CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

LOUISE FERNANDA RODRIGUES OLIVEIRA

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL E DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DO AÇO INOXIDÁVEL HK-30 CONFORMADO POR GELCASTING

São Bernardo do Campo

2015

CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI

LOUISE FERNANDA RODRIGUES OLIVEIRA

AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL E DO COMPORTAMENTO TERMOMECÂNICO DO AÇO INOXIDÁVEL HK-30 CONFORMADO POR GELCASTING

Dissertação de Mestrado apresentada ao Centro Universitário da FEI para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, área de Materiais e Processos, orientado pelo Prof. Dr. Fernando dos Santos Ortega.

São Bernardo do Campo

2015

Oliveira, Louise Fernanda Rodrigues.
Avaliação microestrutural e do comportamento termomecânico do aço inoxidável HK-30 conformado por gelcasting / Louise Fernanda Rodrigues Oliveira. São Bernardo do Campo, 2015.
86 f. : il.

Dissertação - Centro Universitário da FEI.
Orientador: Prof. Dr. Fernando dos Santos Ortega.

1. Gelcasting de metais. 2. Sedimentação. 3. Tensão de escoamento. I. Ortega, Fernando dos Santos, orient. II. Título.

CDU 669

Centro Universitário da **FEI**

APRESENTAÇÃO DE DISSERTAÇÃO
ATA DA BANCA JULGADORA

PGM-10

Programa de Mestrado de Engenharia Mecânica

Aluno: Louise Fernanda Rodrigues Oliveira **Matrícula:** 212127-5

Título do Trabalho: Avaliação microestrutural e do comportamento termomecânico do aço inoxidável HK-30 conformado por gelcasting.

Área de Concentração: Materiais e Processos

ORIGINAL ASSINADA

Orientador: Prof. Dr. Fernando dos Santos Ortega

Data da realização da defesa: 05/05/2015

A Banca Julgadora abaixo-assinada atribuiu ao aluno o seguinte:

APROVADO ☒ REPROVADO ☐

São Bernardo do Campo, 05 de Maio de 2015.

MEMBROS DA BANCA JULGADORA

Prof. Dr. Fernando dos Santos Ortega

Ass.: _____

Prof. Dr. Gilberto José Pereira

Ass.: _____

Prof.ª Dr.ª Kátia Regina Cardoso

Ass.: _____

VERSÃO FINAL DA DISSERTAÇÃO

ENDOSSO DO ORIENTADOR APÓS A INCLUSÃO DAS RECOMENDAÇÕES DA BANCA EXAMINADORA

_____

Aprovação do Coordenador do Programa de Pós-graduação

_____

Prof. Dr. Agenor de Toledo Fleury

Aos meus pais José Carlos e Maria Rosa,
e meus irmãos Felipe e Flávia, com amor.

AGRADECIMENTOS

Ao amigo e orientador Prof. Dr. Fernando dos Santos Ortega, pela orientação, dedicação, incentivo e profissionalismo na área acadêmica.

À FEI, pelo apoio institucional e disponibilização de estrutura para realização do trabalho.

À EPSON ATMIX CORPORATION, em especial ao Mr. Tom Pelletiers e a Ms. Diana Scullin, pelo apoio e disponibilização de matéria prima essencial à realização do trabalho.

À Empresa BRATS, em especial ao Dr. Daniel Rodrigues, pela colaboração com a pesquisa e disponibilização de sua estrutura para uma das etapas da execução do trabalho.

Aos professores Dr. Gustavo H. B. Donato e Ms. William Naville, pela colaboração, auxílio e dedicação na realização de etapas de grande importância no trabalho.

Aos amigos e colegas de curso André Inácio, Felipe Cavalheiro, Brunno Spinelli, Roberto Nascimento, Eduardo Orfale, Fernando Rabechini, Humberto Torrecillas, Ana Lúcia Perrone, Mariana Libório, Régis Barros, Igor Peli, Leonardo Andrade, André Mendes e Alberto Júnior pelo companheirismo nas horas de estudo.

Aos amigos de sempre Marina Portella, Ana Paula Mattos, Gabriela Bovolin, Sabrina Rossetto, Andrea Sant'Anna, Catarina Cirullo, Luís Eduardo Médici, Átila Poles, Thiago Martino, Leandro Bernal, Cláudio Abreu, Cláudia Oliveira e meus irmãos Flávia Oliveira e Felipe Oliveira, pelo apoio e dedicação incondicional em todas as minhas decisões, nos campos profissional, pessoal e acadêmico.

“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades.
Lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram
conquistadas do que parecia impossível.”
Charles Chaplin

RESUMO

O processo gelcasting consiste em uma técnica de conformação originalmente desenvolvido para materiais cerâmicos, baseado em uma suspensão concentrada de material particulado em uma solução aquosa que pode ser moldada e posteriormente, através de uma reação química, gelifica no interior do molde, resultando em uma peça rígida e com boa resistência mecânica. Embora tenha sido desenvolvido há mais de 20 anos, há poucos registros do processo gelcasting aplicado à metalurgia do pó. Além disso, ao ser adaptado para sistemas de partículas metálicas, torna-se necessário lidar com a maior tendência à sedimentação desses pós, uma vez que se tratam de partículas maiores e mais densas que partículas de materiais cerâmicos. Nesse sentido, este trabalho verifica a eventual ocorrência de sedimentação no período que precede a gelificação, o que poderia gerar um gradiente de compactação nas peças com efeitos indesejados sobre suas propriedades mecânicas. Para isso, amostras cilíndricas foram moldadas com uma altura de 10 cm, utilizando um pó de liga de aço inoxidável para aplicações em alta temperatura (HK-30) com duas granulometrias distintas (10F, D_{50}=7μm e 20F, D_{50}=12 μm). Após sinterização em forno a vácuo, as peças foram seccionadas e amostras foram extraídas das regiões mais alta (topo) e mais baixa (base) para avaliação de densidade e caracterização microestrutral. Adicionalmente, a tensão de escoamento foi avaliada através de ensaio de compressão em temperatura ambiente e a 800ºC. Os resultados mostraram que houve excelente densificação de todas as amostras. Entretanto, a avaliação microestrutural revelou a existência de certa porosidade residual para as amostras processadas a partir do pó com granulometria 10F. As propriedades mecânicas medidas em temperatura ambiente e a 800ºC foram compatíveis às disponíveis na literatura para a mesma liga processada por fundição, para as amostras produzidas a partir do pó com granulometria 20F. No entanto, para as amostras produzidas com o pó 10F verificaram-se valores de tensão de escoamento 50% menores, apenas para os testes conduzidos a 800ºC, o que foi atribuído à maior presença de poros na microestrutura. Em todos os casos, não foi identificada qualquer diferença significativa de densidade ou de tensão de escoamento entre as amostras extraídas do topo e da base do cilindro, comprovando a hipótese de que foi possível processar os pós de aço HK-30 através da técnica gelcasting evitando-se de maneira satisfatória a ocorrência de segregação de partículas e heterogeneidade microestrutural.

Palavras-chave: Gelcasting de metais. Sedimentação. Tensão de escoamento.

ABSTRACT

The gelcasting process is a forming technique originally developed for ceramic materials, based on a highly concentrated suspension of particulate material in an aqueous solution that could be mold and then, through a chemical reaction, gels inside the mold, resulting in a rigid part with good mechanical resistance. Although it had been developed for over 20 years ago, there are a few records of the gelcasting process applied to powder metallurgy. Furthermore, the adaptation to metallic particles, it is necessary to deal with the increased tendency for the particles settling, since these ones have higher density and size than ceramic materials particles. In this sense, this study verifies the possible occurrence of settling in the period before the gelation step, what could generate a compaction gradient on the parts with undesired effects on their mechanical properties. For this, cylindrical samples with 10 cm height were molded, using a stainless steel alloy powder for high temperature application (HK-30) with two different particle sizes (10F, D_{50}=7μm e 20F, D_{50}=12 μm). After the sintering step on a vacuum atmosphere furnace, the parts were cut and samples were taken from the top and bottom of it for density evaluation and microstructural characterization. Additionally, the yield stress was measured using compression tests under room temperature and 800°C. The results has showed that the densification was well reached on all the samples. However, the microstructural evaluation pointed out the existence of residual porosity on samples made by the 10F particle size powder. The mechanical properties measured at room temperature and at 800°C were similar to those reported in literature for the same alloy processed by casting, for the samples made by the 20F particle size powder. However, for the samples made by the 10F particle size powder, the yield stress values were 50% fewer only on the 800°C tests, which was attributed to the increased presence of pores in the microstructure. In all cases, it was not identified any significant difference of density or yield stress between the samples taken from the top and the bottom of the parts, proving the hypothesis that the HK-30 stainless steel gelcasting process was possible avoiding the particles segregation occurrence satisfactorily and both the microstructural heterogeneity.

Keywords: Gelcasting of metals. Settling. Yield stress.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química do aço inoxidável do trabalho.....21
Tabela 2 – Tabela comparativa entre os processos de Metalurgia do pó.....29
Tabela 3 – Propriedades de peças sinterizadas produzidas por gelcasting e comparadas a valores típicos obtidos em peças moldadas por injeção, do mesmo tipo de pó.....38
Tabela 4 – Materiais para confecção dos corpos de prova.....42
Tabela 5 – Composição química real do aço inoxidável do trabalho.....43
Tabela 6 – Quantidade de elementos no contorno de grão gerado pelo MEV, demonstrado através do espectro 1 da figura 34.....66
Tabela 7 – Quantidade de elementos no espectro gerado pelo MEV, demonstrado através do espectro 2 da figura 35.....67
Tabela 8 – Demonstração do deslocamento da amostra considerando a simulação.....69
Tabela 9 – Correção do deslocamento da máquina em temperatura ambiente.....79
Tabela 10 – Correção do deslocamento da máquina a 800°C.....80
Tabela 11 – Determinação do tamanho de grão através da área.....86

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Diagrama de Schaeffler no sistema Fe-Cr-Ni.....20
Figura 2 – Diagrama de tensão x deformação do aço Fe-18Cr-8Ni (tipo 301).....24
Figura 3 – Comparativo entre os processos de fabricação.....26
Figura 4 – Fluxograma do processo de metalurgia do pó.....27
Figura 5 – Ilustração da compactação isostática.....30
Figura 6 – Fluxograma do processo de moldagem por injeção de metal.....33
Figura 7 – Formação do gel com alta quantidade de ligações cruzadas.....34
Figura 8 – Fluxograma descrevendo as principais etapas do processo de gelcasting.....36
Figura 9 – a) Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento ilustrando o comportamento reológico de suspensões de aço HK-30 com diferentes frações volumétricas de sólidos; b) Volume do sedimento em função do tempo de uma suspensão com fração volumétrica de sólidos de 0,30 e variadas concentrações de PVAl dissolvido na fase aquosa.....38
Figura 10 – a) Projeção do molde para confecção de peças por gelcasting e peça; b) Peça em forma de estrela, produzida por gelcasting, após sinterização.....38
Figura 11 – Gradiente de compactação e contração não-uniforme numa amostra fabricada por metalurgia do pó.....40
Figura 12 – Descritivo de preparo da suspensão que será moldada por gelcasting.....44
Figura 13 – Molde cilíndrico utilizado na confecção das peças do trabalho de: a) comprimento de 90 mm; e b) diâmetro externo de 18 mm e diâmetro interno de 14 mm.....45
Figura 14 – Quantificação de fases do aço HK-30 no software ThermoCalc®.....47
Figura 15 – Diagrama de sinterização efetuado pela Empresa BRATS, com taxa de aquecimento de 8,5°C/min e patamar de 1h a 1280°C.....48
Figura 16 – a) Usinagem de cilindro, Centro de Laboratórios Mecânicos, FEI; b) Corpo de prova usinado de comprimento de 15mm e diâmetro de 10mm.....48
Figura 17 – Esquema da divisão dos corpos de prova em relação aos cilindros após a usinagem.....49
Figura 18 – Microestrutura da superfície de fratura do HK-30 após sinterização de 2h e submetido a ensaio de tração.....50
Figura 19 – Máquina Universal de Ensaios “Material Test Systems” (MTS), Centro de Laboratórios Mecânicos, FEI. a) Vista geral do dispositivo de compressão em temperatura ambiente; b) Dispositivo de compressão em alta temperatura incluindo os atuadores e o forno; c) Conjunto com o forno fechado ao redor da amostra pronto para o teste de compressão a 800ºC.....52
Figura 20 – MEV dos pós utilizados: a) HK-30 10F e b) HK-30 20F, com aumento de 1000x.....54
Figura 21 – MEV da seção transversal dos pós: a) HK-30 10F e b) HK-30 20F.....55
Figura 22 – Distribuição de tamanho de partícula dos pós a) HK-30 10F, com D50 de 6µm, e b) HK-30 20F, com D50 de 9,9µm, fornecidos pelo fabricante.....56
Figura 23 – Distribuição de tamanho de partícula dos pós HK-30 10F (linha verde) e 20F (linha vermelha) obtidos em laboratório.....56
Figura 24 – Ensaio de DSC/ATG da amostra gelificada.....58
Figura 25 – Ensaio de DSC/ATG do pó HK-30.....59
Figura 26 – Ensaio de dilatometria do material HK-30.....60

Figura 27 – Média das densidades geométricas dos corpos de prova. A barra de erro refere-se aos valores máximo e mínimo dentre as medidas efetuadas em cada tipo de amostra.....61
Figura 28 – Densidades por picnometria dos corpos de prova. A barra de erro refere-se aos valores máximo e mínimo dentre as medidas efetuadas em cada tipo de amostra.....62
Figura 29 – Microestrutura de amostra do pó HK-30 10F feita por microscopia ótica, com aumento de 200x.....63
Figura 30 – Microestrutura de amostra do pó HK-30 20F feita por microscopia ótica, com aumento de 200x.....63
Figura 31 – Frequência de distribuição de tamanho de grão das amostras de HK-30 10F e HK-30 20F medida pelo método planimétrico, onde G indica o tamanho de grão conforme norma ASTM E112-13.....64
Figura 32 – Microestrutura do aço HK30 10F feita por MEV com aumento de: a) 500x e b) 1000x. Poro na união do contorno de grão, mostrando falha na densificação do aço HK30 10F, aumento de: c) 5000x e d) 10000x.....65
Figura 33 – Microestrutura do aço HK30 20F feita por MEV com aumento de: a) 500x e b) 1000x.....65
Figura 34 – Contorno de grão da amostra de HK-30 10F e espectro mostrando a incidência do elemento cromo no contorno de grão.....66
Figura 35 – Contorno de grão da amostra de HK-30 20F e espectro mostrando a incidência do elemento nióbio precipitado no contorno de grão e na matriz da microestrutura.....67
Figura 36 – Simulação da deformação local do dispositivo de compressão.....68
Figura 37 – Resultados de tensão de escoamento de engenharia obtidos através de ensaios de compressão em temperatura ambiente, considerando a divisão entre topo e base das amostras dos pós HK-30 10F e 20F.....70
Figura 38 – Resultados de tensão de escoamento de engenharia obtidos através de ensaios de compressão na temperatura de 800°C, considerando a divisão entre topo e base das amostras dos pós HK-30 10F e 20F.....70
Figura 39 – Esquema de aplicação de carga nos dispositivos do ensaio de compressão....79
Figura 40 – Correção matemática do deslocamento dos ensaios de compressão, onde a curva 2 de correção da máquina foi subtraída da curva 1 do ensaio, resultando na curva 3.....80
Figura 41 – Correção matemática da deformação dos ensaios, com prolongamento da curva *1a correção* até o eixo x do gráfico seguido do deslocamento da curva inteira até a origem.....81
Figura 42 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 800°C do aço HK-30 10F.....81
Figura 43 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 800°C do aço HK-30 20F.....82
Figura 44 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 25°C do aço HK-30 10F.....82
Figura 45 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 25°C do aço HK-30 20F.....83
Figura 46 – Modelo de extração da tensão de escoamento dos corpos de prova ensaiados.....83

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO 14

2 OBJETIVOS 17

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 18

3.1 Os aços inoxidáveis e suas características 18

3.1.1 Propriedades mecânicas de aços inoxidáveis 21

3.1.2 Aplicação de metais em temperaturas elevadas 23

3.2 A metalurgia do pó 25

3.2.1 Processos de fabricação 28

3.2.1.1 Prensagem (compactação) 29

3.2.1.2 Moldagem por injeção de metal (MIM) 31

3.2.1.3 Gelcasting 34

3.2.1.4 Gelcasting de pós-metálicos 36

3.2.2 Fatores que podem influenciar na metalurgia do pó 39

4 METODOLOGIA 42

4.1 Materiais 42

4.2 Caracterização dos pós 43

4.3 Produção corpos-de-prova de ligas de aço inoxidável HK-30 44

4.4 Avaliação da densidade dos corpos de prova, e caracterização microestrutural 49

4.5 Ensaios de compressão uniaxial em temperatura ambiente e na temperatura de 800°C 51

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES 54

5.1 Caracterização dos pós 54

5.2 Caracterização dos compactos a verde 57

5.3 Caracterização dos corpos de prova 60

5.4 Caracterização mecânica 68

6 CONCLUSÃO 72

7 TRABALHOS FUTUROS 74

REFERÊNCIAS 75

APÊNDICE A – Curvas dos ensaios mecânicos 78

ANEXO A – Tabela indicativa do tamanho de grão segundo a norma ASTM 85

1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é uma técnica moderna de fabricação, a qual consiste em conformar peças de formas geométricas complexas de maneira rápida e eficaz a partir de pós metálicos, fornecendo peças de bom acabamento superficial e notáveis propriedades mecânicas após o processo de sinterização (CHIAVERINI, 2001).

Esta técnica vem sendo amplamente estudada devido ao crescimento na participação dos mais diversos mercados, tais como automotivo, aeroespacial, instrumentação cirúrgica, bélico, dentre outros (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009). A metalurgia do pó oferece excelentes vantagens quando comparadas às técnicas convencionais de fabricação, tais como: não necessidade de utilização de maquinário pesado, boa qualidade de acabamento final e tolerância dimensional, desperdício de matéria-prima quase nula, rapidez e agilidade na produção de peças, baixo impacto ambiental, baixo custo de produção, entre outros. Baseia-se essencialmente na compactação de pós metálicos em peças com a geometria desejada, seguida da sinterização, que é uma das etapas fundamentais da técnica, pois é nesta etapa que são estabelecidas as ligações metalúrgicas entre as partículas do material utilizado (CHIAVERINI, 2001). Além de estabelecer as propriedades mecânicas da peça, a sinterização também é marcada pela gradual eliminação dos poros existentes no pó compactado, à medida em que a peça é aquecida, sem que a temperatura liquidus do material seja necessariamente atingida.

A prensagem uniaxial é considerada a principal e mais utilizada técnica de compactação e, embora apresente alta produtividade e possua uma certa flexibilidade de geometria, requer o uso de uma matriz metálica rígida, de alta dureza e excelente acabamento superficial, aumentando os custos de produção. Apresenta ainda algumas limitações principalmente na fabricação de peças volumosas, pois o produto final fica susceptível a gradientes de compactação (CHIAVERINI, 2001).

Outra técnica de conformação é a moldagem por injeção (MIM), que tem como vantagens excelente acabamento superficial, boa precisão dimensional, alta produtividade e capacidade de moldar peças com as mais diversas geometrias, ainda que apresente algumas limitações, especialmente na confecção de peças volumosas, ou com seções transversais espessas. Isso ocorre porque, após a moldagem, é necessário eliminar o ligante orgânico que possibilitou a injeção. Entretanto, a alta massa molar dos ligantes, geralmente à base de

polímeros termoplásticos, limita o seu transporte até a superfície da peça, tornando esta etapa excessivamente longa e sujeita à ocorrência de defeitos.

Recentemente, alguns estudos sobre alternativas a processos de fabricação vêm destacando o gelcasting como método alternativo à moldagem por injeção, com algumas possíveis vantagens (ORTEGA et al., 2010). Assim como a injeção, este consiste numa técnica de conformação líquida, capaz de reproduzir detalhes da superfície do molde, e também geometrias complexas. Porém, ao contrário da injeção, o gelcasting permite a confecção de peças mais rapidamente, uma vez que a quantidade de ligantes orgânicos utilizada é menor, não necessitando de uma etapa adicional para sua remoção. O gelcasting, é baseado em uma solução aquosa de monômeros, e não em um termoplástico. Assim, a maior parte do líquido usado como veículo para transportar as partículas até o interior do molde consiste em água, que pode ser facilmente removida por secagem. Isso possibilita a confecção de peças com geometria complexa, ótima homogeneidade microestrutural e dimensões maiores do que as obtidas por injeção (ORTEGA et al., 2010).

O gelcasting é uma técnica pouco difundida no campo dos metais. Há pouca pesquisa publicada acerca deste tema, bem como poucos relatos de utilização da mesma na indústria metalúrgica de modo geral (SAKAMOTO, 1999; LI, GUO, HAO, 2007; JANNEY et al., 1998). Algumas questões referentes ao processamento, envolvendo a dispersão de pós e reologia das suspensões já foram anteriormente estudados (ORTEGA; ROEDEL, 2010). Adicionalmente, algumas propriedades mecânicas em temperatura ambiente já foram anteriormente avaliadas, bem como sua relação com a microestrutura (ROEDEL; MAGNABOSCO; ORTEGA, 2011). No entanto, por envolver a preparação de uma suspensão de partículas metálicas, normalmente maiores e mais densas que partículas cerâmicas, há uma forte tendência à sedimentação do pó, o que pode resultar na heterogeneidade da microestrutura. Essa tendência à sedimentação é acentuada pela baixa viscosidade da solução de monômeros, que é próxima à da água.

Estudos anteriores demonstraram ser possível a conformação de peças de aço inoxidável relativamente grandes (de aproximadamente 400 gramas), aparentemente sem variação em sua densidade ao longo de sua espessura (ORTEGA et al., 2010). Foi alcançado boa densificação durante a sinterização em atmosfera levemente redutora (Argônio + 2% de Hidrogênio) e também boas propriedades mecânicas, similares às peças produzidas por injeção. Entretanto, para peças de maiores dimensões, ainda não se sabe se pode haver variação da densidade ao longo da peça devido à sedimentação, ainda que lenta de partículas (ORTEGA; ROEDEL, 2010).

O HK-30 é um aço que sofre variações na estrutura bruta de fusão com a taxa de resfriamento, especialmente em peças com seção transversal mais espessa. Por isso, a metalurgia do pó torna-se uma boa opção para obtenção de uma microestrutura homogênea neste que é um excelente aço para as crescentes demandas por aplicações em altas temperaturas.

2 OBJETIVOS

Diante das potenciais aplicações do processo gelcasting à metalurgia do pó, particularmente em setores que demandam ligas capazes de operar em altas temperaturas, tais como o aeroespacial e automobilístico, e considerando os escassos registros de propriedades mecânicas de tais ligas conformadas pelo processo gelcasting, especialmente em temperaturas elevadas, este trabalho propõe os seguintes objetivos:

a) Propor o processo de gelcasting como alternativa de baixo custo aos processos de fabricação convencionais da metalurgia do pó;

b) Produzir peças de uma liga de aço inoxidável destinada à aplicação em temperaturas elevadas, com uma altura da ordem de 10 centímetros, através do processo de gelcasting aplicado à metalurgia do pó;

c) Avaliar o comportamento mecânico em temperatura ambiente e a 800°C das peças sinterizadas através de ensaios de compressão axial;

d) Avaliar a microestrutura no topo da peça e na base, a fim de verificar a possível ocorrência de sedimentação;

e) Correlacionar possíveis efeitos da sedimentação com a microestrutura, densidade e comportamento mecânico dos corpos de provas extraídos do topo e da base das peças produzidas.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste trabalho, será utilizado o aço inoxidável HK-30 (em diferentes granulometrias) conhecido por sua boa resistência ao trabalho em altas temperaturas e o emprego deste aço na indústria quando conformado pela técnica de gelcasting.

3.1 Os aços inoxidáveis e suas características

Os aços são caracterizados como inoxidáveis por conter uma quantidade mínima de 12% de cromo em sua composição (SILVA; MEI, 2010). Eles apresentam propriedades físico-químicas superiores aos demais aços, como boa resistência à corrosão, a altas temperaturas e à oxidação (daí o nome), e são classificados segundo a sua microestrutura como:

a) austeníticos: Ligas a base de ferro, cromo (16-30%) e níquel (8-35%), apresentando após tratamento térmico comercial fase predominantemente austenítica, sendo não magnéticos. Apresentam teor de carbono geralmente inferior a 0,08%. Em alguns casos, por razões de custo, evitar a precipitação de carbonetos de cromo e aumentar a resistência, parte do teor de níquel pode ser substituído por nitrogênio;
b) ferríticos: Ligas essencialmente ferríticas são ligas Fe+Cr que a todas as temperaturas não endurecem por tratamento térmico de têmpera. Possuem teor de cromo mais elevado que aços martensíticos e menores teores de carbono. Porém, existem alguns aços ferríticos de elevado teor de cromo (17%) que apresentam fase austenítica em temperaturas na faixa de 800°C, e que ao serem resfriados, apresentam martensita e ferrita;
c) martensíticos: Ligas de ferro e cromo (11-18%) com teor de carbono mínimo de 0,1%, geralmente. Entretanto, ligas com teores menores de 0,1% de carbono e extra-baixos teores de elementos residuais vêm sendo desenvolvidas. Estas composições são endurecíveis por têmpera, pois afetam o campo austenítico no diagrama de fases. Dentro destas características, ainda, existe uma classe intermediária, denominada martensítico-ferríticos (ou martensítico-austeníticos). Esta classe é conhecida por

obter transformação parcial no endurecimento por têmpera devido ao seu maior teor de níquel em relação aos martensíticos;

d) dúplex (ou ferrítico-austeníticos): Contém frações aproximadamente iguais de austenita e ferrita em sua composição, obtidas através de balanceadas composições de ferro, níquel (4-7%), molibdênio (1-4%), cromo (18-27%) e outros elementos, apresentando propriedades variadas para cada tipo de aplicação. Possui teor de níquel inferior aos austeníticos e propriedades mecânicas e de corrosão no mínimo iguais a estes;
e) endurecíveis por precipitação: São ligas de ferro, cromo (12-17%), níquel (4-8%), molibdênio (0-2%), entre outros elementos, em que permitam a precipitação de compostos metálicos (cobre, alumínio, titânio, nióbio), endurecendo a martensita de baixo carbono.

Dentre as classes de aços inoxidáveis descritas, destacam-se como principais os austeníticos, os martensíticos e os ferríticos.

A microestrutura afeta diretamente o desempenho dos aços inoxidáveis, sendo esta dependente da composição química do aço e do tratamento térmico efetuado (SILVA; MEI, 2010). Levando em conta que os sistemas envolvidos são complexos, geralmente, são considerados os efeitos do cromo, níquel e carbono, no mínimo. Neste contexto, um dos mais bem-sucedidos enfoques é o diagrama que relaciona todos os elementos estabilizadores da estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) em relação a um valor de cromo equivalente, e todos os elementos estabilizadores da estrutura cúbica de faces centradas (CFC) em relação a um valor de níquel equivalente, conforme figura 1 (SCHAEFFLER, 1949).

Aços inoxidáveis são produzidos pela fusão de aço a diferentes elementos de liga em forno elétrico a arco. Os principais elementos de liga que são fundidos ao aço são o manganês, o cromo, o níquel, o silício, o fósforo, o cobre, o molibdênio, o tungstênio, nióbio e o tântalo (TOTTEN, 2007). Após a fusão, o aço líquido é vazado num segundo reator a fim de se diminuir o teor de carbono ao nível exigido pelo aço inoxidável. O elemento de liga que dá característica a estes aços é o cromo. Este, quando em contato com o oxigênio do ar, forma uma fina e estável camada de óxido de cromo, isolando o metal abaixo dela do meio agressivo. Aços inoxidáveis são comuns na utilização para revestimentos de peças de geometrias complexas e que são de difícil usinabilidade ou que requerem pouca ou nenhuma operação de acabamento, necessitando de técnicas de metalurgia do pó para serem aplicados.

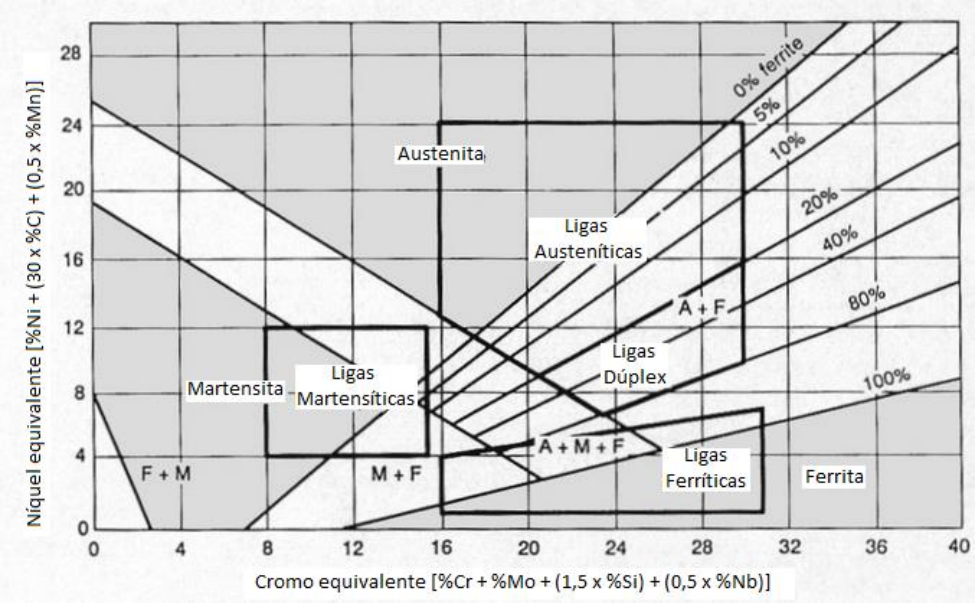

Figura 1 – Diagrama de Schaeffler no sistema Fe-Cr-Ni
Fonte: Schaeffler, 1949, p.680

Os aços inoxidáveis são utilizados principalmente na indústria automobilística, aeroespacial, eletrodomésticos, construção civil, química, petroquímica, e demais campos da indústria metalúrgica. Dentre os aços inoxidáveis de propriedades mecânicas mais notáveis, o HK-30 se destaca pela indicação para aplicações em temperaturas mais elevadas, como em rotores de turbocompressores usados em motores automotivos e tubos de descarga em motores aeronáuticos (ASTM A-351). Segundo Totten (2007), os principais elementos de liga presentes neste aço, e suas características, são:

a) manganês (Mn): Benéfico na qualidade superficial por prevenir a oxidação e na desulfidização;
b) silício (Si): Um dos componentes que mais influenciam na propriedade resistência à oxidação do aço, aumenta a dureza e a resistência ao desgaste;
c) nióbio e tântalo (Nb e Ta): Ajudam na eliminação da corrosão intergranular em aços austeníticos;
d) cromo (Cr): Principal responsável pela resistência à oxidação, aumentando também a dureza e a resistência à corrosão;
e) níquel (Ni): Influencia diretamente na resistência à corrosão do aço e também na sua dureza.

O aço HK-30 é um aço inoxidável austenítico, caracterizado pela alta resistência à corrosão e excelente ductilidade. Como sua estrutura austenítica é estabilizada a temperatura ambiente, através da adição de níquel e outros elementos estabilizadores, sua microestrutura

não sofre transição dúctil-frágil quando submetido a aplicações criogênicas ou a temperaturas elevadas (SILVA; MEI, 2010). Suas propriedades em altas temperaturas podem ser verificadas ao se explorar as possíveis formações de precipitados, endurecendo o material. A composição característica do aço HK-30 é mostrada na tabela 1. As altas concentrações de cromo e níquel conferem a este material uma excelente combinação de resistência a altas temperaturas e à fadiga. Mas, apesar destas excelentes características, por ser um material caro, é raro ver o seu emprego na indústria.

Tabela 1 – Composição química do aço inoxidável HK-30 do trabalho

Elemento	% peso
Ni	19,00 – 22,00
Cr	23,00 – 27,00
C	0,40 – 0,50
Si	0,75 – 1,75
Mn	máx. 1,50
Cu	máx. 0,20
Nb	1,20 – 1,50
P	máx. 0,040
S	máx. 0,040
Mo	máx. 0,10
Co	máx. 0,20
W	máx. 0,20
V	máx. 0,20
Sn	máx. 0,20
ppm O	4500

Fonte: Autor
Nota: Conforme dados do fabricante (ATMIX)

3.1.1 Propriedades mecânicas de aços inoxidáveis

Aços inoxidáveis são conhecidos por oferecerem além da resistência à oxidação, excelentes valores de resistência mecânica. Tais propriedades são extraídas e tabeladas através de resultados obtidos em diversos ensaios mecânicos, tais como tração, compressão, dureza, flexão, impacto, entre outros (DOWLING, 2013).

O ensaio de tração é o ensaio mais comum para extração de propriedades como módulo de elasticidade, limite de resistência, limite de escoamento, ductilidade, tenacidade, rigidez, entre outras, através da deformação e ruptura dos corpos de prova, podendo estas propriedades

variarem de acordo com a temperatura ambiente e a taxa de aplicação de tensão durante o teste (DOWLING, 2013). Curvas de ensaios de tração são diretamente afetadas pelas características dos materiais testados, tendo diferentes aspectos para materiais frágeis e dúcteis, por exemplo.

Ensaios de compressão apresentam muita similaridade a ensaios de tração, exceto pela direção da aplicação da tensão. Os corpos de prova geralmente são na forma de cilindros, onde a relação entre o comprimento e o diâmetro do mesmo devem ser preferencialmente no valor máximo de 3, pois, relações acima deste valor podem influenciar negativamente o ensaio, com o aparecimento de efeitos como a flambagem (DOWLING, 2013). Analogamente, relações de valores muito abaixo de 3 podem favorecer o efeito de fricção, o que também compromete a extração real das propriedades do material. Propriedades como módulo de elasticidade, ductilidade e tensão de escoamento são similares às obtidas na tração. Porém, a tensão limite de resistência difere qualitativamente em relação ao ensaio de tração. Como não ocorre o empescoçamento (e, em alguns casos, também não ocorre fratura), este dado é obtido através do aumento da área da seção transversal do corpo de prova, levando à conclusão de que o valor da tensão limite de resistência é o mesmo da tensão limite de ruptura. Vale ressaltar que alguns materiais que apresentaram comportamento frágil durante a tração, podem vir a apresentar comportamentos bastante resistentes quando submetidos à compressão, como cerâmicas e intermetálicos, por exemplo (DOWLING, 2013).

É possível atribuir a boa combinação de alta resistência mecânica e boa ductilidade dos aços inoxidáveis aos baixos teores de carbono e altos teores de cromo existentes em suas composições, além dos outros elementos de liga, sendo estas propriedades, portanto, diretamente relacionadas à microestrutura do material e ao tratamento térmico a que pode ser submetido, dependendo da aplicação (SILVA; MEI, 2010). Além disso, estes aços são conhecidos por apresentarem bons coeficientes de expansão térmica e boa condutividade térmica.

Aços inoxidáveis austeníticos são conhecidos por, além de oferecerem boa resistência à corrosão em meios quimicamente agressivos (água salgada, por exemplo), terem boas resistência à formação de pites, resistência à perda de camadas superficiais oxidadas e resistência a altas temperaturas (KRAUSS, 2005). Estes aços são normalmente recozidos em altas temperaturas a fim de que a recristalização aconteça. São conhecidas como propriedades mecânicas (em seus valores mínimos, para ligas de aço inoxidável 316L recozidos) resistência ao escoamento de 205 megapascal (MPa), resistência máxima à tração de 515 MPa e alongamento de 40%. Conforme norma ASTM A-351, as propriedades mecânicas para o aço

inoxidável HK-30 em seus valores mínimos são resistência ao escoamento de 240 MPa, resistência máxima à tração de 450 MPa e alongamento de 10%. Aços inoxidáveis austeníticos forjados possuem uma única fase, sem carbonetos, nem outras fases, com os elementos de liga em solução sólida, o que aumenta a resistência à corrosão (KRAUSS, 2005).

3.1.2 Aplicação de metais em temperaturas elevadas

Com a evolução da indústria automobilística e aeroespacial, de modo geral, houve a necessidade de que as ligas metálicas utilizadas também acompanhassem essa evolução. Metais que não apresentem alterações significativas em suas propriedades mecânicas quando submetidos ao trabalho em altas temperaturas são geralmente os escolhidos para o emprego nestas áreas (ASM Handbook, V. 8, 2000b). A demanda por materiais com estas características vem aumentando proporcionalmente à necessidade mundial da melhoria da relação custo/benefício entre propriedades mecânicas, aproveitamento energético e menor ocupação de espaço físico.

A escolha dos materiais a serem utilizados em altas temperaturas deve levar em conta os aspectos de segurança, confiabilidade, vida útil e economia. As aplicações mais comuns de metais nestas condições são em turbinas a gás, reatores nucleares, tubulações sujeitas a altas pressões, palhetas de turbinas e vasos de pressão (ASM Handbook, V.8, 2000b). Numa turbina a gás, por exemplo, a temperatura do fluxo de ar desde a admissão, até a descarga, varia desde temperaturas negativas (na entrada de ar), até temperaturas da ordem de 800°C (câmara de combustão). Nesta situação de sobrecarga térmica, o material de fabricação dos componentes deverá ser capaz de manter suas propriedades mecânicas e resistir à corrosão (devido ao oxigênio proveniente dos gases de escape). Ainda sobre turbinas a gás, tensões residuais e fenômenos como fadiga e fluência podem ocasionar microtrincas devido às diferenças de temperaturas do gás, dilatação térmica (principalmente em aços austeníticos e martensíticos), oxidação ou corrosão dos componentes dos rotores.

A fim de viabilizar aplicações em altas temperaturas, são adicionados alguns elementos de liga aos aços inoxidáveis. São eles: cromo, manganês, molibdênio, tungstênio, silício, níquel, cobalto, entre outros (SILVA; MEI, 2010). Estes elementos são caracterizados em sua maioria

pela alta colaboração no aumento de propriedades como resistência à corrosão e abrasão, resistência à tração e melhora da temperabilidade.

No geral, o aumento da temperatura de trabalho diminui a resistência dos materiais e aumenta a ductilidade dos mesmos. Entretanto, as mudanças nas propriedades podem variar de acordo com a resistência ao escoamento e a deformação do material (ASM Handbook, V.8, 2000b).

Este efeito pode ser facilmente observado nos diagramas tensão x deformação da figura 2, onde a liga de aço tipo 301 é submetida a ensaios sob baixas temperaturas e sob altas temperaturas. Estas diferenças de comportamento são basicamente governadas pelas estruturas cristalinas do metal, e também pelo deslocamento de discordâncias. Altas temperaturas facilitam estes movimentos, e rearranjam possíveis imperfeições em novas configurações, necessitando de uma tensão menor para que haja deformação, e, como fator secundário, aparece o crescimento de grãos e a recristalização (ASM Handbook, V.8, 2000b). Em ligas complexas, pode acontecer formação de fase líquida dentro dos grãos ou formação de precipitados nos contornos de grão, baixando a resistência e ductilidade do material.

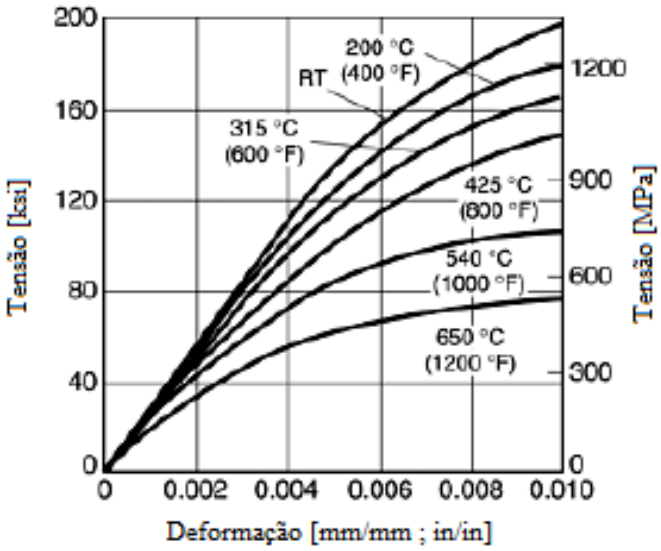

Figura 2 – Diagrama tensão x deformação do aço inoxidável Fe-18Cr-8Ni (tipo 301)
Fonte: ASM Handbook, V.8, 2000b, p. 373

Ainda sobre comportamento em altas temperaturas, Ekström e Johnsson (2014) fizeram um estudo comparativo entre uma série de ligas passíveis de utilização em coletores de escapamento de motores a diesel, e demonstraram que, além do decréscimo na resistência ao escoamento dos aços, também ocorre uma redução nos valores do módulo de elasticidade

devido à alta temperatura. Dentre os aços avaliados naquele estudo, o aço HK-30 se mostrou uma das mais superiores ligas.

O aço inoxidável HK-30 é uma liga desenvolvida para o trabalho em ambientes de temperaturas elevadas, e que exijam do material elevada resistência mecânica e à corrosão (ASTM A-608). Conforme descrição do item 3.1, e segundo Silva e Mei (2010), esta liga contém níveis elevados de cromo, 23-27%, e de níquel, 19-22%, o que lhe confere estabilização da fase austenítica a temperatura ambiente e predominância desta mesma fase em elevadas temperaturas, conforme será demonstrado posteriormente na figura 14 da seção 4.3, onde consta a simulação no software ThermoCalc® do aço HK-30.

3.2 A metalurgia do pó

Segundo Chiaverini (2001), a metalurgia do pó é um processo metalúrgico de fabricação que se distingue dos processos convencionais devido a:

a) utilização de pós metálicos e não metálicos como matérias-primas;
b) presença parcial ou ausência de fase líquida durante o processo de fabricação;
c) produção de peças de geometrias complexas, que demandariam longos períodos de usinagem, gerando resíduos e com alto consumo de energia;
d) capacidade de produção de peças com excelente acabamento superficial, respeitando tolerâncias muito estreitas e dispensando operações de usinagem ou outro tipo de acabamento;
e) possibilidade de produções de peças em larga escala, tornando o processo competitivo em relação aos processos convencionais.

Figura 3 – Comparativo entre os processos de fabricação
Fonte: Grupo Setorial de Metalurgia do Pó, 2009, p. 38

A figura 3 compara a metalurgia do pó aos processos convencionais de fabricação, demonstrando a relação entre o consumo de energia e a massa de material processado e também o aproveitamento de matéria prima em porcentagem. Esta imagem mostra que a metalurgia do pó tem potenciais vantagens no quesito "custo" em relação aos demais processos.

Existem três etapas fundamentais do processo. São elas a produção do pó, a moldagem ou compactação e o aquecimento ou sinterização (ASM Handbook, V. 7, 2000a). Estas etapas definem-se da seguinte forma:

a) produção do pó → esta etapa exige um controle rigoroso, pois esta é de importância fundamental à uniformidade do pó. Pode ser feita através de métodos físico-químicos, processos eletrolíticos, processamento mecânico e atomização de metais líquidos;
b) moldagem ou compactação → aplica-se uma determinada pressão nos pós a temperatura ambiente (ou em elevada temperatura) no interior das matrizes, cujas cavidades correspondem à forma e dimensões finais da peça;
c) aquecimento ou sinterização → a peça, após a compactação, é submetida a uma temperatura abaixo da temperatura de fusão do metal ou da liga metálica considerada, sob condições de tempo, ambiente e temperaturas controladas. No caso de compactação a quente, esta etapa é dispensada.

Estas etapas podem sofrer algumas modificações, sobretudo em relação à compactação (variação da pressão ou tempo de pressão, por exemplo). Já a operação de sinterização, deve

receber uma atenção maior, pois esta é a operação que define, também de acordo com os constituintes do pó, a resistência mecânica e outras propriedades dos compactados obtidos inicialmente (ASM Handbook, V. 7, 2000a). Outras operações típicas da metalurgia do pó consistem na mistura dos pós antes da compactação, quando se trata de dois ou mais componentes, e na calibração após a sinterização.

A figura 4 mostra o fluxograma do processo de metalurgia do pó, especificamente, o de compactação, devido a ser o processo mais difundido desta técnica.

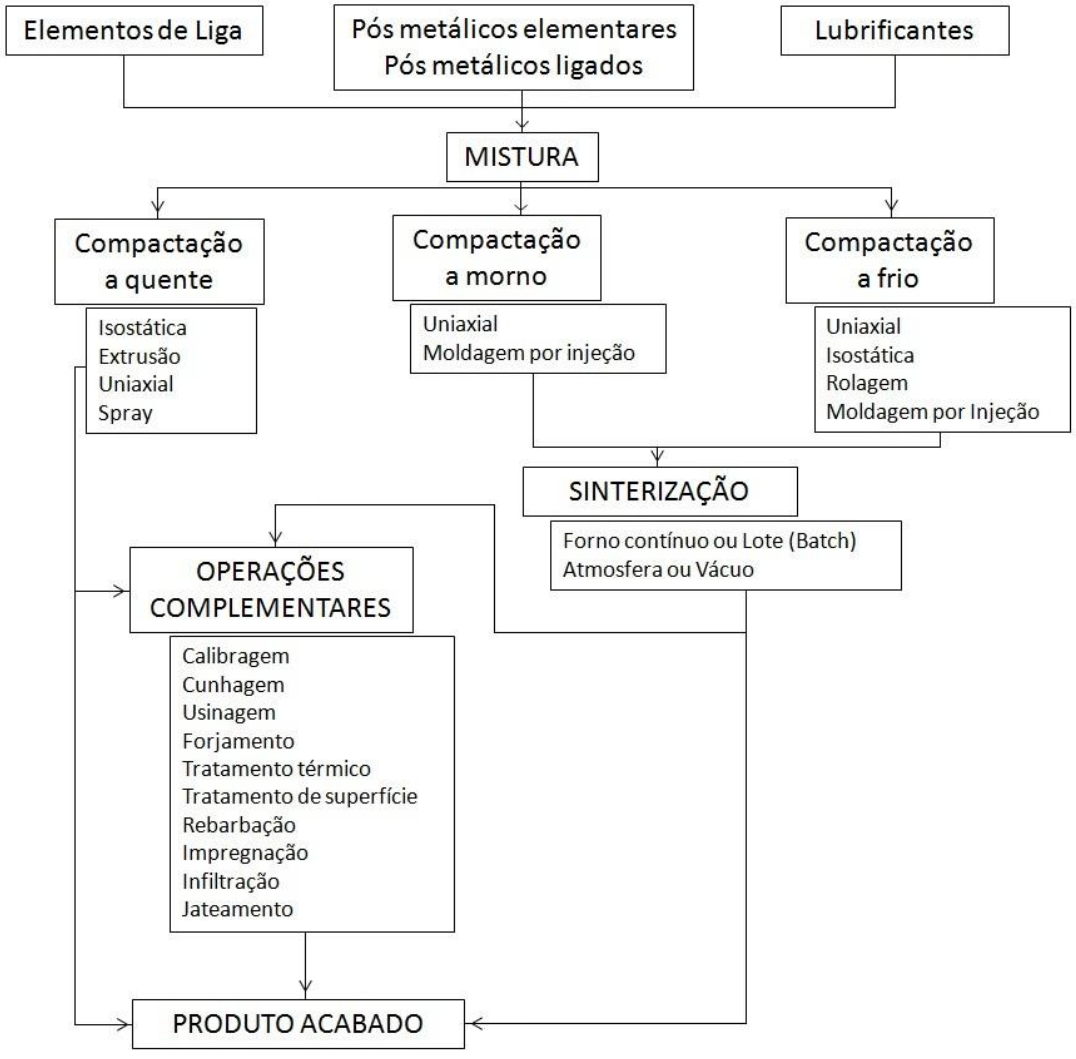

Figura 4 – Fluxograma do Processo de Metalurgia do Pó
Fonte: Grupo Setorial de Metalurgia do Pó, 2009, p. 17

Devido ao constante aperfeiçoamento das técnicas de compactação e sinterização, aplicação de técnicas de infiltração metálica e outras técnicas de conformação, como forjamento-sinterização, além das constantes inovações na produção de pós com características superiores de compactação, foi possível dar ao processo de metalurgia do pó um status de

melhor competitividade em termos de custo-benefício em relação aos processos convencionais, especialmente na fabricação de peças de dimensões pequenas e geometria complexa (TOTTEN, 2007). Isso se deve também a fatores como a possibilidade de mistura de pós para obtenção de materiais com combinação de propriedades (comparáveis a propriedades de materiais fundidos, conformados mecanicamente ou usinados), controle da porosidade e ainda a eliminação de rebarbas e desperdício de matéria-prima.

Entretanto, existem algumas limitações de processo que não devem ser esquecidas. Por exemplo, para que o processo seja competitivo, a quantidade de peças a serem fabricadas deve ser elevada, pois a matriz de compactação tem custo elevado. Adicionalmente, as dimensões das peças não podem ser muito grandes, devido ao gradiente de compactação (embora esta limitação já venha sendo superada através da compactação a quente, isostática, etc.). Ainda, deve-se considerar que à medida que as dimensões das peças aumentam, a necessidade de maquinário com capacidade de compactação maior também aumenta, podendo elevar o custo de produção e tornar o processo antieconômico (CHIAVERINI, 2001).

Está cada vez mais comum o emprego do processo de metalurgia do pó nos mais diversos campos industriais e áreas tecnológicas avançadas, sendo este com alto potencial de substituição de processos convencionais como fundição sob pressão, forjamento, fundição de precisão, estampagem, usinagem, entre outros (CHIAVERINI, 2001). A superação de algumas limitações da técnica poderá expandir as possibilidades de uso da mesma.

3.2.1 Processos de fabricação

A compactação de pós nos processos de Metalurgia do Pó é feita basicamente através da prensagem em moldes metálicos rígidos. No entanto outras técnicas existem, com algumas vantagens e desvantagens em relação à prensagem, o que as tornam adequadas para algumas aplicações específicas, conforme tabela 2 comparando os processos. Em seguida são descritos, além da prensagem, também a moldagem por injeção (MIM) e por fim o processo gelcasting, proposto como uma opção à injeção.

Tabela 2 – Tabela comparativa entre os processos de Metalurgia do pó

Propriedade	Gelcasting	Moldagem por injeção	Prensagem
Tempo de moldagem	5 – 60 minutos	1 – 2 minutos	10 minutos a 5 horas
Resistência na desmoldagem	Moderada a alta, depende do sist. do gel	Alta	Baixa
Resistência da peça seca	Muito alta	Não aplicável	Baixa
Materiais do molde	Metais, cerâmicos, poliméricos, etc.	Metais	Plástico poroso
Secagem	2 a 3 horas	Até 7 dias	2 a 3 horas
Defeitos de moldagem	Mínimos	Significantes	Mínimos
Dimensão máxima	>1 metro	~30cm, e uma das dim. deve ser ≤1cm	~0,5 metro
Def. pós-secagem ou rem. dos ligantes	Mínimos	Podem ser severos	Mínimos
Seções espessas ou finas demais	Sem problemas	Problemas na remoção dos ligantes	Seções espessas aumentam o tempo de moldagem
Tamanho de partícula	Viscos. inversamente proporcional ao tam. da partícula	Viscos. inversamente proporcional ao tam. da partícula	Tempo de mold. inversamente proporcional ao tam. da partícula

Fonte: Autor “adaptado de” Janney et-al., 1998, p. 2

3.2.1.1 Prensagem (compactação)

Esta é a primeira das operações de consolidação da metalurgia do pó, a qual consiste em conformar o pó sob pressão no interior da uma matriz, conferir as dimensões finais (ou aproximadas) especificadas, verificar a densidade a verde ao compactado, garantir a resistência mecânica necessária para manuseio após a compactação e proporcionar o contato necessário entre as partículas de pó a fim de se efetuar uma sinterização eficiente (CHIAVERINI, 2001).

Na prensagem, podemos levantar os processos mais importantes, que são:

a) compressão em matrizes rígidas;
b) compressão isostática, podendo ser compressão isostática a frio em receptáculos flexíveis e compressão isostática a quente.

Na maioria dos casos, a compactação é feita com aplicação de pressão. Existem exceções a determinados produtos, como filtros metálicos, onde a compactação é feita sem aplicação de pressão, apenas com o pó solto em moldes e posteriormente levado à sinterização, ou ainda, o pó é submetido à vibração no interior de suas matrizes para que este se arranje em consequência à esta situação.

Levando em conta os mais disseminados processos de compactação – compactação em matriz rígida e compactação isostática em invólucros ou receptáculos flexíveis – podemos dividir em três estágios, geralmente sobrepostos entre si, o comportamento dos pós quando submetidos à compressão (CHIAVERINI, 2001). E, em seguida, a figura 5 ilustrando o processo de compactação uniaxial:

a) **1° estágio:** Partículas de pó são espacialmente rearranjadas, melhorando o seu empacotamento e reduzindo espaços vazios entre elas;
b) **2° estágio:** Existe uma relação entre a capacidade de deformação plástica do pó e a sua compressibilidade. Em pós de metais dúcteis a deformação é mais profunda. Entretanto, nestes pós dúcteis, a densidade verde ou a compressibilidade podem variar muito. Pós com porosidade, ao contrário de pós não porosos, possuem baixa compressibilidade;
c) **3° estágio:** Partículas de pó fragilizadas pelo encruamento gerado pelos estágios anteriores quebram-se e formam fragmentos menores.

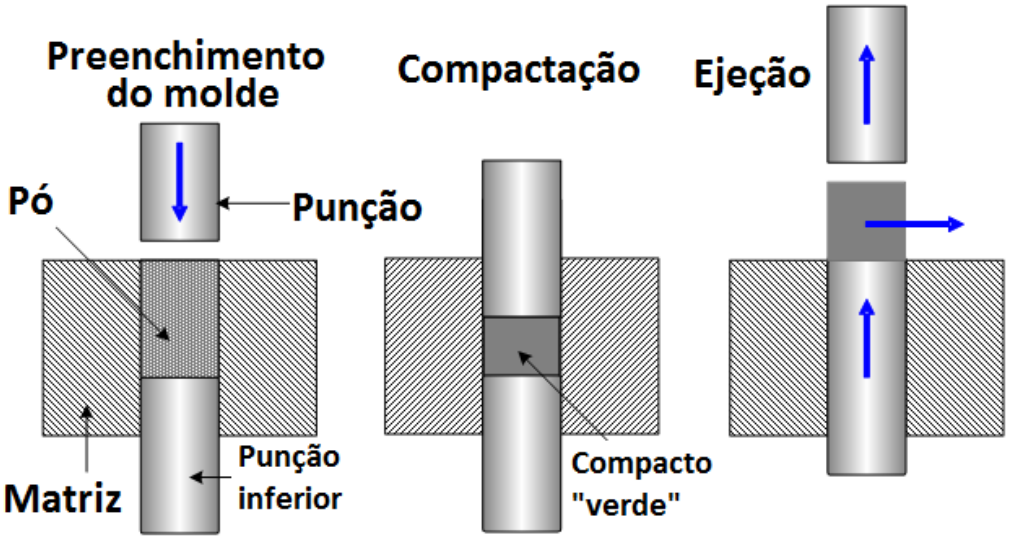

Figura 5 – Ilustração da compactação isostática
Fonte: Autor “adaptado de” Substech, 2014

Modelos matemáticos relacionando pressão de compactação, densidade e porosidade são divergentes entre si e, geralmente, apresentam certo grau de empirismo. É certo que, para a densidade aumentar, em decorrência da redução na porosidade do compactado, deve-se aumentar a pressão. Porém, a pressão aplicada na massa de pó contida em matriz rígida não é uniformemente distribuída, gerando gradientes de compactação na peça que dependem também de fatores como o formato, rugosidade superficial e a distribuição de tamanho das partículas. Este fenômeno é observado em escala muito menor quando o método isostático de compactação é utilizado, com o pó contido em invólucros flexíveis. Para peças compactadas utilizando este método proporcionam valores de densidade mais uniformes por todo o compactado, quando comparados à compactação uniaxial em matriz rígida (CHIAVERINI, 2001).

Ainda sobre a compactação, devemos nos atentar aos efeitos desta operação. Um dos efeitos é que a diferença de densidade nas várias seções do compactado, dependendo da forma como foi aplicada a pressão, se havia braço lateral no molde, se havia punção inferior, etc., afeta seu comportamento durante a sinterização. Zonas de menor densidade geralmente apresentam maior contração, ocasionando irregularidade na forma do compactado, decorrente da não uniformidade da densidade ao longo da peça. De qualquer modo, o compactado, na maioria dos casos, possui densidade e resistência mecânica suficientes para que seu manuseio ocorra com certa facilidade.

3.2.1.2 Moldagem por injeção de metal (MIM)

Dentre as técnicas de fabricação na área da metalurgia do pó, a compactação uniaxial em matriz rígida é a técnica mais praticada e econômica, mesmo apresentando algumas limitações inerentes à técnica, tais como gradientes de densidade devido à perda de carga por atrito entre as partículas de pó e a dificuldade na obtenção de peças acabadas de geometrias complexas (TOTTEN, 2007). Não existiriam perdas de carga em função de atrito entre partículas de pó ao longo da peça em compactação se a massa de pós tivesse um comportamento similar ao de um líquido, onde a pressão aplicada é transmitida integralmente e uniformemente em todas as direções e sentidos.

Ao se misturar fases ou compostos orgânicos (ligantes orgânicos) no estado fundido aos pós metálicos ou cerâmicos, é possível atingir um comportamento parecido com o de um líquido ou uma massa pastosa. Ligantes orgânicos, geralmente à base de termoplásticos, misturados a massas de pós, conferem uma consistência viscosa, semelhante à de um plástico fundido, fazendo com que sua injeção se torne parecida com a injeção de polímeros, conhecida por sua facilidade de uso e baixo custo (REED, 1995).

No início do desenvolvimento da técnica de injeção (em 1920), devido às dificuldades do processo, esta técnica acabou sendo pouco utilizada, sendo somente 50 anos depois que a técnica de MIM teve seu desenvolvimento retomado para emprego em escala industrial nas áreas de automobilística, aeroespacial, indústria de defesa, eletrodomésticos, instrumentação médica e ortodôntica, etc., ganhando uma crescente importância comercial (ASM Handbook, V. 7, 2000a). Hoje, a moldagem de pós por injeção se destaca devido a sua capacidade de produzir peças com geometrias complexas, tolerâncias dimensionais equivalentes às apresentadas pela microfusão e flexibilidade de escolha de material encontrada na metalurgia do pó.

A obtenção das peças de geometria complexa é possível devido às características reológicas da mistura (pó + ligante) na etapa de injeção, e também devido às boas propriedades mecânicas em função dos materiais e da elevada densidade dos componentes após a sinterização, alcançando algo em torno de 95 a 99% da densidade teórica (ORTEGA et al., 2010).

Os materiais mais utilizados na moldagem por injeção podem ser tanto metálicos, quanto poliméricos, quanto cerâmicos. As etapas do processo de moldagem por injeção são:

a) mistura dos pós com os ligantes orgânicos;
b) granulação para facilitar o manuseio;
c) injeção das peças;
d) extração dos ligantes orgânicos;
e) sinterização das peças;
f) eventuais tratamentos térmicos e/ou termoquímicos.

É importante que os pós envolvidos estejam completamente dispersos, a fim de se evitar que aglomerados tanto de pós quanto de ligantes sejam formados, gerando possíveis falhas prematuras da peça injetada. Também é necessário que haja um controle da temperatura e pressão de injeção, pois, quanto melhor a uniformidade do fluxo de injeção, defeitos como porosidade, trincas provenientes de solidificação não uniforme, defeitos decorrentes do

preenchimento incompleto do molde, e etc., poderão ser evitados. A remoção dos ligantes orgânicos deve ser efetuada com muito cuidado devido a sua alta concentração, e pode ser feita através de diversos mecanismos (escoamento líquido, vaporização ou sublimação, aquecimento, etc.), sendo que os utilizam meios térmicos podem gerar diferentes retrações e tensões residuais na peça (REED, 1995).

As várias etapas do processo de injeção são apresentadas no fluxograma, da figura 6.

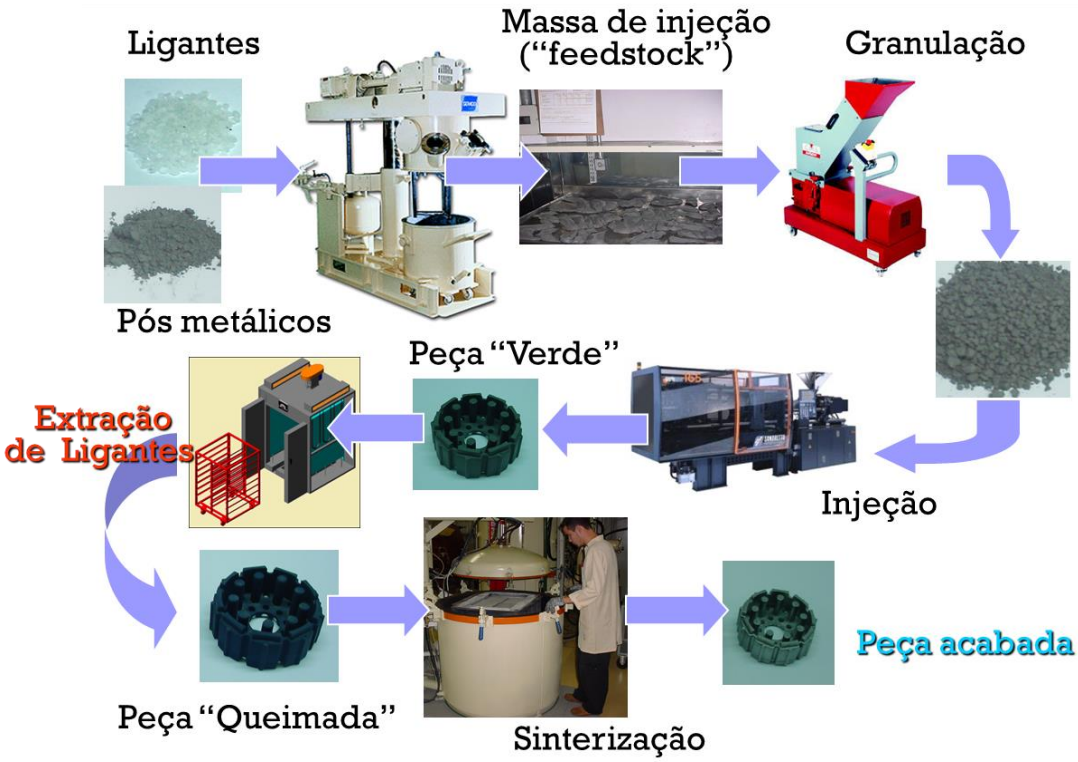

Figura 6 – Fluxograma do Processo de Moldagem por Injeção de Metal
Fonte: Autor "adaptado de" Grupo Setorial de Metalurgia do Pó, 2009, p.308

Porém, vale destacar que, mesmo com o aumento da importância comercial desta técnica, ela ainda possui algumas desvantagens que devem ser levadas em consideração no momento da escolha do processo de fabricação. Dentre elas, se sobressaem o elevado custo de ferramental e manutenção do mesmo, a limitação das dimensões da peça (da ordem de 10 milímetros de espessura de parede e massa total em torno de 100 gramas), longo ciclo de extração dos ligantes orgânicos (podendo chegar a sete dias), defeitos decorrentes da moldagem da peça (como porosidades), alto índice de perdas durante a remoção dos ligantes, entre outros, tornando a moldagem por injeção um processo viável apenas para produção de quantidade elevada de peças.

3.2.1.3 Gelcasting

Nascido a partir de ideias vindas de processos cerâmicos tradicionais e da química envolvida em processos poliméricos, o processo de gelcasting é baseado na utilização de uma solução de monômeros orgânicos que, ao polimerizar, forma um gel com alta quantidade de ligações cruzadas (JANNEY, 1996). Preferencialmente, a solução é composta de água, como solvente, de monômeros de metacrilamida (MAM) e ligantes de metileno-biacrilamida (MBAM) ou polietilenoglicol-dimetacrilato (PEG-DMA) como soluto, conforme figura 7.

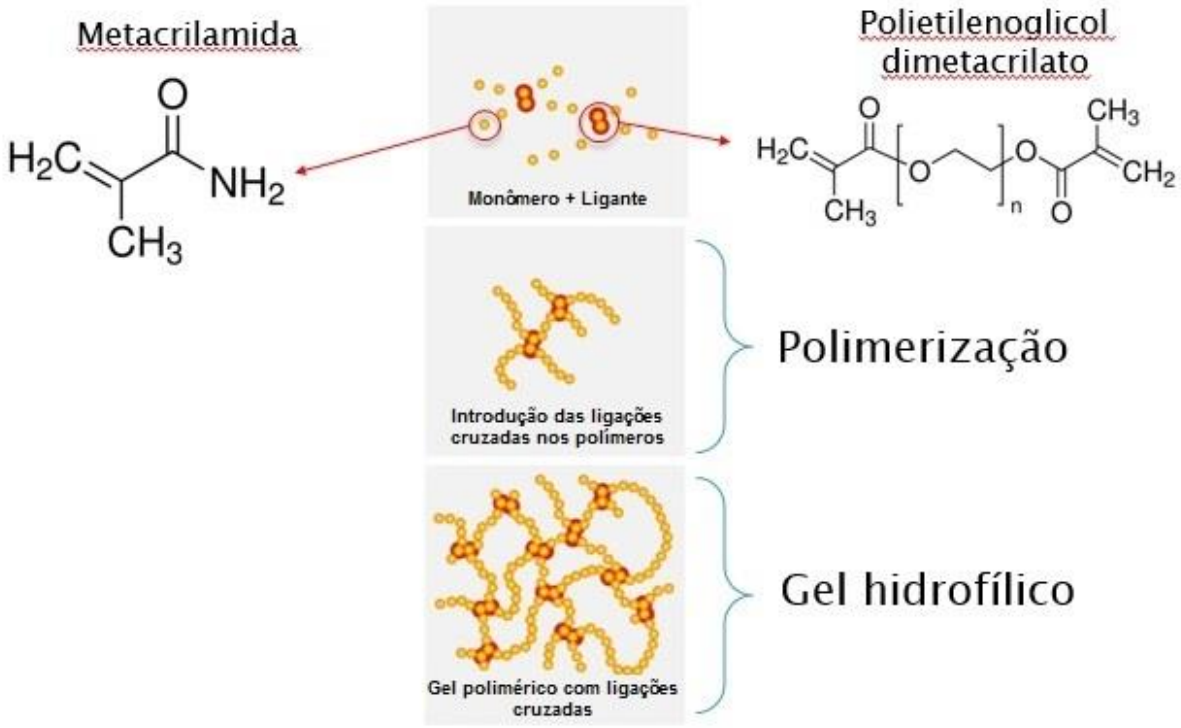

Figura 7 – Formação do gel com alta quantidade de ligações cruzadas
Fonte: Autor "adaptado de" Polymer Molecular Engineering, 2014

Esta solução aquosa, ao se misturar com o pó cerâmico e dispersantes, forma uma suspensão viscosa o suficiente para ser vertida nos mais variados tipos de molde, onde o veículo de transporte é justamente a solução aquosa (JANNEY, 1996). A figura 8 mostra o fluxograma do processo de gelcasting.

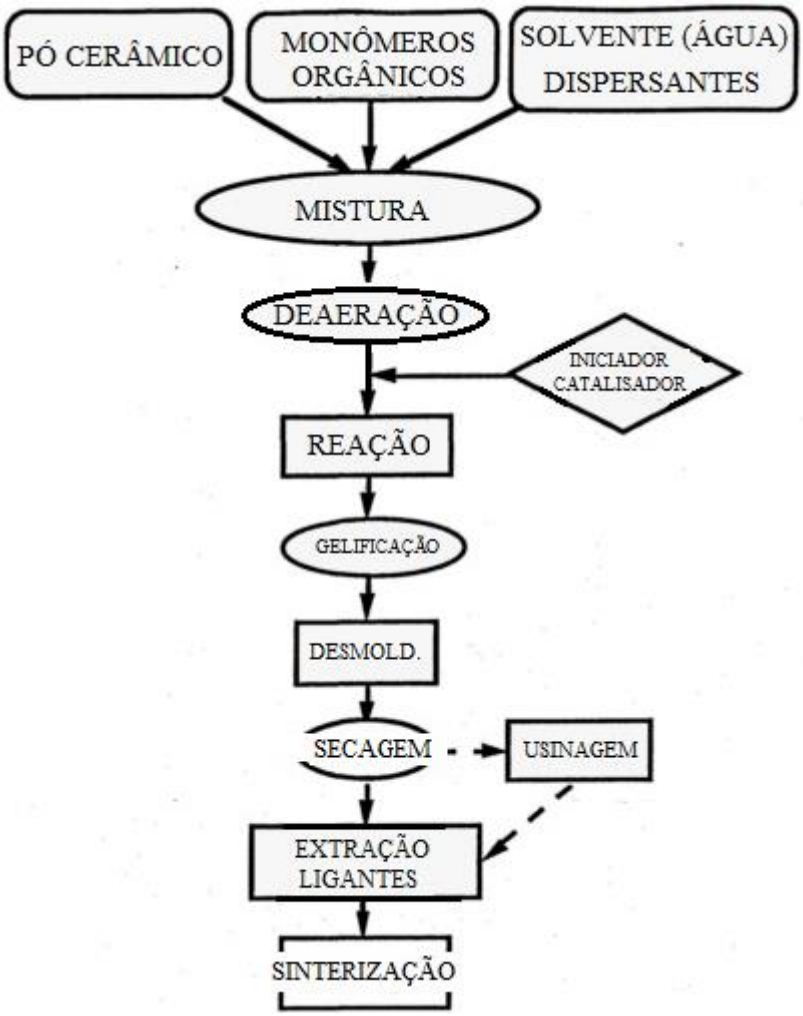

Figura 8 – Fluxograma descrevendo as principais etapas do Processo de Gelcasting
Fonte: Autor "adaptado de" Janney, 1996, p. 2

Para que ocorra a reação de polimerização e posterior gelificação, geralmente é utilizado persulfato de amônio (APS) e tetrametiletilenodiamina (TMED) como iniciador e catalisador, respectivamente. Antes que a polimerização e gelificação aconteçam, a mistura deve ser vertida no molde desejado. O resultado é um gel polimérico com alta quantidade de ligações cruzadas e que posteriormente formará um corpo rígido (JANNEY, 1996).

A elevada concentração de sólidos da suspensão aumenta a densidade da peça fazendo com que haja a menor contração possível da mesma durante as etapas de secagem e sinterização, evitando qualquer problema relacionado ao aparecimento de trincas ou distorções decorrentes de porosidade excessiva (JANNEY, 1996). Por outro lado, o aumento do teor de sólidos faz com que a viscosidade também aumente. Em alguns casos, é possível acrescentar um agente espumante e, após vigorosa agitação mecânica associada a um processo de aeração, é possível obter uma espuma cerâmica, ou cerâmica celular, com porosidade que pode ultrapassar 90%.

Após o compactado atingir o formato desejado, ele é submetido a temperaturas inferiores à temperatura de fusão do material a fim de estabelecer as ligações mais fortes entre as partículas e conferir resistência mecânica ao corpo conformado. Estas ligações são provenientes dos mecanismos de transporte de massa em nível atômico, caracterizando o processo de sinterização. Nesta etapa do processo, também acontece a retração da peça, aumentando sua densidade.

Dentre os processos de fabricação de peças cerâmicas, o gelcasting é o que possui os mais desejáveis atributos, uma vez que a alta concentração de sólidos e a boa dispersão destes na suspensão são o segredo do processo. Ainda, as vantagens de a mistura poder ser preenchida no molde sem o risco de contaminação e também o baixo custo de produção, uma vez que não são necessários altos investimentos em maquinário e moldes rígidos, tornam o gelcasting bastante atraente, apesar de sua ocorrência nas práticas industriais ainda ser relativamente pequena (JANNEY, 1996).

3.2.1.4 Gelcasting de pós-metálicos

Visto que conforme fluxograma demonstrado na figura 8 a etapa inicial do processo de gelcasting consiste na mistura de solvente, monômeros e pó, a aplicação desta técnica com pós metálicos parece ser simples. Entretanto, deve ser levado em consideração que se tratam de pós de diferentes granulometrias e densidades, fato que pode apresentar ao emprego de metais algumas vantagens e desvantagens (JANNEY, 1996). E Janney (1996) demonstrou ser possível vencer o desafio de desenvolver um sistema de gelcasting que se sobressaísse as desvantagens como a segregação dos pós metálicos mais pesados que os pós cerâmicos. Em paralelo, diante das limitações que a moldagem por injeção de metais apresenta, a adaptação do processo gelcasting aos materiais metálicos apareceu como uma alternativa de baixo custo e excelente retorno no que se refere a peças de geometrias complexas e dimensões maiores (ORTEGA et al., 2010).

Os principais desafios na adaptação da técnica para pós de aço inoxidável referem-se à maior velocidade de sedimentação das partículas metálicas, já que estas são maiores e mais densas do que as partículas cerâmicas tradicionalmente usadas em cerâmicas avançadas, já que

partículas de metal são da ondem micrométrica e partículas cerâmicas da ordem manométrica de tamanho. Adicionalmente, para se conseguir altas concentrações de sólidos e baixa viscosidade é necessário fazer um estudo da dispersão e do comportamento reológico de suspensões de aço inoxidável, onde devem ser considerados principalmente fatores como tamanho de partícula do pó, densidade do aço, análise térmica, entre outros (JANNEY, 1996). Alguns trabalhos anteriores desenvolvidos no grupo de pesquisa abordaram estas questões e demonstraram que é possível atingir condições de processamento necessárias e reduzir a velocidade de sedimentação com o auxílio de um agente suspensor (ORTEGA; ROEDEL, 2010). A figura 9-a) mostra o comportamento reológico de suspensões de aço HK-30 com diferentes concentrações de sólidos, dispersas com poliacrilato de sódio (Dispex N-40), mostrando que o limite prático para o processamento por gelcasting está entre 50 e 57% em volume de sólidos em suspensão para o aço HK-30.

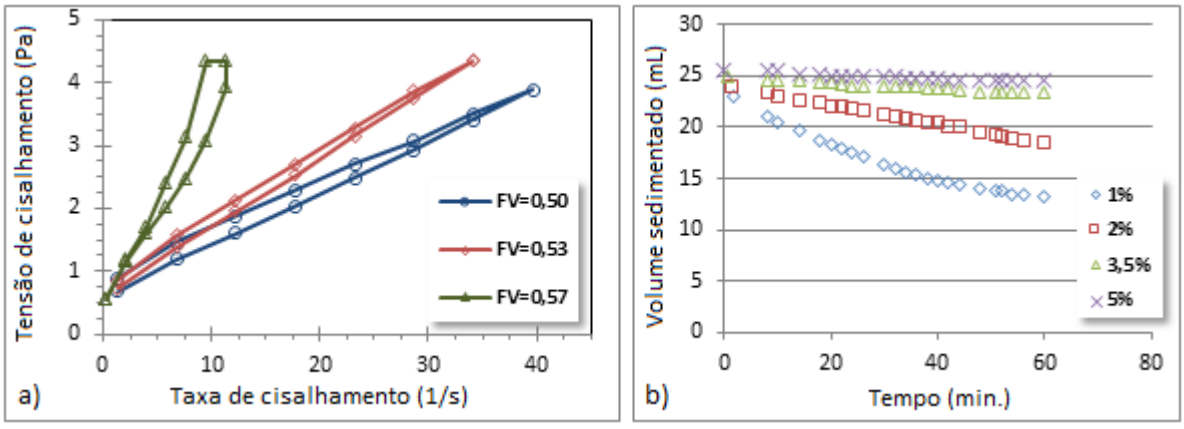

Figura 9 – a) Curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de cisalhamento ilustrando o comportamento reológico de suspensões de aço HK-30 com diferentes frações volumétricas de sólidos; b) Volume do sedimento em função do tempo de uma suspensão com fração volumétrica de sólidos de 0,30 e variadas concentrações de PVAl dissolvido na fase aquosa
Fonte: Ortega; Roedel, 2010, p.7

Já a figura 9-b) mostra a velocidade e o volume de sedimento ao longo do tempo para uma suspensão contendo 30% vol. de sólidos e concentração de álcool polivinílico (PVAl) variando entre 1% e 5%, mostrando, portanto, que o PVAl é um eficiente agente suspensor, sendo capaz de retardar significativamente a taxa de sedimentação das partículas no meio líquido. Deve-se ressaltar que para altas concentrações de sólidos (por exemplo, 55% vol.), a velocidade de sedimentação é bem menor do que em suspensões diluídas, de modo que 1% de PVAl é suficiente para manter o material suspenso por tempo suficiente para que seja processado (ORTEGA; ROEDEL, 2010).

A figura 10 mostra que é possível a confecção de peças que, além de geometrias complexas, apresentam dimensões relativamente maiores do que peças feitas por injeção, mantendo boa precisão dimensional na peça verde e na sinterizada, devido à ausência de trincas e imperfeições superficiais.

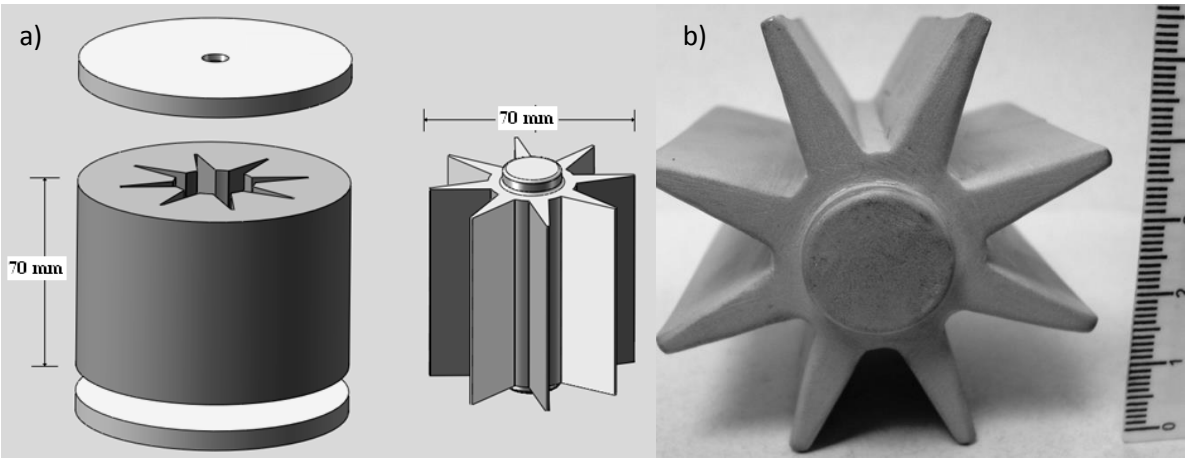

Figura 10 – a) Projeção do molde para confecção de peça por gelcasting e peça; b) peça em forma de estrela, produzida por gelcasting, após sinterização
Fonte: Ortega et al., 2010, p. 5

Algumas características e propriedades mecânicas a temperatura ambiente foram medidas para as peças supracitadas, como mostra a tabela 3. Essas características são comparadas às de peças produzidas com o mesmo material pelo processo de injeção (MIM).

Tabela 3 – Propriedades de peça sinterizada produzida por gelcasting e comparadas a valores típicos obtidos em peças moldadas por injeção, do mesmo tipo de pó

	Gelcasting	**Injeção**
Dureza Vickers	210-233	170-210
Alongamento na ruptura (%)	19.5	> 15
Tensão de escoamento (MPa)	418.5	> 270
Tensão máxima (MPa)	701.5	> 500
% densidade teórica (g/cm^3)	95.5-96.2	> 95
Peso da amostra (g)	~ 420	< 150
Espessura máxima (mm)	~ 30	10

Fonte: Ortega et al., 2010, p. 6

Esta diferença nos valores das propriedades entre os dois processos se dá basicamente devido à quantidade de soluto (pó) presente nas peças fabricadas por gelcasting. No gelcasting, é possível trabalhar com suspensões contendo 55% em volume, o que confere à peça final maior densidade, e, consequentemente, melhores propriedades mecânicas. Suspensões com

concentração de sólidos altas demais fazem a viscosidade aumentar, e, viscosidades muito altas prejudicam o processo de injeção, dificultando a moldagem das peças (ORTEGA et al., 2010). Ainda, vale lembrar que nos trabalhos apresentados pelo grupo de pesquisa, não foi efetuado um estudo explicativo sobre estas diferenças nos valores encontrados, sendo este um dos objetivos deste trabalho.

Baseado em trabalhos publicados anteriormente sobre gelcasting de metais, propriedades mecânicas e microestruturais nas peças conformadas através deste processo podem ser discutidas em termos de possíveis aplicações, melhorias e até mesmo parâmetros de processo na indústria da metalurgia do pó de modo geral (ROEDEL; MAGNABOSCO; ORTEGA, 2011). A capacidade do processo de produzir peças com dimensões que extrapolam significativamente os limites da moldagem por injeção, sem qualquer prejuízo das propriedades mecânicas (Tabela 3), mostram o grande potencial da técnica. Essas características despertam o interesse pela produção de peças para uso em altas temperaturas, produzidas com materiais como os aços inoxidáveis estudados neste trabalho.

3.2.2 Fatores que podem influenciar na metalurgia do pó

Existem alguns fatores que são determinantes na consolidação das propriedades mecânicas e também nas dimensões finais das peças fabricadas pelos processos de metalurgia do pó. Neste tópico serão destacados o gradiente de densificação e os efeitos sinterização em algumas atmosferas.

Gradientes de densificação podem acontecer em decorrência de uma série de fatores. Considerando os processos de fabricação descritos anteriormente, onde as formas das peças dependem ou da aplicação de uma força unidirecional ou de uma reação química, a não uniformidade destas etapas podem gerar defeitos fatais ao produto final, levando ao descarte das peças.

Nos processos de prensagem e injeção, que dependem da aplicação de força unidirecional, convertidos em pressão de compactação e pressão de injeção, respectivamente, é de extrema importância que os pós e os fluidos de injeção tenham uma fluidez que provoque o melhor empacotamento possível entre as partículas e, consequentemente, que proporcione o preenchimento totalmente uniforme dos moldes (CAMARGO, 1993). Características como boa

distribuição granulométrica e textura superficial são determinantes para a fluidez do material. Pós que contenham irregularidades acima de 5% prejudicam seu escoamento, aumentando a folga entre punção e matriz, dificultando a saída do ar aprisionado no molde e não permitindo a uniformidade na densidade das peças.

No caso do processo de gelcasting, por se tratar de um processo dependente de uma reação química, caso não haja uma distribuição efetiva e uniforme dos monômeros e ligantes orgânicos, e também dos pós utilizados, a gelificação também não será uniforme, prejudicando a obtenção de uma peça de bom acabamento.

A figura 11 mostra como a não uniformidade da pressão de aplicação influencia na dimensão da peça após a sinterização. Nota-se que a parte inferior da peça não sofreu a mesma pressão que na parte superior, provocando gradientes de densificação ao longo da peça e em consequência a contração não uniforme, inutilizando a peça.

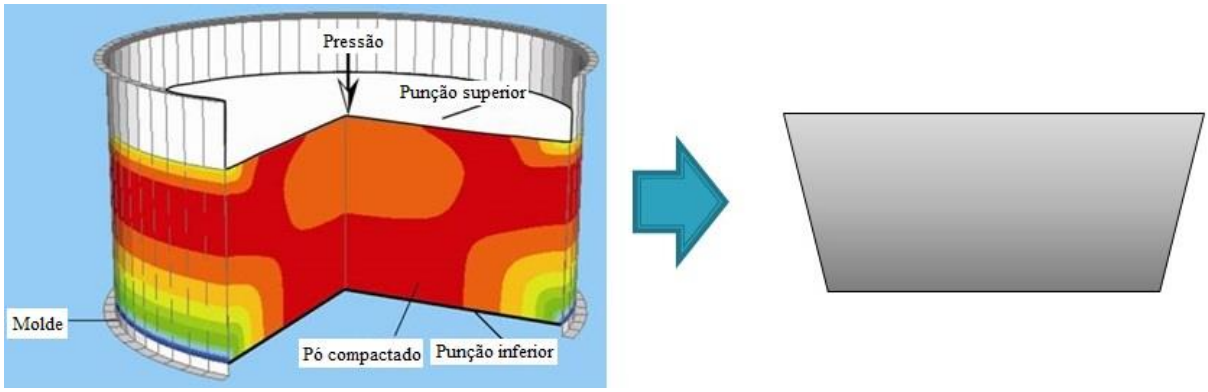

Figura 11 – Gradiente de densificação e contração não uniforme numa amostra fabricada por metalurgia do pó
Fonte: Autor

Sakamoto (1999) e Ji et al. (2000) fizeram um estudo comparativo entre as atmosferas de sinterização de peças de aço inoxidável, onde foram avaliadas as atmosferas a vácuo, hidrogênio, nitrogênio, argônio e combinações entre hidrogênio e nitrogênio.

Sinterizações em atmosferas com gases inertes são geralmente usadas a fim de evitar que ocorra a formação de carbonetos na superfície das peças, e atmosferas a vácuo tendem a apresentar uma ligeira facilidade na formação de carbonetos em relação às outras situações. Porém, mesmo com estas condições, a diferença entre o comportamento mecânico de peças sinterizadas ao vácuo ou com gases inertes é mínima, de ordem inferior à 5%. Foi verificado também que as peças mais densas e com poros menores foram obtidas quando submetidas ao vácuo na sinterização, e, consequentemente, as melhores propriedades mecânicas (JI et al., 2000).

A expansão dos gases de sinterização dificulta a densificação das peças, mantendo poros maiores e em alguns casos, provoca a contração não uniforme, conforme ilustrado na figura 11. Poros maiores retardam o crescimento dos grãos na microestrutura e em consequência, diminuem consideravelmente as propriedades mecânicas.

4 METODOLOGIA

Foram produzidos corpos de prova de geometria cilíndrica dos pós HK-30, conforme normas ASTM E9-09 e ASTM E209-00, nas granulometrias de 20F (10 µm) e 10F (6 µm), especificadas pelo fornecedor. Após o preparo das peças, estas foram submetidas a sinterização em forno industrial, e posteriormente usinadas em corpos de prova de dimensões adequadas para os ensaios. Foi medida a densidade das peças moldadas após o processo de sinterização, bem como a análise de suas microestruturas. Foram efetuados ensaios de compressão conforme descrições de Garcia, Spim e Santos (2012) e normas ASTM E9-09 e ASTM E209-00 nos corpos de provas dos dois tipos de pó a temperatura ambiente e na temperatura de 800°C, e, extraídas as curvas dos ensaios. Foi avaliado o efeito da temperatura de ensaio, da composição das ligas e do tamanho de grão dos pós nas propriedades mecânicas obtidas.

4.1 Materiais

A tabela 4 mostra os materiais utilizados para a confecção dos corpos de prova, e a tabela 5 mostra as reais composições dos aços, conforme dados do fabricante.

Tabela 4 – Materiais para confecção dos corpos de prova

Material	Função	Fabricante
Aço inoxidável HK-30 20F	Pó metálico	ATMIX
Aço inoxidável HK-30 10F	Pó metálico	ATMIX
Metilacrilamida	Monômero	Sigma-Aldrich
Polietilenoglicol-dimetilacrilato	Monômero	Sigma-Aldrich
Dispex N-40	Dispersante	Lubrizol
Álcool polivinílico	Agente suspensor	Mallinckrodt
Persulfato de Amônio	Iniciador	Merck
N, N,N',N' Tetrametiletilenodiamina	Catalisador	Sigma-Aldrich
Polietilenoglicol	Secagem	Oxiteno

Fonte: Autor "adaptado de" Ortega et al., 2010, p. 2

Tabela 5 – Composição química real do aço inoxidável HK-30 usado no trabalho

Elemento	% peso
Ni	20,47
Cr	25,22
C	0,476
Si	0,98
Mn	0,83
Cu	0,06
Nb	1,35
P	0,021
S	0,007
Mo	0,04
Co	0,07
W	0,00
V	0,05
Sn	0,01
ppm O	4500

Fonte: Autor
Nota: Conforme dados do fabricante (ATMIX)

4.2 Caracterização dos pós

Foi efetuado a medição dos tamanhos de partícula dos pós através da técnica de difração de laser (Microtrac BlueWave), com a finalidade de verificar a distribuição granulométrica dos pós. Este ensaio foi conduzido em meio líquido (água destilada) conforme procedimento indicado pelo fabricante do equipamento, onde acrescentou-se cerca de 50µL (25% em peso) de poliacrilato de sódio (Dispex N-40) para evitar a aglomeração das partículas. De posse dos resultados deste ensaio, estes foram comparados aos dados fornecidos pelo fabricante dos pós.

Foram efetuadas imagens dos pós através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), em temperatura ambiente em atmosfera à vácuo, a fim de verificar a morfologia dos mesmos e também para comparação com os resultados obtidos pela medição dos tamanhos de partícula. As imagens foram obtidas tanto do pó embutido em baquelite e polido, para análise da microestrutura da seção transversal das partículas, quanto em estado livre.

Ainda, ensaios de picnometria dos pós (ASM Handbook, V. 7, 2000a) com gás hélio, em equipamento AccuPyc II 1340, foram efetuados para comparação com os dados de literatura dos pós.

4.3 Produção corpos-de-prova de ligas de aço inoxidável HK-30

Foram produzidos 60 corpos de provas (CPs), sendo preparados 30 CPs do pó HK-30 na granulometria 10F e 30 CPs do pó HK-30 na granulometria 20F, ambos de geometria cilíndrica de 10 mm em diâmetro e 15 mm em comprimento.

Para o preparo da suspensão dos CPs, foi utilizado pó (na condição de recebimento) atomizado em água. As condições de moldagem foram baseadas em trabalhos efetuados anteriormente por Janney et al. (1998), Santos et al. (2007) e Ortega e Roedel (2011), e serão rapidamente descritas a seguir. A solução possui uma proporção de 59% em volume de pó.

Uma pré-mistura composta de solução aquosa de 30% em massa de monômeros de metilacrilamida-polietilenoglicol-dimetacrilato (MAM-PEG(DMA)) em água destilada foi o fluido usado para preparar a suspensão. Foi utilizado uma proporção de 0,5% da massa de pó de poliacrilato de sódio, numa solução de 10% em peso, como dispersante. Álcool polivinílico foi usado como agente suspensor na quantidade de 1% em massa da pré-mistura. Os pós foram adicionados gradativamente à fase líquida, sob vigorosa agitação, a fim de evitar a formação de bolhas e sedimentação. Tetrametiletilenodiamina numa proporção de 4,5$\mu L/g$ de suspensão e persulfato de amônio (solução de 30% em peso) numa proporção de 9$\mu L/g$ de suspensão para o pó de HK-30 foram adicionados como catalisador e iniciador, respectivamente, para dar início à polimerização e formação do gel. Esta etapa é melhor exemplificada através da figura 12:

- Suspensão contendo 59% em volume de pó disperso em solução aquosa composta de:
  - 30% em massa de MAM-PEG(DMA) em água destilada
  - 0,5% da massa de pó de Dispex-N40
  - 1% em massa da solução de PVAl
- Após o preparo da suspensão, acrescentar catalisador e iniciador de reação:
  - 4,5µL/g de suspensão de TMED (catalisador)
  - 9µL/g de suspensão de APS (iniciador)

Figura 12 – Descritivo de preparo da suspensão que será moldada por gelcasting
Fonte: Autor

Após o preparo da mistura suspensão+pó+monômeros para cada um dos pós, estas foram vertidas nos moldes cilíndricos. Foram utilizados moldes cilíndricos de diâmetro de 14 mm e comprimentos de 90 mm, conforme figura 13. Vertidas as misturas de cada pó em cada um dos dois moldes, estas foram deixadas ao ar para que ocorresse a gelificação e transformação

nas peças desejadas. Este procedimento foi repetido por cinco vezes para cada um dos pós, uma vez que a porção de mistura preparada era suficiente para a confecção de dois cilindros de cada vez.

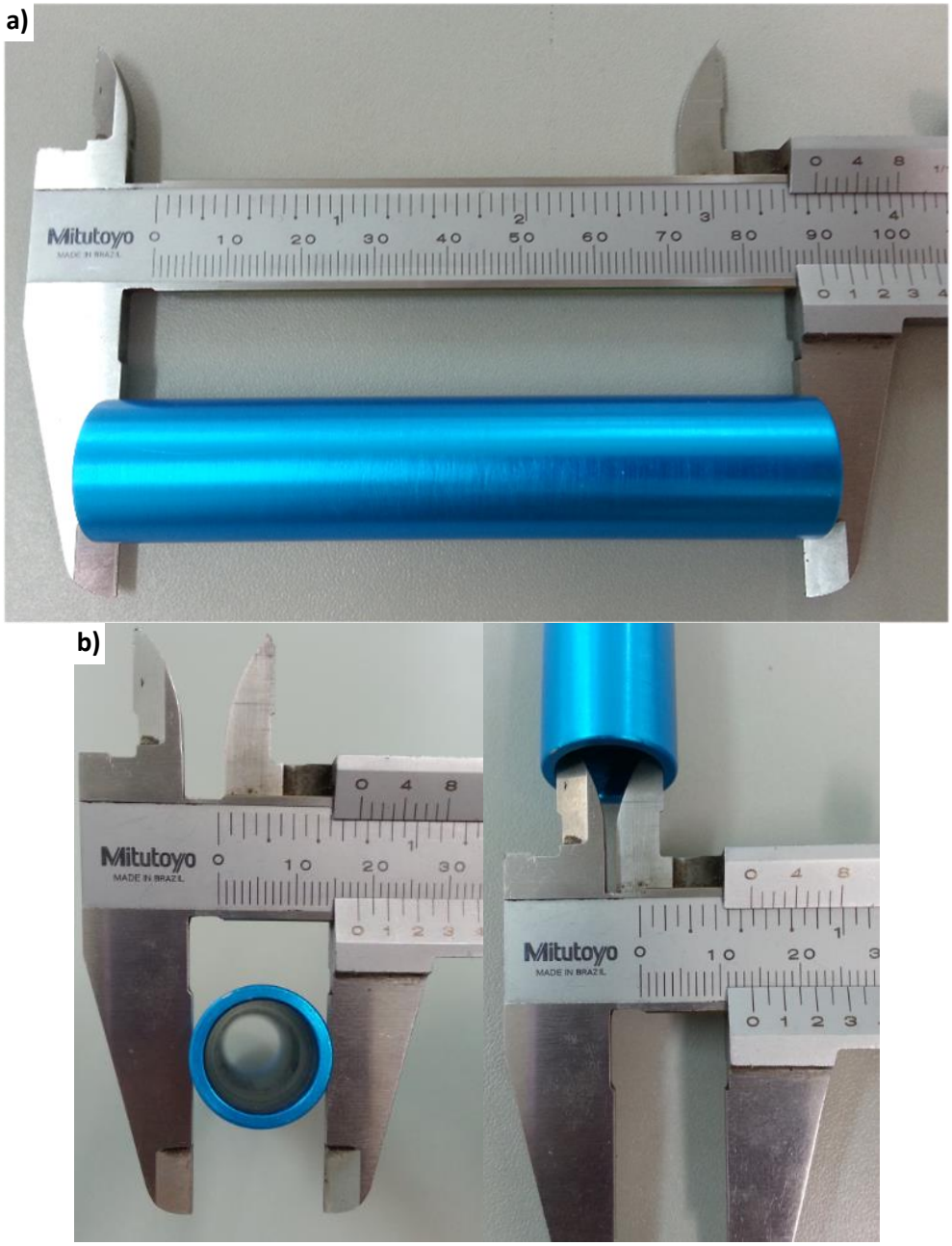

Figura 13 – Molde cilíndrico utilizado na confecção das peças do trabalho de a) comprimento de 90 mm e b) diâmetro externo de 18 mm e diâmetro interno de 14 mm
Fonte: Autor

Após a desmoldagem, as peças foram imersas em solução aquosa de 40% em volume de polietilenoglicol (PEG) sob temperatura ambiente por algumas horas para secagem por osmose. Este procedimento possibilita a remoção de água do interior da peça minimizando

tensões residuais que possam vir a deformar as mesmas (BARATI, KAKABI, FAMILI, 2003; TRUNEC, 2011). Posteriormente, as peças foram lavadas em água corrente e secas em estufa na temperatura de 110°C para completar a etapa de secagem.

Após a secagem das peças, elas foram submetidas ao processo de sinterização em forno industrial gentilmente cedido pela empresa BRATS, utilizado para sinterizar, entre outros produtos, peças porosas de aço inoxidável processadas por metalurgia do pó. O processo para os dois tipos de pós foi executado tomando como ponto de partida o diagrama de tratamento térmico utilizado por Ortega et al. (2010), uma vez que o aço utilizado foi o mesmo do presente trabalho, sendo que naquele trabalho, o primeiro patamar de temperatura, de 500°C por 1h, foi para remoção de ligantes orgânicos remanescentes, o segundo, de 1280°C por 2h, para densificação da peça e o terceiro, já durante o resfriamento, de 650°C por 1h, para aliviar tensões mecânicas residuais (ORTEGA et al., 2010). Ainda, naquele trabalho foi usada a atmosfera de 90%Argônio+10%Hidrogênio no aquecimento e Nitrogênio no resfriamento.

Neste trabalho, antes da definição do ciclo de sinterização, foram moldadas *peças-teste* para verificação do comportamento das mesmas durante o aquecimento da sinterização. Para isto, foram efetuados os ensaios de dilatometria e de calorimetria diferencial de varredura (DSC), ambos no equipamento SetSys Evolution, sendo o primeiro para verificar qual seria a porcentagem de retração da peça, e o segundo para verificar até que temperatura haveria perda de massa da amostra, no caso, até a total eliminação dos compostos orgânicos utilizados na formação do gel durante a moldagem. Para o ensaio de DSC, o aquecimento foi constante até 1000°C, e para o ensaio de dilatometria o aquecimento seguiu até a temperatura de 1280°C, seguindo a temperatura de sinterização das amostras de trabalhos anteriores e também a indicação de que esta seria a temperatura imediatamente inferior à formação de fase líquida no aço, conforme figura 14 fornecida pelo software ThermoCalc®.

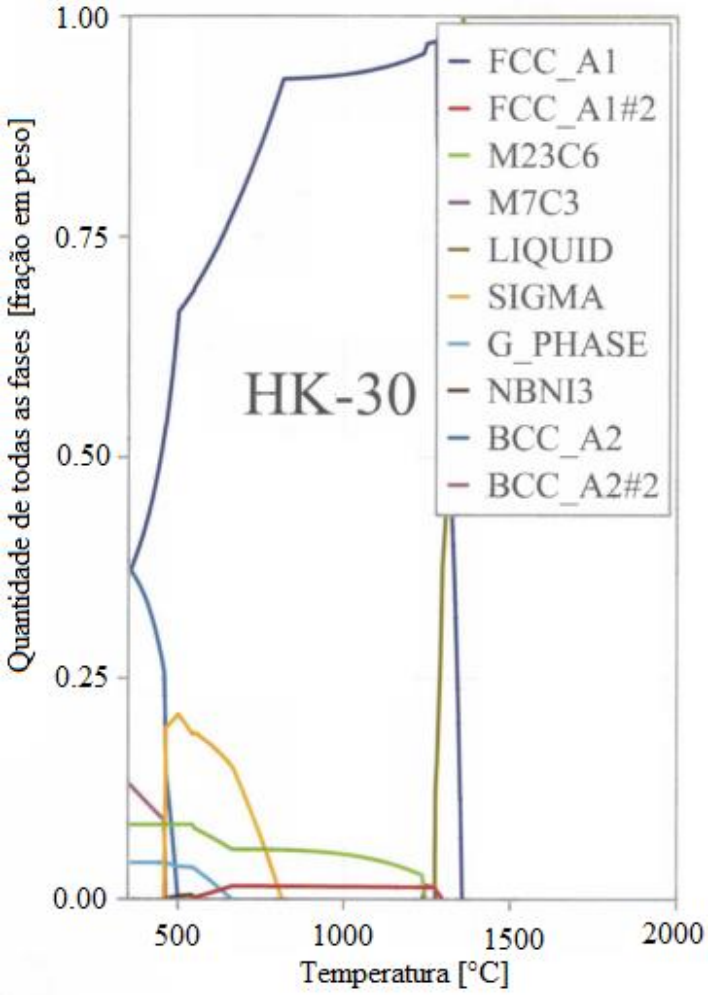

Figura 14 – Quantificação de fases do aço HK-30 no software ThermoCalc®
Fonte: Autor

A atmosfera utilizada durante todo o processo de sinterização foi vácuo, e a programação do forno foi estabelecida conforme a figura 15. Tal programação foi inicialmente testada utilizando um cilindro de cada um dos pós, com aquecimento constante até 1200°C a fim de verificar se os cilindros suportariam a taxa de aquecimento utilizada no cotidiano da empresa, e, particularmente, ausentar a etapa específica para a remoção dos ligantes orgânicos, normalmente presente nos trabalhos sobre peças produzidas por gelcasting. Como o teste foi bem-sucedido, a sinterização dos cilindros foi realizada com aquecimento até 1280°C em 150 minutos, resultando numa taxa de aquecimento contínua de 8,5 graus célsius por minuto (°C/min). Esta temperatura foi mantida por 60 minutos, seguido de resfriamento lento no interior do forno.

Figura 15 – Diagrama de sinterização efetuado pela Empresa BRATS, com taxa de aquecimento de 8,5°C/min e patamar de 1h a 1280°C
Fonte: Autor

Segundo Simchi, Rota e Imgrund (2006), a sinterização em atmosfera contendo gases levemente redutores oferece uma microestrutura de grãos menores e ajudar a evitar a formação de carbonetos. Porém, a atmosfera a vácuo proporciona uma maior densificação da peça, reduzindo a quantidade de poros existentes (JI et al., 2000). Ocorre certa retração nas peças, mas, apesar deste fenômeno, não é esperado que haja alteração nas tolerâncias dimensionais, uma vez que a retração acontece de forma isotrópica e previsível (CRISTOFOLINI et al., 2010).

Após a sinterização, as peças cilíndricas foram usinadas em corpos de prova de comprimento de 15 milímetros (mm), e diâmetro de 10 mm, para obtenção das medidas de ensaio de compressão, conforme normas ASTM E9-09 e E209-00. A figura 16 a seguir mostra a etapa de usinagem de um dos cilindros em CPs.

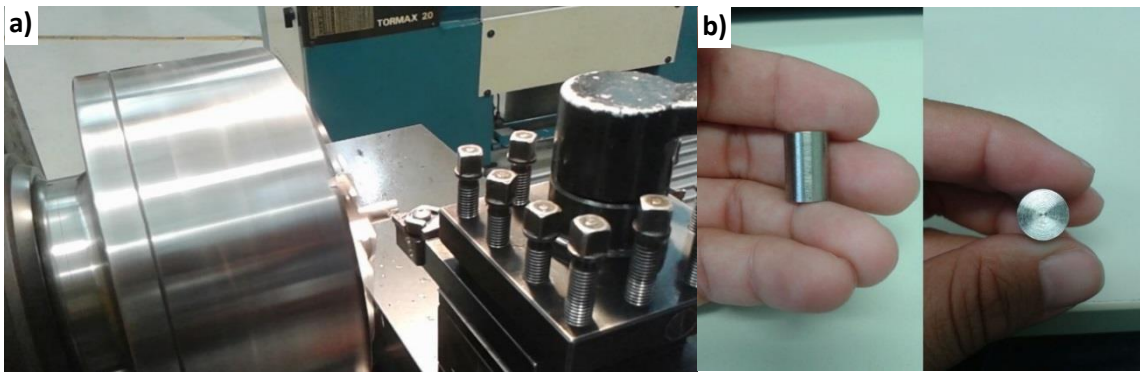

Figura 16 – a) Usinagem de cilindro, Centro de Laboratórios Mecânicos, FEI; b) Corpo de prova usinado de comprimento de 15mm e diâmetro de 10mm
Fonte: Autor

Após a usinagem dos corpos de prova, estes foram divididos em duas categorias, conforme figura 17, denominadas de *topo* e *base*. O objetivo desta divisão foi para facilitar a detecção de uma diferença nos resultados dos ensaios de compressão, decorrentes de uma possível sedimentação do pó durante a fabricação do cilindro e consequente heterogeneidade na microestrutura da peça.

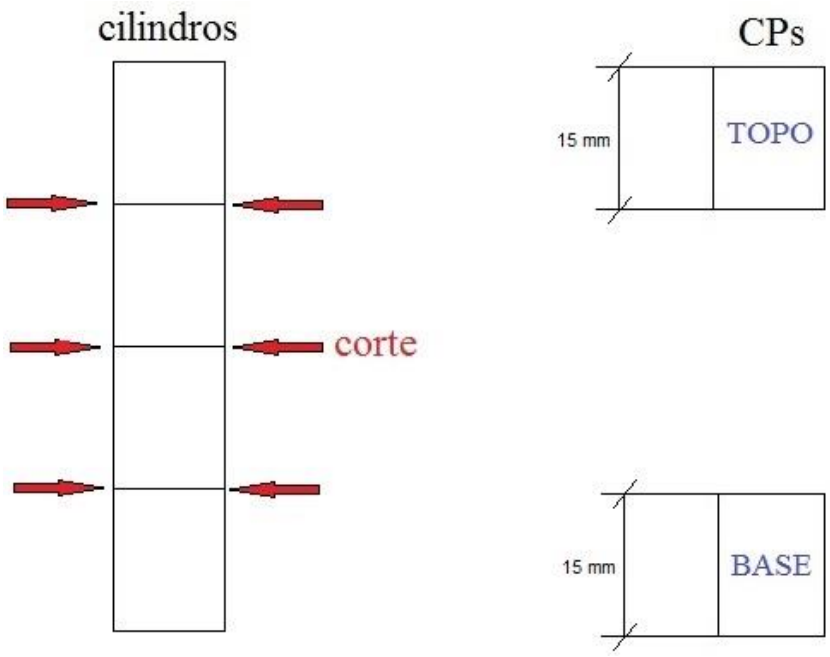

Figura 17 – Esquema de divisão e localização dos corpos de prova em relação aos cilindros após a usinagem
Fonte: Autor

O molde, conforme mostrado na figura 13, tem comprimento de 90 mm. Porém, como é vazado, foi necessário utilizar uma tampa na parte inferior dele, para que a mistura fosse vertida e moldada sem que houvessem vazamentos, de modo que seu comprimento útil foi reduzido a 80 mm. E, após a sinterização, houve uma retração de 12,5% no comprimento final das peças, sendo este de 70 mm. Desta forma, após a usinagem foi possível extrair corpos de prova iguais de comprimento de 15 mm, conforme demonstrado no esquema da figura 17.

4.4 Avaliação da densidade dos corpos de prova, e caracterização microestrutural

Após a produção dos CPs, foi feita uma avaliação das densidades das peças na sua condição após a sinterização.

A densidade dos CPs foi inicialmente calculada utilizando a equação absoluta da densidade, expressa na equação 1, onde a massa do CP é dividida pelo volume externo do mesmo.

$$\rho = {}^{m}/_{V} \quad (1)$$

Onde: $\rho =$ densidade absoluta [g/cm³]; $m =$ massa [g]; $V =$ volume [cm³].

A massa dos CPs foi medida utilizando uma balança de precisão analítica de quatro casas decimais, e o volume foi calculado a partir das dimensões externas dos corpos de prova, medidas com micrômetro eletrônico de precisão analítica de três casas decimais, uma vez que as peças foram usinadas com bom acabamento superficial. De posse das medidas das massas e dos volumes calculados das peças sinterizadas, as densidades foram calculadas utilizando a equação 1, e posteriormente comparadas qualitativamente com dados obtidos através do ensaio de picnometria dos pós e também com dados da literatura.

Foram feitas imagens por microscopia ótica e por MEV de amostras das peças de cada um dos pós em equipamentos localizados no CLM da FEI. A figura 18 ilustra um exemplo de microestrutura da superfície de fratura de uma peça produzida com aço HK-30 submetida à tração, com densidade da ordem de 95% da densidade teórica.

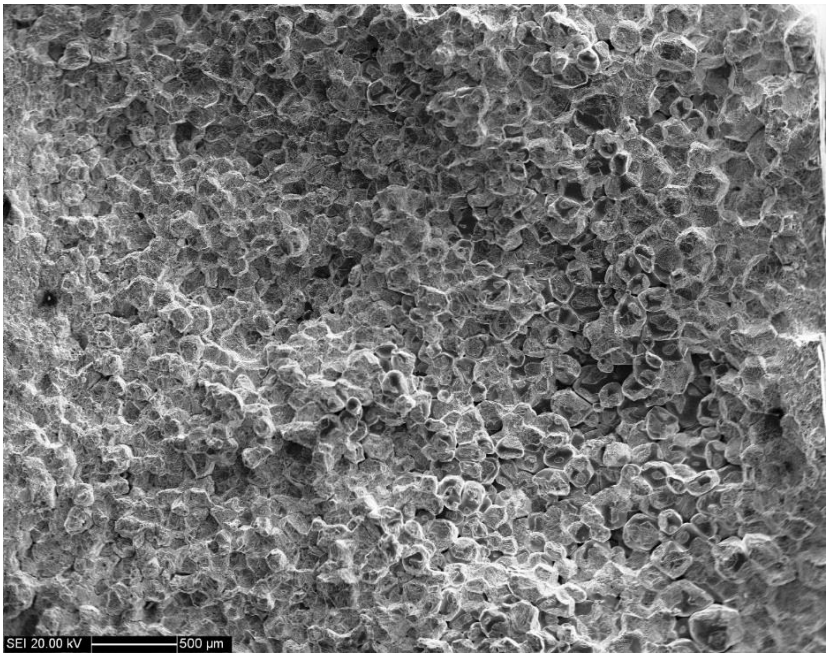

Figura 18 – Microestrutura da superfície de fratura do HK-30 após sinterização de 2h e submetido a ensaio de tração

Fonte: Roedel, Magnabosco e Ortega, 2011, p. 1

No entanto, em ensaios de compressão, não é esperado que haja superfície de fratura. Então, neste trabalho, foi feito o preparo das amostras não ensaiadas dos dois pós, a fim de verificar a ocorrência de porosidade e também efetuar a medição de tamanho de grão. As amostras foram cortadas na seção longitudinal e embutidas em baquelite. Após o corte e embutimento, as amostras foram lixadas e polidas, conforme procedimento de laboratório, a fim de se obter superfícies livres de riscos. De posse das amostras polidas, estas foram submetidas ao ataque eletrolítico com solução de ácido oxálico a 10%Vol., em meio líquido ionizado com tensão de 3 volts por 30 segundos, a fim de se destacar os grãos da superfície da peça.

Após este procedimento, as amostras foram colocadas no microscópio ótico para visualização de suas respectivas microestruturas. Conforme descrito anteriormente, foi verificado qualitativamente a ocorrência de poros em ambas as amostras, e também foram medidos os tamanhos de grão pelo método planimétrico, conforme descrição na norma ASTM E112-13. Para esta medição, foram extraídas imagens de 10 áreas aleatórias nas amostras, onde foram contados a quantidade de grãos e também seus respectivos tamanhos de área, sendo estes dados fornecidos posteriormente através de histogramas relacionando a porcentagem de grãos ASTM por área analisada pelo software do microscópio.

4.5 Ensaios de compressão uniaxial em temperatura ambiente e na temperatura de 800°C

Para a obtenção das propriedades mecânicas de maneira mais rápida e direta, poderia ser efetuado o ensaio de tração. Porém, para que fosse possível realizar os ensaios sob temperaturas controladas, seria necessário a confecção de corpos de prova de quase trinta centímetros de comprimento (pois a área de solicitação do CP deveria ficar totalmente submetida à temperatura do ensaio), demandando uma quantidade bastante elevada de material. Além disso, barras deste tamanho poderiam sofrer empenamento durante a sinterização, prejudicando o ensaio. Então, por este motivo, optou-se por ensaios de compressão, uma vez que poderiam ser retiradas propriedades como módulo de elasticidade e tensão de escoamento da mesma maneira que nos ensaios de tração, apesar do comportamento resistivo do material diferir quantitativamente em relação à tração (DOWLING, 2013).

Preparadas as peças dos dois pós, foram efetuados ensaios de compressão baseados nas normas ASTM E9-09 e ASTM E209-00, para obtenção do módulo de elasticidade e tensão de escoamento. Dos corpos de prova disponíveis, foram utilizados 20 CPs nos ensaios em temperatura ambiente, e 20 CPs nos ensaios a 800°C, onde, para cada temperatura de ensaio, metade dos CPs eram de HK30 10F e metade eram de HK30 20F.

Os testes foram feitos no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Centro Universitário da FEI, utilizando a máquina Material Testing Systems (MTS), para ambos os ensaios, conforme figuras 19-a) e 19-b). A norma ASTM E209-00 determina que o corpo de prova deve ficar submetido à atmosfera de 800°C por alguns minutos, como mostra a figura 19-c), a fim de que a temperatura seja estabilizada antes do início do ensaio. Para auxiliar na estabilização da temperatura no interior do forno e para evitar perda de calor, foi utilizado uma espécie de manta térmica de fibra de alumina, exatamente acima do forno.

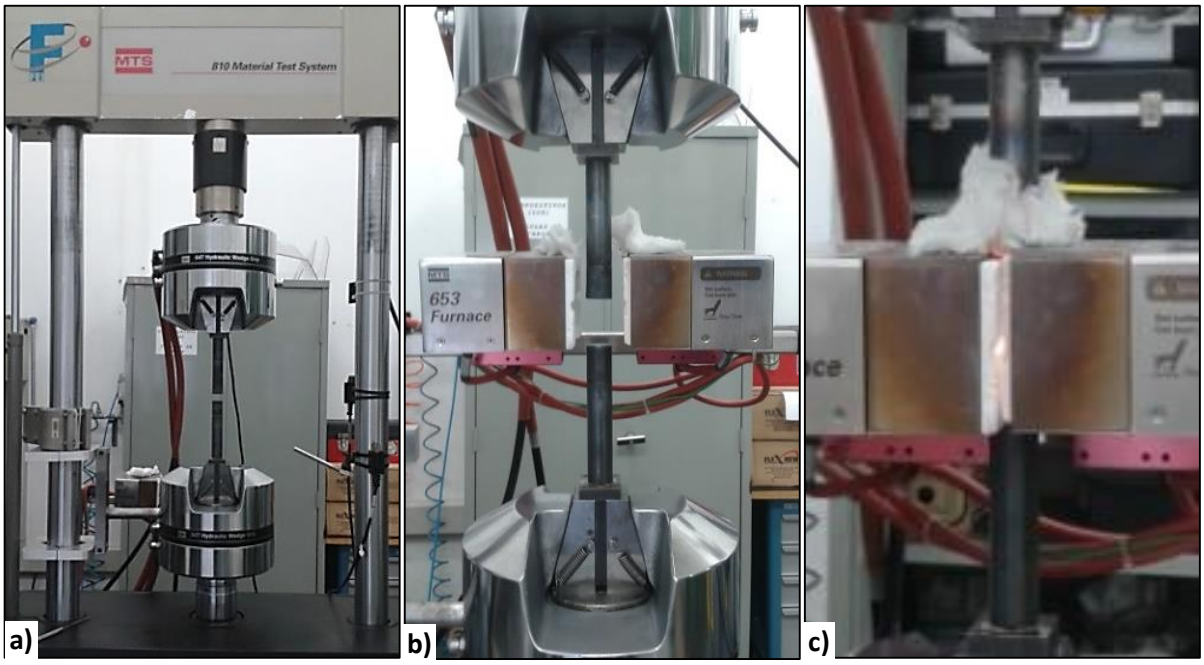

Figura 19 – Máquina Universal de Ensaios “Material Test Systems” (MTS), Centro de Laboratórios Mecânicos, FEI. a) Vista geral do dispositivo de compressão em temperatura ambiente; b) Dispositivo de compressão em alta temperatura incluindo os atuadores e o forno; c) Conjunto com o forno fechado ao redor da amostra pronto para o teste de compressão a 800ºC
Fonte: Autor

Inicialmente, foram feitos os ensaios na temperatura de 800°C em corpos de prova aleatórios do pó HK-30 10F. Fora determinado o deslocamento inicial de 10 mm no CP, com velocidade de carregamento de 7,5 milímetros por minuto (mm/min), e assim foi feito durante os cinco primeiros ensaios, até que um dos punções do equipamento deformou-se provavelmente a partir o sexto até e o oitavo ensaio (dano verificado devido a divergência de

comportamento mecânico), em função da alta temperatura e carga aplicada. Após o reparo do punção danificado, os ensaios foram retomados, desta vez deslocando os CPs em 5 mm, mantendo a mesma velocidade de carregamento. Porém, novamente, o mesmo dano foi notado, limitando a quantidade de ensaios válidos do pó HK-30 10F às primeiras cinco unidades. Na sequência, foram iniciados os ensaios nos CPs do pó HK-30 20F, onde, apenas nos primeiros dois ensaios fora identificado deformação em um dos punções, similar ao apresentado nos ensaios do pó HK-30 10F. Após efetuar o mesmo reparo no punção, os ensaios foram novamente retomados, sendo desta vez não mais interrompidos até o término dos corpos de prova e fornecendo ao todo oito ensaios válidos.

Após o término dos ensaios em temperatura elevada, foram efetuados os ensaios em temperatura ambiente sem quaisquer interrupções, finalizando esta etapa.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta sessão, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos durante o trabalho.

5.1 Caracterização dos pós

Foram efetuados ensaios de picnometria dos pós para comparação com os valores das densidades das peças sinterizadas. Os valores das densidades foram de 7,4984 gramas por centímetro cúbico (g/cm³) para o HK-30 10F e de 7,5709 g/cm³ para o HK-30 20F, coincidindo com o valor de literatura, que é de 7,5 g/cm³ (Parmaco Metal Injection Molding).

Foram feitas imagens dos pós para verificar as diferenças entre os tamanhos de partículas e morfologia de ambos os pós, conforme a figura 20.

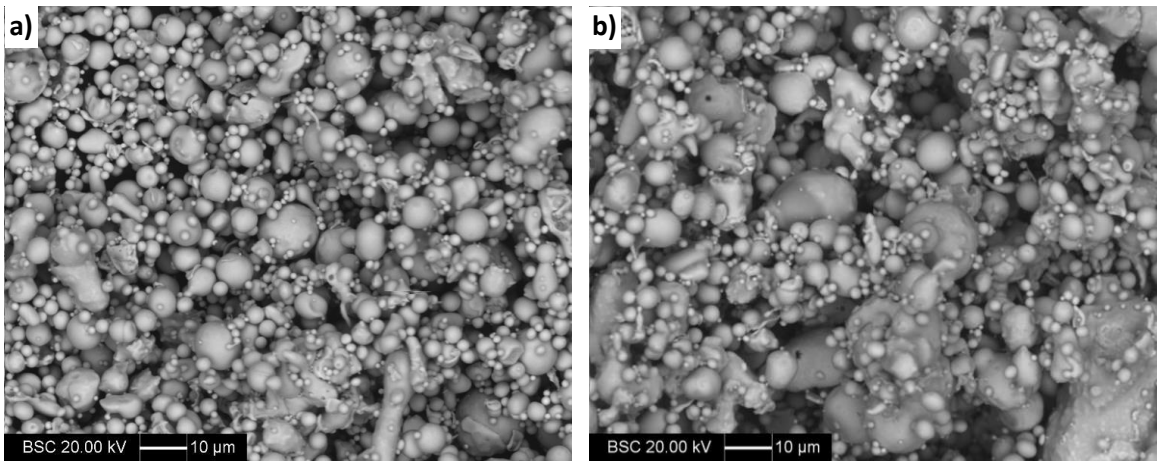

Figura 20 – MEV dos pós utilizados: a) HK-30 10F e b) HK-30 20F, com aumento de 1000x
Fonte: Autor

Os dois pós possuem uma morfologia predominantemente esférica. Esta característica facilita o empacotamento das partículas no processamento e densificação durante a sinterização, diminuindo (mas não eliminando) a ocorrência de poros na microestrutura. Nas figuras acima estão demonstradas que há uma diferença entre os tamanhos de partículas do mesmo pó, e embora a morfologia de ambos seja esférica, há a ocorrência de partículas de formas mais alongadas. A figura 21 mostra a seção transversal das partículas após embutimento em baquelite

e polimento, destacando alguns dos diâmetros de partículas dos aços estudados, em seção transversal, verificado na sequência pelo ensaio da distribuição de tamanho de partículas.

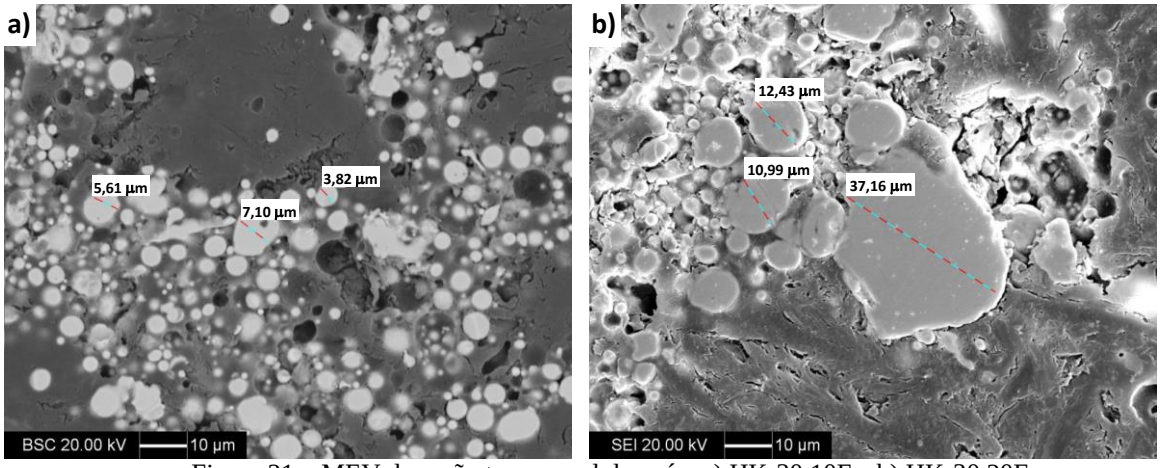

Figura 21 – MEV da seção transversal dos pós: a) HK-30 10F e b) HK-30 20F
Fonte: Autor

Foi verificado que, apesar das diferenças apresentadas nas figuras 20 e 21, as partículas são densas, sem ocorrência de poros no seu interior, e ainda, os pós apresentaram uma distribuição do tamanho de partículas de acordo com os dados fornecidos pelo fabricante, conforme figura 22, e comprovados pela distribuição granulométrica dos pós, medidas em laboratório, como mostra a figura 23.

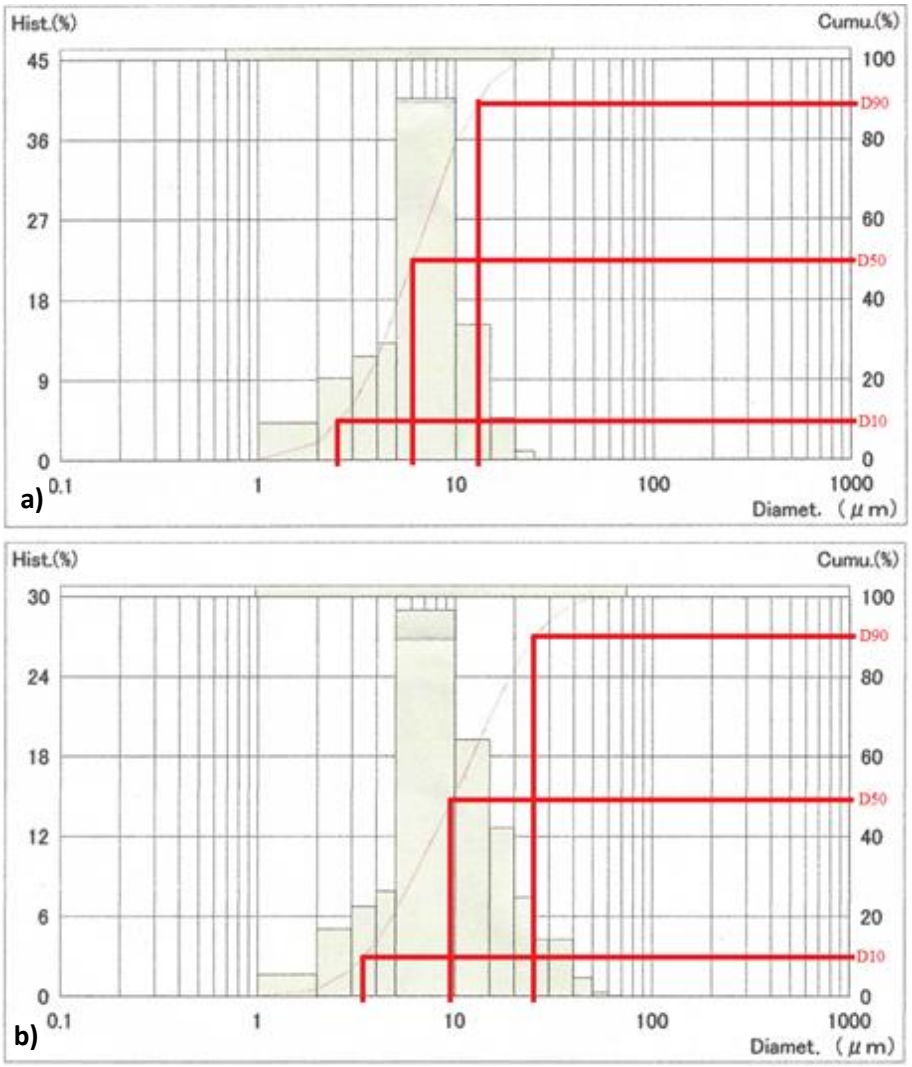

Figura 22 – Distribuição de tamanho de partícula dos pós a) HK-30 10F, com D50 de 6 µm, e b) HK-30 20F, com D50 de 9,9 µm, fornecidos pelo fabricante
Fonte: ATMIX

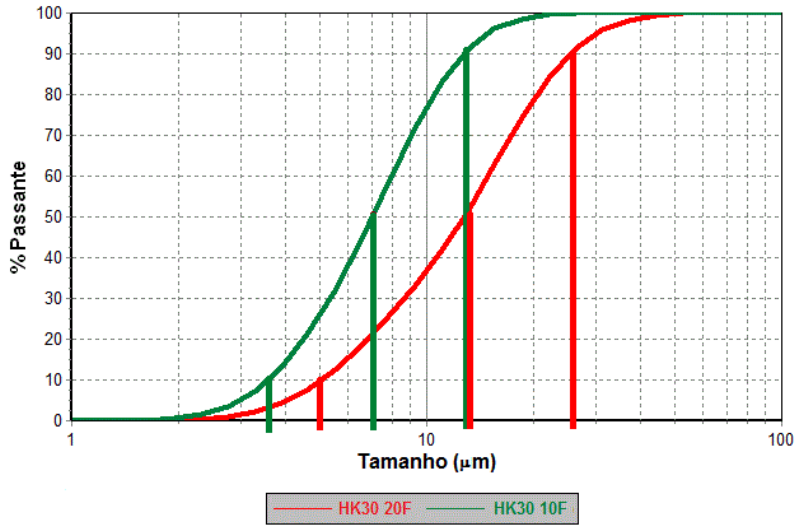

Figura 23 – Distribuição de tamanho de partícula dos pós HK-30 10F (linha verde) e 20F (linha vermelha) obtidos em laboratório
Fonte: Autor

As distribuições de tamanho de partícula mostram que o pó HK-30 10F apresentou maior incidência de grãos de diâmetro de tamanho 7 micrometros (µm), sendo que o pó HK-30 20F apresentou mais grãos de 12 µm de diâmetro, conforme demonstrado também pelas imagens do pó nas figuras 20 e 21, respectivamente. Tais diferenças de tamanho médio, se aplicadas à Lei se Stokes (REED, 1995) apresentada abaixo na equação 2, mostram que as partículas do pó HK-30 20F sedimentam com uma velocidade quase 3 vezes maior do que as partículas do pó HK-30 10F, podendo levar esta variação à microestrutura do material.

$$v = \frac{a^2 \cdot (\rho_p - \rho_L) \cdot g}{18 \cdot \eta_L} \tag{2}$$

Onde: v = velocidade de sedimentação [m/s]; g = aceleração da gravidade [m/s²]; a = diâmetro de partícula [µm]; ρ_p = densidade do aço [g/cm³]; ρ_L = densidade do líquido [g/cm³]; e η_L = coeficiente de viscosidade do líquido.

Partindo da equação 2, e relacionando as velocidades de sedimentação dos dois pós, temos a equação 3:

$$\frac{v_{20F}}{v_{10F}} = \frac{\frac{12^2 \cdot (\rho_{HK-30} - \rho_L) \cdot g}{18 \cdot \eta_L}}{\frac{7^2 \cdot (\rho_{HK-30} - \rho_L) \cdot g}{18 \cdot \eta_L}} \tag{3}$$

Como os aços são de densidades iguais, o meio líquido é o mesmo e de mesma densidade, e a aceleração da gravidade também é a mesma, estes termos se anulam na equação 3, chegando ao valor citado anteriormente:

$$\frac{v_{20F}}{v_{10F}} = \frac{12^2}{7^2} = \frac{144}{49} = 2{,}94$$

Como será demonstrado na seção 5.3, tal variação de velocidade não aconteceu.

5.2 Caracterização dos compactos a verde

A caracterização dos compactos a verde foi feita avaliando a perda de massa das amostras de HK-30 e também a taxa de retração do material em função da temperatura, através de ensaios de análise termogravimétrica (ATG) e dilatometria, respectivamente.

A análise termogravimétrica foi feita submetendo a amostra de HK-30 a um aumento de temperatura até 1000°C, numa taxa de 20 graus célsius por minuto (°C/min), em atmosfera à vácuo. Este ensaio mostrou que até a temperatura de aproximadamente 550°C ocorre perda de massa na amostra, com uma perda de massa em torno de 4%. Ou seja, é a temperatura limite em que ocorre a volatilização completa dos compostos orgânicos utilizados no processo de moldagem do material, conforme figura 24.

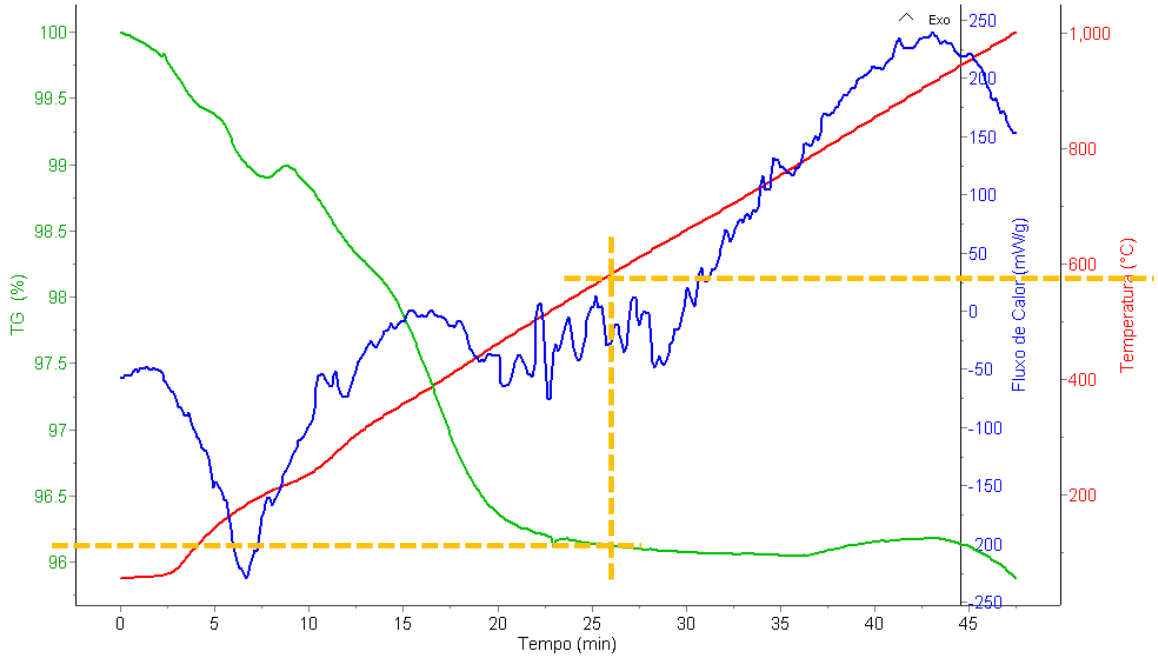

Figura 24 – Ensaio de DSC/ATG da amostra de HK-30 gelificada
Fonte: Autor

Para verificação da perda de material ocorrida na amostra, foi feito o mesmo ensaio para o pó utilizado, sendo o resultado apresentado na figura 25.

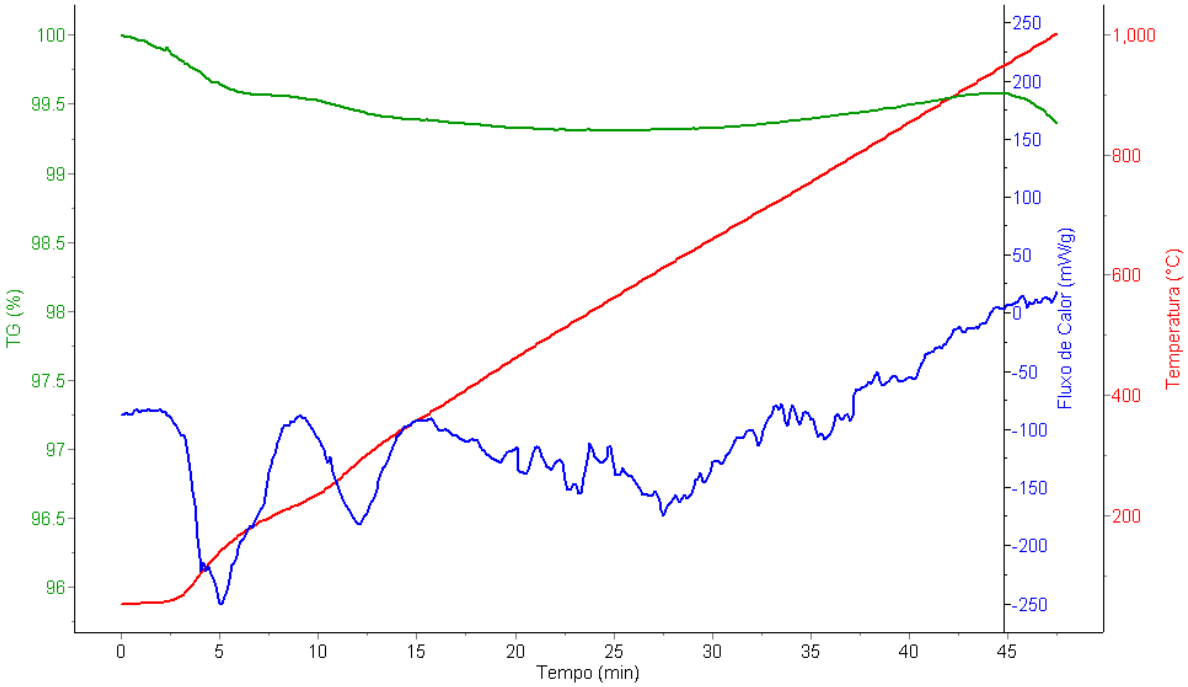

Figura 25 – Ensaio de DSC/ATG do pó HK-30
Fonte: Autor

Este resultado mostra que o pó não sofre nem perda de massa, nem variação significativa no fluxo de calor durante o ensaio, exceto pela vaporização de água absorvida, mostrando que os resultados obtidos no ensaio de ATG da amostra consolidada por gelcasting estão associados às fases orgânicas nela presente.

O ensaio de dilatometria foi feito submetendo uma amostra de HK-30 a uma taxa de aquecimento de 10°C/min sob vácuo, e mostrou que o material quando submetido ao aquecimento até 1280°C apresenta uma retração da ordem de 16,5%, conforme indicado na figura 26.

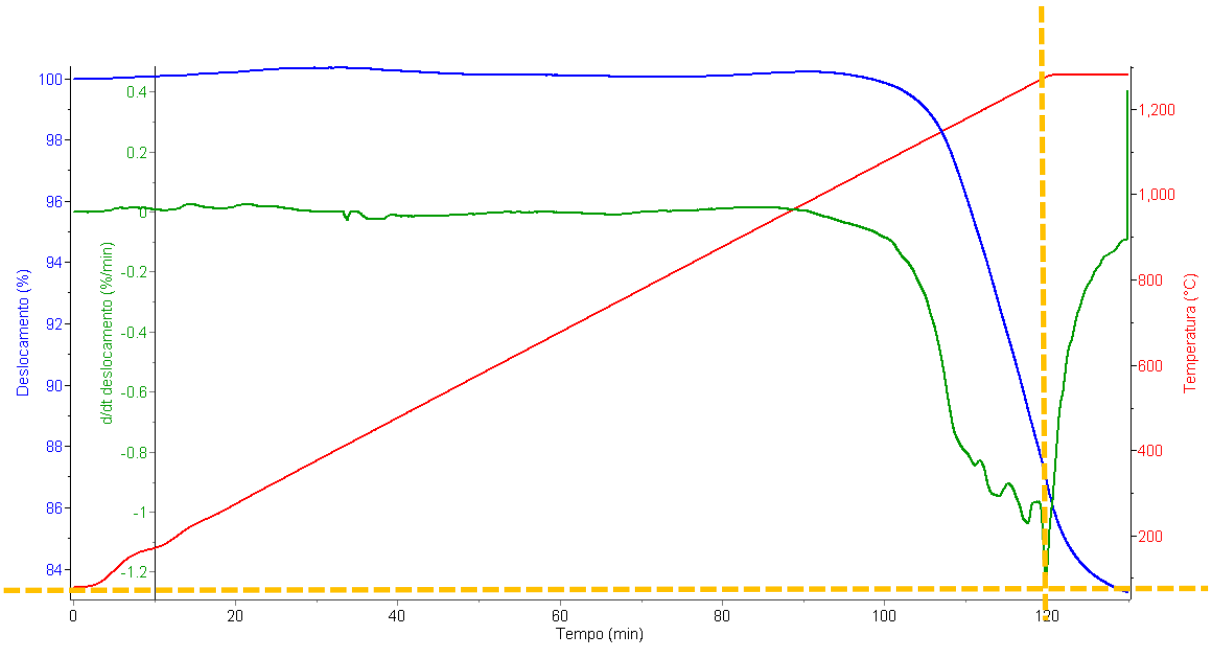

Figura 26 – Ensaio de dilatometria do material HK-30
Fonte: Autor

A análise da taxa de retração mostra que a densificação do material aconteceu de forma gradual a partir de aproximadamente 1100°C, e que a partir desta temperatura a porosidade residual do processo passa a diminuir. A máxima taxa de retração aconteceu em 1275°C. Nota-se também que, durante o patamar de 10 minutos a 1280°C houve a continuidade na retração do material. Vale destacar que o ensaio foi feito sob vácuo e que, conforme dados de simulação do ThermoCalc®, nesta temperatura ainda não há formação de fase líquida, uma vez que esta surge apenas a partir de 1300°C (vide figura 14).

5.3 Caracterização dos corpos de prova

Foram medidas a densidade geométrica de cada corpo de prova e também a densidade por ensaio de picnometria, a fim de verificar se houve ou não sedimentação dos pós durante o processo. O intuito era verificar se houve diferença nos valores de densidade nas amostras extraídas do topo e da base dos cilindros, decorrentes da sedimentação do pó. Foi efetuada a medição da densidade geométrica de todos os corpos de prova, sendo a quantidade total de 40 medições (sendo 10 medições para cada uma das situações). As medidas de densidade por

picnometria foram feitas por amostragem. Conforme a figura 27, as densidades dos corpos de prova não apresentaram diferença em relação à sua posição na moldagem.

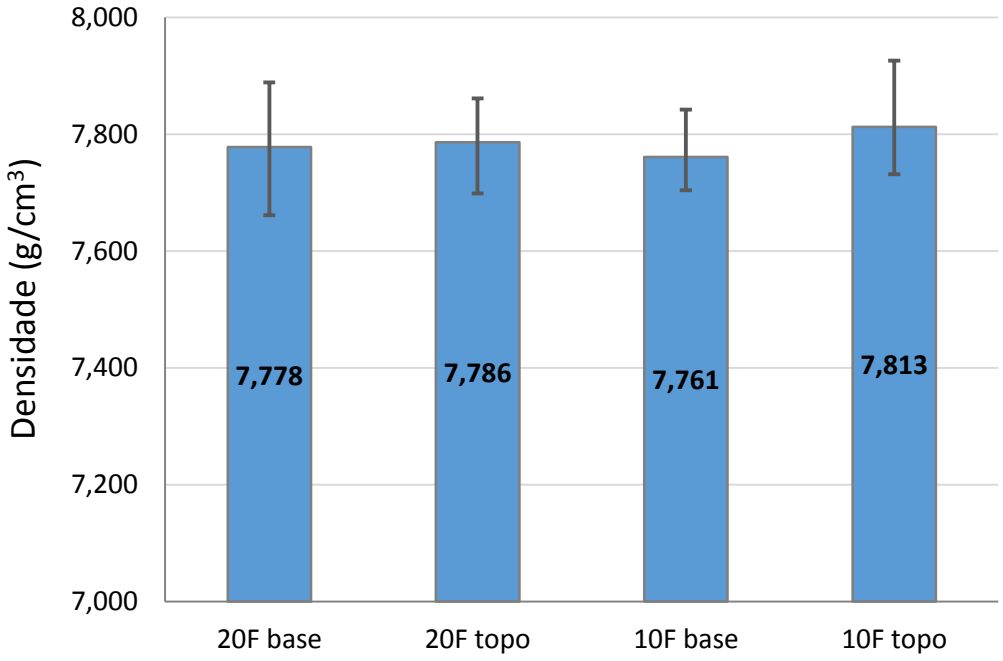

Figura 27 – Média das densidades geométricas dos corpos de prova. A barra de erro refere-se aos valores máximo e mínimo dentre as medidas efetuadas em cada tipo de amostra
Fonte: Autor

Na figura, estão explicitados os valores da média das densidades dos corpos de prova, mostrando que não houveram indícios de sedimentação dos pós decorrente do processo, já que numa amostragem de 10 corpos de prova para cada situação, os valores permaneceram praticamente inalterados e dentro da flutuação estatística do ensaio. Considerando o valor de 7,75 g/cm³ referente a uma amostra de aço HK-30 obtida por fundição e, portanto, isenta de poros, tais valores de densidade correspondem a pouco mais de 100% da densidade teórica. Esse estudo indica a possibilidade de algum erro experimental associado à massa ou às dimensões das amostras, já que não é esperado que uma amostra produzida por metalurgia do pó tenha densidade superior à do mesmo material fundido. Entretanto, não invalida o principal propósito do experimento que foi demonstrar a eventual variação nos valores de densidade entre a região do topo e da base das amostras. Tal variação não foi verificada.

Por picnometria, os valores de densidade obtidos são mostrados na figura 28.

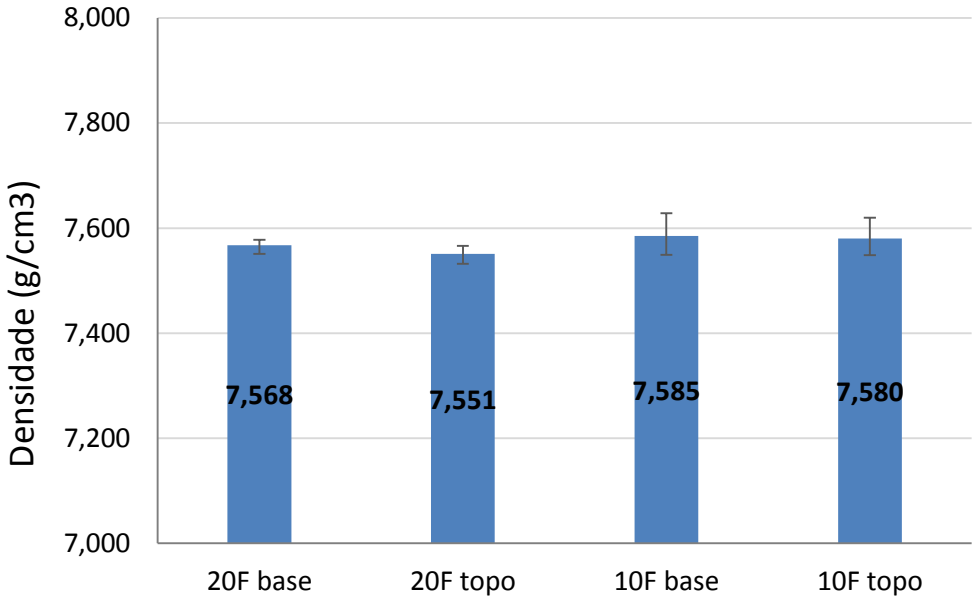

Figura 28 – Densidades medidas através de ensaio de picnometria dos corpos de prova. A barra de erro refere-se aos valores máximo e mínimo dentre as medidas efetuadas em cada tipo de amostra
Fonte: Autor

Comparando os valores das densidades, é possível notar que, apesar de serem numericamente inferiores aos valores calculados pelo método geométrico, também não há diferença significativa entre as densidades. E, ao comparar com o valor de densidade de 7,5 g/cm³ extraído da literatura, as amostras apresentaram uma densificação média de 99,1% para as amostras de HK-30 20F *base*, 99,33% nas de HK-30 20F *topo*, 98,88% nas de HK-30 10F *base*, e finalmente, 98,94% nas de HK-30 10F *topo*.

Comparando os valores obtidos por cada uma das técnicas de determinação de densidade, seria esperado que os valores de densidade geométrica fossem ligeiramente inferiores aos valores medidos no ensaio de picnometria. Isso ocorre porque na picnometria o volume tende a ser menor do que aquele obtido com o micrômetro, já que a medição manual tende a superestimar as dimensões devido à presença de rugosidades superficiais ao longo da amostra, o que não acontece na picnometria. Esse fato reforça a hipótese de que algum dos equipamentos usados talvez não estivesse perfeitamente calibrado. Entretanto, não invalida o principal propósito do ensaio que foi verificar eventuais diferenças de densidade entre topo e base das amostras. Além disso, ambas as técnicas apontam, ainda que com alguma imprecisão, uma excelente densificação do material após a sinterização.

Após a análise microestrutural, foi identificado que as amostras do pó HK-30 10F apresentaram maior quantidade de poros em relação às amostras do pó HK-30 20F, conforme

figuras 29 e 30. Estas figuras também mostram de maneira qualitativa que os tamanhos dos contornos de grão são maiores nas amostras de HK-30 10F.

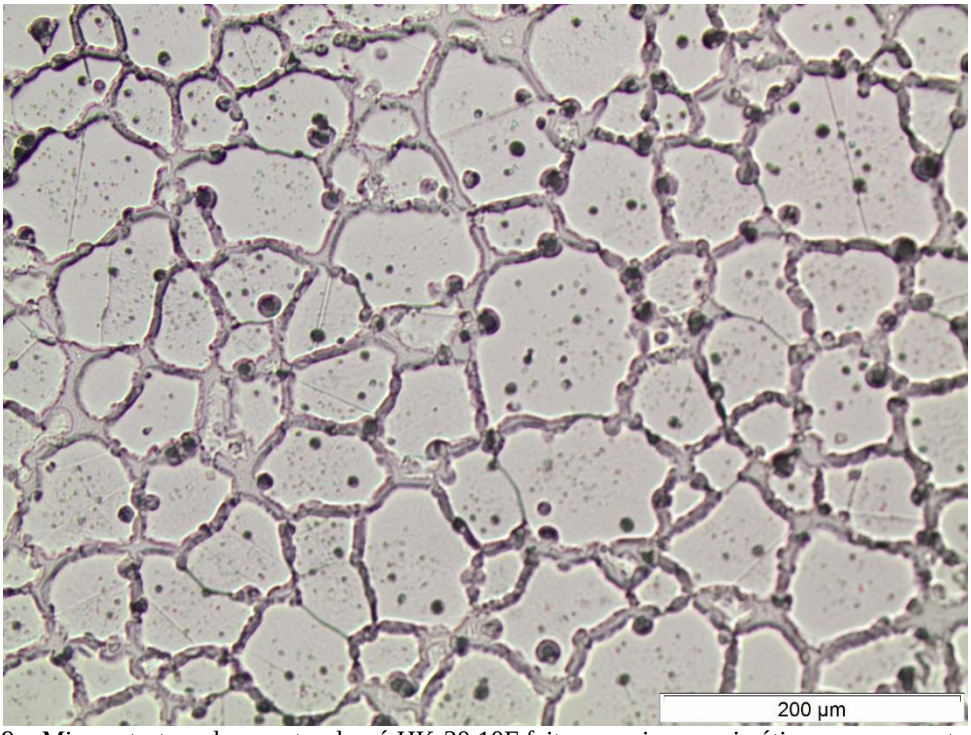

Figura 29 – Microestrutura de amostra do pó HK-30 10F feita por microscopia ótica, com aumento de 200x
Fonte: Autor

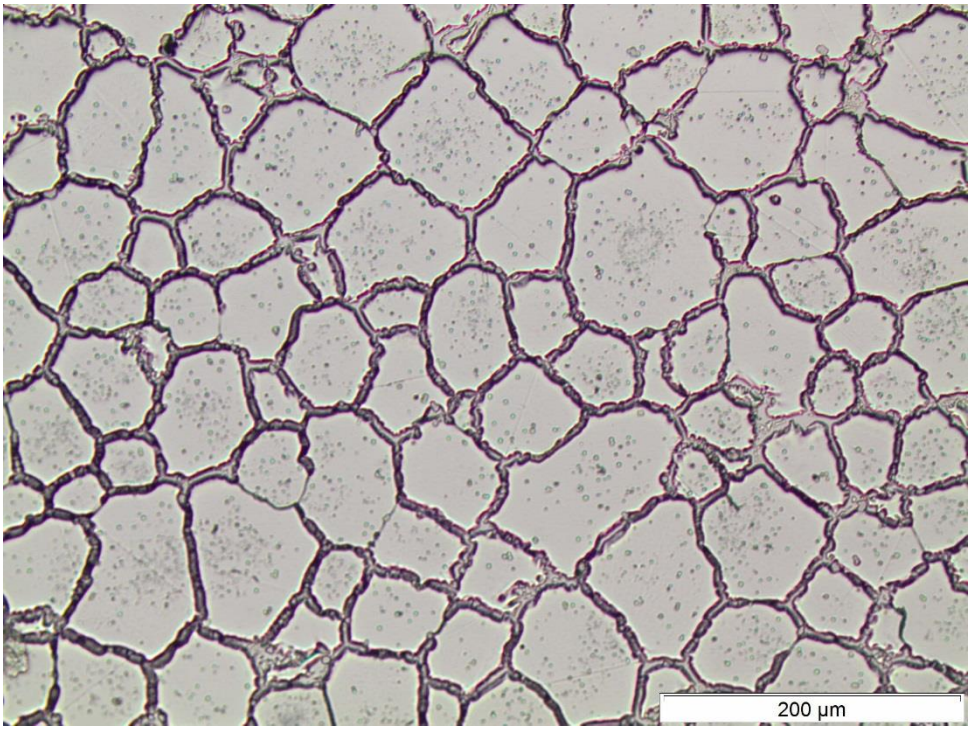

Figura 30 – Microestrutura de amostra do pó HK-30 20F feita por microscopia ótica, com aumento de 200x
Fonte: Autor

Ainda, com base nestas micrografias, foi medido o tamanho de grão das amostras pelo método planimétrico, descrito conforme norma ASTM E112-13 e tabela contida no anexo A. Nesta tabela, constam as respectivas áreas e diâmetros médios dos grãos, conforme seu número ASTM. Para esta verificação, foram extraídas 10 micrografias de 10 posições aleatórias nas amostras, e então foi feita uma contagem de grãos, e suas respectivas áreas foram comparadas aos valores tabelados pela norma. A figura 31 mostra a distribuição dos tamanhos de grãos da amostra do pó HK-30 10F e a distribuição do pó HK-30 20F.

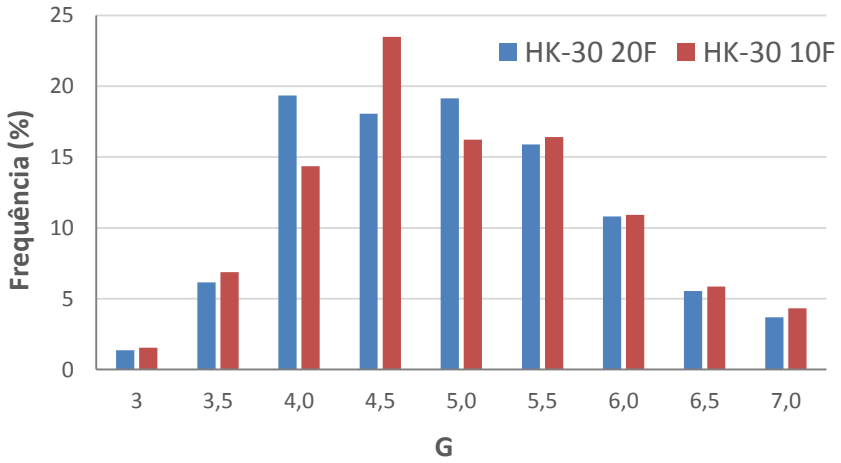

Figura 31 – Frequência de distribuição de tamanho de grão das amostras de HK-30 10F e HK-30 20F medida pelo método planimétrico, onde G indica o número do tamanho de grão conforme norma ASTM E112-13
Fonte: Autor

Da frequência de distribuição obtida pelo método planimétrico, nota-se que em ambas amostras, os tamanhos de grão variam de ASTM 4,0 a 6,0, que significam, respectivamente, variação de 0,00806 a 0,00202 milímetros quadrados (mm²) de área média de grão, ou, variação de 0,0898 a 0,0449 mm de diâmetro médio de grão. No entanto, a heterogeneidade na amostra do pó HK-30 10F citada anteriormente é indicada pela frequência maior de grãos de tamanho ASTM 4,5 em relação aos demais grãos, diferenciando-a da regularidade maior nos tamanhos de grão da amostra do pó HK-30 20F.

Com base nas micrografias, foi identificado também que as amostras do pó HK-30 10F, apesar de não terem apresentado diferenças de densidade em relação às amostras do pó HK-30 20F, apresentaram uma certa porosidade, sugerindo que a densificação das amostras deste pó não foi completa. As imagens do MEV, nas figuras 32 e 33, confirmam estas diferenças, onde na figura 32 aparecem poros tanto no interior dos grãos, quanto nos contornos de grão da amostra do pó HK-30 10F, e a figura 33 mostra a microestrutura da amostra do pó HK-30 20F sem a ocorrência aparente de porosidade.

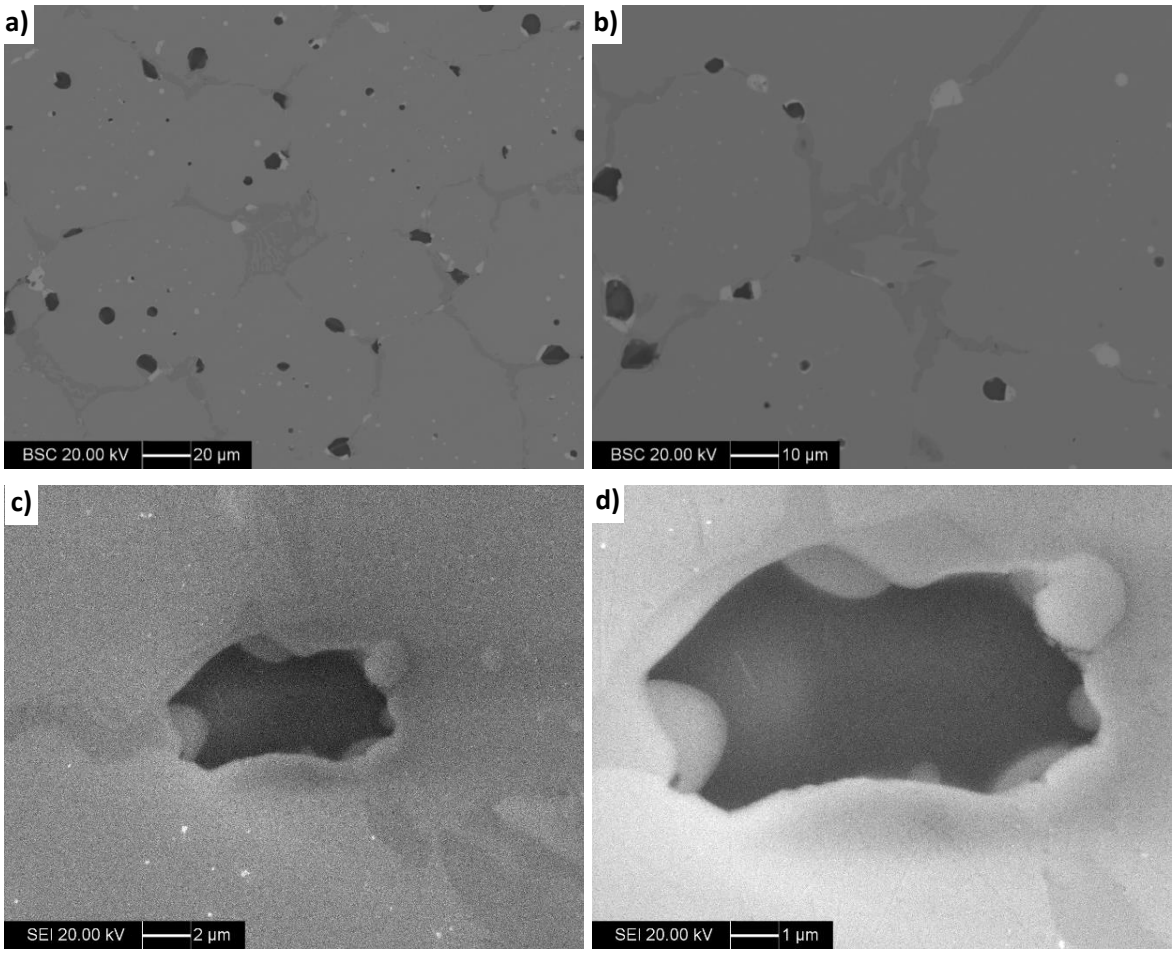

Figura 32 – Microestrutura do aço HK30 10F feita por MEV com aumento de: a) 500x e b) 1000x. Poro na união do contorno de grão, mostrando falha na densificação do aço HK30 10F, aumento de: c) 5000x e d) 10000x
Fonte: Autor

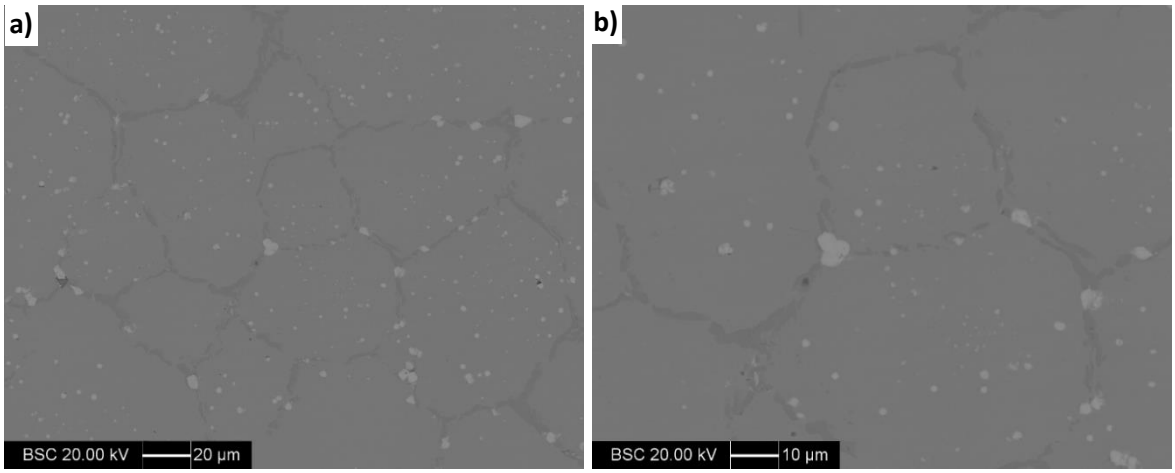

Figura 33 – Microestrutura do aço HK30 20F feita por MEV com aumento de: a) 500x e b) 1000x
Fonte: Autor

Dentro dos limites experimentais do presente estudo, não é possível identificar a causa de tal diferença de porosidade, uma vez que ambas as amostras foram produzidas com pós de

mesma classe (HK-30), supostamente com composições idênticas, processadas da mesma forma e sinterizadas ao mesmo tempo.

Apesar do aparecimento de porosidade em uma das amostras, em ambas houve a precipitação de carbonetos de cromo e carbonetos de nióbio, sendo que nos contornos de grão em coloração cinza escuro estão localizados os carbonetos de cromo, e nos pontos mais claros, estão localizados os carbonetos de nióbio, formados devido ao aumento da temperatura durante o processo de sinterização, uma vez que a formação de ambos começa a partir de aproximadamente 500°C durante o processo de sinterização (SILVA, 2010).

Foi feito a análise dos elementos contidos nos precipitados encontrados nas imagens geradas pelo MEV das amostras de ambos os pós. A figura 34, 35 e as tabelas 6 e 7 mostram os elementos e suas respectivas porcentagens em peso correspondentes aos espectros gerados durante a captação da imagem.

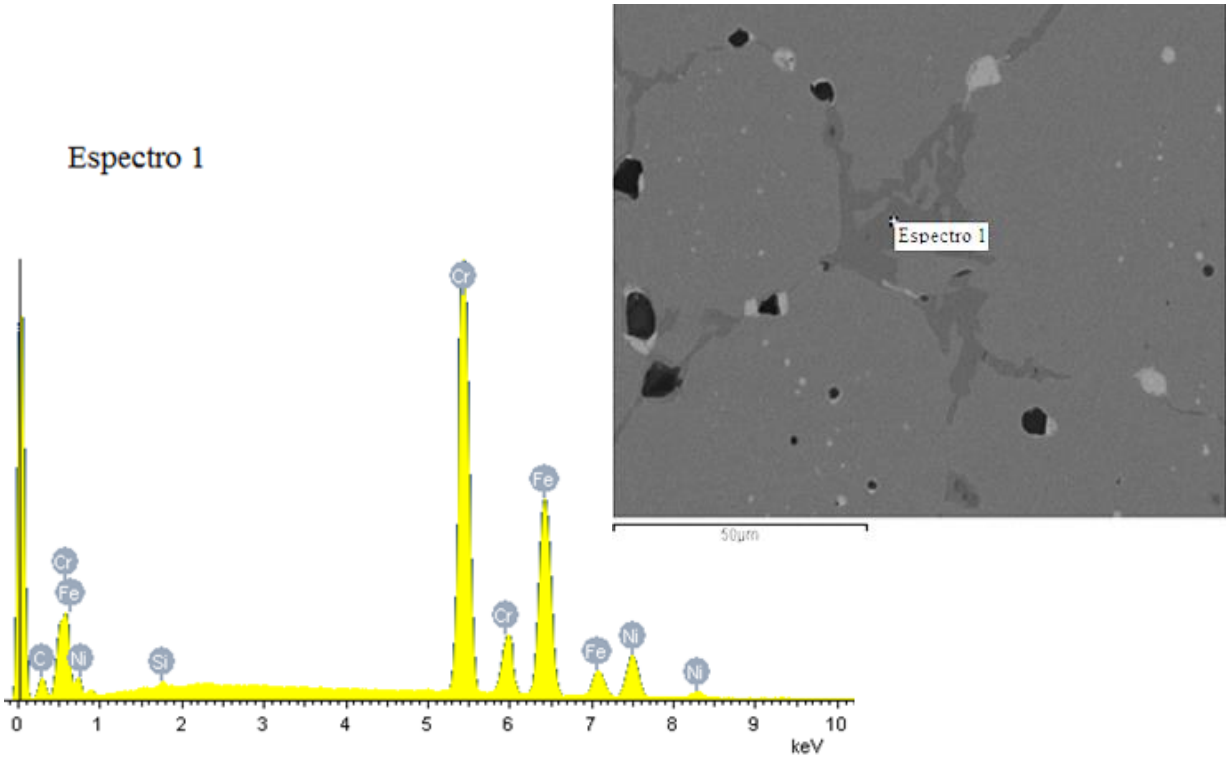

Figura 34 – Contorno de grão da amostra de HK-30 10F e espectro mostrando a incidência do elemento cromo no contorno de grão
Fonte: Autor

Tabela 6 – Quantidade de elementos no contorno de grão gerado pelo MEV, demonstrado através do espectro 1 da figura 34

Elemento	Peso %
Carbono	9,77
Silício	0,31

Elemento	Peso %
Cromo	46,37
Ferro	32,95
Níquel	10,59
Total	*100,00*

Fonte: Autor

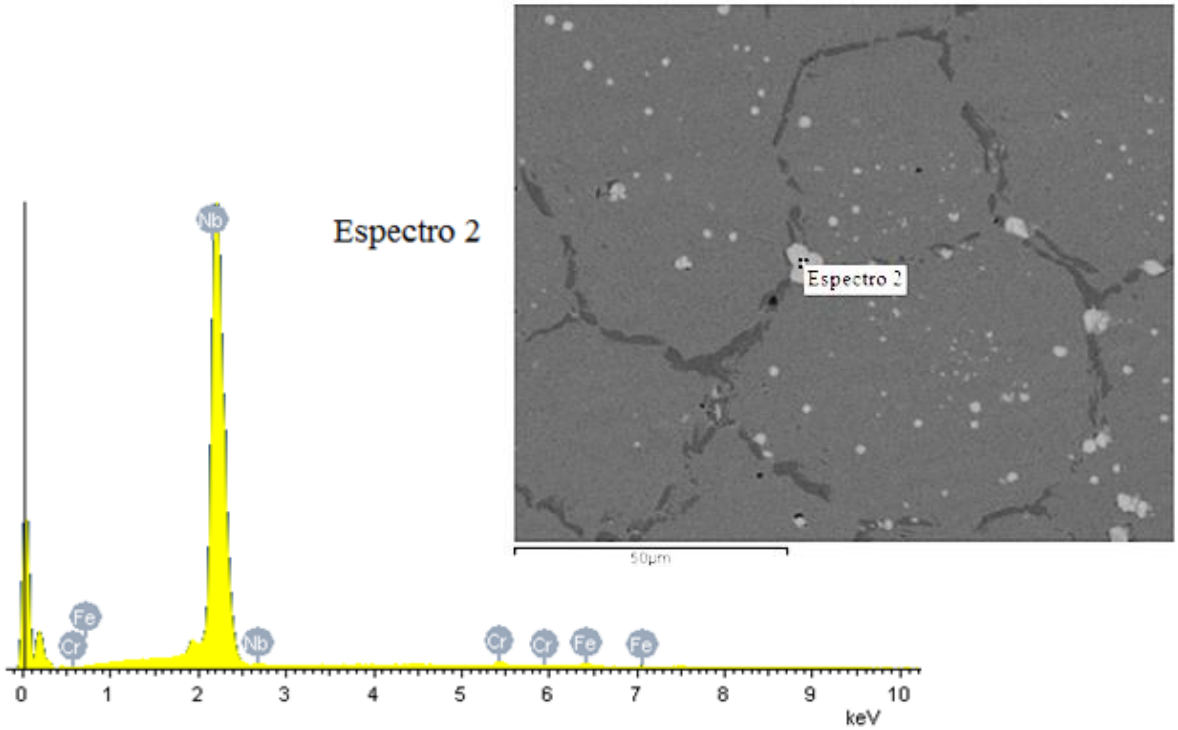

Figura 35 – Contorno de grão da amostra de HK-30 20F e espectro mostrando a incidência do elemento nióbio precipitado no contorno de grão e na matriz da microestrutura
Fonte: Autor

Tabela 7 – Quantidade de elementos no espectro gerado pelo MEV, demonstrado através do espectro 2 da figura 35

Elemento	Peso %
Cromo	1,24
Ferro	1,09
Nióbio	97,67
Total	*100,00*

Fonte: Autor

Segundo Silva (2010), a regularidade no espalhamento dos precipitados de nióbio na amostra confere à peça boas propriedades mecânicas, conforme será demonstrado a seguir.

5.4 Caracterização mecânica

Foram efetuados ensaios de compressão uniaxial em temperatura ambiente (cerca de 25°C) e na temperatura de 800°C. Deve-se destacar que a opção pelo ensaio de compressão deveu-se ao fato de que o conjunto “corpo de provas + dispositivos de compressão” deveria ficar imerso no forno na temperatura de 800°C. Ainda, o objetivo era avaliar o efeito da sedimentação do pó sobre as propriedades e microestrutura, o que só seria possível com a confecção de CPs pequenos. Isso impossibilitou a instalação de um extensômetro no CP, fazendo com que as medidas de deformação do CP fossem obtidas unicamente a partir do deslocamento da máquina de ensaio, o qual apresentou imprecisões. Além disso, foi identificada uma deformação local no dispositivo de compressão da máquina nos ensaios a 800°C. De posse destas informações e das propriedades do material usado na fabricação dos dispositivos de compressão (Aço ABNT 4340), foi feito uma simulação da deformação local dos mesmos em temperatura ambiente decorrente da aplicação de uma tensão de 240 MPa pelo corpo de prova cilíndrico contra o dispositivo. Conforme figura 36, foi identificado que existia mesmo uma deformação local, variável de acordo com o raio do CP.

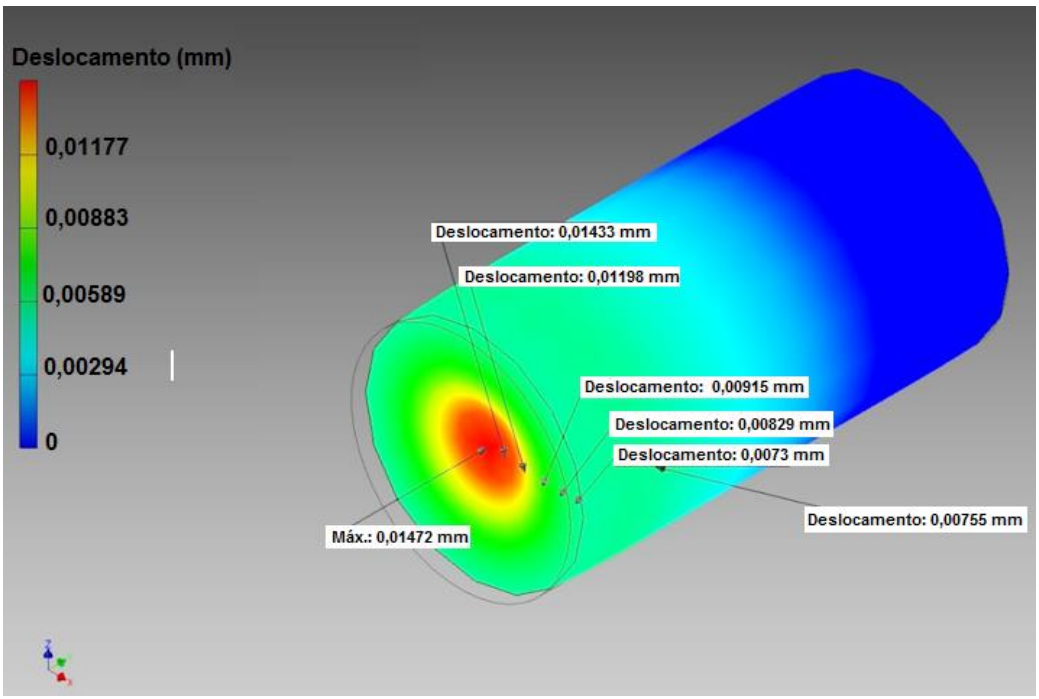

Figura 36 – Simulação da deformação local do dispositivo de compressão
Fonte: Autor

Da figura, o deslocamento mais acentuado encontra-se exatamente no centro do dispositivo, no valor de 0,01472 milímetros. Tal deformação foi somada à deformação da própria máquina de ensaio, a qual foi previamente medida para diferentes níveis de tensão, conforme detalhado no Apêndice A.

Para uma tensão aplicada de 240 MPa, pouco abaixo do limite de escoamento dos corpos de prova (como será demonstrado a seguir), foram obtidos os seguintes valores mostrados na tabela 8:

Tabela 8 – Demonstração do deslocamento da amostra considerando a simulação

Condição de medição de deslocamento	Deslocamento
Extensão medida pela máquina	0,359 mm
Valor corrigido após descontar a deformação da máquina	0,071 mm
Deformação do dispositivo obtida na simulação	0,014 mm
Deformação da amostra, descontando a deformação nos dois dispositivos	0,043 mm

Fonte: Autor

Tal cálculo demonstra a complexidade e o alto grau de incerteza associado ao cálculo do módulo de elasticidade, uma vez que este procedimento deveria ser repetido para todos os valores de tensão dentro do regime linear-elástico, tanto para os ensaios em temperatura ambiente e como para os ensaios a 800°C, para qual os dados das constantes elásticas do dispositivo de compressão, associado ao gradiente de temperatura sobre ele tornaria os valores do módulo de elasticidade não confiáveis. Portanto, optou-se por não considerar os valores de módulo de elasticidade neste trabalho.

Dos ensaios, foram extraídos os resultados de tensão de escoamento de engenharia, conforme figuras 37 e 38 a seguir, onde estão demonstrados os valores máximos, mínimos e médios em temperatura ambiente e a 800°C, respectivamente.

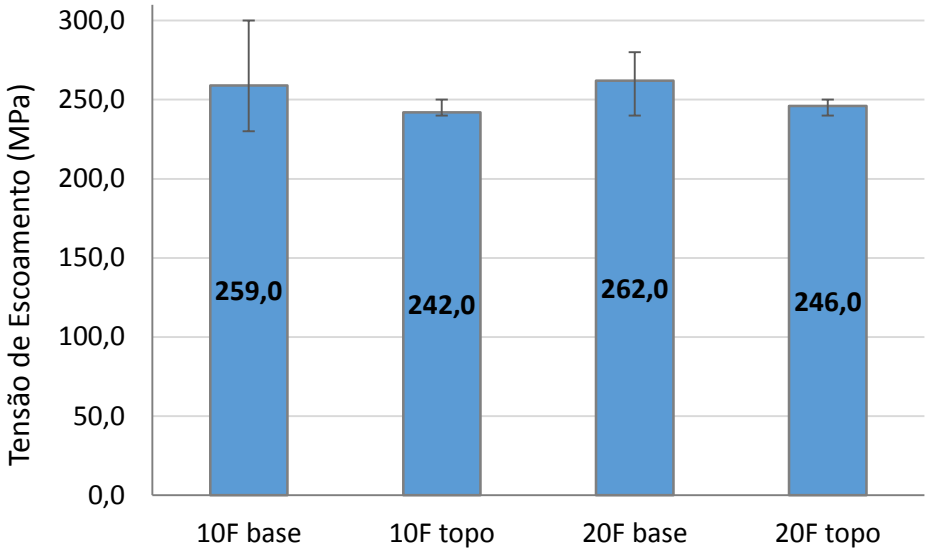

Figura 37 – Resultados de tensão de escoamento de engenharia obtidos através de ensaios de compressão em temperatura ambiente, considerando a divisão entre topo e base das amostras dos pós HK-30 10F e 20F
Fonte: Autor

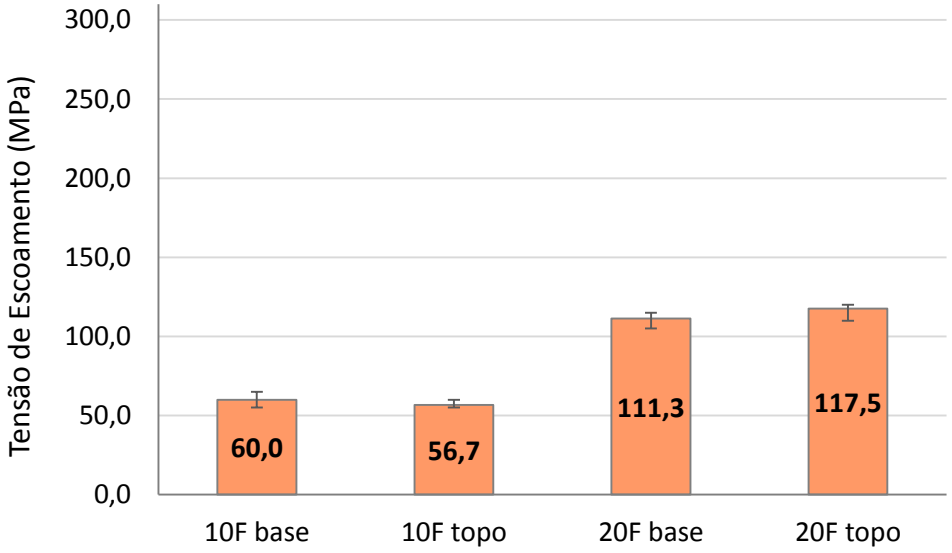

Figura 38 – Resultados de tensão de escoamento de engenharia obtidos através de ensaios de compressão na temperatura de 800°C, considerando a divisão entre topo e base das amostras dos pós HK-30 10F e 20F
Fonte: Autor

Como dito anteriormente, aços com elevadas quantidades de elementos de liga formadores de carbonetos, formam carbonetos que quando de forma e distribuição regular, aumentam consideravelmente a resistência mecânica do material (SILVA, 2010).

Conforme o esperado, houve uma diferença entre as tensões de escoamento (considerando offset de 0,2%) obtidas nos ensaios (EKSTRÖM; JONSSON, 2014). Em temperatura ambiente, o escoamento de ambos os aços teve uma média de 252 MPa, sendo o menor valor de 230 MPa e o maior de 300 MPa, atendendo o mínimo valor de tensão de

escoamento exigido pela norma ASTM A-351, que é de 240 MPa. Não se verificou diferença significativa de comportamento entre as amostras extraídas do topo e da base dos corpos de prova, o que reflete a observação feita com relação à microestrutura das amostras, conforme discutido anteriormente. Já na temperatura de 800°C, os resultados de tensão de escoamento tiveram uma queda em relação aos resultados em temperatura ambiente, devido ao fato da elevada temperatura aumentar a energia interna do material e facilitar a movimentação de linhas de discordância. Ainda, houve uma diferença de quase 50% dos resultados do HK-30 20F em relação ao HK-30 10F nos ensaios em elevada temperatura. Os corpos de prova do aço HK-30 20F tiveram uma média de tensão de escoamento de quase 115 MPa, sendo o menor valor de 105 MPa e o maior valor de 120 MPa, e maiores do que os resultados apresentados por Ekström e Jonsson (2014), que foi de 100 MPa para o mesmo material conformado por fundição. Porém, os CPs do aço HK-30 10F apresentaram valor médio de tensão de 58 MPa, sendo o menor valor de 55 MPa e o maior de 65 MPa. Pode-se atribuir esta diferença de comportamento à diferença das microestruturas observadas na microscopia ótica e pelo MEV, onde o maior nível de porosidade e também a diferença entre tamanhos de grão, aliados à temperatura, podem ter afetado diretamente no escoamento do material, uma vez que os poros atuam como concentradores de tensão.

Em questão de comportamento, e estatisticamente falando, não houve variação nos resultados dos ensaios, uma vez que foram avaliados ao todo 20 corpos de prova. Dentre as situações de diferenças de pós e diferenças de posição dos corpos de prova nas amostras (figura 17), não foi identificado qualquer indício que contrariasse a hipótese de que as amostras foram moldadas com homogeneidade total de material, sem apresentarem defeitos relacionados à sedimentação dos pós durante o processo.

6 CONCLUSÃO

Foram produzidas peças utilizando o processo de gelcasting com êxito, seguidos de avaliações microestrutuais e mecânicas das peças.

Os dois pós apresentaram retração uniforme, com total extração dos ligantes orgânicos, e boa densificação, validando o ciclo efetuado em forno industrial, sem necessidade da execução de um patamar específico para a extração de ligantes orgânicos, com uma taxa de aquecimento relativamente alta para peças fabricadas pelo processo de gelcasting e numa atmosfera a vácuo.

Os valores de densidade das peças sinterizadas apresentaram resultados sem variação estatística, comprovando que não houve sedimentação do pó durante a moldagem e que a quantidade de dispersante e agente suspensor utilizados foi adequada para o processo de conformação.

As imagens feitas por microscópio ótico e microscopia eletrônica de varredura mostraram que nas amostras de ambos os pós houve formação de carbonetos de cromo nos contornos de grão, e de carbonetos de nióbio na matriz da microestrutura de forma regular e bem distribuída, conforme previsto com o aumento da temperatura, impactando diretamente na resistência mecânica do material. As imagens também demonstraram que as peças de HK-30 10F apresentaram maior incidência de poros, porém não foi possível determinar o motivo desta diferença em relação às peças de HK-30 20F.

Os ensaios mecânicos apresentaram resultados satisfatórios, conforme especificados na literatura. Nos ensaios em temperatura ambiente, os corpos de provas dos dois pós apresentaram resultados de comportamento idêntico, sem qualquer diferença estatística, apresentando um valor médio maior que 240 MPa de tensão de escoamento, sendo o maior deles de 300 MPa. Os ensaios na temperatura de 800°C também apresentaram resultados de comportamento similar para cada um dos pós e sem variação estatística, porém, os CPs do pó HK-30 10F apresentaram valores de tensão de escoamento médio de 58 MPa, cerca de 50% inferior à média de tensão extraída dos CPs do pó HK-30 20F. Apesar da diferença no comportamento do pó mais fino, o pó mais grosso superou o valor de tensão de escoamento encontrado na literatura em quase 20%. A diferença de comportamento entre os corpos de prova dos pós pode ser atribuída ao conjunto porosidade e temperatura elevada, uma vez que já era esperado que elevadas temperaturas tendem a diminuir a resistência do material, e o fator porosidade poderia

agravar este fenômeno. Embora isto seja um forte indício, a influência da porosidade no comportamento de peças conformadas por gelcasting pode vir a ser melhor estudada em trabalhos futuros.

7 TRABALHOS FUTUROS

A fim de contribuir melhor na discussão dos itens levantados por este trabalho, são sugeridas as seguintes pesquisas de continuidade:

a) confeccionar corpos de prova, utilizando o processo de gelcasting, que possibilite a execução ensaios de tração também em temperaturas elevadas, uma vez que este trabalho demonstrou que a sedimentação do pó não afeta o resultado;
b) avaliar o módulo de elasticidade por outras técnicas, como por exemplo a ressonância de barras;
c) estudar mais detalhadamente o efeito da porosidade nos resultados mecânicos de peças do pó HK-30 10F, e de como evitar seu aparecimento, melhorando a etapa de mistura dos componentes na formação da suspensão contendo o pó ou propondo um novo ciclo de sinterização;
d) moldar de peças de geometrias mais complexas e maiores, buscando validar o processo para utilização na indústria.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM A351/A351M-14:** Standard Specification for Castings, Austenitic, for Pressure-Containing Parts. Estados Unidos da América, 2014.

_____. **ASTM E9-09:** Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature. Estados Unidos da América, 2009.

_____. **ASTM E112-13**, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2014.

_____. **ASTM E209-00**, Standard Practice for Compression Tests of Metallic Materials at Elevated Temperatures with Conventional or Rapid Heating Rates and Strain Rates, 2010.

ASM HANDBOOK. **Powder Metallurgy**. Volume 7, published 2000a, page 265.

_____. **Mechanical Testing and Evaluation**. Volume 8, published 2000b, pages 357-384.

BARATI, Abolfazl; KOKABI, Mehrdad; FAMILI, Mohammad Hossein Navid. **Drying of gelcasting ceramic parts via the liquid dessicant method**, Journal of the European Ceramic Society, January 5, 2003.

CAMARGO, Antônio Carlos. **Comparação das Características de corpos de alumina, a verde e após sinterização, obtidos pelos processos de prensagem uniaxial, prensagem isostática, e prensagem uniaxial, e prensagem uniaxial e isostática**. 1993. 206 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo.

CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do Pó:** técnica e produtos. 4. ed. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais. São Paulo, 2001.

CRISTOFOLINI, I., et al. Influence of sintering temperature on the shrinkage and geometrical characteristics of steel parts produced by powder metallurgy. **Journal of Materials Processing Technology**. p. 1716-1725. 3 jun., 2010. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/jmatprotec>. Acesso em: 19 ago. 2014.

DOWLING, Norman E. **Mechanical Behavior of Materials**. 4. ed. New Jersey: Prentice Hall. 2013.

EKSTRÖM, M.; JONSSON, S. High-temperature mechanical – and fatigue properties of cast alloys intended for use in exhaust manifolds. **Material Science and Engineering**. p. 78-87. 15 ago. 2014. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/msea>. Acesso em: 20 out. 2014.

GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre dos. **Ensaios dos Materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: LTC. 2012.

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PO. **A Metalurgia do Pó:** Alternativa Econômica Com Menor Impacto Ambiental. São Paulo: Metallum. 2009.

JANNEY, Mark A. **Gelcasting Superalloy Powders**. Metals and Ceramics Division. Oak Ridge National Laboratory. Oak Ridge. 5 fev. 1996.

JANNEY, Mark A., et al. Development of Low-Toxicity Gelcasting Systems. **Journal of the American Ceramic Society**. Volume 81, número 3, mar. 1998, p. 581-591.

JI, C. H., et al. Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using Taguchi method: final density. **Material Science and Engineering**. p. 74-82. 18 dez. 2000. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/msea>. Acesso em: 15 out. 2014.

KRAUSS, George. **Steels:** processing, structure, and performance. Ohio: ASM International. 2005.

LI, Yan; GUO, Zhimeng; HAO, Junjie. Gelcasting of 316L stainless steel. **Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material**. Volume 14, número 6, p. 507-511. 21 dez. 2007.

ORTEGA, Fernando dos Santos, et al. Gelcasting of Stainless Steel Powder: An Alternative to Injection Molding. **Material Science Forum**. Volumes 660 e 661, p. 194-199. 25 out. 2010. Disponível em: <http://www.scientific.net/MSF.660-661.194>. Acesso em: 10 out. 2014.

ORTEGA, Fernando dos S.; ROEDEL, Stephanie G. Dispersão e Comportamento Reológico de Suspensões Aquosas de Aço Inoxidável. In: Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais, 19. 2010. São Paulo. **Anais…** p. 6883-6890.

REED, James S. **Principles of Ceramics Processing**. 2. ed. Nova York: John Wiley, 1995.

ROEDEL, Stephanie G.; MAGNABOSCO, Rodrigo; ORTEGA, Fernando dos S. Characterization of sintered HK-30 stainless steel consolidated by gelcasting. In: INTERNATIONAL LATIN-AMERICAN CONFERENCE ON POWDER TECHNOLOGY - PTECH. 8. 2011. **Painel de apresentação**. Florianópolis, Santa Catarina, 2011.

SANTOS, R.F., et al. Consolidation and green body characteristics of gelcast metallic powder. **Powder Metallurgy**. Volume 50, p. 91-93, 3 ago. 2006. Disponível em: <http://www.maneyonline.com/toc/pom/50/1>. Acesso em: 15 dez. 2014.

SAKAMOTO, Katsuhiko. **Gelcasting of Metal Powder for Mold SDM:** Mold Shape Deposition Manufacturing. 1999. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Stanford University, Stanford, California, 1999. Disponível em: <http://www.stanford.edu/users/files/papers/thesis_ksakamoto>. Acesso em: 20 abr. 2013.

SCHAEFFLER, A. F. **Constitution diagram for stainless steel weld metal**. Metal Progress, Volume 56, p. 680. Nov. 1949.

SILVA, André V. Luis da Costa e; MEI, Paulo Roberto. **Aços e Ligas Especiais**. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2010.

SIMCHI, A.; ROTA, A.; IMGRUND, P. An investigation on the sintering behavior of 316L and 17-4PH stainless steel powders for graded composites. **Materials Science and Engineering**. Volume 424, p. 282-289, 25 maio 2006. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/msea>. Acesso em: 14 jan. 2015.

TOTTEN, George E. **Steel heat treatment:** metallurgy and technologies. 2. ed. Boca Raton, Florida: CRC, 2007.

TRUNEC, M. Osmotic drying of gelcast bodies in liquid desiccant. **Journal of the European Ceramic Society**. Volume 31, p. 2519-2524, 9 mar. 2011. Disponível em: <http://www.elsevier.com/locate/jeurceramsoc>. Acesso em: 13 out. 2014.

PARMACO METAL INJECTION MOLDING AG. **MIM-Material Specification and Applications**. Catálogo. Disponível em: <http://www.parmaco.com/pics/HK30_e.pdf>. Acesso em: 22 abr. 2015.

POLYMER MOLECULAR ENGINEERING. **Macromolecules:** two types of gel inhomogenities. Foto. Disponível em: <http://www.pme.kit.ac.jp/en/archives/2003/05/macromolecules_1.html>. Acesso em: 10 set. 2014.

SUBSTECH SUBSTANCES & TECHNOLOGIES. **Methods of shape forming ceramic powders**. Foto. Disponível em: <http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=methods_of_shape_forming_ceramic_powders>. Acesso em: 10 set. 2014.

UOL. Diretório: pensador: frases e pensamentos. Disponível em <http://pensador.uol.com.br/epigrafe_charles_chaplin>. Acesso em: 20 ago. 2014.

APÊNDICE A – Curvas dos ensaios mecânicos

Conforme mencionado no capítulo referente à metodologia do trabalho, os ensaios seguiram as normas ASTM E9-09 e ASTM E209-00 de compressão em temperatura ambiente e em temperaturas elevadas, respectivamente. E, por se tratar de ensaios de compressão, onde não foi possível fazer a instalação de um extensômetro nos corpos de prova, a deformação do ensaio seria tirada através de dados do deslocamento dos dispositivos de compressão da máquina. Devido a este detalhe, foi necessário que se fizesse uma correção do deslocamento da máquina, colocando um dispositivo contra o outro, e extraindo dados de carga aplicada em função do deslocamento, como ilustra a figura 39.

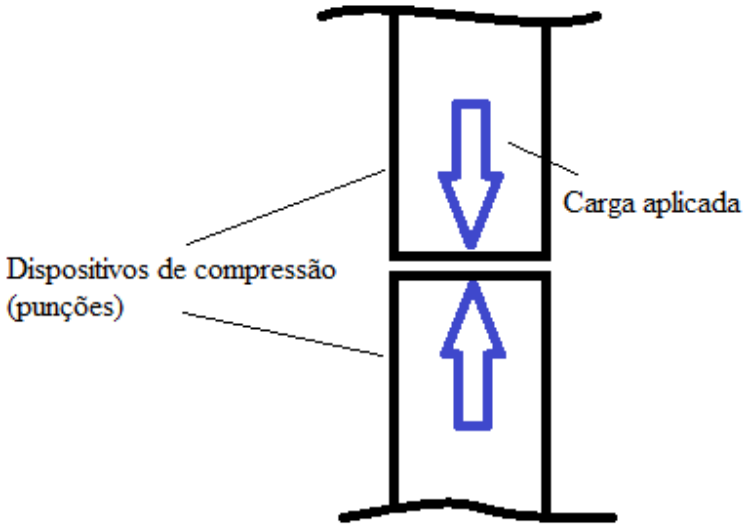

Figura 39 – Esquema de aplicação de carga nos dispositivos do ensaio de compressão
Fonte: Autor

No esquema acima, a aplicação de carga de um dispositivo contra o outro no momento exatamente após o término dos ensaios de compressão, tanto na temperatura ambiente quanto a 800°C, resultou nas tabelas 9 e 10. Estas tabelas geraram retas de comportamento linear, as quais foram reduzidas de todas curvas de Carga x Deslocamento dos ensaios a fim de corrigir os dados dos deslocamentos dos corpos de prova.

Tabela 9 – Correção do deslocamento da máquina em temperatura ambiente

Carga [N]	Deslocamento [mm]
1580	0,050
5620	0,100
10450	0,150
15630	0,200
20900	0,250

Fonte: Autor

Tabela 10 – Correção do deslocamento da máquina a 800°C

Carga [N]	Deslocamento [mm]
5000	0,073
10000	0,116
15000	0,160
20000	0,200
30000	0,284
50000	0,452
60000	0,535

Fonte: Autor

Após a correção do deslocamento do corpo de prova nos ensaios, foi feita a correção da deformação correspondente ao deslocamento corrigido, chegando à curva da figura 40, onde estão demonstradas as curvas não corrigida e corrigida de um dos ensaios realizados.

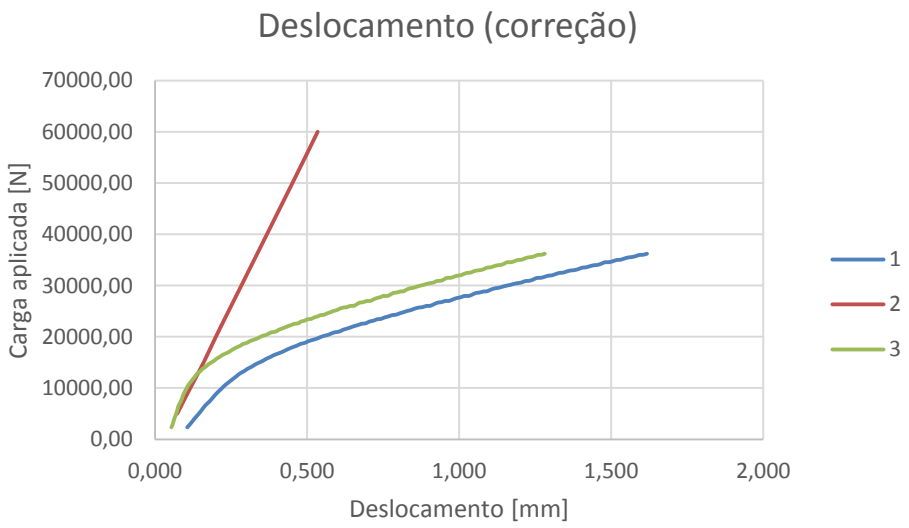

Figura 40 – Correção matemática do deslocamento dos ensaios de compressão, onde a curva 2 de correção da máquina foi subtraída da curva 1 do ensaio, resultando na curva 3
Fonte: Autor

Na figura acima, subtraiu-se a curva 2 da curva 1, resultando na curva 3, a qual representa a carga e o deslocamento real do ensaio. Em seguida, de posse dos novos valores de deslocamento, foram recalculados os valores de deformação, e na sequência plotados no gráfico da figura 41, sendo a nova curva denominada de *1a correção*. Daí, prolongando o trecho elástico desta curva até cruzar o eixo x, e deslocando a mesma para o ponto (0;0) do gráfico, chegou-se a segunda curva, denominada de *real*.

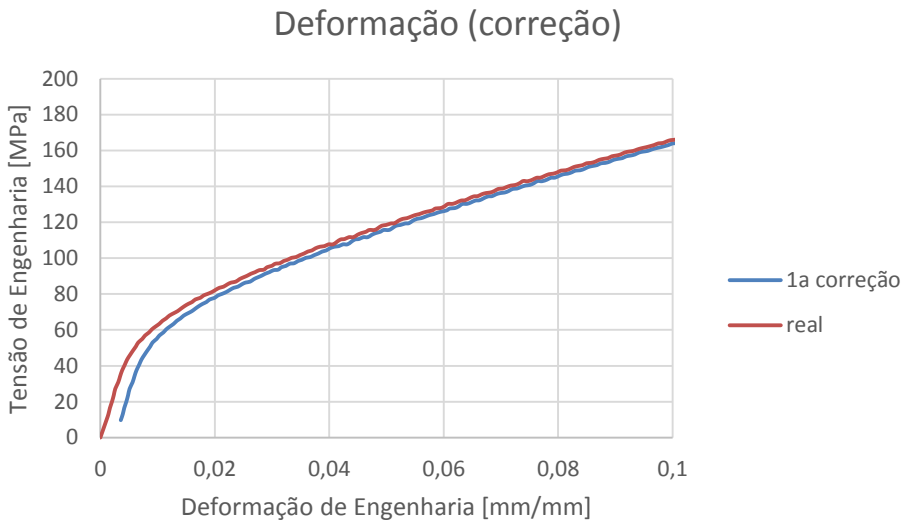

Figura 41 – Correção matemática da deformação dos ensaios, com prolongamento da curva *1a correção* até o eixo x do gráfico seguido do deslocamento da curva inteira até a origem
Fonte: Autor

Este procedimento foi repetido em todos os resultados obtidos dos ensaios. E, conforme demonstrado nas figuras 42, 43, 44 e 45, os corpos de prova tiveram comportamento idêntico, mesmo nos ensaios em temperatura elevada dos corpos de prova do aço HK-30 10F, mostrando que não houve interferência da sedimentação dos pós no processo de fabricação.

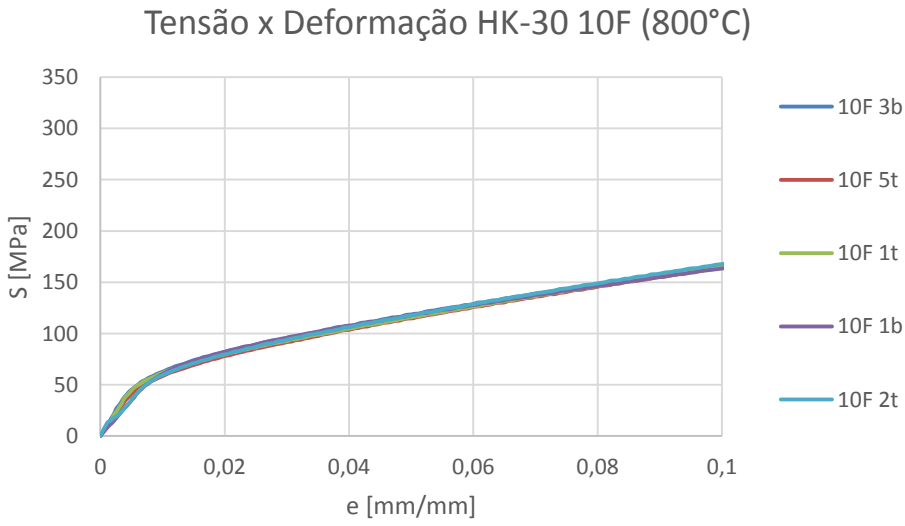

Figura 42 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 800°C do aço HK-30 10F
Fonte: Autor

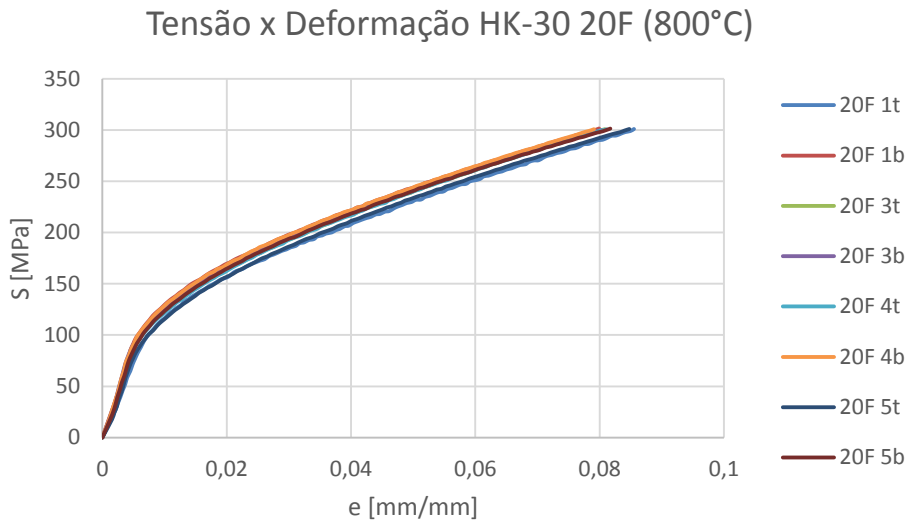

Figura 43 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 800°C do aço HK-30 20F
Fonte: Autor

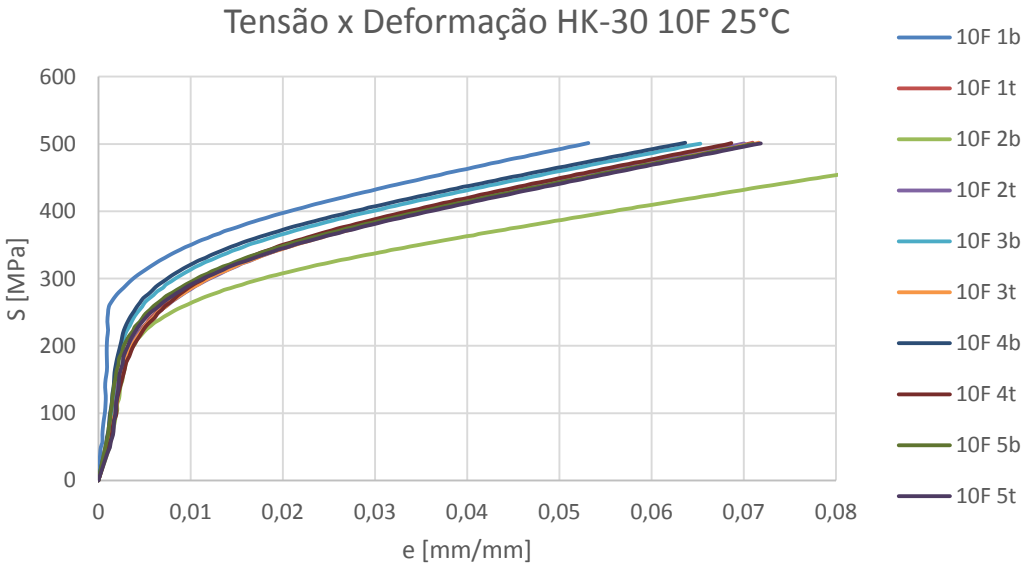

Figura 44 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 25°C do aço HK-30 10F.
Fonte: Autor.

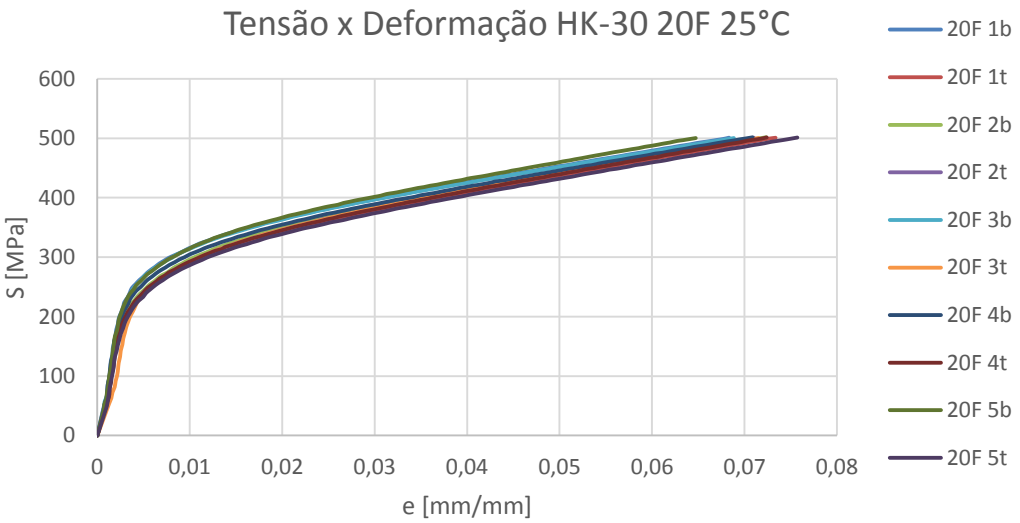

Figura 45 – Curvas Tensão x Deformação de Engenharia dos ensaios de compressão a 25°C do aço HK-30 20F
Fonte: Autor

De posse de todas as curvas dos ensaios válidos corrigidas, foi feito o offset de 0,2% de cada curva para extração do valor de tensão de escoamento dos corpos de prova, conforme demonstrado na figura 46, onde aparece a curva do ensaio a 800°C do corpo de prova extraído da base da amostra n° 3 do pó HK-30 10F. Para a obtenção do offset, foi utilizado a equação do trecho elástico de cada ensaio, com deslocamento de 0,2% da origem, prolongada até um valor que fosse suficiente para interceptar a curva do ensaio em questão.

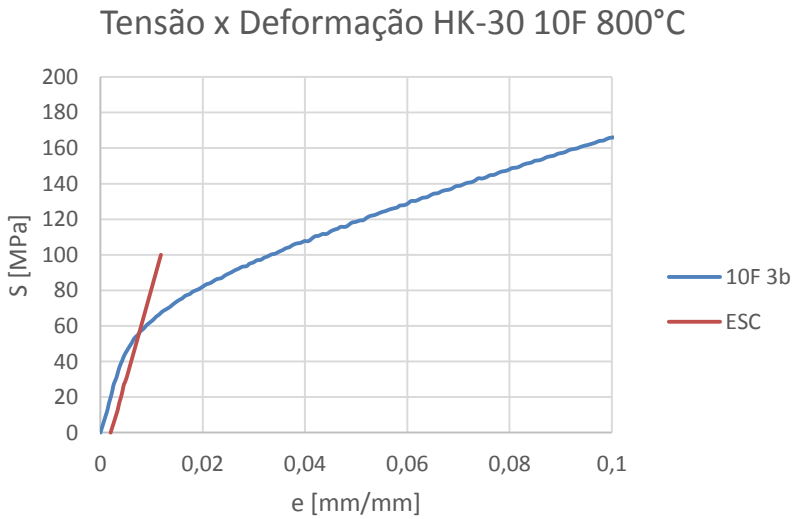

Figura 46 – Modelo de extração da tensão de escoamento dos corpos de prova ensaiados
Fonte: Autor

Nesta figura, o valor da tensão de escoamento se dá no local onde a linha de coloração avermelhada, denominada *ESC*, intercepta a curva do ensaio de cor azul, sendo para este ensaio, o valor da tensão de escoamento de aproximadamente 55 MPa. Este procedimento foi repetido em todos os ensaios válidos, possibilitando a verificação e validação das tensões de escoamento demonstradas nas figuras 37 e 38 da seção de resultados.

ANEXO A – Tabela indicativa do tamanho de grão segundo a norma ASTM

A tabela 11 foi extraída da norma ASTM E112-13, utilizada para determinar o tamanho de grão, medido pelo método planimétrico, de acordo com a área do mesmo. É feita uma contagem da quantidade de grãos contidos numa área determinada pelo operador, e na sequência, os dados são fornecidos através do histograma (figuras 28 e 29) gerado pelo software do microscópio. No destaque, a faixa de número de tamanho de grão (G) verificada nas amostras estudadas.

Tabela 11 – Determinação do tamanho de grão através da área

E112 – 13

TABLE 4 Grain Size Relationships Computed for Uniform, Randomly Oriented, Equiaxed Grains

Grain Size No. G	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area		$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{\ell}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$
	No./in.^{2} at 100X	No./mm^2 at 1X	mm^2	μm^2	mm	μm	mm	μm	No./mm
00	0.25	3.88	0.2581	258064	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.50	7.75	0.1290	129032	0.3592	359.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239	0.3021	302.1	0.2691	269.1	3.72
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	5.66	87.68	0.0114	11405	0.1068	106.8	0.0951	95.1	10.51
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703	0.0755	75.5	0.0673	67.3	14.87
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5	0.0566	56.6	17.68
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.0
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400.0

Fonte: Norma ASTM E112-13