

# Injeção de Pó de Aço Fe-Ni-P Obtido por Moagem em Moinho Atritor

**Arão de Matos Dias<sup>1</sup>, Moisés de Mattos Dias<sup>2</sup>, Renato Mazzini Callegaro<sup>3</sup>,  
Eduardo Milke<sup>4</sup>, Lírio Schaeffer<sup>5</sup>, José Lesina Cezar<sup>6</sup>**

<sup>1</sup>Dr Eng, professor ICET/Feevale, <sup>2</sup> Dr Eng, professor ICET/Feevale, <sup>3</sup> Dr Eng, professor ....., <sup>4</sup> MSc Eng, doutorando PPGEM, UFRGS, <sup>5</sup> Dr Ing, professor UFRGS, LdTM, <sup>6</sup> Dr Eng, professor ULBRA

## Resumo

A proposta deste estudo inclui a utilização de pó de ferro atomizado com adições de níquel, fósforo e grafite preparado pela técnica de moagem em moinho atritor para a produção de peças por meio do processo de injeção. O pó de ferro, com granulometria -100 mesh, foi misturado a níquel eletrolítico e uma liga de fosfeto de ferro. A moagem teve por objetivo a redução do tamanho de partícula, para favorecer a injeção, e a inclusão dos elementos de liga na matriz de ferro, o que também favorece o processo de sinterização. A carga de injeção foi preparada utilizando-se mistura de parafina, polietileno, cera de carnaúba e ácido esteárico. A retirada do aglutinante deu-se em duas etapas: decomposição química e decomposição térmica. A sinterização foi feita em temperaturas de 1120, 1150 e 1180°C. Testes metalográficos foram realizados para verificação da sinterabilidade do material.

Palavras-Chave: moldagem por injeção de pó metálico, sinterização, moagem por atrição.

## Abstract

The aim of this work includes the use of the atomised iron powder with additions of nickel and phosphorus prepared by mechanical alloying technique for the production of parts by metal injection molding process. To the iron powder, with -100 mesh, was added electrolytic nickel, iron phosphide and graphite. The goal of milling was the reduction of particle size, in order to make possible the injection, and the inclusion of the alloy elements in the iron base to enhance the sintering process. The feedstock was prepared using polyethylene, carnauba wax, paraffin and stearic acid. The removal of binder was performed in two stages: chemical decomposition and evaporation. The sintering was carried out at 1120, 1150 and 1180°C. Metallographic analysis were made to verify sinterability of the material.

Key Words: metal injection molding, sintering, mechanical alloying.

# Introdução

A produção de ligas a partir da moagem por atrito (mechanical alloying) tem sido desenvolvida há muitos anos para a obtenção de ligas de alto desempenho, tais como: Al-Mg <sup>[1,5]</sup>, Ti-Al <sup>[2]</sup>, Al-Li-Mg <sup>[3]</sup>, Al-Cu-grafite <sup>[4]</sup>, Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> <sup>[6]</sup>. Nas últimas décadas, têm sido desenvolvidos materiais endurecidos por dispersão de óxidos principalmente para aplicações que requerem resistência à fluência de altas temperaturas. Desta forma as técnicas de moagem têm-se expandido para gerar uma fina dispersão de óxidos da ordem de sub-microns. A técnica de moagem que obteve maior sucesso é a de ligação mecânica. Uma inerente dificuldade na fabricação de ligas endurecidas por dispersão é a obtenção de distribuição uniforme de dispersóides através do material. A ligação mecânica emprega o atrito entre as esferas agitadas para criar um pó compósito microligado. Em escala microscópica, a repetida moagem, soldagem à frio e fratura da mistura de pó metálico com partículas de óxidos produz o pó compósito desejado. A partícula elementar inicial torna-se continuamente intermisturada, conduzindo a um material homogêneo com uma dispersão uniforme de inclusões de segunda fase. O produto obtido pode ser uma liga especial com propriedades únicas <sup>[7,8]</sup>. No presente trabalho, a técnica de moagem foi utilizada para promover uma fina dispersão do níquel e do fosfeto de ferro nas partículas de ferro, com o objetivo de favorecer a sinterização do material. O emprego do fósforo para promover fase líquida na sinterização, reduzindo a temperatura e favorecendo o processo, tem sido estudada por diversos pesquisadores <sup>[9-17]</sup>. O pó obtido pelo processo de moagem foi utilizado no processo de injeção, conhecido como Processo de Moldagem de Pós por Injeção (MPI), o qual é descrito a seguir.

## Processo de Moldagem de Pós por Injeção - MPI

A Moldagem de Pós por Injeção - MPI é um processo relativamente novo que combina a injeção de plásticos com a metalurgia do pó convencional. O processo MPI é constituído de quatro etapas básicas: mistura do pó com um sistema aglutinante formando uma carga injetável; injeção da carga em um molde com a forma desejada; extração do sistema aglutinante, geralmente, através de imersão em solventes ou via térmica. A quarta etapa do processo é a sinterização, onde se tem a densificação e obtenção das propriedades finais da peça <sup>[18]</sup>. Ainda é possível haver uma quinta etapa como, por exemplo, um tratamento térmico ou uma usinagem.

Na Europa, detentora de 30% do mercado mundial do MPI, o processo tem tido um crescimento médio anual de 10 a 20%. Empresas como a DaimlerChrysler, BMW, Volkswagen e Volvo já usam esse processo para fabricar sistemas de transmissões, injeção de combustível, pequenos motores para abertura e fechamento de janelas, entre outros <sup>[19]</sup>.

No Brasil, embora a produção de peças sinterizadas já alcance 14 mil toneladas/ano, representando um volume de negócios de R\$150 milhões, a Moldagem de Pós por Injeção ainda é pouco utilizada. De acordo com a literatura, todo carro ou eletrodoméstico produzido no Brasil possuem componentes sinterizados. O carro brasileiro tem, em média, seis quilogramas desses componentes enquanto que carros japoneses ou europeus absorvem nove quilogramas e norte-americanos dezessete quilogramas (somando componentes fabricados pelos processos de Metalurgia do Pó convencional e Moldagem de Pós por Injeção). Um aspecto positivo para a maior utilização do processo no Brasil é a pesquisa do mesmo em universidades com o apoio de agências de fomento <sup>[20]</sup>.

Empresas fabricantes de peças sinterizadas utilizando a Moldagem de Pós por Injeção são: Taurus de São Leopoldo/RS, SteelInject de Caxias do Sul/RS e Dental Morelli de Sorocaba/SP, entre outras. A Figura 1 mostra alguns dos vários componentes fabricados no Brasil.

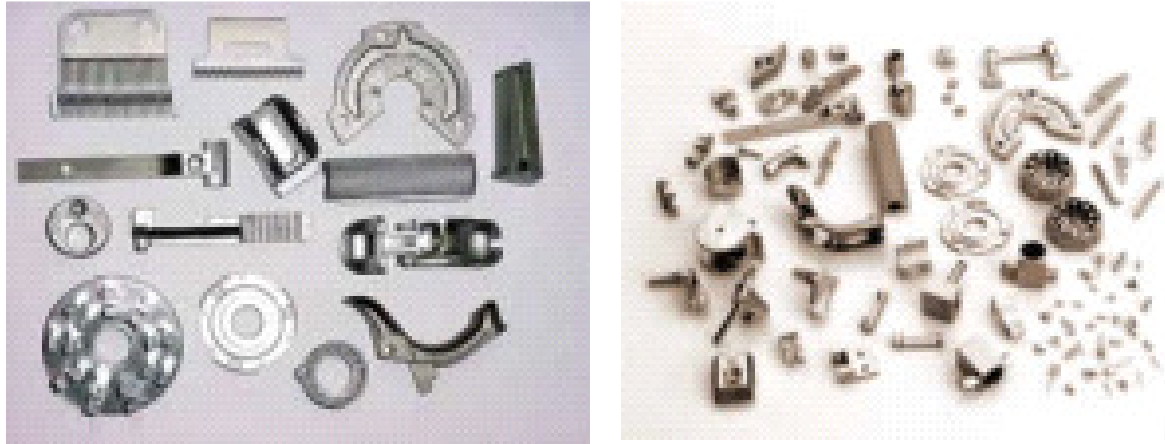


Figura 1 – Componentes fabricados pela empresa SteelInject.

O processo MPI é atualmente utilizado na fabricação de peças com pequenas dimensões e geometrias complexas (ortodontia, armas de fogo, instrumentos para laboratório, e outros) no lugar de processos como microfusão e metalurgia do pó convencional.

Um dos materiais mais utilizados no processo MPI com o objetivo de pesquisas e aplicações industriais devido às propriedades mecânicas e resistência à corrosão, é o aço inoxidável 316-L [18]. Este material, entretanto, apresenta dificuldade na retenção de forma do injetado, principalmente quando o pó é obtido por atomização a gás [21].

A tabela 1 mostra algumas configurações geométricas aconselháveis que devem ser levadas em conta no momento de projetar uma peça a ser fabricada pelo processo MPI [22].

Tabela 1 – Regras a serem observadas no projeto de peças via MPI [22].

<b>Configurações Geométricas Aconselháveis</b>
Mudanças de espessuras graduais nas secções
Simetria nas ranhuras ou nos furos
Dimensões máximas inferiores a 100mm
Peso não superior a 100g
Espessura de parede inferior a 15mm
Uniões projetadas numa única peça

Já a tabela 2 mostra algumas restrições que devem ser levadas em conta no momento de projetar uma peça a ser fabricada pelo processo MPI [22].

Tabela 2 – Restrições a serem observadas no projeto de peças via MPI [22].

<b>Restrições</b>
Não devem existir cavidades internas fechadas
Raios de canto maiores que 0,2mm
Ângulos de saída de 2º, ou maiores, em partes profundas
Diâmetros de furos devem ser maiores que 0,1mm
Espessuras mínimas de parede da ordem de 0,5mm

As tolerâncias típicas dimensionais em componentes obtidos por MPI podem ser vistas na tabela 3.

Tabela 3 - Tolerâncias dimensionais em componentes obtidos por MPI [23].

<b>Característica</b>	<b>Valor Típico</b>
Ângulo	2º
Densidade	1%
Peso	0,4%
Dimensão linear	0,3%
Dimensões absolutas	0,1mm
Diâmetro de furos	0,1%
Posição de furo	0,3%
Paralelismo	0,3%
Perpendicularismo	0,2% ou 0,3º
Rugosidade média superficial	2µm

A Figura 2 compara esquematicamente processos concorrentes à Moldagem de Pós por Injeção quanto ao custo para obter componentes em função de sua complexidade. Pode ser observado que o processo MPI obtém peças tão complexas quanto outros processos, porém com um custo menor a partir de uma complexidade moderada. Também fica clara a inviabilidade do processo para obtenção de peças com geometrias simples.

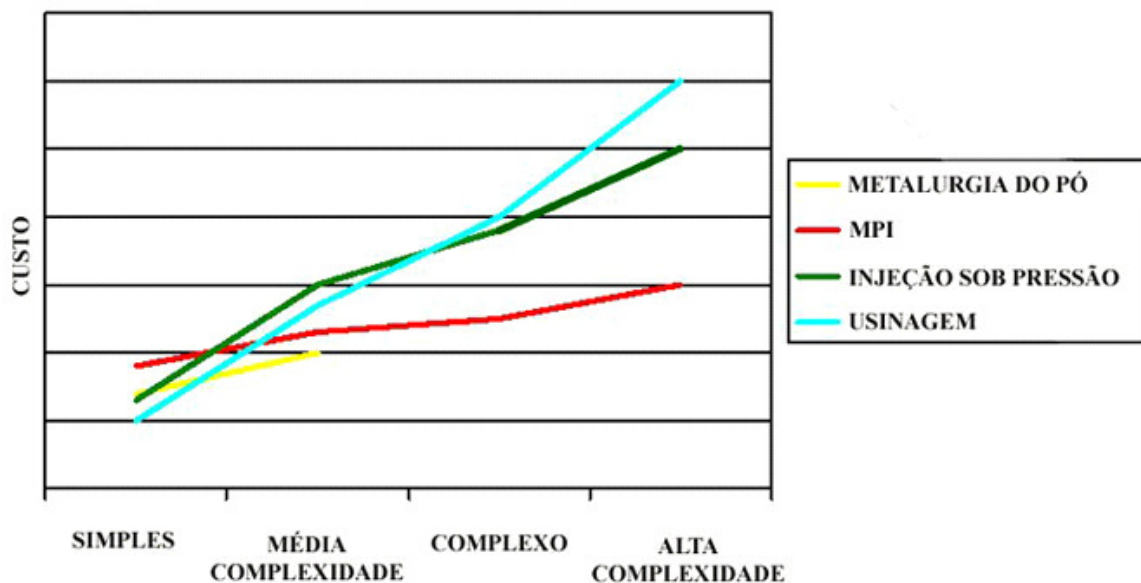
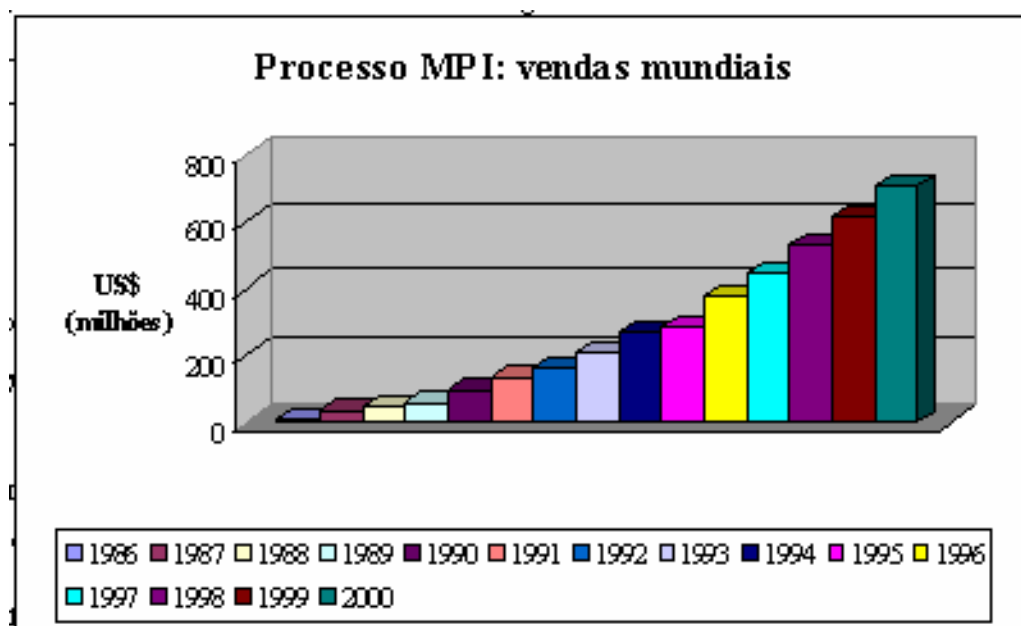


Figura 2 – Complexidade x custo de vários processos [24].

A Figura 3 mostra um histórico do valor das vendas, em milhões de dólares, de componentes fabricados por MPI ao longo dos anos, além de fazer uma estimativa para os próximos anos. Pode ser notado um crescimento exponencial do processo.



2003 - US\$ 1 BILHÃO (estimativa)    2008 - US\$ 2 BILHÕES (estimativa)

Figura 3 – Vendas mundiais do Processo MPI [25].

# Materiais e Métodos

## Elementos da Liga

A liga foi determinada com base em pesquisas anteriores [9 -17], onde foi utilizado o fósforo como ativador da sinterização. Neste trabalho, utilizamos a liga Fe<sub>3</sub>P, com o objetivo de melhorar a sinterabilidade da liga, e reduzir a temperatura de sinterização necessária para reduzir a porosidade das amostras. A composição química do fosfeto de ferro é dada na tabela 4. O fosfeto de ferro foi preparado por moagem a partir de peça fundida, para granulometria menor que 325 mesh.

Tabela 4 – Composição química do fosfeto de ferro (% em peso).

Elemento	Mn	Si	Fe	C	P	S
%	2,13	0,80	78,77	0,15	16,61	0,09

Foi utilizado níquel eletrolítico .....composição química e granulometria na tabela 5.

Pó de ferro AHC –100 , Hoganas do Brasil, composição química e distribuição granulométrica na tabela 6.

O pó de grafite utilizado, da Hoganas do Brasil, tem as especificações apresentadas na tabela 7.

A composição da liga está indicada na tabela 8.

Tabela 8 – Composição química da liga do presente estudo (% em peso).

Elemento	Fe	Ni	Fe <sub>3</sub> P	Grafite
%	bal.	3,7	2,8	0,46

## Processo de Moagem em Moinho Atritor

Os elementos de liga foram misturados ao ácido esteárico (4,6% em peso) para favorecer o processo de moagem, reduzindo o atrito entre partícula. O processo foi realizado em moinho atritor marca Netzsch, em atmosfera de argônio, para controle da oxidação, a uma rotação média de 600 rpm, por um tempo de 3h.

As fotos das Figuras 4 e 5 mostram o aspecto e tamanho das partículas após a retirada de 50% do aglutinante utilizado na injeção.

## Preparação da Carga de Injeção

A preparação da carga para injeção se deu a partir da liga da tabela 8 e dos elementos que compõem o aglutinante, necessário para a injeção. A tabela 9 mostra a composição do aglutinante.

Tabela 9 – Composição do aglutinante para injeção (% em peso).

Elemento	PW	HDPE	CW	SA
%	50	30	15	5

PW: parafina; HDPE: polietileno; CW: carnaúba; SA: ácido esteárico.

O percentual em massa de aglutinante foi de 14%. O restante, 86%, corresponde ao pó obtido por moagem, Fe-Ni-P-C.

O aglutinante e o pó obtido por moagem foram misturados e homogeneizados a 170°C em equipamento marca Peltsmann por 1h. A massa resultante foi peletizada para possibilitar a injeção.

## Processo de Injeção

A injeção da carga foi feita em uma injetora marca Arburg 220S/150-60. As condições de injeção são apresentadas na tabela 10.

Tabela 10 – Parâmetros de injeção das amostras.

Temperatura da matriz	50 °C
Pressão	149 bar
Temperatura de injeção	165 °C
Tempo de injeção	38,9 s

## Processo de Retirada do Aglutinante

A retirada do aglutinante deu-se em duas etapas:

- Decomposição química
- Decomposição térmica

A retirada de parte do aglutinante quimicamente foi feita utilizando heptano. As amostras foram mergulhadas durante 3h a uma temperatura de 50°C. Aproximadamente 7% de massa foi perdida nesta etapa (50% do aglutinante). As Figuras 4 e 5 mostram o aspecto do material após a retirada do aglutinante via decomposição química.

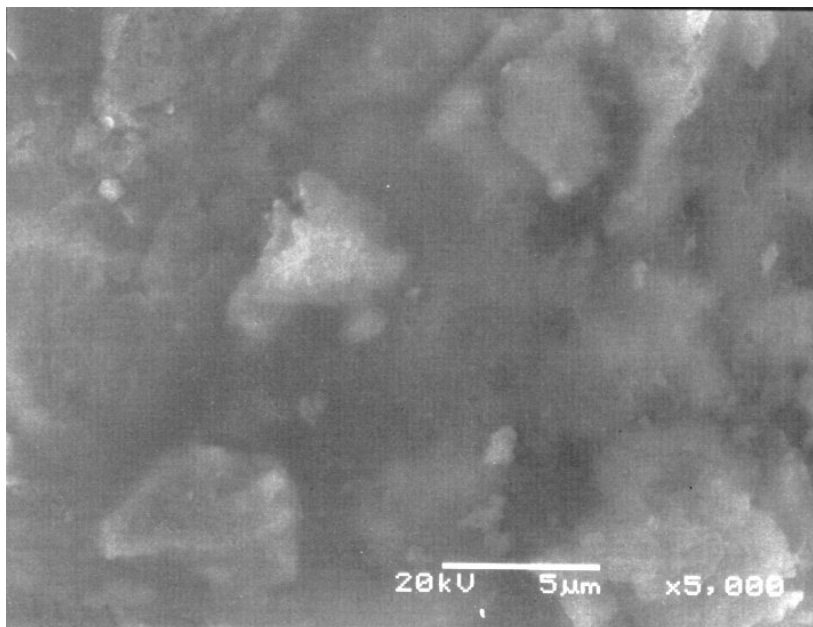


Figura 4 – Aspecto das partículas após a decomposição química de parte do aglutinante. Aumento 5000x.

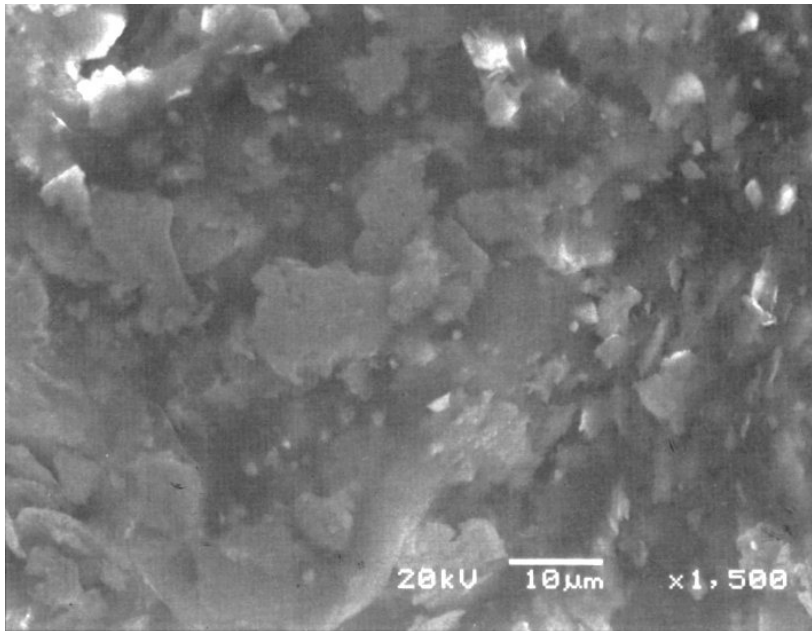


Figura 5 – Idem à Figura anterior. Aumento 1500x.

A retirada do restante do aglutinante foi feita por decomposição térmica. As amostras foram submetidas a um aquecimento a taxa de 1K/min em atmosfera de argônio, até 440°C, mantidas nesta temperatura por 1 hora.

## Sinterização

A sinterização foi realizada em temperaturas de 1120, 1150 e 1180°C com o objetivo de verificar a variação dimensional, já que as amostras possuem percentual de porosidade em torno de 40%, a qual precisa ser reduzida, senão completamente, de forma significativa a fim de permitir a utilização deste material em diversas aplicações de engenharia.

O processo de sinterização foi realizado seguindo a curva da Figura 6.

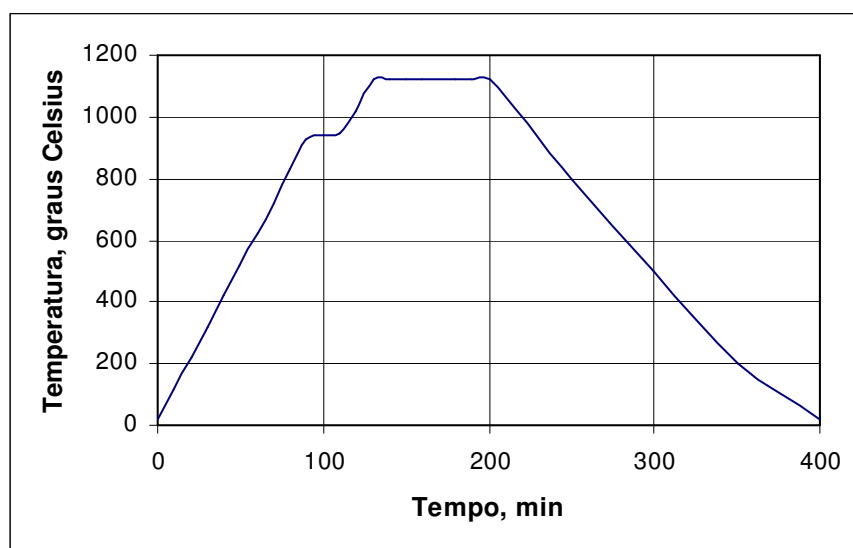


Figura 6 – Curva de sinterização.



## Metalografia

A análises de metalografia foram realizadas com o material sinterizado a 1120°C. Pode-se observar, principalmente, que ocorreu a união efetiva das partículas e a ocorrência de fase líquida promovida pelo fosfato de ferro na temperatura aproximada de 940°C. O arredondamento parcial dos poros pode ser observado na Figura 8.

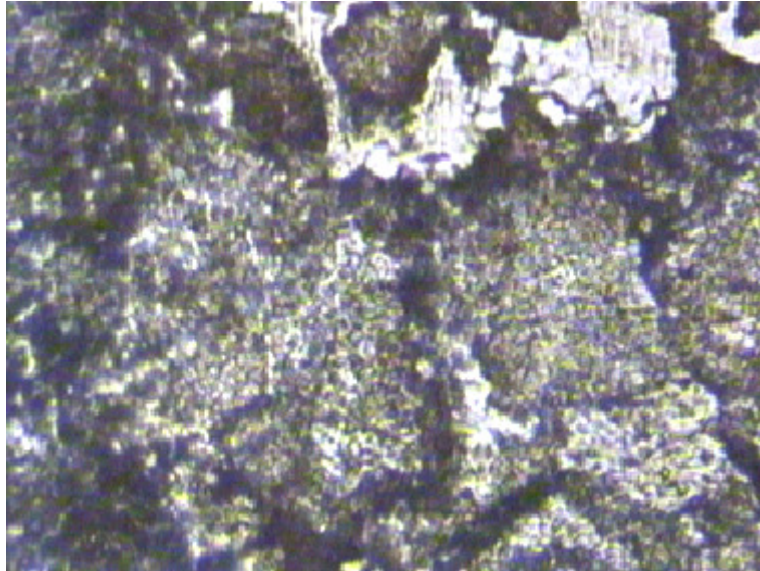


Figura 7 - Nital 3%. Aumento 200x. Sinterização 1120°C.

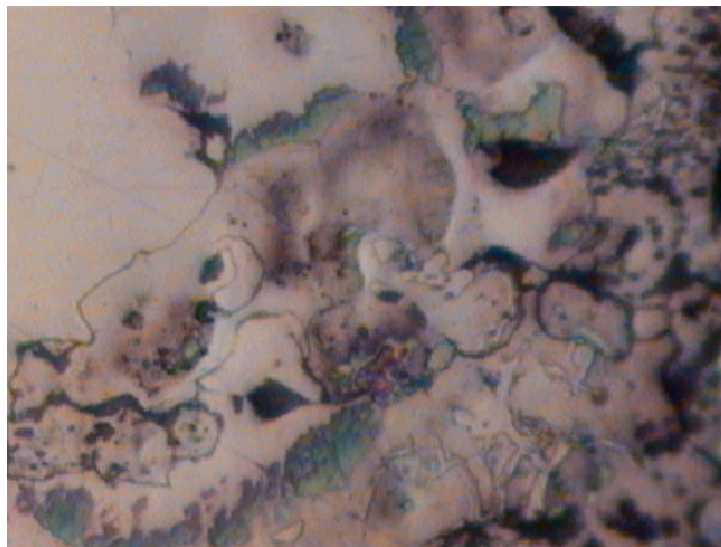


Figura 8 - Picral 4%. Aumento 400x. Sinterização 1120°C.

## Discussão dos Resultados e Conclusões

Na sinterização a 1120°C, em atmosfera  $N_2-H_2$ , a variação dimensional ficou em torno de 6% linear, o que corresponde a um variação volumétrica em torno de 20%. Nas temperaturas de 1150°C e 1180°C, a variação dimensional ficou entre 7 e 8%. Peças com porosidades em torno de 16% são amplamente utilizadas em diversas aplicações, como por

exemplo em engrenagens de redutores de pequeno porte e peças de geometria complexa que não requerem grandes esforços em trabalho. Uma das propostas deste trabalho é a utilização de temperaturas relativamente baixas na sinterização (o processo de injeção utiliza temperaturas de sinterização acima de 1200°C). Para peças que necessitem de maior densidade, um aumento na temperatura de sinterização poderá ser realizado.

Na análise metalográfica, fica evidenciada a boa sinterabilidade do material com a presença de fase líquida e o conseqüente arredondamento parcial dos poros, o que proporciona um aumento de resistência do material. O arredondamento é conseqüência de uma boa sinterabilidade proporcionada, não só pelo fósforo, mas pelos efeitos gerados na moagem do pó.

A utilização de pós convencionais, com custos mais baixos, é o principal objetivo deste trabalho, onde a maior dificuldade é a injeção. Pós esféricos, produzidos pelo processo carbonila, são os mais indicados para produção de componentes injetados. O processo de moagem favoreceu, portanto, o processo de injeção, bem como o processo de sinterização, onde um grande volume de poros precisa ser eliminado total ou parcialmente, dependendo da aplicação do material.

## Referências Bibliográficas

- [1] Young – Won Kim; L.R. Bidwell. Thermomechanical Behavior of a Mechanically Alloyed Al-4Mg Powder Alloy. **Scripta Metallurgica**, vol. 15, 1981. p. 483-486.
- [2] W. Guo et al. Mechanical Alloying of the Ti-Al System. **Journal of Materials Science**, vol. 26, 1990. p. 6190-6196.
- [3] Layous; S. Nadir; I.J. Lin. Mechanical Alloying of Aluminum – Lithium – Magnesium Alloy Powders. **Powder Metallurgy International**, vol. 19, n°.1, 1987. p. 11-13.
- [4] A. Sharma, P.R. Soni; T.V. Rajan. Development and Evaluation of Bearing Characteristics of Mechanical Alloyed Al – 4,5Cu – Graphite Composites. **Metal Powder Report**, jan. 1988. p. 37-38.
- [5] J.S. Benjamin; R.D. Schelleng. Dispersion Strengthened Aluminum – 4Magnesium Alloy Made by Mechanical Alloying. **Metallurgical Transactions A**, vol 12A, Oct. 1981. p. 1827-1832.
- [6] P.S. Gilman; W.D. Nix. The Structure and Properties of Aluminum Alloys Produced by Mechanical Alloying: Powder Processing and Resultant Powder Structures. **Metallurgical Transactions A**, vol 12A, May 1981. p. 813-823.
- [7] R.M. GERMAN. **Powder Metallurgy Science** . Princeton, NJ, USA: Metal Powder Industries Federation (MPFI), 1984. 279p.
- [8] J. DUSZCZYK. **Development of P/M Aluminum alloys in Europe – Review –** University of Technology – Powder Metallurgy Group – The Netherlands – October – 1991.
- [9] B. A. James. **Powder Metall.**, 1985, v.28, n° 3. p. 121-130.
- [10] Bolton, J.D., Jeandin, M. & Trésy, C.J. Mechanisms of Sintering in High Speed Steels with Phosphorus Alloying Additions. **Powder Metall.**, v.33, no.2, 1990. 126-132.

- [11] Bolton, J.D., Gant, A.J. & Hague, R.J.M. Liquid-Phase Sintering of High Speed Steels. **Journal of Materials Science**. 26, 1991. p. 5203-5211.
- [12] J.D. Bolton; H.O. Baah. Comparisons in the Liquid Phase Sintering Behaviour of Different High Speed Steels with Copper Phosphorus Addition. **Powder Metallurgy**, vol. 34, n° 4, 1991. p. 273-279.
- [13] Bolton, J.D. & Youseffi, M. Fracture Toughness of Sintered Metal Matrix Composites Based upon High Speed Steels Enriched with Hard Ceramics Carbides. **Powder Metall.**, vol. 36, n° 2, 1993. p. 142-152.
- [14] Sergio R.S. Soares; Arão de Matos Dias; Lírio Schaeffer. Efeito das Adições de Fosfeto de Cobre sobre a Sinterização do aço Rápido AISI T15. **Logos**, vol. 8, n° 4, dez. 1996. p.28-33.
- [15] Luis Eduardo S. Gonçalves; Arão de Matos Dias; Lírio Schaeffer. Estudo da Sinterização do Aço Rápido AISI T15 com Adições de NbC. **Logos**, vol. 10, n° 1, maio 1998. p. 3-7.
- [16] Romel Mallqui Espinoza; Lírio Schaeffer; Arão de Matos Dias. Estudo dos Efeitos da Adição da Liga Fe<sub>3</sub>P sobre a Sinterabilidade do Aço Rápido AISI M2. **Technologia**, ano 1, n° 1, maio 2000. p. 5-11.
- [17] Luis Eduardo S. Gonçalves; Arão de Matos Dias. Sintered NbC Reinforced T15 High Speed Steel for Wear Applications. **Brazilian Jn. of Materials Sc. And Engineering**, vol. 3, n° 1, July 2000. p. 59-72.
- [18] JI, C.H.; LOH, N.H.; KHOR, K.A.; TOR, S.B. Sintering study of 316L stainless steel metal injection molding parts using Taguchi method: final density. **Materials Science & Engineering**, v.311, n.1, p.74-82, Jul.2001.
- [19] JOHNSON, P.K. Basf AG. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v.37, n.6, p.31-33, Ago.2001.
- [20] MAWAKDIYE, A.; CARVALHO, F. Déficit de oferta, **Revista Metalurgia & Materiais**, vol.59, n.530, p.74-76, Fev.2003.
- [21] PASCOALI, S.; WENDHAUSEN, P.A.P. Influência da mistura entre pós atomizados a gás e a água na retenção de forma e propriedades mecânicas do aço 316-L obtido por Moldagem de Pós por Injeção. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 57. 2002, São Paulo. **Anais do 57º Congresso Anual da ABM**. São Paulo: Tec art, 2002. 1CD.
- [22] FERREIRA, J.M.G.C. **Tecnologia da Pulverometalurgia**. 1ed. Lisboa: Fundação Calouste Gulbenkian, 2002. 344p.
- [23] MATHEW, B.A.; MASTROMATTEO, R. Metal Injection Moulding for Automotive Applications. **Metal Powder Report**, v.57, n.3, p.20-23, Mar.2002.
- [24] [www.egideuk.com](http://www.egideuk.com)

[25] GERMAN, R.M.; CORNWALL, R. G. Powder Injection Molding: Year 2000 Market and Industry Report. **The International Journal of Powder Metallurgy**, v.37, n.1, p.40-44, 2001.