

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

OBTENÇÃO DE MATERIAL MAGNÉTICO MACIO DE Fe-Si PELO PROCESSO DE
INJEÇÃO DE PÓS METÁLICOS

Marlon Cesar Arndt

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2002

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

OBTENÇÃO DE MATERIAL MAGNÉTICO MACIO DE Fe-Si PELO PROCESSO DE
INJEÇÃO DE PÓS METÁLICOS

Marlon Cesar Arndt
Engenheiro Mecânico,

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

Área de Concentração: Metalurgia de Transformação.

Porto Alegre
2002

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

Orientador: Prof. Dr. Ing. Lírio Schaeffer.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Jaime Spim Junior – EE/DEMET/UFRGS.

Prof. Dr. Marcos M. Espinoza – EE/DEMET/UFRGS.

Prof. Dr. Moises de Matos Dias – DEE/PUCRS.

Prof. Dr. Jair Carlos Koppe
Coordenador do PPGEM

Dedico
Aos meus pais Martinho e Neide
Aos meus irmãos Marcelo e Mariah
E a minha namorada Debora.

AGRADECIMENTOS

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

Ao professor Lírio Schaeffer pela orientação, estímulo, dedicação e esforço pessoal proporcionado.

A todos os colegas do Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS pelas sugestões e amizades.

Ao Professor Fernando Landgraf , que através de seus cursos, muito me ensinou.

A todos os meus familiares que me incentivaram neste trabalho.
E a Deus.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Exemplos de componentes magnéticos fabricados pelo processo de injeção de pós metálicos.	2
Figura 2.1 - Representação esquemática do processo de Mecâno Síntese.....	3
Figura 2.2 - Representação do processo de injeção de pós metálicos.....	5
Figura 2.3 - Mercado onde o processo MPI atua.....	5
Figura 2.4 Efeito da rugosidade superficial da partícula de pó sobre a densidade aparente.....	7
Figura 2.5 - Misturador duplo-planetário.....	11
Figura 2.6 - Tipos de extração de ligantes.....	13
Figura 2.7 - Estágios de sinterização.....	14
Figura 2.8 - Domínios magnéticos.....	17
Figura 2.9 - Curva de histerese.....	18
Figura 2.10 - Sistema de obtenção de curva de histerese.....	19
Figura 2.11 - Influência da porosidade sobre a resistividade e a indução de saturação da liga magnética macia (NiFe50).....	21
Figura 2.12 - Relação entre a densidade de inclusões e coercitividade da liga magnética macia Fe-47.5%Ni.....	22
Figura 2.13 - Relação entre o tamanho de grão e a coercitividade da liga Fe-47.5%Ni.....	22
Figura 2.14 - Relação das propriedades magnéticas do ferro puro com a temperatura de sinterização.....	24
Figura 2.15 - Relação das propriedades magnéticas da liga Fe-0,45%P com a temperatura de sinterização.....	26
Figura 2.16 - Relação das propriedades magnéticas da liga Fe-3%Si com a temperatura de sinterização.....	28
Figura 2.17 - Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-Si com o teor de silício na liga.....	28
Figura 2.18 - Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni e a temperatura de sinterização.....	30
Figura 2.19 - Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-Ni e o teor de níquel na liga.....	30
Figura 3.1 - Fluxograma do procedimento experimental.....	33
Figura 3.2 - Moinho de alta energia – LdTM - UFRGS.....	36
Figura 3.3 - Matéria-prima utilizada para fabricação do feedstock.....	37
Figura 3.4 - Misturador tipo dupla pás – LdTM – UFRGS.....	38

Figura 3.5 - Pelotizador SEIBT – LdTM – UFRGS.....	38
Figura 3.6 - Matriz utilizada para conformação dos corpos de prova.....	39
Figura 3.7 - Máquina injetora marca Arburg, modelo 220S – LdTM - UFRGS.....	39
Figura 3.8 - Corpo de prova submetido à extração térmica.....	40
Figura 3.9 - Curva de debinding térmico.....	40
Figura 3.10 - Forno tubular – LdTM – UFRGS.....	41
Figura 3.11 - Curva 1 de sinterização.....	41
Figura 3.12 - Curva 2 de sinterização.....	42
Figura 4.1 - Tamanho médio de partícula.....	43
Figura 4.2 - Foto do pó após 1 hora de moagem 500x.....	44
Figura 4.3 - Foto do pó após 2 horas de moagem 500x.....	44
Figura 4.4 - Foto do pó após 4 horas de moagem 500x.....	45
Figura 4.5 - Foto do pó após 8 horas de moagem 500x.....	45
Figura 4.6 - Foto do pó após 8 horas de moagem 1000x.....	46
Figura 4.7 - Foto do pó após 8 horas de moagem 2000x.....	46
Figura 4.8 - Carga injetável pelotizada.....	47
Figura 4.9 - Corpo de prova verde.....	47
Figura 4.10 - Defeito de injeção.....	48
Figura 4.11 - Extração química das amostra do feedstock 8020.....	48
Figura 4.12 - Extração química das amostras do feedstock 8317.....	49
Figura 4.13 - Formação de deformidades durante a extração térmica.....	49
Figura 4.14 - Formação de bolhas durante a extração térmica.....	50
Figura 4.15 - Peça 02 feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280 ⁰ C (100X).....	50
Figura 4.16 - Peça 02 feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280 ⁰ C (200X).....	51
Figura 4.17 - Peça XXIV feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1260 ⁰ C (100X).....	51
Figura 4.18 - Peça XXIV feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1260 ⁰ C (200X).....	52
Figura 4.19 - Peça XII feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1280 ⁰ C (100X).....	52
Figura 4.20 - Peça XII feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1280 ⁰ C (200X).....	53
Figura 4.21 - Curva de histerese da amostra 22.....	54
Figura 4.22 - Curva de histerese da amostra XXIII.....	54
Figura 4.23 - Curva de histerese da amostra X.....	55
Figura 5.1 - Comparação entre a peça verde e a sinterizada.....	56

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Relação das características e seus efeitos no MPI.....	7
Tabela 2.2 - Atributos do ligante.....	9
Tabela 2.3 - Composições de ligantes.....	10
Tabela 2.4 - Propriedades magnéticas do ferro puro.....	23
Tabela 2.5 - Propriedades magnéticas da liga Fe-0,45%P.....	25
Tabela 2.6 - Propriedades magnéticas da liga Fe-0,8%P.....	26
Tabela 2.7 - Propriedades magnéticas da Liga Fe-3%Si.....	27
Tabela 2.8 - Propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni.....	29
Tabela 2.9 - Propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis.....	31
Tabela 2.10 - Propriedades magnéticas de outras ligas.....	32
Tabela 3.1 - Quantidade de cada pó para obtenção da liga Fe-3%Si.....	34
Tabela 3.2 - Características do pó de ferro puro.....	34
Tabela 3.3 - Características do pó de Fe-17%Si.....	35
Tabela 3.4 - Distribuição granulométrica do pó de ferro puro.....	35
Tabela 3.5 - Distribuição granulométrica do pó da liga Fe-17%Si.....	35
Tabela 3.6 - Ponto de degradação dos componentes do binder.....	36
Tabela 3.7 - Feedstock utilizado.....	37
Tabela 3.8 - Características dos corpos de provas para ensaio magnético.....	42
Tabela 5.1 Variação do tamanho médio de partícula.....	56
Tabela 5.2 - Contração dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1260 ⁰ C.....	57
Tabela 5.3 - Contração dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1280 ⁰ C.....	57
Tabela 5.4 - Contração dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1260 ⁰ C.....	57
Tabela 5.5 - Contração dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1280 ⁰ C.....	57
Tabela 5.6 - Densidade dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1260 ⁰ C.....	58
Tabela 5.7 - Densidade dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1280 ⁰ C.....	58
Tabela 5.8 - Densidade dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1260 ⁰ C.....	58
Tabela 5.9 - Densidade dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1280 ⁰ C.....	59
Tabela 5.10 - Propriedades magnéticas de algumas amostras.....	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

MPI – Metal Injection Molding

PM – Powder Metallurgy

I – Corrente elétrica.

H – Campo magnético.

B – Indução magnética.

μ_r – Permeabilidade relativa.

B_m – Indução magnética máxima.

B_r – Indução magnética remanente.

H_c – Força coercitiva.

W_h – Perda por histerese por unidade de tempo.

w_h – Perda por histerese

f – Frequência.

W_F – Perdas por correntes Foucault por unidade de tempo.

t – Espessura.

ρ - Resistividade elétrica.

d_i – Diâmetro interno.

d_e – Diâmetro externo.

RESUMO

O presente trabalho tem como objetivo estabelecer uma rota alternativa para obtenção de ímãs de Fe-Si pelo processo de injeção de pós metálicos. Utilizando uma matéria-prima de custo mais baixo do que a tradicional e o processo de Mecano Síntese, deseja-se obter um ímã de baixo custo e boas propriedades magnéticas.

ABSTRACT

The objective of the present work is to establish an alternative route for attaining Fe-Si magnets by Powder Injection Molding. By using raw material at a lower cost and the Mechanical Alloying process, it is desired to obtain a low cost magnet with good magnetic properties.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VI
LISTA DE TABELAS.....	VIII
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	IX
RESUMO.....	X
ABSTRACT.....	XI
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 MECÂNICO SÍNTESE (MECHANICAL ALLOYING)	3
2.2 MOLDAGEM PÓS METÁLICOS POR INJEÇÃO (MPI):	4
2.1.1 Pós metálicos	6
2.1.2 Ligantes	8
2.1.2.1 Exemplos de ligantes	10
2.1.3 Mistura.....	10
2.1.4 Injeção	11
2.1.5 Extração de ligantes.....	12
2.1.6 Sinterização	14
2.3 MAGNETISMO	15
2.3.1 Curva de histerese.....	17
2.3.2 Perdas por histerese e correntes de Foucault.....	19
2.3.3 Sistema para obtenção de curva de histerese:.....	19
2.4 MATERIAIS MAGNÉTICOS MACIOS.....	20
2.4.1 Introdução.....	20
2.4.2 Relação entre propriedade magnética e metalúrgica	20
2.4.3 Exemplos de materiais magnéticos macios	23
2.4.3.1 Ferro Puro:.....	23
2.4.3.2 Ferro-Fósforo.....	24
2.4.3.3 Ferro Silício	27
2.4.3.4 Ferro Níquel.....	29
2.4.3.5 Aços Inoxidáveis	31
2.4.3.6 Outros exemplos	32
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	33
3.1 PREPARAÇÃO DA LIGA	34
3.2 FEEDSTOCK (CARGA INJETÁVEL).....	36
3.3 INJEÇÃO.....	39
3.4 DEBINDING (EXTRAÇÃO).....	39
3.5 SINTERIZAÇÃO.....	41
3.6 ENSAIOS MAGNÉTICOS	42
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
4.1 PREPARAÇÃO DA LIGA	43
4.2 INJEÇÃO.....	47
4.3 DEBINDING	48
4.4 SINTERIZAÇÃO.....	50
4.5 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS	53
5. ANÁLISE DOS RESULTADOS	56
5.1 TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULAS	56
5.2 CONTRAÇÃO	56
5.3 DENSIDADES.....	57
6. CONCLUSÕES.....	60
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	61
ANEXOS	62
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	66

1. INTRODUÇÃO

Os materiais magnéticos, atualmente, são usados nas mais diversas aplicações, que vão desde colchões magnéticos e garrafas magnéticas, até sensores e micromotores de alta performance. Para suprir toda a demanda do atual mercado e projetando mercados futuros, os materiais magnéticos tiveram um grande desenvolvimento. Novas ligas foram pesquisadas, assim como também novos processos de manufatura. Dentro deste contexto surgiram as ligas de terras raras (CoSm e NdFeB) com alto potencial magnético e processos como mechanical alloying, que produz uma estrutura muito fina, com grãos na ordem de nanômetros, que melhoram as propriedades magnéticas. Essas ligas ainda apresentam um custo elevado. Desta forma o desenvolvimento de novas aplicações empregando Fe-Si torna-se uma alternativa econômica considerada. A liga de Fe-Si é uma das ligas mais usadas em aplicações magnéticas macias, por se tratar de um material de boas propriedades magnéticas e um custo relativamente baixo.

Com este aumento das aplicações de materiais magnéticos, surgem também muitas peças com formato complicado, como por exemplo, cabeçotes de impressoras. Para manufaturar estas peças o Processo de Moldagem de Pós por Injeção (MPI) é uma boa alternativa, por se tratar de um processo de alta produtividade, capaz de produzir formatos complexos e com pequena tolerância dimensional.

Este trabalho visa estabelecer uma rota alternativa para produção de ímãs macios de Fe-Si injetados. Esta rota parte de pós usados na metalurgia do pó convencional (de custo mais baixo) ao invés de pós próprios para o processo de injeção (de custo mais elevado). Através do processamento por “mechanical alloying” este pó adquire novas propriedades. A granulometria do pó fica menor e adequada para injeção, assim como também, a microestrutura fica mais homogênea, melhorando as propriedades magnéticas. Este trabalho visa a produção de ímãs de boas propriedades magnéticas e baixo custo empregando-se o processo MPI.

A figura 1.1 mostra alguns exemplos de componetes magnéticos produzidos pelo processo de injeção de pós metálicos.

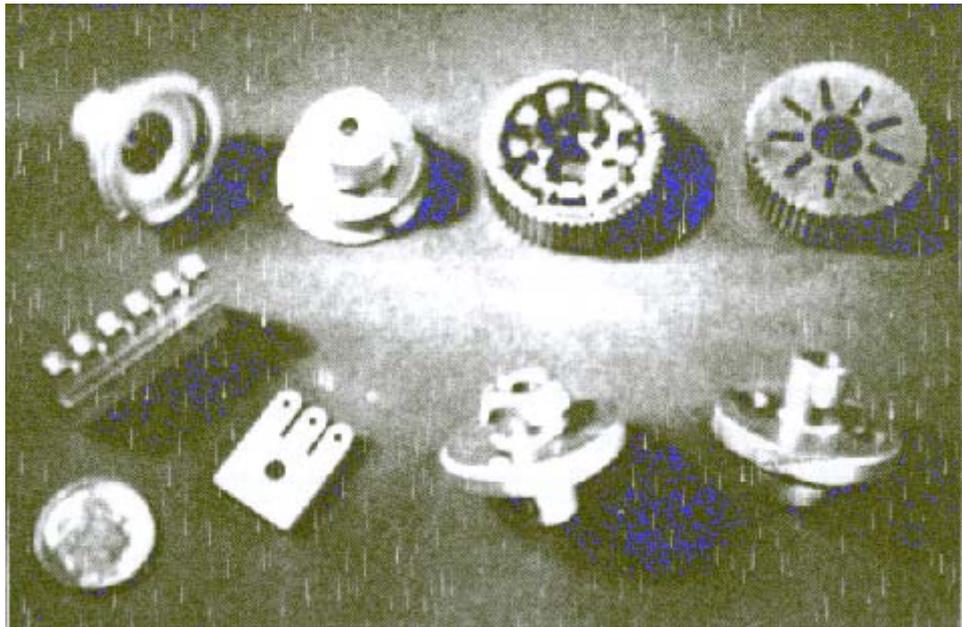


Figura 1.1 Exemplos de componentes magnéticos fabricados pelo processo de injeção de pós metálicos. ^[1]

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Mecano Síntese (Mechanical alloying)

O processo de Mecano Síntese consiste em uma etapa de moagem do pó metálico em um moinho de bolas (esferas de aço de alta dureza ou de carbeto de tungstênio) de alta energia, sob uma atmosfera protetora de argônio (para evitar /minimizar a oxidação), durante um determinado tempo. Também é usado durante o processo 1-2% de ácido esteárico, com o objetivo de prevenir a excessiva soldagem entre as partículas devido ao atrito. A figura 2.1 mostra, esquematicamente, o processo de Mecano Síntese.^{[2], [3]}

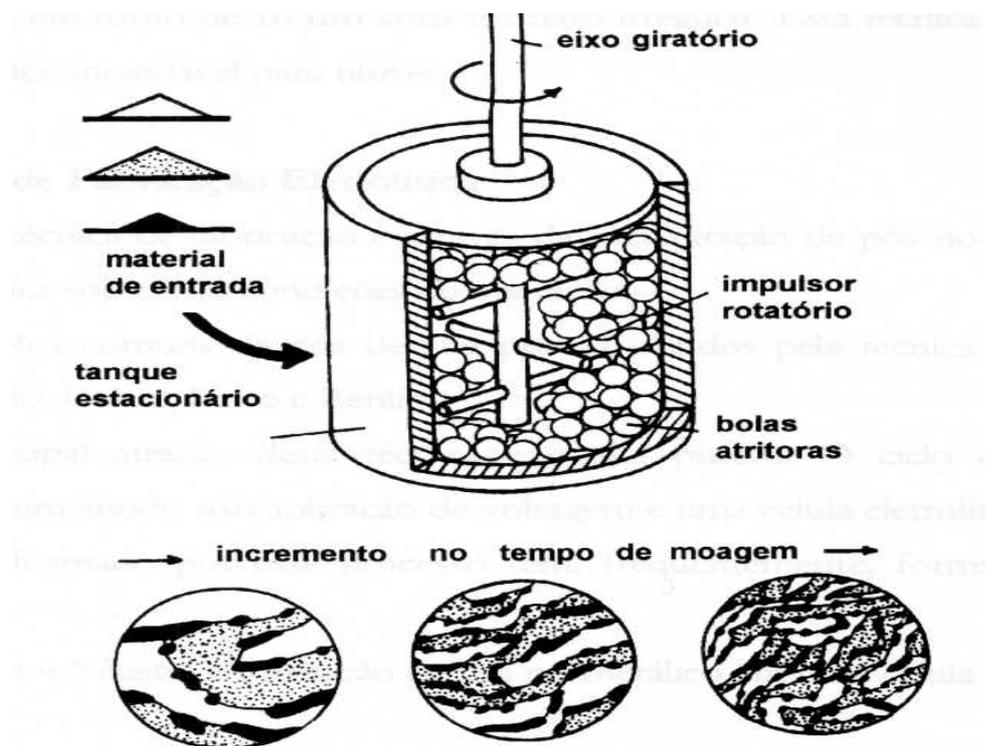


Figura 2.1 Representação esquemática do processo de Mecano Síntese.^[4]

O processo de Mecano Síntese pode ser dividido em quatro etapas:^[5]

Etapa 1 (dezenas de minutos de processamento): Neste estágio as partículas apresentam maior reatividade química com o meio ambiente, podendo chegar à combustão espontânea, mostrando linhas de difração de raios-x típicas dos metais componentes.

Etapa 2 (algumas horas de processamento): Os choques entre as esferas causarão na rede cristalina enormes deformações plásticas responsáveis por um certo grau de encruamento, facilitando a fratura e difusão atômica. Na análise de difração de raios-x as ligas apresentarão picos largos e mais baixos no lugar onde antes ocorriam os picos dos metais originais.

Etapa 3 (dezenas de horas de processamento): Numa fase mais adiantada de processamento ocorrerá uma grande mistura mecânica de partículas nanocristalinas quase homogêneas, chegando a um alto grau de amorfização e, presume-se difusão atômica auxiliada pelas temperaturas alcançadas neste microforjamento. Neste estágio ocorre considerável adesão de pós às esferas e às paredes da câmara. Surgem picos de difração de raio-x típicos de novas fases previstas pelo diagrama de equilíbrio.

Etapa 4: Neste estágio ocorrem soluções sólidas quase homogêneas e amorfas em todas as partículas. Um tratamento térmico posterior em vácuo ou em atmosfera servirá para recristalizar as redes dos metais originais e consolidar a cristalização das novas fases.

O processo de Mecano Síntese tem como parâmetros de processo a velocidade de impacto, volume de material que é impactado, tempo de impacto, deformação, velocidade de deformação, etc.^[3]

Suas principais aplicações são:

- formação de ligas complexas;
- formação de estruturas nanocristalinas (estruturas com tamanho de grão na ordem de nanômetros);
- formação de fases amorfas.

A desvantagem do processo são as contaminações que ocorrem devido, principalmente, ao atrito do pó com as esferas e paredes do moinho.

2.2 Moldagem Pós Metálicos por Injeção (MPI):

A injeção de pós metálicos é dito como a união do processo da metalurgia do pó convencional e o processo de moldagem de termoplásticos. O processo pode ser basicamente descrito como uma injeção de uma liga composta de pó e polímero. Após a injeção ocorre a extração do polímero e depois sinterização. A figura 2.2 mostra esquematicamente este processo.

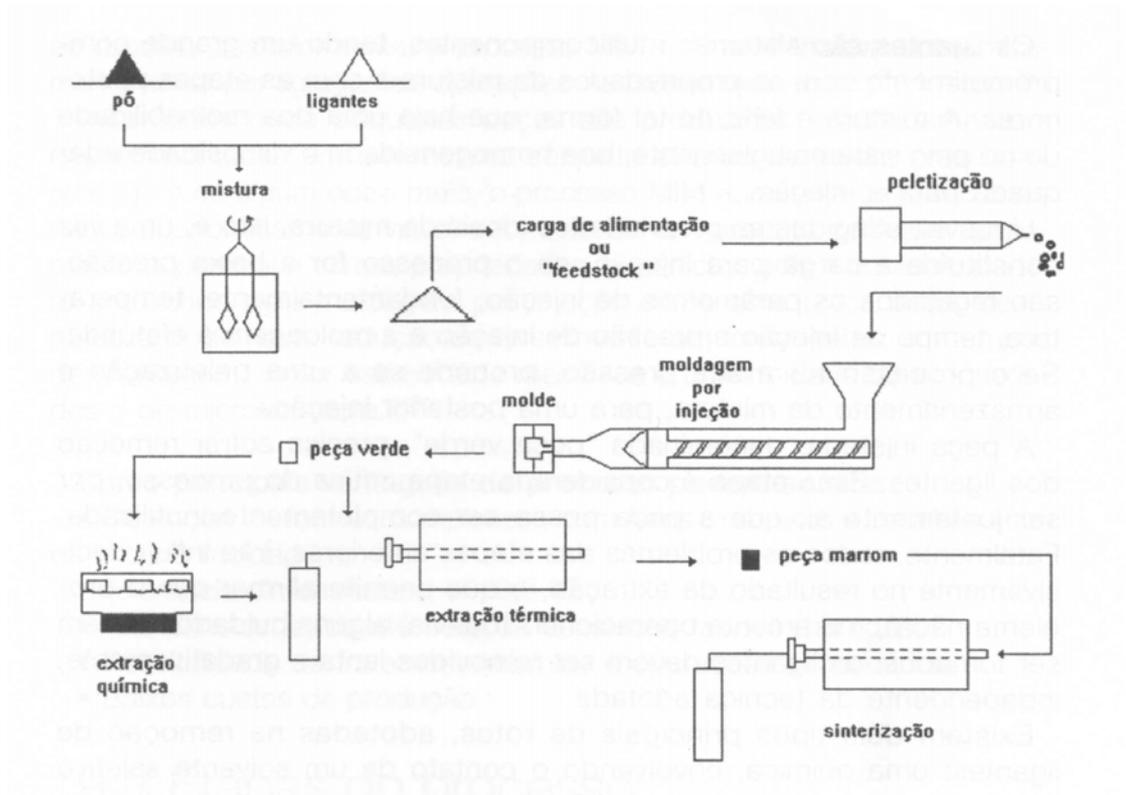


Figura 2.2 Representação do processo de injeção de pós metálicos.^[6]

O mercado dos produtos obtidos por este processo está relacionado com a produção de peças de pequenas dimensões, forma complexa e grandes quantidades. A figura 2.3 mostra o mercado em que geralmente este processo atua.

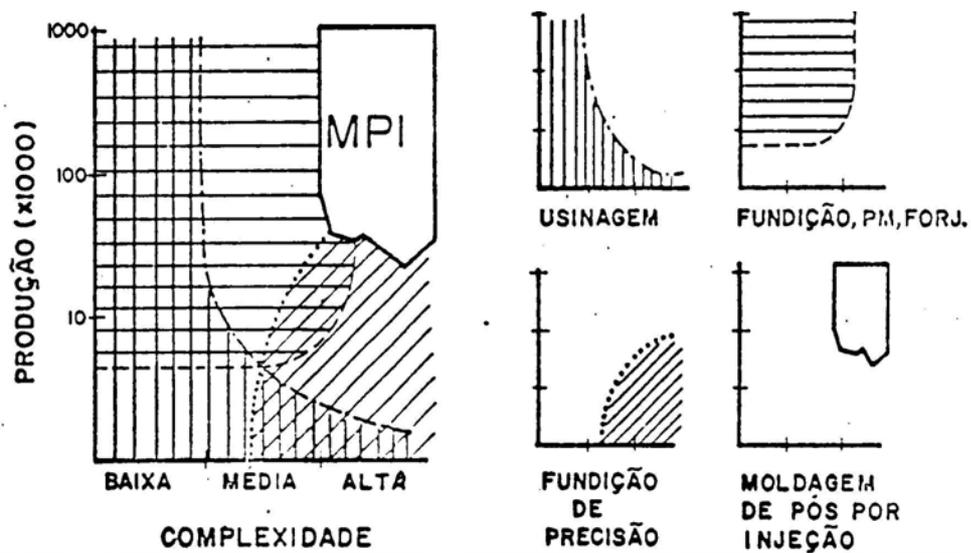


Figura 2.3 Mercado onde o processo MPI atua.^[7]

As peças produzidas pelo processo MPI podem ser usadas nas mais diversas áreas, como odontologia, medicina, indústria automobilística, entre outras.

As principais vantagens deste processo são os inerentes ao processo de fabricação de precisão “near net shape”, a baixa tolerância dimensional, alta densidade (em torno de 98% da teórica) e a produção de peças com formas complexas.

2.1.1 Pós metálicos

Os pós metálicos utilizados no processo MPI têm características um pouco diferentes daquelas verificadas nos pós utilizados no processo de metalurgia do pó (PM) convencional. A principal diferença é o tamanho de partícula. Enquanto o processo PM convencional o tamanho da partícula é em torno de 20 e 150 μm o processo de MPI emprega partículas de tamanho menor que 20 μm .

Vários parâmetros devem ser observados para o emprego com sucesso da tecnologia MPI^{[8], [9]}:

- Nível de impureza.
- Tamanho médio de partícula.
- Densidade batida.
- Densidade aparente.
- Fator de forma da partícula.

German descreve em seu livro o efeito das três principais características dos pós metálicos sobre o processo MPI, que são mostradas na tabela 2.1.

Um bom fator de forma fornece uma excelente moldagem, melhor retenção na forma compacta em comparação com esferas e um bom empacotamento. Partículas irregulares aumentam a resistência do compactado durante e após o debinding, propiciando uma boa retenção da forma compactada, porém o número de coordenação de empacotamento e a densidade (figura 2.4) são degradados em consequência da irregularidade da forma da partícula, havendo um aumento de viscosidade na mistura (dificuldade de moldagem) e diminuição na sinterabilidade do injetado^[10].

Tabela 2.1 Relação das características e seus efeitos no MPI.^[11]

CARACTERÍSTICAS DO PÓ E SEUS EFEITOS NO PROCESSO MPI (V = VANTAGEM D = DESVANTAGEM)	
Pequeno tamanho de partícula	V - rápida sinterização V - menos defeitos na moldagem D - extração lenta D - custo elevado D - mais contaminação D - maior a contração na sinterização D - alta viscosidade da mistura D - maior aglomeração
Forma esférica da partícula	V - alta densidade de empacotamento V - baixa viscosidade da mistura D - "slumping" durante a extração D - baixa resistência do compactado
Larga distribuição do tamanho de partícula	V - alta densidade de empacotamento V - menor contração na sinterização D - extração lenta D - maior chance de segregação D - microestrutura não homogênea D - mais problemas no controle de qualidade V - menor distorção durante debinding

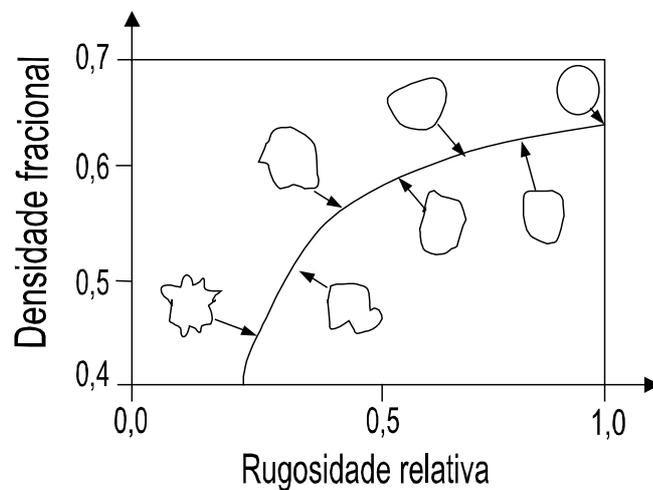


Figura 2.4 Efeito da rugosidade superficial da partícula de pó sobre a densidade aparente^[10].

Já as partículas esféricas, aumentam a densidade de empacotamento e diminuem a viscosidade da mistura pó-ligante, havendo, entretanto, um compactado pouco resistente após a remoção do binder. Não existe um tipo de forma de partícula ideal. Cada tipo tem suas vantagens e desvantagens. Uma solução para isto pode ser a de combinar algumas partículas esféricas com irregulares, a fim de obter os benefícios de cada uma.

2.1.2 Ligantes

O ligante (binder) é o veículo temporário para homogeneizar o pó durante a injeção no formato desejado e segurar estas partículas no formato desejado até o início da sinterização. Apesar de o ligante não ficar na composição final, ele é muito importante para o sucesso do processo MPI.^[11]

A finalidade dos ligantes, num primeiro momento, é formar uma carga uniforme juntamente com o pó para a moldagem (feedstock). Eles também têm influência na compactação das partículas, na aglomeração, na mistura, nas características de fluidez (reologia), na moldagem, na extração do ligante, na contração dimensional, nos defeitos e na composição química final do compactado produzido pelo processo MPI.

German descreve sobre uma série de atributos para um ligante ideal. Esses atributos são subdivididos em categorias básicas como características de fluidez, interação com o pó, características da extração dos ligantes (debinding) e propriedades de manufatura.

O primeiro requerimento está associado à fluidez das partículas quando injetadas em uma cavidade. É fundamental que o ligante molhe a superfície do pó, para colaborar na mistura e na moldagem. Além disso, é importante que a mistura pó-ligante satisfaça vários critérios reológicos que permitem mistura homogênea e moldagem sem defeitos. Esses critérios dependem da temperatura de injeção, do ligante, taxa de cisalhamento, conteúdo de sólidos, características de partículas (tamanho, forma) e presença de agentes ativadores de superfície.

O segundo requerimento está relacionado com a interação do ligante com o pó. O ligante deve prevenir que o pó não separe da carga injetável (feedstock) durante a moldagem.

O terceiro requerimento está relacionado com a extração do ligante após a injeção. Geralmente um sistema de ligante de vários componentes é desejável. Um componente é removido, enquanto que o ligante restante segura as partículas no lugar e mantém a forma do

compactado neste primeiro estágio de extração. Após o ligante restante vaporiza através dos poros abertos sem gerar uma pressão interna, que possa causar falha no compactado.

O quarto requerimento está relacionado com o processo de manufatura do ligante, que inclui baixo custo de produção, alta disponibilidade e longo tempo de vida, isto é, o ligante não deve perder as propriedades com o decorrer do tempo. Para prevenir que as propriedades não mudem com o decorrer do tempo, o ligante não deve interagir com o meio ambiente.

A tabela 2.2 mostra os atributos para um ligante ideal.

Tabela 2.2 Atributos do ligante.^[11]

Características de fluidez (reológicas)
viscosidade abaixo de 10 Pa.s na temperatura de injeção baixa variação da viscosidade com a temperatura durante a injeção rigidez durante o resfriamento na cavidade do molde
Interação com o pó
baixo ângulo de contato e boa adesão com o pó inexistência de interação química com o pó
Extração do ligante
multicomponentes com diferentes características produtos de decomposição não tóxicos nem corrosivos baixa formação de resíduos temperatura de decomposição superior à de injeção
Manufatura
baixo custo e disponibilidade seguro e ambientalmente correto durável com o tempo boas propriedades mecânicas alta condutividade térmica baixo coeficiente de expansão térmica solúvel em solventes comuns baixo peso molecular e isotropia.

2.1.2.1 Exemplos de ligantes

Existem muitos tipos de ligantes. Atualmente, a maioria desses ligantes estão baseados em ceras (caranaúba e parafina) e polímeros (polietileno e polipropileno). A tabela 2.3 mostra algumas composições de alguns ligantes.

Existem também, ligantes que são baseados em outros tipos de composições. É o caso do ligante desenvolvido e patentado pela a empresa BASF. Este ligante tem como principal composto o poliacetal.^[10]

Há também várias pesquisas no desenvolvimento de novos ligantes. Um exemplo disso é o desenvolvimento de ligantes parcialmente solúveis em água. Nesse tipo de ligante usa-se polietilenoglicol (PEG) de vários pesos moleculares e polimetilmetacrilato (PMMA).^[12]

Com o aumento do desenvolvimento de micropeças, cresceu também o desenvolvimento de ligantes para a injeção destes componentes. Z.Y Liu, N. H. Loh, S. B. Tor, K. A Khor, Y. Murakoshi e R. Maeda desenvolveram um ligante a base de parafina, acetato-vinil-etileno (EVA) e politileno para a injeção de pequenas peças (da ordem de microns) em aço inox.^[13]

Tabela 2.3 Composições de ligantes ^[11]

Ligante 1	Ligante 2
69% parrafina	72% polistireno
20% polipropileno	15% polipropileno
10% caranaúba	10% politileno
1% ácido esteárico	3% ácido esteárico
Ligante 3	Ligante 4
50% caranaúba	35% poletileno
50% poletileno	55% parafina
	10% ácido esteárico

No Brasil, a pesquisa sobre este assunto é realizada por várias instituições de pesquisa e universidades tais como UFRGS, UFSC, IPT entre outras.

2.1.3 Mistura

A mistura tem como objetivo unir o pó com o ligante, formando uma carga injetável chamada de feedstock. Na mistura o ligante tende a ocupar os espaços vazios entre as

partículas. É muito importante que a mistura seja a mais homogênea possível, para evitar, por exemplo, a separação do ligante do pó, que dificultaria a injeção. ^[11]

O equipamento utilizado é geralmente um misturador tipo duplo-planetário que tem um boa custo/benefício. A figura 2.5 mostra um desenho esquemático deste aparelho.

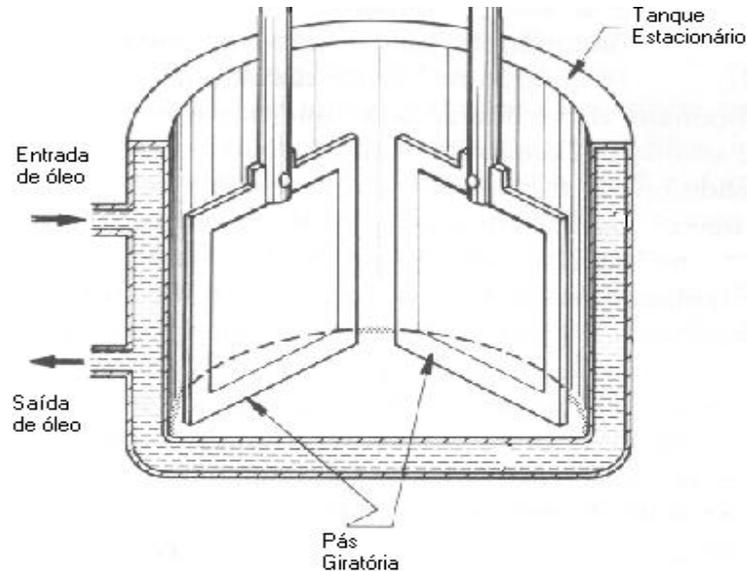


Figura 2.5 Misturador duplo-planetário. ^[14]

2.1.4 Injeção

Na etapa de injeção, a peça ganha o formato desejado, isto é, o feedstock (carga de pó + ligante) é injetado dentro de um molde com uma geometria pré-determinada.

O processo de injeção é composto de um ciclo básico:

1. Fechamento do molde;
2. Dosagem;
3. Enchimento do molde;
4. Recalque;
5. Abertura do molde;
6. Ejeção;

O processo se inicia com o fechamento do molde. Logo após o volume de carga a ser moldada, desce do tanque alimentador para o canal de injeção. Uma vez preenchido esse canal com o volume programado (dosagem), o fuso é acionado por um sistema hidráulico, conduzindo o feedstock até o canal de molde. No momento em que a cavidade está completamente preenchida, a velocidade de injeção deixa de ter influência na pressão de

injeção (ponto de comutação). A partir desse ponto começa o recalque ou empacotamento. A seguir o molde é resfriado e descomprimido e posteriormente aberto. No final, a peça é ejetada do molde.

Durante o processo de injeção, existem alguns fatores que influenciam na qualidade do produto, tais como:

- Velocidade de injeção: Define a velocidade com que o material será injetado. Parâmetros errados de velocidade de injeção podem acarretar o mau preenchimento da matriz.
- Pressão de injeção da matriz: A pressão de injeção da matriz deve ser ajustada de maneira que a peça seja moldada sem defeitos e que esta pressão não exceda a capacidade de fechamento da matriz, o que acarreta na abertura do molde e defeitos na peça.
- Temperatura da matriz: Para o processo de MPI a temperatura da matriz deverá ser constante e praticamente em quase todos os casos, acima da temperatura ambiente.
- Perfil de temperatura das regiões de aquecimento da carga moldável: O controle de temperatura das zonas de aquecimento ao longo do fuso de injeção é importante para a determinação da fluidez da mistura moldável, principalmente deve ser determinada para que haja um preenchimento correto da cavidade da matriz.
- Tempo de manutenção da pressão: O tempo de manutenção da pressão deve ser estipulado de maneira que as peças apresentem bom aspecto visual, sem rechupes e livres de tensões residuais.
- Tempo de resfriamento: O tempo de resfriamento permite à peça o tempo necessário para solidificar em sua forma de maneira que possa ser extraído sem ser deformado.

2.1.5 Extração de ligantes

O objetivo da etapa extração de ligantes, também conhecida por “debinding”, consiste na retirada dos ligantes, sem que a peça perca o formato.^[11] A remoção de uma fração volumétrica da peça é muito complicada e pode causar vários problemas como, por exemplo: trincas, empenamento e distorções. A retirada desses ligantes deve ser de uma maneira lenta e gradual. Por isso essa etapa é considerada delicada e demorada. A partir da ação de temperatura e solventes, os ligantes são removidos, deixando a peça muito frágil e porosa. O ligante deve ser extraído de poros, como um fluido (líquido ou vapor). A peça mantém sua forma através da fricção entre as partículas de pó.

Existem, basicamente, dois tipos de extração de ligantes: térmico e químico.

A figura 2.6 mostra um esquema dos principais tipos de extração de ligantes.

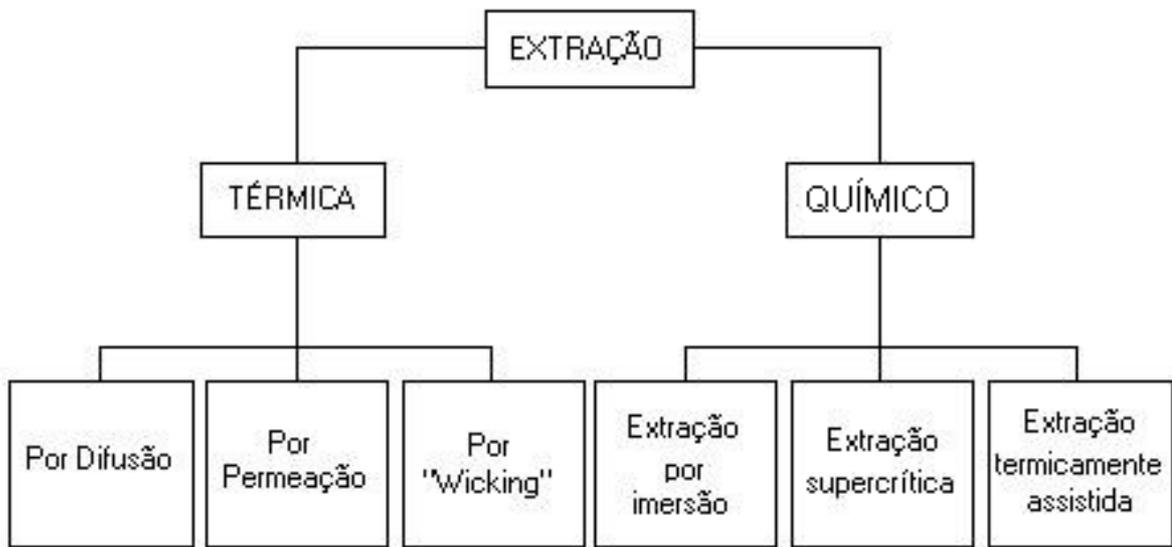


Figura 2.6 Tipos de extração de ligantes.

A extração química dos ligantes se dá através do uso de solventes, que têm a capacidade de dissolver alguns componentes do sistema de ligantes, deixando uma estrutura de poros abertos para subsequente extração térmica. Esse tipo de extração pode ser dividida em três sub-tipos:

1. Por imersão: consiste em imergir o compactado em um fluído que dissolva alguns dos componentes do ligante.
2. Supercrítica: consiste em pressurizar o solvente, sendo possível exceder a condição crítica onde o líquido e vapor são indistinguíveis.
3. Termicamente assistida: consiste em aquecer o compactado na presença de um solvente ou vapor reativo.

A extração térmica do ligante ocorre por degradação, evaporação ou extração líquida, através de um material permeável. Pode ser dividida em três tipos:

1. Extração líquida: consiste em submeter a peça a uma temperatura tal que a viscosidade do ligante seja baixa o suficiente para que ele saia do compactado para os poros de um pó muito fino, como por exemplo a alumina (Wick-debinding).
2. Extração gasosa (por difusão): consiste em uma decomposição térmica do ligante em baixas pressões.

3. Extração gasosa (por permeação): consiste em uma decomposição térmica do ligante em altas pressões.

Existe um outro tipo de extração desenvolvido pela Basf, chamado de extração catalítica. A extração se dá através de ácido oxálico e ácido nítrico que dissolvem as resinas de poliacetal, o principal componente do feedstock da Basf.^[10]

2.1.6 Sinterização

A sinterização tem o objetivo de conferir as ligações definitivas entre as partículas de pó, de modo a produzir as propriedades finais da peça. Este processo se baseia na ligação atômica entre as partículas vizinhas.^[15]

Na prática, a sinterização é um tratamento térmico com controle de atmosfera, tempo e temperatura, que confere ao compactado as características mecânicas e físicas desejadas.

O mecanismo de transporte de material é dado por um conjunto de partículas, que devido à densidade de defeitos cristalinos, apresentam um excesso de energia em relação ao seu estado estável (mínima energia).

A força motora na sinterização é a diminuição da energia livre do sistema através da diminuição da superfície e diminuição da energia livre acumulada nas partículas sob a forma de defeitos durante a compactação e/ou no processo de obtenção do pó.

Após a sinterização, devido à densificação do material, ocorre variação dimensional da peça que deve ser muito bem estudado, porque geralmente as tolerâncias dimensionais são muito pequenas.

A reação de sinterização pode ser dividida em três (03) estágios que podem ser identificados na figura 2.7.

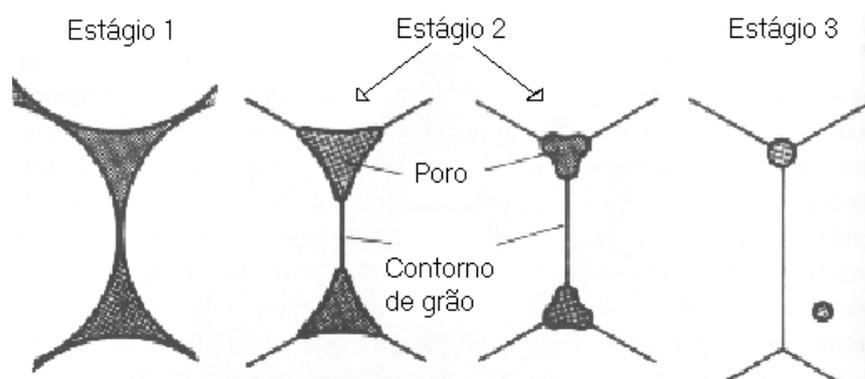


Figura 2.7 Estágios de sinterização.^[16]

- Estágio 1. Formação de contatos: os contatos obtidos na compactação se sinterizam, isto é, a matéria se torna contínua na região do contato. Nesse estágio ainda é possível identificar as partículas individualmente.
- Estágio 2. Formação de uma rede interligada de poros: os contatos entre as partículas crescem a tal extensão que não se reconhece mais as partículas individualmente, resultando um esqueleto poroso.
- Estágio 3. Isolamento, arredondamento e coalescimento dos poros: o arredondamento dos poros tem sua força motora na diminuição da superfície livre dos poros. Paralelamente ocorre o desaparecimento dos poros menores e o conseqüente crescimento dos maiores. Ocorre também o crescimento de grão.

Muitas vezes a sinterização ocorre com presença de uma fase líquida. Neste caso a sinterização se dá de uma forma rápida e eficiente. O caso mais usual para que ocorra este tipo de sinterização é quando em uma mistura de vários componentes um deles atinge o ponto de fusão (tem o ponto de fusão mais baixo do que os outros componentes), ou pela formação de um ponto eutético entre eles. Há também outra forma, que é usada em pós pré-ligados, que são aquecidos a uma temperatura entre a linha de líquido e sólido do diagrama de fases da liga, atingindo assim uma fusão parcial.^[17]

2.3 Magnetismo

Os campos magnéticos fazem-se presentes em torno de um condutor, quando por ele flui uma corrente (Lei de Faraday). Estão presentes também em volta de objetos magnetizados, como por exemplo, um ímã permanente. O campo de um ímã é produzido pelo movimento de translação e rotação dos elétrons, sendo mais importante a rotação. Este movimento do elétron é equivalente em efeito a uma minúscula espira de corrente que atua como um ímã miniatura ou dipolo magnético. Embora o efeito de cada anel atômico seja muito pequeno, o efeito combinado de bilhões deles num ímã resulta um campo magnético ao redor do ímã. Em um átomo com muitos elétrons presentes, somente os spins dos elétrons das camadas incompletas contribuirão para o campo magnético do átomo.^[18]

Nos materiais ferromagnéticos cada átomo tem um momento de dipolo relativamente grande causado principalmente por um momento eletrônico de spin não compensado. Forças

interatômicas fazem com que estes momentos se alinhem de modo paralelo em regiões que contém um grande número de átomos. Estas regiões são chamadas de domínios magnéticos e podem ter uma variedade de formas e tamanhos desde um micron até vários centímetros. Assim, um domínio age como um ímã pequeno. ^{[18], [19]}

A figura 2.8-a mostra um fragmento de um material cristalino. Este fragmento divide-se em grãos, limitadas pelas linhas mais grossas, que por sua vez se subdividem em domínios, limitados pelas linhas mais finas. As setas indicam a direção de magnetização dos domínios. Um “N” representa um domínio com um pólo norte dirigido para fora da página e um “S” representa um domínio com um pólo sul dirigido para fora da página. A anisotropia magnetocristalina faz com que os spins dos elétrons adjacentes se alinhem espontaneamente numa determinada direção conhecida como direção de mais fácil magnetização e esta região define um domínio. Portanto, a nível de domínio, este fragmento apresenta um magnetismo remanente. Entretanto, os domínios adjacentes apresentam polarização contrária e, macroscopicamente, este fragmento apresenta magnetização nula. Em um cristal de ferro por exemplo, há seis direções de fácil magnetização, isto é, há uma direção positiva e negativa ao longo de cada um dos três eixos do cristal, perpendiculares entre si.

Com a aplicação de um campo magnético “H” no sentido indicado pela seta, alguns domínios, com polaridades opostas ao campo aplicado ou perpendiculares a ele, tornam-se instáveis e giram rapidamente para um outro sentido de fácil magnetização, na mesma direção do campo ou bem próximo a este. O resultado, depois que todos os domínios mudaram de direção, está mostrado na figura 2.8-b.

Aumentando-se mais o campo aplicado, a direção de magnetização dos domínios, que ainda não estão paralelos ao campo, é girada gradualmente para a direção de “H”. Este aumento de magnetização é mais difícil e podem ser necessários campos muito fortes para atingir a saturação, onde todos os domínios são magnetizados paralelos ao campo, como indicado na figura 2.8c.

Se a maioria dos domínios mantiverem seu sentido, depois que o campo magnético for removido, diz-se que o espécime está magnetizado permanentemente. Calor e choque mecânico tendem a fazer com que o cristal volte ao seu estado inicial de desmagnetização. Se a temperatura for aumentada suficientemente, os domínios se desmagnetizam e desaparece o ferromagnetismo. É o que se chama de temperatura Curie (cerca de 770°C para o ferro).

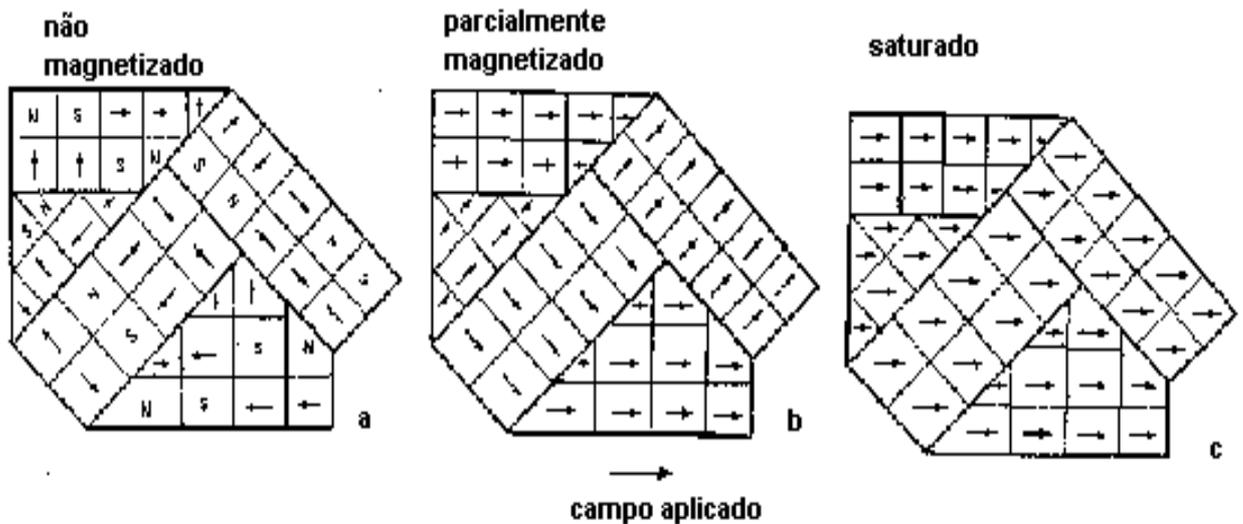


Figura 2.8 Domínios magnéticos. ^[18]

A magnetização que aparece somente na presença de um campo aplicado pode ser chamada de magnetização induzida (ímã macio) para diferenciá-la da magnetização permanente (ímã permanente), que está presente na ausência de um campo aplicado.

2.3.1 Curva de histerese

Se um material for colocado dentro de uma bobina na qual circula uma corrente elétrica “ I ”, um campo magnético “ H ” será gerado no interior desta bobina, e o material irá sofrer uma indução magnética “ B ”. Se o material for diamagnético (permeabilidade magnética relativa ligeiramente <1) ou paramagnético (permeabilidade magnética relativa ligeiramente >1), poucas linhas de fluxo magnéticos serão induzidas e a relação $B \times H$ será aproximadamente linear. Se o material for ferromagnético (permeabilidade magnética relativa $\gg 1$), muitas linhas de fluxo serão induzidas (fenômeno de magnetização) e a relação $B \times H$ tem características de uma curva como mostrada na figura 3.3. Ao diminuir o campo aplicado até zero, o material apresentará ainda uma indução, denominada indução remanente ou remanência. Para a indução cair a zero, é necessário a aplicação de um campo magnético inverso. Nesta condição este campo é denominado coercitividade, ou força coercitiva. Observa-se que esta curva possui uma histerese sendo, portanto denominada de curva de histerese ou ciclo de histerese. Os materiais que possuem características magnéticas semelhantes àsquelas mostradas pela curva da figura 2.9 são conhecidos como materiais magnéticos, aonde:

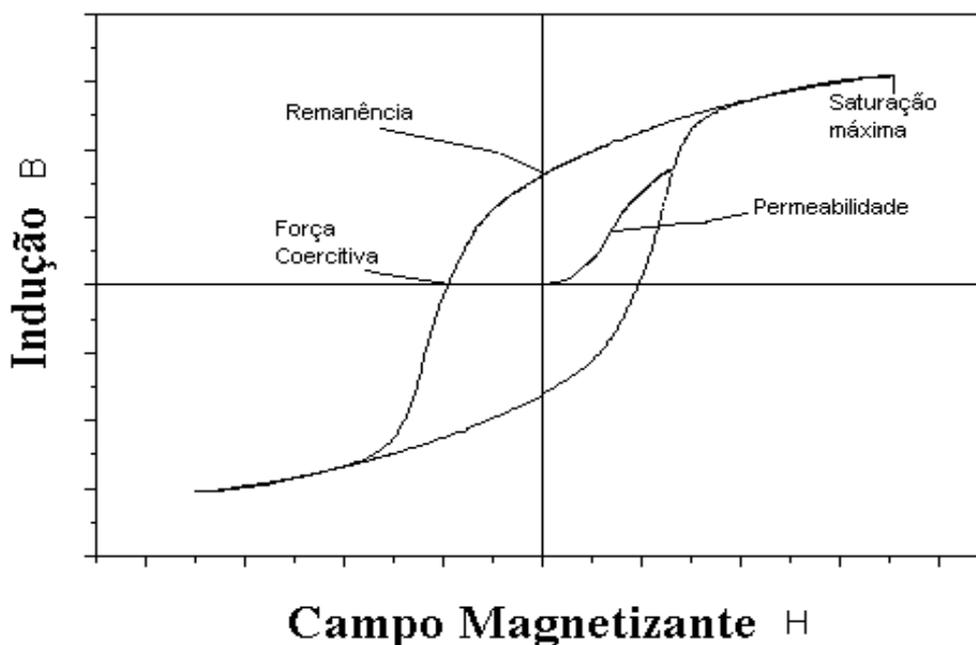


Figura 2.9 Curva de histerese. ^[18]

Permeabilidade: taxa B/H , uma medida de densidade de fluxo induzido por uma dada tensão de campo magnetizante.

Remanência: indução magnética residual após a remoção do campo magnético.

Força coercitiva: tensão de campo requerida para remover a remanência.

Saturação máxima: máxima intensidade de saturação da magnetização.

2.3.2 Perdas por histerese e correntes de Foucault

O material ferromagnético, submetido a uma magnetização alternada, dissipa energia em forma de calor, devido ao fenômeno de histerese, e as correntes de Foucault.

O fenômeno de histerese é ligado ao fato de que o meio, quando magnetizado, absorve uma energia correspondente ao trabalho executado pela a orientação dos domínios, mas se, em seguida, esta magnetização externa for removida, nem toda energia armazenada é devolvida. Esta diferença é transformada em calor, aquecendo o material. A área envolvida pelo ciclo de histerese é proporcional a energia dissipada no material. ^[18]

A perda por histerese por unidade de tempo de operação numa aplicação em corrente alternada (C.A.) depende da frequência da força de magnetização alternada. Se w_h é a perda por histerese por ciclo e “ f ” é a frequência, então Wh , a perda por histerese pode ser expressa por:

$$Wh = wh.f \quad (1)$$

Sendo o material magnético um condutor, as variações de fluxo induzirão em seu meio, correntes elétricas conhecidas por correntes parasitas ou de Foucault. Essas correntes geram perdas sob forma de calor por Efeito Joule. A magnitude das perdas por corrente de Foucault depende da geometria de peça, da resistividade, da permeabilidade do material ferromagnético, e da frequência de indução alternada. Para muitas aplicações, as perdas por corrente de Foucault por unidade de tempo, Wf , podem ser expressas como: ^[20]

$$WF = \frac{A.B^2.t^2.f^2}{\rho} \quad (2)$$

onde, “A” é uma constante do material e da geometria da peça, “B” é a indução magnética, “t” é a espessura da peça, ρ é a resistividade elétrica do material, “f” é a frequência.

2.3.3 Sistema para obtenção de curva de histerese:

Consiste em um circuito fechado com fluxo magnético totalmente confinado no interior dos enrolamentos, conforme figura 2.10. A principal dificuldade está na preparação do corpo de prova que é bastante trabalhosa. Deve-se ter cuidado para evitar o aparecimento de tensões mecânicas no momento da execução do enrolamento. Essas tensões podem alterar a curva de histerese. ^[21]

A norma ASTM 773 estabelece uma relação entre o diâmetro interno (d_i) e o diâmetro externo (d_e) para garantir um campo magnético mais uniforme dentro do material magnético.

$$*d_i/d_e > 0,82$$

A integração desta tensão induzida no enrolamento secundário é normalmente realizada com um fluxímetro eletrônico.

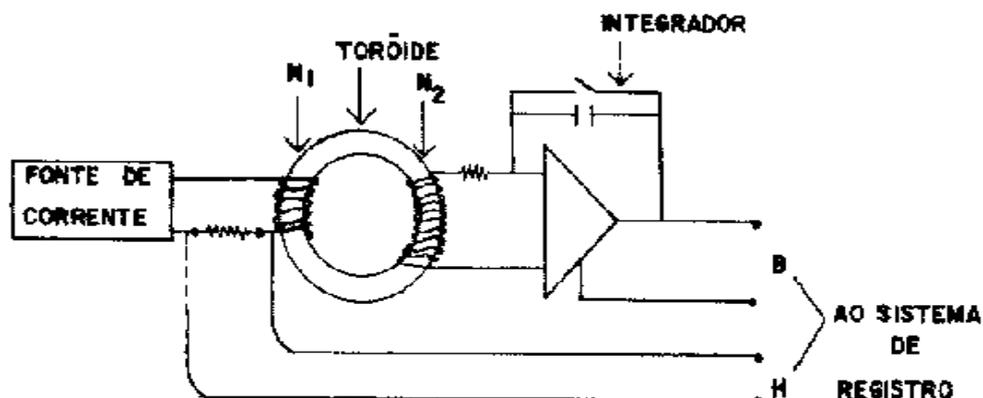


Figura 2.10 Sistema de obtenção de curva de histerese.

2.4 Materiais magnéticos macios

2.4.1 Introdução

O mercado dos materiais magnéticos macios é dominado basicamente pelos aços de baixo carbono e aços silício, utilizados, principalmente, para produção de motores elétricos e transformadores.^{[22], [23]}

Os materiais magnéticos macios sinterizados vêm ganhando mercado. A indústria automobilística é uma das responsáveis por esse desenvolvimento. Isto porque os materiais magnéticos macios sinterizados oferecerem para o mercado automotivo muitas vantagens, como por exemplo, eficiência de custo tangível, processo próximo da forma final, economias de processos, e propriedades dos materiais aceitáveis.^{[24], [25]}

Com o aumento da utilização sensores como o ABS e de pequenos motores como os de acionamento de vidros elétricos, a procura de materiais magnéticos macio sinterizado aumentou, assim como também, a pesquisa e desenvolvimentos de novos produtos para suprir as necessidades deste mercado.^[26]

Outra área que está se desenvolvendo é a dos nanomateriais. A produção de peças na ordem de nanômetros (10^{-9} metros) tem sido muito pesquisado no mundo inteiro.^{[27] [28]} Neste contexto abre-se uma grande área de pesquisa para os materiais magnéticos macios. O desenvolvimento, por exemplo, de “nanosensores” para diversas áreas (indústria eletrônica, indústria da biotecnologia), de “nanorotores” e “nanoestatores” para desenvolvimento de motores elétricos muito pequenos, se torna uma situação interessante.

Materiais magnéticos macios amorfos também estão sendo muito estudados por suas baixas perdas magnéticas e alta resistividade elétrica.^{[28] [29]}

2.4.2 Relação entre propriedade magnética e metalúrgica

As características e propriedades dos materiais magnéticos podem ser vistas e interpretadas em termos de interações da microestrutura com o campo magnético.^[30] Algumas propriedades magnéticas podem ser alteradas durante o processo de fabricação de uma peça. Fatores como densidade, poros, inclusões, defeitos, tamanho de grão, têm grande influência nas propriedades magnéticas e elétricas finais de uma peça.

A figura 2.11 mostra a influência da porosidade sobre a resistividade relativa e a indução de saturação relativa de uma liga magnética macia (NiFe50).

A resistividade relativa é relação da resistividade do material com poros (ρ) e a resistividade do material livre de poros (ρ_m).

A indução de saturação relativa é a relação da indução de saturação do material com poros (B_s) e a indução de saturação do material livre de poros (B_{sm}).

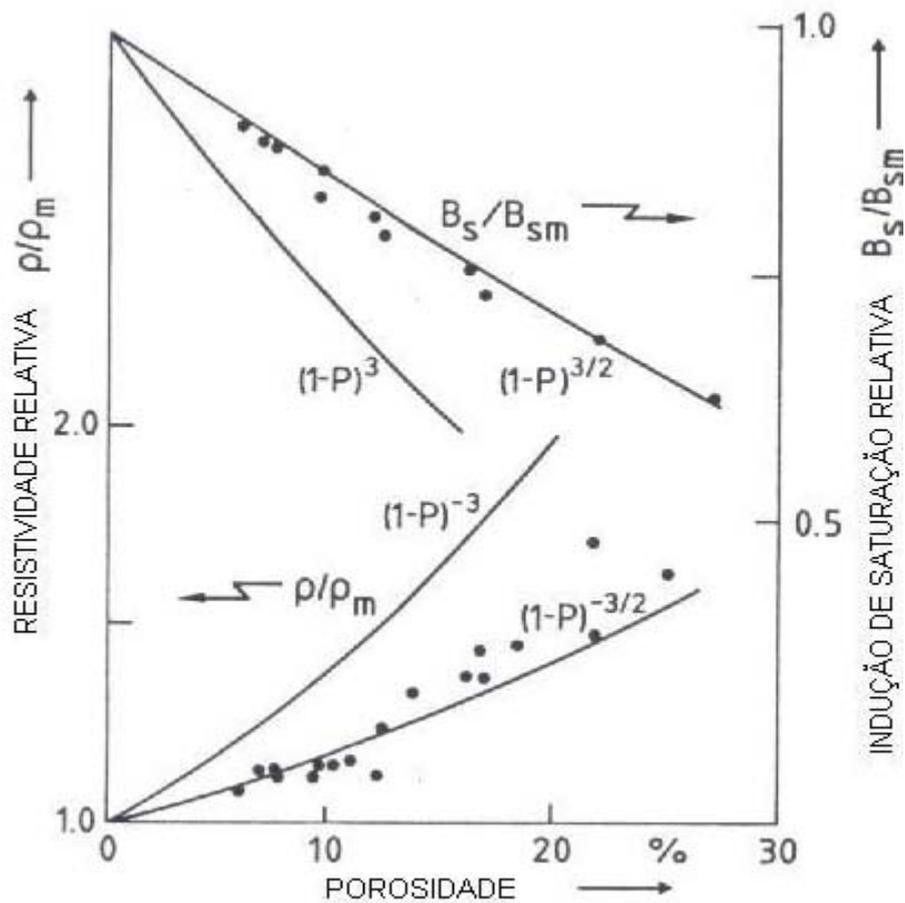


Figura 2.11 influência da porosidade sobre a resistividade e a indução de saturação da liga magnética macia (NiFe50).^[30]

Segundo a figura 2.11, com o aumento da porosidade aumenta a resistividade e diminui a indução de saturação.

A figura 2.12 mostra a relação entre densidade de inclusões e coercitividade da liga magnética macia Fe-47.5%Ni.

Conforme a figura 2.12, o aumento da densidade de inclusões aumenta a coercitividade.

A figura 2.13 mostra a relação entre o tamanho de grão e a coercitividade da liga Fe-47.5%Ni.

Como mostra a figura 2.13, o aumento do tamanho de grão diminui a coercitividade.

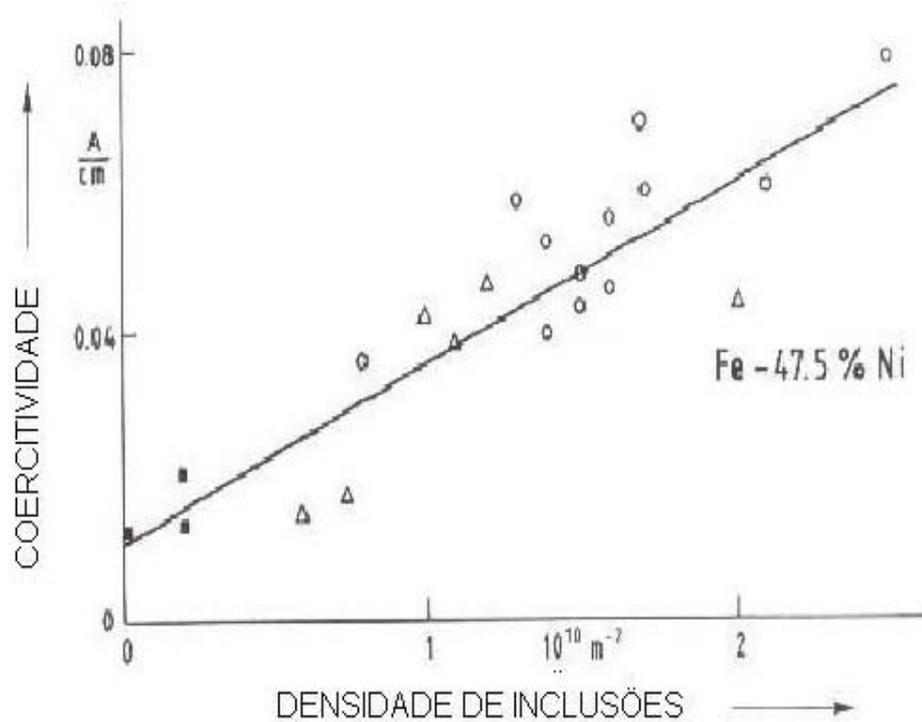


Figura 2.12 Relação entre a densidade de inclusões e coercitividade da liga magnética macia Fe-47.5%Ni. ^[30]

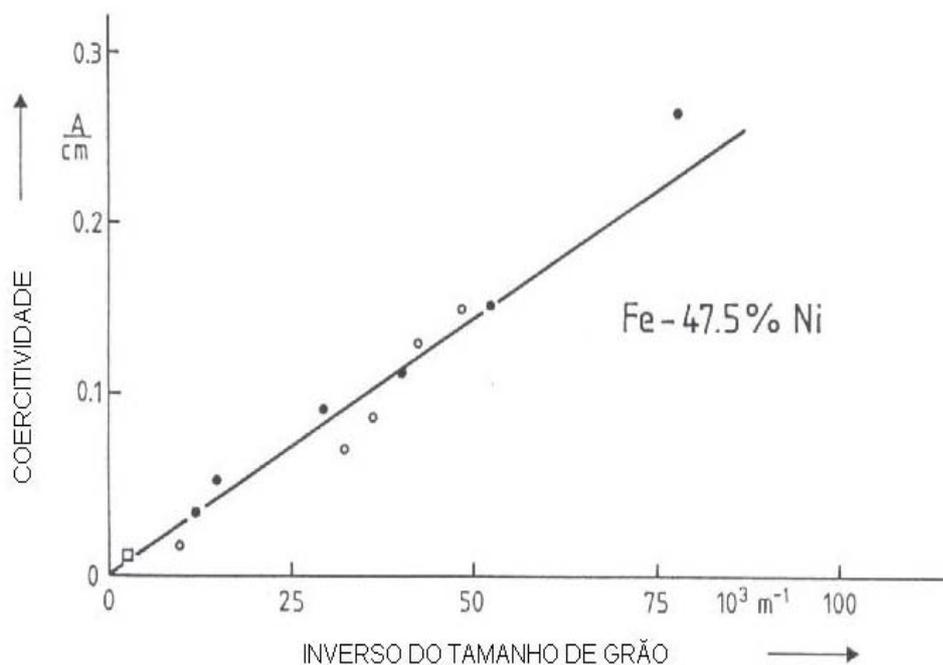


Figura 2.13 Relação entre o tamanho de grão e a coercitividade da liga Fe-47.5%Ni. ^[30]

As figuras 2.11, 2.12 e 2.13 mostram como é importante o estudo dos aspectos do processo de produção (mistura, compactação ou injeção, sinterização, entre outros) de uma peça magnética macia, para que a peça tenha no final as propriedades desejadas.

2.4.3 Exemplos de materiais magnéticos macios

2.4.3.1 Ferro Puro:

Tabela 2.4 Propriedades magnéticas do ferro puro. [31]

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO FERRO PURO					
	Densidade (Kg/m ³)	B _m (T)	B _r (T)	μ _r	H _c (A/m)
FORJADO					
ASTM A 848	7860	1.70	1.28	5000	79.58
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
ASTM A811-87 H=1194 A/m	6600	0.90	0.76	1800	175
	6900	1.06	0.91	2100	159
	7200	1.23	1.07	2500	159
Lall & Baum: H=1990 A/m 1260°C, Amônia dissociada 45 mim.	6800	1.14	0.96	2900	131
	7200	1.36	1.10	3700	127
	7400	1.47	1.29	4700	119
McDermott: H=1194 A/m 1121°C, Amônia dissociada 30 min.	6700	0.98	0.83	1988	161
	7000	1.14	0.97	2317	165
	7200	1.24	1.06	2651	166
McDermott: H=1194 A/m 1121°C, H ₂ 30 min.	6800	1.06	0.92	2534	163
	7100	1.21	1.07	3069	163
	7300	1.29	1.16	3337	155
McDermott: H=1194 A/m 1260°C, Amônia dissociada 30 min.	6700	1.00	0.77	1818	146
	7000	1.17	0.91	2178	146
	7300	1.27	1.05	2794	146
McDermott: H=1194 A/m 1260°C, H ₂ 30 min.	6900	1.10	0.95	2727	140
	7100	1.25	1.09	3189	137
	7300	1.33	1.17	3566	134
Gagne : H=1194 A/m 1120°C, H ₂ 1260°C, H ₂	7400	1.24	1.16	2900	135
	7400	1.25	1.20	3600	119
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo	7000	1.17	1.09	3500	111
Moyer: H=1194 A/m 1121°C, H ₂ +N ₂	7000	1.14	1.10	2800	143
Mossner 1121°C 1288°C	7000	1.00	0.89	2000	159
	7000	1.07	0.94	2400	127
INJETADO					
Baum 1371°C, Amônia dissociada 1371°C, Amônia dissociada	7600	1.53	1.37		294
	7550	1.55	1.34		183

O ferro puro é o material magnético macio mais comum e responsável pela formação da maioria das ligas magnéticas macias.

A tabela 2.4 mostra as propriedades magnéticas, desse material, relacionadas com diferentes formas de manufatura.

A figura 2.14 mostra a relação entre propriedades magnéticas, densidade e temperatura de sinterização do ferro puro.

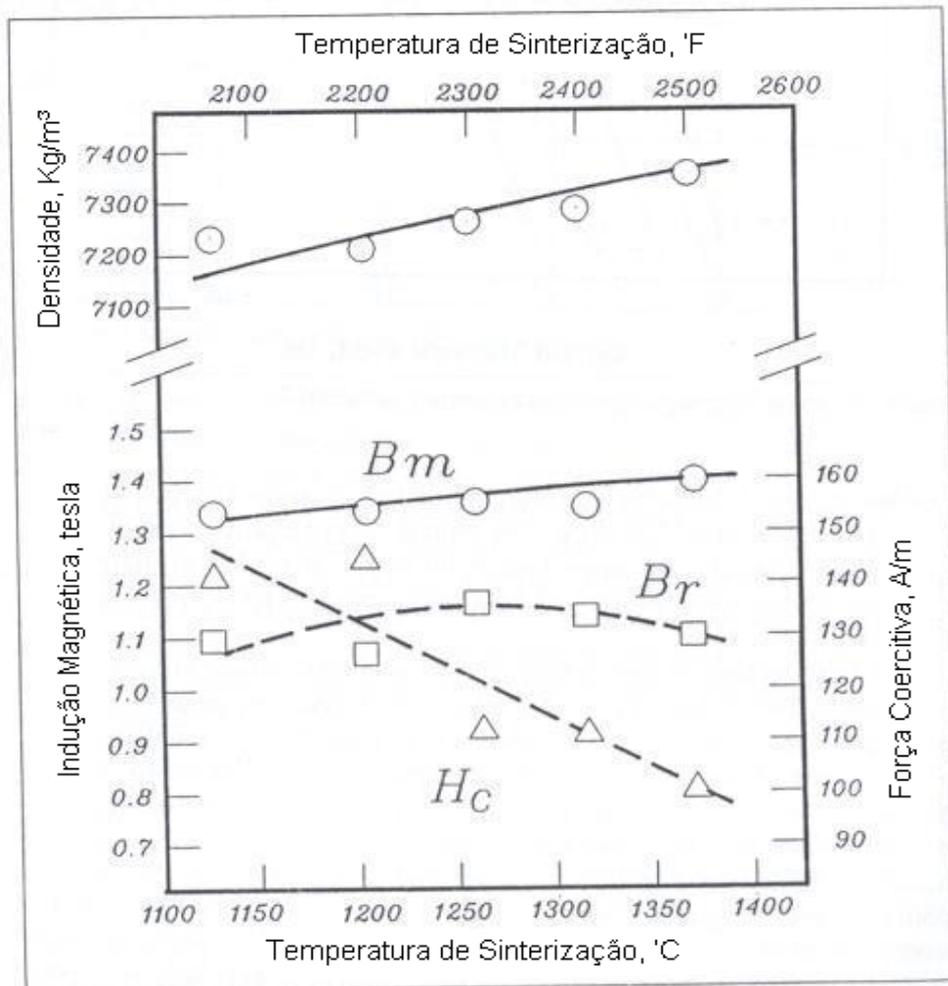


Figura 2.14 Relação das propriedades magnéticas do ferro puro com a temperatura de sinterização. ^[31]

2.4.3.2 Ferro-Fósforo

O fósforo é acrescentado como elemento de liga nos materiais magnéticos macios geralmente em quantidades entre 0,45 a 0,8%. O seu principal objetivo é baixar a temperatura de sinterização da liga.

As tabelas 2.5 e 2.6 mostram as propriedades magnéticas, da liga ferro-fósforo (Fe-0,45%P e Fe-0,8%P respectivamente), relacionadas com diferentes parâmetros de fabricação.

Tabela 2.5 Propriedades magnéticas da liga Fe-0,45%P. ^{[31], [32]}

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO Fe-0,45%P					
	Densidade (Kg/m ³)	Bm	Br	μr	Hc
		(T)	(T)		(A/m)
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
ASTM A-839	6800	1.07	0.87	2400	135
	7100	1.19	0.99	2800	135
	7200	1.27	1.08	3100	127
Lall & Baum: H=1990 A/m 1260°C, Amônia dissociada 45 min.	7000	1.23	0.99		96
	7200	1.34	1.12	4800	80
	7400	1.46	1.26		60
McDermott: H=1194 A/m 1120°C, Amônia dissociada 30 min.	6840	1.11	0.97	2831	139
	7120	1.24	1.10	3286	139
	7270	1.32	1.18	3701	163
McDermott: H=1194 A/m 1260°C, Amônia dissociada 30 min.	7150	1.27	1.10	4216	110
	7350	1.39	1.35	4073	106
	7450	1.39	1.18	4445	103
Gagne : H=1194 A/m 1120°C, H ₂ 30 min. 1260°C, H ₂ 30 min.	7400	1.26	1.23	4300	111
	7400	1.32	1.28	5000	96
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo	7200	1.35	1.25	6000	80
Moyer: H=1194 A/m 1121°C, H ₂ +N ₂	7100	1.22	1.19	3600	119
Mossner 1121°C 1288°C	7200	1.02	0.87	2250	143
	7400	1.31	1.15	5550	72
Moyer: H=1194 A/m 1121°C 1288°C	7200	1.22	1.10	3200	140
	7200	1.32	1.18	4800	104
Hwang and Lin, H=2000 A/m 1150°C, 75%H ₂ +50%N ₂ , 1h 1200°C, 75%H ₂ +50%N ₂ , 1h 1250°C, 75%H ₂ +50%N ₂ , 1h	7350	1.37		5000	89.5
		1.41		6000	74
		1.43		7600	56.5

Tabela 2.6 Propriedades magnéticas da liga Fe-0,8%P. ^[31]

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO Fe-0,8%P					
	Densidade	B _m	Br	μ _r	H _c
	(Kg/m ³)	(T)	(T)		(A/m)
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
Lall & Baum: H=1990 A/m 1260°C, Amônia dissociada 45 mim.	7000	1.27	1.08		118
	7200	1.32	1.13		119
	7400	1.42	1.15		69
Gagne : H=1194 A/m 1120°C, H ₂ 1260°C, H ₂	7400	1.29	1.25	5200	95
	7500	1.35	1.32	6000	80
Moyer: H=1194 A/m 1121°C, H ₂ +N ₂	7100	1.23	1.20	4100	115
Mossner 1121°C 1288°C	7200	1.28	1.18	5300	95
	7400	1.42	1.30	9100	29

A figura 2.15 mostra a relação entre propriedades magnéticas, densidade e temperatura de sinterização da liga Fe-0,45%P.

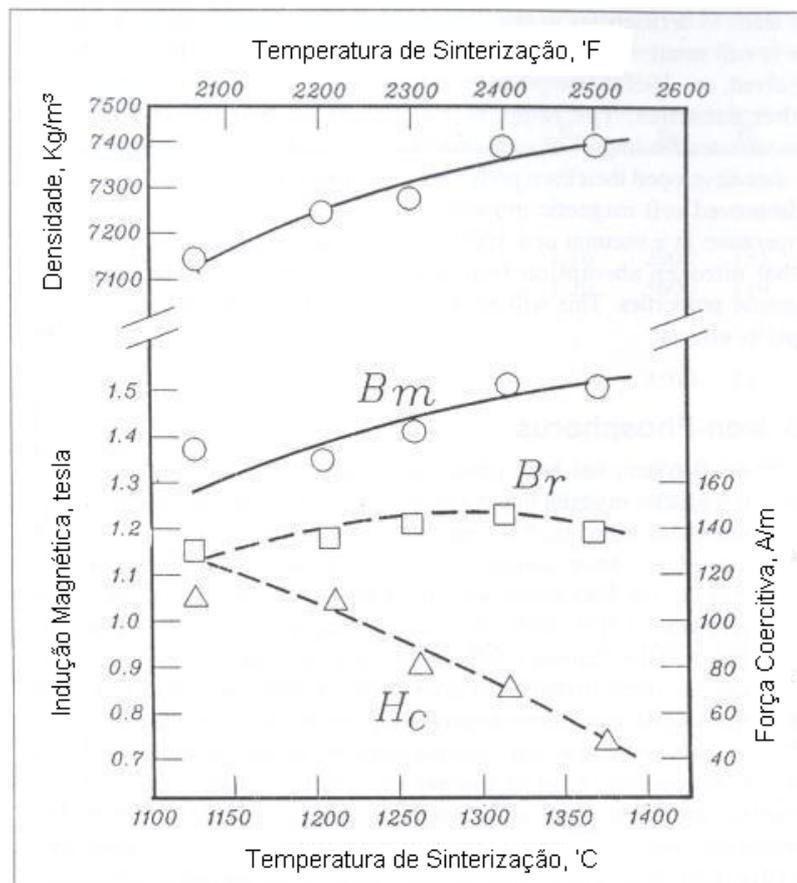


Figura 2.15 Relação das propriedades magnéticas da liga Fe-0,45%P com a temperatura de sinterização. ^[31]

2.4.3.3 Ferro Silício

O silício, nas aplicações magnéticas macias, tem como principal finalidade aumentar a resistividade elétrica do material. Assim este material nas aplicações em corrente alternada diminui as perdas por correntes parasitas. É geralmente adicionado ao ferro como elemento de liga em quantidades entre 0,5 a 3,5%. Existem casos em que as quantidades são maiores podendo chegar a 7,5% de Si.

A tabela 2.7 mostra as propriedades magnéticas da liga Fe-3%Si, relacionadas com diferentes parâmetros de fabricação.

Tabela 2.7 Propriedades magnéticas da Liga Fe-3%Si. ^{[31], [33]}

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO Fe-3%Si					
	Densidade (Kg/m ³)	B _m (T)	Br (T)	μ _r	H _c (A/m)
FORJADO					
ASM Handbook (aço 3%Si)	7650			8000	56
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
Lall & Baum: H=1990 A/m 1260°C, Amônia dissociada 45 mim.	6800	1.17	0.94	2900	104
	7000	1.31	1.09	3700	92
	7200	1.39	1.18	4900	80
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo	7200	1.28	1.17	7000	64
Moyer and Ryan H=1194 A/m 1232°C, Vácuo	7200	1.35	1.21	7500	72
	7400	1.23	0.75	7000	48
Mossner 1121°C 1288°C	6700	0.99	0.68	1750	143
	7400	1.19	0.91	4050	72
INJETADO					
Baum 1371°C, Amônia dissociada 1371°C, Amônia dissociada	7550	1.45	1.07		57
	7550	1.50	1.21		51
Lall & Baum 1232°C	7540	1.44	0.62		60
Mossner		1.48	0.88		62
		1.46	1.10		56
Achikita, Otsuka, Omori Kazama and Katoh 1300°C, 2h	7500	1.4		6000	80

A figura 2.16 mostra a relação entre propriedades magnéticas, densidade e temperatura de sinterização da liga Fe-3%Si.

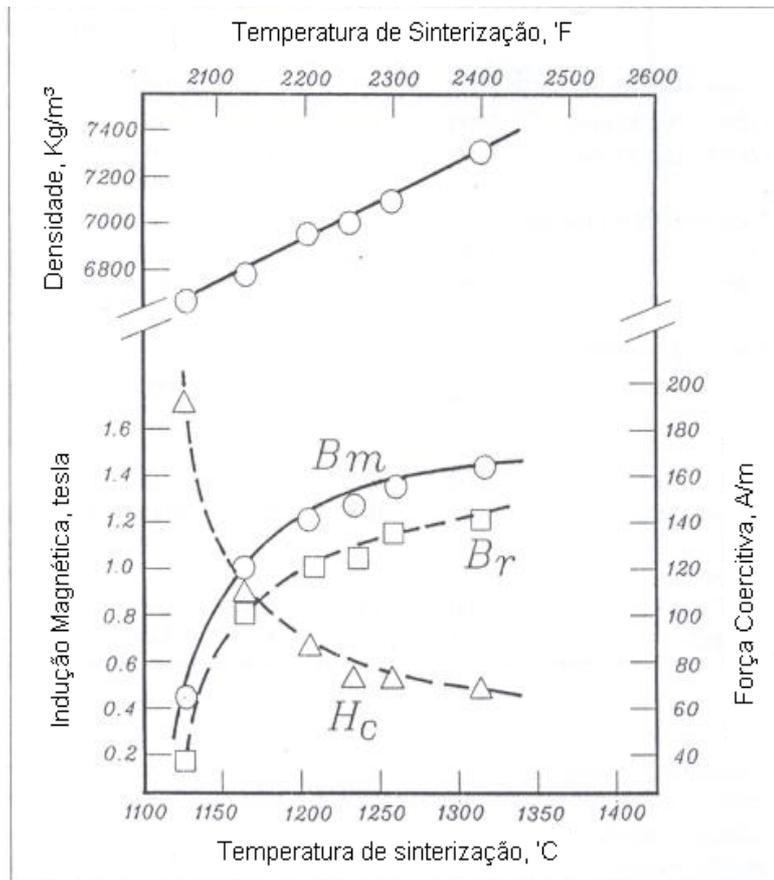


Figura 2.16 Relação das propriedades magnéticas da liga Fe-3%Si com a temperatura de sinterização. [31]

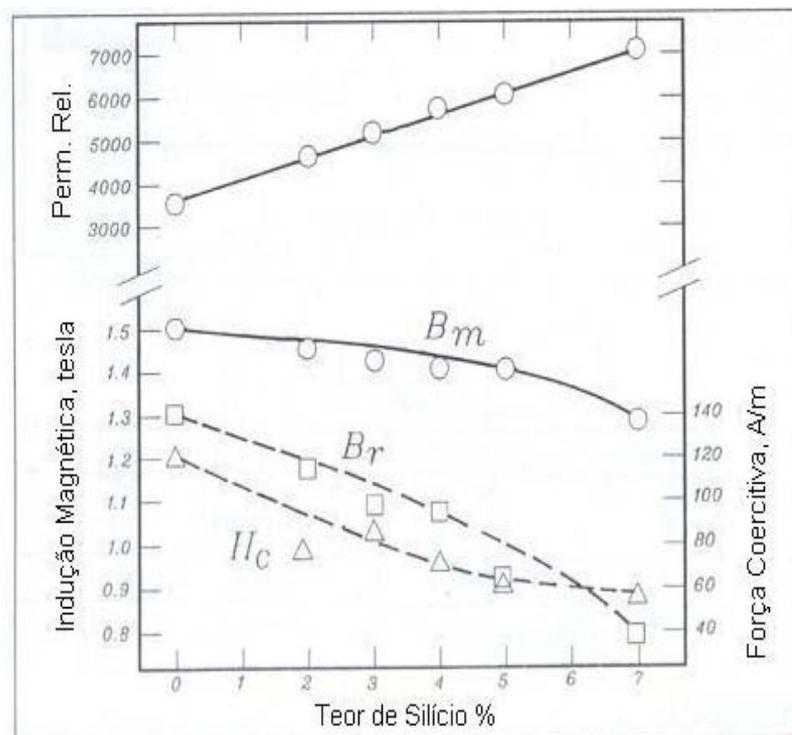


Figura 2.17 Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-Si com o teor de silício na liga. [31]

A figura 2.17 mostra as propriedades magnéticas da liga Fe-Si relacionadas com o teor de silício na liga.

2.4.3.4 Ferro Níquel

O níquel tem como principal função aumentar a permeabilidade magnética nos materiais magnéticos macios. Na liga Fe-Ni ele é encontrado geralmente em quantidades entre 25 e 80% .

A tabela 2.8 mostra as propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni, relacionadas com diferentes parâmetros de fabricação.

Tabela 2.8 Propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni. ^[31]

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO Fe-50%Ni					
	Densidade	Bm	Br	μ_r	Hc
	(Kg/m ³)	(T)	(T)		(A/m)
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
Lall & Baum: H=1990 A/m 1260°C, Amônia dissociada 45 mim.	6800	0.93	0.71		20.7
	7100	1.09	0.80		19.9
	7500	1.27	0.94	21000	19.1
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo	7400	1.08	0.86	10600	23.9
Moyer and Ryan H=1194 A/m 1246°C, Vácuo 2h 1246°C, Vácuo 2h	7300	1.12	0.70		23.9
	7500	1.23	0.75		23.9
Mossner 1121°C 1288°C	7100	1.15	0.85	11000	31.4
	7300	1.29	0.90	16000	23.9
INJETADO					
Baum 1371°C, Amônia dissociada	7660	1.27	0.46		16
Lall & Baum 1316°C	7660	1.27	0.42		16
Mossner		1.22	0.53		16
		1.04	0.64		19

A figura 2.18 mostra a relação entre propriedades magnéticas, densidade e temperatura de sinterização da liga Fe-50%Ni.

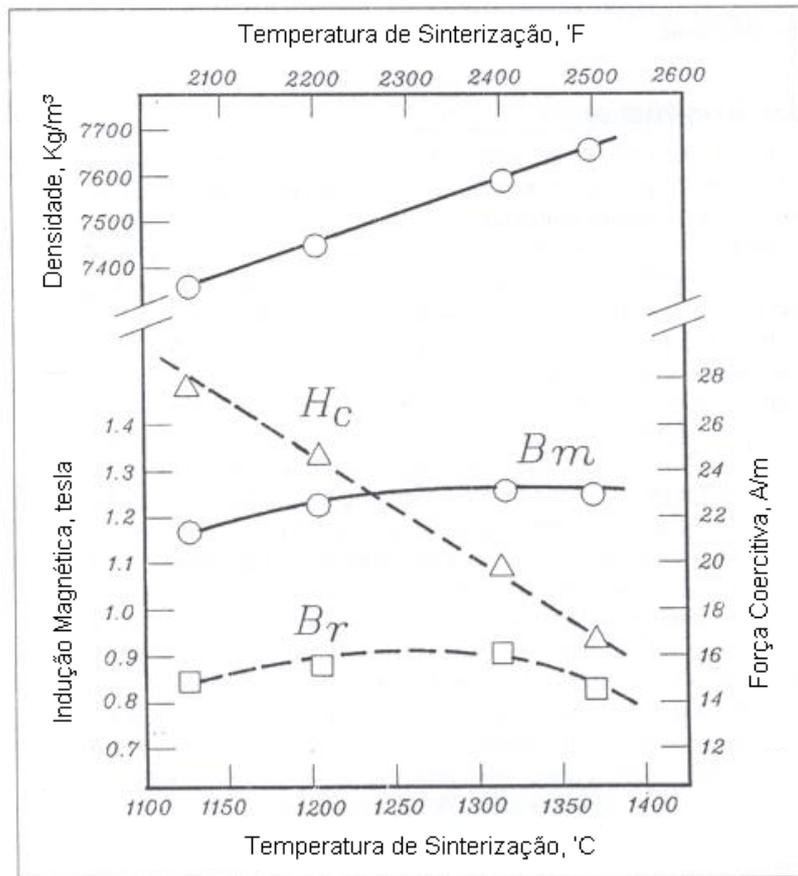


Figura 2.18 Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-50%Ni e a temperatura de sinterização. [31]

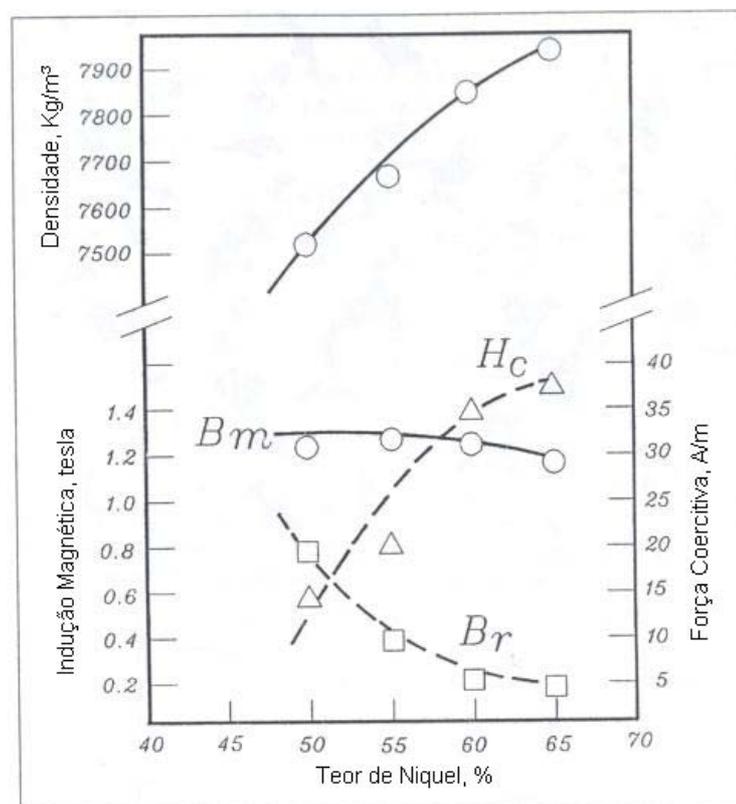


Figura 2.19 Relação entre propriedades magnéticas da liga Fe-Ni e o teor de níquel na liga. [31]

A figura 2.19 mostra as propriedades magnéticas da liga Fe-Ni relacionadas com o teor de níquel na liga.

2.4.3.5 Aços Inoxidáveis

Tabela 2.9 Propriedades magnéticas dos aços inoxidáveis. [31]

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO AÇO INOXIDÁVEL					
	Densidade	B _m	Br	μ _r	H _c
	(Kg/m ³)	(T)	(T)		(A/m)
FORJADO					
Carpenter Technology 430F H=796 A/m	7620	1.2	0.6	2000	159
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
410L					
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo 45 min.	7100	1.09	0.94	2200	169
430L					
McDermontt: H=1194 A/m 1121°C, H ₂ 30min.	6450	0.73	0.47	1000	182
	6670	0.79	0.51	1043	185
McDermontt: H=1194 A/m 1121°C, Amônia dissociada 30min.	5810	0.034	0.003	11	231
	6130	0.041	0.005	13	294
	6420	0.045	0.005	14	279
Moyer and Jones H=1194 A/m 1260°C, H ₂	7250	1.05	0.80	1900	159
Svilar and Ambs: H=1194 A/m 1121°C, vácuo+H ₂	6690	0.81	0.74	1200	207
1232°C, vácuo+H ₂	7110	0.98	0.89	1800	167
1121°C, vácuo+H ₂ +N ₂	6490	0.016	0.009		740
1232°C, vácuo+H ₂ +N ₂	6990	0.038	0.024		669
434L					
Lall : H=1990 A/m 1260°C, Vácuo 45 min.	7000	1.01	0.84	1700	159
McDermontt: H=1194 A/m 1288°C, H ₂ 30min.	6650	0.791	0.483	1165	151
1288°C, Amônia dissociada 30 min.	6430	0.728	0.463	1092	160
Moyer and Jones H=1194 A/m 1232°C, H ₂	7350	0.97	0.77	1600	143
Mossner 1288°C	7100	0.89	0.44	1275	119
INJETADO					
430L					
Baum 1371°C, Vácuo	7400	1.15	0.54		202
Mossner		0.85	0.22		119

Os aços inoxidáveis são usados como materiais magnéticos macios em meios corrosivos.

A tabela 2.9 mostra as propriedades magnéticas de alguns aços inoxidáveis, relacionadas com diferentes parâmetros de fabricação.

2.4.3.6 Outros exemplos

A tabela 2.10 mostra as propriedades de outras ligas magnéticas, tais como, Fe-Co, Fe-Ni-Mo.

Tabela 2.10 Propriedades magnéticas de outras ligas. [31], [34], [35], [36]

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE OUTRAS LIGAS					
	Densidade (Kg/m ³)	B _m (T)	Br (T)	mr	H _c (A/m)
METALURGIA DO PÓ					
COMPACTADO					
Fe-81%Ni-2%Mo: Permaloy					
Lall and Baum : H=1990 A/m					
1260°C, Amônia dissociada 45 min.	7800	0.72	0.48	77000	85
Fe-50%Co-2%V: Permendur					
Lall and Baum : H=1990 A/m					
1260°C, Amônia dissociada 45 min.	7200	1.24	0.73		175
	7400	1.47	1.29	4700	119
Takada: H=7958 A/m					
1200°C, H ₂ , 3h	8000	2.3		5700	96
16%Fe-79%Ni-5%Mo: Supermalloy					
		0.79		100000	0.16
Fe-4Si-0,45P					
1200°C, H ₂ , 1h		1,3		4000	65
1250°C, H ₂ , 1h		1,35		5000	55
1300°C, H ₂ , 1h		1,4		6000	50
INJETADO					
Fe-50%Co					
Yoshihiko and Tsutomu					
		2.05			180

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este trabalho visa produzir, através de uma rota alternativa (figura 3.1), ímãs de Fe-3%Si em massa pelo processo de injeção de pós metálicos e caracterizar suas propriedades magnéticas.



Figura 3.1 Fluxograma do procedimento experimental.

O processo começa com a moagem dos pós de ferro e ferro-silício em um moinho de bolas de alta energia (mecano síntese). Após, o pó é misturado com o ligante (binder) para formação da massa injetável (feedstock). O procedimento seguinte é a pelletização da massa injetável para injeção. O passo seguinte é a injeção. Logo após as peças verdes são submetidas à extração química e térmica, e o processo é finalizado com a sinterização.

3.1 Preparação da liga

A liga Fe-3%Si em massa foi preparada através da mistura e moagem, do pó de Fe puro e Fe-17%Si, em quantidades mostradas na tabela 3.1.

Tabela 3.1 Quantidade de cada pó para obtenção da liga Fe-3%Si

	%
Fe puro	78,5
Fe-17%Si	21,5

Os pós de Fe puro e Fe-17%Si foram fornecido pela empresa Rep-Minerals. As tabelas 3.2 e 3.3 mostram as principais características desses pós. As tabelas 3.4 e 3.5 mostram a distribuição granulométrica dos mesmos. Esses dados foram fornecidos pelo controle de qualidade da empresa fornecedora.

Tabela 3.2 Características do pó de ferro puro.

Ferro puro		
Fornecedor	Rep-Minerals	
Designação	Atomet 1001 HP	
Composição química	Quantidade	Unidade
Carbono	0,002	%
Oxigênio	0,04	%
Enxofre	0,005	%
Manganês	0,04	%
Densidade aparente	2,94	g/cm ³
Escoamento	26,2	S/50g
Pressão de Compactação	473	Psi
Resistência a verde	12,2	Psi

Tabela 3.3 Características do pó de Fe-17%Si

Fe-17%Si		
Fornecedor	Rep-Minerals	
Designação	SF-17	
Composição química	Quantidade	Unidade
Silício	17	%
Carbono	0,022	%
Enxofre	0,008	%
Ferro	Balanço	%
Densidade aparente	3	g/cm ³
Escoamento	22	S/50g

Tabela 3.4 Distribuição granulométrica do pó de ferro puro.

Mesh	%
+60	Traços
-60 +100	17,2
-100 +325	63,6
-325	19,2

Tabela 3.5 Distribuição granulométrica do pó da liga Fe-17%Si

Mesh	%
+325	3,20
-325	96,8

A mistura e moagem da liga foi realizada em um moinho de alta energia durante 08 horas à uma rotação de 900rpm. Para evitar a soldagem entre as partículas foi adicionado 1% em massa de ácido esteárico como lubrificante.

A figura 3.2 mostra o moinho de alta energia utilizado no trabalho.



Figura 3.2 Moinho de alta energia – LdTM - UFRGS.

3.2 Feedstock (Carga injetável)

Foram utilizados dois tipos de feedstock. Um composto por 20% de binder (ligante) e 80% de pó (Fe-3%Si sem tratamento térmico). O outro era composto de 17% de binder e 83% de pó (Fe-3%Si com tratamento térmico).

O binder foi composto de polímeros (Polimetilmetacrilato – PMMA, Etileno Vinil Acetado - EVA, Polipropileno – PP) e ceras (Cera de carnaúba – CW, Parafina – PW e Hostmont).

A tabela 3.6 mostra o ponto de degradação de cada um dos componentes do binder.

Tabela 3.6 Ponto de degradação dos componentes do binder.^{[37],[38],[39],[40],[41]}

CONSTITUINTES	TEMPERATURA DE DEGRADAÇÃO (°C)
PARAFINA	325
CARNAÚBA	428
EVA	484
PP	417
PMMA	313
HOSTAMONT EPK 583	380

A tabela 3.7 mostra as quantidades, em percentagem, de cada componente na composição dos dois feedstock utilizados.

Tabela 3.7 Feedstock utilizado.

	% feedstock 8020	% feedstock 8317
PARAFINA	2,48	2,11
EVA	5,62	4,78
PP	2,88	2,44
CW	1,65	1,40
PMMA	1,87	1,59
HOSTAMONT EPK 583	5,50	4,68
PÓ	80,00	83,00
TOTAL	100,00	100,00

A figura 3.3 mostra uma amostra dos componentes utilizados na composição do feedstock.



Figura 3.3 Matéria prima utilizada para fabricação do feedstock.

Para formação do feedstock, o binder e o pó foram misturados em um misturado de dupla pás durante 5 horas a uma temperatura de 160°C.

A figura 3.4 mostra o misturado utilizado para fazer a mistura.



Figura 3.4 Misturador tipo dupla pás – LdTM – UFRGS.

Após a mistura o feedstock foi pelletizado para posterior injeção. A figura 3.5 mostra o pelletizador utilizado.



Figura 3.5 – Pelotizador SEIBT – LdTM – UFRGS.

3.3 Injeção

Os corpos de prova injetados são em formato de anel, conforme a norma ASTM 773. A figura 3.6 mostra a matriz utilizada no trabalho.



Figura 3.6 Matriz utilizada para conformação dos corpos de prova.

A injeção foi feita em uma injetora ARBURG-220-S (figura 3.7). Para o feedstock 8020 a temperatura de injeção foi 170°C e a pressão de injeção foi de 1200 Bar. Para o feedstock 8317 a temperatura de injeção foi 180°C e a pressão de injeção foi 1300 Bar.



Figura 3.7 – Máquina injetora marca Arburg, modelo 220S – LdTM - UFRGS.

3.4 Debinding (Extração)

Para retirar o binder (ceras + polímeros) utilizado de maneira lenta e gradual, foram realizados dois processos de extrações, um químico e um térmico. O processo de extração química foi realizado com o solvente hexano com o objetivo de retirar as ceras (cera de caranaúba, parafina e parte do EVA). Neste processo os corpos de prova foram submersos no

hexano a uma temperatura de 60°C , controlada por termômetro, durante 6 horas. A figura 3.8 mostra um corpo de prova sofrendo o processo de extração química.

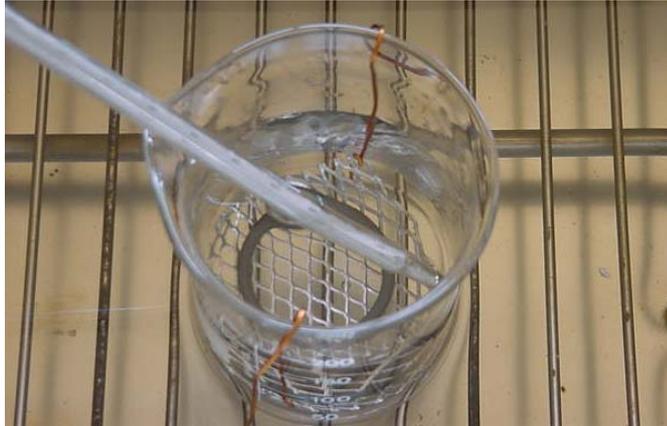


Figura 3.8 – Corpo de prova submetido à extração térmica.

Para realização da extração térmica, foi desenvolvida uma curva de aquecimento baseada nas temperaturas de degradação dos componentes a serem extraídos (polipropileno, EVA, PMMA e hostmont). Cada patamar tem o objetivo de retirar a totalidade do polímero ou cera que se degrade naquela temperatura. A taxa de aquecimento foi de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. A figura 3.9 mostra o procedimento empregado para a extração térmica.

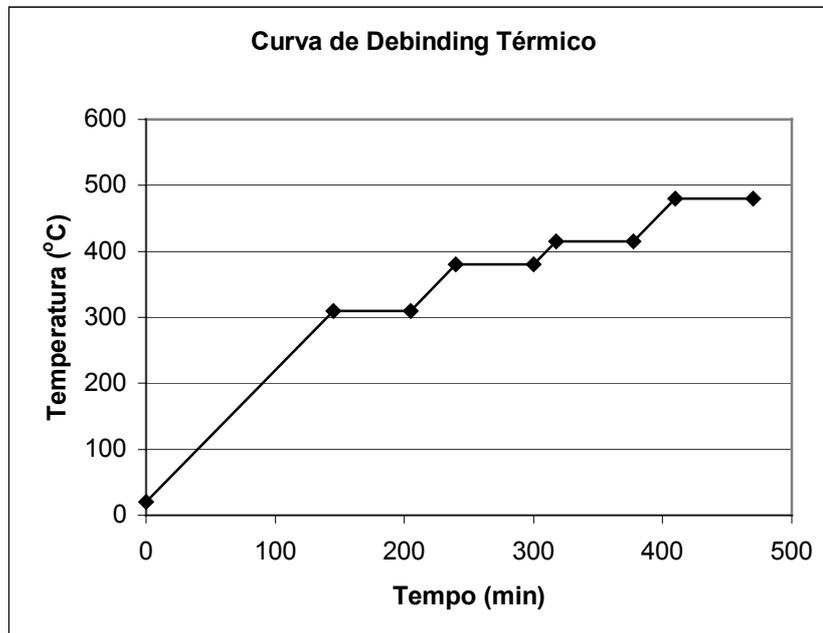


Figura 3.9 – Curva de debinding térmico.

Na extração térmica foi utilizado um forno tubular (figura 3.10). Foi utilizada também uma atmosfera protetora composta de gás marrom.



Figura 3.10 – Forno tubular – LdTM – UFRGS.

3.5 Sinterização

Após a extração do binder os corpos de prova passaram para a etapa de sinterização. Foram estabelecidas duas curvas para a realização desta etapa. O procedimento 1 (figura 3.11) mostra que a sinterização foi realizada a uma temperatura de 1260°C , durante 2 horas, com uma taxa de aquecimento de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. O resfriamento foi controlado entre as temperaturas de 1260°C e 800°C , com uma taxa de resfriamento de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Após o forno foi desligado e as peças resfriadas dentro do forno.

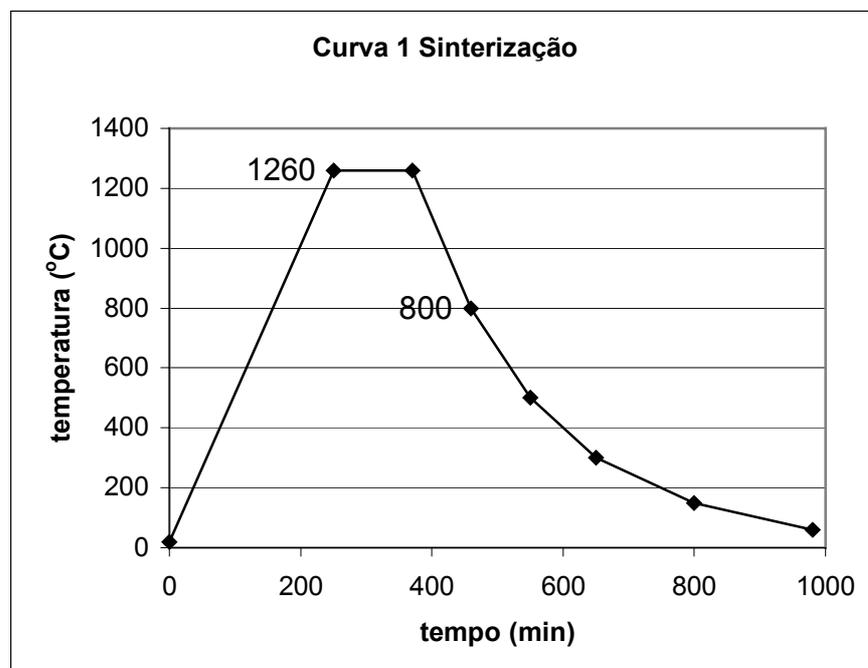


Figura 3.11 – Curva 1 de sinterização.

A curva 2 (figura 3.12) mostra que a sinterização foi realizada a uma temperatura de 1280°C, durante 2 horas, com uma taxa de aquecimento de 5°C/min. O resfriamento foi controlado entre as temperaturas de 1280°C e 800°C, com uma taxa de resfriamento de 5°C/min.

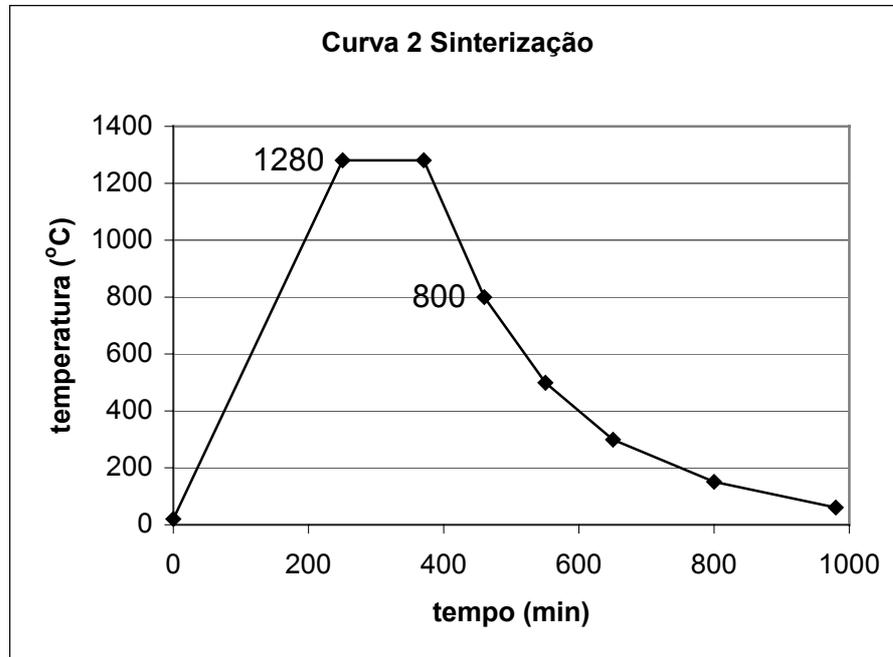


Figura 3.12 – Curva 2 de sinterização.

Durante o processo de sinterização foi utilizado o mesmo forno usado na extração térmica e uma atmosfera protetora composta de gás marrom.

3.6 Ensaio magnéticos

Os corpos de prova foram submetidos a ensaios magnéticos (Anel de Roland). Para a realização deste ensaio os corpos de prova sofreram um enrolamento primário e um secundário, com fio de cobre.

A tabela 3.8 mostra as características dos corpos de prova que foram submetido ao ensaio magnético.

Tabela 3.8 Características dos corpos de provas para ensaio magnético.

Peça	Diâmetro Interno (mm)	Diâmetro Externo (mm)	Espessura (mm)	Primário (voltas)	Secundário (voltas)	Densidade (g/cm ³)
X	25,3	30,7	2,7	122	97	7,28
XXIII	25,8	31,3	2,75	127	106	6,78
22	26,5	32,2	2,85	139	127	6,4

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Preparação da liga

Durante o processo de moagem foram recolhidas amostras do pó. Essas amostras foram observadas no microscópio eletrônico de varredura e submetidas a um ensaio de granulometria a laser.

O ensaio de granulometria mostrou a evolução do tamanho de partículas com o aumento das horas de moagem. A figura 4.1 mostra o tamanho médio das partículas com seus respectivos tempos de moagem.

Todas as distribuições granulométricas estão em anexo.

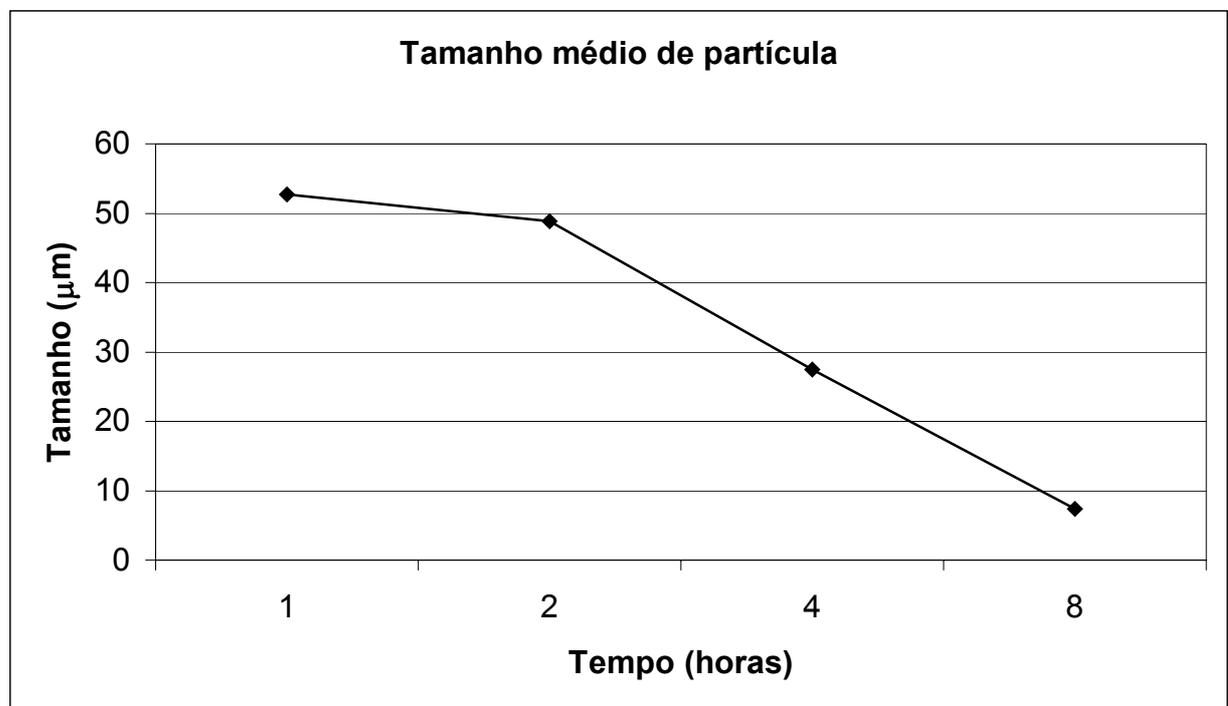


Figura 4.1 – Tamanho médio de partícula.

Através do microscópio eletrônico de varredura foi possível comparar qualitativamente os resultados do ensaio de tamanho de partícula e o formato das partículas de pó após a moagem.

As figuras 4.2, 4.3, 4.4 e 4.5 mostram as fotos das amostras submetidas a 1, 2, 4 e 8 horas de moagem respectivamente. Todas as fotos têm um aumento de 500 vezes.

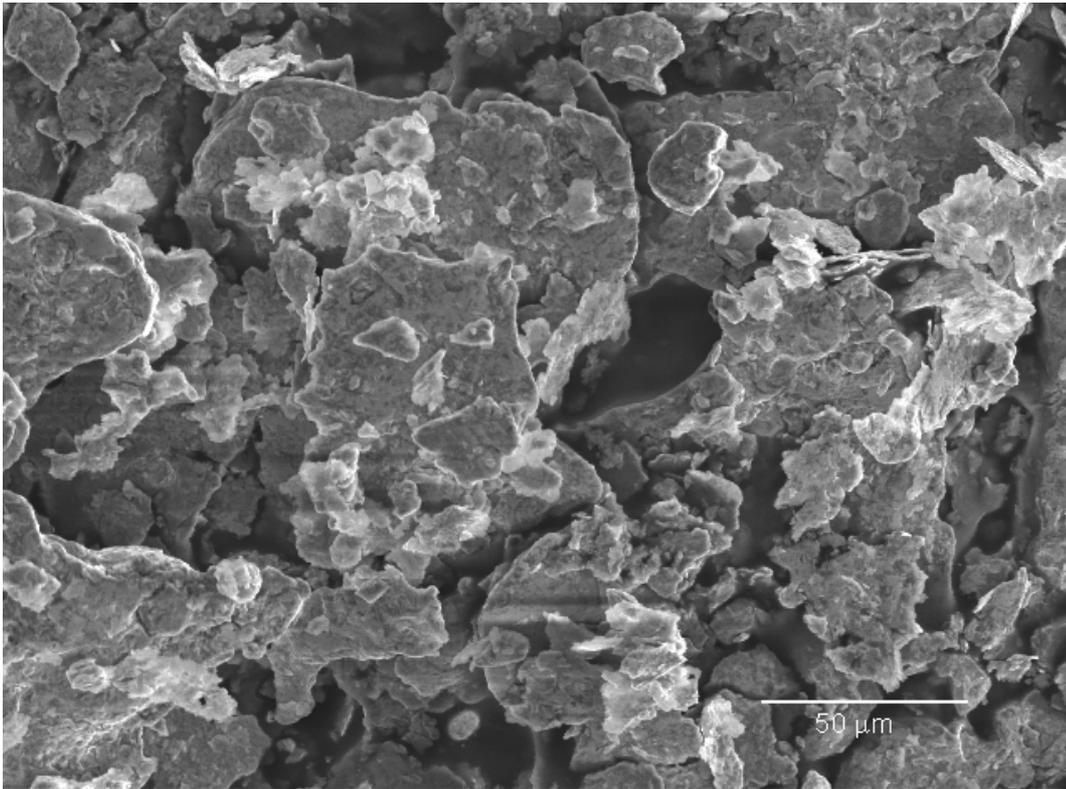


Figura 4.2 Foto do pó após 1 hora de moagem 500x.

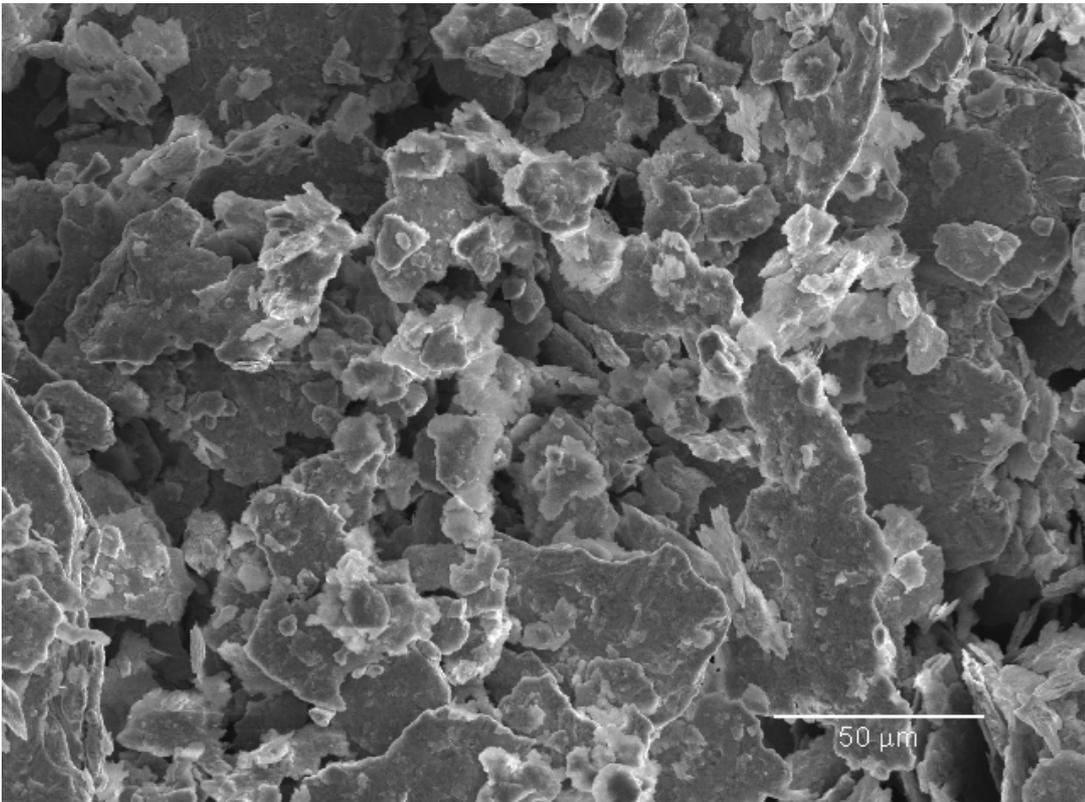


Figura 4.3 Foto do pó após 2 horas de moagem 500x.

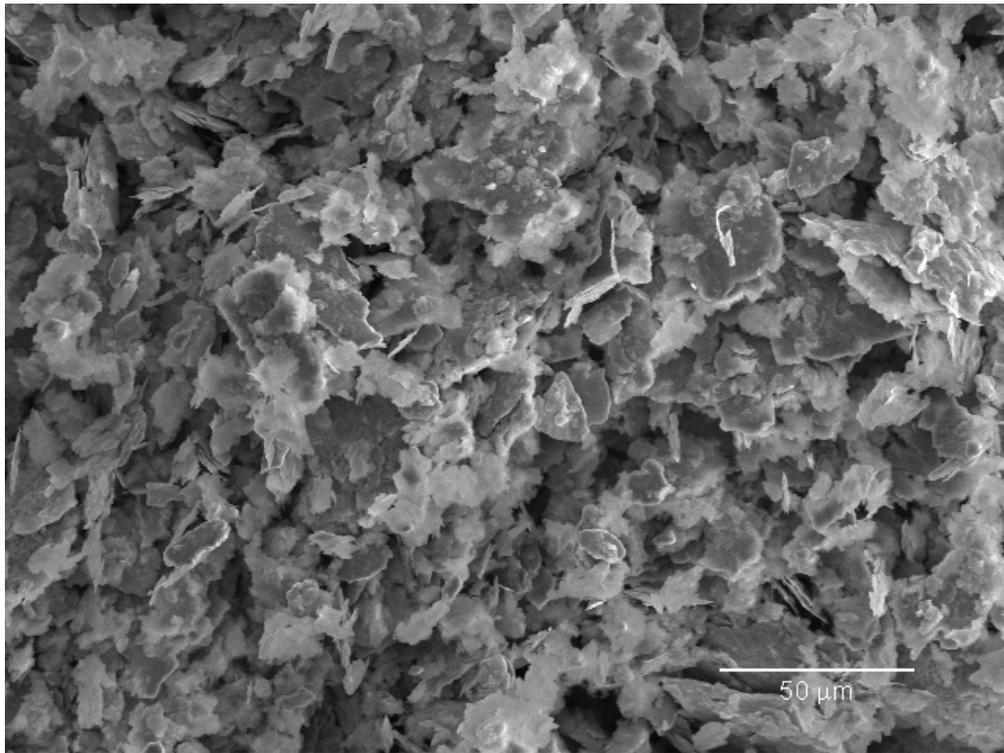


Figura 4.4 Foto do pó após 4 horas de moagem 500x.

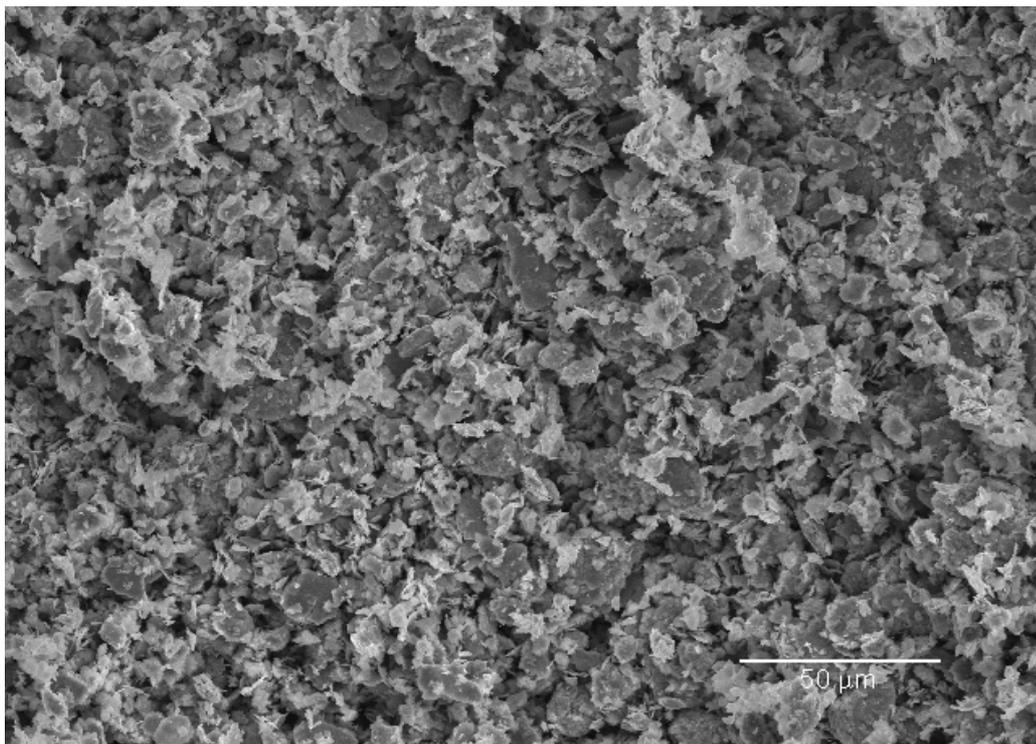


Figura 4.5 Foto do pó após 8 horas de moagem 500x.

Para melhor visualização do tamanho de partícula do pó com 8 horas de moagem, foram feitas duas fotos com aumento de 1000 e 2000 vezes, conforme as figuras 4.6 e 4.7 respectivamente.

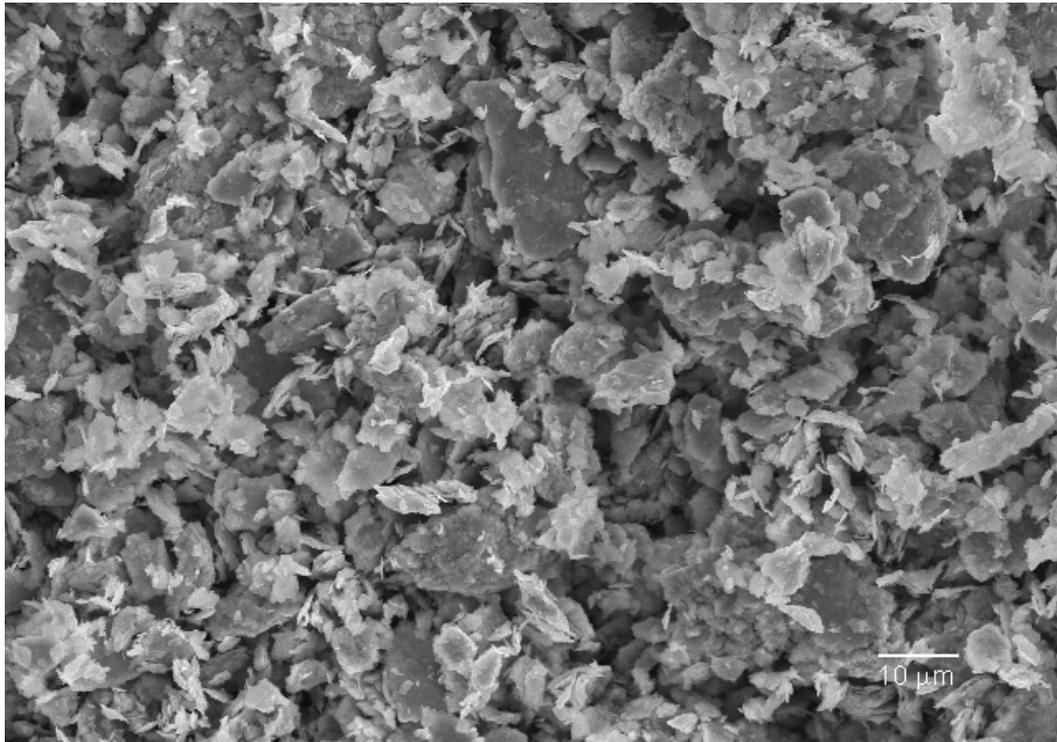


Figura 4.6 Foto do pó após 8 horas de moagem 1000x.

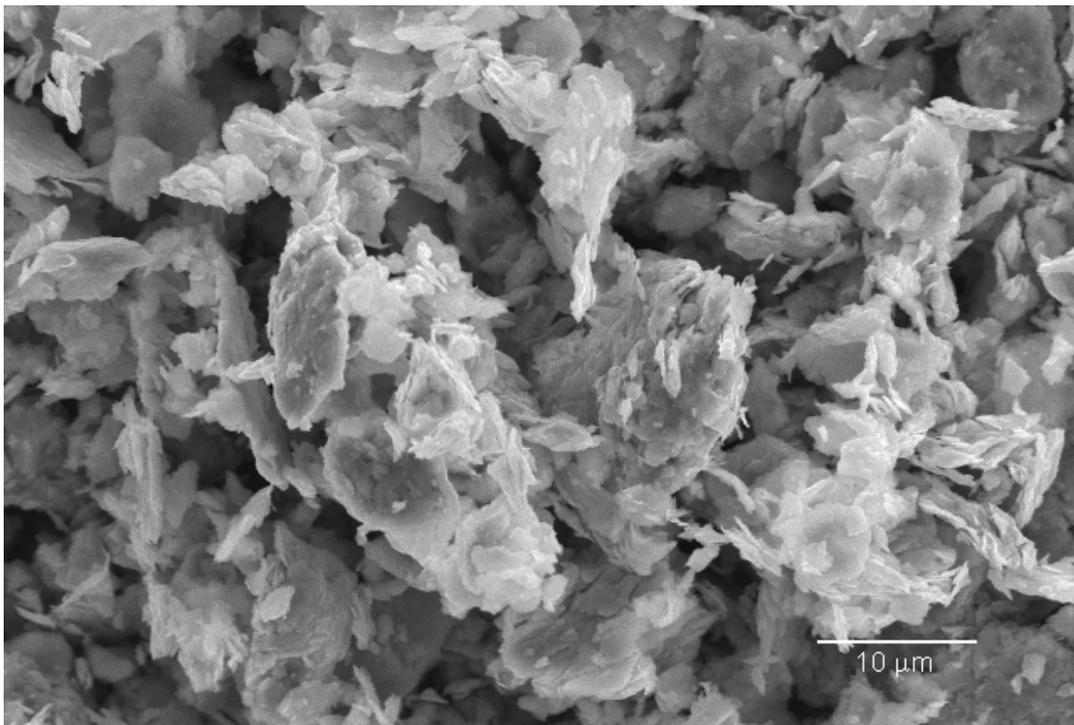


Figura 4.7 Foto do pó após 8 horas de moagem 2000x.

Nota-se pelas fotos da microestrutura que o tamanho de partícula do pó analisado é semelhante ao do teste de granulometria a laser.

4.2 Injeção

A carga injetável teve uma boa homogeneização após a mistura que foi submetida. Através do processo de pelletização conseguiram-se pellets de tamanho uniformes. A figura 4.8 mostra a carga injetável pelletizada.



Figura 4.8 Carga injetável pelletizada.

Através da injeção conseguiram-se conformar as peças verde em formato de anel com diâmetro interno entorno de 35 mm e diâmetro externo entorno de 42 mm. A figura 4.9 é a foto de uma peça verde.



Figura 4.9 Corpo de prova verde.

Durante a injeção das peças surgiram alguns problemas, tais como, dificuldade de enchimento da matriz e vazios no interior das peças.

A dificuldade de enchimento da matriz foi resolvido com um aumento na pressão de injeção e no volume de feedstock injetado.

Os vazios que surgiram no interior dos corpos de prova foram minimizados com a abertura de um pequeno canal para retirada do ar. A figura 4.10 mostra uma peça com este problema de injeção.



Figura 4.10 Defeito de injeção.

4.3 Debinding

Durante o debinding químico a cera de carnaúba, a parafina e parte do EVA são extraídos das peças por serem solúveis no hexano. As figuras 4.11 e 4.12 mostram a evolução da extração desses compostos, em relação ao tempo.

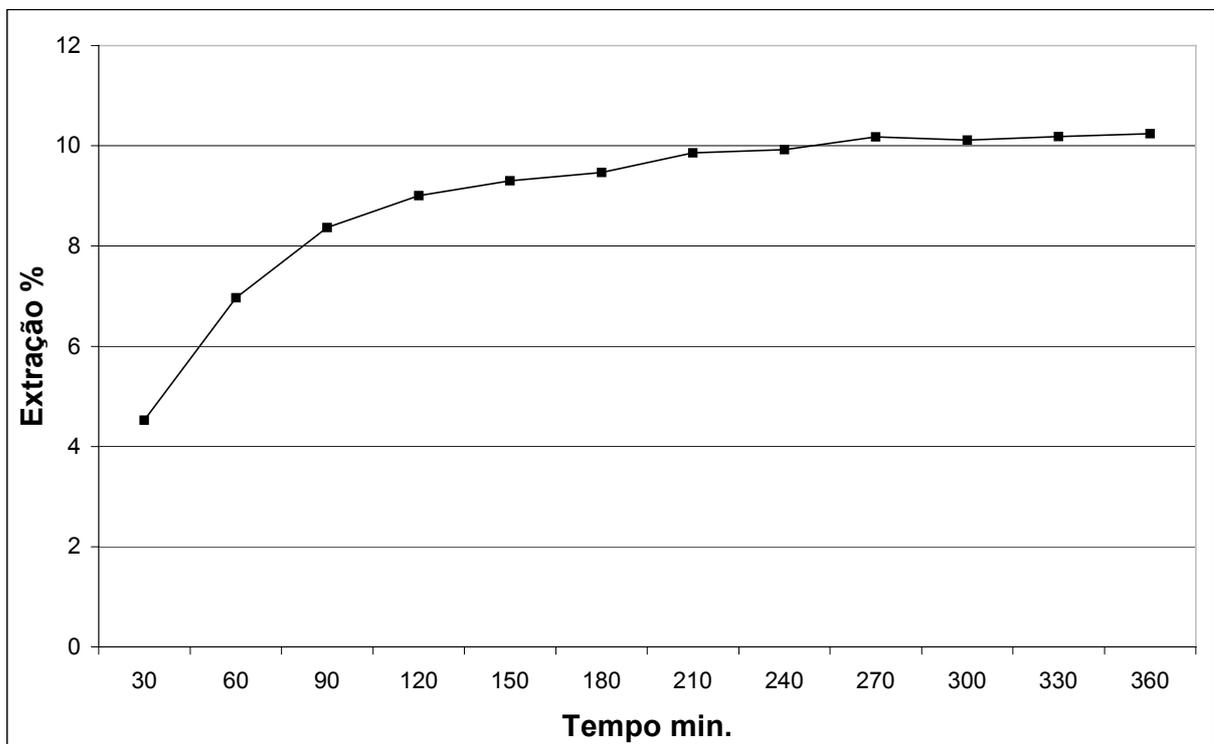


Figura 4.11 Extração química das amostra do feedstock 8020.

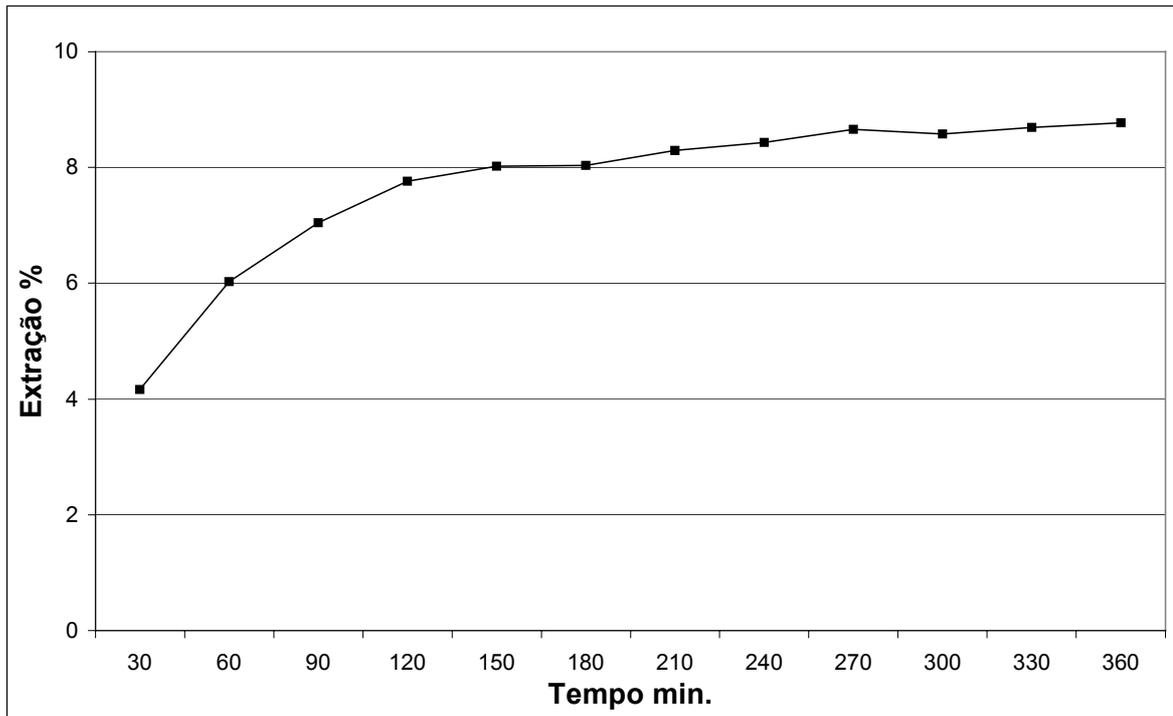


Figura 4.12 Extração química das amostras do feedstock 8317.

As figuras 4.11 e 4.12 mostram que a partir de 3 horas (180 minutos) a extração começa a se dar de uma maneira mais lenta. A partir de 3,5 horas (210 minutos) a extração evolui muito pouco.

Durante a elaboração da melhor curva para a extração térmica, alguns corpos de prova sofreram deformações. O aquecimento muito rápido e patamares muito curtos de extração provocaram estes defeitos mostrados nas figuras 4.13 e 4.14.



Figura 4.13 Formação de deformidades durante a extração térmica.



Figura 4.14 Formação de bolhas durante a extração térmica.

Estes problemas foram solucionados com a formação da curva final apresentada na figura 3.8. O aquecimento foi feito de maneira mais lenta e os patamares foram aumentados.

4.4 Sinterização

Através da sinterização conseguiram-se as peças no formato final. As fotos 4.15 e 4.16 mostram a microestrutura de uma peça feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280°C , com um aumento de 100 e 200 vezes respectivamente.

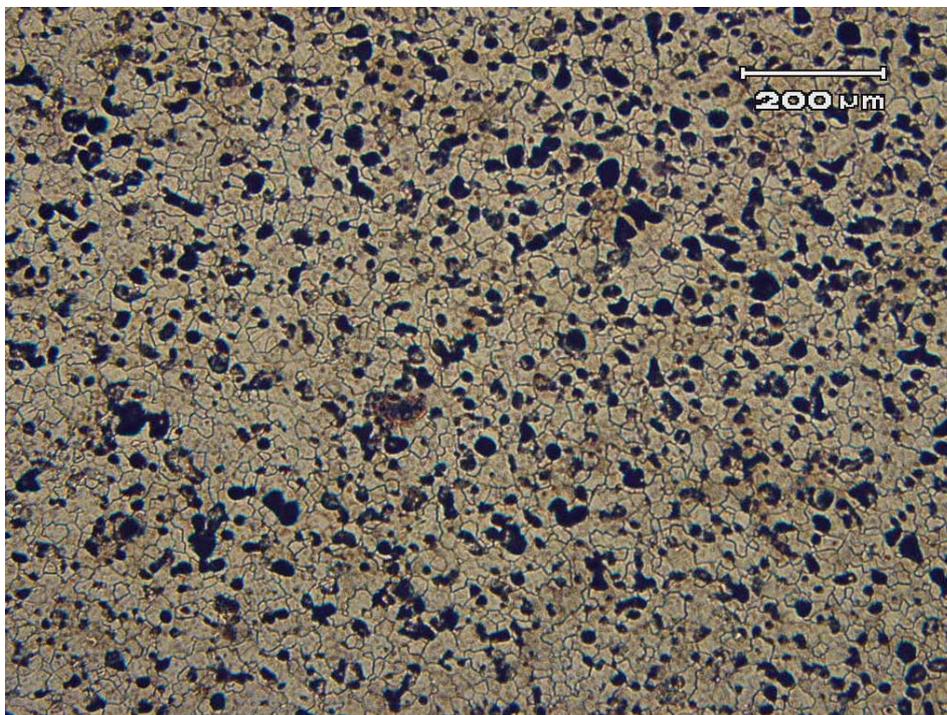


Figura 4.15 Peça 02 feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280°C (100X).

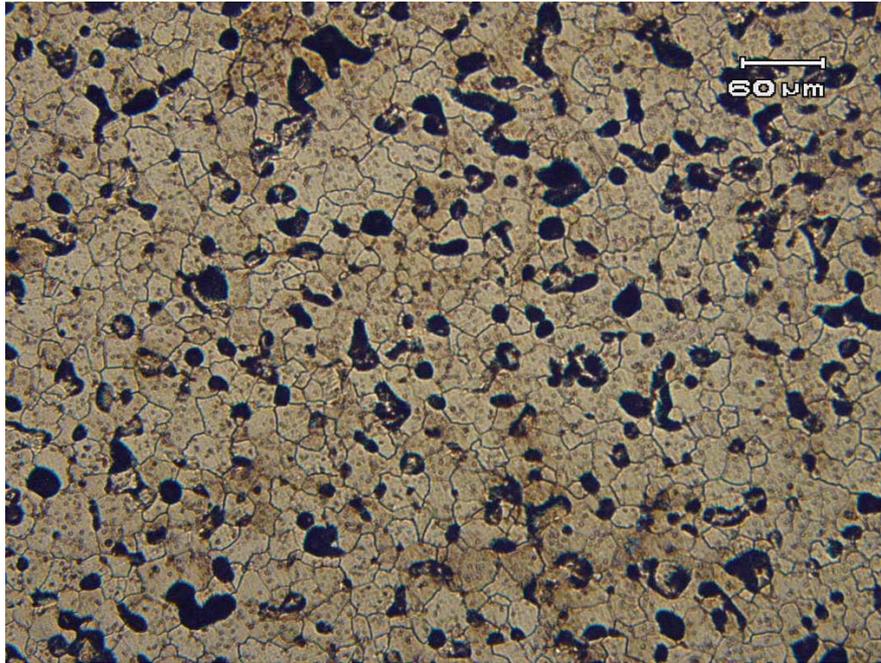


Figura 4.16 Peça 02 feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280⁰C (200X).

As figuras 4.15 e 4.16 mostram que a peça 02 contém muitos poros. Isso deve-se ao feedstock usado, que contém uma percentagem alta de binder o que deixa as partículas de pó muito afastadas dificultando a sinterização.

As figura 4.17 e 4.18 mostram a microestrutura de uma peça feita com o feedstock 8317 sinterizada a 1260⁰C, com um aumento de 100 e 200 vezes respectivamente.

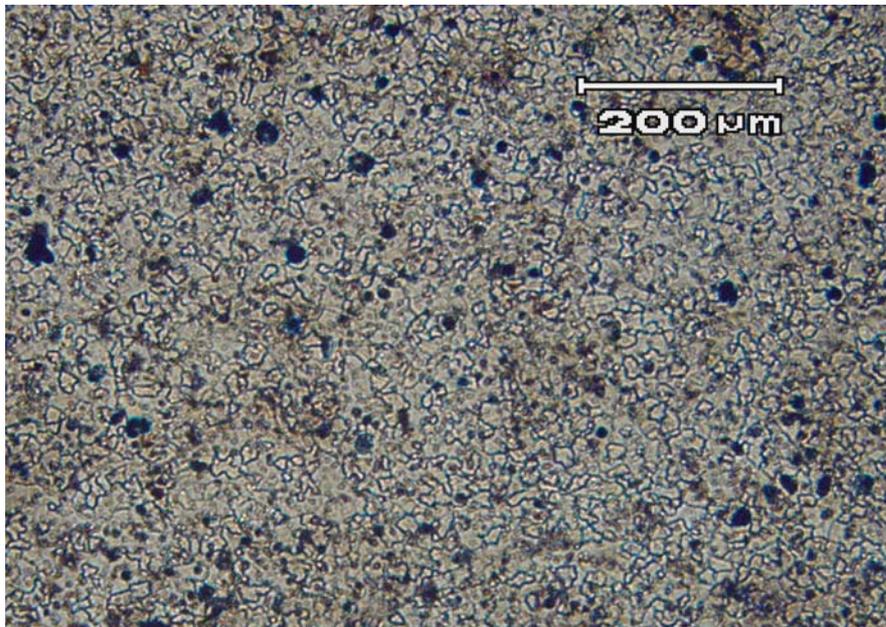


Figura 4.17 Peça XXIV feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1260⁰C (100X).

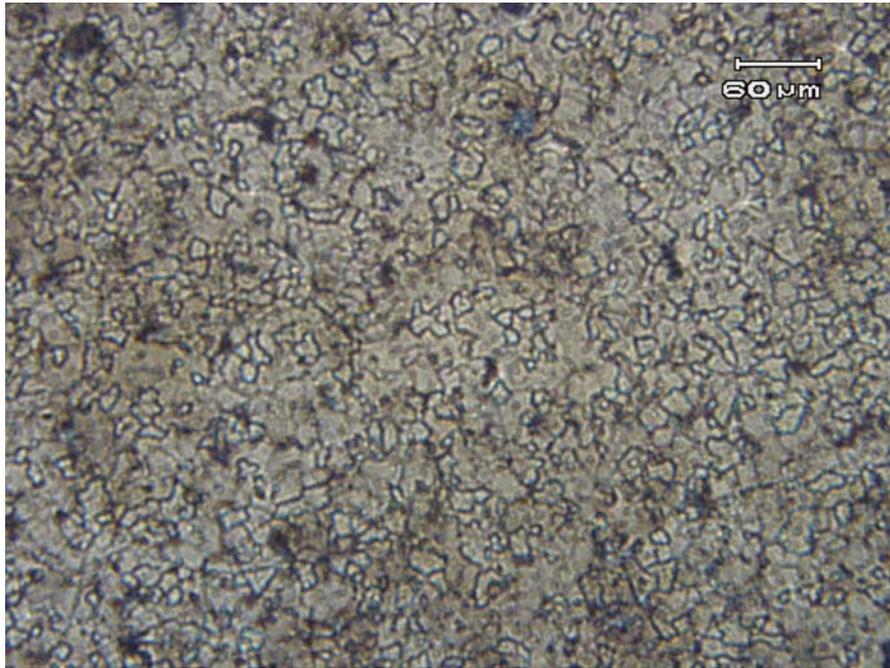


Figura 4.18 Peça XXIV feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1260⁰C (200X).

As figuras 4.17 e 4.18 mostram qualitativamente que a peça XXIV feita com o feedstock 8317, mesmo sendo sinterizada a 1260⁰C, contém menos poros que a peça 02 feita com o feedstock 8020 e sinterizada a 1280⁰C. Isto demonstra que com a diminuição do percentual de binder no feedstock a quantidade de poros tende a diminuir.

As figura 4.19 e 4.20 mostram a microestrutura de uma peça feita com o feedstock 8317 sinterizada a 1280⁰C, com um aumento de 100 e 200 vezes respectivamente.

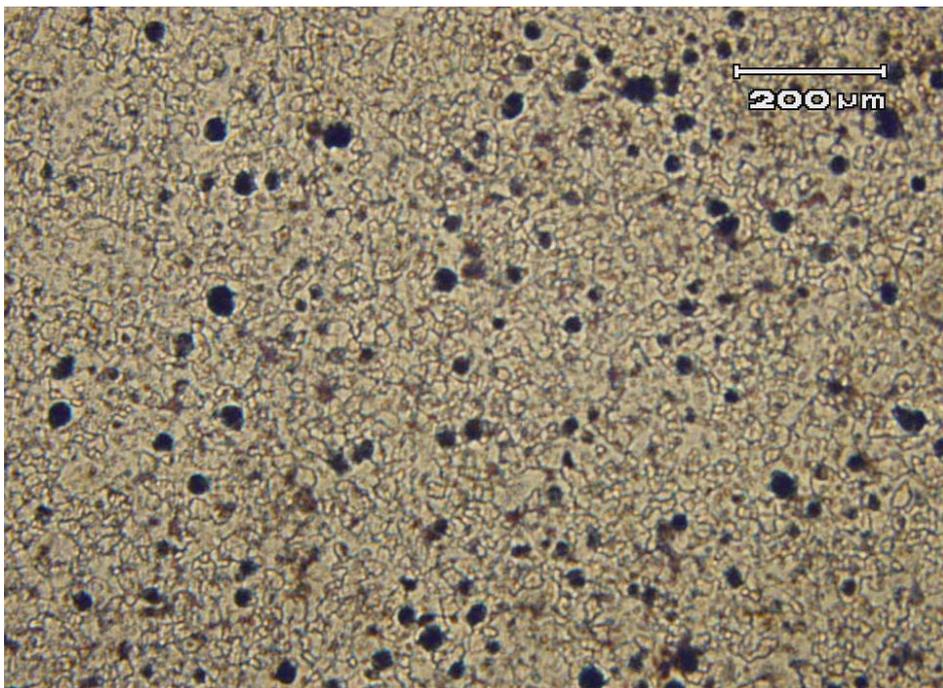


Figura 4.19 Peça XII feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1280⁰C (100X).

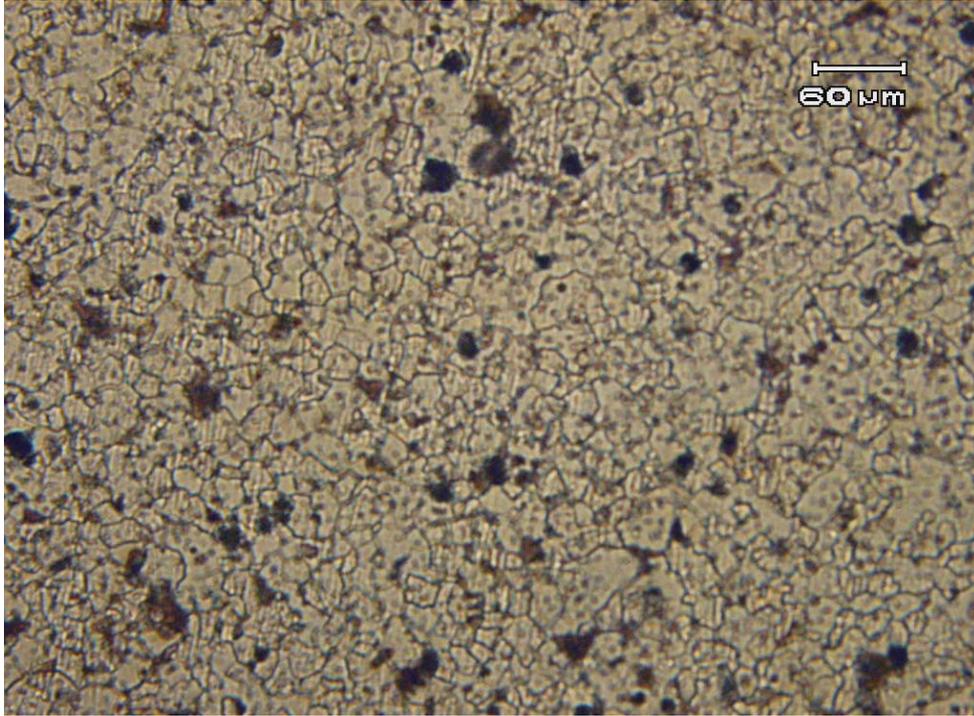


Figura 4.20 Peça XII feita com o feedstock 8317 e sinterizada a 1280⁰C (200X).

As figuras 4.19 e 4.20 mostram uma peça com poros com um formato arredondado e em pequena quantidade, o que demonstra uma boa sinterização.

4.5 Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas estão demonstradas nas figuras 4.21, 4.22 e 4.23.

A figura 4.21 mostra a curva de histerese da amostra 22 que tem densidade de 6.40 g/cm³. Nota-se que a indução magnética máxima ficou em torno de 0.45 T. Essa baixa indução magnética é devida à baixa densidade da amostra.

A figura 4.22 mostra a curva de histerese da amostra XXIII que tem densidade de 6,78 g/cm³. Nota-se que com o aumento da densidade aumentou também a indução máxima que ficou em torno dos 0.8 T.

A figura 4.23 mostra a curva de histerese da amostra X que tem densidade de 7,28 g/cm³. Nota-se que a indução magnética ficou em torno de 0.9 T.

As propriedades magnéticas das amostras 22, XXIII e X ficaram um pouco inferiores a aquelas encontradas na literatura. As prováveis causas dessas diferenças são o pequeno tamanho de grão e as impurezas inerentes ao processo de Mecano Síntese.

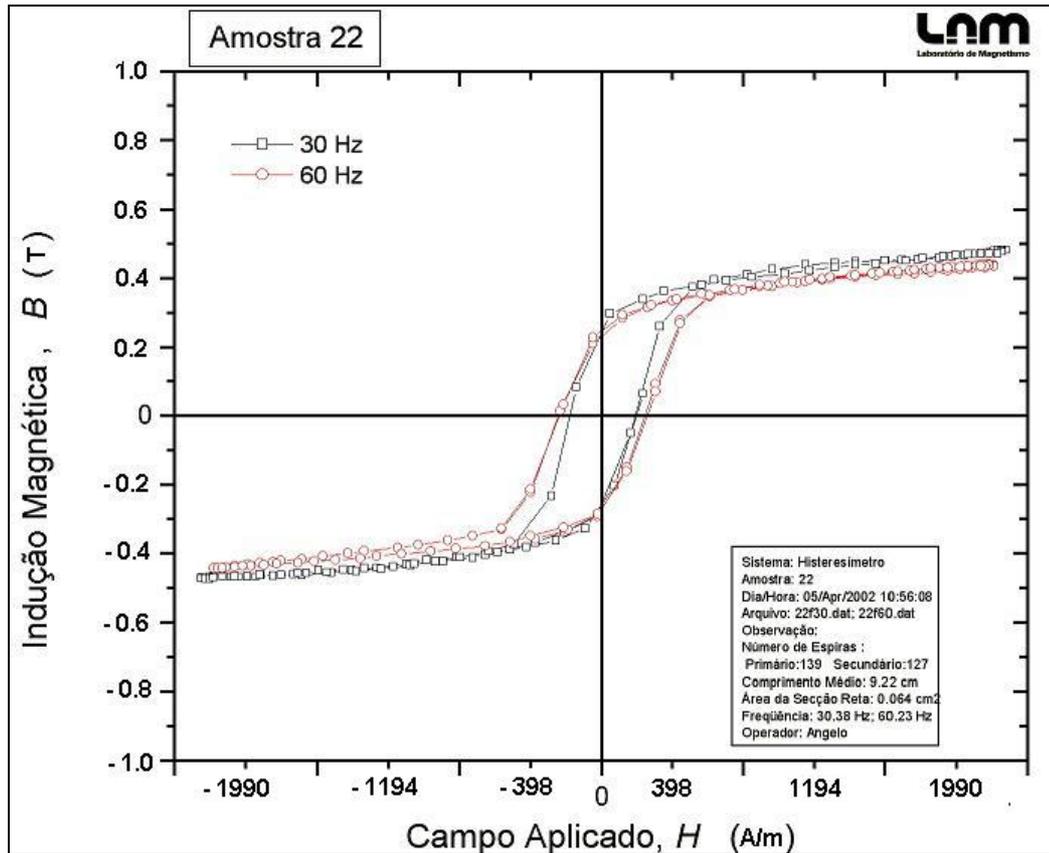


Figura 4.21 Curva de histerese da amostra 22.

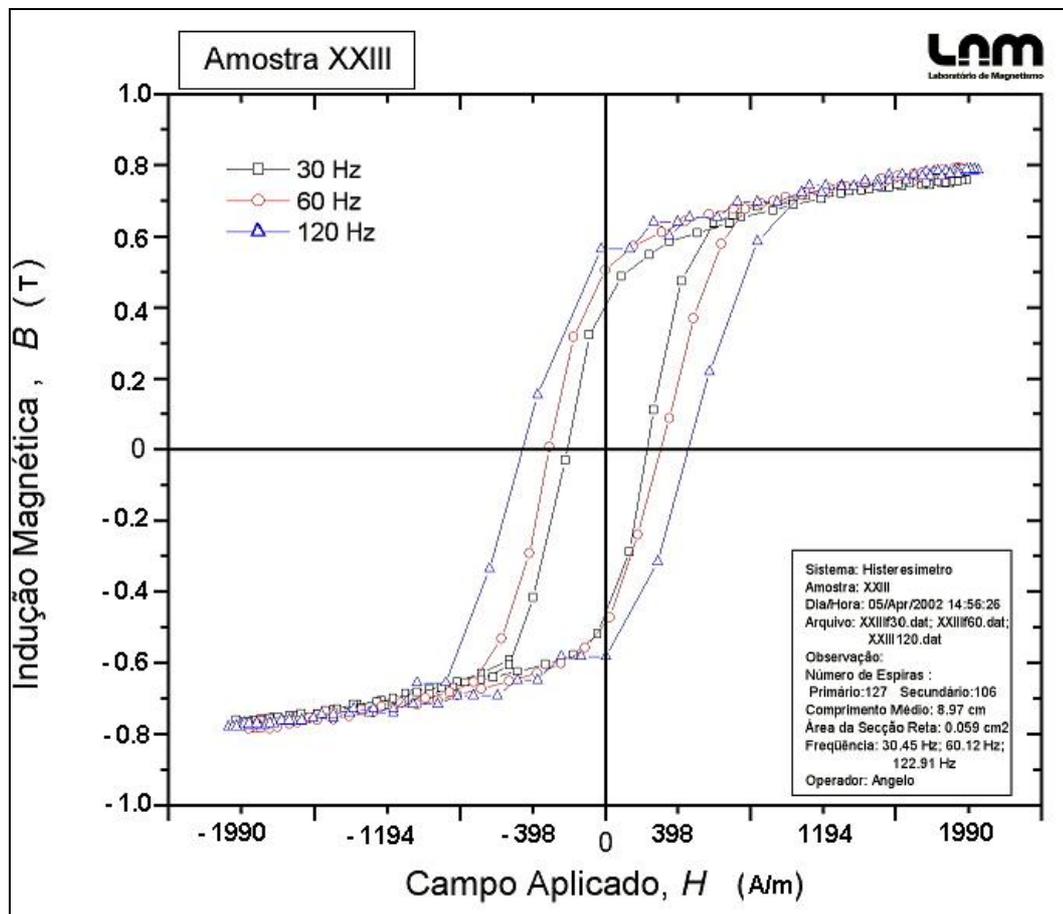


Figura 4.22 Curva de histerese da amostra XXIII.

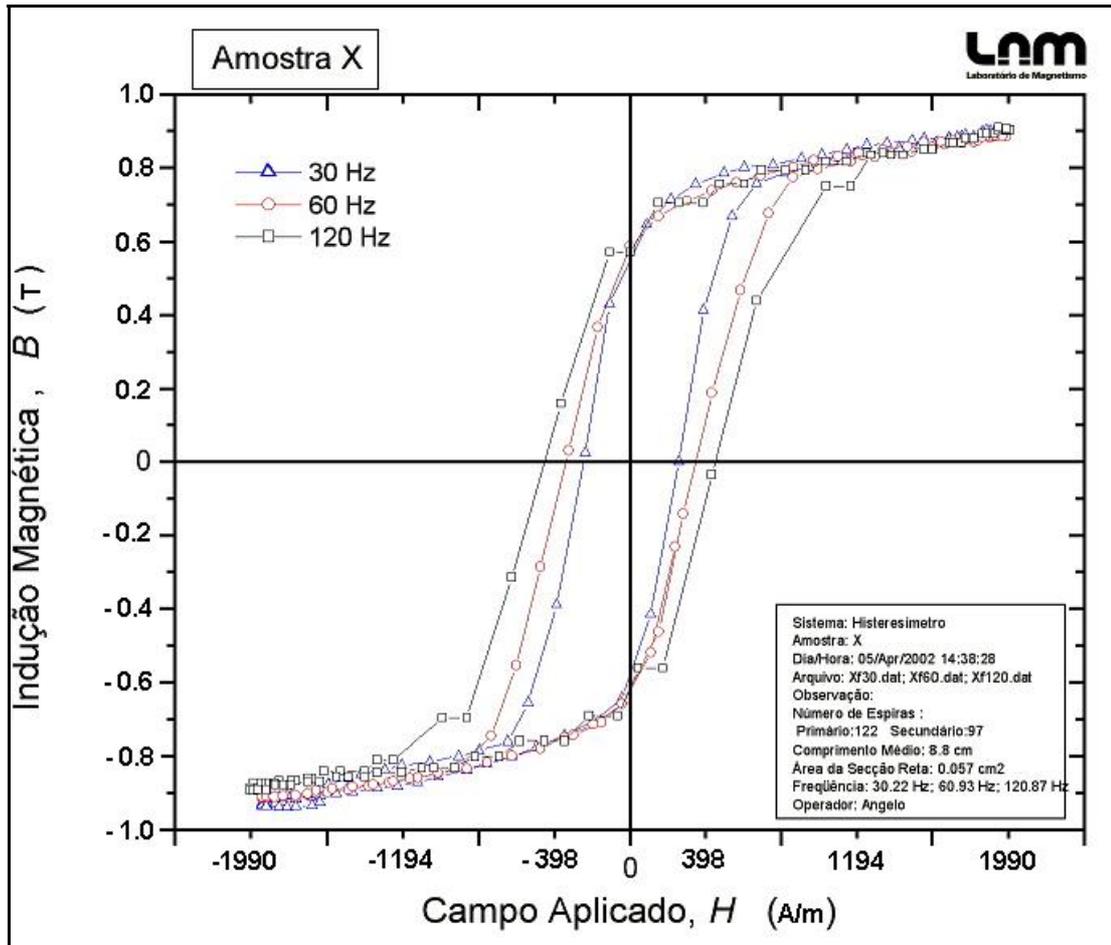


Figura 4.23 Curva de histerese da amostra X.

5. ANÁLISE DOS RESULTADOS

5.1 Tamanho Médio de Partículas

A tabela 5.1 mostra a variação do tamanho de partícula durante o processo de Mecano Síntese

Tabela 5.1 Variação do tamanho médio de partícula.

TAMANHO MÉDIO DE PARTÍCULA	
Tempo (horas)	Tamanho (μm)
01	52,7
02	48,88
04	27,43
08	7,33

Nota-se pela tabela 5.1 que o tamanho de partícula diminui com o aumento de horas de moagem.

5.2 Contração

Durante o processo de sinterização as peças sofrem uma contração dimensional, devido ao fechamento dos poros. A figura 5.1 mostra uma foto que compara uma peça verde e uma sinterizada.



Figura 5.1 Comparação entre a peça verde e a sinterizada.

Através da medição da espessura de alguns corpos de prova conseguiu-se medir a contração. As tabelas 5.2 e 5.3 mostram a contração dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a uma temperatura de 1260°C e 1280°C , respectivamente. As tabelas 5.4 e 5.5 mostram a contração dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a uma temperatura de 1260°C e 1280°C , respectivamente.

Tabela 5.2 Contração dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1260^oC.

CONTRAÇÃO FEEDSTOCK 80/20 1260 ^o C			
Peça	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Contração (%)
4	3,7	2,85	22,97
5	3,7	2,85	22,97
6	3,7	2,8	24,32
21	3,7	2,8	24,32
22	3,7	2,85	22,97
média	3,7	2,83	23,51

Tabela 5.3 Contração dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1280^oC.

CONTRAÇÃO FEEDSTOCK 80/20 1280 ^o C			
Peça	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Contração (%)
2	3,7	2,8	24,32
3	3,7	2,75	25,67
36	3,7	2,75	25,67
8	3,7	2,7	27,02
9	3,7	2,7	27,02
média	3,7	2,74	25,94

Tabela 5.4 Contração dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1260^oC.

CONTRAÇÃO FEEDSTOCK 8317 1260 ^o C			
Peça	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Contração (%)
XX	3,7	2,85	22,97
XIX	3,7	2,8	24,32
XXIV	3,7	2,8	24,32
XXIII	3,7	2,75	25,67
XXII	3,7	2,8	24,32
média	3,7	2,8	24,32

Tabela 5.5 Contração dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1280^oC.

CONTRAÇÃO FEEDSTOCK 8317 1280 ^o C			
Peça	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Contração (%)
VIII	3,7	2,7	27,02
IX	3,7	2,75	25,67
X	3,7	2,7	27,02
XI	3,7	2,65	28,37
XII	3,7	2,7	27,02
média	3,7	2,7	27,02

Através das tabelas 5.2, 5.3, 5.4 e 5.5 nota-se que a contração aumenta com o aumento da temperatura e a diminuição da quantidade de binder no feedstock.

5.3 Densidades

Após da sinterização foi feito a medição de densidade pelo método de Arquimedes. As tabelas 5.6 e 5.7 mostram a densidade dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a uma temperatura de 1260⁰C e 1280⁰C, respectivamente. As tabelas 5.8 e 5.9 mostram a densidade dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a uma temperatura de 1260⁰C e 1280⁰C, respectivamente.

Tabela 5.6 Densidade dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1260⁰C.

DENSIDADE FEEDSTOCK 8020 1260 ⁰ C			
Peça	Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
4	3,144	0,5	6,29
5	3,146	0,5	6,29
6	3,097	0,487	6,36
21	3,07	0,483	6,36
22	3,01	0,47	6,40
média			6,34

Tabela 5.7 Densidade dos corpos de prova do feedstock 8020 sinterizados a 1280⁰C.

DENSIDADE FEEDSTOCK 8020 1280 ⁰ C			
Peça	Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
8	3,1	0,44	7,05
9	3,03	0,47	6,45
3	2,968	0,478	6,21
2	3,06	0,468	6,54
36	3,083	0,48	6,42
média			6,53

Tabela 5.8 Densidade dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1260⁰C.

DENSIDADE FEEDSTOCK 8317 1260 ⁰ C			
Peça	Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
XXII	3,388	0,505	6,71
XXIII	3,377	0,498	6,78
XXIV	3,372	0,5	6,74
XIX	3,404	0,507	6,71
XX	3,432	0,528	6,50
média			6,69

Tabela 5.9 Densidade dos corpos de prova do feedstock 8317 sinterizados a 1280°C.

DENSIDADE FEEDSTOCK 8317 1280°C			
Peça	Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
VIII	3,35	0,458	7,31
IX	3,338	0,488	6,84
X	3,38	0,464	7,28
XI	3,436	0,458	7,50
XII	3,446	0,49	7,03
média			7,19

Através das tabelas 5.6, 5.7, 5.8 e 5.9 nota-se que a densidade aumenta com o aumento da temperatura e a diminuição da quantidade de binder no feedstock.

5.4 Propriedades Magnéticas

A tabela 5.10 mostra as propriedades magnéticas de três amostras, com diferentes densidades.

Tabela 5.10 Propriedades magnéticas de algumas amostras.

PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO Fe-3%Si				
Amostra	Densidade (g/cm ³)	Bm (T)	Br (T)	Hc (A/m)
22	6,4	0,45	0,25	238
XXIII	6,78	0,8	0,5	289
X	7,28	0,9	0,6	325

A tabela 5.10 mostra que a indução máxima (Bm), a indução remanente (Br) e a coercitividade (Hc) aumentaram com o aumento da densidade.

6. CONCLUSÕES

- A moagem do pó alcançou o resultado esperado. Diminuiu o tamanho de partícula de aproximadamente 50 μ m para aproximadamente 7 μ m, tamanho que é adequado para o processo de injeção de pós metálicos.
- O feedstock desenvolvido atingiu as expectativas com uma boa injetabilidade, extração do binder e sinterização, alcançando densidades próximas à teórica.
- O processo de extração químico e térmico alcançou seu objetivo, que era a retirada do binder.
- O processo de sinterização obteve sucesso no feedstock 8317, atingindo boas densidades finais. Já no feedstock 8020 as densidades não foram muito altas. Os poros irregulares e em grande número mostram que, para este feedstock, os corpos de prova deviam ter sido submetidos a uma sinterização com temperatura e tempo maior ao praticado.
- As propriedades magnéticas tiveram resultados regulares. As impurezas e o pequeno tamanho de grão inerentes ao processo de Mecano Síntese prejudicam as propriedades magnéticas. O tratamento térmico posterior a sinterização pode melhorar as propriedades magnéticas devido ao crescimento de grão.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Obter estruturas nanocristalinas da liga Fe-3%Si através do processo de Mecano Síntese, e avaliar suas propriedades magnéticas.
- Otimizar o Feedstock desenvolvido neste trabalho, otimizando também seus processos de extrações.
- Comparar os resultados obtidos neste trabalho usando outros feedstock como por exemplo o feedstock desenvolvido pela Basf.
- Utilizar o feedstock desenvolvido na injeção de outros materiais metálicos, como por exemplo aço, titânio e materiais cerâmicos.
- Usando pós com tamanho de partícula na ordem de nanômetros, desenvolver pequenas peças (na ordem de microns) injetadas, como por exemplo micro rotores e micro estatores para desenvolvimento de pequenos motores elétricos.

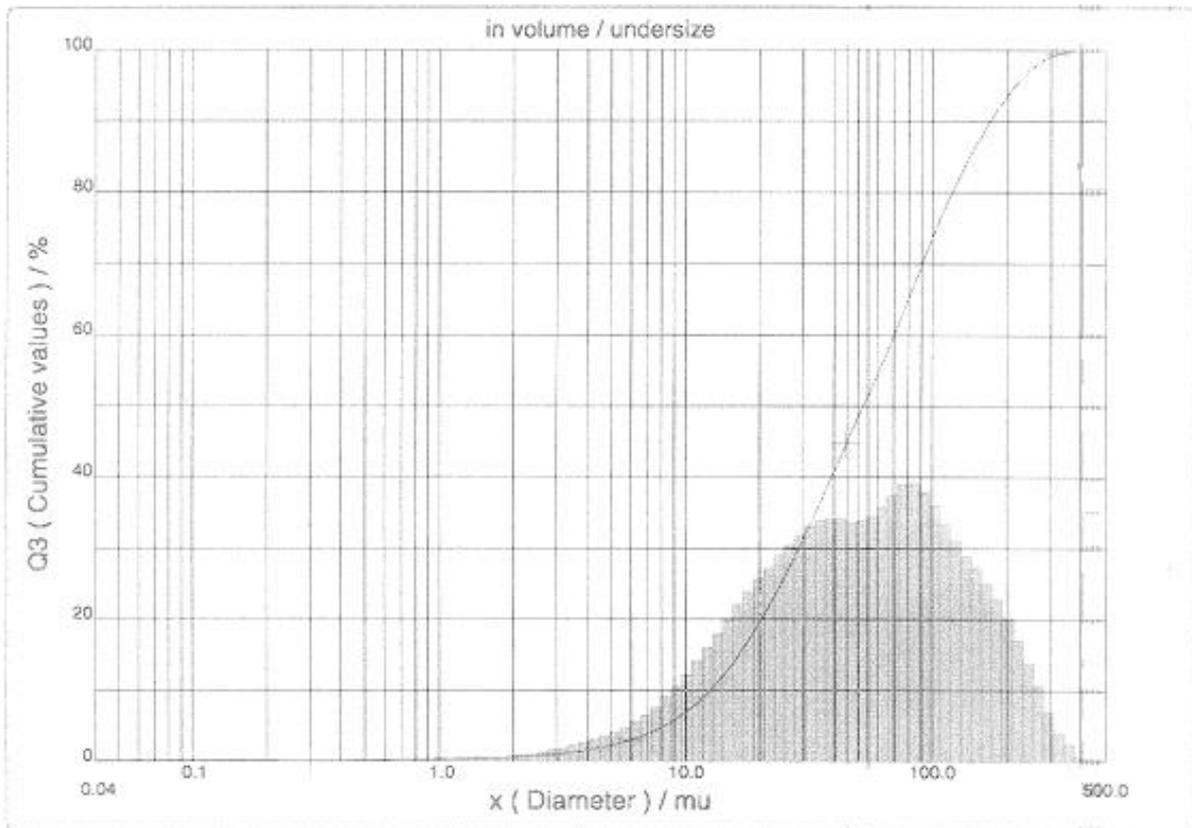
ANEXOS



PARTICLE SIZE DISTRIBUTION CILAS 1064 Liquid

Range : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

Sample Ref	: 1 hora	Ultrasounds	: 0 s
Type produit	:	Concentration	: 82
Client	:	Diameter at 10%	: 12.58 mu
Comments	: #369/FeSi/Marion Armdt	Diameter at 50%	: 52.70 mu
Liquid	: ALCOOL	Diameter at 90%	: 170.85 mu
Dispersing agent	: NAO	Fraunhofer	:
Operator	: Sydney	Density/Factor	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Company	:	Specific surface	: 2555.82 cm ² /g
Location	:	Auto. dilution/top up	: No / No
Date : 20/07/2001	Time : 16:03:09	Nb Measur./Rins.	: 20 / 4
Index meas.	: 227		



Serial nb : 1 Ref : /227/m=0.20.0.0.0.20.13.0.0h/Q-.0.0.0.0.0.1e+02 y60.15.9.10.1.10/P6500.1.10.NC/DCS

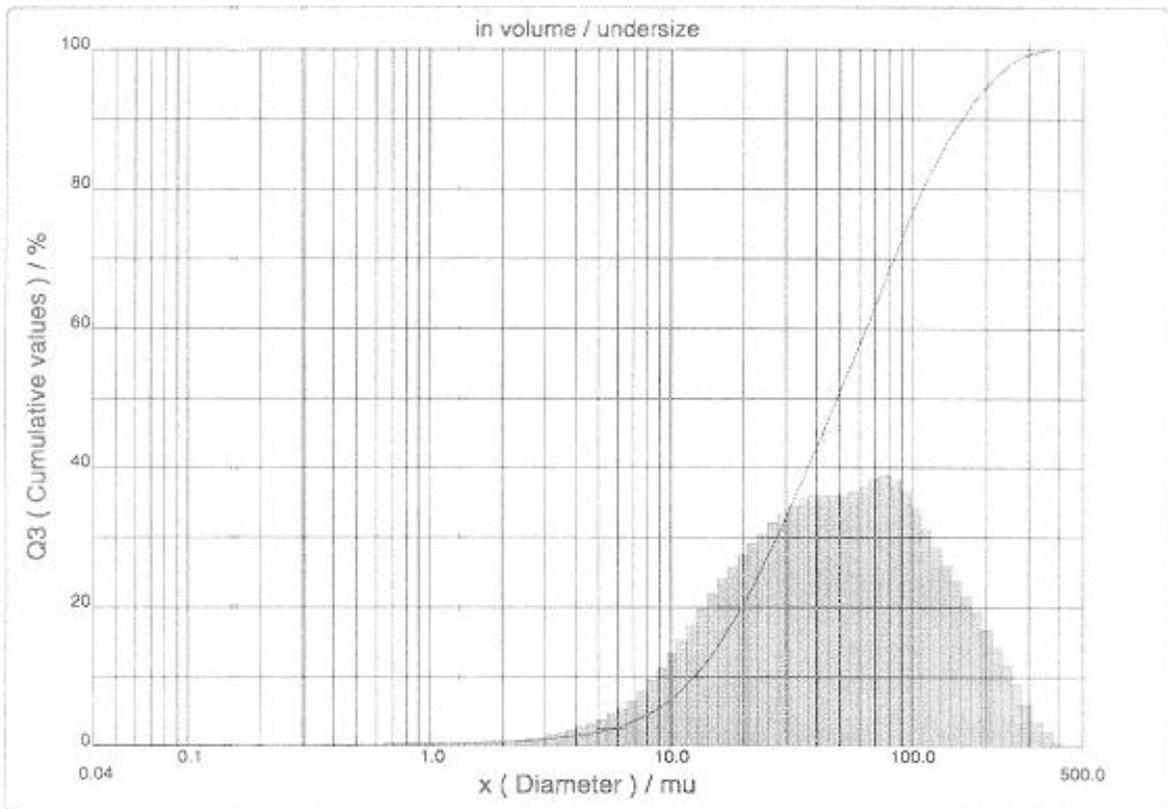


PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

CILAS 1064 Liquid

Range : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

Sample Ref	: 2 horas	Ultrasounds	: 0 s
Type produit	:	Concentration	: 90
Client	:	Diameter at 10%	: 12.48 mu
Comments	: #365/FeSi/Marlon Arndt	Diameter at 50%	: 48.88 mu
Liquid	: ALCOOL	Diameter at 90%	: 159.38 mu
Dispersing agent	: NAO	Fraunhofer	:
Operator	: Sydney	Density/Factor	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Company	:	Specific surface	: 2803.47 cm ² /g
Location	:	Auto. dilution/top up	: No / No
Date : 20/07/2001	Time : 11:14:32	Nb Measur./Rins.	: 20 / 4
Index meas.	: 228		



Serial nb : 1

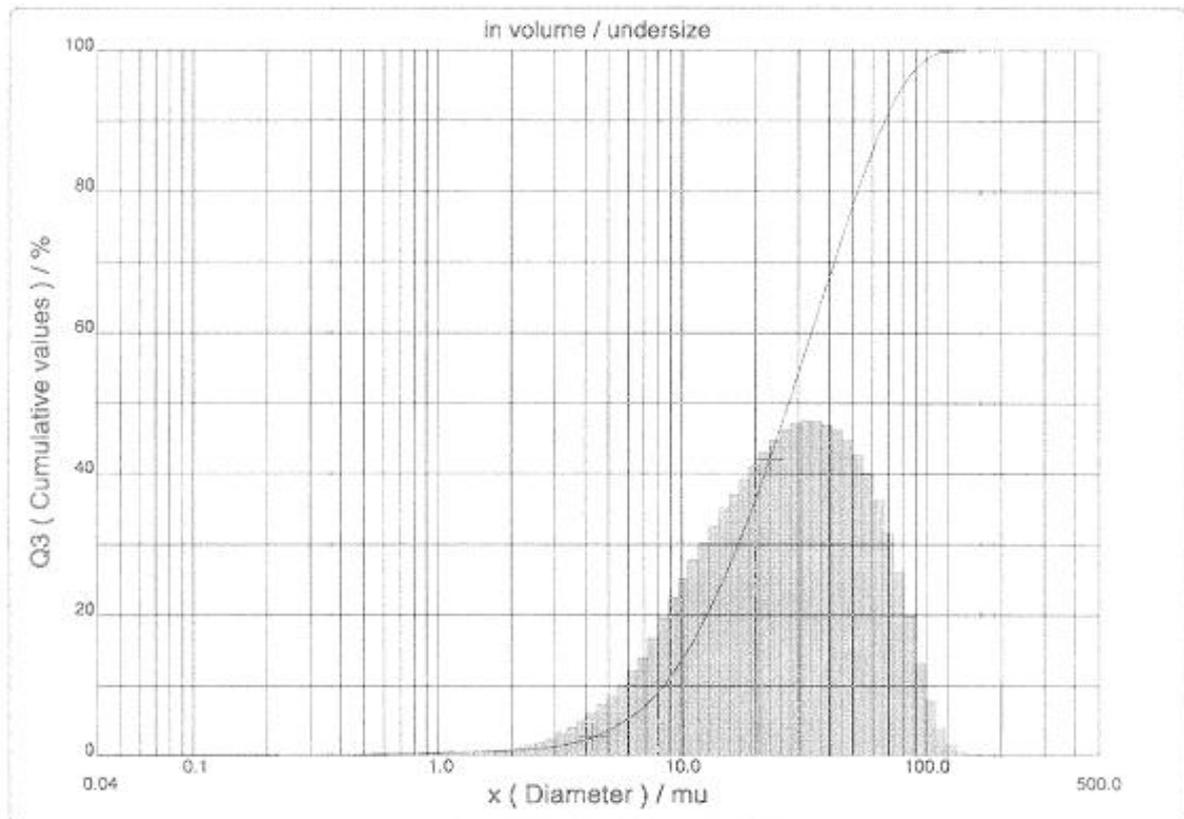
Ref : /228/m0.20.0.0/n.20.15.0.0n/2-0.0.0.0/0.0.1e+02.g67.15.9.10.1.10.P6620.1.10.N.0/005



PARTICLE SIZE DISTRIBUTION CILAS 1064 Liquid

Range : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td style="width: 30%;">Sample Ref</td><td>: 4 horas</td></tr> <tr><td>Type produit</td><td>:</td></tr> <tr><td>Client</td><td>:</td></tr> <tr><td>Comments</td><td>: #367/FeSi/Marlon Arndt</td></tr> <tr><td>Liquid</td><td>:</td></tr> <tr><td>Dispersing agent</td><td>: NAO</td></tr> <tr><td>Operator</td><td>: Sydney</td></tr> <tr><td>Company</td><td>:</td></tr> <tr><td>Location</td><td>:</td></tr> <tr><td>Date : 20/07/2001</td><td>Time : 15:47:55</td></tr> <tr><td>Index meas.</td><td>: 229</td></tr> </table>	Sample Ref	: 4 horas	Type produit	:	Client	:	Comments	: #367/FeSi/Marlon Arndt	Liquid	:	Dispersing agent	: NAO	Operator	: Sydney	Company	:	Location	:	Date : 20/07/2001	Time : 15:47:55	Index meas.	: 229	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr><td style="width: 30%;">Ultrasounds</td><td>: 0</td><td>s</td></tr> <tr><td>Concentration</td><td>: 149</td><td></td></tr> <tr><td>Diameter at 10%</td><td>: 8.43</td><td>mu</td></tr> <tr><td>Diameter at 50%</td><td>: 27.43</td><td>mu</td></tr> <tr><td>Diameter at 90%</td><td>: 67.56</td><td>mu</td></tr> <tr><td>Fraunhofer</td><td>:</td><td></td></tr> <tr><td>Density/Factor</td><td>: 1.00 g/cm³ / 1.00</td><td></td></tr> <tr><td>Specific surface</td><td>: 3825.99</td><td>cm²/g</td></tr> <tr><td>Auto. dilution/top up</td><td>: No / No</td><td></td></tr> <tr><td>Nb Measur./Rins.</td><td>: 20 / 4</td><td></td></tr> </table>	Ultrasounds	: 0	s	Concentration	: 149		Diameter at 10%	: 8.43	mu	Diameter at 50%	: 27.43	mu	Diameter at 90%	: 67.56	mu	Fraunhofer	:		Density/Factor	: 1.00 g/cm ³ / 1.00		Specific surface	: 3825.99	cm ² /g	Auto. dilution/top up	: No / No		Nb Measur./Rins.	: 20 / 4	
Sample Ref	: 4 horas																																																				
Type produit	:																																																				
Client	:																																																				
Comments	: #367/FeSi/Marlon Arndt																																																				
Liquid	:																																																				
Dispersing agent	: NAO																																																				
Operator	: Sydney																																																				
Company	:																																																				
Location	:																																																				
Date : 20/07/2001	Time : 15:47:55																																																				
Index meas.	: 229																																																				
Ultrasounds	: 0	s																																																			
Concentration	: 149																																																				
Diameter at 10%	: 8.43	mu																																																			
Diameter at 50%	: 27.43	mu																																																			
Diameter at 90%	: 67.56	mu																																																			
Fraunhofer	:																																																				
Density/Factor	: 1.00 g/cm ³ / 1.00																																																				
Specific surface	: 3825.99	cm ² /g																																																			
Auto. dilution/top up	: No / No																																																				
Nb Measur./Rins.	: 20 / 4																																																				



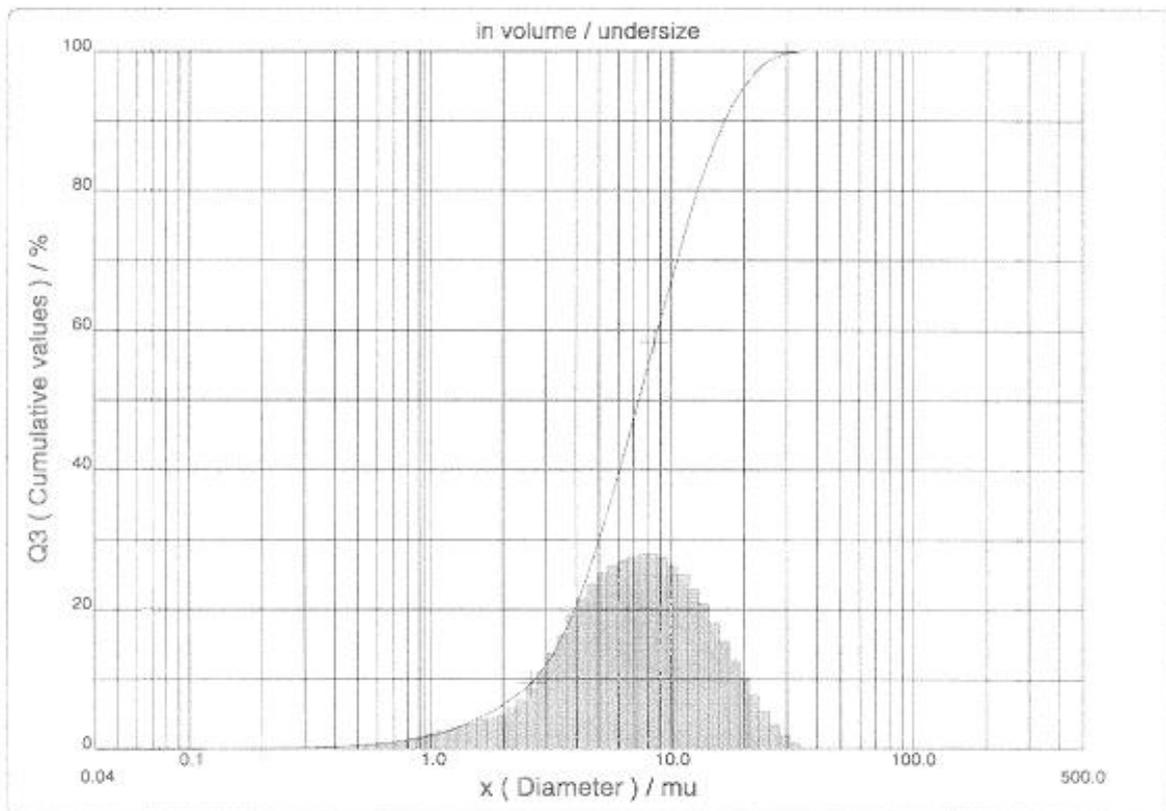
Serial no. 1 Ref : /229/m0.20.0.0.0h.20.13.0.0h/0-0.0.0.0/0.0.1e+02.g69.15.9.10.1.10/P6500.1.10 N 0/2005



PARTICLE SIZE DISTRIBUTION CILAS 1064 Liquid

Range : 0.04 mu - 500.00 mu / 100 Classes

Sample Ref	: 8 horas	Ultrasounds	: 0 s
Type produit	:	Concentration	: 90
Client	:	Diameter at 10%	: 2.69 mu
Comments	: #364/FeSi/Marlon Arndt	Diameter at 50%	: 7.33 mu
Liquid	:	Diameter at 90%	: 16.67 mu
Dispersing agent	: NAO	Fraunhofer	:
Operator	: Sydney	Density/Factor	: 1.00 g/cm ³ / 1.00
Company	:	Specific surface	: 12740.40 cm ² /g
Location	:	Auto. dilution/top up	: No / No
Date : 20/07/2001	Time : 11:03:13	Nb Measur./Rins.	: 20 / 4
Index meas.	: 230		



Serial nb : 1

Ref : /230/m0.20.30.0h.20.15.0.0h/0-0.0.0.0/0.0.1e+02.0.15.9.10.1.10.P6500.1.10.ND/DCS

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- [1] LAAL, C. **Soft Magnetism: fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding**, Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1992 p. 91.
- [2] SURYANARAYANA C.; IANOV V.; BOLDYREV V., The Science and Technology of Mechanical Alloying”. **Materials Science and Engineering A** 304-306 (2001) p. 151-158.
- [3] SURYANARAYANA C., Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science** 46 (2001) p. 1-184.
- [4] BOSE, A. **Advances in Particulate Materials**; Boston: Butterworth-Heinemann ,1995 p. 167.
- [5] BUTYAGIN P. J. The Chemical Forces in Mechanical Alloying. In: **International Symposium on Mechanical Alloying**, 1991, Kyoto, Japan, Trans. Tech. Publication Ltd., 1992, p. 695-702.
- [6] SCHAEFFER, L. **Conformação Mecânica**, 1 ed. Porto Alegre: Imprensa Livre Editora, 1999. p.156.
- [7] GUMMENSON, P.U. The Metal Injection Molding Opportunity – A Critical View. **International Journal of Powder Metallurgy**, v.25, n.3, p 214, 1989.
- [8] CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó – Técnicas e Produtos**, 3 ed. São Paulo: ABM, 1992.
- [9] ASM American Society for Metals - **Metals Handbook**, Vol. 7 Powder Metallurgy, 9^a Ed. Metal Park, Ohio, v.7, 1984.
- [10] MILKE A. R. **O Processo de Moldagem de Pós por Injeção Aplicada na Fabricação de Peças de Aço**, Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia, PPGEM, UFRGS (2000) p.45 – 47.
- [11] GERMAN R. M., **Powder Injection Moulding**, Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1990 , USA, p 413.
- [12] BAKAN H. I., et al. Study of processing parameters for MIM feedstock based on composite PEG-PMMA binder. **Powder Metallurgy**, 1998 v. 41 n. 4 p. 289 – 291.
- [13] LIU Z.Y, et al. Binder System for micropowder injection molding. **Materials letters** 48 (2001) – p31-38.
- [14] BOSE, A. **Advances in Particulate Materials**; Boston: Butterworth-Heinemann ,1995 p. 307.

- [15] ABM Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – **Curso de Metalurgia do Pó**, 2000 p. 47 – 73.
- [16] BOSE, A. **Advances in Particulate Materials**; Boston: Butterworth-Heinemann ,1995 p. 362.
- [17] GERMAN R. M., Supersolidus Liquid Phase Sintering Part I: Process Review”, **The International of Powder Metallurgy**, V. 26 n. 1, 1990, p.23 – 32.
- [18] KRAUS D. J. ; CARVER R. K. **Eletromagnetismo** , Rio de Janeiro: Guanabara Dois S.A 1978 p. 187-225.
- [19] HAYT H. W. Jr. **Eletromagnetismo**, Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1978, p. 314-335.
- [20] IPT Instituto de Pesquisas Tecnológicas - **Curso Aços Carbono e aços silício para fins elétricos**. São Paulo 2000.
- [21] IPT Instituto de Pesquisas Tecnológicas – **Curso Medidas de Propriedades Magnéticas de Materiais de Uso Industrial**. São Paulo 2000.
- [22] ABRAHAM T., Magnets and Magnetic Materials - a Technical Economic Analysis, **The International Journal of Powder Metallurgy**, v. 31, n. 2, 1995, p. 133-136.
- [23] LANDGRAF F., Mercado de Materiais Magnéticos Oferece Amplo Leque de Produtos, **Metalurgia e Materiais**, Maio, 1995, p. 386.
- [24] FRAYMAN L. I.; RYAN D. R.; RYAN J. B. Modified P/M Soft Magnetic Materials for Automotive Applications, **The International Journal of Powder Metallurgy**, v. 34, n. 7, 1998, p. 31 – 38.
- [25] FRAYMAN L. I.; RYAN D. R.; RYAN J. B. Selecting PM Soft Magnetic Materials, **Metal Powder Report**, April, 1997, p. 32.
- [26] FUJIKI A. Present State and Future Prospects of Powder Metallurgy Parts for Automotive Applications. **Materials Chemistry an Physics**, 67 (2001) p. 298-306.
- [27] RITTNER M.; ABRAHAM T. Nanostructured Materials: An overview and commercial analysis, **The international Journal of Powder Metallutgy**, V.34, n.6, 1998, p. 33-35.
- [28] MCHENRY M. E.; Willard M. A; Laughlin D. E. Amorphous and nanocrystalline materials for applications as soft magnets. **Progress in Materials Science** 44 (1999) – p. 291 – 433.

- [29] RYUSUKE H. Applications of Amorphous Magnetic Alloys in electronic devices , **Journal of Non-Crystalline Solids** – 287 (2001) p. 405-412.
- [30] ADLER E. et al. Matching PM and the Physics of Magnetic Materials. **The International Journal of Powder Metallurgy** – V.25, n.4, 1989. p.319-334.
- [31] LAAL, C. **Soft Magnetism: fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding**, Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1992, p 53-78.
- [32] HWANG. K. S. ; LIN K. H. Effect of sintering parameters on magnetic properties of Fe-0,45P sintered materials. **Powder Metallurgy** – 1992 Vol. 35 No 4, p. 292-296.
- [33] ACHIKITA M; et al.. Injection molding of Fe-Si alloys – sintering behavior and soft magnetic properties, **Advances in Powder Metallurgy Vol. 3**, 1990, p.375-384.
- [34] JANSSON P. Soft magnetic materials for ac applications. **Powder Metallurgy** – 1992 Vol. 35 No 1, p. 63-66.
- [35] SEYAMA Y.; LIKAWA T. Magnetic circuit Yoke by metal injection molding. **Fujitsu Sci. Tech. J.**, 26 , 2 – 1990, p. 131-137.
- [36] JILES D. **Introduction to magnetism and magnetic materials**. London: Chapman Ghall, 1991, p. 293-294.
- [37] Milke, E. C. **Obtenção de Ímãs Isotrópicos de Ferrite de Estrôncio pelos Processos de Metalurgia do Pó Convencional e Moldagem de Pós por Injeção**. Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia, PPGEM, UFRGS (2000) p.100
- [38] Rei, M **Estudo de Propriedades de Cargas Moldadas por Injeção de Aço Inoxidável 316L**. Dissertação de Mestrado, Escola de Engenharia, PPGEM, UFRGS (1999) p.76
- [39] www.clariant-latinamericana.com
- [40] www.matweb.com
- [41] www.abpol.com.br