

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

Rodrigo Pereira Becker

**JUNÇÃO DE COMPACTADOS FERROSOS VIA
SINTERIZAÇÃO POR FASE LÍQUIDA**

Orientador: Prof. Dr.-Ing. Aloisio N. Klein
Coorientador: Prof. PhD. Antônio Eduardo Martinelli

Florianópolis
2013

Universidade Federal de Santa Catarina
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

**JUNÇÃO DE COMPACTADOS FERROSOS VIA
SINTERIZAÇÃO POR FASE LÍQUIDA**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-
Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais da
Universidade Federal de
Santa Catarina para
obtenção do título de
Mestre em Ciência e
Engenharia de Materiais.

Rodrigo Pereira Becker

Florianópolis
2013

P. Becker, Rodrigo
JUNÇÃO DE COMPACTADOS FERROSOS VIA SINTERIZAÇÃO POR
FASE LÍQUIDA / Rodrigo P. Becker ; orientador, Aloisio N.
Klein ; coorientador, Antônio E. Martinelli. -
Florianópolis, SC, 2013.
71 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais.

Inclui referências

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. METALURGIA DO
PÓ FERROSA. 3. SINTERBONDING. 4. SINTERIZAÇÃO COM FASE
LÍQUIDA. 5. SISTEMA FeCu. I. N. Klein, Aloisio . II. E.
Martinelli, Antônio. III. Universidade Federal de Santa
Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais. IV. Título.

Rodrigo Pereira Becker

**JUNÇÃO DE COMPACTADOS FERROSOS VIA
SINTERIZAÇÃO POR FASE LÍQUIDA**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, Área de Concentração Metais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. Dr. Ing. Antonio Pedro Novaes de Oliveira
Coordenador – PGMAT/UFSC

Banca examinadora:

Prof. Dr. – Ing Aloisio Nelmo
Klein
Orientador (EMC/UFSC)

Prof. Dr. –Ing Antonio Pedro
Novaes de Oliveira
(EMC/UFSC)

Prof. Dr. Eng. Rubens Maribondo do Nascimento
(UFRN)

Dr. Eng. Gisele Hammes
(LABMAT/UFSC)

Florianópolis, 2013

Dedico aos mestres do saber e da vida,
nossos pais e pessoas que marcaram nossas vidas.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que participaram nesta empreitada. empreitada esta que começou com o sonho de estudar engenharia, sonho estimulado pelos pais. Agradeço à UFSC por poder ajudar com tal sonho.

Agradeço aqueles que dentro da UFSC também foram meus mestres e colegas, principalmente professores e a equipe do LabMat.

A compreensão e paciência de todos também merecem ser agradecidas, assim como os inúmeros conselhos, dicas e ajudas oferecidas.

RESUMO

A metalurgia do pó ferrosa é um processo que oferece inúmeras soluções na indústria, principalmente devido a economia de escala. Este processo tem algumas limitações, como o tamanho e a geometria dos corpos a serem produzidos. No intuito de investigar outras soluções para a metalurgia do pó, principalmente no condicionante a componentes, tem-se o processo de brasagem, que é a união de dois ou mais corpos, de modo a formar um corpo final único. O intuito deste trabalho é realizar a união durante a sinterização, em processo definido como *sinterbonding*. Para tal, estudou-se ligas de ferro cobre, com percentuais de 0 a 20% de adição de cobre, no intuito de formar fase líquida durante o processo descrito anteriormente e promover a junção de dois sólidos através do posicionamento de topo, em condições de processamento semelhantes as já aplicadas na indústria (pressão de compactação e temperatura). No intuito de caracterizar a união as amostras foram preparadas metalograficamente, para verificar a continuidade da linha da junção e também comparadas mecanicamente através de ensaio uniaxial de tração em relação a uma amostra padrão. Para melhorar os resultados também utilizou-se a técnica de recompactação. Foram obtidos tensões de ruptura 20% inferiores em relação a amostra de referência, porém com significativa redução da capacidade de deformação, de 70 a 90%.

Palavras-chave: Metalurgia do pó ferrosa, *sinterbonding*, sinterização com fase líquida, Sistema FeCu.

ABSTRACT

Metal powder metallurgy is a process that offers numerous solutions in the industry, mainly due to economies of scale. But this process has some limitations, such as the size and geometry of the green bodies to be produced. In order to determine other solutions for this process, especially concerning the geometry, it has been applied the brazing process which is the union of two or more bodies, so as to form a single body end. The aim of this work is to provide the union during the sintering process, which is defined as sinterbonding. Iron-copper alloys, with a range from 0-20% of copper were studied, in order to form a liquid phase during the process and promote the joining by top-of-body positioning, under similar conditions of those already applied in industry (pressing pressure and temperature). To characterize the union, samples were prepared metallographically to verify the continuity of the junction and also compared mechanically through tensile-strength test in reference to a standard sample. To improve the results the double pressing technique also was used. It was observed that to the samples with higher content of copper and double-pressed it was obtained better results, but if compared with a standard sample, lower mechanical strength, a great loss in elongation and low impact resistance were obtained.

Keywords: ferrous powder metallurgy, sinterbonding, liquid-phase sintering, FeCu System.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Distribuição do mercado da Metalurgia do Pó Ferrosa (Recompó, 2010).....	25
Figura 2 - Representação esquemática dos possíveis caminhos na formação de fase líquida. Expansão quando o líquido é solúvel no sólido e densificação quando o sólido é solúvel no líquido (GERMAN, 2009).	31
Figura 3- Esquema representativo do modelo de união por fase líquida transiente (GUEDES <i>apud</i> PATRIDGE; WARD-CLOSE, 2004).	35
Figura 4 - Modelagem da união via software Abaqus (GHOVANLOU et al, 2011).....	36
Figura 5 - Comparação entre modelo matemático e experimental (GHOVANLOU, et al, 2011).	37
Figura 6 - Diagrama de fases Fe-Cu (METALS HANDBOOK, 1973). 40	
Figura 7 – Fluxograma do processamento dos pós desde sua seleção até sua sinterização.	42
Figura 8 – Fluxograma do processo dos pós desde sua seleção até sua sinterização, pelo processo de dupla compactação.....	42
Figura 9 - Corpo de prova de ensaio de tração, conforme MPFI-10.	44
Figura 10 - Forma de posicionamento das peças para posterior processo de sinterbonding.	45
Figura 11 - Curvas de dilatométrica para as ligas objeto de estudo.	48
Figura 12 - Densificação relativa ao longo do processo.....	51
Figura 13 – Fe15%Cu – 500MPa – Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.	53
Figura 14 - Fe-15%Cu - 500MPa - Com Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.	53
Figura 15 - Fe-15%Cu - Recompactada 500-700MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.	53
Figura 16 - Fe-15%Cu - Recompactada 500-700MPa - Com pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.	53
Figura 17 - Fe 20%Cu – 500MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.....	54
Figura 18 - Fe 20%Cu – 500MPa -Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.....	54
Figura 19 - Fe20%Cu – Recompactada 500-700MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.	54

Figura 20 - Fe20%Cu - Recompactada 500-700MPa - Com Pasta. Aumento: 50x. Sem ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.....	54
Figura 21- Representação das amostras para processo de sinterbonding por interferência.....	59
Figura 22 – Vista da superfície MB-4, região de não contato. Aumento: 50x. Sem ataque.....	61
Figura 23 – Vista da superfície MB-4, região de contato. Aumento: 50x. Sem ataque. As setas indicam a região de contato entre as duas superfícies.....	61
Figura 24 – Vista da superfície MB-4, região de contato. Linha da união visível.. Aumento: 50x. As setas indicam a região de contato entre as duas superfícies.....	62

LISTA DE QUADROS

Tabela 1 - Estimativa do uso da metalurgia do pó em carros (Kg/carro). Fonte: Becker, 2010, adaptado Recompó.....	25
Tabela 2 - Comparação entre valores numéricos do resultado experimental e matemático (adaptado de GHOVANLOU, et al, 2011)	37
Tabela 3 - Materiais utilizados para o estudo.....	38
Tabela 4 - Nome das ligas objeto de estudo e composição.	43
Tabela 5 – Densidade relativa dos corpos de prova ao longo do processo.....	51
Tabela 6- Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-3.....	56
Tabela 7 - Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-4.....	57
Tabela 8 - Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-4.....	58

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	21
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	23
2.1	Processo de junção por sinterização - <i>Sinterbonding</i> ..	23
2.2	Metalurgia do pó ferrosa.....	23
2.2.1	Processamento de peças por metalurgia do pó	25
2.3	Mecanismos de transporte de massa	28
2.3.1	Sinterização com fase líquida	29
2.4	Processos de união de LIGAS FERROSAS SINTERIZADAS	31
2.4.1	Brasagem por difusão.....	32
3.	MATERIAIS.....	38
3.1	Materiais utilizados	38
4.	MÉTODOS	42
4.1	Mistura dos pós	43
4.2	COMPACTAÇÃO DOS PÓS	43
4.3	União e Sinterização.....	44
5.	TÉCNICAS DE ANÁLISE.....	46
5.1	CONTROLE DIMENSIONAL	46
5.2	Avaliação ótica da junta	47
5.3	Controle da resistência mecânica das amostras.....	47
5.3.1	Ensaio de tração.....	47
6.	Resultados	48
6.1	Dilatometria.....	48
6.2	Densidade.....	49
6.3	União.....	51
6.4	Propriedades mecânicas	54

6.5	Teste de posicionamento por interferência.....	59
7.	Síntese e discussão geral dos resultados.....	63
8.	Conclusões	65
9.	Referência Bibliográfica.....	66

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Há uma necessidade cada vez maior de peças com componentes complexos, produzidos em larga escala, com o menor número de etapas possíveis. A metalurgia do pó é um processo versátil e atende em parte estes pré-requisitos. Entretanto, peças muito grandes e complexas, quando podem ser compactadas, exigem ferramental e maquinário maiores e mais robustos, tornando o processo inviável ou acarretando em perda da sua escala.

A subdivisão de um componente complexo em componentes mais simples e posterior união é uma solução para a complexidade da geometria e este método já vem sendo utilizado na indústria. Porém, o método tradicional consistem em dois ciclos térmicos: sinterização individual das peças, união com leve interferência com ou sem a adição de algum elemento formador de fase líquida e novamente um ciclo térmico para junção das peças unidas (processo convencional).

Sendo assim, o enfoque do estudo será uma liga que em cuja sinterização seja possível realizar a sua união (brasagem), pela formação de fase líquida *in situ*, sem a adição de uma camada entre as superfícies a serem unidas. Tal processo será chamado de união por sinterização, junção por sinterização ou *sinterbonding*, e será uma combinação entre as características de sinterização com fase líquida e de brasagem por difusão com formação de fase líquida.

Este consiste em promover o contato mecânico de elevada qualidade das peças a verde, que necessitam ser unidas de tal maneira que seja gerada uma interface que apresente suficiente resistência mecânica através da formação de contatos de sinterização.

Essa união é uma rota de processamento diferente da aplicada até então na indústria, pois tenta combinar a sua união juntamente com a sinterização, para facilitar o processamento de tais tipos de peças, tanto em aspectos industriais como econômicos.

Boicko (2011) demonstrou que a formação de uma fase líquida transiente na interface da junção promove a formação de um contato de melhor qualidade, viabilizando a união por sinterização, *sinterbonding*, de ligas ferrosas.

O presente trabalho de dissertação de mestrado visa dar continuidade ao estudo deste tipo de junção por sinterização em ligas ferrosas, ou seja, aços sinterizados, porém fazendo uso de fase líquida gerada *in situ* no volume das peças em sinterização. Isto evitaria o uso de aditivos de união formadores de fase líquida na interface das peças a serem unidas. Espera-se que a fase líquida formada no interior das peças

durante a sinterização assistida por fase líquida, alcance a interface a ser unida por molhamento.

Para a formação desta fase líquida, foi adicionado cobre na composição da liga ferrosa, que permite a formação de fase líquida durante a sinterização. O estudo visa avaliar a eficiência na formação da fase líquida e na formação de junção com interface de elevada qualidade, com elevado grau de continuidade e sem defeitos como poros.

Objetivos

O presente trabalho tem como objetivo principal estudar a união por sinterização por fase líquida (*sinterbonding*) de componentes obtidos por metalurgia do pó, avaliando-se a influência da fase líquida no desempenho mecânico e microestrutural do componente.

São objetivos específicos os seguintes:

- a) avaliar o efeito da formação da fase líquida na união, em função do teor do elemento formador de fase líquida;
- b) avaliar a influência dos parâmetros de processamento, como pressão de compactação e recompactação na qualidade da união formada;
- c) caracterizar o comportamento mecânico da união;
- d) estudar diferentes geometrias para união e caracterização mecânica do processo;

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A presente revisão bibliográfica foi conduzida com foco na área de metalurgia do pó e de brasagem, para que se explique o conceito de *sinterbondig*, onde está inserida a dissertação.

Inicialmente é abordado o conceito de junção por sinterização e; na seqüência, são abordados assuntos relativos à metalurgia do pó e mecanismos de transporte de massa e processos de união de materiais.

2.1 PROCESSO DE JUNÇÃO POR SINTERIZAÇÃO - *SINTERBONDING*

Na tratativa do presente trabalho, de acordo com definições realizadas no trabalho de Boicko (2011), o processo de união ao qual as peças são submetidas será definido como *sinterbondig*, união por sinterização ou junção por sinterização. Definições estas que mesclam o processo de sinterização, advindo da metalurgia do pó, como processo termodinâmico para diminuição da energia livre do sistema e ativado termicamente, cujo resultado final é o incremento das propriedades mecânicas dos compactados e de *bonding*, este que por sua vez advém do processo de brasagem, que caracteriza a união.

Tal definição faz-se necessária, porque ambos os processos são analisados conjuntamente, uma vez que o resultado final será dependente dos dois, tanto como características de sinterabilidade e formação de fase líquida, como adesão entre as superfícies sem deformações macroscópicas que possam inferir em perda de qualidade dimensional.

Dado que o processo envolveu estas duas áreas, torna-se necessário referenciar ambas, conforme citado anteriormente.

2.2 METALURGIA DO PÓ FERROSA.

O processamento de materiais a partir dos pós leva aos materiais particulados ou sinterizados. Este processo apresenta algumas vantagens perante os outros processos de fabricação (KLEIN, 2004), tais como:

- perda mínima de matéria-prima;

- fácil controle da composição química;
- baixo consumo de energia e temperaturas de sinterização menores quando comparadas aos processos tradicionais de fundição;
- controle microestrutural;
- componentes parcialmente acabados e com estreitas tolerâncias dimensionais;
- processo econômico para a produção de peças em grandes quantidades; e
- possibilidade de utilização do mesmo maquinário para vários tipos de peças, mudando somente as matrizes de compactação e eventuais rotas de processamento.

Ecleticismo na solução de problemas de engenharia através da metalurgia do pó ferrosa tem-se mostrado promissora nas últimas décadas, sendo que nos últimos 30 anos, principalmente com o grande aumento da produção de bens seriados, tais como carros, houve um incremento exponencial da demanda de peças, maior necessidade de diminuição dos custos e aumento da qualidade de produção. Logo a combinação destes e outros fatores aliados aos avanços na produção e nas técnicas já utilizadas impulsionaram o desenvolvimento e o crescimento da metalurgia do pó ferrosa (NARASIMHAN, 2001).

As indústrias vêm investindo cada vez mais na utilização deste processo de fabricação (ZHANG *et al.* 2003), sendo que a partir da Figura 1, verifica-se que 70% do mercado mundial da metalurgia do pó ferrosa se encontra no segmento automotivo. Com base na Tabela 1, verifica-se o incremento do uso de peças obtidas por metalurgia do pó em carros. Este setor tem necessitado cada vez mais peças economicamente viáveis para a aplicação em escala industrial. O processo de metalurgia do pó pode atender estes pré-requisitos e, se necessário, transformar uma peça complexa em peças mais simples para serem unidas posteriormente durante sua sinterização.

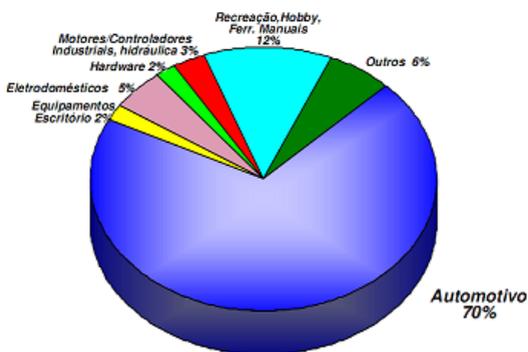


Figura 1 - Distribuição do mercado da Metalurgia do Pó Ferrosa (Recompó, 2010).

Tabela 1 - Estimativa do uso da metalurgia do pó em carros (Kg/carro). Fonte: Becker, 2010, adaptado Recompó.

Estimativa de uso da Metalurgia do pó em carros (Kg/carro)		
País/Região	Ano Base	
	1995	2004
América do Norte	15	22
Brasil	3,5	6
Europa	6	12
Japão	5	10

A produção de peças por meio da metalurgia do pó apresenta também algumas desvantagens, dentre as quais se destacam o alto custo inicial do processo, a limitação do tamanho e o formato da peça e que este processo justifica-se, sobretudo para grandes quantidades de peças produzidas.

No intuito de contrabalancear as vantagens do processo com suas desvantagens, têm sido realizados estudos para possibilitar a união de peças processadas separadamente para formar um único componente final. Entretanto, tais estudos focam na união após a sinterização. Este estudo foca na união durante a sinterização.

2.2.1 Processamento de peças por metalurgia do pó

As etapas básicas no processamento de componentes a partir do pó são: produção dos pós, seleção e mistura, moldagem (compactação) e sinterização do compactado a verde (GERMAN, 2004). Após a sinterização as peças podem ser submetidas a operações complementares como tratamentos térmicos, termoquímicos ou calibração no caso de maiores tolerâncias.

2.2.1.1 Seleção e mistura dos pós

As principais técnicas de obtenção de pós são: atomização por água e gás, cominuição mecânica, redução no estado sólido, eletrólise e decomposição térmica. As características e propriedades dos pós podem variar dependendo do método de produção utilizado, o que exerce influência direta em etapas posteriores do processamento por metalurgia do pó (KLEIN, 2004).

Após a seleção dos pós ou ligas pré-ligadas a serem utilizadas, estes são dosados de acordo com a quantidade requerida. Nesta etapa, adicionam-se lubrificantes de compactação, que são importantes para a redução do atrito entre as partículas de pó e destas com as paredes do ferramental de compactação, minimizando as cargas de extração da peça e evitando trincas. Para se obter uma distribuição uniforme de partículas, os pós são homogeneizados em misturadores por um certo período de tempo.

2.2.1.2 Compactação dos pós e recompactação

A compactação é a etapa subsequente a mistura dos pós. Ocorre a moldagem de uma massa de pós em uma pré-forma, através da aplicação de uma pressão externa, que pode ser variada, visando a obtenção de uma densidade desejada (THÜMMLER & OBERACKER, 1993).

Entre os principais processos de conformação estão moldagem por injeção, prensagem isostática, laminação de pós, extrusão de pós, forjamento de pré-sinterizados e compactação uniaxial em matriz rígida. Por ser o meio mais econômico este último é o método mais comum e mais extensivamente utilizado para produção de componentes ferrosos, podendo ser aplicado com matriz de simples ou duplo efeito. (THÜMMLER E OBERACKER, 1993).

A aplicação da matriz de duplo efeito minimiza o gradiente de densidades no compactado causado pela perda de carga por atrito entre as partículas e entre as partículas e a parede da matriz. Enquanto na prensagem uniaxial por efeito simples a linha de menor densidade (linha neutra) se localiza na região oposta ao punção móvel, na prensagem por efeito duplo esta linha encontra-se aproximadamente na metade da altura do compactado (KLEIN, 2004).

O processo de conformação dos pós pode ser dividido em alguns estágios, em função da pressão exercida e capacidade de deformação plástica dos elementos adicionados. Em baixas pressões ocorre rearranjo das partículas. Com o aumento da pressão, ocorre rearranjo das partículas juntamente com deformação plástica. Incrementando a pressão, as partículas se deformam ainda mais ou em alguns casos, rompem-se e preenchem os vazios ainda existentes.

Em alguns casos, há o processo de recompactação. No intuito de se obter maiores densidades, comumente aplicam-se maiores cargas de compactação. Entretanto, chega-se a um ponto em que o incremento de carga causa pouco ou nenhum incremento na densidade. Nesta situação, já houve tanta deformação plástica por parte do pó, que este se encontra totalmente encruado. Para minimizar este efeito e possibilitar um incremento da densidade (diminuição de porosidade), as amostras são levadas para o forno, em ciclo com atmosfera controlada, para que haja um recozimento, uma eliminação de discordâncias e recuperação por parte dos pós, possibilitando que o mesmo recupere parte de sua deformação plástica, sendo, este recompactado e sua densidade incrementada.

O ganho de densidade com a técnica de recompactação é em torno de 2 a 3%, porém o aumento da resistência pode ser de até 20% com baixa variação dimensional (GERMAN, 2005). Estudos práticos que comprovam tal incremento com semelhante incremento (Becker, 2010 e Hammes, 2011).

2.2.1.3 Sinterização

Após a densificação do compactado, é necessário o incremento de suas propriedades mecânicas. Para isto o processo subsequente é a sinterização. Esta tem o intuito de gerar a união entre as partículas de pó e é realizada em fornos em temperaturas geralmente inferiores às do

ponto de fusão dos materiais presentes em maior percentual no compactado.

A sinterização é entendida como sendo o transporte de matéria, ativado termicamente, em uma massa de pós ou um compactado poroso, resultando na diminuição da superfície específica livre pelo crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume e alteração da geometria dos poros (THÜMMLER E OBERACKER, 1993).

Em aspectos mais práticos, a sinterização é um tratamento térmico de uma massa de pós, visando alterar suas propriedades na direção do corpo livre de poros, onde se controlam os parâmetros de velocidade de aquecimento e resfriamento, tempo, temperatura e atmosfera do forno (KLEIN, 2004). É um processo termodinâmico, que resulta da:

- diminuição da superfície específica livre (crescimento de contatos entre as partículas gerando continuidade de matéria, diminuição do volume poroso e arredondamento dos poros);
- eliminação de defeitos da rede fora do equilíbrio termodinâmico (discordâncias e defeitos de ponto); e
- diminuição de heterogeneidades em sistemas multicomponentes (THÜMMLER E OBERACKER, 1993).

Após esta etapa, há um significativo incremento das propriedades mecânicas finais; embora, defeitos como trincas do compactado a verde não sejam recuperados.

O excesso de energia livre do compactado a verde é a força motriz da sinterização, porém, o valor desta não governa a cinética do processo de transporte de matéria e, conseqüentemente, a cinética de densificação da peça na sinterização. A cinética é controlada pelos mecanismos de transporte de matéria e pela distância que a matéria em média necessita ser transportada para alcançar a densificação desejada no material.

2.3 MECANISMOS DE TRANSPORTE DE MASSA

Na sinterização por fase sólida, material é transportado sem que haja qualquer tipo de líquido na estrutura. A difusão é o mecanismo básico presente no processo de sinterização. Devido às partículas de pós terem uma alta área superficial, a energia livre presente nestes pós é alta.

No início do processo de sinterização, a movimentação atômica é elevada. Ao final do ciclo de sinterização, a movimentação é mais lenta e a difusão em estado sólido controla a densificação, em termos de movimentação atômica.

Os poros são grandes acúmulos de vacâncias (vazios), logo os mecanismos de sinterização são avaliados a partir da movimentação de vacâncias, as quais determinam a densificação do material. Para a eliminação dos poros, há diversos mecanismos de transporte de massa presentes na sinterização.

Os mecanismos de transporte de massa podem se dividir da seguinte forma (THÜMMLER E OBERACKER, 1993):

- movimentação de átomos individuais: difusão superficial, difusão volumétrica via vacâncias, difusão volumétrica via interstícios, difusão em contorno de grão, vaporização e recondensação;
- movimentação coletiva: fluxo plástico (estado sólido), fluxo viscoso (fase líquida), deslizamento de contorno de grão e rotação de partículas.

2.3.1 Sinterização com fase líquida

A sinterização com fase líquida é uma técnica de consolidação de pós compactados contendo mais de um componente, ocorrendo a uma temperatura acima da linha sólidos de um deles e com presença de uma fase de metal líquido. A fase líquida pode ser originada da fusão de um elemento ou da formação de uma fase com baixo ponto de fusão (KANG, 2005).

A formação de uma fase líquida durante a sinterização é um meio eficaz de acelerar a sinterabilidade de ligas ferrosas. A rápida movimentação atômica faz ser possível usar tempos curtos de sinterização se comparados com o processo sem formação de fase líquida e incrementar a densidade final, uma vez que durante o processo, grãos sólidos coexistem com um líquido molhante.

Na metalurgia do pó ferrosa, o processo de sinterização é aplicado na grande maioria das vezes, cerca de 70% dos casos, com a presença de fase líquida (GERMAN, 1998).

A sinterização com fase líquida permanente pode ser separada em três partes (LENEL e KINGERY, apud THÜMMLER E OBERACKER, 1993):

- rearranjo primário: rearranjo das partículas por penetração do líquido no esqueleto sólido devido a forças capilares;
- dissolução e reprecipitação: Acontece a dissolução de átomos em pontos de raio de curvatura convexa e precipitação de átomos do soluto em pontos de raio de curvatura côncavo. Esse fenômeno é controlado pelo processo de difusão dentro da fase líquida. Também ocorre o arredondamento das partículas e o crescimento de grão (rearranjo secundário);
- sinterização no estado sólido: ocorre coalescência de partículas e poros, crescimento de grãos e contatos com um pouco de densificação.

O líquido formado durante a sinterização pode ser transiente ou permanente, dependendo da relação de solubilidade e difusividade com a matriz. A solubilidade influencia a interação química e o fluxo de massa, conseqüentemente, define o comportamento de retração ou expansão do sinterizado. Os processos de contração estão associados à baixa solubilidade do líquido no sólido e uma elevada solubilidade do sólido no líquido. Quando a solubilidade do líquido no sólido for alta e a do sólido no líquido for baixa, ocorre a formação de porosidade secundária e, conseqüentemente, expansão da peça em sinterização (GERMAN, 2009), mecanismos cuja representação esquemática encontra-se na Figura 2.

No processo com fase líquida permanente, o líquido está presente em todo o ciclo de sinterização, já a fase líquida transiente formada durante a sinterização se dissolve em um sólido, formando uma solução sólida ou gerando uma nova fase. A sinterização com fase líquida transiente pode ser dividida nas seguintes etapas: formação de fase líquida, distribuição intergranular do líquido e consumo do líquido pela formação de uma solução sólida, com a distribuição dos elementos de liga na matriz por difusão em estado sólido (GERMAN, 2009).

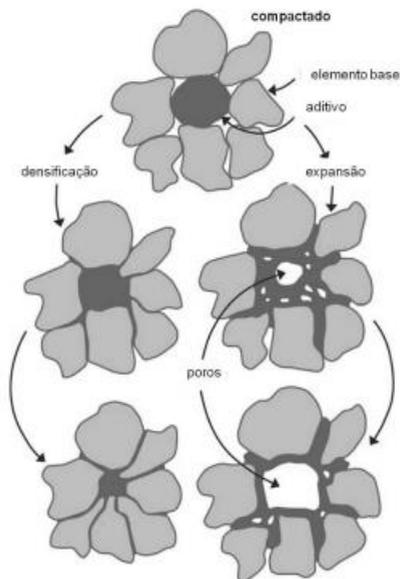


Figura 2 - Representação esquemática dos possíveis caminhos na formação de fase líquida. Expansão quando o líquido é solúvel no sólido e densificação quando o sólido é solúvel no líquido (GERMAN, 2009).

2.4 PROCESSOS DE UNIÃO DE LIGAS FERROSAS SINTERIZADAS

A união componentes obtidos a partir de ligas ferrosas sinterizadas é associada com dificuldades relatadas as suas características inerentes, como porosidade, contaminações e inclusões que tendem a influenciar as propriedades do sólido unido.

Processos como brasagem e união por difusão são usados predominantemente para componentes com baixa densidade. Para componentes com elevadas densidades – próximas à absoluta -, estes são tratados como totalmente densos e são normalmente soldados, através dos diversos processos de soldagem disponíveis. Processos por interferência e de *bonding* também são considerados em várias aplicações (SELCUK; BOND; WOOLLIN, 2010).

A brasagem é um processo de união, largamente utilizado na indústria para a junção de produtos manufaturados a partir de duas ou mais partes. A liga de adição utilizada na brasagem tem um ponto de

fusão mais baixo do que o material base que está sendo unido. Comparado com o processo convencional de soldagem, esta técnica produz menos distorção térmica, devido ao aquecimento uniforme dos componentes. Além do mais, preserva parcialmente as propriedades físicas e mecânicas do material de base, reduzindo a incidência de tensão residual durante a união, distribuição mais uniforme de cargas aplicadas na área da junção e a capacidade de produzir peças com alta precisão são uma das vantagens que tornam esta técnica interessante para as aplicações de engenharia (GHOVANLOU et al., 2011).

Na brasagem somente a liga adicionada funde e o metal/liga fase é molhado no seu estado sólido pela fase líquida formada pela brasagem. Este processo difere da soldagem porque dentre outros fatores, neste segundo processo, ambos são parcialmente fundidos (BRAZETEC).

Há inúmeros tipos de processos de brasagem, dependentes da forma como são aplicadas atmosfera e temperatura. Nesta dissertação foi-se trabalhado com brasagem por difusão com fase líquida.

2.4.1 União por difusão

União por difusão (*diffusion brazing* ou *bonding*) é um processo de união utilizado para uma vasta gama de metais similares ou dissimilares.

A pesquisa da brasagem geralmente é realizada de maneira empírica, em grande parte por tentativa e erro, porque traz um grande número de variáveis. dentre dos fatores relevantes, destacam-se a característica da superfície, a forma de pressurização, reações metalúrgicas e reações químicas (JACOBSON E HUMPSTON, 2005).

Os parâmetros que determinam sua execução são:

- tempo;
- pressão aplicada;
- temperatura de ligação (*bonding temperature*);
- método de aplicação de calor.

Esta pode ser subdividida em: união por difusão na fase sólida e união por difusão com fase líquida.

2.4.1.1 União por difusão na fase sólida

União realizada totalmente no estado sólido, sem qualquer presença de fase líquida. A união por difusão na fase sólida requer certa quantidade de pressão, esta que pode ser aplicada tanto isostaticamente quanto axialmente. A união é promovida pela deformação microscópica dos materiais de base na interface, em conjunção com os mecanismos de difusão. As superfícies tem que ser limpas para minimizar contaminação e facilitar difusão (BRAZING ALLOYS). A temperatura aplicada é normalmente 0,5 a 0,8T_m, onde T_m é a temperatura de fusão do material em Kelvin, e é muito útil para unir materiais que são de difícil união por soldagem convencional, como por exemplo titânio e suas ligas.

Este tipo de união pode ser modelado com grande precisão através do modelo desenvolvido por Berby e Wallach (DERBY E WALLACH, 1982).

Apresenta a vantagem de obter junções em que a interface apresenta a mesma composição química e estrutura idêntica à dos materiais de base, por não utilizar necessariamente de material de junção. Logo, apresenta resistência mecânica semelhante à dos materiais de base. Os riscos de fissuração associados à solidificação são eliminados e a degradação da superfície dos componentes a unir é mínima. Porém, os custos dos equipamentos são altos e o método é eficaz somente para as junções de superfícies planas e geometrias simples (NEVES, 2005).

2.4.1.2 União por difusão com fase líquida - Brasagem

Também chamado de *liquid phase diffusion brazing* ou mais comumente chamado *transient liquid phase bonding processes*, é um processo antigo que tem recebido muita atenção nos últimos anos. É capaz de produzir junções com ordem de grandeza de micrômetros, com propriedades quase similares as do materiais de base. Na prática, é mais utilizado como uma pequena camada de material, posta entre as duas juntas e levadas em uma temperatura elevada. A união resulta da baixa temperatura de fusão da camada adicionada, que difunde entre as superfícies dos materiais de base (MACDONALD E EAGAR, 1992).

Esse método é uma alternativa ao método do estado sólido, apresentando baixas pressões e temperaturas de processamento e

gerando uma junta com alta resistência mecânica. A formação de uma fase líquida pode ocorrer quando:

- a temperatura de fusão da camada intermediária for excedida;
- a interdifusão na camada intermediária originar a formação de uma liga com ponto de fusão inferior à temperatura de processamento e;
- a interdifusão entre os materiais de base e a camada intermediária originar uma liga com ponto de fusão inferior à temperatura de processamento (NEVES, 2005)

À temperatura de processamento o metal da camada intermediária funde criando uma camada líquida que se espalha ao longo da interface. O líquido formado flui e vai preenchendo os espaços vazios desta, resultantes da irregularidade das superfícies dos materiais e torna-se ativo, dissolvendo parte do material de base. Em condições ideais, a interdifusão entre os materiais de base e a camada intermediária origina a solidificação isotérmica do líquido e, posteriormente, a homogeneização total entre a interface e os materiais de base. Uma seleção criteriosa das variáveis de processamento, como temperatura, tempo, tipo e origem da camada intermediária são essenciais para o êxito do processo.

Esse método de união é uma alternativa para preencher as junções que não são perfeitamente lisas ou planas, oferecendo maior flexibilidade do que a brasagem por difusão no estado sólido. Apresenta as características de boa repetibilidade do processo; alto controle dimensional da largura da junção, o que implica em tolerâncias relativamente estreitas, facilidade de preenchimento em junções com áreas grandes e capacidade de controlar o espalhamento do metal adição (JACOBSON E HUMPSTON, 2005).

De acordo com TUAH-POKU (1988) apud MACDONALD E EAGAR (1992) o processo pode ser subdividido em quatro estágios distintos: aquecimento, dissolução, solidificação isotérmica e homogeneização.

Para exemplificar o processo, se considera uma liga monofásica A-B que possui uma camada intermediária um filme numa composição próximo ao eutético A-B, conforme Figura 3. Com o aumento da temperatura, ocorre a dissolução do metal de base por difusão, até chegar à temperatura de processamento. Nesta temperatura ocorre a dissolução do metal de base pelo líquido e a interdifusão entre a camada intermediária e o material de base que resultam em um equilíbrio local

na interface. Assim, nesta etapa, as composições do sólido e do líquido serão correspondentes aos pontos 4 e 2 da respectiva figura. Este equilíbrio irá manter-se no estágio de solidificação isotérmica. O gradiente de composição entre a interface e o material de base é removido na etapa de homogeneização por difusão no estado sólido. No fim do processo, resultará em uma homogeneidade química e microestrutural entre o material de base e a interface.

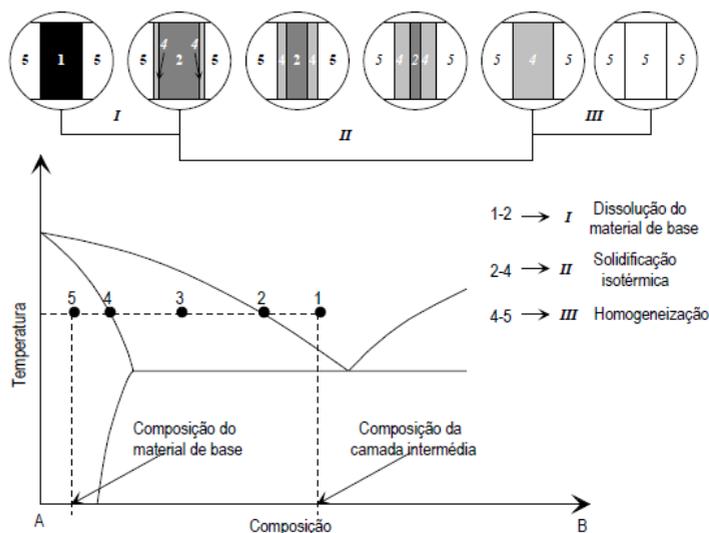


Figura 3- Esquema representativo do modelo de união por fase líquida transiente (GUEDES *apud* PATRIDGE; WARD-CLOSE, 2004).

Embora a união por fase líquida transiente não necessite do emprego de uma pressão de processamento, geralmente aplica-se uma pressão ao conjunto a unir. Esta pressão é denominada pressão de contato e destina-se a promover um contato íntimo entre as superfícies dos materiais envolvidos na junção. Na presença de fase líquida a pressão de contato aplicada pode ser de intensidade reduzida (PATRIDGE; WARD-CLOSE *apud* GUEDES, 2004).

2.4.1.3 Modelagem matemática teórica para brasagem por difusão

A união de peças via brasagem por difusão tem-se mostrado um sucesso em várias aplicações. Porém o domínio dos mecanismos que operam este processo ou a sua capacidade de simulação ainda é incerto.

Para o modelo de brasagem por difusão no estado sólido, há tentativas de modelar este processo, como as realizadas por DERBY e WALLACH (1982), que pode ser aplicado para qualquer material metálico cujas propriedades como coeficientes de difusão e resistência mecânica sejam conhecidos. O modelo, bastante complexo, pode estimar as condições de brasagem ou as propriedades a serem obtidas a partir das condições de junção com relativa precisão.

Recentemente, o comportamento mecânico de aços de baixo carbono submetidos ao processo de brasagem por difusão via fase líquida com cobre foi comparado experimentalmente e numericamente, com resultados próximos, permitindo uma boa simulação, por GHOVANLOU et al (2011).

Foi utilizada uma modelagem da união, via software adequado (ABAQUS 6.7), modelando matematicamente a região da Figura 4, através do método de elementos finitos, cujas variáveis principais são as propriedades mecânicas conhecidas do metal base e do metal da junção e as dimensões, modelando a junta como uma seção bimaterial cujas propriedades, referem-se ao material de base e de preenchimento.

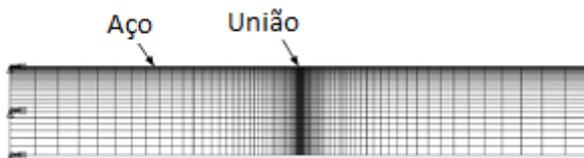


Figura 4 - Modelagem da união via software Abaqus (GHOVANLOU et al, 2011).

O método obteve resultados satisfatórios na simulação do comportamento mecânico da união, comparado experimentalmente, com resultados próximos, conforme Figura 5 e Tabela 2, o que viabiliza a expansão do tratamento realizado para caracterizar experimentalmente as peças sujeitas ao processo de sinterbondig.

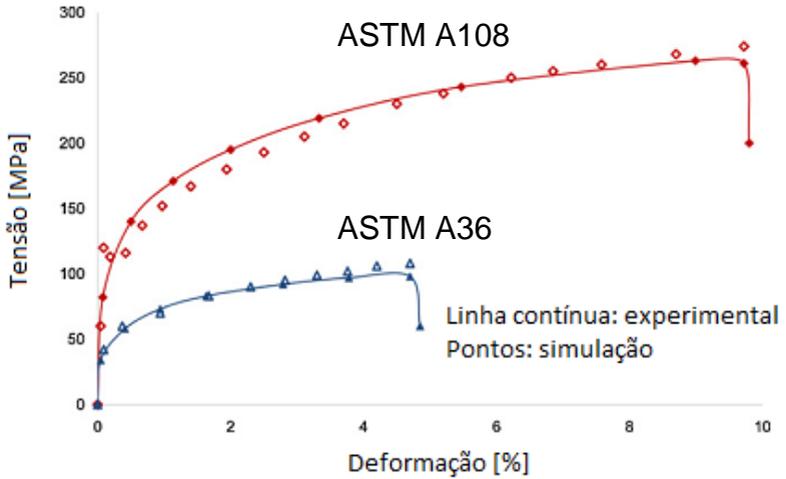


Figura 5 - Comparação entre modelo matemático e experimental (GHOVANLOU, et al, 2011).

Tabela 2 - Comparação entre valores numéricos do resultado experimental e matemático (adaptado de GHOVANLOU, et al, 2011)

Juntas unidas por brasagem para metais com diferentes limites de escoamento			
Metal Base	Especificação ASTM	Tensão de ruptura na junta - Experimental - [MPa]	Tensão de ruptura na junta - Simulação - [MPa]
Aço Baixo-Carbono	A108	417	418
Aço Baixo-Carbono	A36	330	332

3. MATERIAIS

A produção de peças via metalurgia do pó apresenta inúmeras vantagens, sobretudo a precisão e a escala. Entretanto, a produção de peças com geometrias complexas tem um limitante, por exigirem ferramental e maquinário mais robustos assim como projetos mais complexos de matrizes.

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

Para promover a união por sinterização foi utilizada uma matriz ferrosa misturada com um elemento de liga formador de fase líquida, o cobre. A título de comparação de eficiência ou não da junção, foram produzidos corpos de prova unidos com a adição de pasta de cobre, para facilitar a formação de fase líquida na interface. Sendo assim, as características dos materiais utilizados seguem abaixo conforme Tabela 3.

Tabela 3 - Materiais utilizados para o estudo.

Material	Nome Comercial	Fabricante	Tamanho de Partícula (μm)
Pó de ferro	AHC 100.29	Höganäs	100 (médio)
Pó de cobre	Pó de Cu JB-F	JB Química	85% < 45
Pasta de cobre	Pasta de Cu IGC- 200	Implastec	Cobre particulado e coloidal com óleo mineral parafínico

As ligas Fe-Cu são largamente utilizadas para a sinterização por fase líquida. O Cu tem como principal função ser um agente formador de fase líquida. Porém, as características de solubilidade deste sistema podem resultar em expansão volumétrica.

A partir do diagrama de fases Fe-Cu, mostrado na Figura 6, é possível determinar a sequência de eventos que ocorrem quando uma mistura de ferro e cobre é sinterizada na faixa de 1120°C a 1150°C.

Quando se atinge a temperatura de 1084°C se inicia a fusão do cobre. O líquido formado (solução saturada de ferro em cobre) começa a

penetrar inicialmente nos interstícios entre as partículas de ferro, e depois, nos contornos de grão do ferro. O espaço originalmente ocupado pelo cobre sólido torna-se porosidade, ocasionando a expansão do sinterizado.

Como o cobre apresenta elevada molhabilidade sobre o ferro, grãos individuais de ferro irão se separar das partículas. Tais grãos de ferro individuais se reorganizam através do líquido, entrando em solução, e posteriormente reprecipitam em outras posições. Este rearranjo de ferro neste estágio de sinterização promove retração, contrabalançando a indesejável expansão que ocorre nos minutos iniciais de sinterização (KAYSSER, 1978).

Se a quantidade total de cobre for menor do que o limite de solubilidade em γ a fase líquida irá desaparecer. O parâmetro de rede do ferro γ sofre uma pequena alteração devido a solução sólida com cobre (em quantidades menores que o limite de solubilidade). A expansão das partículas de ferro, quando o cobre está dissolvido nelas, será aproximadamente igual, quando medida em percentual volumétrico, ao percentual em massa de cobre dissolvido. Uma partícula de ferro puro expande aproximadamente 8 % em volume quando a mesma dissolve 8 % de cobre em massa (MAGEE, 1975).

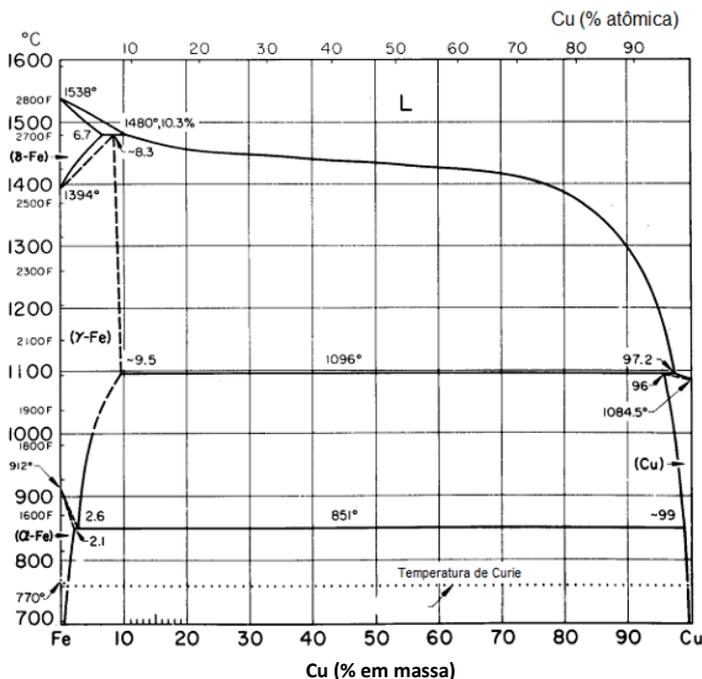


Figura 6 - Diagrama de fases Fe-Cu (METALS HANDBOOK, 1973).

Normalmente não se atingem elevadas densificações na sinterização de ligas Fe-Cu. O cobre líquido se espalha pelos contornos das partículas de Fe. Após a expansão, ocorre uma compensação de retração da sinterização sólida final do Fe, após a aniquilação da fase líquida pela saturação com Fe em solução, o que acarreta um considerável ganho em resistência mecânica, como resultado da solução sólida de Fe-Cu (THÜMMLER & OBERACKER, 1993).

No presente trabalho, embora soe contraditório utilizar o cobre como elemento formador de fase líquida, devido às características de expansão da liga, e não de retração, foi utilizado o mesmo, porque tal trabalho é complementar a um estudo no qual a junção era realizada com cobre na interface.

Neste, foi estudado o processo de sinterbonding, e a partir dos resultados, poderá ser melhorado para outras ligas.

4. MÉTODOS

Foram elaboradas ligas Fe-Cu que contenham de 0 a 20% de Cu em massa, em frações de 5%, totalizando cinco ligas objeto de estudo.

Estas foram processadas através do modelo convencional da metalurgia do pó, conforme os três macro-processos a seguir, Figura 7, e tiveram suas propriedades analisadas.



Figura 7 – Fluxograma do processamento dos pós desde sua seleção até sua sinterização.

A título de comparação, amostras recompactadas foram submetidas ao processo de sinterbonding. A recompactação é um processo que diminui a porosidade, logo, a influência dessa redução foi avaliada também. Pode-se verificar e comparar a estrutura do processo citado anteriormente com o da dupla compactação, representado na Figura 8.



Figura 8 – Fluxograma do processo dos pós desde sua seleção até sua sinterização, pelo processo de dupla compactação.

4.1 MISTURA DOS PÓS

Os pós foram separados e pesados em uma balança digital Marte, modelo UX4200H com capacidade máxima de 4,2 Kg e resolução de 0,00001 kg (0,01 g). adicionou-se 0,8% em massa de cada mistura de lubrificante cujo nome comercial é Lilowax para auxiliar a extração do compactado a verde da matriz.

Para a homogeneização da mistura, os pós foram misturados em um misturador do tipo Y durante 45 minutos a 0,58 Hz (35 rpm).

As ligas objeto de estudo foram selecionadas de acordo com a composição, conforme Tabela 4.

Tabela 4 - Nome das ligas objeto de estudo e composição.

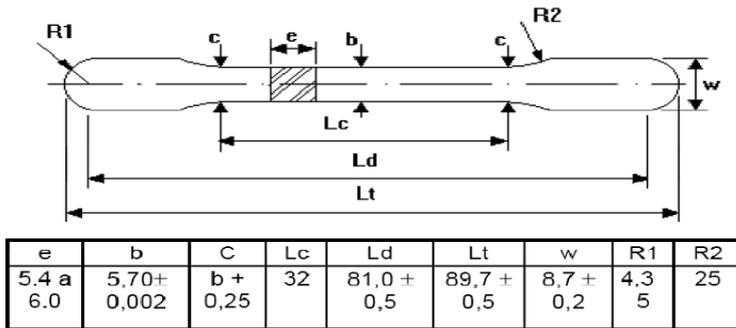
Nome da Liga	Composição
MB-01	Fe
MB-02	Fe + 5%Cu
MB-03	Fe + 10%Cu
MB-04	Fe + 15%Cu
MB-05	Fe + 20%Cu

4.2 COMPACTAÇÃO DOS PÓS

Os pós foram compactados em três tipos de matrizes distintas. Todos com 500 MPa de pressão.

Inicialmente utilizou-se uma matriz cilíndrica com 0,01m de diâmetro para produção de amostras para controle dimensional e dilatometria. Tal operação foi realizada em uma prensa uniaxial de duplo efeito, com célula de carga acoplada.

Posteriormente utilizou-se uma prensa hidráulica com força máxima de 800.000N (80 toneladas). Foram compactados nesta prensa – uniaxial de efeito duplo - corpos de prova cilíndrico, com 0,025 m de diâmetro e altura média de 0,025 m, que posteriormente seriam unidos através do método de *sinterbonding* e corpos de prova baseados na norma MPFI-10, esta baseada na ASTM E8 - Figura 9 – para comparação das propriedades mecânicas com as amostras submetidas ao processo de *sinterbonding*.



Valores em milímetros.

Figura 9 - Corpo de prova de ensaio de tração, conforme MPFI-10.

Para as amostras submetidas ao processo de recompactação, a pressão utilizada foi de 700MPa, após o processo de pré-sinterização

4.3 UNIÃO E SINTERIZAÇÃO

Somente as amostras com diâmetro de 0,025 m foram processadas conforme o intuito do *sinterbonding*. As outras foram utilizadas somente para controle dimensional, dilatometria e comparação de propriedades mecânicas.

Para o processo de união, as amostras foram separadas em dois grupos, as amostras que seriam unidas pelo posicionamento de topo (através das suas faces planas), sem nenhuma adição na interface e as amostras que seriam unidas através do mesmo posicionamento, porém com adição da pasta de cobre. O posicionamento das peças a serem unidas pode ser observado na Figura 10.



Figura 10 - Forma de posicionamento das peças para posterior processo de sinterbonding. Amostras posicionadas através de suas faces de topo.

O ciclo térmico de sinterização foi realizado em um reator do tipo PADS (MACHADO, 2007), com patamares de 350°C e 1125°C durante uma hora, respectivamente para a retirada dos ligantes orgânicos e para realizar o processo de sinterbonding. Foi utilizada uma taxa de 5°C/minuto até o primeiro patamar e de 3,5°C/minuto até o segundo.

Para as amostras recompactadas, foi necessário um processo intermediário, a pré-sinterização, com processo térmico idêntico e patamar de 710°C por uma hora e posterior resfriamento.

Como parâmetros adicionais, utilizou-se a referência do LabMat, de acordo com outros projetos de pesquisa, voltagem de 400V e ton de 50 μ s, assim com uma mistura de gases na proporção 95% Ar e 5% H₂. Pressão de 10 torr e vazão de 0,01m³/minuto (1000 ccm).

5. TÉCNICAS DE ANÁLISE

A análise é crucial para validação dos dados obtidos. Para transformar os dados em informação foram utilizadas as seguintes técnicas:

- Controle dimensional das amostras:
 - Simples compactação:
 - A verde;
 - Após posicionamento;
 - Após sinterbonding.
 - Dupla recompactação:
 - A verde;
 - Após pré-sinterização;
 - Após recompactação;
 - Após posicionamento;
 - Após sinterbonding.
- Avaliação óptica da junta
 - Micrografia;
- Controle da resistência mecânica das amostras;
 - Ensaio de tração.

5.1 CONTROLE DIMENSIONAL

Utilizado para verificar retração ou expansão nas amostras ao longo do processo – compactação, recompactação e também ciclos térmicos -, realizada com o auxílio de um paquímetro digital e um micrômetro digital.

O controle dimensional, junto com a massa, obtida através de uma balança de precisão, oferece a porosidade individual das peças e também dos conjuntos, o que ajuda a caracterizar os efeitos da compactação, dupla compactação e também sinterização.

A densidade pode ser calculada através da relação massa/volume.

A densificação através da relação entre a densidade obtida e a densidade teórica.

A porosidade é o montante que se somado a densificação atingiria os 100%.

5.2 AVALIAÇÃO ÓTICA DA JUNTA

Após o processo de sinterbonding, a preparação metalográfica para caracterizar a junta é essencial. É um dos principais fatores que indicam o êxito ou não do processo. Realizado em diferentes aumentos, como 50X, 100X e 200X. Permite caracterizar o percentual de união, verificar se há resquícios da união e também verificar a porosidade, através do processamento de imagens, com software adequado, como por exemplo o Imago ou Analysys.

As foram cortadas utilizando-se uma máquina de corte (Isomet) com disco adiamantado de baixa densidade. Em seguida foram embutidas com resina epóxi de alta dureza (Isofast – Struers) e submetidas a uma sequência de lixamento e polimento. Não foi realizado ataque químico

Para a caracterização da junta, foi utilizado um microscópio Leica – DM 4000 M com câmera digital acoplada (Leica DC 300).

5.3 CONTROLE DA RESISTÊNCIA MECÂNICA DAS AMOSTRAS

5.3.1 Ensaio de tração

Corpos de prova, conforme citados anteriormente foram produzidos para comparação da resistência mecânica das amostras, no ensaio de tração.

As amostras, após sua união de topo e processo de *sinterbonding*, e que tiveram resistência mecânica suficiente para tal foram usinadas, a partir da Figura 10 - Forma de posicionamento das peças para posterior processo de sinterbonding., para formato semelhante a Figura 9 - Corpo de prova de ensaio de tração, conforme MPFI-10..

Este ensaio permite caracterizar a resistência mecânica da interface e compará-las com uma amostra padrão.

Foi utilizada uma máquina universal de ensaios MTS, modelo 810, de acordo com a norma ISSO 82.

6. RESULTADOS

A partir do propósito do trabalho, de avaliar o processo de junção por sinterização – sinterbonding – através de rotas já convencionais para a indústria e usualmente aplicadas no laboratório, os parâmetros de processo não foram modificados, apenas o percentual do elemento formador de fase líquida de cada liga para avaliar o seu comportamento.

A geometria aplicada é o posicionamento de topo, sem adição de cargas para facilitar o contato.

Foi utilizado cobre neste estudo, devido ao mesmo ser complementar a outro.

Ressalta-se que foi evidenciado na revisão bibliográfica que o Cu não é o agente formador de fase líquida ideal – ao menos nas temperaturas trabalhadas -, porque ligas Fe-Cu apresentam a característica de expansão; e, para realizar o processo de junção por sinterização, espera-se que tenha fase líquida na interface da junção.

6.1 DILATOMETRIA

Conforme as curvas de dilatometria, verifica-se que na temperatura trabalhada, 1125°C, há uma expansão que fica entre 2 a 3,5% do tamanho inicial das amostras no patamar e de 0,5 e 2% após o resfriamento.

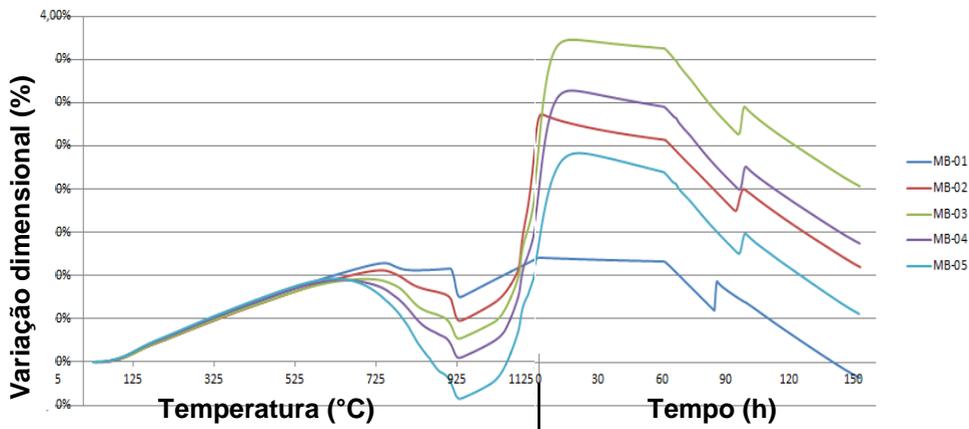


Figura 11 - Curvas de dilatometria para as ligas objeto de estudo.

O intuito de realizar sinterbonding é criar uma peça única a partir da união de duas. Pode-se afirmar que quanto maior o contato entre as superfícies a serem unidas, melhor é o mecanismo de transporte de massa entre elas e maior é a adesão. Porém, devido a rugosidade superficial dos sólidos compactados a verde, o contato não é pleno. Geram-se picos e vales, que são um grande vazio, uma grande distância a ser percorrida no caso de transporte de massa.

Tais distâncias competem com a porosidade interna do material, porosidade esta, na qual a distância entre partículas é muito menor do que a distância entre as partículas dos dois sólidos, ou seja, no caso de fase líquida, a capilaridade dos poros possui algumas ordens de grandeza maior do que a capilaridade entre os sólidos, devido às distâncias serem menores. Por isto o fluxo de fase líquida é favorecido para dentro do corpo – em direção aos poros. Para compensar isto, incrementa-se o percentual de agente formador de fase líquida, o que justifica os teores elevados de Cu nas ligas objeto de estudo.

Para melhorar a cinética de união, deve-se proporcionar um maior contato entre as superfícies, por isso em alguns casos foi adicionada pasta de cobre.

Como há uma expansão e já há uma porosidade intrínseca do processo de metalurgia do pó, a força capilar dessa porosidade tem ordem de grandeza superior.

O crescimento volumétrico apresentado por ligas ferro-cobre durante a sinterização é devido ao crescimento do parâmetro de rede do cristal pela dissolução de cobre no ferro e geração de poros secundários pela migração do líquido no momento da dispersão do líquido por molhamento. Os poros secundários formados pela dispersão do líquido não competem em força capilar com a interface, pois, não conseguiram manter o líquido ali quando este se formou.

Para contornar a expansão obtida a 1125°C, uma sugestão poderia ser trabalhar na faixa de 925 a 950°C, temperatura na qual o cobre funde, mas não possui tanta solubilidade no ferro, causando uma retração da liga, amenizando os problemas na expansão ocasionada a 1125°C.

6.2 DENSIDADE

Logo após os primeiros testes de união, verificou-se que as amostras MB-1 e MB-02 não apresentavam resistência mecânica após o processo de sinterbonding; isto é, estavam unidas, não resistiam ao

contato manual, com aplicação de leves forças e não teriam condições de serem usinadas nem caracterizar a união microestruturalmente através de um corte longitudinal da união.

Desta forma, em alguns dos resultados a seguir as mesmas foram suprimidas, por não apresentarem resultados que pudessem sofrer tratamento de dados. A opção de inserir pasta de cobre na interface da mesma também foi testada, mas não trouxe resultados que pudessem aferir uma resistência mecânica para a preparação metalográfica e usinagem de corpos de prova. Desta forma, os resultados que apresentam pasta de cobre foram suprimidos.

A Tabela 5 evidencia a densidade relativa das amostras ao longo do processo. De forma inversa, pode ser obtida a porosidade. Nesta mesma tabela temos:

- Etapa 1: A densidade aparente, que consiste na densidade que um volume de pós ocupa, esta obtida através da MPIF Standard 04.
- Etapa 2: A densidade a verde, esta obtida da compactação de uma massa de pós a 500MPa.
- Etapa 3:
 - Para amostras obtidas via simples compactação, consiste na medição da densidade de dois corpos de prova sobrepostos antes do processo de sinterbonding, para verificar se há ou não um decaimento significativo da densidade através do posicionamento de duas amostras.
 - Para as amostras submetidas ao processo de recompactação, com nomenclatura RC, consiste na medição de duas peças sobrepostas, estas após terem sido pré-sinterizadas conforme ciclo descrito na seção 4.2, recompactadas a 700MPa para então serem sobrepostas e medidas.

Nota-se que o processo de recompactação aumenta em torno de 6% a densidade do compactado nesta etapa, esta considerada um fator que irá auxiliar no processo devido à menor existência de porosidade, sendo esta a maior competidora pela fase líquida, pois é desejável que a fase líquida migre entre os dois sólidos, formando uma interdifusividade

via fase líquida, logo, a capilaridade dos poros é um fator a ser evitado, pois gera “concorrência” com esta interdifusão.

- Etapa 4: A medição após o processo de sinterbonding, onde temos um sólido rígido formado através da união de dois sólidos.

Tabela 5 – Densidade relativa dos corpos de prova ao longo do processo.

Etapa – Processo		MB-03	MB-03 – RC	MB-04	MB-04 – RC	MB-05	MB-05 RC
1	Densidade aparente	39,44%	39,44%	38,85%	38,85%	39,10%	39,10%
2	Densidade a verde	86,91%	86,91%	86,36%	86,36%	86,01%	86,01%
3	Densidade Unida	86,30%	93,78%	86,38%	93,78%	85,97%	93,95%
4	Densidade Sinterizada	82,44%	89,15%	83,27%	89,23%	83,95%	89,84%

Verificando-se os dados conforme a Figura 12, há uma grande diferença em termos de densificação e porosidade, principalmente entre as amostras submetidas via simples compactação e via dupla compactação. O desvio padrão das amostras não foi evidenciados na tabela, mas são da ordem de 0,024, o que garante uma baixa dispersão nos resultados.

Densificação ao longo do processo

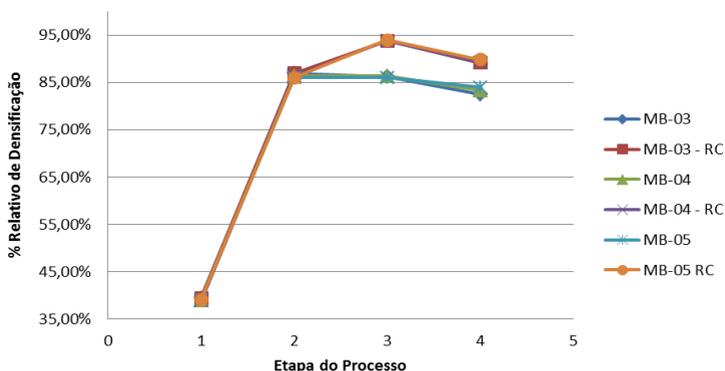


Figura 12 - Densificação relativa ao longo do processo.

6.3 UNIÃO

Adotou-se a união de dois corpos de prova cilíndricos com 25mm de diâmetro, através das suas faces, em ampla faixa de concentração de Cu.

Em ligas com 5% de Cu, houve adesão. Entretanto, a mesma não foi suficiente para que as peças pudessem ser preparadas ao manuseio comum. O mesmo ocorreu em ligas com 10%: houve a adesão, mas a mesma não foi significativa, sendo que os corpos de prova se rompiam durante a preparação para caracterização (durante o corte).

Para contornar este problema, utilizou-se a pasta de cobre e a técnica da recompactação, conforme já utilizada no TCC do aluno e na tese de doutorado da Gisele Hammes (HAMMES, 2011), sob as mesmas condições de processamento.

O intuito da pasta de cobre é melhorar a área de contato entre as duas faces. Já das amostras recompactadas é diminuir a porosidade interna e na superfície.

Houve uma melhora no âmbito de redução da porosidade; entretanto, não houve resistência mecânica ao manuseio para preparação e caracterização da união.

Tal justificativa deve-se ao fato de que para Fe5%Cu e Fe10%Cu, o Cu está no limite de solubilidade, difundindo em sua grande maioria para o Fe. O maior percentual da fase líquida constituída é transiente, com pequena parcela permanente, nesta faixa de composição e a distância média das duas faces, é maior que a média dos poros, fator que faz com a capilaridade compita muito com as faces para união.

Para conjuntos unidos, com ligas com percentual de 15 e 20%, a união foi obtida, tanto na simples quanto na recompactação e com e sem adição da pasta de cobre na interface.

As superfícies de adesão foram caracterizadas, conforme Figura 13 a Figura 16 para a Liga MB-4 (Fe15%Cu) e conforme Figura 17 a Figura 20 para a liga MB-5 (Fe20%Cu), todas comparando simples e dupla compactação e adição ou não de junta de cobre na interface.

As micrografias indicam que a recompactação diminui a quantidade de poros, com conseqüente melhora para a superfície de adesão.

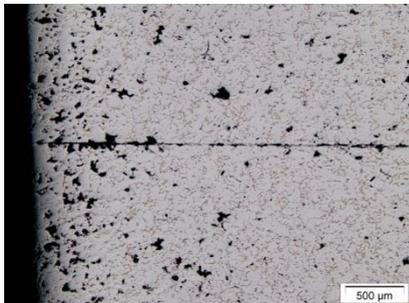


Figura 13 – Fe15%Cu – 500MPa – Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.

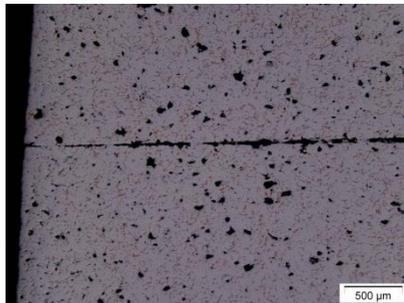


Figura 14 - Fe-15%Cu - 500MPa - Com Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.

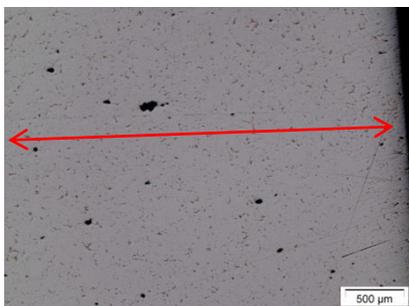


Figura 15 - Fe-15%Cu - Recompactada 500-700MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.

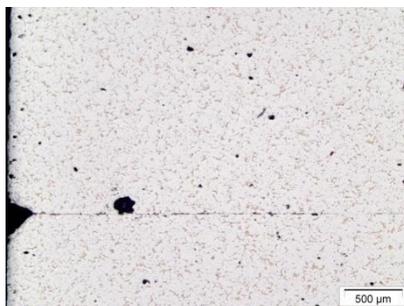


Figura 16 - Fe-15%Cu - Recompactada 500-700MPa - Com pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque.

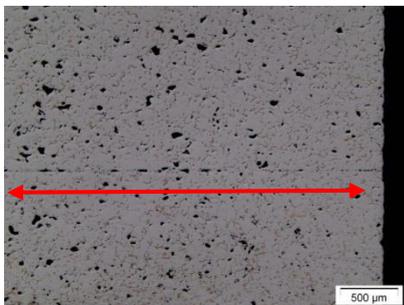


Figura 17 - Fe 20%Cu – 500MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.

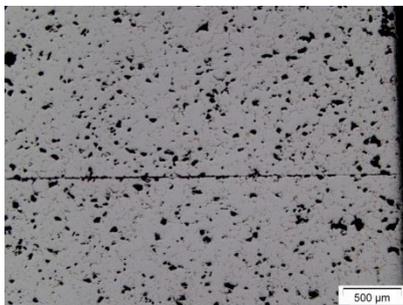


Figura 18 - Fe 20%Cu – 500MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.

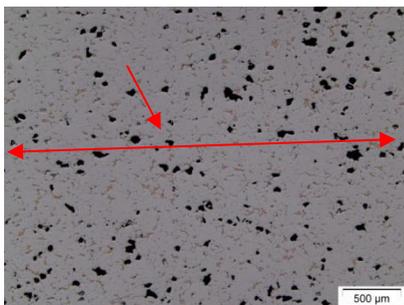


Figura 19 - Fe20%Cu – Recompactada 500-700MPa - Sem Pasta. Aumento: 50x. Sem Ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.

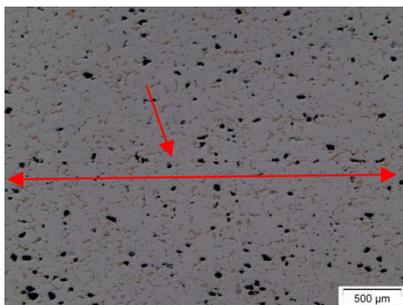


Figura 20 - Fe20%Cu - Recompactada 500-700MPa - Com Pasta. Aumento: 50x. Sem ataque. A seta indica a região de contato entre as duas superfícies.

6.4 PROPRIEDADES MECÂNICAS

As micrografias evidenciam que é possível unir duas peças, com posicionamento de topo, sem ação de força de contato. A recompactação é evidenciada como uma aliada para a união, criando grandes linhas de continuidade para as amostras de Fe15%Cu e linhas de união praticamente imperceptíveis para as amostras de Fe20%Cu.

Após o processamento e união das amostras, as mesmas foram usinadas, conforme descrição anterior. Em seguida as mesmas foram ensaiadas no ensaio de tração uniaxial e comparadas com uma amostra de referência, Figura 9 - Corpo de prova de ensaio de tração, conforme MPFI-10., também conhecida como do tipo “cotonete” e submetida as mesmas condições de processamento.

O resultado pode ser verificado no Gráfico 1, Gráfico 2 e Gráfico 3.

Há um comportamento semelhante por parte das amostras, com tensão de ruptura menor e um comportamento mais “frágil”, por não apresentarem muita deformação na região elástica comparada com a amostra referência.

Há dois itens que devem ser observados:

- a adição de cobre na matriz, não altera significativamente o limite de tensão, mas a capacidade de deformação da amostra, efeito facilmente visível comparando-se os três gráficos.
- Somente amostras de Fe20%Cu puderam ser usinadas na forma de simples compactação (500MPa). Nas demais não houve resistência mecânica suficiente para tal, elas quebravam no processo. O porquê se evidencia pela menor resistência mecânica comparada com a amostra recompactada, observável também nos gráficos.

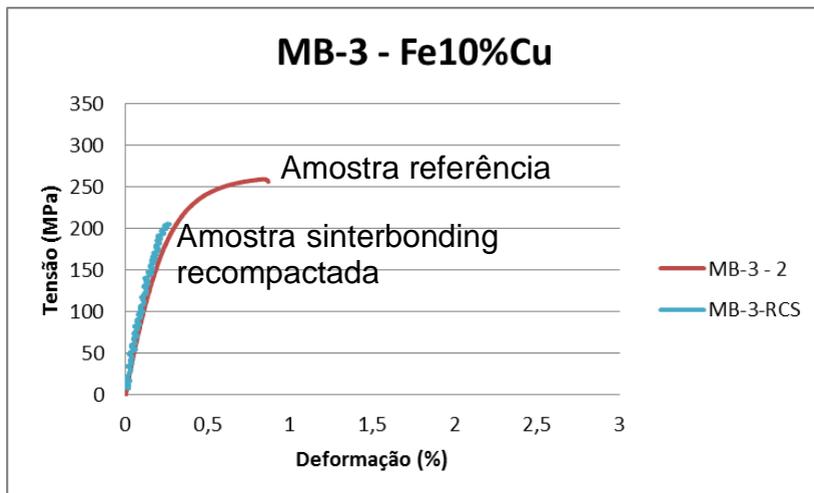


Gráfico 1 - Curva tensão-deformação para as amostras Fe10%Cu.

Observa-se que não houve amostra via simples compactação neste resultado, elas romperam durante a usinagem.

Somente amostras obtidas via dupla compactação e sem a adição de pasta de cobre tiveram resistência mecânica para tal processo.

Verifica-se na Tabela 6 dados extraídos do gráfico para comparação. Há uma diferença de 20% na resistência mecânica das amostras, porém uma diferença de 76% na sua capacidade de deformação, o que caracteriza um comportamento frágil perante a amostra referência.

Tabela 6- Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-3.

Fe10%Cu	Amostra Referência	MB-3-RCS	Dif [%]
Tensão de Ruptura [MPa]	255	203	20%
Alongamento [%]	0,83%	0,20%	76%

Para as amostras MB-4 – Fe15%Cu – novamente não houve amostra apta a ser ensaiada obtida via simples compactação. O motivo para tal é que não havia resistência mecânica destas e as mesmas romperam durante o processo de usinagem.

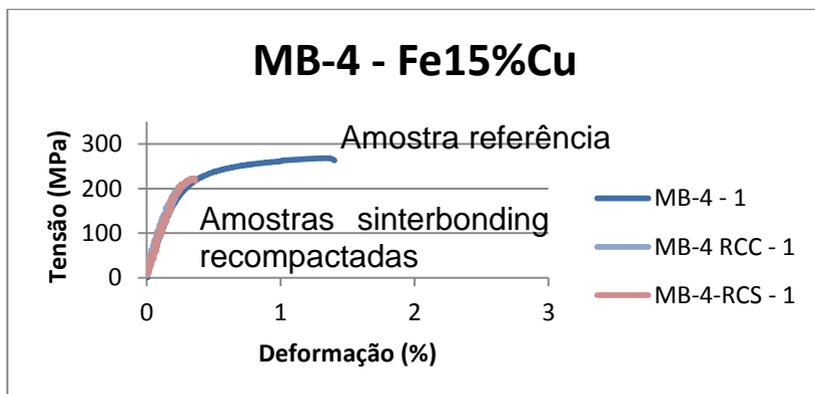


Gráfico 2 - Curva tensão-deformação para as amostras Fe15%Cu.

Verifica-se que não houve amostra obtida via simples compactação apta a usinagem sendo que as mesmas romperam durante tal processo.

Tabela 7 - Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-4.

Fe15%Cu	Amostra Referência	MB-4 RCS	Dif [%]	MB-4 RCC	Dif [%]
Tensão de Ruptura [MPa]	263	216	18%	196	25%
Alongamento [%]	1,38%	0,36%	74%	0,22%	84%

Novamente verifica-se de acordo com a Tabela 7 que há uma diferença que varia de 18 a 25% na tensão de ruptura, porém diferença esta muito superior no âmbito de capacidade de deformação das amostras.

Para as amostras Fe20%Cu, observa-se que esta foi a única liga na qual foi possível usinar amostras obtidas via simples compactação.

O resultado para tal é evidente na forma de como suas propriedades mecânicas são inferiores à liga submetido ao processo de sinterbonding e à amostra referência.

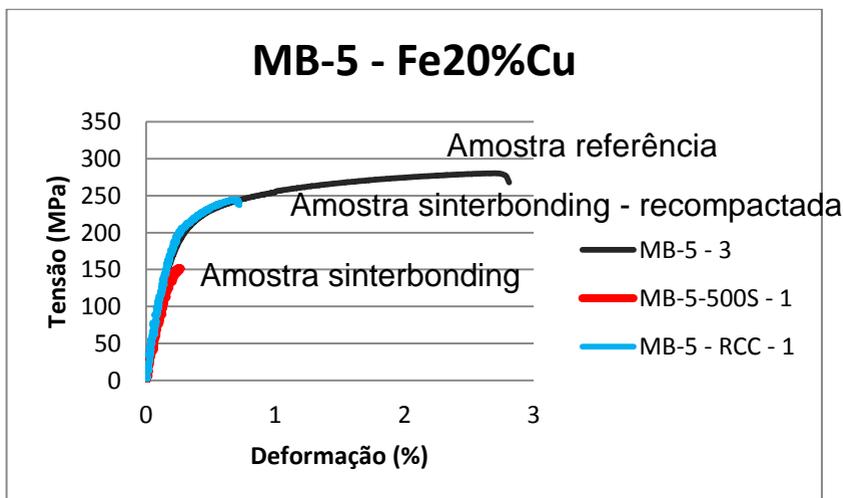


Gráfico 3 - Curva tensão-deformação para as amostras Fe20%Cu.

Tabela 8 - Tensão de ruptura e alongamento obtidos para as amostras MB-4.

Fe20%Cu	Amostra Referência	MB-5 - 500MPA -S	Dif [%]	MB-5 RCC	Dif [%]
Tensão de Ruptura [MPa]	280	151	46%	245	13%
Alongamento [%]	2,78%	0,26%	91%	0,72%	74%

Com base na Tabela 8, observam-se os mecanismos citados anteriormente.

A questão da recompactação, observável pela diferença de 46% entre a tensão de ruptura da amostra ante a amostra referência, versus uma diferença de 13% do processo oriundo da recompactação. Tal influência é observável na capacidade de deformação. Embora ambas tenham comportamento frágil comparadas à amostra referência, a amostra via simples compactação apresenta um comportamento muito mais frágil.

6.5 TESTE DE POSICIONAMENTO POR INTERFERÊNCIA

Nos tópicos anteriores foi demonstrado o processo de sinterbonding através do posicionamento de topo. Foi provado que é possível, embora com utilização de elevado percentual de elemento formador de fase líquida.

Na indústria e em outros segmentos este não é o mais usual. A forma mais aplicável é o posicionamento com pressão de contato e/ou leve interferência. A pressão de contato favorece a aproximação das superfícies e ainda pode apresentar uma deformação localizada, o que diminui as distâncias necessárias para a interdifusão, sendo que haverá uma menor competição entre a interface e os poros e favorecerá o processo de união. Logo, o posicionamento por interferência é uma maneira mais aplicável comercialmente.

Para isto, utilizamos duas amostras, com 25mm de diâmetro, usinadas na forma macho-fêmea, de formato cônico, com angulação diferente, para que houvesse uma superfície de contato, semelhante à representada no corte da seção longitudinal da Figura 21.

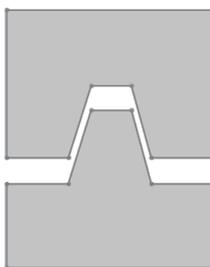


Figura 21- Representação das amostras para processo de sinterbonding por interferência.

O uso de tal geometria é interessante, porém fatores como controle de área de contato são de difícil controle, por isto não foram abordados.

A amostra escolhida para tal procedimento foi a MB-4 – Fe15%Cu -, e para que as mesmas pudessem ser unidas, estas tiveram que ser pré-sinterizadas, para obter resistência mecânica suficiente e não trincassem. Os parâmetros de processo foram os mesmos utilizados na seção 4.1, 4.2e 4.3.

Após a pré-sinterização, as amostras foram posicionadas por interferência, com força de 10.000N (1 tonelada) e submetidas ao processo de sinterbonding em condições idênticas às utilizadas anteriormente.

Após a realização do processo, as amostras foram preparadas metalograficamente e analisadas, conforme Figura 22 a Figura 24

Verifica-se que onde não há pleno contato, são poucos os pontos de adesão e que onde há muito contato, é difícil encontrar o limite entre os dois corpos, sendo que ambos se comportam como um só e, onde há distanciamento médio, há a presença de uma linha tênue que evidencia o contato, conforme nas representações abaixo.

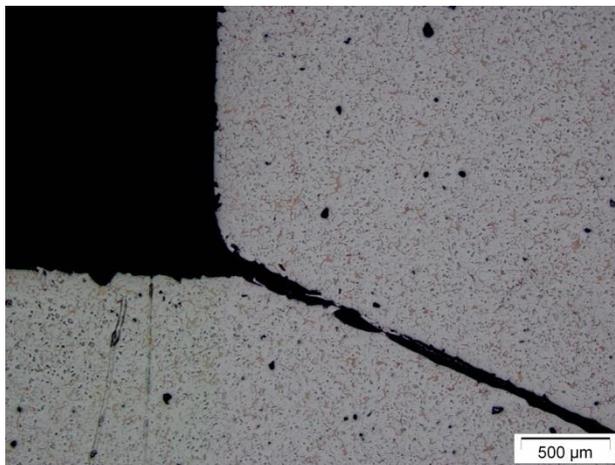


Figura 22 – Vista da superfície MB-4, região de não contato. Aumento: 50x. Sem ataque.

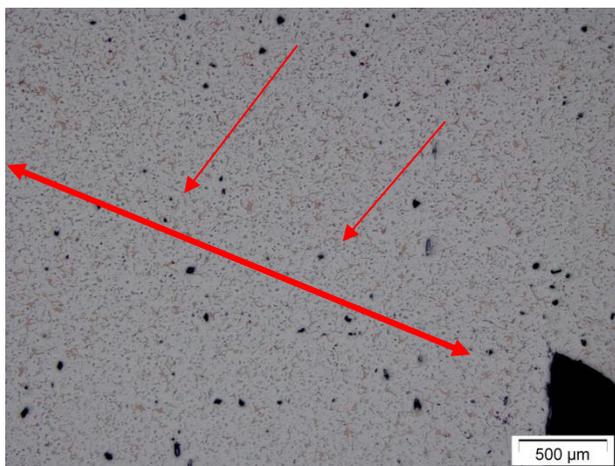


Figura 23 – Vista da superfície MB-4, região de contato. Aumento: 50x. Sem ataque. As setas indicam a região de contato entre as duas superfícies.

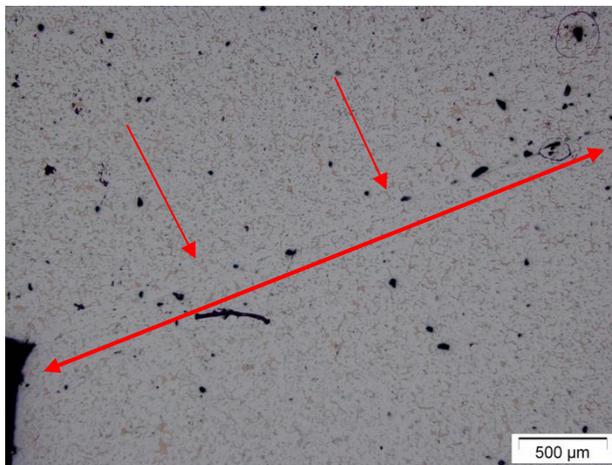


Figura 24 – Vista da superfície MB-4, região de contato. Linha da união visível.. Aumento: 50x. As setas indicam a região de contato entre as duas superfícies.

Sendo assim é possível concluir que para facilitar o mecanismo de sinterbonding, é crucial trabalhar com a região de contato, fator evidenciado pelas imagens que mostram claramente três pontos coexistentes na mesma amostra: com pouco ou nenhum contato, com muito contato e com médio contato respectivamente.

Tais amostras foram rompidas, porém devido ao fato de não haver controle exato da área de contato, não é possível realizar a conversão das áreas, de modo a se obter valores de tensão.

7. SÍNTESE E DISCUSSÃO GERAL DOS RESULTADOS

O objetivo deste trabalho, junção de compactados ferrosos via sinterização por fase líquida é unir dois corpos, concomitantemente ao seu processo de sinterização, através do mecanismo denominado sinterbonding.

Para isto, utilizou-se o cobre, elemento formador de fase líquida mais utilizado comercialmente e um posicionamento de topo por parte das amostras. Ressalta-se que ambos não são ideais, porém apresentaram resultados satisfatórios, comprovando a viabilidade do processo.

Os resultados evidenciados principalmente pelos gráficos de tensão deformação e gráficos subsequentes indicam que foram obtidas tensões de ruptura com diferença de 20% em relação a amostra referência, porém com significativa diferença em relação ao alongamento (deformação), de 70% a 90%, sendo o processo caracterizado como bonding, ou mecanismo de “colagem”.

Como os resultados obtidos são para características de processo e de liga não ideais (elemento formador de fase líquida que apresenta inchamento e processo de posicionamento sem adição de cargas), foi realizada uma contraprova utilizando outra forma de posicionamento, por interferência e com a utilização de uma carga. Nas micrografias obtidas para tal processo, onde realmente houve contato entre as amostras é difícil caracterizar a linha de união. O que leva a concluir que os mecanismos de contato e a caracterização destes são fundamentais para o processo.

Na tentativa de caracterizar o contato entre as amostras, foi realizado o acompanhamento geométrico destas em cada etapa do processo.

Um dos principais dados, as alturas individuais das amostras e a altura após o contato destas para executar o processo não é conclusiva, pois, mesmo utilizando o mesmo equipamento de medição para todas as amostras, os desvios padrões impossibilitaram maiores conclusões. Há dois motivos principais para isto:

- Posicionamento do conjunto de punções na matriz é manual, o que gera desvios de paralelismo entre as superfícies;
- São gerados cantos vivos nas amostras, estes que mesmo lixados para a medição, ainda exercem influência na medição.

Sendo assim, não foi possível determinar a distância exata entre as superfícies, o que dificulta caracterizar a diferença de união após o processo e antes do processo.

Outro aspecto interessante é o efeito da dupla compactação. Embora esta fuja ao escopo do trabalho, tanto graficamente, nas curvas do ensaio mecânico como visualmente, nas micrografias, é nítido o seu efeito tendo em vista a diminuição da porosidade do material, o que ajudou no processo de união como um todo, devido aos menores tamanhos e menor quantidade de poros disponíveis para a fase líquida excedente, que não entrou em solução sólida com o Fe.

8. CONCLUSÕES

Para os processos e materiais obtidos houve o processo de *sinterbonding*, com diferença de 20% na tensão de ruptura, porém perda significativa na capacidade de deformação ou resistência a impactos, esta da ordem de 70% a 90%

Para condições melhoradas, onde houve pressão de contato, o resultado óptico da união apresenta melhoria considerável, uma vez que há praticamente união total entre os dois corpos que foram unidos durante o processo de *sinterbonding*,

Necessita-se realizar mais estudos, com outros agentes formadores de fase líquida, no âmbito de temperatura e molhamento, e outras superfícies mais propícias para a união, com menor distância entre as superfícies.

9. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- **ASTM-E8: Standard methods of tension testing of metallic materials.** American Society for Testing and Materials.
- **BECKER, R.P Estudo de rotas de processamento para a produção de compósito autolubrificante a seco.** TCC (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Mecânica), Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.
- **BOICKO, A.L. Estudo da união de componentes de ligas ferrosas por sinterização.** Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais), Departamento de Engenharia Mecânica, Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2011.
- ..
- **BRAZETEC, Principles of Brazing Technology,** disponível em www.technicalmaterials.unicore.com/en/br/brazingcenter, acesso em 15/08/2013.
- **BRAZING ALLOYS,** site, disponível em <http://www.brazingalloys.net/>, acesso 14 Out, 2011.

- GERMAN, R.M. **Powder metallurgy science**. 2nd ed. Princeton, New Jersey. Metal Powder Industries Federation, 472p., 1994.
- GERMAN, R.M. **Powder Metallurgy of Iron and Steel**. 1st. ed. New York: J. Wiley & Sons, 496 p., 1998 .
- GERMAN, R.M. **Powder metallurgy and particulate materials processing**, 1st. ed. Princeton, New Jersey. Metal Powder Industries Federation, 528 p., 2005.
- GERMAN, R.M.; SURI, P.; PARK, S.J. **Review: liquid phase sintering**. Journal of Materials Science, 44, p.1-39, 2009.
- GUEDES, A. J. R. **Ligação de uma liga γ -TiAl por brasagem por difusão**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica), Universidade do Minho, 2004.
- DERBY, B.; WALLACH, E.R. **Theoretical model for diffusion bonding**. Artigo – Department of Metallurgy and Materials Science, University of Cambridge, 1982.

- **GHOVANLOU, M.K.; JAHED, H.; KHAJEPOUR, A. Mechanical reliability characterization of low carbon steel brazed joints with copper filler metal.** Artigo – Department of Mechanical and Mechatronics Engineering, University of Waterloo, Waterloo, Ontario, Canada, 2011.
- **HAMMES, G. Compósitos sinterizados autolubrificantes de elevada resistência mecânica e baixo coeficiente de atrito,** Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Santa Catarina, 2011.
- **KANG, S-J. Sintering: Densification, Grain Growth & Microstructure.** Elsevier Butterwrth-Heinemann. 267 p., 2005.
d
- **KAYSSER, W. A. Dr. Thesis - University of Stuttgart,** 1978.
- **KLEIN, A.N. Metalurgia do pó. Notas de Aula da Disciplina Processamento de Materiais a Partir do Pó.** Apostila – Curso de pós-Graduação em Ciência e

Engenharia dos Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004. Digitalizado.

- JACOBSON, D. M.; HUMPSTON, G. **Principles of Brazing**. ASM International, 2005. 268p.
- MACHADO, R.; Klein A. N., **Projeto, construção e homologação de um reator industrial para extração de ligantes e sinterização assistidos por plasma (PADS) de peças injetadas**, dissertação, Curso de pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, 2007.
- NARASIMHAN, K.S. **Sintering of powder mixtures and the growth of ferrous powder metallurgy**, Materials Chemistry and Physics, v. 67, p. 56-65, 2001.
- NEVES, M. D. M. **Sinterização de misturas de pós de ligas de ferro para aplicações automotivas**. Tese (Doutorado em Ciências em Tecnologia Nuclear-Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

- **MACDONALD, W.D.; EAGAR, T.W. Transient liquid phase bonding processes.** Artigo – Department of Materials Science and Engineering, Massachusetts Institute Of Technology, Cambridge, 1992.
f
- **MAGEE, B. E. Mechanisms of liquid-phase sintering in Fe-Cu mixture.** Thesis for the degree of master of applied science. Department of Metallurgy, The University of British Columbia, 1975.
.
- **METALS HANDBOOK.** American Society for Metals, v. 8, p. 293, OHIO, 1973.
- **MPFI-04: Method for measuring the volume of the apparent density cup used with the Hall apparatus.** Standard Test Methods for Metal Powder Metallurgy Products, Metal Powder Industries Federation - MPIF, 1988.
- **MPFI-10: Method for preparing and evaluating tensile specimens of powder metallurgy materials.** Standard Test Methods for Metal Powder Metallurgy

Products, Metal Powder Industries Federation – MPIF, 1998.

- **RECOMPÓ - Rede Cooperativa de Metalurgia do Pó, Curso básico de metalurgia do pó módulo 2, disponível em:**
http://www.recompo.com.br/index.php?option=com_content&task=view&id=38&Itemid=46> Acesso em 12 Nov, 2010.
- SELCUK, S.; BOND, S.; WOOLLIN, P.. **Joining processes for powder metallurgy parts: a review.** Powder Metallurgy, Cambridge, v. 1, n. 53, p.7-11, 2010.
- THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **An Introduction to powder metallurgy.** Cambridge: The Institute of Materials, 332 p., 1993.
- ZHANG, S. X. et al. *Sinter bonding sticks MIM ahead again*, Metal Powder Report, v. 58, p. 20-23, 2003.