

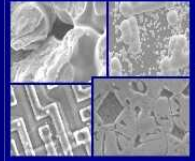


**PUCRS**

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO  
SUL

PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E  
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Faculdade de Engenharia  
Faculdade de Física  
Faculdade de Química



**PGETEMA**

**ESTUDO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PRÉ-FORMAS PELO  
SISTEMA DE CONSOLIDAÇÃO DE PÓS METÁLICOS POR  
CONSTRIÇÃO RADIAL (CCR)**

**SÉRGIO AGOSTINHO GARCIA DE LEMOS**  
BACHAREL EM CIÊNCIAS CONTÁBEIS

**DISSERTAÇÃO PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM  
ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

**Porto Alegre**  
**Dezembro, 2008**

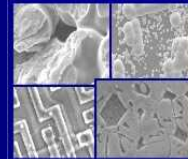


**PUCRS**

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO  
SUL

PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E  
TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

Faculdade de Engenharia  
Faculdade de Física  
Faculdade de Química



**PGETEMA**

## **ESTUDO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE PRÉ-FORMAS PELO SISTEMA DE CONSOLIDAÇÃO DE PÓS METÁLICOS POR CONSTRIÇÃO RADIAL (CCR)**

**SÉRGIO AGOSTINHO GARCIA DE LEMOS**

BACHAREL EM CIÊNCIAS CONTÁBEIS

ORIENTADOR: PROFA. DRA ELEANI MARIA DA COSTA

CO-ORIENTADOR: PROF. DR CARLOS ALEXANDRE DOS SANTOS

Dissertação realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

**Porto Alegre**

**Dezembro, 2008**

## **BANCA EXAMINADORA**

---

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Eleani Maria da Costa**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais  
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul**

---

**Prof. Dr. Carlos Alexandre dos Santos**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais  
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul**

---

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Berenice Anina Dedavid**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais  
Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul**

---

**Prof. Dr. César Edil da Costa**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais  
Universidade Estadual de Santa Catarina**

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho a meus pais, à minha esposa, companheira de muitos anos e incentivadora incansável, e a meus filhos, razão das nossas vidas.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à Prof<sup>a</sup>. Eleani Maria da Costa, minha orientadora, pelo incentivo e apoio recebidos.

Agradeço ao Prof. Carlos Alexandre dos Santos, co-orientador, por sua ajuda e cooperação.

Agradeço ao Eng. Dr. Carlos Frick Ferreira, do Laboratório de Fundição-Lafun, UFRGS, pelas informações a respeito do processo de confecção de moldes pelo método de microfusão.

Agradeço a Höganäs do Brasil, na pessoa do Eng. Pedro Masa, pelo fornecimento de amostra de pós metálicos e de vasta literatura técnica, de fundamental importância na elaboração deste estudo.

Agradeço a Alcoa do Brasil S.A. pelo fornecimento de amostras de alumina, material necessário aos nossos experimentos.

Agradeço ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual do Estado de Santa Catarina-UDESC por dispor a infra-estrutura para a realização dos testes de compressibilidade.

# SUMÁRIO

<b>DEDICATÓRIA.....</b>	<b>4</b>
<b>AGRADECIMENTOS .....</b>	<b>5</b>
<b>SUMÁRIO .....</b>	<b>6</b>
<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>9</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>13</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>14</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>15</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>16</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>18</b>
<b>2.1. Objetivos Específicos .....</b>	<b>18</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>19</b>
<b>3.1. Metalurgia do Pó .....</b>	<b>19</b>
3.1.1. Histórico .....	19
3.1.2. Métodos de Compactação dos Pós Metálicos .....	21
3.1.2.1. Compactação Uniaxial .....	21
3.1.2.2 – Compactação Isostática:.....	26
Compactação isostática possibilita obter densidades mais uniformes comparativamente à prensagem uniaxial em matrizes rígidas. Este método utiliza moldes flexíveis para a aplicação de pressão em todas as direções, o que reduz a fricção e possibilita a re-prensagem de peças já conformadas. A compactação isostática pode ser a frio ou a quente.....	26
3.1.3. Abordagem Macroscópica de Compactação dos Pós Metálicos .....	31
3.1.3.1. Endurecimento por Deformação das Partículas de Pó .....	32
3.1.3.2. Redução da Tensão de Cisalhamento Máxima .....	33
3.1.3.3. Influência do Limite de Escoamento .....	34
3.1.4. Modelo Microscópico e Mecanismos do Processo de Compactação.....	36
3.1.5. Sinterização dos Pós Metálicos .....	37
3.1.5.1. Mecanismos Básicos de Sinterização.....	41
<b>3.2. Microfusão ou Processo em Cera Perdida.....</b>	<b>46</b>

3.2.1. Introdução .....	46
3.2.2. Descrição do Processo .....	46
<b>3.3. O Processo de Consolidação por Constrição Radial (CCR).....</b>	<b>51</b>
3.3.1. Introdução .....	51
3.3.2. Descrição do Processo CCR .....	53
<b>4. MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS – PRIMEIRA ETAPA .....</b>	<b>56</b>
<b>4.1. Materiais.....</b>	<b>57</b>
4.1.1. Matéria Prima Utilizada: Pó de Ferro .....	57
4.1.2. Produção dos Moldes Cerâmicos .....	58
4.1.3. Meio Compressor Secundário.....	64
4.1.4. Container e Configuração Container/Meio Compressor Secundário/ Molde Cerâmico.....	67
<b>4.2. Equipamentos.....</b>	<b>68</b>
4.2.1. Forno para Aquecimento.....	68
4.2.2. Prensa Para Compactação .....	68
<b>4.3. Procedimento Experimental .....</b>	<b>69</b>
4.3.1. Parâmetros do Processo CCR.....	69
4.3.2. Fluxo operacional.....	70
<b>4.4. Caracterização das Pré-formas Produzidas.....</b>	<b>72</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES REFERENTES AOS EXPERIMENTOS – PRIMEIRA ETAPA .....</b>	<b>74</b>
<b>5.1. Apresentação dos Resultados .....</b>	<b>74</b>
<b>5.2. Discussão Sobre os Resultados Obtidos nos Experimentos – Primeira Etapa 81</b>	
5.2.1. Espessura do Molde Cerâmico Descartável .....	81
5.2.2. Material Para o Meio Compressor Secundário .....	81
5.2.3. Influência da Configuração Container/Meio Compressor Secundário/ Molde Cerâmico .....	82
5.2.4. Principais Parâmetros de Processo: tempo, temperatura e pressão de compactação .....	83
<b>6. MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS – SEGUNDA ETAPA.....</b>	<b>84</b>
<b>6.1. Materiais e Equipamentos Utilizados .....</b>	<b>84</b>

<b>6.2. Procedimentos Experimentais – Segunda Etapa .....</b>	<b>86</b>
6.2.1. Parâmetros do Processo CCR .....	86
6.2.2. Fluxo Operacional da Experimentação – Segunda Etapa.....	88
<b>6.3. Caracterização das Pré-formas Produzidas.....</b>	<b>90</b>
<b>7. RESULTADOS E DISCUSSÕES REFERENTES AOS     EXPERIMENTOS – SEGUNDA ETAPA.....</b>	<b>91</b>
7.1. Características Gerais das Pré-formas de Ferro Obtidas .....	91
7.3. Microestrutura das Pré-Formas Obtidas .....	93
7.2. Dureza das Pré-formas e Correlação com Densidade .....	100
<b>8. CONCLUSÕES.....</b>	<b>102</b>
<b>9. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>104</b>
<b>10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>105</b>



## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Métodos básicos de compactação. ....	21
Figura 3.2 - M/P: Movimentos da ferramenta durante o processo de compactação uniaxial. ....	22
Figura 3.3 - Principais etapas do processo de compactação uniaxial a morno e a frio.	25
Figura 3.4- Esquema típico do processo de compactação isostática a quente .....	27
Figura 3.5- Equipamento comercial de compactação isostática a quente.....	28
Figura 3.6- Adaptação dos contornos superficiais devido à deformação plástica de partículas de pó adjacentes para o caso do cobre eletrolítico compactado a 200 MPa. ....	33
Figura 3.7- Condição de deformação plástica em uma esfera metálica oca sob pressão externa hidrostática $P$ , onde $R$ e $r$ são os raios externos e internos da esfera, respectivamente, $\sigma_t$ tensão tangencial e $\sigma_r$ a tensão radial .....	33
Figura 3.8- Influencia do limite de escoamento na relação entre as pressões axial e radial dentro de uma cavidade cilíndrica durante o ciclo de carga-descarga.....	35
Figura 3.9- Estágios do processo de compactação sob o ponto de vista microscópico. ....	37
Figura 3.10- Processo esquemático de seqüência de operações em um forno sinterização. ....	38
Figura 3.11-Formação de “pescoço” entre esferas de cobre sinterizadas .....	42
Figura 3.12 - Primeiro estágio (a) e segundo estágio (b) de sinterização. ....	42
Figura 3.13- Vacâncias migrando: a) dos cantos vivos para as partes mais achatadas da superfície do poro; b) dos poros menores para os poros maiores de contornos de grãos.....	44
Figura 3.14- Micrografias ilustrando mudanças nos tamanhos dos grãos e dos poros; $T=1000^{\circ}\text{C}$ ; a) 8 min; b) 8 min.; c) 30 min; d) 120 min, e) zonas livres de poros próximos aos contornos de grãos e poros maiores nos centros dos grãos do ferro sinterizado.....	45

- Figura 3.15- Fotografias ilustrando as principais etapas do processo de microfusão.50
- Figura 3.16- Exemplos de modelos confeccionados como poliestireno de alto impacto.....51
- Figura 3.17- Principais etapas do processo CCR. (1) Modelo de cera; (2) O molde construído sobre o modelo de cera, através de banhos em lamas cerâmicas; (3) Deceragem, deixando o interior do molde vazio; (4) O molde cerâmico é preenchido com pó metálico e colocado dentro de um container metálico; (5) Ligas metálicas contendo elementos muito reativos, o container pode ser fechado a vácuo; (6) Aquecer a temperatura de prensagem a quente, tipicamente entre 1030 a 1200 °C para materiais ferrosos, e prensar por alguns segundos; (7) O container é aberto e a peça metálica consolidada é separada do molde cerâmico.54
- Figura 3.18- Algumas peças produzidas pelo Processo CCR.....55
- Figura 4.1- Imagem ilustrativa da morfologia do pó de ferro ASC100.29 utilizado nos experimentos.....57
- Figura 4.2- Microestrutura de um compactado produzido com pó de ferro ASC100.29 utilizado nos experimentos. Ataque com Nital.....58
- Figura 4.3- Fluxograma ilustrando o procedimento experimental utilizado para a produção dos moldes cerâmicos pelo processo de microfusão. ....59
- Figura 4.4- Primeiro tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Modelos banhados com 1ª lama e areia fina. b) Modelos com quatro banhos, sendo que o último coberto com chamote grosso. c) Moldes cerâmicos após deceragem. ....61
- Figura 4.5- Segundo tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Modelos em cera b) Moldes secando após 9 banhos de lama c) Molde cerâmico após deceragem. ....62
- Figura 4.6- Terceiro tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Molde secando após 5 banhos de lama. b) Deceragem pelo processo *flash*. c) Moldes cerâmicos após deceragem e calcinação.....63
- Figura 4.7- Amostras de pó de ceramico após ensaio de compressibilidade.....66
- Figura 4.8- Esquema ilustrativo das diferentes configurações utilizadas quanto à configuração container/meio compressor secundário/ molde cerâmico. 67
- Figura 4.9- Forno resistivo utilizado para aquecimento do container com o meio compressor secundário com o molde cerâmico contendo o pó de ferro.68

- Figura 4.10- Prensa hidráulica utilizada para a compactação das amostras.....69
- Figura 4.11- Ilustração do fluxo operacional utilizado para a obtenção das preformas de ferro.....71
- Figura 5.1- Fotografias das primeiras preformas de ferro produzidas nos experimentos – primeiras etapas. ....76
- Figura 5.2- Micrografias ópticas de diferentes regiões do centro da amostra 22, a qual foi produzida com alumina como meio compressor, aquecida a 800°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 356 MPa.77
- Figura 5.3- Micrografias ópticas de diferentes regiões das bordas da amostra 22, a qual foi produzida com alumina como meio compressor secundário, aquecida a 800°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 356 MPa. ....78
- Figura 5.4- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 29, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 366 MPa. ....79
- Figura 5.5- (a) (b) (c) (d) e (e) Micrografias eletrônicas de diferentes regiões da amostra 29, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 366 MPa. (f) EDS da região indicada com a seta.....80
- Figura 6.1- Fotografias dos moldes cerâmicos utilizados nos experimentos finais. ...85
- Figura 6.2- (a) Moldes cerâmicos descartáveis enchidos com pó de ferro ASC 100.29. (b) Moldes cerâmicos descartáveis selados com lama cerâmica.85
- Figura 6.3- Esquema ilustrativo da configuração matriz/container/ meio compressor secundário/molde cerâmico. Matriz confeccionada em aço SAE 1045 com as seguintes dimensões aproximadas: altura 99 mm, diâmetro interno 112 mm, parede 31 mm. ....86
- Figura 6.4- Algumas fotografias ilustrativas dos procedimentos experimentais finais.89
- Figura 7.1- Vista inferior da amostra 36 deformada, circundada pelo meio secundário compressor, compactada a baixa pressão (~248 MPa). ....92
- Figura 7.2- Amostra obtida sem deformação radial irregular. ....93
- Figura 7.3- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 31, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário,

- aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 409 MPa. Ataque: Nital 1%.....94
- Figura 7.4- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 32, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 416 MPa. Ataque: Nital 1%.....95
- Figura 7.5- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 33, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 419 MPa. Ataque: Nital 1%.....96
- Figura 7.6- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 37, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 409 MPa. Ataque: Nital 1%.....97
- Figura 7.7- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 38, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 418 MPa. Ataque: Nital 1%.....98
- Figura 7.8- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 39, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 424 MPa. Ataque: Nital 1%.....99
- Figura 7.9- Valores médios de dureza Brinell na parte superior e inferior dos pré-formas. .... 100
- Figura 7.10- Correlação entre os valores médios absolutos de dureza Brinell com a densidade relativa com referência ao fabricante do pó ( 6,77 g/cm<sup>3</sup> a 400 MPa)..... 101

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1- Propriedades típicas do pó de ferro ASC100.29 [Hoganas, 2004].	58
Tabela 4.2 - Dados dimensionais dos moldes cerâmicos descartáveis utilizados nos procedimentos experimentais – primeira etapa.	64
Tabela 4.3- Características da alumina calcinada tipo APC-G utilizada como meio compressor secundário.	65
Tabela 4.4- Características do pó cerâmico utilizado como meio compressor secundário.	65
Tabela 4.5- Características dimensionais das amostras do pó cerâmico após ensaio de compressibilidade.	66
Tabela 4.6- Análise granulométrica do pó cerâmico utilizado segundo a NBR NM 248/03.	66
Tabela 4.7- Experimentos preliminares realizados e parâmetros de processo utilizados.	72
Tabela 5.1- Principais propriedades obtidas das preformas de ferro produzidas nos experimentos – primeira etapa, realizados.	75
Tabela 6.1- Dimensões dos moldes cerâmicos descartáveis utilizados nos experimentos – segunda etapa.	84
Tabela 6.2- Principais parâmetros de processo - experimentos segunda etapa.	88
Tabela 7.1- Principais propriedades das preformas de ferro produzidas nos experimentos – segunda etapa - realizados.	91
Tabela 7.2- Dados médios de dureza Brinell (HB com esfera de 5mm).	100

## RESUMO

DE LEMOS, Sérgio A. G. **Estudo do Processo de Produção de Pré-formas pelo Sistema de Consolidação de Pós Metálicos por Constrição Radial (CCR)**. Porto Alegre. 2008. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO RIO GRANDE DO SUL.

Consolidação por Constrição Radial (CCR) é uma técnica de metalurgia do pó que possibilita a obtenção de peças metálicas *near-net-shape*, com alta densidade e de formas complexas a custos de produção mais baixos do que as tecnologias convencionais. CCR se assemelha em alguns aspectos ao processo de compactação isostática a quente, sendo que as principais diferenças são que o processo CCR utiliza moldes cerâmicos fabricados a partir do processo de microfusão e usa um meio compressor secundário na forma de pó, ambos confinados em um container. Neste trabalho desenvolveu-se um sistema experimental de CCR visando à produção de pré-formas de ferro de alta densidade. Como meios compressores secundários foram utilizados pó de ferro, pó de alumina calcinada e pó cerâmico (argila calcinada). As pré-formas produzidas foram caracterizadas quanto à densidade, microestrutura e dureza. Dos meios compressores secundários testados, o pó cerâmico (argila calcinada) mostrou-se com maior potencial de utilização. Observou-se que a configuração do container/meio compressor secundário/molde cerâmico influencia substancialmente nas características de densidade e dimensionais das pré-formas. A microestrutura das pré-formas produzidas mostrou que houve uma consolidação satisfatória do pó. Observou-se também uma boa correlação entre dureza e densidade. Os parâmetros de processo que proporcionaram obter os melhores resultados em termos de densidade e características dimensionais foram: pressão de compactação de aproximadamente 400 MPa, temperatura de aquecimento de 1120°C, configuração do container metálico/meio compressor secundário/molde cerâmico de forma a evitar a presença de meio compressor secundário na parte inferior do molde cerâmico e uso de matriz metálica para o confinamento do container a fim de evitar a deformação plástica lateral do mesmo a altas pressões e temperaturas.

Palavras-Chaves: consolidação de pós metálicos, constrição radial, microfusão, metalurgia do pó.

## ABSTRACT

DE LEMOS, Sérgio A. G. **A Study of the Process for Obtaining Billets from Metallic Powders by the System of Radial Constriction Consolidation (RCC).** Porto Alegre. 2008. Master Thesis. Pos-Graduation Program in Materials Engineering and Technology, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

Radial Constriction Consolidation (RCC) process can be considered a powder metallurgy technique that allows to fabricate components with complex geometries, near-net-shape and with full density at low production costs when compared to traditional process. In some aspects, the RCC process is similar to hot isostatic pressing process, but it uses a mold confectioned by investment casting and a powder as a secondary pressing media, which are confined in a metallic container. In this work a RCC experimental system was developed aiming to produce iron billets with characteristics of near-net-shape and high density. Iron powder, calcinated alumina powder and red ceramic powder used as a brick in civil construction were used as a secondary pressing media. The obtained billets were characterized in terms of density, microstructure and hardness. The red ceramic exhibited a good potential to be used as a secondary pressing media. It was observed that the configuration of the container/ secondary pressing media/ceramic mold has an important influence on the characteristic of density and near-net-shape of the billets. The billets microstructure showed that the powder consolidation was satisfactory. It was observed also a good correlation between density and hardness of the billets. The process parameters that propitiated the best results in terms of both properties, density and near-net-shape characteristics, were: pressure of 400 MPa, temperature of 1120°C, a configuration of the container/ secondary pressing media/ceramic mold that avoids the presence of secondary pressing media on the bottom of the ceramic mold and the use of a metallic mold to confine the container in order to prevent its plastic deformation at high pressures and temperatures.

Key-words: radial constriction consolidation process, near-net-shape process, powder metallurgy, iron powder, investment casting.

## 1. INTRODUÇÃO

Peças e componentes *near-net-shape* podem ser produzidos por diversos processos de fabricação, tais como microfusão, forjamento, extrusão, compactação a frio e a quente e por metalurgia do pó. A escolha do processo para a fabricação de um determinado componente depende fundamentalmente dos custos associados e das propriedades mecânicas e metalúrgicas finais desejadas [Ecer, 1987; Ferguson, 1985; Kim 1999; Mondal, 2008; Yan, 2007].

O processo de metalurgia do pó é um processo que se comparado com os demais processos metalúrgicos de fabricação tem baixo consumo de energia, pouca perda de material (matéria prima), alta produtividade e produz peças com bom acabamento final. Além disso, com os últimos desenvolvimentos das técnicas de metalurgia do pó, tem sido possível obter produtos de alta densidade, homogeneidade química e microestrutural, tanto em componentes metálicos como cerâmicos, com baixo custo quando comparado com os processos de fabricação tradicionais. O processo mais utilizado para a fabricação de componentes *near-net-shape* é o processo de compactação isostática a quente (*Hot Isostatic Pressing ou HIPping*) [Ashworth, 1999; Brown, 1987; Bocanegra-Bernal, 2004; Ferguson, 1985; Kim, 1999; Loh, 1992; Mondal, 2008]. No processo de compactação isostática a quente, o pó é submetido à pressão uniforme em todas as direções produzida por um gás inerte, usualmente argônio. As pressões típicas são da ordem de 20 a 300 MPa (sendo o mais usual 100 MPa) e as temperaturas são da ordem de 480 a 1700°C, dependendo do metal ou da liga em questão [ASM, 1998]. O processo de compactação isostática a quente é relativamente caro, uma vez que envolve vasos de pressão e outros sistemas para evitar a oxidação do pó e penetração de gases, além de custos em ferramental [Bowles, 1980; Kemp, 1983; Price, 1986]. Em função disso, vários processos alternativos surgiram nos últimos anos, tais como processos



CERACON, ROC (*Rapid Omnidirectional Compaction*), STAMP e Consolidação por Constrição Radial (CCR). Esses processos produzem condições de pressão quase isostática usando equipamentos de compactação convencionais associados com o uso de um meio compressor secundário (material cerâmico ou grafite) (Ferguson, 1984 e 1985; Ecer, 1987 e 2004).

Consolidação por Constrição Radial (CCR), processo patenteado em 1987, é uma técnica de metalurgia do pó que utiliza sistema de prensagem a quente para obtenção de peças *near-net-shape*, de altas densidades, com formas metálicas complexas e custos de produção mais baixos do que as tecnologias convencionais [Ecer, 1987]. O processo CCR incorpora as melhores características de três processos de produção de peças *near-net-shape*: microfusão, forjamento e prensagem a quente de pós metálicos de alta densidade. CCR se assemelha aos processos de metalurgia do pó convencionais em função da matéria prima utilizada e demais procedimentos operacionais, diferindo pelo fato de que utiliza como molde cascas cerâmicas fabricadas a partir do processo de microfusão, também conhecido como processo de cera perdida. Portanto, esse processo é capaz de produzir peças de alta complexidade geométrica e paredes finas devido ao uso de moldes de microfusão, associado com boa resistência mecânica devido às características de forjamento e com a flexibilidade de poder utilizar diferentes ligas porque utiliza pós metálicos ou cerâmicos como matéria prima [Ecer, 1987 e 2004].

Tem sido demonstrado o uso com sucesso do processo CCR na fabricação de inúmeras peças em ligas de titânio, níquel, cobre, além de diferentes tipos de aço. Porém, o processo CCR aplica-se principalmente a fabricação de componentes que envolvem altos custos de fabricação, como brocas de perfuração, ferramentas de corte, engrenagens de alto desempenho, moldes e matrizes, rotores e peças em ligas de titânio para indústria aeroespacial, peças em superligas, entre outras [<http://www.applieduscorp.com/RCCProcess.html>].

## **2. OBJETIVOS**

Este trabalho tem como principal objetivo estudar o processo CCR como técnica alternativa aos processos atualmente existentes para obtenção de pré-formas cilíndricas na sua forma final e com altas densidades, utilizando-se pós metálicos e moldes cerâmicos colapsáveis fabricados a partir do processo de microfusão.

### **2.1. Objetivos Específicos**

- Desenvolver sistema experimental para a produção de pré-formas pelo processo CCR;
- Desenvolver sistema experimental para a produção de moldes cerâmicos colapsáveis por microfusão com características adequadas para serem utilizados no processo CCR;
- Analisar a influência de algumas variáveis do processo, tais como pressão de compactação, temperatura, tempo e meio compressor secundário nas propriedades das pré-formas obtidas;
- Caracterizar as pré-formas produzidas em termos de microestrutura, densidade e dureza;
- Correlacionar os parâmetros operacionais e características das pré-formas obtidas com a finalidade de determinar as condições experimentais mais adequadas para o processamento das mesmas.

## **3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **3.1. Metalurgia do Pó**

A Metalurgia do Pó (M/P) é um importante ramo da metalurgia que compreende a fabricação de pós e a produção de partes e peças (a partir de pós) por meio da compactação e sinterização. Basicamente, consiste na prensagem do pó metálico na forma desejada, seguida por aquecimento à elevada temperatura abaixo do seu ponto de fusão [Klar, 2005].

#### **3.1.1. Histórico**

O início da moderna M/P é atribuído a Wollaston (1828), o qual, no início do século XIX, reportou técnica de forjamento de prensagem-sinterização para fabricar peças de alta densidade a partir da platina (metal, que naquela época, não podia ser fundido em função de seu alto ponto de fusão). No começo do século XX, metais com altos pontos de fusão, tais como tungstênio e molibdênio, foram conformados por M/P, produzindo componentes para a indústria elétrica. O processo de metalurgia do pó foi também utilizado para fabricação de contatos elétricos formados de materiais compósitos. Carbetos cementados e buchas de bronze poroso seguiram nos anos 1920s, materiais abrasivos nos anos 1930s, e diversos metais refratários e as chamadas partes estruturais se seguiram nos anos 1940s. As primeiras aplicações evoluíram paralelamente ao crescimento da indústria automotiva, e, até os dias presentes, o uso global da M/P em países industrializados é altamente dependente da indústria automotiva. Nos anos 1950s e 1960s o segmento de partes estruturais da indústria da M/P expandiu-se em direção a produtos e processos de mais alta e completa densidade. Isto levou ao incremento

da competição da indústria da M/P com a fundição tradicional de metais [Klar, 2005]. Exemplos dessa evolução incluem aços forjados a partir de pós, aços ferramentas fabricados pelo processo de prensagem isostática a quente, superligas a base de níquel, e ligas de alumínio de alta dureza, específicas para a indústria aeroespacial. [ASM, 1998; Klar, 2005]

Ainda que inicialmente o uso tenha sido baseado na capacidade da M/P em produzir artigos a partir de metais de alto ponto de fusão, sem a necessidade de fundi-los, o sucesso do segmento de fabricação de partes e peças estruturais do processo é grandemente baseado em vantagens econômicas. Isso inclui utilização eficiente de energia, não agressão ao meio ambiente, e quase nenhuma produção de sucata através da prensagem e sinterização, freqüentemente sem nenhuma operação de usinagem subsequente ou outros tratamentos secundários [ASM, 1998; Klar, 2005].

A M/P é uma tecnologia dinâmica, sendo que avanços na fabricação dos pós metálicos, novos equipamentos, e novos processos de M/P continuam a surgir. Através dos anos, muitas variantes ao sistema básico de compactação e sinterização foram desenvolvidas. Além do desenvolvimento de ligas metálicas novas e mais resistentes, processos de alta densidade (compactação a morno, prensagem isostática a quente-*HIPing*, forjamento, moldagem por injeção, extrusão e laminação por rolos) combinados com excelente controle microestrutural e a capacidade inerente da M/P em produzir compósitos possibilitam a fabricação de materiais convencionais e de materiais exclusivos com largo espectro de propriedades da mais alta qualidade [ASM, 1998; Klar, 2005, Atkinson, 1997, Draney, 2004; Isaksson, 2008, Jaworska, 2005, Palm, 2003, Price, 1986, Roberts, 1991].

Apesar dos muitos atributos atrativos da M/P, existem limitações. Em virtude dos custos dos pós metálicos serem geralmente mais altos do que o aço em barras e do alto custo das ferramentas, prensas, fornos de sinterização, a produção de grande número de peças, ao menos 1.000 a 10.000 unidades, é usualmente essencial se a comparação com métodos alternativos de processo, tais como usinagem, microfusão ou forjamento for levada em conta [ASM, 1998; Klar, 2005]. Estas limitações levaram a procura por processos alternativos que apresentem as mesmas vantagens da M/P, porém sem os altos custos que lhe são inerentes.

Nos tópicos 3.1.2 e 3.1.3 subseqüentes são abordadas as duas principais etapas comuns a todos os processos de metalurgia do pó: compactação e sinterização.

### 3.1.2. Métodos de Compactação dos Pós Metálicos

As duas principais etapas inerentes a qualquer processo de M/P são a compactação e a sinterização, sendo esta última basicamente igual para todos os métodos. A primeira etapa, compactação é aquela que apresenta maiores variações em sua aplicação, influenciando fortemente nas propriedades físicas e mecânicas dos compactados [ASM, 1998; Klar, 2005]. Por esta razão, e tendo em vista a necessidade de traçar um paralelo com o processo sob estudo – CCR , a classificação foi feita em função dos métodos básicos de compactação existentes no mercado, conforme pode ser visualizado na Figura 3.1.

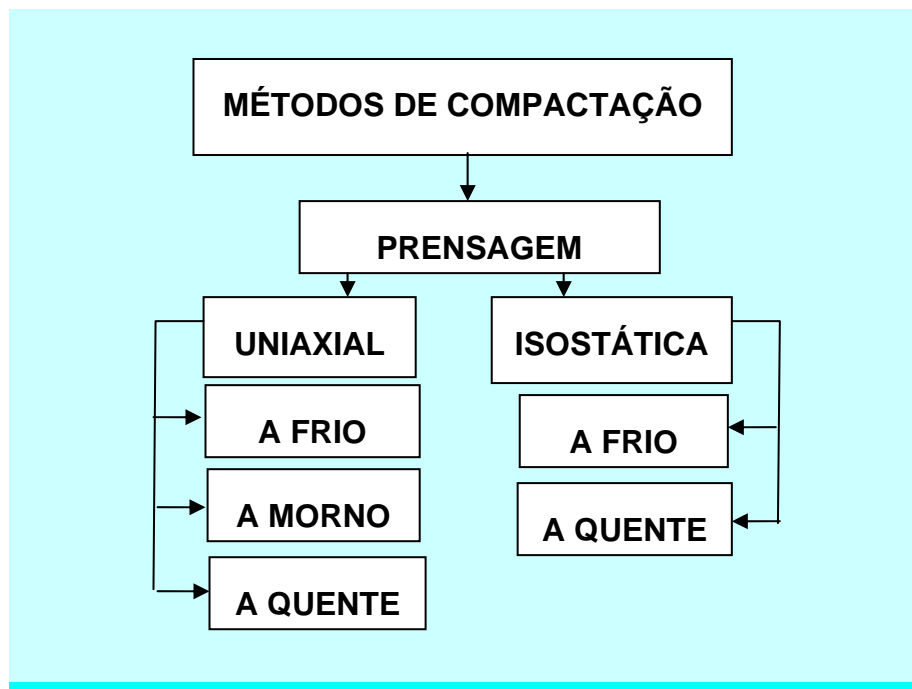


Figura 3.1- Métodos básicos de compactação.

#### 3.1.2.1. Compactação Uniaxial

Na compactação uniaxial de pós metálicos, a pressão é aplicada através de punções que se movem apenas na direção vertical (Figura 3.2). Este tipo de compactação impõe limitações nas formas das partes que poderão ser produzidas.

Partes e peças com reentrâncias e orifícios na direção vertical geralmente não são produzidas por compactação. Outra consequência do pó fluir apenas na direção da pressão aplicada durante a compactação é que quando partes com diferentes níveis de espessura são compactadas com um único punção estas apresentam diferentes densidades a verde em diferentes níveis. Punções individuais para cada nível devem ser utilizados para obter densidades mais uniformes. Prensagem em ambos os sentidos – de cima para baixo e de baixo para cima – reduzem variações na densidade. Mesmo compactados com um só nível de espessura na direção da prensagem apresentam variação de densidades, devido ao atrito do pó metálico contra as paredes da matriz. Este atrito pode ser reduzido tanto quanto possível através do uso de lubrificantes [ASM, 1998; Klar, 2005].

As prensas utilizadas podem ser hidráulicas, mecânicas, pneumáticas ou rotatórias. Prensas hidráulicas são mais lentas do que as prensas mecânicas, mas permitem obter densidades mais uniformes.

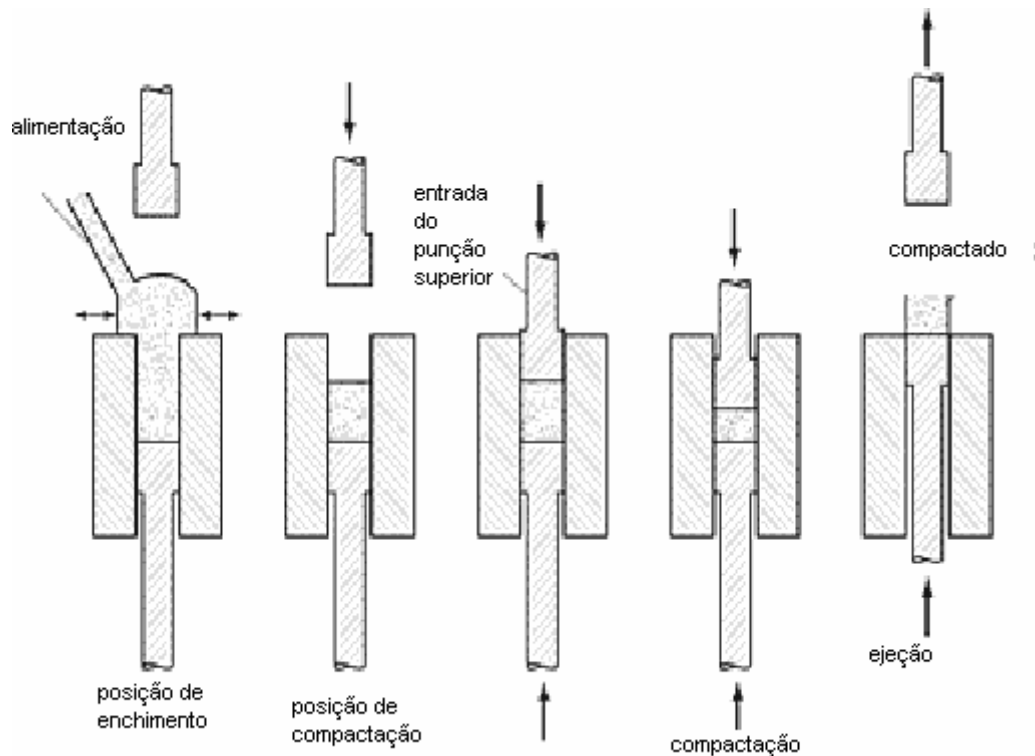


Figura 3.2– M/P: Movimentos da ferramenta durante o processo de compactação uniaxial [Klar, 2005].

**Compactação uniaxial a frio:** A compactação a frio é realizada a temperatura ambiente em matrizes rígidas e é o processo de compactação mais comumente utilizado. O pó é vazado na cavidade da matriz rígida, um punção móvel fecha a cavidade e a carga é então aplicada através do movimento de avanço do punção. No caso mais simples, existe apenas um punção móvel e a matriz é estacionária. No entanto, um gradiente de densidade ocorre no compactado como consequência do atrito contra as paredes da cavidade da matriz, com maior densidade sendo obtidas nas partes mais próximas à superfície do punção. Uma matriz com suporte móvel reduz o gradiente de densidade, movimentando suas paredes para compensar o efeito do atrito. O pó é compactado a partir dos seus planos superior e inferior, sendo que o plano intermediário apresenta normalmente a densidade mais baixa [ASM, 1998; Klar, 2005].

Densidades a verde típicas para partes compactadas estão em torno de 75 a 85% do valor teórico, com pressões de trabalho em torno de 400 MPa, para pós de aço [Hoganas, 2004a]. A densidade a verde é correlacionada exponencialmente com a carga aplicada. A pressão de compactação requerida para atingir-se o nível de densidade desejada é função dos seguintes parâmetros:

- Formato das partículas;
- Tamanho e distribuição da partícula;
- Composição química do pó;
- Práticas de lubrificação.

Prensagem a frio em matrizes rígidas tem vantagens no controle dimensional, devido a cavidade bem definida da ferramenta, altas pressões de compactação pela utilização de prensas mecânicas ou hidráulicas, altas taxas de produção e boa reprodutibilidade do processo. Limitações do processo incluem restrições ao tamanho das partes devido a capacidade da prensa, relação altura-diâmetro devido ao atrito nas paredes da ferramenta, trincas durante a ejeção do compactado a verde e limitações naturais das reentrâncias.

O processo convencional de prensagem e sinterização com densidades máximas em torno de 90 a 92%, e até aproximadamente 95% para partes e peças prensadas por dupla ação, podem atingir valores de resistência mecânica elevados.

Compactação uniaxial a frio seguida de sinterização convencional é a técnica mais largamente utilizada para a produção de peças na metalurgia do pó.

**Compactação uniaxial a morno:** neste tipo de compactação, plastificantes são adicionados ao pó e por meio de aplicação de temperaturas moderadas são amolecidos ou fundidos, sendo o atrito substancialmente reduzido. Atrito aqui refere-se ao atrito entre o pó e as paredes da matriz rígida e também entre as partículas de pó. Com este processo, densidades a verde expressivamente maiores podem ser alcançadas, mesmo >92% dos valores teóricos. Esta tecnologia abre novas aplicações para peças prensadas e sinterizadas em função das maiores densidades atingidas e melhoria das propriedades físicas e mecânicas. Adicionalmente, resistências a verde mais elevadas possibilitam a usinagem dos compactados a verde [ASM, 1998; Klar, 2005].

O aquecimento da matriz e do punção requer modificações na prensa de compactação e é necessário a utilização de sistema de aquecimento no mecanismo de alimentação de pó do processo. Microondas e aquecedores a óleo estão disponíveis para aquecer o pó. Temperatura típica de operação para o pó e a ferramenta é de aproximadamente 150°C, e pressões de compactação estão na faixa de 700 MPa para aços [Hoganas, 2004b]. A Figura 3.3 ilustra os processos de compactação a morno e compactação a frio.

**Compactação uniaxial a quente:** a produção de grandes pré-formas (*billets*) pode ser obtida compactando-se pó em matriz aquecida. O uso de temperaturas elevadas e sua manutenção por longos tempos permitem alcançar densidades superiores a 95% dos valores teóricos a pressões de compactação de variando de 1/3 a 1/2 daquelas necessárias para obtenção de peças de mais baixa densidade pelo processo de compactação uniaxial a frio. Densidade completa normalmente não é obtida, sendo que 3 a 5% de porosidades permanecem na pré-forma. Esta porosidade limita um tanto o uso destes porque suas propriedades são reduzidas em relação aos materiais com densidade igual à teórica. Por este motivo, pré-formas fabricadas a partir do processo de compactação uniaxial a quente são freqüentemente utilizadas como matérias-primas para operações de forjamento, forjamento em matriz fechada, e outros processos de deformação que possam



reduzir substancialmente os poros residuais. Alguns metais, tais como o berílio, são rotineiramente processados pelo sistema de prensagem a quente, sendo alcançados níveis aceitáveis de desempenho para diversos tipos de aplicações [ASM, 1998; Klar, 2005, Kim, 2002; Lee, 2003, Miao, 2007].

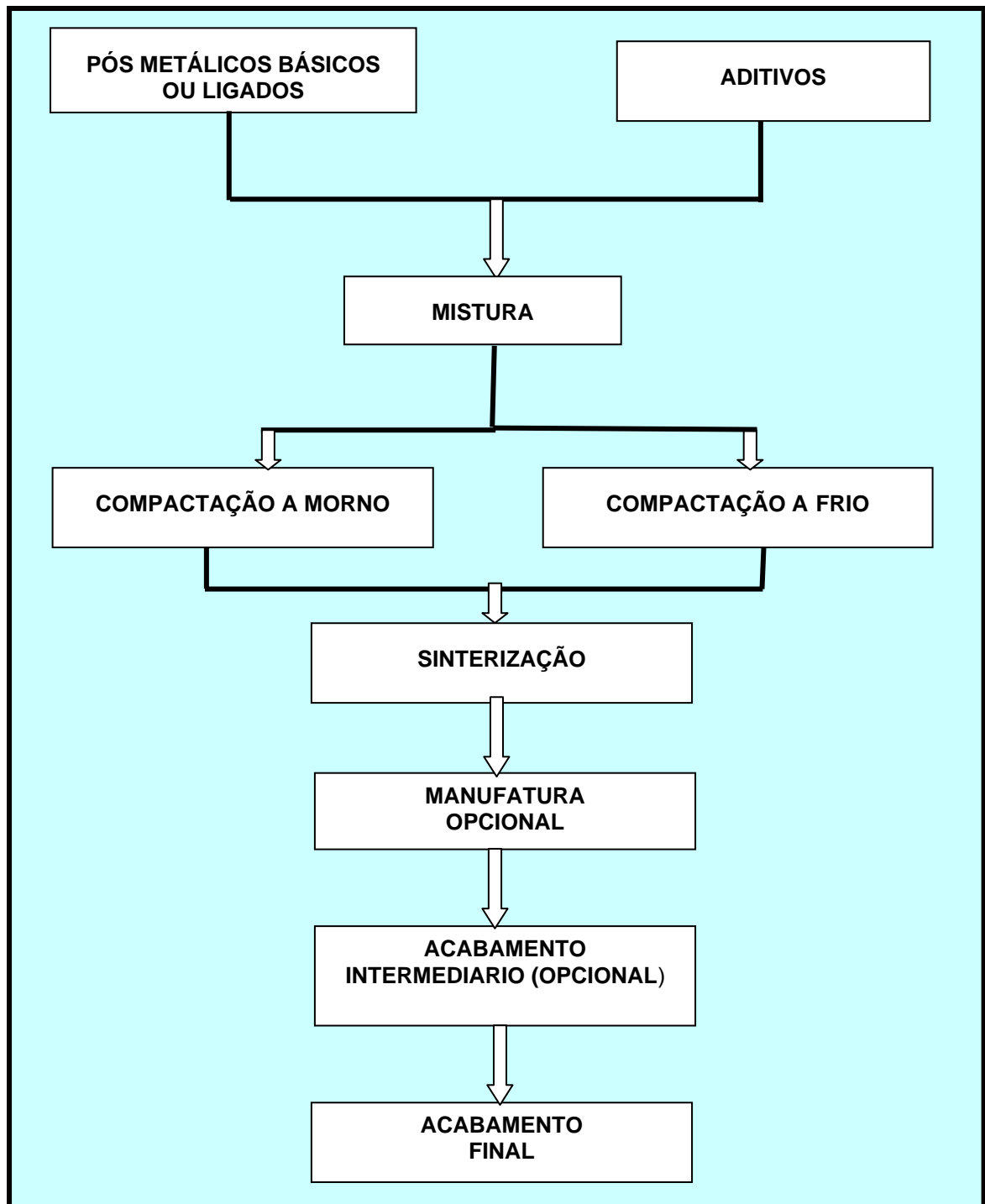


Figura 3.3– Principais etapas do processo de compactação uniaxial a morno e a frio [modificado de Klar, 2005].

### 3.1.2.2 – Compactação Isostática:

Compactação isostática possibilita obter densidades mais uniformes comparativamente à prensagem uniaxial em matrizes rígidas. Este método utiliza moldes flexíveis para a aplicação de pressão em todas as direções, o que reduz a fricção e possibilita a re-prensagem de peças já conformadas. A compactação isostática pode ser a frio ou a quente.

A compactação isostática a frio utiliza membrana flexível para isolar o pó do meio líquido pressurizador que é utilizado durante o processo - usualmente água tratada com inibidores de corrosão. Por este processo, o pó metálico solto pode ter sua densidade incrementada em até 65%. Materiais típicos para moldes são látex, neoprene, pvc, e outros compostos elastoméricos. Efeitos do atrito são minimizados devido ao fato de que o molde “trabalha” junto com o pó no processo de compactação. Em virtude de que a pressão é aplicada uniformemente em torno do molde, não existem teoricamente limites dimensionais. A relação altura/diâmetro e dimensão total do compactado são limitadas pelo tamanho do vaso de pressão utilizado. Comparativamente ao processo de prensagem uniaxial, compactação isostática a frio atinge densidades mais uniformes devido à minimização do problema de atrito anteriormente mencionado. Vasos de pressão são tipicamente limitados a pressões de até 415 MPa, ainda que unidades com o dobro desta capacidade sejam produzidas [ASM, 1998; Klar, 2005].

Equipamentos para compactação isostática a frio podem ser automatizados, mas suas produtividades são mais baixas do que aquelas obtidas pelo processo tradicional de M/P. O controle dimensional geralmente não é tão apurado quanto o do sistema tradicional, devido ao fato de que são utilizados moldes flexíveis [[ASM, 1998; Klar, 2005].

Compactação isostática a quente (HIPing- *Hot Isostatic Pressing*) é um processo *near-net-shape* versátil que encontrou nichos na produção de máquinas e estruturas para os mercados automotivo e aeroespacial, entre outros. É o processo que mais se assemelha ao processo CCR, o qual utiliza container, meio pressurizador secundário, altas temperaturas, aplicação da pressão quase simultânea ao aquecimento e condições “quase isostáticas”. O principal objetivo do processo de compactação isostática a quente é produzir peças *near-net-shape* e

com densidades iguais ou bastante próximas às teóricas.

Nesse processo, o pó metálico é fechado em um container flexível (molde), aquecido a elevadas temperaturas dentro de um vaso pressurizado e assim mantido por um determinado tempo (Figuras 3.4 e 3.5). Containers comercialmente usados incluem chapas de aço de baixo carbono conformadas, laminas de aço inoxidável e até mesmo vidro. O meio pressurizador é usualmente um gás inerte como o argônio, e as faixas de pressão de trabalho estão entre 100 e 300 MPa. A temperatura de trabalho é dependente do tipo de pó a ser utilizado, variando tipicamente entre 1000 a 1200°C para o ferro e aços ao carbono [ASM, 1998; Klar, 2005].

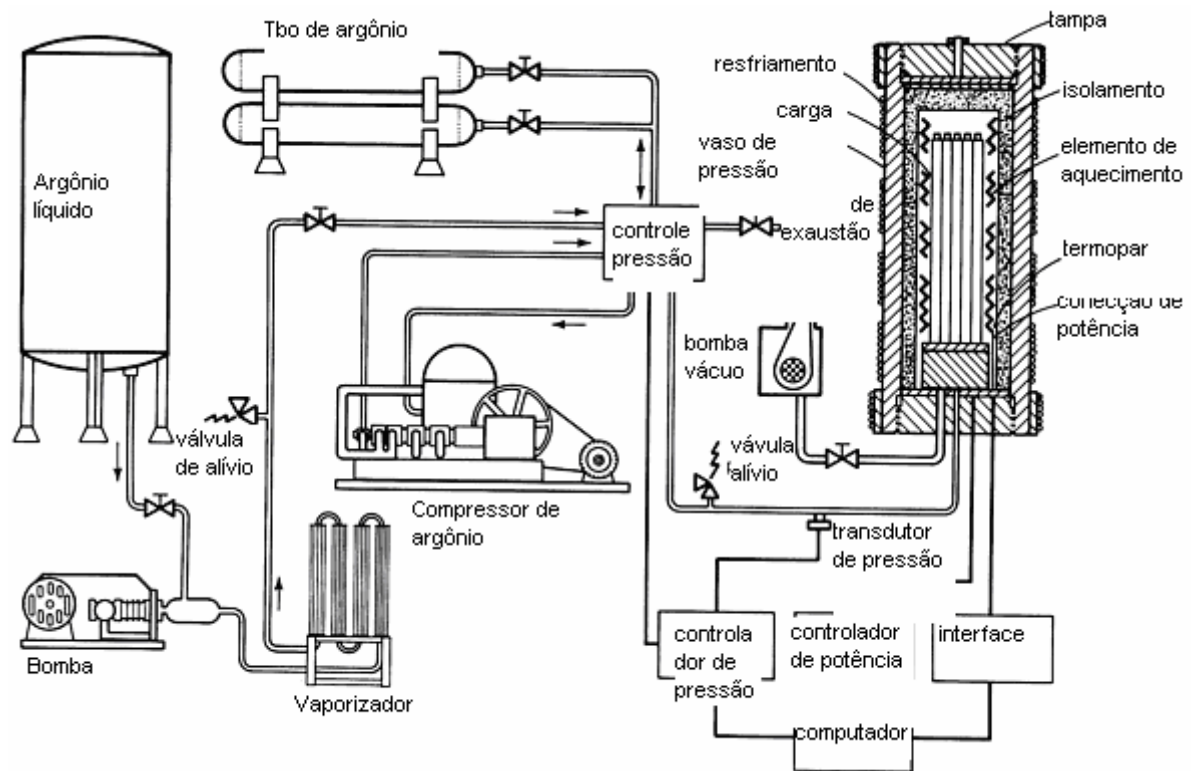


Figura 3.4- Esquema típico do processo de compactação isostática a quente [Klar, 2005].

Mecanismos de compactação ativos durante a compactação isostática a quente incluem deformação plástica da massa de pó (quantidade limitada), sinterização e fluência. Densidades típicas são superiores a 98% dos valores teóricos, sendo que densidade total é rotineiramente alcançável com cuidados durante o confinamento do pó e controles rígidos de tempo, pressão e temperatura. Os pós metálicos utilizados no processo de compactação isostática a quente são geralmente esféricos e muito limpos; as superfícies das partículas devem estar

isentas de contaminantes, tais como filmes óxidos. A forma esferóide facilita a carga no container e o manuseio, e a limpeza da superfície das partículas facilita o processo de ligação entre as mesmas. Manuseio adequado e evitar a contaminação do pó são críticos para o sucesso do processo, e considerável investimento em instalações e equipamentos, seguidos por atenção nos procedimentos de operação e manutenção são requisitos indispensáveis. Em comparação com o processo de compactação uniaxial a quente onde apenas pré-formas são produzidas, compactação isostática a quente é capaz de produzir peças com formas complexas [ASM, 1998; Klar, 2005, Bocanegra-Beranl, 2004; Frolov, 1991].



Figura 3.5- Equipamento comercial de compactação isostática a quente [Klar, 2005].

O processo de compactação isostática a quente cresceu, evoluiu e vem atingindo sua maturidade: a melhoria dos equipamentos, evolução que vem ocorrendo desde os anos 50, permite o processamento de lotes e velocidades cada vez maiores, tornando-se um processo viável e com boa relação custo benefício

para muitas operações modernas de fabricação [Draney, 2004; Brown, 1987; Chaim, 2005, Kemp, 1983; Kim, 1999; Li, 2007; Lograsso, 1992; Rao, 1991 e 2006; Shen, 2003; Tjong, 2006].

Nas últimas décadas os softwares estão cada vez mais sofisticados e, ao mesmo tempo, mais acessíveis aos meios de produção, incluindo também aplicativos para o processo de compactação isostática a quente [Baccino, 2000; Dcwg, 2003; Jinka, 1996; Ouedraogo, 2003; Yuan, 2008]. Podem ser citados como exemplos:

- a) Sistema de planejamento de regimes tecnológicos da prensagem isostática a quente de materiais em pó, o qual utiliza o método de elementos finitos para descrever o fluxo plástico viscoso que ocorre durante o processo de consolidação por deformação em um meio compressível isotrópico [Frolov, 1991];
- b) DICRTRA-THERMO-CALC, software utilizado para simulação e cálculo dos efeitos do tempo e da temperatura no processo de consolidação por difusão no alumínio [Dcwg, 2003];
- c) Softwares de simulação numérica para aproximação de diferentes modelos de compactação, bem como testes experimentais para a caracterização de materiais, tais como aços inoxidáveis 304L e 316L [Kim, 1999];
- d) CAD (*Solidworks*), utilizando Método de Elementos Finitos, para prever a dimensão final de componentes produzidos pelo processo HIP a partir de pó metálico Ti-6Al-4V [Yuan, 2007].

O processo de compactação isostática a quente tem sido utilizado com frequência em três dos grandes ramos da área de materiais: os metálicos, os cerâmicos e os compósitos [Bocanegra-Bernal, 2004; Draney, 2004; Hirose, 2006; Loh, 1992; Mondal, 2008; Preece, 1986; Yang, 2008; Zhang, 2005; Yu, 2005]. Não há relatos, até o presente, de sua utilização na área dos polímeros, mas com o rápido desenvolvimento dos materiais e processos, e com o surgimento de novas necessidades por parte da indústria, o que hoje nos parece totalmente fora de questão, poderá se tornar necessário e viável em um futuro próximo.

Como demonstração da evolução no processamento de pós metálicos pelo

método HIP, a título de exemplo, encontram-se a produção de ligas de alumínio com melhoras na remoção das porosidades e na usinagem da superfície [Roberts, 1991], a fabricação experimental de cintas de liga metálica de aço composto de 13%Cr e 2% Al [Brown, 1987], além da melhoria da qualidade na aplicação no processamento de aços rápidos e aços duplamente refinados [Shen, 2003], esta última bem mais recente do que as anteriores.

Na área dos materiais cerâmicos, as conquistas não são menos importantes: à medida que a demanda por altas temperaturas de operação aumenta, surge a necessidade de materiais que possam suportar mais de 2000°C e condições oxidantes adversas. O processo de compactação isostática a quente oferece o caminho para a produção confiável de componentes cerâmicos para aplicação a altas temperaturas e com alto desempenho [Shen, 2003].

Na área dos materiais biomédicos tem-se as ligas com memória de forma do tipo NiTi que podem ser obtidas por meio do processo HIP, apresentando propriedades especiais, pois permite produzir materiais porosos com melhoria nas interligações entre as porosidades, o que é muito benéfico para a aplicação de remédios *in situ*, troca nutricional e fluidez dos líquidos corpóreos [Lograsso, 1992].

Acredita-se que, na medida em que o processo de compactação isostática a quente for mais estudado e que novas tecnologias auxiliares surgirem de forma a reduzir custos de materiais e processos, mais e mais se expandirá, atingido nichos de mercado até hoje não explorados. No entanto, apesar das vantagens trazidas, o alto custo de vasos de pressão e outros equipamentos necessários, o ciclo relativamente longo de operação e outros fatores o tornam um processo custoso e, portanto, ao alcance apenas de poucas empresas, detentoras da tecnologia e com capacidade financeira para suportá-lo.

Em função das desvantagens acima mencionadas, diversas alternativas surgiram. Três dessas alternativas são os processos denominados CERACON, ROC (*Rapid Omnidirectional Compaction*) e STAMP [Ecer, 1987, Ferguson, 1984]: cada um destes processos tenta aproximar às condições de pressão isostática do processo de compactação isostática a quente durante a consolidação de pós metálicos, enquanto utilizam equipamentos de prensagem tradicionais. Nestes

processos alternativos o gás de pressurização é substituído por um meio secundário, usualmente material cerâmico ou carbono, que é pressionado por um punção (como o utilizado em prensagem uniaxial), transferindo então a pressão para a peça de trabalho. O resultado é a consolidação da peça de trabalho sob condições próximas às isostáticas [Ecer, 1987 e 2004].

O processo STAMP é usado para produzir pré-formas e peças semi-acabadas, ou seja, não é capaz de produzir produtos *net-shape* ou *near-net-shape*. Neste processo o pó é compactado em um container e a pressão de compactação é transmitida por um meio compressor secundário. A deformação plástica do pó sob compactação ocorre a taxas e direções diferentes, as quais são definidas pela deformação elasto-plástica do meio compressor secundário. As taxas de compressibilidade do meio compressor secundário e do pó da peça são diferentes, ou seja, depois da compactação as densidades finais (expressa em percentual da densidade teórica) dos dois materiais não são iguais. Em função disso, podem ocorrer distorções na peça, por exemplo, se a densidade completa for alcançada primeiramente no pó da peça o meio compressor secundário continua a se deformar. Além disso, diferenças nas propriedades de atrito dos pós podem também levar a distorções [Ferguson, 1984 e 1985].

O processo CERACON e modificações do mesmo também não propiciam produtos *net shape* ou *near net shape*. [Hailey, 1967 e 1972, Isaksson, 1982; Bowles, 1982; Kemp, 1983; Lichti, 1983]. Neste processo, o meio compressor secundário pode ser partículas esféricas de material cerâmico ou grafite ou mistura dos mesmos, tendo em vista reduzir o atrito entre as partículas.

### **3.1.3. Abordagem Macroscópica de Compactação dos Pós Metálicos**

Yuan e colaboradores [Yuan, 2007] justificam a utilização da teoria da plasticidade (visão macroscópica) pelo fato de que 90% da densidade adquirida pelo pó metálico durante o processo é devida a mecanismo de deformação plástica instantânea, além do que o modelo possui informações relativamente mais concisas, com menos parâmetros envolvidos do que o modelo microscópico.

Apresenta-se, as seguir, visão macroscópica adotada nos laboratórios de

Hoganas [Hoganas, 2004b]

### 3.1.3.1. Endurecimento por Deformação das Partículas de Pó

Desconsiderando-se, para o caso, o problema de atrito nas paredes da cavidade da matriz ocorrida em compactação pelo método tradicional de punção, e considerando apenas a compactação isostática do pó, verifica-se que o problema de densificação de pós aumenta a partir de um problema físico que pode ser definido conforme segue [Hoganas, 2004b]:

- com o aumento da densificação, as partículas de pó deformam-se plasticamente aumentando sua resistência à deformação, isto é, seu limite de escoamento imediatamente começa a aumentar (processo de encruamento).

- simultaneamente, as áreas de contato entre as partículas estão aumentando e, conseqüentemente, a tensão de cisalhamento efetiva entre as partículas está diminuindo. Portanto, à pressão externa constante, a redução da tensão de cisalhamento e o aumento do limite de escoamento atingem ponto comum onde toda a deformação das partículas cessa, isto é, o processo de densificação é interrompido.

Na Figura 3.6 ilustra-se a adaptação dos contornos superficiais devido à deformação plástica de partículas de pó adjacentes para o caso do cobre eletrolítico compactado a 200 MPa.

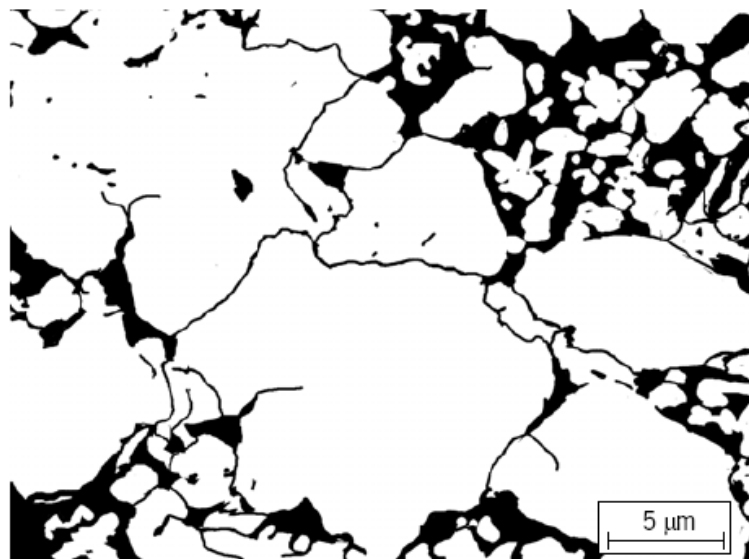




Figura 3.6– Adaptação dos contornos superficiais devido à deformação plástica de partículas de pó adjacentes para o caso do cobre eletrolítico compactado a 200 MPa [Hoganas, 2004].

### 3.1.3.2. Redução da Tensão de Cisalhamento Máxima

No estado de densificação, onde as partículas são prensadas umas contra as outras a tal ponto que os poros inicialmente interconectados entre si agora se transformaram em pequenos poros isolados, a distribuição da tensão ao redor de cada uma das partículas pode ser razoavelmente bem aproximada pela comparação com distribuição de tensão em uma esfera oca sob pressão hidrostática externa ( $P$ ), considerando que a esfera seja de um metal com limite de escoamento  $\sigma_o$  e que  $R$  e  $r$  sejam os raios externos e internos da esfera, respectivamente. (Figura 3.7)

De acordo com a teoria da elasticidade, a deformação plástica irá ocorrer quando a tensão máxima de cisalhamento ( $\sigma_m$ ) na superfície externa da esfera oca exceder o limite de tensão de cisalhamento da mesma [Hoganas, 2004b].

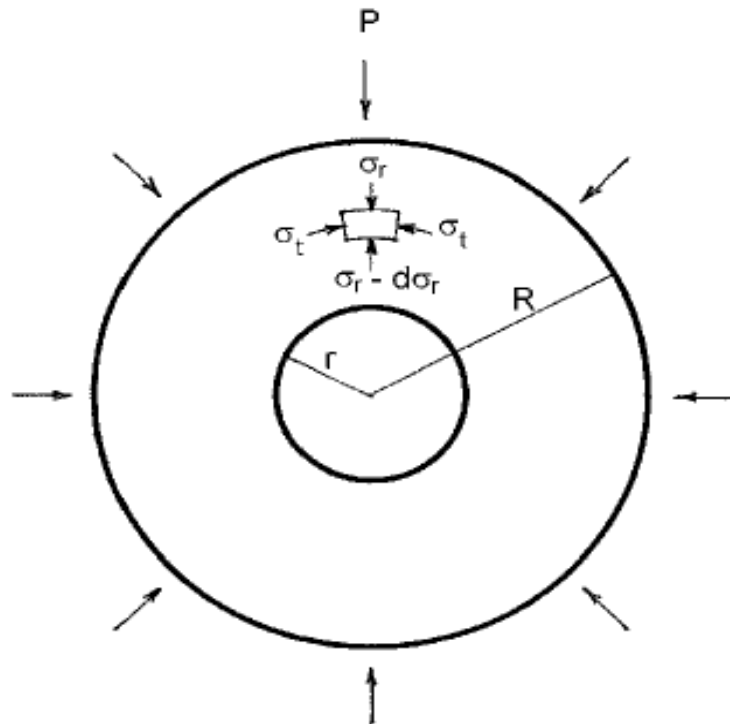


Figura 3.7- Condição de deformação plástica em uma esfera metálica oca sob pressão externa hidrostática  $P$ , onde  $R$  e  $r$  são os raios externos e internos da esfera, respectivamente,  $\sigma_t$  tensão tangencial e  $\sigma_r$  a tensão radial [Hoganas, 2004b]

A condição para que ocorra deformação plástica na esfera oca é:

$$P \geq 2/3 \cdot \sigma_0 \cdot \frac{R^3 - r^3}{r^3} \quad \text{Equação (3.1)}$$

De acordo com a Equação 3.1, a pressão hidrostática (P) necessária para provocar deformação plástica na esfera é tanto maior quanto menor for o volume do orifício da esfera ( $\sim r^3$ ). Em outras palavras, uma pressão infinitamente alta seria necessária para reduzir o orifício interno da esfera de metal a zero. Transferindo este resultado por analogia aos pequenos e isolados poros existentes dentro de um compactado de pó altamente densificado, parece razoável concluir que esses pequenos poros não podem ser eliminados por meio de pressões plausíveis de serem obtidas – nem mesmo na ausência de aumento de resistência mecânica por deformação a frio. À pressão externa constante, a tensão máxima de cisalhamento em qualquer ponto do compactado será tanto menor quanto menores forem os poros residuais.

### 3.1.3.3. Influência do Limite de escoamento

A partir do modelo de Long, fica evidente que a pressão radial que a massa de pó metálico exerce contra as paredes da matriz de compactação, é menor tanto quanto maior for o limite de escoamento do metal ( $\sigma_0$ ). Vice-versa, a partir do mesmo modelo, pode ser concluído que um pó metálico com limite de escoamento extremamente baixo e tendência ao endurecimento por trabalho a frio desprezível, como por exemplo, pó de chumbo, deverá exibir comportamento bem próximo do hidrostático quando compactado [Hoganas, 2004b].

Estas observações sugerem que as mais altas e homogêneas densidades em compactados de pós metálicos podem ser alcançadas se os procedimentos de compactação forem executados a elevadas temperaturas, onde o limite de escoamento do metal é mais baixo do que à temperatura ambiente.

Experimentos com diversas misturas de pós de ferro, levadas a termo nos laboratórios da Höganäs, e em corridas de produção, também feitas pela Höganäs, provaram que um aumento da temperatura do pó para 150-200°C é suficiente para

obterem-se densidades mais altas e melhorar as suas propriedades [Hoganas, 2004b].

A influência do princípio da dependência do limite de escoamento com a temperatura no relacionamento entre as pressões axiais e radiais pode ser vista a partir das curvas teóricas de histerese mostradas no diagrama da Figura 3.8. A partir dessas curvas, pode ser visto que a pressão radial máxima aumenta, mas a pressão radial residual diminui, após completa retirada da pressão axial, quando o limite de escoamento é reduzido com temperaturas elevadas.

Quando um pistão de um cilindro hidráulico exerce pressão sobre o líquido dentro da camisa deste cilindro, a pressão aplicada na direção axial é transformada em pressão radial contra as paredes na proporção de 1:1. Quando um pó é compactado na cavidade de uma matriz cilíndrica, a pressão axial, exercida no compactado pelo punção de compactação, é transformada apenas parcialmente em pressão radial contra as paredes da cavidade. Esta pressão pode ser bastante substancial, mas não alcança os mesmos níveis da pressão axial porque o pó metálico não é um líquido e não possui propriedades hidrostáticas [Hoganas, 2004b].

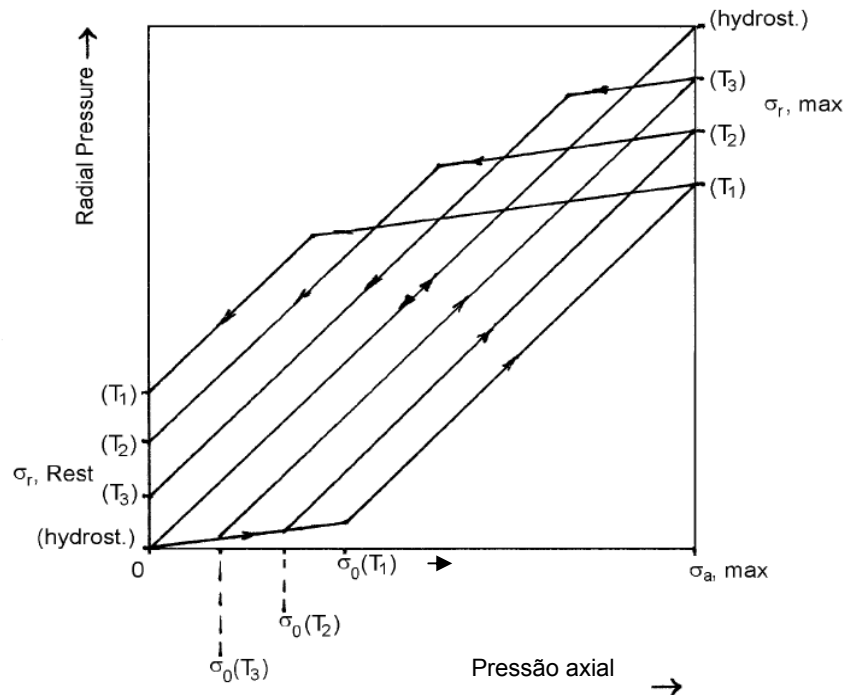


Figura 3.8- Influência do limite de escoamento na relação entre as pressões axial e radial dentro de uma cavidade cilíndrica durante o ciclo de carga-descarga [Hoganas, 2004b].

### 3.1.4. Modelo Microscópico e Mecanismos do Processo de Compactação

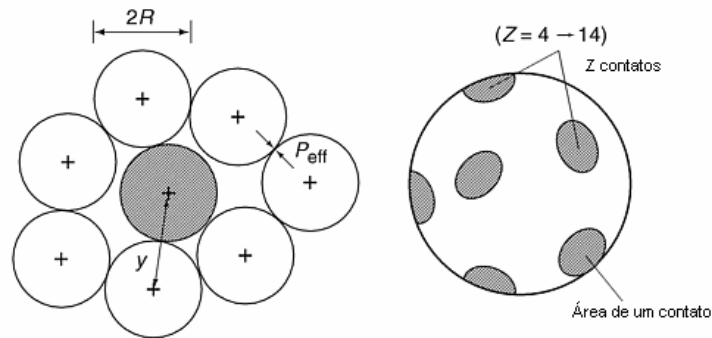
Conforme W.X.Yuan et al. [Yuan, 2007] vários modelos matemáticos foram desenvolvidos baseados em uma visão no qual o comportamento de densificação dos pós é atribuído a soma da contribuição de vários mecanismos microscópicos.

Apresenta-se, a seguir, o trabalho que Li e seus colaboradores [Li, 1987] desenvolveram nos anos 80: modelo mecanicista dos processos microscópicos envolvidos no processo de compactação isostática a quente com base na interação entre as partículas durante o processo de consolidação.

O processo de compactação pode ser dividido em três estágios (Figura 3.9), a saber:

- Estágio 0: descreve a densidade alcançada pelo pó solto confinado;
- Estágio 1: descreve os primeiros estágios da consolidação com densidade relativa menor do que 0,9, quando a porosidade ainda está conectada;
- Estágio 2: descreve o estágio final, com densidade relativa superior a 0,9, quando a porosidade se apresenta na forma de pequenos orifícios desconectados.

Conforme Li [Li, 1987], o mecanismo de compactação depende da pressão e temperatura a qualquer tempo dado no processo HIP, acrescido das equações não apresentadas neste trabalho, as quais são representativas dos processos demonstrados na Figura 3.9 – deformação plástica, fluência, fluência de Nabarro-Herring e difusão. No primeiro estágio, a compactação ocorre principalmente devido a deformação plástica e à fluência; na última parte do segundo estágio, a compactação ocorre devido a fluência de Nabarro-Herring e difusão, sendo que estes dois últimos processos apresentam, usualmente, menor influência nas mudanças de densidade e geometria do que os primeiros [Li, 1987; Lin, 2006] .



Uma determinada partícula (sombreada) contata um número  $Z$  de vizinhos em pequenas áreas

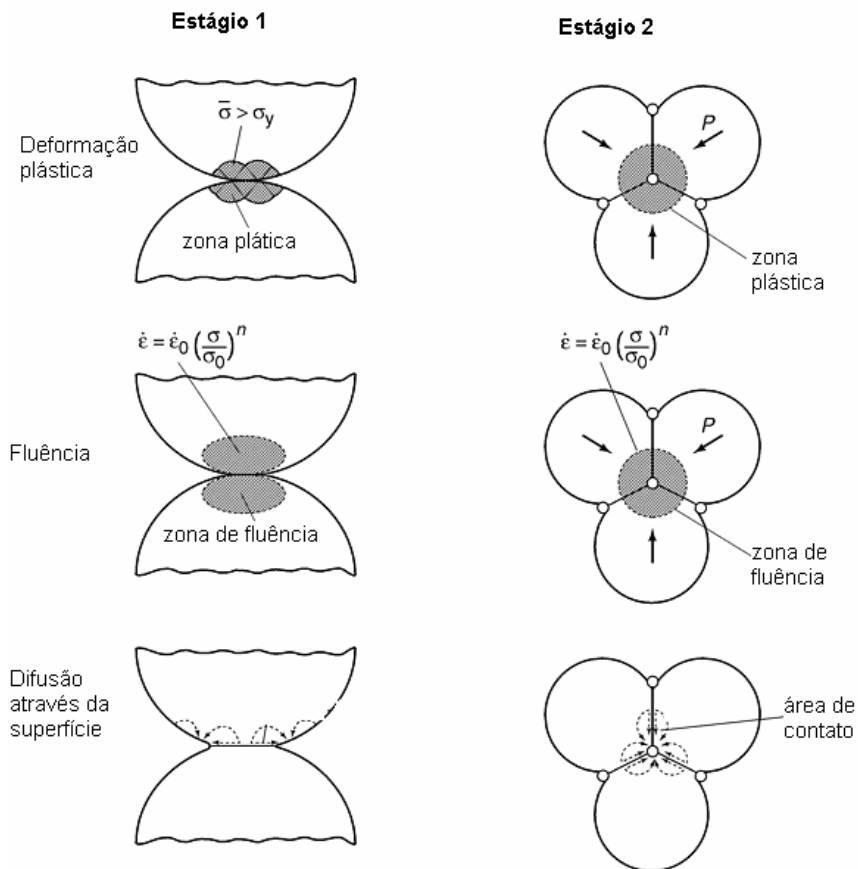


Figura 3.9- Estágios do processo de compactação sob o ponto de vista microscópico.  $\sigma$ = tensão,  $\sigma_y$ = tensão de escoamento,  $\sigma_0$ = propriedade do material na equação de fluência,  $\epsilon$ = deformação,  $\epsilon_0$ = propriedade do material em relação à fluência,  $n$ = expoente de fluência. [ASM, 1998].

### 3.1.5. Sinterização dos Pós Metálicos

É o processo através do qual os contatos entre as partículas, iniciados durante a prensagem, crescem e as propriedades físicas e mecânicas das peças

são desenvolvidas. Frequentemente, este processo é acompanhado por retração da peça. Sinterização envolve também o processo de ligação e homogeneização dos componentes misturados ao pó, acompanhados por crescimento dos grãos. A sinterização é efetuada a temperaturas em torno de 2/3 do ponto de fusão do material, usualmente por 20 a 60 minutos sob atmosfera inerte (a principal função da atmosfera controlada é proteger a peça da oxidação ou nitretação, conforme pode ocorrer quando aquecidas ao ar ou na presença de gases). A sinterização é processada em fornos apropriados, com faixa de temperatura variando de 1177°C a 3000°C, para ferro, aços e superligas [ASM, 1998; Hoganas, 2004b]. A Figura 3.10 ilustra a seqüência de operações em um forno de sinterização.

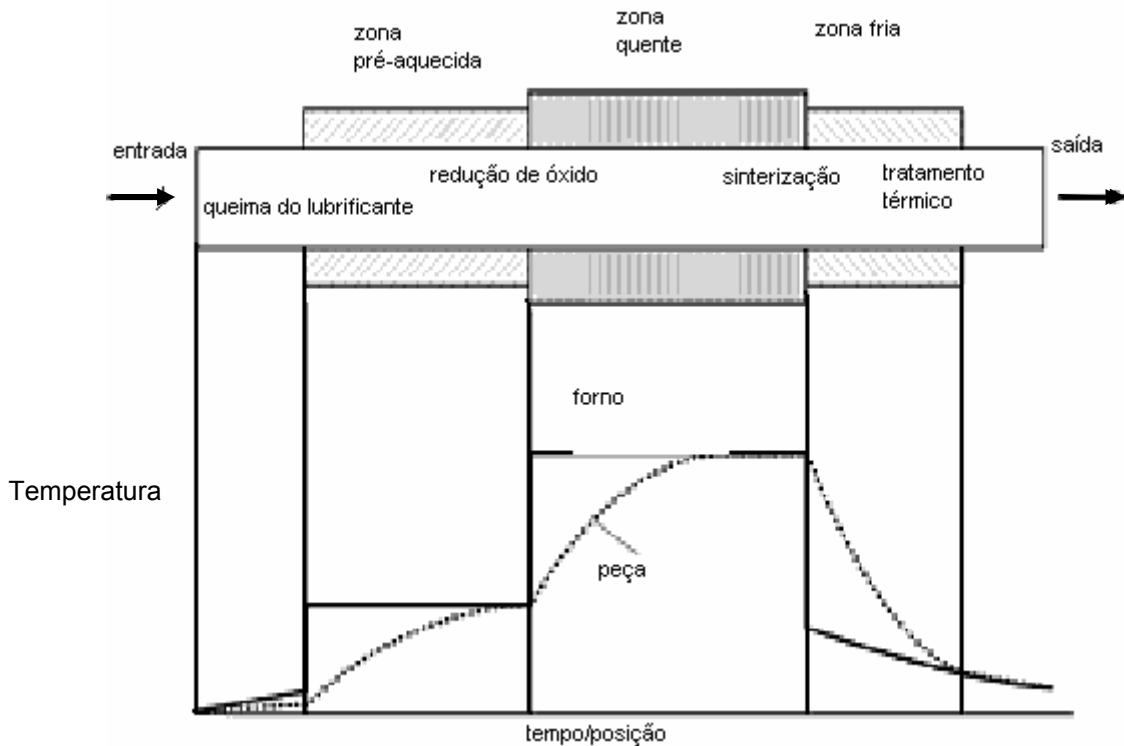


Figura 3.10- Processo esquemático de seqüência de operações em um forno sinterização [ASM, 1998].

A depender do processo utilizado, a sinterização poderá ocorrer de forma simultânea ou posterior a etapa de prensagem, com grande influência nos parâmetros do processo (tempo, temperatura, pressão) e nas formas finais obtidas.

Como o processo de sinterização é ativado principalmente pela energia superficial livre das partículas dos pós, é evidente que pós finos sinterizam mais

rapidamente do que pós grossos. Esta é uma das razões pela qual o processo de moldagem por injeção metálica emprega pós muito finos (5 a 20  $\mu\text{m}$ ), os quais sob condições normais de sinterização retraem-se, chegando próximo às densidades máximas teóricas.

A teoria da sinterização descreve o processo de evolução da estrutura porosa em termos de um evento de transporte atômico do estado sólido (difusão). Abordagens teóricas são bastante úteis para estimar os efeitos das muitas variáveis do processo. Nos primeiros estágios da sinterização, ligações (pescoços) são formadas nos pontos de contato entre as partículas. Durante o estágio intermediário, na faixa de densidade de aproximadamente 70 a 92% do valor teórico, a taxa de sinterização decresce, ocorre crescimento de grãos, e as porosidades se tornam isoladas. No estágio final, poros isolados e esféricos retraem-se vagarosamente para os contornos de grãos, através de processo de difusão por vacância.

Na sinterização em presença de fase líquida, o líquido coexiste com a fase sólida durante parte ou todo o processo de sinterização. A presença de líquido propicia sinterização e densificação muito mais rápido do que seria esperado de um sistema de estado sólido. Portanto, utilizando-se o sistema de sinterização de fase líquida, é possível obter-se alta densidade de sinterização sem o uso de pós metálicos mais finos (os quais são mais onerosos).

O processo de sinterização é governado pelos seguintes parâmetros:

- a – tempo e temperatura
- b – morfologia das partículas de pó
- c – composição da mistura do pó
- d – densidade do pó compactado
- e – composição da atmosfera de proteção no forno de sinterização

O significado prático desses parâmetros será descrito brevemente conforme segue:

#### **a – Temperatura e tempo.**

Quanto mais alta a temperatura de sinterização, mais curto será o tempo requerido para atingir o grau desejado de ligação entre as partículas de pó do compactado. Este fato leva a um dilema sob o ponto de vista de eficiência de

produção, pois temperaturas mais elevadas de sinterização são menos econômicas em função dos altos custos necessários para a manutenção dos fornos de sinterização.

Na metalurgia do pó, condições comuns de sinterização para o ferro são: 15-60 minutos, com temperaturas de 1120-1150°C.

#### **b – Morfologia das partículas de pó.**

Pós consistindo de partículas finas ou partículas com altas porosidades internas (grande superfície específica), sinterizam mais rapidamente do que pós compostos de partículas mais grossas, e compactados feitos de pós finos contraem-se menos durante a sinterização do que os pós mais grossos. Partículas de pós de ferro comerciais para peças estruturais possuem distribuição granulométrica normalmente variando de 150  $\mu\text{m}$  para baixo.

#### **c – Composição dos elementos de liga do pó.**

Os componentes de liga do pó são selecionados e proporcionados tendo em vista atingir as propriedades físicas desejadas e controle das mudanças dimensionais durante o processo de sinterização. Quando a mistura de dois ou mais diferentes metais é sinterizada, a ligação entre os componentes acontece simultaneamente ao processo de ligação entre as partículas de pós. Nas temperaturas comuns de sinterização, o processo de difusão entre os componentes de liga é lento (exceto entre o ferro e o carbono), e a completa homogeneização dos mesmos não é atingida. Se a mistura de pós contiver componente que forme fase líquida na temperatura de sinterização (por ex. cobre), as ligações entre as partículas bem como as ligações entre os diferentes elementos serão aceleradas.

#### **d – Densidade a verde do pó compactado.**

Quanto maior a densidade a verde do pó compactado, maior a área de contato entre as suas partículas, mais eficientes são os processos de difusão entre estas e o elemento de liga durante o processo de sinterização. Além do mais, estes



processos são melhorados pela desordem causada na rede cristalina das partículas pela deformação plástica ocorrida durante o processo de compactação.

### **e – Composição da atmosfera protetora no forno de sinterização.**

A atmosfera protetora deve preencher diversas funções durante a sinterização, as quais em alguns aspectos são contraditórias. Por um lado, a atmosfera é para proteger o sinterizado da oxidação e reduzir a possibilidade de ocorrência de óxidos residuais; por outro lado, serve para evitar a descarbonetação de materiais contendo carbono e, vice-versa, proteger materiais de eventual carbonetação indesejada. Na metalurgia do pó, os seguintes tipos de atmosferas de sinterização são comuns:

- redutora-descarborizante;
- redutora-carborizante;
- neutra ou inerte.

#### **3.1.5.1. Mecanismos Básicos de Sinterização**

Basicamente, dois tipos de materiais podem ser levados à sinterização: materiais homogêneos ou heterogêneos. Logicamente, a depender do tipo e da quantidade de elementos de ligas metálicas envolvidas, o processo torna-se cada vez mais e mais complexo.

É analisada aqui somente a sinterização referente ao pó metálico ASC 100.29, utilizado nos experimentos deste trabalho.

Observando-se o comportamento dos espaços entre as partículas sinterizadas, verifica-se que o processo de sinterização ocorre através de dois estágios:

a- Primeiro estágio: ligações locais (formação do pescoço) entre partículas adjacentes, como mostra a Figura 3.11;

b) Segundo estágio: arredondamento e contração dos poros, como mostra a Figura 3.12.

Em ambos os estágios, o volume total das partículas sinterizadas diminui; no primeiro estágio, a distância entre os centros das partículas adjacentes diminui, no último estágio, o volume total de poros diminui.

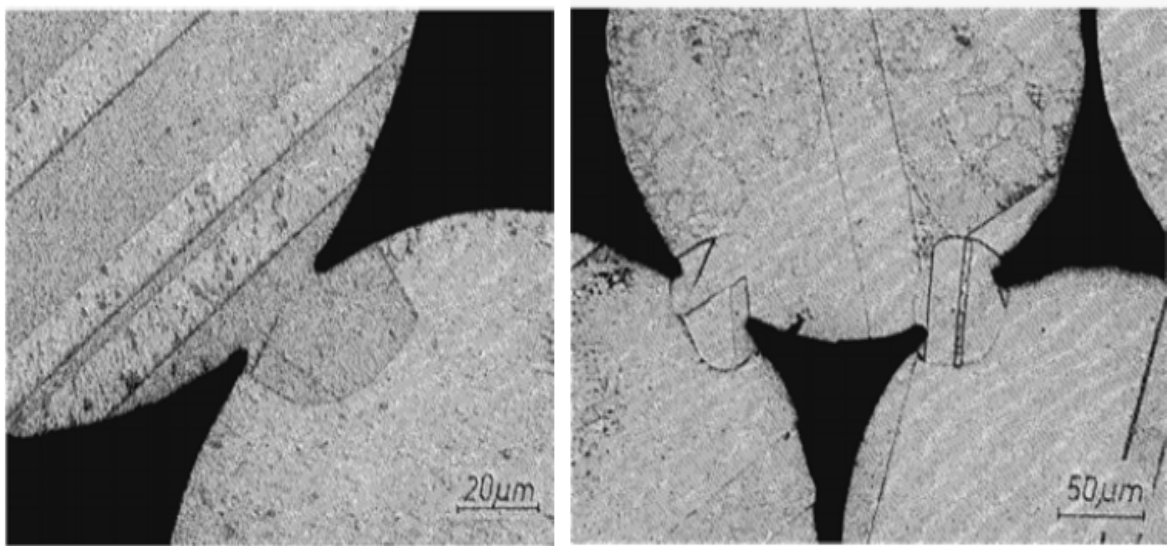


Figura 3.11-Formação de “pescoço” entre esferas de cobre sinterizadas [Hoganas, 2004b].

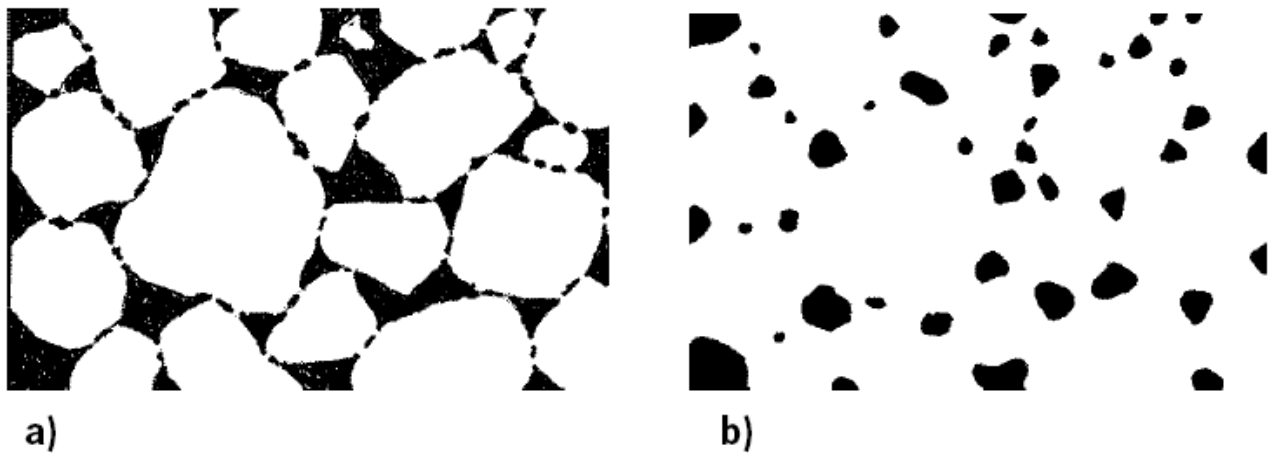


Figura 3.12 – Primeiro estágio (a) e segundo estágio (b) de sinterização [Hoganas, 2004b].

A força motriz por trás desse fenômeno de sinterização é a minimização da energia livre de superfície ( $\Delta G_{\text{superfície}} < 0$ ) do aglomerado de partículas.

Na ausência de fase líquida, cinco mecanismos de transporte diferentes

podem ocorrer:

- difusão volumétrica (migração de vacâncias)
- difusão nos contornos de grãos
- difusão na superfície
- fluxo viscoso ou plástico (causado por tensão superficial ou tensão interna),
- evaporação / condensação de átomos na superfície.

Tendo em vista determinar quais desses mecanismos são predominantes no processo de sinterização, o crescimento de pescoços formados entre partículas esféricas durante a sinterização foi estudado experimentalmente por diversos pesquisadores.

De acordo com modelo teórico desenvolvido por C.G. Kuczynski [Kuczynski, 1949], o crescimento dos pescoços é governado pela seguinte lei:

$$(x/a)^n \sim t \quad \text{Equação 3.2}$$

onde:

- a= diâmetro da partícula,
- x=espessura do pescoço,
- t=tempo de sinterização
- n= 2 para fluxo viscoso ou plástico viscoso
- n= 3 para evaporação/condensação
- n= 5 para difusão volumétrica
- n= 7 para difusão superficial

A validade da Equação (3.2) acima foi confirmada por extensivos experimentos com materiais [Hoganas, 2004b]. No caso de partículas esféricas de metal, um expoente  $n=5$ , e no caso de partículas esféricas de cerâmicos, um expoente  $n=2$ , são os valores que estão mais de acordo com os resultados experimentais.

A partir destes resultados dos experimentos efetuados, foram tiradas as seguintes conclusões:

- no primeiro estágio da sinterização, difusão volumétrica é o mecanismo predominante para partículas metálicas e fluxo viscoso para partículas vítreas;
- é muito provável, mas muito difícil de comprovar experimentalmente, que no

primeiro estágio da sinterização a difusão volumétrica é predominante também para os casos de partículas metálicas não-esféricas e compactados de pós metálicos;

- no segundo estágio da sinterização, a difusão volumétrica é sem dúvida responsável pelo fenômeno de arredondamento dos poros.

A difusão volumétrica, no entanto, não é totalmente responsável pelas taxas de retração dos poros observada e mudanças na distribuição dos seus tamanhos.

Vacâncias, oriundas das superfícies dos poros, não migram o tempo todo para a superfície externa do corpo sinterizado: Elas “condensam” na superfície dos poros maiores adjacentes ou são apanhadas nos contornos de grãos, onde se formam em linhas ou placas com colapso subsequente devido à deformação plástica (Figura 3.13).

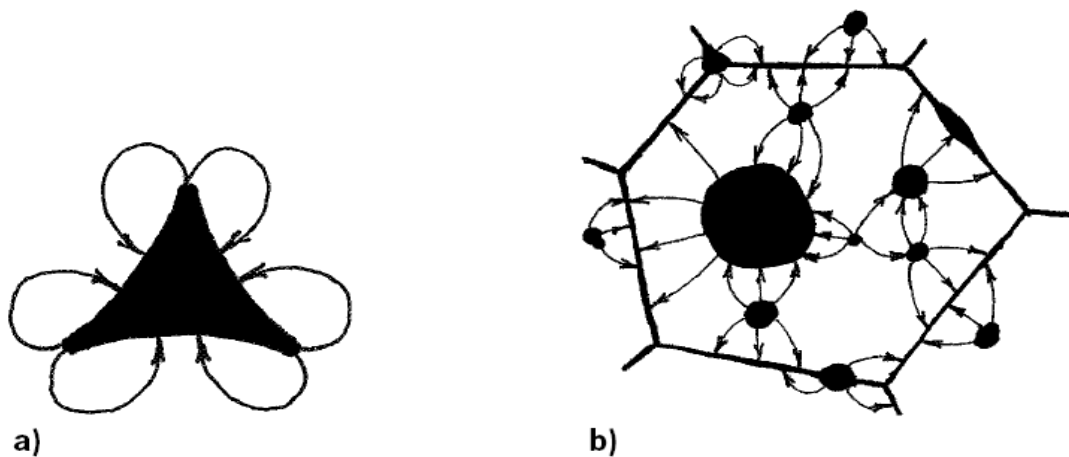


Figura 3.13- Vacâncias migrando: a) dos cantos vivos para as partes mais achatadas da superfície do poro; b) dos poros menores para os poros maiores de contornos de grãos [Hoganas, 2004b].

A partir das micrografias da Figura 3.14, pode ser visto como os poros maiores aumentam seus tamanhos em detrimento dos poros menores, e como poros pequenos desaparecem na vizinhança dos contornos de grãos.

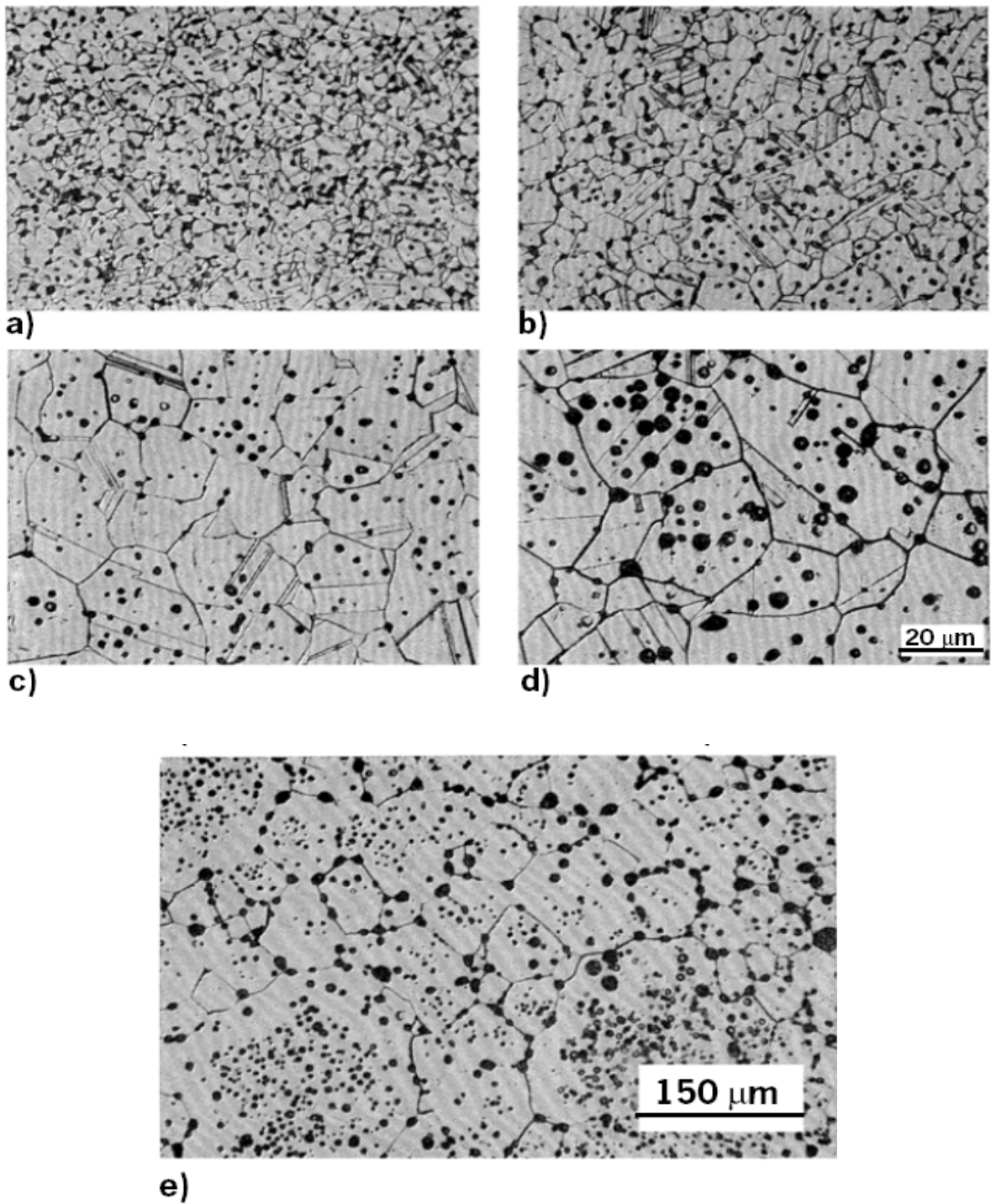


Figura 3.14- Micrografias ilustrando mudanças nos tamanhos dos grãos e dos poros;  $T=1000^{\circ}\text{C}$ ; a) 8 min; b) 8 min.; c) 30 min; d) 120 min, e) zonas livres de poros próximos aos contornos de grãos e poros maiores nos centros dos grãos do ferro sinterizado [Hoganas, 2004b].

## **3.2. Microfusão ou Processo em Cera Perdida**

### **3.2.1. Introdução**

Microfusão é um processo altamente desenvolvido capaz de produzir peças fundidas com grande precisão de formas e contornos extremamente complexos. O processo pode ser utilizado quando os metais forem muito duros para serem usinados ou fabricados de outro modo; quando for o único meio prático de produzir a peça; ou quando for economicamente mais viável do que qualquer outro modo de obtenção de peças com a qualidade requerida [Horton, 2002].

O uso do processo de microfusão é datado de 5000 AC quando utilizado para a fabricação de ferramentais. Nos séculos seguintes foi utilizado para a fabricação de jóias e objetos de arte e com o advento da segunda guerra passou a ser utilizado para a fabricação de componentes para a indústria aeronáutica [Sornicchia, 2004; Jones, 2003; Zhang, 1995]. O processo em questão é aplicado atualmente para uma grande variedade de ligas metálicas ferrosas e não ferrosas. Na aplicação industrial, incluem-se ligas de alumínio e bronze, aço inoxidável e outras ligas de aço, ferros fundidos e titânio, especialmente onde requisitos de seções finas e grossas são demandados [Jones, 2003; Horton, 2002; Hung, 2007; Sornicchia, 2004; Zhang, 1995]. Mais recentemente, tem sido estudada também a aplicabilidade desse processo para a obtenção de peças complexas em compósitos de matriz de liga de alumínio reforçada com partículas cerâmicas (Prevali, 2008; Mondal, 2008).

### **3.2.2. Descrição do Processo**

No processo de microfusão, uma lama cerâmica é aplicada em torno de um modelo colapsável, normalmente cera (por isso o nome também de processo da cera perdida), e processada de modo que solidifique e endureça, formando um molde também descartável. Após este processo, o modelo em cera é removido, através de aquecimento, e a liga metálica fundida é vazada no espaço anteriormente ocupado pelo modelo. O termo colapsável significa que o modelo de cera é destruído durante sua remoção do molde cerâmico e que este último também é destruído para retirar-se a peça fundida [Horton, 2002; Piwonka, 2001].

Existem duas formas de processo de confecção do molde. Uma possibilidade é de que a mistura cerâmica seja despejada em torno do molde de cera em um frasco e colocada para secar e endurecer (processo conhecido como de molde sólido). O outro método ocorre quando o molde de cera é repetidamente mergulhado em lama cerâmica, recoberta com material refratário, e secada, em um processo repetitivo até que uma casca de espessura suficiente seja formada em seu entorno. O segundo processo acima citado tornou-se a técnica predominante para aplicação em engenharia, desbancando o processo de molde sólido [Horton, 2002; Piwonka, 2001].

A seguir dá-se uma breve descrição das principais etapas do processo de microfusão, as quais são ilustradas na Figura 3.15.

**Modelo de cera:** o modelo de cera é obtido através da injeção de cera na cavidade de uma matriz ou molde metálico. A cera é uma mistura de cera natural modificada com *fillers*, resinas, plastificantes, anti-oxidantes e corantes. Ceras utilizadas para confecção do molde são mais freqüentemente parafinas, ceras vegetais e ceras micro-cristalinas. Através da mistura dessas ceras entre elas e adicionando-se modificadores, de acordo com as necessidades, podem ser obtidas diferentes propriedades. A escolha do tipo de cera a ser utilizada depende do tamanho e da forma do fundido a ser produzido. Aditivos são utilizados para aumentar a resistência mecânica da cera e compensar sua retração quando do resfriamento [Tascioglu, 2003].

Outros materiais alternativos à cera têm sido estudados, como o poliestireno de alto impacto, cujos modelos podem ser confeccionados com o uso da prototipagem rápida com o uso de laser [Yang, 2008], como ilustra a Figura 3.16.

**Injeção da cera e montagem do modelo:** a cera é injetada pressurizada a temperaturas relativamente baixas na matriz ou molde metálico. Após endurecer na cavidade do molde metálico, o que ocorre em menos de um minuto para peças pequenas, os modelos injetados são removidos e colocados para resfriar ao ar; após, são inspecionados visualmente, removidas as linhas de separação do molde metálico e o canal de alimentação, e as marcas na superfície são reparadas. Os modelos de cera são então soldados ao canal de alimentação, formando o que se

chama de “cacho”. Os cachos, depois de solidificados, são inspecionados e limpos através de imersão em solução contendo solvente que recobre a sua superfície, propiciando melhor aderência da lama a ser aplicada [Horton, 2002; Piwonka, 2001].

**Confecção do molde cerâmico:** o cacho montado é então mergulhado no primeiro de uma série de banhos de lamas cerâmicas. As lamas são geralmente misturas de agregados refratários em sílica aquosa (sílica coloidal). Adicionalmente a sílica coloidal e ao agregado refratário, a lama poderá conter agentes umidificadores, bactericidas, compostos anti-espumantes, e polímeros, os quais são agregados para proporcionar suficiente resistência verde à lama, para que possa ser transportada aos diversos banhos antes que esteja completamente seca. A formulação da lama é usualmente desenvolvida de acordo com as necessidades individuais de cada usuário. As lamas são controladas por meio de ajuste de viscosidade, temperatura e conteúdos sólidos [Jones, 2003; Hung, 2007].

A primeira lama consiste em um fino agregado de material refratário, normalmente mais caro que aqueles utilizados nos banhos subseqüentes. Este agregado tem contato direto com o metal fundido que será vazado. O cacho é revolvido dentro do tanque de lama para que a mesma cubra igualmente toda a sua superfície. Máquinas automatizadas garantem a capacidade de repetição e qualidade do processo. Após aproximadamente sete a nove banhos de lama e areia refratária, o cacho é remetido para secagem final e preparado para a operação de remoção do modelo de cera [Sbornicchia, 2004; Jones, 2003].

**Remoção do modelo de cera:** os modelos de cera são geralmente retirados através de sua liquidificação por processo de fusão e escoamento para fora do molde cerâmico descartável. No entanto, em virtude de que a cera expande até 40 vezes mais do que o molde cerâmico, cuidados devem ser tomados para evitar-se a ocorrência de trincas durante a operação. Um método de retirada da cera é a utilização de vapor em uma autoclave. Neste método, vapor superaquecido é introduzido no molde cerâmico a pressões de 550 a 620 kPa. O vapor penetra no molde, aquece rapidamente a superfície e ocasiona o derretimento da cera, a qual escorre pelo canal de alimentação. Um método alternativo (conhecido por *flash*) consiste em colocar os cachos em um forno com temperaturas variando de 870 a 1095°C. O calor aquece e derrete a cera rapidamente, a qual escorre para fora do



molde cerâmico [Horton, 2002; Piwonka, 2001]. Brum e colaboradores (Brum, 2008) estudaram um processo alternativo de deceragem via microondas, o qual se mostrou viável com a vantagem de diminuir a incorporação de sujeira e água que são inevitáveis no processo com o uso de autoclave.

**Calcinação do molde cerâmico:** após o processo de retirada da cera, os moldes são aquecidos a temperaturas de 870 a 1095°C para remoção de qualquer resíduo de cera ainda existente em seu interior, secá-lo completamente, e calciná-lo para que desenvolva a resistência mecânica necessária durante o processo de vazamento do metal fundido.

**Pré aquecimento do molde cerâmico:** antes do vazamento do metal fundido no interior do molde, um pré aquecimento do molde deve ser efetuado à temperaturas a serem determinadas pelo tipo de metal a ser vazamento e pela forma geométrica da peça. Quando os moldes cerâmicos estão completamente pré-aquecidos, são preenchidos com metal fundido. Devido ao fato de que as quantidades de metal a ser vazado são usualmente pequenas (< de 20 kg), esta operação pode ser feita manualmente [Horton, 2002; Piwonka, 2001].

**Fusão e fundição:** para algumas ligas, notadamente superligas e ligas de titânio, fusão, vazamento e solidificação são levados a termo em vácuo para proteger as ligas de reações com o oxigênio do ar. Forno de indução é o mais freqüentemente utilizado, ainda que fornos a gás possam ser utilizados para ligas não ferrosas.

**Operações subseqüentes à fusão:** após a fundição, o molde resfria e o molde cerâmico é quebrado e as peças removidas do canal principal. Acabamento e inspeção são operações similares àquelas utilizadas para o processo de fundição com molde de areia.



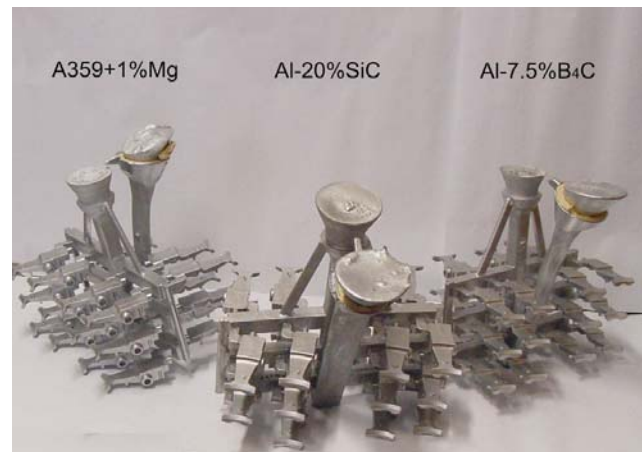
(a) Modelo da peça em cera



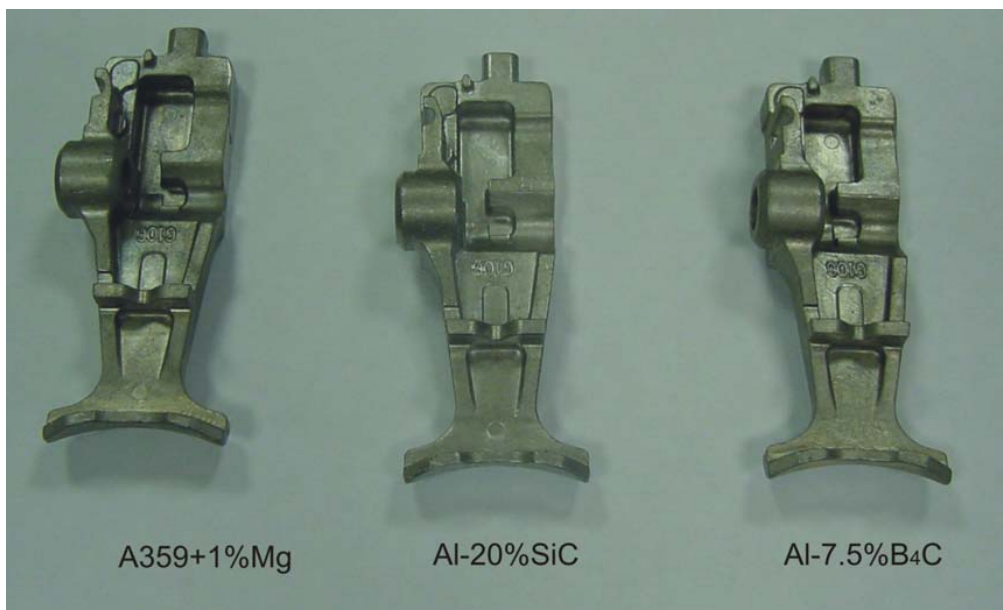
(b) Modelos em cera montados nos cachos



(c) Cachos revestidos com lama cerâmica



(d) Cachos desmoldados



(e) Peças prontas

Figura 3.15- Fotografias ilustrando as principais etapas do processo de microfusão [Previtali, 2008].

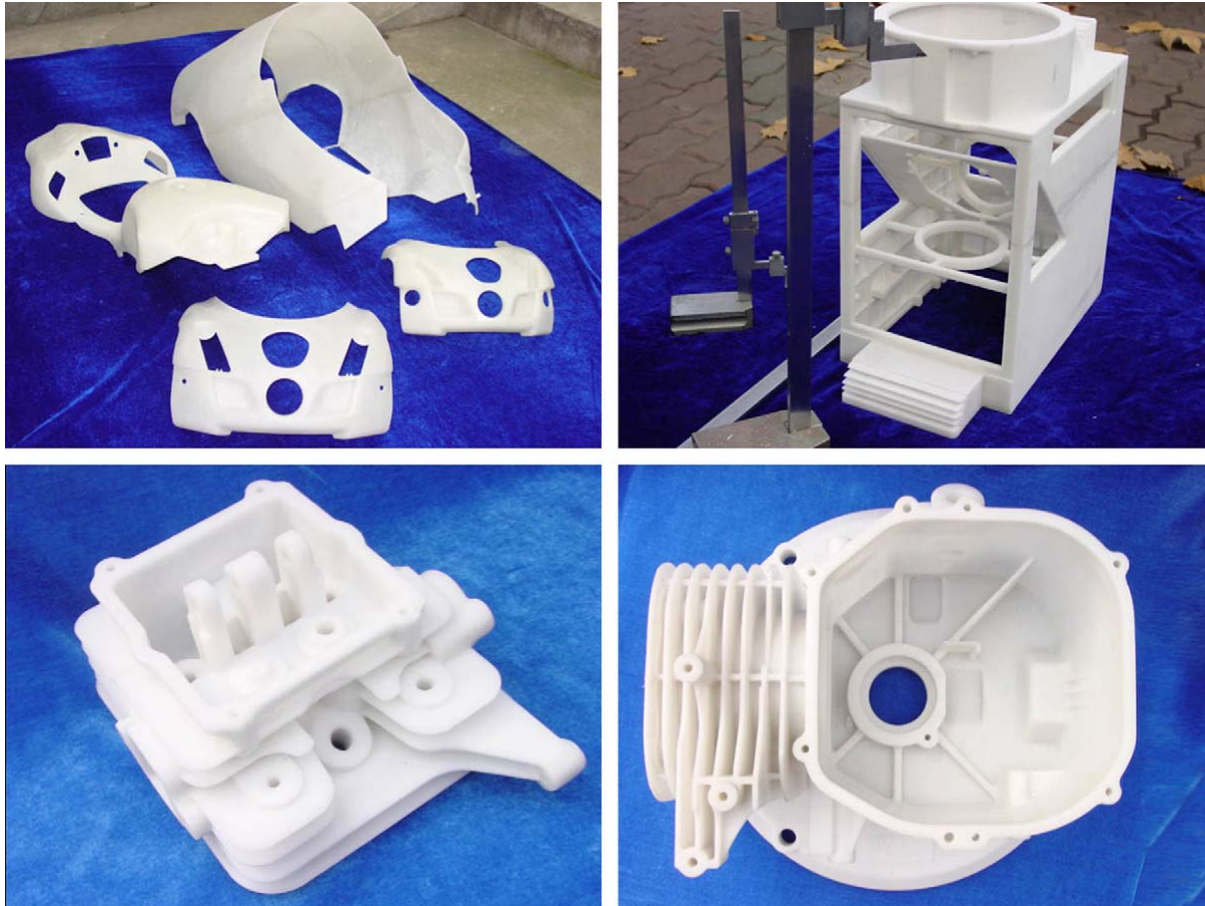


Figura 3.16- Exemplos de modelos confeccionados como poliestireno de alto impacto [Yang, 2008].

### 3.3. O Processo de Consolidação por Constrição Radial (CCR)

#### 3.3.1. Introdução

Conforme a Patente 4.679.549 [Ecer, 1987], o sistema ora denominado CCR pretende atingir os seguintes objetivos:

- Criar processo de metalurgia do pó envolvendo o uso de prensas convencionais, ao invés de gás altamente pressurizado, para produzir objetos ou peças com dimensões *near-net- shape*;
- Criar processo de metalurgia do pó onde os problemas derivados da contração sejam substancialmente eliminados e onde as dimensões se contraíam de

forma previsível na direção da pressão aplicada pelo punção ou haste da prensa, permanecendo inalteradas as dimensões perpendiculares à pressão aplicada;

- Prover a metalurgia do pó de um processo *near-net-shape* relativamente barato de praticar e possível de produzir partes e peças de formas complexas.

O processo não tem a intenção de atingir condições isostáticas durante a consolidação, mas alcançar consolidação através de aplicação unidirecional de pressão com a expectativa de que a peça de trabalho contraia-se somente na direção da pressão aplicada, e que as dimensões perpendiculares à direção da pressão permaneçam substancialmente inalteradas após a consolidação.

A principal vantagem deste processo é sua capacidade de produzir peças a baixo custo, com densificação completa (*full density*) e *near-net-shape* a partir de pós metálicos, utilizando tecnologia barata e ao alcance de muitos.

Ainda conforme a Patente em referencia [Ecer, 1987], nenhum dos outros três processos exemplificados como alternativas ao processo de compactação isostática à quente – CERACON, ROC e STAMP – obteve sucesso em prover suficiente controle dimensional sobre as peças produzidas e, portanto, requerem excessiva usinagem superficial para atingir as dimensões nas tolerâncias solicitadas. Nenhum desses processos alternativos considerou a importância da compressibilidade relativa entre o meio de pressurização e o pó metálico da peça produzida. Em outras palavras, nenhum desses processos considerou, em termos dimensionais, o fenômeno de que, sob pressão, o meio secundário pressurizador e o pó metálico a ser consolidado compactam-se a diferentes taxas. Esta é, conforme a Patente, uma das importantes razões pelas quais os sistemas mencionados – CERACON, ROC e STAMP - falharam em produzir peças realmente *near-net-shape*.

### 3.3.2. Descrição do Processo CCR

CCR incorpora as melhores características de três processos que produzem peças com alta complexidade de formas e baixa necessidade de usinagem complementar: fundição, forjamento e prensagem isostática a quente (HIPing- *Hot Isostatic Pressing*). Possui capacidade de produzir formas complexas semelhantes ao processo de microfusão, resistência mecânica e precisão de medidas do forjamento e a flexibilidade de formação de ligas e uniformidade microestrutural do processo HIPing [<http://www.applieduscorp.com/RCCProcess.html>]

O processo de CCR, como ilustra a Figura 3.17, inicia com um modelo de cera ou de plástico, similar aqueles utilizados para o processo de microfusão. O molde cerâmico colapsável é construído mergulhando-se o modelo de cera em lama cerâmica, com os subseqüentes banhos para engrossar e dar maior resistência mecânica à casca. Após a completa secagem do molde cerâmico colapsável, a cera é retirada através dos processos já mencionados e o molde é então enchido, por gravidade, com pó metálico. O molde cerâmico colapsável é colocado em um container metálico, de dimensões apropriadas, e o volume remanescente deste é completado com pó cerâmico ou outro material (aqui denominado de meio secundário compressor, para distinguir do pó da peça a ser produzida), de compressibilidade igual ou similar ao do pó da peça. O recipiente é então aquecido em forno com ambiente controlado ou não (dependendo do material do pó) até a temperatura de consolidação (prensagem). Uma vez atingida a temperatura desejada, é efetuada então a compactação ou prensagem do pó. Após a operação de prensagem, o recipiente é esfriado ao ar e a peça consolidada, é removida. O ciclo operacional inteiro, depois de alcançada a temperatura apropriada, dura de dois a três minutos. O pó cerâmico é removido e pode ser reutilizado.

O processo utiliza uma prensa hidráulica comum para consolidar o pó metálico. Sob a temperatura e pressão selecionadas, o pó metálico consolida-se a sua densidade teórica completa, enquanto que a casca cerâmica e o meio secundário compressor não se consolidam. Isto facilita bastante a separação do metal consolidado do molde cerâmico.

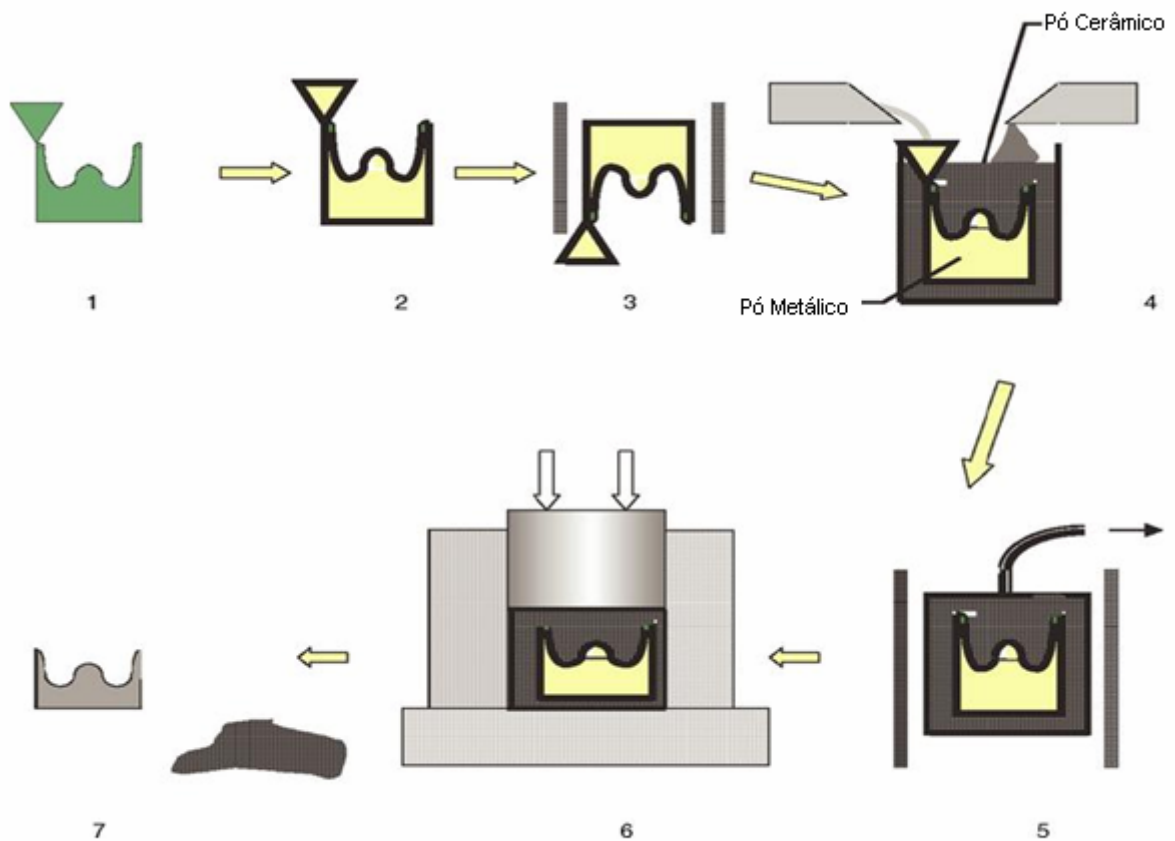


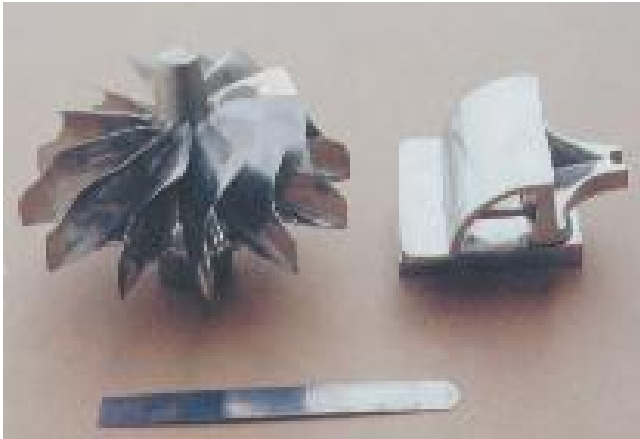
Figura 3.17- Principais etapas do processo CCR. (1) Modelo de cera; (2) O molde construído sobre o modelo de cera, através de banhos em lamas cerâmicas; (3) Deceragem, deixando o interior do molde vazio; (4) O molde cerâmico é preenchido com pó metálico e colocado dentro de um container metálico; (5) Ligas metálicas contendo elementos muito reativos, o container pode ser fechado a vácuo; (6) Aquecer a temperatura de prensagem a quente, tipicamente entre 1030 a 1200 °C para materiais ferrosos, e prensar por alguns segundos; (7) O container é aberto e a peça metálica consolidada é separada do molde cerâmico [Ecer, 2004].

O molde cerâmico colapsável é pressurizado de dentro para fora pelo pó metálico e de fora para dentro pelo meio secundário compressor. O meio secundário compressor (cerâmico ou metálico) atua como um molde de estampa flexível, assim como isolante térmico e ambiental. A tecnologia em análise possibilita que a peça seja consolidada sob condições isotérmicas. Para evitar distorção durante o processo de prensagem, idealmente o material utilizado como meio secundário compressor deve possuir a mesma taxa de compressibilidade do pó metálico a ser compactado [Ecer, 1987]. A taxa de compressibilidade ( $\gamma$ ) pode ser definida como:

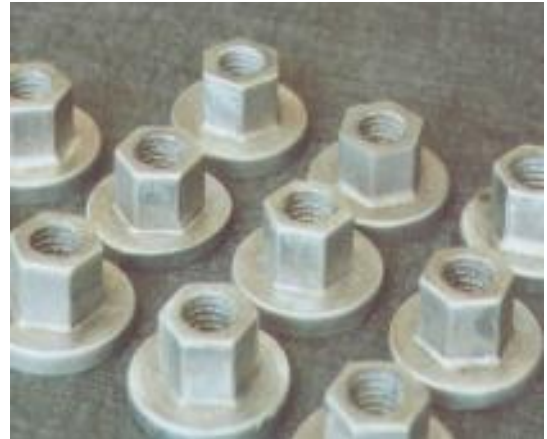
$$\gamma = \frac{\text{densidade após consolidação final}}{\text{densidade aparente do pó}}$$

Equação 3.3

A Figura 3.18 mostra algumas peças confeccionadas pelo processo CCR.



(a) Rotor em liga de Titânio à esquerda e peça em aço inoxidável à direita.



(b) Componentes produzidos com a superliga IN-100

Figura 3.18- Algumas peças produzidas pelo Processo CCR

[<http://www.applieduscorp.com/RCCProcess.html>].

## **4. MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS – PRIMEIRA ETAPA**

Salienta-se que o processo CCR – até onde se tem conhecimento – é muito pouco explorado ou estudado atualmente, não existindo informações específicas a respeito do assunto, exceto aquelas já mencionadas no corpo do presente trabalho. Em vista disso, foi necessário realizar uma série de experimentos preliminares (primeira etapa) para auxiliar na definição dos materiais, métodos, procedimentos e fluxos operacionais a serem adotados durante as experimentações finais (segunda etapa).

O presente trabalho experimental foi desenvolvido nas instalações da empresa CTrade Ind. Com. Ltda. e a caracterização das amostras realizada na Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul-PUCRS.

Os procedimentos experimentais – primeira etapa - tiveram como finalidade:

- (a) Testar parâmetros clássicos de processo tais como temperatura, tempo e pressão e sua influência nas características das pré-formas produzidas;
- (b) Verificar qual ou quais o(s) meio(s) secundário(s) pressurizador(es) mais adequado(s) ao processo CCR (pó de ferro, pó de argila calcinada, pó de alumina calcinada );
- (c) Verificar a influência da configuração do sistema container/meio compressor secundário/molde cerâmico nas características das pré-formas produzidas;
- (d) Definir materiais e métodos para os experimentos – segunda etapa.



## 4.1. Materiais

### 4.1.1. Matéria Prima Utilizada: Pó de Ferro

Para a realização dos experimentos foi utilizado o pó de ferro denominado **ASC100.29** produzido pela Höganäs AB, o qual é um pó de ferro atomizado com compressibilidade elevada e que segundo o fabricante possibilita a obtenção de compactados com densidades de até  $7,2 \text{ g/cm}^3$  com uma única compactação. ASC 100.29 é particularmente apropriado para peças estruturais de alta densidade e também como material base para aplicações magnéticas. A temperatura típica de sinterização desse pó varia de  $1120\text{-}1250^\circ\text{C}$  e o tempo de sinterização de 30-60 minutos [Hoganas, 2004].

A Figura 4.1 mostra uma micrografia ilustrando a morfologia deste pó.

A Tabela 4.1 apresenta as propriedades típicas do pó ASC 100.29.

A Figura 4.2 ilustra a microestrutura de um compactado produzido com esse pó, na qual se pode observar uma matriz ferrítica e a presença de óxido e/ou porosidades.

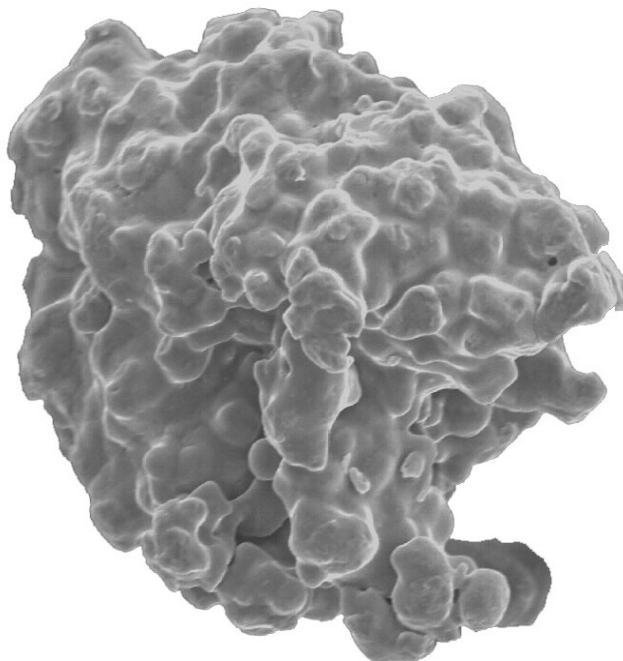
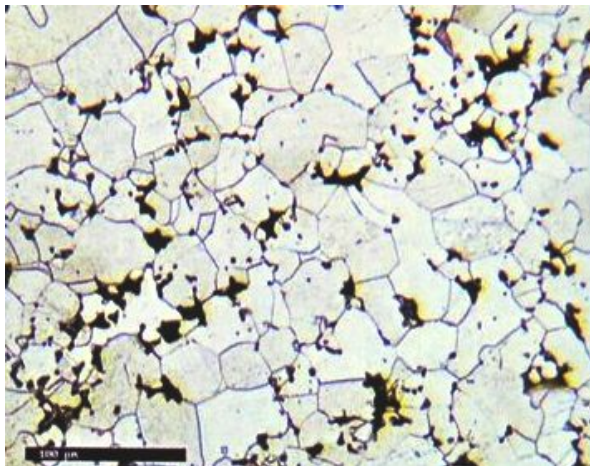


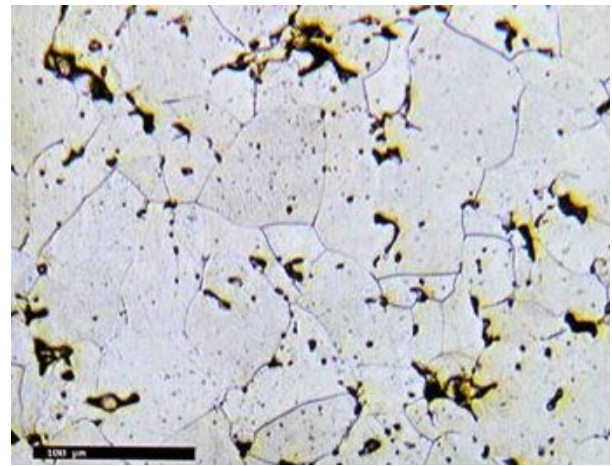
Figura 4.1- Imagem ilustrativa da morfologia do pó de ferro ASC100.29 utilizado nos experimentos [Hoganas, 2004].

Tabela 4.1- Propriedades típicas do pó de ferro ASC100.29 [Hoganas, 2004].

Análise Química	Carbono: < 0,01% Outros: 0,08%	
Densidade Aparente (pó solto)	2,98 g/cm <sup>3</sup>	
Compressibilidade	Pressão de Compactação	
	400 MPa	6,77 g/cm <sup>3</sup>
	600 MPa	7,20 g/cm <sup>3</sup>
	800 MPa	7,45 g/cm <sup>3</sup>
Resistência Verde	Pressão de Compactação	
	400 MPa	41 MPa
	600 MPa	
800 MPa		
Granulometria	>212 μm= 0% >150 μm= 8% < 45 μm= 23% < 150 μm e > 45 μm = 69%	



(a) Sinterizado a 1120°C durante 30 min.



(b) Sinterizado a 1250°C durante 30 min.

Figura 4.2- Microestrutura de um compactado produzido com pó de ferro ASC100.29 utilizado nos experimentos. Ataque com Nital [Hoganas, 2004].

#### 4.1.2. Produção dos Moldes Cerâmicos

Os moldes cerâmicos descartáveis foram produzidos a partir de processo tradicional de microfusão. Para tal, foi desenvolvida infra-estrutura física e de equipamentos adequada para a confecção dos mesmos na empresa CTrade Ind. Com. Ltda., incluindo uma sala de banhos de lama de microfusão e secagem com temperatura e umidade controladas. A temperatura foi mantida entre 18 e 21°C e a

umidade relativa do ar entre 60 a 70%, monitoradas por meio de um termo-higrômetro digital posicionado no ambiente. O procedimento experimental utilizado para a produção dos moldes cerâmicos é ilustrado no fluxograma da Figura 4.3. Foi utilizada cera virgem de carnaúba e o material para preparação dos banhos cerâmicos foi adquirido da empresa Unimim do Brasil Ltda.

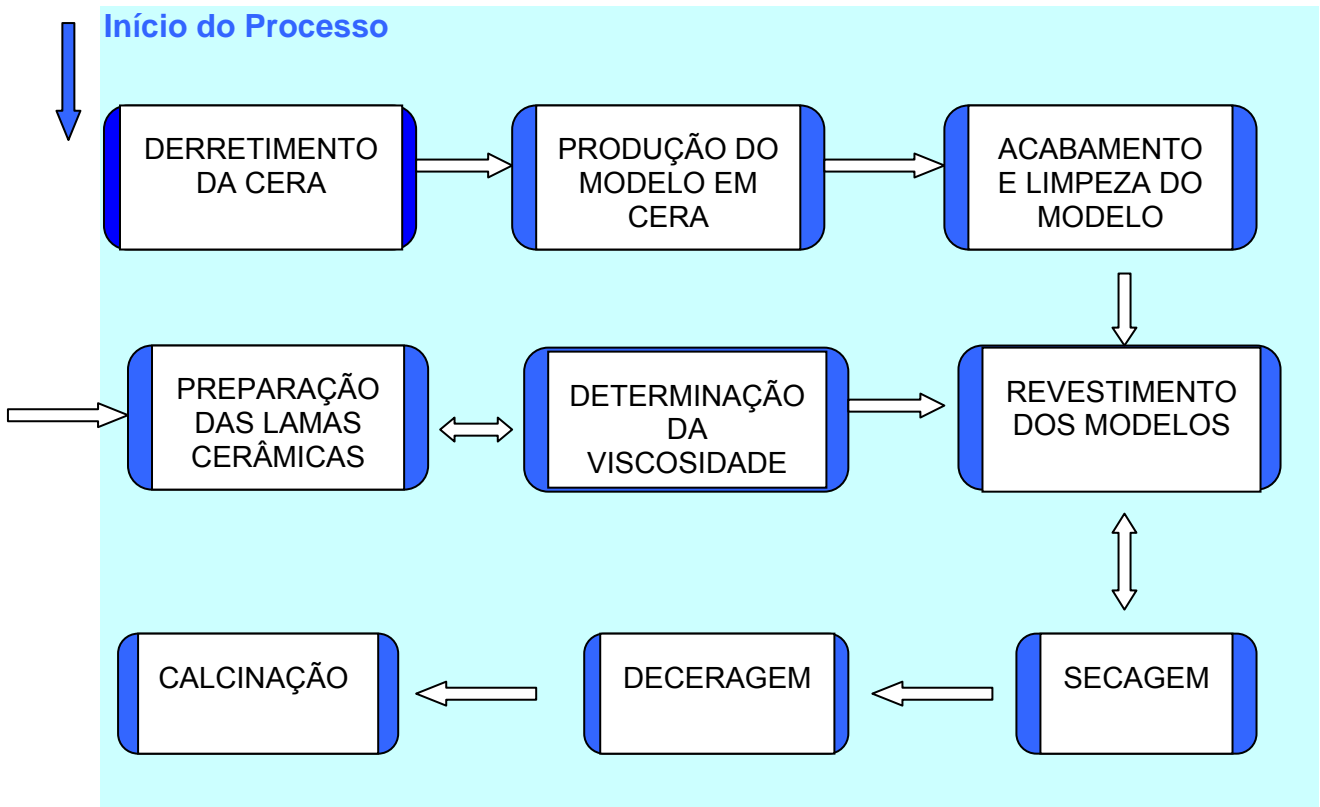


Figura 4.3- Fluxograma ilustrando o procedimento experimental utilizado para a produção dos moldes cerâmicos pelo processo de microfusão.

A implementação do processo de produção de moldes cerâmicos por microfusão foi bastante demorada, visto que foram efetuadas inúmeras experimentações até obter um molde adequado e sem trincas para a realização dos experimentos.

O primeiro tipo de molde cerâmico confeccionado foi cilíndrico, de aproximadamente de 65 mm de diâmetro externo e de 126 mm de altura com espessura de parede de 10 mm, contendo na parte superior apenas um orifício (~24 mm de diâmetro) para a inserção do pó metálico, minimizando assim o contato com meio compressor secundário (Figura 4.4). No processo de deceragem formaram-se trincas em todo o sentido longitudinal dos moldes.

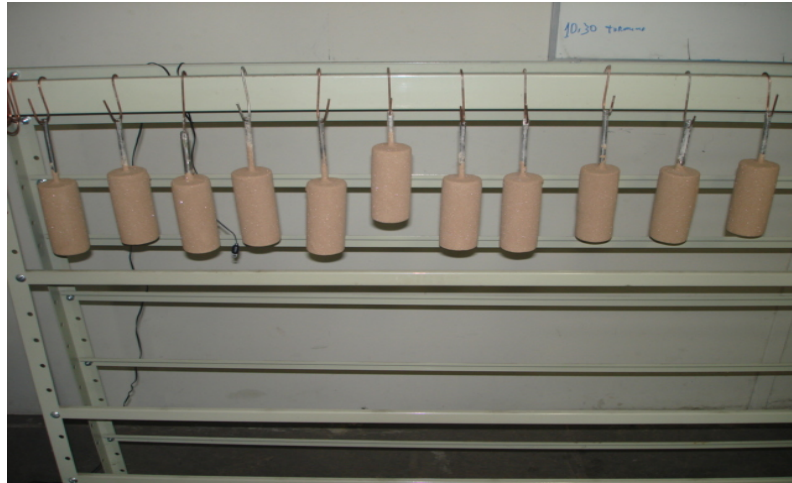
No segundo tipo de molde desenvolvido (Figura 4.5) utilizou-se um bocal cônico, similar ao canal de vazamento do processo de microfusão, visando facilitar o processo de deceragem, além de distribuir melhor as tensões. Esse molde não apresentou trincas.

Para diminuir o volume de pó consumido, foi desenvolvido um terceiro molde (Figura 4.6), cilíndrico de dimensões aproximadas de 60 mm de diâmetro externo e de 116 mm de altura com espessura de parede de 10 mm, com a parte superior totalmente aberta. Neste caso, o isolamento do pó do meio compressor secundário foi realizado por meio da deposição de uma camada de lama cerâmica de aproximadamente 1 mm de espessura diretamente sobre o pó metálico solto já inserido no molde. Esse terceiro tipo de molde é o que foi utilizado nos experimentos da primeira etapa. A forma cilíndrica foi escolhida por simplificar a confecção da matriz para injeção da cera.

Os primeiros 18 moldes utilizados no processo CCR foram produzidos com 09 banhos de lama no total. O número de banhos de lama utilizado elevado foi devido a preocupação do molde resistir as pressões de trabalho sem fraturar. Posteriormente, foram efetuados apenas 05 banhos (moldes 19-30), já que a patente do processo sob estudo menciona uma espessura de parede de apenas 3,5 mm (Ecer, 1987).

A Tabela 4.2 apresenta dados dimensionais referentes aos moldes cerâmicos descartáveis utilizados nos procedimentos experimentais - primeira etapa, cujas espessuras das paredes variaram de 10 mm a 3,8 mm.

A extração da cera de dentro do molde cerâmico (deceragem), etapa na qual se enfrentou as maiores dificuldades devido à ocorrência de trincas freqüentes nos primeiros moldes desenvolvidos, foi feita pelo processo denominado *flash*.



(a)

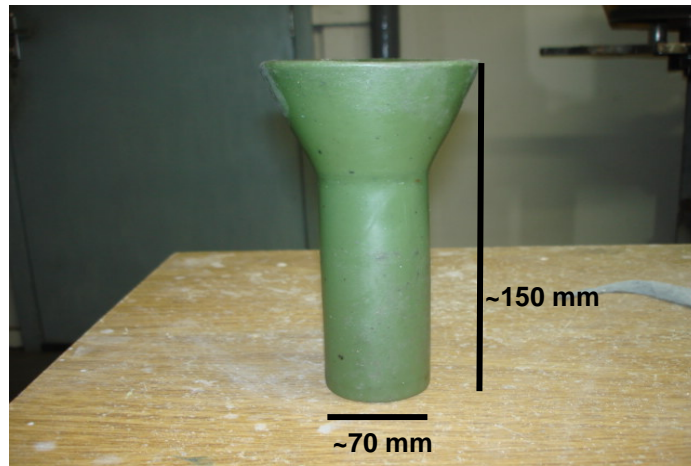


(b)



(c)

Figura 4.4- Primeiro tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Modelos banhados com 1ª lama e areia fina. b) Modelos com quatro banhos, sendo que o último coberto com chamote grosso. c) Moldes cerâmicos após deceragem.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.5- Segundo tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Modelos em cera b) Moldes secando após 9 banhos de lama c) Molde cerâmico após deceragem.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.6- Terceiro tipo de molde cerâmico confeccionado. a) Molde secando após 5 banhos de lama. b) Deceragem pelo processo *flash*. c) Moldes cerâmicos após deceragem e calcinação.

Tabela 4.2: Dados dimensionais dos moldes cerâmicos utilizados nos procedimentos experimentais – primeira etapa.

MOLDE NÚMERO	Diâmetro – mm		Parede mm	Altura interna mm	Seção transversal - A-cm <sup>2</sup>			Volume cm <sup>3</sup>	
	Externo	Interno			Externa	Interna	Molde		
1	65,85	44,87	10,49	47,78	34,06	15,81	18,24	75,55	
2	64,99	46,03	9,48	49,42	33,17	16,64	16,53	82,24	
3	63,52	41,32	11,10	53,80	31,69	13,41	18,28	72,14	
4	62,63	44,35	9,14	50,42	30,81	15,45	15,36	77,89	
5	64,09	42,82	10,64	51,19	32,26	14,40	17,86	73,72	
6	62,83	45,60	8,62	52,36	31,00	16,33	14,67	85,51	
7	63,38	41,95	10,72	54,28	31,55	13,82	17,73	75,02	
8	62,71	45,95	8,38	49,57	30,89	16,58	14,30	82,20	
9	62,98	47,40	7,79	51,86	31,15	17,65	13,51	91,51	
10	63,72	45,92	8,90	50,93	31,89	16,56	15,33	84,35	
11	62,90	42,53	10,19	49,68	31,07	14,21	16,87	70,58	
12	64,24	45,48	9,38	51,63	32,41	16,25	16,17	83,88	
13	63,44	43,50	9,97	50,76	31,61	14,86	16,75	75,44	
14	63,21	44,51	9,35	52,50	31,38	15,56	15,82	81,69	
15	63,02	45,84	8,59	49,21	31,19	16,50	14,69	81,21	
16	63,90	45,93	8,99	49,45	32,07	16,57	15,50	81,93	
17	63,56	41,78	10,89	50,20	31,73	13,71	18,02	68,82	
18	63,39	44,19	9,60	50,67	31,56	15,34	16,22	77,71	
19	53,72	46,10	3,81	44,23	22,67	16,69	5,97	73,83	
20	54,04	45,39	4,33	50,80	22,94	16,18	6,75	82,20	
21	53,95	44,27	4,84	49,56	22,86	15,39	7,47	76,29	
22	56,99	45,84	5,58	51,95	25,51	16,50	9,01	85,74	
23	57,40	45,39	6,01	54,29	25,88	16,18	9,70	87,85	
24	56,35	45,08	5,64	53,56	24,94	15,96	8,98	85,49	
25	Descartado p								
26	58,45	45,61	6,42	53,41	26,83	16,34	10,49	87,26	
27	58,16	45,48	6,34	51,55	26,57	16,25	10,32	83,75	
28	56,59	45,60	5,50	52,37	25,15	16,33	8,82	85,53	
29	56,86	45,24	5,81	52,47	25,39	16,07	9,32	84,34	
30	56,67	45,57	5,55	53,56	25,22	16,31	8,91	87,36	

#### 4.1.3. Meio Compressor Secundário

Como meio secundário compressor testou-se alumina calcinada, o próprio pó de ferro e pó cerâmico (argila calcinada).

Considerando-se que as pressões mínimas exigidas para compactação do pó metálico selecionado para este estudo são de 400 MPa a 800 MPa, dificilmente os moldes cerâmicos suportarão estes valores de pressão se o meio pressurizador



secundário não for efetivo em contrapor as pressões a eles impostas.

A alumina calcinada utilizada como meio compressor secundário é do tipo APC-G e foi doada pela empresa Alcoa Alumínio S.A, cuja composição química e propriedades físicas são apresentadas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3: Características da alumina calcinada tipo APC-G utilizada como meio compressor secundário.

<b>Composição Química (% em peso)</b>	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	99,5%
SiO <sub>2</sub>	0,04%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04%
NaO <sub>2</sub> -total	0,11%
<b>Propriedades Físicas</b>	
Densidade Solta	0,7 g/cm <sup>3</sup>
Densidade Compactada	1,2 g/cm <sup>3</sup>
Densidade a Verde da Cerâmica	2,43 g/cm <sup>3</sup>

Fonte: [www.alcoa.com.br](http://www.alcoa.com.br)

O pó cerâmico foi obtido por meio da moagem do tijolo de construção civil, o qual foi posteriormente peneirado. Os ensaios de compressibilidade do pó cerâmico foram efetuados nos laboratórios da UDESC – Universidade do Estado de Santa Catarina – Campus de Joinville. As principais características do pó cerâmico são apresentadas na Tabela 4.4. A Tabela 4.5 dá informações sobre as características dimensionais das amostras de pós cerâmicos após ensaio de compressibilidade e Figura 4.7 mostra as referidas amostras compactadas.

Tabela 4.4: Características do pó cerâmico utilizado como meio compressor secundário.

	<b>Pressão de Compactação</b>	<b>Densidade</b>
<b>Compressibilidade</b>	300 MPa	2,00 g/cm <sup>3</sup>
	400 MPa	2,07 g/cm <sup>3</sup>
	500 MPa	2,02 g/cm <sup>3</sup>

Foi também realizada a análise granulométrica do pó cerâmico utilizado segundo a NBR NM 248/03, cujos resultados são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.5: Características dimensionais das amostras do pó cerâmico após ensaio de compressibilidade.

Amostra	Dimensões em mm	
	Diâmetro	Altura
2	25,00	12,83
3	25,00	12,49
4	25,00	10,43
5	25,00	10,47



Figura 4.7- Amostras de pó cerâmico após ensaio de compressibilidade.

Tabela 4.6: Análise granulométrica do pó cerâmico utilizado segundo a NBR NM 248/03.

Peneira	Massa retida em gramas	Percentual Retido
1180	11,50	1,22
600	141,00	14,93
300	108,50	11,49
150	134,50	14,24
<150	546,00	57,81
<b>Total</b>	<b>941,50</b>	<b>99,69</b>

\*Unidade de abertura da primeira peneira em mm e as demais aberturas em  $\mu\text{m}$ .

#### 4.1.4. Container e Configuração Container/Meio Compressor Secundário/ Molde Cerâmico

Para a constituição do container metálico foi utilizado um tubo de aço SAE 1026 sem costura, com diâmetro externo de aproximadamente 140 mm e parede de 15 mm, fechado na parte inferior. Foram testados dois tipos de configuração container/meio compressor secundário/ molde cerâmico, como ilustra a Figura 4.8. Na primeira configuração, Figura 4.8-a, a altura do container foi de aproximadamente 192 mm. O molde cerâmico foi centralizado no container de forma a propiciar uma distribuição simétrica do meio compressor secundário nas laterais e nas partes superior e inferior do mesmo. Este tipo de container foi utilizado nos primeiros 26 experimentos. Por meio de alguns indicativos contidos na Patente [Ecer, 1987], foi levantada a hipótese de que a configuração acima poderia proporcionar excesso de meio compressor secundário. Para testar a hipótese levantada, modificou-se a medida da altura do container para 96 mm e posicionou-se o molde cerâmico apoiado no fundo do container, mantendo o meio secundário compressor apenas nas laterais e na parte superior, conforme esquema ilustrativo da Figura 4.8-b. Este último tipo de configuração foi utilizado para a produção das pré-formas de número 27 a 30 e proporcionou uma camada de meio compressor na parte superior do molde cerâmico de aproximadamente 66 mm.

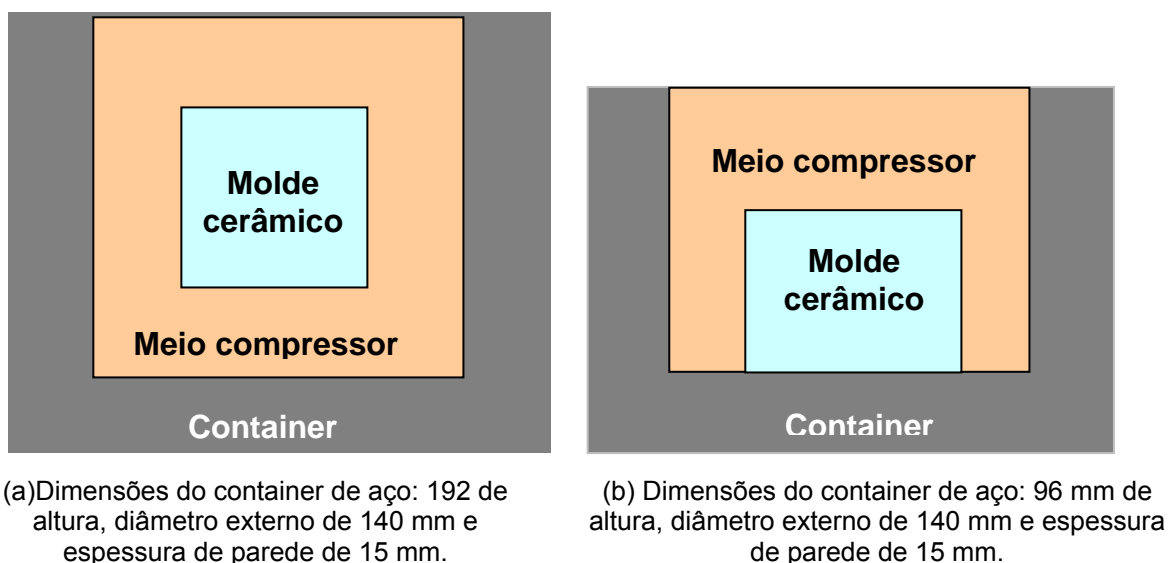


Figura 4.8- Esquema ilustrativo das diferentes configurações utilizadas quanto à configuração container/meio compressor secundário/ molde cerâmico.

## 4.2. Equipamentos

### 4.2.1. Forno para Aquecimento

Para o aquecimento do container contendo o pó compressor secundário e molde cerâmico enchido com o pó de ferro foi utilizado um forno elétrico para tratamento térmico, como pode ser visto na Figura 4.9, com capacidade de trabalho até 1200 °C, com controle digital de rampa e patamar e alarme sonoro.



Figura 4.9- Forno resistivo utilizado para aquecimento do container com o meio compressor secundário com o molde cerâmico contendo o pó de ferro.

### 4.2.2. Prensa Para Compactação

Para a compactação das amostras utilizou-se uma prensa hidráulica automática com capacidade de 60 toneladas (Figura 4.10), equipada com manômetro analógico para leitura até 40 MPa, unidade hidráulica com capacidade para até 30 MPa e embolo da haste de 170 mm de diâmetro.



Figura 4.10- Prensa hidráulica utilizada para a compactação das amostras.

### 4.3. Procedimento Experimental

#### 4.3.1. Parâmetros do Processo CCR

Baseado nas propriedades do pó metálico fornecidas pelo fabricante, nas informações disponibilizadas na patente em estudo [Ecer, 1987] e nas características dos equipamentos disponíveis para a realização desse trabalho, foram definidos os seguintes parâmetros de processo iniciais a serem testados:

- Faixa de pressão de compactação: 276 a 414 MPa (baixa e média)
- Tempo de compactação: 5-10 s
- Faixa de temperatura de sinterização: 800 a 1120°C
- Tempos de sinterização: 30 a 180 minutos

Salienta-se que a temperatura típica de sinterização desse pó varia de 1120-1250°C e o tempo de sinterização de 30-60 minutos, considerando-se os processos tradicionais da M/P [Hoganas, 2004]. Já na patente em questão [Ecer, 1987] cita uma temperatura de 1038°C para pó de aço e uma pressão de compactação entre 276-414 MPa para pós de aço baixo carbono.

Para controle da temperatura do pó de ferro foi utilizado um termopar tipo K posicionado no selo confeccionado com a lama refratária, localizado na parte

superior do molde cerâmico.

A escolha adequada e controle efetivo da atmosfera de sinterização são aspectos importantes. No presente estudo, contudo, este fator foi desconsiderado com o objetivo de verificar a eficiência do meio secundário pressurizador como isolante ambiental. Em caso afirmativo, o processo ficará mais facilmente ao alcance de empresas de pequeno e médio porte em função de custos e investimentos em tecnologia mais baixos.

#### **4.3.2. Fluxo operacional**

A Figura 4.11 ilustra o fluxo operacional utilizado para a obtenção das preformas de ferro.

A Tabela 4.7 apresenta um resumo de todos os experimentos realizados na primeira etapa, contendo informações sobre os parâmetros de processo utilizados.



(a) Enchimento dos moldes com pó



(b) Selamento dos moldes



(c) Container



(d) Container com o molde cerâmico



(e) Container com o molde e preenchido com pó cerâmico



(f) Container no forno



(g) Processo de compactação



(h) Processo de compactação



(i) Extração da pré-forma



(j) Extração da pré-forma



(k) Molde cerâmico e pré-forma ainda incandescente após extração



(l) Pré-forma

Figura 4.11- Ilustração do fluxo operacional utilizado para a obtenção das pré-formas de ferro. Depois de atingida a temperatura de compactação, o processo não leva mais do que 20 segundos.

Tabela 4.7: Experimentos preliminares realizados e parâmetros de processo utilizados.

AMOSTRA NÚMERO	PARÂMETROS DE PROCESSO				
	MEIO COMPRESSOR SECUNDÁRIO	FORÇA A Ton.	PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO MPa	TEMPERATURA A °C	TEMPO min.
1	PC	36	223	970	60
2	PC	24	141	970	60
3	PC	60	439	970	60
4	PC	60	381	970	60
5	PM	24	163	950	60
6	PC	36	216	970	180
7	PC	24	170	1050	180
8	PC	Descartada por problemas experimentais			
9	PC	48	266,58	1120	60
10	PC	Descartada por problemas experimentais			
11	PC	36	248	1120	40
12	PC	36	217	1120	30
13	PC	48	317	1120	30
14	PC	60	378	1120	15
15	PC	36	214	1120	30
16	PM	48	284	1120	60
17	PC	36	257	1120	100
18	AC	36	230	1120	100
19	PC	Descartada por problemas experimentais			
20	PM	60	363	1120	120
21	PM	36	229	1120	120
22	AC	60	356	800	45
23	AC	60	363	800	45
24	AC	60	368	800	45
25	AC	Descartada por problemas experimentais			
26	PC	60	360	1120	90
27	PC	60	362	1120	45
28	PC	60	360	1120	45
29	PC	60	366	1120	45
30	PC	60	361	1120	45

PC- Pó cerâmico

PM- Pó metálico

AC- Alumina calcinada

#### 4.4. Caracterização das Pré-formas Produzidas

As pré-formas de ferro compactadas produzidas foram caracterizadas quanto a sua densidade e microestrutura, além de ser efetuada análise visual para verificar a ocorrência de deformações laterais indesejáveis.

A densidade foi estimada a partir da determinação do volume da pré-forma produzida (cálculo) e de sua massa, utilizando uma balança com precisão de 0,01g.



Para minimizar erros na determinação do volume, foi efetuada a usinagem do mesmo, quando necessário, para a obtenção de um cilindro de dimensões uniformes. A determinação da densidade pelo princípio de Arquimedes não foi utilizada em virtude do volume das pré-formas serem relativamente grandes, necessitando assim de uma proveta de elevado diâmetro, o que geraria um erro considerável na leitura do volume de líquido deslocado.

Para a análise da microestrutura das pré-formas utilizou-se a microscopia óptica e a microscopia eletrônica de varredura, sendo essa última realizada no Centro de Microscopia Eletrônica e Microanálise- CEMM da PUCRS.

Com a finalidade de verificar a eficiência da compactação, as pré-formas foram cortadas no sentido longitudinal à aplicação da pressão e a microestrutura analisada em diferentes regiões: parte superior, parte inferior, borda esquerda, borda direita e centro.

Técnicas metalográficas convencionais foram utilizadas para a preparação das amostras. O ataque químico utilizado para a revelação da microestrutura foi Nital 1% (1% em volume de ácido nítrico em água).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES REFERENTES AOS EXPERIMENTOS – PRIMEIRA ETAPA

### 5.1. Apresentação dos Resultados

A Tabela 5.1 apresenta um resumo das principais propriedades obtidas das pré-formas de ferro produzidos nos experimentos – primeira etapa - em termos de suas características dimensionais e densidades . A Figura 5.1 mostra fotografias das primeiras pré-formas de ferro produzidas.

As melhores amostras em termos de densidade quando usados como meio compressor secundário a alumina calcinada e o pó cerâmico foram as amostras número 22 e 29, que alcançaram 87,6% e 102,91% da densidade especificada pelo fabricante a 400 MPA ( $6,77 \text{ g/cm}^3$ ), respectivamente; a melhor amostra , quando usado como meio compressor secundário o próprio pó de ferro, alcançou densidade de 77,94%.

As Figuras 5.2 e 5.3 mostram as micrografias ópticas da amostra 22 que foi produzida com alumina como meio compressor, aquecida a  $800^\circ\text{C}$  durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 356 MPa.

A Figura 5.4 mostra as micrografias ópticas da amostra 29 que foi produzida com pó cerâmico como meio compressor, aquecida a  $1120^\circ\text{C}$  durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 366 MPa.

Pelas micrografias pode-se observar para ambas as amostras (22 e 29) que, de uma forma geral, a consolidação do pó foi adequada, cuja microestrutura é muito semelhante a da Figura 4.2 que corresponde a microestrutura típica desse pó compactado apresentada pelo fabricante (matriz ferrítica com presença de porosidades e/ou óxido) [Hoganas, 2004]. Contudo, em algumas regiões, como a região central da parte inferior da pré-forma (Figura 5.2e), observou-se a presença significativa de porosidade, indicando uma consolidação inadequada nessa região.

A Figura 5.5 mostra micrografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura de diferentes regiões da amostra 29. Pode-se observar a presença de óxido de ferro nos contornos de grão.

Tabela 5.1- Principais propriedades obtidas das pré-formas de ferro produzidas nos experimentos - primeira etapa.

AMOSTRA NÚMERO	CARACTERÍSTICAS DO COMPACTADO METÁLICO (PRÉ-FORMAS DE FERRO)						
	Características Dimensionais			Massa em gramas	Dados de Densidade		
	Diâmetro mm	Altura mm	Volume cm <sup>3</sup>		Densidade do Tarugo g/cm <sup>3</sup>	% da Densidade Teórica (7,85 g/cm <sup>3</sup> )	% da Densidade Fabricante (6,77 g/cm <sup>3</sup> a 400 MPa)
1	49,66	26,70	51,71	254,60	4,92	62,73	72,73
2	55,03	23,14	55,04	323,40	5,88	74,85	86,80
3	49,33	27,56	52,67	208,80	3,96	50,50	58,55
4	47,58	29,74	52,88	265,20	5,02	63,89	74,08
5	50,32	22,05	43,85	208,00	4,74	60,42	70,06
6	48,28	35,24	64,52	317,00	4,91	62,59	72,58
7	50,98	27,18	55,48	307,60	5,54	70,63	81,90
8	Descartada por problemas experimentais						
9	46,10	37,46	62,53	282,40	4,52	57,54	66,71
10	Descartada por problemas experimentais						
11	40,90	31,85	41,85	175,80	4,20	53,52	62,06
12	47,18	38,79	67,82	303,00	4,47	56,92	66,00
13	46,30	34,55	58,17	260,40	4,48	57,03	66,12
14	47,07	37,52	65,29	312,60	4,79	60,99	70,72
15	48,15	36,57	66,59	287,60	4,32	55,02	63,80
16	49,40	27,48	52,67	247,60	4,70	59,89	69,44
17	47,85	24,12	43,37	234,20	5,40	68,78	79,76
18	48,17	16,78	30,58	161,80	5,29	67,40	78,15
19	Descartada por problemas experimentais						
20	45,34	35,85	57,88	305,40	5,28	67,21	77,94
21	46,40	37,98	64,22	300,00	4,67	59,51	69,00
22	49,17	15,06	28,60	169,60	5,93	75,55	87,60
23	47,19	23,39	40,91	171,20	4,18	53,31	61,82
24	Descartada por apresentar excessiva deformação lateral						
25	Descartada por problemas experimentais						
26	47,76	35,86	64,24	266,20	4,14	52,78	61,21
27	42,48	24,67	34,96	214,60	6,14	78,19	90,66
28	42,99	29,3	42,53	244,00	5,74	73,08	84,74
29	45,24	20,09	32,29	225,00	6,97	88,76	102,91
30	44,70	23,64	37,10	248,40	6,70	85,30	98,90

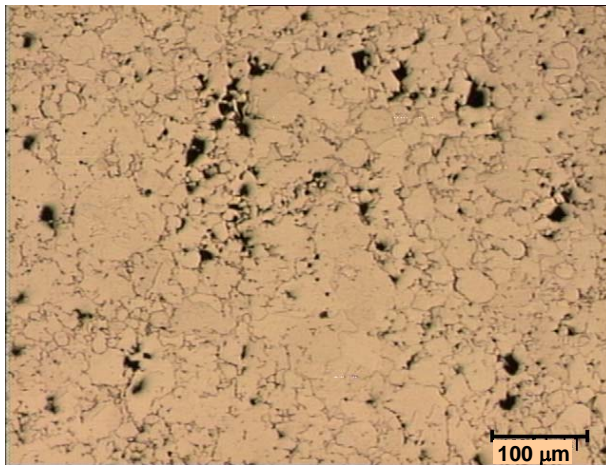


(a)

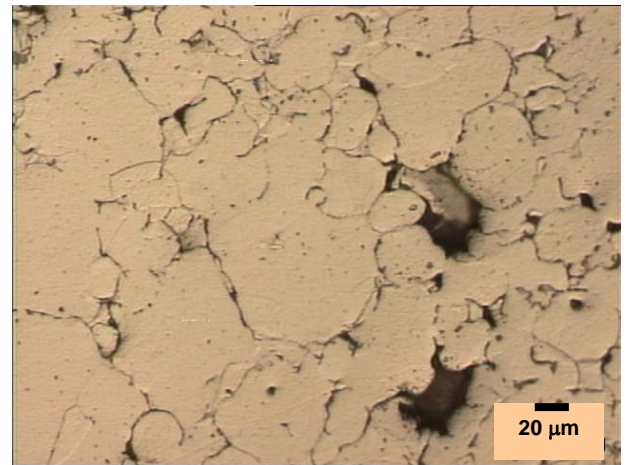


(b)

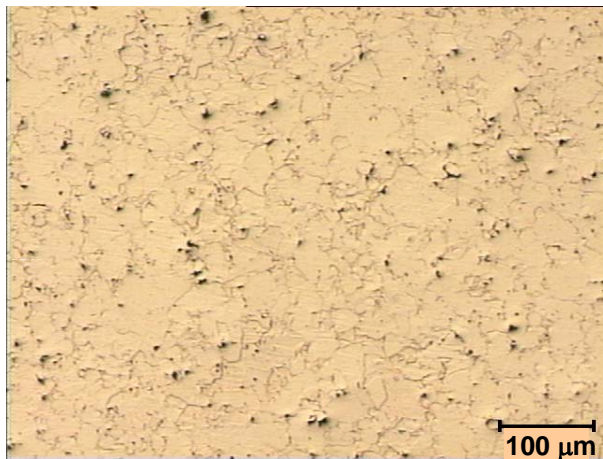
Figura 5.1- Fotografias das primeiras pré-formas de ferro produzidas nos experimentos - primeira etapa.



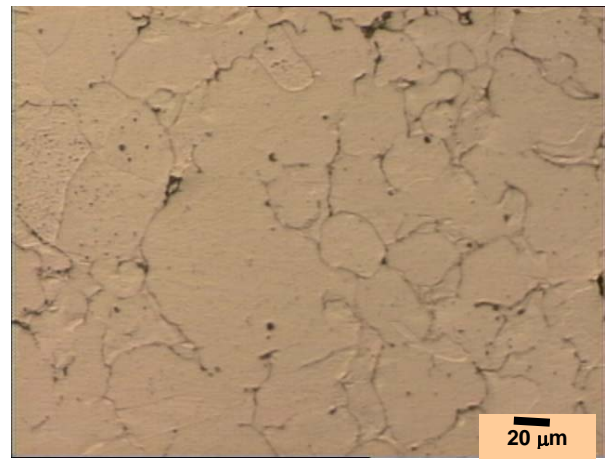
(a) Região central da parte superior



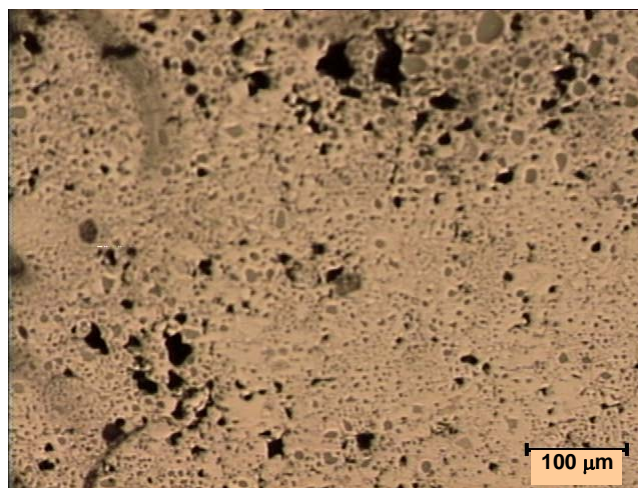
(b) Região central da parte superior ampliada



(c) Região central



(d) Região central *ampliada*



(e) Região central da parte inferior

Figura 5.2- Micrografias ópticas de diferentes regiões do centro da amostra 22, a qual foi produzida com alumina como meio compressor, aquecida a 800°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 356 MPa.

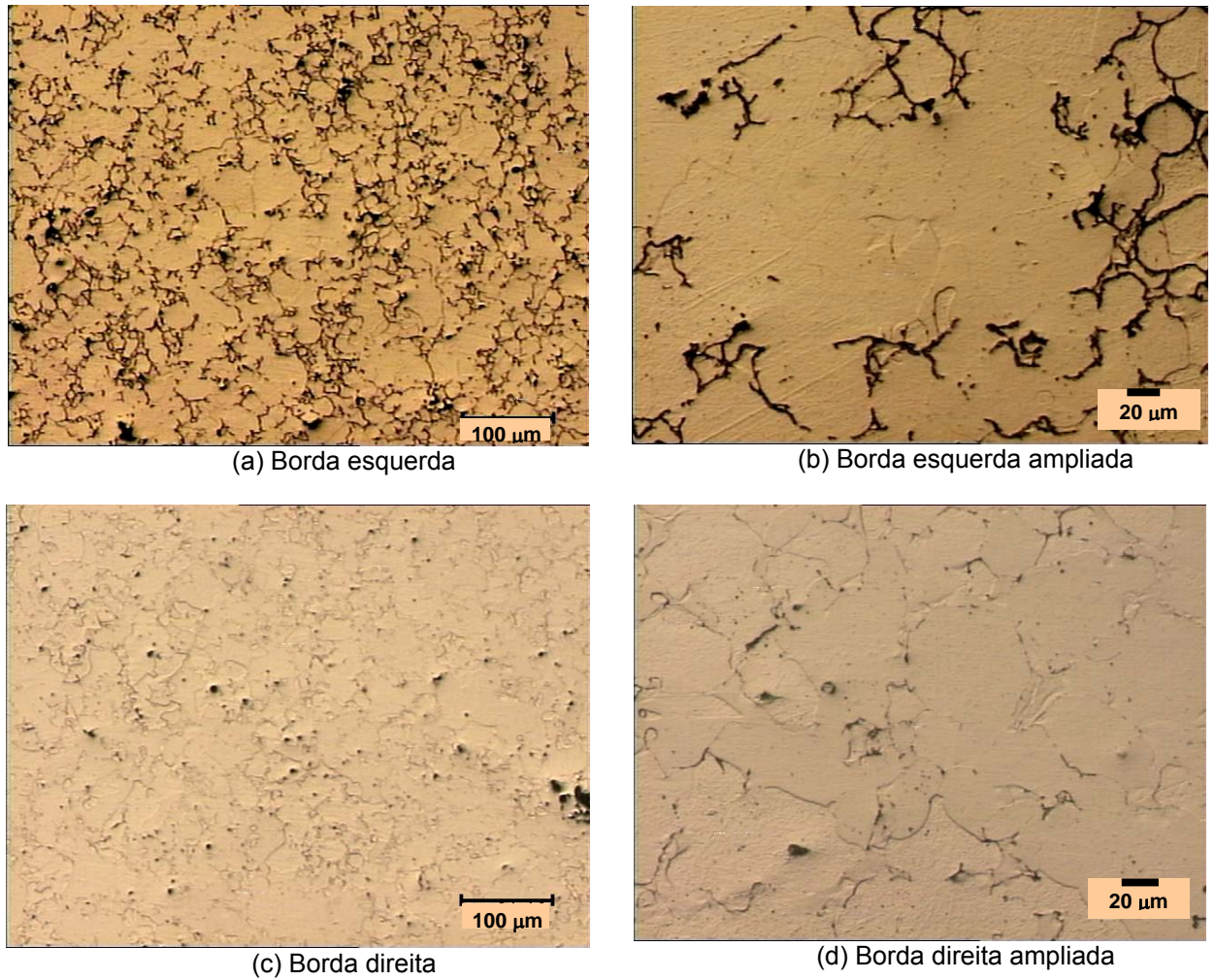
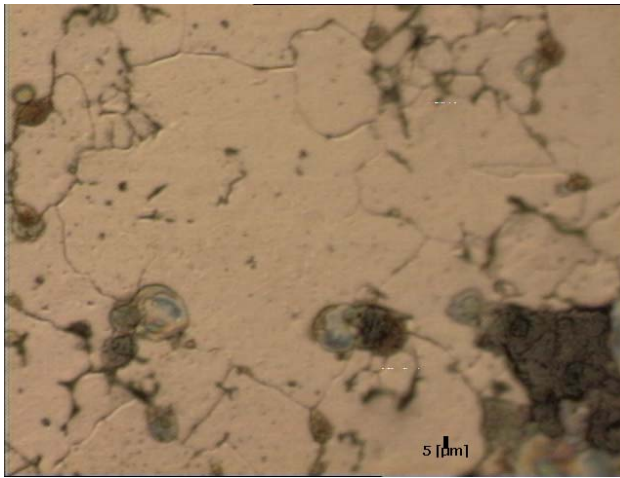
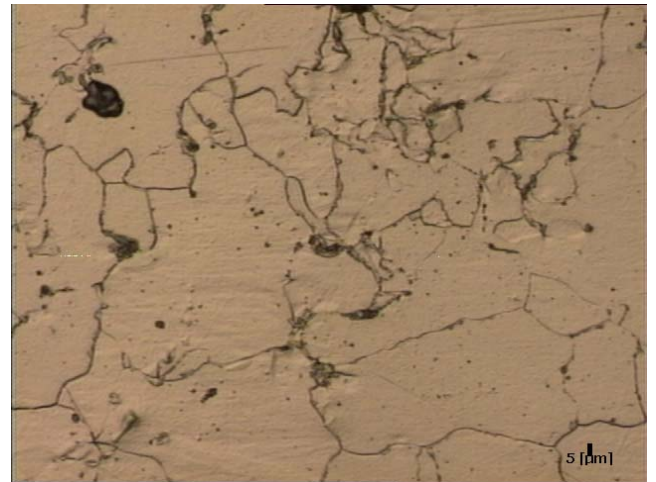


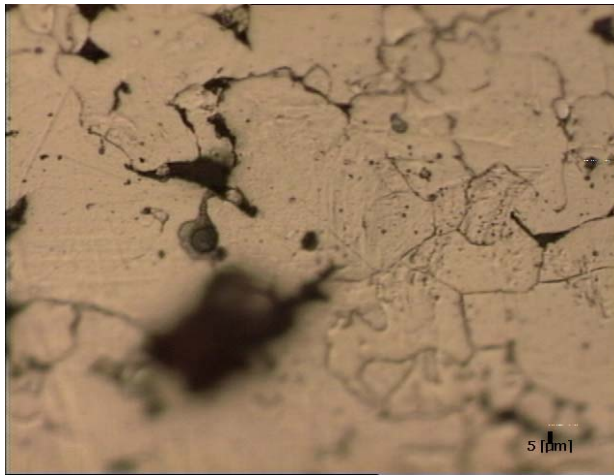
Figura 5.3- Micrografias ópticas de diferentes regiões das bordas da amostra 22, a qual foi produzida com alumina como meio compressor secundário, aquecida a 800°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 356 MPa.



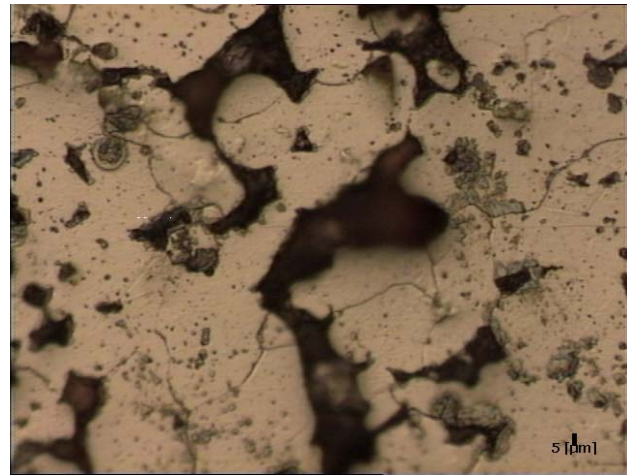
(a) Região central da parte superior



(b) Região central da parte superior *ampliada*



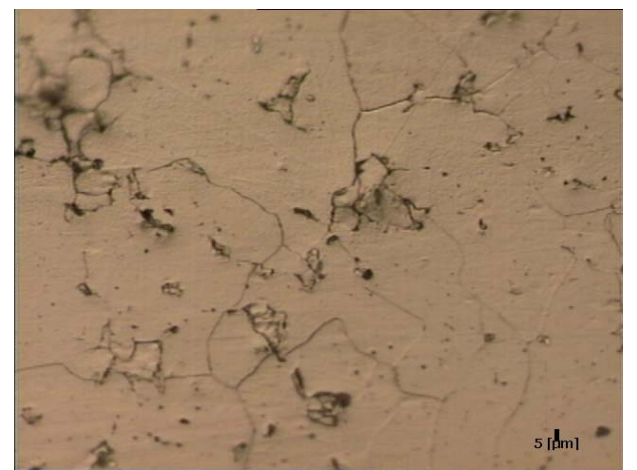
(c) Região central da parte inferior



(d) Região central da parte inferior *ampliada*



(e) Borda esquerda



(f) Borda direita

Figura 5.4- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 29, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 366 MPa.

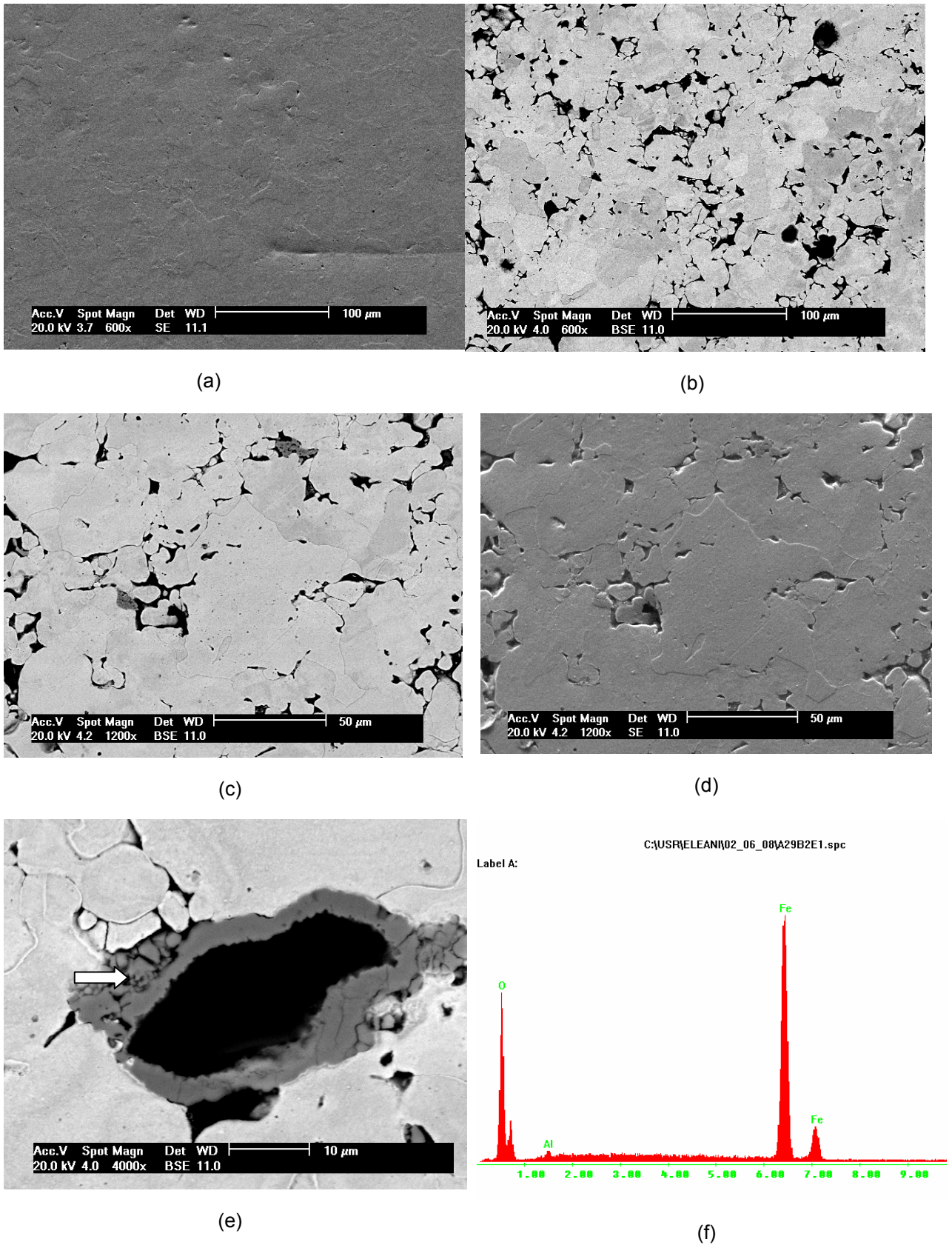


Figura 5.5- (a) (b) (c) (d) e (e) Micrografias eletrônicas de diferentes regiões da amostra 29, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 366 MPa. (f) EDS da região indicada com a seta.



## **5.2. Discussão Sobre os Resultados Obtidos nos Experimentos – Primeira Etapa**

### **5.2.1. Espessura do Molde Cerâmico Descartável**

As espessuras das paredes dos moldes cerâmicos descartáveis foram variadas de 10 mm a 3,8 mm. Não se observou correlação entre a espessura da parede e o comportamento de consolidação do pó de ferro e do meio compressor secundário. Provavelmente, isto se deve ao fato de que as paredes do molde cerâmico têm sua resistência mecânica aumentada pelas forças radiais exercidas de dentro para fora pelo pó metálico em consolidação e de fora para dentro pelo meio pressurizador secundário, o qual é suportado pelas paredes do container metálico. Esta hipótese parece plausível se considerado que, quando da utilização da alumina calcinada como meio secundário, a qual não se consolidou ou se consolidou minimamente, os moldes cerâmicos apresentaram sinais de colapso mais freqüente, com deformação lateral excessiva do pré-forma obtido.

Por outro lado, na Patente que descreve o processo sob análise [Ecer, 1987], o autor menciona que as paredes do molde cerâmico devem ser mantidas preferencialmente com espessura em torno de 3,5 mm, sem mencionar claramente quais as razões para esta exigência. Analisando o processo, parece razoável concluir que, quanto mais espessa a parede do molde cerâmico descartável, maior resistência oferecerá à força de compressão exercida pelo meio secundário compressor, dificultando a transmissão dessa pressão à peça de trabalho e, por conseqüência, prejudicando o processo de consolidação.

### **5.2.2. Material Para o Meio Compressor Secundário**

O pó metálico utilizado como meio secundário pressurizador mostrou-se inadequado ao processo quando se utiliza container metálico, em virtude de que os mesmos se consolidam, aderindo às paredes do container o que dificulta ou impede a retirada do tarugo. Além disso, sob o ponto de vista econômico esse meio compressor secundário não é adequado, pois a quantidade de pó compressor necessário é maior do que aquele utilizado para a produção da peça de trabalho.

Quanto à alumina calcinada, observou-se que a mesma não se consolida adequadamente nas pressões utilizadas e, apesar das densidades obtidas serem

relativamente boas (ver Tabela 4.8), o material se deformou bastante lateralmente. As pré-formas 24 e 25, onde também foi utilizada a alumina calcinada, foram descartados devido a grande deformação lateral sofrida durante o processo de prensagem. A taxa de compressibilidade ( $\gamma$ ) do pó de ferro utilizado a 400 MPa é aproximadamente 2,27 enquanto que da alumina calcinada é de 1,7, ou seja a taxa de compressibilidade da alumina é aproximadamente 25% inferior a do pó de ferro.

Dos meios compressores secundários testados, o pó cerâmico peneirado (argila calcinada) foi o que se mostrou com maior potencial de utilização no processo, pois permitiu alcançar bons níveis de consolidação, reduziu o escoamento e deformação lateral das pré-formas, além de não aderir às paredes do container, é de fácil extração, obtenção e de baixo custo. Este meio compressor permitiu obter densidades iguais e até mesmo discretamente acima do indicado pelo fabricante do pós (103% da densidade prevista), se consideradas as pressões utilizadas.

Vale ressaltar que o exame metalográfico das pré-formas (ver Figuras 5.2, 5.3 e 5.44) produzidos não revelou a presença de óxidos de forma acentuada, o que indica que o pó cerâmico utilizado como meio compressor secundário, além de atuar como isolante térmico funciona também como isolante ambiental, uma vez que não se utilizou forno com atmosfera controlada durante a etapa de aquecimento do pó.

### **5.2.3. Influência da Configuração Container/Meio Compressor Secundário/ Molde Cerâmico**

Todas as experimentações realizadas até a amostra de número 26 utilizaram um container mais alto (192,0 mm) e uma configuração container/meio compressor secundário/molde cerâmico que permitiu uma maior quantidade de meio compressor secundário na parte inferior do molde cerâmico. Nestes experimentos observou-se que:

- os níveis de densidade obtidos não foram satisfatórios ( Ver tabela 5.1);
- as peças que apresentaram maiores densidade sofreram deformação lateral irregular muito acentuada;
- a prensa hidráulica enfrentava grande resistência até atingir a pressão desejada.

Já no caso das amostras de números 27 a 30, as quais foram produzidas com um container mais baixo (96 mm) e uma configuração container/meio compressor

secundário/molde cerâmico que eliminou o meio compressor secundário da parte inferior do molde cerâmico, observou-se um aumento significativo no nível de densidades (ver Tabela 5.1) com deformação (escoamento) lateral ainda existente, mas em menor grau.

Além disso, observou-se a ocorrência de deformação plástica significativa do container durante o processo de compactação a quente, podendo ser a causa da deformação (escoamento) lateral remanescente. Portanto, é de fundamental importância que a prensagem a quente do container metálico seja efetuada com o mesmo confinado dentro de uma matriz metálica à temperatura ambiente. Tal procedimento é necessário para evitar que as forças de compressão exercidas pela prensa provoquem deformação plástica do container e, por consequência, prejudiquem a adequada conformação da peça de trabalho.

#### **5.2.4. Principais Parâmetros de Processo: tempo, temperatura e pressão de compactação**

Observou-se que a densidade dos compactados é tão dependente de outros fatores experimentais, como tipo de meio compressor utilizado e configuração container/meio compressor secundário/molde cerâmico quanto da temperatura, tempo e pressão testados. No entanto, em termos gerais, maior temperatura e maior pressão de compactação proporcionaram maior densidade.

## 6. MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS – SEGUNDA ETAPA

### 6.1. Materiais e Equipamentos Utilizados

Foram utilizados os mesmos recursos materiais e equipamentos adotados nos procedimentos experimentais – primeira etapa, com as seguintes modificações:

- Modelos cerâmicos com as dimensões reduzidas para atingir pressões maiores (Figura 6.1), em função da limitação da capacidade da prensa hidráulica, conforme ilustra a Tabela 6.1.

Tabela 6.1- Dimensões dos moldes cerâmicos descartáveis utilizados nos experimentos –segunda etapa.

MOLDE NÚMERO	DIMENSÕES DO MOLDE/CASCA CERÂMICA							Volume cm <sup>3</sup>
	Diâmetro Externo (mm)	Diâmetro Interno (mm)	Parede (mm)	Altura (mm)	Área Seção transversal Cm <sup>2</sup>			
					Externa	Interna	Molde	
31	38,38	29,23	4,58	31,16	11,57	6,71	4,86	20,91
32	39,32	28,99	5,17	30,60	12,14	6,60	5,54	20,20
33	37,88	28,89	4,50	30,19	11,27	6,56	4,71	19,79
34	37,58	28,90	4,34	30,97	11,09	6,56	4,53	20,31
35	38,65	29,31	4,67	31,03	11,73	6,75	4,99	20,94
36	38,21	29,08	4,57	30,58	11,47	6,64	4,83	20,31
37	38,06	29,23	4,42	31,38	11,38	6,71	4,67	21,06
38	38,34	28,90	4,72	30,57	11,55	6,56	4,99	20,05
39	37,88	28,70	4,59	30,13	11,27	6,47	4,80	19,49



Figura 6.1- Fotografias dos moldes cerâmicos utilizados nos experimentos da-segunda etapa.



(a)



(b)

Figura 6.2- (a) Moldes cerâmicos descartáveis preenchidos com pó de ferro ASC 100.29. (b) Moldes cerâmicos descartáveis selados com lama cerâmica.

- Meio compressor secundário: utilizado unicamente pó cerâmico (argila calcinada), com redução da quantidade de massa e disposição da mesma no container;

- Container metálico: dois tipos quanto às dimensões - o primeiro medindo 96 mm de altura, diâmetro externo de 140 mm; o segundo com dimensões de 61 mm

de altura e 43 mm de diâmetro interno; as dimensões foram variadas para verificar a influência do conteúdo/distribuição do meio compressor secundário;

- Uso de matriz de compressão fabricada com aço SAE 1045.

A configuração matriz/container/ meio compressor secundário/molde utilizada é mostrada na Figura 6.1.

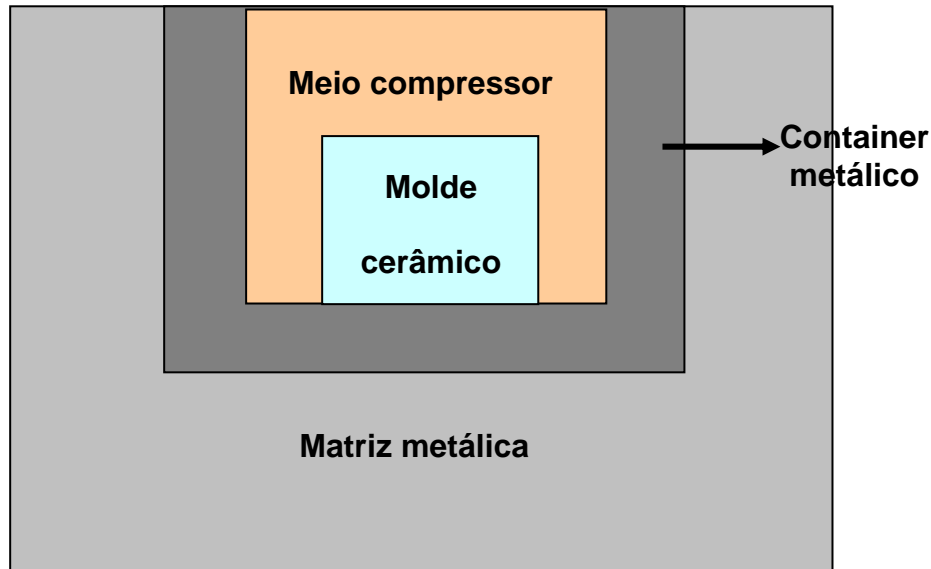


Figura 6.3- Esquema ilustrativo da configuração matriz/container/ meio compressor secundário/molde cerâmico. Matriz confeccionada em aço SAE 1045 com as seguintes dimensões aproximadas: altura 99 mm, diâmetro interno 112 mm, parede 31 mm.

## 6.2. Procedimentos Experimentais – Segunda Etapa

### 6.2.1. Parâmetros do Processo CCR

- Faixa de pressão de compactação: ~250 MPa e entre 400 -450 MPa
- Tempo de compactação: 01 a 10 s
- Temperatura de sinterização: 1120°C
- Tempo de sinterização: 45 minutos

#### - Parâmetros utilizados para a produção das Pré-formas números 31 a 33:

- Pressão de compactação: ~400 MPa
- Tempo de compactação: 01 a 10 s
- Temperatura de sinterização: 1120°C

- Tempo de sinterização: 45 minutos
- Container metálico: dimensões de 43 mm de diâmetro e 61 mm de altura.

**- Parâmetros utilizados para a produção das Pré-formas de números 34 a 36:**

- Pressão de compactação: ~250 MPa
- Tempo de compactação: 01 a 10 s
- Temperatura de sinterização: 1120°C
- Tempo de sinterização: 45 minutos
- Container metálico: dimensões de 43 mm de diâmetro e 61 mm de altura.

Nesse caso a pressão de trabalho foi reduzida para aproximadamente 250 MPa para tentar visualizar o que ocorre antes que o processo de compactação esteja completo, ou seja, verificar como está se processando a deformação.

**- Parâmetros utilizados para a produção das Pré-formas de números 37 a 39:**

- Pressão de compactação: ~400 MPa.
- Tempo de compactação: 01 a 10 s
- Temperatura de sinterização: 1120°C
- Tempo de sinterização: 45 minutos.
- Container metálico: dimensões de 43 mm de diâmetro e 61 mm de altura.

As dimensões do container metálico (43 mm x 61mm) foram modificadas de forma a reduzir a quantidade de massa de pó cerâmico nas paredes laterais.

A Tabela 6.2 mostra os principais parâmetros de processo utilizados nos experimentos – segunda etapa.

Tabela 6.2- Principais parâmetros de processo utilizados nos experimentos – segunda etapa.

AMOSTRA NÚMERO	PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO				
	MEIO COMPRESSOR SECUNDÁRIO	FORÇA DE COMPACTAÇÃO Ton.	PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO MPa	TEMPERATURA °C	TEMPO min.
31	PC	28	409	1120	45
32	PC	28	416	1120	45
33	PC	28	419	1120	45
34	PC	17	251	1120	45
35	PC	17	244	1120	45
36	PC	17	248	1120	45
37	PC	28	409	1120	45
38	PC	28	418	1120	45
39	PC	28	424	1120	45

### 6.2.2. Fluxo Operacional da Experimentação – Segunda Etapa

O fluxo operacional da experimentação – segunda etapa seguiu os mesmos passos da experimentação – primeira etapa acrescido das modificações de parâmetros e materiais já mencionados nos parágrafos precedentes.

A Figura 6.4 mostra algumas fotografias ilustrativas dos procedimentos experimentais – segunda etapa.





(a) Container com o pó cerâmico , punção e tampa metálica



(b) Conjunto container com o pó cerâmico , molde cerâmico com o pó de ferro com tampa metálica



(c) Amostra já sinterizada e compactada, ainda no container e dentro da matriz de compactação.



(d) Conjunto container-meio compressor secundário-peça ainda aquecidos.



(e) Conjunto container-meio compressor secundário-peça pronto para ser desmoldado



(f) Peça em processo de desmoldagem

Figura 6.4- Algumas fotografias ilustrativas dos procedimentos experimentais finais.

### **6.3. Caracterização das Pré-formas Produzidas**

Da mesma forma que as pré-formas produzidas na primeira etapa dos experimentos, as pré-formas de compactado de ferro produzidos nesta etapa foram caracterizados quanto a sua densidade e microestrutura. Além disso, determinou-se a dureza Brinell, usando esfera de aço de 5 mm de diâmetro e conseqüente carga de 250 Kgf. Para a determinação da dureza foram efetuadas 10 medições em cada pré-forma : 5 medições na face superior e 5 medições na face inferior.

## 7. RESULTADOS E DISCUSSÕES REFERENTES AOS EXPERIMENTOS – SEGUNDA ETAPA

### 7.1. Características Gerais das Pré-formas de Ferro Obtidas

A Tabela 7.1 apresenta um resumo de dados dimensionais e densidades relativas obtidas para as pré-formas produzidas nos experimentos – segunda etapa.

Tabela 7.1- Principais propriedades das pré-formas de ferro produzidas nos experimentos – segunda etapa.

AMOSTRA NÚMERO	MEDIDAS DO COMPACTADO METÁLICO			Massa (g)	DENSIDADE		
	Diâmetro (mm)	Altura (mm)	Volume (cm <sup>3</sup> )		Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	% da Densidade Teórica (7,85 g/cm <sup>3</sup> )	% da Densidade do Fabricante do Pó (6,77 g/cm <sup>3</sup> a 400MPa)
31	28,19	8,71	5,44	40,00	7,36	93,73	108,69
32	28,21	9,63	6,02	40,00	6,65	84,66	98,16
33	28,46	9,42	5,99	45,00	7,51	95,66	110,92
34	32,74	24,4	20,54	70,00	3,41	43,41	50,34
35	30,48	23,98	17,50	70,00	4,00	50,96	59,09
36	28,17	40,84	25,45	0,00	0,00	0,00	0,00
37	31,57	7,35	5,75	40,00	6,95	88,57	102,69
38	31,55	8,95	7,00	45,00	6,43	81,93	95,00
39	30,74	8,69	6,45	45,00	6,98	88,88	103,06

**- Pré-formas de números 31 a 33:**

Apesar de terem alcançado elevadas densidades, as pré-formas apresentaram deformação bastante irregular no sentido radial da peça, como se fosse um meio trapézio. Para que as características dimensionais e a densidade fossem mensuradas foi necessária a retirada de grande quantidade de material por meio de usinagem. Uma hipótese possível para a deformação (ou escoamento) estar ocorrendo é o excesso de meio pressurizador secundário nas laterais do container, uma vez que ambos não se compactam a taxas suficientes para impedir o escoamento do pó metálico. Isso indica que modificações no processo ainda serão necessárias para obtenção de peças *near-net-shape*.

**- Pré-formas de números 34 a 36:**

Estas pré-formas foram intencionalmente produzidas com pressão de compactação inferior para fins de acompanhamento do processo de deformação. A pré-forma obtida foi simétrica na sua parte superior, mas deformou-se no sentido radial da parte inferior, formando a mesma figura geométrica identificada quando da compactação das peças de números 31 a 33, como ilustra a Figura 7.1. Portanto, há indicações que a deformação começa de baixo para cima, terminando por atingir todo o sentido radial da peça, na medida em que a pressão exercida vai aumentando. Estas amostras foram descartadas para caracterização porque apresentam densidades fora do padrão em virtude das baixas pressões aplicadas.



Figura 7.1- Vista inferior da amostra 36 deformada, circundada pelo meio secundário compressor, compactada a baixa pressão (~248 MPa).

### - Pré-formas de números 37 a 39:

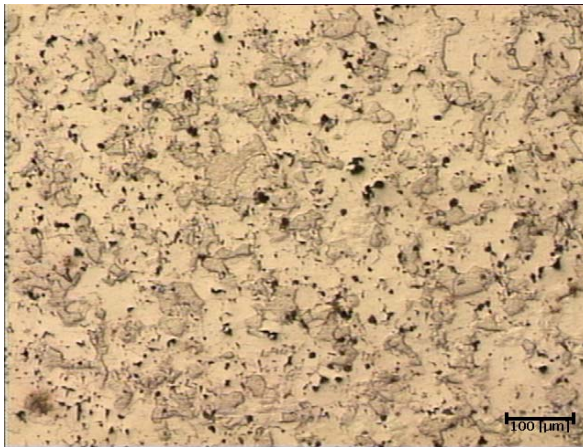
A redução da quantidade de massa de pó cerâmico nas paredes laterais permitiu a obtenção de pré-formas de alta densidade e com características dimensionais satisfatórias, pois os mesmos não apresentaram deformações radiais muito acentuadas, como ilustra Figura 7.2.



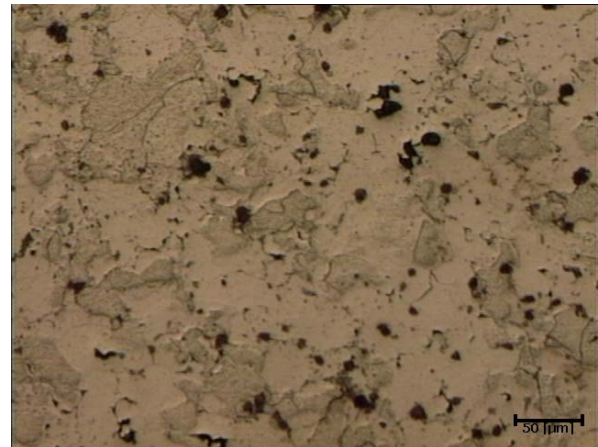
Figura 7.2- Amostra obtida sem deformação radial irregular.

### 7.3. Microestrutura das Pré-Formas Obtidas

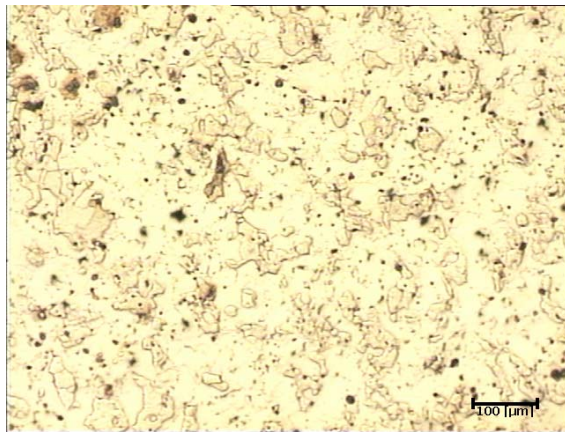
As Figuras 7.3 a 7.8 mostram as microestruturas das pré-formas produzidas. De uma forma geral e comparando-se com a literatura, observou-se que para todas as amostras (31, 32, 33, 37, 38 e 39) a consolidação foi satisfatória, não havendo diferenças significativas entre as microestruturas das mesmas.



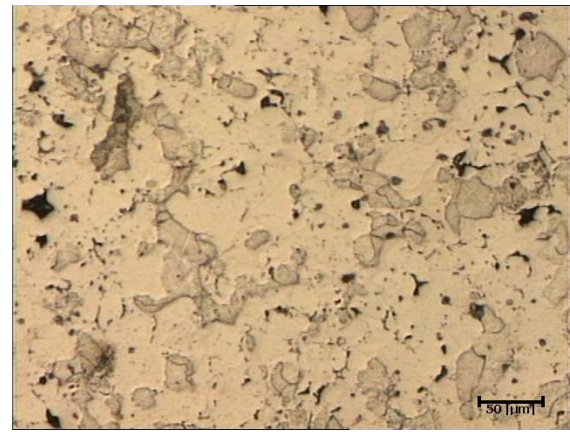
(a) Região central da amostra



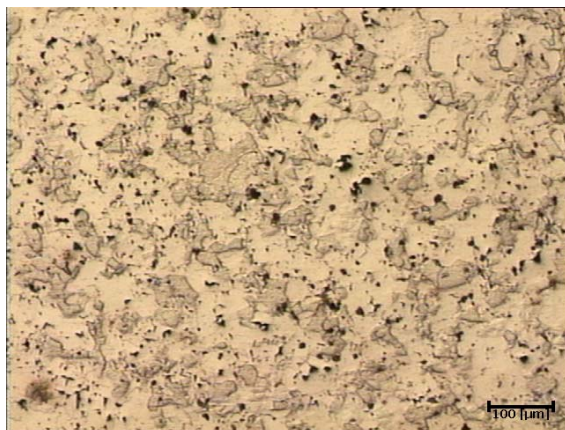
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



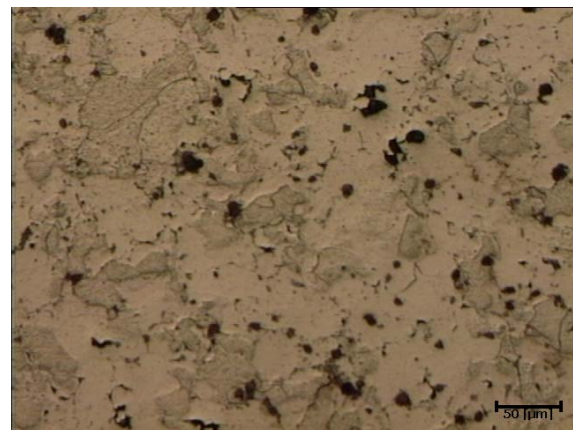
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)



(e) Borda direita

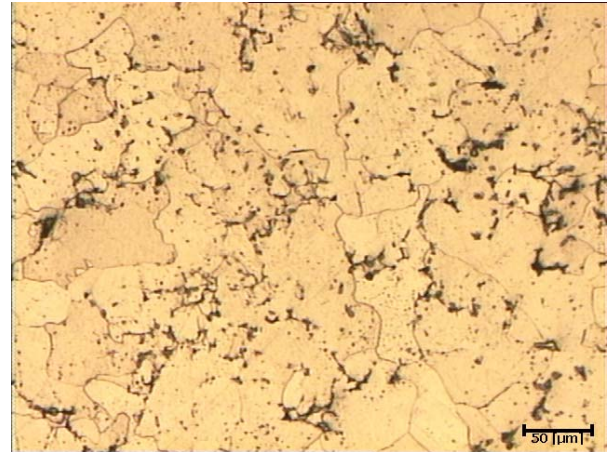


(f) Borda direita, ampliação de (e)

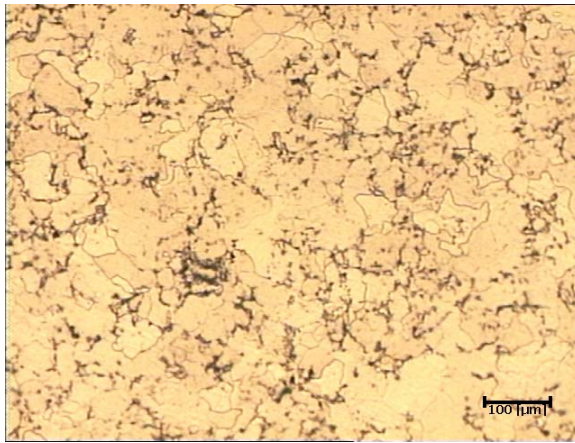
Figura 7.3- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 31, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 409 MPa. Ataque: Nital 1%.



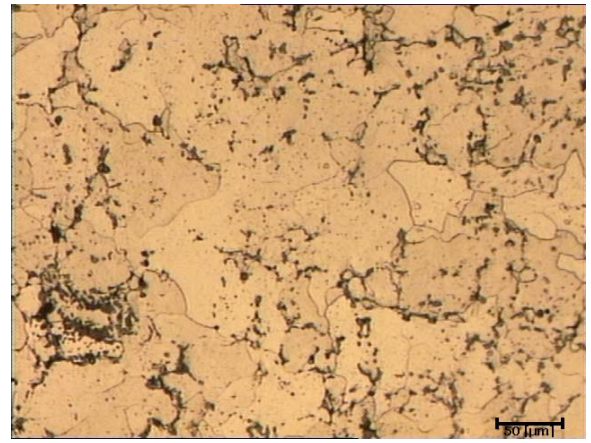
(a) Região central da amostra



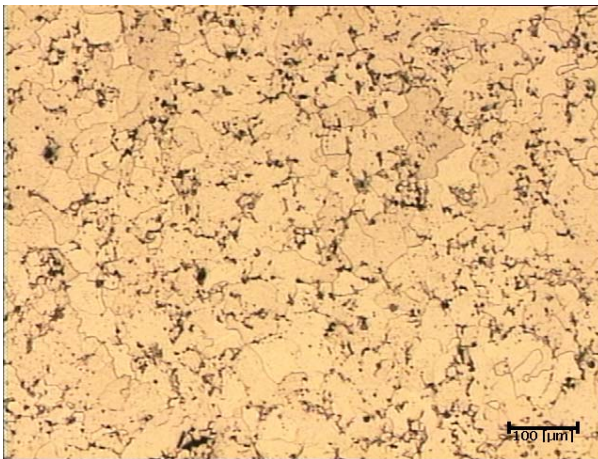
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



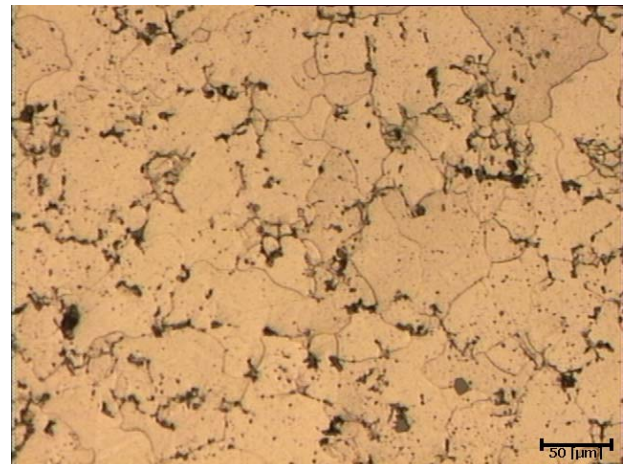
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)

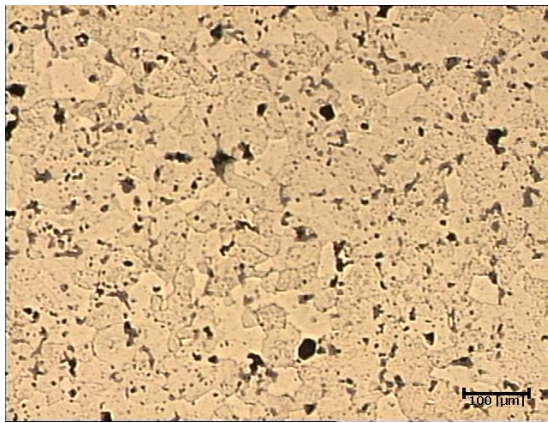


(e) Borda direita

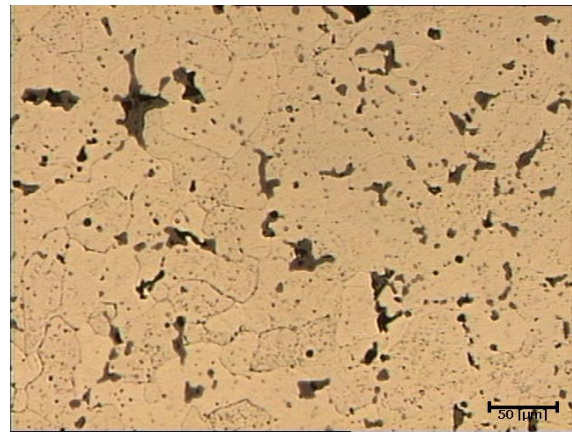


(f) Borda direita, ampliação de (e)

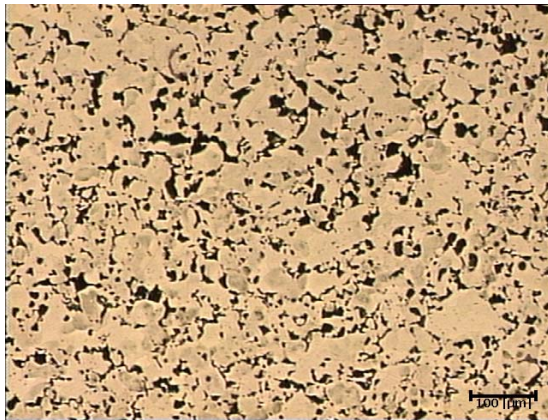
Figura 7.4- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 32, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 416 MPa. Ataque: Nital 1%.



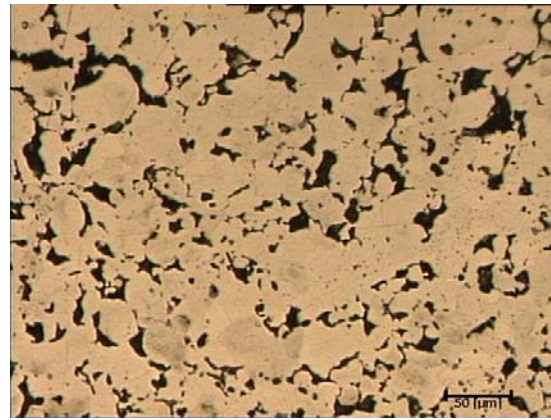
(a) Região central da amostra



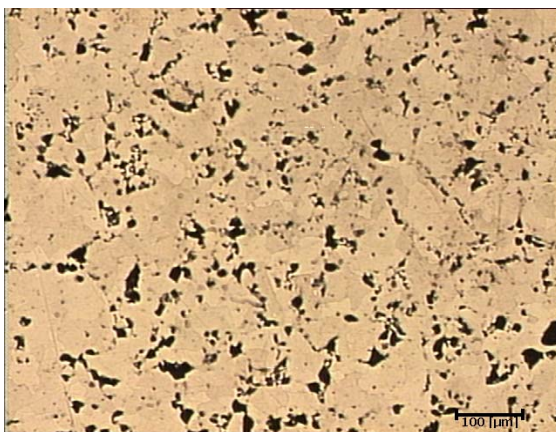
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



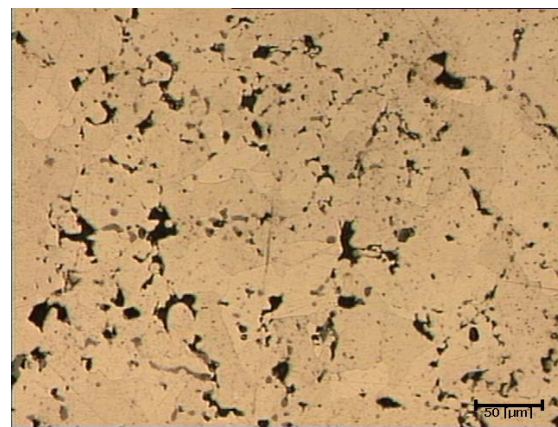
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)



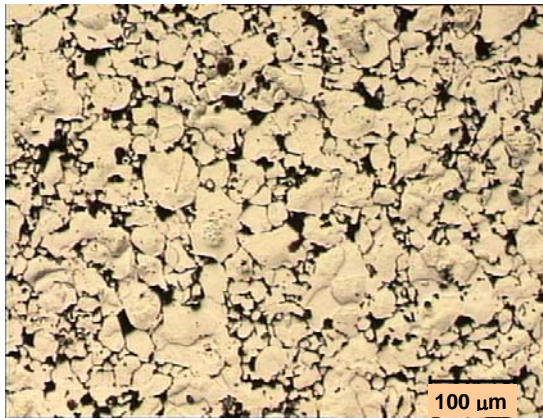
(e) Borda direita



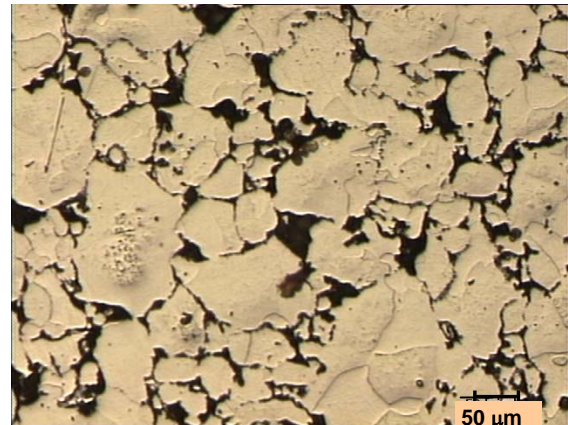
(f) Borda direita, ampliação de (e)

Figura 7.5- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 33, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 419 MPa. Ataque: Nital 1%.

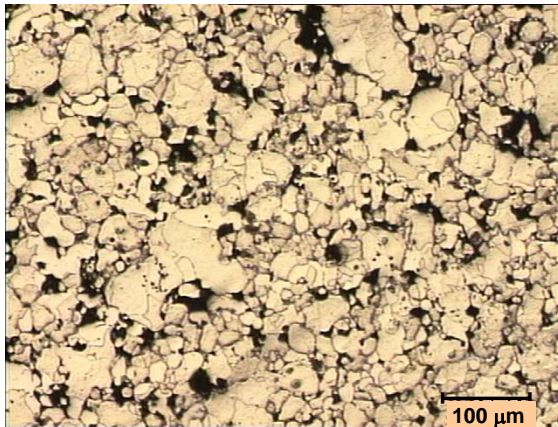




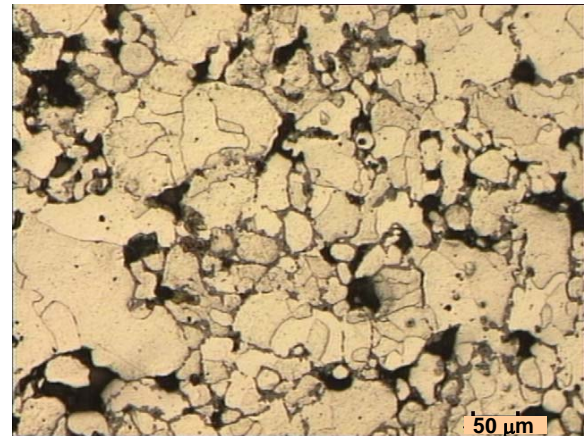
(a) Região central da amostra



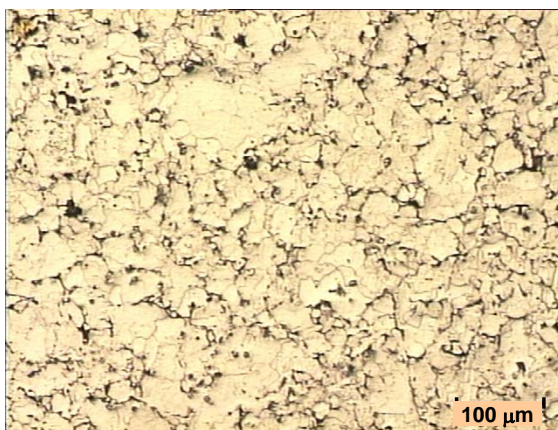
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



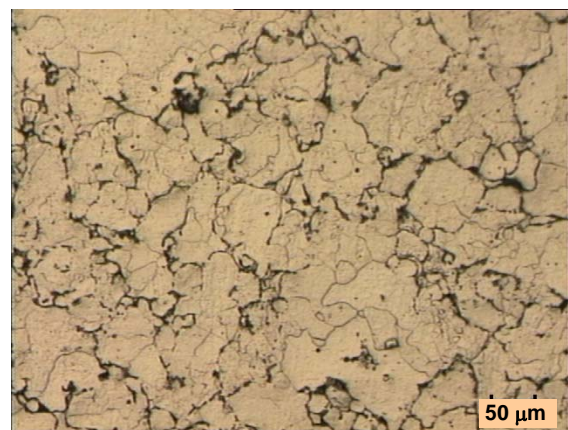
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)

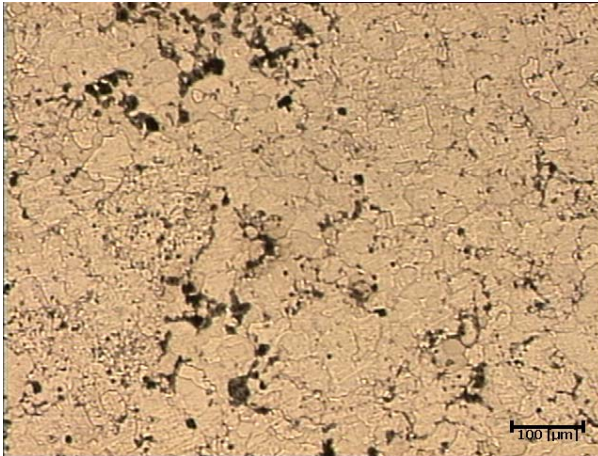


(e) Borda direita

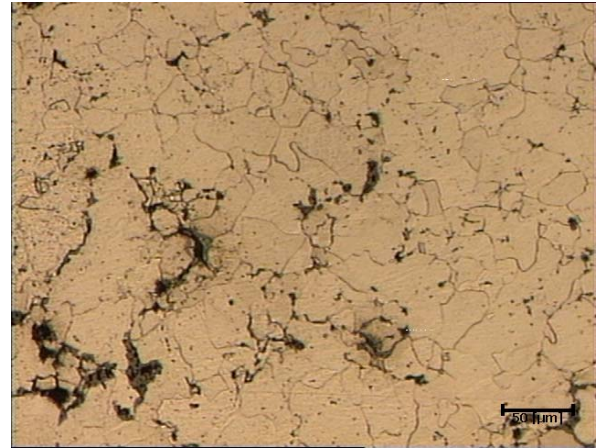


(f) Borda direita, ampliação de (e)

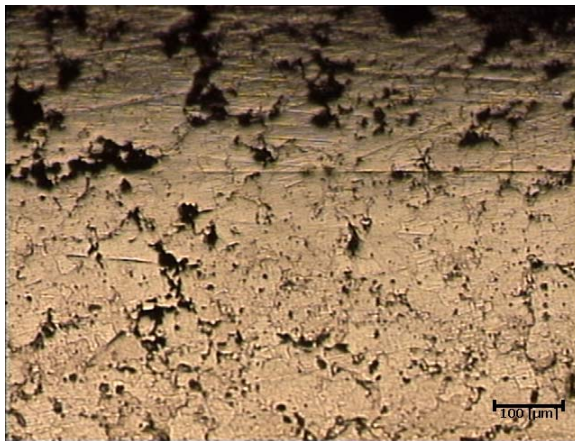
Figura 7.6- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 37, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 409 MPa. Ataque: Nital 1%.



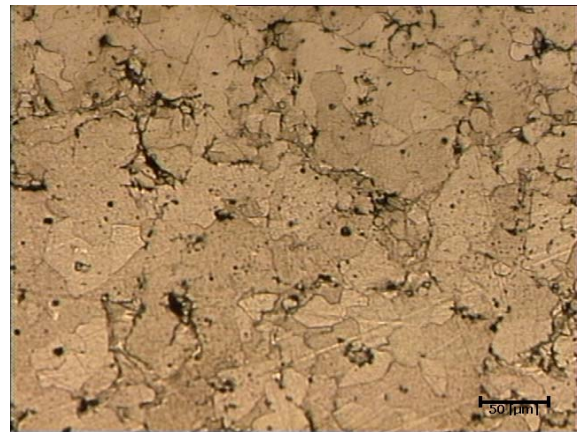
(a) Região central da amostra



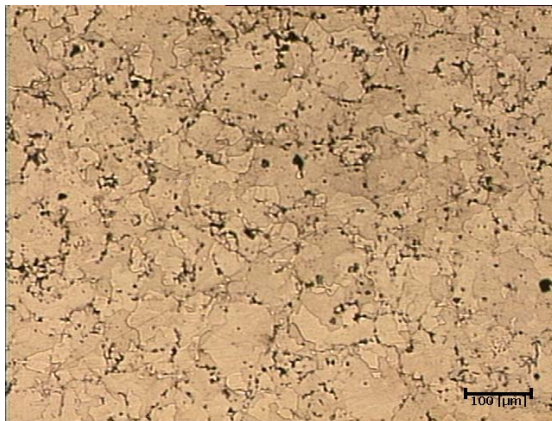
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



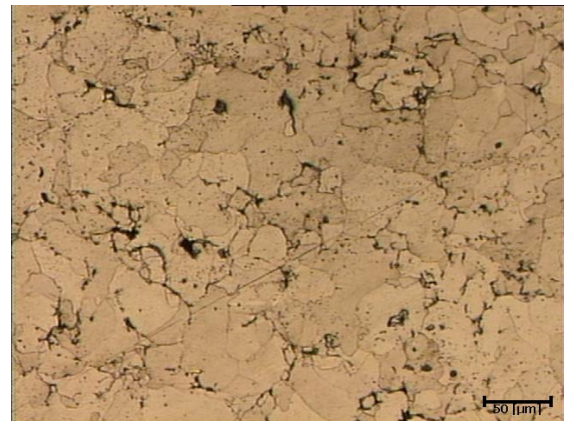
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)

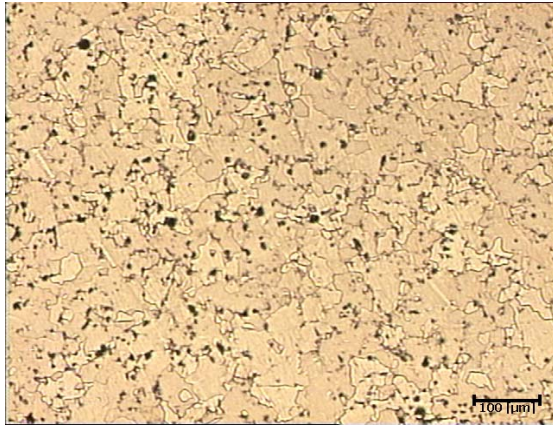


(e) Borda direita

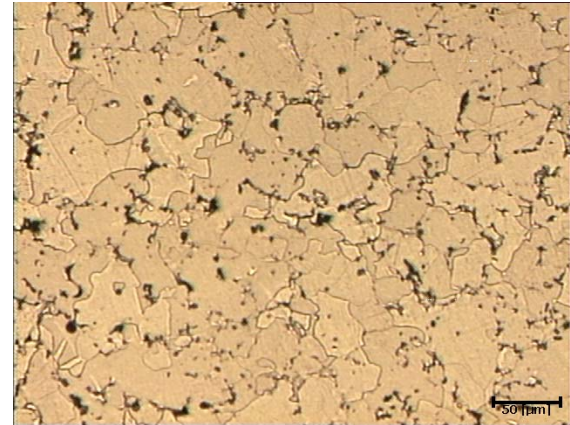


(f) Borda direita, ampliação de (e)

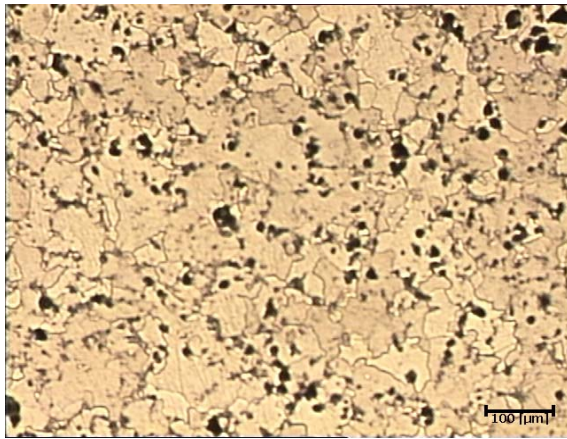
Figura 7.7- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 38, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 418 MPa. Ataque: Nital 1%.



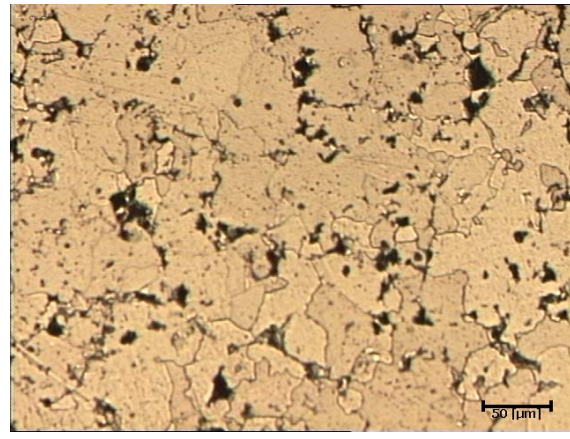
(a) Região central da amostra



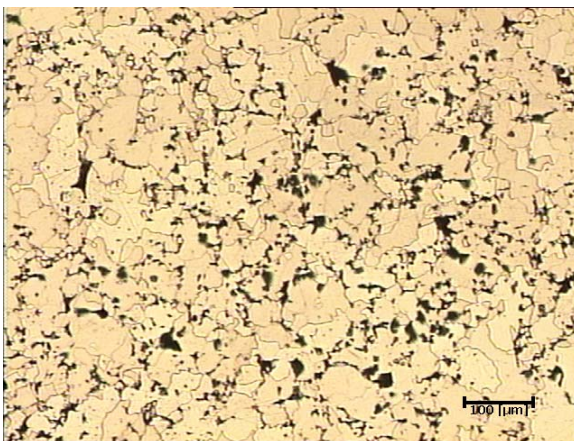
(b) Região central da amostra, ampliação de (a)



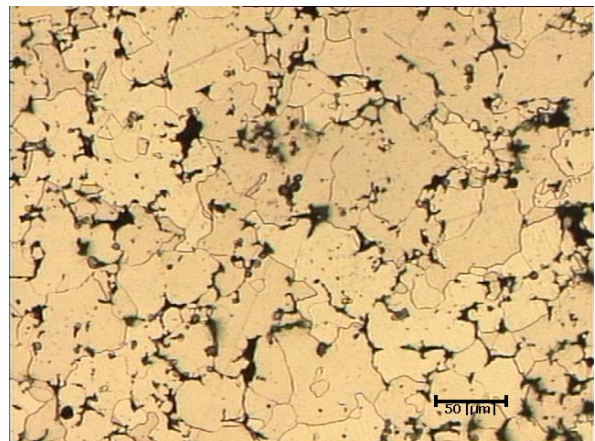
(c) Borda esquerda



(d) Borda esquerda, ampliação de (c)



(e) Borda direita



(f) Borda direita, ampliação de (e)

Figura 7.8- Micrografias ópticas de diferentes regiões da amostra 39, a qual foi produzida com pó cerâmico como meio compressor secundário, aquecida a 1120°C durante 45 minutos e compactada a aproximadamente 424 MPa. Ataque: Nital 1%.

## 7.2. Dureza das Pré-formas e Correlação com Densidade

Os resultados referentes à média de 5 medições realizada em cada região encontram-se na Tabela 7.2 e no gráfico da Figura 7.9.

Observou que a dureza na parte inferior das amostras foi discretamente maior que a parte superior, indicando que consolidação do pó de ferro foi mais efetiva nessa região. Tal fato pode estar relacionado com a taxa de compressibilidade do meio compressor secundário uma vez que a parte inferior estava posicionada diretamente sobre o container.

Tabela 7.2- Dados médios de dureza Brinell (HB com esfera de 5mm).

Região Analisada	Amostras					
	31	32	33	37	38	39
Dureza média na parte superior do <i>pré-forma</i>	77 HB	67 HB	86 HB	70 HB	57 HB	66 HB
Dureza média na parte inferior do <i>pré-forma</i>	84 HB	66 HB	97 HB	77 HB	64 HB	75 HB
<b>Dureza média absoluta</b>	<b>80,5 HB</b>	<b>66,5 HB</b>	<b>91,5 HB</b>	<b>73,5 HB</b>	<b>60,5 HB</b>	<b>75,5 HB</b>

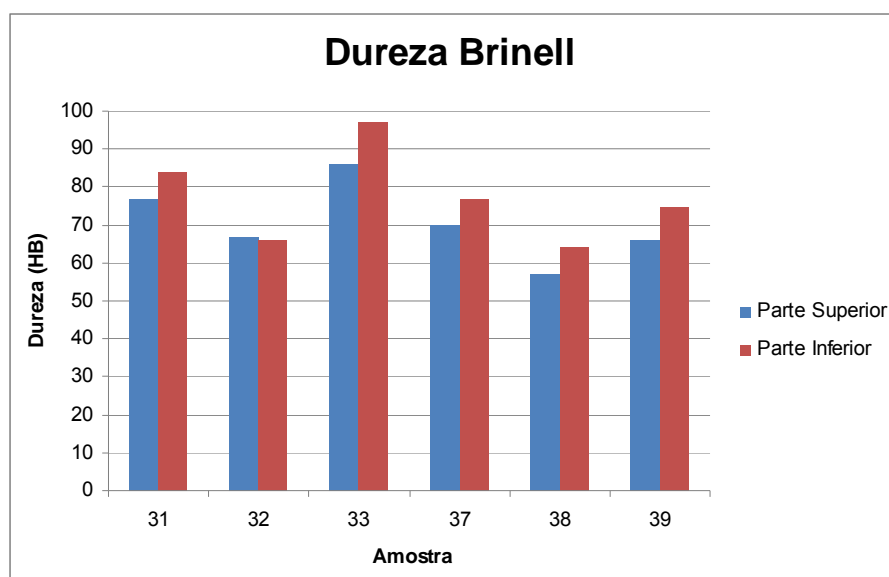


Figura 7.9- Valores médios de dureza Brinell na parte superior e inferior das pré-formas.

O gráfico da Figura 7.4 correlaciona os dados de dureza com densidade relativa das amostras. Observou-se uma boa correlação entre dureza e densidade. A

amostra que apresentou maior densidade e maior dureza foi a de nr 33, porém a mesma apresentou deformação lateral.

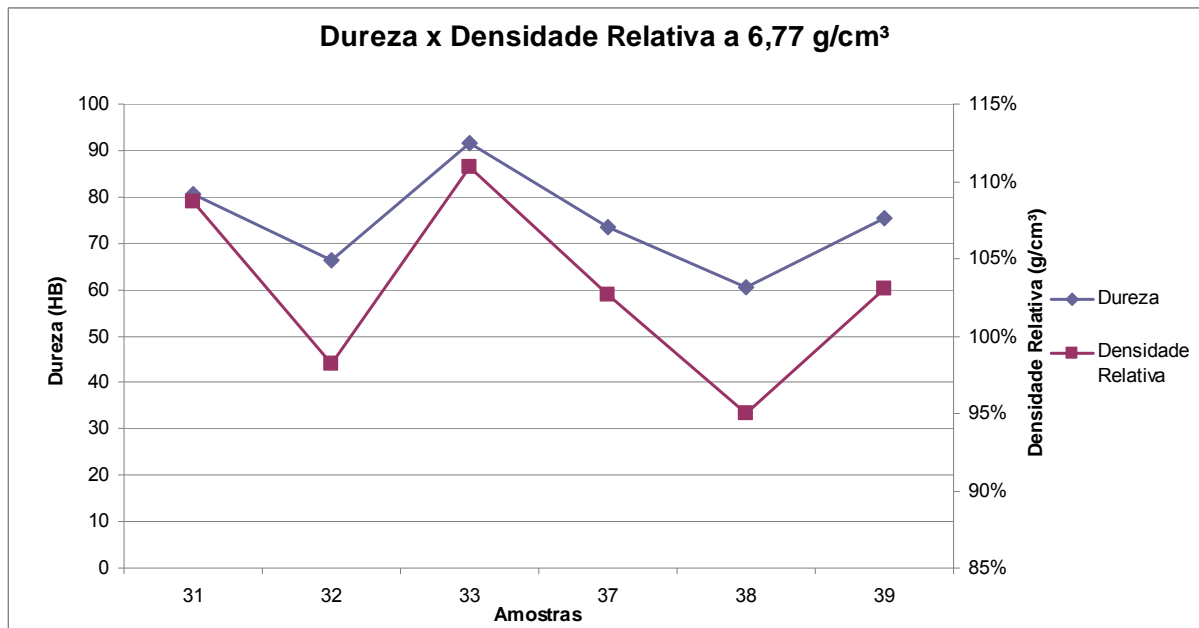


Figura 7.10- Correlação entre os valores médios absolutos de dureza Brinell com a densidade relativa com referência ao fabricante do pó ( 6,77 g/cm<sup>3</sup> a 400 MPa).

## 8. CONCLUSÕES

- O sistema experimental de CCR desenvolvido mostrou-se adequado para a produção de pré-formas de características dimensionais adequadas e de alta densidade.

- Os moldes cerâmicos descartáveis produzidos tiveram desempenho adequado para aplicação no processo CCR. As espessuras de paredes dos moldes foram variadas de 10 mm a 3,8 mm e não se observou nenhuma correlação acentuada entre a espessura da parede e o comportamento de consolidação do pó e meio compressor secundário.

- Dos meios compressores secundários testados, pó de ferro, pó de alumina calcinada e pó cerâmico (argila calcinada), o último mostrou-se com maior potencial de utilização e apresenta mais baixo custo.

- Observou-se que a configuração do container/meio compressor secundário/molde cerâmico influencia nas características dimensionais e de densidade das pré-formas.

- A microestrutura das pré-formas produzidas mostrou que houve consolidação satisfatória dos pós, mostrando-se compatível com a apresentada na literatura para o pó utilizado. Além disso, não se observou a presença de óxidos de forma acentuada, o que indica que o pó cerâmico utilizado como meio compressor secundário atua também como isolante ambiental, uma vez que não se usou forno com atmosfera controlada durante a etapa de aquecimento do pó.

- Observou-se que a dureza na parte inferior da pré-forma foi discretamente maior que a parte superior do mesmo, indicando que consolidação do pó de ferro foi mais efetiva nessa região. Observou-se também uma boa correlação entre dureza e densidade. A amostra que apresentou maior densidade e maior dureza foi a amostra 33, porém a mesma apresentou deformação lateral.

- Os parâmetros de processo que proporcionaram obter os melhores resultados

em termos de ambas as propriedades, densidade e características dimensionais, foram:

- Uso de pós cerâmicos (argila calcinada) como meio compressor secundário;
- Pressão de compactação de aproximadamente 400 MPa;
- Tempo de compactação em torno de 01 a 10 segundos;
- Temperatura de sinterização de 1120°C;
- Tempo de sinterização de 45 minutos;
- Container metálico de dimensões de 43 mm de diâmetro e 61 mm de altura.
- Configuração do container metálico/meio compressor secundário/molde cerâmico de forma a evitar a presença de meio compressor secundário na parte inferior do molde cerâmico;
- Uso de matriz metálica para o confinamento do container.

## 9. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

- Identificar material para meio compressor secundário que apresente uma taxa de compressibilidade mais compatível com a do pó de ferro.
- Realizar um estudo mais detalhado sobre a influência da configuração container/meio compressor secundário/molde cerâmico nas propriedades dos compactados;
- Estudar a influência do “estágio de sinterização” (decorrente do uso de diferentes tempos e temperaturas de aquecimento) nas propriedades dos compactados produzidos pelo processo CCR;
- Estudar novos materiais como meio compressor secundário e outros pós ou ligas como matéria prima para utilização no processo CCR;
- Testar a aplicabilidade do processo CCR na fabricação de peças complexas e *net-shape*.



## 10. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASHWORTH, M.A.; Jacobs, M.H. **Potential Opportunities for Hot Isostatic Processing in the Automotive Industry**. International Symposium on Automotive Technology and Automation, Viena, Austria, Junho de 1999.
- ASM COMMITTEE, ASM Handbooks: Powder Metallurgy Technologies, Vol. 7, Edition Online, 1998.
- ATKINSON, H.V, Zulfia, A. Lima Filho. A., Jonesa, H., King, S. Hot Isostatic Processing of Metal Matrix Composites. **Materials and Design**, V. 18, No. 4r6, pp. 243-245, 1997.
- BACCINO, R., Moret, F. Numerical Modeling of Powder Metallurgy Processes. **Materials and Design**, V. 21, p.359-364, 2000.
- BOWLES, A.G. (Jenkintown, Pa). **Isostatic Method for Treating Articles with Heat and Pressure**. United States Patent number 4359336, Publication Date: 16/11/1980, <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.
- BRUMA, F.J.B., Amico, S.C., Vedana, I., Spim, J.A. Jr. Microwave Dewaxing Applied to the Investment Casting Process. **Journal of Materials Processing Technology**, 2008. *Article in Press*.
- CHAIM, R.; Margulius, M. Densification Maps for Spark Plasma Sintering of Nanocrystalline MgO Ceramisc. **Journal of Materials Engineering A**, 407, p.180-187, 2005.
- BROWN, R.L. Strip Fabrication from Powder Metal Using HIP/Peeling Techniques. **Progress in Powder Metallurgy**, V. 43; p.337-349, 1987.
- BOCANEGRA-BERNAL, M.H. Hot Isostatic Pressing (HIP) Technology and its Applications to Metals and Ceramics. **Journal of Materials Science**, V. 39, no.21, p.6399-6420, 2004.
- DCWG, J.; He, D.; Zhang, M.; Zeng, Y. Dynamic Simulations of Element Mutual

Diffusion During Hot Isostatic Pressing Diffusion Bonding. **Journal of University of Science and Technology of Beijing**, V. 25, no. 1, p.36-39, 2003.

- DRANEY, C.; Froes, F.H.; Hebeison, J. Hot Isostatic Pressing: Reaching Maturity. **Materials Technology**, V. 19, nº. 3, p.140-152, 2004.

- ECER, G.M. Radially Constricted Consolidation. **Advanced Materials and Processes**, V. 162, N. 11, p. 62, November, 2004.

- ECER, G. (123 Honeycomb Ct., Encinitas, CA, 92024). **Method for Preparing Fully Dense, Near-Net-Shaped Objects by Powder Metallurgy**. United States Patent number 4.673,549, Primary Class: 419/10, Application Number: 06/836978, Publication Date: 06/16/1987, Filing Date: 03/06/1986. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.

- FERGUSON, L. Emerging Alternatives to Hot Isostatic Pressing. **International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology**, V. 21, n 3, p. 201-218, 1985.

- FERGUSON, L. **Metals Handbook: Stamp Process**, V. 7, 9th Ed., ASM, Metals Park, Ohio p. 547-550, 1984.

- FROLOV, A.A., Sadykhov, O.B.; Gun, G.A. System of Planning the Technological Regimes of Hot Isostatic Pressing of Powder Materials. **Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics**. V. 30, no. 6, p.454-458, 1991.

- HAILEY, R. W. (5455 Oleta Turn, Long Beach, CA 90815). **Method of Producing High Density Metallic Products** . United States Patent number 3356496, Publication Date: 12/05/1967, Primary Class: 419/6. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.

- HAILEY, R. W. (5455 Oleta Turn, Long Beach, CA 90815). **Method of Consolidating Metallic Bodies**. United States Patent number 3689259, Publication Date: 05/09/1972. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.

- HÖGANAS. **Höganas Handbook for Sintered Components, Metallography**, V. 6, Copyright Höganas AB, 1999, 270p.

- HÖGANAS. **Manual de Pós de Ferro e Aço para Componentes Sinterizados**, Copyright Höganas AB, 393p, 2004a.

- HÖGANAS. **Höganas Handbook for Sintered Components, Production of Sintered Componentes**, V. 2, Copyright Höganas AB, 2004b.
- <http://www.applieduscorp.com/RCCProcess.html>. Data de acesso 27 de outubro de 2008.
- HIROSE, T.; Shiba, K.; Ando, M., Enoda, M.; Akiba, M. **Fusion Engineering and Design**, V. 81, p. 645-651, 2006.
- HORTON, R. A., ASM Handbooks: Casting, Investment Casting, Vol. 15, Edition Online, 2002.
- HUNG, C.C., Lai, P.L., Tsai C.C., Huang, T.K., Liao, Y.Y. Pure Titanium Casting Into Titanium-Modified Calcia-Based and Magnesia-Based Investment Molds. **Materials Science and Engineering A**, V.454–455, P. 178–182, 2007.
- ISAKSSON, S.E., Larker, H. (Robertsfors, Sweden). **Method of Manufacturing a Sintered Powder Body**. United States Patent number 4339271, Publication Date: 13/07/1982. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.
- JAWORSKA, L.; Stobierski, L.; Twardowska, A.; Rrólicka, D. Preparation of Materials Based on Ti-Si-C System Using High Temperature-High Pressure Method. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 162-163, p. 184-189, 2005.
- JONES, S., Yuan, C.. Advances in Shell Moulding for Investment Casting. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 135, p. 258–265, 2003.
- .- JINKA, A. G. K. A Finite-Element Prediction of Densification Kinetics During the Hot Isostatic Pressing of Metal Powder Compacts. . **Journal of Materials Processing Technology**, V. 57, p. 382-392, 1996.
- KEMP, W.E. (1030 dairy Ashford, Suite 146, Houston, Tex. 77079). **Process for Hot Isostatic Pressing of a Metal Workpiece**. United States Patent number 4379725, Publication Date: 12/04/1983. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.
- KIM, H.S. Densification Mechanisms During Hot Isostatic Pressing of Stainless Steel Powders Compact. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 123, p. 319—322, 2002.
- KIM, K.T, Jeon, Y.C. Near-Net-Shape Forming of 316L Stainless Steel Powder Under Hot Isostatic Pressing. **International Journal of Mechanical Sciences**, V. 41, p.815-830, 1999.

- KLAR, E. **Metals Handbook: Powder Metallurgy**, ASM Handbooks, Desk Edition, V. 7, 2005.
- KUCZYNSKI, C.G. Self-Diffusion in Sintering of Metallic Particles. **Journal of Metals**, nº. 2, p.169-178, 1949.
- LEE, M.H., Kim, J.J., Kim, K.H., Kim, N.J., Lee, S, Lee, E.W. Effects of HIPping on High-Cycle Fatigue Properties of Investment Cast A356 Aluminum Alloys. **Materials Science and Engineering A**, V. 340, p. 123-129, 2003.
- LI, W-B.; Ashby, M.F.; Easterling, K.E. On Densification and Shape Change During Hot Isostatic Pressing. **Acta Metallurgica**, V. 35, N. 12, p. 2831-2842, 1987.
- LI, C.; Huang, Q., Zhang, P. Preliminary Experimental Study on Hot Isostatic Pressing Diffusion Bonding for CLAM/CLAM. **Fusion Engineering and Design**, V. 82, p. 2627-2633, 2007.
- LICHTI, W. P. (Lakewood, CA) Hofstatter, A.F. (Dana Point, CA). **Method of Object Consolidation Employing Graphite Particulate**. United States Patent number 4539175, Application Number: 06/535791 , Publication Date: 09/03/1985 , Filing Date: 09/26/1983 , Primary Class: 419/49. <http://www.freepatentsonline.com/4673549.html>. Data de último acesso: 27 de outubro de 2008.
- LOH, N.L.; Sai, K.Y. Na Overview of Hot Isostatic Pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 30, N. 1, p. 45-65, 1992.
- LIN, H.; Xunpeng, Q.; Huajie, M.; Zhao, Y. Plastic deformation and Yield Criterion for Compressible Sintered Powder Materials. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 180, p 174-1778, 2006.
- LOGRASSO, B.K; Lograsso, T.A.; Moore, J.A. Application of a Shape Accommodating HIP Densification Model to High Temperature Yttria Oxide Material. **Processing and Fabrication of Advanced Materials for High Temperature Applications**. Chicago, Illinois; USA; pp. 343-364, Novembro de 1992.
- MIAO, P.; Odette, G.R.; Yamamoto, T.Y.; Alinger, M.; Hoelzer, D.; Gragg, D. Effect of Consolidation Temperature, Strength and Microstructure on the fracture Toughness of Nanostructured Ferritic Alloys. **Journal of Nuclear Materials**, V. 367-370, p. 208-212, 2007.
- MONDAL, B., Kundua, S., Lohara, A.K., Pai, B.C. Net-shape Manufacturing of Intricate Components of A356/SiCp Composite Through Rapid-Prototyping-Integrated Investment Casting. **Journal of Materials Science and Engineering A**, 2008. *Article in Press*.

- Powders. **Materials Science Forum**, V. 426-432, Part 5, p. 4209-4214, 2003.
  
- PALM, M.; Preuhs, J.; Sauthoff, G. Production Scale Processing of a New Intermetallic NiAl-Ta-Cr Alloy for High temperature Application. Part II: Powder Metallurgical Production of Bolts by Hot Isostatic Pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 136, p 114-119, 2003.
  
- PIWONKA, T. S., ASM Handbooks: Ceramic Molds, Investment Casting, Edition Online, 2001.
  
- PREVITALI, B., Pocci, D., Taccardo, C.. Application of Traditional Investment Casting Process to Aluminium Matrix Composites. **Composites: Part A**, V. 39, p. 1606–1617, 2008.
  
- PRICE, P.E., Kohler, S.P. **Metals Handbook: Hot Isostatic Pressing of Metal Powders**, 9th Ed., V. 7, ASM, Metals Park, Ohio, p. 419-443, 1986.
  
- RAO, G.A.; Srinivas, M; Sarma, D.S. Effect of Oxygen Content of Powder on Microstructure and Mechanical Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. **Journal of Materials Science and Engineering A**, V. 435-436, p. 84-99, 2006.
  
- RAO, G.A.; Srinivas, M; Sarma, D.S. Influence of Modified Processing on Structure and Properties of Hot Isostatically Pressed Superalloy Inconel 718. **Journal of Materials Science and Engineering A**, V. 418, p. 282-291, 2006.
  
- ROBERTS, D.J; Tidbury, L.E.; Rickinson, B.A. The application of Hot Isostatic Pressing and Desal Processing to Light Alloys. IBF. **Developments in Light Alloy Castings**; p. 6.1-6.9, 1991.
  
- SBORNICCHIA, P., Montesperelli, G., Ingo, G.M., Gusmano, G. Advances in Jewellery Microcasting. **Thermochemica Acta**, V. 419, p. 195–204, 2004.
  
- SHEN, Q.M.; YANG, J.; SHAN, X.Y.; JAN, W. Development and Application of HIP Technology. **Rare Metals and Cemented Carbides**, V. 32, no.2, p.33-38, 2003.
  
- TASCIOGLU, S., Akar, N.. A Novel Alternative to the Additives in Investment Casting Pattern Wax Compositions. **Materials and Design**. V. 24, p. 693–698, 2003.
  
- TJONG, S.C.; Tam, K.F. Mechanical and Thermal Expansion Behavior of Hipped Aluminum-TiB<sub>2</sub> Composites. **Materials Chemistry and Physics**, V. 97, p. 91-97, 2006.
  
- YANG, J., Shi, Y., Shen, Q., Yan, C.. Selective Laser Sintering of HIPS and Investment Casting Technology. **Journal of Materials Processing Technology**,

2008. *Article in Press*.

- YUAN, W.X., Mei, J., Samarov, V., Seliverstov, D., Wu, X.. Computer Modeling and Tooling Design for Near Net Shaped Components Using Hot Isostatic Pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, V.182, p. 39-49, 2007.
- ZHANG, X.J., Tong, K.K., Chan, R. and Tan, M.. Gold Jewellery Casting: Technology Design and Defects Elimination. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 48, p. 603—609, 1995.
- ZHANG, X.; Zheng, Y.; Han, J. Low Pressure Injection Molding and SHS-HIP Whitout Envelope of AlN-TiB<sub>2</sub> Ceramic Slender Tube With Blind Hole. **Journal of Materials Design**, V. 26, p. 410-416, 2005.
- YU, P.; Mei, Z.; Tjong, S.C. Structure, Thermal and Mechanical Properties of In-Situ Al-Based Metal Matrix Composite Reinforced With Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiC Submicron Particles. **Materials Chemistry and Physics**, V. 23, p. 109-116, 2005.