

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais-PPGEM

Obtenção de ligas ferro-níquel através da metalurgia do pó e pelo processo de moldagem de pós  
por injeção para aplicações magnéticas

Rodrigo Lupinacci Villanova

Dissertação para obtenção do título de Mestre  
em Engenharia

Porto Alegre  
1998

ESCOLA DE ENGENHARIA  
BIBLIOTECA

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO E DO DESPORTO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais-PPGEM

Obtenção de ligas ferro-níquel através da metalurgia do pó e moldagem de pós por injeção para aplicações magnéticas

Rodrigo Lupinacci Villanova  
Engenheiro Metalúrgico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais - PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia

Área de Concentração: Metalurgia de Transformação

Porto Alegre  
1998

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração Metalurgia de Transformação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Lírio Schaeffer

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Aly Ferreira Flores Filho

Prof. Dr. Paulo Wendhausen

Prof. Dr. Telmo Strohaecker

Prof. Dr. Luís Frederico Pinheiro Dick  
Coordenador do PPGEM

Esta dissertação é dedicada ao engenheiro da NASA, Ed Murphy, formulador da lei que leva seu nome: “se alguma coisa pode dar errado, dará.”

## AGRADECIMENTOS

Ao professor Lírío Schaffer pela oportunidade oferecida e orientação.

Ao CNPq, à FAPERGS e à EBERLE S/A pelo apoio financeiro.

Ao Laboratório de Máquinas Elétricas, nas pessoas dos professores Aly Flores Filho e Tiaraju Loureiro pelas medições realizadas.

Ao professor Paulo Brenner, pelas análises termogravimétricas.

Ao pessoal do Laboratório de Metalurgia Física, Sandro Griza e Diógenes Pereira, pelo auxílio no Microscópio Eletrônico de Varredura.

Aos colegas de laboratório, em especial os mestrandos Julio Menegotto e Marcelo Rei, pelo grande auxílio prestado e companheirismo neste período.

Ao bolsista de iniciação científica Sílvio Alano, pela grande apoio prestado na realização das análises metalográficas.

Aos meus ex-colegas da graduação, pelas informações e amizade no decorrer da execução deste trabalho.

À minha namorada, Geresa, pelo incentivo, companheirismo e, principalmente, pelo ombro amigo nas horas mais difíceis.

E principalmente aos meus pais, que novamente deram todo o apoio e sustentação logística indispensáveis neste tempo todo.

## Índice

LISTA DE FIGURAS .....	VIII
LISTA DE TABELAS .....	X
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS .....	XI
RESUMO .....	XII
ABSTRACT .....	XIII
1 Introdução .....	1
2 Revisão bibliográfica	
2.2 Aspectos gerais dos processos de metalurgia do pó e moldagem de pós por injeção .....	3
2.2.1 Metalurgia do pó .....	3
2.2.2 Moldagem de pós por injeção .....	4
2.2.2.1 Ligantes .....	5
2.2.2.2 Mistura .....	6
2.2.2.3 Densidade da mistura .....	6
2.2.2.4 Extração do ligante .....	7
2.3 Medidas magnéticas .....	9
2.4 Domínios magnéticos .....	11
2.5 Classificação dos materiais ferromagnéticos .....	12
2.6 Perdas magnéticas .....	13
2.7 Materiais magneticamente macios sinterizados .....	15
2.8 Efeito das características dos materiais nas propriedades magnéticas .....	15
2.8.1 Densidade .....	15
2.8.2 Tipo de pó e impurezas .....	17
2.8.3 Tamanho de partícula .....	17
2.8.4 Resistividade .....	17
2.9 Efeito dos parâmetros de processo nas propriedades magnéticas .....	18
2.10 Materiais magnéticos sinterizados .....	20
2.10.1 Ferro puro .....	20
2.10.2 Ligas Fe-Co .....	20
2.10.3 Ligas Fe-P .....	20
2.10.4 Ligas Fe-Si .....	20
2.10.5 Aços inoxidáveis .....	21
2.10.6 Ligas Fe-Ni .....	21
2.11 Propriedades magnéticas de componentes obtidos por MPI .....	25
2.12 Exemplo de aplicação de material sinterizado .....	26
3 Análise experimental: metalurgia do pó convencional .....	28
3.1 Materiais utilizados .....	28
3.2 Procedimento .....	
3.2.1 Mistura .....	29
3.2.2 Compactação .....	30
3.2.3 Sinterização .....	32
3.2.4 Medidas de resistividade .....	33
3.2.5 Medidas de propriedades magnéticas .....	34
3.2.6 Medidas de densidade e dimensional .....	35
4 Análise experimental: moldagem de pós por injeção .....	36
4.1 Materiais utilizados .....	36
4.2 Equipamento de injeção .....	38
4.3 Preparação da carga e mistura .....	40
4.4 Injeção .....	40

4.5 Extração do ligante .....	40
4.3.4 Sinterização .....	42
5 Resultados e discussão: metalurgia do pó convencional	
5.1 Corpos de prova prismáticos .....	43
5.1.1 Análise dimensional .....	43
5.1.2 Análise de densidades .....	47
5.1.3 Resistividade .....	49
5.1.4 Metalografias .....	51
5.2 Corpos de prova toroidais .....	52
6 Resultados e discussão: moldagem de pós por injeção	
6.1 Injeção .....	61
6.2 Extração do ligante	
6.2.1 Rota de extração 1 .....	61
6.2.2 Rota de extração 2 .....	62
6.2.3 Rota de extração 3 .....	63
6.2.4 Rota de extração 4 .....	68
6.2.5 Rota de extração 5 .....	68
6.3 Comparativo de densidades .....	69
7 Conclusões .....	70
8 Sugestões para estudos futuros .....	72
9 Referências bibliográficas .....	73
Apêndice A .....	76

## LISTA DE FIGURAS

2.1 - Fluxograma esquemático do processo de metalurgia do pó	3
2.2 - Fluxograma esquemático do processo de moldagem de pós por injeção	5
2.3 - Três situações possíveis na mistura para injeção	7
2.4 - Métodos de extração do sistema de ligantes	8
2.5 - Curva de histerese esquemática	10
2.6 - Representação esquemática dos domínios magnéticos num material policristalino	11
2.7 - Curvas de histerese típicas de materiais magnéticos macios e duros	13
2.8 - Efeito da densidade nas curvas de magnetização para o ferro	16
2.9 - Resistividade em função da densidade	18
2.10 - Porosidade superficial em amostra sinterizada	19
2.11 - Influência do teor de níquel nas propriedades magnéticas	22
2.12 - Influência da temperatura de sinterização nas propriedades magnéticas	22
2.13 - Diagrama de equilíbrio para o sistema Fe-Ni	24
2.14 - Micrografia da liga Fe-50%Ni sinterizada	25
2.15 - Esquema de um motor elétrico com núcleo sinterizado	27
3.1 - Pós de ferro e níquel (MEV)	29
3.2 - Liga Fe-50%Ni, após a mistura	30
3.3 - Desenho esquemático da matriz para corpos de prova de resistividade	30
3.4 - Fotografia da matriz para corpos de prova de resistividade	31
3.5 - Corpo de prova de resistividade compactado	31
3.6 - Desenho esquemático da matriz para corpos de prova toroidais	31
3.7 - Fotografia da matriz para corpos de prova toroidais	32
3.8 - Corpo de prova toroidal compactado	32
3.9 - Ciclo de sinterização	33
3.10 - Forno de sinterização - esquemático	33
3.11 - Medida de resistividade pelo método dos quatro terminais	34
3.12 - Medida de propriedades magnéticas - esquemático	34
4.1 - Procedimento experimental	36
4.2 - Pó de ferro (MEV)	37
4.3 - Pó de níquel (MEV)	38
4.4 - Esquema da injetora de baixa pressão	39
4.5 - Fotografia da injetora	39
4.6 - Ciclo de extração térmica com patamares	41
4.7 - Ciclo de extração térmica contínuo	42
4.8 - Equipamento para extração térmica	42
5.1 - Dimensões dos corpos de prova prismáticos	43
5.2 - Variação percentual do comprimento devido à sinterização	44
5.3 - Variação percentual da largura devido à sinterização	45
5.4 - Curvas de compressibilidade	48
5.4 - Densidades após a sinterização para os três grupos de CP's	48
5.6 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a 1100°C	49
5.7 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a 1200°C	50
5.8 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a 1300°C	50
5.9 - Gráfico comparativo das resistividades	50
5.10 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1100°C. Sem ataque	51
5.11 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1200°C. Sem ataque	52
5.12 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1300°C. Sem ataque	52
5.13 - Coercitividade em função da densidade dos corpos de prova	54
5.14 - Indução máxima em função da densidade dos corpos de prova	54
5.15 - Permeabilidade em função da densidade dos corpos de prova	55
5.16 - Perdas por histerese em função da densidade dos corpos de prova	55



5.17 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.1	58
5.18 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.2	58
5.19 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.3	58
5.20 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.4	59
5.21 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.1	59
5.22 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.2	59
5.22 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.3	60
5.24 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.4	60
6.1 - Corpo de prova distorcido - rota de extração 1	62
6.2 - Corpo de prova distorcido - rota de extração 2	63
6.3 - Corpos de prova verde, marrom e após a extração	66
6.4 - Densificação percentual em função da duração do patamar do ciclo de extração	66
6.5 - Micrografia após a sinterização. Sem ataque. 50X	67
6.6 - Micrografia após a sinterização. Sem ataque. 100X	67
6.7 - Micrografia após a sinterização. Com ataque. 1000X	67

## LISTA DE TABELAS

2.1 - Propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni .....	21
2.2 - Quadro comparativo das propriedades magnéticas das diversas ligas .....	25
2.3 - Propriedades magnéticas de ligas obtidas por MPI .....	26
3.1 - Caracterização do pó de ferro .....	28
3.2 - Dados do lubrificante .....	28
3.3 - Caracterização do pó de níquel .....	29
4.1 - Propriedades do pó de ferro (MPI) .....	36
4.2 - Propriedades do pó de níquel (MPI) .....	37
4.3 - Ligantes utilizados .....	37
4.4 - Composição da carga .....	40
5.1 - Identificação dos corpos de prova prismáticos .....	43
5.2 - Dimensões dos corpos de prova antes e depois da sinterização .....	44
5.3 - Variação dimensional percentual dos corpos de prova prismáticos .....	44
5.4 - Tolerâncias típicas de peças sinterizadas .....	46
5.5 - Massas e densidades dos CP's, antes e depois da sinterização .....	47
5.6 - Valores de resistência e resistividade .....	49
5.7 - Identificação dos corpos de prova toroidais .....	53
5.8 - Propriedades magnéticas.....	53
6.1 - Medidas antes e depois da sinterização pela rota 2 .....	62
6.2 - Medidas dos corpos de prova antes, após a extração e após a sinterização .....	63
6.3 - Perda de massa percentual .....	64
6.4 - Contração percentual .....	64
6.5 - Densificação .....	64
6.6 - Medidas dos corpos de prova, rota de extração 4 .....	68
A.1 - Propriedades magnéticas do ferro puro .....	73
A.2 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-cobalto .....	74
A.3 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-silício .....	74
A.4 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-fósforo .....	75
A.5 - Propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis .....	76

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

A/m - ampère/metro

T - Tesla

H - campo magnético (A/m)

B - densidade de fluxo magnético ou indução magnética (T)

M - intensidade de magnetização ou magnetização (T)

$\mu_0$  - permeabilidade magnética do vácuo ( $4\pi \times 10^{-7}$  Henry/metro)

$\mu$  - permeabilidade magnética relativa (adimensional)

$B_m$  - indução máxima (T)

$\mu_m$  - permeabilidade magnética máxima relativa (adimensional)

$B_r$  - remanência ou indução magnética remanente (T)

$H_c$  - força coercitiva ou coercitividade (A/m)

P - perdas magnéticas totais (W/kg)

$P_x$  - perdas devido à histerese (W/kg)

$P_f$  - perdas devido às correntes parasitas (W/kg)

f - frequência do campo magnético aplicado (Hz)

$W_x$  - área do laço de histerese ( $J/m^3$ )

$\gamma$  - densidade do material ( $g/cm^3$  ou  $kg/m^3$ )

$\rho$  - resistividade do material ( $\Omega.m$ )

A - área da seção transversal ( $m^2$ )

l - comprimento (m)

R - resistência elétrica ( $\Omega$ )

k - constante de proporcionalidade

d - espessura (m)

M/P - metalurgia do pó (processo)

MPI - moldagem de pó por injeção (processo)

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi o estudo da obtenção de ligas magneticamente macias de ferro-níquel, pelos processo de metalurgia do pó e moldagem de pós por injeção.

No processo de Metalurgia do pó foi preparada uma liga Fe-Ni com teor de 50% em peso de níquel, a partir dos pós elementares de cada componente. Foi avaliado o efeito de parâmetros do processo (pressão de compactação e temperatura de sinterização) na resistividade e nas propriedades magnéticas dos corpos de prova compactados, além de análises dimensionais, de densidades obtidas e micrografias. Os resultados de resistividade obtidos mostraram-se abaixo dos valores indicados pela literatura, e houve muitas variações dimensionais. Quanto às propriedades magnéticas, a indução máxima e a permeabilidade máxima tiveram valores baixos, enquanto que a coercitividade e as perdas magnéticas apresentaram valores muito altos, se comparados à literatura.

Na etapa de moldagem de pós por injeção foi preparada uma carga de injeção a partir de pós elementares de Fe e Ni (também na proporção 1:1, em peso) e um sistema de ligantes a base de parafina, cera de carnaúba e polietileno de baixa densidade. Foi avaliada basicamente a etapa de extração do ligante, que foi realizada de cinco maneiras distintas. Os valores de densidade das peças sinterizadas foram comparados com aqueles obtidos pela metalurgia do pó convencional. Os resultados mostraram que as densidades obtidas ficaram muito aquém do esperado e, com a carga preparada, apenas uma das rotas de extração utilizadas mostrou-se satisfatória.

As principais conclusões obtidas neste trabalho mostram que na etapa de Metalurgia do Pó houve muita variação nos valores, evidenciando um processo de mistura e sinterização insatisfatórios, enquanto que na etapa de Moldagem de Pós por Injeção pode-se concluir que a carga preparada apresentou baixo teor de pó, dificultando portanto a etapa de extração dos ligantes e resultando em peças com baixa densidade.

## ABSTRACT

The aim of this work was the study of iron-nickel soft magnetic alloys, obtained via powder metallurgy (P/M) and metal injection moulding (MIM) processes.

In the P/M step, an Fe-Ni alloy with 50% wt% was prepared, from elemental powders of each component. The effect of process parameters, such as compaction pressure and sintering temperature, on resistivity and magnetic properties of the compacted samples were evaluated. Dimensional, densities and micrographical analysis were also performed. The resistivity values were below of those indicated by the literature, and there were large dimensional variation. Compared to the literature, maximum induction and permeability are low, and the coercitivity and magnetic losses are very high.

In the MIM step, a base feedstock was prepared. The powders were Fe and Ni, in the same ratio used in the previous step. The binder system was composed basicaly by paraffin wax, carnauba wax and low density polyethilene. The debinding step was evaluated; it was carried out in five different ways. The sintered densities of the samples were compared with those obtained via conventional powder metallurgy. The results show that the densities are below those obtained in the P/M step, and only one of the debinding routes was suitable for the prepared feedstock.

The main conclusions of this work show that in the P/M step there was large values variation, evidencing unsatisfactory mixture and sintering processes, while in the MIM step it can be concluded that the prepared feedstock had low powder content, making the debinding step hard to carry out, and resulting in low-density parts.

## 1 Introdução

Atualmente, um grande número de componentes magnéticos é produzido para uso industrial e doméstico. Computadores e outros mecanismos eletro-eletrônicos, que contém componentes eletromagnéticos são frequentemente utilizados para monitorar e/ou controlar diversas operações. Na maioria dos casos nos quais algum tipo de movimento mecânico é necessário, o mecanismo utiliza alguma espécie de dispositivo eletromagnético. Exemplos de aplicações industriais incluem, entre outros, motores, geradores, separadores magnéticos e bombas. Na indústria automotiva, tais dispositivos são utilizados basicamente em bombas e injetores de combustível, motores de arranque, vidros elétricos, controle de tração e sistemas de freios anti-blocantes. Além disso, os componentes eletromagnéticos são utilizados em relógios, rádios, sistemas de vídeo e áudio cassete, computadores, instrumentos de medições e muitas outras aplicações. Muitos dos exemplos citados fazem uso de ímãs permanentes ou componentes feitos com materiais magneticamente macios, ou uma combinação de ambos. Frente à vasta aplicação destes componentes, os processos para sua fabricação têm sido muito estudados, sempre visando a obtenção de peças que atendam os requisitos para cada aplicação específica, incluindo propriedades mecânicas, geometria e incerteza de medição e, principalmente, propriedades magnéticas satisfatórias e adequadas em cada caso[1]. Particularmente nos casos em que se lidam com potências extremamente altas, ou extremamente baixas, é que as exigências quanto às propriedades magnéticas se tornam cruciais[2].

Vários destes componentes são obtidos pelos processos de metalurgia do pó (M/P) e moldagem de pós por injeção (MPI). Na metalurgia do pó, a matéria-prima utilizada é constituída de pós, metálicos ou cerâmicos, que são compactados em matrizes, na geometria desejada e depois passam por um tratamento térmico de sinterização. Na sinterização ocorre a ligação final entre as partículas do pó, com conseqüente aumento na densidade da peça. Esta técnica possibilita a obtenção de peças com geometria definitiva ou próxima à definitiva, com tolerâncias estreitas e minimização de operações secundárias de usinagem[2]. A moldagem de pós por injeção diferencia-se da M/P basicamente na etapa de compactação, a qual é feita pela injeção de uma mistura de pós com um sistema de ligantes, constituído em geral de ceras e polímeros. De um modo geral, o processo consiste na mistura dos pós com o ligante, injeção da mistura no molde na forma desejada, extração do ligante da peça e sinterização[3]. As vantagens de se utilizar esta técnica de conformação reside na possibilidade de obtenção de geometrias bastante complexas para pequenas peças, maiores densidades e menores custos para grandes lotes produzidos, devido à redução drástica de operações de usinagem.[4].

Os materiais magnéticos podem ser classificados em duas grandes classes: os ímãs permanentes, ou materiais magneticamente duros, e os ímãs temporários, ou magneticamente macios. Os ímãs permanentes tem alta remanência e alta força coercitiva, isto é, eles retém a magnetização mesmo após a retirada do campo magnético externo. Os materiais magneticamente macios necessitam ter alta intensidade de saturação, alta permeabilidade e baixa força coercitiva. Além disso, para aplicações específicas em corrente alternada, são necessários materiais com alta resistividade, para diminuir as perdas por correntes parasitas[2]. Dentre os materiais magneticamente macios, estão as ligas ferro-níquel, que se destacam pela sua alta

permeabilidade magnética, sendo por isso adequadas para circuitos que operam em altas frequências. Tais ligas são utilizadas pela indústria eletro-eletrônica em transformadores, relés, transdutores eletropneumáticos e blindagens [5].

Este trabalho tem por objetivo o estudo de ligas ferro-níquel processadas por metalurgia do pó e moldagem de pós por injeção. A liga ferro-níquel é a que apresenta a maior permeabilidade magnética dentre as ligas usuais, o que a torna atraente em aplicações de alta frequência e baixa excitação[6,7]. No caso de peças obtidas por M/P , foi avaliada a influência de parâmetros de compactação e sinterização nas propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni, preparada a partir de pós elementares de cada componente. No caso da MPI, foi avaliado basicamente o processo de extração do ligante, a partir de corpos de prova injetados também de uma liga composta de 50% de Fe e 50% de Ni. Os valores de densidade obtidos para estas peças foram comparados com os valores das peças produzidas por M/P, visto que as propriedades magnéticas de materiais macios são fortemente influenciados por esta característica.

## 2 Revisão bibliográfica

Neste capítulo, serão abordados os principais conceitos envolvidos neste trabalho, ou seja: uma breve introdução ao processo de metalurgia do pó, algumas definições importantes relativas ao processo de moldagem de pós por injeção e conceitos relativos à propriedades magnéticas e principais ligas magnéticas, com ênfase no sistema ferro-níquel.

### 2.2 Aspectos gerais dos processos de metalurgia do pó e moldagem de pós por injeção

#### 2.2.1 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (M/P) é um processo de fabricação de componentes que oferece vantagens econômicas na produção de determinados componentes em grande séries de produção, em relação aos processos convencionais de conformação, tais como forjamento, fundição e usinagem[8,9,10,11]. Este processo distingue-se dos demais principalmente pela utilização de pós metálicos e não-metálicos como matérias-primas e ausência ou presença apenas parcial da fase líquida durante o processo de fabricação[11].

Basicamente, o processo consta das seguintes etapas: obtenção do pó, mistura, compactação e sinterização, e pode ser seguido de algumas operações secundárias opcionais, tais como calibração, usinagem, impregnação, tratamentos térmicos e outros. A figura 2.1 mostra o fluxograma esquemático do processo.

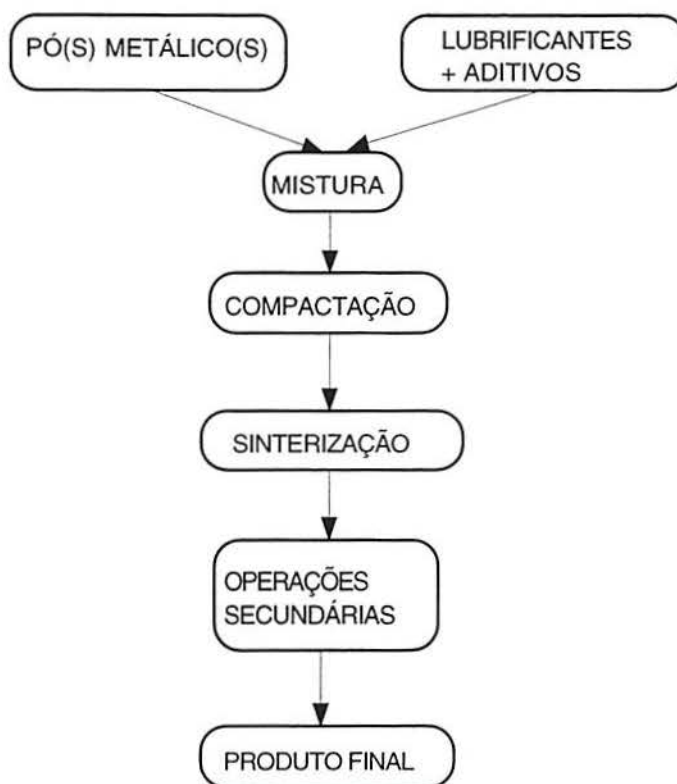


Figura 2.1 -Fluxograma esquemático do processo de metalurgia do pó



Dentre as principais vantagens da M/P, pode-se citar[9,10,11]:

- possibilidade de produção e conformação de metais impossíveis ou muito difíceis de serem obtidos pelos processos metalúrgicos convencionais, como por exemplo: metais refratários (tungstênio, molibdênio, tântalo), metal duro (carbonetos sinterizados de tungstênio, tântalo, titânio e outros) e metais pesados;
- possibilidade de obtenção de porosidade controlada, para aplicações especiais como mancais auto-lubrificantes e filtros metálicos;
- possibilidade de obtenção de materiais compósitos (associações de metais com cerâmicos);
- facilidade de obtenção de ligas, com manutenção das características próprias de cada componente da liga, como por exemplo contatos elétricos tungstênio-prata e tungstênio-cobre;
- possibilidade de obtenção de materiais com baixíssimo grau de impurezas, através da utilização de matérias-primas (pós) muito puras;
- economia de material, pela eliminação de rebarbas ou qualquer excesso de material na forma de rebarbas e pela não produção de cavacos, como ocorre na usinagem de metais.

Como em todos aos casos, a M/P oferece também algumas limitações, que estão relacionadas basicamente ao número de peças produzidas e ao tamanho das mesmas. É necessário que grandes séries de peças sejam produzidas, a fim de amortizar o elevado custo das matrizes e componentes de compactação (punções, extratores) utilizados no processo, principalmente quando as geometrias das peças apresentam formas muito complexas. Outra grande limitação são as dimensões das peças que podem ser produzidas, uma vez que, a medida que as peças aumentam de tamanho, torna-se necessário o emprego de prensas de compactação com capacidade cada vez maior, aumentando muito as dificuldades técnicas e o custo do processo. Esta limitação está sendo superada pela aplicação de técnicas de compactação isostática e compactação a quente e, atualmente, já é possível a produção de componentes com pesos superiores a cinco quilogramas[11].

Os aspectos tecnológicos relacionados à metalurgia do pó - produção de pós, lubrificação, compactação e sinterização, entre outros - são amplamente discutidos na literatura especializada [1,12,13,14,15,16,17].

### **2.2.2 Moldagem de pós por injeção**

A moldagem de pós por injeção (MPI) é um processo relativamente novo, que vem ganhando destaque nos EUA, Europa e Japão[3]. A MPI pode ser definida como uma técnica de conformação de pós que visa proporcionar aos materiais metálicos, cerâmicos ou compósitos a mesma versatilidade de conformação dos materiais termoplásticos. Com isso, possibilita-se a produção de pequenas peças com geometria complexa, com forma definitiva ou muito próxima a definitiva, precisão dimensional, alta densidade, versatilidade de materiais e alta produtividade [3,4,18,19,20].

Basicamente, o processo de moldagem de pós por injeção consta das seguintes etapas: mistura dos pós e ligantes, injeção, extração do ligante e sinterização, e pode ser seguido de

algumas operações secundárias opcionais, tais como tratamentos térmicos, de acordo com cada aplicação específica. A figura 2.2 mostra o fluxograma esquemático do processo.

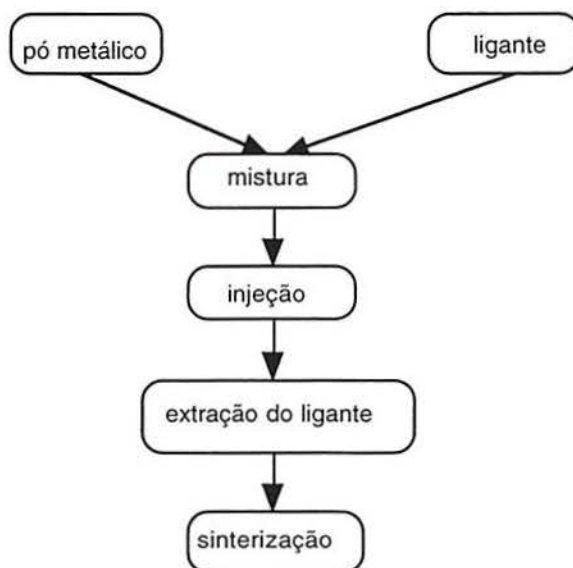


Figura 2.2 - Fluxograma esquemático do processo de moldagem de pós por injeção

### 2.2.2.1 Ligantes

O ligante é um veículo temporário que promove o empacotamento homogêneo das partículas de pó, possibilitando a injeção na cavidade do molde. O ligante é misturado com o pó para a formação de uma carga uniforme a ser injetada, influenciando no empacotamento das partículas, aglomeração, mistura, propriedades reológicas, injeção, extração, precisão dimensional, defeitos e composição química final dos componentes [17].

O sistema de ligantes deve ser projetado de modo a minimizar os defeitos e os tempos de extração. Geralmente, busca-se um sistema composto de vários componentes que sejam somente parcialmente solúveis entre si, permitindo a extração por decomposição progressiva de cada um dos componentes. Isto diminui as tensões internas no componente, retendo a geometria do mesmo com mínimas distorções dimensionais[17].

Os sistemas de ligantes são compostos por pelo menos dois componentes básicos: polímeros e ceras que são somente parcialmente miscíveis entre si e que apresentam diferentes pesos moleculares, temperaturas de fusão, temperaturas de decomposição, taxa de evaporação, de modo que a extração do ligante possa ocorrer de modo progressivo[17].

As ceras têm sido muito utilizadas nas formulações de sistemas de ligantes. Elas incluem parafina, cera de abelha e cera de carnaúba, assim como ceras de polímeros de polietileno ou polipropileno (estas ceras de polímeros têm a cadeia bem mais curta quando comparada ao polímero que lhe deu origem). As ceras tem baixa temperatura de fusão, boa molhabilidade, baixa viscosidade, baixo peso molecular e decompõem-se com menores mudanças volumétricas

que os polímeros. Quando são usadas somente ceras, sem adição de qualquer polímero, a extração torna-se muito difícil, exigindo taxas de aquecimento muito baixas ou o uso da extração assistida por capilaridade (wick-assited debinding). Tipicamente, a cera é misturada a outros polímeros para conferir ao ligante a estrutura multicomponente desejada.

A esta mistura são ainda adicionados outros componentes, com o objetivo de modificar a molhabilidade ao pó, lubrificação da matriz, viscosidade da mistura tensões residuais ou comportamento durante a extração. Dentre os aditivos adicionados, os mais importantes são os estearatos, que agem aumentando a adesão do ligante ao pó, diminuindo a viscosidade e também funcionam como lubrificante da matriz. A literatura contém numerosos exemplos de sistemas de ligantes utilizados atualmente[17].

#### **2.2.2.2 Mistura**

A mistura é a primeira etapa na preparação da carga para a injeção. A qualidade da carga é fundamental, uma vez que deficiências na mistura não podem ser corrigidas nos passos subsequentes do processo[17]. A tendência a separação entre o pó e o ligante é consequência das grandes diferenças de densidade observadas entre eles, e a mistura deve levar em consideração as características do pó (empacotamento, fricção entre partículas), a fração volumétrica de pó e a viscosidade da carga[17].

A obtenção de uma mistura completamente homogênea tem-se mostrado muito difícil, principalmente devido ao pequeno tamanho das partículas utilizadas na MPI. Dois tipos de heterogeneidades podem acontecer: separação pó-ligante e segregação das partículas no ligante, de acordo com a distribuição granulométrica das mesmas. A separação ocorre quando o ligante não consegue aderir às partículas de pó, isto é, a sua molhabilidade não é adequada. Já a segregação pode ocorrer devido à diferenças de tamanho e forma de partícula. A medida que o tamanho de partícula diminui, há um aumento na adesão e fricção interpartículas, diminuindo a segregação, mas aumentando os problemas de aglomeração. Neste caso, misturadores de maior intensidade devem ser utilizados, para garantir uma dispersão uniforme do pó no ligante. O uso de agentes dispersantes e aditivos que melhorem a molhabilidade do ligante são importantes para garantir a boa qualidade da mistura[17].

#### **2.2.2.3 Densidade da mistura**

O projeto do sistema pó-ligante envolve a determinação da fração de pó que é adicionada ao ligante. A figura 2.3 ilustra esquematicamente as três situações possíveis: ligante em excesso, teor crítico e pó em excesso. O excesso de pó aumenta drasticamente a viscosidade da mistura, dificultando ou até mesmo impossibilitando a injeção. Além disso, a medida que o volume de ligante diminui, ocorre a formação de vazios no interior da mistura; estes vazios podem causar trincas na peça durante a extração do ligante. O excesso de ligante, além de ser um desperdício, causará um aumento do tempo de extração e, devido à maior quantidade de ligante, levará a maiores contrações dimensionais durante a sinterização. Durante a moldagem, o

excesso de ligante pode causar a separação pó-ligante, causando heterogeneidades na mistura e problemas de controle dimensional do componente. Portanto, existe uma fração de pó ideal, na qual as partículas estão em contato puntual, sem vazios internos na carga, ou seja, o ligante deve ocupar todos os espaços intersticiais da mistura, mantendo uma viscosidade suficientemente baixa para permitir a injeção.

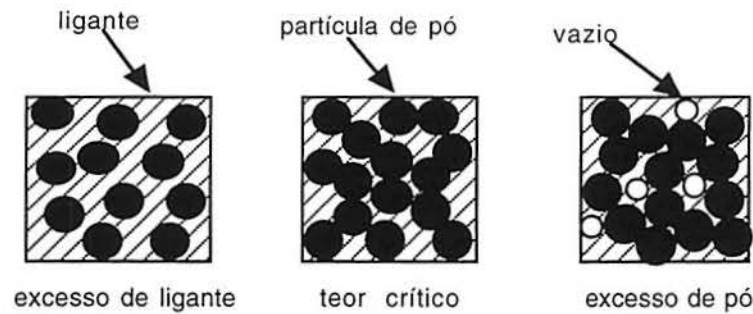


Figura 2.3 -Três situações possíveis na mistura para injeção [17]

A quantidade ideal de pó na carga é chamada de carga crítica de pó, e pode ser determinada através da curva de carregamento para um determinado sistema pó-ligante. Esta curva é obtida pelo cálculo teórico da densidade da mistura e medidas experimentais da mesma. A densidade teórica da mistura pode ser obtida da seguinte equação:

$$\rho_m = \Phi \rho_p + (1 - \Phi) \rho_l \quad (2.1)$$

onde  $\rho_m$  é a densidade da mistura,  $\Phi$  é a fração volumétrica de pó,  $\rho_p$  é a densidade picnométrica do pó e  $\rho_l$  é a densidade teórica do ligante.

#### 2.2.2.4 Extração do ligante

A extração do ligante é uma etapa delicada e complexa do processo de MPI, que objetiva a retirada de todo o sistema de ligantes sem causar defeitos nos componentes injetados e sem comprometer a sua geometria. Inicialmente, o ligante mantém as partículas de pó unidas, e, a medida que vai sendo aquecido, ele funde e não consegue suportar tensões de cisalhamento, como as decorrentes da gravidade, gradientes térmicos ou pressões de vapores internos. Portanto, a retenção da geometria do injetado é conseguida devido a inter-fricção inerente das partículas de pó[17]. O ligante deve ser extraído sem distorcer ou contaminar o componente injetado.

Num sistema multicomponente, inicialmente somente um dos componentes é removido, gerando poros abertos à superfície. Os ligantes restantes auxiliam na retenção da forma da peça, e devido aos poros abertos, são removidos por vaporização sem gerar uma pressão de vapor

interna, que poderia causar distorções de forma e, eventualmente, esfrelamento da peça durante a extração. Além disso, um sistema de ligantes de vários componentes permite um ciclo de extração mais rápido do que um ligante monocomponente[1,17].

Existem basicamente seis técnicas de extração dos ligantes, que podem ser classificadas em duas grandes categorias (térmica ou por solvente) como esquematizado na figura 2.4.



Figura 2.4 -Métodos de extração do sistema de ligantes [17]

A extração puramente térmica permite a retirada do ligante pelo aumento da temperatura, que causa a sua decomposição em produtos voláteis que difundem até a superfície da peça injetada. Neste caso, uma alta taxa de produção de voláteis deve ser evitada, de modo a evitar a formação de defeitos. O projeto adequado do ciclo de extração térmica permite que os componentes sejam removidos sequencialmente. O componente remanescente “prende” as partículas de pó, e uma vez que já existem poros abertos à superfície, a sua retirada é feita com um mínimo de tensões associadas[4]. Este procedimento apresenta algumas desvantagens, principalmente as relacionadas a estabilidade de forma e longos ciclos de extração, que dependem da espessura do componente.

Os ciclos de extração são projetados a partir de dados termogravimétricos dos componentes do sistema de ligantes, e na maioria dos casos envolvem etapas de aquecimento e patamares [21,22], mas podem também ser contínuos, a baixas taxas de aquecimento, sem a utilização de patamares[23].

Na extração capilar (wick-assisted debinding), a peça é colocada em contato com um material poroso, que provoca um fluxo capilar do ligante a medida que a temperatura aumenta e o mesmo torna-se líquido. Comparado com a extração puramente térmica, a extração capilar diminui o tempo total do ciclo e ajuda na retenção da forma, aumentando a estabilidade dimensional[3].

Para diminuir os tempos de extração, pode ser ainda feita uma extração química, por solvente, antes do ciclo de extração térmica. A peça é imersa num solvente que dissolve um ou mais componentes do sistema de ligantes, mas que não ataca pelo menos um deles. O componente remanescente é o responsável pela retenção da forma da peça e é retirado posteriormente por via térmica[4].

### 2.3 Medidas magnéticas

Quando um material ferromagnético é colocado no interior de um campo magnético  $\mathbf{H}$ , gerado por um solenóide, por exemplo, as linhas de campo ficam mais concentradas. Este material parece intensificar o campo magnético original gerado pelo solenóide. Diz-se, então, que o campo original induziu um novo campo magnético, mais intenso, no interior do material. A densidade de campo magnético,  $\mathbf{B}$ , no interior do material é dada por:

$$\mathbf{B} = \mu_0(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad [\text{T}] \quad (2.2)$$

O termo  $\mathbf{M}$  é a intensidade de magnetização ou simplesmente magnetização e, como  $\mathbf{H}$ , tem como unidade SI Ampère/metro (A/m).  $\mathbf{M}$  é definido como o momento magnético por unidade de volume do material.  $\mathbf{H}$  pode existir no espaço livre, ao passo que  $\mathbf{M}$  só existe na matéria[1].

A constante  $\mu_0$  é chamada de permeabilidade magnética do vácuo, e vale  $4\pi \times 10^{-7}$  Henry/metro, em unidades SI. A permeabilidade relativa  $\mu_r$  é a razão  $\mu/\mu_0$ , que é adimensional. A permeabilidade magnética de um material é definida pela razão:

$$\mu = \mathbf{B}/\mathbf{H} \quad (2.3)$$

Estes parâmetros descrevem como o material magnético modifica o campo magnético no interior do solenóide original e podem, de fato, ser usados para caracterizar magneticamente os materiais. Para materiais ferromagnéticos e ferrimagnéticos, o valor de  $\mu_r$  descreve a amplificação de  $\mathbf{H}$  pelo material inserido no solenóide, levando a valores mais elevados de indução magnética  $\mathbf{B}$ . Do mesmo modo que um transistor ou um diodo podem amplificar a corrente elétrica, materiais ferro e ferrimagnéticos podem amplificar a intensidade do campo magnético original aplicado[1].

Uma forma para avaliar a resposta de um material ao campo magnético  $\mathbf{H}$  é através da curva de histerese magnética, determinada a partir da curva de magnetização. A histerese decorre do fato de os fenômenos magnéticos não serem reversíveis, pois com a diminuição do campo  $\mathbf{H}$ ,  $\mathbf{B}$  não diminui de acordo com a curva de magnetização.

Para a geração de uma curva de histerese, duas bobinas independentes são enroladas num corpo de prova com o formato de uma anel, chamado toróide. O enrolamento primário gera

o campo magnético  $H$ , enquanto que o enrolamento secundário é utilizado para medição de  $B$  no interior do material, de acordo com a equação (2.2)[1]. Uma curva de histerese é mostrada esquematicamente na figura 2.5.

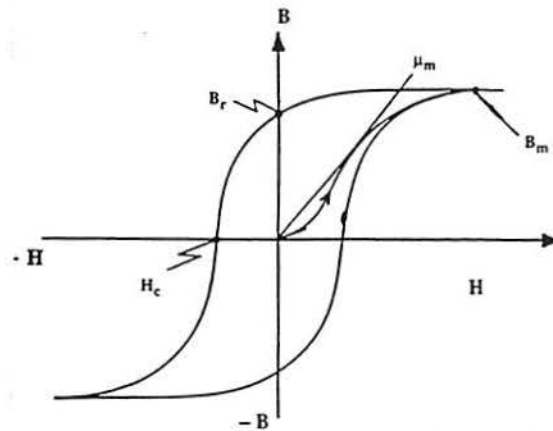


Figura 2.5 - Curva de histerese esquemática [1]

Quando o campo magnético  $H$  é aplicado, o valor da indução magnética  $B$  aumenta rapidamente e depois mais lentamente, até atingir a saturação. Depois que a saturação é atingida e o campo  $H$  é retirado, a curva  $B$  não segue a curva de magnetização original. Quando o campo aplicado anula-se, ainda existe alguma magnetização residual. Para tornar esta magnetização residual nula, é necessário a aplicação de um campo de sentido contrário  $-H$ . Desta maneira, pode-se produzir uma curva simétrica, como indicado na figura.

As curvas de histerese e magnetização são utilizadas para caracterizar os materiais magnéticos, e os seguintes parâmetros podem ser obtidos a partir destas curvas:

- indução máxima  $B_m$ : é o valor máximo de  $B$ , que é atingido na saturação para um determinado material sob o campo aplicado (a partir da curva de magnetização).
- permeabilidade magnética máxima  $\mu_m$ : é a maior permeabilidade que pode ser determinada numa curva de magnetização, obtida pela inclinação da tangente à curva no seu ponto de inflexão (joelho - também a partir da curva de magnetização).
- remanência ou indução remanente  $B_r$ : indução magnética residual após a remoção do campo  $H$  (a partir da curva de histerese).
- força coercitiva ou coercitividade  $H_c$ : campo necessário para remover a remanência (a partir da curva de histerese).

## 2.4 Domínios magnéticos

Para facilitar o entendimento das propriedades dos materiais ferromagnéticos, é possível utilizar os conceitos introduzidos pelo cientista francês Pierre Weiss, da sua “teoria dos campos moleculares”, que podem ser assim resumidos[1]:

- (a) materiais ferromagnéticos são “espontaneamente magnetizados” ou “auto-saturados” mesmo na ausência de um campo magnético externo, e
- (b) estes materiais são divididos em regiões muito pequenas, ou “domínios magnéticos” que são separados por paredes de domínios.

No estado desmagnetizado total, cada domínio é magnetizado até a saturação pelo campo magnético molecular interno, mas a orientação de cada domínio é tal que a magnetização global do material é nula. Muitos domínios magnéticos podem existir num único grão ou numa partícula de pó. A figura 2.6 mostra esquematicamente os domínios magnéticos presentes numa amostra de material policristalino, com as respectivas paredes de domínios.

A direção da magnetização num dado domínio é determinada pela estrutura cristalina do material. A anisotropia cristalina pode levar à anisotropia magnética, uma vez que certas direções cristalinas são mais facilmente magnetizadas do que outras. Num dado domínio, a direção da magnetização de saturação é a direção de fácil magnetização. Próximo a temperatura ambiente, o ferro apresenta uma microestrutura ferrítica, cuja estrutura cristalográfica é cúbica de corpo centrado. Para esta situação, a direção de mais fácil magnetização é a [100].[1].

As paredes de domínio, ou paredes de Bloch, tem uma dimensão finita, embora muito pequena, da ordem de 0,03 a 0,2  $\mu\text{m}$ . Para o caso específico de uma parede de  $180^\circ$ , a direção da magnetização é exatamente oposta para domínios adjacentes, enquanto que a direção de magnetização muda gradualmente de um lado para o outro no interior da parede de domínio.

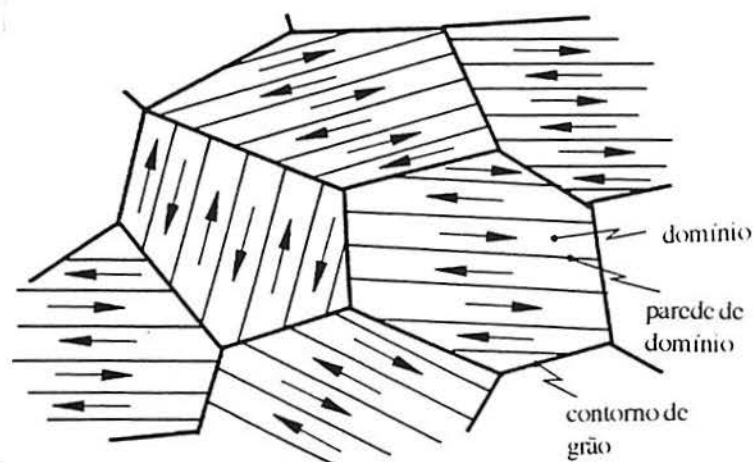


Figura 2.6 - Representação esquemática dos domínios magnéticos num material policristalino[1]



## 2.5 Classificação dos materiais ferromagnéticos

Os materiais ferromagnéticos podem ser classificados em dois grandes grupos: materiais macios, ou ímãs temporários, e materiais duros, ou ímãs permanentes[1,2,24,25].

### a) materiais magnéticos macios ou ímãs temporários

São considerados materiais magneticamente macios aqueles com valores de coercitividade menores que 16 kA/m. Estes materiais são essenciais em qualquer aplicação que envolva indução eletromagnética alternada, tais como solenóides, relés, motores, geradores, transformadores e assim por diante. Características importantes dos materiais magneticamente macios também incluem[10]:

- baixa força coercitiva ( $H_c$ );
- baixa remanência ( $B_r$ );
- alta permeabilidade;
- alta indução de saturação;
- baixas perdas por histerese;
- baixas perdas por correntes parasitas em aplicações de corrente alternada;
- em casos especiais, permeabilidade constante em baixos campos e/ou uma mudança mínima ou definida na permeabilidade com a temperatura.

Custo, disponibilidade, resistência mecânica, resistência à corrosão e facilidade de processamento são outros fatores que influenciam na seleção final do material.

Existem sete grandes grupos de materiais magnéticos macios de importância comercial[24,25]: ferro e aço baixa-liga, ligas ferro-níquel, ligas ferro-cobalto, ligas ferro-silício, ligas ferro-alumínio e ferro-alumínio-silício, ligas ferro-fósforo e as ferritas. As ferritas são óxidos cerâmicos e, devido à sua alta resistividade elétrica, são utilizadas em altas frequências ( $> 100$  kHz). Um novo grupo que vem se desenvolvendo é o das ligas metálicas amorfas. Além disso, em algumas aplicações específicas que exigem resistência à corrosão, podem ser utilizados os aços inoxidáveis 410L, 430L e 434L [26].

Em geral, o comportamento magnético dos materiais macios é governado pelo ancoramento das paredes de domínio em heterogeneidades microestruturais, como contornos de grão, precipitados e inclusões. Portanto, um dos objetivos da metalurgia destes materiais é a minimização de tais heterogeneidades, através do uso de materiais de alta pureza e processos bem controlados de fabricação. Além disso, as correntes parasitas são limitadas pela adição de elementos de liga que aumentem a resistividade elétrica.[24].

### b) materiais magnéticos duros ou ímãs permanentes

Estes materiais são caracterizados por reterem uma grande quantidade de magnetização residual após a sua magnetização. Neste caso,  $H_c$  deve ser alto, de modo a diminuir a influência de campos magnéticos externos, para não alterar as características do material quando exposto a estes campos. A figura 2.7 ilustra a diferença entre os laços de histerese de materiais magnéticos

macios e duros. Os ímãs permanentes geralmente tem coercitividades variando de 16 kA/m até acima de 100 kA/m[24].

Materiais para ímãs permanentes incluem ligas Alnico (ferro-alumínio-níquel-cobalto mais outros elementos), ferritas (de bário e estrôncio), Cunife (cobre-cobalto-níquel), ligas neodímio-ferro-boro, ligas cobalto-terras raras, ligas cromo-cobalto-ferro e ligas platina-cobalto[27].

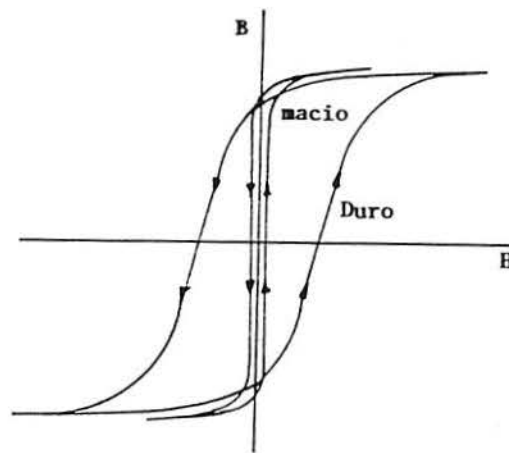


Figura 2.7 - Curvas de histerese típicas de materiais magnéticos macios e duros [1]

## 2.6 Perdas magnéticas

Um material ferromagnético, quando submetido a uma magnetização alternada, dissipa energia em forma de calor, devido à circulação de correntes elétricas induzidas no material e pela variação do fluxo magnético[28]. Estas correntes induzidas chamam-se correntes parasitas ou correntes de Foucault. A resposta dinâmica do material magnético é influenciada por vários fatores, incluindo a composição química, estrutura cristalina, defeitos internos, resistividade elétrica, tamanho de grão, geometria e outras[1,24].

As perdas magnéticas totais podem ser expressas como: [1,28,29]

$$P = P_x + P_f \quad [\text{W/kg}] \quad (2.4)$$

onde  $P_x$  são as perdas devido à histerese e  $P_f$  são as perdas devido às correntes parasitas.

O fenômeno da histerese está relacionado à facilidade ou dificuldade de movimentação das paredes de domínio. Este movimento pode ser obstruído pela presença de imperfeições e impurezas no material, tais como inclusões de óxidos, nitretos, carbeto e sulfetos. Além disso, vacâncias, poros e tensões residuais também afetam o deslocamento das paredes. As perdas por

histerese são proporcionais à área do laço de histerese, e podem ser expressas por[6]:

$$P_x = (f W_x)/\gamma \quad [\text{W/kg}] \quad (2.5)$$

onde  $f$  é a frequência do campo magnético aplicado,  $\gamma$  é a densidade do material e  $W_x$  é a área do laço de histerese.

Outra fonte de perdas são as correntes parasitas, que são induzidas no material, através do campo magnético alternado, de acordo com a lei de Faraday. Estas correntes geram perdas por calor, devido ao efeito Joule, e podem ser expressas como:

$$P_f = k(B^2 f^2 d^2)/\rho \quad [\text{W/kg}] \quad (2.6)$$

onde  $k$  é uma constante de proporcionalidade,  $B$  é a indução magnética (em Tesla),  $d$  é a espessura da peça (em metros),  $f$  é a frequência do campo (em Hertz) e  $\rho$  é a resistividade (em Ohm.metro).

Na prática,  $B$  e  $f$  são fixados pelas condições específicas nas quais o componente magneticamente macio será usado. Conseqüentemente, existem apenas três meios de diminuir a perda magnética total:

- pela escolha de um material adequado, cujas características magnéticas assegurem um laço de histerese estreito e conseqüentemente baixas perdas por histerese;
- pela diminuição da espessura;
- pelo aumento da resistividade elétrica específica do material.

O segundo método usualmente envolve a fabricação dos componentes a partir de chapas finas, que são isoladas eletricamente entre si por meio de tratamentos térmicos ou recobrimento com materiais isolantes. O material mais usado para este fim são chapas de ferro-silício. Este método é geralmente caro (estampagem, empacotamento, tratamento, etc) e, para geometria muito complexas, é pouco aplicável. No terceiro método citado, a metalurgia do pó é uma boa alternativa. Como regra geral, os materiais obtidos por metalurgia do pó tem resistividade elétrica específica maior que materiais maciços de mesma composição química, devido principalmente à porosidade e à oxidação superficial das partículas.[1,24,29].

O tamanho de grão também é uma variável a ser considerada na avaliação das perdas magnéticas. Grãos maiores diminuem as perdas por histerese, pois há menos contornos de grão que ancoram o movimento das paredes de domínios magnéticos, mas aumentam as perdas causadas por correntes parasitas, pois a resistividade diminui com o aumento do tamanho de grão. Deste modo, existe um tamanho de grão ótimo, que minimiza as perdas totais[30].

## 2.7 Materiais magneticamente macios sinterizados

A metalurgia do pó e a moldagem de pós por injeção têm sido muito utilizadas na fabricação de componentes magnéticos. Os principais aspectos que justificam o uso destas tecnologias são [1,6,12,31]:

- alto volume de produção;
- possibilidade de obtenção de geometrias complexas;
- minimização das operações de usinagem;
- elevado grau de pureza do material;
- obtenção das propriedades magnéticas e mecânicas desejadas.

Os materiais magnéticos macios obtidos por M/P e MPI têm sido atraentes nos últimos anos, principalmente pela necessidade de desenvolvimento de micromotores e motores elétricos de baixa potência, que são utilizados em automação, robótica e equipamentos de escritório e domésticos [8]. Em vários destes casos as formas dos núcleos magnéticos e o caminho do fluxo magnético são tão complexos que a construção com a utilização de chapas (processo convencional) cria sérias dificuldades técnicas.

Em comparação com o processo convencional, os materiais sinterizados possuem uma densidade de fluxo  $B_m$  e  $B_r$  menor, devido à sua porosidade. Em termos de força coercitiva, os sinterizados apresentam valores um pouco mais elevados, uma vez que os poros tendem a agir como âncoras para a movimentação das paredes de domínios. Além disso, os poros inibem o crescimento de grão, aumentando a força coercitiva  $H_c$ [1,12].

Também devido à porosidade, os sinterizados apresentam uma resistividade elétrica ligeiramente superior; porém, esta diferença não causa uma diminuição significativa nas perdas magnéticas. A complexidade geométrica e o tamanho do componente é que determinarão qual processo é mais competitivo técnica e economicamente[1,31].

## 2.8 Efeito das características dos materiais nas propriedades magnéticas

Dentre as principais características dos materiais que afetam as propriedades magnéticas dos componentes, estão a densidade, o tipo de pó utilizado e as impurezas contidas no mesmo, o tamanho de partícula e a resistividade do material. Estes aspectos são comentados a seguir.

### 2.8.1 Densidade

A densidade final dos produtos sinterizados é um dos fatores determinantes no desempenho magnético dos componentes[1]. Em primeira aproximação, a densidade de fluxo  $B_m$  e a resistividade são dependentes do tipo de material e da sua densidade (insensíveis à microestrutura), enquanto que as demais propriedades magnéticas (magnetização residual, coercitividade e permeabilidade máxima) são mais sensíveis à microestrutura. O efeito da densidade nas curvas de magnetização do ferro é ilustrado na figura 2.8.

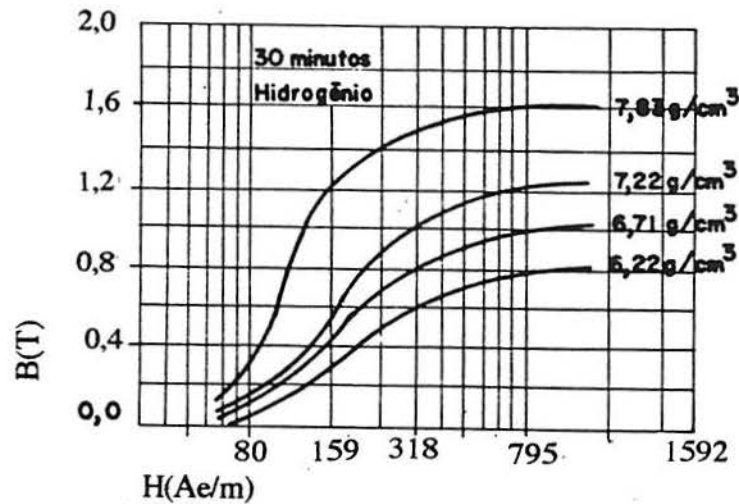


Figura 2.8 - Efeito da densidade nas curvas de magnetização para o ferro [10]

A indução de saturação  $B_m$  e a remanência  $B_r$  aumentam linearmente com a densidade[9]. A permeabilidade máxima aumenta exponencialmente enquanto que a coercitividade diminui exponencialmente com a densidade[18,19].

Nos núcleos magnéticos a obtenção de uma densidade uniforme é o fator mais importante devido à relação entre a distribuição de densidade e a isotropia das propriedades magnéticas[32].

A presença de porosidade nos materiais ferromagnéticos sinterizados influencia o comportamento magnético da seguinte maneira[19]:

- a redução da massa de material ferromagnético causa uma redução na indução de saturação; portanto, a indução magnética do sinterizado será menor que a do material maciço com a mesma área de seção transversal.
- os poros constituem pontos de ancoragem para o movimento das paredes de domínios, provocando uma redução na permeabilidade máxima e um aumento na força coercitiva. Neste caso, os poros no interior dos grãos são mais nocivos do que aqueles não localizados nos seus contornos.

O tamanho e a morfologia dos poros também têm influências importantes nas propriedades magnéticas de materiais sinterizados. Dependendo da distribuição e localização dos poros, as propriedades podem ser alteradas, mesmo para um material com densidades semelhantes. Estes aspectos mais sutis do comportamento magnético de materiais sinterizados ainda são objeto de estudos[9].

### 2.8.2 Tipo de pó e impurezas

Basicamente, a influência do tipo de pó utilizado está relacionada com a compressibilidade do mesmo. Como regra geral, quanto maior a compressibilidade do pó, maior a densidade final do componente e melhores as propriedades sensíveis a esta característica. Comparando-se o ferro esponja e o ferro atomizado, o segundo, de maior compressibilidade e pureza, conduz a valores de permeabilidade máxima, coercitividade e indução de saturação maiores[10].

Nos últimos anos, o desenvolvimento de pós metálicos de maior pureza e a utilização de atmosferas puras têm levado à obtenção de melhores propriedades magnéticas dos materiais sinterizados. O desempenho magnético destes materiais é mais sensível a três elementos básicos[1]: o carbono, o oxigênio e o nitrogênio. O carbono pode ser proveniente da matéria-prima utilizada, ou devido a retirada de lubrificante insatisfatória, o oxigênio também pode estar presente no pó utilizado ou devido a um controle inadequado da atmosfera do forno e o nitrogênio pode estar no pó, na própria atmosfera de sinterização ou pode ser proveniente de uma eventual entrada de ar na câmara de sinterização.

De um modo geral, estes elementos reduzem drasticamente a permeabilidade máxima e elevam a coercitividade[33], pois formam precipitados ou inclusões que dificultam o movimento das paredes de domínio. Estudos recentes[13] mostram que o mínimo nitrogênio (menos de 50 ppm) é absorvido no Fe, Fe-0,45%P, Fe-3%Si e Fe-50%Ni quando a sinterização é feita numa atmosfera de 100% de amônia dissociada ou misturas de 75% H<sub>2</sub> + 25% N<sub>2</sub>. Nesta situação, o teor de carbono e oxigênio foram mantidos numa faixa de poucas centenas de ppm.

É sugerido que os teores destas impurezas devam ser mantidos nos seguintes níveis, quando se considera uma aplicação magnética de alto desempenho[1]:

- carbono: 0,01% máx;
- oxigênio: 0,02% máx;
- nitrogênio: 0,01% máx.

### 2.8.3 Tamanho de partícula

O uso de pós mais finos (menores que 75  $\mu\text{m}$ ) resultam em poros mais finos e espaçados, degradando principalmente as propriedades sensíveis à estrutura, pois existem mais pontos de ancoragem ao movimento das paredes de domínio. A permeabilidade máxima e a coercitividade são bem superiores em pós de granulometria mais grossa. Além disso, pós finos produzem grãos menores, que também degradam as propriedades sensíveis à estrutura[9].

### 2.8.4 Resistividade

Materiais magnéticos macios de alto desempenho devem magnetizar-se e desmagnetizar-se facilmente; portanto, H<sub>c</sub> deve ser pequeno, enquanto que  $\mu\text{m}$  e B<sub>m</sub> devem ser tão altos

quanto possível. Além disso, se o componente será utilizado em aplicações de corrente alternada, a resistividade elétrica deve ser a mais alta possível, para minimizar as perdas por correntes parasitas e o calor gerado por efeito Joule.

Cada tipo de material magnético macio tem um valor típico para a resistividade, e ela cresce na seguinte seqüência: 1) Fe, 2) Fe-0,40%P, 3) Fe-3%Si, 4) Fe-50%Ni. A mesma seqüência, portanto, indica a adequabilidade do material para aplicações de corrente alternada. A resistividade de materiais sinterizados depende da composição química do material e da sua densidade[1]. A resistividade diminui com o aumento da densidade, independente do material. A figura 2.9 mostra os valores de resistividade em função da densidade para os materiais mais comumente utilizados[1].

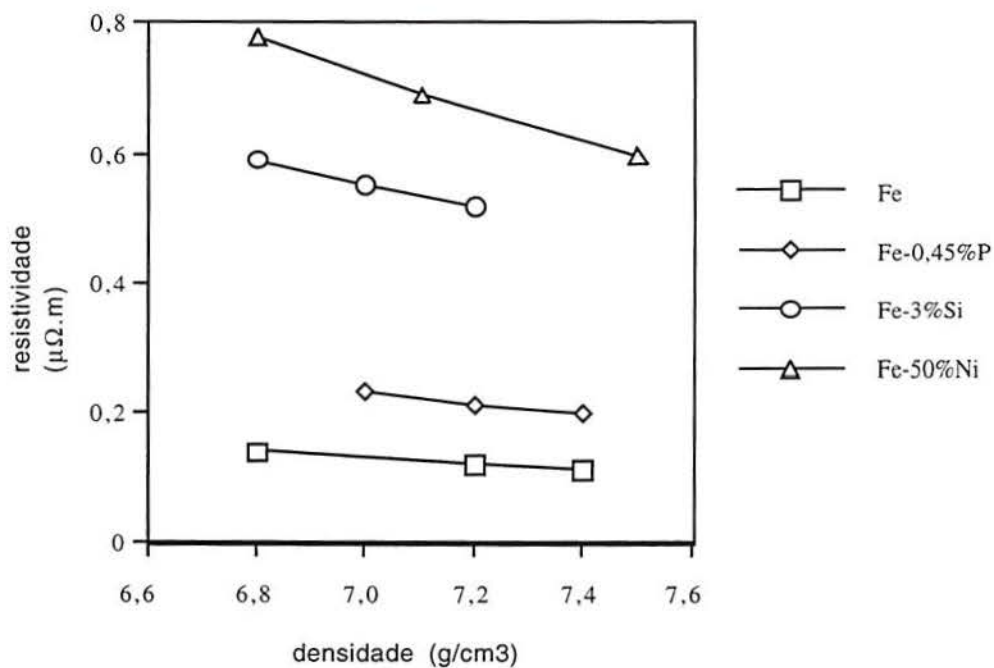


Figura 2.9 - Resistividade em função da densidade [1]

## 2.9 Efeito dos parâmetros de processo nas propriedades magnéticas

Os principais parâmetros de processo, no caso de materiais sinterizados, que podem afetar as propriedades magnéticas são os lubrificantes utilizados e as condições de sinterização (tempo, temperatura e atmosfera e taxa de resfriamento).

Trabalhos realizados com dois lubrificantes, estearato de zinco e Acrawax C mostraram ser pequena a influência do tipo de lubrificante sobre as propriedades magnéticas[10]. A única ressalva a ser feita é na etapa de remoção (burn-off) do lubrificante, que deve ser completa, para evitar a incorporação de impurezas (carbono) na peça. Além disso, devido às altas densidades verdes atingidas, o lubrificante deve ser eliminado das peças antes que os poros se fechem próximos à superfície. Se os poros se fecham antes da eliminação do lubrificante, os gases residuais não são liberados. Isto resulta em grandes poros concentrados na superfície. Uma vez

que a maior indução magnética é geralmente exigida na superfície, estes poros causam um diminuição no desempenho magnético do componente[34]. A figura 2.10 mostra uma micrografia com porosidade superficial decorrente da não eliminação adequada do lubrificante.

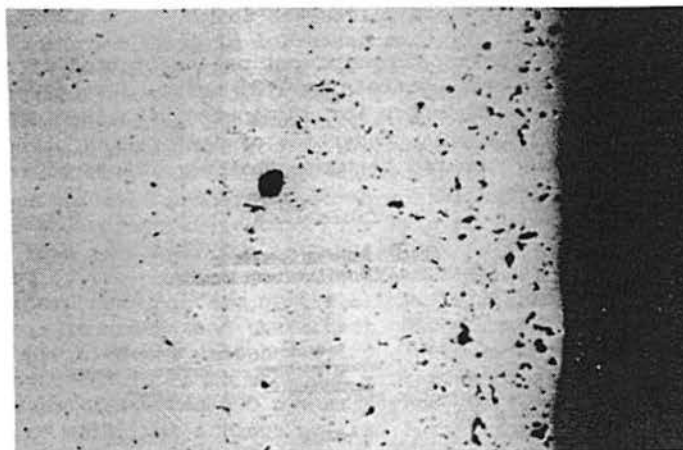


Figura 2.10 - Porosidade superficial em amostra sinterizada [34]

A sinterização em altas temperaturas (termo arbitrariamente definido como sendo a sinterização acima de  $1150^{\circ}\text{C}$ ) tem sido utilizada, pois a taxa de difusão aumenta exponencialmente com a temperatura, resultando em transportes de massa mais rápidos. Uma taxa de difusão mais alta significa que a área de contato partícula-partícula aumentará mais rapidamente, e a transição do formato de poro de angular para esferoidal é mais rápida. Além disso, a estabilidade de vários óxidos diminui com o aumento da temperatura, enquanto que a solubilidade das impurezas aumenta. Ambos estes fenômenos contribuem para o desenvolvimento de uma microestrutura mais homogênea em alta temperatura. Quaisquer impurezas em menor teor serão decompostas e dissolvidas na matriz da liga[12].

O efeito do tempo de sinterização é também muito significativo, e propriedades magnéticas ótimas são atingidas em tempos de 2 a 24 horas de sinterização[1]. Estes tempos não são, entretanto, economicamente viáveis. Existe um compromisso entre as propriedades desejadas e o tempo de processo, de modo a minimizar os custos de produção.

As atmosferas utilizadas na sinterização têm a função de reduzir os óxidos e impedir a absorção de carbono e nitrogênio, que são impurezas que degradam muito as propriedades magnéticas. No que diz respeito à redução de óxidos, somente os aços ferríticos e as ligas Fe-Si apresentam problemas; os óxidos dos demais sistemas são instáveis à  $1120^{\circ}\text{C}$  [12]. Atmosferas de amônia dissociada, metano craqueado e hidrogênio são as mais utilizadas para a sinterização de materiais magnético macios. O uso de atmosferas a base de carbono deve ser desencorajado, devido à absorção de carbono que pode ocorrer, degradando as propriedades magnéticas[1].

De um modo geral, as propriedades que são mais afetadas por diferentes taxas de resfriamento após a sinterização são aquelas sensíveis à microestrutura (permeabilidade e coercitividade). Quanto maior a taxa de resfriamento, maior a deterioração destas propriedades, que é atribuída ao aumento das tensões internas no material induzido por taxas mais elevadas[10].



## 2.10 Materiais magnéticos macios sinterizados

Os materiais sinterizados mais comumente utilizados são os seguintes[1,6,7,26]:

- ferro puro;
- ligas ferro fósforo;
- ligas ferro silício e ligas ferro fósforo silício;
- ligas ferro níquel;
- ligas ferro cobalto;
- aços inoxidáveis ferríticos.

### 2.10.1 Ferro puro

Os materiais sinterizados de ferro puro são caracterizados por altas perdas e propriedades magnéticas médias[32]. Seu uso é aconselhável principalmente para corrente contínua ou circuitos de excitação magnética permanente, com fluxos magnéticos de médio a alto[24], devido a sua baixa resistividade elétrica. O ferro puro sinterizado de alta densidade possui saturação magnética e permeabilidade altas, e baixa coercitividade, propriedades essenciais para aplicações de corrente contínua. Os materiais e as condições de processamento necessitam de um rígido controle para a obtenção de ótimas propriedades; por exemplo, se tensões são introduzidas ou o nível de pureza diminui, todas as propriedades são afetadas [35].

### 2.10.2 Ligas Fe-Co

As ligas ferro cobalto têm como principal característica a sua alta indução máxima. Esta propriedade é interessante quando o volume e o peso dos componentes deve ser minimizado[7].

### 2.10.3 Ligas Fe-P

Os materiais sinterizados de ferro-fósforo (com teores de fósforo na faixa de 0,45 a 0,80%) mantém as vantagens econômicas do ferro puro, adicionado ainda características magnéticas superiores. Basicamente, a força coercitiva é reduzida, enquanto se mantém uma alta indução máxima [7]. Estas ligas são utilizadas principalmente quando se deseja uma boa resposta magnética aliada a boas propriedades mecânicas [26].

### 2.10.4 Ligas Fe-Si

As ligas ferro silício têm força coercitiva similar às ligas ferro fósforo, com uma indução máxima ligeiramente maior. Porém, sua resistividade elétrica é bastante superior, diminuindo assim as perdas por correntes parasitas. Estas ligas são aplicadas em circuitos que operam em frequências médias de até 1200 Hz. Induções máximas elevadas podem ser obtidas em peças de alta densidade, porém o custo de produção aumenta, devido à alta abrasividade e relativamente baixa compressibilidade do material.

### 2.10.5 Aços inoxidáveis

Os aços inoxidáveis tornaram-se populares em meados da década de 80, quando começaram a ser utilizados em anéis sensores de sistemas de freios anti-blocantes (ABS), devido a sua resposta magnética e moderada resistência à corrosão[1]. Além disso, quando sinterizados em vácuo, estes materiais podem exibir um certo grau de ductilidade, essencial na montagem destes componentes.

### 2.10.6 Ligas Fe-Ni

A principal característica que distingue as ligas ferro níquel das demais é a sua alta permeabilidade, que é a maior de todas as citadas anteriormente. Além disso, a indução máxima é baixa, e a resistividade elétrica tem um valor intermediário, se comparada às demais[6,7]. Estas propriedades tornam estas ligas atraentes em aplicações mais sofisticadas, que operam em altas frequências e com baixa excitação, e nas quais se exigem um tempo de resposta muito curto, como por exemplo em circuitos atuadores de termopares[7].

Para a obtenção de alta densidade ( $7,5 \text{ g/cm}^3$ ), o pó é compactado numa pressão de 690 MPa e sinterizado em vácuo acima de  $1200^\circ\text{C}$ . Com este processo, uma permeabilidade relativa máxima de 40000 e uma força coercitiva de 16 A/m pode ser obtida, que são valores comparáveis aos das ligas ferro níquel maciças[6]. A tabela 2.1 é uma compilação de resultados obtidos por vários autores, e as figuras 2.11 e 2.12 mostram a influência do teor de níquel e da temperatura de sinterização nas propriedades magnéticas, respectivamente.

Tabela 2.1 - Propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni [1]

	densidade (g/cm <sup>3</sup> )	B <sub>m</sub> (T)	B <sub>r</sub> (T)	$\mu_r$	H <sub>c</sub> (A/m)	resistividade ( $\mu\Omega\cdot\text{m}$ )
maciço						
ASM Handbook	8.2	1.60	0.80	70000	3.98	
Pós metálicos						
Lall & Baum	6.8	0.93	0.71		20.7	0.78
1260°C, AD	7.1	1.09	0.80		19.9	0.69
45 min	7.5	1.27	0.94	21000	19.1	0.60
H=1990 A/m						
Lall						
1260°C, vácuo	7.4	1.08	0.86	10600	23.9	
H=1990 A/m						
Mossner						
1121°C	7.1	1.15	0.85	11000	31.4	
1288°C	7.3	1.29	0.90	16000	23.9	
Moyer & Ryan						
1264°C, vac, 2h	7.3	1.12	0.70		23.9	
1264°C, vac, 2h	7.5	1.23	0.75		23.9	
1260°C, vac, 1h	7.4	1.23	0.75	7000	48.0	

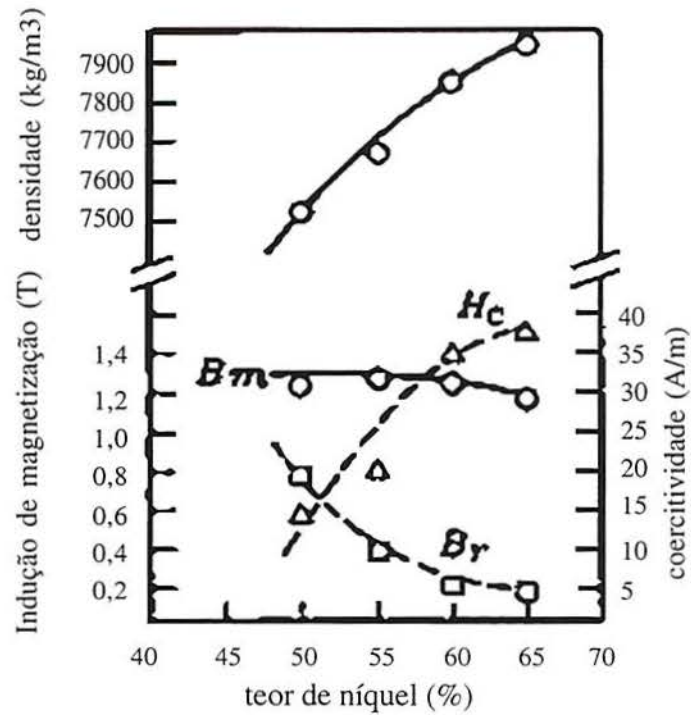


Figura 2.11 - Influência do teor de níquel nas propriedades magnéticas

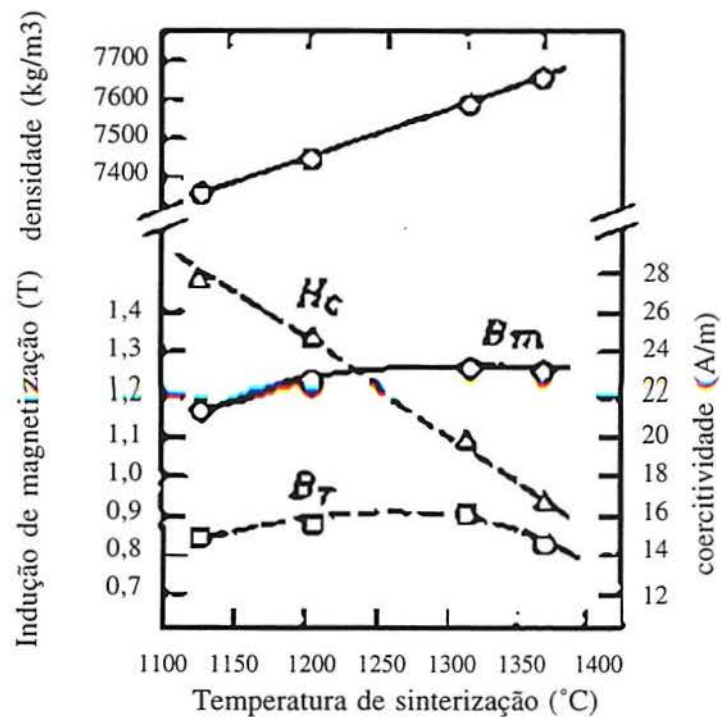


Figura 2.12 - Influência da temperatura de sinterização nas propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni

Apesar da liga Fe-50%Ni apresentar valores de coercitividade, indução residual e indução máxima menores se comparada à liga Fe-3%Si, ela é mais indicada para aplicações em

corrente alternada de alto desempenho, especialmente se for considerado que a permeabilidade máxima deste material é aproximadamente quatro vezes a da liga Fe-3%Si e quase seis vezes do que a do Fe puro[1].

Em processos de sinterização, o níquel tem se mostrado eficiente na densificação de compactos de ferro, e o grau de densificação depende do teor de níquel e do método de como o mesmo é adicionado à liga. Vários estudos têm examinado o sistema Fe-Ni usando misturas de pós elementares variando de 0 a 8% de Ni em peso; estes estudos indicam que o níquel pode aumentar a densidade final da liga, mas que a sua distribuição na microestrutura não é uniforme[36]

Uma das explicações propostas para este fenômeno é que o níquel fica presente nos contornos de grão da matriz de ferro durante a sinterização, ancorando o crescimento de grão[36]. Porém, quando dois metais distintos são misturados, as taxas de difusão de uma espécie na outra podem ser distintas, causando um fluxo adicional de vacâncias devido à esta interdifusão. A densificação devido à sinterização é influenciada pelos gradientes químicos tanto quanto a energia superficial que normalmente contribui para a ligação entre as partículas de pó[37]. Este fenômeno é conhecido como efeito Kirkendall.

Para o caso do sistema Fe-Ni, experimentos demonstraram que o volume de níquel que se difunde no ferro é menor que de ferro que se difunde no níquel. Isto acarreta a formação de regiões com maior concentração de níquel que outras, e poros maiores em torno destas regiões ricas em níquel, o que pode levar à expansão dos compactos e a uma densificação pobre durante a sinterização. Estes poros grandes ficam aprisionados no interior dos grãos, e são difíceis de ser removidos mesmo após três horas de sinterização a 1200°C. A medida que mais níquel é adicionado à liga, a expansão que ocorre aumenta, e atinge um máximo em torno de 50% em peso de níquel[36].

Outro efeito provável da adição de níquel é que as amostras não são ainda muito homogêneas durante o aquecimento do ciclo de sinterização, o que força que aconteçam transformações de fase em diferentes temperaturas através do corpo de prova. Como resultado, tanto as fases alfa como gama coexistem durante a sinterização. Como estas fases têm diferentes densidades, tensões de tração e compressão são induzidas no corpo de prova, podendo causar tanto a densificação como a expansão dos compactos durante a sinterização[36].

Experimentos mostraram que o método de adição de níquel à liga (pós elementares ou pós pré-ligados), o tamanho de partícula, tanto de ferro como de níquel, e o processo utilizado na compactação e sinterização são todos fatores críticos para a obtenção de uma boa densidade e de uma microestrutura homogênea[36].

Segundo o diagrama de equilíbrio para o sistema Fe-Ni mostrado na figura 2.13 [38], uma composição com 50% de peso em níquel deveria apresentar, à temperatura ambiente, uma estrutura bifásica, constituída de ferrita e austenita. Entretanto, na prática, as ligas Fe-Ni sinterizadas apresentam uma microestrutura monofásica austenítica, visto que o níquel é um

elemento estabilizador desta fase e as condições de resfriamento são rápidas demais para que se tenha uma situação de equilíbrio.

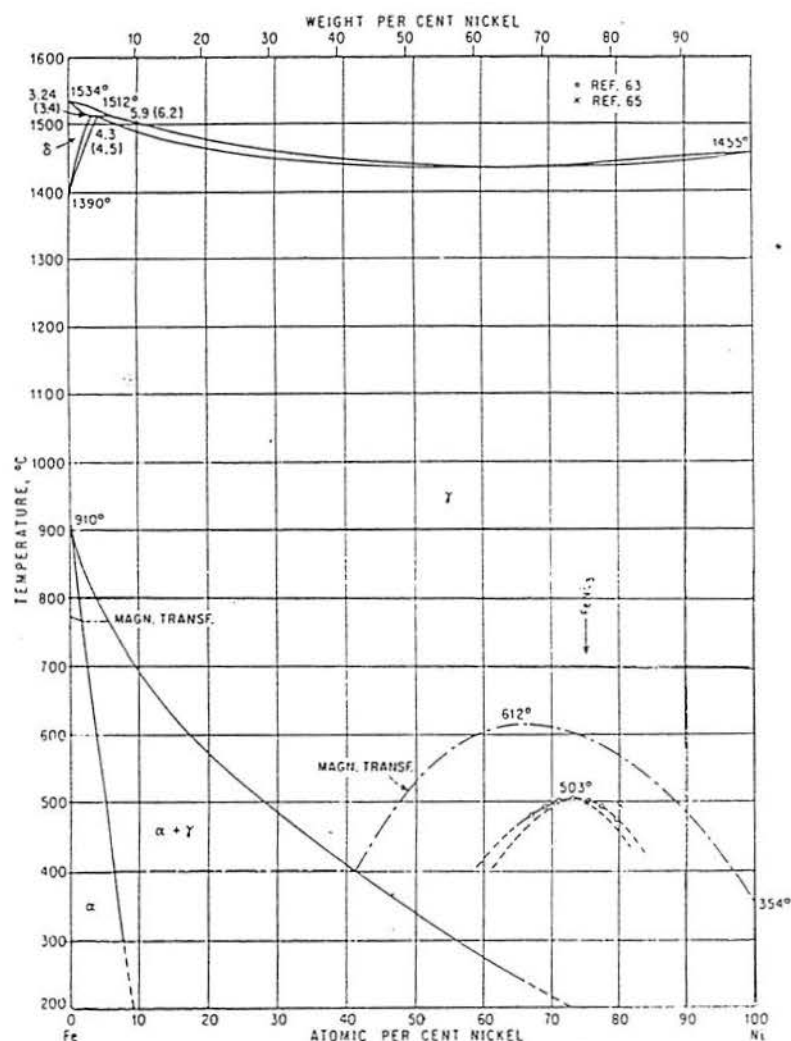


Figura 2.13 - Diagrama de equilíbrio para o sistema Fe-Ni [38].

A figura 2.14 mostra uma micrografia ótica da liga Fe-50%Ni. A matriz consiste de uma única fase austenítica com maclas de recozimento. Os poros bem arredondados e a presença destas maclas de recozimento são sinais de um produto bem sinterizado. Uma vez que o sistema Fe-Ni não tem os benefícios de uma fase líquida transiente durante a sinterização, a densidade final do produto é menor que a das ligas Fe-P e Fe-Si. Uma temperatura maior de sinterização, para promover a difusão, aumentará a densidade. Outra maneira de aumentar a densidade é simplesmente pela recompactação das peças após a sinterização. Este procedimento deve ser seguido por um tratamento térmico de recozimento, para eliminação das tensões internas; se não, uma resposta magnética não satisfatória será exibida[1].

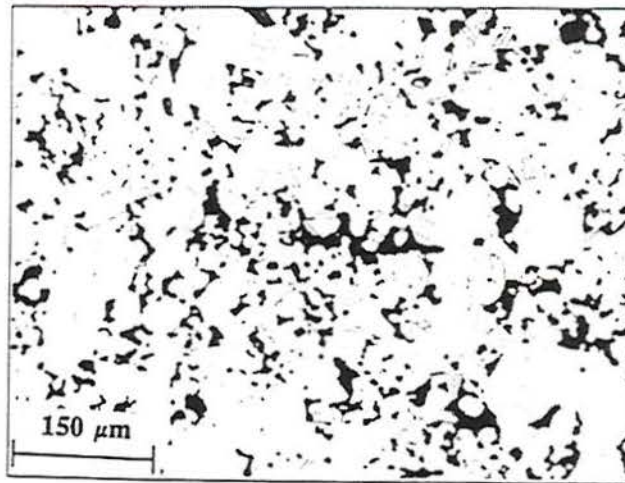


Figura 2.14 - Micrografia da liga Fe-50%Ni sinterizada [1]

A tabela 2.2 é um quadro comparativo resumido das propriedades das principais ligas magneticamente macias sinterizadas[11].

Tabela 2.2 - Quadro comparativo das propriedades magnéticas das diversas ligas [11]

	indução de saturação	permeabilidade máxima	Coercitividade	resistividade	resistência à corrosão	custo
MAIOR	ferro cobalto	ferro níquel	ferro cobalto	ferro silício	inox ferrítico	ferro cobalto
▼	ferro	ferro fósforo	inox ferrítico	inox ferrítico	ferro silício	ferro níquel
▼	ferro silício	ferro silício	ferro	ferro níquel	ferro fósforo	inox ferrítico
▼	ferro fósforo	ferro	ferro fósforo	ferro fósforo	ferro níquel	ferro silício
▼	inox ferrítico	ferro cobalto	ferro silício	ferro	ferro cobalto	ferro fósforo
MENOR	ferro níquel	inox ferrítico	ferro níquel	ferro cobalto	ferro	ferro

### 2.11 Propriedades magnéticas de componentes obtidos por MPI

Nas peças obtidas por MPI, a densidade final geralmente é maior do que naquelas obtidas por M/P. Naturalmente, há também uma melhoria nas propriedades magnéticas. A mudança mais significativa é em  $H_c$  e  $B_m$  para a liga Fe-3%Si[1].

Quando se processa materiais magnéticos por MPI, deve se ter muito cuidado com as impurezas (C, N<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>). Os sistemas de ligantes são orgânicos, com muitas cadeias de hidrocarbonetos presentes na sua estrutura. Estas cadeias são quebradas durante a extração

térmica e o hidrogênio e o carbono são removidos por oxidação. Esta oxidação deve ser feita com muito cuidado durante a extração do ligante ao ar. Porém, nesta etapa, são introduzidos oxigênio e nitrogênio nos componentes. Durante a sinterização, as atmosferas baseadas em hidrogênio e as altas temperaturas revertem este efeito e retiram o oxigênio e o nitrogênio das peças.

Na MPI, o controle dos teores de carbono, oxigênio e nitrogênio pode ser feito muito acuradamente. Por um lado, uma oxidação insuficiente durante a etapa de extração do sistema de ligantes pode causar um aumento significativo no teor de carbono; enquanto que oxidação excessiva pode resultar em altos níveis de O<sub>2</sub> e N<sub>2</sub>. Níveis típicos de impurezas atingidos no processo de MPI são, atualmente, 0,006% C, 0,0042% O<sub>2</sub> e 0,0024% N<sub>2</sub>, que são excepcionalmente bons[1].

A tabela 2.3 mostra as propriedades magnéticas de algumas ligas processadas por MPI.

	densidade (kg/cm <sup>3</sup> )		B <sub>m</sub> (T)	B <sub>r</sub> (T)	H <sub>c</sub> (A/m)
<b>Lall &amp; Baum</b>					
Fe-2%Ni, 1316°C	7670	97%	1.51	1.29	82
Fe-50%Ni, 1316°C	7660	94%	1.27	0.42	16
Fe-3%Si, 1316°C	7550	98%	1.5	1.21	45
Fe-3%Si, 1232°C	7540	99%	1.44	0.62	60
Fe-6%Si, 1316°C	7540	99%	1.32	1.12	46
<b>Baum</b>					
Fe, 1371°C, AD	7600	97%	1.53	1.37	294
Fe, 1371°C, AD	7550	96%	1.55	1.34	183
Fe-3%Si, 1371°C, Al	7550	98%	1.45	1.07	57
Fe-3%Si, 1371°C, Al	7550	98%	1.5	1.21	51
Fe-6%Si, 1371°C, Al	7420	99%	1.37	1.21	40
Fe-50%Ni, 1371°C, Al	7660	93%	1.27	0.42	16
Aço 430L, 1371°C, vac	7400	95%	1.15	0.54	202

A temperatura indicada é a temperatura de sinterização  
AD: amônia dissociada; vac: vácuo

## 2.12 Exemplo de aplicação de material sinterizado

Uma aplicação de um componente sinterizado, que está sendo desenvolvido em conjunto pelo Laboratório de Transformação Mecânica, Laboratório de Máquinas Elétricas (ambos da UFRGS) e pela Eberle S/A, pode ser visualizada na figura 2.15. Ela representa esquematicamente um motor elétrico do tipo sem escovas (brushless), e o componente em questão é o próprio núcleo do estator. Neste caso, a utilização de um núcleo sinterizado de Fe-Ni, de alta permeabilidade, justifica-se pelas frequências nas quais este motor é utilizado, com

componentes harmônicas de mais de 1000 Hz. Além disso, há a necessidade de uma distribuição de fluxo magnético tridimensional isotrópico; nestas condições, o material sinterizado substitui o laminado com vantagens.

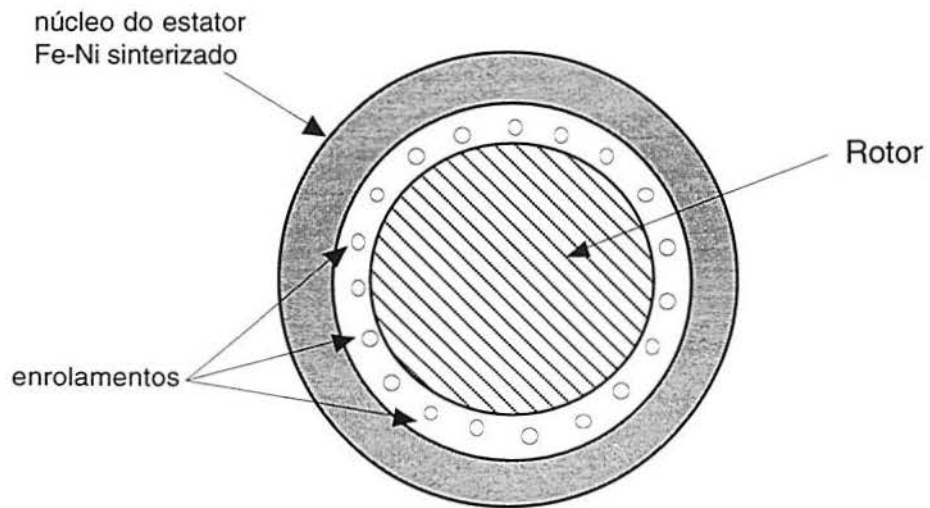


Figura 2.15 - Esquema de um motor elétrico com núcleo sinterizado



### 3 Análise experimental: metalurgia do pó convencional

Preparou-se uma liga ferro níquel, com teor de níquel de 50% em peso, a partir dos pós elementares de cada componente da liga, e foram compactados corpos de prova para análise das propriedades magnéticas e resistividade. Foram ainda avaliadas a variação dimensional devido à sinterização e densidades verdes e após a sinterização, além de análises metalográficas.

#### 3.1 Materiais utilizados

A liga Fe-50%Ni foi preparada a partir de pós elementares de Fe e Ni, que foram homogeneizados e misturados com o lubrificante (Acrawax). As tabelas 3.1, 3.2 e 3.3 mostram as principais características dos pós e do lubrificante utilizado (dados dos respectivos fornecedores). A figura 3.1 mostra fotografias dos pós, obtidas em microscópio eletrônico de varredura.

Tabela 3.1 - Caracterização do pó de ferro

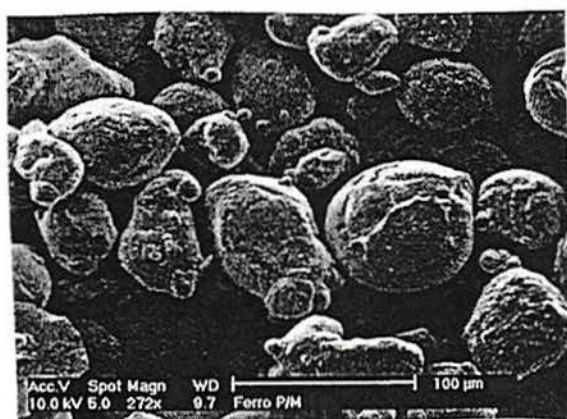
Ferro		
Fornecedor	Belgo Brasileira	
Designação	TRIFER HD177	Atomizado
Comp. química	unidade	
Carbono	%máx	0.015
Enxofre	%máx	0.015
Silício	%máx	0.05
Fósforo	%máx	0.015
Manganês	%máx	0.15
H2 Loss	%máx	0.2
Granulometria		
100	%	0-15
-100 + 325	%	65-85
-325	%	10-20
Dens. aparente	g/cm <sup>3</sup>	2.9
Escoamento	s/50g	30
Compressib. a 500 MPa	g/cm <sup>3</sup>	6.95
Resistência verde a 6 g/cm <sup>3</sup>	MPa min	6

Tabela 3.2 - Dados do lubrificante

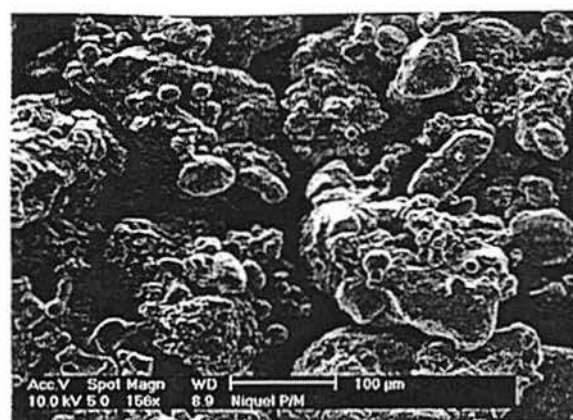
Lubrificante	
Fornecedor	Lonza
Designação	Acrawax C em pó
Ponto de fusão	140 - 145°C
Ponto de fulgor	285°C
Granulometria	99,9% menor que 100 MESH

Tabela 3.3 - Caracterização do pó de níquel

Níquel		
Fornecedor	Sulzer Metco	
Designação	56CNS	Atomizado
Comp. química	unidade	
Carbono	%max	0.007
Enxofre	%max	0.015
Ferro	%max	0.08
Níquel	%	balanço
Granulometria		
100% entre 200 e 325 MESH		
Dens. aparente	g/cm <sup>3</sup>	3,5 - 4,1



a



b

Figura 3.1 - Pós de ferro e níquel (MEV)

a) ferro  
b) níquel

### 3.2 Mistura

Inicialmente, os pós de cada componente da liga foram homogeneizados individualmente, durante 1 hora, a 30 RPM, para garantir uma distribuição uniforme das partículas. A seguir, os dois pós foram misturados e foi adicionado o lubrificante (1% em peso), sendo então misturados também por 1 hora a 30 RPM. Os recipientes utilizados para mistura e homogeneização foram garrafas plásticas de formato cilíndrico. A figura 3.2 é uma fotografia da liga após a mistura.

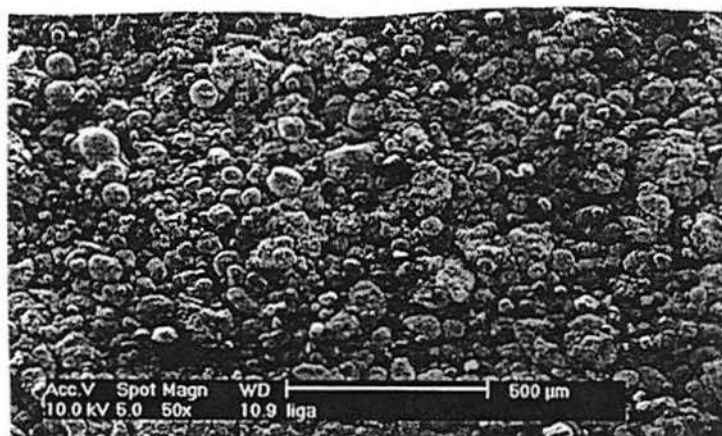


Figura 3.2 - Liga Fe-50%Ni, após a mistura

### 3.3 Compactação

Para avaliação da resistividade, foram compactados corpos de prova prismáticos, com uma relação comprimento:altura de 10:1. Esta relação foi adotada para minimizar os efeitos de contato elétrico durante as medidas de resistividade. A compactação foi feita numa matriz de efeito simples, e foi utilizada uma prensa hidráulica EKA, com capacidade de 392 kN (40 tf). A figura 3.3 é um desenho esquemático da matriz, e a figura 3.4 é uma fotografia da mesma. A figura 3.5 mostra um corpo de prova compactado (verde).

Foram compactados quinze corpos de prova, três para cada pressão de compactação, com o objetivo de avaliar a resistividade em diferentes pressões de compactação e diferentes temperaturas de sinterização. As pressões de compactação utilizadas foram 274, 431, 548, 666 e 784 MPa.

Para avaliação das propriedades magnéticas, foram compactados corpos de prova toroidais (em formato de anel), que é a geometria adequada para a obtenção das curvas de histerese. Foi utilizada uma matriz de efeito simples, esquematizada na figura 3.6. A figura 3.7 é uma fotografia da matriz. Foram feitas compactações em quatro diferentes pressões (343, 411, 480 e 549 MPa), e novamente foram compactados três corpos de prova para cada pressão. A figura 3.8 mostra um toróide compactado (verde).

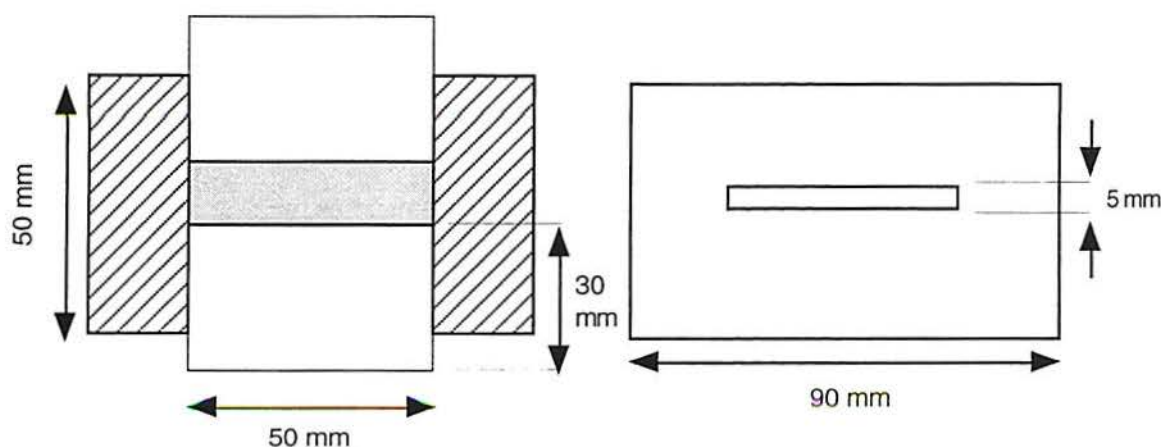


Figura 3.3 - Desenho esquemático da matriz para corpos de prova de resistividade

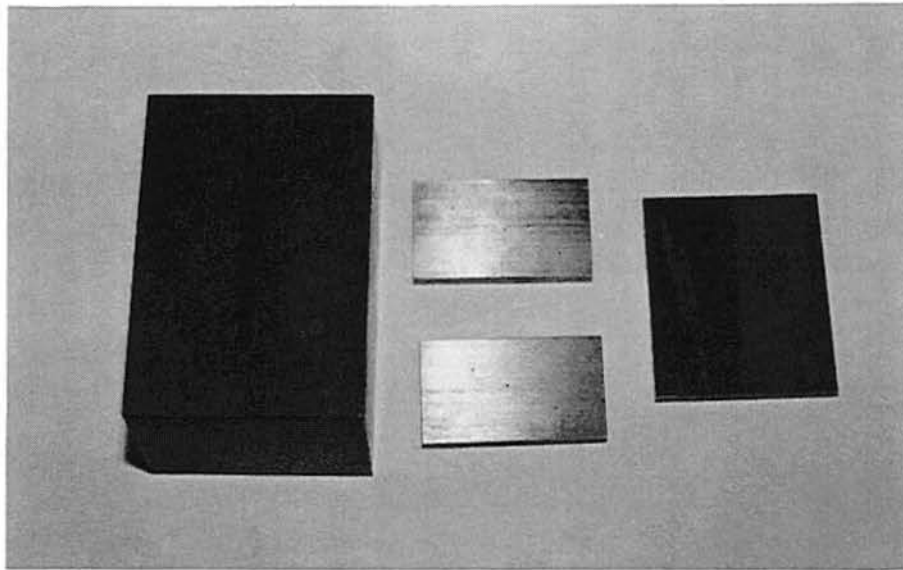


Figura 3.4 - Fotografia da matriz para corpos de prova de resistividade

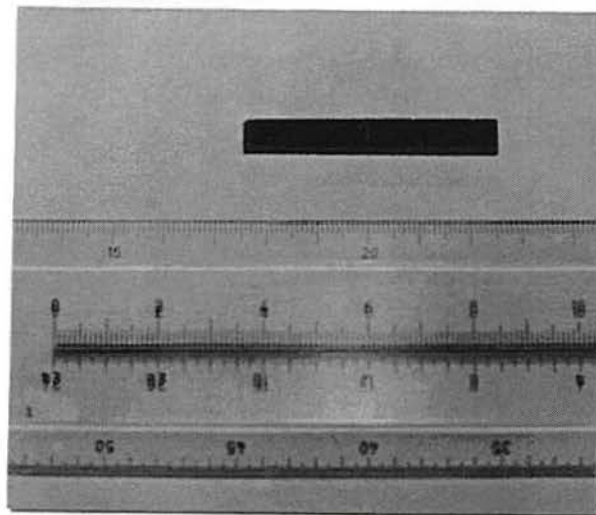


Figura 3.5 - Corpo de prova de resistividade compactado

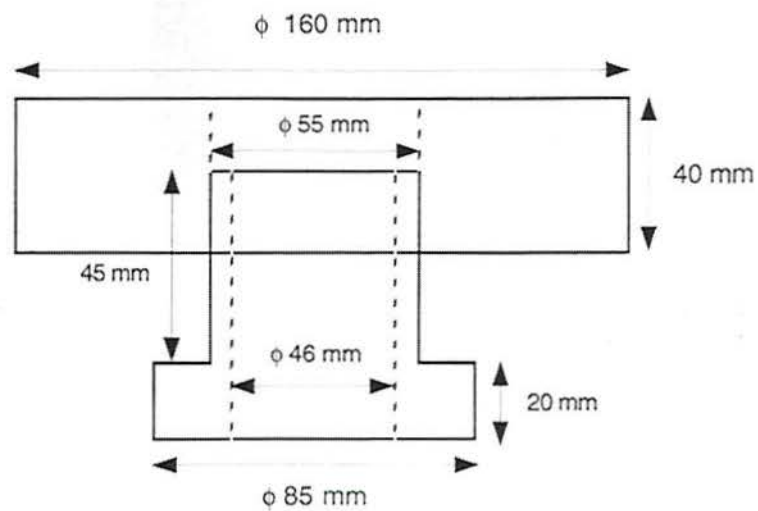


Figura 3.6 - Desenho esquemático da matriz para corpos de prova toroidais

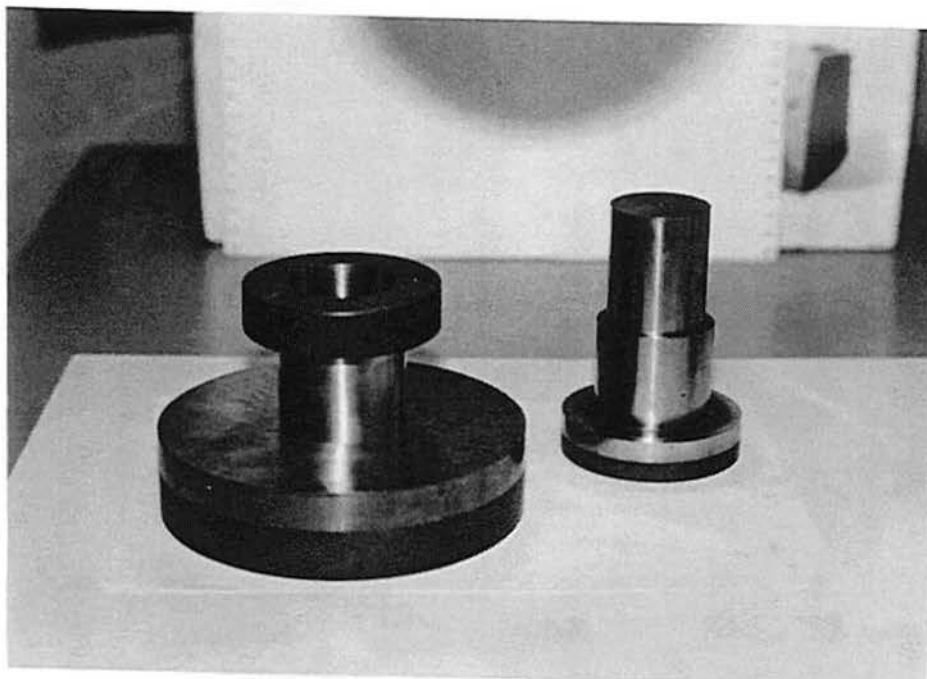


Figura 3.7 - Fotografia da matriz para corpos de prova toroidais

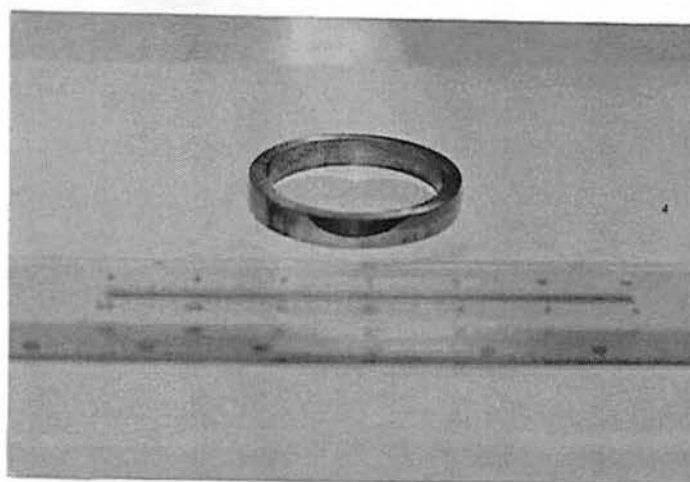


Figura 3.8 - Corpo de prova toroidal compactado

### 3.2.3 Sinterização

Para a sinterização das amostras, foi utilizado um forno tubular, com entrada e saída de atmosfera e flange refrigerada. Tanto os corpos de prova de resistividade e os toróides foram sinterizados segundo o ciclo ilustrado na figura 3.8, onde **T** representa a temperatura de sinterização propriamente dita (1100, 1200, 1300°C). A queima (burn-off) do lubrificante foi feita a 550°C, durante uma hora[14,36]. A figura 3.10 é um esquema do equipamento utilizado para a sinterização. A atmosfera utilizada durante todo o ciclo, em todos os casos, foi amônia dissociada (75% H<sub>2</sub> + 25% N<sub>2</sub>).

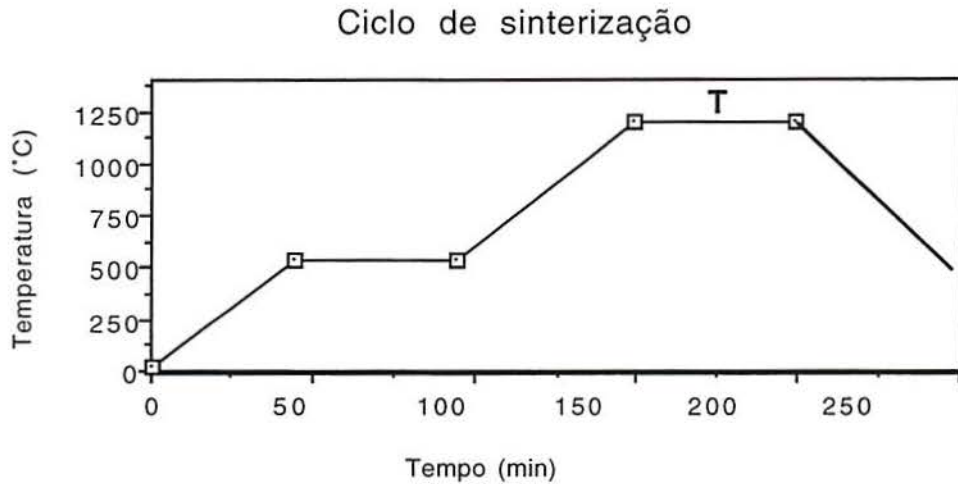


Figura 3.9 - ciclo de sinterização

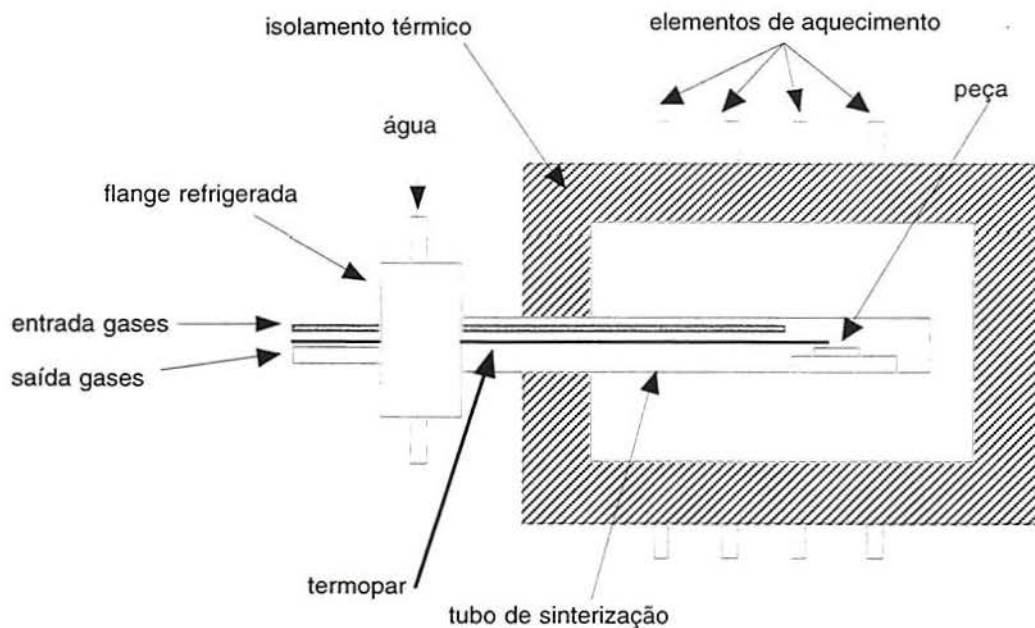


Figura 3.10 - forno de sinterização - esquemático

### 3.2.4 Medidas de resistividade

A resistividade dos corpos de prova prismáticos foi medida pelo método dos quatro terminais. Neste método, obtém-se a resistência da amostra pela aplicação de uma tensão nas extremidades do corpo de prova (através de dois terminais) e medida da corrente que circula na mesma, através dos outros dois terminais, como pode ser visualizado na figura 3.11. O aparelho de medida utilizado fornece diretamente o valor da resistência, em ohms, com uma precisão de  $10^{-4} \mu\Omega$ .

A resistividade é então determinada a partir da seguinte relação:

$$\rho = RA/l \quad (6)$$

onde  $\rho$  é a resistividade ( $\Omega \cdot m$ ),  $R$  é a resistência ( $\Omega$ ),  $A$  é a área da seção transversal ( $m^2$ ) e  $l$  é o comprimento do corpo de prova (m).

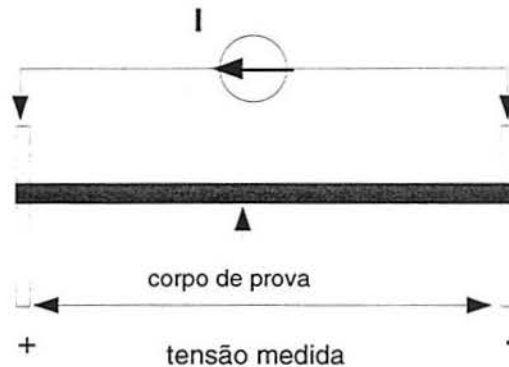


Figura 3.11 - Medida de resistividade pelo método dos quatro terminais

### 3.2.5 Medidas de propriedades magnéticas

Para a medida das propriedades magnéticas e traçado das curvas de histerese, foi adotada uma metodologia baseada na norma ASTM A773-91. Neste método, é utilizado um corpo de prova toroidal, no qual são feitos dois enrolamentos, um primário e um secundário, conforme pode ser visto no esquema da figura 3.12. No enrolamento primário é aplicada uma tensão alternada, gerando um campo magnético  $H$ . Este campo magnético alternado induz uma corrente elétrica no enrolamento secundário, e o campo magnético gerado devido a esta corrente induzida já sofre a influência do material, conforme exposto anteriormente. Um integrador e um divisor em série fornecem o valor de  $B$ .

Estas medições foram executadas em um equipamento ligado a um microcomputador, com um programa para aquisição de dados e traçado das curvas de histerese.

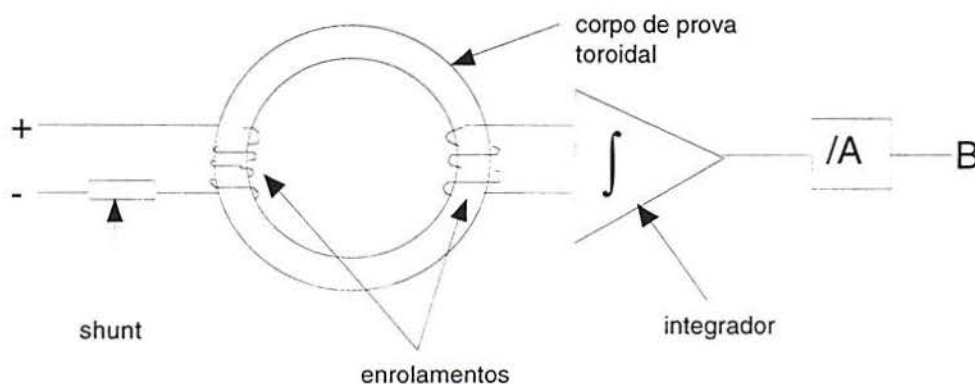


Figura 3.12 - Medida de propriedades magnéticas (esquemático)

### **3.2.6 Medidas de densidade e dimensional**

As densidades e principais dimensões, tanto dos corpos de prova de resistividade como dos toroidais foram medidas antes e depois da sinterização, para verificar a variação dimensional e densificação das peças durante o processo. As dimensões foram medidas com a utilização de um paquímetro digital com resolução de 0,01 milímetro, e as densidades foram calculadas medindo-se a massa dos corpos de prova e dividindo este valor pelo volume obtido através das medidas.



#### 4 Análise experimental: moldagem de pós por injeção

Na parte de MPI, foi preparada uma mistura de ferro-níquel, também com teor de 50% de níquel em peso, mais o sistema de ligantes. Foram injetados diversos corpos de prova cilíndricos, que foram submetidos a diferentes ciclos de extração do ligante e depois foram sinterizados. Foram avaliadas a eficiência dos ciclos de extração, variações dimensionais no processo, microestruturas e densidades após a sinterização. Estes valores de densidade foram comparados com os valores obtidos no processo de M/P, uma vez que este parâmetro é um indicador das propriedades magnéticas.

A figura 4.1 mostra esquematicamente o fluxo dos procedimentos experimentais adotados, que estão detalhados a seguir.

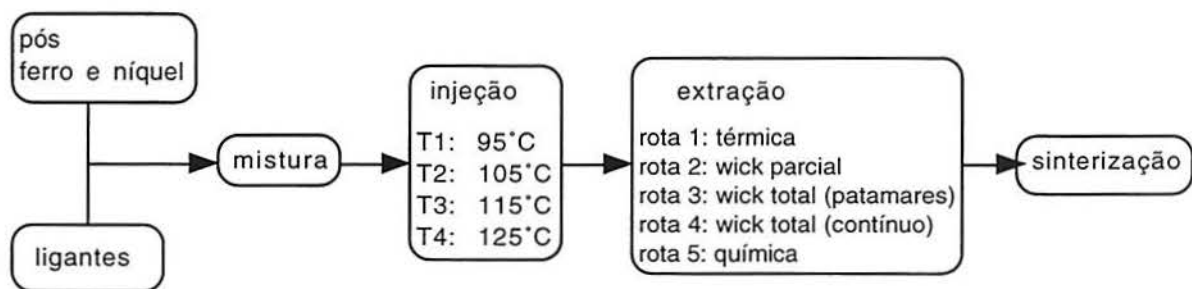


Figura 4.1 - Procedimento experimental

#### 4.1 Materiais utilizados

Na preparação da carga foram utilizados os seguintes materiais: pó de ferro, pó de níquel, parafina 140, cera de carnaúba tipo III, ácido esteárico e polietileno de baixa densidade. As tabelas 4.1, 4.2 e 4.3 informam as principais características de cada um destes materiais. O ponto de decomposição de cada um dos componentes foi determinado através de análises termogravimétricas. Estas análises foram realizadas numa balança termogravimétrica, com taxa de aquecimento de 10 K/min e atmosfera inerte de N<sub>2</sub>. Elas são utilizadas para determinação do ponto de decomposição final do material, que por sua vez é usado para se estabelecer os patamares do ciclo de extração. As figuras 4.2 e 4.3 são fotografias dos pós metálicos obtidas no MEV.

Tabela 4.1 - Propriedades do pó de ferro

Material	Ferro	
Fornecedor	ISP	
Designação	S-1641	
Comp. química	unidade	
Carbono	%	0.74
Oxigênio	%	0.62
Nitrogênio	%	0.68
Ferro	%	97.6
Tamanho médio de partícula	4,15 microns	
Dens. aparente	g/cm <sup>3</sup>	2.6

Tabela 4.2 - Propriedades do pó de níquel

Material	Níquel	
Fornecedor	INCO SSP	
Designação	Type 123	
Comp. química	unidade	
Carbono	%max	0.1
Enxofre	%max	0.001
Ferro	%max	0.01
Níquel	%	balanço
Tamanho médio de partícula	3 - 7 microns	
Dens. aparente	g/cm <sup>3</sup>	1,8 - 2,7

Tabela 4.3 - Ligantes utilizados

Material	ponto de fusão (°C)	densidade (g/cm <sup>3</sup> )	ponto de decomposição (°C)
parafina 140	59 - 62	0,90 - 0,93	335
cera de carnaúba tipo III	83 - 86	0.995	498
polietileno de baixa densidade	110	0,91 - 0,93	542
ácido esteárico	68 - 70	-	272

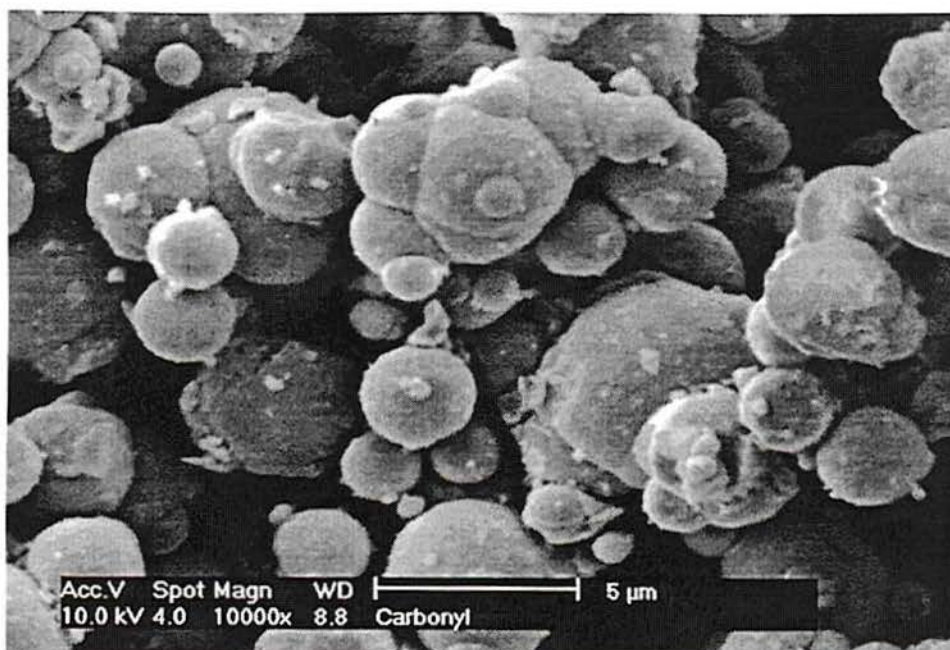


Figura 4.2 - Pó de ferro (MEV)

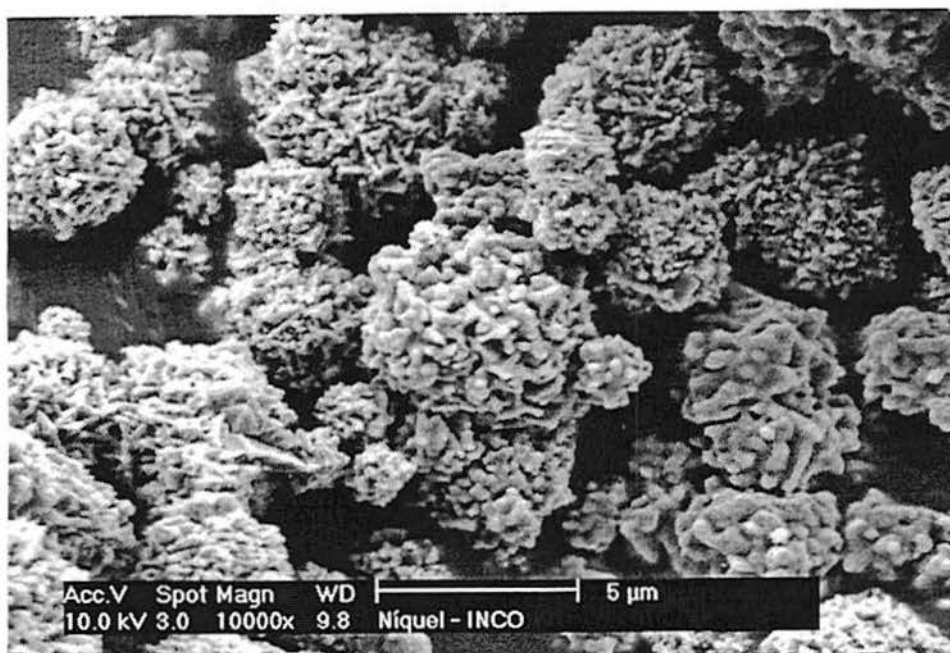


Figura 4.3 - Pó de níquel (MEV)

## 4.2 Equipamento de injeção

Para a injeção dos corpos de prova, foi utilizada uma injetora de baixa pressão, marca Peltzman, modelo MIGL-33. Este equipamento possui um tanque misturador, no qual a carga pode ser totalmente preparada e injetada diretamente, com capacidade de 4 litros por batelada. Deste modo, a etapa de peletização da carga é dispensada, e não é necessária a utilização de um equipamento misturador adicional.

Para a injeção, o tanque de mistura é preenchido com ar, que força a saída do material pelo canal injetor, localizado no fundo do tanque. Quando o tanque está pressurizado e é dado início ao ciclo de injeção, uma válvula de esfera é aberta, permitindo a passagem do material até o orifício de saída, onde está posicionada a matriz. O tempo de abertura desta válvula é controlável, permitindo que seja estabelecido o tempo correto para o preenchimento total da cavidade da matriz, além de uma pressão de recalque após este preenchimento.

A injetora possui ainda um controle de temperatura independente para o tanque de mistura, para o canal de injeção e para o orifício de injeção. A temperatura máxima obtida, em todos os três estágios, é de 150°C. A figura 4.4 mostra um esquema básico da injetora, e a figura 4.5 é uma fotografia da mesma.

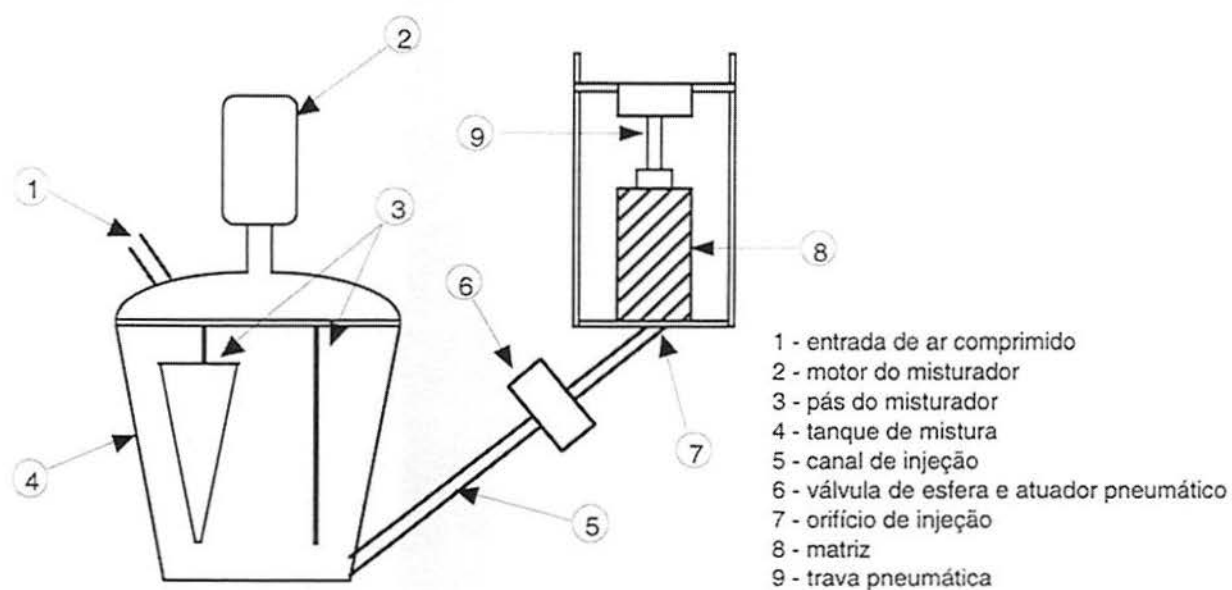


Figura 4.4 - Esquema da injetora de baixa pressão

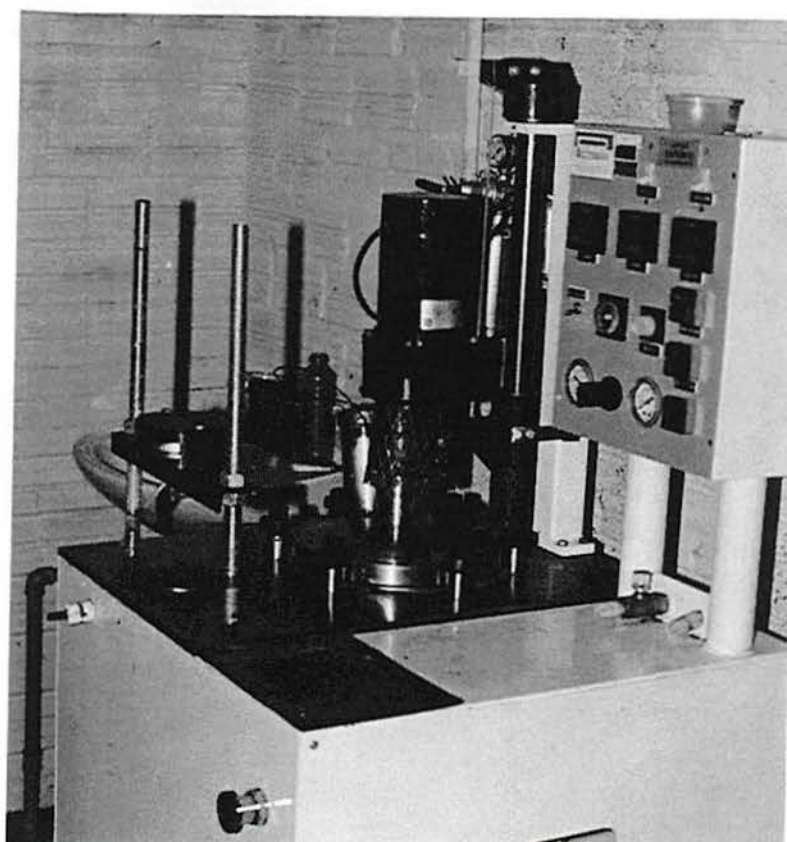


Figura 4.5 - Fotografia da injetora

### 4.3 Preparação da carga e mistura

A carga foi preparada com a composição mostrada na tabela 4.4. Foi preparada uma carga com massa total de 2 kg. É importante observar que quando o nível da carga está muito baixo no tanque, os corpos de prova obtidos são insatisfatórios, pois pode ocorrer entrada de ar no canal de injeção, prejudicando o preenchimento correto da matriz.

Tabela 4.4 - Composição da carga

proporção pó:ligante (em peso): 90:10
proporção ferro:níquel (em peso): 50:50
composição do ligante (em peso)
2% ácido esteárico
8% polietileno de baixa densidade
20% cera de carnaúba
70% parafina 140

Inicialmente, a parafina, a cera de carnaúba e o ácido esteárico foram colocados no tanque, até a sua fusão total. A seguir, foi adicionado o polietileno de baixa densidade e foi iniciada a mistura, até que o sistema se apresentasse homogêneo visualmente. A seguir, foram adicionados os pós de ferro e níquel, em pequenas porções, para facilitar o processo de mistura. Após a preparação da carga, o misturador permaneceu em funcionamento por aproximadamente 12 horas, para garantir uma boa distribuição dos pós no sistema de ligantes e conferir à mistura uma boa homogeneidade.

### 4.4 Injeção

A partir da carga preparada, foram injetados corpos de prova cilíndricos, numa matriz simples, sem canais de injeção, com 20 mm de altura e 20 mm de diâmetro. Foi utilizada uma pressão de 0,2 MPa, e foram estabelecidas quatro temperaturas distintas de mistura e injeção, 95, 105, 115 e 125° C. O perfil de temperaturas foi mantido homogêneo, isto é, todos os estágios de injeção (tanque, canal e orifício) foram mantidos à mesma temperatura.

### 4.5 Extração do ligante

Existem basicamente seis técnicas de extração do ligante, que podem ser classificadas em térmicas ou químicas, ou uma combinação destas. A literatura detalha bem os aspectos teóricos e práticos de cada uma delas [17]. Os ciclos de extração são projetados a partir dos dados termogravimétricos dos componentes do sistema de ligantes, e na maioria dos casos envolvem etapas de aquecimento e patamares [21,22], mas podem também ser contínuos, a baixas taxas de aquecimento, sem a utilização de patamares[23].

Neste trabalho, foram propostas cinco rotas distintas de extração, descritas a seguir:

• rota 1: extração puramente térmica, sem o auxílio da extração capilar. Neste caso, as peças injetadas não foram envoltas em material poroso quando levadas ao forno. Foi projetado um ciclo de extração com rampas e patamares de extração a partir das análises termogravimétricas dos componentes do sistema de ligantes, conforme ilustrado na figura 4.6.

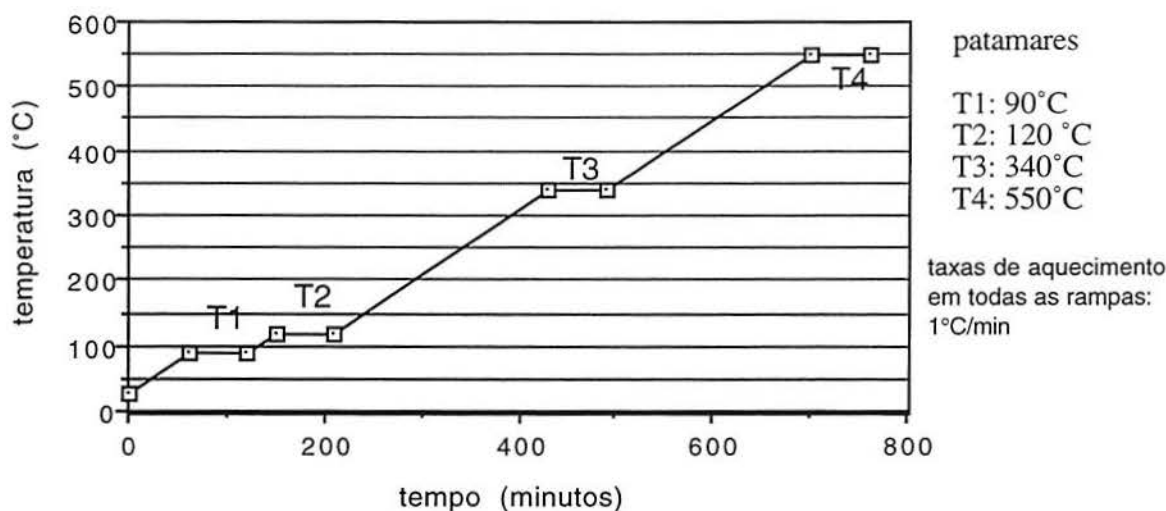


Figura 4.6 - Ciclo de extração térmica com patamares

• rota 2: extração térmica com extração capilar até o primeiro patamar do ciclo. As peças foram colocadas no forno envoltas em pó de alumina, cujo tamanho médio de partícula é 2,46  $\mu\text{m}$ . Após o final do primeiro patamar do mesmo ciclo anterior, o forno foi resfriado e as peças foram retiradas da alumina. A seguir, as peças foram levadas novamente ao forno, e o ciclo foi reiniciado a partir do segundo patamar.

• rota 3: extração térmica com extração capilar durante todo o ciclo. A diferença, neste caso, foi que as peças ficaram envoltas na alumina durante todo o ciclo de extração, até o resfriamento. Foram realizados cinco ciclos, com variação na duração dos patamares T1, T2, T3 e T4. Os mesmos tiveram durações de 1, 2, 3, 4 e 5 horas.

• rota 4: extração térmica com extração capilar durante todo o ciclo. A diferença desta rota em relação à anterior é que não foram utilizados patamares; o ciclo de aquecimento foi contínuo, com taxas de aquecimento de 0,4; 0,6; 0,8 e 1,0 K/min, conforme ilustrado na figura 4.7.

• rota 5: extração química seguida de extração térmica. Antes da extração térmica, as peças foram submetidas a uma extração por solvente, com o objetivo de dissolver a cera e a parafina. Foram utilizados como solventes o heptano e o tetracloreto de carbono, ambos P.A. O equipamento utilizado para a extração química está esquematizado na figura 4.8.

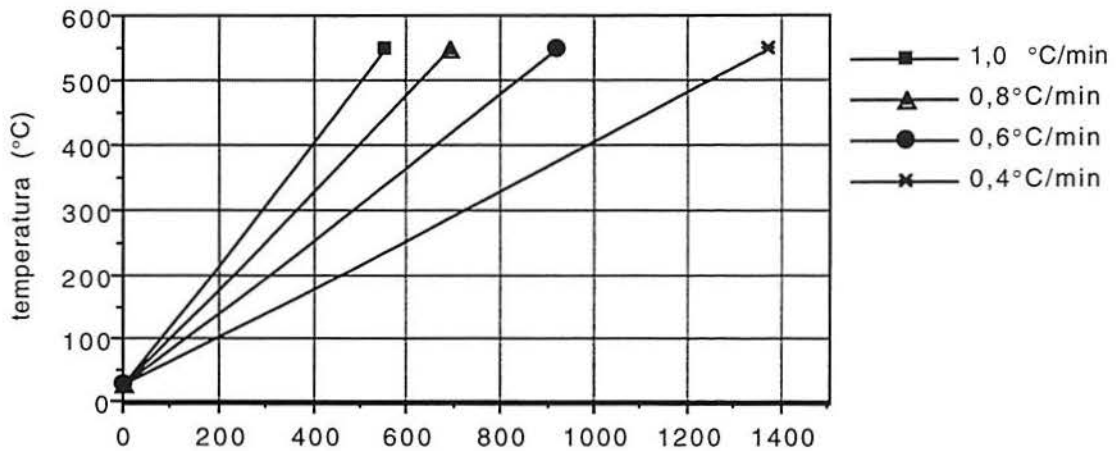


Figura 4.7 - Ciclo de extração térmica contínuo

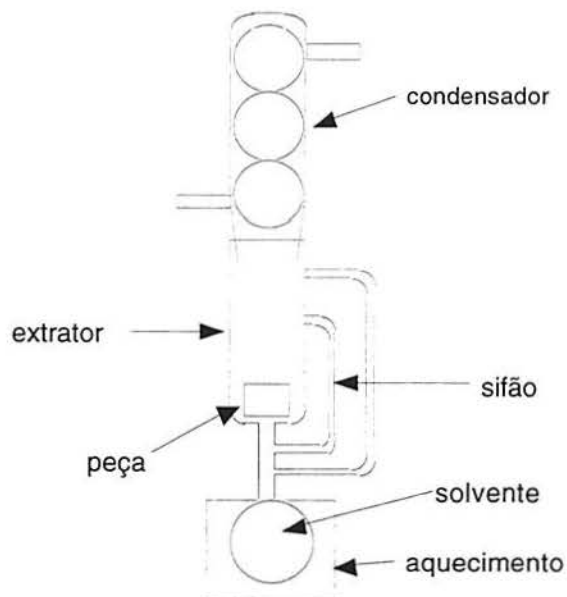


Figura 4.8 - Equipamento para extração química

#### 4.3.4 Sinterização

A sinterização das amostras foi realizada no mesmo equipamento utilizado anteriormente, só o ciclo foi ligeiramente modificado. Neste caso, a etapa de extração do lubrificante foi abolida, e foi utilizado um patamar único de sinterização de 1200°C, durante uma hora, para todas as amostras. A atmosfera utilizada também foi amônia dissociada.

## 5 Resultados e discussão: metalurgia do pó convencional

### 5.1 Corpos de prova prismáticos

Os corpos de prova prismáticos foram compactados basicamente para avaliação da resistividade da liga, compactada e sinterizada em diferentes condições. Porém, os mesmos foram também utilizados para verificação das variações dimensionais devido à sinterização, obtenção de curvas de compressibilidade e análises metalográficas.

A tabela 5.1 resume e identifica as condições de compactação e sinterização destes corpos de prova.

Tabela 5.1 - Identificação dos corpos de prova prismáticos (liga Fe-50%Ni; atmosfera de sinterização 75% $H_2$  + 25% $N_2$ )

corpo de prova	pressão compac. (MPa)	temp. sint. (°C)
1.1	274	1100
1.2	431	"
1.3	548	"
1.4	666	"
1.5	784	"
2.1	274	1200
2.2	431	"
2.3	548	"
2.4	666	"
2.5	784	"
3.1	274	1300
3.2	431	"
3.3	548	"
3.4	666	"
3.5	784	"

#### 5.1.1 Análise dimensional

A tabela 5.2 mostra as medidas obtidas para as dimensões de comprimento, largura e altura dos corpos de prova, antes e depois da sinterização, conforme esquema mostrado na figura 5.1. A tabela 5.3 mostra a variação dimensional percentual para estas dimensões causada pela sinterização. A identificação dos corpos de prova em todas as tabelas subsequentes segue a identificação mostrada na tabela 5.1.

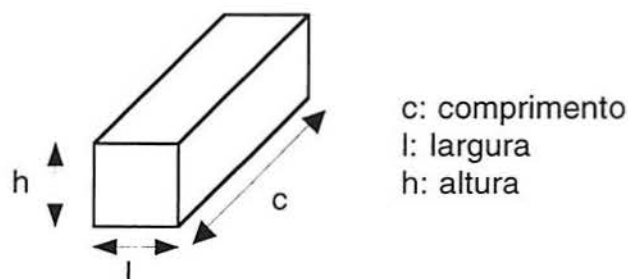


Figura 5.1 - Dimensões dos corpos de prova prismáticos



Tabela 5.2 - Dimensões dos corpos de prova antes e depois da sinterização

CP	Cv	Cs	Lv	Ls	hv	hs
1.1	50.12	50.43	5.06	5.13	5.51	5.58
1.2	50.10	50.42	5.05	5.12	5.66	5.67
1.3	50.13	50.44	5.04	5.15	5.70	5.79
1.4	50.16	50.50	5.08	5.13	5.63	5.68
1.5	50.22	50.47	5.10	5.14	5.74	5.75
2.1	50.17	50.72	5.03	5.15	5.49	5.63
2.2	50.19	50.72	5.02	5.14	5.47	5.63
2.3	50.15	50.86	5.11	5.24	5.30	5.41
2.4	50.11	50.79	5.07	5.22	5.43	5.58
2.5	50.10	50.84	5.05	5.17	5.37	5.40
3.1	50.10	51.04	5.07	5.18	5.63	6.15
3.2	50.13	51.17	5.07	5.23	5.72	5.90
3.3	50.16	51.06	5.06	5.19	5.42	5.88
3.4	50.22	51.23	5.09	5.23	5.38	5.69
3.5	50.17	50.28	5.05	5.14	5.32	5.59

CP - corpo de prova  
 Cv - comprimento verde (mm)  
 Cs - comprimento sinterizado (mm)  
 Lv - largura verde (mm)  
 Ls - largura sinterizada (mm)  
 hv - altura verde (mm)  
 hs - altura sinterizada (mm)

Tabela 5.3 - Variação dimensional percentual dos corpos de prova prismáticos

CP	$\Delta c\%$	$\Delta l\%$	CP	$\Delta c\%$	$\Delta l\%$	CP	$\Delta c\%$	$\Delta l\%$
1.1	0.62	1.38	2.1	1.09	2.39	3.1	1.88	2.17
1.2	0.64	1.39	2.2	1.06	2.39	3.2	2.07	3.15
1.3	0.62	2.18	2.3	1.42	2.54	3.3	1.79	2.57
1.4	0.68	0.98	2.4	1.38	2.96	3.4	2.01	2.75
1.5	0.5	0.78	2.5	1.48	2.38	3.5	0.22	1.78

CP - corpo de prova  
 $\Delta c\%$  - variação dimensional percentual no comprimento  
 $\Delta l\%$  - variação dimensional percentual na largura

As figuras 5.2 e 5.3 mostram as médias para as variações percentuais destas dimensões.

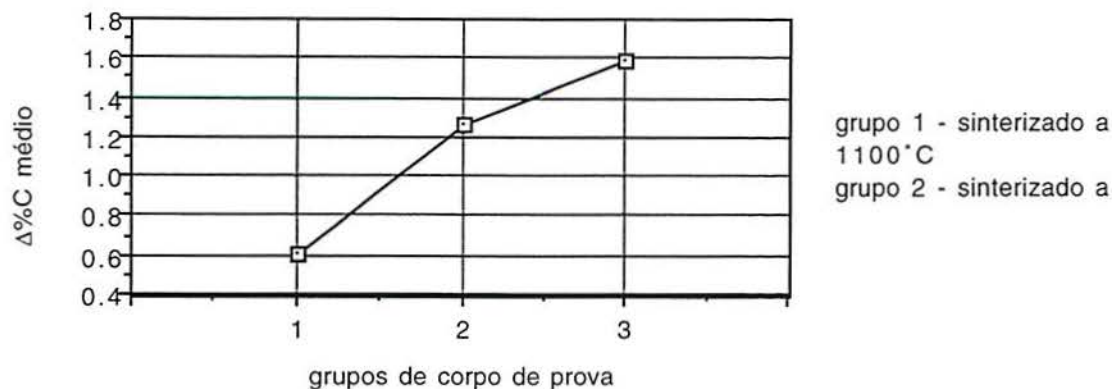


Figura 5.2 - Variação percentual do comprimento devido à sinterização

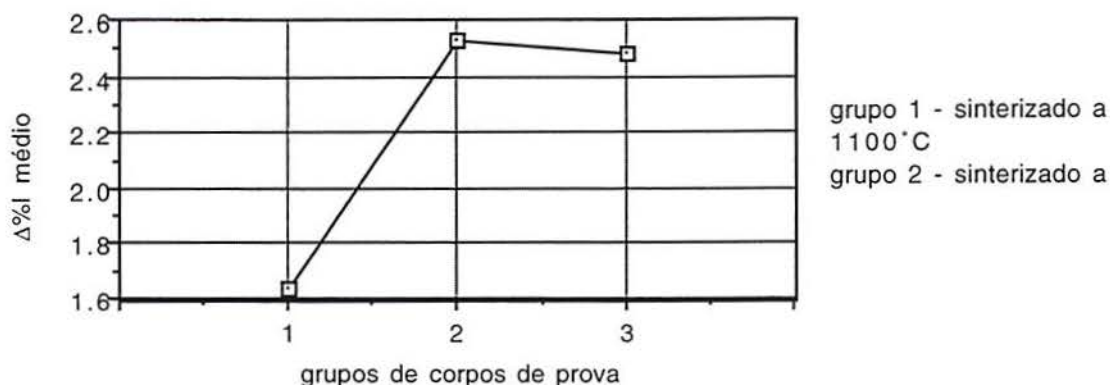


Figura 5.3 - Variação percentual da largura devido à sinterização

Percebe-se que os corpos de prova, em todos os casos, apresentam medidas ligeiramente superiores às dimensões da matriz. Este fenômeno é conhecido como “expansão verde” [39] e é devido à recuperação elástica que ocorre durante a ejeção do compactado da matriz[34]. Sendo a distribuição da pressão aplicada durante a compactação não uniforme em toda a seção do corpo de prova, é de se esperar que algumas regiões do compactado apresentem deformações elásticas, contribuindo para esta expansão.

As medidas de altura não foram consideradas nesta análise porque as mesmas não deveriam, a princípio, apresentar medidas com valores próximos. Espera-se que a altura do corpo de prova diminua com o aumento da pressão de compactação, considerando-se a mesma massa de pó a ser compactada em todos os casos. Contudo, sempre houve perdas de pó no processo de compactação, invalidando esta análise. Além disso, a altura do corpo de prova está relacionada com a compressibilidade do pó e tem relação estreita com a densidade verde obtida. Este fato é analisado mais detalhadamente no item a seguir.

Após a sinterização, ao contrário do que era esperado, os corpos de prova, em nenhum caso, apresentaram contração, e sim uma pequena expansão, conforme pode ser visto nas tabelas 5.2 e 5.3 e nas figuras 5.2 e 5.3. Nota-se que a variação percentual no comprimento segue uma certa tendência, isto é, quanto maior a temperatura de sinterização, maior esta variação, como está ilustrado claramente na figura 5.2. Já na largura, esta tendência não é claramente observada, embora em temperaturas de 1200 e 1300°C tenha sido maior que a 1100°C.

Esta expansão na sinterização pode ser causado por vários fatores, dos quais podem ser destacados[15,39]:

- reações químicas, como entre grafita e oxigênio ou, eventualmente, entre o oxigênio da atmosfera de sinterização e o oxigênio da massa sob sinterização, podem levar à expansão;
- a formação de ligas que pode ocorrer entre dois ou mais pós elementares muito frequentemente leva à expansão. Quando um elemento se dissolve no outro, pode ocorrer tanto expansão como contração do reticulado da matriz (solvente). As soluções sólidas do tipo intersticial provocam expansão do reticulado e, em consequência, da peça. As soluções sólidas substitucionais também podem levar à expansão do reticulado, dependendo da deformação que causam no

reticulado cristalino da matriz do solvente;

- o excesso de lubrificante em peças compactadas a densidade elevada pode causar a expansão, pois as substâncias gasosas decorrentes da queima do lubrificante podem não escapar, expandindo a peça;
- a alteração dimensional varia de pó para pó. Pós de ferro cujas partículas possuem quantidades apreciáveis de poros pequenos tendem a contrair, enquanto que outros tipos de pós, sem estes poros, tendem a expandir. Por esta razão, costuma-se efetuar misturas de vários tipos do mesmo pó, para assegurar uma desejada alteração dimensional.

Na liga em estudo, todos os fatores acima podem ter contribuído para esta expansão após a sinterização, pois foi utilizado um teor de lubrificante de 1% em peso, apenas um tipo de pó de ferro e níquel e houve formação de liga. A estrutura esperada para esta liga é monofásica, formada por uma solução sólida de níquel em austenita[1]. Como foi citado anteriormente, a distribuição do níquel na microestrutura de produtos sinterizados não é uniforme, devido ao efeito Kirkendall e, a medida que mais níquel é adicionado à liga, a expansão que ocorre aumenta, e atinge um máximo em torno de 50% em peso de níquel.

É bastante provável que neste caso ocorreu este efeito, o qual, em conjunto com os outros fatores citados, contribuiu para a expansão durante a sinterização. Uma maneira de identificar este fenômeno seria através de análises de microsonda, para verificar como o níquel está distribuído na matriz e se os poros formados realmente estão nas vizinhanças das regiões ricas em níquel, como citado no item 2.6.10.

Quanto à precisão das medidas obtidas após a sinterização, estas seguiram o mesmo padrão apresentado pelas medidas no estado verde, com uma precisão maior que 0,1 mm. Este valor está bem abaixo das tolerâncias típicas que são exibidas por peças sinterizadas, conforme pode ser visto na tabela 5.4[15].

Tabela 5.4 - Tolerâncias típicas de peças sinterizadas

Material	estado sinterizado	estado calibrado
latão	± 0,089 mm	± 0,013 mm
bronze	± 0,089 mm	± 0,013 mm
alumínio	± 0,051mm	± 0,013 mm
ferro	± 0,025 mm	± 0,013 mm
aço-liga ao Cu	± 0,038 mm	± 0,025 mm
aço liga ao Ni	± 0,038 mm	± 0,025 mm
aço inoxidável	± 0,025 mm	± 0,013 mm

As tolerâncias menores e a flutuação nos valores pode ser creditada a um processo de homogeneização e mistura dos pós entre si e com o lubrificante mal sucedida e à ocorrência do efeito Kirkendall durante a sinterização. Se os componentes não estão bem homogeneizados e misturados entre si, a formação da liga durante a sinterização pode ficar prejudicada, além da retirada do lubrificante se dar de maneira não uniforme. Estes fatores contribuem para diminuir a estabilidade dimensional dos corpos de prova, tanto no estado verde como após a sinterização.

O uso de pós pré-ligados, e não pós elementares, a diminuição do teor de lubrificante e um maior controle do processo de homogeneização e mistura dos pós, com a utilização de outros tipos de misturadores, variação no tempo de mistura e velocidade de rotação do misturador devem levar a misturas mais homogêneas, e, conseqüentemente, a resultados mais uniformes com menores tolerâncias.

### 5.1.2 Análise de densidades

As densidades dos corpos de prova foram avaliadas antes e depois da sinterização. A partir das densidades verdes, foram estabelecidas as curvas de compressibilidade, que podem ser visualizadas na figura 5.4. A figura 5.5 mostra as densidades após a sinterização. A tabela 5.5 mostra a massa dos CP's antes e depois da sinterização, a perda de massa absoluta e percentual ocorrida no processo e as densidades verdes e após a sinterização, com a respectiva variação percentual.

Tabela 5.5 - Massas e densidades dos CP's, antes e depois da sinterização

CP	mv	ms	$\Delta m$	$\Delta m\%$	dv	ds	$\Delta d\%$
1.1	10.158	10.012	0.146	-1.44	7.26	6.93	-4.54
1.2	10.289	10.140	0.149	-1.44	7.18	6.93	-3.48
1.3	10.554	10.406	0.148	-1.40	7.32	6.92	-5.46
1.4	10.324	10.141	0.183	-1.77	7.20	6.89	-4.31
1.5	10.493	10.406	0.087	-0.83	7.13	6.98	-2.10
2.1	10.451	9.999	0.452	-4.32	7.54	6.80	-9.81
2.2	10.288	9.998	0.280	-2.81	7.46	6.81	-8.70
2.3	10.390	9.887	0.503	-4.84	7.64	6.86	-10.21
2.4	10.309	10.221	0.088	-0.85	7.47	6.90	-7.63
2.5	10.056	9.920	0.136	-1.35	7.40	6.99	-5.54
3.1	10.530	10.156	0.014	-0.13	7.36	6.25	-15.08
3.2	10.294	10.272	0.022	-0.21	7.08	6.50	-8.19
3.3	10.369	10.147	0.222	-2.14	7.54	6.51	-13.66
3.4	10.462	10.315	0.147	-1.40	7.60	6.77	-10.92
3.5	10.284	10.241	0.043	-0.42	7.63	7.09	-7.08

CP - corpo de prova

mv - massa verde (g)

ms - massa sinterizada (g)

$\Delta m$  - variação de massa (g)

$\Delta m\%$  - variação percentual de massa

dv - densidade verde (g/cm<sup>3</sup>)

ds - densidade sinterizada (g/cm<sup>3</sup>)

$\Delta d\%$  - variação percentual de densidade

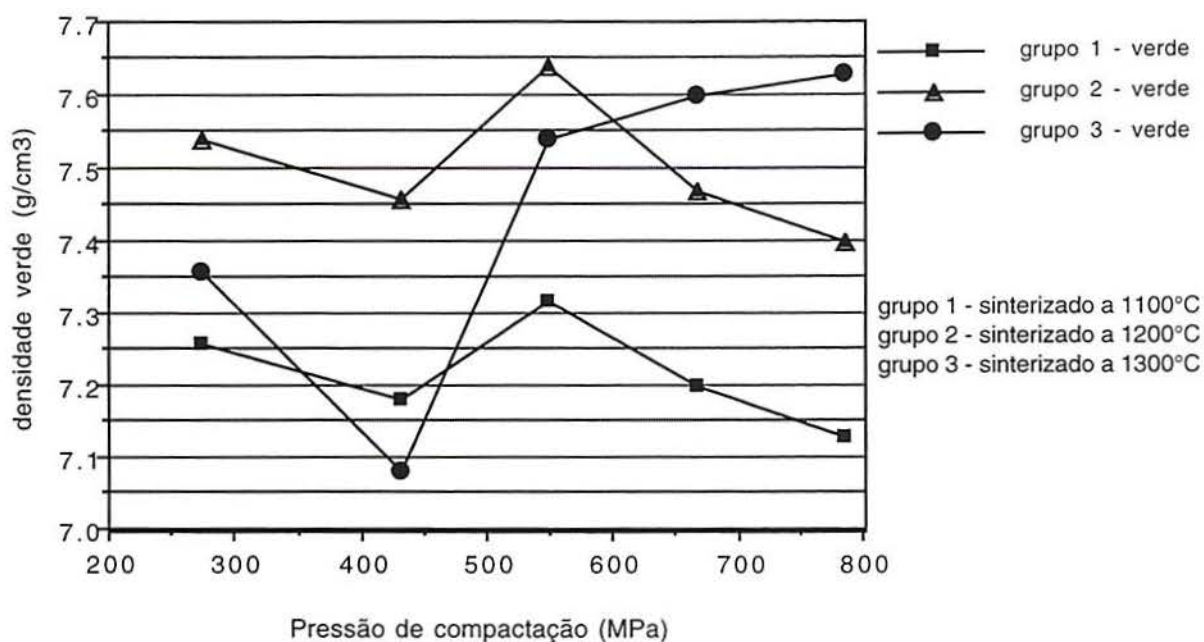


Figura 5.4 - Curvas de compressibilidade

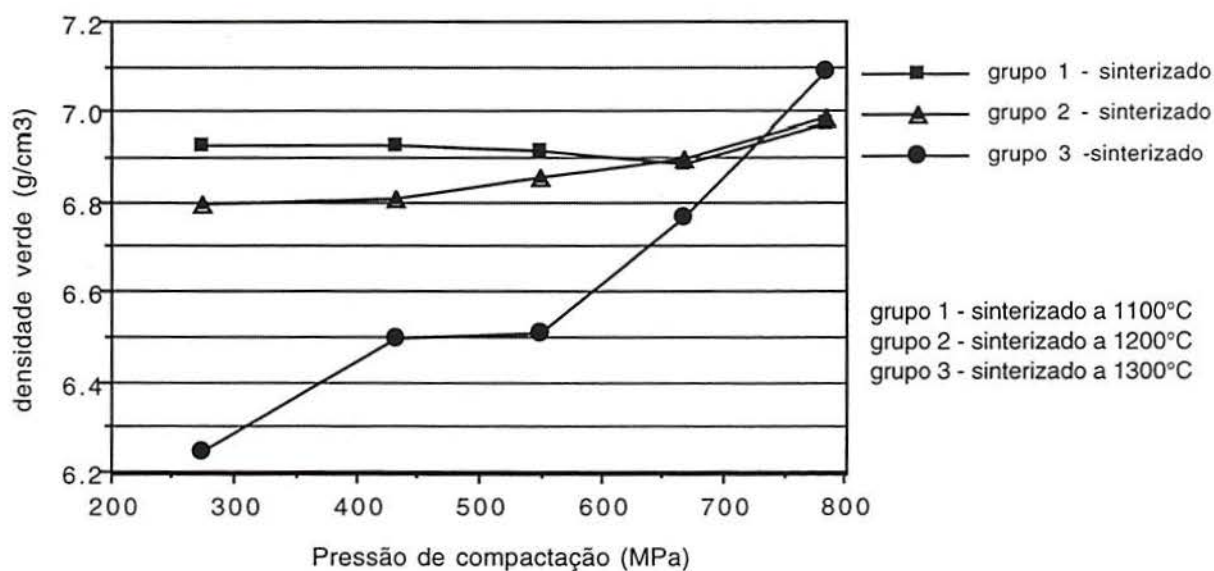


Figura 5.5 - Densidades após a sinterização para os três grupos de CP's.

A partir das curvas de compressibilidade, observa-se que a máxima densidade verde obtida ( $7,64 \text{ g/cm}^3$ ) foi na pressão de 548 MPa. A menos de erros ou imprecisões nas medidas, pode ser inferido que compactações acima desta pressão, para estes pós utilizados, não produzem maior densificação. Para a liga Fe-50%Ni recomenda-se a utilização de pressões da ordem de 690 MPa, para obtenção de densidades da ordem de  $7,5 \text{ g/cm}^3$  [40].

Pela análise das curvas de compressibilidade mostradas na figura 5.5, observa-se que estas curvas apresentam muita flutuação nos valores, ou seja, para mesma pressão de

compactação os valores de densidade obtidos variaram muito. Isto significa que não há reprodutibilidade desta medida, indicando novamente um processo de mistura não satisfatório. Além disso, como pode ser visto na tabela 5.5, as perdas de massa (devido à queima do lubrificante) também não foram uniformes. A perda deveria manter-se em valores próximos a 1%, e não foi o que ocorreu. Este é mais um forte indicador de uma mistura não adequada.

Quanto às densidades após a sinterização, naturalmente elas diminuíram, acompanhando a expansão dimensional e a perda de massa devido ao processo de sinterização. A maior densidade após a sinterização que foi observada foi  $7,09 \text{ g/cm}^3$ , abaixo dos valores apresentados na literatura, entre  $7,4$  e  $7,5 \text{ g/cm}^3$ . Em média, estes valores mantiveram-se entre  $6,7$  e  $6,9 \text{ g/cm}^3$ .

### 5.1.3 Resistividade

A tabela 5.6 mostra os valores de resistência medidos para cada corpo de prova e as respectivas resistividades, calculadas a partir da área da seção transversal média. As figuras 5.6, 5.7 e 5.8 mostram a resistividade em função da densidade dos CP's.

Tabela 5.6 - Valores de resistência e resistividade

CP	área seção (mm <sup>2</sup> )	resistência medida (mΩ)	resistividade $\mu\Omega\cdot\text{m}$
1.1	28.47	0.2210	0.3223
1.2	28.50	0.2260	0.3227
1.3	28.57	0.2035	0.2914
1.4	27.60	0.2018	0.2805
1.5	29.17	0.2058	0.3003
2.1	28.98	0.2708	0.3879
2.2	28.93	0.2755	0.3895
2.3	27.83	0.2520	0.3622
2.4	28.17	0.2515	0.3598
2.5	28.18	0.2658	0.3721
3.1	32.28	0.3709	0.5858
3.2	30.18	0.3300	0.5035
3.3	30.81	0.3409	0.5223
3.4	29.85	0.3330	0.5118
3.5	28.35	0.1900	0.2659

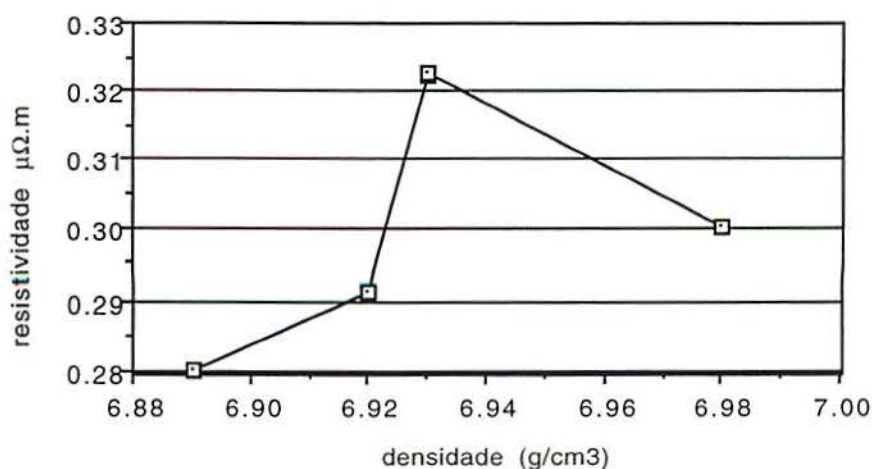


Figura 5.6 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a  $1100^\circ\text{C}$

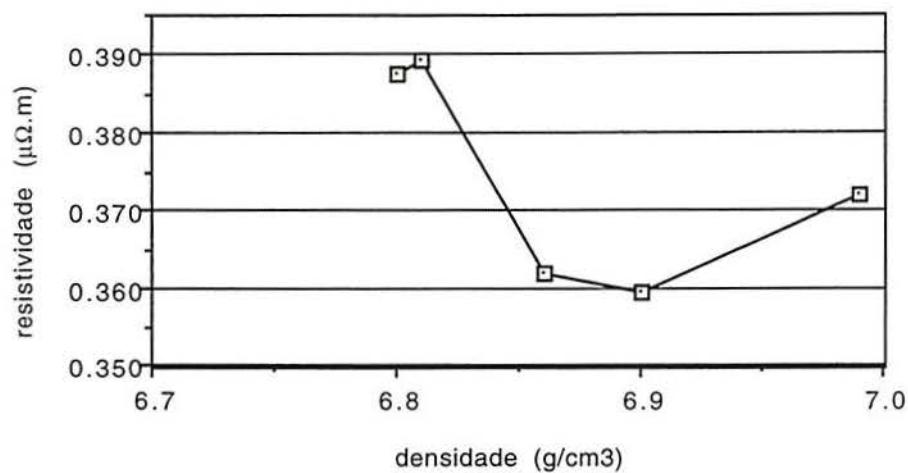


Figura 5.7 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a 1200°C

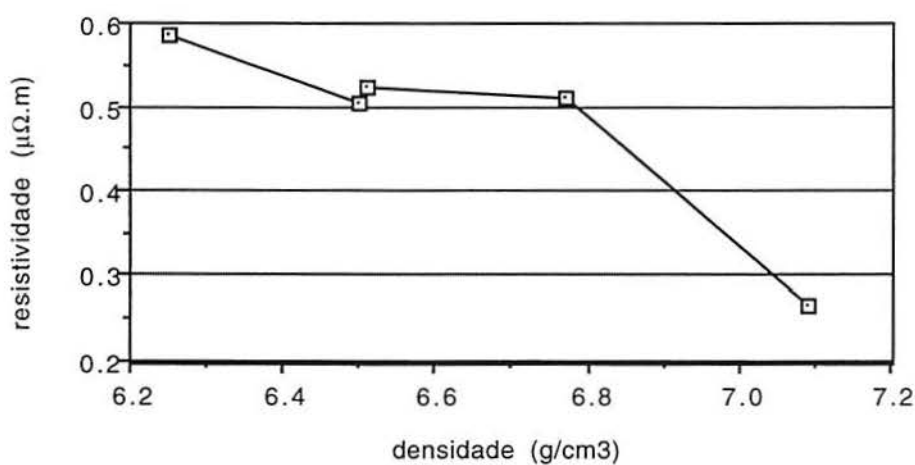


Figura 5.8 - Resistividade da liga Fe-50%Ni sinterizada a 1300°C

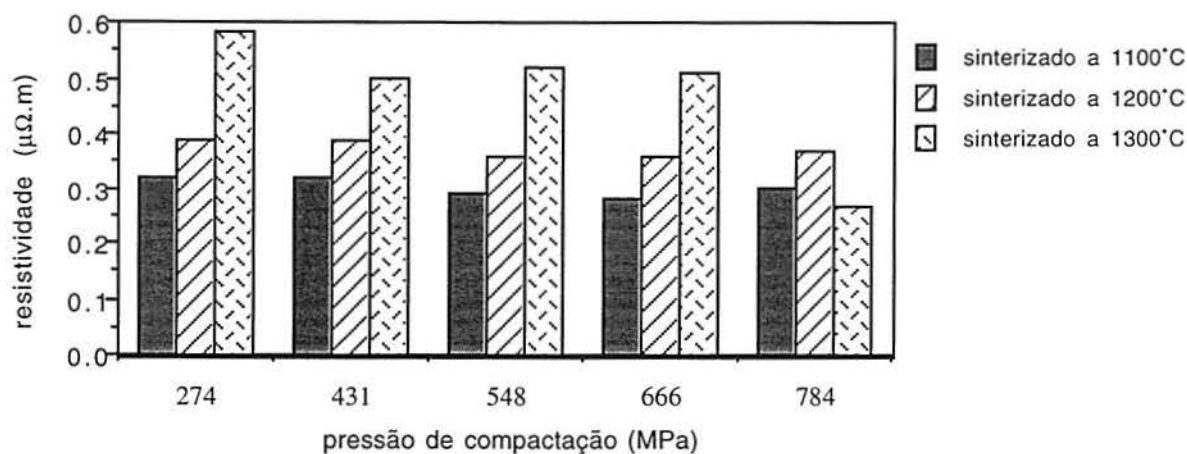


Figura 5.9 - Gráfico comparativo das resistividades

Para os corpos de prova sinterizados a 1100 e 1200°C, não foi observada uma tendência clara de queda da resistividade com o aumento da densidade, mas sim valores oscilantes.

Apenas na temperatura de sinterização de 1300°C verificou-se um comportamento semelhante ao apontado pela literatura, isto é, quanto maior a densidade, menor a resistividade. Além disso, de uma maneira geral a resistividade aumentou significativamente com o aumento da temperatura de sinterização.

Os valores de resistividade para ligas Fe-50%Ni, segundo a literatura[1], são da ordem de 0,6 a 0,78  $\mu\Omega\cdot\text{m}$ , para densidades de 6,8 a 7,5  $\text{g/cm}^3$ , respectivamente, bem acima dos valores obtidos neste trabalho. Partindo da resistividade do ferro puro, da ordem de 0,1  $\mu\Omega\cdot\text{m}$ , e considerando que, em ligas monofásicas (caso da liga Fe-50%Ni), a resistividade aumenta com o aumento da concentração de elementos de liga[16], pode-se dizer que os valores de resistividade determinados neste trabalho são intermediários entre os do ferro puro e da liga considerada. A partir destas considerações, e novamente levando-se em conta os efeitos de temperaturas mais altas na sinterização[12], é possível afirmar que a sinterização em 1300°C auxiliou na formação da liga, em fase austenítica, ao contrário das outras temperaturas. Provavelmente, em temperaturas inferiores a 1300°C não houve uma completa homogenização na formação da liga durante a sinterização, diminuindo a resistividade.

Somando-se a isto os fatos, que já foram abordados anteriormente, de uma mistura insatisfatória e de uma possível ocorrência do efeito Kirkendall, é possível explicar as flutuações no valores obtidos e no aumento da resistividade com a temperatura de sinterização.

#### 5.1.4 Metalografias

As figuras 5.10, 5.11 e 5.12 mostram as microestruturas obtidas para temperaturas de sinterização de 1100, 1200 e 1300°C, respectivamente, com ataque químico (nital 4%). A pressão de compactação dos três corpos de prova foi de 548 MPa; não são mostradas todas as micrografias porque as mesmas mostraram-se muito parecidas, independente da pressão de compactação utilizada. Todas as fotografias foram feitas com aumento de 100 X.

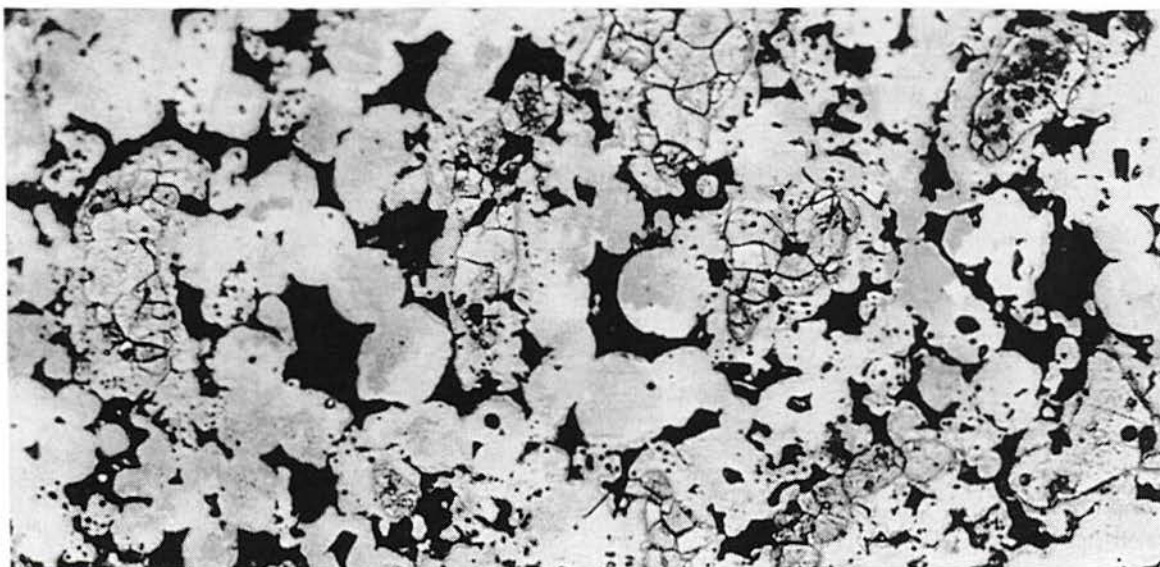


Figura 5.11 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1100°C.



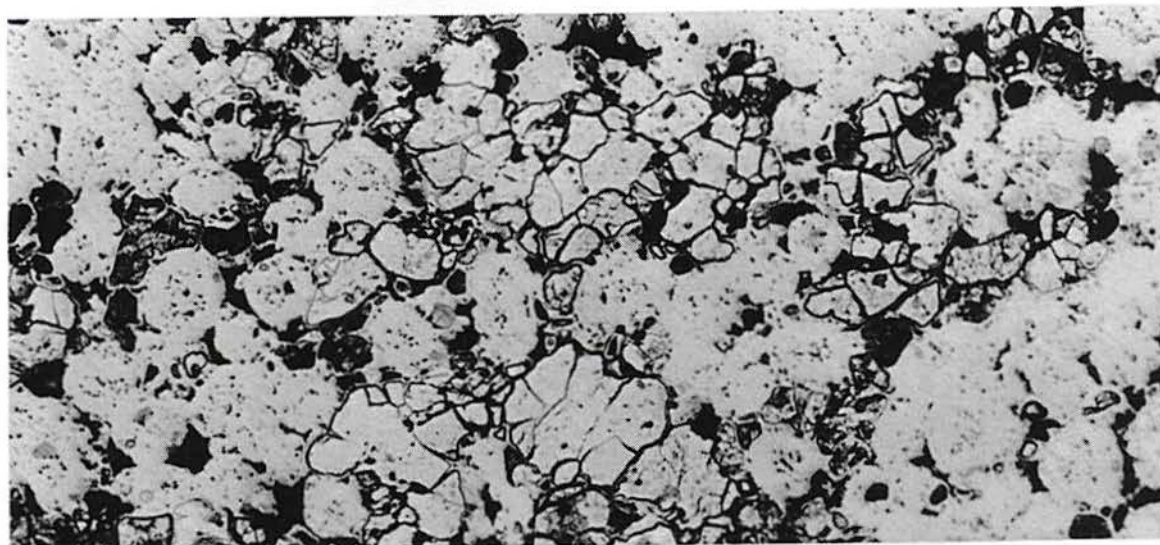


Figura 5.12 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1200°C.

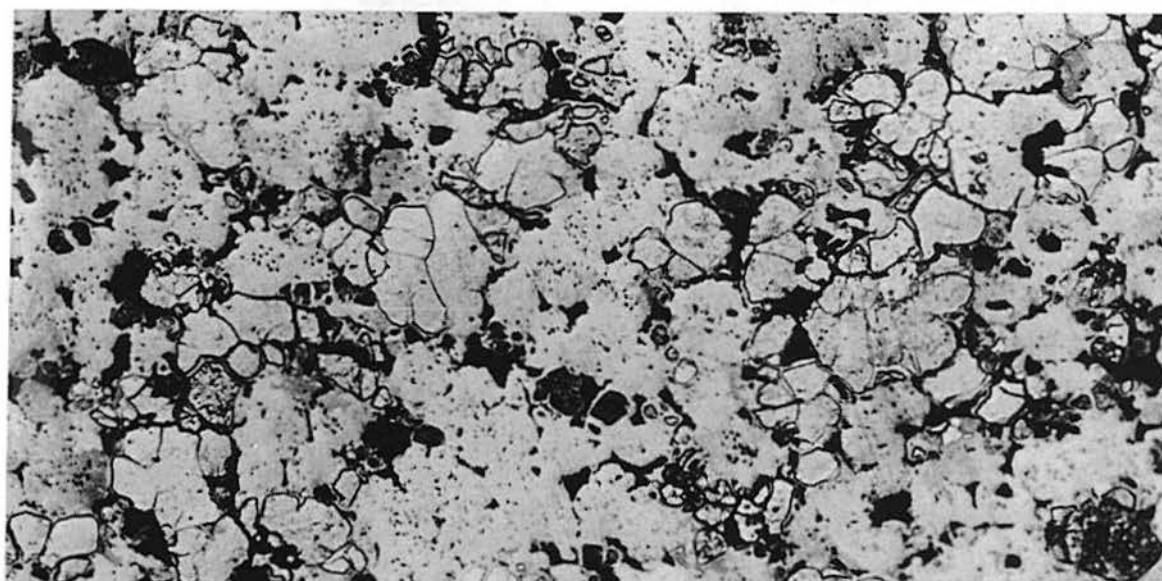


Figura 5.13 - Micrografia do corpo de prova sinterizado a 1300°C.

As fotografias acima mostram que o grau de sinterização aumentou ligeiramente com a temperatura, pois os poros estão mais arredondados, melhor distribuídos e um pouco menores. O ataque químico revelou os contornos de grão em regiões isoladas, em todos os casos, e não percebe-se a formação de uma segunda fase. A princípio, não se pode concluir nada a respeito do aumento da resistividade com o aumento da temperatura de sinterização a partir desta análise metalográfica, pois as microestruturas apresentam-se muito semelhantes entre si, a não ser pela porosidade.

## 5.2 Corpos de prova toroidais

Os corpos de prova toroidais foram compactados para determinação das curvas de histerese e avaliação das propriedades magnéticas. A tabela 5.7 resume e identifica as condições de compactação e sinterização destes corpos de prova.

Tabela 5.7 - Identificação dos corpos de prova toroidais (liga Fe-50%Ni, atmosfera de sinterização 75%H<sub>2</sub> + 25%H<sub>2</sub>)

corpo de prova	pressão compac (MPa)	temp. sinteriz. (°C)
1.1	343	1100
1.2	411	1100
1.3	480	1100
1.4	549	1100
2.1	343	1200
2.2	411	1200
2.3	480	1200
2.4	549	1200
3.1	343	1300
3.2	411	1300
3.3	480	1300
3.4	549	1300

Tabela 5.8 - Propriedades magnéticas

corpo de prova	densidade (g/cm <sup>3</sup> )	intensidade de campo (A/m)	coercitividade Hc (A/m)	indução máxima Bm (T)	permeabilidade máx. relativa	perdas por histerese (J/m <sup>3</sup> )
1.1	6.87	4320	1006	0.47	236	1731.67
1.2	7.04	4210	854	0.29	185	927.33
1.3	7.18	4320	1337	0.5	327	2356.97
1.4	7.16	4370	1234	0.48	299	2211.44
2.1	6.88	4320	1006	0.47	443	1731.67
2.2	7.06	4370	1300	0.58	443	2721.32
2.3	7.32	4320	1318	0.59	420	2732.83
2.4	7.17	4320	1174	0.57	413	2375.22
3.1	7.22	4260	1150	0.48	401	1936.84
3.2	6.6	4260	1371	0.36	447	1608.68
3.3	7.2	4160	1113	0.49	375	1827.45
3.4	7.3	4260	1284	0.55	374	-

A tabela 5.8 mostra os resultados obtidos para estes corpos de prova, e as figuras 5.13, 5.14, 5.15 e 5.16 são gráficos das propriedades magnéticas em função das densidades dos corpos de prova. As figuras 5.17, 5.18, 5.19 e 5.20 são as curvas de histerese obtidas para os corpos de prova sinterizados a 1100°C, e as figuras 5.21, 5.22, 5.23 e 5.24 são as curvas de magnetização obtidas para estes mesmos corpos de prova. As demais curvas de histerese e magnetização não são mostradas por terem aspecto muito semelhante a estas, a não ser pelos valores obtidos, que podem ser visualizados nos gráficos a seguir

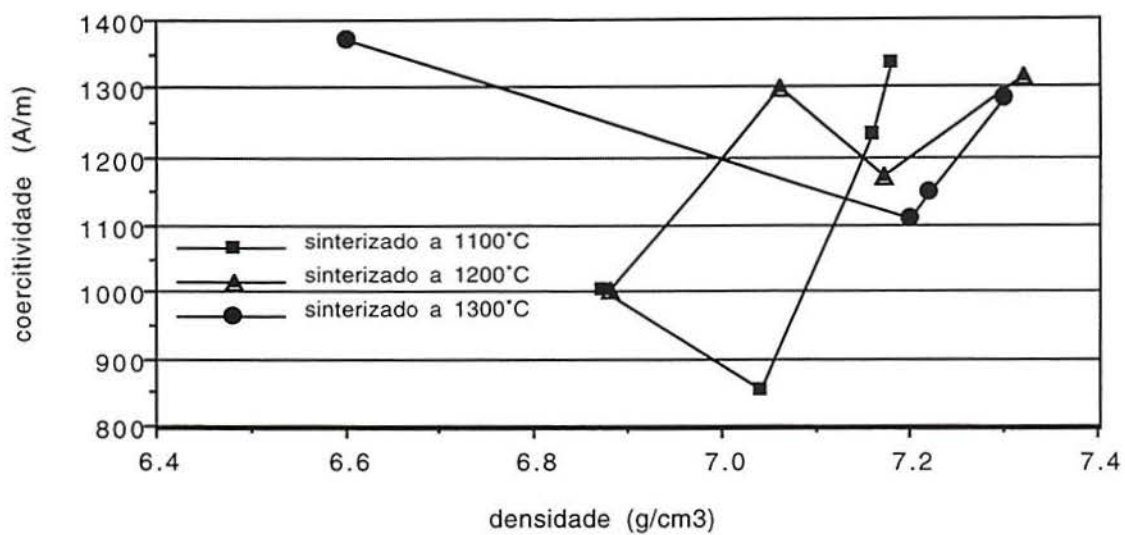


Figura 5.13 - Coeritividade em função da densidade dos corpos de prova

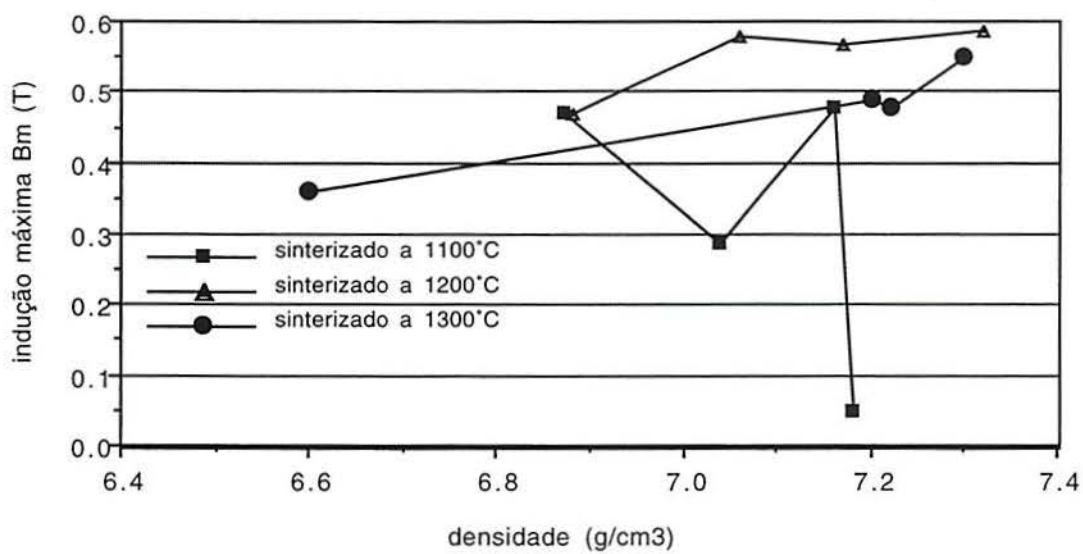


Figura 5.14 - Indução máxima em função da densidade dos corpos de prova

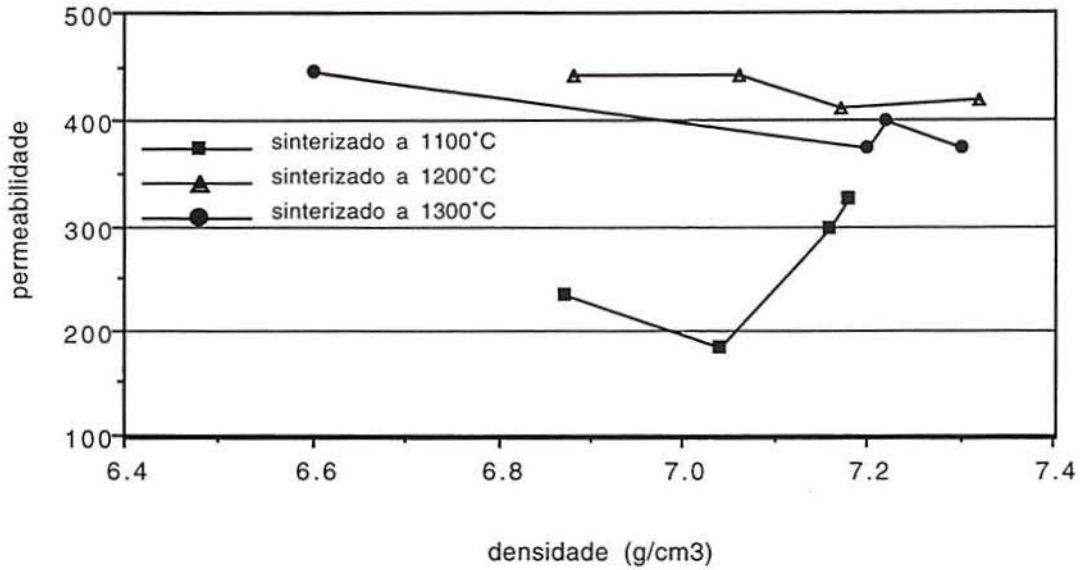


Figura 5.15 - Permeabilidade em função da densidade dos corpos de prova

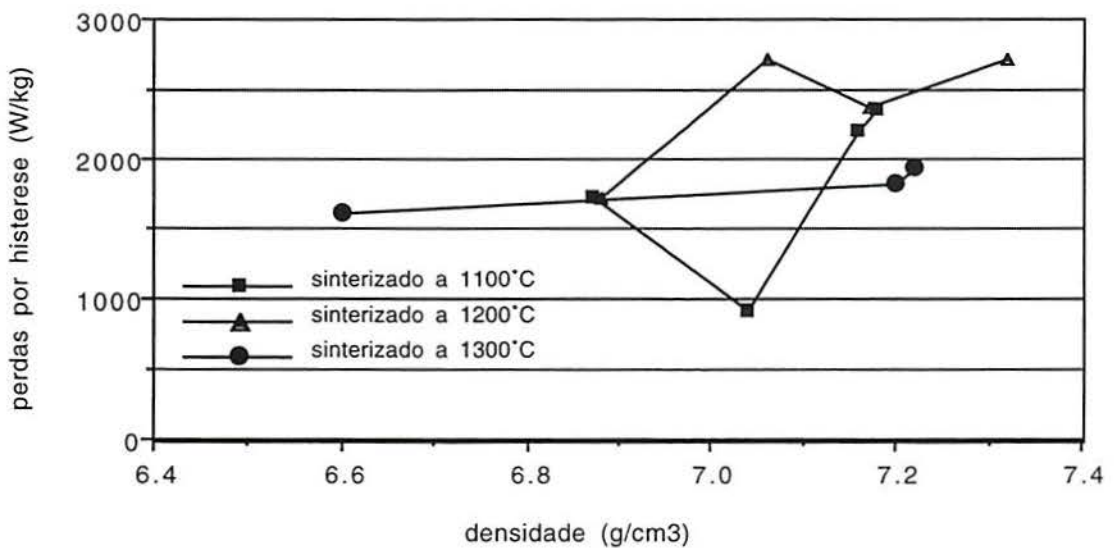


Figura 5.16 - Perdas por histerese em função da densidade dos corpos de prova

Nos corpos de prova toroidais, assim como nos corpos de prova prismáticos, novamente foi observado um comportamento anômalo das densidades obtidas, tanto em função da pressão de compactação como da temperatura de sinterização. Isto é, os valores de densidade apresentaram flutuações, não aumentando com a pressão de compactação ou com a temperatura de sinterização, como seria esperado. Como estes corpos de prova foram compactados a partir do mesmo lote da mistura de pós do caso anterior, é possível atribuir estas flutuações às mesmas razões comentadas anteriormente.

Os valores de coercitividade obtidos, como pode ser visualizado na figura 5.14, não apresentaram o comportamento esperado, isto é, um declínio deste valor com o aumento da densidade. Houve alguma flutuação e, para os corpos de prova sinterizados a 1200 e 1300°C o valor aumentou com a densidade, ao invés de diminuir. Como a coercitividade é uma propriedade mais sensível à microestrutura, é possível que estas flutuações nos valores tenham sido causadas por um processo de sinterização não homogêneo, decorrente novamente de uma mistura de pós não satisfatória. As metalografias apresentadas anteriormente (figuras 5.11, 5.12 e 5.13) mostram efetivamente que as microestruturas não estão homogêneas, com distribuição e tamanho de poros irregulares. Como já foi observado, possivelmente não houve uma formação homogênea da fase austenítica em toda a seção dos corpos de prova, resultando em microestruturas heterogêneas; por isso a flutuação nos valores obtidos.

Além disso, os valores de coercitividade são bem mais elevados do que aqueles indicados pela literatura[1]. A intensidade de campo utilizada para as medidas, neste trabalho, foi da ordem de 4300 A/m, enquanto que o campo indicado na literatura[1] foi de 1990 A/m. Porém, a diferença dos valores de coercitividade é realmente grande, e somente este fato não justifica isto. Novamente deve-se considerar a distribuição irregular da forma e tamanho dos poros na microestrutura. Além disso, as metalografias mostram a existência de poros no interior dos grãos, sendo que estes têm maior influência na coercitividade[17]. Estes fatores indicam a presença de vários pontos de ancoragem ao movimento das paredes de domínio magnéticos. Esta dificuldade de movimento contribui significativamente para o aumento da coercitividade.

Além disso, deve ser considerada uma eventual contaminação da mistura, seja através da atmosfera de sinterização, ou impurezas presentes no material ou até mesmo de uma extração do lubrificante não satisfatória. Sabe-se que a presença de impurezas também contribui para dificultar o movimento das paredes de domínio, pela formação de inclusões e precipitados, aumentando a coercitividade. Outro ponto a destacar é a taxa de resfriamento; taxas elevadas aumentam as tensões internas no material, aumentando a coercitividade. Eventualmente a taxa de resfriamento utilizada neste trabalho tenha sido superior à ideal, contribuindo também para aumentar o valor da coercitividade.

Os valores de indução máxima também apresentaram valores flutuantes e abaixo daqueles indicados na literatura[1]. Como esta propriedade não é tão sensível à microestrutura como a coercitividade, e sim à densidade, é provável que estes valores sejam decorrentes de uma distribuição não uniforme da densidade ao longo da seção do corpo de prova. A utilização de pós com uma distribuição granulométrica mais larga provavelmente melhoraria a uniformidade de densidades, devido ao seu maior empacotamento, aumentando os valores de indução máxima e diminuindo as flutuações nos valores.

Quanto à permeabilidade, pode-se observar pelo gráfico da figura 5.17 que, a não ser para os corpos de prova sinterizados a 1100°C, não houve aumento com o aumento da densidade. Também não há um aumento (ou diminuição) dos valores desta propriedade em função da temperatura de sinterização e, além disso, os valores apresentados são bem inferiores

àqueles indicados na literatura[1]. Esta também é uma propriedades sensível à microestrutura e, como os valores de coercitividade são bastante elevados, seria de se esperar que os valores de permeabilidade fossem baixos, como ocorreu, devido basicamente aos mesmos fatores comentados anteriormente. Isto porque efeitos nocivos ao movimentos das paredes de domínios magnéticos contribuem para aumentar a coercitividade do mesmo modo que contribuem para diminuir a permeabilidade. A flutuação dos valores, também observada neste caso, deve ser decorrente dos mesmos aspectos já expostos.

As perdas por histerese, determinadas pela área interna à curva BH, são decorrentes dos valores de coercitividade e indução máxima, sendo observados, portanto, valores altos e flutuantes. O aspecto das curvas de histerese não corresponde ao esperado, isto é, um laço mais alto e bem mais estreito, com perdas menores. Somando-se a isto a baixa resistividade determinada, tem-se um material com altas perdas totais.

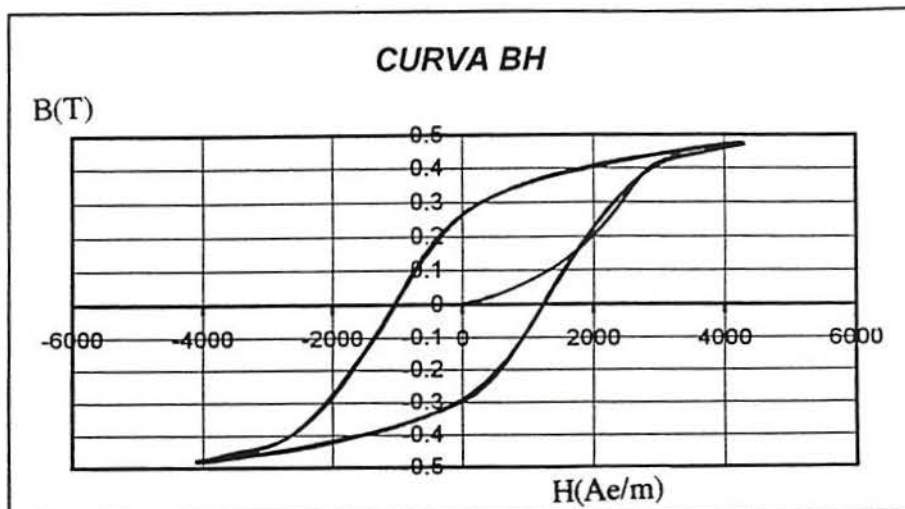


Figura 5.17 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.1

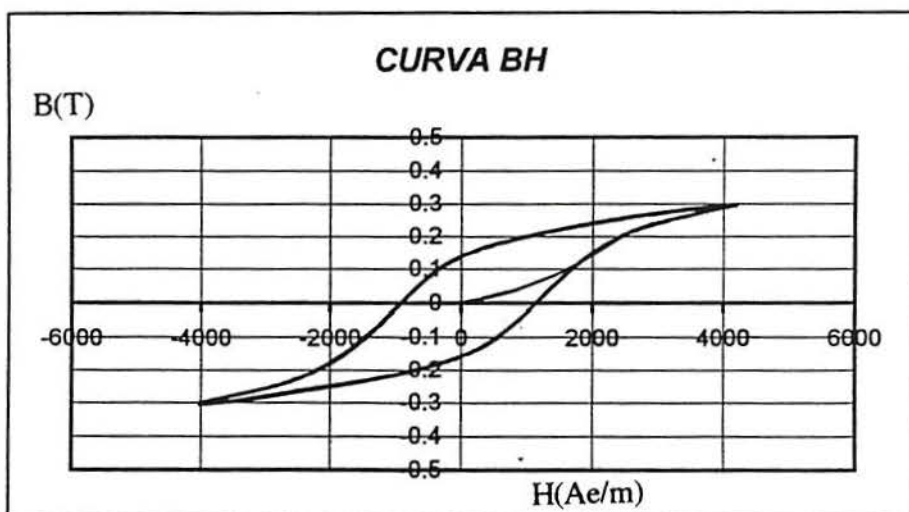


Figura 5.18 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.2

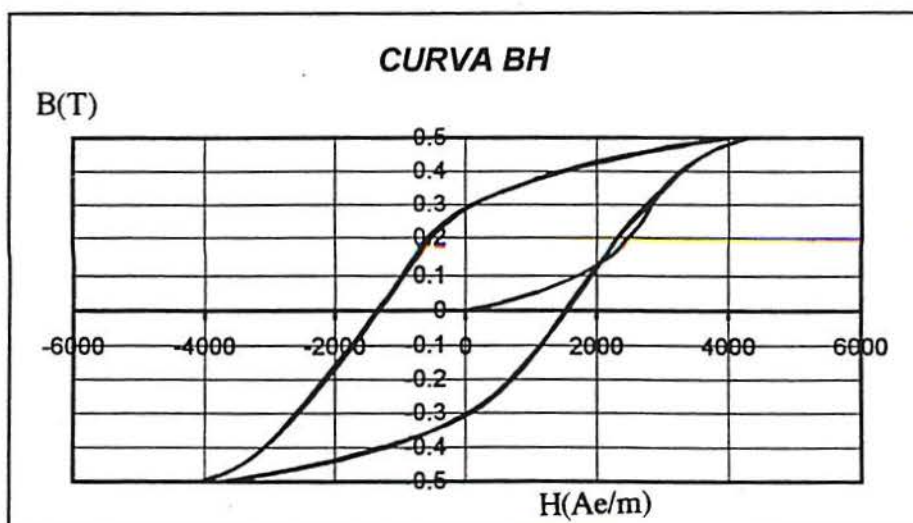


Figura 5.19 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.3

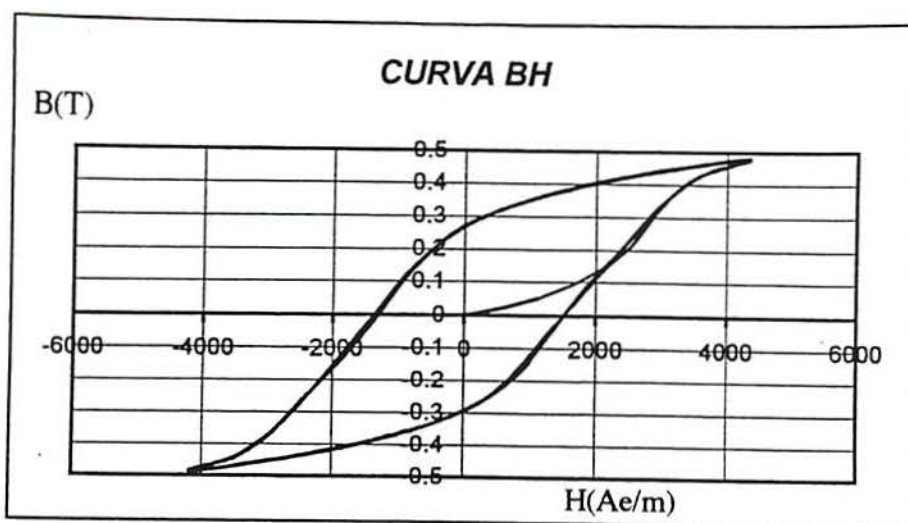


Figura 5.20 - Curva de histerese para o corpo de prova 1.4

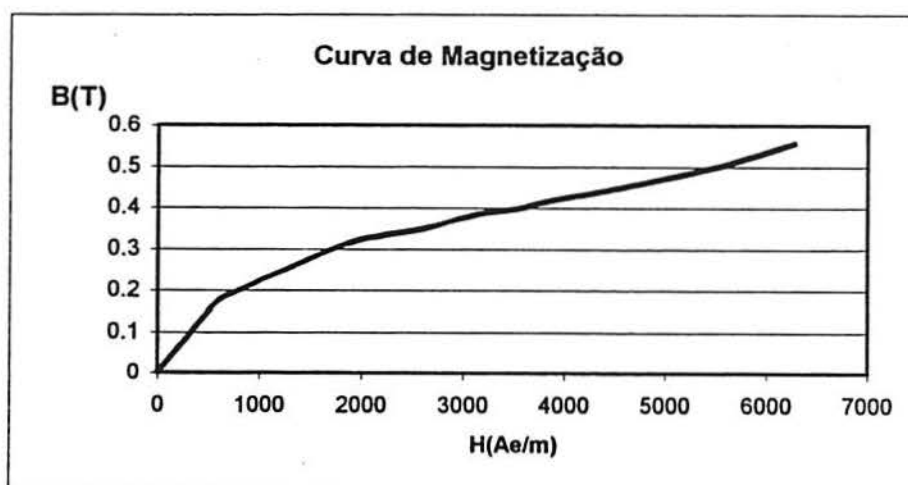


Figura 5.21 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.1

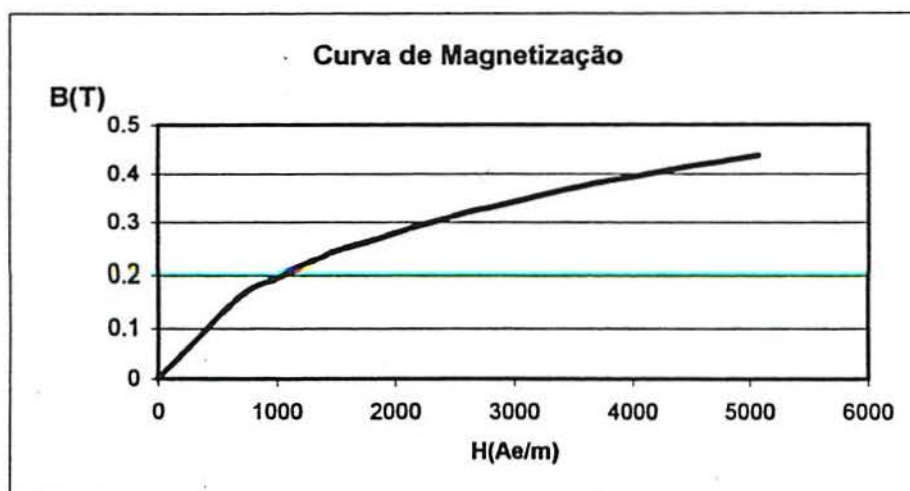


Figura 5.22 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.2



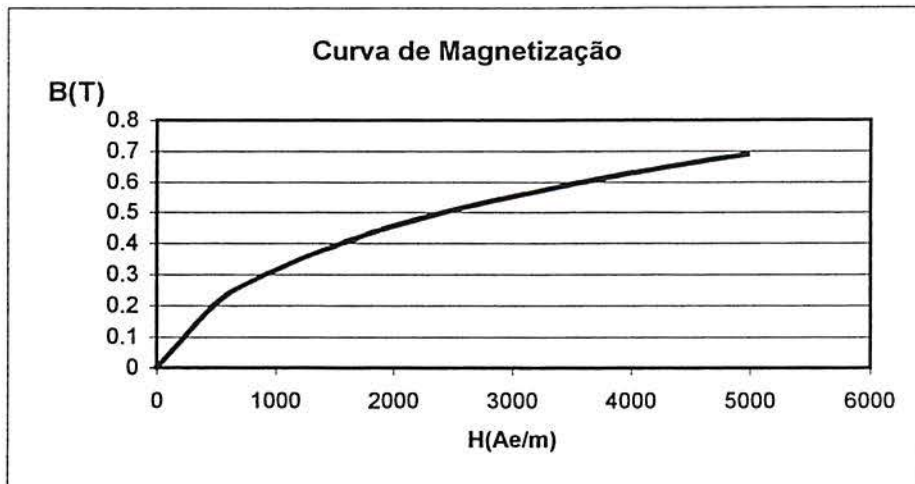


Figura 5.23 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.3

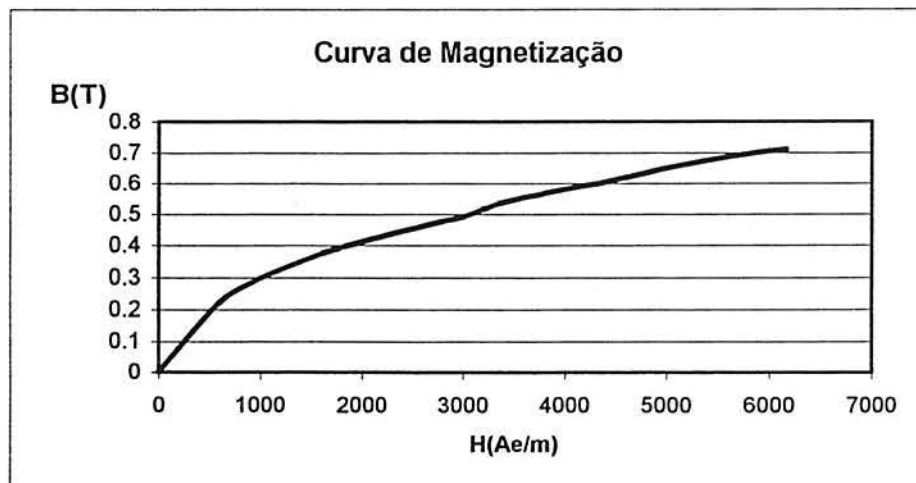


Figura 5.24 - Curva de magnetização para o corpo de prova 1.4

## 6 Resultados e discussão: moldagem de pós por injeção

### 6.1 Injeção

A temperatura na qual os corpos de prova foram injetados (95, 105, 115 e 125°C) não alterou o aspecto visual que os mesmos apresentaram após a injeção. Foi verificado que em temperaturas inferiores a 90°C a injeção não pode ser realizada, pois não havia um preenchimento total da cavidade da matriz, devido à alta viscosidade apresentada pela mistura. Na temperatura de 115°C e acima desta a injeção foi mais difícil, pois neste ponto a viscosidade ficou muito baixa. Isto faz com que o preenchimento da matriz não seja progressivo, resultando em peças ocas[28].

A viscosidade de uma mistura pó-ligante é muito sensível a temperatura e a quantidade de partículas sólidas. Em baixas temperaturas, a viscosidade é muito elevada, não havendo condições de moldagem. Em altas temperaturas, a camada de ligante que envolve o pó é geralmente muito fina, podendo resultar em separação pó-ligante durante a injeção, além de poder ocorrer a degradação do sistema de ligantes. Assim, há uma faixa ideal de temperaturas para MPI para a moldagem correta[28].

Além da temperatura da carga, a pressão de injeção tem uma grande importância nesta etapa do processo, com grandes efeitos no preenchimento do molde. O uso de temperaturas e pressões muito baixas causa um preenchimento incompleto do molde; e temperaturas e pressões muito elevadas podem provocar a adesão da mistura às paredes da matriz[28].

Neste caso, com a pressão de injeção utilizada (0,2 MPa), ficou estabelecido que a temperatura de injeção de 95°C foi a mais adequada, pois permitiu um preenchimento completo da matriz e, conforme citada anteriormente, previne (ou minimiza) a separação pó-ligante e a degradação dos componentes do sistema de ligantes.

### 6.2 Extração do ligante

#### 6.2.1 Rota de extração 1

Os corpos de prova submetidos a esta rota de extração perderam completamente a sua forma, conforme mostrado na figura 6.1.

Este método mostrou-se totalmente inadequado para a extração do sistema de ligantes, uma vez que as peças perderam toda seu formato, escoando a medida que o ligante fundiu com o aquecimento.

A extração puramente térmica permite a retirada do ligante pelo aumento da temperatura, que causa a sua decomposição em produtos voláteis que difundem até a superfície da peça injetada. Neste caso, uma alta taxa de produção de voláteis deve ser evitada, de modo a evitar a formação de defeitos. O projeto adequado do ciclo de extração térmica permite que os componentes sejam removidos sequencialmente. O componente remanescente “prende” as

partículas de pó, e uma vez que já existem poros abertos à superfície, a sua retirada é feita com um mínimo de tensões associadas[4].

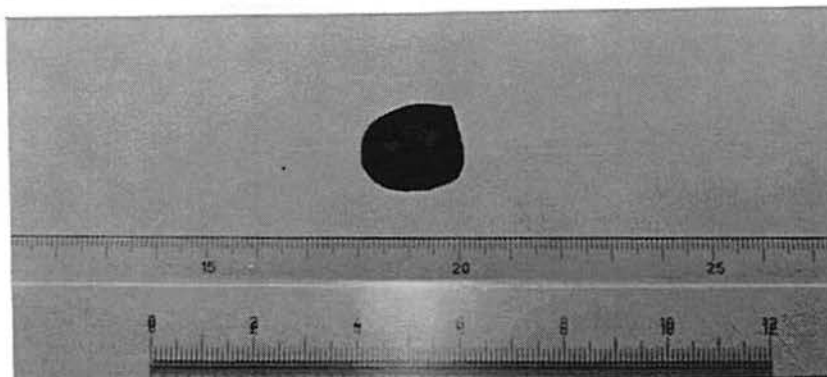


Figura 6.1 - Corpo de prova distorcido - rota de extração 1

A perda da forma dos corpos pode ter sido causada por três fatores básicos: alta taxa de aquecimento (1k/min), baixo teor de pó na mistura e baixo teor de polietileno no sistema de ligantes. Considerando-se a fusão da parafina no primeiro patamar do ciclo, a forma da peça deve ser garantida pela fricção inerente às partículas de pó e ao polietileno da mistura. Sendo estes teores baixos, é natural que esta distorção tenha ocorrido.

### 6.2.2 Rota de extração 2

A tabela 6.1 mostra as medidas (dimensional, massa e densidade) dos corpos de prova injetados antes e depois da extração seguindo a rota 2.

Tabela 6.1 - Medidas antes e depois da extração pela rota 2

	verde	marrom	sinteriz
temperatura injeção (°C)	95		
altura (mm)	19.37	19.42	-
diâmetro (mm)	11.67	11.67	-
massa (g)	9.716	9.557	-
densidade (g/cm <sup>3</sup> )	4.59	4.59	-

Após a extração, as peças mostraram-se aparentemente sem defeitos, sem trincas superficiais ou inchamento. A alumina utilizada para a extração capilar não ficou incrustada nas peças, e as mesmas puderam ser facilmente limpas após a extração. Porém, quando as peças foram levadas novamente ao forno para dar continuidade ao ciclo de extração, elas deformaram-se completamente, conforme pode ser visto na figura 6.2.

Em relação à rota anterior, observa-se neste caso que a alumina na qual o corpo de prova foi envolto, além de servir como veículo de extração dos ligantes, garantiu a sustentação do mesmo, retendo a sua forma. Na extração capilar (wick-assisted debinding), o material poroso no qual a peça é colocada em contato provoca um fluxo capilar do ligante a medida que a temperatura aumenta e o mesmo torna-se líquido. Comparado com a extração puramente térmica, a extração capilar diminui o tempo total do ciclo e ajuda na retenção da forma, aumentando a estabilidade dimensional[3].

Porém, os valores indicados na tabela 6.1 mostram que as ceras (carnaúba e parafina) não foram totalmente extraídas no primeiro patamar. Quando o corpo de prova foi novamente aquecido e as ceras remanescentes fundiram, novamente ocorreu a perda de forma, como no caso anterior. Esta rota não mostrou-se adequada também, e então partiu-se para a rota 3, com as peças envoltas em pó de alumina durante todo o ciclo, discutida a seguir.

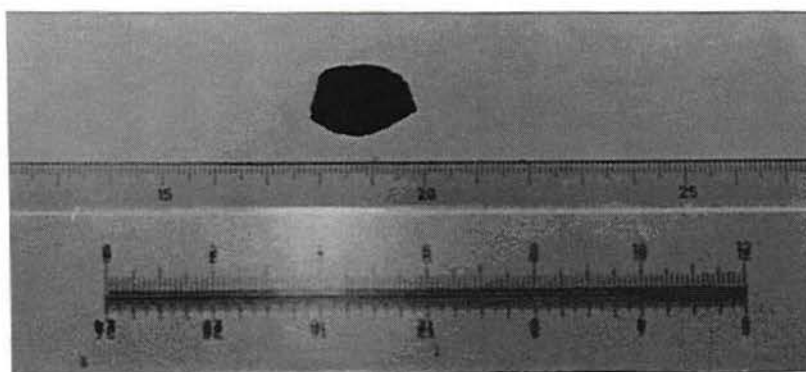


Figura 6.2 - Corpo de prova distorcido - rota de extração 2

### 6.2.3 Rota de extração 3

A tabela 6.2 mostra as medidas dos corpos de prova verdes (antes da extração), marrons (após a extração) e sinterizados. Foi variada a duração dos patamares de extração (1, 2, 3, 4 e 5 h).

Tabela 6.2 - Medidas dos corpos de prova antes, após a extração e após a sinterização

	verde	marrom	sinteriz		verde	marrom	sinteriz
duração patamar (h)	1			duração patamar (h)	2		
altura (mm)	19.84	21.26	17.99	altura (mm)	19.22	20.32	17.20
diâmetro (mm)	11.70	12.80	10.41	diâmetro (mm)	11.74	12.83	10.50
massa (g)	9.482	9.784	8.410	massa (g)	8.761	9.567	8.917
dens. (g/cm <sup>3</sup> )	4.40	3.83	6.16	dens. (g/cm <sup>3</sup> )	4.35	3.91	6.00
	verde	marrom	sinteriz		verde	marrom	sinteriz
duração patamar (h)	3			duração patamar (h)	4		
altura (mm)	19.28	20.78	17.65	altura (mm)	19.87	21.88	18.81
diâmetro (mm)	11.71	12.62	10.68	diâmetro (mm)	11.69	13.19	11.05
massa (g)	9.344	9.940	9.228	massa (g)	9.930	10.77	8.915
dens. (g/cm <sup>3</sup> )	4.40	4.01	5.83	dens. (g/cm <sup>3</sup> )	4.59	3.98	5.44
	verde	marrom	sinteriz		verde	marrom	sinteriz
duração patamar (h)	5						
altura (mm)	20.04	21.52	17.95				
diâmetro (mm)	11.71	12.96	11.10				
massa (g)	9.566	10.40	9.332				
dens. (g/cm <sup>3</sup> )	4.41	4.10	5.42				

As tabelas 6.3, 6.4, e 6.5 mostram a perda de massa, as variações dimensionais e a densificação dos corpos de prova, em função da duração dos patamares de extração, respectivamente.

Tabela 6.3 - Perda de massa percentual

duração patamar (h)	perda de massa (%)
1	11.31
2	1.78
3	1.24
4	10.22
5	2.45

Tabela 6.4 - Contração percentual

duração patamar (h)	contração altura (%)	contração diâmetro (%)
1	9.32	11.06
2	10.51	10.56
3	8.45	8.8
4	5.33	5.47
5	10.43	5.21

Tabela 6.5 - Densificação

duração patamar (h)	densificação (%)
1	40
2	37.93
3	32.5
4	18.52
5	22.9

A partir dos dados das tabelas apresentadas, percebe-se que nem a perda de massa nem as contrações dimensionais foram uniformes, indicando que o processo de mistura dos pós com os ligantes não foi uniforme. A qualidade da mistura para a preparação da carga é fundamental, uma vez que deficiências na mistura não podem ser corrigidas nos passos subsequentes do processo[28]. A tendência a separação entre o pó e o ligante é consequência das grandes diferenças de densidade observadas entre eles, e a mistura deve levar em consideração as características do pó (empacotamento, fricção entre partículas), a fração volumétrica de pó e a viscosidade da carga[3].

A obtenção de uma mistura completamente homogênea tem-se mostrado muito difícil, principalmente devido ao pequeno tamanho das partículas utilizadas na MPI. Dois tipos de heterogeneidades podem acontecer: separação pó-ligante e segregação das partículas no ligante, de acordo com a distribuição granulométrica das mesmas. A separação ocorre quando o ligante não consegue aderir às partículas de pó, isto é, a sua molhabilidade não é adequada. Já a segregação pode ocorrer devido à diferenças de tamanho e forma de partícula. A medida que o tamanho de partícula diminui, há um aumento na adesão e fricção interpartículas, diminuindo a

segregação, mas aumentando os problemas de aglomeração. Neste caso, misturadores de maior intensidade devem ser utilizados, para garantir uma dispersão uniforme do pó no ligante. O uso de agentes dispersantes e aditivos que melhorem a molhabilidade do ligante são importantes para garantir a boa qualidade da mistura[28].

O projeto do sistema pó-ligante envolve a determinação da fração de pó que é adicionada ao ligante. Existem três situações possíveis: ligante em excesso, teor crítico e pó em excesso. O excesso de pó aumenta drasticamente a viscosidade da mistura, dificultando ou até mesmo impossibilitando a injeção. Além disso, a medida que o volume de ligante diminui, ocorre a formação de vazios no interior da mistura; estes vazios podem causar trincas na peça durante a extração do ligante. O excesso de ligante, além de ser um desperdício, causará um aumento do tempo de extração e, devido à maior quantidade de ligante, levará a maiores contrações dimensionais durante a sinterização. Durante a moldagem, o excesso de ligante pode causar a separação pó-ligante, causando heterogeneidades na mistura e problemas de controle dimensional do componente. Portanto, existe uma fração de pó ideal, na qual as partículas estão em contato puntual, sem vazios internos na carga, ou seja, o ligante deve ocupar todos os espaços intersticiais da mistura, mantendo uma viscosidade suficientemente baixa para permitir a injeção.

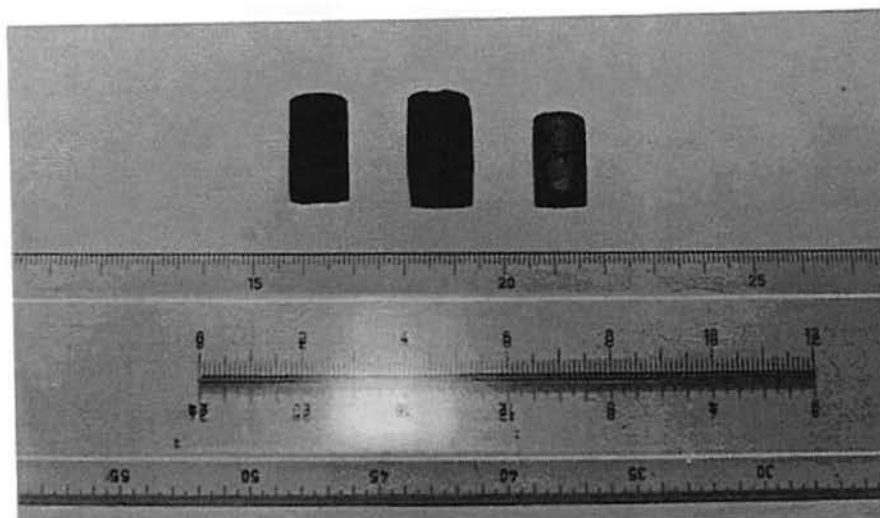
Possivelmente, a carga que foi preparada apresentou um teor de pó muito baixo (90% em peso), o que contribuiu para torná-la heterogênea, causando esta grande flutuação nos resultados. Entretanto, percebe-se que patamares de extração de apenas uma hora foram suficientes para extrair uma quantidade considerável de ligante, uma vez que a perda de massa teórica deveria ser em torno de 10% e, neste caso, obteve-se um pouco mais de 11%. A partir de um mistura homogênea, é possível inferir que esta duração dos patamares seja suficiente para extrair todo o ligante presente no corpo de prova injetado.

Outro ponto a ser analisado é o aspecto dos corpos de prova após o ciclo de extração. De um modo geral, eles apresentaram-se parecidos, com algumas fissuras superficiais e, em alguns deles, algumas bolhas e inchamentos na superfície. Como estas bolhas não estavam presentes em todos os corpos de prova, isto se atribui novamente à heterogeneidades na mistura, que pode gerar regiões nas peças injetadas mais ricas em ligante, causando a formação destas bolhas no momento da extração. As fissuras superficiais são causadas pela taxa de aquecimento utilizada (1K/min) combinada com o alto teor de ligantes na carga. Provavelmente, a elaboração de uma mistura com teor de pó próximo à carga crítica, combinada com taxas de aquecimento mais baixas, acabaria com estas fissuras superficiais, gerando peças isentas de defeitos após a extração.

É interessante salientar também que o aspecto dos corpos de prova após a sinterização mostrou-se idêntico ao aspecto após a extração, a não ser pela variação dimensional observada. Isto é, a sinterização, aparentemente, não introduziu defeitos nos corpos de prova, aqueles que haviam foram decorrentes do processo de extração.

A figura 6.3 mostra um corpo de prova injetado (verde), um após a extração (marrom) e

outro após a sinterização.



A figura 6.4 mostra a densificação dos corpos de prova em função da duração do patamar de extração.

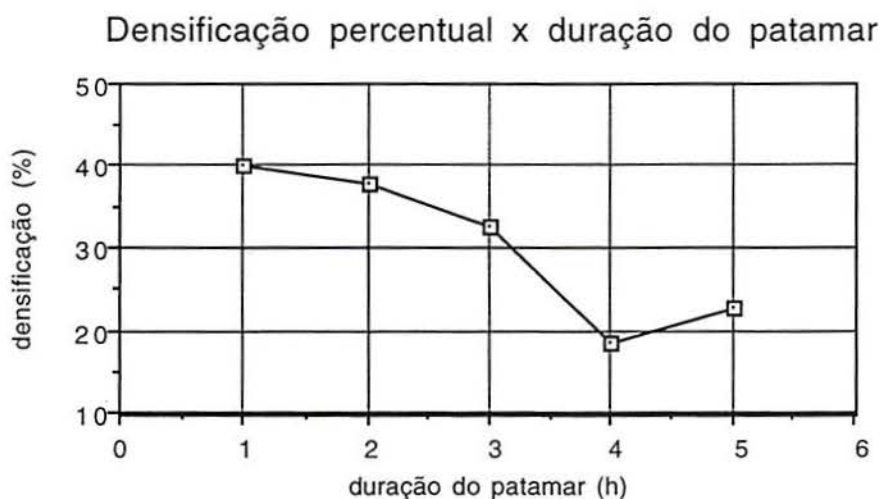


Figura 6.4 - Densificação percentual em função da duração do patamar de extração

O gráfico da figura mostra uma clara tendência de menor densificação com o aumento da duração do patamar de extração, ao contrário da perda de massa e das contrações dimensionais, que mostraram comportamentos aleatórios. Como a extração foi feita ao ar, sem a utilização de uma atmosfera protetora, pode-se atribuir esta menor densificação à maior formação de óxidos pelo maior tempo de exposição, e à maior incrustação de alumina nas peças. De fato, quanto maior o tempo de extração, mais difícil foi limpar as peças antes da sinterização.

Para a extração capilar, vários pós têm sido utilizados, entre eles alumina, sílica, zircônia e argila, entre outros. Se o material selecionado for adequado, tendo um tamanho de poro menor que a peça injetada, uma extração muito rápida pode ser feita[28]. Além disso, como foi visto, este pó não deve permanecer incrustado nas peças, pois agrega impurezas nas

mesmas, alterando suas propriedades.

As figuras 6.5 e 6.6 são micrografias das peças após a sinterização, sem ataque químico. Elas mostram alguns defeitos que as peças apresentaram, tais como trincas e grandes vazios. A figura 6.7 é uma micrografia revelada com ataque químico, numa região do corpo de prova sem defeitos.



Figura 6.5 - Micrografia após a sinterização. Sem ataque, 50X

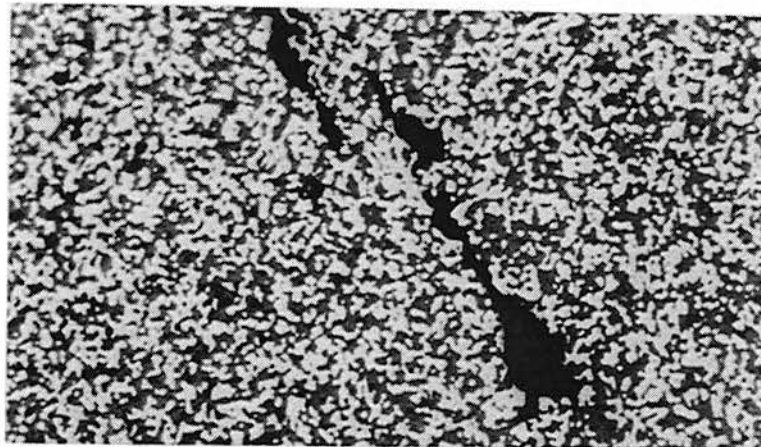


Figura 6.6 - Micrografia após a sinterização. Sem ataque, 100X

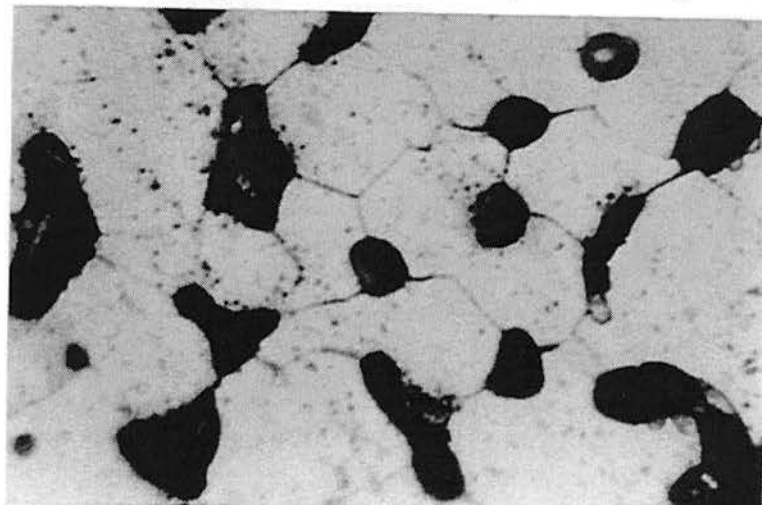


Figura 6.7 - Micrografia após a sinterização. Com ataque, 1000X



#### 6.2.4 Rota de extração 4

A tabela 6.6 mostra as medidas obtidas para os corpos de prova submetidos a esta rota de extração, de acordo com a taxa de aquecimento utilizada.

Tabela 6.6 - Medidas dos corpos de prova, rota de extração 4

taxa aquecimento (°C/min)	0.4	0.6	0.8	1
altura (mm)				
verde	19.3	19.24	19.65	19.14
marrom	22	-	-	-
sinterizado	18.05	-	-	-
diâmetro (mm)				
verde	11.8	11.88	11.82	11.86
marrom	13.48	-	-	-
sinterizado	10.7	-	-	-
massa (g)				
verde	9.178	8.797	9.222	9.17
marrom	9.467	9.722	10.007	9.921
sinterizado	9.02	-	-	-
densidade(g/cm3)				
verde	4.61	4.32	4.53	4.5
marrom	3.27	-	-	-
sinterizado	5.55	-	-	-

As medidas de altura, diâmetro, massa e densidade dos corpos de prova submetidos a taxas de aquecimento maiores que 0,4 °C/min não foram computadas porque tais corpos de prova apresentaram uma grande distorção, com aspecto “inchado”, formação de bolhas e trincas na superfície, impossibilitando uma boa medida.

O corpo de prova com taxa de 0,4 °C/min foi o que mostrou-se com menos defeitos, mesmo assim foram observadas fissuras na superfície. A perda de massa foi de apenas 1,7%; contudo, este valor deve ter ocorrido pelos mesmos motivos discutidos anteriormente (mistura heterogênea). De qualquer modo, esta rota não mostrou-se satisfatória, pois mesmo com a utilização de taxas muito baixas (0,6 °C/min), as peças apresentaram muita distorção de forma, indicando que os ligantes estão sendo extraídos muito rapidamente. Isto sugere que o uso de um ciclo com patamares permite que os ligantes sejam extraídos mais progressivamente, diminuindo os defeitos.

#### 6.2.5 Rota de extração 5

Os corpos de prova submetidos à extração química, tanto com o heptano como com o tetracloreto de carbono perderam completamente sua forma, mostrando um aspecto semelhante ao mostrado na figura 6.1.

A extração química é utilizada para diminuir os tempos de extração. Antes do ciclo de extração térmica, a peça é imersa num solvente que dissolve um ou mais componentes do sistema de ligantes, mas que não ataca pelo menos um deles. O componente remanescente é o responsável pela retenção da forma da peça e é retirado posteriormente por via térmica[4]. Neste

caso, ambos os solventes utilizados fizeram com que o corpo de prova perdesse completamente a sua forma, mostrando que o teor do componente restante (neste caso, o polietileno de baixa densidade) não foi suficiente para garantir a forma da peça. Este procedimento mostrou-se inadequado para a mistura que foi preparada.

### 6.3 Comparativo de densidades

As densidades das peças injetadas foram sensivelmente inferiores àquelas obtidas pelo processo de M/P convencional. Como evidenciado nas micrografias anteriores (figuras 6.5, 6.6 e 6.7), as peças apresentaram muitos vazios internos, causados por falhas na injeção e na extração do ligante.

Dois fatores foram decisivos na injeção: o desenho da matriz, sem canais de injeção, e a composição da carga, com baixo teor de pó. Isto tende a torná-la heterogênea, como já foi mencionado anteriormente, dificultando o preenchimento correto da matriz. E, durante a extração, estas regiões mais concentradas de ligante levam à formação de vazios (bolhas) no interior das peças, dificultando a sinterização e baixando significativamente a densidade final das peças.

Portanto, para a obtenção de densidades mais elevadas do que na M/P, como seria o esperado, são necessários um projeto mais detalhado da matriz e a preparação de uma carga com maior teor de pó, mais homogênea, que possibilite uma injeção adequada e uma correta extração do ligante, permitindo uma sinterização uniforme que garanta a densificação das peças.

## 7 Conclusões

Com os materiais utilizados e procedimentos realizados neste trabalho, para a etapa de metalurgia do pó convencional, pode-se chegar às seguintes conclusões:

- os corpos de prova não densificaram após a sinterização, mas sim aumentaram de volume em relação ao estado verde, possivelmente devido à uma combinação de vários fatores, entre eles teor excessivo de lubrificante, formação de liga durante a sinterização e efeito Kirkendall;

- após a sinterização, os corpos de prova apresentaram tolerâncias dimensionais maiores do que as tolerâncias típicas de materiais comumente obtidos por processos de metalurgia do pó convencional. Além disso, foram verificados valores flutuantes, provavelmente devido a processo de mistura de pós e sinterização não satisfatórios, que resultaram em microestruturas heterogêneas, influenciando diretamente no controle dimensional;

- a maior densidade obtida após a sinterização foi de  $7,64 \text{ g/cm}^3$ . Os valores de densidade não comportaram-se de maneira esperada, isto é, não houve um aumento desta propriedade com a pressão de compactação e/ou temperatura de sinterização, indicando novamente um processo de mistura dos pós não satisfatório.

- de um modo geral, o valor de resistividade dos corpos de prova aumentou com a temperatura, ao contrário do esperado, e os valores apresentados estão abaixo daqueles indicados pela literatura. Atribui-se este fenômeno ao fato de que em temperaturas mais altas a formação da liga em fase austenítica é favorecida, aumentando a homogeneidade da microestrutura e tornando o valor de resistividade mais próximo do esperado. Além disso, somente nesta temperatura de sinterização houve um comportamento monotônico, isto é, a resistividade diminui com a densidade dos corpos de prova, ao contrário das demais temperaturas, indicando também uma microestrutura mais homogênea decorrente da temperatura mais alta de sinterização;

- os valores de indução máxima e permeabilidade máxima obtidos ficaram bem abaixo dos valores indicados na literatura e, além disso, não apresentaram uma tendência de aumento ou diminuição com a densidade. Já os valores de coercitividade estiveram muito acima do esperado, mas também foram flutuantes. Valores altos de coercitividade e baixos de permeabilidade máxima indicam uma microestrutura com muitos pontos de ancoragem ao movimento das paredes de domínio, tais como poros, precipitados e inclusões. As flutuações nos valores em todas as propriedades pode ser atribuída novamente a microestruturas heterogêneas, decorrentes de má mistura, tendo como consequência uma sinterização ineficiente.

- as perdas magnéticas por histerese também se mostraram altas, em consequência dos laços de histerese obtidos serem muito largos, em função dos valores de coercitividade e indução observados.

Na etapa de moldagem de pós por injeção, com o materiais e procedimentos descritos neste trabalho, é possível concluir que:

- a única rota de extração do sistema de ligantes que se mostrou satisfatória foi aquele que fez uso de um ciclo de extração com patamares e com a peça envolta em pó de alumina durante todo o ciclo. Nas demais rotas propostas, as peças perderam totalmente a sua forma, sendo inadequadas ao processo. neste caso, o pó de alumina não serviu apenas para extrair os ligantes na fase líquida, mas principalmente para reter as partículas de pó na geometria do corpo de prova. O teor de polímero, o último ligante a ser extraído, não foi suficiente para garantir a retenção de forma das peças;

- dois problemas foram detectados na preparação da carga: baixo teor de pó e baixo teor de polímero. Estes dois fatores combinados contribuíram para dificultar a extração do ligante sem distorção das peças e forma responsáveis pelos defeitos de injeção observados nas micrografias apresentadas. Com baixo teor de pó na carga, acentua-se a tendência de separação pó-ligante, causando a geração de bolhas e vazios no interior das peças após a extração.

- os valores de perda de massa em função da duração do ciclo de extração apresentaram grandes flutuações, indicando uma mistura muito heterogênea, com regiões mais ricas em ligante do que outras. Isto foi causado pelo baixo teor de pó na carga, que possivelmente gerou uma grande separação do pó e dos ligantes, resultando numa mistura heterogênea.

- as densidades obtidas ficaram bem abaixo dos valores esperados, e apresentaram grande flutuação de valores, sendo mais um indicativo de uma mistura heterogênea. A baixa densidade é resultado direto das bolhas e vazios nos corpos de prova. Além disso, o controle dimensional foi bastante difícil, mostrando mais uma vez a importância da preparação da carga com teor de pó adequado e com uma mistura bem homogênea.

## 8 Sugestões para estudos futuros

### Metalurgia do pó convencional:

- avaliar parâmetros de mistura, mudando tipos de misturadores, velocidade e tempo de mistura, buscando uma melhor homogenização;
- utilização de outros tipos de pós elementares, com faixas de distribuição granulométrica mais largas, visando um melhor empacotamento e melhor distribuição das densidades. Utilização de pós pré ligados, para obtenção de microestruturas mais homogêneas e propriedades mais homogêneas;
- variar o teor de lubrificante na mistura, avaliando efeitos na compactação e nos resultados finais. Utilização de outros tipos de lubrificantes;
- utilização de outros sistemas de compactação, tais como matrizes de duplo efeito e matrizes flutuantes, para melhorar a distribuição de densidades;
- controle da taxa de resfriamento após a sinterização; variação deste parâmetro para determinação dos seus efeitos nas propriedades magnéticas;
- variação dos parâmetros de sinterização (atmosfera, tempo de sinterização) para obtenção de microestruturas mais homogêneas;
- controle da composição química das peças após a sinterização, variação dos parâmetros de processo para minimização das impurezas e determinação da influência da presença de impurezas nas propriedades magnéticas;
- análises com microsonda para verificação da distribuição de níquel na microestrutura;
- análises de raio-X para confirmar se a microestrutura resultante é mesmo austenítica.

### Moldagem de pós por injeção

- determinação da carga crítica de pó na mistura, para evitar separação pó-ligante, facilitar a injeção e prevenir distorções durante a extração do ligante;
- estudo de novos sistemas de ligantes, com teores maiores de polímeros (polietileno, polipropileno, etc), para viabilizar a extração química sem distorção das peças;
- otimização dos ciclos de extração térmica, com determinação mais acurada e ótima para cada patamar de extração, em função das dimensões das peças e do teor de cada componente do sistema de ligantes na mistura e com o auxílio de análises termogravimétricas;
  - avaliação dos efeitos de diferentes atmosferas nos ciclos de extração;
- projeto de matriz mais detalhado, com canais de injeção e distribuição do material, para melhorar a injeção;
- injeção de corpos de prova toroidais e prismáticos para avaliação da resistividade e propriedades magnéticas de amostras injetadas;
- estudos de reologia, para determinação das condições ótimas de viscosidade da mistura para correta injeção;
- estudo do processo de moldagem por injeção a altas pressões; efeitos na extração do sistema de ligantes e propriedades finais.

## 9 Referências bibliográficas

- [1] LALL, C. **Soft Magnetism. Fundamentals for Powder Metallurgy and Metal Injection Molding**. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1992, 139p.
- [2] CHIAVERINI, V. **Aços e Ferro Fundidos**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1988.
- [3] GONÇALVES, A. C.; PURQUERIO, B. M. Injeção de pós metálicos. In: IV SEMINÁRIO DE METALURGIA DO PÓ. **Anais do Seminário**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1995, p.
- [4] VERVOORT, P. J.; VETTER, R.; DUSZCZYK, J.. An introduction to powder injection moulding. In: WORKSHOP ON ADVANCED SINTERED MATERIALS. Madrid, 1994.
- [5] LANDGRAF, F. J. G. et al. Efeito do recozimento nas propriedades magnéticas da liga ferro 47,5% níquel.. In: I SEMINÁRIO DE MATERIAIS MAGNÉTICOS. **Anais do Seminário**. São Paulo: ABM, 1987, p. 165-182.
- [6] LENEL, F. V. **Magnetic Applications**. In: **Metals Handbook**, v.7, 1984, p. 638-641.
- [7] BAS, J. A.; PUIG, J.; MOLINS, C. B. Soft magnetic materials in P/M: current applications and state-of-the-art. **Modern Developments in Powder Metallurgy**, Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, v. 18, 1988, p. 745-756.
- [8] KORDECKI, A.; WEGLINSKI, B. Development and applications of soft magnetic PM materials. **Powder Metallurgy**, v. 33, n. 2, p.151-155, 1991.
- [9] MOYER, K. H. **The effect of porosity on the properties of iron compacts**. Riverton, N.J. Hoeganaes Corporation, 1980.
- [10] JAMES, B. A.; WILLIAMS, G. Review of the magnetic properties of sintered iron. **Powder Metallurgy**, v. 22, n. 2, 1979, p. 75-85.
- [11] ISEROW, S.; HATCH, H. P.. Magnetic behaviour of high density P/M bodies. **The International Journal of Powder Metallurgy and Powder Technology**, v. 13, n. 1, 1977, p. 51-53.
- [12] LALL, C. Fundamentals of High Temperature Sintering: Application to Stainless Steels and Soft Magnetic Alloys. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v. 27, n. 4, 1991, p. 315-329.
- [13] LALL, C. The Effect of Sintering Temperature and Atmosphere on the Soft Magnetic Properties of P/M Materials. In: **Advances in Powder Metallurgy**, v. 3, 1992.
- [14] THOMPSON, C. B. Lubrification of Metal Powders. In: **Metals Handbook**, v. 17, 1984, p. 190-193.
- [15] CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó. Técnicas e Produtos**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 3ª ed, 1992, p. 352.
- [16] CALLISTER, Jr., W. D. **Materials Science and Engineering An Introduction**. New York: John Wiley & Sons, Inc, 4ª ed, 1997, p. 852.
- [17] GERMAN, R. M. **Powder Injection Molding**. Princeton, New Jersey: Metal Powder

Industries Federation, 1992, p. 521.

[18] BAS, J. A.; PEÑAFIEL, J.; MOLINS, C. PM continues to expand soft magnetic role. **Metal Powder Report**, v. 51, n. 5, 1996, p. 42-48.

[19] ABBOT, A. D.; ALLEN, J. O. Producing injection moulded magnets. **Metal Powder Report**, v. 51, n. 6, 1996, p. 18-19.

[20] HÖGANÄS AB. Soft magnetic composites offer new PM opportunities. **Metal Powder Report**, v. 51, n. 1, 1996, p. 24-28.

[21] RHEE, B. O. et al. Improved wax-based binder formulations for powder injection molding. In: **Advances in Powder Metallurgy**, v. 2, 1991, p.43-58.

[22] WEI, T.; GERMAN, R. M. Injection Molded Tungsten Heavy Alloy. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v. 24, n. 4, 1988, p. 327-335.

[23] SACK R.; LIETZMAN, K. Basic principles of low-pressure injection moulding and experience with the process. **Proceedings of the First European East-West Symposium on Materials and Processes**, 1990, p. 371-380.

[24] LUBORSKY, F. E.; LIVINGSTON, J. D.; CHIN, G. Y. Magnetic properties of metals and alloys. In: **Physical Metallurgy**. Amsterdam: Elsevier science, 1996.

[25] DIETRICH, D. W. Magnetically Soft Materials. In: **ASM Handbook**, v. 2, 1992, p.761-781.

[26] FRAYMAN, L. I.; RYAN, D. R.; RYAN, J. B. Selecting PM soft magnetic materials. **Metal Powder Report**, v. 52, n. 4, abril 1997, p. 32-36.

[27] VOORT, V. F. G. Magnetic and Electrical Materials. In: **ASM Handbook**, v. 9, 1992, p.531-545.

[28] LANDGRAF, F. J. G.; Scoz, L. C. A separação de perdas elétricas como critério de avaliação de processamento de aços elétrico. **Metalurgia&Materiais**, maio 1995, p. 436-438.

[29] Z.P. POPOV, T.I. RATCHEV, Y. YANKOV. The influence of boron additives on the magnetic and electrical properties of PM Fe-Si-Cr-P soft magnetic material. In: **Advances in Powder Metallurgy**, v. 5, 1991, p. 189-193.

[30] **Aços elétricos - grão não orientado**. Artigo de circulação interna da ACESITA, 1993.

[31] OLIVER, C. G. Advances in Powder Metallurgy of Soft Magnetic Materials. In: **IEEE Transactions on Magnetic**, v. 31, n. 6, novembro 1995, p.3982-3984.

[32] KORDECKI, B.; WEGLINSKI, B.; KACZMAR, J. Properties and applications of soft magnetic powder composites. **Powder Metallurgy**, v. 25, n. 4, 1982, p. 201-208.

[33] BOCCHINI, G. F. The influence of porosity on the characteristics of sintered materials. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v. 22, n.3, 1986, p. 185-202.

[34] MOYER, K. H. Selection of Powders and processing for P/M soft magnetic components. In: **Advances in Powder Metallurgy**, v. 2, 1990, p. 385-405.

[35] HADFIELD, D. Powder magnetic materials: review of past 25 years. **Powder**

**Metallurgy**, v. 25, n. 3, 1982, p. 136-138.

[36] HWANG, K. S.; SHIAU, M. Y. Effects of Nickel on the Sintering Behavior of Fe-Ni Compacts Made From Composite and Elemental Powders. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 27B, 1996, p. 203-210.

[37] ZHANG, H.; GERMAN, R. M. The Role of Nickel in Iron Powder Injection Molding. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v.27, n.3, 1991, p. 249-254.

[38] HANSEN, M. P. **Constitution of Binary Alloys**. McGraw-Hill Book Company, 2<sup>a</sup> ed, 1958, p. 1305.

[39] JAMES, B. B. Alloying methods for high performance ferrous powder metallurgy parts. In: SEMINÁRIO DE METALURGIA DO PÓ. **Anais do Seminário**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1989, p. 93-107.

[40] DIETRICH, D. W. Magnetically Soft Materials. In: **ASM Handbook**, v. 2, 1992, p.761-781.



Apêndice A - Propriedades magnéticas de ligas sinterizadas [1]

Tabela A1 - Propriedades magnéticas do ferro puro

	densidade (kg/cm <sup>3</sup> )	B <sub>m</sub> (T)	B <sub>r</sub> (T)	μ <sub>r</sub>	H <sub>c</sub> (A/m)	resistividade (μΩ.m)
maciço ASTM A 848	7890	1.7	1.28	5000	79.58	0.13
Pós metálicos						
ASTM A811-87	6600	0.90	0.76	1800	175	
H=1194 A/m	6900	1.06	0.91	2100	159	
	7200	1.23	1.07	2500	159	
Lall & Baum	6800	1.14	0.96	2900	131	0.14
1260°C, AD	7200	1.36	1.10	3700	127	0.12
45 min	7400	1.47	1.29	4700	119	0.11
H=1990 A/m						
McDermott	6700	0.98	0.83	1988	161	
1121°C, AD	7000	1.14	0.97	2317	165	
30 min	7200	1.24	1.06	2651	166	
McDermott	6800	1.06	0.92	2534	163	
1121°C, H2	7100	1.21	1.07	3069	163	
30 min	7300	1.29	1.16	3337	155	
H=1194 A/m						
McDermott	6700	1.00	0.77	1818	146	
1260°C, AD	7000	1.17	0.91	2178	146	
30 min	7300	1.27	1.05	2794	146	
H=1194 A/m						
McDermott	6900	1.10	0.95	2727	140	
1260°C, H2	7100	1.25	1.09	3189	137	
30min	7300	1.33	1.17	3566	134	
H=1194A/m						
Gagne et al.						
1120°C, H2	7400	1.24	1.16	2900	135	
1260°C, H2	7400	1.25	1.20	3600	119	
H=1194 A/m						
Lall	7000	1.17	1.09	3500	135	
1260°C, vácuo						
H=1990 A/m						
Moyer						
1121°C, H2+N2	7000	1.14	1.1	2800	143	
H=1194 A/m						
Mossner						
1121°C	7000	1.00	0.89	2000	159	
1288°C	7000	1.07	0.94	2400	127	

Tabela A2 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-cobalto

Co (%)	Densidade (kg/m <sup>3</sup> )	B (7960A/m) (Tesla)	Hc (A/m)	$\mu_r$ (A/m)	resistividade ( $\mu\Omega.m$ )
49,0	7900 - 8100	2,1	127	3900	0,35

Tabela A3 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-silício

	densidade (kg/cm <sup>3</sup> )	Bm (T)	Br (T)	$\mu_r$	Hc (A/m)	resistividade ( $\mu\Omega.m$ )
maciço						
ASM Handbook	7650	20,1(Bs)	-	8000	56	0.47
Pós metálicos						
Lall & Baum	6800	1.17	0.94	2900	104	0.59
1260°C, AD	7000	1.31	1.09	3700	92	0.55
45 min H=1990 A/m	7200	1.39	1.18	4900	80	0.52
Lall						
1260°C, vácuo H=1990 A/m	7200	1.28	1.17	7000	64	
Mossner						
1121°C	6700	0.99	0.68	1750	143	
1260°C H=1194 A/m	7400	1.19	0.91	4050	72	
Moyer & Ryan						
1232°C, vac, 1h	7200	1.35	1.21	7500	72	
1260°C, vac, 1h	7400	1.23	0.75	7000	48	

Tabela A4 - Propriedades magnéticas das ligas ferro-fósforo

	densidade (kg/cm <sup>3</sup> )	B <sub>m</sub> (T)	B <sub>r</sub> (T)	μ <sub>r</sub>	H <sub>c</sub> (A/m)	resistividade (μΩ.m)
Pós metálicos						
ASTM A-839	6800	1.07	0.87	2400	135	
	7100	1.19	0.99	2800	135	
	7200	1.27	1.08	3100	135	
Lall & Baum 1260°C, AD 45 min H=1990 A/m	7000	1.23	0.99		96	0.23
	7200	1.34	1.12	4800	80	0.21
	7400	1.46	1.26		60	0.20
McDermott 1120°C, AD 30 min H=1194 A/m	6840	1.11	0.97	2831	139	
	7120	1.24	1.10	3286	139	
	7270	1.32	1.18	3701	163	
McDermott 1260°C, AD 30 min H=1194 A/m	7150	1.27	1.10	4216	110	
	7350	1.39	1.35	4073	106	
	7450	1.39	1.18	4445	103	
Gagne et al. 1120°C 1288°C H=1194 A/m	7400	1.26	1.23	4300	111	
	7400	1.32	1.28	5000	96	
Moyer 1121°C 1288°C H=1194 A/m	7200	1.22	1.10	3200	140	
	7200	1.32	1.18	4800	104	
Lall 1260°C, vácuo H=1990 A/m	7200	1.35	1.25	6000	80	
Moyer 1121°C, H <sub>2</sub> +N <sub>2</sub>	7100	1.22	1.19	3600	119	
Mossner 1121°C 1288°C	7200	1.02	0.87	2250	143	
	7400	1.31	1.15	5550	72	

Tabela A5 - Propriedades magnéticas de aços inoxidáveis

	densidade (kg/cm <sup>3</sup> )	B <sub>m</sub> (T)	B <sub>r</sub> (T)	μ <sub>r</sub>	H <sub>c</sub> (A/m)
maciço					
Carpenter Tech.	7260	1.2	0.6	2000	159
Pós metálicos					
<b>410L</b>					
Lall					
1260°C, vácuo 45 min	7100	1.09	0.94	2200	169
1288°C, H <sub>2</sub> H=1990 A/m	7100	5.60	-	320	590
<b>430L</b>					
McDermott					
1121°C, H <sub>2</sub> 30 min H=1194 A/m	6450 6670	0.73 0.79	0.47 0.51	1000 1043	182 185
McDermott	5810	0.034	0.003	11	231
1121°C, AD 30 min H=1194 A/m	6130 6420	0.041 0.045	0.005 0.005	13 14	294 279
Moyer & Jones					
1260°C, H <sub>2</sub> H=1194 A/m	7250	1.05	0.8	1900	159
Svilar & Ambs (vácuo + gás)					
1121°C, H <sub>2</sub>	6690	0.81	0.74	1200	207
1232°C, H <sub>2</sub>	7110	0.98	0.89	1800	167
1121°C, H <sub>2</sub> +N <sub>2</sub>	6490	0.016	0.009		740
1232°C, H <sub>2</sub> +N <sub>2</sub> H=1194 A/m	6990	0.038	0.024		669
<b>434L</b>					
Lall					
1260°C, vácuo 45 min	7000	1.01	0.84	1700	159
1288°C, H <sub>2</sub>	7100	6.5		450	220
McDermott					
1288°C, AD 30 min H=1194 A/m	6430 6650	0.728 0.791	0.463 0.483	1092 1165	160 151
McDermott	5830	0.053	0.009	416.8	414
1121°C, AD 30 min H=1194 A/m	6030 6290	0.063 0.079	0.013 0.019	719.7 424.9	477 533