## MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE – FURG Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica PPMec

Fransuan da Silva Coelho

# SINTERIZAÇÃO DE MISTURA DE PÓS DE FE-CR PARA FORMAÇÃO DE AÇO INOX MARTENSÍTICO

Rio Grande 2019 Fransuan da Silva Coelho

# SINTERIZAÇÃO DE MISTURA DE PÓS DE FE-CR PARA FORMAÇÃO DE AÇO INOX MARTENSÍTICO

Dissertação para obtenção do título de mestre em engenharia mecânica

Orientador: Luciano Volcanoglo Biehl Co-orientador: Jorge Luis Braz Medeiros

> Rio Grande 2019

## BANCA EXAMINADORA

Prof. Luciano Volcanoglo Biehl Universidade Federal do Rio Grande – FURG

#### AGRADECIMENTOS

Primeiramente eu gostaria de agradecer a minha família, sem eles nada seria possível.

Minha filha Antonella, fonte de toda inspiração, minha esposa Bruna por todo companheirismo e incessante apoio e aos meus pais, José Luiz e Maria Lucena por não medirem esforços em me ajudar a alcançar meus objetivos.

Também gostaria de agradecer ao apoio e contribuição de meu orientador Luciano Volcanoglo Biehl.

Ao meu co-orientador, professor Jorge Braz Medeiros, um dos melhores professores que tive o prazer de conhecer durante minha vida acadêmica, exemplo de profissional e pessoa, meu muito obrigado.

Ao técnico Jorge Airton por toda dedicação e apoio sempre que precisei usar o laboratório de metalografia.

A equipe do CEME-SUL da FURG pela disponibilidade em realizar as análises.

Meu muito obrigado a todos que de alguma forma tornaram esse trabalho possível.

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
	1.1 Objetivos	15
	1.1.1 Objetivos gerais	15
	1.1.2 Objetivos específicos	15
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
	2.1 Produção e características dos pós metálicos	
	2.2 Mistura e Compactação dos pós	
	2.2.1 Mistura dos pós	
	2.2.2 Compactação	21
	2.3 Difusão no estado sólido	24
	2.3.1 Taxa de Difusão	25
	2.3.2 Influência da Temperatura	26
	2.4 Sinterização de Misturas	27
	2.4.1 Sinterização por fase sólida	
	2.5 Metalurgia do aço inoxidável martensítico	
3	MATERIAIS E MÉTODOS	
	3.1 Material	
	3.2 Composição da liga AISI 410	
	3.3 Compactação	40
	3.4 Sinterização	41
	3.5 Têmpera e Revenimento	
	3.6 Metalografia	

	3.7 Microscopia óptica	
	3.8 Difratometria de raios X	44
	3.9 Microdureza	44
4	Resultados e discussões	46
	4.1 Análise de Microscopia Óptica	
	4.1.1 Análise de Microscopia óptica da amostra de número 1	
	4.1.2 Análise de microscopia óptica da amostra de número 2	47
	4.1.3 Análise de microscopia óptica da amostra de número 3	49
	4.1.4 Análise de microscopia óptica da amostra de número 4	50
	4.1.5 Análise de microscopia óptica da amostra de número 5	52
	4.1.6 Análise de microscopia óptica da amostra de número 6	53
	4.1.7 Análise de microscopia óptica da amostra de número 7	55
	4.1.8 Análise de microscopia óptica da amostra de número 8	56
	4.1.9 Análise de microscopia óptica da amostra de número 9	58
	4.1.10 Comparação entre os parâmetros de sinterização	59
	4.2 Análise de DRX	67
	4.3 Análise de dureza por micro-identação	
5	CONCLUSÕES FINAIS	74
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	75
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Comparativo da utilização de materiais em diferentes processos16
Figura 2. Esquema representativo do processo de sinterização17
Figura 3. Morfologia das parículas metálicas: a)Esférica b)Arredondada c)Aglomerada
d)Irregular e)Angular f)Com picos g)Dendrítica h)Porosa18
Figura 4. Curvas de pressão-densidade para pós de ferro comerciais compactadas em
um molde com diâmetro inferior a 25mm
Figura 5. Poros oxidados de uma aço 434L depois de 240h a 600°C23
Figura 6. Exemplo esquemático da operação de compressão
Figura 7. Diagrama esquemático exemplificando a propagação de átomos por difusão
entre dois elementos
Figura 8. Coeficientes de difusão em função da temperatura para algumas combinações
de materiais
Figura 9. Micrografia da formação do pescoço entre partículas esféricas induzidas por
sinterização
Figura 10. Principais estágios do processo de sinterização
Figura 11. Diagramas binários a)Fe-Ni b)Fe-Cr
Figura 12. Diagrama ternário Fe-Cr-Ni isotérmico a 1200°C31
Figura 13. Microestrutura do aço AISI 410 recozido
Figura 14. DRX da liga AISI 410
Figura 15. Variação das propriedades de Resistência ao impacto e dureza em função da
temperatura de tempera. a) resistênica ao impacto b)dureza
Figura 16. Pós elementares de Ferro e Cromo
Figura 17. Organograma seguido no trabalho
Figura 18. Balança de precisão Bel Engineering L5202
Figura 19. Misturador Y 39
Figura 20. Matriz uniaxial de duplo efeito e compactado verde
Figura 21. Forno utilizado para Sinterização 42
Figura 22. Forno utilizado no Revenimento
Figura 23. Microscopia óptica da amostra de número 1, sinterizada com isoterma de
1100°C por 60 minutos
Figura 24. Microscopia óptica da amostra de número 1, sinterizada com isoterma de
1100°C por 60 minutos e temperada a 950°C

Figura 25. Microscopia óptica da amostra de número 2, sinterizada com isoterma c	le
1100°C por 180 minutos	18
Figura 26. Microscopia óptica da amostra de número 2, sinterizada com isoterma c	le
1100°C por 180 minutos e temperada a 950°C	18
Figura 27. Microscopia óptica da amostra de número 3, sinterizada com isoterma c	le
1100°C por 360 minutos	19
Figura 28. Microscopia óptica da amostra de número 3, sinterizada com isoterma c	le
1100°C por 360 minutos e temperada a 950°C	50
Figura 29. Microscopia óptica da amostra de número 4, sinterizada com isoterma o	le
1200°C por 60 minutos5	51
Figura 30. Microscopia óptica da amostra de número 4, sinterizada com isoterma c	le
1200°C por 60 minutos e temperada a 950°C	51
Figura 31. Microscopia óptica da amostra de número 5, sinterizada com isoterma c	le
1200°C por 180 minutos5	52
Figura 32. Microscopia óptica da amostra de número 5, sinterizada com isoterma c	le
1200°C por 180 minutos e temperada a 950°C5	53
Figura 33. Microscopia óptica da amostra de número 6, sinterizada com isoterma c	le
1200°C por 360 minutos5	54
Figura 34. Microscopia óptica da amostra de número 6, sinterizada com isoterma c	le
1200°C por 360 minutos e temperada a 950°C	54
Figura 35. Microscopia óptica da amostra de número 7, sinterizada com isoterma c	le
1150°C por 60 minutos	55
Figura 36. Microscopia óptica da amostra de número 7, sinterizada com isoterma o	le
1150°C por 60 minutos e temperada a 950°C	56
Figura 37. Microscopia óptica da amostra de número 8, sinterizada com isoterma c	le
1150°C por 180 minutos	57
Figura 38. Microscopia óptica da amostra de número 8, sinterizada com isoterma o	le
1150°C por 180 minutos e temperada a 950°C	57
Figura 39. Microscopia óptica da amostra de número 9, sinterizada com isoterma c	le
1150°C por 360 minutos5	58
Figura 40. Microscopia óptica da amostra de número 9, sinterizada com isoterma c	le
1150°C por 360 minutos e temperada a 950°C	59
Figura 41. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1100°C po	or
3 diferentes tempos	59

Figura 42. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1150°C por
3 diferentes tempos
Figura 43. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1200°C por
3 diferentes tempos
Figura 44. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1100°C62
Figura 45. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1150°C62
Figura 46. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1200°C63
Figura 47. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras
sinterizadas a 1100°C
Figura 48. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras
sinterizadas a 1150°C
Figura 49. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras
sinterizadas a 1200°C
Figura 50. Difratograma de raios X da mistura 1, sinterizada na isoterma de 1100º por
60 minutos e posteriormente temperada
Figura 51. Difratograma de raios X da mistura 5, sinterizada na isoterma de 1200º por
180 minutos e posteriormente temperada
Figura 52. Difratograma de raios X da mistura 9, sinterizada na isoterma de 1150º por
360 minutos e posteriormente temperada
Figura 53. Imagem de microscopia óptica da impressão deixada pelo penetrador após o
ensaio de microdureza Vickers da Amostra 7
Figura 54. Gráfico com os resultados de microdureza das 9 amostras

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Características dos pós utilizados
Tabela 2. Composição nominal da liga AISI 410 38
Tabela 3. Comoposição da Mistura de pós 38
Tabela 4. Resumos do processo de sinterização40
Tabela 5. Porosidade das amostras sinterizadas a 1100°C62
Tabela 6. Porosidade das amostras Sinterizadas a 1150°C63
Tabela 7. Porosidade das amostras Sinterizadas a 1200°C63
Tabela 8. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a
1100°C
Tabela 9. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a
1150°C
Tabela 10. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a
1200°C
Tabela 11. Valor de dureza para as amostras71

# LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIAÇÕES

(CCC)	Estrutura Cúbica de Corpo Centrado		
(CFC)	Estrutura Cúbica de Face Centrada		
ASTM	"American Society of Testing and Materials" - Sociedade Americana de		
	Ensaios e Materiais		
MP	Metalurgia do Pó		
ASM	"American Society for Metals" – Sociedade Americana para Metais		
DRX	Difratometria de Raios X		
Mpa	Mega Pascal		
Ν	Newtons		
HV	Dureza Vickers		
PVP	Polivinilpirrolidona		
AISI	"American Iron and Steel Institute"- Instituto Americano de Ferros e		
	Aços		
°C	Graus Celsius		
Fe	Ferro		
Cr	Cromo		
ICZ	Instituto de Metais Não Ferrosos		
MO	Microscopia Óptica		
r.p.m.	Rotações por minuto		

#### **RESUMO**

A produção de aços inoxidáveis através do processo de metalurgia do pó usualmente é realizada utilizando pós pré-ligados de custo relativamente alto. A possibilidade de produzir esses matérias utilizando pós elementares, além de flexibilizar a composição dessas ligas, reduz significantemente seu custo, tornando-o um processo muito atrativo. Entretanto, a difusão do cromo no aço é dificultada pela camada de óxido que se forma em sua superfície durante o processo, tornando assim um grande desafio a formação de um aço inox através da metalurgia do pó, utilizando pós elementares. Este trabalho tem como objetivo principal formar uma liga de aço inoxidável martensítico com composição similar ao do aço AISI 410. Para isso foi utilizado pós elementares na composição Fe13,5%Cr para a produção de 9 amostras, todas com a mesma composição e sinterizadas em caixa utilizando 3 parâmetros de tempo e temperatura diferentes, 1100°C, 1150°C e 1200°C, 60 minutos, 180 minutos e 360 minutos. Sabe-se que o processo de compactação exerce grande influência na qualidade do produto sinterizado, assim foi estudado a utilização de dois aglutinantes naturais a base de água na compactação dos pós, em um deles foi adicionado tensoativos para reduzir a tensão superficial. A pressão de compactação de 800MPa foi igual para todas as amostras. Ainda, após a sinterização as amostras foram temperadas a 950°C sendo resfriadas em mistura de polímero PVP 10% e posteriormente revenidas a 180°C. A análise das amostras revelou que não houve total difusão do cromo, ainda assim as amostras compactadas utilizando aglutinante tensoativo obteve resultados satisfatórios. O ensaio de DRX apresentou os resultados que se espera para uma liga AISI 410 e o ensaio de microdureza comprovou um pequeno aumento na mesma após o tratamento térmico de têmpera.

Palavras chave: Sinterização, mistura de pós metálicos dissociados, aço inox martensítico, difusão.

#### ABSTRACT

The production of stainless steels using the powder metallurgy process is usually performed using relatively high cost pre-wired powders. The possibility of producing these materials using elementary powders, besides flexibilizing the composition of these alloys, reduces significantly their cost, making it a very attractive process. However, the diffusion of chromium in the steel is difficulty by the oxide layer that forms on its surface during the process, thus making a great challenge the formation of a stainless steel through powder metallurgy, using elementary powders. This work has as main objective to form a martensitic stainless steel alloy with composition similar to that of AISI 410 steel. For this, elemental powders in the Fe13.5% Cr composition were used for the production of 9 samples, all with the same composition and sintered in box using 3 different time and temperature parameters, 1100°C, 1150°C and 1200°C, 60 minutes, 180 minutes and 360 minutes. It is known that the compacting process exerts a great influence on the quality of the sintered product, so it was studied the use of two natural binders based on water in the compacting of powders, in one of them was added surfactants to reduce the surface tension. The compaction pressure of 800MPa was the same for all samples. Further, after sintering the samples were tempered at 950 ° C and were cooled in 10% PVP polymer mixture and then tempered at 180 ° C. The analysis of the samples revealed that there was no total diffusion of the chromium, although the compacted samples using surfactant binder obtained satisfactory results. The XRD test showed the expected results for an AISI 410 alloy and the microhardness test showed a small increase in it after the quench heat treatment.

Key Words: Sintering, mixing of dissociated metallic powders, martensitic stainless steel, diffusion.

## 1 INTRODUÇÃO

O processo de fabricação por metalurgia do pó encontra-se bastante difundido na indústria metal-mecânica, principalmente na área automobilística, aeroespacial e médica. Sua capacidade de produzir componentes complexos, com elevada tolerância dimensional, com elevada resistência mecânica sem necessidade de processos de acabamento e que não seriam viáveis por processo de fabricação convencional o colocam em posição de destaque (EPMA, 2015). Além disso, devido as características já citadas, diversas pesquisas vêm sendo realizadas no âmbito da metalurgia do pó nos últimos anos, pesquisadores como: Bastwros, et al. (2014), Martín, et al. (2015), Olakanmi, Cochrane e Dalgarno (2015), Shashanka e Chaira (2015), Neves (2015), Schneider (2016) e Averú (2017), desenvolveram trabalhos com sinterização afim de tornar o processo ainda mais abrangente.

Embora diversos pesquisadores estejam buscando entender melhor o processo de metalurgia do pó, desenvolvendo novas tecnologias para que o processo se torne ainda mais abragente, atualmente há uma escasses de pesquisas voltadas para a produção de ligas através do processo de sinterização utilizando pós dissociados, principalmente o aço inox martensítico estudados nesse trabalho.

Atualmente, segundo dados do ICZ, Instituto de Metais Não Ferrosos (2016) a cada 90 segundos uma tonelada de aço a consumida pela corrosão, a cada duas toneladas de aço produzidas uma é para substituir aço corroído, esse custo consome 4% do PIB das nações industrializadas, isso evidencia a necessidade de estudar os aços inoxidáveis, visando reduzir seu custo de produção, bem como melhorar suas propriedades para tornar sua utilização ainda mais abrangente.

Para acompanhar os avanços tecnológicos propostos pela sociedade, há uma crescente demanda pela utilização do aço inoxidável na metalurgia do pó. Para a fabricação dessas ligas domina-se a técnica de sinterização utilizando pós de materiais pré-ligados, de custo relativamente alto e composição pré-estabelecida, porém a possível utilização de pós elementares reduziria consideravelmente o custo da liga, além de flexibilizar a composição do material, facilitando sua definição. O grande desafio para obter as ligas de aço inoxidável por meio de pós dissociados é dificuldade de difundir o Ferro e o Cromo, pois o cromo tem grande afinidade com o oxigênio e forma uma camada de óxido em sua superfície que dificulta o contato de suas partículas, ressaltando assim a importância de entender melhor e dominar o processo de sinterização desses dois elementos. (SCHNEIDER, 2016; NEVES, 2015)

Dentre os aços inoxidáveis, o martensítico AISI 410 será utilizado como referência para composição da liga a ser estudada, pois apresenta uma boa combinação de resistência a corrosão e uma elevada resistência mecânica e dureza, tendo sua utilização bem ampla em diversos segmentos, sendo o principal a produção de turbinas e compressores. Além disso esse material também possui vasta aplicação na área médica, sendo utilizado para produção de utensílios cirúrgicos (CHAKRABORTY, DAS, *et al.*, 2014).

Esse trabalho teve como objetivo Produzir um aço inoxidável martensítico Fe-13,5Cr, composição química equivalente ao AISI 410, através do processo de metalurgia do pó utilizando pós elementares de Fe e Cr. Para isso, foi verificada a difusão dos elementos de liga na matriz de ferro através de microscopia óptica, a formação de ferrita e martensita através do DRX e também foi verificada a dureza dos corpos de prova.

Os resultados obtidos no trabalho foram satisfatórios, apresentando alguns pontos de homogeneização da liga com difusão dos pós de ferro e cromo. Ainda foi possível observar a melhora no resultado e redução de porosidade do produto sinterizado através da adição de aglutinante antes da etapa de compactação das misturas.

## 1.1 Objetivos

### 1.1.1 Objetivos gerais

Produzir um aço inoxidável martensítico Fe-13,5Cr, composição química equivalente ao AISI 410, através do processo de metalurgia do pó utilizando pós elementares de Fe e Cr.

#### 1.1.2 Objetivos específicos

- Realizar a compactação a pressão constante e variar os parâmetros de tempo e temperatura na sinterização para analisar a influência no processo;
- Identificar a ocorrência de difusão entre cromo e ferro
- Adicionar aglutinantes a base de água e com tensoativos a mistura antes do processo de compactação e verificar sua influência no produto sinterizado;
- Verificar em quais tempos e temperaturas surgem menor porosidade nas peças;
- Analisar a microestrutura obtida e comparar com a liga AISI410 produzida por processos convencionais;
- Avaliar o aumento da microdureza após o tratamento térmico de têmpera.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O processo de fabricação por metalurgia do pó (MP) é uma técnica milenar que primeiramente foi desenvolvida para a produção de peças feitas com materiais de alto ponto de fusão, como ouro e cobre, já que nessa época não haviam fornos capazes de fundir tais materiais. Porém a técnica só foi se desenvolver no século XIX quando se constatou uma melhora nas propriedades mecânicas das peças caso fossem compactadas antes da sinterização, essa descoberta deu início a MP moderna (SCHNEIDER, 2016).

Ainda, segundo EPMA (2015) a MP é capaz de produzir produtos com características únicas, inviáveis pelos meios usuais de fabricação mecânica, o processo também fornece uma peça praticamente acabada, onde na maioria das vezes não é se faz necessário a utilização de operações de desbaste e acabamento. Além disso, aproximadamente 80% dos pós utilizados são oriundos na reciclagem de materiais, tornando o processo econômico e sustentável comparando com os demais, a figura 1 representa essa comparação.



Figura 1. Comparativo da utilização de materiais em diferentes processos

Fonte: SCHNEIDER, 2016; Aprud, Adaptado de EPMA, 2014.

Atualmente o processo é constituído por quatro etapas fundamentais: a obtenção, a mistura, a compactação e a sinterização dos pós, a figura 2 representa as etapas do processo. Os pós utilizados podem ser metais ferrosos, metais não-ferrosos, cerâmicos ou cermetes (metal +

cerâmico), a mistura e compactação desses pós garantem uma estrutura homogênea e coesa já na forma e dimensões exatas ou bem próximas as do componente final, após esse processo o material resultante é chamado de compactado verde. O compactado verde garante segurança para que o material possa ser transportado para o próximo estágio e também melhora a difusão e reduz a porosidade da peça sinterizada, pois aumenta o contato entre as partículas (BRITO, et al. 2007; EPMA, 2008).





Fonte: EPMA, 2008.

Segundo EPMA (2008) a sinterização é o processo de aplicação de calor no material compactado, geralmente em atmosfera controlada e a uma temperatura inferior ao ponto de fusão do componente principal com o objetivo de unir as partículas, ocasionando a difusão dos materiais e conferindo as características mecânicas desejadas. A fabricação de ligas através de pós elementares exige um controle ainda mais preciso na sinterização, a composição da liga é

determinada pela mistura percentual dos elementos constituintes e a estrutura é obtida pela interdifusão dos mesmos (NEVES, 2015).

## 2.1 Produção e características dos pós metálicos

O estudo de obtenção do pó metálico é de extrema importância para a MP, pois devido ao método de produção utilizado o material irá possuir diferentes características, sendo essas responsáveis por algumas propriedades das peças acabadas, a figura 3 apresenta as morfologias mais comumente encontradas nos pós metálicos.

Shashanka (2015) propos o desenvolvimento de uma nano-estrutura de aço inoxidável, através da moagem de alta energia, após a sinterização ele concluiu que os pós com menores tamanhos resultam em um compactado verde com maior densidade e consequetemente melhora a difusão e reduz a porosidade do material sinterizado.

Figura 3. Morfologia das parículas metálicas: a)Esférica b)Arredondada c)Aglomerada d)Irregular e)Angular f)Com picos g)Dendrítica h)Porosa



Fonte: KNEWITZ, 2009.

Embora hajam recentes estudos com moagem de alta energia, como de Shashanka, dentre os processos de obtenção dos pós, destacam-se: a redução e a atomização. Höganäs (2010) afirma que esses processos correspondem a 90% da produção de pós de ferro e aço utilizados na MP.

A redução em estado sólido atualmente é bastante difundida, principalmente o processo de Höganäs de produção de pó de ferro, esse baseia-se em moer o minério de ferro (também chamado de magnetita) até a granulometria desejada e posteriormente passar pelo processo de redução na presença de carbono, os pós de cromo também podem ser obtidos pelo processo de redução (HÖGANÄS, 2010; SCHNEIDER, 2016).

O processo de atomização é usado principalmente quando deseja-se obter pós oriundos de sucatas ou de materiais já ligados, o material é fundido e vazado num jato de gás ou água, sendo o último mais utilizado, que dispersa o metal formando pequenas partículas que irão solidificar e dar origem ao pó (EPMA, 2008). O processo de atomização em água leva menos tempo para esferoidizar a partícula em comparação a atomização a gás. Porém, com mais tempo disponível para esferoidização, os pós oriundos da atomização a gás, quando sinterizados, atingem a densidade total de maneira mais rápida, isso ocorre devido a sua forma mais esférica que proporciona uma área superficial maior para receber calor e facilitar o caminho da difusão (JUNG, HA, *et al.*, 2016).

Nos últimos anos, os estudos na área de produção de pós metálicos se concentra em otimizar o processo para a obtenção de partículas mais finas sem elevar os custos a um patamar que inviabilize o negócio (WALTHER, BUTTNER, *et al.*, 2015). Nesse contexto, o processo de redução dos pós de ferro na presença de hidrogênio está ganhando atenção. O estudo recente de Walther (2015) obteve pó de ferro fino e esférico através da redução por hidrogênio, os resultados após sinterizados, quando comparados ao processo usual de redução na presença de carbono, foram semelhantes, porém o novo processo proposto apresenta um custo consideravelmente menor.

A diferença de tamanho entre as partículas pode causar uma perda de coesão da estrutura, dificultando o mecanismo de transporte durante a sinterização (SCHNEIDER, 2016). Além do tamanho da partícula, outros aspectos importantes concernentes a obtenção do pó são a composição química, morfologia e microestrutura das referentes partículas (BRAGA, FERREIRA e CAIRO, 2007). O processo de MP possui grande versatilidade e controle da composição de materiais, pois permite a adição de elementos de liga na forma sólida, sendo esses essenciais para modificar as propriedades do aço (HÖGANÄS, 2010).

A adição de elementos de liga pode ocorrer na forma de mistura de pós dissociados, no qual durante a sinterização a liga irá se formar através da difusão em estado sólido, ou adicionando pós já pré-ligados, assim o processo de sinterização visa somente a consolidação do material (SCHNEIDER, 2016).

### 2.2 Mistura e Compactação dos pós

#### 2.2.1 Mistura dos pós

A etapa de mistura ocorre após a definição da composição da liga, os materiais são adicionados no misturador nas proporções respectivas. Essa mistura de pós elementares é extremamente interessante para a fabricação por MP, pois possui menor custo e tempo de produção se comparados ao processo utilizando pós pré-ligados (NEVES, 2015).

Segundo EPMA (2008) a mistura de pós tem como principais objetivos a injeção de lubrificante ou outros aditivos e a homogeneização da liga. Os lubrificantes atuam durante a compactação reduzindo o atrito entre o material e as paredes do molde, consequentemente facilitando o processo. Já os aditivos também podem ser adicionados visando, por exemplo, facilitar a usinagem do produto sinterizado.

Para Schneider (2016) a homogeneização da estrutura decorrente da mistura dos pós auxilia enormemente na sinterização, pois as partículas já bem distribuídas devem percorrer caminhos menores por difusão até atingir o equilíbrio total da composição do material.

O processo de mistura também pode envolver tratamentos especiais com adições de aglomerantes orgânicos com o objetivo auxiliar a fixação dos lubrificantes e aditivos no pó de aço, esse processo melhora a consistência do produto e minimiza os problemas de segregação (BERGMAN, 2011).

O uso de aglutinantes atribuem resistência e plastificação aos compactados verdes, após a compactação, além de reduzir o atrito entre o material a as paredes do molde durante o processo, assim é essencial que haja uma boa homogeneização durante a mistura (SONTEA e LIVIU, 2002).

Segundo Kristoffersson (1998) os aglutinantes orgânicos são os mais comumente utilizados, outros a base de água estão ganhando espaço na indústria na utilização como veículos líquidos na sinterização. Dentre as vantagens desses produtos estão o fato de reduzir os riscos à saúde e o impacto ambiental, além de ter menor custo, como desvantagens o autor

cita o fato de alguns materiais reagirem com a água e também sensibilidade a rachaduras, devido a tensão superficial.

A tensão superficial aparece nos líquidos devido as diferenças de forças que agem em sua superfície em relação aquelas agindo no seu interior. As moléculas de qualquer líquido que se encontram na superfície, na interface líquido-ar, elas estão sujeitas a menores interações intermoleculares quando comparadas as moléculas que estão no interior do líquido. Assim a força resultante que atrai as moléculas da superfície para seu interior, recebe o nome de tensão superficial, que geralmente é quantificada como o trabalho necessário para aumentar a área superficial do líquido (BEHRING, LUCAS, *et al.*, 2004).

Ainda, segundo Behring as substâncias tensoativas possuem um grupo de moléculas lipofilicas e outro hidrofilicas e tem como finalidade reduzir a tensão superficial dos líquidos. Devido a essas características quando em solução elas ocupam preferencialmente a superfície do liquido, reduzindo a interação das moléculas da superfície com as do interior e consequentemente reduzindo a tensão superficial.

### 2.2.2 Compactação

A compactação é a etapa crítica do processo de MP, pois a forma e a as propriedades mecânicas são essencialmente determinadas pelo nível de uniformidade da compressão. A pressão deve ser forte o suficiente para garantir a ejeção e o manuseio da peça antes da sinterização, além de uma alta densidade para o compactado (EPMA, 2008).

Contudo quanto mais alta for a pressão de compactação maior será o consumo de energia do processo, consequentemente elevando o seu custo, dessa forma é desejado alcançar a maior densidade do compactado verde com a menor pressão de compressão possível. A figura 4 mostra que para a compactação de pós de ferro em moldes com diâmetro inferior a 25mm, a partir de 700Mpa a densidade começa a estabilizar e o aumento da pressão já não causa tanto efeito (HÖGANÄS, 2010).

Durante a compactação a superfície das partículas de pó são suavizadas, as camadas de óxido são quebradas e ocorre a deformação das partículas. A forma irregular dos pós proporciona uma soldagem a frio eficiente e um entrelaçamento entre os mesmos, dando origem a um compactado verde com uma estrutura rígida o suficiente para ser manuseado antes da sinterização, além disso essa etapa do processo é de extrema importância para parâmetros importantes que influenciam na qualidade de modo geral do produto sinterizado (BERGMAN , 2011).



Figura 4. Curvas de pressão-densidade para pós de ferro comerciais compactadas em um molde com diâmetro inferior a 25mm

Fonte: NEVES, 2015; Aprud Adaptado de HÖGANAS, 2004

Segundo Martín (2015) a compactação é responsável por aumentar o grau de contato entre as partículas e consequentemente de extrema relevância para as propriedades de densidade e porosidade do produto sinterizado. Produtos mais densos possuem menor porosidade.

Nos aços inoxidáveis a porosidade é inversamente proporcional à resistência a corrosão, pois os poros aumentam a superfície exposta além de ficar suscetível a corrosão por frestas. Na figura 5 é possível observar um alto grau de oxidação que ocorre no interior dos poros de um aço AISI 434L produzido pelo processo de sinterização (BAUTISTA, VELASCO e ABENOJAR, 2003).

Um fator relevante que deve ser levado em consideração na fabricação de aço inoxidável através de pós elementares é a dissimilaridade dos pós, principalmente os pós de cromo e ferro. O cromo possui maior dureza que o ferro o que pode ocasionar numa redução de densidade do compactado verde, pois as partículas duras ao se encostarem formam uma rede interna que ancora a carga impedindo que ela se propague e consequentemente dispersando as partículas de menor dureza e causando o surgimento de poros no material (SCHNEIDER, 2016).



Figura 5. Poros oxidados de uma aço 434L depois de 240h a 600°C

Fonte: BAUTISTA et al, 2003

Segundo Iervolino (2013) existem três principais processos para compactação dos pós: o MIM (*Metal Injection Molding*), processo semelhante ao de injeção plástica que é bastante utilizado quando se deseja uma produção em grande escala e de peças com geometria complexa fornecendo um compactado de alta densidade. O processo de compactação isostática que consiste em comprimir o recipiente que contém o pó, é utilizado para a fabricação de peças com dimensões maiores e em baixa escala de produção, geralmente a peça deve passar por processo de acabamento. E o processo de compressão uniaxial, representado na figura 6 que possui excelente precisão dimensional, produz alta densidade do compactado verde e é capaz de fabricar peças em grande escala com baixo custo de produção.



Figura 6. Exemplo esquemático da operação de compressão

Fonte: CHIAVERINI, 1986

#### 2.3 Difusão no estado sólido

A difusão no estado sólido pode ser definida como o fenômeno de transporte de material através da movimentação dos átomos pela estrutura cristalina. O aumento de temperatura provoca uma agitação dos átomos, essa vibração faz com que eles ganhem mobilidade, mesmo havendo a restrição da própria rede. A agitação térmica provocada causa uma distorção da estrutura cristalina fazendo com que os átomos saiam de sua posição e equilíbrio e venham a ocupar outros espaços da rede (ASKELAND e WRIGHT, 2013).

Ainda segundo Callister (2014) para que a movimentação ocorra deve haver espaços vazios na rede e o átomo deve possuir energia suficiente para quebrar a ligação com seus átomos vizinhos e se deslocar, provocando a distorção da estrutura até então ocupar seu novo espaço.

Askeland (2010) e ASM (2004) colocam que difusão pode ser classificada em dois mecanismos principais, a difusão intersticial e a difusão substitucional (por lacuna). A difusão intersticial ocorre com átomos suficientemente pequenos, como carbono, nitrogênio, boro e hidrogênio, que podem ocupar o espaço dos interstícios da rede cristalina, nas ligas metálicas a difusão intersticial é mais rápida que a substitucional. Os átomos se deslocam através da passagem por uma região de alta energia até o encontrar o próximo interstício, distorcendo a estrutura cristalina durante o percurso. A diferença de energia entre a região em que há máxima distorção da rede e a energia da posição inicial, é a energia de ativação do processo. Estruturas com maior fator de empacotamento tendem a ter a difusão prejudicada por esse mecanismo, já que demandam maiores distorções da rede (CALLISTER e RETHWISH, 2014).

Já na difusão substitucional os átomos difundidos ocupam o espaço dos átomos do material de base. Para se difundir por esse mecanismo os átomos devem possuir características específicas, sendo essas descritas pela regra de Hume-Rothery referentes ao tamanho relativo entre os átomos de base e o substituto, sua afinidade química, a valência relativa entre eles e o fator de reticulado, que é característica da estrutura cristalina (ASKELAND e WRIGHT, 2013; ASM, 2004).

ASM (2004) ainda realça que há uma relação entre temperatura de fusão do material e a energia necessária para ativação da difusão, pois materiais com ponto de fusão mais altos possuem energia de ligação mais forte, consequentemente requerem maior energia para deformação da rede cristalina.

#### 2.3.1 Taxa de Difusão

A quantidade de átomos que se movem por unidade de tempo é chamada de taxa de difusão, além da temperatura ela é fortemente ligada ao gradiente de concentração, pois a difusão ocorre para diminuir a energia livre do sistema, assim nas regiões com maior concentração de átomos os mesmos se difundem mutuamente em ambos os sentidos visando atingir o equilíbrio, como demonstra a figura 7 (ASM, 2004).

Figura 7. Diagrama esquemático exemplificando a propagação de átomos por difusão entre dois elementos



Fonte: ASM, 2004

Matematicamente a taxa na qual os átomos se difundem em um material pode ser expressa em fluxo por unidade de área, através da equação 1 (ASM, 2004).

$$J = -D\frac{dc}{dx}$$
(1)

Em que:

- J = Fluxo de átomos por unidade de área
- D = Coeficiente de difusão
- c = Concentração do soluto

x = Distância

Essa é equação é chamada de primeira lei de Fick, ela equaciona o fluxo de átomos para gradientes fixos de concentração, ou seja, as concentrações nos estados não mudam com o tempo (ASM, 2004). O coeficiente de difusão D representa a facilidade em que os átomos têm para se difundirem no material. A derivada  $\frac{dc}{dx}$  indica o gradiente de concentração em uma única direção espacial. O sinal negativo indica que a movimentação dos átomos é contrária ao gradiente (ASKELAND e WRIGHT, 2013).

Segundo Callister (2014) em situações reais na medida em que ocorre a difusão há um equilíbrio de concentrações, causando uma redução do gradiente, o que não é previsto pela primeira lei de Fick, assim para definir essa situação utiliza-se a segunda lei de Fick, dada pela equação 2. Ainda se o coeficiente de for independente da composição simplifica-se para equação 3.

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial c}{\partial x} \right)$$
(2)

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial^2 x}$$
(3)

#### 2.3.2 Influência da Temperatura

A equação de Arrhenius relaciona a grande influência da temperatura no processo de difusão (ASM, 2004). Ela é dada da seguinte forma:

$$D = D_0 e^{\frac{Q}{RT}}$$
(4)

Onde:

D = Difusividade

 $D_0$  = Constante de difusividade

Q = Energia de ativação para o processo de ativação de difusão

R = Constante dos gases ideiais

T = Temperatura

A figura 8 representa a variação da difusividade com a temperatura para alguns materiais.



Figura 8. Coeficientes de difusão em função da temperatura para algumas combinações de materiais

Fonte: ASM, 2004

#### 2.4 Sinterização de Misturas

A sinterização pode ser definida como um processo físico, ativado termicamente, que faz com que as partículas de um material em contato, compactadas ou não, adquira coesão e consequentemente, resistência mecânica, formando um corpo rígido parcial ou totalmente denso. A redução da energia livre da superfície dessas partículas é a força motora para que o processo ocorra (BRITO, MEDEIROS e LOURENÇO, 2007).

Averú (2017) coloca que esta é uma das etapas mais importantes no processo de fabricação por metalurgia do pó, pois é onde ocorre a consolidação do componente mecânico. Além disso, a sinterização também visa obter a microestrutura final do componente, como tamanho de grão, porosidade e distribuição de fases e de elementos, através do controle de suas variáveis (KANG, 2005).

Segundo Schneider (2016) a energia fornecida ao compactado é dependente da temperatura e tempo do processo, maiores temperaturas proporcionam maior mobilidade dos

átomos, causando um aumento do fator de difusão e consequentemente elevando o fluxo de átomos difundidos. O tempo de sinterização influência no desenvolvimento do processo, tempos maiores geram uma união melhor do material, com o desenvolvimento do contato entre as partículas seguido da redução da porosidade, assim como melhor distribuição dos elementos (ASM, 2008). Para que a sinterização ocorra de melhor forma nos aços inoxidáveis faz-se necessário temperaturas bem elevadas, na ordem de 1200°C e maiores tempos para que os óxidos se dissolvam (SCHNEIDER, 2016).

A operação é quase sempre realizada sob uma atmosfera protetora porque devido à grande área superficial exposta a uma alta temperatura, entre 60 e 90% do ponto de fusão do material, ele fica sujeito a oxidação, principalmente os aços inoxidáveis que possuem alto teor de cromo, elemento com grande capacidade de formação de óxidos, assim justifica-se a necessidade de uma atmosfera inerte (BERGMAN, 2011).

Quando a liga é composta por mais de um elemento, a temperatura pode estar acima do ponto de fusão de algum constituinte, nesse caso a sinterização ocorre na presença de uma fase líquida (EPMA, 2008).

Dobrzanski (2005) realizou um estudo comparativo entre amostras de aço inoxidável duplex sinterizadas com e sem adição de cobre. O intuito da adição desse elemento é para que o mesmo fosse fundido formando uma fase líquida durante a sinterização. A pesquisa constatou que nas amostras em que o cobre estava presente houve uma alta densidade do produto sinterizado em comparação com as amostras que não possuiam cobre, isso ocorreu porque a presença da fase líquida aumenta a velocidade de transporte de material.

#### 2.4.1 Sinterização por fase sólida

O processo de sinterização por fase sólida ocorre quando nenhum dos constituintes da liga sofre fusão, ele tem início quando o material atingir uma temperatura próxima da metade de sua temperatura de fusão, nesse instante são geradas ligações entre as partículas e se desenvolvem com a formação de pontes de material na região de contato entre elas, chamadas de "pescoços" (SLOTWINSKI, GARBOCZI, *et al.*, 2014).

No pescoço de sinterização a concentração de lacunas é maior do que na superfície da partícula, assim o transporte de matéria ocorre no sentido oposto ao fluxo de lacunas, ou seja, da partícula para o pescoço de sinterização (NEVES, 2015).

A figura 9 apresenta uma micrografia da formação de pescoço entre partículas.

Figura 9. Micrografia da formação do pescoço entre partículas esféricas induzidas por sinterização



Fonte: GERMAN, 1997; RESENDE 2014

Segundo da Silva (1998) o processo de sinterização pode ser dividido em três etapas: a etapa inicial que representa a formação e crescimento de pescoço até o momento em que eles começarem a interagir entre si. A etapa intermediária que parte desse instante e vai até o momento em que os poros começam a tornar-se isolados. E a terceira etapa que representada pelo fechamento da porosidade isolada. A figura 10 esquematiza os estágios do processo de sinterização.



Figura 10. Principais estágios do processo de sinterização

Fonte: GERMAN 1997; RESENDE 2014

Algumas técnicas de sinterização inovadoras vêm sendo pesquisadas, como a sinterização por micro-ondas, bastante utilizada para cerâmicos, pois alcança bons resultados

com baixo custo, a sinterização seletiva por laser que mesmo sendo utilizada primeiramente para polímeros atualmente já se estende para metais e cerâmicos e a sinterização por plasma que possui uma elevada taxa de aquecimento (BRITO, MEDEIROS e LOURENÇO, 2007).

### 2.5 Metalurgia do aço inoxidável martensítico

A alotropia do ferro puro é de extrema importância para entender a formação do aço inoxidável. Dependendo da temperatura em que se encontra, o ferro pode possuir diferente estrutura cristalina, assim ao cristalizar a aproximadamente 1540°C assume a estrutura cúbica de corpo centrado CCC, chamado ferro  $\delta$ . Já em uma faixa de temperatura mais baixa entre 1395°C e 912°C a estrutura muda para cúbica de face centrada CFC, chamada de ferro  $\gamma$ , e abaixo de 912° a estrutura volta a ser cúbico de corpo centrado, CCC, porém recebe o nome de ferro  $\alpha$  (ASM, 2004).

A adição de elementos de liga no aço, faz com que a energia de ligação entre seus átomos no reticulado cristalino seja alterada, consequentemente alterando o equilíbrio de fases. É de fundamental importância entender essas alterações, pois elas afetam as propriedades mecânicas e metalúrgicas do material, especialmente quando os elementos adicionados formam as ligas de aço inoxidáveis (SCHNEIDER, 2016).

As ligas de aço inoxidável possuem entre 12% e 30% de cromo, esse elemento de liga aumenta significativamente a resistência a corrosão do aço, pois forma uma camada de óxido de cromo Cr2O3 que passiva o material. De acordo com a proporção de elementos ferritizantes e austenitizantes é possível obter diferentes microestruturas. Essa característica define os aços inoxidáveis, podendo ser divididos em: austeníticos, ferríticos, martensíticos, duplex (combinação da estrutura austenítica com a ferritica) e endureciveis por precipitação (SCHNEIDER, 2016).

Devido as diferentes formas que o aço inoxidável pode assumir é importante conhecer em que condições elas ocorrem, pois suas propriedades dependem significativamente disso. O diagrama de fases é uma maneira eficiente de demonstrar quais fases se encontram em equilíbrio para uma dada composição da liga em uma dada temperatura, também é possível determinar a quantidade de cada fase presente, além da composição dessas fases (AVERÚ, 2017). As figuras 11 e 12 apresenta o diagrama de fases para ligas binárias de Fe-Ni e Fe-Cr e liga ternária de Fe-Cr-Ni, respectivamente.



## Figura 11. Diagramas binários a)Fe-Ni b)Fe-Cr

Fonte: DREWETT, 1969; SAMAL et. al, 2007

Figura 12. Diagrama ternário Fe-Cr-Ni isotérmico a 1200°C



Fonte: DREWETT, 1969; MITCHELL et al, 1992; SAMAL et al, 2007

Segundo Drewett (1969) para temperaturas de 1200° C a difusão de cromo na fase  $\alpha$  é 45% maior de que na fase  $\gamma$ , além disso seu estudo revela que durante a difusão cromo-ferro há uma região de transição de fases entre 825°C e 1300°C, como pode ser observado no diagrama de fase da figura 11. Bautista (2003) realizando experimentos com sinterização de liga de aço inox duplex em uma temperatura mais baixa, entre 700°C e 800°C também verificou uma melhor difusão de cromo no ferro ferrítico.

O aço inoxidável martensítico possui uma extensiva aplicação na indústria metalmecânica. Devido a presença de martensita e cromo em sua microestrutura é conferida a essa liga a característica de combinar uma ótima resistência mecânica, dureza e resistência ao desgaste quando temperado, além de considerável resistência a corrosão (CHAKRABORTY, DAS, *et al.*, 2014).

Segundo Filho (2007) os aços inoxidáveis martensíticos são empregados em ambientes onde há exigência de resistência mecânica aliada a resistência a corrosão e dureza. Ainda, este mesmo autor coloca que o controle dos ciclos térmicos nos tratamentos de têmpera e revenimento são essências para se obter essas características.

O tratamento térmico de tempera consiste em aquecer o material até o campo austenítico, posteriormente resfriando-o até uma temperatura abaixo da Mi rápido o suficiente para que ocorra a transformação martensítica. A martensita possui uma estrutura tetragonal de corpo centrado, que é uma forma distorcida da ferrita supersaturada de carbono, no entanto no aço inoxidável AISI 410, com menor teor de carbono (menor que 0,2%), a estrutura cristalina é CCC (FILHO, DE LIMA e MARIANO, 2007).

Filho (2007) também coloca que o tratamento de revenimento objetiva uma otimização das propriedades mecânicas e tenacidade do aço, os principais fenômenos relacionados a esse processo são: a precipitação de carbonetos, a recuperação e recristalização da estrutura martensítica e a formação de austenita, que permanece retida após resfriamento até temperatura ambiente.

Visando a comparação dos resultados obtidos nesse trabalho com as referências bibliográficas, a figura 13 apresenta a microestrutura de um aço inox martensítico AISI 410, no estado recozido, obtido por processos convencionais de fabricação. Já a figura 14 apresenta o difratograma de uma amostra da liga AISI 410 temperada e revenida, onde é possível visualizar os picos de intensidade característicos para essa liga.



Figura 13. Microestrutura do aço AISI 410 recozido

Fonte: (VAMSI KRISHNA e BANDYOPADHYAY, 2009)

Figura 14. DRX da liga AISI 410



Fonte: (PINEDO e MAGNABOSCO, 2015)

Chakraborty (2014) coloca que o aço inoxidável AISI 410 é suscetível a fragilização durante o processo de têmpera, reduzindo significativamente sua resistência. Seu estudo analisou a formação de carbonetos para processo de tempera realizados com temperaturas entre 400°C e 650°C e indicou que a fragilidade é maior quando o processo é executado com temperaturas abaixo de 550°C. A maioria dos carbonetos de ferro foram observados em temperaturas mais baixas, em torno de 450°C, devido à baixa difusão do cromo e ferro nessa temperatura, enquanto os carbonetos de cromo precipitaram em temperaturas mais altas. Entre 500°C e 550°C é a faixa de transição, onde carbonetos de ferro e cromo coexistem. A figura 13 mostra a variação da resistência ao impacto e dureza, de acordo com a temperatura de têmpera.

Figura 15. Variação das propriedades de Resistência ao impacto e dureza em função da temperatura de tempera. a) resistênica ao impacto b)dureza



Fonte: CHAKRABORTY et al, 2014

Com a crescente demanda de componentes mecânicos sinterizados, a fabricação de peças de aço inox martensítico por metalurgia do pó ganha destaque, principalmente pelo processo oferecer a possibilidade de produzir peças com geometria complexa, boa precisão dimensional e superfície acabada, além de boas propriedades mecânicas (BORGIOLI, GALVANETTO, *et al.*, 2002).

Ainda, segundo Borgioli, a sinterização de aços inoxidáveis exige alta pressão de compactação, quando comparado as ligas ferrosas com baixo teor de elementos de liga e ainda assim, possui menor densidade verde do compactado. Isso é devido a camada passivada de óxido que forma no cromo, ela dificulta o contato entre as partículas e favorece a formação de

porosidade. Para aços inoxidáveis sinterizados em caixas é muito difícil reduzir a porosidade para níveis abaixo de 15% (STAGNO, PINASCO, *et al.*, 1997).

## **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Este capítulo visa apresentar a descrição da matéria-prima, equipamentos e metodologia utilizadas na realização do trabalho. As etapas e atividades que foram desenvolvidas estão apresentadas no organograma metódico da figura 17.

## 3.1 Material

Para a formação da liga AISI 410 que será estudada no trabalho será utilizado pós elementares de Ferro e Cromo, apresentados na figura 16. As características desses pós estão contidas na embalagem do produto e são apresentadas na tabela 1.



Figura 16. Pós elementares de Ferro e Cromo

Fonte: Próprio autor

Tabela 1. Características dos pós utilizados						
Fornecedor	Composição	Tamanho médio da				
		partícula (µm)				
Höganas (ASC 100.29)	Fe 99%	Inferior a 150				
	C(máx) 0,01%					
Citra do Brasil	Cr 98%	Inferior a 300				
	C(máx) 0,01%					
	Ecterísticas dos pós utilizado Fornecedor Höganas (ASC 100.29) Citra do Brasil	teterísticas dos pós utilizadosFornecedorComposiçãoHöganas (ASC 100.29)Fe 99%C(máx) 0,01%C(máx) 0,01%Citra do BrasilCr 98%C(máx) 0,01%				


Figura 17. Organograma seguido no trabalho

Fonte: Próprio autor

#### 3.2 Composição da liga AISI 410

Utilizando como referência a liga AISI 410, composição apresentada na tabela 2, a liga estudada é composta por pós na seguinte proporção: 13,5%Cr e 86,5%Fe. Todas as amostras possuem a mesma composição.

Tabela 2. Composição nominal da liga AISI 410

Elemento	С	Mn	Si	S	Р	Cr	Ni
%	Min 0,08	1,00	1,00	0,03	0,04	Min 11,50	0,75
	Máx 0,15					Máx 13,50	

Fonte: Norma ASTM (2004)

Cada amostra possuirá o peso de 10g, totalizando uma massa de 90g para todas 9 amostras que serão utilizadas. Foi feito o cálculo estequiométrico para determinar a massa de pó de cada componente que será adicionado a mistura, apresentada da tabela 3.

Tabela 3. Comoposição da Mistura de pós			
Componente	Fe	Cr	
Massa (g)	77,85	12,15	

Fonte: Próprio autor

Os componentes então foram pesados individualmente, utilizando a balança de precisão digital, devidamente aferida, da fabricante Bel Engineering, modelo L5202, com resolução de 0,01g, apresentada na figura 18.

Após a pesagem os pós de Ferro e Cromo foram adicionados a um misturador Y, apresentado na figura 19, o equipamento foi acoplado em um motor elétrico 110V e os pós misturados por 60 minutos a 45rpm para que houvesse uma homogeneização da estrutura.

Após o processo de mistura, os pós foram divididos em dois grupos.

Em dois terços da mistura de pós de Fe e Cr, ou seja, 60g foi adicionado 20g de um aglutinante natural a base de água. No outro grupo, formado por 30g da mistura de pós foi adicionado 10g de aglutinante também a base de água, porém com adição de elementos tensoativos, essa etapa é exemplificada na tabela 4.



Figura 18. Balança de precisão Bel Engineering L5202

Fonte: Próprio autor

Figura 19. Misturador Y



Fonte: Próprio autor

Mistura	Aglutinante	Carga	Temperatura	Tempo	Identificação
(% em		(Mpa)	(°C)	(min)	das amostras
massa)					( <b>n</b> <sup>o</sup> )
				60	1
	Base de	800	1100	180	2
	Água			360	3
				60	4
86,5%Fe			1200	180	5
13,5%Cr				360	6
				60	7
	Adição de	800	1150	180	8
	Tensoativos			360	9

Tabela 4. Resumos do processo de sinterização

Fonte: Próprio autor

### 3.3 Compactação

A compactação seguirá o processo de aplicação uniaxial de carga sob uma matriz de aço rígida, com diâmetro interno igual a 18,75mm, será utilizada uma prensa hidráulica manual com capacidade de 30 toneladas, devidamente calibrada.

Todas amostras serão compactadas na mesma pressão de 800Mpa, equivalente a 23 toneladas.

O processo de compactação seguirá as recomendações da norma ASTM B925-15 (2008), que coloca o seguinte:

- O punção inferior, menor, será inserido na matriz apoiado pelo espaçador elástico;
- O pó será inserido na cavidade em seguida o punção superior;
- A montagem será posicionada na prensa e aplicada uma carga de 1 tonelada, para apoiar a matriz e remover o espaçador;
- A carga será aplicada até seu valor final em uma taxa de aproximadamente 20Mpa/s, não excedendo 10 segundos de permanência;
- A pressão será retirada, o punção inferior removido e um espaçador superior posicionado para a extração do compactado, realizada no mesmo equipamento.

A figura 20 apresenta a matriz utilizada para a compactação dos pós, bem como o compactado verde.



Figura 20. Matriz uniaxial de duplo efeito e compactado verde

Fonte: Próprio autor

#### 3.4 Sinterização

Após o processo de compactação as amostras serão sinterizadas em caixa, utilizando um forno da fabricante Pyro, ilustrado na figura 21.

As amostras foram sinterizadas uma a uma, já que requerem temperaturas e tempos diferentes de sinterização. O forno foi primeiramente pré-aquecido até atingir a temperatura de sinterização, após então o corpo de prova é adicionado ao forno e espera-se ele atingir novamente a temperatura de sinterização, permanecendo nesta durante o tempo de sinterização especificado para aquela amostra.

Após o tempo descrito a peça foi retirada do forno e resfriada em ar.

As amostras foram sinterizadas pelo tempo de 60, 180 e 360 minutos, para as temperaturas de 1100°C, 1150°C e 1200°C.



Figura 21. Forno utilizado para Sinterização

Fonte: Próprio autor

### 3.5 Têmpera e Revenimento

Após a sinterização, as amostras foram cortadas em duas partes, uma parte já foi preparada para análise, enquanto na outra foi feito o processo de têmpera e revenimento.

Para realizar a têmpera foi utilizado o mesmo forno do processo de sinterização, da fabricante Pyro. O forno foi pré-aquecido até atingir a temperatura de 950°C, após então os corpos de prova foram adicionados ao forno e esperou-se ele atingir novamente a temperatura de 950°C, permanecendo nesta durante o tempo de 30 minutos.

Após o tempo descrito a peça foi retirada do forno e resfriada subitamente em uma solução de água e 10% de polímero polivinilpirrolidona (PVP).

Posteriormente ao processo de têmpera, as peças foram imediatamente revenidas. Para execução do revenimento, foi utilizado o forno mufla, modelo EDG-3000 da fabricante White-Martins, apresentado na figura 22.

Colocou-se as peças no forno e então ele foi aquecido até a temperatura de 180°C, onde foi mantido por 30 minutos. Após esse tempo as peças foram retiradas do forno e resfriadas a ar.



Figura 22. Forno utilizado no Revenimento

Fonte: Próprio autor

# 3.6 Metalografia

Para facilitar o lixamento algumas amostras foram embutidas a quente em baquelite, em outras de tamanho maior esse procedimento não se fez necessário.

As amostras serão lixadas de maneira mais grosseira por 5 minutos utilizando uma lixa com granulometria ISO P120 para a remoção da camada de óxido mais externa e outros subprodutos da sinterização. Após, segundo o apêndice X2 da norma ASTM B933 recomenda, as amostras serão submetidas ao lixamento com uma sucessão de lixas com granulometria sucessivamente menor, sendo lixas ISO P180, ISO P240, ISO P320, ISO P400, ISO P500, ISO P600 e finalizando ISO P1000.

Após o lixamento as amostras serão submetidas a um polimento com alumina de 0,5μm de granulometria e água potável em politriz manual por 8 a 10 minutos para cada amostra.

#### 3.7 Microscopia óptica

A análise dos corpos de prova foi realizada no laboratório de metalografia do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da FURG, utilizando o microscópio óptico de luz refletida da fabricante Olympus, modelo GX 51S. O equipamento conta com sistema de análise e de aquisição digital de imagens.

Também foi utilizado o software ImageJ para fazer a análise quantitativa da porosidade e também dos grãos de cromo não homogeneizados. Para isso foi selecionado uma imagem de cada amostra, todas com a mesma magnificação, foi possível evidenciar os poros como os pontos mais escuros e os grãos de cromo com os pontos com mais brilho e com as ferramentas que o software oferece determinar qual porcentagem de área analisada que cada um representa.

#### 3.8 Difratometria de raios X

Para realizar as análises de difração de raios X, foi utilizado o difratômetro de raios X(DRX) D8 Advance Bruker do Centro de Microscopia Eletrônica da zona Sul (CEME – SUL), da Universidade Federal do Rio Grande (FURG). Utilizou-se os parâmetros de voltagem e corrente em 40kV e 40mA, respectivamente.

Foi utilizada uma geometria focalizante, de Bragg-Brentano (geometria simétrica), utilizando tubo de Cobre (Cu), comprimento de onda ( $\lambda$ ) de 1,5418 Å, passo de 0,05 e tempo de integração de um segundo por ponto, em um intervalo de 10° a 90° para 2 $\theta$ .

Os difratogramas obtidos, foram comparados com as cartas do "*International Centre for Diffraction Data*" (ICDD) e assim analisando os elementos presentes no material.

#### 3.9 Microdureza

A caracterização mecânica dos corpos de prova foi realizada através do ensaio de dureza Vickers por micro-indentação. Foi utilizado o equipamento da marca SHIMADZU modelo HMV-2T, devidamente aferido, de acordo com os procedimentos da norma ASTM E384.

Conforme sugere o apêndice X2 da ASTM B923 os ensaios foram feitos com cargas de 2.942 N (HV0,3) aplicadas por 10 segundos. A norma sugere que a amostra seja limpa e polida e que ocorram a aplicação da carga em 10 pontos distintos do material, preferencialmente em uma área contínua de material, evitando os poros.

Para cada amostra foram tomadas medidas em 20 pontos distintos, sendo 10 pontos distribuídos sobre grãos de cromo e outros 10 sobre a matriz de ferro. O resultados foram apresentados em um gráfico com a média das medidas feita em cada corpo de prova, associada ao desvio padrão.

### 4 **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Neste capítulo serão apresentadas as análises e resultados da liga formada, bem como sua caracterização metalúrgica e mecânica.

### 4.1 Análise de Microscopia Óptica

## 4.1.1 Análise de Microscopia óptica da amostra de número 1

A amostra 1 foi compactada com aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1100°C pelo tempo de 60 minutos. A figura 23 apresenta imagens da amostra 1 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 23. Microscopia óptica da amostra de número 1, sinterizada com isoterma de 1100°C por 60 minutos



a)

b)

Fonte: Próprio autor

Na figura 23a é possível observar os grãos de cromo (parte mais clara) dispersos na matriz, indicando que não houve total difusão entre o cromo e o ferro, ainda assim a matriz apresenta uma microestrutura que se espera para uma liga AISI 410, segundo Vamsi Krishna(2009). Ainda é possível visualizar algumas fissuras no material, resultado de imperfeições no processo de compactação, possivelmente ligado a tensão superficial do aglutinante utilizado

Já na figura 23b, analisando a interface cromo e ferro, nota-se que houve um princípio de difusão entre os elementos.

A figura 24 apresenta imagens da amostra 1 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 24. Microscopia óptica da amostra de número 1, sinterizada com isoterma de 1100°C por 60 minutos e temperada a 950°C



a)

b)

Fonte: Próprio autor

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de agulhas, características da formação de martensíta, isso ocorre pois não foi adicionado carbono as misturas, tendo o tratamento térmico pouca efetividade.

Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

Também, como já visto anteriormente, é possível notar a presença de poros e fissuras na superfície das amostras.

4.1.2 Análise de microscopia óptica da amostra de número 2

A amostra 2 foi compactada com o uso de aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1100°C durante o tempo de 180 minutos. A figura 25 apresenta imagens da amostra 2 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens.

Figura 25. Microscopia óptica da amostra de número 2, sinterizada com isoterma de 1100°C por 180 minutos





As micrografías da figura 25 revelam a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, além disso na figura 25a é possível observar algumas fissuras no material. Já na figura 24b observa-se também o princípio de difusão entre cromo e ferro no contorno do grão de cromo.

A figura 26 apresenta imagens da amostra 2 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 26. Microscopia óptica da amostra de número 2, sinterizada com isoterma de 1100°C por 180 minutos e temperada a 950°C



a) Fonte: Próprio autor b)

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico, porém a micrografia da figura 26a sugere que houve princípio de difusão não só no entorno da partícula de cromo, como também em regiões mais próximas ao seu centro, devido ao surgimento de uma nova fase, mais escuro no material.

Além disso, em alguns pontos onde é possível visualizar grãos pequenos e de cor mais clara, é uma possível indicação da presença de austenita retida no material.

4.1.3 Análise de microscopia óptica da amostra de número 3

A amostra 3 foi compactada com aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1100°C pelo tempo de 360 minutos. A figura 27 apresenta imagens metalográficas da amostra 3 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 27. Microscopia óptica da amostra de número 3, sinterizada com isoterma de 1100°C por 360 minutos







As micrografias da figura 27 revelam a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém pode-se notar que há uma quantidade menor desses grãos dispersos, o que indica uma melhora na difusão. Além disso na figura 27a é possível observar um avanço na difusão de cromo e ferro que se início no entorno do grão de cromo e nessa amostra abrange uma área maior em direção ao centro do grão. Já na figura 27b observa-se a formação de poros maiores, porém em menores quantidades e também pouca presença de fissuras.

A figura 28 apresenta imagens da amostra 3 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 28. Microscopia óptica da amostra de número 3, sinterizada com isoterma de 1100°C por 360 minutos e temperada a 950°C





b)

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico, porém é possível visualizar uma matriz muito próxima a aquela sugerida pela literatura para a liga AISI 410.

4.1.4 Análise de microscopia óptica da amostra de número 4

A amostra 4 foi compactada com aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1200°C pelo tempo de 60 minutos. A figura 29 apresenta imagens da amostra 4 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 29. Microscopia óptica da amostra de número 4, sinterizada com isoterma de 1200°C por 60 minutos





A partir das imagens metalográficas da figura 29, observa-se a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, é possível observar uma redução dessa quantidade de grãos dispersos em relação as amostras sinterizadas a 1100°C, bem como a redução da porosidade.

A figura 30 apresenta imagens da amostra 4 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 30. Microscopia óptica da amostra de número 4, sinterizada com isoterma de 1200°C por 60 minutos e temperada a 950°C



a) Fonte: Próprio autor

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico. Na micrografia da figura 30a é possível observar o princípio de difusão no entorno da partícula de cromo.

#### 4.1.5 Análise de microscopia óptica da amostra de número 5

A amostra 5 foi compactada com aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1200°C pelo tempo de 180 minutos. A figura 31 apresenta imagens da amostra 5 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 31. Microscopia óptica da amostra de número 5, sinterizada com isoterma de 1200°C por 180 minutos





b)

As imagens metalográficas da figura 31, observa-se a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém é possível observar uma redução ainda maior dessa quantidade de grãos dispersos, bem como a redução da porosidade. Observa-se uma difusão maior inclusive no entorno dos grãos de cromo.

A figura 32 apresenta imagens da amostra 5 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 32. Microscopia óptica da amostra de número 5, sinterizada com isoterma de 1200°C por 180 minutos e temperada a 950°C





Fonte: Próprio autor

A partir da imagem metalográfica da figura 32b é possível visualizar o surgimento de alguns grãos mais alongados, em forma agulhas, o que pode indicar a formação de martensíta.

Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

Além disso, há alguns pontos onde é possível visualizar grãos pequenos e de cor mais clara, é uma possível indicação da presença de austenita retida no material.

Também na figura 32b, observa-se uma microestrutura bem parecida com a esperada para uma liga AISI 410, de acordo com a literatura.

4.1.6 Análise de microscopia óptica da amostra de número 6

A amostra 6 foi compactada com aglutinante a base de água e sinterizada em caixa com isoterma de 1200°C pelo tempo de 360 minutos. A figura 33 apresenta imagens da amostra 6 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 33. Microscopia óptica da amostra de número 6, sinterizada com isoterma de 1200°C por 360 minutos





Fonte: Próprio autor

As micrografias da figura 33 revelam a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém pode-se notar que há uma quantidade menor desses grãos dispersos, o que indica uma melhora na difusão. Além disso observa-se a formação de poros maiores, porém em menores quantidades e também pouca presença de fissuras.

A figura 34 apresenta imagens da amostra 6 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 34. Microscopia óptica da amostra de número 6, sinterizada com isoterma de 1200°C por 360 minutos e temperada a 950°C





Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

## 4.1.7 Análise de microscopia óptica da amostra de número 7

A amostra 7 foi compactada com aglutinante com adição de tensoativos e sinterizada em caixa com isoterma de 1150°C pelo tempo de 60 minutos. A figura 35 apresenta imagens da amostra 7 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens.

Figura 35. Microscopia óptica da amostra de número 7, sinterizada com isoterma de 1150°C por 60 minutos





b)

As micrografias da figura 35 revelam a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém pode-se notar que houve uma melhora considerável na difusão quando comparado com as amostras que utilizaram aglutinantes a base de agua, inclusive havendo difusão quase por completa em alguns grãos de cromo. Além disso observa-se redução de poros e também pouca presença de fissuras.

A figura 36 apresenta imagens da amostra 7 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 36. Microscopia óptica da amostra de número 7, sinterizada com isoterma de 1150°C por 60 minutos e temperada a 950°C



a) Fonte: Próprio autor b)

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo em sua maior parte continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

# 4.1.8 Análise de microscopia óptica da amostra de número 8

A amostra 8 foi compactada com aglutinante com adição de tensoativos e sinterizada em caixa com isoterma de 1150°C pelo tempo de 180 minutos. A figura 37 apresenta imagens da amostra 8 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens.

Figura 37. Microscopia óptica da amostra de número 8, sinterizada com isoterma de 1150°C por 180 minutos







A partir das micrografías da figura 37, observa-se a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém pode-se notar que houve difusão quase por completa em alguns grãos de cromo, como apresentado na figura 36b. Além disso observa-se poucos poros e também pouca presença de fissuras.

A figura 38 apresenta imagens da amostra 8 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 38. Microscopia óptica da amostra de número 8, sinterizada com isoterma de 1150°C por 180 minutos e temperada a 950°C



a) Fonte: Próprio autor b)

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensíta. Ainda é possível notar que os grãos de cromo em sua maior parte continuam sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

# 4.1.9 Análise de microscopia óptica da amostra de número 9

A amostra 9 foi compactada com adição de tensoativos e sinterizada em caixa com isoterma de 1150°C pelo tempo de 360 minutos. A figura 39 apresenta imagens da amostra 9 anteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 39. Microscopia óptica da amostra de número 9, sinterizada com isoterma de 1150°C por 360 minutos





b)

As micrografias da figura 39 revelam a existência de grãos de cromo dispersos na matriz, indicando também que não houve completa difusão, porém pode-se notar que houve difusão quase por completa em alguns grãos de cromo. Além disso observa-se redução de poros e também pouca presença de fissuras.

A figura 40 apresenta imagens da amostra 9 posteriores ao tratamento térmico de têmpera, captadas do microscópio óptico em duas ampliações diferentes, sendo o aumento em função da barra de escalas indicadas nas imagens

Figura 40. Microscopia óptica da amostra de número 9, sinterizada com isoterma de 1150°C por 360 minutos e temperada a 950°C





b)

Em ambas as imagens não é possível visualizar a formação de grãos mais alongados, em forma agulhas, características da formação de martensita. Ainda é possível notar algumas áreas nos grãos de cromo sem homogeneização, não havendo alteração na difusão devido ao tratamento térmico.

Além disso as imagens sugerem grandes áreas de difusão entre o cromo e ferro, e a formação de uma microestrutura muito próxima ao que se espera da liga AISI 410, obtida por processos convencionais de fabricação.

4.1.10 Comparação entre os parâmetros de sinterização

A figura 41 apresenta imagens metalográficas das amostras sisterizadas a 1100°C nos três tempos distintos, todas com mesma ampliação, sendo o aumento indicado na barra de escala.

Figura 41. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1100°C por 3 diferentes tempos



c)

b)

Fonte: Próprio autor

a)

59

De acordo a análise comparativa das imagens metalográficas da figura 41, é possível observar que para a isoterma de 1100°C o aumento do tempo de sinterização provocou um aumento da qualidade do produto sinterizado de um modo geral, houve redução na porosidade das amostras, bem como reduziu o número de grãos de cromo dispersos na matriz, além da redução de fissuras no material, como já era esperado, de acordo com o que foi estudado no referencial teórico

A figura 42 apresenta imagens metalográficas das amostras sisterizadas a 1150°C nos três tempos distintos, todas com mesma ampliação, sendo o aumento indicado na barra de escala.

Figura 42. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1150°C por 3 diferentes tempos





b)

c)

Fonte: Próprio autor

Com base nas imagens metalográficas da figura 42, observa-se que para a isoterma de 1150°C o aumento do tempo de sinterização causou uma redução na porosidade da peça, além de reduzir a presença de grãos de cromo não homogeinizados.

Ainda, é possível observar nos grãos de cromo dispersos que houve maiores princípios de difusão com o aumento do tempo de sinterização.

É notório também que a adição de aglutinantes com tensoativos fez com que essas amostras apresentassem os melhores resultados do trabalho, tanto no que diz respeito a qualidade superficial da peça, analisando aspectos como porosidade e fissuras, como no aspecto microestrutural, apresentando melhoras significativas na difusão do cromo e do ferro. A figura 43 apresenta imagens metalográficas das amostras sisterizadas a 1200°C nos três tempos distintos, todas com mesma ampliação, sendo o aumento indicado na barra de escala.

Figura 43. Comparação por microscopia óptica das amostras sinterizadas a 1200°C por 3 diferentes tempos



Fonte: Próprio autor

Através das imagens metalográficas da figura 43, observa-se a redução das fissuras na superfície do material com o aumento do tempo de sinterização, porém diferentemente das amostras sinterizadas nas isotermas de 1100°C e 1150°C não foi observado a redução da porosidade com ao aumento do tempo, isso provavelmente se deve ao fato da imagem capturada pelo microscópio ter sido de uma região crítica do material.

Como já visto nas seções anteriores, o processo de compactação exerce forte influência na porosidade do material, como as partículas de cromo possuem dureza mais elevada do que as partículas de ferro, elas podem ancorar a deformação durante o processo e gerar vazios no material, os chamados poros.

Durante o processo de sinterização a difusão ocorre e esse poros começam a se fechar, como o tempo e a temperatura são parâmetros de grande influência do processo, isso explica a redução da porosidade com o aumento desses.

Para melhor ilustrar a análise de porosidade e também a fase de cromo não homogeneizada no material, as imagens metalográficas obtidas no microscópio óptico foram processadas pelo software Image J, evidenciando esses aspectos e fazendo uma análise quantitativa dos mesmo.

A figura 44 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1100°C para os três tempos distintos, os poros do material foram evidenciados na cor vermelha e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 5.



Figura 44. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1100°C

Fonte: Próprio autor

Tempo de sinterização (minutos)	Área de poros (%)	
60	11	
180	8	
360	2	

Tabela 5. Porosidade das amostras	sinterizadas a	a 1100°C
-----------------------------------	----------------	----------

Fonte: Próprio autor

Observa-se na tabela 5 que o aumento do tempo de sinterização de 60 para 360 minutos provocou uma redução de mais de 5 vezes na porosidade, o tempo maior favorece a quebra da camada de óxido que forma principalmente nas partículas de cromo, favorecendo a difusão e consequentemente a redução da porosidade.

A figura 45 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1150°C, compactadas com o uso de aglutinantes com tensoativos, para os três tempos distintos, os poros do material foram evidenciados na cor vermelha e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 6.

Figura 45. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1150°C



a) Fonte: Próprio autor b)

Tempo de sinterização (minutos)	Área de poros (%)	
60	5	
180	3,5	
360	3,2	

Tabela 6. Porosidade das amostras Sinterizadas a 1150°C

Fonte: Próprio autor

A partir da figura 45 e da tabela 6, observa-se que o uso de aglutinantes tensoativos foi extremamente eficaz para o processo de compactação, a porosidade do material foi bem abaixo do que se espera para um aço inox sinterizado. Ainda, como já explicado anteriormente, o aumento do tempo de sinterização provocou uma redução da porosidade no material.

A figura 46 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1200°C para os três tempos distintos, os poros do material foram evidenciados na cor vermelha e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 7.

Figura 46. Comparação da porosidade das amostras sinterizadas a 1200°C



Fonte: Próprio autor

Tempo de sinterização (minutos)	Área de poros (%)	
60	2,3	
180	2,4	
360	2,7	

Fonte: Próprio autor

A partir da análise da figura 46 e da tabela 7, observa-se o menor nível de porosidade dentre todas as amostras produzidas nesse trabalho, ocorreu para as peças sinterizadas em isoterma de 1200°C, porém não é observada a redução da porosidade com o aumento do tempo de sinterização. Contudo, dada a precisão da técnica utilizada para a verificação dos poros e a diferença de resultados obtidos (0,4%), nada pode-se quanto a influência do tempo de sinterização na porosidade das amostras sinterizadas na isoterma de 1200°C.

A figura 47 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1100°C para os três tempos distintos, os grãos de cromo não homogeneizados do material foram evidenciados na cor preta e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 8.

Figura 47. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1100°C



Fonte: Próprio autor

Tabela 8. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1100°C

Tempo de sinterização (minutos)	Área de grãos de Cr não homogeneizados		
	(%)		
60	10,2		
180	9,8		
360	9,5		

Fonte: Próprio autor

Com base na figura 47 e na tabela 8, observa-se que para as amostras sinterizadas na isoterma de 1100°C a difusão não foi eficiente, observa-se uma grande discrepância no material, com elevada quantidade de grãos de cromo dispersos na matriz. Como as misturas foram

compostas de 13,5% de cromo, podemos indicar que para o tempo de 60 minutos, apenas 3,3 % do cromo difundiu, enquanto para as amostras sinterizadas nos tempos de 180 e 360 minutos esse valor foi de 3,7% e 4,0%, respectivamente, indicando um leve aumento da difusão no material com o aumento do tempo de sinterização.

A figura 48 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1150°C, compactadas com o uso de aglutinantes com tensoativos, para os três tempos distintos, os grãos de cromo não homogeneizados no material fora evidenciados na cor preta e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 9.

Figura 48. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1150°C



Fonte: Próprio autor

Tabela 9. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1150°C

Tempo de sinterização (minutos)	Área de grãos de Cr não homogeneizados		
	(%)		
60	9,5		
180	5,2		
360	5		

Fonte: Próprio autor

Para as amostras compactadas com o uso de aglutinantes tensoativos, foi observada a maior efetividade da difusão no material, em comparação ao aglutinante a base de água. Segundo os dados da tabela 9, pode-se indicar uma difusão de 4% do cromo para a amostra sinterizada por 60 minutos, enquanto nas amostras sinterizadas por 180 e 360 minutos, a difusão foi de 8,3% e 8,5%, respectivamente, os dados indicam que mais da metade das partículas de

cromo difundiram na matriz, ressaltando a efetividade da adição de tensoativos na compactação da mistura de pós de cromo e ferro dissociados.

Além disso, observa-se o aumento da difusão com o aumento do tempo de sinterização, principalmente entre os tempos de 60 e 180 minutos, já o aumento do tempo de sinterização de 180 minutos para 360 minutos, não resultou num aumento significativo da difusão.

A figura 49 apresenta as imagens metalográficas das amostras sinterizadas com isoterma de 1200°C para os três tempos distintos, os grãos de cromo não homogeneizados do material foram evidenciados na cor preta e a análise quantitativa desses foi apresentada na tabela 10.

Figura 49. Comparação do nível de grãos de cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1200°C



Fonte: Próprio autor

Tabela 10. Nível de grãos de Cromo não homogeneizados nas amostras sinterizadas a 1200°C

Tempo de sinterização (minutos)	Área de grãos de Cr não homogeneizados		
	(%)		
60	8		
180	5		
360	10		

Fonte: Próprio autor

A partir da análise dos dados da tabela 10, observa-se que as amostras sinterizadas na isoterma de 1200°C obtiveram menor quantidade de grãos de cromo dispersos, comparando-se com as amostras sinterizadas na isoterma de 1100°C, porém mesmo com a temperatura mais alta, o que favorece a difusividade, a quantidade grãos não homogeneizados foram maiores do

que nas amostras que utilizaram aglutinante tensoativos e foram sinterizadas na temperatura de 1150°C.

Além disso, os dados da tabela 10 indicam que para a amostrada sinterizada por 60 minutos ocorreu uma difusão de 5,5% das partículas de cromo, enquanto nas amostras sinterizadas por 180 e 360 minutos os dados sugerem que houve a difusão de 8,5% e 3,5%, respectivamente.

Ao contrário do que era esperado, no maior tempo de sinterização houve o maior número de grãos de cromo dispersos na matriz, isso ocorreu, provavelmente, porque as imagens obtidas através do microscópio óptico podem ter sido capturadas em uma região mais crítica do material, de menor qualidade superficial.

## 4.2 Análise de DRX

A figura 50 apresenta o difratograma de raios X da mistura 1 sinterizada com isoterma de 1100°C por 60 minutos e posteriormente temperada e revenida. Observa-se o surgimento de 6 picos de maior intensidade, indicados na figura.

Figura 50. Difratograma de raios X da mistura 1, sinterizada na isoterma de 1100º por 60 minutos e posteriormente temperada



Fonte: Próprio autor

Conforme o cartão de referência ICDD (00-054-0331) para ferrita, pode-se afirmar que os picos de maiores intensidade de 44,81°, 65,23° e 82,49° tratam-se da fase ferrita, já os picos de menores intensidades, 36,63°, 42,05° e 61,02° não se pode assegurar que pertençam a fase austenítica, pois encontram-se deslocados segundo a carta de referência ICDD (00-033-0397).

A figura 51 apresenta o difratograma de raios X da mistura 5 sinterizada com isoterma de 1200°C por 180 minutos e posteriormente temperada e revenida. Observa-se o surgimento de 3 picos de maior intensidade, indicados na figura.





Fonte: Próprio autor

Conforme o cartão de referência ICDD (00-054-0331) para ferrita, pode-se afirmar que os picos de maiores intensidade de 44,81°, 65,28° e 82,44° tratam-se da fase ferrita

A figura 52 apresenta o difratograma de raios X da mistura 9 sinterizada com isoterma de 1150°C por 360 minutos e posteriormente temperada e revenida. Observa-se o surgimento de 5 picos de maior intensidade, indicados na figura.

Figura 52. Difratograma de raios X da mistura 9, sinterizada na isoterma de 1150º por 360 minutos e posteriormente temperada



Fonte: Próprio autor

Conforme o cartão de referência ICDD (00-054-0331) para ferrita, pode-se afirmar que os picos de maiores intensidade de 44,81°, 65,18° e 82,39° tratam-se da fase ferrita, já os picos de menores intensidades, 36,23° e 42,10° não se pode assegurar que pertençam a fase austenítica, pois encontram-se deslocados segundo a carta de referência ICDD (00-033-0397).

#### 4.3 Análise de dureza por micro-identação

O ensaios de microdureza foram realizados em todas as amostras antes e após o tratamento térmico de têmpera, permitindo a determinação de microdureza do material em regiões de grão de cromo e de matriz de ferro.

Para determinar a distribuição de microdureza foram realizadas 10 indentações em cada fase visível, sendo a fase de cor clara os grãos de cromo e a fase de cor cinza a matriz de ferro. Os ensaios foram realizados em um microdurômetro com penetrador Vickers, empregando carga de 2,942N e com 10 segundos de tempo de aplicação.

Na figura 53 é possível observar as identações realizadas nas duas fases, cor mais clara (partícula de cromo) e cor mais cinza (matriz).

Figura 53. Imagem de microscopia óptica da impressão deixada pelo penetrador após o ensaio de microdureza Vickers da Amostra 7



Fonte: Próprio autor

A tabela 11 apresenta os valores médios de microdureza Vickers (HV) e o desvio padrão associado de cada amostra obtidos no ensaio, foram feitas identações nas amostras antes e após o tratamento térmico de tempera

Antes do tratamentoApós o tratamento						
Amostra	Região	térmico de tê	mpera	de têmpera		
	(fase)	Microdureza	Desvio	Microdureza	Desvio	
		média (HV)	padrão	média (HV)	padrão	
Amostra 1	Matriz Fe	120	22,5	121	20,9	
	Cr	175	16,8	189	29,1	
Amostra 2	Matriz Fe	78,6	11,2	115	8,2	
	Cr	165	14,8	178	14,7	
Amostra 3	Matriz Fe	82,3	8,5	98,8	32	
	Cr	163	26,2	172	27,2	
Amostra 4	Matriz Fe	100	24	103	20,3	
	Cr	177	25,5	193	14,8	
Amostra 5	Matriz Fe	90,5	6,2	110	21,6	
	Cr	178	33	195	24,4	
Amostra 6	Matriz Fe	85	16,3	105	15,5	
	Cr	169	25,5	174	17,9	
Amostra 7	Matriz Fe	70,8	4,2	75,5	6,3	
	Cr	187	22,6	204	23,2	
Amostra 8	Matriz Fe	87,6	19,3	102	14,7	
	Cr	206	33,5	214	21,4	
Amostra 9	Matriz Fe	74	17,9	82,4	5,52	
	Cr	181	40,66	215	22,7	

Fonte: Próprio autor

Já a figura 54 apresenta os gráficos com a distribuição das médias de microdureza obtidas nas amostras antes e após o tratamento térmico de têmpera.



Figura 54. Gráfico com os resultados de microdureza das 9 amostras

Através da análise desses gráficos, observa-se que houve pouca dispersão dos valores médios de microdureza em todas as amostras, tanto para o grão de cromo, como para a matriz de ferro, antes e após o tratamento térmico, onde as médias fecharam em uma faixa estreita de valores. Além disso para maioria das amostras e regiões observadas não foi verificado um desvio padrão muito elevado.

É possível observar que o tratamento térmico de têmpera não foi eficiente para nenhuma das amostras analisadas, mesmo que tenha ocorrido um aumento na microdureza para todas as amostras após a têmpera, esse incremento não foi significativo e não foi possível atingir a microdureza esperada para uma liga AISI 410 temperada. Porém, de acordo com Li (2006), principalmente nas regiões de partículas de cromo, as amostras chegaram a microdureza bem próxima ao que se espera para uma liga com a composição da liga AISI 410, porém no estado recozido, 262HV.

Além disso, é possível observar que a maior média para microdureza nas regiões de partículas de cromo, foram observadas nas amostras sinterizadas a 1150°C com a adição de aglutinantes com tensoativos para o processo de compactação. Isso foi possível devido a maior difusão de cromo e ferro que ocorreu nessas amostras. Entretanto as maiores médias de microdureza na região da matriz de ferro foram observadas nas amostras sinterizadas com
isoterma de 1200°C, provavelmente devido a porosidade nessas amostras terem sido as menores registradas em comparação as outras, já visto nas seções anteriores.

## 5 CONCLUSÕES FINAIS

A partir dos resultados obtidos, conclui-se que:

- Em todas as amostras detectou-se ilhas de cromo não difundidas na matriz;
- A compactação com a utilização de tensoativos foi a que apresentou maior efetividade, inclusive observando-se pontos de difusão entre cromo e ferro;
- Devido ao uso dos aglutinantes, a porosidade das amostras foi abaixo do que se espera para um aço inox sinterizado, de acordo com a literatura.
- As micrografias obtidas no microscópio óptico apresentaram, em todas as amostras, estruturas bem semelhantes ao que se espera de um aço inox martensítico de mesma composição, obtidos por processos convencionais;
- Para os tempos de sinterização de 180 minutos e 360 minutos houve maior difusão do Cromo;
- As amostras sinterizadas na temperatura de 1200°C foram as que apresentaram menor porosidade;
- Os ensaios de difratometria de raios X apresentaram os resultados que se espera para a liga AISI 410;
- Em todas as amostras os valores de microdureza nas ilhas de Cromo foram superiores da matriz;
- A análise de microdureza em cima dos grãos de cromo apresentou resultados semelhantes aos encontrados na literatura para a liga AISI 410;
- Em todas as amostras verificou-se aumento de microdureza tanto na matriz como nos grãos de Cromo após o tratamento térmico de têmpera;
- As amostras sinterizadas a 1150° apresentaram maior microdureza sobre o grão de cromo;
- As amostras sinterizadas a 1200°C apresentaram maior microdureza na matriz.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros a serem realizados na área de sinterização de pós dissociados são apresentados os seguintes pontos:

- Avaliar de maneira mais aprofundada a adição de aglutinantes com tensoativos nas misturas de pós dissociados, visto que melhorou consideravelmente a os resultados desse trabalho;
- Aumentar os parâmetros de tempo, temperatura e pressão de compactação, buscando uma melhor difusão;
- Realizar ensaios mecânicos e de resistência a corrosão em amostras sinterizadas com pós dissociados.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. Essentials of Materials Science and Engineering. 3<sup>a</sup>. ed. Stamford: Cengage Learning, 2013.

ASM. Elements of Metallurgy and Engineering Alloys. USA: ASM International, 2004.

ASM. Powder Metallury Stainless Steels. USA: ASM International, 2008.

ASTM. ASTM A240/A 240M-99 - Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for pressure Vessels and for General Applications. **Annual Book of ASTM Standarts**, West Conshohocken, v. 1 e 2, 2004.

AVERÚ, A. C. Sinterização de pós metálicos elementares para a obtenção de uma liga inconel para a utilização na indústria metal-mecânica, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Rio Grande 2017.

BAUTISTA, A.; VELASCO, F.; ABENOJAR, J. Oxidation resistence of sintered stainless steel: effect of yttria additions. **Corrosion Science**, Madrid, n. 45, p. 1343-1354, 2003.

BEHRING, J. L. et al. ADAPTAÇÃO NO MÉTODO DO PESO DA GOTA PARA DETERMINAÇÃO DA TENSÃO SUPERFICIAL: UM MÉTODO SIMPLIFICADO PARA A QUANTIFICAÇÃO DA CMC DE SURFACTANTES NO ENSINO DA QUÍMICA. **Química Nova**, Blumenau, v. 27, n. 3, p. 492-495, 2004.

BERGMAN, O. Key Aspects of Sintering Powder Metallurgy Steel Prealloyed with Chromium and Manganese, THESIS FOR DEGREE OF DOCTOR OF PHILOSOPHY, Sweden 2011.

BORGIOLI, F. et al. Influence of the treatment atmosphere on the characteristics of glowdischarge treated sintered stainless steels. **Surface and Coatings Technology**, Firenze, n. 149, p. 192-197, 2002.

BRAGA, N. D. A.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 2, p. 450-457, 2007. ISSN 0100-4042.

BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, Natal, v. 3, p. 204-211, 2007. ISSN 1518-1634.

CALLISTER, W. D.; RETHWISH, D. G. Materials Science and Engineering: An Introduction. 9<sup>a</sup>. ed. USA: Wiley, 2014.

CHAKRABORTY, G. et al. Study on tempering behaviour of AISI 410 stainless steel. Materials Characterization, India, 2014. ISSN 603-102.

CHIAVERINI, V. . Tecnologia Mecânica. 2ª. ed. São Paulo: Makron Books, v. 2, 1986. DA SILVA, A. G. P.; JÚNIOR, C. A. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. Cerâmica, São Paulo, v. 44, n. 289, 1998.

DOBRZANSKI, L. A. et al. Properties of vacuum sintered duplex stainless steels. Journal of Materials Processing Technology, Poland, p. 286-292, 2005.

DREWETT, R. Diffusion Coatings for the protection of iron and steel. Anti-corrosion Methods and Materials, USA, v. 16, n. 6, p. 10-14, 1969.

EPMA. Association, European Powder Metallurgy. Introduction to Powder Metallurgy - The Process and its Products, 2008. Disponivel em: <http://www.epma.com/doc\_details/247-introduction-to-powder-metallurgy>. Acesso em: 2017.

EPMA. European Powder Metallurgy Association. Vision 2025: Future developments for the European PM Industry, 2015. Disponivel em: <a href="https://www.epma.com/351-vision-2025-high-res/file">https://www.epma.com/351-vision-2025-high-res/file</a>. Acesso em: 20 Novembro 2017.

FILHO, E. S.; DE LIMA, A. P.; MARIANO, N. A. Efeito do tratamento térmico na caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas de um aço inoxidável martensítico do tipo 13Cr5Ni0,02C. **Revista Escola de Minas**, Ouro Preto, v. 60, n. 1, 2007.

GERMAN, R. M.; BOSE, A. Injection Molding of metals and Ceramics. Metal Powder Industries Federation, New York, 1997.

HÖGANÄS. Handbook for sintered components. Sweden: HÖGANÄS, 2010.

ICZ, INSTITUTO DE METAIS NÃO FERROSOS. Sustentabilidade. **ICZ**, 2016. Disponivel em: <a href="http://www.icz.org.br/sustentabilidade.php">http://www.icz.org.br/sustentabilidade.php</a>>. Acesso em: 20 fevereiro 2019.

IERVOLINO, F. **Compactação de Pó Metálico:** De que maneira o Pó pode ser conformado? Campinas: Revista Industrial Heating, 2013. 48 p.

JUNG, I. D. et al. Two-Phase Master Sintering Curve for 17-4 PH. Metallurgical and Materials Transactions A, 2016.

KANG, S. J. **Densification, Grain Growth and Microstructure**. 1<sup>a</sup>. ed. Korea: Elsevier, 2005.

KRISTOFFERSSON, A.; RONCARI, E.; GALASSI, C. Comparison of Different Binders for water-based tape casting of Alumina. **Journal of de European Ceramic Society**, 1998. LI, C. X.; BELL, T. Corrosion properties of plasma nitrided AISI 410 martensitic stainless steel in 3,5% NaCl and 1% HCl aqueous solutions. **Corrosion Science**, Birmingham, n. 48, p. 2036-2049, 2006.

MARTÍN, F. et al. Influence of sinter-cooling rate on the mechanical properties of powder metallurgy austenitic, ferritic, and duplex stainless steels sintered in vacuum. **Materials Science & Engineering A**, Valladolid, n. 642, p. 360-365, 2015. ISSN 0921-5093.

MINA BASTWROS et al. Effect of ball milling on graphene reinforced AI6061 composite fabricated by semi-solid sintering. **Composites: Part B**, Ames, n. 60, p. 111-118, 2014. ISSN 1359-8368.

NEVES, E.. Sinterização de Mistura de Pós Elementares de uma liga Fe-22,5Cr-5,5Ni, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Rio Grande 2015.

OLAKANMI, E. O.; COCHRANE, R. F.; DALGARNO, K. W. A review on selective laser sintering/melting(SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties. **Progress in Materials Science**, Johannesburg, n. 74, p. 401-477, 2015. ISSN 0079-6425.

PINEDO, C. E.; MAGNABOSCO, R. MECANISMOS DE NITRETAÇÃO SOB PLASMA DO AÇO INOXIDÁVEL MARTENSÍTICO AISI 420 NITRETADO A ALTA E BAIXA TEMPERATURA. **Tecnologia em Metalurgia, materiais e mineração**, v. 12, n. 3, 2015.

RESENDE, M. C. et al. Oxidation assisted intergranular cracking under loading at dynamic strain aging temperature in Inconel 718 superalloy. **Alloy and Compounds**, v. 643, 2014.

SCHNEIDER, T. H. Sinterização de Mistura de pós de Fe-Cr e Fe-Cr-Ni para a formação de ligas por difusão, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Rio Grande - FURG, Rio Grande 2016.

SHASHANKA, R.; CHAIRA, D. Development of nano-structured duplex and ferritic stainless steel by pulverisette planetary milling followed by pressureless sintering. **Materials Characterization**, India, n. 99, p. 220-229, 2015. ISSN 1044-5803.

SLOTWINSKI et al. Characterization of metal powders used for additive manufacturing. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**, USA, n. 119, p. 460-493, 2014.

SONTEA, S.; LIVIU, R. Introduction to Powder Metallurgy. **8th INTERNATIONAL CONFERENCE Târgu Jiu**, 2002.

STAGNO, E. et al. Behaviour of sintered 410 low carbon steels towards ion nitriding. **Journal of Alloys and Compounds**, Genova, n. 247, p. 172-179, 1997.

VAMSI KRISHNA, B.; BANDYOPADHYAY, A. Surface modification of AISI 410 stainless steel using laser engineered net shaping. **Materials & Design**, Washington, 2009.

WALTHER, G. et al. New Processing Route for Production of Fine Spherical Iron Powder. **Euro PM2015 – Powder Manufacturing**, Trento, 2015.