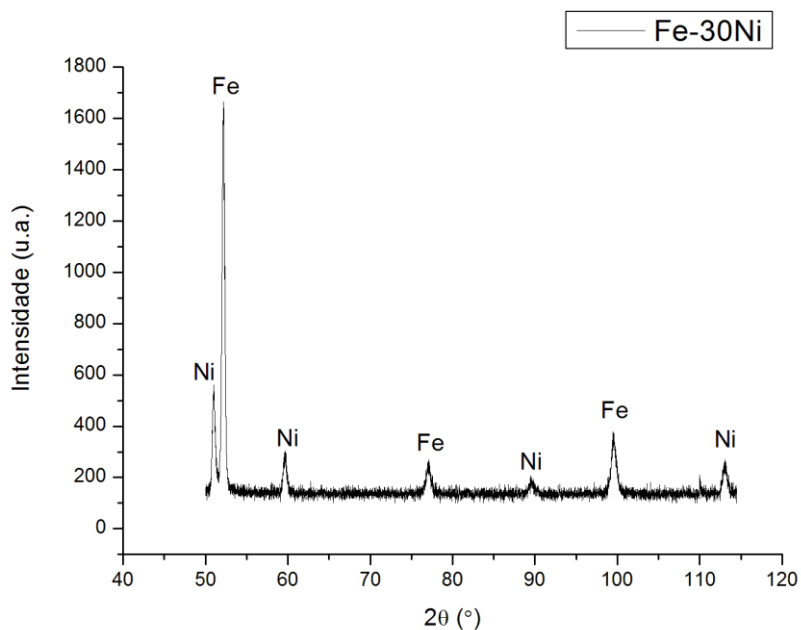
5.2.1 Difração de Raios – X (DRX) após mistura

A Figura 26 mostra o difratograma dos pós (Fe-30%Ni) misturados no misturador Y, em baixa energia (25rpm), mostrando que nessa velocidade de rotação não acontece difusão entre os pós e conseqüentemente formação de novas fases antes da compactação e sinterização.

A mistura a baixa energia tem como característica básica apenas a homogeneização do conteúdo em deposição e não a interação entre partículas formando compostos ou soluções sólidas como na MAE. Pelo fato também de não se utilizar esferas responsáveis por triturar e unir partículas dissimilares era esperado que o material retirado do reservatório de mistura apresentasse apenas picos referentes aos pós que o constituiu.

Processamentos a baixa energia não acarretam o aumento excessivo de temperatura no interior do reservatório e conseqüentemente na mistura, o que retarda a possibilidade de formação de óxidos através do contato da mistura com o ar atmosférico, uma vez que não foi utilizado vácuo ou atmosfera de proteção durante o experimento.

Figura 26- Difratoograma da mistura Fe-30%Ni a baixa energia (25 rpm).



Fonte: Autoria própria.

A Tabela 10 expõe a diferença entre picos observada no difratograma da Figura 26. Os difratogramas expostos na Figura 26 possuem baixos valores de distorção entre os picos observados e os obtidos pela lei de Bragg.

Tabela 10 - Relação entre picos observados nos difratogramas da Figura 26 e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg

Fase	Pico Observado (2θ) A1	PDF	Diferença entre os picos (2θ)
Fe (CCC)	52,302	52,335	-0,033
	77,015	77,168	-0,153
	99,475	99,605	-0,130
	123,570	123,767	-0,197
Ni (CFC)	51,360	51,432	-0,072
	61,189	61,338	-0,149
	92,308	92,335	-0,027
	115,473	115,530	-0,057

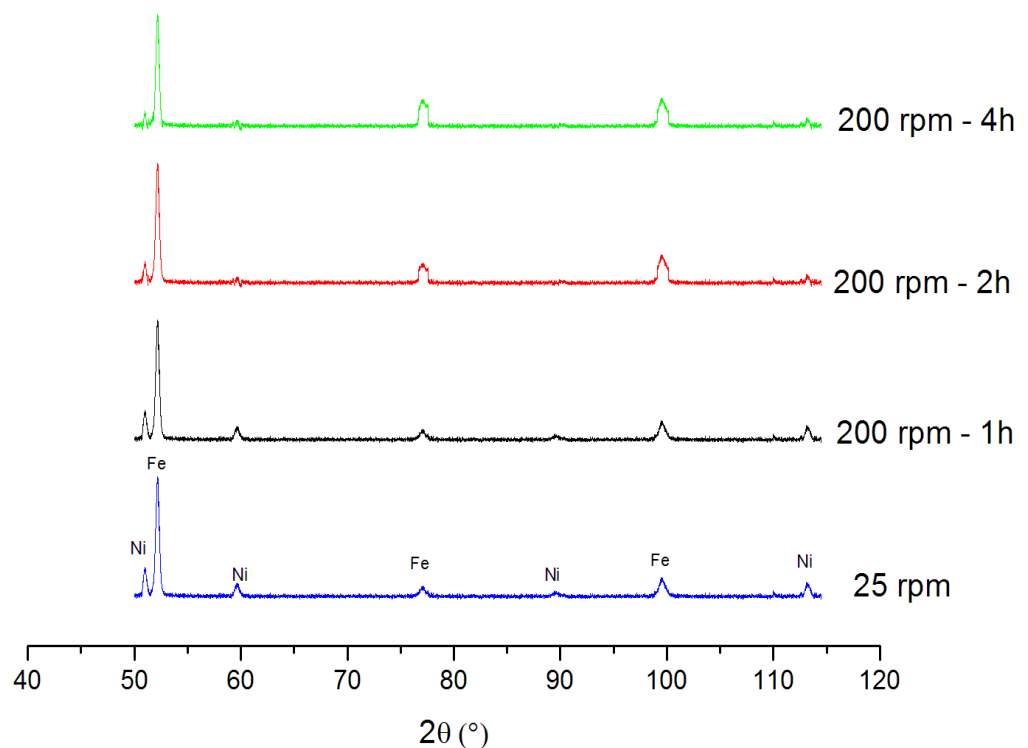
Fonte: Autoria própria.

Como um dos objetivos do trabalho é investigar a influência da Moagem de Alta Energia (MAE), sobre as propriedades mecânicas do sinterizado, a Figura 18 mostra um comparativo entre os pós misturados a baixa energia e as misturas de pós produzidos por moagem de alta energia a 200 rpm por 1h, 2h, e 4h.

A Figura 27 mostra que na moagem de alta energia os picos referente às fases CCC (α e α') aumentam, enquanto as possíveis fases CFC (Ni e Austenita) tendem a desaparecer com o aumento do tempo de moagem de alta energia.

Como, a princípio, não há mudança na composição química da mistura sugere-se que haja uma transformação da estrutura inicial (Fe puro + Ni Puro) em aglomerados de Fe-Ni com estrutura da martensita α' de baixo carbono obtida por deformação. Entretanto as mudanças mais significativas ocorrem até 2 horas de moagem, sugerindo que não ocorre transformação significativa de 2h para 4h.

Figura 27 - Difratogramas comparativos entre a mistura a baixa energia (25 rpm) e moagem de alta energia à 200 rpm por 1h, 2h, 4h.



Fonte: Autoria própria.

5.2.2 Densidade Aparente após mistura

A Tabela 11 mostra os valores para as misturas Fe-30%Ni relacionando as moagens de alta e baixa energia. Os resultados mostram que a densidade aparente aumenta com o processamento por alta energia dos pós, onde a maior densidade dentre as amostras realizadas foi observada para as condições de 200 rpm por 2h.

Tabela 11 - Densidade aparente da mistura Fe-30Ni processadas por Baixa Energia (25 rpm) e Alta Energia (200 rpm – 1h,2h,4h) .

Elementos	Densidade Aparente (g/cm ³)
25 rpm	3,10 ±0,03
200 rpm - 1h	3,33 ± 0,12
200 rpm - 2h	3,46 ± 0,16
200 rpm - 4h	3,42 ± 0,14

Fonte: Autoria própria.

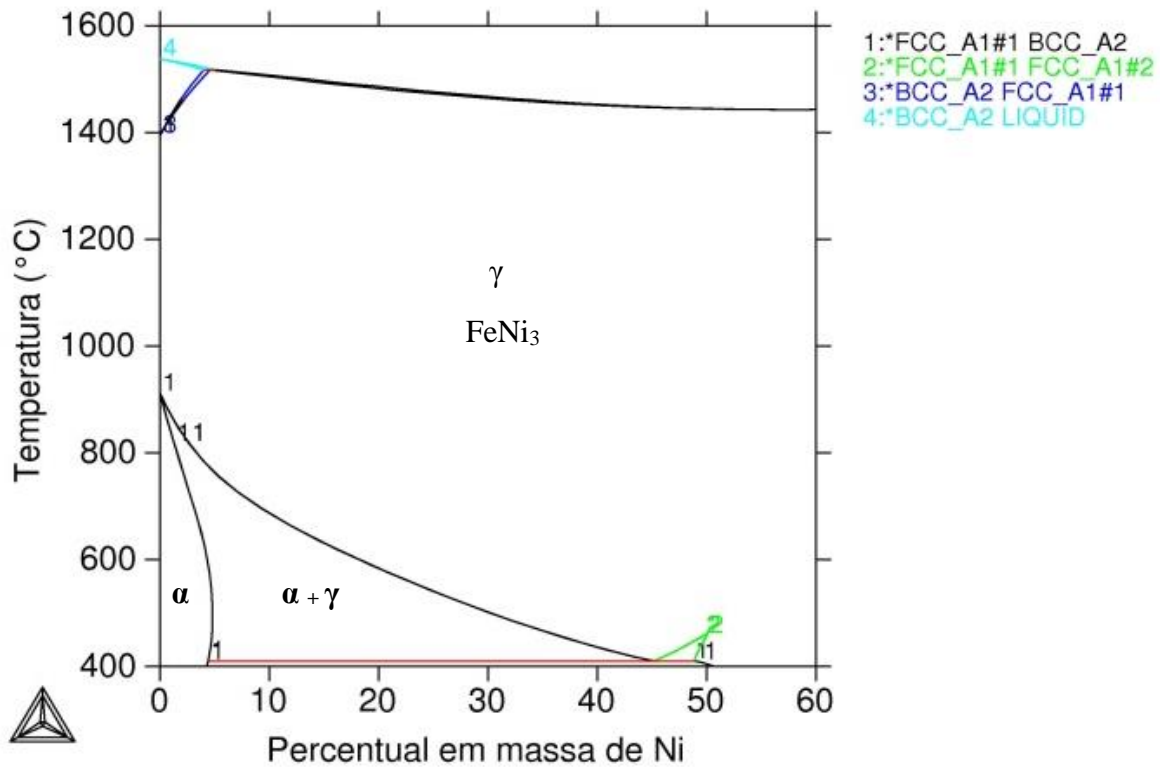
Os resultados indicam que a moagem de alta energia aumenta a densidade devido à diminuição do tamanho das partículas e conseqüentemente diminuição dos espaços vazios no aglomerado medido.

5.3 Diagrama de Equilíbrio

O Diagrama de Equilíbrio obtido no programa computacional termodinâmico mostra, para uma liga composta de Fe (70%) e Ni (30%), uma microestrutura CFC austenítica em sua totalidade à temperaturas acima de 600°C havendo uma transformação de fases em temperaturas abaixo desse valor, para uma fase CCC α com aproximadamente 96% de Fe e austenita γ (CFC) conforme Figura 28.

O diagrama da Figura 28 ainda mostra, para composições com percentuais de Níquel acima de 45%, o aparecimento de uma fase CFC ($\gamma + \text{FeNi}_3$) a temperaturas em torno de 400°C. de acordo com ASM,(1990) esta fase representa um composto intermetálico FeNi₃ com elevado teor de Níquel.

Figura 28 - Diagrama obtido através do THERMOCALC de uma liga binária Fe-Ni.



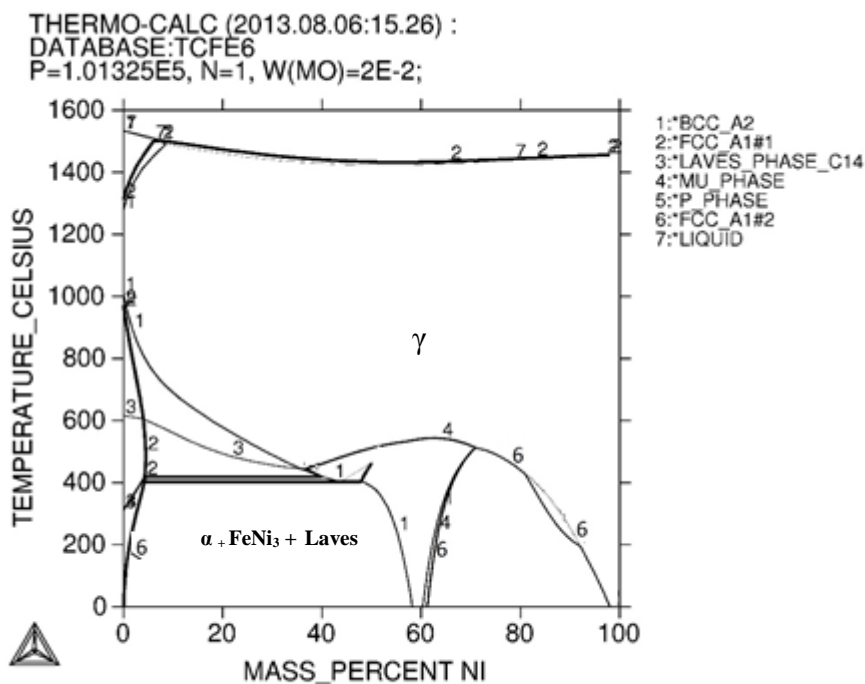
Fonte: Autoria própria.

Para temperaturas abaixo de 400°C na composição da liga proposta neste trabalho, a estrutura contendo $\alpha + \gamma$ se transforma em $\alpha + \text{FeNi}_3$ conforme apresentado por Gallas (1992). Como mostrado pela Figura 29, o diagrama Fe-Ni com adição de 2% de Mo, apresenta novas fases.

O processamento industrial de produtos da Metalurgia do Pó nem sempre estão de acordo com os fenômenos apresentados pelos diagramas de equilíbrio, uma vez que é necessária uma velocidade suficientemente lenta para formação das fases previstas.

Para a liga Fe30%Ni, existe a possibilidade de formação de fases metaestáveis como a Martensita CCC (α'), Austenita retida a temperatura ambiente (γ') como observado nos estudos de Gallas (1992) e Santos (2008).

Figura 29 - Diagrama obtido através do THERMOCALC de uma liga Fe-Ni-2% Mo



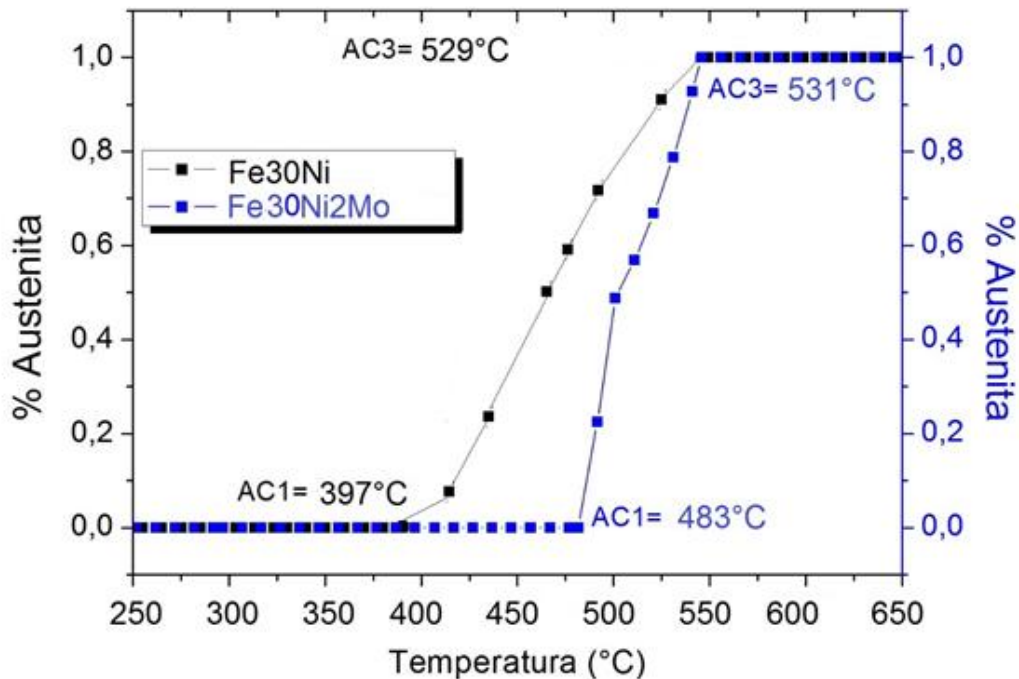
Fonte: Autoria própria

Para as composições utilizadas nesse trabalho (liga base Fe-30Ni com adições de até 2% Mo) à temperatura ambiente ocorre a formação da fase Laves. Para os componentes utilizados a fase laves é o Fe_2Mo , como estudado por Andrade (2006), esta apresenta características de dureza e fragilidade muito elevadas.

O processamento das ligas ferrosas com molibdênio como elemento de liga, também pode causar o aparecimento de fases metaestáveis como, por exemplo a formação de solução sólida substitucional do Molibdênio na Ferrita α .

Outro resultado importante que pode ser obtido por meio de análises de equilíbrio é a determinação das temperaturas críticas de transformação da austenita para cada uma das ligas. Na Figura 30 pode ser observada a estimativa da variação da fração de austenita formada durante o aquecimento para as ligas Fe30Ni e Fe28Ni2Mo. Com base nesses dados pode ser obtida a estimativa dos valores de AC1 e AC3 para ambas as ligas.

Figura 30 – Fração de austenita em função da temperatura para as ligas Fe30Ni e Fe28Ni2Mo.



Fonte: Autoria Própria

A importância da determinação dessas temperaturas de transformação está no fato de que para as condições de equilíbrio (resfriamento suficientemente lento para difusão e formação das fases a temperatura ambiente) é necessário saber em que temperatura não existirá mais nenhum percentual de fase austenita. Analisando as ligas propostas para o trabalho nota-se que o percentual de 2% de molibdênio aumenta a temperatura de AC1 (433°C para Fe30%Ni2%Mo contra 397°C para Fe30%Ni), aumentando a temperatura onde a liga se apresenta com 0% de austenita.

5.4 Estudos Preliminares (Temperatura de Sinterização – Pressão de Compactação)

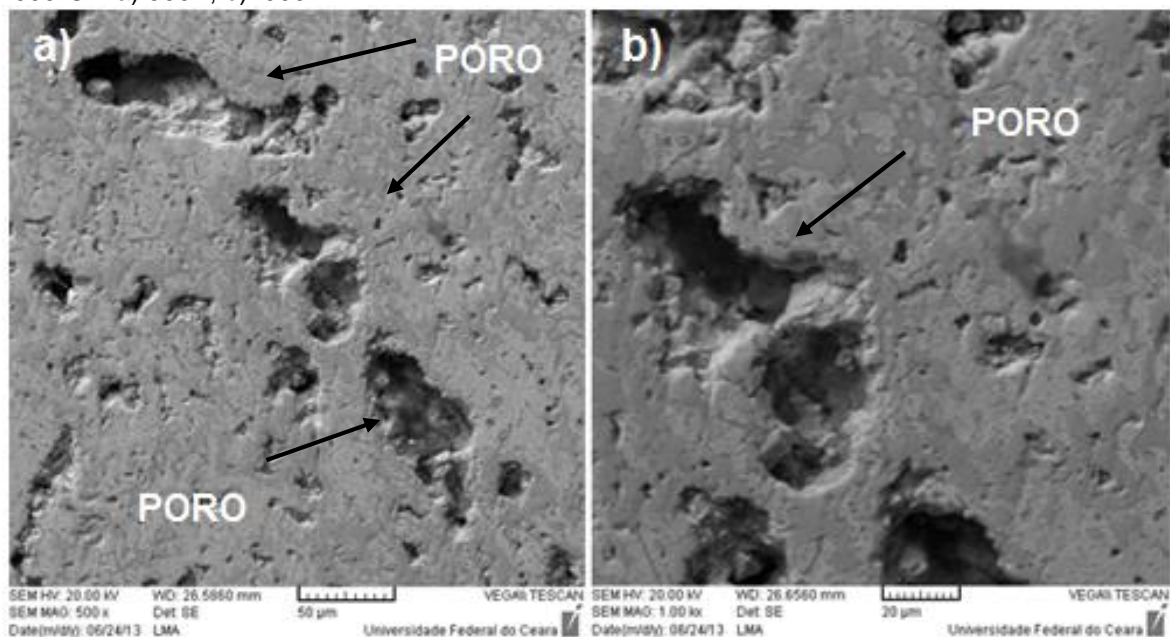
5.4.1 Temperatura de Sinterização – Análise Microscópica

Após a realização das etapas de mistura, compactação e sinterização podemos perceber que o resultado do processo foi uma Liga Fe-30%Ni consolidada, entretanto com alto nível de porosidade como observado posteriormente nos resultados relativos a densidade teórica. O produto final apresentou interação entre

as partículas, mostrando que o resultado do processamento gerou amostras com propriedades mecânicas bem superiores que a peça a verde.

Como podemos ver na Figura 31 (para amostras processadas a 1000°C), apesar do aspecto poroso pode-se notar áreas de superfície sólida e densificada, fruto da difusão interatômica, e por se tratar de uma temperatura abaixo de 70% da temperatura de fusão do elemento de menor ponto de fusão, tal porosidade já era esperada.

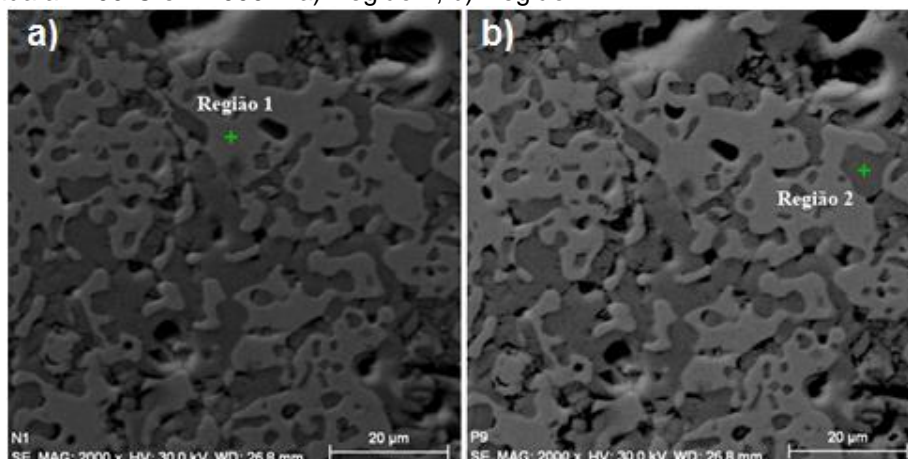
Figura 31 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de uma amostra sinterizada a 1000°C – a) 500X, b) 1000X.



Fonte: Autoria Própria

A Figura 32 apresenta imagens obtidas por MEV em duas regiões de uma amostra sinterizada a 1100°C. A região 1, denominada aqui como região clara, apresenta uma composição de Fe e Ni balanceada. Já a região 2, representada na cor escura, apresenta uma composição majoritária de Fe, com teores de Ni em torno de 1,28% em peso. Como o teor de Fe na mistura é bem maior que o de Ni, era esperado que ocorressem regiões onde não se apresentassem altas concentrações de Ni. A amostra analisada após sinterização em temperatura de 1100°C mostra uma menor presença de poros que resultará em uma maior medida de resistência mecânica do material. Após o ataque Químico, a Figura 32 mostra também zonas de difusão do Níquel no ferro, comprovadas pelo EDS das duas regiões encontradas.

Figura 32 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de uma amostra sinterizada a 1100°C em 2000X. a) Região 1, b) Região 2.



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 12 traz os dados obtidos pelo EDS apresentados em porcentual de peso e porcentagem atômica da liga Fe-30Ni sinterizado a 1100°C nos dois pontos representados acima: região 1 e região 2.

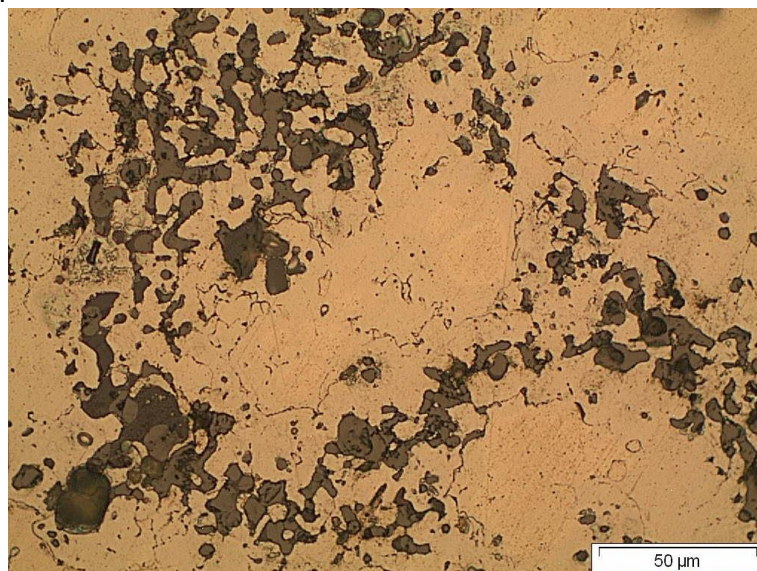
Tabela 12 – Dados de EDS da amostra sinterizada a 1100°C

	Região 1 – Região Clara		Região 2 – Região Escura	
	wt. %	at. %	wt. %	at. %
Fe	50,61	51,85	98,72	98,78
Ni	49,39	48,15	1,28	1,22

Fonte: Autoria Própria

A Figura 33 mostra um corpo de prova sinterizado a 1050°C, no microscópio óptico, onde é possível notar mais uma vez a presença destas duas fases distintas.

Figura 33– Imagem obtida por microscopia óptica de uma amostra sinterizada a 1050°C.



Fonte: Autoria própria.

5.4.2 Temperatura de Sinterização – Porosidade

Para determinação do nível de porosidade no estudo da temperatura de sinterização a Tabela 13 mostra os resultados baseados no cálculo da densidade teórica da liga (Equação 5).

Tabela13 - Determinação do percentual de porosidade da liga sinterizada a 1000°C, 1050°C e 1100°C.

DENSIDADE DOS ELEMENTOS (g/cm ³)							
		Fe	Ni	Mo			
		7,874	8,908	10,280			
CALCULO DA POROSIDADE							
Ligas	% vol. Fe	% vol. Ni	% vol. Mo	Densidade Teórica (DT) (g/cm ³)	Densidade Medida (DM) (g/cm ³)	% poros [1- (DM/DT)]x 100	
1000° C	72,5	27,5	0	8,158	5,995	26,52	
1050° C	72,5	27,5	0	8,158	6,023	26,17	
1100° C	72,5	27,5	0	8,158	6,099	25,24	

Fonte: Autoria própria.

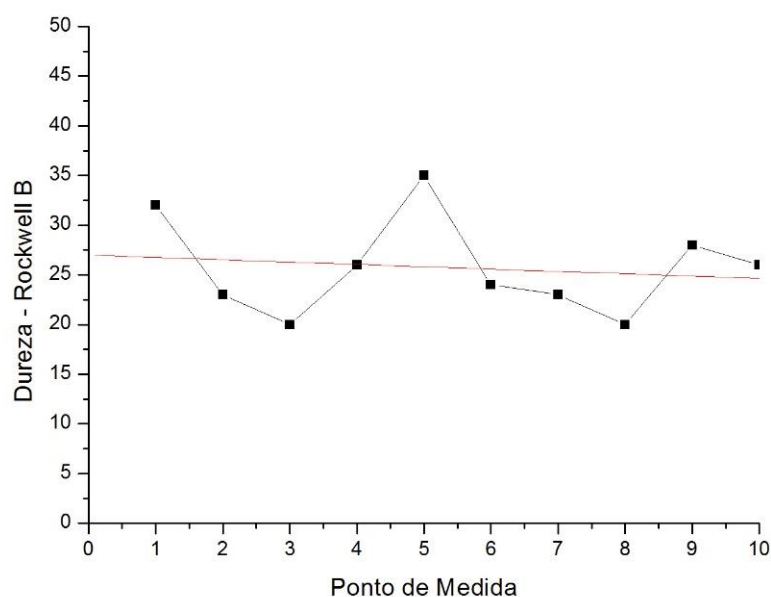
Os dados apresentados mostram que o percentual de porosidade diminui com o aumento da temperatura de sinterização, conforme também demonstrados pelas micrografias apresentadas na seção anterior, onde a temperatura de 1100°C apresenta uma porosidade de 25,24%.

5.4.3 Temperatura de Sinterização – Resultados de Dureza

A análise da dureza, das amostras sinterizadas em 1000°C, 1050°C e 1100°C resultaram nas Figuras 34, 35 e 36. A Figura 34 ilustra o comportamento da dureza ao longo de todo corpo de prova, respeitando parâmetros estipulados pela norma ASTM E18, para a temperatura de sinterização de 1000°C.

Os resultados mostram valores de dureza relativamente baixos quando comparado com a temperatura de 1100°C, devido à baixa energia fornecida para que as partículas se unam e forme um corpo mais denso e compacto. Como também mostrado através das imagens de MEV essa amostra contém uma maior quantidade e tamanho de poros que ajuda a diminuir a propriedade medida.

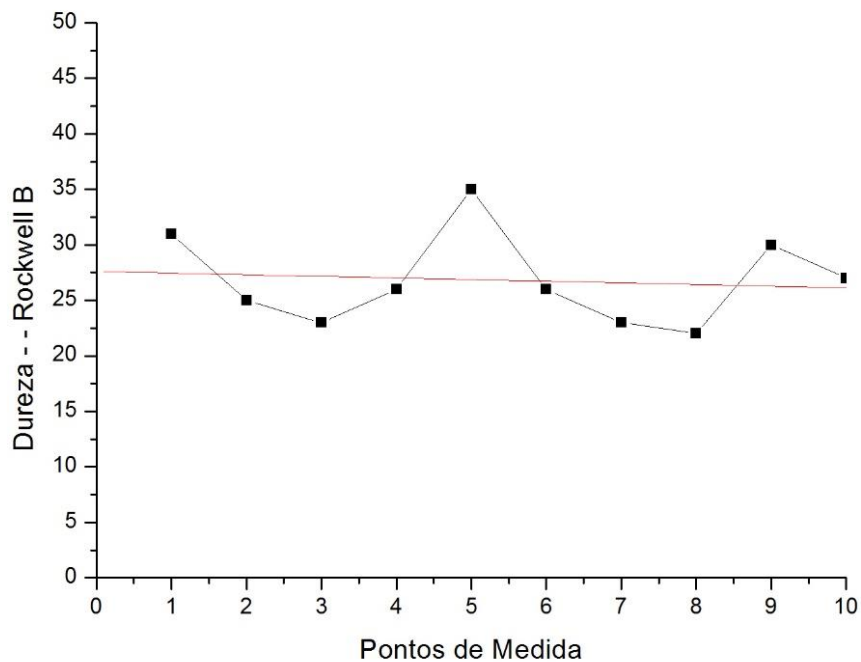
Figura 34 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1000°C.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 35 representa a curva de tendência de dureza para a liga sinterizada a 1050°C mostrando um pequeno aumento no perfil de dureza ao longo do corpo de prova. Este resultado sugere uma relação direta da dureza com o aumento de temperatura. Assim como na sinterização da liga a 1000°C, a parte central do corpo de prova reserva um aumento de dureza observado na medida 5, quando comparado as medias realizadas nas proximidades das bordas onde se presume uma maior inclusão de impurezas como óxidos, resultado da sinterização sem atmosfera controlada.

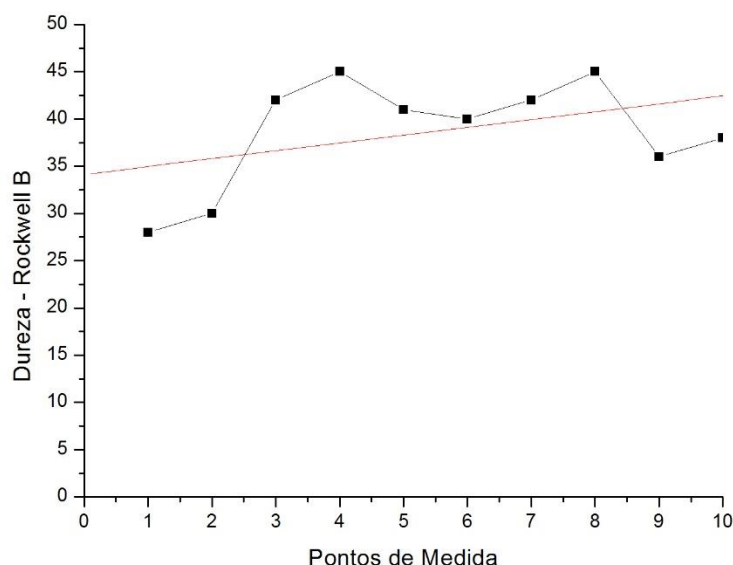
Figura 35 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1050°C



Fonte: Autoria Própria.

Os resultados obtidos para o corpo de prova sinterizado a 1100°C obtiveram resultados distintos dos obtidos para as demais temperaturas. A Figura 36 mostra um aumento considerável da dureza ao longo do corpo de prova.

Figura 36 – Curva de tendência para 10 medidas de dureza em Rockwell B de uma amostra sinterizada a 1100°C



Fonte: Autoria Própria.

Os valores médios medidos nos ensaios de dureza serão demonstrados na Tabela 14. Nota-se um aumento na dureza do corpo de prova sinterizado a 1100°C em 50,58% com relação ao corpo de prova sinterizado a 1000°C. Esse resultado mostra que a temperatura de 1100°C é, dentre as temperaturas estudadas a que apresenta maior coesão entre as partículas se aproximando da condição ideal de trabalho para o material.

Tabela 14 – Dureza média em Hockwell B e desvio padrão dos corpos de prova sinterizados.

	Amostra – 1000°C	Amostra – 1050°C	Amostra – 1100°C
Dureza Média (HRB)	25	26	38
Desvio Padrão	5,11	4,32	5,58

Fonte: Autoria Própria.

O aumento na característica de dureza entre as amostras de 1000°C e 1100°C pode ser explicado pelo aumento na temperatura, que influencia de maneira

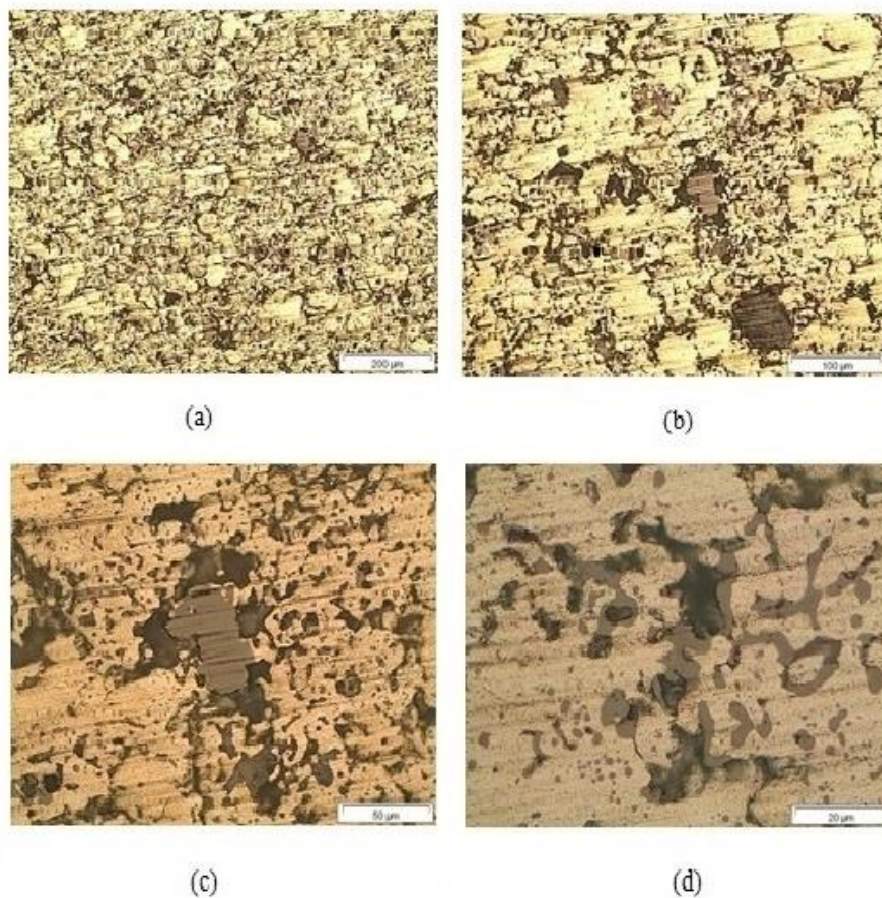
positiva a difusão presente no processo. Essa influência por sua vez atua na densificação do produto sinterizado, diminuindo assim o tamanho do poro.

5.4.4 Carga de Compactação – Análise Microscópica.

Os resultados para a determinação da pressão de compactação ideal para liga foram divididos em análise de microestrutura através de Microscopia Óptica e propriedade mecânica de dureza e microdureza. A liga Fe-30%Ni sinterizada a 1100°C foi usada como base a partir de resultados preliminares obtidos para esse estudo.

Como a pressão de compactação é fator importante para a propriedade final do sinterizado, foram experimentadas as cargas de compactação de 2 t, 4 t, 6 t e 8 t. Na Figura 37 é mostrada a microestrutura do corpo de prova, obtida através de microscopia óptica, que foi compactado com a carga de 2 t com ataque químico.

Figura 37 - Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 2ton para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.

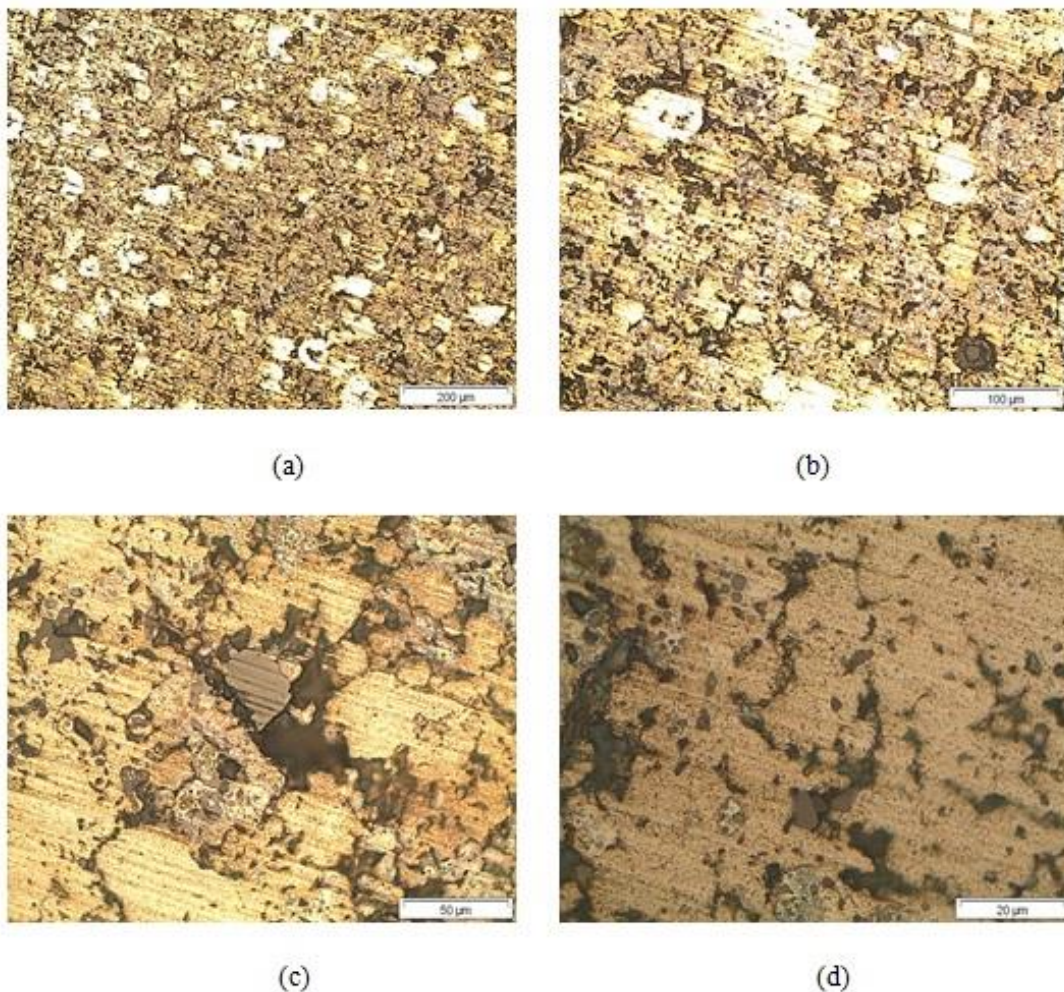


A superfície apresenta bastante irregularidade e elevado grau de porosidade, que dificultou inclusive um maior polimento para revelação de dados mais confiáveis como distinção de fases.

Estudos realizados por Schaerer (2006) apontam que para as variáveis físicas do processo de Metalurgia do pó a carga de compactação é a que mais influencia no perfil de densificação do corpo de prova. Como a carga de 2 t foi a menor utilizada para o experimento, a mesma apresentou dificuldade de revelação da sua estrutura interna, uma vez que a microscopia óptica depende muito do grau de planicidade obtida na preparação metalográfica.

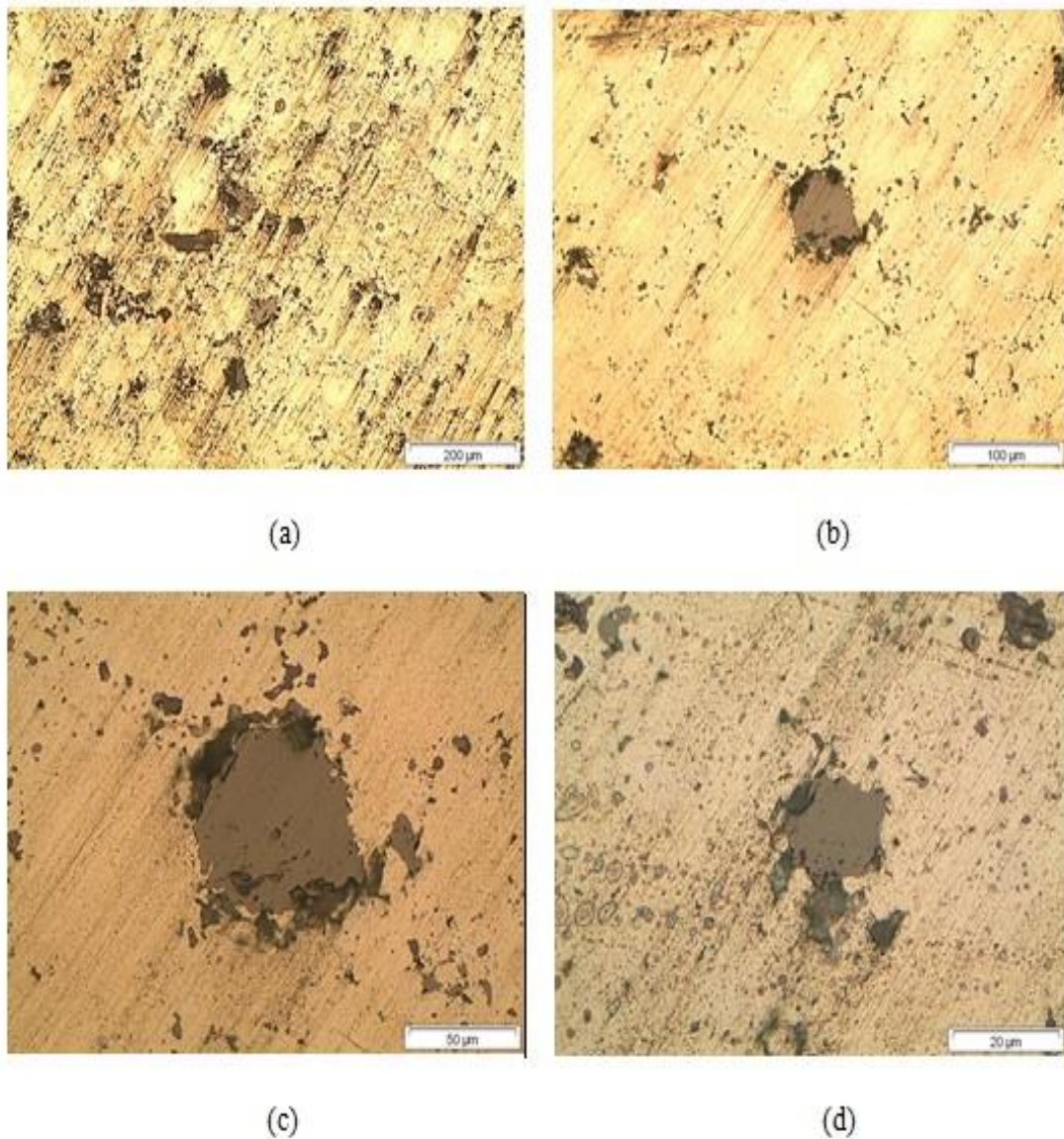
A Figura 38 mostra a superfície do corpo de prova compactado a carga de 4 t. Na sequência de imagens é possível notar uma diminuição gradativa da porosidade que é fato importante para maior propriedade de dureza.

Figura 38 - Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 4 t, para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.



A Figura 39 mostra as micrografias da superfície do corpo de prova compactado com uma carga de 6 t. A amostra apresenta um baixo nível de porosidade aparente em sua superfície e também uma diferença de tonalidade que destaca duas fases distintas.

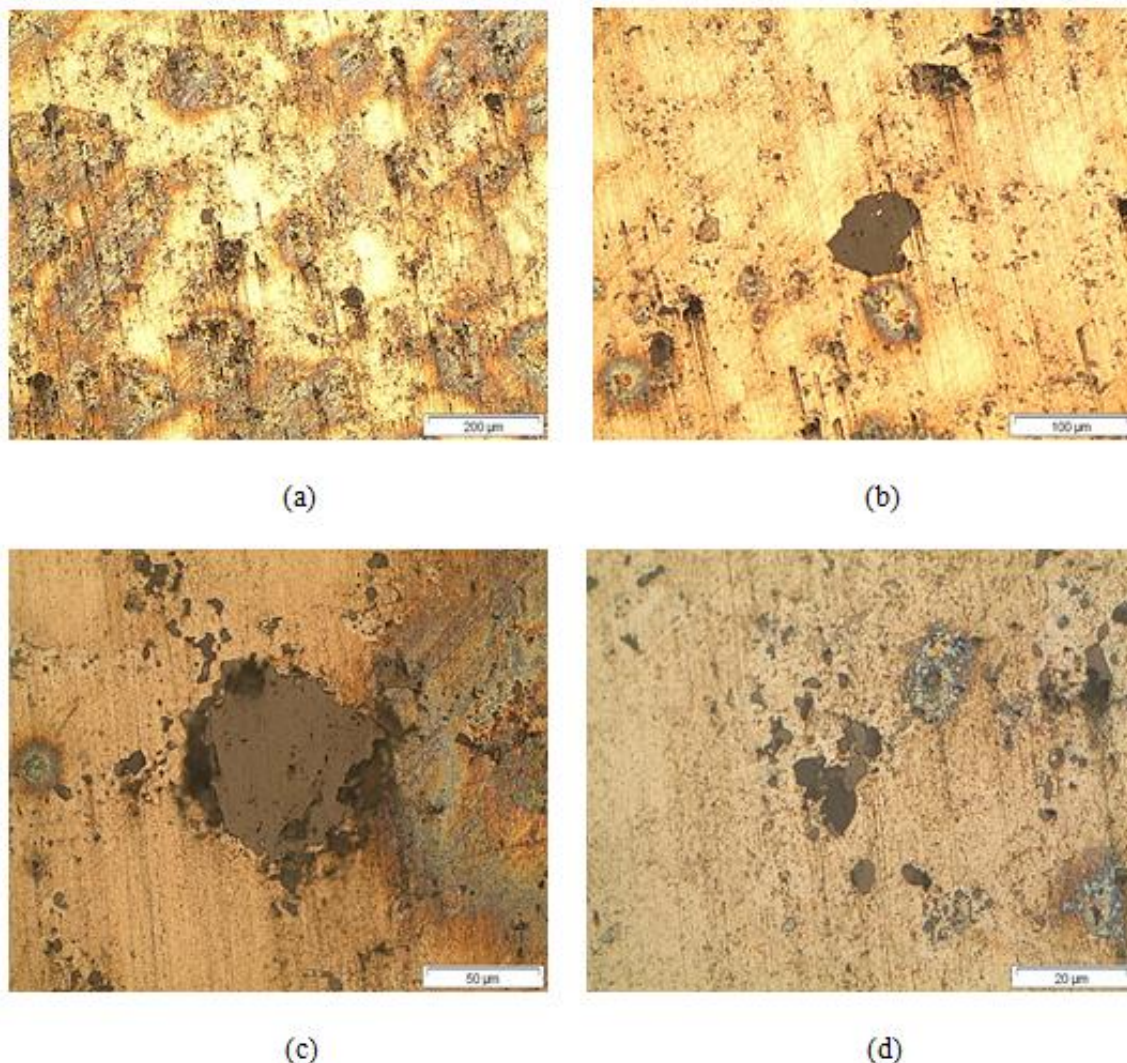
Figura 39 - Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 6t para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 40 mostra uma superfície de corpo de prova compactada a carga de 8t, mostrando uma superfície mais compactada e coesa, com baixo grau de porosidade e alta distinção de tonalidade entre possíveis fases presentes.

Figura 40 - Microestrutura da liga Fe-30Ni compactada com 8 t, para ampliações de: (a) 100x; (b) 200x; (c) 500x; (d) 1000x.



Fonte: Autoria Própria.

Pela análise das Figuras 37, 38, 39 e 40, pode-se afirmar que o corpo de prova que foi compactado, com 2t, apresenta uma sua superfície uma maior quantidade de poros em comparação com as imagens obtidas para as demais cargas. Já as amostras compactadas a 6 e 8t possuem uma maior densidade e uma superfície mais homogênea justificando assim a utilização da carga de 8t para o desenvolvimento das ligas que serão estudadas.

5.4.5 Carga de Compactação – Porosidade

Para determinação do nível de porosidade no estudo carga de compactação a Tabela 15 mostra os resultados baseados no cálculo da densidade teórica da liga (Equação 5).

Tabela 15 - Determinação do percentual de porosidade da liga compactada a 2t, 4t, 6t, 8t.

DENSIDADE DOS ELEMENTOS (g/cm³)						
	Fe	Ni	Mo			
	7,874	8,908	10,280			
CALCULO DA POROSIDADE						
Ligas	% vol. Fe	% vol. Ni	% vol. Mo	Densidade Teórica (DT) (g/cm ³)	Densidade Medida (DM) (g/cm ³)	% poros [1- (DM/DT)]x 100
2t	72,5	27,5	0	8,158	6,099	25,24%
4t	72,5	27,5	0	8,158	6,333	22,37%
6t	72,5	27,5	0	8,158	6,426	21,23%
8t	72,5	27,5	0	8,158	6,454	20,89%

Fonte: Autoria própria.

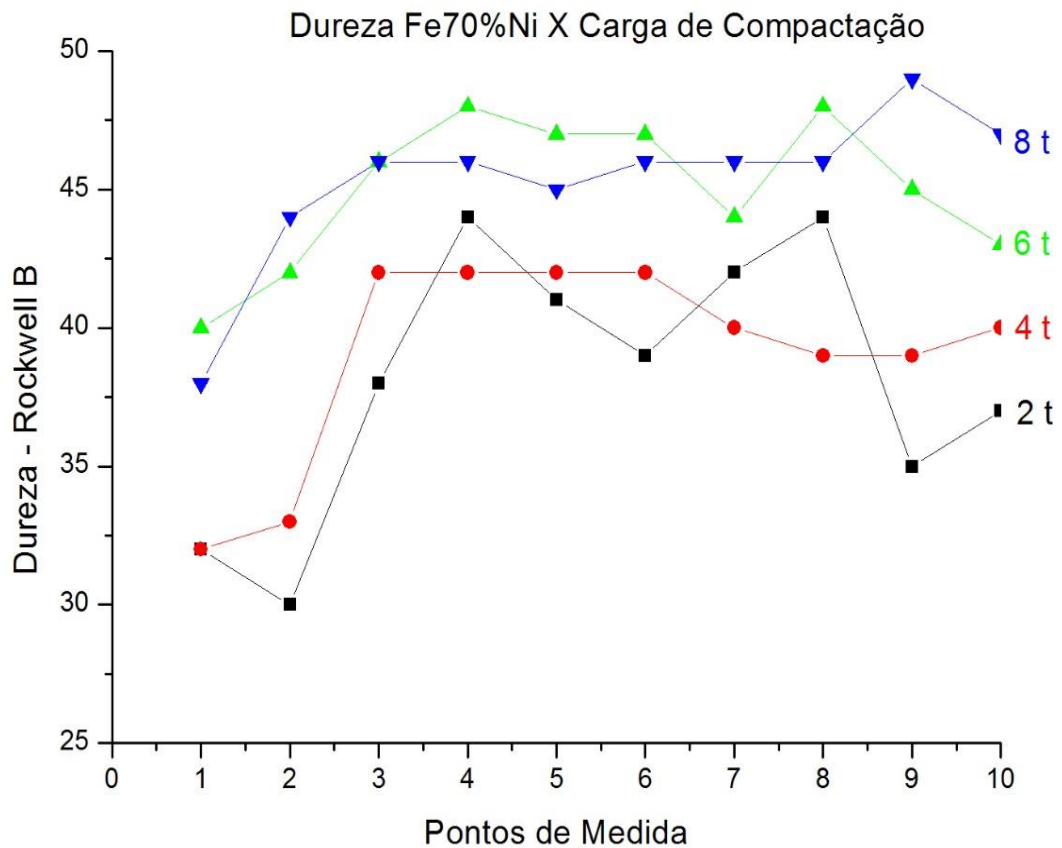
Os dados apresentados mostram que o percentual de porosidade diminui com o aumento da carga de compactação, muito mais significativa que a ocorrida com a variação de temperatura de sinterização, mostrando que para a carga de 8t a média das amostras apresentaram porosidade de 20,89%. A carga de 8t foi mantida como máxima devido a deformações no punção e matriz indicando que possivelmente foi atingido o limite de resistência à compressão do material do molde.

5.4.6 Estudo da pressão de Compactação – Resultados de Dureza.

A dureza das amostras compactadas com cargas de 2 t, 4 t, 6 t, 8 t estão demonstradas na Figura 41. Os resultados mostram valores de dureza que aumentam com o aumento da carga de compactação.

Entretanto para a carga de compactação de 6 e 8 t, os resultados demonstraram pequena diferença entre os perfis de dureza, quando comparados a cargas de 2t e 4t. Esse comportamento foi proposto por Heckel (1961) e por Helle *et al.*(1985) como um limite para densificação do corpo de prova.

Figura 41 – Curva de dureza Rockwell B de amostras com cargas de compactação de 2 t, 4 t, 6 t, 8 t.



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 16 mostra os valores de dureza média e desvio padrão para as amostras compactadas e suas devidas cargas.

Tabela 16 – Dureza média Rockwell B e desvio padrão dos corpos de prova compactados a 2 t, 4 t, 6 t, 8 t.

	Amostra 2 t	Amostra 4 t	Amostra 6 t	Amostra 8 t
Dureza Média (HRB)	38	39	45	45
Desvio Padrão	4,80	3,70	2,70	2,86

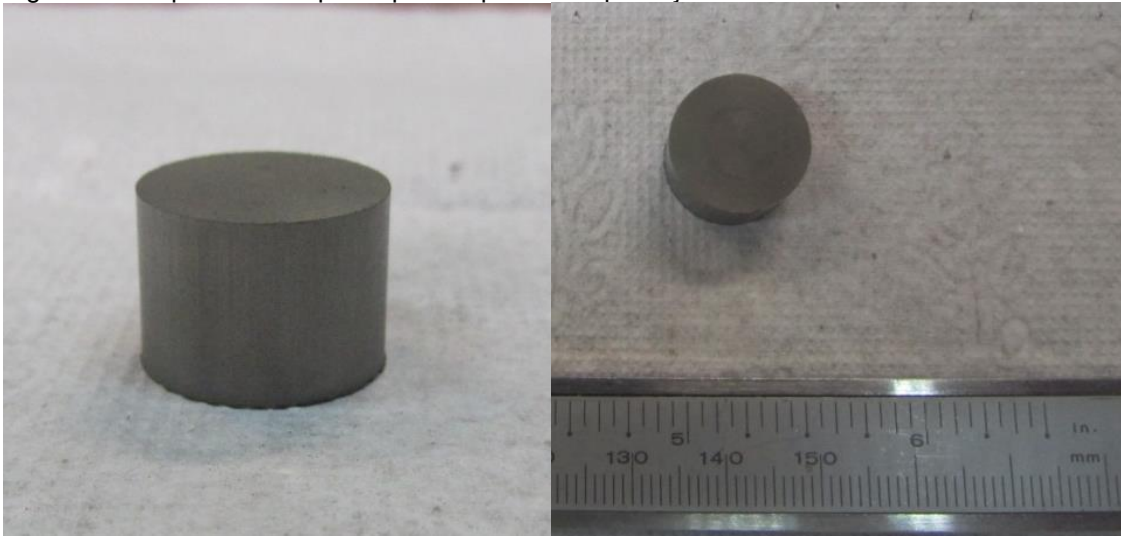
Fonte: Autoria Própria.

Além de maiores valores de dureza, os resultados mostram um menor desvio padrão das medidas realizadas nos corpos de prova de 6 t e 8 t, o que sugere uma menor quantidade de poros na estrutura, causando altas variações e imprecisões nas medidas.

5.5 Caracterização Microestrutural Fe-30%Ni - 1100°C e 8 t (A1).

Após a identificação da temperatura ótima de sinterização (1100°C) e pressão de compactação (8 t), para a liga base (Fe-30%Ni) foi realizada a caracterização microestrutural da liga, agora identificada como A1. A Figura 42 apresenta a amostra após a compactação. Observa-se o não aparecimento de trincas ou rachaduras, mostrando que foi possível realizar uma compactação, e remoção do compactado da matriz, livre de defeitos.

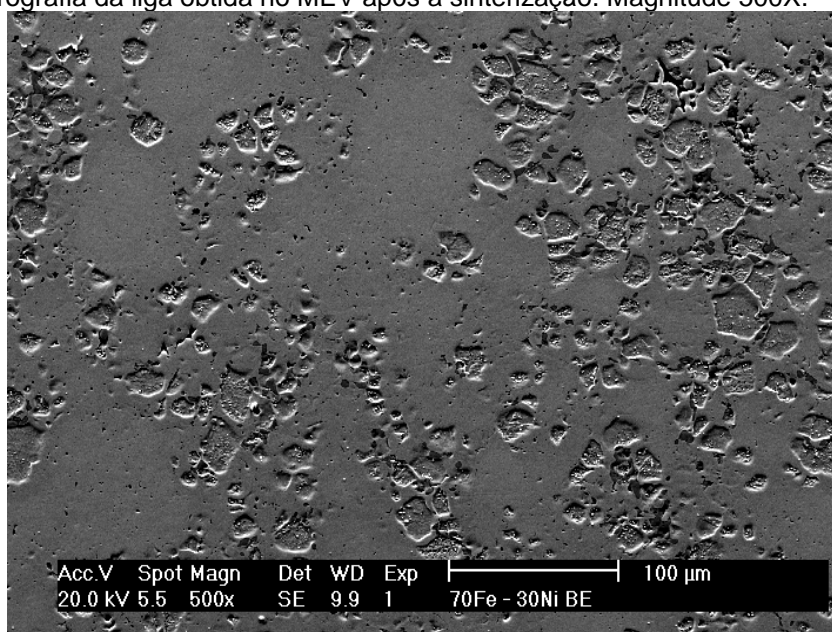
Figura 42 - Aspecto do corpo de prova após a compactação.



Fonte: Autoria Própria.

A figura 43 apresenta a micrografia obtida no MEV após a sinterização. Distinguem-se claramente as regiões em relevo aglomeradas sobre a matriz. Para a identificação destas regiões, foi feita a medida de composição química pontual.

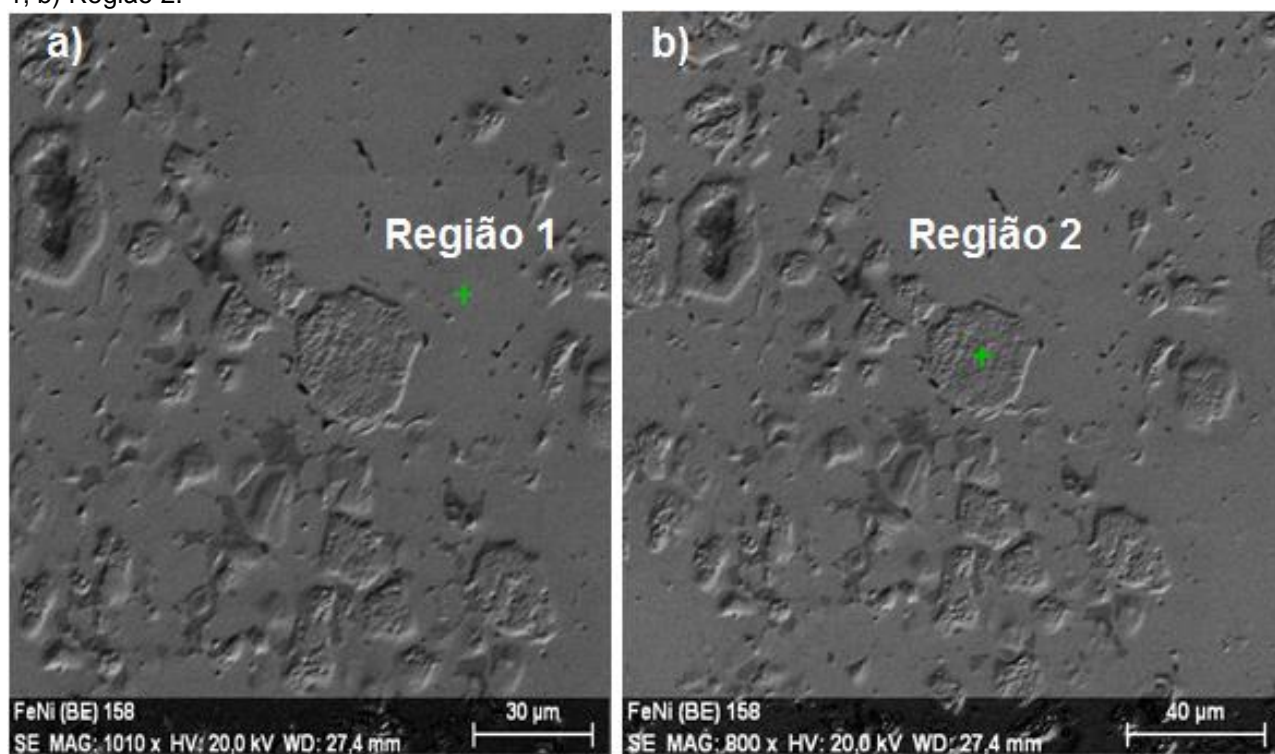
Figura 43 - Micrografia da liga obtida no MEV após a sinterização. Magnitude 500X.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 44 apresenta a micrografia obtida no MEV indicando as regiões onde foram feitas as medidas de composição por EDS. A região sobre a qual se apresentam os relevos foi chamada de região 1 e as regiões que se assemelham a crateras de região 2.

Figura 44 - Micrografia obtida no MEV mostrando as regiões onde foram realizados o EDS. a) Região 1, b) Região 2.

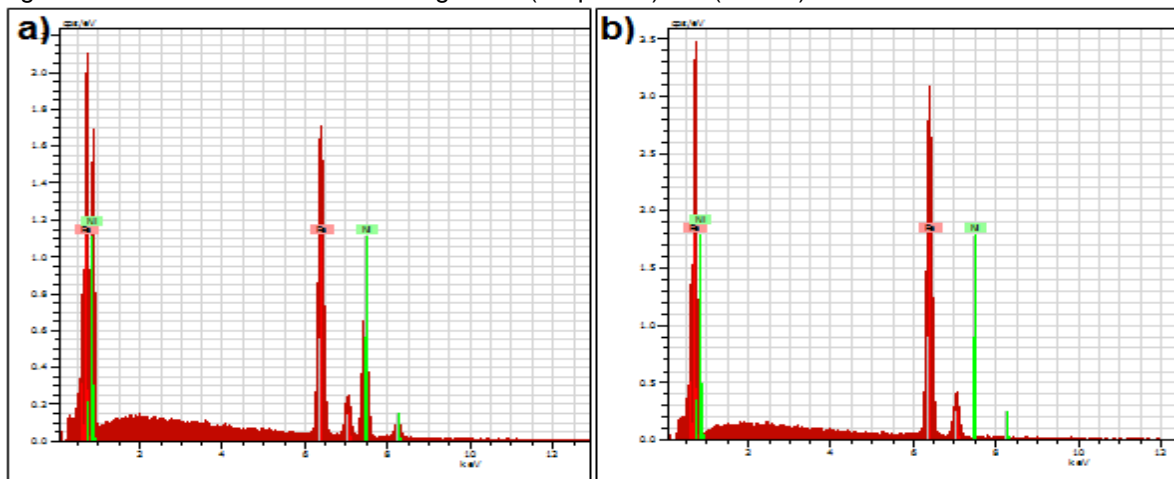


Fonte: Autoria Própria.

A Figura 44 mostra ainda uma alta heterogeneidade na distribuição dessas fases presentes, o que dificulta também a homogeneidade de propriedades ao longo do corpo de prova uma vez que pressupõe que essas fases possuam características metalúrgicas e físicas diferentes.

O resultado do EDS realizado na amostra está exposto na figura 45 onde encontram-se os picos identificando os elementos presentes nas regiões. A região 1 possui uma composição de Fe e Ni parcialmente balanceada, com os teores de cada elemento próximos de 50%, sendo o teor de Fe um pouco maior. Por outro lado a região 2, em baixo relevo, apresenta uma composição majoritária de Fe, com um teor de Ni aproximadamente 2%.

Figura 45 - Resultado do EDS das regiões 1 (Esquerda) e 2 (Direita).



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 17 sintetiza os resultados obtidos no EDS ratificando as composições das duas regiões. Os valores obtidos no ensaio apontam para a presença da fase ferrita α (pela baixa presença de Níquel na região 2) e duas possibilidades para a região 1: Austenita a temperatura ambiente (γ') ou Martensita CCC (α'). A difração de Raios X e o EBSD ajudará a certificar qual delas está presente.

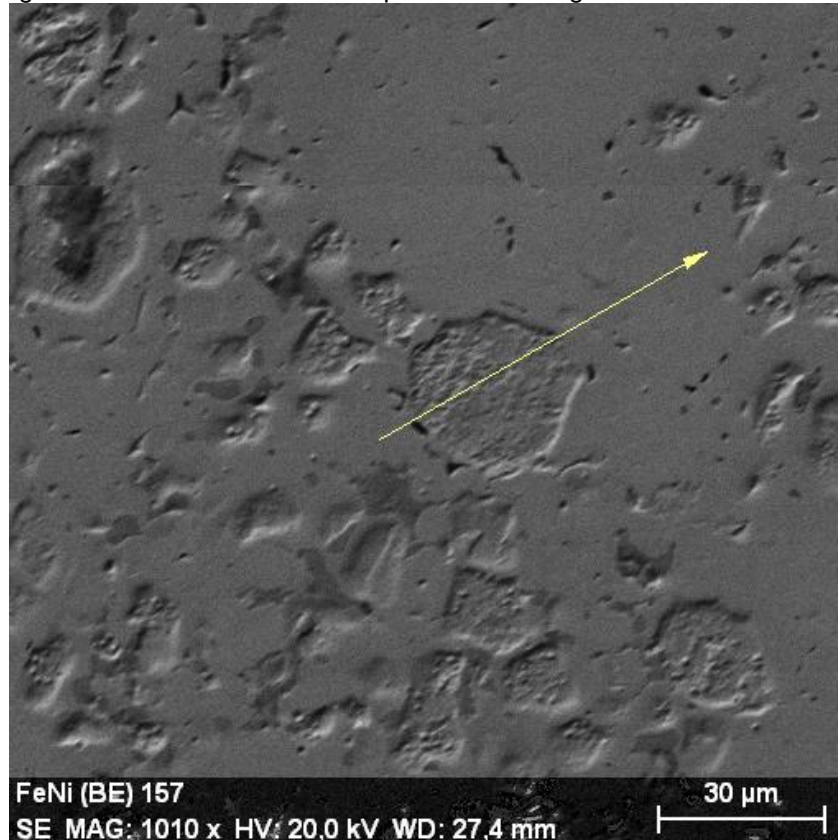
Tabela 17 - Quantificação da composição química identificada pelo EDS pontual indicado na Figura 44.

Elemento	Fe (%p)	Ni (%p)
Região 1	53,94	46,06
Região 2	98,03	1,97

Fonte: Autoria Própria.

Para verificar a interface das partículas com diferentes composições, foi realizada uma análise química (*Line Scan*) na região mostrada na Figura 46. A preparação metalográfica revelou regiões de baixo e alto relevo, sugerindo o aparecimento das fases já visualizadas na análise pontual anterior. Foi escolhida também uma zona livre de poros para não interferir na análise.

Figura 46- Micrografia indicativa de EDS linear para as duas regiões.

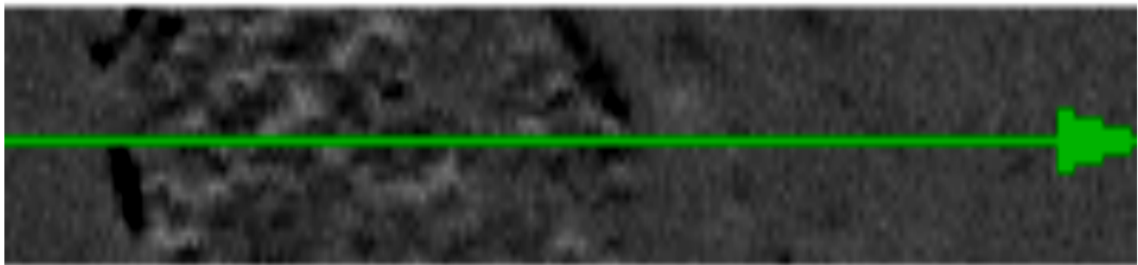
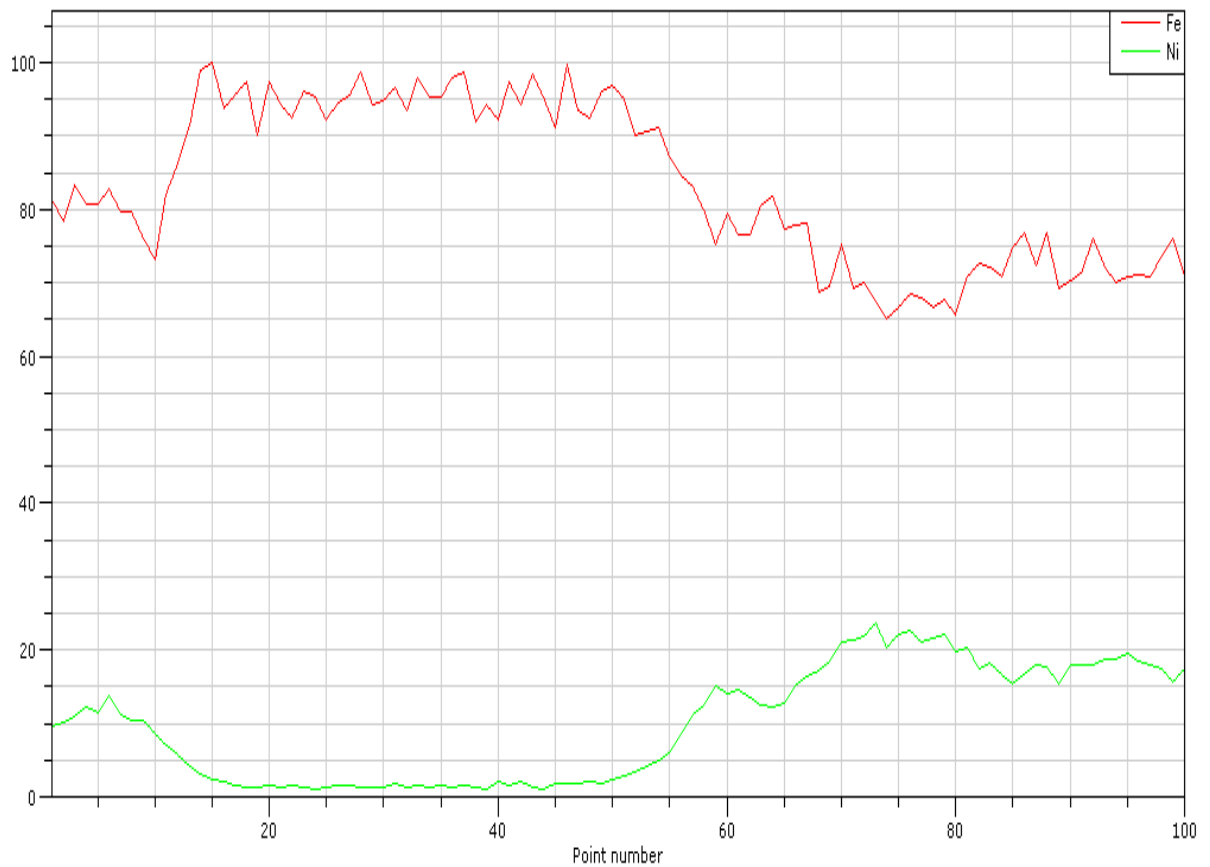


Fonte: Autoria Própria.

O resultado pode ser visto na figura 47, onde na região mais homogênea (relevos) a composição de é semelhante à composição da liga indicando uma difusão do Níquel na matriz de Ferro, com o teor de Fe variando entre 70-80% e o de Ni entre 20-30%.

Por outro lado, na região de baixo relevo, o teor de Fe aumenta para valores próximos de 100%, formando ilhas de ferro dentro da estrutura total.

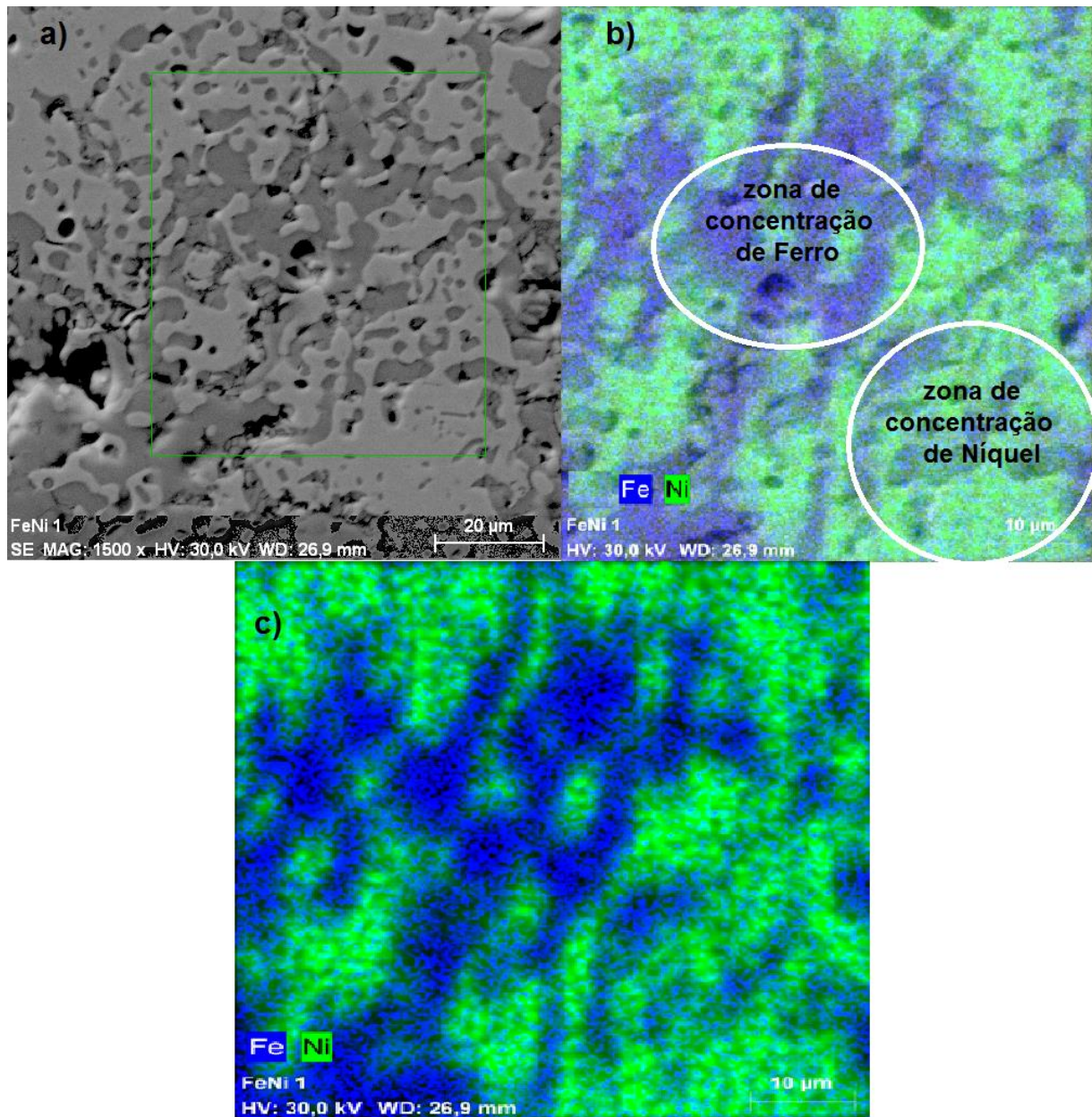
Figura 47 - Perfil de linha de composição química (Line Scan).



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 48 apresenta o resultado de EDS de área para a liga processada em baixa energia (Fe30%Ni - 25rpm – 1100°C – 8t). A micrografia apresenta uma região com maiores concentrações dos elementos apesar de ocorrer difusão, mostrando que a baixa energia tem pouca efetividade na homogeneização da estrutura da liga.

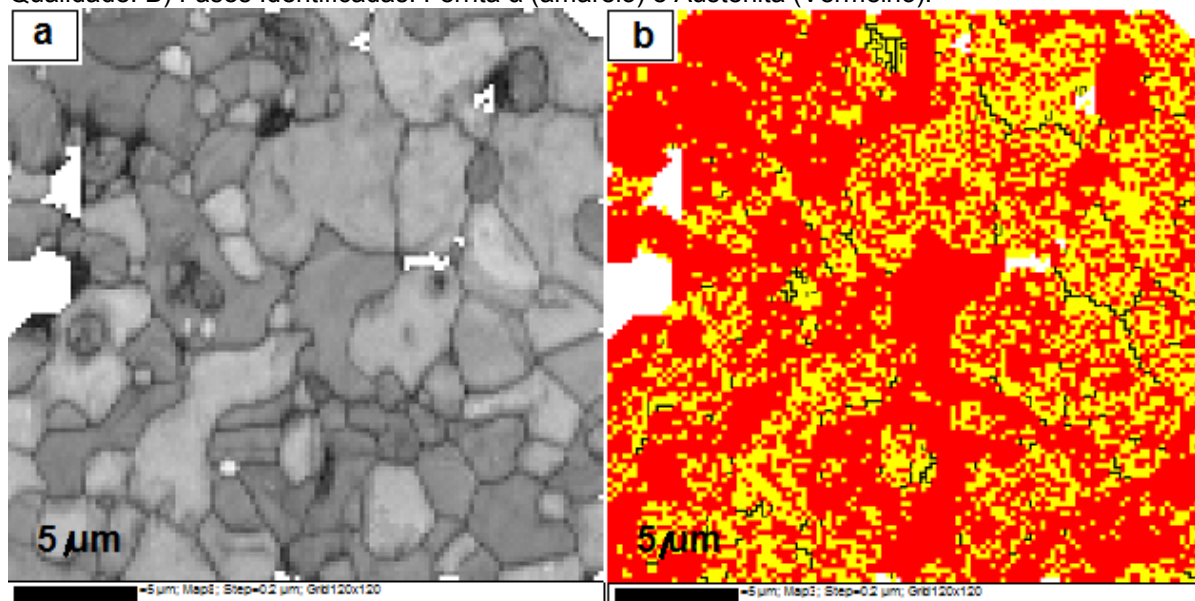
Figura 48 - Micrografia da liga A1 com EDS de área: a) Identificação da área ensaiada por EDS de Área. b) Sobreposição dos elementos Fe e Ni com a micrografia da área. c) Imagem de EDS dos elementos (Fe - azul e Ni - verde).



Fonte: Autoria Própria.

A análise das fases presentes na liga A1, feita através de um programa empregado na técnica de difração de elétrons retoespalhados (EBSD) confirmou a presença de duas fases distintas. O resultado de EBSD realizado na região de interface entre fases para a liga A1 pode ser vista na Figura 49.

Figura 49 - Análise de EBSD para região entre as fases propostas para a liga A1. a) Padrão de Qualidade. B) Fases Identificadas: Ferrita α (amarelo) e Austenita (Vermelho).



Fonte: Autoria Própria.

Através da Figura 49 observa-se a formação de uma estrutura matricial austenítica metaestável e aglomerados de ferrita α prevista no diagrama de equilíbrio.

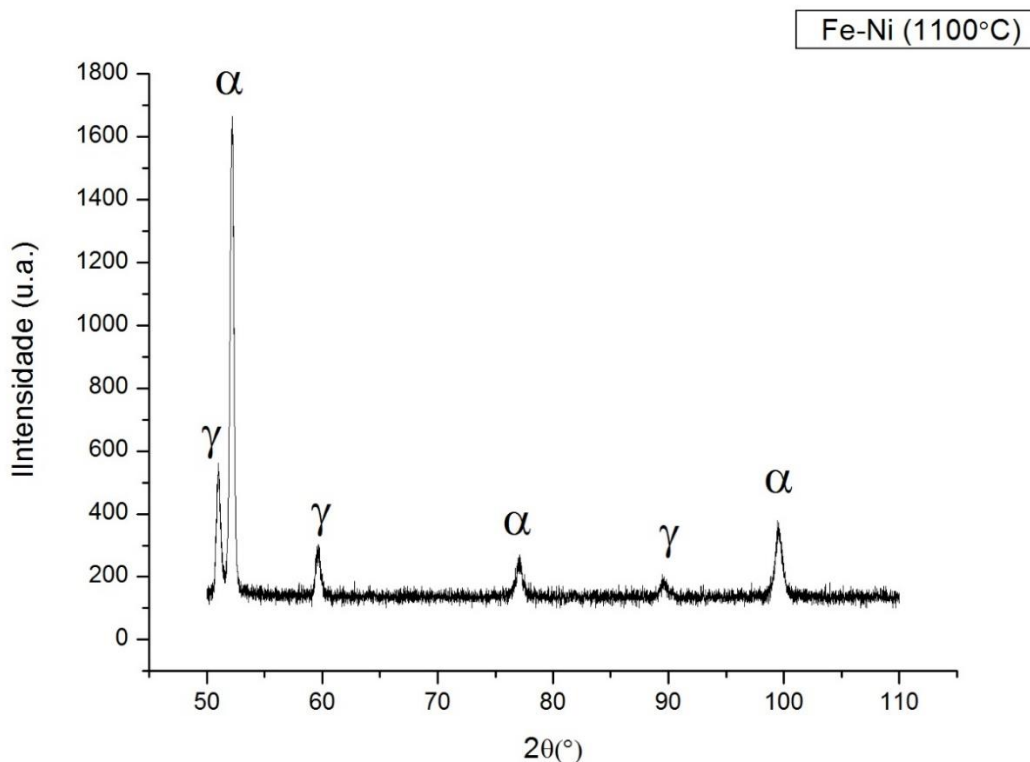
Os pontos em branco na figura 49 e não indexado pelo equipamento é atribuído a presença de poros, acarretando em uma indexação de 97,5%. O EBSD confirma que a fase com composição equilibrada entre Ferro e Níquel (aproximadamente 50%) é a fase austenita (γ').

A Difração também foi utilizada com objetivo de confirmar através do comparativo com espectro de cada fase presente. A figura 50 apresenta o resultado da difração de raio-X da liga sinterizada, no qual os picos de difração estão identificados pela posição segundo lei de Bragg (2θ). Este parâmetro foi comparado com os picos de difração das possíveis fases.

Segundo o diagrama essas fases seriam: uma fase Fe com estrutura CCC (Ferrita) com composição do elemento Ni variando entre 7-10% em massa, e um composto intermetálico FeNi_3 (Cerca de 75% Ni) com estrutura CFC.

Conforme discutido anteriormente, ainda é possível a formação da fase martensítica FeNi (Composição do eutetóide – 50% Ni) com estrutura CCC e Austenita CFC a temperatura ambiente (Composição do eutetóide – 50% Ni).

Figura 50 - Picos de difração de raios X da liga Fe-30%Ni sinterizada a 1100°C (A1).



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 18 demonstra a relação entre picos observados no difratograma da Figura 50 e os respectivos PDF das fases propostas.

Tabela 18 - Relação entre picos observados nos difratogramas da Figura 50 e os respectivos picos calculados pela lei de Bragg.

Fase	Pico Observado (2θ) A1	PDF	Diferença entre os picos (2θ)
Ferrita (CCC)	52,122	52,335	-0,213
	77,012	77,168	-0,156
	99,513	99,605	-0,092
Austenita (CFC)	51,360	51,363	-0,003
	60,020	60,054	-0,034
	90,077	90,094	-0,017

Fonte: Autoria Própria

Observa-se que os picos da fase Ferrita e Martensita são semelhantes por apresentarem parâmetros de rede ($a_{\text{martensita}} = 2,88 \text{ \AA}$ e $a_{\text{ferrita}} = 2,86 \text{ \AA}$),

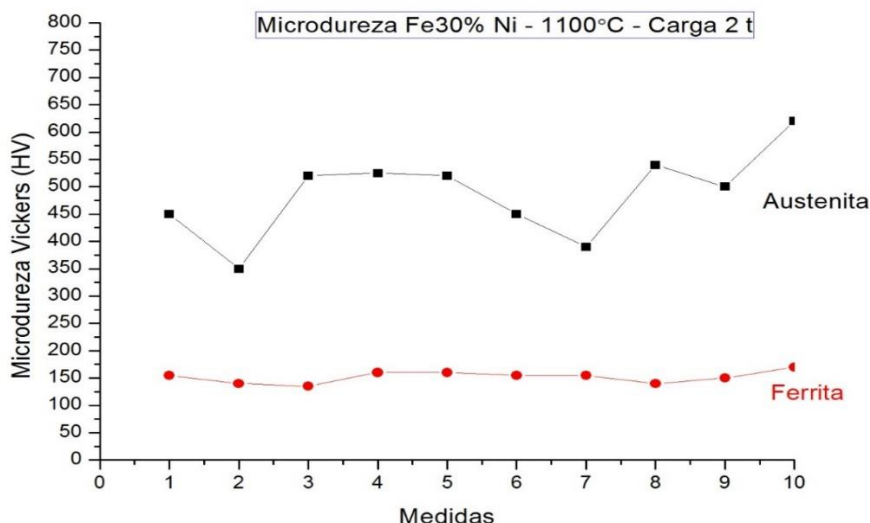
impossibilitando assim, a distinção entre estas fases analisando somente o difratograma. Contudo, com auxílio da composição química é possível garantir a presença da fase rica em ferro. Conforme observado no resultado de EDS foi encontrada uma composição de liga com o percentual de Ni muito baixo, indicando que a estrutura CCC deve ser referente à fase Ferrita.

O difratograma mostra também picos referente a uma fase CFC onde as fases possíveis também apresentam parâmetros de rede semelhantes ($a_{\text{austenita}} = 3,57$ e $a_{\text{FeNi}_3} = 3,55$). A área analisada pelo difratômetro não apresentou uma composição de liga com o percentual de Ni de 75% característica do composto intermetálico FeNi_3 indicando que a estrutura CFC possivelmente é referente à fase austenita.

5.5.1 Microdureza da liga Fe-30%Ni – 1100°C – 2 t e 8 t (A1).

Os valores de microdureza Vickers obtidos em cada corpo de prova foram realizados nas duas fases descritas como ferrita e austenita. A Figura 51, mostra o perfil de microdureza das fases obtidas inicialmente do corpo de prova compactado a carga de 2 t.

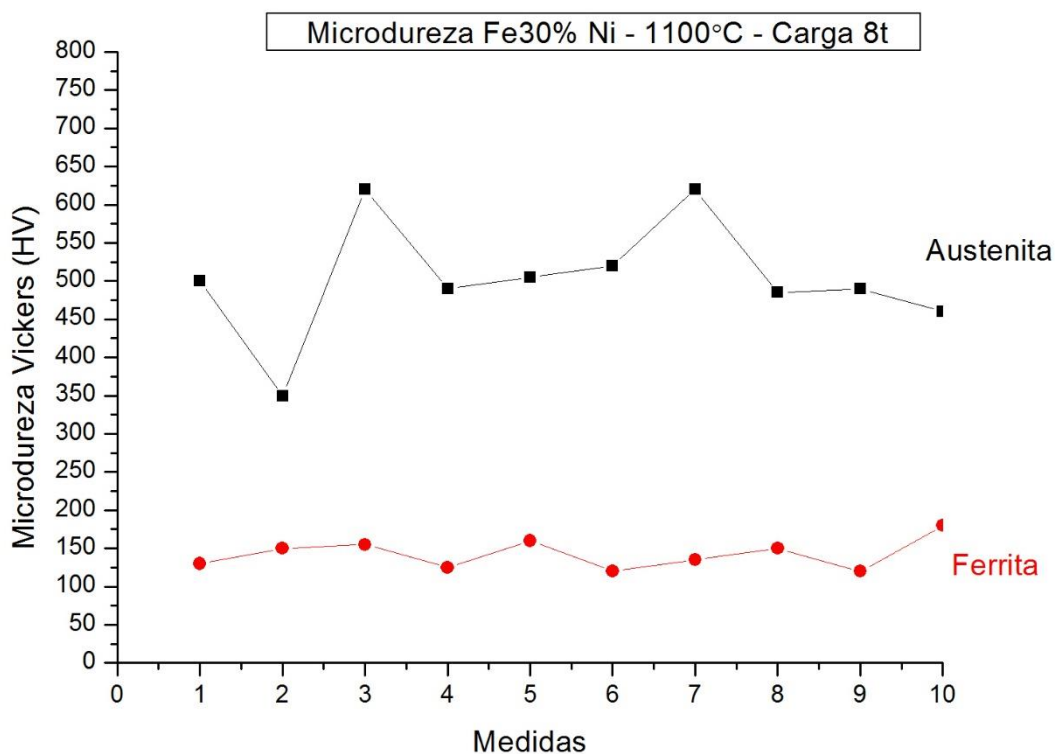
Figura 51 - Microdureza das fases da liga Fe30%Ni – 1100°C e 2 t.



Fonte: Autoria Própria.

A Figura 52 mostra o resultado de microdureza para a amostra compactada a carga de 8 t. O padrão de microdureza obtido para essa amostra é similar a compactada pela carga de 2 t, mostrando que essa variável não influencia na microdureza das fases para essa composição e temperatura de sinterização.

Figura 52 - Microdureza das fases da liga Fe30%Ni – 1100°C e 8 t (A1).



Fonte: Autoria Própria.

As médias e desvio-padrão dos valores de microdureza Vickers para as amostras de 2 e 8 t são apresentados na Tabela 19.

Os resultados apresentados na Tabela 19 mostram valores de média de microdureza na fase pobre em Níquel (Ferrita α) maiores para a amostra compactada a 2 t, no entanto o alto desvio padrão não garante uma relação de confiabilidade para esta variável uma vez que esta é maior que a diferença entre as médias.

Tabela 19 – Média e desvio padrão para as medidas de microdureza Vickers das amostras na região da ferrita.

Amostra	Média	Desvio Padrão
2 t	152,00	10,85
8 t	142,50	19,80

Fonte: Autoria Própria.

Para a fase com alto teor de Níquel (austenita) a Tabela 20 mostra uma média de microdureza maior para a amostra compactada a 8 t, entretanto da mesma forma que a fase ferrítica, pelos altos valores de desvio padrão, não se pode afirmar que a microdureza é influenciada pela carga de compactação, no entanto os resultados das duas amostras apontam que a fase austenítica, possui maior microdureza que a fase ferrítica.

Tabela 20 – Média e desvio padrão para as medidas de microdureza Vickers das amostras na região da fase Austenita.

Amostra	Média	Desvio Padrão
2 t	486,50	78,32
8 t	504,00	77,16

Fonte: Autoria Própria.

5.6 Influência das variáveis do processo

Para facilitar a apresentação dos resultados, a Tabela 21 descreverá as ligas para o estudo das variáveis do processo com relação aos parâmetros de MAE (Tempo e Velocidade) assim como para os percentuais de elementos de liga (Molibdênio).

Tabela 21 – Identificação e especificação das ligas processadas de acordo com as variáveis analisadas.

Liga	COMPOSIÇÃO			Rotação	Temperatura	Tempo Moagem	Variável
	Fe	Ni	Mo				
A1	70%	30%	0	25 rpm	1100°C	12h	Base
B1	70%	30%	0	200 rpm	1100°C	1h	Tempo de Moagem
C1	70%	30%	0	200 rpm	1100°C	2h	
D1	70%	30%	0	200 rpm	1100°C	4h	
E1	70%	30%	0	200 rpm	1100°C	2h	Velocidade de Moagem
F1	70%	30%	0	400 rpm	1100°C	2h	
G1	70%	30%	0	600 rpm	1100°C	2h	
I3	68%	30%	2%	200 rpm	1100°C	2h	Elemento de Liga
I2	69%	30%	1%	200 rpm	1100°C	2h	
I1	69,5%	30%	0,50%	200 rpm	1100°C	2h	

Fonte: Autoria Própria.

5.6.1 Tempo de Moagem

a) Caracterização Metalúrgica

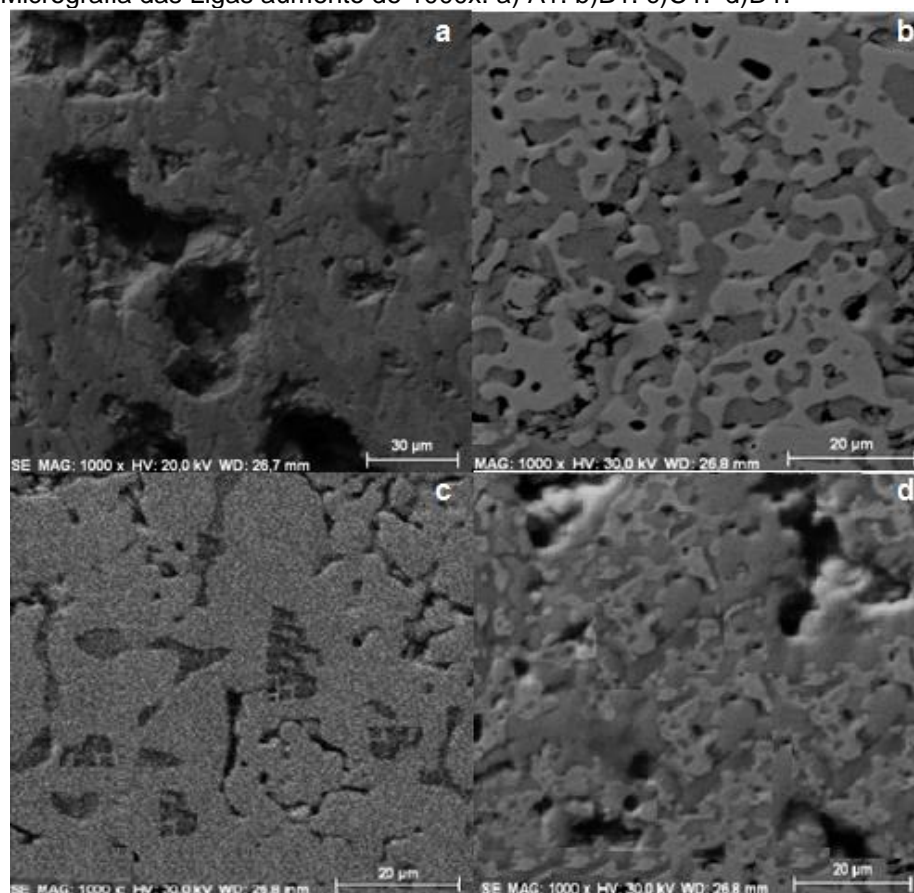
Na Figura 53 são apresentadas algumas micrografias da seção transversal dos corpos de prova cilíndricos correspondentes às ligas A1 (Baixa Energia), B1, C1, D1 (MAE com 200rpm e tempo de moagem de 1h, 2h, 4h respectivamente), após a compactação e sinterização.

Nesta evidencia-se que as superfícies apresentam claramente duas fases distintas que serão posteriormente identificadas por DRX e EDS.

Em relação à porosidade, as ligas que apresentaram maiores tamanhos de poro foram as ligas A1 e D1.

A liga A1 possui maior tamanho de poro provavelmente pelo tamanho médio de partícula devido ao tipo de processamento (baixa energia) onde o tamanho das partículas permanece praticamente inalterado em relação aos pós elementares.

Figura 53 - Micrografia das Ligas aumento de 1000x. a) A1. b)B1. c)C1. d)D1.



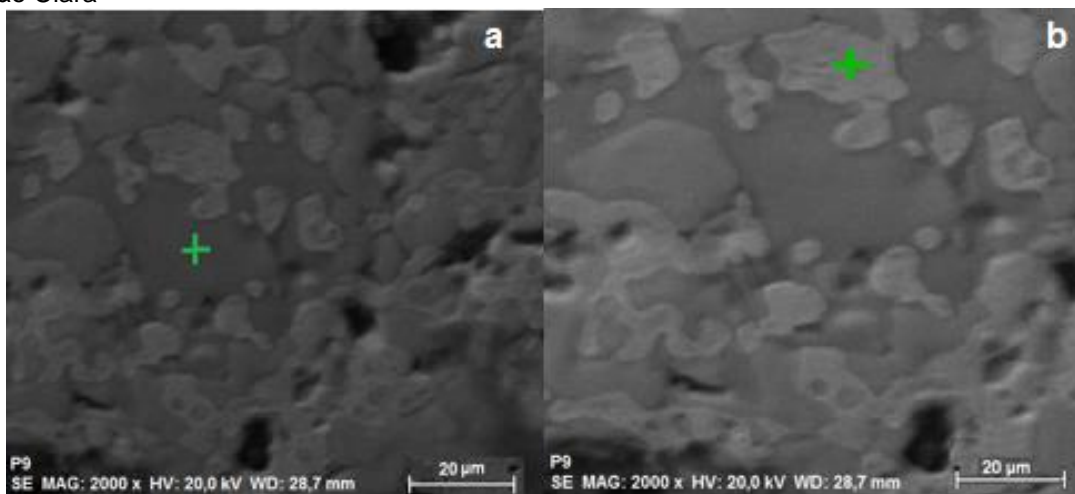
Fonte: Autoria própria

O processamento das ligas por MAE diminui o tamanho médio de partícula o que aumenta a densidade e diminui o tamanho dos poros, aumentando a resistência do corpo de prova. Entretanto a MAE aumenta o encruamento das partículas com o aumento do tempo conforme João BM (2008), este encruamento justifica a dificuldade de compactação ocorrida a medida que se aumentou o tempo de processamento de MAE.

Confrontando as características de diminuição do tamanho de partícula versus aumento do encruamento antes da sinterização, a superfície que demonstrou menor tamanho de poro foi a da liga C1 (MAE por 2h).

Para as ligas B1,C1 e D1 foram realizados ensaios de EDS para determinação da composição das fases encontradas nas amostras. A Figura 54 apresenta as regiões que foram analisadas na liga B1.

Figura 54 - Micrografia da liga B1 com fases identificadas para ensaio de EDS a) Região escura. b) Região Clara



Fonte: Autoria Própria.

Os resultados de EDS são mostrados na Tabela 22. A fase mais escura apresentada na Figura 54 é composta por ilhas de Ferro (96,6%) e baixo grau de Níquel (3,40%), característica observada no diagrama de equilíbrio para a fase ferrita α . Já para a fase na região mais clara, o resultado aponta para uma difusão do níquel no ferro com composição praticamente equivalente (52,22% Fe e 47,78%Ni). A composição obtida para a fase clara indica que a liga B1 provavelmente não apresenta a fase intermetálica $FeNi_3$, uma vez que o diagrama de equilíbrio mostra uma composição com teores acima de 70% para esta fase. As possíveis fases presentes

na liga são Austenita a temperatura ambiente e α' (Martensita), ambas as fases metaestáveis.

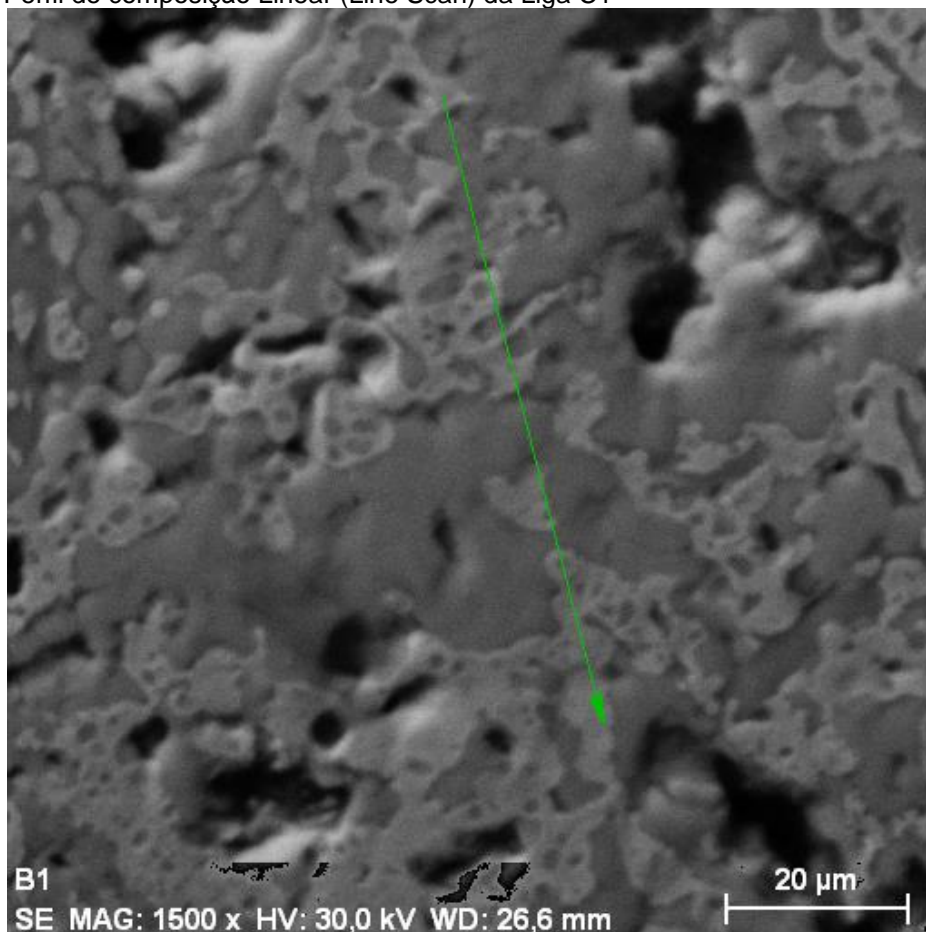
Tabela 22 - Quantificação da composição química identificada pelo EDS pontual indicado na Figura 44 53.

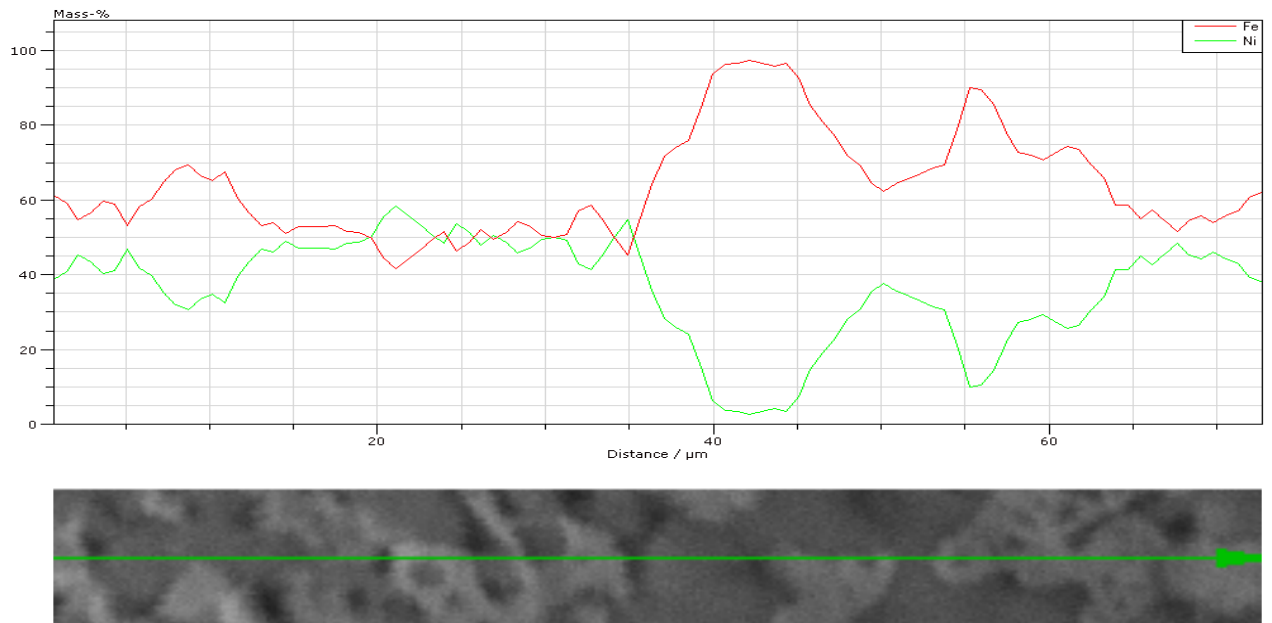
Elemento	Fe (%p)	Ni (%p)
Região escura (a)	96,60	3,40
Região clara (b)	52,22	47,78

Fonte: Autoria Própria.

Para as ligas C1 e D1 foram realizados line scan (EDS linear) onde além da composição pode-se avaliar a interface entre as fases presentes. A Figura 55 mostra o perfil linear da liga C1, onde existem duas regiões com mudanças de composição, apresentando presença de Níquel com valores máximos de 50%p.

Figura 55 - Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga C1

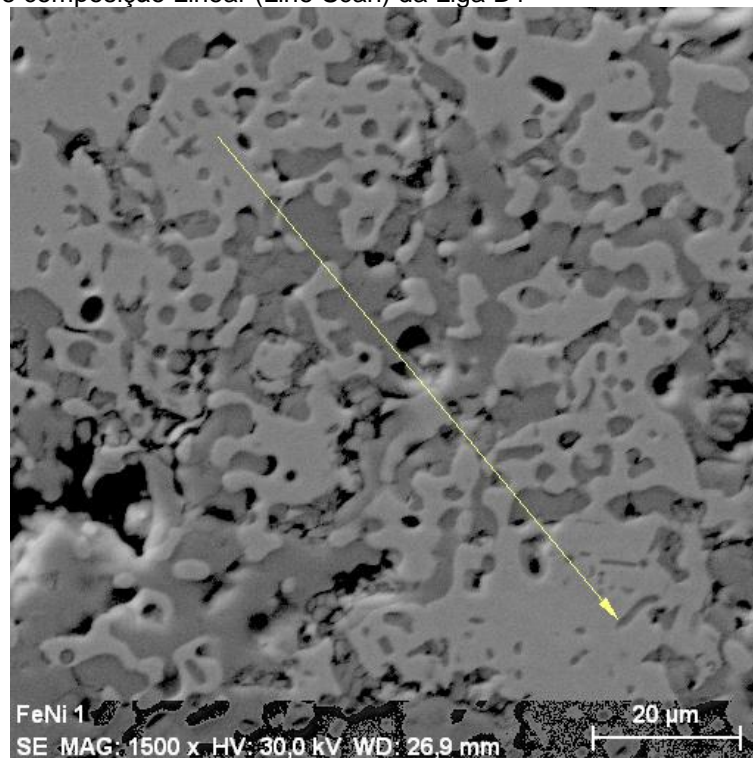


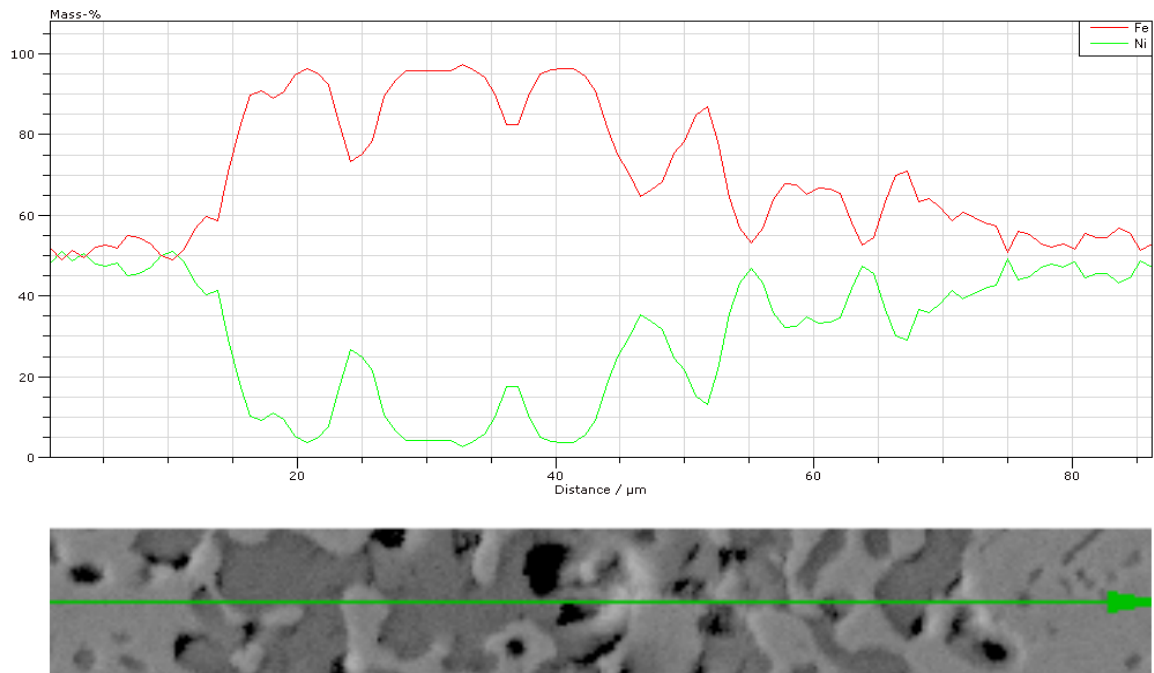


Fonte: Autoria Própria.

Para a Liga D1, a Figura 56 mostra a composição linear através do Line Scan. Como mostrado também para a liga D1, os percentuais de Níquel presentes não ultrapassaram 50%p, o que ratifica a composição química semelhante as demais amostras analisadas (A1, B1, C1).

Figura 56 - Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga D1



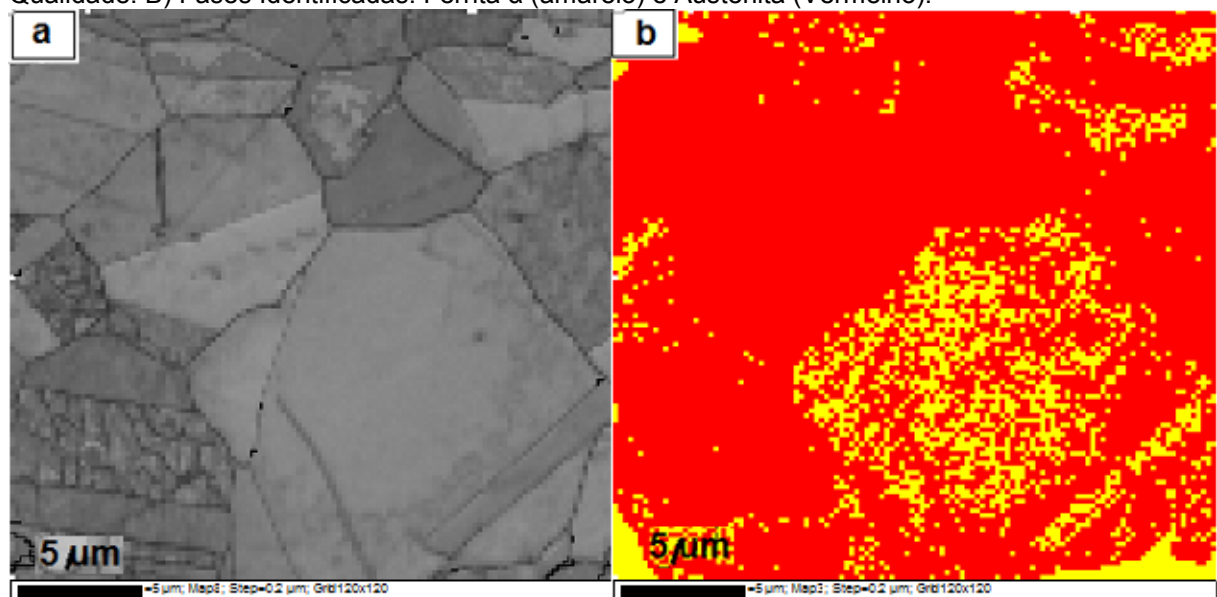


Fonte: Autoria Própria.

O resultado também revela a presença de ilhas de Ferro (aproximadamente 98%p) corroborando com as análises anteriores e sugerindo também a não formação do intermetálico FeNi_3 , também para essa liga.

Para comprovação efetiva das fases presentes nas ligas inseridas no estudo da variável Moagem de Alta Energia, a Figura 57 apresenta resultados de EBSD para a liga C1.

Figura 57 - Análise de EBSD para região entre as fases propostas para a liga C1. a) Padrão de Qualidade. B) Fases Identificadas: Ferrita α (amarelo) e Austenita (Vermelho).



Fonte: Autoria Própria.

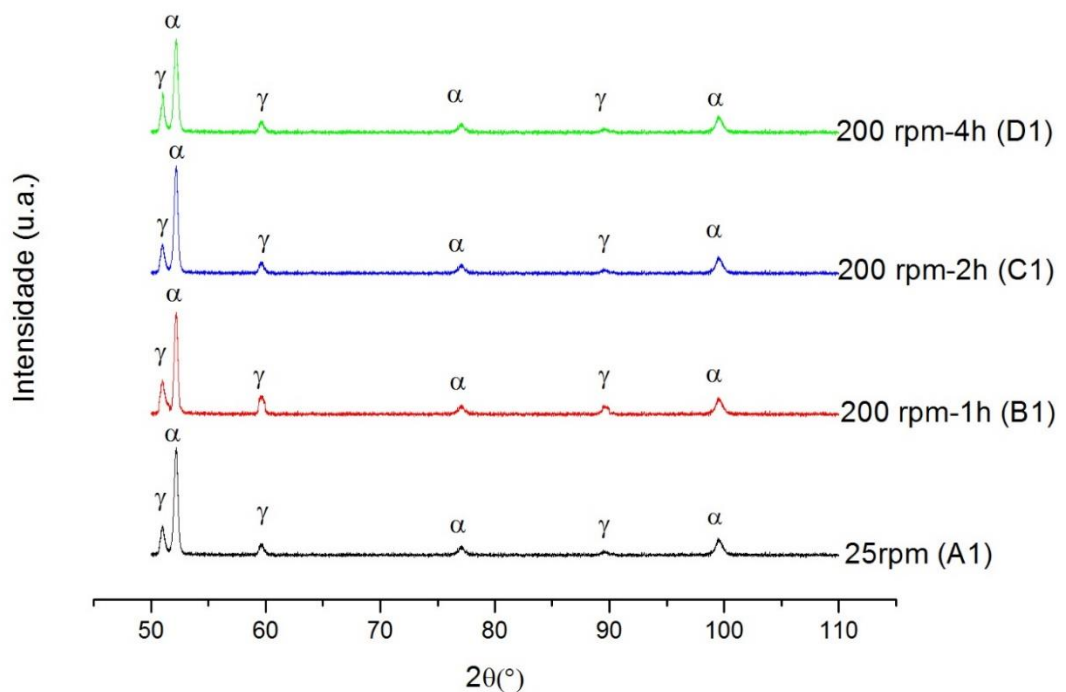
Para a região analisada da liga C1, processou-se quase 100% de indexação da área, reafirmando a presença de duas fases conforme análise na liga em baixa energia A1.

A fase austenítica (metaestável) na imagem corresponde a 84,1% da região e 15,8% de ferrita α , reafirmando a proposição de formação dessas duas fases para a composição global da liga.

Os espectros de difração por raios X das amostras A1, B1, C1, D1 estão demonstradas na Figura 58.

Os picos referentes a austenita e ferrita estão presentes nas ligas analisadas, com pequenas diferenças nas intensidades dos picos. Essas diferenças sugerem a diminuição da fase CFC Austenita e aumento da fase CCC, onde a área analisada possivelmente é composta por um maior percentual de ferrita.

Figura 58 - Difratograma de Raios X para as ligas A1, B1, C1, D1.



Fonte: Autoria Própria.

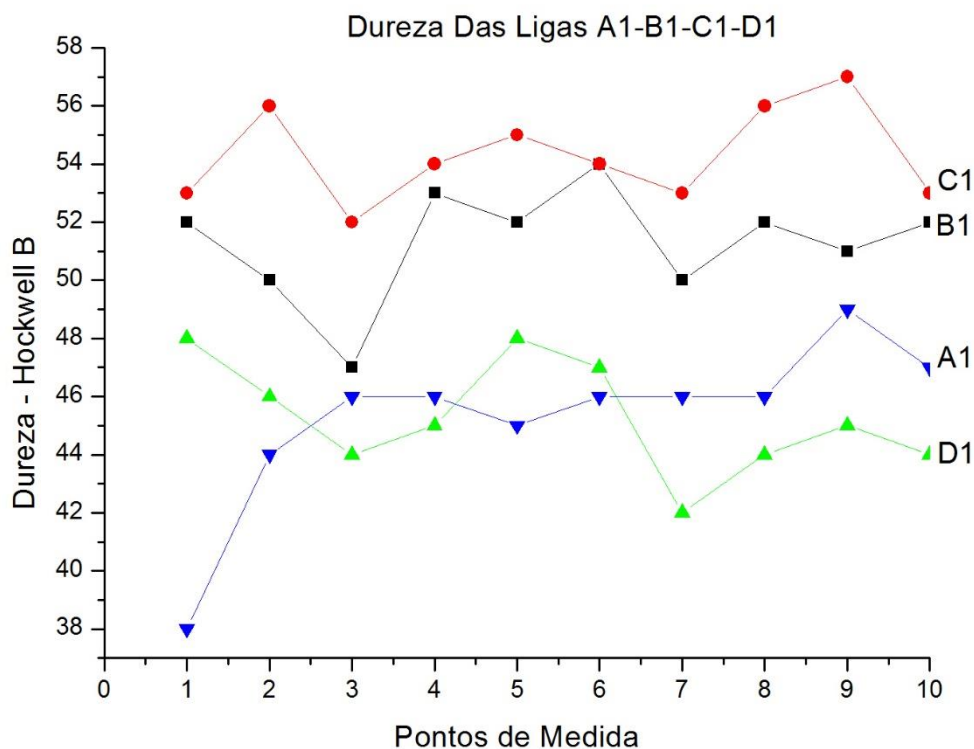
O resultado obtido sugere que o tempo de moagem não interfere na microestrutura final, uma vez que não se identificou nenhuma fase diferente entre as mesmas, entretanto de acordo com Pinto (2008) a MAE além da diminuição do tamanho médio de partícula, ajuda a homogeneizar a mistura uma vez que realiza micro soldagens, unindo e posteriormente quebrando partículas de pós elementares.

b) Propriedades Mecânicas

A dureza das ligas A1, B1, C1 e D1 são apresentadas na Figura 59. As durezas médias obtidas das ligas foram, respectivamente, 45 HRB, 51 HRB, 54 HRB e 45 HRB. Na Figura 58 também é apresentado o nível de significância (α) para as durezas, comparando o efeito do tempo de moagem (B1,C1,D1) e a mistura a baixa energia (A1).

Verifica-se que as ligas B1 e C1 possuem dureza mais elevada que as ligas A1 e D1, corroborando com o observado na Microscopia Eletrônica de Varredura que mostra uma menor presença de poros nas ligas com maior dureza.

Figura 59 - Perfil de dureza das ligas A1, B1, C1, D1.



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 23 mostra os valores de dureza média e desvio padrão das medidas realizadas nas amostras que mostram a liga C1 como de maior dureza média para este parâmetro (54 HRB). Em relação a propriedade de dureza percebe-se uma influência do tempo de moagem entretanto nem sempre crescente pois a liga D1 (4h) tem dureza inferior quando comparada a C1 e B1.

Tabela 23 - Dureza média das ligas A1, B1, C1, D1.

Amostra	Dureza Média (HRB)	Desvio Padrão
A1	45	2,86
B1	51	1,95
C1	54	1,67
D1	45	1,56

Fonte: Autoria Própria.

O resultado dos ensaios de tração das ligas A1, B1, C1 e D1 são apresentados na Tabela 24. Ao comparar os Módulos de Elasticidade das ligas nota-se um maior valor para a média das ligas A1, B1 e C1 com média ligeiramente superior para a Liga B1 (0,982 GPa). A Liga D1 possui uma maior diferença entre os valores extraídos do ensaio. Não existe um nível de segurança considerável para a identificação do maior módulo de elasticidade uma vez que o nível de defeitos (poros e trincas) dentro de cada corpo de prova não é controlado e cada defeito se torna um concentrador de tensão que interferirá nos valores obtidos nos ensaios.

Tabela 24 - Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, B1, C1, D1: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração.

LIGA	MÓDULO DE ELASTICIDADE – E (GPa)	LIMITE DE RESISTÊNCIA A TRAÇÃO - σ (GPa)
A1	0,969	0,169
	0,973	0,173
	0,977	0,177
B1	Média: 0,973 0,988	Média: 0,173 0,188

	0,979	0,179
	0,980	0,180
C1	Média: 0,982 0,972	Média: 0,182 0,172
	0,980	0,177
	0,973	0,173
D1	Média: 0,975 0,956	Média: 0,174 0,156
	0,977	0,177
	0,944	0,144
	Média: 0,959	Média: 0,159

Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 24 também apresenta valores para Limite Resistência Tração das ligas onde mostra um comportamento semelhante ao módulo de elasticidade, com valores aproximados para as ligas A1,B1,C1, com maior valor (182 Mpa) para a liga B1. Também para esta propriedade a liga D1 apresentou menor valor médio, decorrente da maior dificuldade de compactação, assim como aconteceu com a dureza.

5.6.2 Velocidade de Rotação (rpm)

a) Caracterização Metalúrgica

Para a análise da velocidade de rotação foram fabricados corpos de prova em 3 tipos de condições: C1 (200 rpm), F1 (400 rpm) e G1 (600 rpm). Na Figura 60, pode-se verificar o formato dos corpos de prova após sinterização a 1100°C, onde se verifica que para a sinterização do corpo de prova da liga processada a 600 rpm ocorreu a perda da forma inicial da peça a verde (Cilíndrica). Para C1e F1 o formato permanece preservado sendo verificado apenas a contração volumétrica residual pertinente aos processamentos térmicos da Metalurgia do pó.

Figura 60 - Corpos de provas das ligas sinterizadas C1, F1 e G1.



Fonte: Autoria Própria.

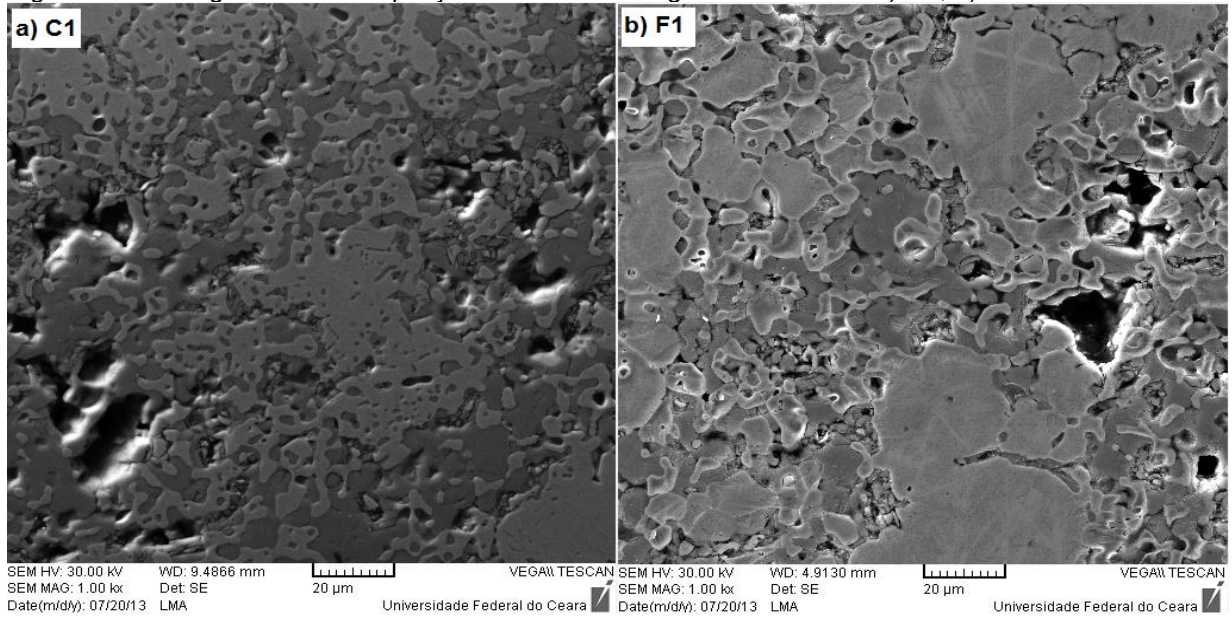
Os resultados que serão apresentados posteriormente, como os de EDS, comprovam que para a sinterização da Liga G1 (600rpm) a composição química está alterada em relação as ligas C1 (200rpm) e F1 (400rpm).

Essas ligas apresentam altos teores de oxigênio em relação as demais ligas, na sua estrutura interna, possivelmente decorrente da alta energia absorvida com a moagem, que eleva a temperatura no interior do cadinho de moagem e torna o pó em processamento mais susceptível a formação de óxidos.

Esses óxidos contaminam a estrutura interna do corpo de prova dificultando a coesão das partículas na sinterização e sendo responsável pela perda de forma.

A Figura 61 mostra as micrografias obtidas para as ligas C1 e F1, uma vez que ficou impossível de obter micrografias nítidas para a liga G1. Assim como na liga C1, a liga processada a 400rpm demonstra presença de poros e o aparecimento de duas fases distintas que serão identificadas pelas técnicas de difração e EDS.

Figura 61 - Micrografias com ampliação de 1000X das ligas sinterizadas: a) C1, b) F1.

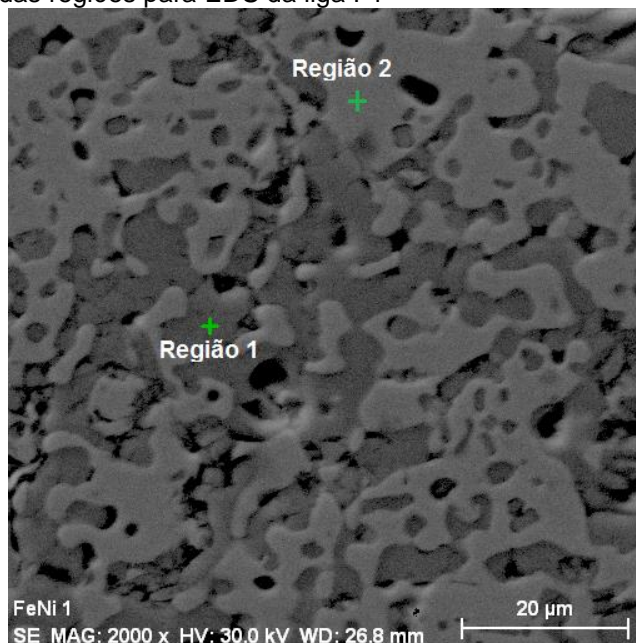


Fonte: Autoria Própria.

As fases se apresentam de forma bem heterogênea na distribuição da área visualizada, indicando que a velocidade de rotação não influencia diretamente na homogeneidade da estrutura final.

A Figura 62 apresenta as regiões analisadas por EDS do corpo de prova da liga F1. Foram feitas análises na região 1 (mais escura) e região 2 (mais clara) com o intuito de verificar a composição química das fases e posterior identificação.

Figura 62 - Micrografia das regiões para EDS da liga F1



Fonte: Autoria Própria.

Os resultados de EDS estão apresentados na Tabela 25, onde mostra a região 1 como ilha de ferro (teor de níquel de aproximadamente 3,88%) e a região 2 identificada como zona de alta difusão do Níquel no ferro apresentando uma composição equilibrada entre níquel e ferro.

Tabela 25 - Quantificação da composição química por EDS da liga F1.

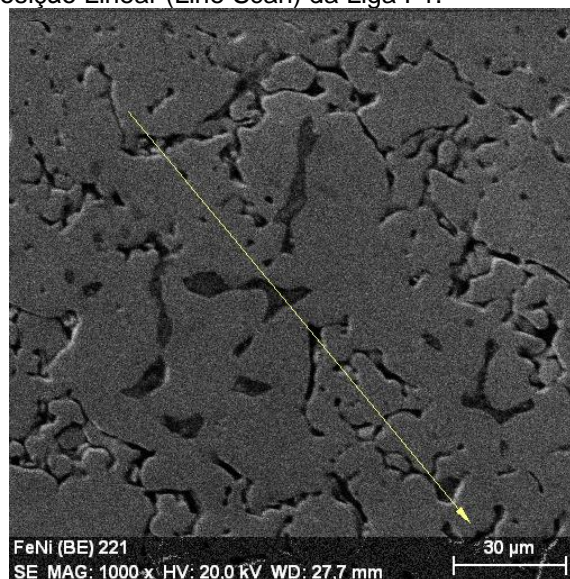
Elemento	Fe (%p)	Ni (%p)
Região 1(escura)	96,12	3,88
Região 2 (clara)	51,92	48,08

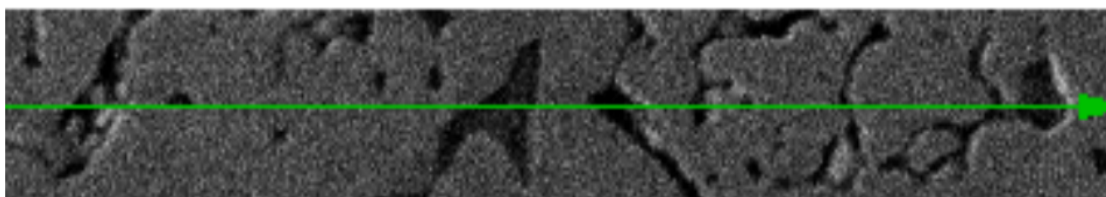
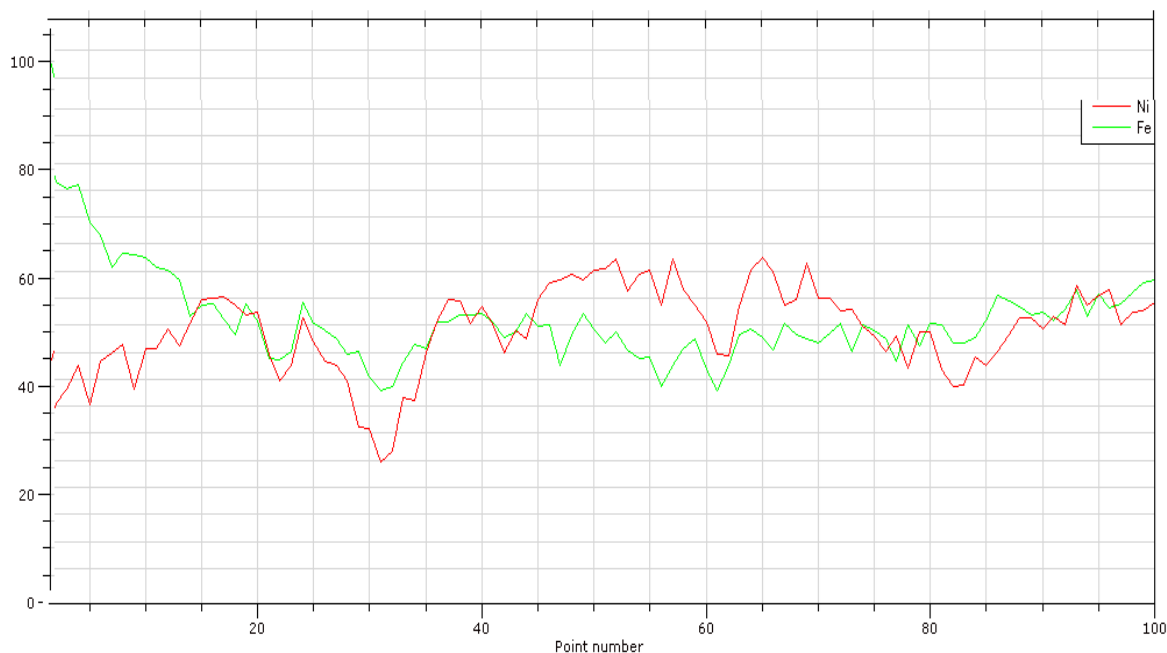
Fonte: Autoria Própria.

Para o Line Scan da liga F1, a imagem apresenta uma região mais homogênea da liga (lugar com menor presença da fase escura) para facilitar a análise da variação da composição em cada fase. A Figura 63 mostra a micrografia com resultados da análise de EDS em linha.

A região clara apresenta composição equilibrada ao longo da linha analisada, mostrando que é uma região de alta difusão levando em consideração a condição inicial do compactado verde, onde se apresentam aglomerados dos pós elementares.

Figura 63 - Perfil de composição Linear (Line Scan) da Liga F1.

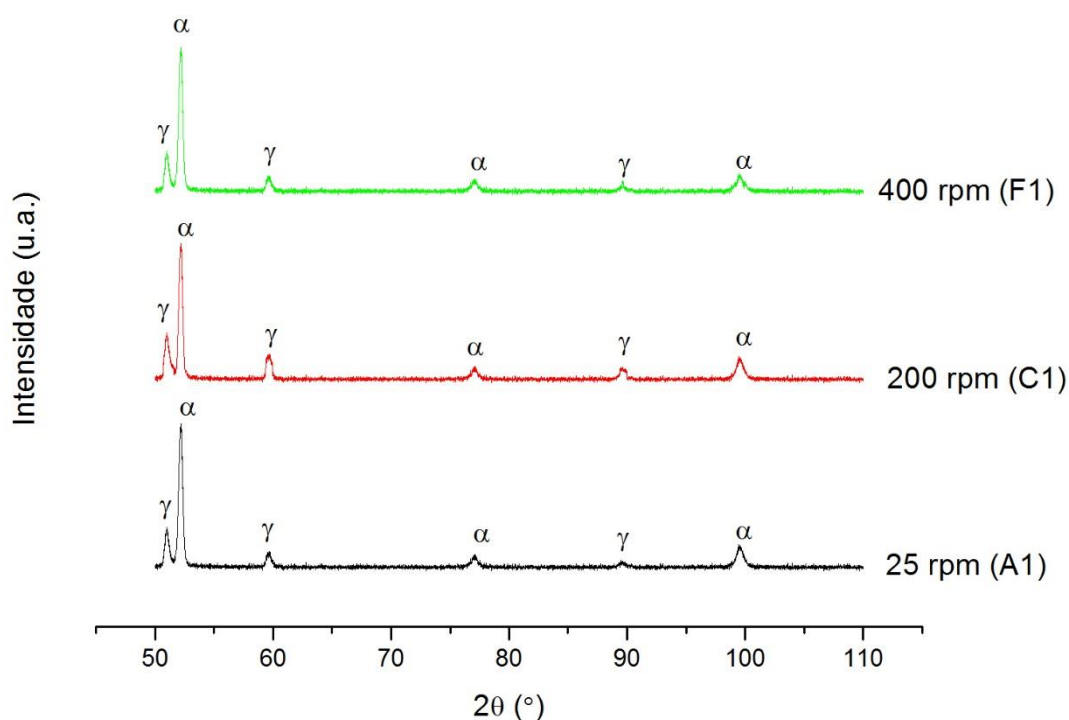




Fonte: Autoria Própria.

Os espectros de difração por raios X das amostras A1, C1, e F1 estão demonstrados na Figura 64. Os picos referentes a austenita e ferrita estão presentes nas ligas analisadas, assim como nas ligas analisadas na variável tempo de moagem. Este resultado reforça o fenômeno já mencionado anteriormente onde sugere-se que as fases geradas a partir da deformação causada pela moagem (choque das esferas com os pós elementares) são eliminadas pela sinterização realizada acima da linha de austenitização para a liga de base estudada. Possivelmente a liga sofre austenitização total nas áreas de difusão de níquel e se mantém como fase metaestável a temperatura ambiente. As fases visualizadas como regiões claras (região de difusão com percentuais em torno de 50% de Níquel e Ferro) são caracterizadas como austenita e a fase escura (ilhas de ferro com percentual máximo de 4% de Níquel) como ferrita α .

Figura 64 - Difratoograma de Raios X para as ligas A1, C1 e F1.



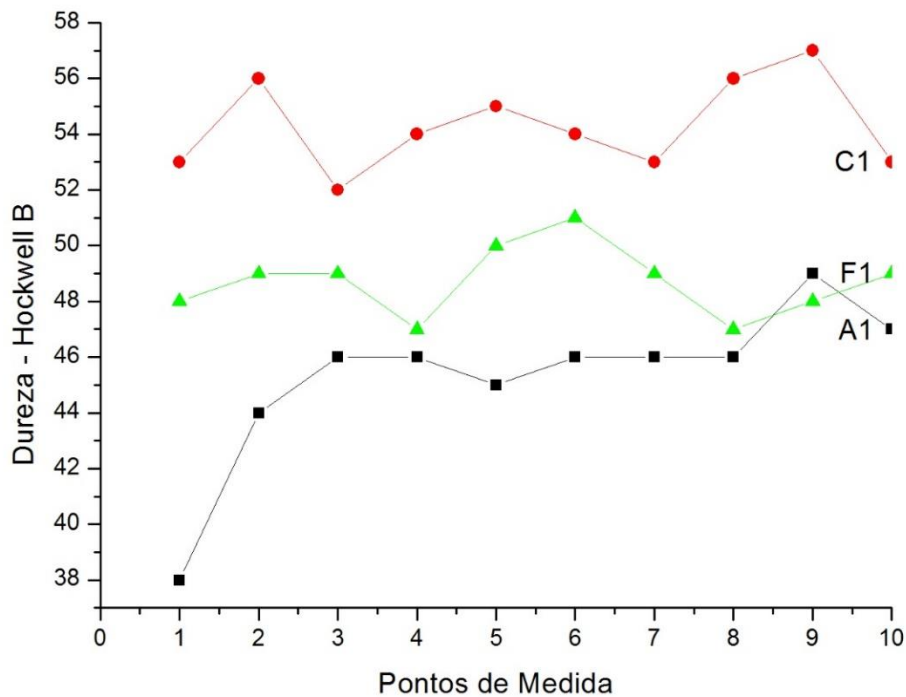
Fonte: Autoria Própria.

b) Propriedades Mecânicas

A dureza das ligas A1, C1 e F1 são apresentadas na Figura 65. As durezas médias obtidas das ligas foram, respectivamente, 45 HRB, 54 HRB e 48 HRB. Também é apresentada a variação das medidas realizadas em cada liga relacionando o efeito da velocidade de rotação (C1 e F1) e a mistura a baixa energia (A1).

Verifica-se que a liga C1 possui dureza mais elevada que as ligas A1 e F1, mostrando que a dureza não tem relação linear crescente com a velocidade de rotação. A liga F1 (400rpm) tem o efeito de dureza proporcionado pelo menor tamanho médio de partícula prejudicado pelo elevado encruamento dessas partículas que dificultam a compactação das amostras, deixando o corpo de prova menos denso e por consequência menos resistente, uma vez que as microestruturas presentes continuam sendo ferrita α e austenita e não podem ser responsabilizadas pelo resultado.

Figura 65 - Perfil de dureza das ligas A1, C1 e F1.



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 26 mostra os valores de dureza média e desvio padrão das medidas realizadas nas amostras que mostram a liga C1 como de maior dureza média para este parâmetro (54 HRB).

Tabela 26 - Dureza média das ligas A1, C1, F1.

Amostra	Dureza Média (HRB)	Desvio Padrão
A1	45	2,86
C1	54	1,67
F1	48	1,25

Fonte: Autoria Própria.

O resultado dos ensaios de tração das ligas A1, C1 e F1 são apresentados na Tabela 27. Ao comparar os Módulos de Elasticidade das ligas nota-se um maior valor para a média da liga F1. Analisando os valores individuais dos ensaios a liga F1 apresenta um corpo de prova ensaiado que foge ao comportamento normal dos

demais corpos de prova da mesma liga. Como os produtos da metalurgia do pó são caracterizados por imperfeições (poros, vazios e outros tipos de concentradores de tensão) possivelmente foram mais significativos neste ensaio, o que acarretou em um aumento da média do Módulo de Elasticidade desta liga.

Tabela 27 - Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, C1, F1: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração.

LIGA	MÓDULO DE ELASTICIDADE – E (GPa)	LIMITE DE RESISTÊNCIA A TRAÇÃO - σ (GPa)
A1	0,969	0,169
	0,973	0,173
	0,977	0,177
C1	Média: 0,973	Média: 0,173
	0,972	0,172
	0,980	0,177
F1	Média: 0,975	Média: 0,174
	0,975	0,196
	0,970	0,194
	1,003	0,199
	Média: 0,983	Média: 0,196

Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 27 também apresenta valores para Limite Resistência Tração das ligas onde mostra um comportamento semelhante ao módulo de elasticidade, com a liga F1 apresentando o maior valor de Resistência à Tração (196 MPa). Também para esta propriedade as ligas A1 e C1 apresentaram valores médios aproximados, e menores que a liga F1.

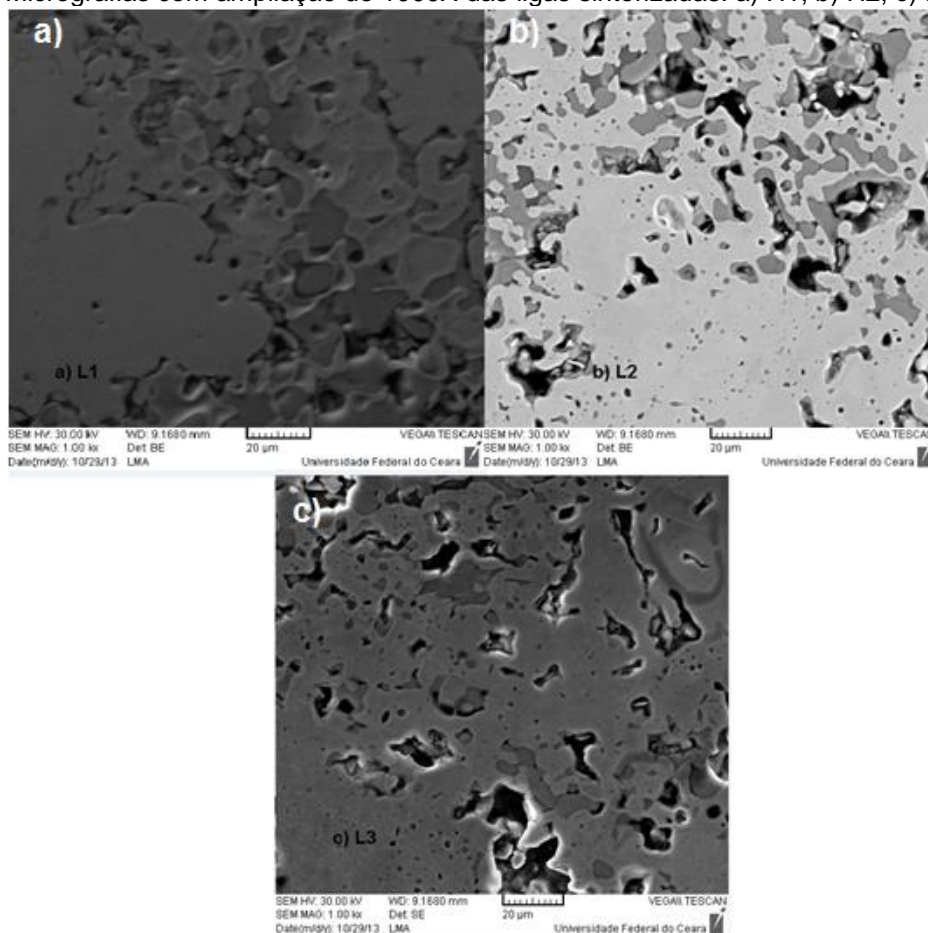
5.6.3 Elemento de Liga (Mo)

a) Caracterização Metalúrgica

Para a análise da influência dos elementos de liga foram produzidos corpos de prova de 3 composições diferentes da liga de base: H1 (Fe-30%Ni-0,5%Mo), H2 (Fe-30%Ni-1,0%Mo) e H3 (Fe-30%Ni-2,0%Mo).

A Figura 66 mostra a micrografia das ligas H1, H2 e H3 respectivamente, onde percebe-se a presença da fase mais escura (identificada como fase ferrítica) e da fase clara identificada como zona de maior difusão dos elementos no ferro (Níquel e Molibdênio).

Figura 66 - Micrografias com ampliação de 1000X das ligas sinterizadas: a) H1, b) H2, c) H3.



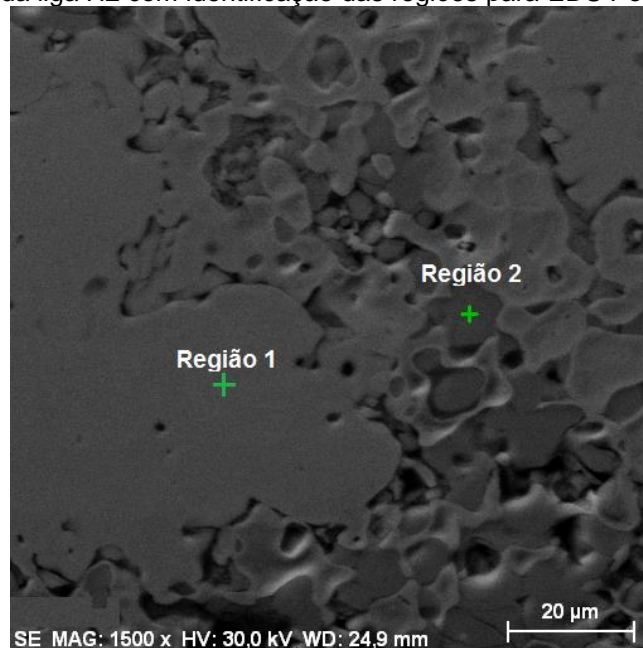
Fonte: Autoria Própria.

A estrutura das fases é próxima a obtida pelas demais ligas, com presença de poros na superfície visualizada. Pela previsão de diagrama de equilíbrio para essa liga ternária, além da fase ferrita α e Austenita, propõe-se a presença de uma fase Laves do tipo A_2B (Fe_2Mo).

Entretanto conforme já exposto anteriormente, o equilíbrio se obtém diante de velocidades de resfriamento bastante lentas para proporcionar toda a difusão e formação das fases. Melleras *et. al* (2003) mostra em seu estudo o aparecimento de uma fase metaestável ferrítica endurecida por formação de solução sólida do Molibdênio no Ferro.

Para a liga H1, devido ao baixo teor de molibdênio envolvido os ensaios de EDS não encontraram regiões confiáveis com presença de molibdênio. A Figura 67 mostra para a liga H2 as regiões (Clara e escura) de medição para EDS de composição pontual.

Figura 67 - Micrografia da liga H2 com identificação das regiões para EDS Pontual.

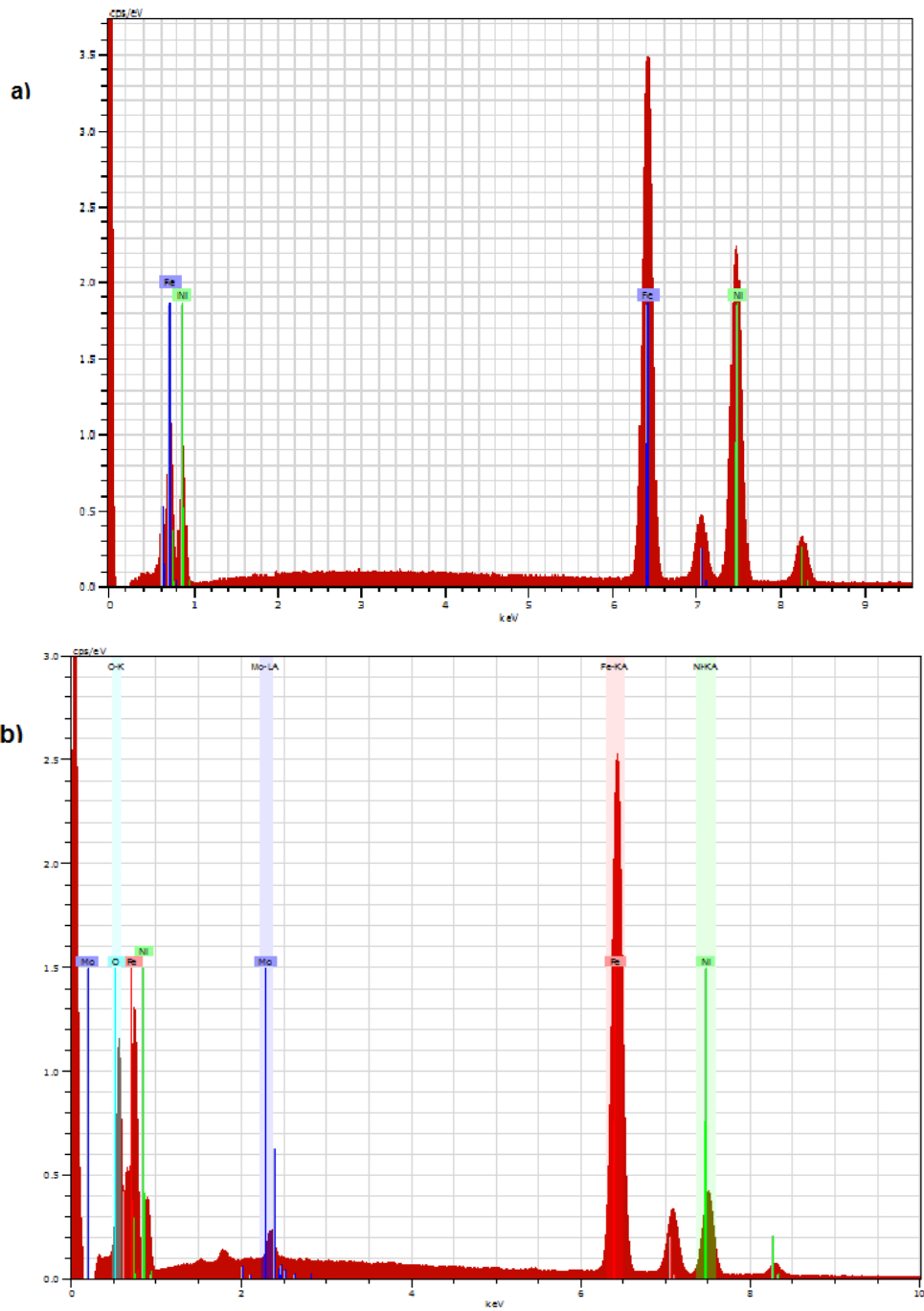


Fonte: Autoria Própria.

A Figura 68 apresenta o espectro de EDS onde a região 1 é composta por uma solução sólida de Ferro e Níquel com ausência do elemento molibdênio, sugerindo que esta fase seja austenítica. A região 2 apresenta em sua composição química, o elemento de liga Molibdênio além de oxigênio, provavelmente inserido na estrutura na ocorrência da moagem sem atmosfera controlada ou protegida.

A região 2 também se apresenta próximo a regiões porosas como um indicativo de má densificação desses elementos, muito provavelmente devido ao alto ponto de fusão do Molibdênio (2630°C) em relação aos demais componentes da liga, esta fase será identificada pela difração de raios X.

Figura 68 - Espectro de EDS da liga H2 para: a) Região 1; b) Região 2.



Fonte: Autoria Própria.

A Tabela 28 apresenta a quantificação de cada um dos componentes por região analisada na Figura 67, em %p.

Tabela 28 - Quantificação da composição química por EDS da liga H2.

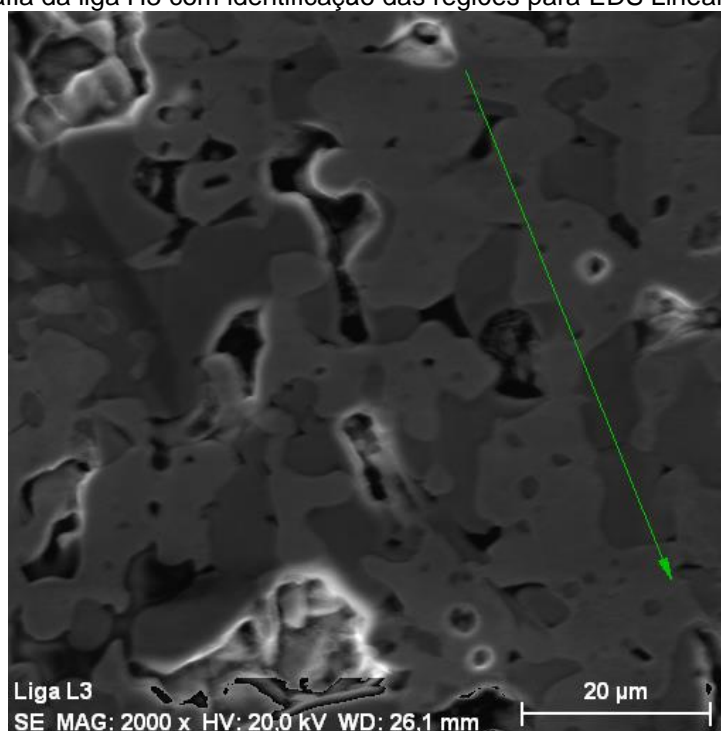
Elemento	Fe (%p)	Ni (%p)	Mo (%p)	O (%p)
Região 1 (clara)	51,23	48,77	-	-
Região 2 (escura)	77,88	4,23	16,00	1,89

Fonte: Autoria Própria.

A região 1 está com composição similar a fase austenítica identificada nas ligas sem elementos de liga, entretanto a região 2 se apresenta com elevado teor de molibdênio (16%p) e com 4% Níquel (Percentual encontrado também na região ferrita α do diagrama de equilíbrio) além de 1,89% de Oxigênio provavelmente em forma de óxido de ferro II (FeO).

Um ensaio de EDS linear foi realizado na liga H3 conforme Figura 69. A linha analisada percorre regiões entre fases para apresentar a variação de composição entre as mesmas.

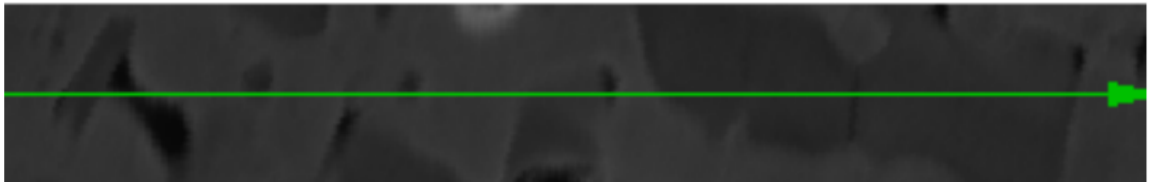
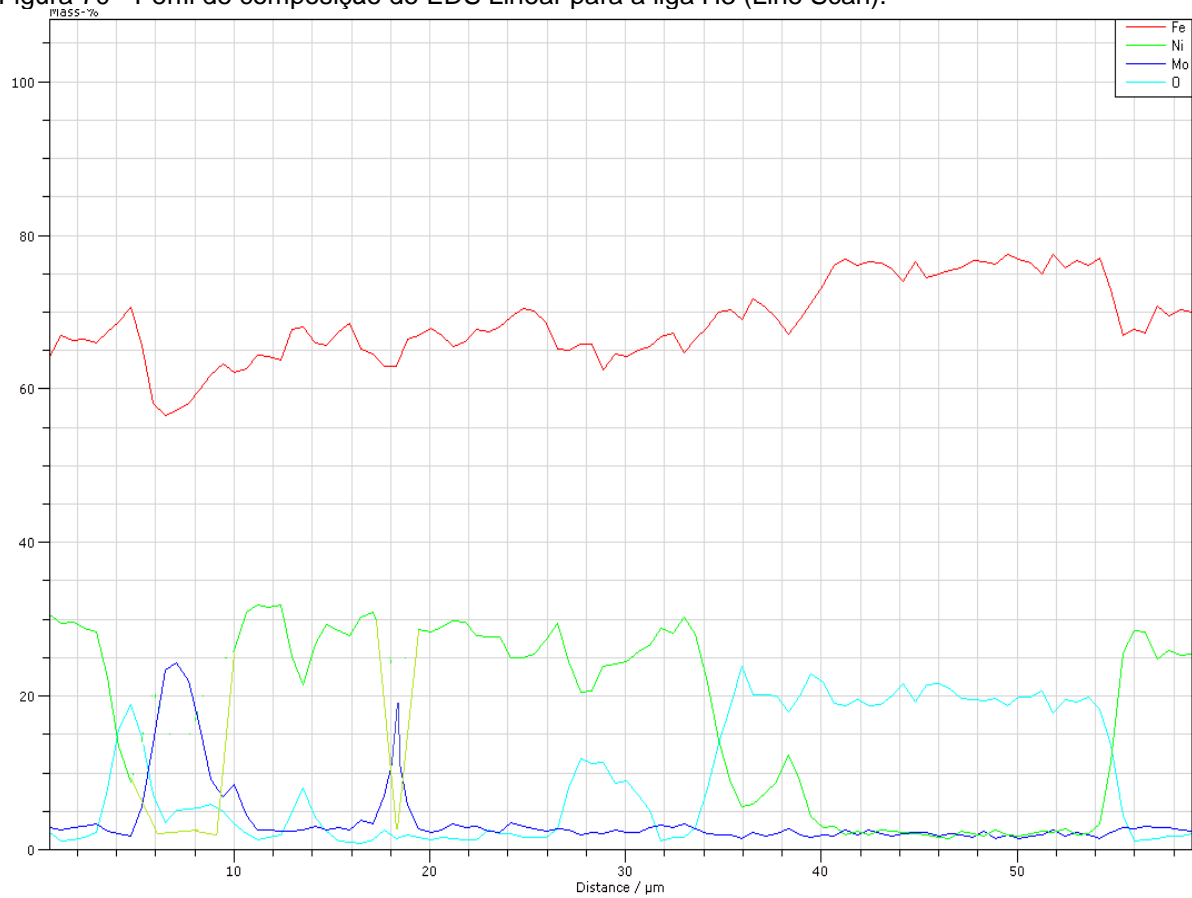
Figura 69 - Micrografia da liga H3 com identificação das regiões para EDS Linear (Line Scan).



Fonte: Autoria Própria.

O resultado de EDS de linha para a liga H3 apresenta três regiões de composição distintas, uma vez que um elemento de impureza, o Oxigênio, entra na composição da liga. A Figura 70 demonstra a variação linear de composição.

Figura 70 - Perfil de composição de EDS Linear para a liga H3 (Line Scan).

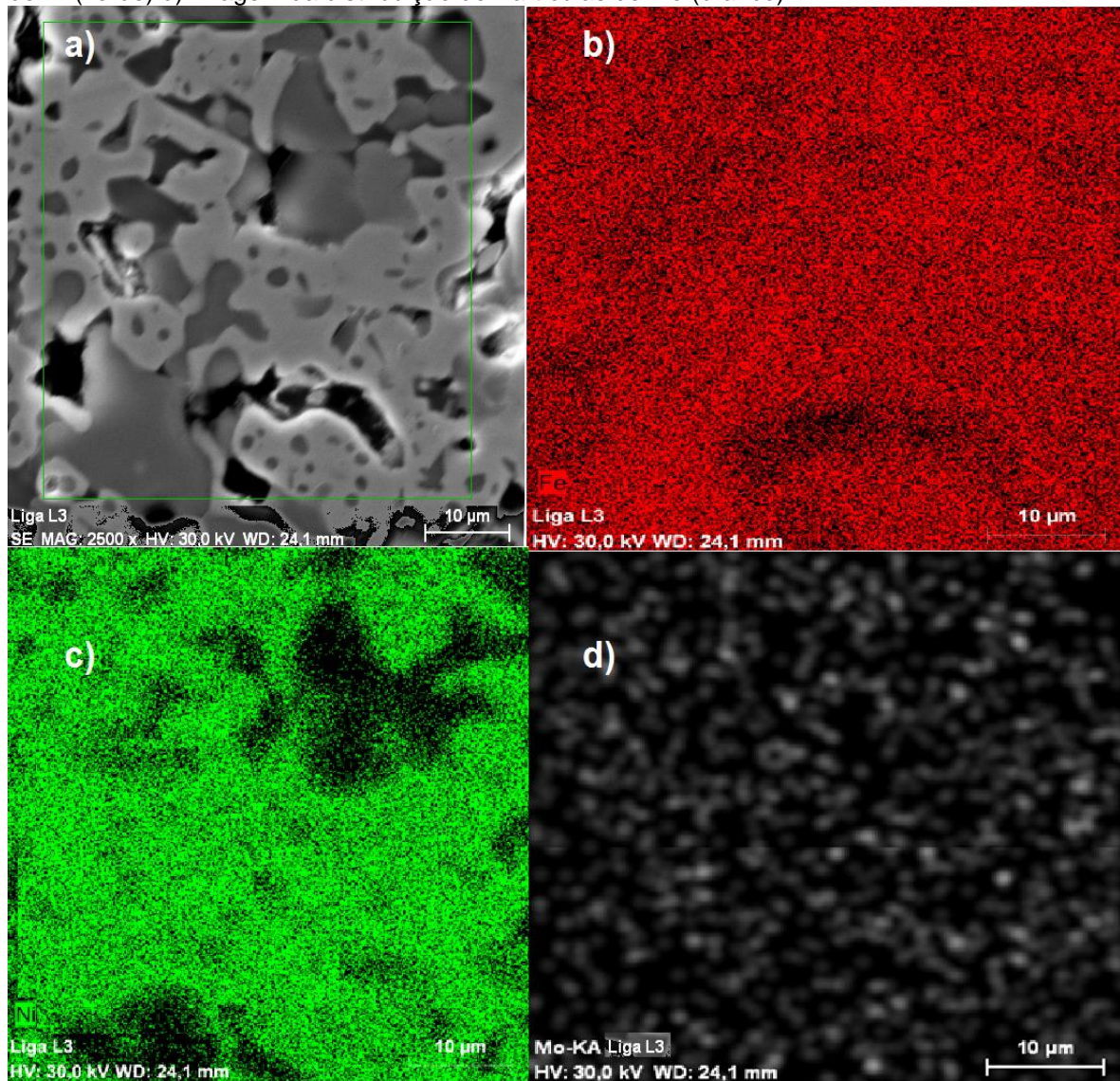


Fonte: Autoria Própria.

Nota-se que em relação a presença de Molibdênio existe um comportamento repetitivo na composição da liga. O aumento deste elemento significa uma diminuição dos teores de Níquel, como mostrado nas posições aproximadas de $8\mu\text{m}$ e $18\mu\text{m}$ na Figura 68, o que mostra uma fase composta apenas por partículas de Ferro e Molibdênio. As demais posições da Figura mostra uma região composta por Ferro e Níquel exceto na faixa de posição entre $36\text{-}54\mu\text{m}$ onde os elementos de liga Níquel e Molibdênio são substituídos pelo Oxigênio em composição com o Ferro, provavelmente causado por oxidação de grãos de Ferro na Moagem como sugerido anteriormente. Este comportamento está relacionado a fase mais escura da Figura.

Representando as ligas processadas por moagem de alta energia, a Figura 71 mostra a distribuição de partículas elementares (Ferro, Níquel e Molibdênio) para a liga H3.

Figura 71 - Micrografia da liga H3 com EDS de área: a) Identificação da área ensaiada por EDS de Área. b) Imagem da distribuição de Partículas de Fe (vermelho). c) Imagem da distribuição de Partículas de Ni (verde) d) Imagem da distribuição de Partículas de Mo (branco).

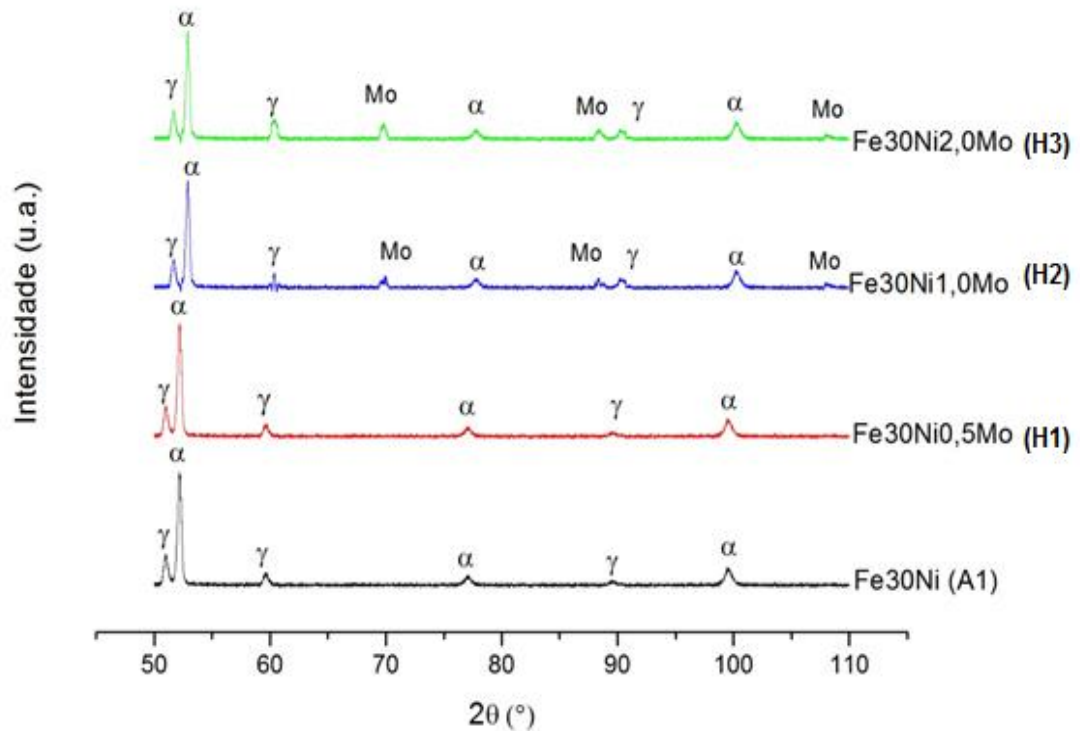


Fonte: Autoria Própria.

Os resultados apresentados pelo EDS de área para uma liga processada por MAE como a H3 mostra uma maior distribuição de partículas para a mesma área analisada ($10\mu \times 10\mu$), exceto para áreas das ilhas de ferro, resultado esse já esperado devido a maior quantidade deste elemento na composição global da liga. Na área analisada não apareceu nenhuma zona com formação de Óxido ou indício do elemento Oxigênio.

A Figura 72 mostra o difratograma para as ligas H1, H2 e H3 em relação a liga primária A1. O resultado sobreposto colabora para o entendimento das mudanças de fases apresentadas pelas ligas.

Figura 72 - Difratograma de Raios X para as ligas A1, H1, H2 e H3.



Fonte: Autoria Própria.

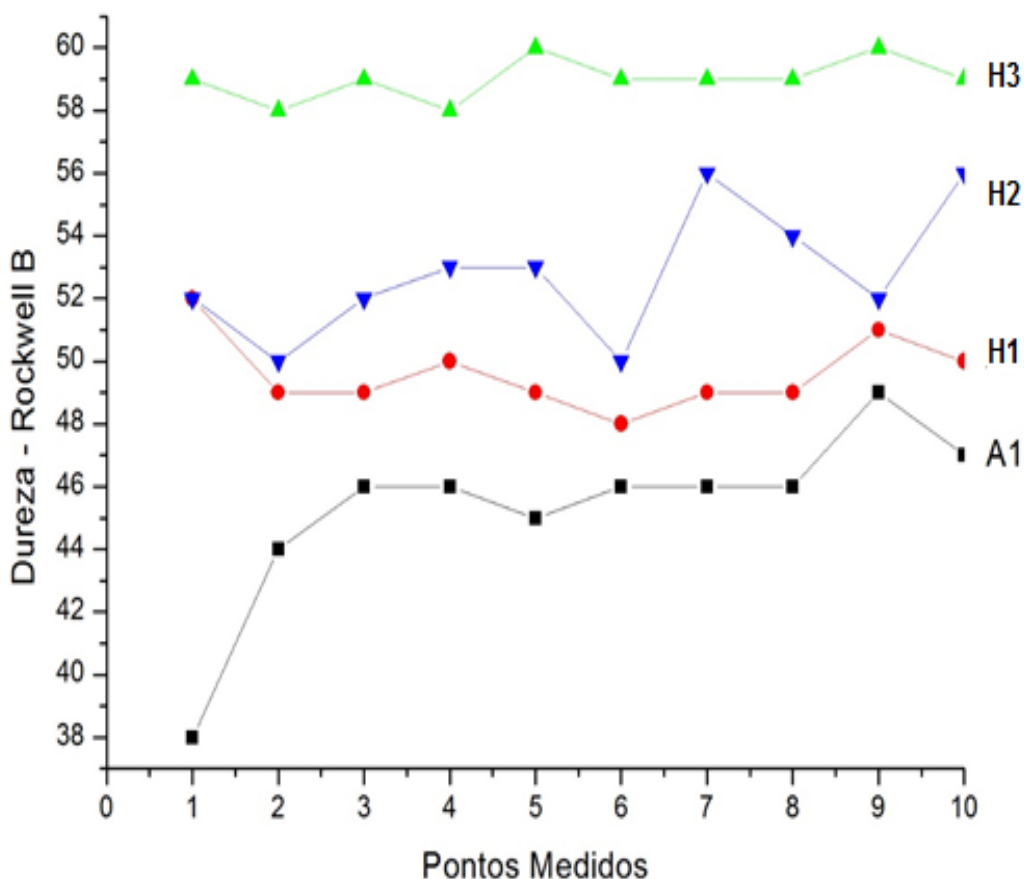
A liga H1 não apresentou mudança perceptível nas suas fases em relação a liga primária A1, devido ao pequeno percentual de Molibdênio inserido na liga aliado a heterogeneidade dos produtos inerentes ao processo de metalurgia do pó, uma vez que a área analisada pode não contemplar o aparecimento deste elemento.

Para as Ligas H2 e H3, surge gradativamente picos correspondentes ao Molibdênio (CCC), em substituição ao Fe₂Mo (HC) esperado no diagrama de equilíbrio. Este fato sugere que há formação de uma solução sólida do Molibdênio no Ferro como fase metaestável, não formando a fase Laves como esperado. O difratograma mostra também o aparecimento de picos relativos as fases Ferrita α e Austenita.

b) Propriedades Mecânicas

A dureza das ligas A1, H1, H2 e H3 são apresentadas na Figura 73. As durezas médias obtidas das ligas foram, respectivamente, 45 HRB, 49 HRB, 52 HRB e 59 HRB. Também é apresentada a variação das medidas realizadas em cada liga relacionando o efeito do % de Molibdênio (H1, H2 e H3) e a mistura a baixa energia (A1).

Figura 73 - Perfil de dureza das ligas A1 H1, H2 e H3.



Fonte: Autoria Própria.

Verifica-se que a liga H3 possui dureza mais elevada que as ligas A1, H1 e H2, mostrando que possivelmente exista uma relação direta entre dureza e o Percentual de Molibdênio. A liga H1 (200rpm – 2h – 0,5%Mo) possui menor dureza que a liga C1 (200 rpm – 2h – 0,0%Mo) sugerindo uma influência negativa da inclusão do elemento de liga. Este fato pode estar relacionado a zonas de má sinterização na

periferia das fases ricas em Molibdênio devido ao seu alto ponto de fusão, que se sobrepõe ao endurecimento por solução sólida da ferrita para este percentual de elemento de liga, uma vez que a Liga H3 (200rpm – 2h – 2,0%Mo) apresentou dureza maior dentre todas as estudadas.

A Tabela 29 mostra os valores de dureza média e desvio padrão das medidas realizadas nas amostras que mostram a liga H3 como de maior dureza média para este parâmetro (59 HRB).

Tabela 29 - Dureza média das ligas A1, H1, H2 e H3.

Amostra	Dureza Média (HRB)	Desvio Padrão
A1	45	2,86
H1	49	1,67
H2	52	1,17
H3	59	0,67

Fonte: Autoria Própria.

O resultado dos ensaios de tração das ligas A1, H1, H2 e H3 são apresentados na Tabela 30.

Tabela 30 - Resultado de ensaio de Tração para Ligas A1, H1, H2 e H3: Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência a Tração.

LIGA	MÓDULO DE ELASTICIDADE – E (GPa)	LIMITE DE RESISTÊNCIA A TRAÇÃO - σ (GPa)
A1	0,969	0,169
	0,973	0,173
	0,977	0,177
H1	Média: 0,973	Média: 0,173
	0,996	0,196
	0,999	0,190
	0,997	0,197
	Média: 0,997	Média: 0,194

H2	1,075	0,202
	0,970	0,194
	1,033	0,200
H3	Média: 1,026	Média: 0,199
	0,997	0,198
	1,008	0,201
	1,088	0,196
	Média: 1,031	Média: 0,198

Fonte: Autoria Própria.

A liga H3 apresentou maior média para o Módulo de Elasticidade (1,051 Gpa) o que corresponde a uma menor ductilidade para a liga e aumenta a resistência ao desgaste, característica importante para componentes estruturais como engrenagens. Para as ligas H1 e H2, verifica-se um comportamento de crescimento para esta propriedade em função do aumento do percentual de Molibdênio (0,973 e 0,977 GPa respectivamente).

A Tabela 30 também apresenta valores para Limite Resistência Tração das ligas. Nesta propriedade as Ligas H2 e H3, possuem um comportamento semelhante inclusive com médias bem aproximadas levando em consideração os níveis de variação (0,199 e 0,198 GPa respectivamente). Conforme resultados obtidos para o módulo de elasticidade, também para o limite de resistência à tração os menores valores dentre os comparados são os das ligas A1 e H1 (0,173 e 0,194 GPa).

5.7 Considerações Finais: Ligas por variável

5.7.1 Síntese dos Resultados

Objetivando uma maior comparação entre as propriedades medidas de todas as ligas a Tabela 31 apresenta a síntese das principais informações obtidas com o estudo.

Tabela 31 - Síntese de propriedades obtidas para todas as ligas: Fases, Dureza, M.E. e LRT.

Liga	Fases	Dureza (HRB)	Módulo Elasticidade (GPa)	Lim. Resistência Tração (GPa)	Observações
A1	$\alpha + \gamma'$	45	0,973	0,173	
B1	$\alpha + \gamma'$	51	0,982	0,182	
C1	$\alpha + \gamma'$	54	0,975	0,174	
D1	$\alpha + \gamma'$	45	0,959	0,159	
F1	$\alpha + \gamma'$	48	0,983	0,196	
G1	$\alpha + \gamma'$	Sem medição	Sem medição	Sem medição	Visualização de Óxido e Perda da Forma
H1	$(\alpha+Mo) + \gamma'$	49	0,997	0,194	Formação de solução sólida ($\alpha+Mo$)
H2	$(\alpha+Mo) + \gamma'$	52	1,026	0,199	Formação de solução sólida ($\alpha+Mo$)
H3	$(\alpha+Mo) + \gamma'$	59	1,031	0,198	Formação de solução sólida ($\alpha+Mo$)

Fonte: Autoria Própria

A partir desses resultados é possível perceber que a liga detentora das maiores propriedades mecânicas dentre as estudadas foi a liga H3. Esta liga em relação a liga de base A1, foi processada por Moagem de Alta Energia (200rpm por 2h) e possui uma maior quantidade de Molibdênio em sua composição global. Para as ligas analisadas na variável elemento de liga, foram as únicas que apresentaram fases diferentes indicando que além da influência das propriedades físicas (carga de compactação, temperatura de sinterização, tamanho médio de partículas), houve também a parcela de contribuição das propriedades inerente às fases. Apesar dos maiores resultados obtidos no ensaio de tração serem atribuídos as ligas com teores de Molibdênio, assim como na dureza, nota-se que a propriedade Módulo de Elasticidade e Limite de Resistência à Tração não seguem o mesmo comportamento da propriedade de dureza, como observado na liga F1 que possui Limite de Resistência à Tração em níveis comparados a liga H3 (0,196 GPa para F1 e 0,198 GPa para H3) entretanto sua dureza é muito abaixo do valor observado para a liga de

maior valor de Dureza (48 HRB para F1 e 59 HRB para H3).

Importante também correlacionar as propriedades medidas com o grau de porosidade das ligas e as variáveis que elas representam. A Tabela 32 expõe os valores de porosidade relativa as ligas estudadas.

Tabela 32 - Porosidade das ligas obtidas para todas as variáveis estudadas (tempo de moagem, velocidade de rotação, % de molibdênio).

DENSIDADE DOS ELEMENTOS (g/cm³)						
	Fe	Ni	Mo			
	7,874	8,908	10,280			
CALCULO DA POROSIDADE						
Ligas	% vol. Fe	% vol. Ni	% vol. Mo	Densidade Teórica (DT) (g/cm ³)	Densidade Medida (DM) (g/cm ³)	% poros [1- (DM/DT)]x 100
A1	72,5	27,5	0	8,158	6,454	20,89%
B1	72,5	27,5	0	8,158	6,733	17,47%
C1	72,5	27,5	0	8,158	6,826	16,33%
D1	72,5	27,5	0	8,158	6,610	18,98%
F1	72,5	27,5	0	8,158	6,738	17,41%
H1	72,1	27,5	0,4	8,168	6,737	17,52%
H2	71,7	27,5	0,8	8,178	6,745	17,52%
H3	70,8	27,6	1,6	8,198	6,809	16,94%

Fonte: Autoria própria.

Comparando os resultados de densidade dos elementos e as propriedades de dureza, limite de resistência a tração e módulo de elasticidade, nota-se que existe uma relação inversa entre a dureza e o % de poro calculado. As Ligas A1 e D1 são as ligas que apresentam maiores percentuais de porosidade (20,89% e 18,98% respectivamente) dentre as ligas estudadas e no entanto são as ligas que apresentaram menores valores de dureza (45 HRB em ambas).

Os resultados mostram também que a liga processada a baixa energia possui tendência a ter maior porosidade (A1= 20,89% de poros), enquanto as ligas processadas por moagem de alta energia estão em níveis de porosidade até 4% mais baixo (C1 = 16,33% de poros). Dentre as ligas processadas por moagem de alta

energia não se percebe grandes variações nos valores de % de poros, indicando que os maiores valores de dureza e limite de resistência apresentados pelas ligas da classe H (H1, H2 e H3) são decorrentes do aumento das propriedades das fases que constituem essa liga e ratificando a ideia de que há um aumento de microdureza causada pela formação de solução sólida na ferrita por parte do molibdênio.

A tabela 33 apresenta os resultados exploratórios dos difratogramas das ligas apresentando resultados da média dos cristalitos das fases apresentadas bem como cálculo do parâmetro de rede (a).

Tabela 33: Resultados exploratórios dos difratogramas das ligas.

Fase	Baixa Energia			Alta Energia					
		A1	B1	C1	D1	F1	L1	L2	L3
Ferrita (CCC)	a [Å]	2,8756	2,8653	2,8703	2,8721	2,8744	2,8749	2,8839	2,8928
	t [nm]	81,77	71,28	69,33	61,26	71,32	70,20	68,05	61,26
Austenita (CFC)	a [Å]	3,5882	3,5765	3,5778	3,5704	3,5786	3,5719	3,5785	3,5754
	t [nm]	44,10	33,22	33,16	33,30	33,40	35,17	34,32	33,30

Fonte: Autoria própria.

Os resultados apontaram para um aumento do parâmetro de rede (a) na fase ferrita α mais acentuado na liga L3, apontando para uma inserção do Molibdênio na rede cristalina desta fase. O mesmo fato não ocorreu na fase austenítica indicando uma inserção do molibdênio por solução sólida substitucional na ferrita α .

O tamanho médio do cristalito apresentou sensível variação com o processamento à alta energia, onde para ambas as fases houveram reduções que chegaram à ordem de 11,0 nm (diferença entre A1 e C1 para a fase austenita). Este resultado mostra que a moagem de alta energia influencia na diminuição do tamanho de particulado.

A tabela 34 apresenta a quantificação das fases entre duas ligas (A1- baixa energia e C1- alta energia).

Tabela 34: Quantificação de fases por EBSD das ligas A1 (baixa energia) e C1 (alta energia).

Fase		Baixa Energia (A1)	Alta Energia (C1)
Ferrita (CCC)	%	29,76	22,80
	Des. Pad.	28,80	20,76
Austenita (CFC)	%	65,71	72,73
	Des. Pad.	28,12	31,14

Fonte: Autoria própria.

Os resultados obtidos na tabela 34 mostram que os corpos de prova analisados possuem maiores regiões de austenita que contribuem para a dureza final. Entretanto os valores analisados apresentaram desvios padrão bastante elevados mostrando a heterogeneidade da liga.

5.7.2 *Teste de Significância ANOVA para as propriedades*

Buscando identificar a influência de cada uma das variáveis testadas nas devidas propriedades Mecânicas (Dureza, M.E. e LRT), recorreu-se a ANOVA one-way, com Post Hoc de Tukey. O Nível de significância para todos os teste foi fixado em $\alpha \leq 0,05$, sendo analisados pelo programa estatístico SPSS versão 21.0.

A Tabela 35 apresenta os resultados obtidos no teste ANOVA para as variáveis, onde além das propriedades já descritas foram realizados testes nos coeficientes angulares das médias obtidas para as durezas de cada variável. Este novo teste buscou obter garantias, para o grau de significância estipulado, da existência de uma relação linear entre o valor da variável e sua dureza.

Se os valores de significância do teste do coeficiente de dureza for menor que 0,05, dizemos que a variação da dureza é linear pois as médias dos coeficientes angulares são iguais para o nível de significância.

Para os resultados dos ensaios de resistência à tração não foi possível analisar o coeficiente angular devido ao baixo número de ensaios realizados, tornando-o inapropriado.

Tabela 35 - Resultados do Teste Anova para as propriedades de Dureza, M.E. e LRT das variáveis.

Variável	Propriedade	Teste Anova		Conclusão
		F	Sig	
Tempo de Moagem	Dureza	16,700	0,000	Influencia
	Coef. Dureza	10,888	0,000	Influencia
	M.E	1,657	0,252	não Influencia
	LRT	33,158	0,000	Influencia
Velocidade de Rotação	Dureza	43,810	0,000	Influencia
	Coef. Dureza	12,963	0,000	Influencia
	M.E	2,344	0,177	não Influencia
	LRT	55,622	0,000	Influencia
Elemento de Liga	Dureza	111,110	0,000	Influencia
	Coef. Dureza	0,017	0,983	não Influencia
	M.E	2,244	0,211	não Influencia
	LRT	7,253	0,013	Influencia

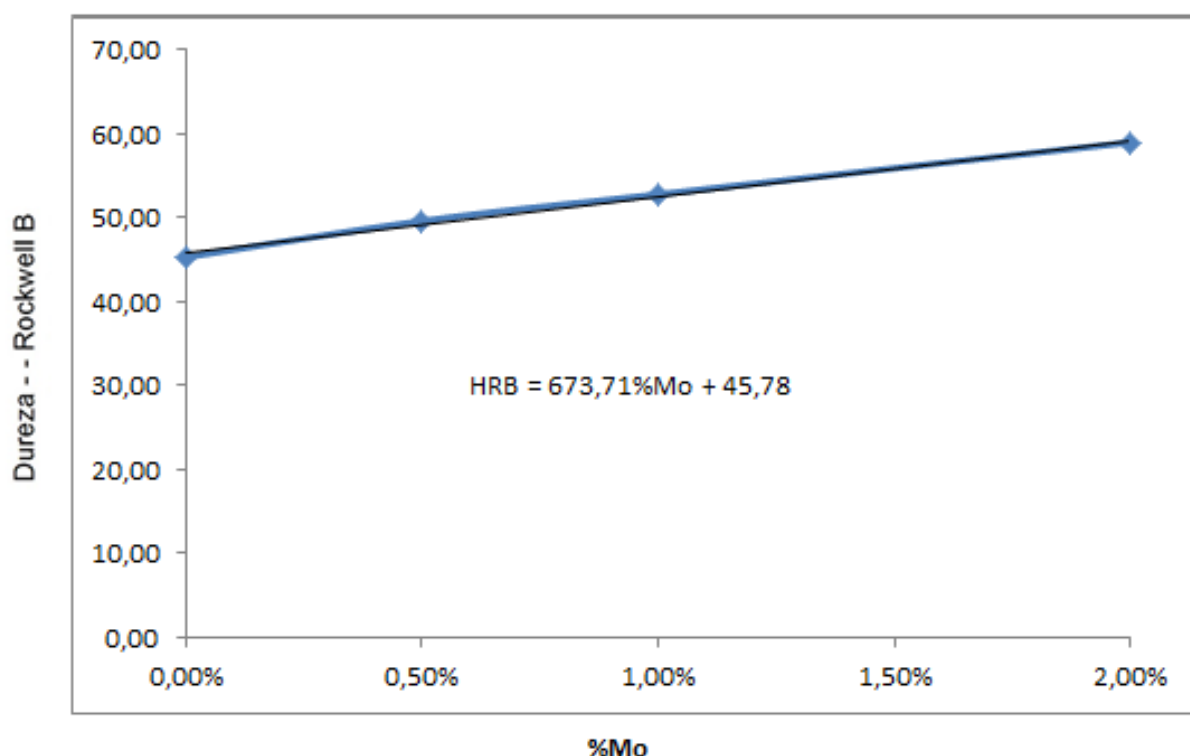
Fonte: A autoria Própria.

Analisando os dados estatísticos percebe-se que em nenhum dos grupos de variáveis estudadas o módulo de elasticidade das ligas foi influenciada pelos valores propostos, entretanto o Limite de Resistência à Tração e a Dureza são diretamente influenciados pelas variáveis. Vale ressaltar que o módulo de elasticidade possui como influência majoritária o tipo de ligação entre os átomos, justificando um

maior valor de módulo de elasticidade (cerca de 10% maior) da liga L3 em relação a liga de base A1. A influência das variáveis na Metalurgia do Pó em suas propriedades mecânicas é objeto de vários estudos como os desenvolvidos por Suryanarayana (2001) e Moon (1999), entretanto existe uma grande dificuldade de relacionar e entender os mecanismos que interferem nas propriedades e os motivos.

Destaca-se nos resultados o teste realizado com o coeficiente angular das médias para a variável elemento de liga. Estatisticamente para 0,05% de significância este teste mostra que as médias do coeficiente angular não variaram, indicando que os percentuais de molibdênio utilizados possuem relação linear e crescente com a dureza. A Figura 74 apresenta o gráfico das médias de dureza contra o percentual de molibdênio e sua respectiva lei de formação (Equação) para o intervalo medido.

Figura 74 - Gráfico de Média das Durezas para a Variável Elemento de Liga – Curva de Tendência e Lei de Formação



Fonte: Autoria própria

Através da lei de formação (equação), é possível extrair que o comportamento da dureza é linear crescente (coeficiente angular positivo) para esse intervalo de Percentual de Molibdênio. A saturação do molibdênio formando solução sólida na Ferrita α não foi definida, podendo ser posteriormente objeto de estudos.

6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos por este trabalho e nas análises realizadas foi possível concluir que:

O grau de impureza encontrado nos pós elementares não apresentou mudança significativa (perceptível) na microestrutura final da liga sinterizada às diversas variáveis estudadas.

A mistura a baixa energia, implicou numa homogeneização macroscópica das partículas dos elementos Fe e Ni em todo volume, no entanto não gerando interação metalúrgica ou mudança de fases entre as partículas durante este processamento.

A simulação das fases obtidas pelo Thermocalc representa uma previsão da microestrutura em condições específicas para o equilíbrio, onde para o processamento das ligas Fe30%Ni, Fe30%Ni0,5%Mo, Fe30%Ni1%Mo, Fe30%Ni2%Mo processadas sistematicamente dentre as variáveis de alta e baixa energia, a microestrutura apresentada é composta por uma fase estável α (ferrita) e uma metaestável γ' (austenita), não sendo visualizada as fases previstas FeNi_3 e Fe_2Mo .

A interface entre as partículas de ferro e níquel na liga A1 (Fe30%Ni – baixa energia) sinterizada a 1100°C apresentou elevada difusão do níquel no ferro o que contribuiu para a diminuição significativa dos poros em comparação com o corpo de prova a verde.

Os pós processados por moagem de alta energia apresentaram mudança de fase, no entanto a sinterização eleva todas as microestruturas à zona de austenitização prevista no diagrama de equilíbrio transformando, posteriormente ao resfriamento, a estrutura em fases $\gamma' + \alpha$.

A variável tempo de moagem para o processamento a alta energia (ligas B1, C1 e D1) apresentou influência confirmada estatisticamente nas propriedades de dureza e LRT porém não foi possível obter um comportamento previsível das propriedades para essa variável uma vez que C1 (2h) obteve maiores valores que B1(1h), mas D1 (4h) obteve menores valores de propriedade que C1 (2h).

A variável velocidade de rotação para o processamento a alta energia (ligas C1, F1 e G1) apresentou influência confirmada estatisticamente nas propriedades de dureza e LRT porém não foi possível obter um comportamento previsível das propriedades para essa variável uma vez que C1 (200rpm) obteve maiores valores que F1 (400rpm), mas G1 resultou em corpo de prova que sequer proporcionou medição das propriedades. A velocidade rotação aumenta consideravelmente a formação de óxido quando processamento é feito sem atmosfera controlada.

A variável elemento de liga para o processamento a alta energia (ligas H1, H2 e H3) apresentou influência confirmada estatisticamente nas propriedades de dureza e LRT com comportamento previsível e confirmado estatisticamente para a dureza. Entre as ligas estudadas com inclusão de molibdênio (0 - 2% Mo) é possível afirmar que há uma relação linear crescente entre essa variável e sua propriedade de dureza.

Relacionado os processamentos usados neste trabalho (alta e baixa energia), além da diminuição dos poros pela redução do tamanho médio das partículas, a moagem por alta energia proporcionou um menor tamanho de grão nos corpos de provas sinterizados contribuindo para um aumento da propriedade mecânica de dureza e limite de resistência a tração.

A porosidade medida para a variável elemento de liga (% poros de 16,91% para H3) apresentou nível similar a liga C1 (% poros de 16,33%) entretanto a dureza média apresentada por H3 (59 HRB) foi superior ao apresentado pela liga C1 (54 HRB), indicando que o aumento de dureza se deu pelo aumento da propriedade medida nas fases, seja por precipitação do molibdênio ou por endurecimento da fase α por solução sólida substitucional do molibdênio.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudo da influência das variáveis do processo de MP nas propriedades mecânicas, processadas com atmosfera controlada.
- Estudo da influência do ligante na porosidade das ligas Fe-Ni sinterizadas.
- Análise da resistência ao desgaste de ligas Fe-Ni.
- Estudo da influência da porosidade como concentrador de tensão em ligas Fe-Ni.
- Estudo da corrosão naftênica em ligas Fe-Ni processadas por metalurgia do pó.
- Estudo da influência da razão massa pó/massa bola em ligas Fe-Ni processadas por MP em alta energia.

REFERÊNCIAS

- ALVES, Victor Hugo Cavalcante. **EFEITO DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO NA LIGA Fe-30Ni OBTIDA POR METALURGIA DO PÓ**. 2013. 43 f. TCC (Graduação) - Curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia, Departamento de Departamento de Ciências Exatas e Naturais, Universidade Federal Rural do Semi-árido, Mossoró, 2013.
- ANDRADE, Thiago Fontoura de. **Precipitação de fase Laves no Aço Inoxidável Superferrítico 28%Cr-4%Ni-2%Mo-Nb**. 2006. 85 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006
- ASM Handbook Vol 3 – **Binary Alloy Phase Diagrams**, ASM International, 1990.
- ASM Internacional. Metals Handbook - **Powder Metal Technologies and Applications**. Materials Park, Ohio : ASM Internacional, v. 7, 1990.
- AMERICAM SOCIETY FO TESTING AND MATERIALS – **Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials**. E18-14, USA, 1990.
- AMERICAM SOCIETY FO TESTING AND MATERIALS – **Standard test Methods for microhardness of materials**. E384-89, USA, 2002.
- BOICKO, Alysson Luís. **ESTUDO DA UNIÃO DE COMPONENTES DE LIGAS FERROSAS POR SINTERIZAÇÃO**. 2011. 63 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011
- BRISCOE, Brain J. e ÖZKAN, Necati, 1997. **Compaction behavior of agglomerated iron powders**. Powder Technology, vol. 90, pp. 195–203.
- BRITO, F. Iran Gomes de; MEDEIROS, Catarine F.; LOURENÇO, Jorge Magner. Um estudo teórico sobre a Sinterização na Metalurgia do Pó. **Holos**, Rio Grande do Norte, v. 3, n. , p.01-08, 01 mar. 2007.
- BUBANI, F. D. C. et al. Efeitos da adição de níquel em ligas ferro-cromo. Parte I: Propriedades mecânicas. Rem: Revista Escola de Minas, v. 60, n. 1, p. 149-154, 2007. ISSN 0370-4467.

CALADO, Welbert Ribeiro. **Envelhecimento dinâmico em um aço resistente ao fogo com substituição parcial do Cu e Cr por P e Si.** 2008. 109 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.

CHIAVEIRINI, Vicente. **Metalurgia do Pó.** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001.

DE BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. **Um Estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó.** HOLOS-ISSN 1807-1600, v. 3, p. 204-211, 2008. ISSN 1807-1600.

FURUKIMI, O.; YANO, K.; TAKAJO, S. **New composite-type alloyed 2%Ni-1%Mo steel powder for ultrahigh-strength sintered components.** Advances in P/M and particle materials, p. 59-67, 1995.

GALIOTTO, Alexandre. **Estudo da Sinterabilidade de Materiais Ferrosos Contendo Elevados Teores de Sulfeto como aditivos.** 2005. 88 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005

GALIOTTO, Alexandre. **Estudo da Sinterabilidade de Materiais Ferrosos Contendo Elevados Teores de Sulfeto como aditivos.** 2005. 88 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2005

GALLAS, Márcia Russman. **Efeito das Altas Pressões, Temperatura e Bombardeamento Iônico em Ligas INVAR FeNi.** 1992. 137 f. Tese (Doutor) - Departamento de Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1992. Disponível em: <http://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/29706/000055679.pdf?sequence=1>. Acesso em: 12 mar. 2012.

GAŠIOR, W.; MOSER, Z.; DEBSKI, A. Heat of formation of FeNi₇₀, FeNi_{73.5} and FeNi₈₀ ordered alloys from the homogenous region of the FeNi₃ phase. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 487, n. 1, p. 132-137, 2009. ISSN 0925-8388.

GATES, J. D., KELLY, P.M., ZHANG, M. –X.. A model of stress induced martensitic in Fe-Ni-C alloy. **Materials Science and Engineering A273–275** (1999) 251–256.

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. **A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental**. 1ª edição São Paulo: Metallum Eventos Técnicos, 2009. 320 p.

MELLERAS, E.; BERNARDINI, P. A.; GUESSER, W. L. **Coletores de Escape em Nodular SiMo**. Congresso SAE BRASIL, 2003.

GUIMARÃES, Rodrigo Freitas. **EFEITO DO TEOR DE MOLIBDÊNIO NA MICROESTRUTURA DE JUNTAS SOLDADAS EM LIGAS Fe-Cr-Mo**. 2011. 204 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais, Departamento de Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2011.

HECKEL, R. W., 1961. **An analysis of powder compaction phenomena**. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 221, Outubro, pp. 1001–1008.

HELLE, A. S., EASTERLING, K. E. e ASHBY, M. F., 1985. **Hot–isostatic pressing diagrams: new developments**. Acta Matallurgica, vol. 33, n. 12, pp. 2163–2174.

HONEYCOMBE, R. 29th HATFIELD MEMORIAL LECTURE: Ferrite. **Metal Science**, v. 14, n. 6, p. 201-214, 1980. ISSN 0306-3453.

HUALLPA, Edgar Apaza. **Caracterização da transformação martensítica em temperaturas criogênicas**. 2011. 110 f. Tese (Doutorado) - Curso de Mestrado em Engenharia, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

HWANG, S.J., “The effect of microstructure and dispersoids on the mechanical properties of NiAl produced by mechanical alloying”, **Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials**, v. 7, pp. 01-06, 2000.

JESUS FILHO, Edson Souza de. **Processamento, Usinagem e Desgaste de Ligas Sinterizadas para aplicações automotivas**. 2006. 162 f. Tese (Doutor) - Curso de

Doutorado em Ciências, Departamento de Tecnologia Nuclear e Materiais, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares- IPEN, São Paulo, 2006.

KAKESHITA, T. et al. Time-dependent Nature of displacive transformation in Fe-Ni and Fe-Ni-Mn Alloys under magnetic field and hydrostatic pressure. **Materials Science And Engineering**, Osaka-jpn, v. 312, n. , p.219-226, 25 abr. 2000.

KAWATA, H. & Fujitsuka, H. Development of Co- and Pb-free Exhaust Valve Seat Insert Material. **Hitachi Powdered Metals Technical Report**, vol.2, 2003. p.18-24.

KOZELKOVA, I. et al. Kinetics of Austenite to Martensite transformations in Iron-Nickel-Carbon Alloys during their cooling or tensile testing. **Journal de Physique Iv**, Paris, v. 5, n. , p.323-328, 01 dez. 2005.

LIN, C., HONG, S., LEE, P., "Formation of NiAl-Al₂O₃ intermetallic matrix composite powder by mechanical alloying technique", **Intermetallics**, v. 8, n. 9-11, pp. 1043-1048, Setembro 2000.

LOURENÇO, Jorge Magner. **Evolução microestrutural de ferro puro e ligas ferrosas sinterizadas por plasma**. 2004. 110 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Santa Catarina, 2004.

M. TRUDEL, Y. **Enhancing the properties of pre-alloyed PM materials**. *Met. Powder Rep.*, v.41, n 2, p. 36-41, 1992.

MAGNÉE, A.; DRAPIER, J.M.; DUMONT, J.; COUTSOURADIS, D.; HABRAKEN, L. **Nickel containing high-strength steels**. Bruxelles - Belgique: Centre D'information du Cobalt, 1974. 128 p.

MANUEL, João Baptista. **Efeito da Moagem de Alta energia na microestrutura e nas propriedades magnéticas do compósito WC-10%p.Co**. 2008. 82 f. Tese (Doutorado) - Curso de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008

Metals Handbook, **American Standard Mechanical Engineering**, volume 6, 9ª Ed., 1994.

MOON, J. R. Sintering of metal powders. **Powder Metall.** Inter., v.3, n.3, p. 147-152, 1999.

MORO, Norberto; AURAS, André Paegle. Processos de Fabricação: Metalurgia do Pó e o futuro da Indústria. **Revista Tecnológica do Instituto Federal de Santa Catarina**, Florianópolis, p.01-28, 01 set. 2007.

MOURISCO, Aroldo José. **PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ DE ALUMÍNIO 1100 COM PARTÍCULAS DE SiC POR METALURGIA DO PÓ.** 1995. 101 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Tecnologia Nuclear - Materiais, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2005.

NUNES, Raul Almeida. Metalurgia do Pó. In: NUNES, Raul Almeida. **Conformação de Materiais.** 1ª edição Rio de Janeiro-RJ: Det, 2003. Cap. 3, p. 60-70.

ÖZKAN, Necati; BRISCOE, Brian J. Characterization of die–pressed green compacts. **Journal of the European Ceramic Society**, vol. 17, pp. 697–711, 1996.

PALMEIRA, M. A. A. et al. UMA PROPOSIÇÃO METODOLÓGICA PARA A AVALIAÇÃO DA COMPACTAÇÃO DE PÓS. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 71-74, 2007. ISSN 0370-446.

PINTO, Gislaine Bezerra. **Análise do Efeito do tempo de moagem de alta energia no tamanho de cristalito e microdeformação da rede cristalina do WC-Co.** 2008. 82 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2008

RAMAKRISHNAN, P. History of Powder Metallurgy. **Indian Journal Of History Of Sciences**, Bombay, v. 18, n. 1, p.109-114, 19 jan. 1980.

RIOS, P. R.; GUIMARÃES, J. R. C. Formal analysis of isothermal martensite spread. **Materials Research**, v. 11, n. 1, p. 103-108, 2008. ISSN 1516-1439.

SALGADO, Lucio. **PROCESSAMENTO DA LIGA FERRO-NÍQUEL-COBRE-MOLIBDÊNIO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA.** 2002. 106 f. Tese (Doutorado) - Curso de Tecnologia Nuclear - Aplicações, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2002.

SANTOS, Cláudia Nazaré Dos. **ASPECTOS CRISTALOGRAFÍCOS DA TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA DE UMA LIGA Fe-27%Ni**. 2008. 120 f. Tese (Doutor) - Ime, Rio de Janeiro, 2008. Disponível em: <http://www.ime.eb.br/arquivos/teses/se4/cm/Claudia_Nazare_dos_Santos.pdf>. Acesso em: 12 mar. 2012.

SARITAS, S.; DOHERTY, R. D.; LAWLEY, A. Effect of Porosity on the Hardenability of P/M Steels. **International Journal of Powder Metallurgy**, v. 38, n. 1, p. 31-40, 2002. ISSN 0888-7462.

SCHAERER, Magna Maria Monteiro. **ANÁLISE NUMÉRICA DO COMPORTAMENTO DE DENSIFICAÇÃO DE PÓS METÁLICOS RESULTANTE DO PROCESSO DE COMPACTAÇÃO UNIAXIAL**. 2006. 89 f. Tese (Doutor) - Curso de Engenharia Mecânica, Departamento de Coppe, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.

STRAFFELINI, G ; MOLINARI, A.; DANNINGER, H. **Impact notch toughness of high-strength porous steels**, Mat. Sci. and Eng. A, v. 272, p.300-309, 1999.

SURYANARAYANA, C., "Mechanical alloying and milling", **Progress in Materials Science**, v. 46, pp. 01-184, 2001.

THUMMLER, F.; THOMMA .W. The sintering process, **Metall. Rev.**, v. 12, n.1 15, p.69-102, 1993.

TSUTSUI, Tadayuki. **Technical Trends in the development of structural Materials and Outlook for the Future**. Disponível em: <www.hitachi-pm.co.jp/tec/tec2008_e_03.pdf>. Acesso em: 22 fev. 2012.

VERMA, N.; UPADHYAYA, A. Effect of Phosphorus addition Effect of Phosphorus addition as sintering activator activator in Sinter in Sinter in Sinter-Hardened alloy Hardened alloy Hardened alloy steels. **JUMR**, p. 53, 2006.

YANG, C.-W.; WILLIAMS, D.; GOLDSTEIN, J. A revision of the Fe-Ni phase diagram at low temperatures (< 400 C). **Journal of phase equilibria**, v. 17, n. 6, p. 522-531, 1996. ISSN 1054-9714.

ZHOU, X.-M.; WEI, X.-W. Single crystalline FeNi₃ dendrites: large scale synthesis, formation mechanism, and magnetic properties. **Crystal Growth and Design**, v. 9, n. 1, p. 7-12, 2008. ISSN 1528-7483.

APENDICE A – ARQUIVOS CIFI DAS FASES UTILIZADAS NO TRABALHO

FeNi CCC Ferrite

#(C) 2013 by Fachinformationszentrum Karlsruhe. All rights reserved.

data_103562-ICSD

_database_code_ICSD 103562

_audit_creation_date 2004-10-01

_chemical_name_systematic 'Iron nickel (0.95/0.05)'

_chemical_formula_structural '(Fe0.95 Ni0.05)'

_chemical_formula_sum 'Fe0.95 Ni0.05'

_chemical_name_structure_type W

_exptl_crystal_density_diffn 7.88

_publ_section_title

;

The lattice spacings of solid solutions of titanium, vanadium, chromium, manganese, cobalt, and nickel in alpha-form

;

loop_

_citation_id

_citation_journal_full

_citation_year

_citation_journal_volume

_citation_page_first

_citation_page_last

_citation_journal_id_ASTM

primary 'Philosophical Magazine, Serie 8(1956-)' 1955 46 1295 1309 PHMA83

loop_

_publ_author_name

'Sutton, A.L.'

'Hume-Rothery, W.'

_cell_length_a 2.8685(2)

_cell_length_b 2.8685

_cell_length_c 2.8685

_cell_angle_alpha 90.

_cell_angle_beta 90.

_cell_angle_gamma 90.

_cell_volume 23.6

_cell_formula_units_Z 2

_symmetry_space_group_name_H-M 'I m -3 m'

_symmetry_Int_Tables_number 229

loop_

_symmetry_equiv_pos_site_id

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

loop_

_atom_type_symbol

_atom_type_oxidation_number

Fe0+ 0

Ni0+ 0

loop_

_atom_site_label

_atom_site_type_symbol

_atom_site_symmetry_multiplicity

_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Fe1 Fe0+ 2 a 0 0 0 . 0.95 0
Ni1 Ni0+ 2 a 0 0 0 . 0.05 0
#End of TTdata_103562-ICSD

FeNi CCC Martensite

#(C) 2014 by Fachinformationszentrum Karlsruhe. All rights reserved.

data_103560-ICSD

_database_code_ICSD 103560

_audit_creation_date 2004-10-01

_chemical_name_systematic 'Iron nickel (0.7/0.3)'

_chemical_formula_structural '(Fe0.7 Ni0.3)'

_chemical_formula_sum 'Fe0.7 Ni0.3'

_chemical_name_structure_type W

_exptl_crystal_density_diffn 8.

_publ_section_title

Comparative X-ray diffraction and electron microscopic study of the transformation-induced substructures in the iron-nickel martensites and their influence on the martensite properties

loop_

_citation_id

_citation_journal_full

_citation_year

_citation_journal_volume

_citation_page_first

_citation_page_last

_citation_journal_id_ASTM

primary 'Journal of Applied Physics' 1972 43 778 788 JAPIAU

loop_

_publ_author_name

'Chaudhuri, D.K.'

'Ravindran, P.A.'

'Wert, J.J.'

_cell_length_a 2.865

_cell_length_b 2.865

_cell_length_c 2.865

_cell_angle_alpha 90.

_cell_angle_beta 90.

_cell_angle_gamma 90.

_cell_volume 23.52

_cell_formula_units_Z 2

_symmetry_space_group_name_H-M 'I m -3 m'

_symmetry_Int_Tables_number 229

loop_

_symmetry_equiv_pos_site_id

_symmetry_equiv_pos_as_xyz

```
loop_  
_atom_type_symbol  
_atom_type_oxidation_number  
Fe0+ 0  
Ni0+ 0  
loop_  
_atom_site_label  
_atom_site_type_symbol  
_atom_site_symmetry_multiplicity  
_atom_site_Wyckoff_symbol  
_atom_site_fract_x  
_atom_site_fract_y  
_atom_site_fract_z  
_atom_site_B_iso_or_equiv  
_atom_site_occupancy  
_atom_site_attached_hydrogens  
Fe1 Fe0+ 2 a 0 0 0 . 0.71 0  
Ni1 Ni0+ 2 a 0 0 0 . 0.29 0  
#End of TTdata_103560-ICSD
```

FeNi CFC Austenite

#(C) 2013 by Fachinformationszentrum Karlsruhe. All rights reserved.

```
data_103556-ICSD  
_database_code_ICSD 103556  
_audit_creation_date 2004-10-01  
_audit_update_record 2011-08-01
```

_chemical_name_systematic 'Iron nickel (1/1)'

_chemical_formula_structural 'Fe Ni'

_chemical_formula_sum 'Fe1 Ni1'

_chemical_name_structure_type Cu

_exptl_crystal_density_diffn 8.33

_publ_section_title

;

X-ray spectroscopic study of some alloys in relation with deviations from the additivity rule

;

loop_

_citation_id

_citation_journal_full

_citation_year

_citation_journal_volume

_citation_page_first

_citation_page_last

_citation_journal_id_ASTM

primary 'Metallofizika (Akad. Nauk Ukraiskoi SSR, Inst. Metallofiziki)' 1972 41

73 77 MFIZAC

loop_

_publ_author_name

'Dobrovol'skii, V.D.'

'Karal'nuk, S.M.'

'Koval', A.V.'

_cell_length_a 3.575

_cell_length_b 3.575
_cell_length_c 3.575
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 45.69
_cell_formula_units_Z 2
_symmetry_space_group_name_H-M 'F m -3 m'
_symmetry_Int_Tables_number 225
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Fe0+ 0
Ni0+ 0
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy

_atom_site_attached_hydrogens

Fe1 Fe0+ 4 a 0 0 0 . 0.5 0

Ni1 Ni0+ 4 a 0 0 0 . 0.5 0

#End of TTdata_103556-ICSD

FeNi3 CFC

#(C) 2013 by Fachinformationszentrum Karlsruhe. All rights reserved.

data_103558-ICSD

_database_code_ICSD 103558

_audit_creation_date 2004-10-01

_chemical_name_systematic 'Iron nickel (1/3) - HT'

_chemical_formula_structural '(Fe Ni3)'

_chemical_formula_sum 'Fe1 Ni3'

_chemical_name_structure_type Cu

_exptl_crystal_density_diffn 8.57

_publ_section_title 'The order-disorder transformation in Fe Ni3'

loop_

_citation_id

_citation_journal_full

_citation_year

_citation_journal_volume

_citation_page_first

_citation_page_last

_citation_journal_id_ASTM

primary 'Physica Status Solidi' 1970 41 81 84 PHSSAK

loop_

_publ_author_name
'Lutts, A.'
'Gielen, P.M.'
_cell_length_a 3.5556
_cell_length_b 3.5556
_cell_length_c 3.5556
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 44.95
_cell_formula_units_Z 1
_symmetry_space_group_name_H-M 'F m -3 m'
_symmetry_Int_Tables_number 225
loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Fe0+ 0
Ni0+ 0
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x

_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Fe1 Fe0+ 4 a 0 0 0 . 0.25 0
Ni1 Ni0+ 4 a 0 0 0 . 0.75 0
#End of TTdata_103558-ICSD

Fase Fe2Mo

#(C) 2014 by Fachinformationszentrum Karlsruhe. All rights reserved.

data_423189-ICSD

_database_code_ICSD 423189
_audit_creation_date 2012-02-01
_chemical_name_systematic 'Iron molybdenum (2/1)'
_chemical_formula_structural 'Fe2 Mo'
_chemical_formula_sum 'Fe2 Mo1'
_chemical_name_structure_type MgZn2
_exptl_crystal_density_diffn 9.47
_cell_measurement_temperature 0.
_cell_measurement_pressure 0.
_publ_section_title

Assessment of a low-cost protocol for an ab initio based prediction of the
mixing enthalpy at elevated temperatures: the Fe-Mo system

;

loop_

_citation_id

_citation_journal_full

_citation_year

_citation_journal_volume

_citation_page_first

_citation_page_last

_citation_journal_id_ASTM

primary 'Physical Review, Serie 3. B - Condensed Matter (18,1978-)' 2011 83

184201-1 184201-7 PRBMDO

loop_

_publ_author_name

'Lejaeghere, K.'

'Cottenier, S.'

'Claessens, S.'

'Waroquier, M.'

'Van Speybroeck, V.'

_cell_length_a 4.6594

_cell_length_b 4.6594

_cell_length_c 7.7433

_cell_angle_alpha 90.

_cell_angle_beta 90.

_cell_angle_gamma 120.

_cell_volume 145.59

_cell_formula_units_Z 4

_symmetry_space_group_name_H-M 'P 63/m m c'

_symmetry_Int_Tables_number 194

```

loop_
_symmetry_equiv_pos_site_id
_symmetry_equiv_pos_as_xyz
loop_
_atom_type_symbol
_atom_type_oxidation_number
Mo0+ 0
Fe0+ 0
loop_
_atom_site_label
_atom_site_type_symbol
_atom_site_symmetry_multiplicity
_atom_site_Wyckoff_symbol
_atom_site_fract_x
_atom_site_fract_y
_atom_site_fract_z
_atom_site_B_iso_or_equiv
_atom_site_occupancy
_atom_site_attached_hydrogens
Mo1 Mo0+ 4 f 0.33333 0.66667 0.56934 . 1. 0
Fe1 Fe0+ 2 a 0. 0. 0.5 . 1. 0
Fe2 Fe0+ 6 h 0.17084 0.34169 0.25 . 1. 0
#End of TTdata_423189-ICSD

```

APÊNDICE B – ARQUIVOS PDF DAS FASES UTILIZADAS NO TRABALHO

Fe-Alpha.pdf

06-0696	Wavelength= 1.5405				*
Fe	d(Å)	Int	h	k	l
Iron	2.0268	100	1	1	0
	1.4332	20	2	0	0
	1.1702	30	2	1	1
Iron, syn	1.0134	10	2	2	0
Rad.: CuKα1	λ: 1.5405	Filter: Ni	Beta	d-sp:	
Cut off:	Int.: Diffract.	I/Icor.:			
	.9064	12	3	1	0
	.8275	6	2	2	2
Ref: Swanson et al., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, IV, 3 (1955)					
<hr/>					
Sys.: Cubic	S.G.: Im3m (229)				
a: 2.8664	b:	c:	A:	C:	
α:	β:	γ:	Z: 2	mp:	
Ref: Ibid.					
<hr/>					
Dx: 7.875	Dm:	SS/FOM: F_g = 225(.0044 , 6)			
<hr/>					
<p>Color: Gray, light gray metallic Pattern taken at 25 C. CAS #: 7439-89-6. The iron used was an exceptionally pure rolled sheet prepared at the NBS, Gaithersburg, MD, USA., [Moore, G., J. Met., 5 1443 (1953)]. It was annealed in an H₂ atmosphere for 3 days at 1100 C and slowly cooled in a He atmosphere. Total impurities of sample <0.0013% each metals and non-metals. γ-Fe (fcc)=(1390 C) δ-Fe (bcc). Opaque mineral optical data on specimen from Meteorite: RR2Re= 57.7, Disp.=16, VHN=158 (mean at 100, 200, 300), Color values=.311, .316, 57.9. Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF. W type. Iron group, iron subgroup. Also called: ferrite, PSC: c12. See ICSD 64795 (PDF 85-1410). Mwt: 55.85. Volume[CD]: 23.55.</p>					



© 2000 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
 PCPDFWIN v. 2.1

