

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
COORDENAÇÃO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

FERNANDO ROCHA FABIANE

**OBTENÇÃO DE LIGA Fe-Al-C POR METALURGIA DO PÓ:
DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

PATO BRANCO

2016

FERNANDO ROCHA FABIANE

OBTENÇÃO DE LIGA Fe-Al-C POR METALURGIA DO PÓ:
DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação em Engenharia Mecânica pela Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Câmpus Pato Branco, como requisito parcial para obtenção do título de Engenheiro.

Orientador: Prof. Dr. Dalmarino Setti

PATO BRANCO

2016

FOLHA DE APROVAÇÃO

OBTENÇÃO DE LIGA Fe-Al-C POR METALURGIA DO PÓ: DIFERENTES ROTAS DE PROCESSAMENTO

Fernando Rocha Fabiane

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação apresentado no dia 01/12/2016 como requisito parcial para a obtenção do Título de Engenheiro Mecânico, do curso de Engenharia Mecânica do Departamento Acadêmico de Mecânica (DAMEC) da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Câmpus Pato Branco (UTFPR-PB). O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora julgou o trabalho **APROVADO**.

Prof. Dr. Bruno Bellini Medeiros
(UTFPR)

Profa. MsC. Silvana Patricia Verona
(UTFPR)

Prof. Dr. Dalmarino Setti
(UTFPR)
Orientador

Prof. Dr. Bruno Bellini Medeiros
Responsável pelo TCC do Curso de Eng. Mecânica

A Folha de Aprovação assinada encontra-se na Coordenação do Curso de Engenharia Mecânica

AGRADECIMENTOS

A esta instituição por proporcionar a estrutura necessária ao curso.

Ao meu orientador professor Doutor Dalmarino Setti pelo suporte, incentivo e confiança durante toda a pesquisa.

Aos meus colegas de curso que contribuíram com material, conhecimento e habilidades.

Aos laboratoristas pelo auxílio nos procedimentos da pesquisa.

A minha companheira por seu apoio e encorajamento em todos os momentos.

Aos meus pais por toda dedicação, confiança, suporte e amor.

E a todos que contribuíram de alguma forma durante minha ascensão acadêmica.

EPÍGRAFE

"O sucesso é ir de fracasso em fracasso sem perder o entusiasmo."

(Winston Churchill)

RESUMO

FABIANE, Fernando R. Obtenção de Liga Fe-Al-C por Metalurgia do Pó: Diferentes Rotas de Processamento. 2016. 38 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2016.

Ligas Fe-Al-C apresentam excelentes propriedades mecânicas quando produzidas por fundição e fundição e conformação mecânica, como extrusão a quente. Este trabalho apresenta diferentes rotas de processamento para se obter uma liga Fe-Al-C por Metalurgia do Pó. Neste trabalho, foram variados parâmetros como matéria-prima e atmosfera de sinterização, mantendo-se a proporção final de 7% em massa de alumínio e temperatura de sinterização de 1150 °C. Foi executado tratamento térmico de têmpera para avaliar o comportamento do material. Realizou-se um estudo da microestrutura por meio de microscopia óptica e da microdureza Vickers para avaliação da microestrutura obtida com as diferentes rotas de processamento. Para comparação, foram produzidos por Metalurgia do Pó corpos de prova contendo apenas ferro, que serviram como parâmetro de qualidade de sinterização. As rotas de processamento utilizadas resultaram em corpos de prova com propriedades indesejadas, como oxidação, grande porosidade, expansão e fragilização. A análise microestrutural apresentou fases não diluídas e a microdureza Vickers mostrou aumento de dureza em relação aos corpos de ferro, porém a dureza após a têmpera não aumentou de forma considerável.

Palavras-chave: Metalurgia do Pó. Sistema Fe-Al-C. Metalografia.

ABSTRACT

FABIANE, Fernando R. Obtainment of Fe-Al-C alloy by Powder Metallurgy: Different Processing Routes. 2016. 38 f. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Pato Branco, 2016.

Fe-Al-C alloys have excellent mechanical properties when produced by casting and casting and mechanical forming, such as hot extrusion. This work presents different processing routes to obtain a Fe-Al-C alloy by powder metallurgy. In this work, parameters were varied as feedstock and sintering atmosphere, maintaining the final proportion of 7% by mass of aluminum and sintering temperature of 1150 °C. Quenching heat treatment was performed to evaluate the behavior of the material. A microstructure study was carried out using optical microscopy and Vickers microhardness to assess the microstructure obtained with the different processing routes. For comparison, powder metallurgy specimens containing only iron were produced, which served as a parameter of sintering quality. The processing routes resulted in samples with undesirable properties, such as oxidation, high porosity, expansion, and embrittlement. The microstructural analysis showed undiluted phases and the Vickers microhardness showed an increase of hardness about the iron bodies, but the hardness after the quenching did not improve considerably.

Keywords: Powder Metallurgy. Fe-Al-C system. Metallography.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	9
1.1	OBJETIVO GERAL	9
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	10
2	REFERENCIAL TEÓRICO	11
2.1	SISTEMA Fe-Al-C	11
2.2	METALURGIA DO PÓ	12
2.3	TRATAMENTO TÉRMICO	13
3	MATERIAIS E MÉTODOS	17
3.1	MATERIAIS	17
3.2	ROTAS DE PROCESSAMENTO E SUA CARACTERIZAÇÃO	17
3.2.1	Rota de Processamento 1	19
3.2.2	Rota de Processamento 2	20
3.2.3	Rota de Processamento 3	20
3.2.4	Rota de Processamento 4	20
3.2.5	Rota de Processamento 5	21
3.2.6	Rota de Processamento 6	21
3.2.7	Rota de Processamento 7	23
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	25
4.1	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 1	25
4.2	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 2	25
4.3	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 3	26
4.4	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 4	26
4.5	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 5	27
4.6	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 6	28
4.7	RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 7	31
4.8	DISCUSSÕES GERAIS	32
5	CONCLUSÃO	35
5.1	TRABALHOS FUTUROS	35
	REFERÊNCIAS	37

1 INTRODUÇÃO

Apesar do desenvolvimento de diversas ligas com propriedades variadas, os aços ainda são os metais mais utilizados na indústria, seja por suas propriedades mecânicas, seu baixo preço ou pelo alto conhecimento de seu comportamento em diversas condições. Na condição de aços estruturais, muito se tem falado em aços avançados de alta resistência, que são aços com altos limites de escoamento e grandes alongamentos, os quais possuem grande aplicabilidade em diversas áreas da indústria, principalmente na automotiva, onde se buscam materiais cada vez mais resistentes visando reduzir a quantidade de material, o peso do produto e, conseqüentemente, o consumo de combustíveis, para atender normas e restrições políticas e ambientais [1,2]. Além disso, a alta resistência aliada ao alto alongamento resulta em uma tenacidade muito elevada e, portanto, uma alta absorção de energia, tornando o veículo mais seguro em colisões.

Assim como os aços avançados, os aços ligados com alumínio vêm sendo apontados como um material promissor para aplicações que exigem elevada resistência mecânica aliada ao baixo peso específico relativo. Por isso muitos estudos envolvendo o sistema Fe-Al têm sido desenvolvidos com o objetivo de obter ligas metálicas com melhores propriedades mecânicas e menor custo de obtenção, uma vez que aço e alumínio são amplamente comercializados a preços acessíveis, diferente de ligas como as que contém titânio, por exemplo. Um sistema bastante estudado é o Fe-Al-C, no qual os elementos reagem formando fases como o Fe_3Al ou o carbeto Fe_3AlC_x , que alteram as propriedades da liga, como resistência, ductilidade, tenacidade, dureza e resistência à corrosão.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho foi desenvolver uma liga Fe-Al-C por Metalurgia do Pó avaliando diferentes condições de processamento, tais como matérias-primas e atmosferas de sinterização.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para atingir o objetivo geral proposto neste trabalho destacam-se os seguintes objetivos específicos: (i) selecionar as matérias-primas mais adequadas para produzir ligas Fe-Al-C; (ii) preparar pós e elaborar as misturas para a produção de ligas Fe-Al-C; (iii) compactar e sinterizar as ligas preparadas; (iv) realizar tratamento térmico de têmpera nas amostras sinterizadas; (v) avaliar a microestrutura e a microdureza nas diferentes rotas de processamento empregadas.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 SISTEMA Fe-Al-C

Embora apresente elevado potencial, o sistema Fe-Al-C ainda não é utilizado em larga escala, pois apresenta reduzida ductilidade e usinabilidade em temperatura ambiente, em adição à dificuldade de produção, devido à necessidade de grande conhecimento termoquímico das fases do material para produzi-lo em escala comercial [1, 3, 4]. Em virtude disso, estudos de obtenção desse material por diferentes métodos e ampliação do conhecimento das fases e microestruturas formadas e suas respectivas propriedades mecânicas são importantes.

Os aluminetos de ferro, compostos intermetálicos com sistema Fe-Al, são um dos sistemas mais estudados, não apenas pelas propriedades referentes à corrosão, resistência mecânica e resistência ao desgaste, mas principalmente pelo baixo custo em relação a outros materiais com essas mesmas propriedades. No entanto, tais compostos apresentam como desvantagem baixa ductilidade e tenacidade em temperatura ambiente, ou inferior, e a baixa resistência a fluência quando em altas temperaturas.

Com a finalidade de contornar esses problemas, vários estudos são realizados modificando-se as quantidades dos materiais base ou adicionando outros elementos de liga como B, Ti, Be, Cr, Mo, Zr, Nb. Todavia, o método de adição de carbono tem se sobressaído até o momento, no qual incorpora-se uma segunda fase no sistema, o carbeto, que proporciona o aumento da resistência do composto em altas temperaturas, tanto pela formação de uma fase resistente como pela precipitação e endurecimento da matriz, além de ajudar a impedir a fragilização por hidrogênio [5, 6].

A adição de carbono gera a fase carbeto- κ , com composição Fe_3AlC_x , que apesar de melhorar as propriedades em altas temperaturas, não atua sobre as características indesejáveis apresentadas pelo composto em temperaturas baixas e ambiente, restringindo sua aplicação para condições de alta temperatura [1,4].

2.2 METALURGIA DO PÓ

A Metalurgia do Pó (MP) é uma técnica de produção de peças metálicas através da sinterização de pós metálicos compactados, que permite formar ligas através da mistura de diferentes metais na forma pulverolenta [7]. Esses pós são definidos por partículas de metais com tamanho inferior a 1 mm, que podem ser obtidos por três métodos: o mecânico, que envolve usinagem e moagem; o químico, que abrange deposição eletrolítica, decomposição térmica, precipitação de líquido, entre outros; e o físico, que compreende as atomizações à água, à gás e ar comprimido [7-10].

Os metais obtidos por metalurgia do pó se dividem em dois grupos, o grupo dos metais que só podem ser obtidos por metalurgia do pó e o grupo que pode ser obtido por processos metalúrgicos convencionais, mas se mostram técnica e economicamente mais viáveis ao serem obtidos por MP. Entre os metais do primeiro grupo estão os metais refratários, metais pesados, metais duros, materiais porosos, ligas que não se solubilizam em fundição, entre outros. Já no segundo grupo estão presentes peças de aço sinterizado, certos ímãs e algumas peças de metais não-ferrosos [7, 8].

Outra característica da MP, além da forma final ser praticamente a peça acabada, é que os materiais da MP geralmente apresentam ótima precisão dimensional, em consequência da compactação e pelo metal não ter sofrido solidificação, que geralmente acumula tensões e distorcem as dimensões da peça. Além disso, os materiais da MP apresentam porosidade que, em alguns casos, pode ser vantajoso quando se quer, por exemplo, uma peça auto lubrificante, devido à capilaridade. Porém, em outras situações, pode ser prejudicial quando se espera características de estanqueidade ou altas resistências mecânicas, por exemplo [7, 9-11].

Uma das poucas desvantagens desse processo é a limitação de tamanho das peças, em razão da compactação do pó no processo, pois essa compactação é feita de duas maneiras, mecânica e hidráulica, e com o aumento da área da peça, a força necessária para a compactação chega em valores que necessitariam de prensas cada vez maiores e mais caras [7, 9].

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO

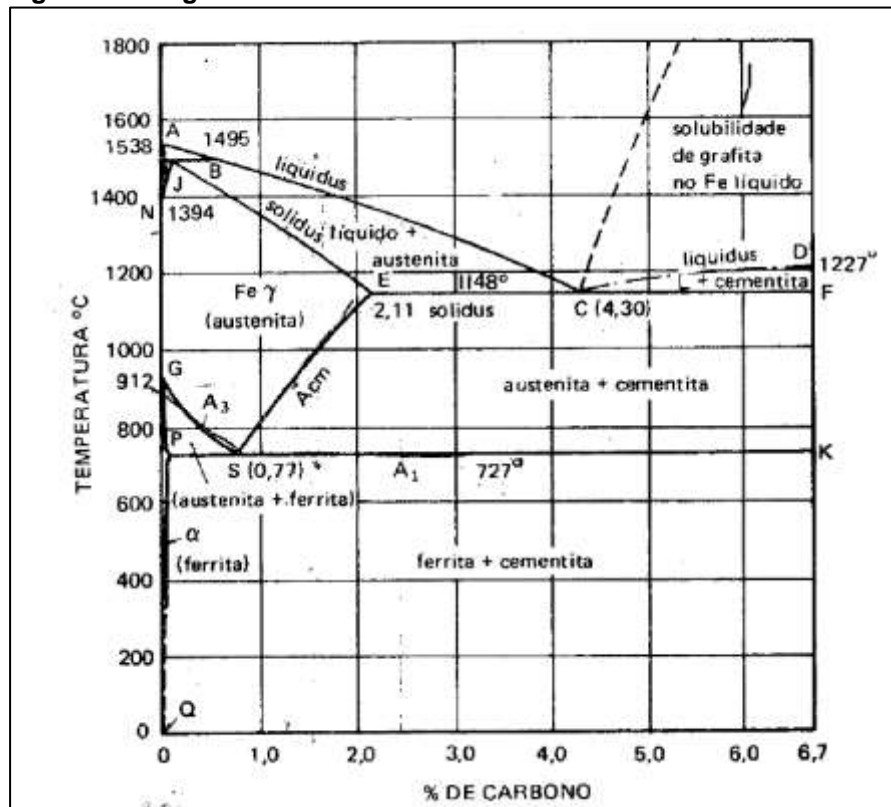
As propriedades mecânicas dos metais dependem de sua composição química, arranjo cristalino, histórico de processamento e dos tratamentos térmicos realizados no mesmo, isso porque esses fatores alteram a microestrutura do metal [4].

Os tratamentos térmicos são ciclos de aquecimento e resfriamento controlados, que modificam a microestrutura do material. Os principais tratamentos em ligas ferrosas são a têmpera, o recozimento, a normalização e o revenimento, e nas ligas não-ferrosas são a solubilização, o envelhecimento e o recozimento. Além desses existem ainda a esferoidização, a cementação, e alguns outros tratamentos que são feitos principalmente em ligas ferrosas [4, 8].

Esses tratamentos se diferenciam pelas temperaturas envolvidas e as velocidades de resfriamento aplicadas. Tomando como exemplo as ligas de aço, alguns tratamentos necessitam transformar as fases da matriz em austenita para então obter as fases e microestruturas desejadas, enquanto outros tratamentos não devem atingir a temperatura de austenitização, pois ocasionaria a perda das propriedades desejadas.

O tratamento utilizado neste trabalho é a têmpera, tratamento térmico empregado em ligas de aço para obter aumento de dureza e resistência mecânica. Na têmpera, há a necessidade de aquecer o aço a temperaturas em que se obtém a fase de austenita, como mostra a Figura 1.

Figura 1 – Diagrama de fase ferro-carbono.

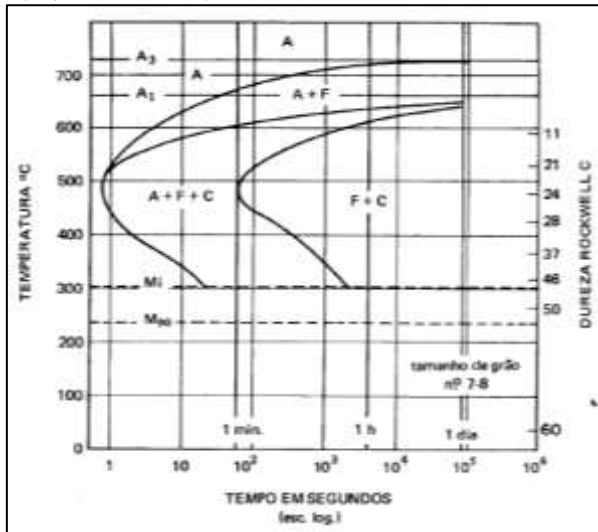


Fonte: Chiaverini (1977) [8].

Então o metal deve ser resfriado para obter-se a fase de martensita, que surge a partir de certa temperatura e é representada pela fase abaixo da linha “Mi” no diagrama Tempo Temperatura Transformação (TTT) da Figura 2.

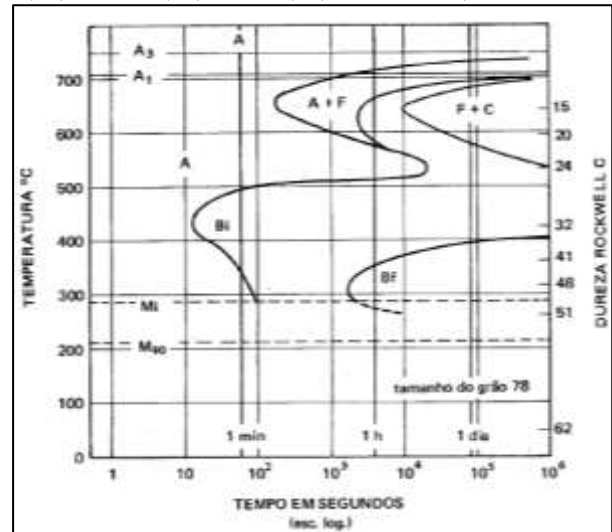
Para atingir essa fase, é necessário utilizar uma velocidade de resfriamento que não permita a formação de outras fases. Esse intervalo de tempo para resfriar o aço e obter martensita pode variar de acordo com a liga utilizada, conforme mostram os diagramas TTT nas Figuras 2 e 3 [8].

Figura 2 – Diagrama TTT para aço com 0,37% C, 0,68% Mn e 3,41%Ni.



Fonte: Chiaverini (1977) [8].

Figura 3 – Diagrama TTT para aço com 0,42% C, 0,78% Mn, 1,79% Ni, 0,80% Cr e 0,38% Mo.



Fonte: Chiaverini (1977) [8].

O deslocamento observado da Figura 2 para a Figura 3, aumentando o tempo para atingir a martensita, é definido como temperabilidade, e quanto maior a temperabilidade do aço, maior o deslocamento do gráfico para a direita. Esse aumento de temperabilidade entre um aço e outro se dá pela presença de elementos de liga, que geralmente deslocam o diagrama para a direita, com algumas exceções como o cobalto por exemplo, que reduz a temperabilidade [4,8].

Após a têmpera, realiza-se o revenimento, que alivia as tensões geradas na transformação da martensita e ajusta os níveis de resistência, dureza e ductilidade aos níveis desejados.

A presença do alumínio aumenta a temperabilidade do aço, porém, é possível que haja a presença da fase de carbeto Fe_3AlC_x , que pode remover parte do carbono da matriz, reduzindo, assim, a dureza da martensita.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Para a obtenção da liga Fe-Al-C, nas diferentes rotas de processamento, foram empregadas as seguintes matérias-primas: barra de aço AISI 1045, com uma polegada de diâmetro e, aproximadamente, 500 mm de comprimento; pó de ferro puro de granulometria inferior a 300 μm , adquirido da empresa Höganäs; pó de alumínio puro com granulometria inferior a 150 μm ; pó de alumínio puro com granulometria entre 75 e 150 μm adquirido da empresa ALCOA; carvão ativado de filtro de água, e carvão vegetal.

Para a confecção dos corpos de prova, foram utilizados os seguintes reagentes químicos: ácido esteárico puro, adquirido da empresa Anidrol (São Paulo); acetona concentrada recuperada, com pureza compatível às suas aplicações nesta pesquisa; e carbonato de sódio com grau de pureza analítico, adquirido da Alphatec.

Para a sinterização, foram usados como gases inertes argônio industrial e nitrogênio analítico de alta pureza 5.0.

3.2 ROTAS DE PROCESSAMENTO E SUA CARACTERIZAÇÃO

Nesta seção são apresentadas no Quadro 1 as rotas de processamento aplicadas e suas principais características.

Quadro 1 – Rotas de processamento e suas principais características.

Rota	Matéria-prima	Forno	Matriz	Sinterização	
				Atmosfera	Temperatura (inicial – Final)
1	Aço 1045 + Al (<150 µm)	Tubular Alumina	Tração	Ar	20 – 1150 °C
2	Fe (<300 µm) + Al (<150 µm) + Carvão ativado	Tubular Alumina	Tração	Ar	20 – 1150 °C
3	Fe (<300 µm) + Al (<150 µm) + Carvão ativado	Tubular Alumina	Tração	N ₂	20 – 1150 °C
4	Fe (<300 µm) + Al (75 - 150 µm) + Carvão ativado	Tubular Alumina	Tração	N ₂	20 – 1150 °C
5	Fe (<300 µm) + Al (75 - 150 µm)	Convencional + Cementação	Retangular	CO + CO ₂	20 – 1150 °C
6	Fe ₂ Al ₅ (<300 µm) + Fe (<300 µm)	Convencional + Cementação	Retangular	CO + CO ₂	700* – 1150 °C
7	Fe ₂ Al ₅ (<300 µm) + Fe (<300 µm)	Convencional + Cementação	Tração	CO + CO ₂	20 – 1150 °C

* Forno pré-aquecido.

Fonte: autoria própria.

Os instrumentos e equipamentos utilizados nas rotas de processamento estão descritos a seguir.

Para a produção dos pós da liga Fe-Al-C, foram empregados os seguintes instrumentos: moinho de alta energia de confecção acadêmica, com esferas de 3 mm de aço; moinho de bolas de alumina; peneira de 300 µm, adquirida da empresa Bertel; e misturador "Y" fabricado na universidade em aço inox.

Para a obtenção dos corpos de prova, utilizou-se as matrizes de compactação em forma de "cotonete", forma padrão ISO 2740 para ensaio de tração (Figura 4) e retangular (Figura 5), de confecção acadêmica, e prensa hidráulica manual de capacidade de 100 toneladas, fabricada pela CEFEQ Ferramentas.

Figura 4 – Matriz de compactação “cotonete”.



Fonte: autoria própria.

Figura 5 – Matriz de compactação retangular.



Fonte: autoria própria.

Para a sinterização dos corpos de prova, foram empregados os seguintes equipamentos: forno tubular da marca JUNG e modelo 33013; forno convencional programável da marca JUNG, modelo LF0613; tubo de alumina; tubo de inox com bico pneumático, confeccionado durante a pesquisa; bomba de vácuo; e tubo de aço para cementação, fabricado durante a pesquisa.

Para posteriores ensaios, foram utilizadas a embutidora metalográfica AROTEC PRE-30S e lixadeira e politriz FORTEL modelo PLF.

3.2.1 Rota de Processamento 1

Nesta rota de processamento, a obtenção do pó de aço deu-se por meio da moagem, em moinho de alta energia durante 45 minutos, de cavacos finos obtidos pela usinagem de uma barra de aço AISI 1045. Após a moagem, o pó foi previamente separado dos resíduos intactos dos cavacos e, então, separado em peneira de 300 μm , para selecionar o pó com granulometria adequada à sinterização.

O pó de aço obtido foi então misturado ao pó de alumínio, com granulometria inferior a 150 μm , na proporção 93% aço e 7% alumínio (proporções em massa). Logo após, adicionou-se o ácido esteárico puro com massa igual a 1% da mistura. Essa substância age como lubrificante e dá plasticidade na compactação, não interferindo na estrutura do material, uma vez que, a partir de 500°C, o ácido esteárico se decompõe e evapora. A mistura foi homogeneizada em um misturador “Y” durante 20 minutos.

Em paralelo, a matriz e o punção de compactação foram revestidos com uma camada de ácido esteárico puro, a partir de uma solução em acetona,

seguidamente evaporada com soprador de ar quente. O ácido esteárico atua como lubrificante na prensagem.

Após a homogeneização, a mistura foi inserida na matriz de compactação em formato de “cotonete” e prensado a 550 MPa. O corpo de prova produzido foi aquecido à 20 °C por minuto até atingir 1150 °C e mantido a esta temperatura durante 90 minutos, no forno tubular com tubo de alumina e fluxo constante de argônio.

3.2.2 Rota de Processamento 2

Nesta rota de processamento utilizou-se pó de ferro puro, de granulometria inferior a 300 µm. Primeiramente, misturou-se 92 g de pó de ferro e 1 g de carvão ativado. A seguir, foram adicionados 7 g de alumínio em pó para atingir a proporção desejada de 7% e, finalmente, o ácido esteárico, na quantidade de 1 g. Assim como na rota 1, a mistura foi homogeneizada com misturador “Y”.

Todas as demais etapas foram semelhantes a rota de processamento 1, da compactação à sinterização, a única diferença é que foram produzidos dois corpos de prova, devido a maior quantidade de material.

3.2.3 Rota de Processamento 3

A rota de processamento 3 seguiu as mesmas etapas da rota de processamento 2, exceto pela substituição do gás argônio pelo nitrogênio analítico 5.0.

3.2.4 Rota de Processamento 4

Esta rota de processamento adotou exatamente os mesmos procedimentos da rota anterior, exceto pelo uso de pó de alumínio com granulometria entre 75 e 150 µm da ALCOA.

3.2.5 Rota de Processamento 5

Diferentemente das rotas de processamento 2 e 3, este procedimento não incluiu a adição de carvão ativado à mistura de pós. Foram misturados e homogeneizados 93 g de pó de ferro, 7 g de pó de alumínio e o 1 g de ácido esteárico. Três corpos de prova foram produzidos a partir da matriz de compactação retangular.

Os corpos de prova compactados foram, então, colocados em um tubo de aço contendo uma mistura de carvão vegetal com 10% de carbonato de sódio, que atua como catalisador para a formação de CO_2 e CO em alta temperatura, criando uma atmosfera redutora para o ferro, além de inserir carbono na matriz e impedir a oxidação do material. O tubo foi fechado pela aplicação de argila bentonita em volta da tampa e, em seguida, aquecido em um forno convencional com taxa de $20\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ até atingir $1150\text{ }^\circ\text{C}$, e então mantido nesta temperatura por 90 minutos.

Com a finalidade de se obter um parâmetro para posterior comparação, foram sinterizados, nas mesmas condições, dois corpos de prova contendo apenas ferro e ácido esteárico. Após a sinterização, ambos os corpos de prova foram embutidos, lixados com lixas de granulometria 120, 200, 400, 600 e 1200, polidos com pano de polimento metalográfico e, em seguida, submetidos a um ataque químico com solução de Nital (solução de 3% de ácido nítrico em álcool etílico) para a análise metalográfica. Nesta análise, empregou-se um microscópio óptico da marca MEIJI, com uma câmera fotográfica digital.

3.2.6 Rota de Processamento 6

Esta rota de processamento iniciou com o procedimento baseado no trabalho de Kang, Lee e Hu [12], que obtiveram primeiramente Fe_2Al_5 para então diluir a mistura com ferro até atingir a proporção Fe_3Al por Metalurgia do Pó.

Realizou-se a mistura de 50 g, contendo em massa 45,29% de ferro e 54,7% de alumínio em pó, que corresponde às proporções molares do Fe_2Al_5 . Nesta metodologia não foi adicionado o ácido esteárico, uma vez que a alta quantidade de alumínio garante a plasticidade na compactação. A mistura permaneceu no misturador “Y” por 30 minutos para homogeneização e após esse tempo foi

compactada na matriz retangular com, aproximadamente, 360 MPa, obtendo-se seis corpos de prova.

Para a sinterização dos corpos de prova, optou-se por utilizar apenas vácuo no forno tubular. Um tubo de aço inox 304 com conexões adequadas a bomba de vácuo foi utilizado.

Os seis corpos de prova resultantes foram colocados no forno de inox e aquecidos à 750 °C por 90 minutos. Os corpos de prova foram moídos em moinho de bolas de alumina para obtenção do pó de Fe_2Al_5 . Para confirmar a formação do intermetálico, uma amostra foi destinada à análise de Difratomia de Raio X, realizada em difratômetro da marca Rigaku miniflex 600, nas condições de 40 kV e 15 mA, com varredura em modo contínuo de 20,00 – 80,00 graus a uma taxa de 4,00 graus/min e detector SC-70.

Considerou-se a quantidade média de alumínio, entre a que foi adicionada e a que foi indicada no difratograma, correspondente a 56% de alumínio em massa, foi então realizada uma nova mistura, adicionando-se pó de ferro para ajustar a concentração para 7% em alumínio. Essa segunda mistura continha 6 g do intermetálico e 45,6 g de ferro em pó. Após esse ajuste, foi adicionado o ácido esteárico na quantidade de 1% da massa da mistura, aproximadamente 0,5 g.

Após homogeneização, a mistura foi compactada na matriz retangular com 550 MPa de pressão, resultando em dois corpos de prova que, posteriormente, foram colocados no tubo de aço de cementação, contendo a mistura de carvão e carbonato de sódio, como descrito na rota número 5. Após a sinterização, um dos corpos de prova foi submetido ao tratamento térmico de têmpera, sendo aquecido até 850 °C por 20 minutos e resfriado em salmoura. Com a intenção de analisar as propriedades dos corpos de prova, foram realizados ensaios de dureza Rockwell B, de microdureza Vickers e análise de metalografia, como descrito na metodologia 5. A dureza Rockwell B foi conduzida de acordo com a norma ASTM E18. Os ensaios de microdureza Vickers foram executados segundo a norma ASTM E384-11, empregando-se uma carga de 0,490 N, por 15 segundos.

3.2.7 Rota de Processamento 7

Esta rota de processamento foi conduzida exatamente nas mesmas condições que o procedimento anterior, porém o aquecimento para a sinterização ocorreu a partir da temperatura ambiente, isto é, sem que houvesse pré-aquecimento, e a matriz utilizada foi a de tração (“cotonete”). Contudo, nesta rota não foram realizados os ensaios de dureza e metalografia.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 1

O corpo de prova obtido nesta rota de processamento apresentou grande expansão e fragilização, além disso, o corpo não apresentou sinterização, como resultado do formato agulha do pó de aço antes da mistura e da reação entre o alumínio e o ferro, que não ocorreu como diluição. A Figura 6a apresenta o corpo de prova resultante desta metodologia, enquanto a Figura 6b exibe o detalhe da aparência resultante do pó com formato de pequenas agulhas.

Figura 6a – Corpo de prova resultante da rota de processamento 1.



Fonte: autoria própria.

Figura 6b – Detalhe do corpo de prova.



Fonte: autoria própria.

Esta rota de processamento visava utilizar um aço conhecido, pois seria de fácil aplicação em qualquer indústria, porém o método se mostrou ineficaz devido ao formato do pó de aço, que inviabilizou a compactação.

Também se pode observar oxidação por todo o material, o que pode ter ocorrido com o aço durante a moagem, pois esta não foi realizada em atmosfera inerte.

4.2 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 2

Os corpos de prova obtidos nesta rota de processamento apresentaram expansão elevada, com grande porosidade e alta fragilidade, conforme a Figura 7. A expansão observada pode ser justificada por diversos fatores que levaram o alumínio a não se difundir e acabar dilatando excessivamente. A oxidação prévia dos pós, que pode ter dificultado a difusão na interface dos grãos dos mesmos, ou

até mesmo a reação do alumínio com o ferro, formando fases intermetálicas indesejadas.

Figura 7 – Corpos de prova resultantes da rota de processamento 2.



Fonte: autoria própria.

4.3 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 3

Os corpos de prova obtidos nesta rota apresentaram elevada expansão, porosidade e fragilidade assim como os corpos de prova da rota de processamento 2, indicando que os dois gases utilizados foram inertes na sinterização, descartando sua influência na expansão.

4.4 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 4

Os corpos de prova, mais uma vez, apresentaram expansão, porosidade e fragilidade com aparência similar aos corpos da rota de processamento 2, algo que sugere a mesma condição físico-química entre os pós de alumínio utilizados, mesmo sendo de origens diferentes.

4.5 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 5

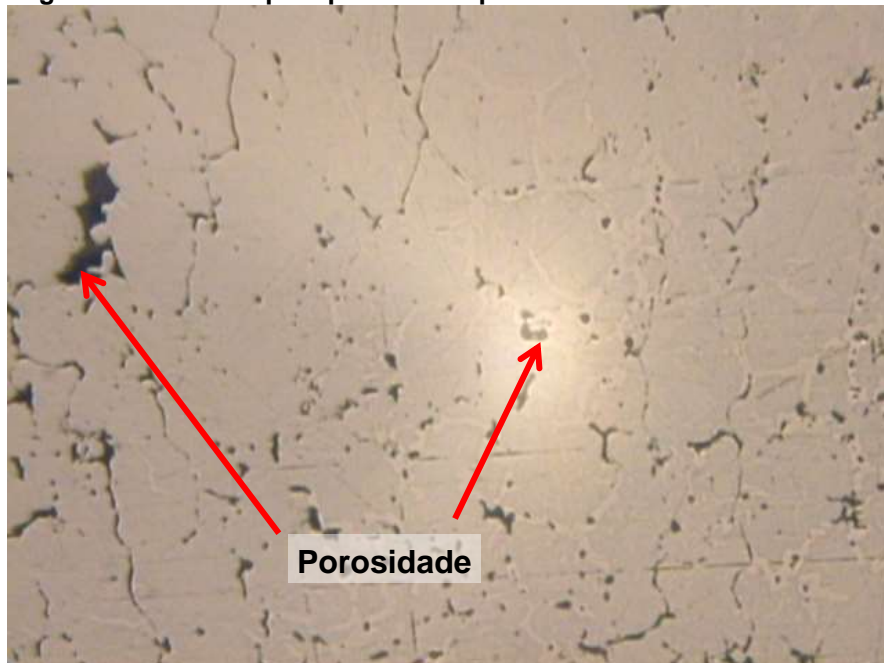
Os corpos de prova que continham apenas ferro ficaram com aspecto metálico como pode ser observado na Figura 8, sendo assim foi possível realizar metalografia na secção transversal dos mesmos, que apresentou pouca porosidade, como mostra a Figura 9.

Figura 8 – Corpo sinterizado apenas de ferro.



Fonte: autoria própria.

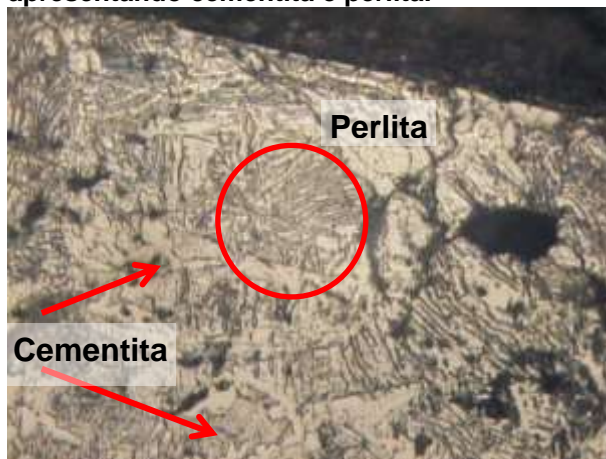
Figura 9 – Microscopia óptica do corpo de ferro não atacado.



Fonte: autoria própria.

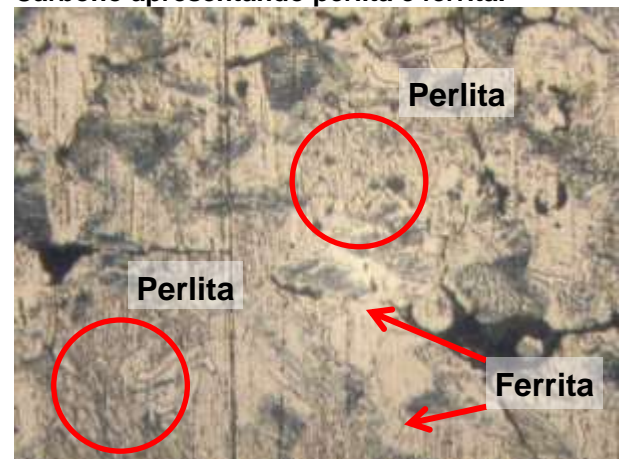
Devido à inserção de carbono através da cementação, a secção observada apresentou um gradiente de fases de aço da superfície até o núcleo, passando de hipereutetoide até hipoeutetoide, com alta concentração de cementita perto das bordas, perlita entre o núcleo e a borda, e ferrita com perlita no núcleo, conforme as Figuras 10a e 10b.

Figura 10a – Metalografia Ferro-Carbono apresentando cementita e perlita.



Fonte: autoria própria.

Figura 10b – Metalografia Ferro-Carbono apresentando perlita e ferrita.



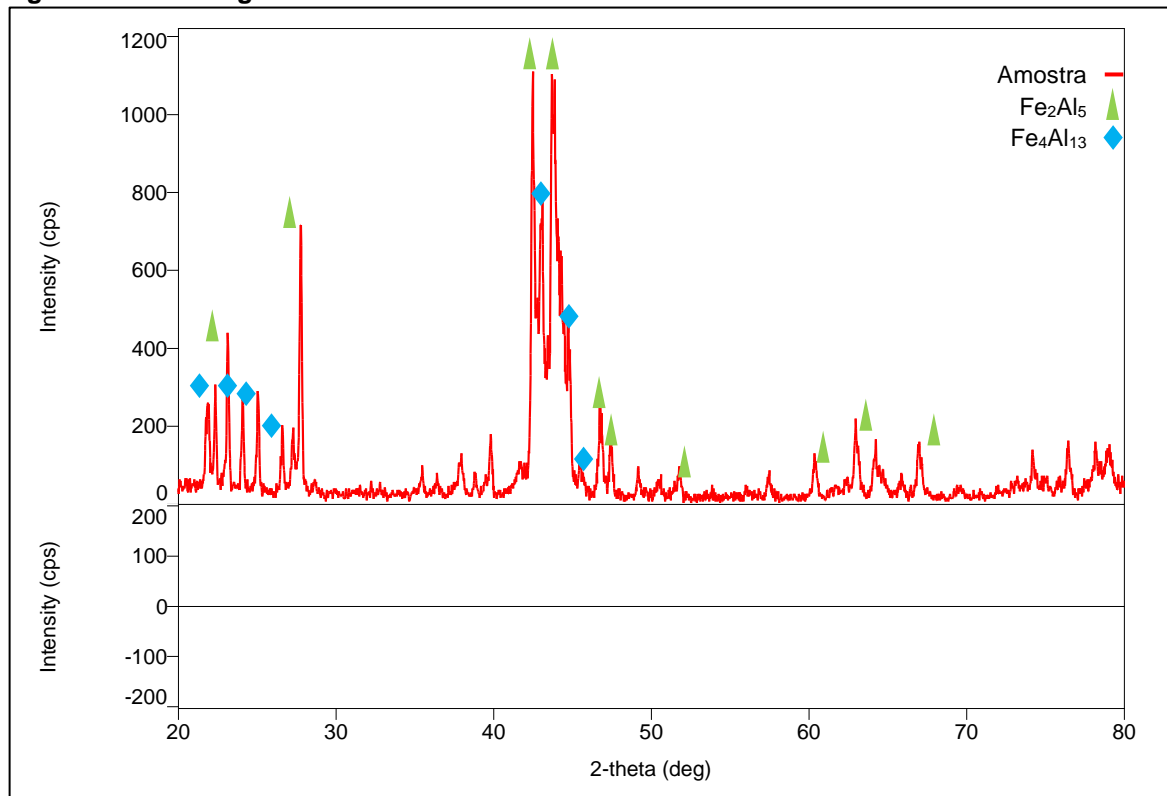
Fonte: autoria própria.

Já os corpos de prova com alumínio apresentaram novamente os mesmos aspectos dos produtos das rotas anteriores, isto é, grande expansão, porosidade e fragilidade, indicando possível oxidação do pó de alumínio, pois os óxidos de alumínio apresentam alta estabilidade química, que impede a ocorrência da reação.

4.6 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 6

O difratograma obtido é apresentado na Figura 11. A presença de Fe_2Al_5 e $\text{Fe}_4\text{Al}_{13}$ sugere alguma alteração nas quantidades de ferro e alumínio da amostra ou da mistura como um todo, provavelmente devido à oxidação do ferro, pois com ferro oxidado sua quantidade na reação de formação destes intermetálicos diminui, porém essa variação não prejudica o processo de diluição subsequente.

Figura 11 – Difratoograma de Raios X da amostra.



Fonte: autoria própria.

Os corpos de prova retirados do tubo de cementação desta vez apresentaram certa rigidez e menor expansão, porém a porosidade ainda foi elevada, como mostra a Figura 12. Não foi possível realizar ensaio de dureza Rockwell B devido à alta porosidade. Os resultados das metalografias são apresentados nas Figuras 13a e 13b, sendo a liga sem tratamento e com o tratamento de têmpera respectivamente, porém não é possível observar diferença na matriz de ferro entre os dois corpos de prova, indicando primeiramente que o carbono não se difundiu como nos corpos de prova de ferro da metodologia 5, além disso é possível observar uma fase não difundida nas partes mais claras das imagens, pelo menos não completamente.

Figura 12 – Corpo de prova resultante da rota de processamento 6.



Fonte: autoria própria.

Figura 13a – Metalografia do material não temperado.



Fonte: autoria própria.

Figura 13b – Metalografia do material temperado.



Fonte: autoria própria.

Quanto a microdureza Vickers, os resultados estão apresentados na Tabela 1 e indicam grande desvio padrão nos corpos de prova com alumínio, um indicativo de que houve difusão dos intermetálicos, porém não homogênea. Já os corpos de prova sem alumínio apresentaram um gradiente na dureza que vai crescendo do centro para as bordas da seção transversal, confirmando as observações da metalografia nos resultados da rota de processamento 5.

Tabela 1 – Resultados da Microdureza Vickers

Microdureza Vickers [HV]				
	Material temperado	Material não temperado	Corpo de prova sem alumínio 1	Corpo de prova sem alumínio 2
Valor Médio*	206,95	207,90	126,40	146,67
Desvio Padrão*	73,49	53,53	19,43	27,60

* Descontou-se os valores máximos e mínimos em cada conjunto de dados.

Fonte: autoria própria.

Pode-se perceber um maior valor de dureza na média dos corpos de prova com alumínio, confirmando mais uma vez a difusão dos intermetálicos, mesmo que não homogênea. Porém, a dureza do material temperado se mantém igual ao que não sofreu o tratamento térmico, isso indica que o carbono não se difundiu no material como aconteceu na rota de processamento 5, pois com a têmpera, o carbono tornaria propícia a formação de martensita, que apresentaria dureza mais elevada.

4.7 RESULTADO DA ROTA DE PROCESSAMENTO 7

Nesta rota de processamento os corpos de prova voltaram a apresentar expansão, porosidade e fragilidade, além disso, apresentaram diversas fissuras, conforme as Figuras 14a e 14b, indicando que o pré-aquecimento do forno da rota de processamento 6 não foi o motivo principal da porosidade, pelo contrário, a rigidez obtida na sexta rota de processamento foi melhor, indicando que a rampa de aquecimento do corpo de prova pode ter mais influência do que os outros fatores observados nas rotas anteriores.

Figura 14a – Corpo de prova da rota de processamento 7.



Fonte: autoria própria.

Figura 14b – Detalhe das fissuras do corpo de prova.



Fonte: autoria própria.

4.8 DISCUSSÕES GERAIS

Se mostrou pertinente a comparação da microestrutura do corpo de prova de ferro com o da liga, pois sob as mesmas condições de sinterização, pôde-se notar a diferença do nível de porosidade, que foi muito menor nos corpos de ferro, e a apresentação das fases relativas ao sistema ferro carbono, devido a diluição resultante da cementação

A partir dos resultados descritos anteriormente, em especial da rota de processamento 6, em que os corpos de prova apresentaram propriedades melhores, foi possível supor que a taxa de aquecimento e os patamares de temperatura influenciam significativamente no resultado da sinterização, uma vez que nesta rota o forno estava pré-aquecido. Esta observação está de acordo com o trabalho de Matysik, Jozwiak e Czujko [13], onde eles realizaram um procedimento de sinterização de mistura Fe-Al com taxas de aquecimento menores (de 0,5 a 10 °C/min) e temperatura de patamar também menor (700 °C) e obtiveram uma liga com grande difusão, porém em seu trabalho não é discutida a expansão.

A expansão recorrente na maioria das rotas é característica da mistura Fe-Al em algumas condições de temperatura, segundo Kang e Hu [14], que apresentam um estudo da expansão do material pelo tempo em uma determinada faixa de temperatura, isso sugere que a menor expansão da rota 6 se deu pelo menor tempo de sinterização decorrente do pré-aquecimento do forno, porém a difusão ainda não ocorreu como esperado.

Outra possível causa para não se atingir as propriedades esperadas, ou seja, o alumínio não ter se difundido e o material não ter sinterizado corretamente, diz respeito à oxidação dos pós, tanto de ferro quanto de alumínio, pois a camada de óxido de alumínio em torno do grão de pó é muito estável, dificultando a interação

metálica entre os elementos. Já o óxido de ferro pode ter interferido exclusivamente nas rotas de processamento de 1 a 4, pois da 5 em diante a sinterização foi realizada na caixa de cementação, que contém atmosfera redutora para o ferro.

Como foi discutido no início do trabalho, a termodinâmica das transformações das fases com ferro e alumínio são bem complexas, trazendo dificuldades na fabricação do material com as propriedades requeridas, pois considerando as discussões anteriores, além da oxidação poder estar interferindo, quanto maior o tempo de sinterização, maior a difusão, porém resulta em maior expansão, e quanto menor o tempo, menor a expansão, porém, conseqüentemente, menor a difusão. Contudo, como aparece no trabalho de Kang, Lee e Hu [12] e de Prasad, Khaple e Baligidad [15], o material em algumas circunstâncias de fabricação, como em fundição ou extrusão a quente, apresenta alta resistência e alongamento, só não foi possível atingir essas propriedades neste trabalho devido às condições de processamento, exigindo maior estudo para se encontrar os parâmetros ideais.

5 CONCLUSÃO

Todos os objetivos propostos foram cumpridos. Buscou-se diferentes matérias-primas para a obtenção de ligas Fe-Al-C, como a barra de aço, os pós de ferro e alumínio e os intermetálicos pré-formados Fe_2Al_5 e Fe_4Al_{13} . A inserção de carbono na mistura foi realizada de diferentes formas, através da adição de carvão ativado, da cementação durante a sinterização ou simplesmente pela presença no pó de aço moído. Foi possível realizar tratamento térmico de têmpera e avaliar a microestrutura e a microdureza em apenas um dos corpos de prova da liga, o da rota de processamento 6, devido a fragilidade e porosidade presente nos demais corpos de prova.

O corpo de prova resultante da rota de processamento 1 apresentou oxidação, expansão, fragmentação e fragilidade. Os corpos de prova produzidos nas rotas de processamento 2 a 5, e na rota de processamento 7, apresentaram expansão, fragilidade e grande porosidade. Os corpos de prova produzidos na rota de processamento 6 também exibiram muita porosidade, porém foram os únicos que possuíam certa resistência mecânica e aspecto metálico.

A análise da microestrutura, na rota de processamento 6, mostrou regiões intactas não difundidas, que não puderam ser identificadas. Quanto a microdureza, o material apresentou valores maiores em relação aos valores dos corpos de prova de ferro, porém, não houve diferença significativa entre as médias do corpo de prova apenas sinterizado e o submetido à têmpera.

Nas condições empregadas neste trabalho não foi possível obter a liga Fe-Al-C por Metalurgia do Pó com as mesmas propriedades observadas nos corpos de prova de ferro ou em outros métodos, como fundição ou extrusão a quente.

5.1 TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão para trabalhos futuros poder-se-iam testar diferentes taxas de aquecimento e temperaturas de sinterização. Além disso, seria importante estudar o efeito da oxidação dos pós precursores sobre o resultado das rotas de processamento aplicadas.

REFERÊNCIAS

- [1] PHAN, Anh Thu; PAEK, Min-Kyu; KANG, Youn-Bae. Phase equilibria and thermodynamics of the Fe–Al–C system: Critical evaluation, experiment and thermodynamic optimization. **Scripta Materialia**, v. 79, p. 1-15, 2014.
- [2] GORNI, A. A. Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas. **Corte & Conformação de Metais**, p. 26-57, dez. 2008.
- [3] PALM, Martin; INDEN, Gerhard. Experimental determination of phase equilibria in the Fe-Al-C system. **Intermetallics**, v. 3, p. 443-454, 1995.
- [4] KIM, Hansoo; SUH, Dong-Woo; KIM, Nack J. Fe–Al–Mn–C lightweight structural alloys: a review on the microstructures and mechanical properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 14, p. 1-11, 2013.
- [5] RAO, V. Shankar. The influence of temperature on the oxidation behaviour of Fe₃Al–Fe₃AlC_{0.69} and FeAl–Fe₃AlC_{0.69} intermetallics. **Intermetallics**, v. 11, p. 713-719, 2003.
- [6] RADHAKRISHNA, A.; BALIGIDAD, R. G.; SARMA, D. S. Effect of carbon on structure and properties of FeAl based intermetallic alloy. **Scripta Materialia**, v. 45, p. 1077-1082, 2001.
- [7] CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do Pó: técnica e produtos**. 3. ed. São Paulo, 1992.
- [8] CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia Mecânica: processos de fabricação e tratamento**. 2 ed. São Paulo: ABDR, 1977, v. 3.
- [9] JAMES, W. Brian. Metallurgy Methods and Applications. **ASM Handbook**, v. 7, p. 9-19, 2015.
- [10] NEVES, Mauricio D. M. **Sinterização de misturas de pós de ligas de ferro para aplicações automotivas**. 2005. 131 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.
- [11] GAO, Hayan et al. Porous FeAl intermetallics fabricated by elemental powder reactive synthesis. **Intermetallics**, v. 17, p. 1041-1046, 2009.
- [12] KANG, Hui-Zhen; LEE, Sanboh; HU, Chen-Ti. The role of pre-formed Fe₂Al₅ in P/M processing of Fe₃Al. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, p. 360-366, 2005.
- [13] MATYSIK, P.; JOZWIAK, S.; CZUJKO, T. Swelling behavior in reactive sintering of Fe–Al mixtures. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 549, p. 92-99, 2013.

[14] KANG, Hui-Zhen; HU, Chen-Ti. Swelling behavior in reactive sintering of Fe–Al mixtures. **Materials Chemistry and Physics**, v. 88, p. 264-272, 2004.

[15] PRASAD, V. V. Satya; KHAPLE, Shivkumar; BALIGIDAD, R. G. Melting, Processing, and Properties of Disordered Fe-Al and Fe-Al-C Based Alloys. **JOM**, v. 66, n. 9, p. 1785-1793, 2014.