

**HERSON CARLOS FUCHS**

**ESTUDO DO TAMANHO DE GRÃO EM AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS  
EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO**

**CURITIBA**

**2008**

# **Livros Grátis**

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

**HERSON CARLOS FUCHS**

**ESTUDO DO TAMANHO DE GRÃO EM AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS  
EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO**

**Dissertação apresentada como requisito para  
obtenção do título de Mestre em Engenharia  
Mecânica do curso de Mestrado em Engenharia  
Mecânica da Universidade Federal do Paraná,  
na área de concentração Manufatura.**

**Orientador: Prof. Dr. Silvio Francisco Brunatto**

**CURITIBA**

**2008**

## TERMO DE APROVAÇÃO

À minha namorada Daniela Busmann,  
que sempre me manteve motivado;

À minha mãe Maria de Lourdes, que sempre  
incentivou a busca do conhecimento.

## **AGRADECIMENTOS**

Ao Prof. Dr. Silvio Francisco Brunatto, pela orientação, dedicação, incentivo e confiança em mim depositada.

À empresa Robert Bosch Ltda., pelo apoio à pesquisa.

Ao amigo Wilson Miccoli, que sempre incentivou a busca de conhecimento.

À minha namorada Daniela Bussmann, pelo apoio, paciência e compreensão principalmente nos momentos difíceis.

À minha família, pela educação que recebi e pela formação de meu caráter.

Aos meus grandes amigos, em especial aos “Amigos da Bosch”, pelo incentivo, compreensão e apoio.

Aos amigos Sergio Medeiros e Alba Turin, do Laboratório de Materiais da Bosch, pela grande ajuda que deram durante todo o curso.

Aos colegas do Laboratório de Engenharia de Superfícies da UFPR, em especial ao Feliciano José Ricardo Cangue, pela ajuda prestada durante as análises.

Ao Professor Kleber Daum Machado, do Departamento de Física da UFPR, pelas análises realizadas.

À Universidade Federal do Paraná, pela oportunidade.

A todos aqueles que, de uma maneira ou de outra, também contribuíram para o desenvolvimento desse trabalho.

## RESUMO

A metalurgia do pó é um processo de fabricação que vem se desenvolvendo de modo crescente, por permitir a produção de peças na geometria e dimensões finais ou quase finais, dentro de tolerâncias bastante apertadas. Uma das etapas do processo de fabricação por metalurgia do pó é a sinterização, que é a etapa que propicia a resistência mecânica e outras propriedades ao material compactado. A sinterização em descargas elétricas dentro do regime anormal é um método de sinterização que apresenta uma série de vantagens dada a versatilidade que pode ser obtida, adequando-se aspectos de projeto com os diversos parâmetros de processo. Tendo em vista a atual importância da metalurgia do pó como um processo de fabricação de produtos acabados, bem como o uso cada vez mais freqüente do plasma para a sinterização de pós metálicos, buscou-se entender melhor o processo de sinterização de pós de ferro em descarga elétrica de cátodo oco. No presente trabalho, deu-se especial enfoque ao estudo do tamanho de grão de amostras de ferro sinterizadas por esse processo, visto que o tamanho de grão do produto acabado influencia diretamente nas propriedades mecânicas do mesmo. Em um primeiro momento, estudou-se a influência dos parâmetros de processo (tempo, temperatura, espaço entre-cátodos e pressão) no tamanho de grão de amostras de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco. Os resultados de tamanho de grão ASTM e diâmetro de Ferret apresentaram dispersões significativas, permitindo concluir que a variação dos parâmetros estudados não influenciou significativamente no tamanho de grão de amostras de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco, nas condições analisadas. Em um segundo momento, avaliou-se o tamanho de grão dessas amostras sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco comparativamente com amostras de ferro sinterizadas convencionalmente. Conclui-se que o uso da técnica de descarga elétrica de cátodo oco para a sinterização de ferro puro, nas condições analisadas, apresentou crescimento em excesso de grão, não havendo otimização mesmo com a variação dos parâmetros de processo estudados. Portanto, caso busque-se obter ferro puro com uma microestrutura refinada, a técnica de sinterização utilizada, dentro dos parâmetros estudados, não é recomendada. Entretanto, para fins científicos, a utilização da referida técnica é de grande importância para o entendimento da influência do plasma na sinterização de produtos acabados.

Palavras-chave: Tamanho de grão de ferro sinterizado. Descarga elétrica de cátodo oco.

## ABSTRACT

The powder metallurgy is a manufacturing process that has been developing increasingly, because it allows the production of parts near net shape within very tight tolerances. One of steps in manufacturing process by powder metallurgy is the sintering, which is the step that provides the mechanical strength and other properties to the material compressed. The sintering process by electrical discharges within the abnormal regime is a sintering method which presents a number of advantages because of the versatility that can be obtained, adjusting aspects of project with different process parameters. Watching the current importance of powder metallurgy as a manufacturing process of finished products, as well the increasingly frequent use of plasma for sintering of metallic powders, it was tried to better understand the sintering process of iron powders by electrical discharge of hollow cathode. In this work, there was a special focus in the study of grain size of samples of iron sintered by this process, once the grain size of finished product affect directly the mechanical properties of itself. Firstly, it was studied the influence of process parameters (time, temperature, space between cathodes and pressure) on the grain size of iron samples sintered by electrical discharge of hollow cathode. Results of ASTM grain size and Ferret diameter presented significant dispersions, allowing to conclude that the variation of studied parameters did not affect significantly the grain size of iron samples sintered by electrical discharge of hollow cathode, in the analyzed conditions. Secondly, it was evaluated the grain size of these samples sintered by electrical discharge of hollow cathode compared against iron samples sintered conventionally. It is possible to conclude that the utilization of electrical discharge of hollow cathode technique for sintering of pure iron, in the analyzed conditions, showed excessive grain growth, with no optimization even with the variation of the process parameters studied. Therefore, if it is desired to obtain pure iron with a refined microstructure, the sintering technique used, within studied parameters, is not recommended. However, for scientific proposes, the use of this technique has great importance for the understanding of the influence of plasma in sintering of finished products.

Key words: Grain size of sintered iron. Electrical discharge of hollow cathode.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1	- DIAGRAMA DE FASES PARA O FERRO .....	16
FIGURA 2	- REPRESENTAÇÕES ESQUEMÁTICAS DA (a) DIFUSÃO POR LACUNA E (b) DIFUSÃO INTERSTICIAL .....	18
FIGURA 3	- DIAGRAMAS ESQUEMÁTICOS DOS VÁRIOS ESTÁGIOS NA SOLIDIFICAÇÃO DE UM MATERIAL POLICRISTALINO .....	20
FIGURA 4	- DIAGRAMA ESQUEMÁTICO MOSTRANDO CONTORNOS DE GRÃO DE BAIXO E DE ALTO ÂNGULOS, BEM COMO AS POSIÇÕES ATÔMICAS ADJACENTES .....	21
FIGURA 5	- O MOVIMENTO DE UMA DISCORDÂNCIA À MEDIDA QUE ELA ENCONTRA UM CONTORNO DE GRÃO .....	22
FIGURA 6	- A INFLUÊNCIA DO TAMANHO DO GRÃO SOBRE O LIMITE DE ESCOAMENTO DE UM AÇO COM MICROESTRUTURA BAINÍTICA .....	23
FIGURA 7	- REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO CRESCIMENTO DOS GRÃOS ATRAVÉS DE DIFUSÃO ATÔMICA .....	24
FIGURA 8	- O LOGARITMO DO DIÂMETRO DE GRÃO EM FUNÇÃO DO LOGARITMO DO TEMPO PARA CRESCIMENTO DE GRÃO NO FERRO A VÁRIAS TEMPERATURAS .....	24
FIGURA 9	- PRINCIPAIS ETAPAS DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE COMPONENTES MECÂNICOS FERROSOS VIA METALURGIA DO PÓ .....	27
FIGURA 10	- REGIÃO DE CONTATO ENTRE PARTÍCULAS. (a) ANTES DA SINTERIZAÇÃO; (b) FORMAÇÃO DOS “NECKS”; (c) ARREDONDAMENTO E COALESCIMENTO DOS POROS .....	32
FIGURA 11	- MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO EM UM CONTATO ENTRE DUAS PARTÍCULAS. (1) DIFUSÃO SUPERFICIAL, (2) EVAPORAÇÃO E RECONDENSAÇÃO, (3) DIFUSÃO VOLUMÉTRICA E (4) DIFUSÃO EM CONTORNO DE GRÃO .....	33
FIGURA 12	- CURVA CARACTERÍSTICA CORRENTE-VOLTAGEM INDICANDO OS DIVERSOS REGIMES DE DESCARGAS ELÉTRICAS .....	35
FIGURA 13	- ESQUEMA DO FUNCIONAMENTO DE UMA FONTE DE POTÊNCIA DE TENSÃO PULSADA COM ONDA QUADRADA .....	36
FIGURA 14	- DISTRIBUIÇÃO DE POTENCIAL DE PLASMA E MECANISMO DE TROCA DE CARGA NA BAINHA .....	38
FIGURA 15	- INTERAÇÃO ENTRE AS ESPÉCIES DO PLASMA COM A SUPERFÍCIE EM TRATAMENTO .....	39
FIGURA 16	- APARATO UTILIZADO POR BRUNATTO PARA SINTERIZAÇÃO EM DECO .....	43
FIGURA 17	- GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO .....	44
FIGURA 18	- GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO .....	45
FIGURA 19	- GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DO ESPAÇO ENTRE-CÁTODOS .....	45
FIGURA 20	- GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DA PRESSÃO .....	46
FIGURA 21	- MEDIÇÃO DO DIÂMETRO DE FERRET EM DUAS DIREÇÕES DISTINTAS .....	55
FIGURA 22	- EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO. (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 120 min, (d) 240 min .....	58
FIGURA 23	- INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET .....	60
FIGURA 24	- MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM (a) 30 min E (b) 240 min DE PROCESSAMENTO .....	62
FIGURA 25	- EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA. (a) 1050 °C, (b) 1150 °C, (c) 1250 °C .....	63

FIGURA 26 - INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET .....	63
FIGURA 27 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM TEMPERATURAS DE PROCESSAMENTO DE (a) 1050 °C E (b) 1250 °C .....	65
FIGURA 28 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE CÁTODOS. (a) 3,2 mm, (b) 5,8 mm, (c) 9,2 mm .....	66
FIGURA 29 - INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADO EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET .....	66
FIGURA 30 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM ESPAÇO RADIAL ENTRE CÁTODOS DE (a) 3,2 mm E (b) 9,2 mm .....	68
FIGURA 31 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE TRABALHO. (a) 1 Torr, (b) 3 Torr, (c) 6 Torr, (d) 9 Torr .....	69
FIGURA 32 - INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADO EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET .....	69
FIGURA 33 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM PRESSÕES DE TRABALHO DE (a) 1 Torr, (b) 6 Torr .....	71
FIGURA 34 - MICROGRAFIA DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO (a) E DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA CONVENCIONALMENTE (b), AUMENTO DE 100X .....	72
FIGURA 35 - COMPARATIVO ENTRE O TAMANHO DE GRÃO DE UMA AMOSTRA SINTERIZADO CONVENCIONALMENTE E DE UMA AMOSTRA SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET .....	72
FIGURA 36 - DIFRATOMETRIA DE RAIO-X. a) SINTERIZADO EM DECO; b) SINTERIZADO CONVENCIONALMENTE.....	74
FIGURA 37 - MICROGRAFIA DE EXEMPLO DE CÁLCULO DO DIÂMETRO ASTM. AUMENTO DE 100 X.....	84

## LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

<b>ASTM</b>	- "American Society for Testing And Materials"
<b>ABNT</b>	- Associação Brasileira de Normas Técnicas
<b>CCC</b>	- Cúbico de Corpo Centrado
<b>CFC</b>	- Cúbico de Face Centrada
<b>DECO</b>	- Descarga Elétrica de Cátodo Oco
<b>F</b>	- Diâmetro de Ferret
<b>ddp</b>	- Diferença de potencial
<b>E<sub>c</sub></b>	- Energia cinética do íon incidente;
<b>a</b>	- Espaço radial entre-cátodos
<b>d</b>	- Espessura da bainha catódica
<b>HC</b>	- Hexagonal Compacto
<b>MP</b>	- Metalurgia do Pó
<b>MPC</b>	- Metalurgia do Pó Convencional
<b>MPF</b>	- Metalurgia do Pó Ferrosa
<b>N<sub>AE</sub></b>	- Número de grãos por polegada quadrada em 100X de aumento
<b>G</b>	- Número de tamanho de grão ASTM
<b>V<sub>PL</sub></b>	- Potencial de plasma
<b>p</b>	- Pressão
<b>SPP</b>	- Sinterização por Plasma
<b>TFP</b>	- Técnica de Forjamento de Pós
<b>T</b>	- Temperatura de sinterização
<b>t<sub>DES</sub></b>	- Tempo de pulso desligado da fonte
<b>t<sub>LIG</sub></b>	- Tempo de pulso ligado da fonte
<b>t</b>	- Tempo de sinterização
<b>V<sub>p</sub></b>	- Tensão de pico do pulso da fonte
<b>V<sub>m</sub></b>	- Tensão média efetiva no processo

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>13</b>
<b>2 TRANSFORMAÇÕES TERMICAMENTE ATIVADAS DO FERRO</b> .....	<b>15</b>
2.1 ALOTROPIA DO FERRO .....	15
2.2 AUTODIFUSÃO DO FERRO .....	15
2.2.1 Difusão por lacuna .....	17
2.2.2 Difusão intersticial.....	17
2.2.3 Coeficiente de difusão .....	18
2.2.4 Formação de contornos de grão.....	19
2.2.5 Aumento de resistência pela redução no tamanho de grão.....	21
2.2.6 O Fenômeno de crescimento de grão .....	23
<b>3 METALURGIA DO PÓ</b> .....	<b>25</b>
3.1 METALURGIA DO PÓ FERROSA.....	25
3.1.1 Etapas do processo de fabricação na metalurgia do pó .....	26
3.1.1.1 Obtenção de pós de ferro .....	27
3.1.1.2 Mistura de pós .....	29
3.1.1.3 Compactação de pós.....	30
3.1.1.4 Sinterização .....	30
<b>4 SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO</b> ..	<b>34</b>
4.1 O REGIME DE DESCARGA ANORMAL .....	34
4.2 POTENCIAL DO PLASMA E COLISÕES NA BAINHA CATÓDICA .....	37
4.3 INTERAÇÃO PLASMA-SUPERFÍCIE: AQUECIMENTO E “SPUTTERING” ....	38
4.4 DESCARGA ELÉTRICA EM CÁTODO OCO .....	41
4.4.1 Crescimento de grão na sinterização em descargas elétricas de compactados de pó de ferro .....	47
<b>5 MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>52</b>
5.1 MATÉRIA-PRIMA .....	52
5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS .....	52
5.2.1 Preparação metalográfica das amostras de ferro sinterizadas .....	52
5.2.2 Determinação do tamanho de grão ASTM.....	53
5.2.3 Determinação do diâmetro de Ferret .....	55
5.2.4 Difração de raios-X .....	55

5.3	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DA DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO NO TAMANHO DE GRÃO DAS AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS .....	56
5.4	ESTUDO COMPARATIVO DO TAMANHO DE GRÃO ENTRE AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS EM DECO E CONVENCIONALMENTE .....	57
<b>6</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>58</b>
6.1	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE TRATAMENTO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO.....	58
6.2	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE TRATAMENTO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO.....	62
6.3	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO.....	65
6.4	ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE TRABALHO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO.....	68
6.5	ESTUDO COMPARATIVO ENTRE AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS EM DECO E SINTERIZADAS CONVENCIONALMENTE.....	71
<b>7</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>75</b>
7.1	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS .....	76
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>77</b>
	<b>APÊNDICE 1 – GASES: FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....</b>	<b>82</b>
	<b>APÊNDICE 2 – EXEMPLO DE CÁLCULO DE DIÂMETRO ASTM.....</b>	<b>84</b>
	<b>APÊNDICE 3 – ESTUDO DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO.....</b>	<b>85</b>
	<b>APÊNDICE 4 – ESTUDO DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO.....</b>	<b>94</b>
	<b>APÊNDICE 5 – ESTUDO DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO .....</b>	<b>101</b>
	<b>APÊNDICE 6 – ESTUDO DA PRESSÃO DE TRABALHO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO.....</b>	<b>108</b>

<b>APÊNDICE 7 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA CONVENCIONALMENTE .....</b>	<b>117</b>
---	------------

## 1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é um processo de fabricação de peças na geometria e dimensões finais (peças acabadas) ou quase finais (peças semi-acabadas) em materiais metálicos, cerâmicos e compósitos particulados. O processo pode ser realizado na ausência ou na presença apenas parcial de fase líquida, e possui a habilidade da obtenção de características estruturais e físicas distintas dos demais processos e, em alguns casos, únicas (DELFORGE, 2007).

A fabricação pelas técnicas da metalurgia do pó torna-se mais econômica à medida que as peças a serem produzidas forem mais intrincadas e o número de peças iguais em série for mais elevado. Além disso, considerando o elevado custo dos pós utilizados, quanto menor a massa de cada peça, maior a competitividade do processo (BRUNATTO, 2000).

A metalurgia do pó pode ser dividida em diversas etapas, entretanto é a etapa chamada de sinterização que propicia a resistência mecânica ao material. A sinterização é realizada em fornos e geralmente ocorre em temperaturas que variam entre  $2/3$  e  $4/5$  da temperatura de fusão do metal ou da liga metálica (DELFORGE, 2007).

Por outro lado, a utilização da tecnologia de plasma para a etapa de sinterização vem apresentando um destaque cada vez maior. Isto decorre principalmente pela capacidade quase ilimitada em se poder variar as microestruturas, composições dos materiais e condições de processo, o que resulta em uma larga gama de diferentes métodos (BRUNATTO, 2000).

Sob este ponto de vista, o estudo do processamento de materiais utilizando descargas elétricas de corrente contínua ou pulsada dentro do regime anormal tem apresentado interesse especial dada a versatilidade que pode ser obtida, adequando-se aspectos de projeto com os diversos parâmetros de processo (BRUNATTO, 2000).

Um fenômeno das descargas elétricas em regime anormal, há muito conhecido, é o efeito de cátodo oco, onde o confinamento geométrico do plasma tende a concentrar as reações de ionização, elevando a densidade de corrente e, conseqüentemente, as temperaturas do gás e do cátodo a níveis significativos (BRUNATTO, 2000).

Tendo em vista a atual importância da metalurgia do pó como um processo de fabricação de produtos acabados, bem como o uso cada vez mais freqüente do plasma para a sinterização de pós metálicos, busca-se entender melhor o processo de sinterização de pós de ferro em descarga elétrica de cátodo oco. No presente trabalho, especial enfoque é dado ao estudo do tamanho de grão de amostras de ferro sinterizadas por esse processo, visto que o tamanho de grão do produto acabado influencia diretamente nas propriedades mecânicas do mesmo.

Em um primeiro momento, é realizado o estudo da influência dos parâmetros de processo (tempo, temperatura, espaço entre-cátodos e pressão) no tamanho de grãos de amostras de ferro puro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco. Na seqüência, é avaliado o tamanho de grão dessas amostras sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco comparativamente com amostras de ferro sinterizadas convencionalmente.

## 2 TRANSFORMAÇÕES TERMICAMENTE ATIVADAS DO FERRO

### 2.1 ALOTROPIA DO FERRO

Alguns metais podem ter mais do que uma estrutura cristalina, um fenômeno conhecido como polimorfismo. Quando encontrado em sólidos elementares (por exemplo: um metal puro), esta condição é frequentemente conhecida como alotropia. A estrutura cristalina que prevalece depende tanto da temperatura como da pressão externa (CALLISTER Jr., 2000, cap. 3).

O ferro puro é um exemplo típico de material que apresenta alotropia, pois ao ser aquecido (a pressão ambiente), experimenta duas alterações na sua estrutura cristalina antes de se fundir. À temperatura e pressão ambiente, a forma estável, conhecida por ferrita, ou ferro  $\alpha$ , possui uma estrutura cristalina CCC. A ferrita experimenta uma transformação polimórfica para austenita, com estrutura cristalina CFC, ou ferro  $\gamma$ , à temperatura de 912 °C. Essa austenita persiste até 1394 °C, temperatura em que a austenita CFC reverte novamente para uma fase com estrutura CCC, conhecida por ferrita  $\delta$ , a qual finalmente se funde a uma temperatura de 1538 °C (CALLISTER Jr., 2000, cap. 9).

Além da temperatura, a pressão também exerce influência sobre a estrutura cristalina do ferro, como pode ser visto no diagrama de fases do ferro, Figura 1. Para pressões elevadas, em uma determinada faixa de temperaturas, existe uma forma alotrópica chamada ferro  $\epsilon$ , com estrutura cristalina HC (CANNON, 1974).

### 2.2 AUTODIFUSÃO DO FERRO

A difusão é um fenômeno de transporte de material através do movimento dos átomos, ou seja, é a migração em etapas dos átomos de um sítio para outro sítio do retículo cristalino (CALLISTER Jr., 2000, cap. 5). Quando se tem átomos de tipos diferentes se difundindo, o fenômeno de difusão é chamado mais especificamente de interdifusão, como a difusão de átomos de um metal para dentro

de outro metal. Entretanto, a difusão também ocorre nos metais puros, porém nesse caso todos os átomos que estão mudando de posição são do mesmo tipo; esse fenômeno é conhecido mais especificamente como autodifusão. Como será visto no item 2.2.6, o crescimento de grão é um fenômeno difusional. Em se tratando de ferro puro, podemos dizer então que o fenômeno da autodifusão é essencial para esse estudo, em que se avalia o tamanho de grão das amostras sinterizadas.

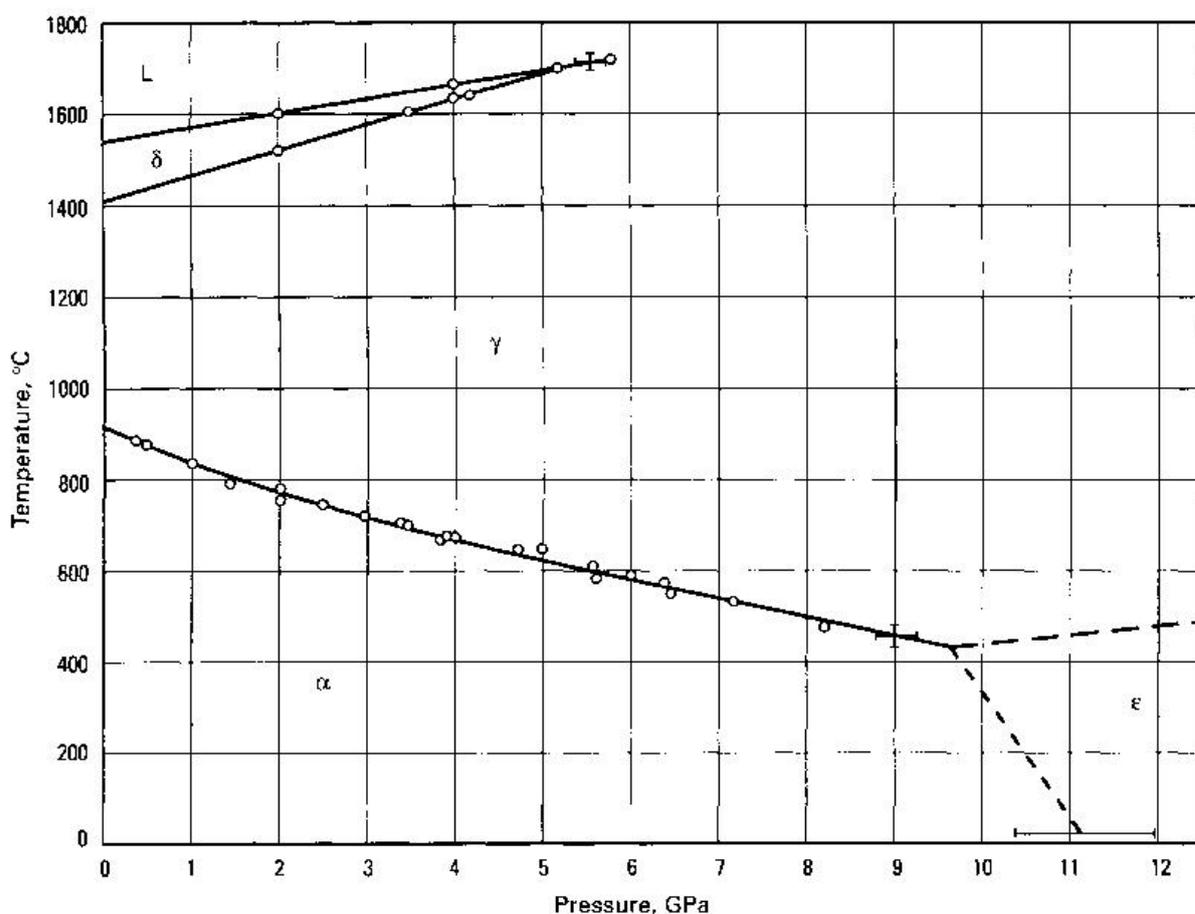


FIGURA 1 - DIAGRAMA DE FASES PARA O FERRO  
 FONTE: Cannon (1974)

Os átomos em materiais sólidos estão em movimentação constante, mudando rapidamente as suas posições. Para um átomo fazer esse tipo de movimento, duas condições devem ser atendidas: primeiramente, deve existir um sítio adjacente vazio; além disso, os átomos devem possuir energia suficiente para quebrar as ligações atômicas que os unem aos seus átomos vizinhos e então causar alguma distorção na rede cristalina durante o deslocamento. Essa energia necessária para um átomo mudar de posição e se difundir é denominada de energia

de ativação (VAN VLACK, 1984). A quantidade de átomos que atinge essa energia mínima aumenta em função do aumento da temperatura (CALLISTER Jr., 2000, cap. 5).

Foram propostos vários modelos diferentes para esse movimento atômico; dessas possibilidades, duas são dominantes para a difusão em metais: difusão por lacuna e difusão intersticial. A autodifusão do ferro ocorre por lacunas, entretanto a difusão intersticial será abordada a título ilustrativo.

### 2.2.1 Difusão por lacuna

A difusão por lacuna, ou difusão em vazios, envolve o deslocamento de um átomo de uma posição normal da rede cristalina para um sítio vago do retículo, ou lacuna, adjacente, conforme está representado esquematicamente na Figura 2 (a) (CALLISTER Jr., 2000, cap. 5). Obviamente, esse processo exige a presença de lacunas, e a extensão segundo a qual a difusão por lacuna pode ocorrer é uma função do número desses defeitos que estão presentes. Uma vez que os átomos em difusão trocam de posições, a difusão dos átomos em um sentido corresponde ao movimento das lacunas no sentido oposto. O fenômeno de autodifusão, incluindo a autodifusão do ferro, ocorre pelo modelo de difusão por lacuna.

### 2.2.2 Difusão intersticial

A difusão intersticial envolve átomos que migram de uma posição intersticial para uma outra vizinha que esteja vazia, conforme esquema da Figura 2 (b). Esse mecanismo é encontrado para a interdifusão de impurezas tais como hidrogênio, carbono, nitrogênio e oxigênio, que possuem átomos pequenos o suficiente para se encaixarem no interior das posições intersticiais. Os átomos hospedeiros e os átomos de impurezas substitucionais raramente formam intersticiais e normalmente não se difundem através desse mecanismo.

### 2.2.3 Coeficiente de difusão

A magnitude do coeficiente de difusão é um indicativo da taxa segundo a qual os átomos se difundem (CALLISTER Jr., 2000, cap. 5). Segundo Eckstein (1980), os coeficientes de autodifusão do Ferro nas fases ferrítica e austenítica, com as respectivas faixas de validade de temperaturas, podem ser calculadas a partir das fórmulas descritas na Tabela 1.

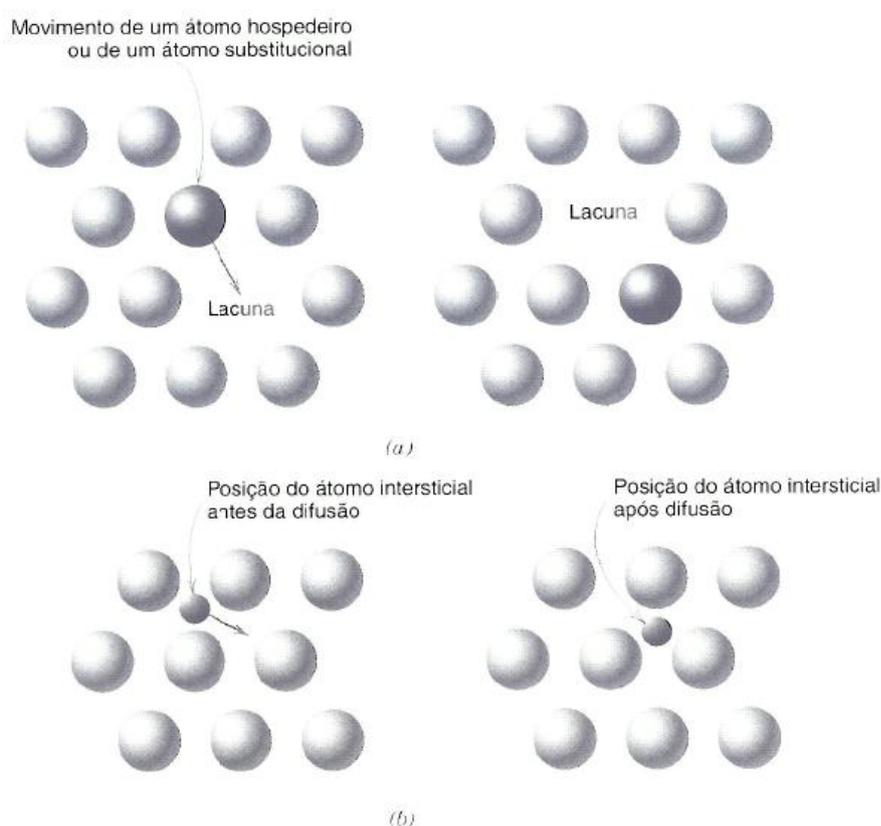


FIGURA 2 - REPRESENTAÇÕES ESQUEMÁTICAS DA (a) DIFUSÃO POR LACUNA E (b) DIFUSÃO INTERSTICIAL

FONTE: Callister Jr. (2000, cap. 5)

TABELA 1 - EXPRESSÕES MATEMÁTICAS PARA CÁLCULO DO COEFICIENTE DE DIFUSÃO

Fe → Fe- $\alpha_{\text{paramag}}$ :	$D = 1,9 \exp [-57200 / (RT)]$	(> 790 °C)
Fe → Fe- $\gamma$ :	$D = 0,18 \exp [-64500 / (RT)]$	(800 - 1300 °C)
R = 1,987 cal / mol.K	e	T = temp. em Kelvin

FONTE: Eckstein (1980)

Na Tabela 2 são apresentados alguns valores calculados destes coeficientes para as temperaturas de sinterização utilizadas neste trabalho (1050, 1150 e 1250 °C). Como esperado, a autodifusividade dos átomos de ferro na ferrita é maior do que na austenita, o que está relacionado com as características das respectivas estruturas cristalinas (no caso, fator de empacotamento). Além disso, como citado anteriormente, o aumento da temperatura acelera o processo de difusão (CALLISTER Jr., 2000, cap. 5). Isso pode ser observado pelo aumento do coeficiente de difusão com o aumento da temperatura (Tabela 2).

TABELA 2 - COEFICIENTES DE AUTODIFUSÃO DO FERRO NAS FASES FERRÍTICAS E AUSTENÍTICAS, CALCULADOS SEGUNDO ECKSTEIN (1980). VALORES EM (cm<sup>2</sup>/s)

T (°C)	D <sub>Fe→Fe-α</sub>	D <sub>Fe→Fe-γ</sub>
1050	6,7 x 10 <sup>-10</sup>	4,0 x 10 <sup>-12</sup>
1150	3,1 x 10 <sup>-9</sup>	2,2 x 10 <sup>-11</sup>
1250	1,2 x 10 <sup>-8</sup>	1,0 x 10 <sup>-10</sup>

FONTE: Calculado a partir de Eckstein (1980)

#### 2.2.4 Formação de contornos de grão

A maioria dos sólidos cristalinos é composta por uma coleção de grãos; tais materiais são chamados de policristalinos. Vários estágios na solidificação de uma amostra policristalina estão representados esquematicamente na Figura 3. Inicialmente, pequenos cristais ou núcleos se formam em várias posições (a). Estes possuem orientações cristalográficas aleatórias, conforme está indicado pelos retículos quadrados. Os pequenos grãos crescem mediante a adição sucessiva de átomos (b), vindos do líquido circunvizinho, à estrutura de cada um deles. As extremidades dos grãos adjacentes se chocam umas com as outras à medida que o processo de solidificação se aproxima de seu término (c). Por fim, em (d) tem-se a estrutura de grãos como ela apareceria em um microscópio; as linhas escuras são os contornos de grãos (CALLISTER Jr., 2000, cap. 3).

O contorno de grão é um defeito cristalino definido como sendo o contorno que separa dois pequenos grãos ou cristais que possuem diferentes orientações cristalográficas em materiais policristalinos. Um contorno de grão está representado

esquemáticamente na Figura 4, sob uma perspectiva atômica. Dentro da região de contorno, que possui provavelmente a largura equivalente à distância de apenas alguns poucos átomos, existem alguns desencontros atômicos na transição da orientação cristalina de um grão para aquela de outro grão adjacente (CALLISTER Jr., 2000, cap. 4).

São possíveis vários graus de desalinhamento cristalográfico entre grãos adjacentes (Figura 4). Quando esse desencontro da orientação é pequeno, da ordem de apenas uns poucos graus, então o termo contorno de grão de baixo ângulo é utilizado.

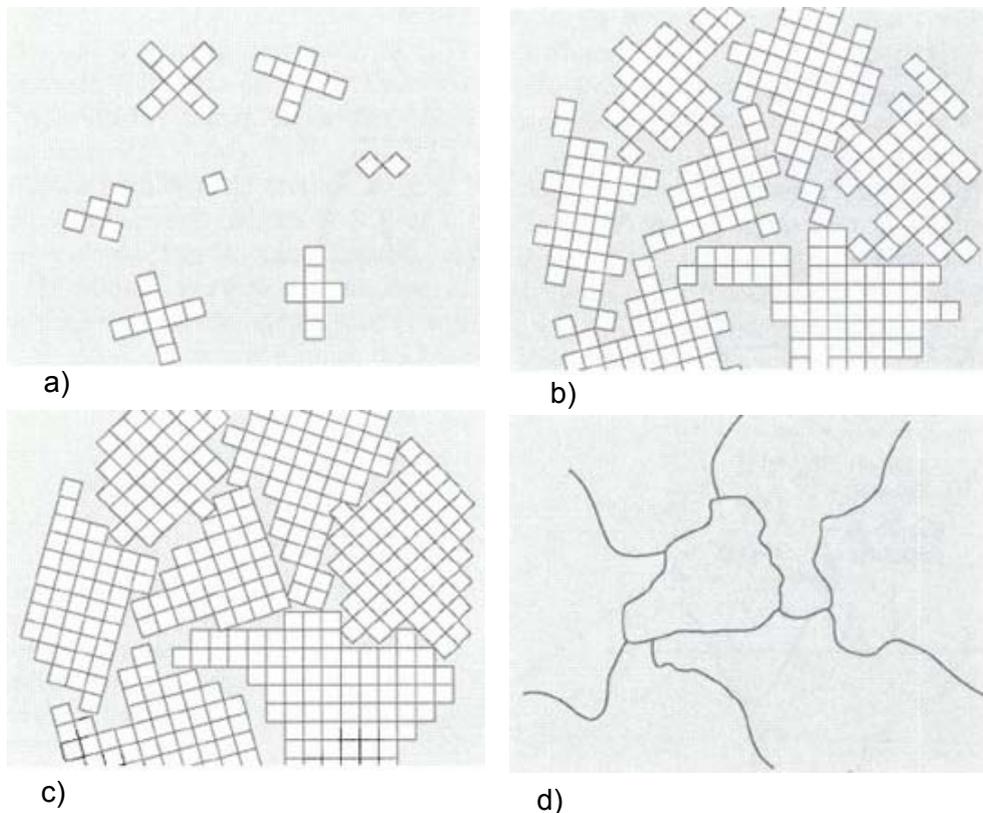


FIGURA 3 - DIAGRAMAS ESQUEMÁTICOS DOS VÁRIOS ESTÁGIOS NA SOLIDIFICAÇÃO DE UM MATERIAL POLICRISTALINO  
 FONTE: Callister Jr. (2000, cap. 3)

Os átomos estão ligados de maneira menos regular ao longo de um contorno de grão. Conseqüentemente, existe uma energia interfacial ou de contorno de grão. A magnitude dessa energia é uma função do grau de desorientação, sendo maior para contornos de grande ângulo. Os contornos de grão são quimicamente mais reativos do que os grãos propriamente ditos, como conseqüência dessa energia de contorno. Além disso, os átomos de impureza com freqüência se

segregam preferencialmente ao longo desses contornos, devido aos seus maiores estados de energia. A energia interfacial total é menor em materiais com grãos grosseiros do que em materiais com grãos mais finos, uma vez que existe menos área de contorno total nos primeiros (CALLISTER Jr., 2000, cap. 4).

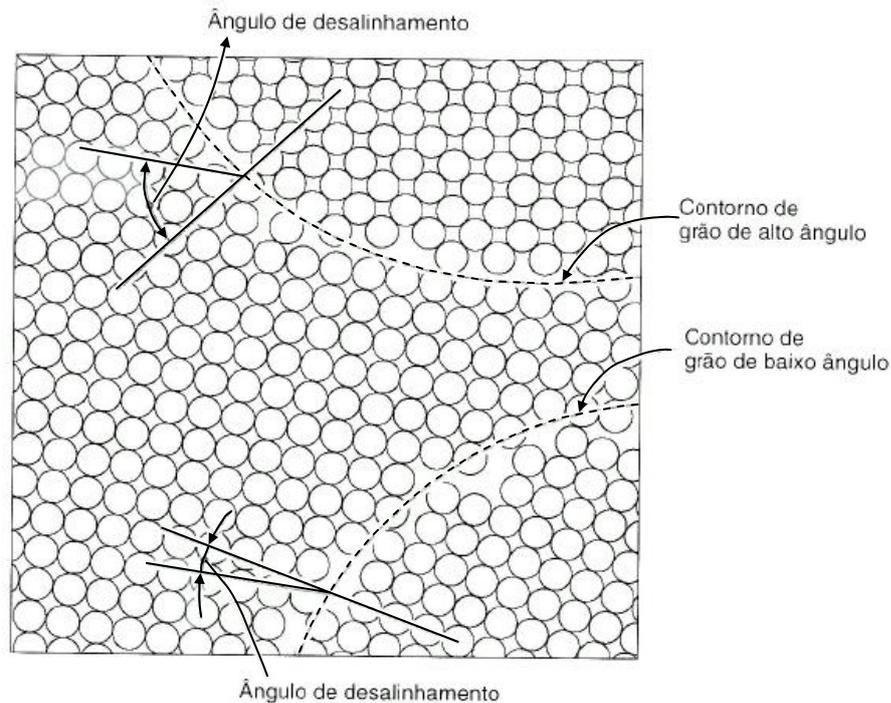


FIGURA 4 - DIAGRAMA ESQUEMÁTICO MOSTRANDO CONTORNOS DE GRÃO DE BAIXO E DE ALTO ÂNGULOS, BEM COMO AS POSIÇÕES ATÔMICAS ADJACENTES  
 FONTE: Callister Jr. (2000, cap. 4)

#### 2.2.5 Aumento de resistência pela redução no tamanho de grão

O tamanho dos grãos, ou diâmetro médio do grão, em um metal policristalino, influencia as suas propriedades mecânicas. Grãos adjacentes possuem normalmente orientações cristalográficas diferentes e, obviamente, um contorno de grão em comum, conforme pode ser visto na Figura 5. Durante a deformação plástica, o escorregamento ou movimento de discordâncias deve ter lugar através desse contorno comum, digamos, do grão A para o grão B na Figura 5. O contorno de grão atua como uma barreira por duas razões (CALLISTER Jr., 2000, cap. 7):

- a) Uma vez que os dois grãos possuem orientações diferentes, uma discordância que alcança a interface, para adentrar no grão B, teria que alterar sua direção de movimento; isso se torna mais difícil a medida que a diferença na orientação cristalográfica aumenta;
- b) A desordenação atômica no interior de uma região de contorno de grão irá resultar em uma descontinuidade de planos de escorregamento de um grão para dentro do outro.

Para contornos de grão de alto ângulo, durante o processo de deformação, é comum ocorrer uma concentração de tensão à frente do plano de escorregamento em um grão, podendo ativar fontes de novas discordâncias em um grão adjacente.

Um material com granulação fina (que possui grãos pequenos) possui maior dureza e resistência do que um material que possui granulação grosseira, uma vez que o primeiro possui uma maior área total de contornos de grãos para dificultar o movimento das discordâncias. A Figura 6 demonstra a dependência do limite de escoamento em relação ao tamanho do grão para um aço com microestrutura bainítica. Deve-se observar que o diâmetro do grão aumenta da direita para a esquerda e não é linear.

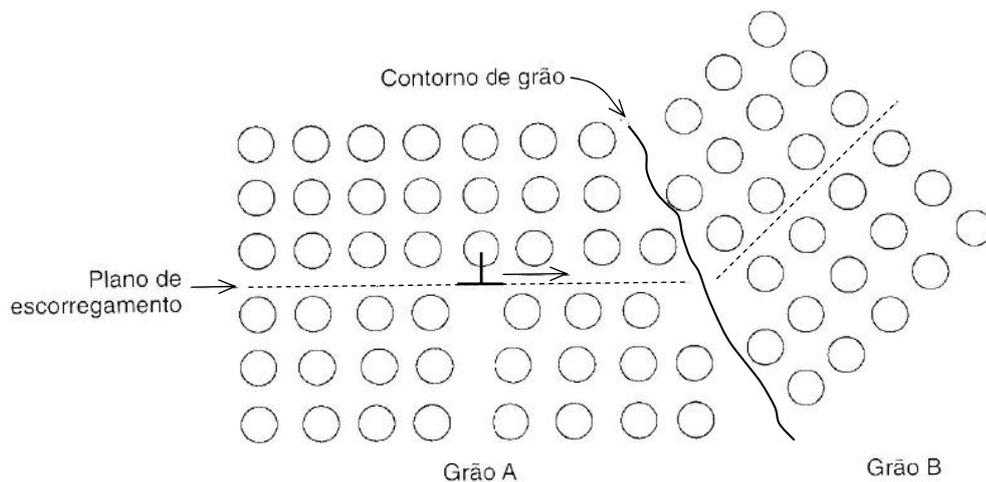


FIGURA 5 - O MOVIMENTO DE UMA DISCORDÂNCIA À MEDIDA QUE ELA ENCONTRA UM CONTORNO DE GRÃO

FONTE: Callister Jr. (2000, cap. 7)

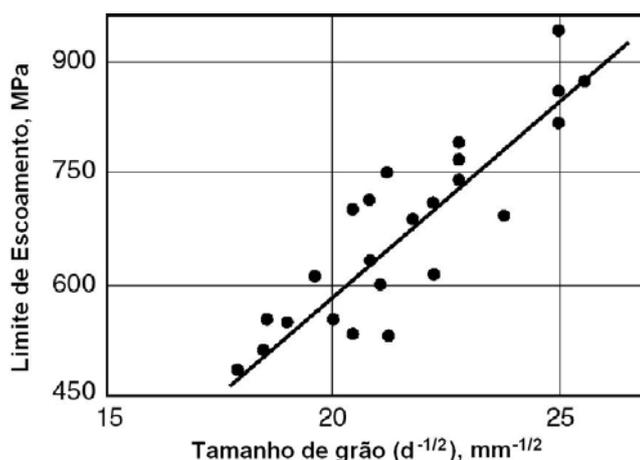


FIGURA 6 - A INFLUÊNCIA DO TAMANHO DO GRÃO SOBRE O LIMITE DE ESCOAMENTO DE UM AÇO COM MICROESTRUTURA BAINÍTICA  
 FONTE: Bramfitt (1990)

## 2.2.6 O Fenômeno de crescimento de grão

Conforme já explicado no item 2.2.4, uma energia está associada com os contornos de grão. À medida que os grãos aumentam de tamanho, a área total de contornos diminui, produzindo uma conseqüente redução na energia total; essa é a força motriz para o crescimento de grão.

O crescimento de grão ocorre pela migração de contornos de grão. Obviamente, nem todos os grãos podem aumentar de tamanho, porém os grãos maiores crescem à custa dos grãos menores, que encolhem. Dessa forma, o tamanho médio do grão aumenta ao longo do tempo, e em cada instante de tempo específico existirá uma faixa de tamanhos de grão. O movimento dos contornos consiste simplesmente na difusão dos átomos em pequena escala de um lado do contorno de grão para o outro. Os sentidos do movimento do contorno e do movimento atômico são opostos uns aos outros, como está mostrado na Figura 7.

A dependência do tamanho de grão em relação ao tempo e à temperatura está demonstrada na Figura 8, que apresenta um gráfico do logaritmo do tamanho de grão em função do logaritmo do tempo para o ferro em várias temperaturas. O crescimento de grão procede mais rapidamente à medida que a temperatura aumenta; isto é, as curvas são deslocadas para cima, para maiores tamanhos de grãos. Isso pode ser explicado pelo aumento do coeficiente de difusão em função do

aumenta da temperatura (CALLISTER Jr., 2000, cap. 7). Por fim, as propriedades mecânicas à temperatura ambiente de um metal com granulação fina são em geral superiores (isto é, apresentam maior resistência e tenacidade) do que aquelas dos metais com grãos grosseiros.

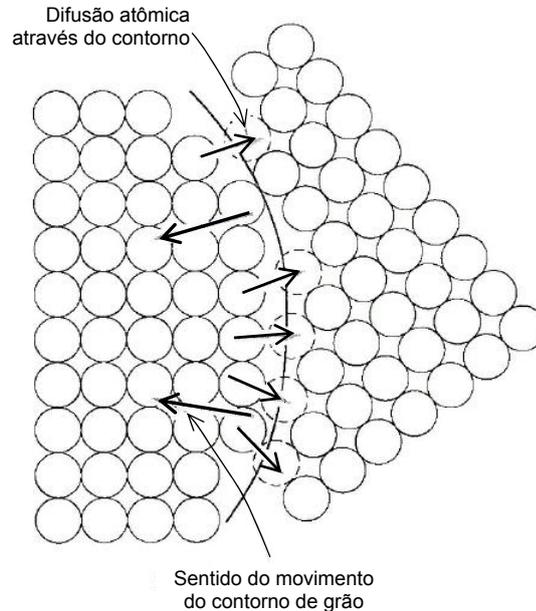


FIGURA 7 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO CRESCIMENTO DOS GRÃOS ATRAVÉS DE DIFUSÃO ATÔMICA  
 FONTE: Callister Jr. (2000, cap. 7)

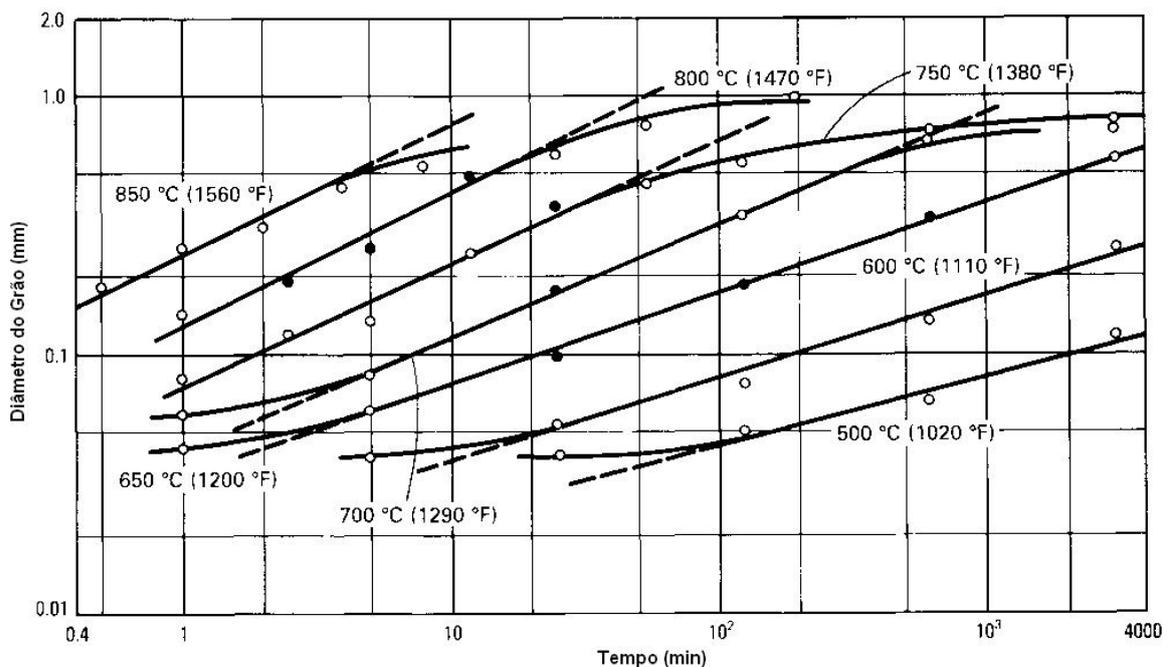


FIGURA 8 - O LOGARITMO DO DIÂMETRO DE GRÃO EM FUNÇÃO DO LOGARITMO DO TEMPO PARA CRESCIMENTO DE GRÃO NO FERRO A VÁRIAS TEMPERATURAS  
 FONTE: Hu (1990)

### 3 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó é o processo metalúrgico de fabricação de peças metálicas e não metálicas, que vem se desenvolvendo de modo crescente. Pode ser realizado na ausência de fase líquida ou presença apenas parcial de fase líquida durante o processamento (DELFORGE, 2007). Trata-se de uma técnica de fabricação que permite a produção de peças na geometria e dimensões finais ou quase finais, dentro de tolerâncias bastante estreitas. Permite a obtenção de materiais com características estruturais e físicas distintas dos demais processos (DELFORGE, 2007). De modo geral, quanto maior for a complexidade geométrica do componente, tanto mais econômico pode-se tornar este processo de fabricação, uma vez que geometrias complexas tendem a aumentar os custos de produção de outras técnicas de fabricação. Este processo é especialmente indicado na produção em grandes séries, de peças de pequeno porte (BRUNATTO, 2000).

Atualmente, são inúmeras as aplicações industriais de peças sinterizadas. O controle exato da composição química desejada do produto final, a redução ou eliminação das operações de usinagem, o bom acabamento superficial, a pureza dos produtos obtidos, a facilidade de automação do processo produtivo, o baixo consumo de energia e as baixas perdas de matérias-primas são alguns dos motivos que tornaram a metalurgia do pó uma fonte produtora de peças para, praticamente, todos os ramos da indústria, como o automobilístico, o de informática, o aeroespacial, o de material eletroeletrônico, o de equipamentos e implementos agrícolas, o têxtil, entre outros, (BRUNATTO, 2000; DELFORGE, 2007).

#### 3.1 METALURGIA DO PÓ FERROSA

A técnica de processamento de componentes mecânicos de ferro e de ligas ferrosas a partir do pó é conhecida por Metalurgia do Pó Ferrosa (MPF). Dados indicam que este campo da MP é responsável por 80 % da demanda de pós metálicos na América do Norte (WHITE, 1998). Fica caracterizada também uma tendência a nível global. No início desta década, a estimativa de mercado de pós a

base de ferro era de 72 % da demanda mundial de pós metálicos (BRUNATTO, 1993).

O principal usuário de componentes fabricados pela MP é a indústria automobilística (FURUKAWA, 1997; JOHNSON, 1998; WHITE *et al.*, 1998; WHITE, 1998; WHITTAKER, 1998). Outros importantes usuários são os fabricantes de motores e controladores industriais e hidráulicos, ferramentas elétricas, eletrodomésticos, equipamentos de escritório, armas e implementos agrícolas (ARROYO, 1992; BRUNATTO, 1993; FURUKAWA, 1997; JOHNSON, 1998; WHITE *et al.*, 1998; WHITE, 1998; WHITTAKER, 1998).

Com relação às pesquisas no campo da MPF, os esforços, no últimos anos, têm procurado minimizar as diferenças de propriedades dos materiais produzidos pela MPC e pela Técnica de Forjamento de Pós. Para este fim, estão sendo desenvolvidos pós de aços ligados por difusão ou parcialmente ligados que mantêm a compressibilidade do pó de ferro base, além de materiais pré-misturados de elevada homogeneidade. Somando-se a isso, recentes avanços técnicos abrangendo compactação em alta pressão, compactação a quente e sinterização no campo ferrítico, componentes com densidades intermediárias variando entre 7,4 e 7,6 g/cm<sup>3</sup> têm sido fabricados com custos mais competitivos que os verificados na TFP (LALL, 1993; JINKA; BELLET, 1996; JONES *et al.*, 1997, 1998; WHITE *et al.*, 1998; WHITTAKER, 1998;).

### 3.1.1 Etapas do processo de fabricação na metalurgia do pó

Entre os vários processos de metalurgia do pó, o de interesse para o presente estudo pode ser visualizado na Figura 9. Essas etapas serão abordadas em maiores detalhes nos itens a seguir, com enfoque na metalurgia do pó ferrosa, que é o tema desse estudo.

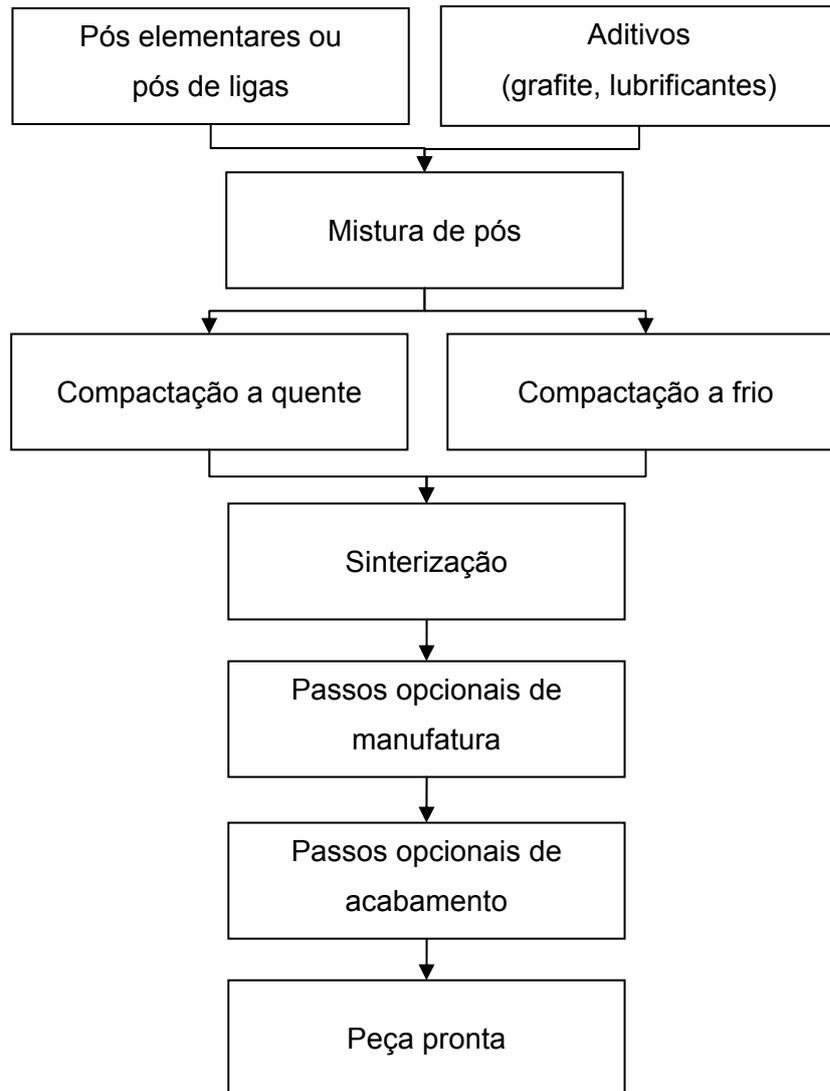


FIGURA 9 - PRINCIPAIS ETAPAS DO PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE COMPONENTES MECÂNICOS FERROSOS VIA METALURGIA DO PÓ  
 FONTE: Adaptado de Howard (citado por Sanderow, 1990)

### 3.1.1.1 Obtenção de pós de ferro

Vários são os processos desenvolvidos para a obtenção de pós metálicos. Contudo, a escolha do processo mais adequado depende diretamente do conjunto de propriedades mecânicas, físicas e químicas de cada material (KLEIN; BRUNATTO) e das características requeridas do pó em função da aplicação.

No caso do pó de ferro são desejáveis as seguintes características (LENEL, 1980):

- a) Boa escoabilidade para o perfeito preenchimento da matriz e redução do tempo necessário para o seu enchimento;
- b) Conferir ao compactado adequada resistência a verde, a fim de impedir a ruptura deste durante a extração da matriz e o transporte para o forno de sinterização;
- c) Elevada densidade aparente (densidade do pó solto) para que os compactados apresentem variações dimensionais mínimas (inferiores a 0,5%) após sinterização, pois flutuações neste parâmetro comprometem o controle dimensional de produções seriadas;
- d) Apresentar alta compactabilidade, pois quanto maior for a densidade a verde do compactado, em materiais que não apresentam grande encolhimento durante a sinterização isotérmica, maior também será a densidade sinterizada deste.

Sob este enfoque, os processos mais importantes na obtenção de pó de ferro são os de atomização e de redução de metais via carbono ou hidrogênio (THÜMLER; OBERACKER, 1993; KAUFMAN, 1994). Especial atenção será dada aos processos que associam a técnica de atomização por água e de redução por hidrogênio, em função do pó de ferro utilizado neste trabalho.

O processo de atomização por água consiste em incidir jatos de água a elevada pressão sobre um fluxo vertical de metal no estado líquido (filete), provocando seu desmembramento em inúmeras gotículas que se solidificam em partículas de pó metálico. Apresenta como principal fator limitante a atividade do metal atomizado com o oxigênio presente na água. Em função disto, esta técnica é limitada à metais com baixa afinidade ao oxigênio e que podem ser facilmente reduzidos em uma etapa subsequente (KAUFMAN, 1994). Na produção de pós de ferro, é comum submeter o pó atomizado a um tratamento posterior que consiste em um recozimento redutor- descarbonetante, em atmosferas contendo hidrogênio.

As características e as propriedades dos pós produzidos por atomização em água podem ser controladas pela maioria das variáveis de processo. A obtenção de partículas finas é favorecida por baixas viscosidade e tensão superficial do metal, superaquecimento do metal líquido, menor diâmetro do filete de metal líquido, aumento da pressão dos jatos de água, entre outros. Apesar disso, nesta técnica, a distribuição de tamanho de partícula é caracteristicamente larga, com o tamanho

médio das partículas variando entre 30 e 1000  $\mu\text{m}$  (THÜMMLER; OBERACKER, 1993). Objetivando a otimização da compactabilidade e da densidade aparente, pós de ferro comerciais são preparados de modo a apresentar larga distribuição de tamanho de partícula, com tamanhos de partículas geralmente inferiores a 200  $\mu\text{m}$  (KLEIN; BRUNATTO).

Partículas com formato variando de esférico para irregular podem ser obtidas nesta técnica. O formato irregular tende a prevalecer com a diminuição do superaquecimento do metal líquido e aumento da velocidade e da pressão dos jatos de água. Partículas de formato irregular melhoram a resistência a verde de pós compactados a frio (MPC), sendo preferidas em pós de ferro e aços destinados à fabricação de componentes estruturais. Por outro lado, pós atomizados esféricos são mais indicados para as técnicas de consolidação a quente como a TFP ou quando da sinterização de pós soltos (fabricação de filtros), por garantirem boa escoabilidade e alta densidade batida.

### 3.1.1.2 Mistura de pós

Nesta etapa do processo é definida a composição química do material desejado, uma vez que no carregamento do misturador, são adicionados os elementos de liga ao pó de ferro nas respectivas proporções.

Mesmo na produção de componentes de ferro puro esta etapa é realizada (salvo quando a lubrificação é feita na parede da matriz), em função da necessidade de se adicionar à mistura um lubrificante, cuja finalidade é a de reduzir o atrito do pó durante a compactação (GRIFFO, 1998). Esse lubrificante geralmente é sólido e por ser facilmente removido durante o ciclo de sinterização, não influi na composição química da liga (ex.: estearato de zinco). Estudos recentes indicam que a resistência a verde de compactados produzidos em matrizes com sistema de lubrificação de paredes (pó sem adição de lubrificante) é significativamente maior que aquelas obtidas em compactados lubrificados internamente por meio de misturas de pós (BALL, 1997).

### 3.1.1.3 Compactação de pós

É nesta fase do processo que se obtém a geometria e as dimensões finais do componente desejado. A compactação, na MPC, é realizada a frio por meio de um sistema matriz-punções, onde a carga é aplicada de forma uniaxial com efeito duplo (matriz flutuante) (GETHIN, 1994).

Na MPF esta é a principal etapa em termos de densificação do material (JONES, 1997), uma vez que o pó de ferro puro possui elevada plasticidade. Conhecida como uma propriedade tecnológica do pó, a alta compactabilidade do pó de ferro permite selecionar o nível de porosidade desejado no sinterizado pela aplicação de uma maior ou menor pressão de compactação.

É comum se obter por simples compactação compactados de ferro com até 90% de sua densidade teórica, pela aplicação de pressões de até 600 MPa. Densidades maiores, em torno de 95% da densidade teórica do ferro, podem ser obtidas por meio de dupla-compactação a 600 MPa. Neste caso é realizado um tratamento térmico de recristalização normalmente entre 750 e 850 °C (pré-sinterização), após a primeira compactação. Este tratamento permite a recuperação da plasticidade das partículas de pó, perdida no primeiro carregamento, possibilitando uma nova densificação na segunda compactação (KLEIN; BRUNATTO).

### 3.1.1.4 Sinterização

Esta etapa do processo confere ao compactado as propriedades mecânicas características do componente sinterizado. A sinterização é um processo termicamente ativado (BRUNATTO, 1993), onde se promove a união entre as partículas de pó por meio de difusão atômica, dando continuidade à matéria nas regiões em que as partículas, inicialmente, apresentam contato puramente mecânico. De modo genérico, o tratamento de sinterização é realizado com controle de tempo, temperatura e atmosfera. A remoção do lubrificante sólido ocorre entre 400 e 500 °C, durante 10 a 30 minutos. No caso de materiais mono-componentes, a

temperatura de sinterização pode variar entre  $2/3$  e  $4/5$  do ponto de fusão do material, sendo que a sinterização ocorre necessariamente no estado sólido.

A força motora do processo de sinterização no estado sólido consiste na diminuição da energia livre do sistema, que pode ser obtida pela (THÜMMLER; OBERACKER, 1993):

- a) diminuição da superfície específica do pó, devido ao aumento das áreas de contato entre as partículas;
- b) diminuição no volume e/ou arredondamento dos poros;
- c) eliminação do excesso de energia relativo aos defeitos cristalinos na massa de pó, imposto pelas etapas do processo de fabricação;
- d) eliminação de gradientes de concentração na busca da homogeneização do material, em sistemas multicomponentes.

Em termos didáticos o processo de sinterização é dividido em três estágios (LENEL, 1980; ARROYO, 1992; THÜMMLER; OBERACKER, 1993):

- a) Formação de contatos: no primeiro estágio da sinterização, os contatos puramente mecânicos entre as partículas (Figura 10a), dão origem a contatos com continuidade de matéria (Figura 10b);
- b) Densificação: neste estágio verifica-se o crescimento dos contatos entre as partículas, resultando na alteração da forma e diminuição do tamanho dos poros, além de crescimento de grão. O compactado passa a apresentar duas fases distintas (matéria sólida densificada e porosa), com perda da identidade das partículas de pó originais (Figura 10b);
- c) Isolamento, Arredondamento e Coalescimento dos poros: é o estágio final da sinterização apresentando uma taxa de densificação (retração) decrescente, onde os eventos listados ocorrem simultaneamente, aliado a um excessivo crescimento de grão. O coalescimento é caracterizado pelo crescimento dos poros grandes às custas dos pequenos, uma vez que a solubilidade de vazios é maior junto aos poros pequenos. Neste caso, um fluxo difusional de vazios é verificado em direção aos poros grandes, explicando o mecanismo de eliminação de poros pequenos (Figura 10c).

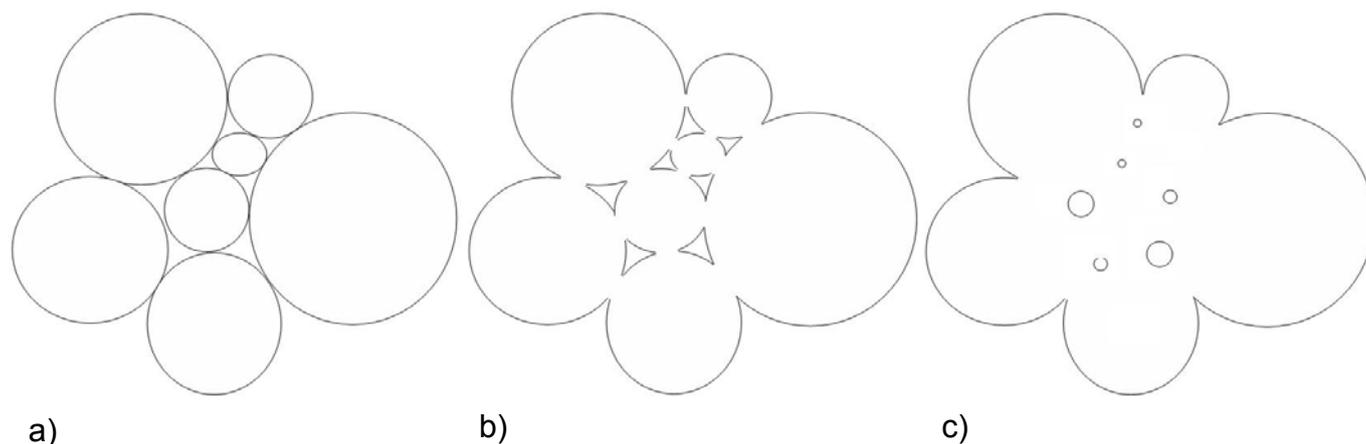


FIGURA 10 - REGIÃO DE CONTATO ENTRE PARTÍCULAS. (a) ANTES DA SINTERIZAÇÃO; (b) FORMAÇÃO DOS "NECKS"; (c) ARREDONDAMENTO E COALESCIMENTO DOS POROS

FONTE: Adaptado de Klein e Brunatto

Existem 4 principais mecanismos de sinterização em um contato entre duas partículas, à exceção do escoamento plástico (Figura 11) (THÜMMLER; OBERACKER, 1993):

- a) Difusão superficial: na tentativa de diminuir o gradiente de concentração de vazios, ocorre um fluxo direcionado de vazios das regiões côncavas para as convexas, o que infere evidentemente em um fluxo de átomos no sentido contrário;
- b) Evaporação e recondensação: as regiões côncavas apresentam menor pressão de vapor, então átomos superficiais de outras áreas são transportadas para as áreas côncavas através de evaporação e recondensação;
- c) Difusão volumétrica: ocorre de maneira semelhante à difusão superficial. A difusão volumétrica e a superficial são os mecanismos de transporte mais importante na sinterização de metais;
- d) Difusão em contorno de grão.

As atmosferas são usadas para fins protetivos podendo ser de caráter neutro, redutor-oxidante ou carbonetante-descarbonetante. Na prática da MPF é comum o uso de atmosferas contendo hidrogênio ( $H_2$ ), nitrogênio ( $N_2$ ) e/ou monóxido de carbono (CO). O caráter redutor é sempre desejável, pois camadas óxidas na superfície das partículas dificultam a interdifusão dos átomos metálicos, diminuindo a sinterabilidade do material (BRUNATTO, 2000).

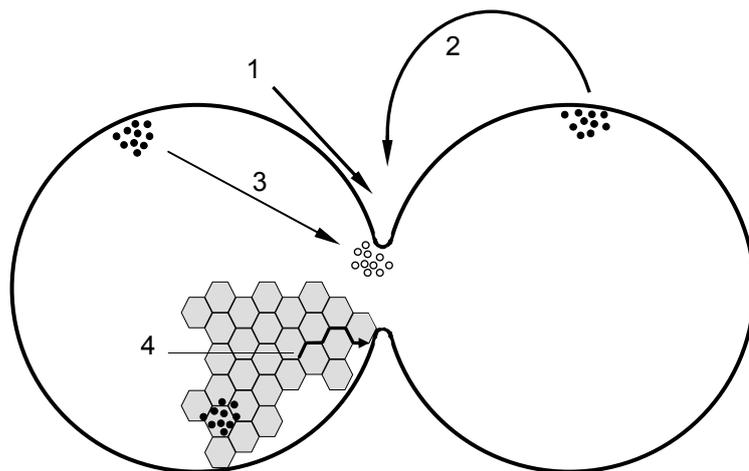


FIGURA 11 - MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO EM UM CONTATO ENTRE DUAS PARTÍCULAS.  
(1) DIFUSÃO SUPERFICIAL, (2) EVAPORAÇÃO E RECONDENSAÇÃO, (3) DIFUSÃO  
VOLUMÉTRICA E (4) DIFUSÃO EM CONTOURNO DE GRÃO  
FONTE: Adaptado de Thümmler e Oberacker (1993)

## 4 SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

Esta revisão tem por objetivo apresentar os principais aspectos relacionados com a obtenção de descargas elétricas em regime anormal, por meio de fontes de potência de corrente contínua com tensão pulsada, visando suas aplicações no processamento metalúrgico de materiais. De forma mais específica, será objeto de estudo o processo de sinterização de ferro em descarga elétrica de cátodo oco, ou simplesmente, sinterização por plasma.

Plasma é uma classe particular de gás ionizado. O termo plasma (que em grego significa *modelado, ou aquilo que se ajusta*) foi usado pela primeira vez por Tonks e Langmuir para descrever descargas elétricas em gases geradas na faixa de descargas luminosas (descargas “glow”) (FRANCO Jr., 2003). Por ocasião de estudos que visavam prolongar a vida útil de filamentos de tungstênio em lâmpadas a vácuo, eles “inventaram” esse termo: assim como nos vasos sanguíneos a circulação de glóbulos vermelhos e glóbulos brancos se dá através do plasma sanguíneo, em tubos sob vácuo o transporte de elétrons e íons pode ser facilitado quando o gás rarefeito se encontra parcial ou totalmente ionizado (no estado plasma) (FRANCO Jr., 2003).

A obtenção de uma descarga elétrica luminescente pode ser realizada de modo simples, bastando aplicar uma diferença de potencial (ddp) entre dois eletrodos situados em um meio gasoso, a baixa pressão. Os elétrons acelerados pelo campo elétrico darão início a processos de colisões com as espécies neutras do gás (átomos e/ou moléculas) promovendo a ionização deste. A ionização do gás origina uma descarga elétrica de aspecto brilhante que caracteriza a formação do plasma. No processo de sinterização de materiais metálicos, o gás utilizado geralmente consiste de uma mistura de argônio e hidrogênio.

### 4.1 O REGIME DE DESCARGA ANORMAL

Na Figura 12 estão indicados também alguns dos principais regimes de descarga que podem ser estabelecidos em função do comportamento da corrente elétrica a medida em que se aplica a tensão nos eletrodos.

De todos os regimes de descarga apresentados na Figura 12, são de especial interesse para tratamentos térmicos e superficiais os regimes anormal e o de arco.

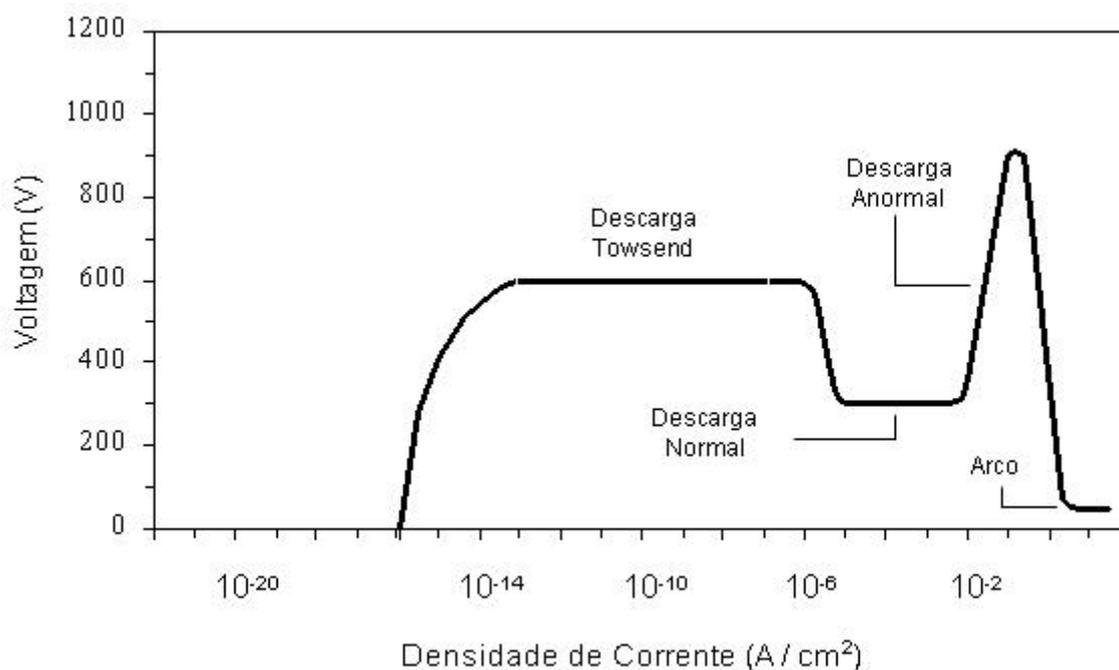


FIGURA 12 - CURVA CARACTERÍSTICA CORRENTE-VOLTAGEM INDICANDO OS DIVERSOS REGIMES DE DESCARGAS ELÉTRICAS  
 FONTE: Adaptado de Fontana (1997)

O regime de descarga anormal é o único em que o cátodo é totalmente envolvido pela descarga, condição essencial para se realizar tratamentos uniformes nos referidos processos. Isto decorre das características básicas deste regime, que permite a aplicação de tensões elevadas resultando numa maior ionização do gás e, conseqüentemente, no adequado controle da corrente. Em outras palavras, é o único regime em que o aumento de tensão resulta no incremento proporcional da corrente. Outro aspecto importante deste, consiste na possibilidade de se obter densidades de corrente elevadas. A descarga mantém-se no regime anormal para valores de densidade de corrente iguais ou superiores a  $2 \text{ mA/cm}^2$  (CHAPMAN, 1980) e tende a operar neste regime para pressões variando entre  $10^{-2}$  e  $10^2$  Torr (MASON; ALLOTT, 1994). É no cátodo que são dispostos os componentes (ou amostras) a serem tratados.

Analisando a Figura 12, o trabalho em regime anormal apresenta o risco de entrada da descarga em regime de arco, se a tensão crítica para o sistema for

ultrapassada. Devido a alta densidade de corrente e as elevadas temperaturas ( $> 3000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) associadas aos arcos, a integridade dos componentes tratados pode ser comprometida. Além disso existe a possibilidade de queima da fonte de potência.

Para diminuir estes riscos, na prática, pode-se recorrer ao uso de fontes de corrente contínua com tensão pulsada. Estas fontes se constituem em conversores de corrente alternada em contínua, sendo que na saída, a tensão apresenta uma retificação na forma de pulso de onda quadrada. A potência fornecida ao processo é controlada pelo tempo de pulso ligado da fonte ( $t_{\text{LIG}}$ ). Durante o intervalo que complementa o período do pulso (tempo de pulso desligado -  $t_{\text{DES}}$ ), a fonte trabalha como se estivesse desligada, impedindo a passagem de corrente no sistema (Figura 13), reduzindo assim o referido risco.

Outra medida preventiva consiste na realização de uma pré-descarga a baixa pressão de Ar e  $\text{H}_2$ , antecedendo ao tratamento, de modo a eliminar possíveis micro-arcos provenientes da fácil ionização de moléculas orgânicas, contidas no sistema, aumentando o risco de entrada da descarga em regime de arco.

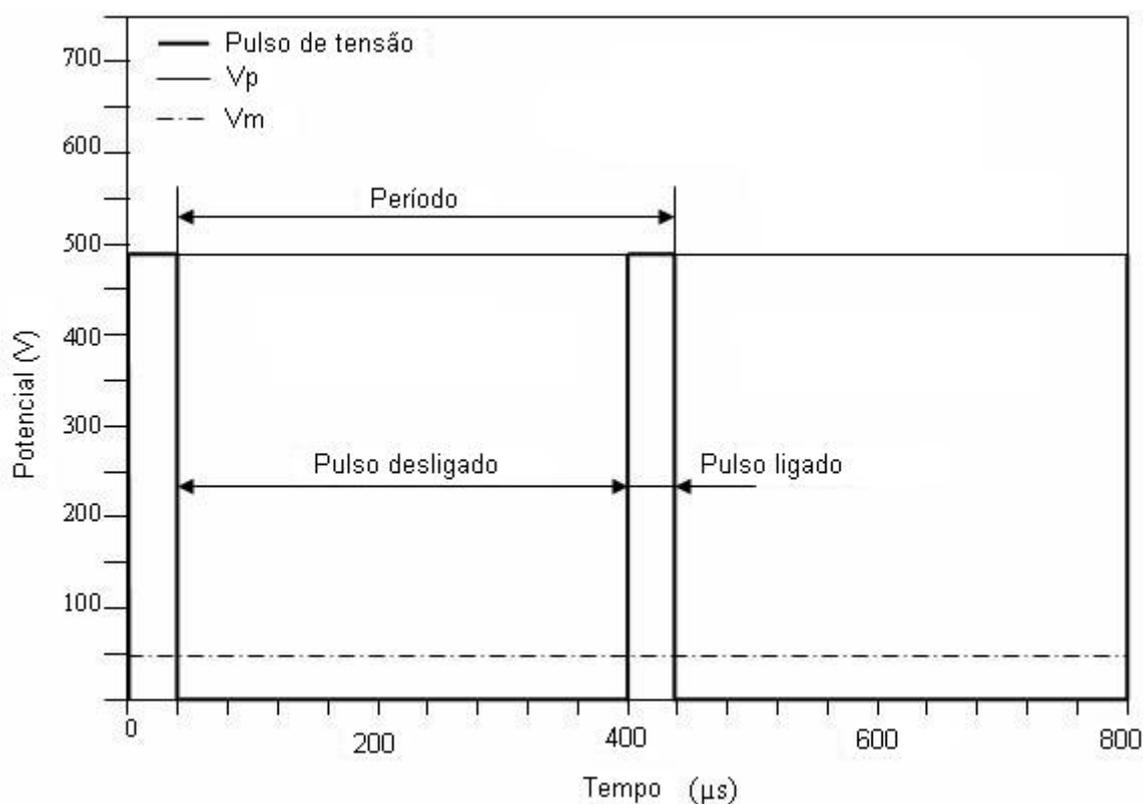


FIGURA 13 - ESQUEMA DO FUNCIONAMENTO DE UMA FONTE DE POTÊNCIA DE TENSÃO PULSADA COM ONDA QUADRADA

FONTE: Adaptado de Fontana (1997)

Deve-se destacar que, no processo de SPP, o argônio é utilizado como principal integrante da mistura gasosa em função de sua elevada massa atômica, o que permite um aquecimento mais efetivo do componente quando do bombardeamento do cátodo pelas espécies do plasma (íons + neutras). A introdução do hidrogênio no plasma, por sua vez, é justificada pelos seguintes motivos:

- a) Devido ao seu caráter redutor, pois o oxigênio quando presente reage quimicamente com as espécies excitadas, eliminando-as;
- b) Por aumentar a estabilidade do plasma, pois o hidrogênio facilita o processo de ionização (PETITJEAN, 1984), diminuindo os riscos de formação de arcos.

#### 4.2 POTENCIAL DO PLASMA E COLISÕES NA BAINHA CATÓDICA

Na caracterização da descarga elétrica em regime anormal, um aspecto importante a considerar é a distribuição do potencial ao longo da descarga, conforme representada na Figura 14. Pode-se observar que o potencial na região luminescente é constante, propriedade que caracteriza o plasma. A este potencial, dá-se o nome de potencial do plasma ( $V_{PL}$ ). Assim sendo, os campos elétricos no sistema ficam restritos ao redor dos eletrodos, que são regiões de perturbação do plasma (BRUNATTO, 1993). Junto a estas regiões formam-se as bainhas catódica e anódica (CHAPMAN, 1980) que isolam a região equipotencial (região luminescente ou o plasma propriamente dito) dos eletrodos. Na Figura 14 é indicada a espessura da bainha catódica ( $d$ ), a qual é caracteristicamente escura, pela ausência de elétrons.

Uma vez que o ânodo (carcaça do reator), ligado ao positivo da fonte é aterrado, o potencial da bainha anódica decresce de  $+V_{PL}$  até zero. Já o cátodo, conectado ao negativo da fonte, apresenta um potencial correspondente à tensão nela aplicada ( $-460$  V, de acordo com a Figura 14). Deduz-se que a diferença de potencial na bainha catódica é da ordem de  $-(460 \text{ V} + V_{PL})$ .

A Figura 14 também mostra esquematicamente os processos de colisões e troca de carga que ocorrem nesta região. Quando um íon se aproxima aleatoriamente da interface plasma-bainha, o campo elétrico desta tende a acelerá-

lo em direção ao eletrodo. Ao longo da bainha podem ocorrer colisões entre os íons e as espécies neutras, causando trocas de carga entre as espécies e/ou mudanças de energia cinética e potencial destas. Os átomos neutros rápidos recém formados são impelidos na direção do cátodo com uma energia idêntica ao do íon de origem.

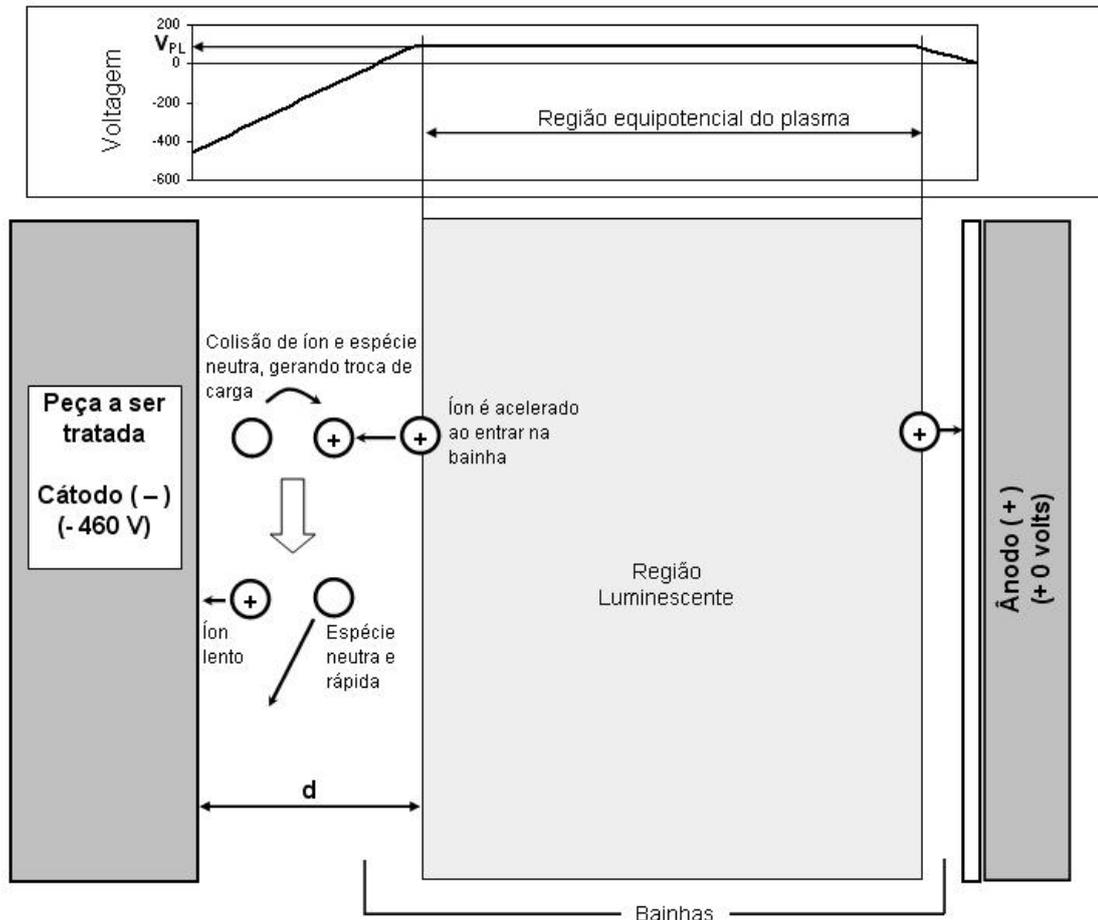


FIGURA 14 - DISTRIBUIÇÃO DE POTENCIAL DE PLASMA E MECANISMO DE TROCA DE CARGA NA BAINHA  
 FONTE: Adaptado de Chapman (1980)

#### 4.3 INTERAÇÃO PLASMA-SUPERFÍCIE: AQUECIMENTO E “SPUTTERING”

A Figura 15 mostra as possíveis modificações que o bombardeamento do cátodo (por espécies neutras, excitadas e íons) pode causar na superfície de um componente em tratamento.

Pode-se observar que uma espécie ao atingir a superfície do cátodo pode:

- a) Sofrer reflexão sendo geralmente neutralizada para o caso de um íon;
- b) Causar a emissão de elétrons secundários;
- c) Ser implantada no interior das camadas atômicas superficiais do substrato;
- d) Provocar uma colisão em cadeia dos átomos superficiais do cátodo, levando possivelmente ao arrancamento de átomos metálicos para o plasma (“sputtering”);
- e) Causar o aquecimento do cátodo;
- f) Causar rearranjos de ordem microestrutural no interior do material, aumentando sua densidade de defeitos (por exemplo: vazios);
- g) Proporcionar reações químicas com o substrato considerando a existência de espécies reativas, tais como  $H$ ,  $H_2^+$ ,  $H_2^*$ ,  $Ar^+$ ,  $Ar^*$ ,  $ArH^+$ , entre outras.

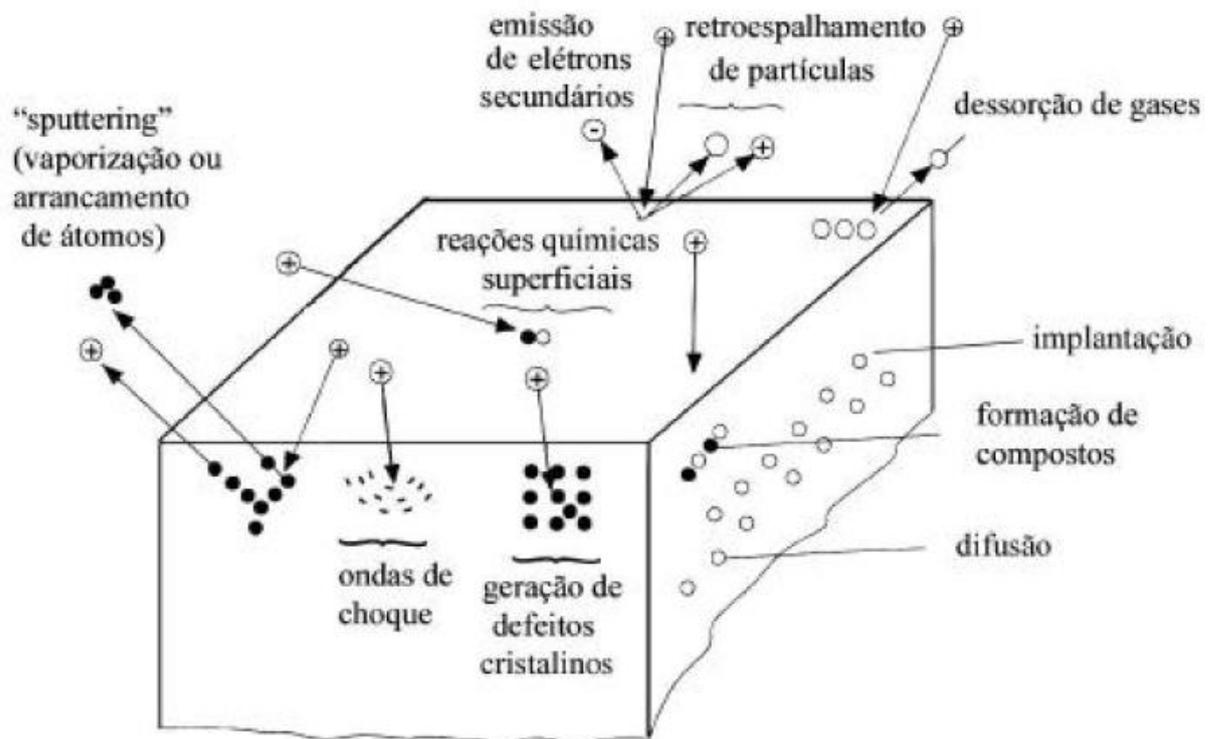


FIGURA 15 - INTERAÇÃO ENTRE AS ESPÉCIES DO PLASMA COM A SUPERFÍCIE EM TRATAMENTO

FONTE: Adaptado de Chapman (1980)

Uma das grandes vantagens de se trabalhar no regime anormal da descarga elétrica consiste na possibilidade de se ajustar os parâmetros da descarga

às condições necessárias para o processamento do material. Temperaturas elevadas, suficientes para a sinterização de materiais ferrosos, podem ser obtidas adequando-se os parâmetros da fonte ( $V_p$ ,  $t_{LIG}$  e  $t_{DES}$ ), e os demais parâmetros (corrente, pressão, mistura gasosa e fluxo de mistura) à geometria da descarga elétrica (no caso, a presença de cátodo oco). Deve estar claro que quanto maior a densidade de corrente, maior também será a temperatura do cátodo. Densidades de corrente elevadas pressupõem uma condição de elevada energia (alta ionização e excitação da descarga) e um bombardeamento do cátodo bastante intenso. De um modo geral, aqui valem duas conclusões importantes dos estudos de Davis e Vanderslice (1963, citado por Chapman, 1980; Abril, 1986; Mason e Allort, 1994; Mason e Pichilingi, 1994).

- a) O efeito da pressão do gás sobre a distribuição de energia dos íons tende a ser pequena se a tensão da descarga é mantida constante. Este é um resultado do produto  $d \cdot p$  (espessura da bainha catódica vezes pressão, respectivamente) o qual é aproximadamente constante para descargas de corrente contínua, de modo que o número médio de colisões por íon atravessando esta distância ( $d$ ) é praticamente constante;
- b) O aumento da tensão do cátodo (a pressão constante) causa a diminuição da espessura da bainha, de modo que uma proporção relativamente maior de íons de elevada energia alcançam o cátodo;

Por outro lado, a questão envolvendo o “sputtering” de átomos metálicos em descarga anormal, à pressões consideradas elevadas, merece uma maior atenção (ABRIL, 1986; MASON; ALLOTT, 1994; MASON; PICHILINGI, 1994).

Recentes estudos, utilizando argônio como gás da descarga e pressão variando entre 1 e 3,5 Torr, têm demonstrado que o fluxo de espécies que bombardeia o cátodo é predominantemente constituído de átomos rápidos (neutros), criados por colisões de troca de carga na bainha catódica (MASON; ALLOTT, 1994; MASON; PICHILINGI, 1994). Com resultados experimentais baseados na medição de energias limiares para “sputtering”, foi possível verificar que a energia média de colisão destes átomos rápidos é da ordem de 6% da voltagem da descarga. Para descargas de argônio a 1 Torr com tensão de 800 V, foram calculadas energias

médias para os íons de 68 eV e para os átomos rápidos (neutros) foram verificadas medidas da ordem de 48 eV (MASON; ALLOTT, 1994).

Considerando ainda o “sputtering” em sistemas com alta pressão, a energia média com que os átomos metálicos arrancados são impulsionados na direção do plasma é da ordem de 5 a 10 eV (MASON; PICHILINGI, 1994). Para estas condições, essa energia geralmente é perdida por sucessivas colisões com as demais espécies do plasma. Uma vez ‘parados’ (ou seja, reduzidos ao mesmo nível de energia térmica do gás circundante) os átomos na fase vapor podem retornar ao cátodo por difusão sendo nele redepositados ou continuar a se difundir adiante, sendo depositados nas superfícies opostas ao cátodo (PETITJEAN, 1984; MASON; PICHILINGI, 1994). O sentido para o qual o átomo se difunde depende do perfil de concentração dos átomos termalizados. Fica evidente que neste tipo de descarga, o transporte dos átomos metálicos vaporizados é regido por um processo de difusão na fase gasosa.

Em descargas à alta pressão, estima-se que o número de átomos arrancados por “sputtering” e que retornam ao cátodo por retrodifusão é superior a 90 %. Costuma-se definir como coeficiente de produção de “sputtering” secundário (MASON; PICHILINGI, 1994) a taxa de átomos metálicos vaporizados que não sofrem retrodifusão. Este parâmetro mede efetivamente os átomos metálicos perdidos na descarga e que resultam em uma taxa líquida de erosão do cátodo.

#### 4.4 DESCARGA ELÉTRICA EM CÁTODO OCO

A DECO em regime anormal é uma descarga que se diferencia das demais descargas luminescentes neste regime em função da geometria do cátodo. O efeito de cátodo oco (primeiramente descrito por Paschen em 1916 - ref. 167 citado em Engel, 1994) é verificado em cátodos (ou peças) que apresentam furos ou cavidades com duas ou mais faces paralelas. Para determinadas condições de pressão e de espaçamento entre as paredes internas do cátodo ( $a$  = espaço entre-cátodos), regidas pelo produto  $a.p$ , verifica-se o confinamento geométrico da descarga no interior da cavidade, resultando em um aumento significativo da densidade de corrente.

O confinamento da descarga elétrica resulta em ionização e excitação mais intensas, levando a uma redução relativa das espessuras junto aos eletrodos. Verifica-se também o aumento do mecanismo de “sputtering” e da taxa de emissão de elétrons secundários (KOCH; FRIEDRICH, 1991). Este fato deve-se ao potencial negativo das bainhas, nas superfícies opostas do cátodo, que agem no sentido de repelir os feixes de elétrons secundários emitidos em cada uma das faces, mantendo-os energizados na região luminescente.

Deve-se enfatizar que para uma determinada condição de processo, existe uma distância mínima entre as paredes do cátodo, abaixo da qual a descarga no interior do mesmo não pode ser mantida. Esta distância deve ser tal que  $a > 2.d$ , pois caso contrário não haverá espaço suficiente para a ionização ocorrer com a conseqüente formação da região luminescente. Por outro lado, valores muito elevados do produto  $a.p$  (ou seja,  $a \gg 2.d$ ) o efeito de cátodo oco tende a ser eliminado (ENGEL, 1994).

Na prática, considerando as diversas geometrias e arranjos possíveis, este efeito é verificado para produtos  $a.p$  variando entre 0,375 e 3,75 cm.Torr, sendo que descargas homogêneas têm sido mantidas com sucesso para comprimentos superiores a 1200 mm (KOCH; FRIEDRICH, 1991). Para gases monoatômicos, a faixa para a qual o efeito de cátodo oco é verificado pode ser alargada para até 10 cm.Torr (SCHAEFER, 1984). Estudos utilizando descargas anulares têm sido realizados para espaço radial entre-cátodos variando entre 0,3 e 3,0 cm (TERAKADO, 1996; TIMANYUK; TKACHENKO, 1989).

Por apresentar interesse direto no presente trabalho, os principais resultados de Brunatto (2000), quando da obtenção das amostras de ferro sinterizadas em DECO são aqui detalhadamente apresentados. Esse interesse recai no fato de que, para o presente estudo de tamanho de grão, foram utilizadas as mesmas amostras de ferro puro sinterizado em DECO do referido estudo.

As mesmas foram obtidas a partir de 5 grupos distintos de estudos, a saber (BRUNATTO, 2000):

- a) Estudo da influência do tempo de sinterização de ferro puro em amostras sinterizadas em DECO. Neste caso, as sinterizações foram realizadas para tempos de 30, 60, 120 e 240 minutos, a 1150 °C, com fluxo de 5 cm<sup>3</sup>/s, na mistura gasosa de 80% Ar + 20% H<sub>2</sub>, espaço entre-cátodos de 5,8 mm (cátodo externo de aço ABNT 310) e pressão de 3 Torr;

- b) Estudo da influência da temperatura de sinterização de ferro em amostras sinterizadas em DECO. As sinterizações foram realizadas nas temperaturas de 1050, 1150 e 1250 °C, por 60 minutos, com espaço radial de 5,8 mm e pressão de 3 Torr. Demais parâmetros foram mantidos iguais;
- c) Estudo da influência do espaço radial entre-cátodos em amostras de ferro sinterizadas em DECO. As sinterizações foram realizadas para três valores distintos para o espaço entre-cátodos: 3,2 mm, 5,8 mm e 9,2 mm. As amostras foram processadas por 120 minutos, a 1150 °C, a pressão de 3 Torr;
- d) Estudo da influência da pressão de trabalho em amostras de ferro sinterizadas em DECO. As sinterizações foram realizadas para as pressões de 1, 3, 6 e 9 Torr, por 60 minutos, a 1150 °C e espaço radial de 5,8 mm;
- e) Estudo comparativo entre amostras sinterizadas em DECO e amostras sinterizadas convencionalmente para o tempo de 1 hora.

As amostras sinterizadas em DECO foram processadas em um aparato conforme esquema da Figura 16.

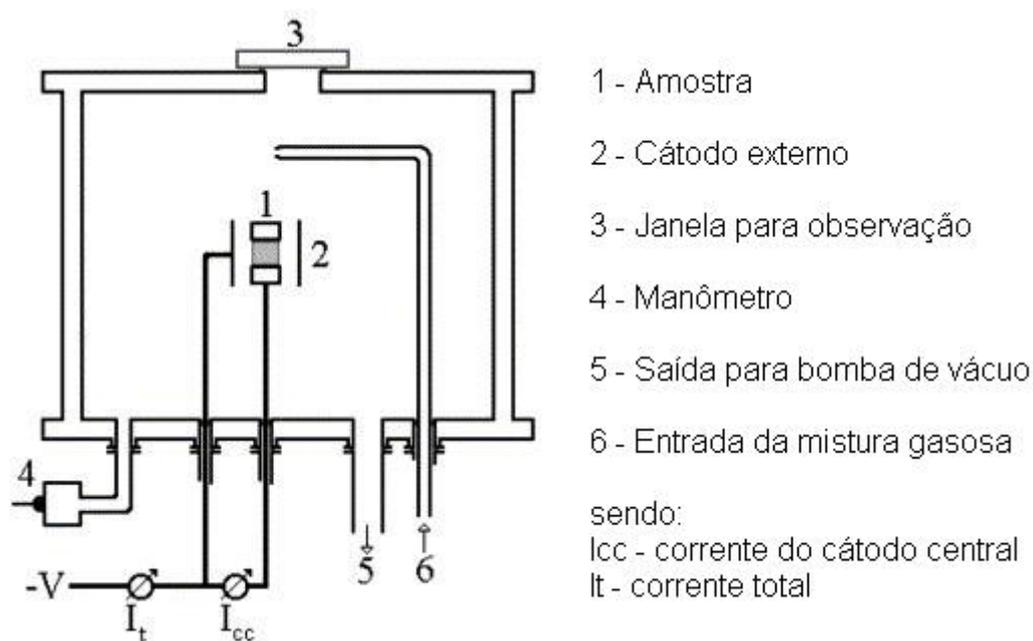


FIGURA 16 - APARATO UTILIZADO POR BRUNATTO PARA SINTERIZAÇÃO EM DECO  
 FONTE: Alterado de Brunatto *et al.*(2003)

Nas Figura 17 a Figura 20 tem-se representado a evolução dos valores médios das variáveis de processamento relativos aos 20 minutos finais no patamar de sinterização, em função do tempo, temperatura, espaço radial e pressão, respectivamente.

De forma resumida, os resultados da Figura 17 (estudo do tempo) indicam o adequado controle do processo (DECO), uma vez que se verificou uma muito boa repetibilidade nas variáveis de processamento, em especial para os valores de corrente obtidos nos diferentes tempos de sinterização, os quais estão diretamente relacionados com a temperatura de tratamento através da densidade de corrente elétrica. Por outro lado, a pequena diminuição no  $t_{LIG}$  e  $V_m$  para longos tempos de sinterização está associado ao maior aquecimento das paredes (ânodo) da câmara de descarga elétrica, reduzindo as perdas de calor por troca térmica, possibilitando assim a diminuição do  $t_{LIG}$  para manter a temperatura de sinterização.

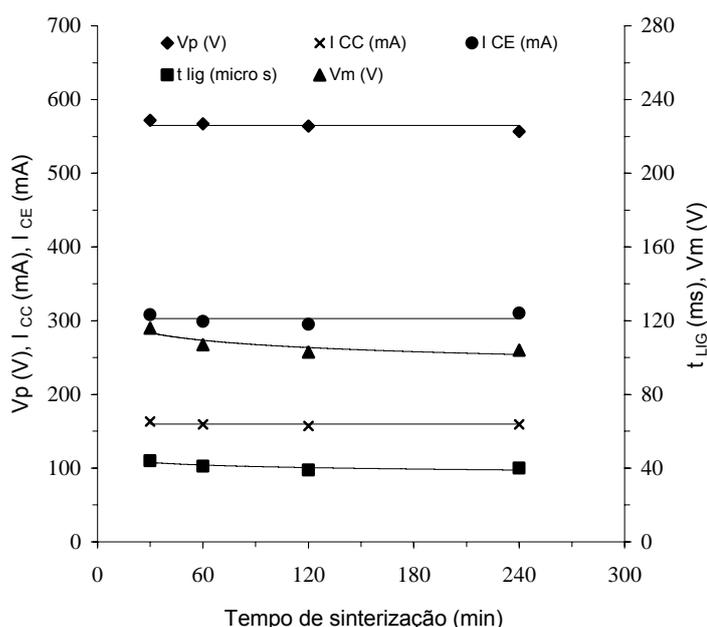


FIGURA 17 - GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO  
 FONTE: Brunatto (2000)

Pode-se observar na Figura 18 (estudo da temperatura) que para a obtenção de temperaturas mais elevadas no cátodo central, observa-se a necessidade do uso de  $t_{LIG}$  e, conseqüentemente,  $V_m$  maiores. Conforme esperado, a corrente em ambos os cátodos cresce, o que está de acordo com a relação existente entre a densidade

de corrente e a temperatura da amostra, a qual é uma função do bombardeamento iônico pelas espécies do plasma.

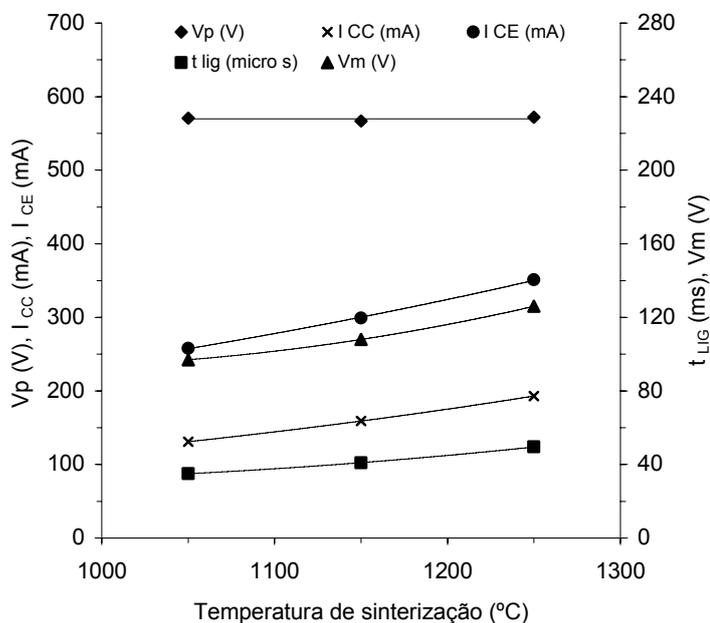


FIGURA 18 - GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO  
 FONTE: Brunatto (2000)

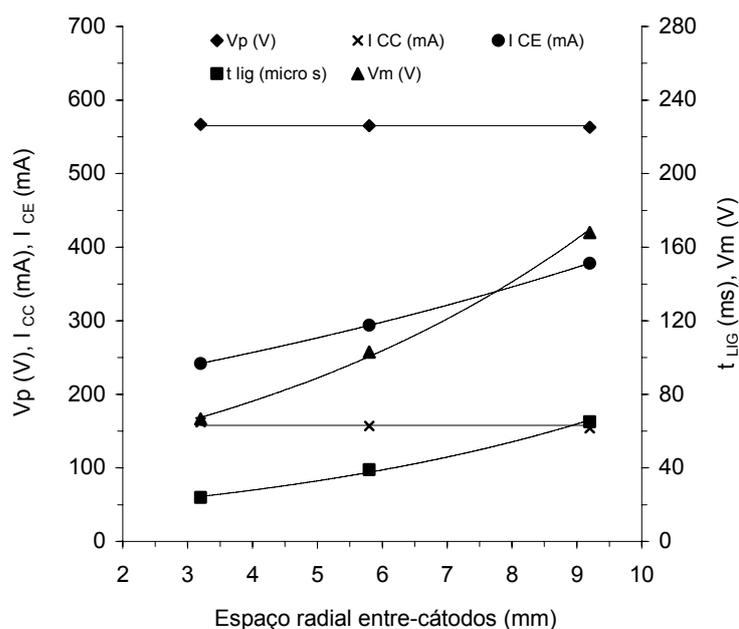


FIGURA 19 - GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DO ESPAÇO ENTRE-CÁTODOS  
 FONTE: Brunatto (2000)

Os resultados da Figura 19 (estudo do espaço entre-cátodos) confirmam um efeito de cátodo oco mais intenso ocorrendo para espaços-a menores, conforme esperado. Foram observados um  $t_{LIG}$  (ou  $V_m$ ) menor para a condição de aquecimento  $a = 3,2$  mm. Para manter a temperatura de sinterização em  $1150$  °C, nas demais condições, foi necessário utilizar  $t_{LIG}$  mais elevados, o que resulta no aumento dos valores da corrente do cátodo externo, e conseqüentemente, no aumento da taxa de ionização da descarga com o  $t_{LIG}$  (ou o  $V_m$  efetivamente aplicada no processo).

Os resultados apresentados na Figura 20 evidenciaram a relação existente nas descargas elétricas entre o potencial da descarga e a pressão do gás de trabalho. Analisando a curva da  $V_m$  (ou do  $t_{LIG}$ ) em função da pressão, pôde-se observar a ocorrência de um ponto de mínimo que otimizou o efeito de ionização na descarga, para uma determinada temperatura no cátodo central. Tal ponto de mínimo foi verificado para pressões entre 3 e 6 Torr.

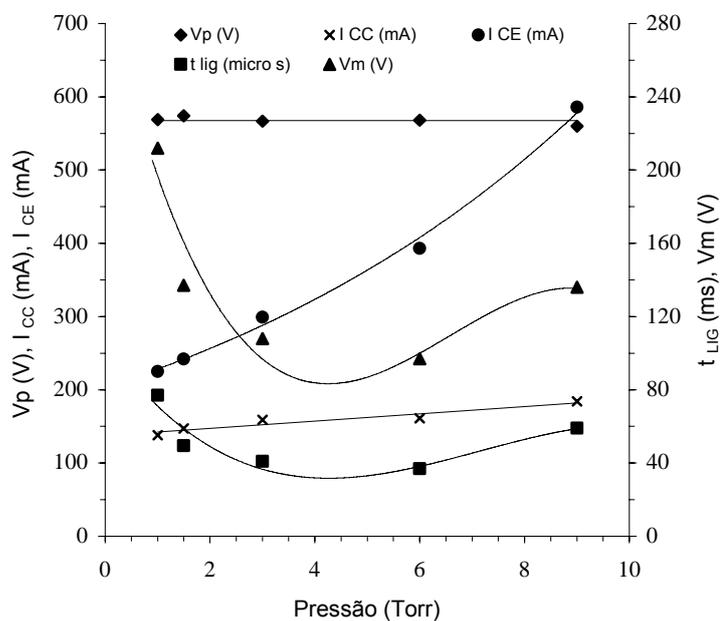


FIGURA 20 - GRÁFICO COMPARATIVO DOS VALORES MÉDIOS DAS VARIÁVEIS DE PROCESSAMENTO EM FUNÇÃO DA PRESSÃO  
 FONTE: Brunatto (2000)

No caso da DECO, dois aspectos concorrem diretamente na obtenção de uma  $V_m$  mínima (ou  $t_{LIG}$  mínimo), em função da pressão do gás da descarga: o efeito de cátodo oco e o efeito isolado da pressão. Conforme o item 4.4, o aumento da

pressão mantendo-se o espaço radial constante, tende a minimizar o efeito do cátodo oco. Por outro lado, o aumento da pressão resulta no incremento da densidade de átomos ou moléculas neutras e, deste modo, em uma tendência de aumento na ionização da descarga.

Portanto, para pressões entre 1 e 4 Torr, o aumento da densidade de íons, decorrente do aumento da pressão, sobrepõe-se à tendência de diminuição do efeito de cátodo oco, diminuindo-se  $V_m$  (ou  $t_{LIG}$ ) para manter a temperatura da amostra constante. Em contrapartida, para pressões entre 4,5 e 9 Torr, a diminuição do efeito de cátodo oco torna-se bastante acentuada, sobrepondo-se à tendência de aumento da ionização decorrente do aumento da pressão, aumentando-se  $V_m$  (ou  $t_{LIG}$ ) a fim de manter a temperatura da amostra constante. Além disso, para uma tensão constante aplicada na bainha, um aumento significativo da pressão resulta na diminuição do livre percurso médio e no incremento do número de colisões entre as espécies, diminuindo-se sensivelmente a energia média dos elétrons. Neste sentido, seria necessário o aumento da  $V_m$  (ou do  $t_{LIG}$ ) a fim de manter de forma adequada a ionização na região luminescente. Este último aspecto complementa a explicação do segundo caso considerado (para pressão entre 4,5 e 9 Torr).

#### 4.4.1 Crescimento de grão na sinterização em descargas elétricas de compactados de pó de ferro

As características da descarga dependem fortemente da geometria do eletrodo, da voltagem aplicada e das condições do meio no interior da câmara. No estudo de Pavanati *et al.* (2008), foram testadas 4 tipos de geometrias de eletrodo: uma configuração de cátodo, uma configuração de ânodo-cátodo confinado, uma configuração de anteparo-ânodo-cátodo confinado e uma configuração de cátodo oco. Para todas as configurações de eletrodo, a sinterização de ferro puro em plasma revelou a presença de uma microestrutura de grãos extremamente grosseiros após o tratamento. Brunatto (2000) também já havia avaliado tal comportamento com a configuração de cátodo oco, porém de modo muito superficial, sem detalhar a influência dos parâmetros da descarga elétrica de cátodo oco na evolução dos tamanhos dos grãos formados.

Vários autores sugerem hipóteses para explicar o crescimento exagerado de amostras de ferro puro quando sinterizadas por descarga elétrica em regime anormal.

Brunatto (2000) sinterizou ferro puro em DECO e atribuiu o crescimento de grão ao bombardeamento da superfície da amostra por íons energéticos, aliado ao desaparecimento de contornos de grão durante a sinterização. Durante o bombardeamento iônico ocorreria a produção de fônons, o que leva ao crescimento de grão. Essa conclusão foi baseada em Batista *et al.* (1998), que comparativamente ao processo convencional, observou um arredondamento mais efetivo dos poros quando da sinterização de amostras de ferro por plasma. Na tentativa de explicar este resultado, os autores sugerem um possível mecanismo adicional de transporte de matéria incrementando a difusão junto à região de contato entre as partículas de pó do compactado (“necks”). Tal mecanismo é atribuído à propagação de fônons ao longo do material, sendo estes produzidos por transferência de momento quando do bombardeamento da amostra pelas espécies do plasma.

A compreensão deste efeito é um pouco mais complicada, sendo necessário considerar os possíveis eventos metalúrgicos que levariam à obtenção de um crescimento de grão excessivo. Centrando a atenção apenas na questão metalúrgica, o estudo do desaparecimento de contornos de grão durante a sinterização (BERRY; SALAMON, 1991) pode auxiliar no melhor entendimento do efeito de crescimento de grão. A teoria formulada neste trabalho (BERRY; SALAMON, 1991), com o modelo de duas esferas em contato, demonstra a possibilidade de desaparecimento de contornos de grão através de dois modos distintos. Inicialmente, cada contato entre partícula resulta em um contorno de grão, em função da orientação aleatória do reticulado cristalino de cada partícula. Tal configuração corresponde a um local (a região de contato) de mínima energia livre, dado que o contorno de grão posiciona-se em uma região cuja área é mínima. Nesta condição, no início da sinterização, o contorno está ancorado não podendo se mover. O ancoramento deixa de existir quando o contato (“neck”) e conseqüentemente o respectivo contorno de grão crescem para um tamanho igual ao do diâmetro da esfera menor, com a evolução da sinterização. Neste ponto, onde o tamanho do contorno de grão coincide com o diâmetro da esfera menor, a área de contorno torna-se máxima e o sistema tende a minimizar este excesso de energia. Como resultado direto, tem-se o desancoramento do contorno de grão. O contorno

fica livre para se mover e a força motora para a sua movimentação ao longo do reticulado cristalino passa a ser a redução na área de contorno de grão (BERRY; SALAMON, 1991). A evolução da sinterização continuará até que o contorno de grão desapareça no vazio adjacente à partícula menor ou até que o referido contorno encontre e se coalesça com um outro contorno de grão.

Portanto, Brunatto (2000) considera a hipótese de que a propagação de fônons (BATISTA, *et al.*, 1998) incrementa o mecanismo de desaparecimento de contornos de grão (BERRY; SALAMON, 1991), pela simples ativação dos mecanismos de difusão superficial.

Entretanto, Lourenço (2003) utilizou uma configuração de eletrodo configuração de anteparo-ânodo-cátodo confinado, para proteger a amostra do bombardeamento iônico. Apesar dessa configuração, as amostras de ferro puro apresentaram crescimento de grão exagerado, o que permite descartar a hipótese de crescimento de grãos devido aos fônons. Lourenço atribuiu o crescimento de grão ao campo magnético do plasma.

Segundo Pavanati *et al.* (2008), outra possibilidade de explicação para o crescimento exagerado dos grãos poderia estar relacionado com o ataque químico. Poderia ser sugerido que na realidade não houve crescimento excessivo dos grãos, mas que os mesmos não foram atacados suficientemente para revelar corretamente todos os contornos de grão. Isso estaria baseado na tendência de que amostras sinterizadas em descarga elétrica em regime anormal, sujeitas a uma atmosfera de plasma altamente reativa, estariam mais suscetíveis a eliminação de impureza, especialmente nos contornos de grão. Como o reagente químico usado para revelá-los é mais eficiente quando impurezas estão presentes nos contornos de grão, muitos deles poderiam ser não-atacados. Entretanto, a caracterização mecânica apresentada por Pavanati *et al.* (2008) confirma a presença de grãos grosseiros.

Deve-se ainda observar a transformação de fase do ferro em relação a temperatura de sinterização utilizada. Pavanati *et al.* (2008) e Brunatto (2000) utilizaram temperaturas entre 1050 e 1250 °C e obtiveram Fe- $\alpha$  na microestrutura final. Se o crescimento de grão fosse ocorrer na temperatura de patamar de sinterização como consequência do plasma, o crescimento ocorreria na forma Fe- $\gamma$ . Ao final do ciclo de tratamento, o plasma seria desligado e a temperatura começaria a cair. Sabe-se que a transformação de fase Fe- $\gamma$  para Fe- $\alpha$  ocorre a 912 °C (OKAMOTO, 1992), basicamente via nucleação e crescimento. Isso implicaria que

os grãos grosseiros teriam sido formados na ausência de plasma. Assim, a investigação da influência do ciclo de sinterização por plasma no tamanho de grão e morfologia é mais complexo porque os grãos observados resultam de uma transformação de fase que ocorre na ausência de descarga elétrica. Lourenço (2003) reportou em seu estudo que para amostras de ferro sinterizadas abaixo da temperatura de transição  $\alpha$ - $\gamma$ , nenhum crescimento exagerado de grão foi observado.

Supõe-se que a presença de hidrogênio na descarga elétrica pode levar à eliminação de impurezas em alguns contornos de grãos (PAVANATI *et al.*, 2008). Contornos com menor nível de impurezas apresentam maior mobilidade e podem apresentar crescimento exagerado de alguns grãos (REED-HILL, 1992). O carbono tem uma forte tendência de segregar nos contornos de grão, tomando o lugar de outros átomos (GRABKE, 1986). Acredita-se que o hidrogênio seria responsável pela remoção de carbono, presente como impureza no pó original. Supõe-se em Pavanati *et al.* (2008) que o crescimento de grão ocorra na fase Fe- $\gamma$ , e que depois da transformação de fase  $\gamma$ - $\alpha$ , os grãos tornariam-se menores do que os grãos Fe- $\gamma$ , porém maiores do que os grãos Fe- $\alpha$  das amostras sinterizadas convencionalmente, no qual não ocorre crescimento exagerado de grão na fase Fe- $\gamma$ . Sabe-se que grãos austeníticos grosseiros favorecem a formação de grãos ferríticos grosseiros, após o resfriamento (TAMURA, *et al.*, 1988)

Entretanto, Lourenço (2004) adicionou elementos de liga, tais como Mo, Ni, C e P ao pó de ferro, e observou que não houve crescimento de grão excessivo no produto sinterizado. Partindo do princípio discutido no parágrafo anterior, de que o crescimento de grão ocorre durante a transformação de fase  $\gamma$ - $\alpha$ , pode-se alegar que a presença de elementos de liga na matriz pode influenciar o mecanismo de nucleação, bem como a evolução do crescimento de grão, durante a transformação de fase  $\gamma$ - $\alpha$ . Isso explicaria o não-crescimento de grão observado em aços ligados sinterizados por plasma (LOURENÇO, 2004).

Grãos grosseiros deterioram as propriedades mecânicas. Pavanati *et al.* (2008) obteve menores limites de escoamento e resistência para os sinterizados a plasma, com relação aos sinterizados convencionais. Sabe-se que os contornos de grão agem como barreiras à movimentação de discordâncias, e que portanto a resistência mecânica de materiais metálicos depende do tamanho de grão. Assim, a

tendência observada para menor resistência em amostras sinterizadas por plasma pode ser atribuído aos grãos grosseiros observados na microestrutura.

## 5 MATERIAL E MÉTODOS

### 5.1 MATÉRIA-PRIMA

Como matéria-prima, foram utilizadas amostras ferro puro sinterizadas em DECO, produzidas a partir de pó de ferro Ancorsteel 1000C, obtidas de acordo com Brunatto (2000). Este pó de ferro possui elevada compactabilidade e pureza superior a 99,75%. Os compactados de ferro foram produzidos para uma única condição de porosidade, por meio de compactação simples utilizando uma pressão da ordem de 600 MPa. As amostras foram obtidas com  $\varnothing 9,5 \times 10,0 \pm 0,5$  mm e densidade a verde de  $7,00 \pm 0,10$  g/cm<sup>3</sup>.

### 5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

#### 5.2.1 Preparação metalográfica das amostras de ferro sinterizadas

Cada amostra estudada foi submetida ao preparo metalográfico convencional envolvendo seqüencialmente: corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico.

As amostras foram cortadas utilizando-se disco diamantado de 0,25 mm de espessura em equipamento de marca Isomet. Na seqüência, as amostras foram embutidas em baquelite. O lixamento foi realizado manualmente usando-se as lixas de SiC de especificação 220, 320, 400, 600 e 1200. Para o polimento usou-se numa primeira etapa pasta de diamante de 6  $\mu$ m. Após isso, numa segunda etapa, usou-se polimento em alumina (óxido de alumínio) de 1  $\mu$ m de diâmetro médio, visando a abertura de poros. Para o ataque químico das amostras polidas, o reagente químico utilizado foi Nital 2%, com tempo de ataque de 2 minutos (definido após diversos experimentos).

A caracterização por microscopia das amostras de ferro sinterizadas foi realizada em um microscópio ótico marca Olympus modelo BX51M. Antes de realizar o ataque químico, foram analisadas micrografias com aumento de 200X para a caracterização dos poros. Após o ataque químico, todas as amostras foram novamente estudadas, dessa vez com especial enfoque no tamanho de grão. Foram analisadas 5 micrografias de diferentes regiões de cada amostra sinterizada em DECO, com aumento de 100X. Para a amostra sinterizada convencionalmente, foram analisadas apenas 3 micrografias de diferentes regiões, uma vez que os resultados obtidos com as mesmas já foram representativos. O aumento utilizado para a medição do tamanho médio de grão das amostras processadas convencionalmente foi de 200X, pois a quantidade de grãos nesse aumento já foi suficiente para a determinação do diâmetro médio, conforme a norma E 112 – 96 (ASTM, 1996).

### 5.2.2 Determinação do tamanho de grão ASTM

A norma ASTM E 112 define diversos métodos de medição de tamanho médio de grão (ASTM, 1996). O procedimento que será utilizado no presente estudo é o Planimétrico, que consiste da contagem do número de grãos dentro de uma área conhecida.

Define-se o número de tamanho de grão ASTM (G) através da equação (1).

$$N_{AE} = 2^{G-1} \quad (1)$$

onde:

$N_{AE}$  = número de grãos por polegada quadrada em um aumento de 100 X.

Na prática, busca-se encontrar o número de tamanho de grão ASTM (G) a partir do número de grãos  $N_{AE}$ . Ou seja, isolando-se “G”, tem-se que:

$$G = 1 + 3,3219 \log_{10} N_{AE} \quad (2)$$

Caso haja necessidade de utilizar um aumento diferente do padrão (100X), deve-se utilizar a equação (3).

$$N_{AE} = N_B \cdot \left( \frac{M}{M_B} \right)^2 \quad (3)$$

onde:

$N_B$  = número de grãos por unidade de área no aumento  $M_B$ .

O procedimento consiste em inscrever um quadrado de área conhecida em cada uma das micrografias. Conta-se o número de grãos dentro dessa área. A soma de todos os grãos incluídos completamente dentro do quadrado, somado à metade do número de grãos interceptados pelo quadrado, fornece o número de grãos inteiros equivalente ( $N_{AE}$ ). Através da equação (1) obtém-se o número de tamanho de grão ASTM (G). O diâmetro médio real, que é o resultado de interesse, é convertido a partir do tamanho de grão ASTM (G) através da Tabela 3 (ASTM, 1996)

TABELA 3 - CORRELAÇÃO ENTRE NÚMERO DE TAMANHO DE GRÃO ASTM E DIÂMETRO MÉDIO CORRESPONDENTE.

Número de Tamanho de Grão ASTM (G)	Diâmetro Médio ( $\mu\text{m}$ )
00	508,0
0	359,2
0,5	302,1
1,0	254,0
1,5	213,6
2,0	179,6
2,5	151,0
3,0	127,0
3,5	106,8
4,0	89,8
4,5	75,5
5,0	63,5
5,5	53,4
6,0	44,9
6,5	37,8
7,0	31,8
7,5	26,7
8,0	22,5
8,5	18,9
9,0	15,9
9,5	13,3
10,0	11,2
10,5	9,4
11,0	7,9
11,5	6,7
12,0	5,6
12,5	4,7
13,0	4,0
13,5	3,3
14,0	2,8

FONTE: ASTM (1996)

Como exemplo ilustrativo, é apresentado no Apêndice 2 os cálculos usados para determinar o tamanho de grão ASTM.

### 5.2.3 Determinação do diâmetro de Ferret

O diâmetro de Ferret é definido como sendo o comprimento máximo de uma partícula medido em uma determinada direção (KLEIN; BRUNATTO). A Figura 21 exemplifica a medição do diâmetro de Ferret de uma mesma partícula, em duas diferentes direções.

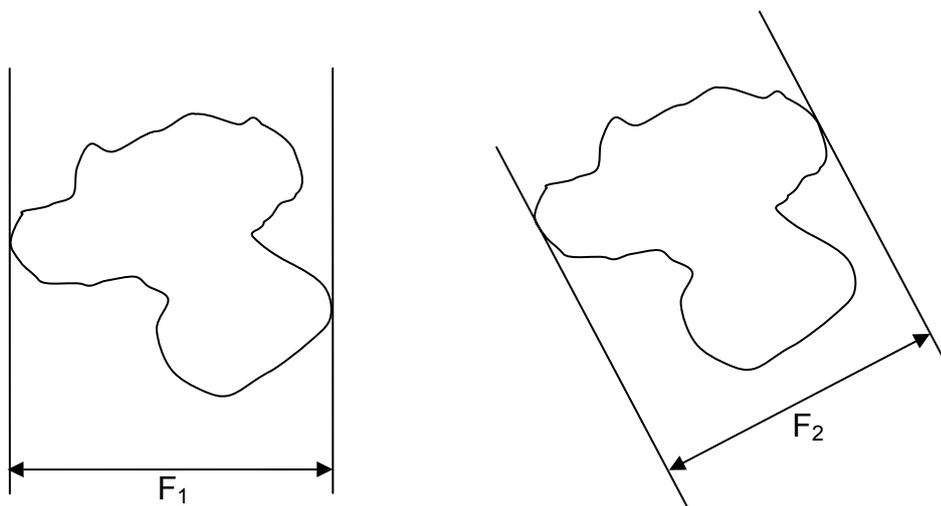


FIGURA 21 - MEDIÇÃO DO DIÂMETRO DE FERRET EM DUAS DIREÇÕES DISTINTAS  
FONTE: Alterado de Klein e Brunatto

Para cada micrografia, foi definida uma direção aleatória para medição do diâmetro de Ferret. O diâmetro de Ferret de todos os grãos dessa micrografia foi medido na mesma direção.

O diâmetro de Ferret médio de cada uma das amostras foi obtido através da média dos diâmetros de Ferret de todos os grãos medidos em todas as micrografias.

### 5.2.4 Difração de raios-X

Para as amostras sinterizadas em DECO foi utilizado comprimento de onda 2,8669 Å, com varredura de  $2\theta$  entre  $30^\circ$  e  $100^\circ$ .

Para as amostras sinterizadas convencionalmente será utilizado comprimento de onda 2,8725 Å, com varredura de  $2\Theta$  entre 30° e 100°.

### 5.3 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DA DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO NO TAMANHO DE GRÃO DAS AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS

Foram realizados 4 estudos distintos, a saber:

- a) Estudo da influência do tempo de tratamento no tamanho de grão de sinterizados de ferro em descarga elétrica de cátodo oco;
- b) Estudo da influência da temperatura de tratamento no tamanho de grão de sinterizados de ferro em descarga elétrica de cátodo oco;
- c) Estudo da influência do espaço radial entre-cátodos no tamanho de grão de sinterizados de ferro em descarga elétrica de cátodo oco;
- d) Estudo da influência da pressão de trabalho no tamanho de grão de sinterizados de ferro em descarga elétrica de cátodo oco;

Para o estudo do tempo foram utilizados tempos de 30, 60, 120 e 240 minutos, a 1150 °C, 3 Torr e com espaço entre-cátodos de 5,8 mm.

No estudo da temperatura foram utilizadas temperaturas de 1050, 1150 e 1250 °C, processados durante 60 minutos, a 3 Torr, com espaço entre-cátodos de 5,8 mm.

Na seqüência, para o estudo do espaço radial entre-cátodos, foram utilizados espaços de 3,2 mm, 5,8 mm e 9,2 mm, processados durante 120 minutos, a 1150 °C e 3 Torr.

Por fim, no estudo da pressão, foram utilizadas pressões de 1, 3, 6 e 9 Torr, processadas durante 60 minutos, a 1150 °C e com espaço entre-cátodos de 5,8 mm.

#### 5.4 ESTUDO COMPARATIVO DO TAMANHO DE GRÃO ENTRE AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS EM DECO E CONVENCIONALMENTE

Após o estudo da influência dos parâmetros da descarga elétrica de cátodo oco, foi realizado um estudo comparativo do tamanho de grão entre amostras de ferro puro sinterizadas em DECO e amostras de ferro puro sinterizadas convencionalmente. Para esse estudo foram utilizados tempo de tratamento de 60 minutos e temperatura de sinterização de 1150 °C.

A amostra processada em DECO utilizou ainda como parâmetros de processo  $a = 5,8$  mm e  $p = 3$  Torr, com fluxo de  $5 \text{ cm}^3/\text{s}$ , na mistura gasosa de 80% Ar + 20% H<sub>2</sub>.

A processada de modo convencional foi sinterizada em forno resistivo, dentro de um tubo de alumina. A atmosfera consistiu de um fluxo de H<sub>2</sub> pré-purificado a uma pressão ligeiramente superior a 760 Torr (1 atm).

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 6.1 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO DE TRATAMENTO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

O estudo da influência do tempo de sinterização foi realizado para tempos de 30, 60, 120 e 240 minutos, de acordo com o item 5.3. As micrografias foram obtidas conforme procedimento descrito no item 5.2. A Figura 22 mostra um exemplo de micrografia para cada tempo de processamento estudado, com aumento de 100 X.

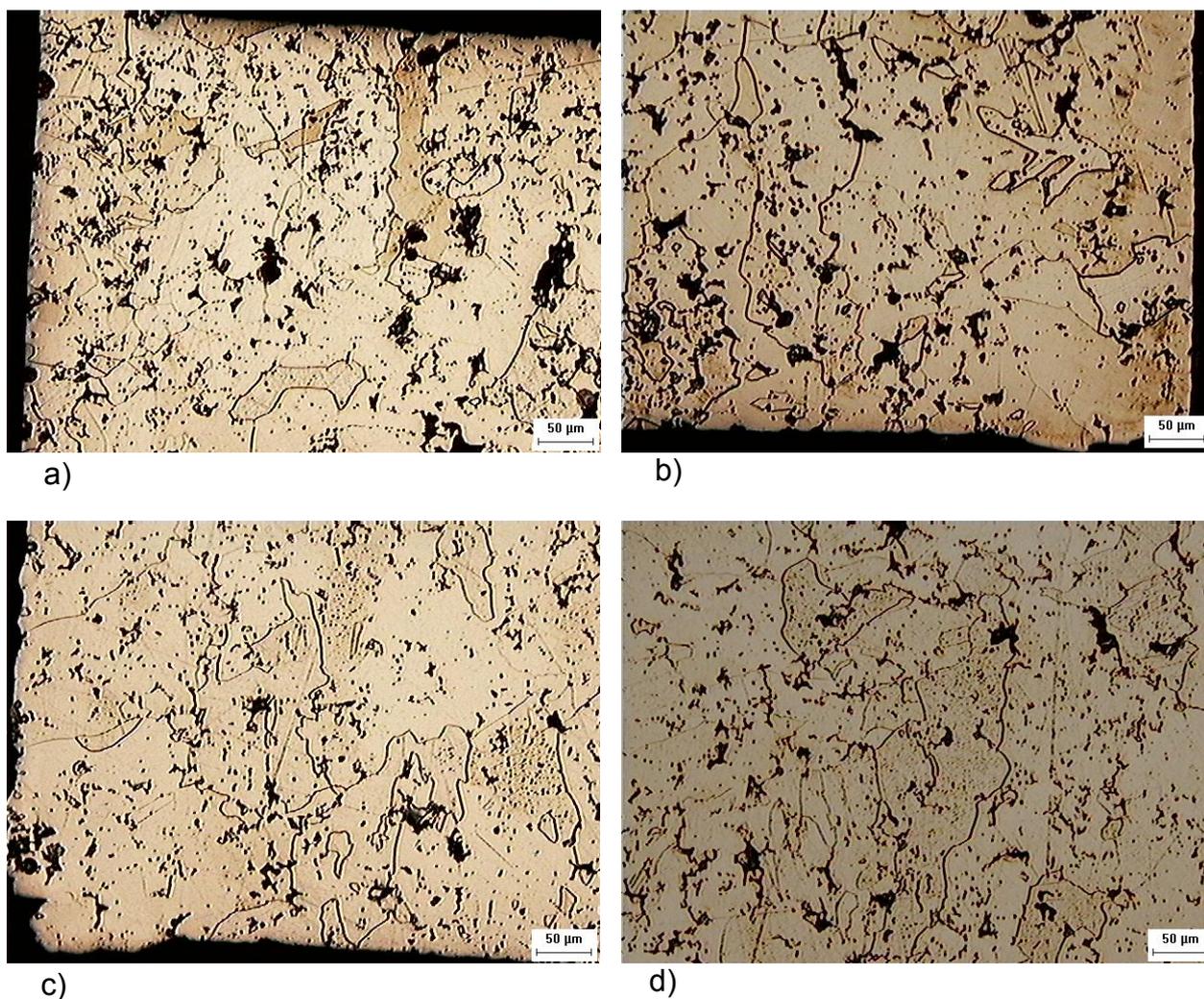


FIGURA 22 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TEMPO. (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 120 min, (d) 240 min

Pode-se perceber em todas as micrografias que alguns contornos de grão são nitidamente visíveis, enquanto que outros necessitam de algum realce para facilitar a definição do contorno. Seria possível supor que isso fosse uma consequência de um tempo baixo de ataque químico. Entretanto, o tempo de ataque químico utilizado nesse estudo foi relativamente elevado (2 minutos – ver item 5.2.1), levando-se em consideração os tempos usuais de ataque químico de ferro sinterizado (até 15 segundos, (PEASE III; PEASE, 1990)). Para tempos maiores de 2 minutos, a reação era forte demais, e a micrografia perdia qualidade.

Levando-se em conta que alguns contornos de grão eram bastante tênues, conforme já citado anteriormente, todas as micrografias foram realçadas manualmente para o posterior estudo do tamanho de grão. No Apêndice 3 estão as 20 micrografias utilizadas no estudo da influência do tempo, sendo 5 para cada tempo específico de processamento (30, 60, 120 e 240 minutos). Cada micrografia é acompanhada do seu diâmetro de Ferret médio e o do seu diâmetro ASTM.

Os resultados da medição do tamanho de grão para cada tempo de processamento podem ser vistos na Figura 23. A Figura 23 a) mostra o diâmetro ASTM de cada um dos tempos de estudo, enquanto que na Figura 23 b) estão os diâmetros de Ferret médio para cada uma das amostras, juntamente com suas dispersões.

Para a composição do diâmetro de Ferret médio de um tempo específico de processamento, foi realizada a média de todos os diâmetros de grão medidos nas 5 micrografias desse parâmetro em estudo.

Por sua vez, o diâmetro ASTM desse mesmo tempo de estudo, foi calculado a partir do número de grãos por polegada quadrada em um aumento de 100X ( $N_{AE}$ ). Cada micrografia teve seu próprio  $N_{AE}$ , e o cálculo do  $N_{AE}$  equivalente de um tempo específico foi obtido através da média do  $N_{AE}$  de cada uma das 5 micrografias do tempo estudado (conforme norma (ASTM, 1996)).

Deve-se notar que para o diâmetro ASTM (Figura 23 a) não foi calculado o desvio padrão, pois a norma ASTM de determinação de tamanho de grão (ASTM, 1996) define o cálculo do desvio padrão entre as micrografias de cada tempo específico. Ou seja, o desvio padrão que seria obtido mostraria apenas a variação do número de grãos contados, de uma micrografia para outra. Esse valor não mostraria a grande dispersão de tamanhos de grão em cada micrografia, e por isso não foi calculado, mesmo sendo recomendado pela norma (ASTM, 1996).

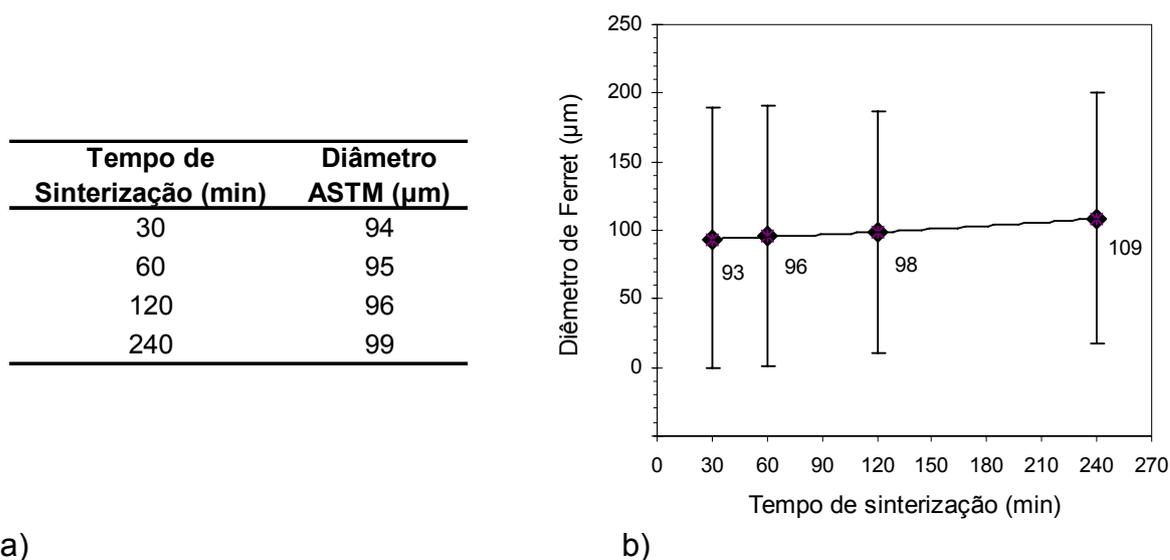


FIGURA 23 - INFLUÊNCIA DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET

Por sua vez, na Figura 23 b) foram calculados os desvios padrões para cada tempo de processamento, levando-se em conta todos os diâmetros de Ferret medidos nas 5 micrografias de cada tempo específico. Observa-se que, em um mesmo tempo de processamento, há uma grande dispersão de tamanhos de grãos, o que indica que os grãos maiores estão crescendo às custas dos menores.

Analisando os resultados obtidos na Figura 23 a) e b), no que diz respeito ao tamanho médio dos grãos, pode-se perceber uma similaridade nos diâmetros (para um mesmo tempo de sinterização), o que valida a utilização de ambos os métodos para o cálculo do tamanho médio de grão. Em ambos os resultados, há uma tendência, embora que pequena, de aumento do diâmetro médio com o aumento do tempo de sinterização. Essa tendência deve ser discutida para concluir se realmente há influência do tempo no tamanho de grão de amostras de ferro em DECO.

Considerando-se que a pressão utilizada para cada tempo de estudo foi a mesma, é de se esperar uma densidade do gás ( $n$ ), e portanto do plasma, constante para todas as condições de tratamento (ver Apêndice 1). Isto decorre do fato de que a pressão de um gás, conforme equação (6) (Apêndice 1), é função direta da densidade do gás, bem como da sua massa ( $m$ ) e da velocidade ao quadrado média ( $\overline{c^2}$ ). Neste caso, como a temperatura é constante (1150 °C) e a mistura gasosa utilizada é também invariável, tanto  $\overline{c^2}$  quanto  $m$  são constantes, para cada gás da mistura. Assim sendo, pode-se esperar uma oferta aproximadamente constante de

íons atingindo a interface plasma/bainha e sendo acelerados em direção à amostra, uma vez que o fluxo é constante segundo a equação (7) (Apêndice 1).

Um outro aspecto importante a ser considerado diz respeito à energia com que os íons colidem no cátodo gerando aquecimento. Neste caso, há que se resgatar os resultados dos estudos de Davis e Vanderslice (1963, citado por Chapman, 1980; Abril, 1986; Mason e Allort, 1994; Mason e Pichilingi, 1994), principalmente no que tange ao fato do efeito da pressão do gás sobre a distribuição da energia dos íons tender a ser pequena, quando a tensão de descarga é mantida constante (ver item 4.3). Verifica-se que o produto  $p \times d$  é constante para descargas de corrente contínua, fazendo com que o número médio de colisões de um íon atravessando a distância  $d$  seja constante. Portanto, como neste estudo a pressão é constante, e o produto  $p \times d$  é esperado ser também constante, resulta que “ $d$ ” não varie também, garantindo uma estreita distribuição de energia média com que os íons atingem o substrato. Em outras palavras, o livre caminho médio (abordado no Apêndice 1) entre colisões envolvendo íons e/ou espécies neutras é mantido constante, não se verificando diferenças nas condições de aquecimento, ao menos para o estudo de tempo, no que tange o efeito de bombardeamento iônico e o respectivo aquecimento do cátodo.

De forma conclusiva, os efeitos da descarga elétrica, para diferentes tempos de processamento, não poderiam influenciar nas diferenças comparativas observadas nos resultados apresentados na Figura 23. Essas diferenças poderiam resultar tão somente do tempo de processamento, o qual exerce influência na difusão dos átomos metálicos das amostras, conforme visto no item 2.2.6. Entretanto, devido às dispersões das medições da Figura 23 b), conclui-se que não há influência significativa do tempo de processamento em DECO no tamanho de grão de amostras de ferro. Ou seja, o bombardeamento iônico presente nas quatro condições sobrepõe-se ao aumento da difusividade pelo aumento do tempo.

A Figura 24 mostra duas micrografias de poros das amostras sinterizadas em 30 minutos (a) e 240 minutos (b). Para o maior tempo de processamento, atingiu-se o último estágio da sinterização, o qual é caracterizado pelo arredondamento dos poros e eliminação dos poros pequenos às custas do crescimento dos poros grandes. Ou seja, embora nesse estudo o tempo não apresente influência significativa sobre o tamanho de grão, a difusividade acentuada pelo aumento do tempo foi responsável pelas alterações morfológicas dos poros.

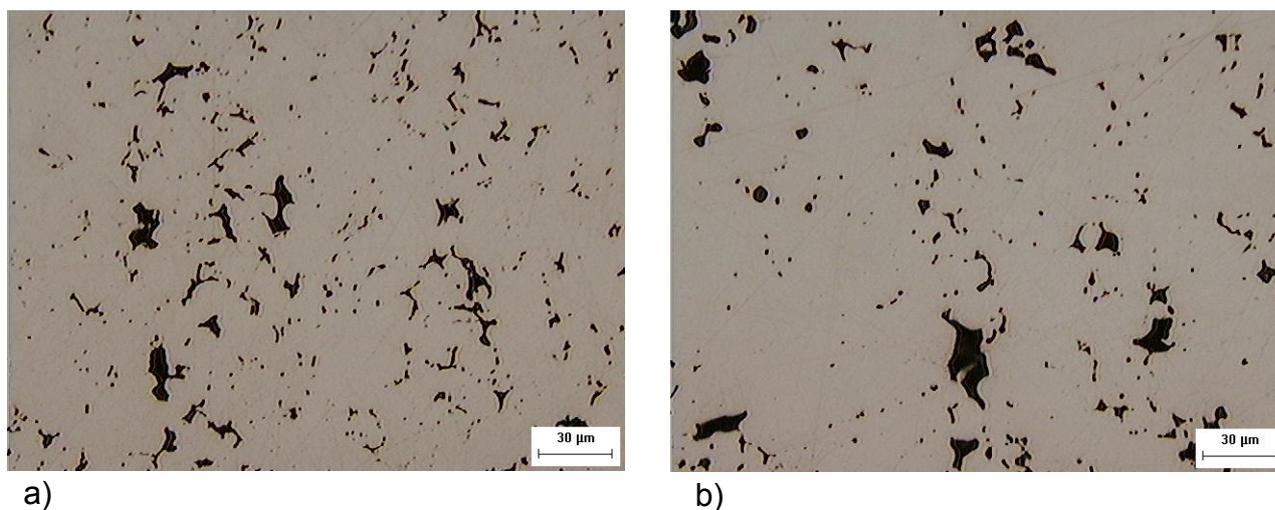


FIGURA 24 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM (a) 30 min E (b) 240 min DE PROCESSAMENTO

## 6.2 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE TRATAMENTO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

O estudo da influência da temperatura de sinterização foi realizado a 1050, 1150 e 1250 °C, de acordo com o item 5.3. As micrografias foram obtidas conforme procedimento descrito no item 5.2. A Figura 25 mostra um exemplo de micrografia para cada temperatura de processamento estudada, com aumento de 100 X. No Apêndice 4 estão as 15 micrografias utilizadas no estudo da influência da temperatura, sendo 5 para cada temperatura específica de processamento. Cada micrografia é acompanhada do seu diâmetro de Ferret médio e o do seu diâmetro ASTM.

Os resultados da medição do tamanho de grão para cada tempo de processamento podem ser vistos na Figura 26. A Figura 26 a) mostra o diâmetro ASTM de cada um das temperaturas de estudo, enquanto que na Figura 26 b) estão os diâmetros de Ferret médio para cada uma das amostras.

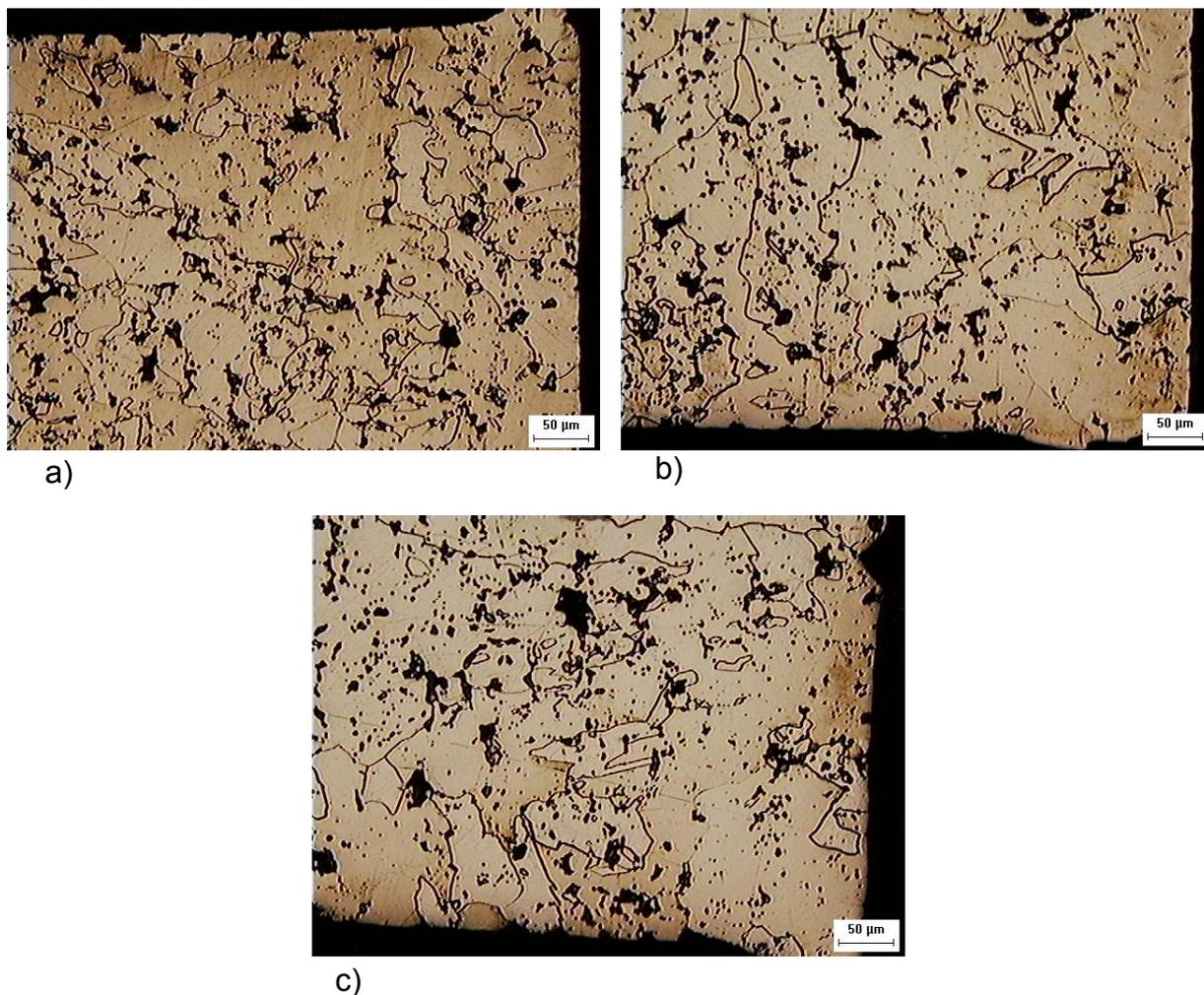


FIGURA 25 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA. (a) 1050 °C, (b) 1150 °C, (c) 1250 °C

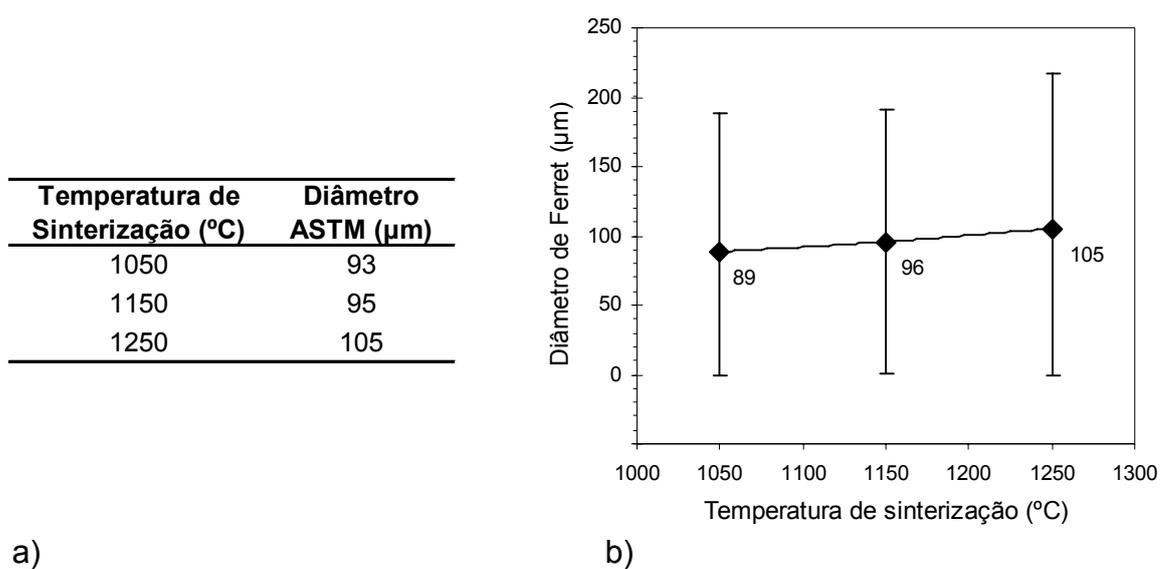


FIGURA 26 - INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET

Os diâmetros médios obtidos na Figura 26 a) são bastante similares aos diâmetros médios obtidos na Figura 26 b), para uma mesma temperatura, o que valida a utilização de ambos os métodos para o cálculo do tamanho médio de grão. Em ambos os resultados, há uma tendência, embora que pequena, de aumento do diâmetro médio com o aumento da temperatura de sinterização. Essa tendência deve ser discutida para concluir se realmente há influência da temperatura no tamanho de grão de amostras de ferro em DECO.

As discussões apresentadas no estudo do tempo são válidas aqui também, dado que a tensão e a pressão não mudaram. Deve-se, porém, considerar que, de acordo com a Figura 18, para aumentar a temperatura de sinterização de 1050 °C para 1150 °C e 1250 °C, foram necessários respectivamente  $t_{LIG}$  de aproximadamente 35, 40 e 50  $\mu$ s. O aumento de  $t_{LIG}$  implica apenas em um tempo maior no qual as superfícies das amostras são submetidas aos efeitos de descarga elétrica e portanto ao bombardeamento iônico, uma vez que aqui também a energia dos íons não se altera.

Então as diferenças nos resultados das medidas de tamanho de grão da Figura 26 poderiam estar ligadas principalmente ao  $t_{LIG}$ , o qual é o responsável por modificar/incrementar a temperatura da amostra. É claro que a ativação da difusão pelo aumento da temperatura também poderia ser levado em conta pois, conforme visto no item 2.2.6, pois a nível metalúrgico, tanto maior a temperatura, maior é a difusividade e, conseqüentemente, maior também é o tamanho de grão. A Tabela 2 evidencia o aumento do coeficiente de autodifusão do ferro com o aumento da temperatura.

Entretanto, apesar de que no estudo da influência da temperatura o  $t_{LIG}$  seja maior para temperaturas maiores, e o aumento da temperatura proporcione um aumento da difusividade, as dispersões das medições da Figura 26 b), em cada temperatura, permitem concluir que não há influência significativa da temperatura de processamento em DECO no tamanho de grão de amostras de ferro. Ou seja, o bombardeamento iônico presente nas três condições de temperatura sobrepõe-se ao aumento do  $t_{LIG}$  e da difusividade pelo aumento da temperatura.

A Figura 27 mostra duas micrografias de poros das amostras sinterizadas a 1050 °C (a) e 1250 °C (b). Como esperado, para maior temperatura maior o arredondamento dos poros e eliminação dos poros pequenos às custas do crescimento dos poros grandes. Ou seja, embora nesse estudo a temperatura não

apresente influência significativa sobre o tamanho de grão, a difusividade acentuada pelo aumento da temperatura foi responsável pelas alterações morfológicas dos poros.

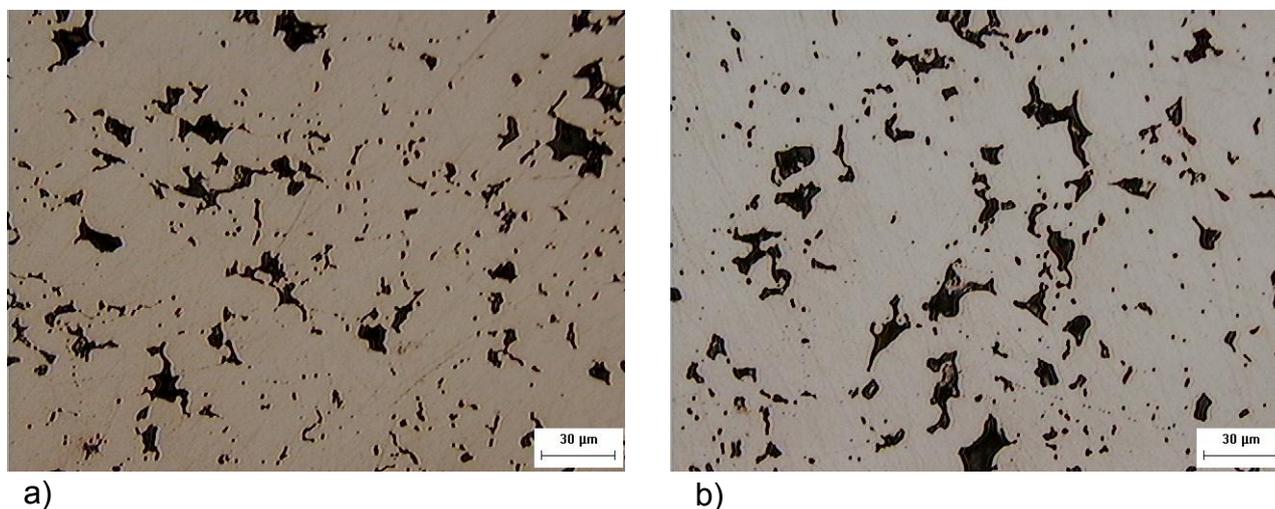


FIGURA 27 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM TEMPERATURAS DE PROCESSAMENTO DE (a) 1050 °C E (b) 1250 °C

### 6.3 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

O estudo da influência do espaço radial entre-cátodos foi realizado para espaços de 3,2, 5,8 e 9,2 mm, de acordo com o item 5.3. As micrografias foram obtidas conforme procedimento descrito no item 5.2. A Figura 28 mostra um exemplo de micrografia para cada espaço entre-cátodos estudado, com aumento de 100 X. No Apêndice 5 estão as 15 micrografias utilizadas no estudo da influência do espaço entre cátodos, sendo 5 para cada espaço radial específico. Cada micrografia é acompanhada do seu diâmetro de Ferret médio e o do seu diâmetro ASTM.

Os resultados da medição do tamanho de grão para cada espaço entre-cátodos podem ser vistos na Figura 29. A Figura 29 a) mostra o diâmetro ASTM de cada um dos espaços radiais estudados, enquanto que na Figura 29 b) estão os diâmetros de Ferret médio para cada uma das amostras.

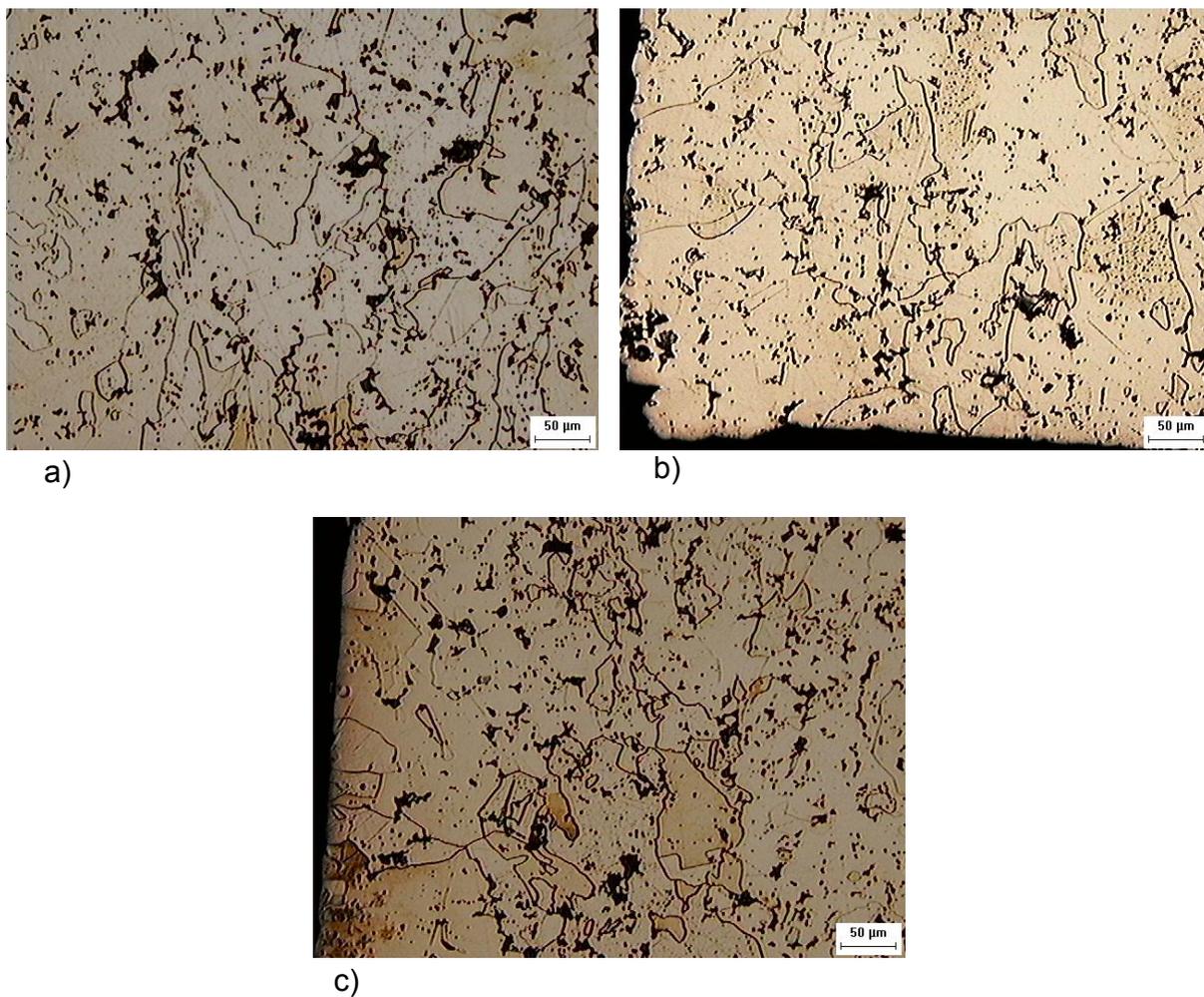


FIGURA 28 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE CÁTODOS. (a) 3,2 mm, (b) 5,8 mm, (c) 9,2 mm

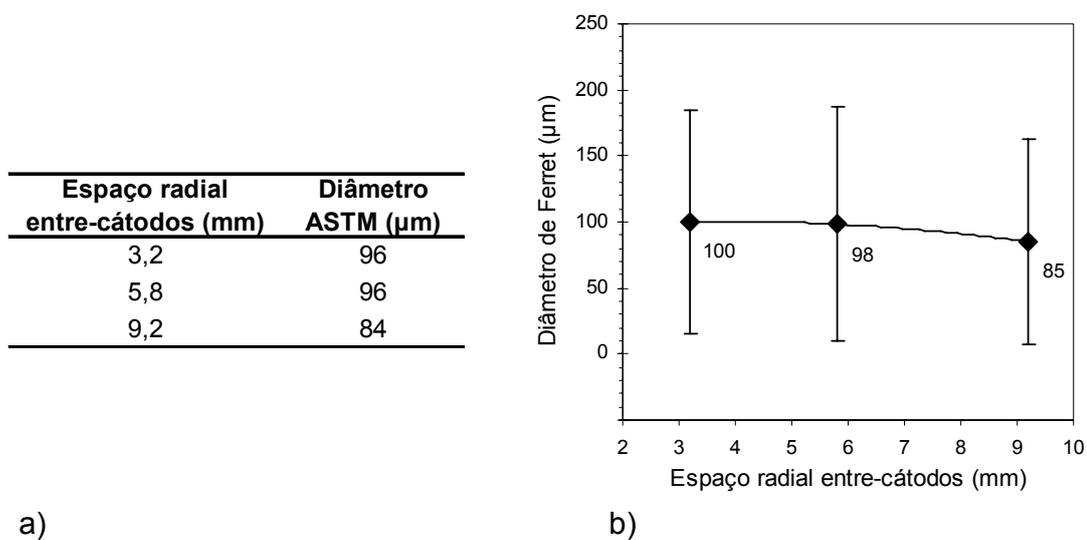


FIGURA 29 - INFLUÊNCIA DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADO EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET

Os diâmetros médios obtidos na Figura 29 a) são bastante similares aos diâmetros médios obtidos na Figura 29 b), para um mesmo valor de espaço radial, o que valida a utilização de ambos os métodos para o cálculo do tamanho médio de grão. Em ambos os resultados, há uma tendência, embora que pequena, da diminuição do diâmetro médio com o aumento do espaço entre-cátodos. Essa tendência deve ser discutida para concluir se realmente há influência do espaço radial no tamanho de grão de amostras de ferro em DECO.

De acordo com Brunatto (2000), o efeito de cátodo oco é otimizado para pressões entre 1 e 3 Torr, para distância entre-cátodos de 3,2, 5,8 e 9,2 mm. Além disso, tal efeito tende a ocorrer para produto  $p \times a$  variando entre 0,375 e 3,75 cm.Torr (conforme visto no item 4.4). Para a pressão de 3 Torr, o produto  $p \times a$  foi de 0,96, 1,74 e 2,76 cm.Torr respectivamente para  $a = 3,2, 5,8$  e  $9,2$  mm. Os resultados indicam uma tendência de crescimento de grão quando do uso de um espaço radial entre-cátodos menor. Neste caso o efeito de cátodo oco tende a ser mais intenso para menores espaços entre cátodos, o que é confirmado Figura 19, onde  $t_{LIG}$  menores foram usados para espaço entre cátodos de 3,2 mm. Esse resultado é importante uma vez que há uma tendência de se verificar um maior crescimento de grão para espaço entre-cátodos menor, talvez devido à maior ativação dos mecanismos de sinterização, conforme discutido no item 4.4.1. Igualmente aqui merece destaque os comentários realizados no estudo da influência do tempo, pois todos os ensaios foram feitos a pressão constante e tensão constante.

Para a confirmação da hipótese acima, devem ser analisados os poros de cada uma das amostras. A Figura 30 mostra duas micrografias de poros das amostras com espaço radial entre-cátodos de 3,2 mm (a) e 9,2 mm (b). Ao contrário da Figura 24 e da Figura 27, em que se observava o arredondamento dos poros e o desaparecimento dos poros menores de acordo com a variação dos parâmetros, não se observa na Figura 30 diferença significativa nos poros conforme variação do espaço radial entre-cátodos. Pode-se supor que, uma vez que o tempo e a temperatura de processamento foram mantidos constantes nesse estudo, não houve diferença na difusividade das amostras com a variação apenas do espaço radial entre-cátodos.

Diante do resultado da Figura 30, e levando-se em conta a grande dispersão das medições de tamanho de grão para cada valor de espaço radial (Figura 29 b), descarta-se a possibilidade de o efeito de cátodo oco acentuado para menores

espaços radiais promover um maior crescimento de grão. Ou seja, o bombardeamento iônico presente nas 3 condições de espaço radial influencia no crescimento de grão de todas as amostras, mas a variação do espaço radial entre-cátodos não produz variação no tamanho de grão das mesmas.

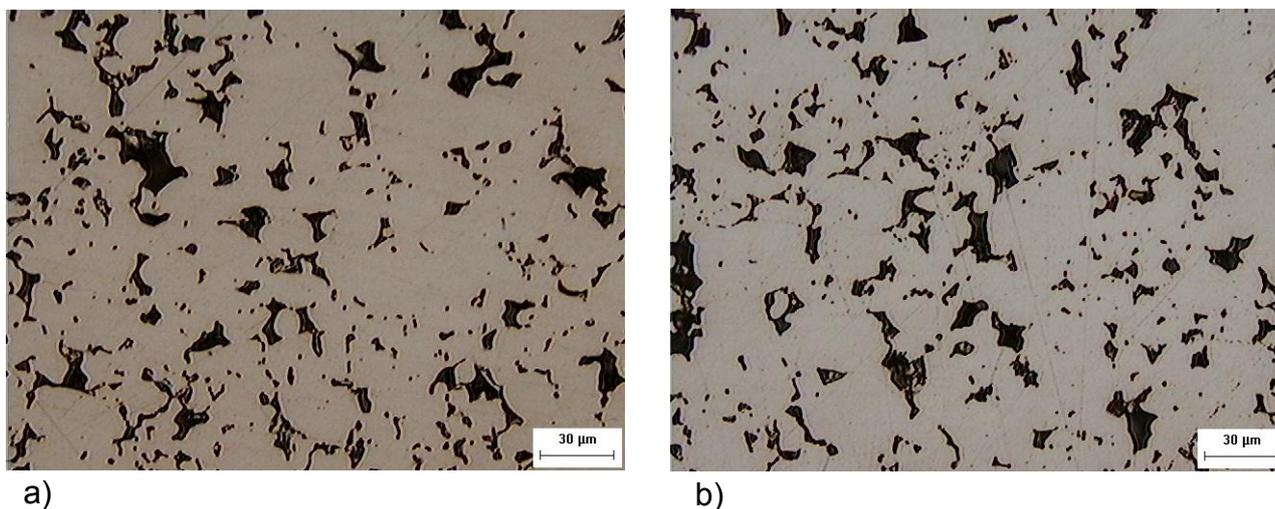


FIGURA 30 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM ESPAÇO RADIAL ENTRE CÁTODOS DE (a) 3,2 mm E (b) 9,2 mm

#### 6.4 ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE TRABALHO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DESCARGA ELÉTRICA DE CÁTODO OCO

O estudo da influência da pressão foi realizada para 1, 3, 6 e 9 Torr, de acordo com o item 5.3. As micrografias foram obtidas conforme procedimento descrito no item 5.2. A Figura 31 mostra um exemplo de micrografia para cada pressão estudada, com aumento de 100 X. No Apêndice 6 estão as 20 micrografias analisadas, sendo 5 para cada pressão em específico. Cada micrografia é acompanhada do seu diâmetro de Ferret médio e o do seu diâmetro ASTM.

Os resultados da medição do tamanho de grão para cada pressão podem ser vistos na Figura 32. A Figura 32 a) mostra o diâmetro ASTM de cada uma das pressões estudados, enquanto que na Figura 32 b) estão os diâmetros de Ferret médio para cada uma das amostras e a dispersão das medidas.

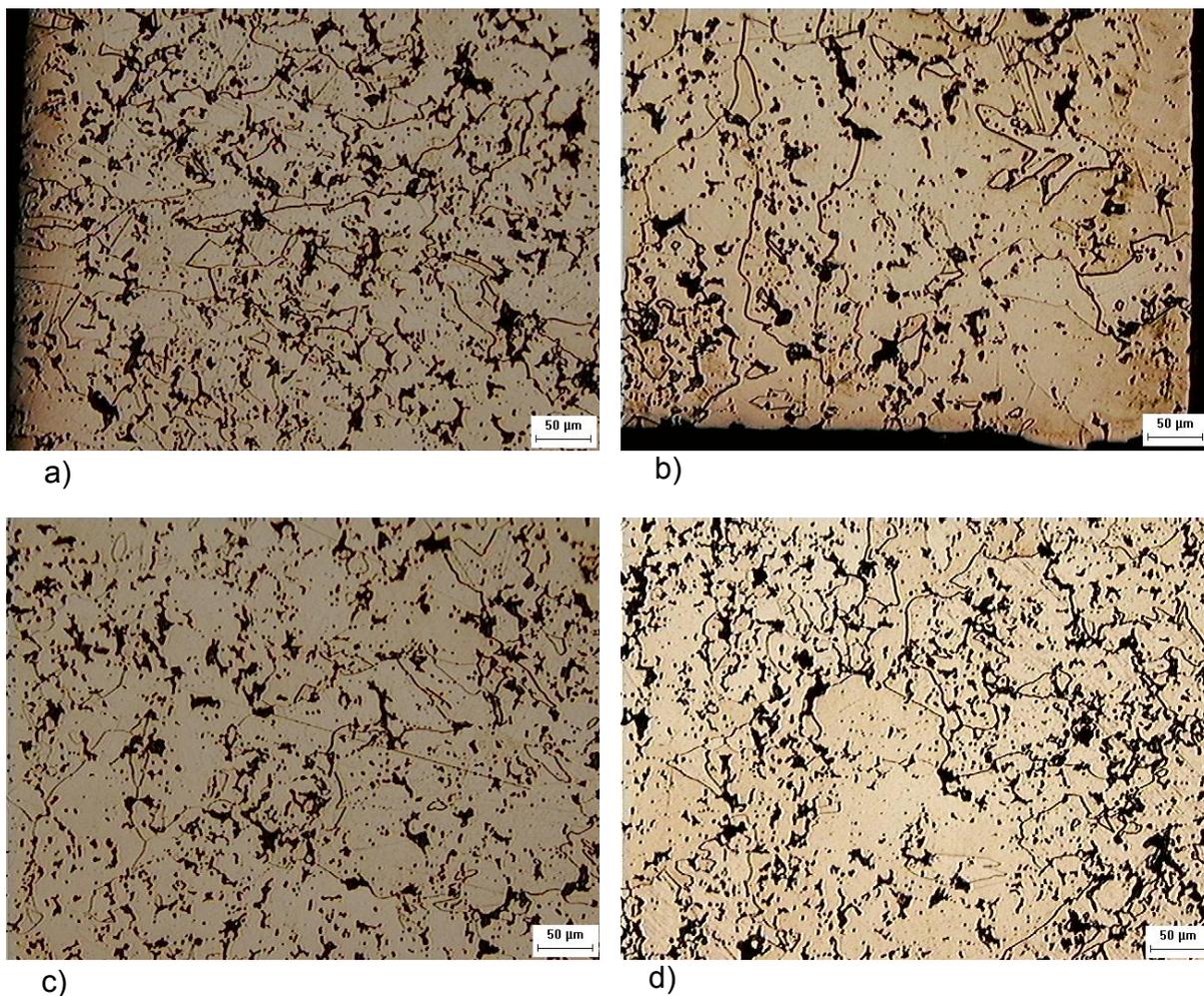


FIGURA 31 - EXEMPLOS DE MICROGRAFIAS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE TRABALHO. (a) 1 Torr, (b) 3 Torr, (c) 6 Torr, (d) 9 Torr

Pressão (Torr)	Diâmetro ASTM ( $\mu\text{m}$ )
1	87
3	95
6	93
9	88

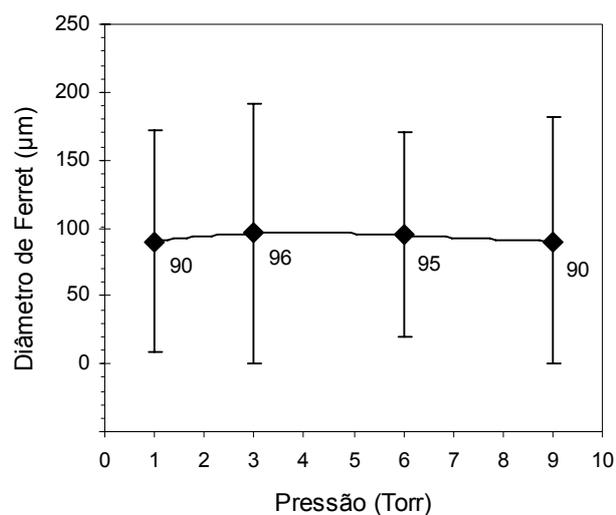


FIGURA 32 - INFLUÊNCIA DA PRESSÃO DE SINTERIZAÇÃO NO TAMANHO DE GRÃO DE FERRO SINTERIZADO EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET

Os diâmetros médios obtidos na Figura 32 a) são bastante similares aos diâmetros médios obtidos na Figura 32 b), para uma mesma pressão de trabalho, o que valida a utilização de ambos os métodos para o cálculo do tamanho médio de grão. Em ambos os resultados, há uma tendência, embora que pequena, do aumento do tamanho de grão entre pressões de 1 a 3 Torr, e uma diminuição do tamanho de grão entre 6 e 9 Torr, sendo que entre 3 e 6 Torr ocorreriam os maiores tamanhos de grão.

Apesar da pressão variar nesse estudo, o fato da tensão ter sido constante indica que para o produto  $p \times d$  ser constante, “d” variou inversamente. Igualmente aqui a energia de bombardeamento dos íons foi mantida inalterada, porém foram verificados diferentes  $t_{LIG}$  (Figura 20). Para 3 e 6 Torr, os valores de  $t_{LIG}$  seriam menores do que para 1 e 9 Torr. Conforme discutido no item 4.4, o aumento da pressão age no sentido de diminuir o efeito de cátodo oco, ao mesmo tempo em que aumenta a ionização da descarga. Sugere-se que valores de pressões entre 3 e 6 Torr maximizam a relação entre efeito de cátodo oco e ionização de descarga, levando a um crescimento de grão mais acentuado, devido à maior ativação dos mecanismos de sinterização, conforme discutido no item 4.4.1.

A hipótese acima somente pode ser confirmada com a análise dos poros de cada uma das amostras. A Figura 33 mostra duas micrografias de poros, das amostras sinterizadas a 1 Torr (a) e 6 Torr (b). Os resultados de 3 e 9 Torr são similares a 1 e 6 Torr respectivamente. Da mesma maneira que o estudo do espaço entre-cátodos, não se observa na Figura 33 diferença significativa nos poros conforme variação da pressão. Pode-se supor que, uma vez que o tempo e a temperatura de processamento foram mantidos constantes nesse estudo, não houve diferença na difusividade das amostras com a variação apenas da pressão de trabalho.

Diante dessa análise da Figura 33, juntamente com a grande dispersão das medições de tamanho de grão, em cada pressão de trabalho (Figura 32 b), conclui-se que a variação da pressão não influencia no tamanho de grão das amostras. Novamente vale mencionar que o bombardeamento iônico influencia no crescimento de grão de todas as amostras, mas a variação da pressão não produz variação no tamanho de grão das mesmas.

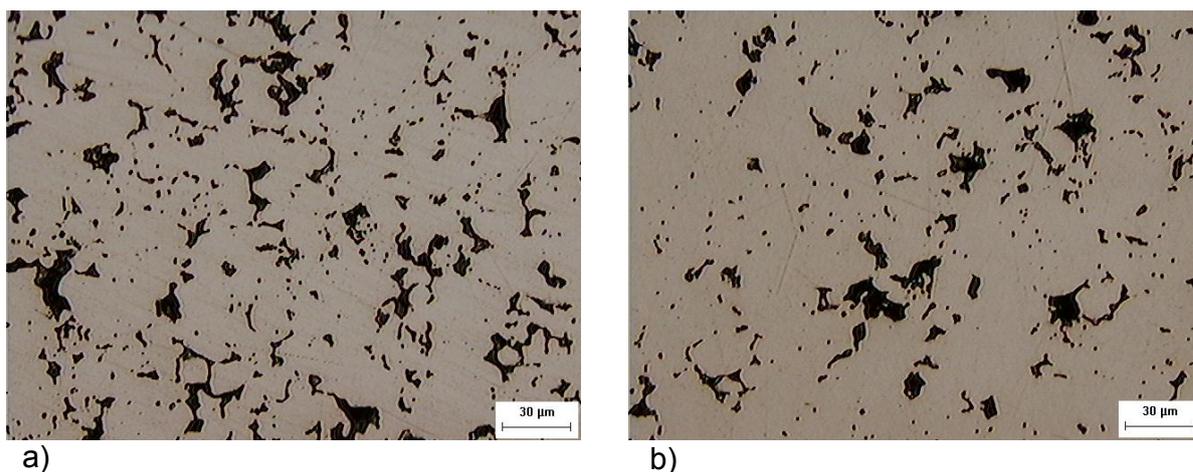


FIGURA 33 - MICROGRAFIA DOS POROS DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO, COM PRESSÕES DE TRABALHO DE (a) 1 Torr, (b) 6 Torr

## 6.5 ESTUDO COMPARATIVO ENTRE AMOSTRAS DE FERRO SINTERIZADAS EM DECO E SINTERIZADAS CONVENCIONALMENTE

Através do método descrito no item 5.4, foram obtidas as micrografias da amostra de ferro sinterizada em DECO (Figura 34 a) e da amostra de ferro sinterizada convencionalmente (Figura 34 b), ambas com aumento de 100X. As micrografias utilizadas para esses cálculos encontram-se no Apêndice 7, para a amostra sinterizada convencionalmente, e no Apêndice 3.2, para a amostra sinterizada em DECO. Lembrando que o aumento utilizado para a medição do tamanho médio de grão das amostras processadas convencionalmente foi de 200X, pois a quantidade de grãos nesse aumento já era suficiente para a determinação do diâmetro médio, conforme a norma E 112 – 96 (ASTM, 1996).

Analisando-se as duas amostras da Figura 34, mesmo sem ainda ter-se calculado o diâmetro médio dos grãos, pode-se constatar um crescimento de grão excessivo na amostra processada em DECO.

Através dos métodos descritos no item 5.2, calculou-se o diâmetro de Ferret médio para cada amostra e o tamanho de grão pela técnica da norma ASTM.

Utilizando a técnica da norma ASTM, a amostra de ferro puro sinterizada convencionalmente apresentou um tamanho de grão médio de 21 μm, enquanto que a amostra sinterizada em DECO apresentou um tamanho de grão médio de 95 μm (Figura 35 a).

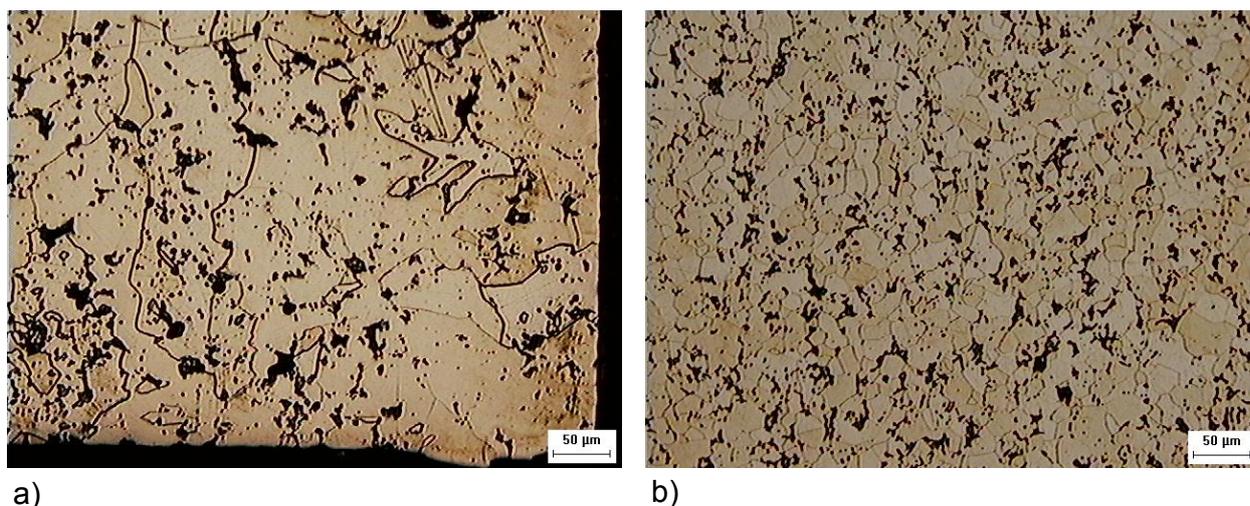
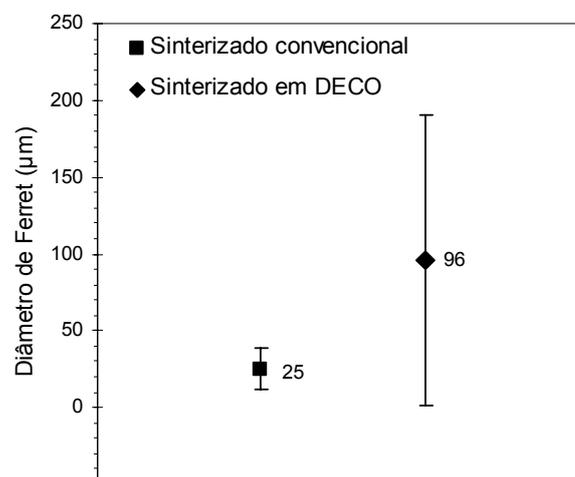


FIGURA 34 - MICROGRAFIA DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA EM DECO (a) E DE UMA AMOSTRA DE FERRO SINTERIZADA CONVENCIONALMENTE (b), AUMENTO DE 100X

A amostra de ferro puro sinterizada convencionalmente apresentou um diâmetro de Ferret médio de 25  $\mu\text{m}$ , enquanto que a amostra sinterizada em DECO apresentou um diâmetro de Ferret médio de 96  $\mu\text{m}$  (Figura 35 b). A dispersão desses valores também pode ser vista na Figura 35 b).

Sinterização	Diâmetro ASTM ( $\mu\text{m}$ )
Sinterizado Convencionalmente	21
Sinterizado em DECO	95



a)

b)

FIGURA 35 - COMPARATIVO ENTRE O TAMANHO DE GRÃO DE UMA AMOSTRA SINTERIZADO CONVENCIONALMENTE E DE UMA AMOSTRA SINTERIZADA EM DECO. (a) PELA TÉCNICA DA NORMA ASTM; (b) PELO DIÂMETRO DE FERRET

Os diâmetros médios obtidos na Figura 35 a) são bastante similares aos diâmetros médios obtidos na Figura 35 b), para cada técnica utilizada, o que valida a

utilização de ambos os métodos para o cálculo do tamanho médio de grão. Pode-se observar na Figura 35 b) que, ao contrário da amostra sinterizada em DECO, a amostra sinterizada convencionalmente apresentou uma pequena variação no tamanho de grão medido, o que realmente pode ser comprovado pelas suas micrografias analisadas na Figura 34 b) e no Apêndice 7.

Os resultados da Figura 35 evidenciam um crescimento de grão em excesso para a amostra de pó de ferro puro sinterizado em DECO. O crescimento anormal de grãos de ferro sinterizado em plasma já foi observado anteriormente por outros pesquisadores (BRUNATTO, 2000; LOURENÇO, 2003; PAVANATI *et al.*, 2008). Conforme discutido no item 4.4.1, existem diversas hipóteses que sugerem uma explicação para esse crescimento excessivo de grão.

Brunatto (2000) atribuiu o crescimento de grão à ativação dos mecanismos de sinterização quando do uso da técnica de sinterização por plasma, aliado ao mecanismo de desaparecimento de contornos de grão, durante a sinterização.

Entretanto, Lourenço (2003) utilizou uma configuração de eletrodo do tipo anteparo-ânodo-cátodo confinado, para proteger a amostra do bombardeamento iônico. Apesar dessa configuração, as amostras de ferro puro apresentaram crescimento de grão exagerado, o que permite descartar a hipótese de crescimento de grãos devido aos fônons. Lourenço atribuiu o crescimento de grão ao campo magnético do plasma.

Em Pavanati *et al.* (2008), supõe-se que a presença de hidrogênio na descarga elétrica pode levar à eliminação de impurezas em alguns contornos de grãos (PAVANATI *et al.*, 2008). Contornos com menor nível de impurezas apresentam maior mobilidade e podem apresentar crescimento exagerado de alguns grãos (REED-HILL, 1992). O carbono tem uma forte tendência de segregar nos contornos de grão, tomando o lugar de outros átomos (GRABKE, 1986). O autor acredita que o hidrogênio seria responsável pela remoção de carbono, presente como impureza no pó original.

Voltando à Figura 35, o tamanho médio de grão da amostra processada em DECO é 4 a 5 vezes maior do que o tamanho médio de grão da amostra sinterizada convencionalmente. A princípio, as condições de difusão sob o ponto de vista metalúrgico são iguais para ambas as amostras. Ou seja, ambas as variáveis de tempo e temperatura são constantes. Conclui-se que, de todas as hipóteses estudadas, o tamanho médio de grão obtido em DECO provavelmente está

associado ao bombardeamento iônico da superfície da amostra aliado a teoria de desaparecimento de contornos de grão. O efeito desse bombardeamento iônico é uma maior ativação dos mecanismos de sinterização.

Por fim, as amostras de sinterizado em DECO e sinterizadas convencionalmente foram caracterizadas por difratometria de Raio-X. Os resultados são mostrados na Figura 36, e revelam apenas a presença de Ferro- $\alpha$  CCC. A presença exclusiva de ferro puro está de acordo com os estudos de Lourenço, discutido no item 4.4.1, que observou crescimento excessivo de ferro puro sinterizado por plasma (LOURENÇO, 2003), mas ao adicionar elementos de liga ao pó de ferro, observou que não houve crescimento de grão excessivo no produto sinterizado (LOURENÇO, 2004).

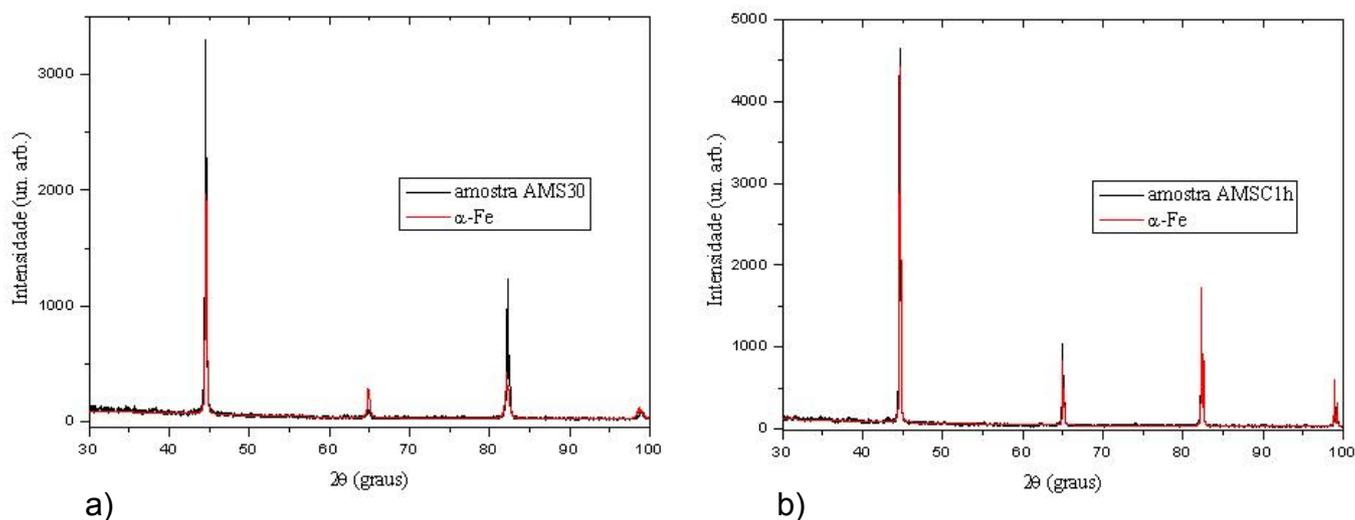


FIGURA 36 - DIFRATOMETRIA DE RAIO-X. a) SINTERIZADO EM DECO; b) SINTERIZADO CONVENCIONALMENTE

## 7 CONCLUSÃO

Tendo em vista a crescente utilização da tecnologia de plasma para a sinterização de compactados diversos, e levando-se em conta que o tamanho de grão do produto acabado apresenta influência nas propriedades mecânicas do mesmo, a importância do presente estudo foi de avaliar a influência dos parâmetros de processo da descarga elétrica de cátodo oco no tamanho de grão de amostras de ferro sinterizado. Em um segundo momento, buscou-se avaliar comparativamente o tamanho de grão dessas amostras de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco, com amostras de ferro sinterizadas convencionalmente.

Os parâmetros de processo da descarga elétrica de cátodo oco variados nesse estudo foram: tempo, temperatura, espaço entre-cátodos e pressão. As micrografias de cada parâmetro variado foram analisadas quanto ao diâmetro de Ferret e diâmetro ASTM, para comparações posteriores.

Devido à grande dispersão dos resultados de medições de tamanho de grão para todos os estudos das variáveis de processo, conclui-se que a variação dos parâmetros tempo, temperatura, espaço radial e pressão não influencia significativamente no tamanho de grão de amostras de ferro sinterizadas em DECO. A influência do bombardeamento iônico sobre o tamanho de grão é maior do que os possíveis efeitos das variações dos parâmetros estudados.

Uma vez estudadas as influências dos parâmetros de processo da descarga elétrica de cátodo oco nos sinterizados de ferro, a próxima etapa foi realizar o estudo comparativo dos tamanhos de grãos de ferro sinterizados em DECO e sinterizados convencionalmente. Esse estudo evidenciou um crescimento de grão em excesso para a amostra de pó de ferro puro sinterizado pelo primeiro processo. Esse crescimento anormal de grãos de ferro sinterizado em plasma já tinha sido observado anteriormente por outros pesquisadores. Esses tamanhos de grãos obtidos em DECO provavelmente estão associados ao bombardeamento iônico da superfície da amostra aliado a teoria de desaparecimento de contornos de grão. O efeito desse bombardeamento iônico é uma maior ativação dos mecanismos de sinterização.

Deve ficar claro que, em todos os estudos da influência dos parâmetros tempo, temperatura, espaço radial e pressão sobre o tamanho de grão, foram

medidos tamanhos médios de grãos muito maiores do que os tamanhos de grãos das amostras sinterizadas convencionalmente. Ou seja, apesar de não se verificar influência da variação dos parâmetros estudados, o bombardeamento iônico está da mesma forma presente e resulta em um crescimento de grão excessivo.

Por fim, conclui-se que o uso da técnica de descarga elétrica de cátodo oco para a sinterização de ferro puro apresentou crescimento em excesso de grão, não havendo otimização mesmo com a variação dos parâmetros de processo estudados (tempo, temperatura, espaço entre-cátodos e pressão). Portanto, caso busque-se obter ferro puro com uma microestrutura refinada, a técnica de sinterização utilizada, dentro dos parâmetros estudados, não é recomendada. Entretanto, para fins científicos, a utilização da referida técnica é de grande importância para o entendimento da influência do plasma na sinterização de produtos acabados.

## 7.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar tamanho de grão de sinterizados utilizando outros pós elementares como matéria-prima, bem como estudar sua variação de acordo com as variações dos parâmetros de processo.

Realizar estudo do tamanho de grão para amostras de ferro com adição de elementos de liga.

Submeter amostras de ferro produzidas por técnicas convencionais (fundido, conformado) ao plasma, para verificar se o fenômeno de crescimento excessivo de grão também é observado.

Utilizar tempos de processamento menores e temperaturas de sinterização menores, para evidenciar o fenômeno de crescimento de grão. Esse estudo possibilitaria também determinar parâmetros de processamento em DECO mais adequados para a obtenção de ferro puro com uma microestrutura refinada.

Estudar o fator de forma (raio de curvatura interna) dos poros e sua evolução durante a sinterização.

Realizar estudo sobre as curvas de distribuição do tamanho de grão, para complementar os resultados de diâmetro médio obtidos.

## REFERÊNCIAS

ABRIL, I. *et al.* **Energy Transfer Processes in Glow Discharges**. J. Vac. Sci. Technol. A, 1986. v. 4, n. 3, p. 1773-1778.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E 112**: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. [S.l.: s.n.], 1996.

ARROYO, I. K. **Homogeneização de Compactados de Misturas de Pós**: Estudo da Cinética, Modelação e Determinação Experimental. Tese de Doutorado, UFSC, Florianópolis, 1992.

BALL, W. G. *et al.* **New Die Wall Lubrication System**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1997. v. 33, n. 1, p. 23-30.

BATISTA, V. J. *et al.* **Sintering Iron Using an Abnormal Glow Discharge**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v.34, n.8, p. 55-62.

BERRY, R. S.; BERNHOLC, J.; SALAMON, P. **Disappearance of Grain Boundaries in Sintering**. Appl. Phys. Lett., 1991. v. 58, n. 6, p. 595-597.

BRAMFITT, B. L. **Effects of Composition, Processing, and Structure on Properties of Irons and Steels**. [S.l.]: ASM International, 1990. ASM Handbook em CD-ROM, v.20.

BRUNATTO, S. F. **Nitreção por Plasma de Ferro Sinterizado**. Dissertação de Mestrado, UFSC, Florianópolis, 1993.

BRUNATTO, S. F. **Estudo e Desenvolvimento do Processo de Sinterização de Compactados de Ferro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de Elementos de Liga em Descarga Elétrica de Cátodo Oco**. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2000.

BRUNATTO, S. F.; KÜHN, I.; KLEIN, A. N.; MUZART, J. L. R. **Sintering iron using a hollow cathode discharge**. Materials Science and Engineering, 2003. A343, p. 163-169.

CALLISTER Jr., W. D. **Materials Science and Engineering: an Introduction**. Tradução de: LTC. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. cap. 3.

CALLISTER Jr., W. D. **Materials Science and Engineering: an Introduction**. Tradução de: LTC. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. cap. 4.

CALLISTER Jr., W. D. **Materials Science and Engineering: an Introduction**. Tradução de: LTC. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. cap. 5.

CALLISTER Jr., W. D. **Materials Science and Engineering: an Introduction**. Tradução de: LTC. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. cap. 7.

CALLISTER Jr., W. D. **Materials Science and Engineering: an Introduction**. Tradução de: LTC. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. cap. 9.

CANNON, J.F. **J. Phys. Chem. Ref. Data**. 1974. v. 3, 781 p.

CHAPMAN, B. **Glow Discharge Processes**. New York: John Wiley & Sons, 1980. 406 p.

DELFORGE, D. Y. M. *et al.* **Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material**. Uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? Ouro Preto: Rem – Revista Escola de Minas, 2007. 60 (1), p. 95-100.

ECKSTEIN, H. J. **Wärmebehandlung von Stahl - Metallkundliche Grundlagen**. Leipzig, Detscher. VEB Detscher, Verlag für Grundstoff - Industrie, 1980.

ENGEL, A. **Ionized gases**. 2<sup>nd</sup> ed., New York: American Institut of Physics, 1965. 325 p. (ed. 1994).

FONTANA, L. C. **Estudo da Deposição de Filmes de Ti e TiN e Desenvolvimento do Sistema Modificado Triodo Magnetron-Sputtering**. Tese de Doutorado, UFSC, Florianópolis, 1997.

FRANCO Jr., A. R. **Obtenção de Revestimentos Duplex por Nitretação a Plasma e PVD-TiN em Aços Ferramenta AISI D2 e AISI H13**. Tese de Doutorado, POLI-USP, São Paulo, 2003.

FURUKAWA, N. **P/M in Japan**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1997. v. 33, n. 4, p. 17-21.

GETHIN, D. T. *et al.* **An Investigation of Powder Compaction Processes**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1994. v. 30, n. 4, p. 385-407.

GRABKE, H.J. **Steel Res**. 1986. 57, p. 178-185.

GRIFFO, A. *et al.* **Statistical Analysis of Lubricant Particle Size Effect on Ferrous P/M Alloys**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 5, p. 55-65.

HU, H. **Recovery, Recrystallization, and Grain-Growth Structures**. [S.l.]: ASM International, 1990. ASM Handbook em CD-ROM, v.9.

JINKA, A. G. K.; BELLET, M. **Hot Forging of a P/M Connecting Rod: Three-Dimensional Computer Model**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1996. v. 32, n. 3, p. 255-258.

JOHNSON, P. K. **P/M Technology Trends - 1998**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 3, p. 17-24.

JONES, P. *et al.* **Densification Strategies for High Endurance P/M Components**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1997. v. 33, n. 3, p. 37-44.

JONES, P. K. *et al.* **Developing P/M Gear Tooth and Bearing Surfaces For High Stress Applications**. The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 1, p. 26-33.

KAUFMAN, S. M. **Oxygen in Iron and Steel Powder**. Proceedings of Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 1994, MPIF, 1994. v. 1, p. 135-149.

KLEIN, A. N.; BRUNATTO, S. F. **Apostila de Metalurgia do Pó**.

KOCH, H.; FRIEDRICH, L. J. *et al.* **Hollow Cathode Discharge Sputtering Device for Uniform Large Area Thin Film Deposition**. J. Vac. Sci. Technol. A, 1991. v. 9, n. 4, p. 2374-2377.

LALL, C. **Principles and Applications of High Temperature Sintering**. Reviews in Particulate Materials, 1993. v. 1, p. 75-107.

LENEL, F. V. **Powder Metallurgy - Principles and Applications**. New York: Metal Powder Industries Federation, 1980. 588 p.

LOURENÇO, J. M. **Proceedings of II Workshop de textura, 2003**. São Paulo, 2003.

LOURENÇO, J. M. **Tese de Doutorado**. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.

MASON, R. S.; ALLOTT, R. M. **The Theory of Cathodic Bombardment in a Glow Discharge by Fast Neutrals**. J. Phys. D: Appl. Phys., 1994. v. 27, p. 2372-2378.

MASON, R. S.; PICHILINGI, M. **Sputtering in a Glow Discharge Ion Source - Pressure Dependence: Theory and Experiment**. J. Phys. D: Appl. Phys., 1994. v. 27, p. 2363-2371.

OKAMOTO, H. **Carbon-Iron**. [S.l.]: ASM International, 1990. ASM Handbook em CD-ROM, v.3.

PAVANATI, H. C.; STRAFFELINI, G.; MALISKA, A. M.; KLEIN, A. N. **Microstructural and mechanical characterization of iron samples sintered in DC plasma**. Materials Science and Engineering A, 2008. v. 474, p. 15-23.

PEASE III, L. F.; PEASE, D. L. **Metallography of Powder Metallurgy Materials**. [S.l.]: ASM International, 1990. ASM Handbook em CD-ROM, v.7.

PETITJEAN, L. *et al.* **Emission Spectroscopy Study of N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> Glow Discharge for Metal Surface Nitriding**. J. Phys. D: Appl. Phys., 1984. v. 17, p. 919-929.

REED-HILL, R.E. **Physical Metallurgy Principles**. Boston: PWS-Kent Publishing Company, 1992.

SANDEROW, H. I. **Powder Metallurgy Methods and Design**. [S.l.]: ASM International, 1990. ASM Handbook em CD-ROM, v.7.

SCHAEFER, G. *et al.* **Pulsed Hollow Cathode Discharge with Nanosecond Risetime.** IEEE Transactions on Plasma Science, 1984. v. PS-12, n. 4.

SIMON, C.; HEURAUX, S.; MICHEL, H. *et al.* **Materials Effect of Titanium and Titanium Alloys on Hollow Cathode Discharge Characteristics.** J. Phys. D: Appl. Phys., 1991. v. 24, p. 672-676.

TAMURA, I.; SEKINE, H.; TANAKA, T.; OUCHI, C.; **Thermomechanical Processing of High-Strength Low-Alloy Steels.** Londres: Butterworths, 1988.

TERAKADO, K. *et al.* **Simultaneous Plasma Treatment for Carburising and Carbonitriding using Hollow Cathode Discharge.** Metallurgical and Materials Transactions A, 1996. v. 27A, p.401-405.

THÜMMLER F.; OBERACKER, R. **Introduction to Powder Metallurgy.** 1<sup>st</sup> ed., London: The Institute of Materials, 1993. 332 p.

TIMANYUK V. A.; TKACHENKO V. M. **Study of a Glow Discharge in an Annular Cathode Cavity.** Sov. Phys. Tech. Phys., 1989. v. 34, n. 7, p. 832-834.

VAN VLACK, L. H. **Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais.** 4. ed. Rio de Janeiro: Campus, 1984. cap. 4.

WHITE, D. G. **The Challenges of Growth: State-of-the P/M Industry: North America.** The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 5, p. 27-35.

WHITE, D.G. *et al.* **Experts Report Global Growth Trends at PM98 in Granada.** The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 8, p. 9-11.

WHITTAKER, D. **Process Economics and Technological Advances in P/M Automotive Parts.** The International Journal of Powder Metallurgy, 1998. v. 34, n. 4, p. 53-62.

## APÊNDICE 1 – GASES: FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Nos processos de plasma, incluindo a descarga elétrica de cátodo oco, o meio gasoso apresenta um papel da maior importância. Embora o processo de plasma ocorra em baixas pressões, o ambiente é carregado espécies ionizadas e, predominantemente, espécies neutras (CHAPMAN, 1980).

Quando um conjunto de átomos é mantido enclausurado, os átomos absorverão energia do ambiente, por exemplo por radiação das paredes. A energia dos gases é armazenada na forma de energia cinética translacional (e no caso das moléculas, também nos estados vibracional e rotacional). Devido às moléculas estarem em movimento, freqüentes colisões ocorrem com as moléculas entre si e entre as moléculas e a parede, e essas colisões causam uma contínua troca de energia. A energia cinética ( $E_c$ ) pode ser dada pela equação (4) (CHAPMAN, 1980).

$$E_c = \frac{1}{2} m \overline{c^2} = \frac{3}{2} kT \quad (4)$$

onde:

$m$  = massa de uma molécula;

$\overline{c^2}$  = velocidade ao quadrado média;

$k$  = constante de Boltzmann, cujo valor é de  $1,38 \cdot 10^{-16}$  ergs/K;

$T$  = temperatura absoluta.

Isolando-se a velocidade ao quadrado média, segundo a equação (5) tem-se que:

$$\overline{c^2} = \frac{3kT}{m} \quad (5)$$

Devido a essa energia cinética, uma molécula estará sempre em movimento, colidindo contra outras moléculas e contra a parede do recipiente que a enclausura. Cada vez que uma molécula colide contra uma parede, exerce uma força, e o total de força por unidade de área devido a todos os átomos é conhecido como pressão. A equação (6) define o conceito de pressão (CHAPMAN, 1980):

$$p = \frac{nm\overline{c^2}}{3} \quad (6)$$

onde:

$p$  = pressão;

$n$  = número de moléculas por unidade de volume ou densidade do gás.

A expressão (6) mostra como a pressão em uma câmara de processamento de plasma depende diretamente da densidade de átomos  $n$ , sua massa  $m$ , e sua velocidade média ao quadrado. Isso esclarece porque quando a temperatura aumenta, por exemplo devido ao processo de plasma, leva a um aumento de pressão: temperatura mais elevada significa energia cinética mais elevada que significa velocidade ao quadrado média mais elevada (CHAPMAN, 1980).

O número de átomos por unidade de área por unidade de tempo denomina-se fluxo. Conforme visto, o fluxo de átomos bombardeando as paredes de uma câmara exerce uma pressão, e é expresso pela equação (7) (CHAPMAN, 1980):

$$\text{Fluxo} = \frac{n\overline{c}}{4} \text{ por unidade de área} \quad (7)$$

Para se ter uma idéia da grande quantidade de átomos que bombardeiam uma superfície, mesmo para pressões reduzidas, segue o seguinte exemplo: para o gás argônio, a 500 mtorr e 20 °C, o fluxo é de  $1,8 \cdot 10^{20}$  átomos por  $\text{cm}^2$  por segundo (CHAPMAN, 1980).

Outro conceito fundamental para o estudo dos gases e sua influência nos processos de plasma é o livre caminho médio, que é a distância média percorrida por um átomo do gás entre colisões com outros átomos do gás. O livre caminho médio decresce para pressões mais elevadas, devido à maiores densidades das moléculas do gás. Para exemplificar, à pressão de 1mtorr e temperatura ambiente, o livre caminho médio do argônio é aproximadamente 8 cm.

## APÊNDICE 2 – EXEMPLO DE CÁLCULO DE DIÂMETRO ASTM

O objetivo desse Apêndice é exemplificar como foi realizado o cálculo do diâmetro ASTM. Para isso, será analisada a micrografia da Figura 37. No aumento em que essa micrografia foi observada, o marcador de 50  $\mu\text{m}$  possuía 13,4 mm de comprimento. Por regra de três, isso corresponde a um aumento de 268 vezes. A norma E 112 (ASTM, 1996) define que a medição de números de grãos deve ser realizada em uma área de 1  $\text{pol}^2$ , ou seja, um quadrado de 25,4 mm de lado para um aumento de 100 vezes. Entretanto, como tem-se um aumento de 268 vezes, o lado do quadrado deveria ser de 68,07 mm (novamente por regra de três). Como a micrografia comporta um quadrado de lado maior, e conforme a norma é recomendável englobar o maior número de grãos possível, será utilizado um quadrado de 107,5 mm de lado. De acordo com a equação (3) (ver item 5.2.2), os números de grãos contados têm de ser transformados, dividindo-se os resultados por 2,494, que é resultado da equação  $[(107,5 / 68,07)^2]$ .

Voltando-se à Figura 37, contam-se 9 grãos inteiros e 16 grãos pela metade. Ou seja, são  $9 + 16/2 = 17$  grãos. Para o cálculo de  $N_{AE}$ , conforme já mencionado, deve-se dividir 17 por 2,494. O resultado é  $N_{AE} = 6,82$ . Através da equação (2), encontra-se o valor do número de tamanho de grão ASTM correspondente,  $G = 3,77$ . O cálculo do diâmetro ASTM é feito com os dados da Tabela 3, para o valor de  $G$  encontrado. Nesse caso, interpolam-se os diâmetros correspondentes para  $G = 3,5$  e  $G = 4$ , encontrando o diâmetro ASTM de aproximadamente 97  $\mu\text{m}$ .

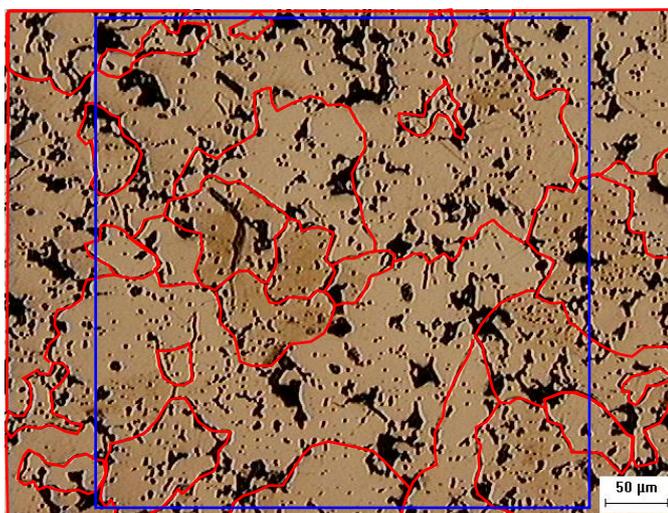


FIGURA 37 - MICROGRAFIA DE EXEMPLO DE CÁLCULO DO DIÂMETRO ASTM. AUMENTO DE 100 X

### **APÊNDICE 3 – ESTUDO DO TEMPO DE SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO**

Nos próximos itens serão mostrados os resultados das amostras sinterizadas em DECO para os tempos de 30, 60, 120 e 240 minutos. Foram utilizados temperatura de sinterização de 1150 °C, espaço radial entre-cátodos de 5,8 mm e pressão de 3 Torr. À esquerda, as micrografias (com aumento de 100 x) com contornos de grãos realçados manualmente, grade utilizada para medição do diâmetro de Ferret, e quadrado de área conhecida para determinação do tamanho de grão ASTM. À direita, os respectivos diâmetros de Ferret dos grãos encontrados na micrografia e o diâmetro de Ferret médio, bem como a quantidade de grãos inseridos no quadrado de área conhecida, o número de tamanho de grão ASTM e o diâmetro médio equivalente.

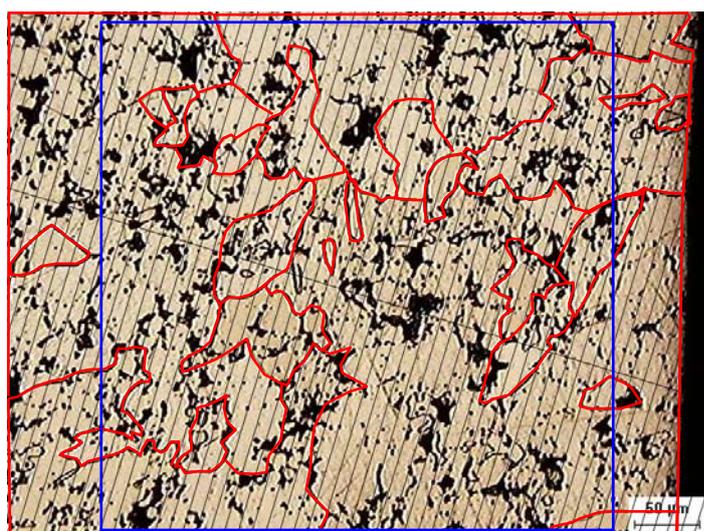
## APÊNDICE 3.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 30 MINUTOS



Diâmetros de Ferret					
10	30	45	55	90	300
15	30	50	65	120	380
25	30	50	75	125	
25	35	50	80	130	
25	35	55	90	170	

**Diâmetro de Ferret médio: 81 µm**

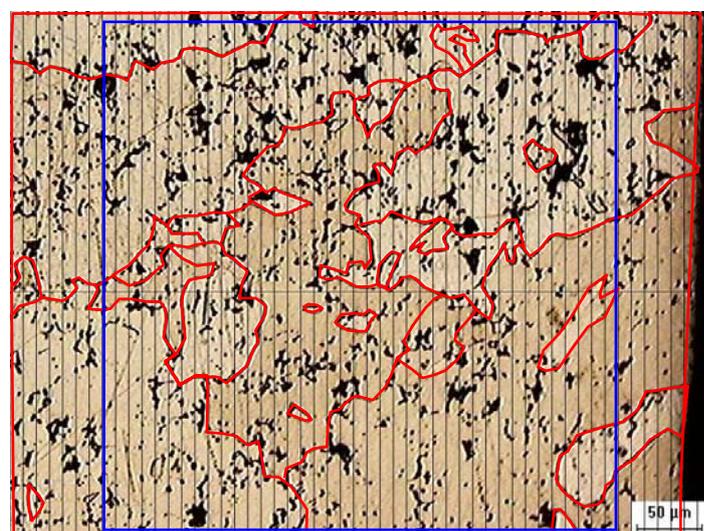
ASTM	
Grãos inteiros:	18
Grãos metade:	8
$N_{AE}$ :	8,8
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>86 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
10	30	50	60	100	340
25	30	50	60	170	
25	35	50	70	250	
30	40	50	80	280	
30	45	60	100	290	

**Diâmetro de Ferret médio: 91 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	11
$N_{AE}$ :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>

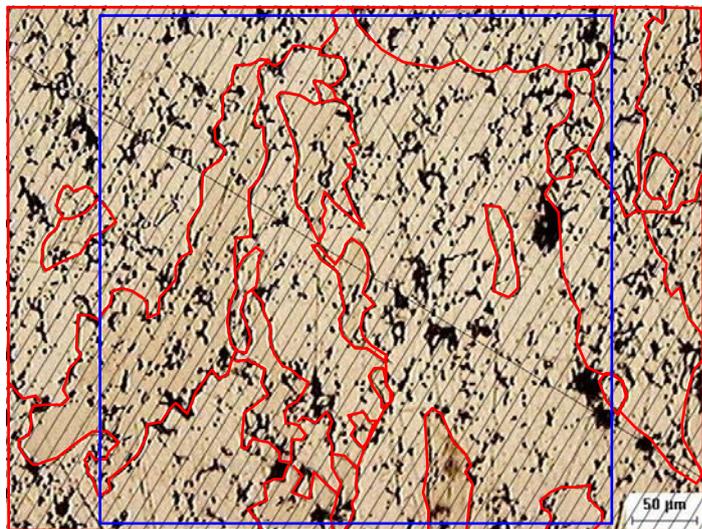


Diâmetros de Ferret					
15	20	40	60	150	310
15	25	45	70	180	440
15	25	50	70	210	
15	30	50	95	220	
20	35	55	100	260	

**Diâmetro de Ferret médio: 97 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	16
Grãos metade:	9
$N_{AE}$ :	8,2
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>89 µm</b>

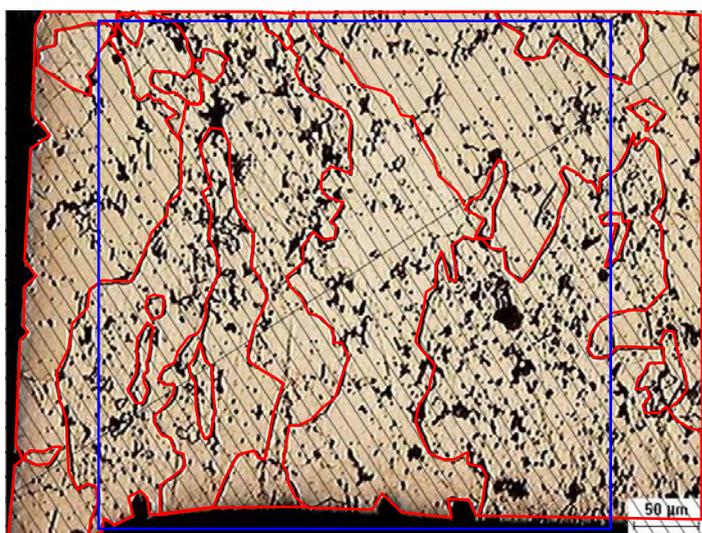
### APÊNDICE 3.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 30 MINUTOS (CONTINUAÇÃO)



Diâmetros de Ferret					
20	30	45	90	120	220
20	35	50	90	180	440
20	40	50	90	210	
20	40	60	100	210	
25	40	70	100	220	

**Diâmetro de Ferret médio: 98 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	13
$N_{AE}$ :	7,0
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>96 µm</b>

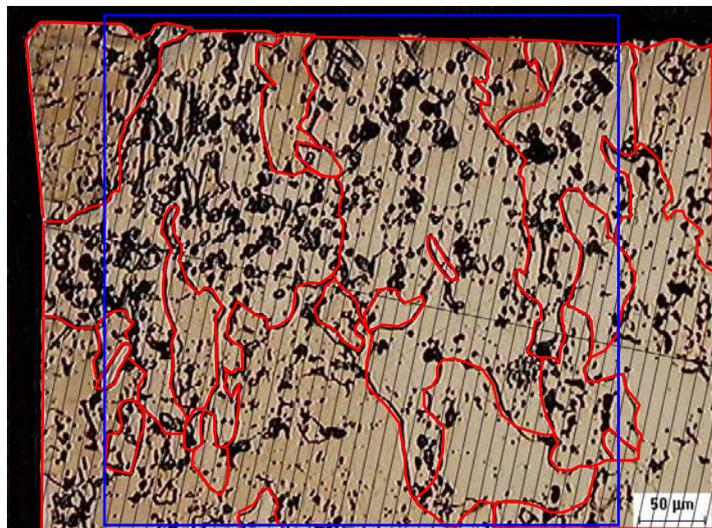


Diâmetros de Ferret					
15	20	40	60	230	340
15	25	40	60	250	
20	30	45	90	270	
20	30	50	190	280	

**Diâmetro de Ferret médio: 101 µm**

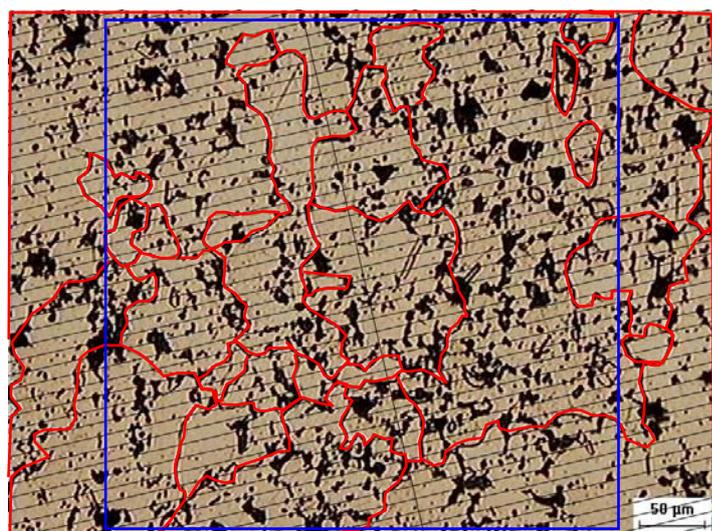
ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	11
$N_{AE}$ :	5,0
Número ASTM (G):	3,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>114 µm</b>

## APÊNDICE 3.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 60 MINUTOS



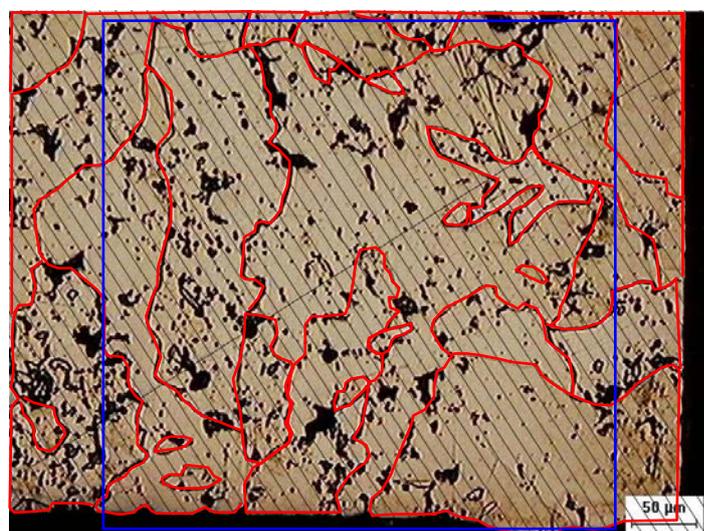
Diâmetros de Ferret					
10	30	40	60	100	150
20	30	40	60	110	220
30	30	40	70	110	230
30	32	60	85	140	370
<b>Diâmetro de Ferret médio: 87 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	40	70	100	150
20	30	50	70	120	230
25	40	50	80	120	240
25	40	50	80	140	430
30	40	60	90	150	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 90 µm</b>					

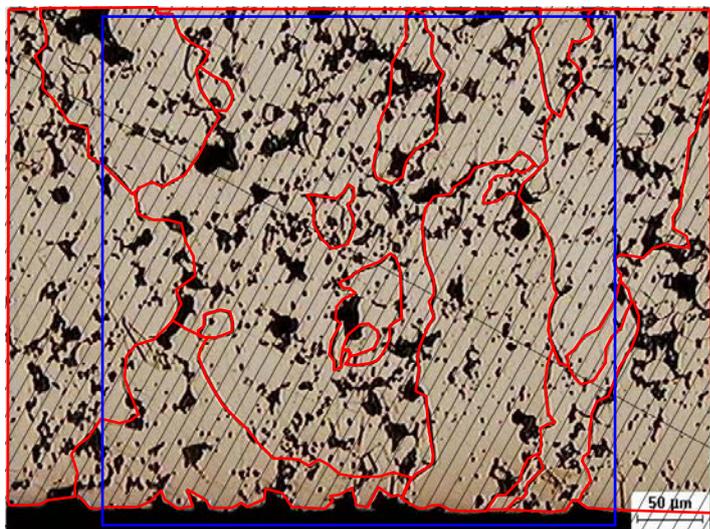
ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	8,6
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>87 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	60	90	140	270
20	35	70	100	190	310
23	35	75	100	190	
25	40	80	110	210	
30	60	80	120	250	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 102 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	11
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>

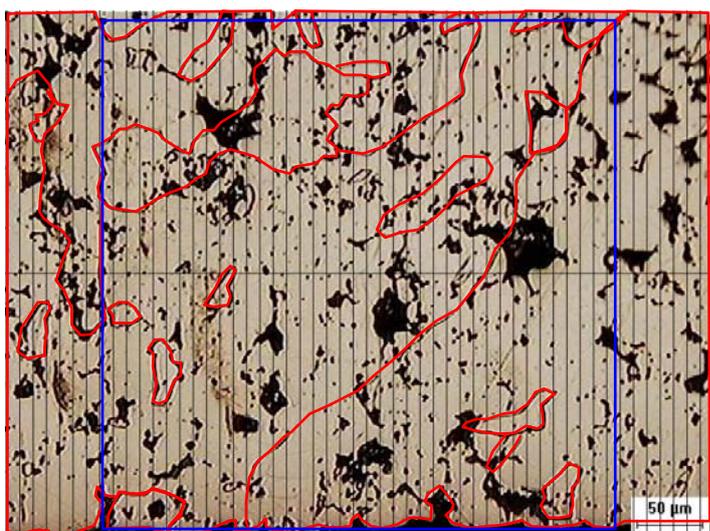
### APÊNDICE 3.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 60 MINUTOS (CONTINUAÇÃO)



Diâmetros de Ferret					
20	25	40	60	150	230
20	25	50	70	160	240
25	35	60	130	160	350

**Diâmetro de Ferret médio: 103 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	5,2
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>112 µm</b>

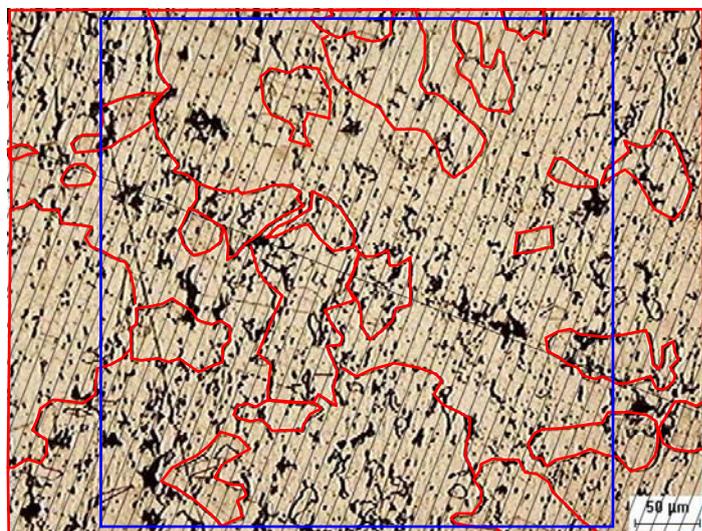


Diâmetros de Ferret				
15	20	30	60	200
20	20	30	70	350
20	25	40	85	360
20	30	40	85	460

**Diâmetro de Ferret médio: 99 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	6,4
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>101 µm</b>

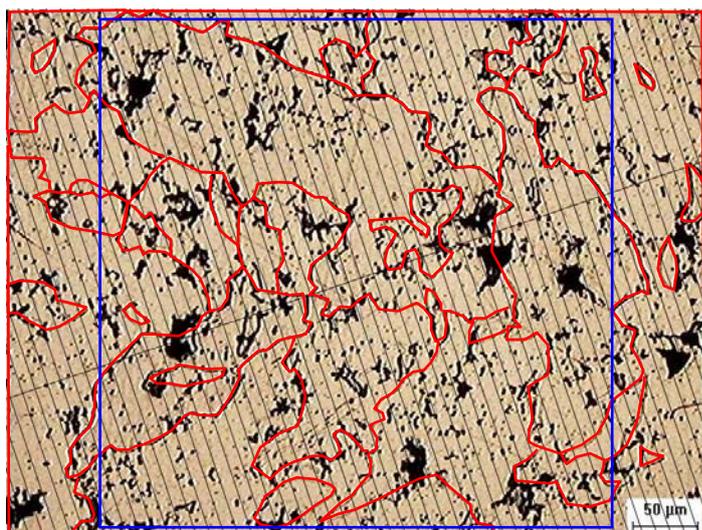
### APÊNDICE 3.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 120 MINUTOS



Diâmetros de Ferret					
20	40	60	70	110	540
20	40	60	70	110	
25	50	60	75	120	
30	50	65	90	140	
40	60	70	100	460	

**Diâmetro de Ferret médio: 99 µm**

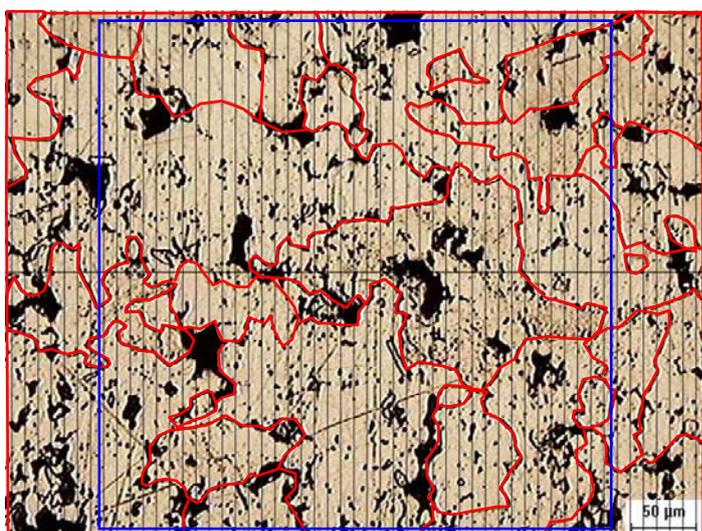
ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	12
N <sub>AE</sub> :	6,8
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>98 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
10	20	35	65	110	200
10	25	40	70	125	230
15	25	50	70	130	280
15	30	55	75	150	300
15	30	60	80	160	
15	35	65	110	160	

**Diâmetro de Ferret médio: 84 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	14
N <sub>AE</sub> :	8,0
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>90 µm</b>

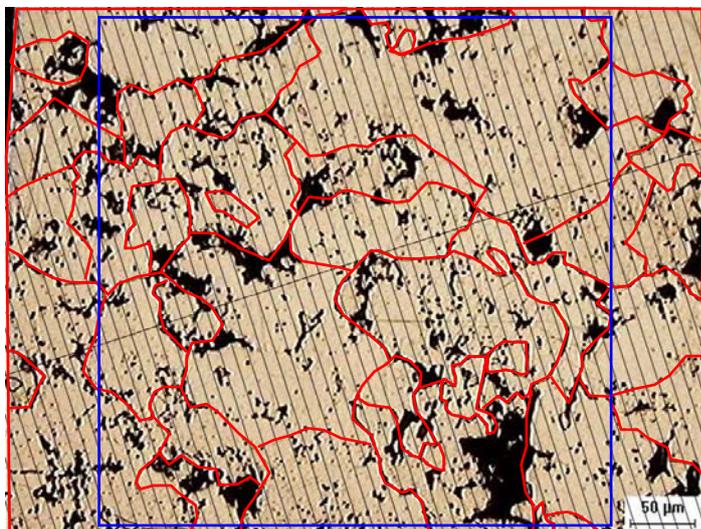


Diâmetros de Ferret					
15	40	70	100	140	340
20	40	70	100	170	340
25	50	75	120	220	
25	55	80	120	230	
30	60	90	120	270	
35	65	100	140	300	

**Diâmetro de Ferret médio: 114 µm**

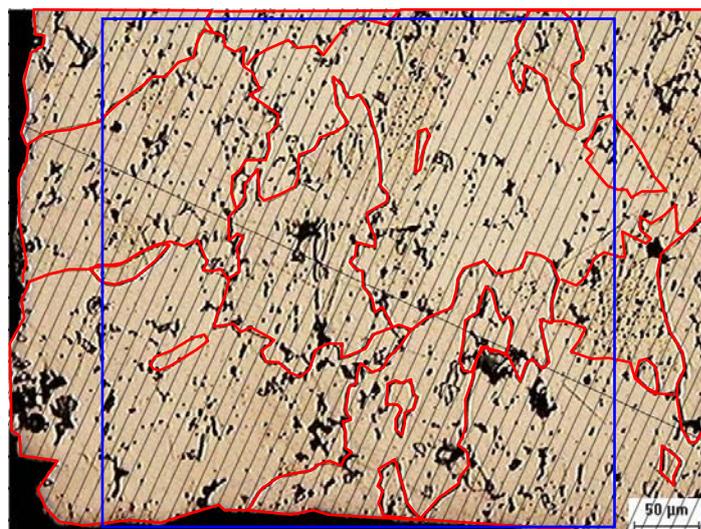
ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	15
N <sub>AE</sub> :	7,0
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>96 µm</b>

### APÊNDICE 3.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 120 MINUTOS (CONTINUAÇÃO)



Diâmetros de Ferret					
15	40	70	90	110	145
20	45	70	90	130	160
20	50	80	100	130	160
30	50	80	100	135	240
30	55	80	100	140	280
35	60	80	110	140	
40	65	85	110	140	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 93 µm</b>					

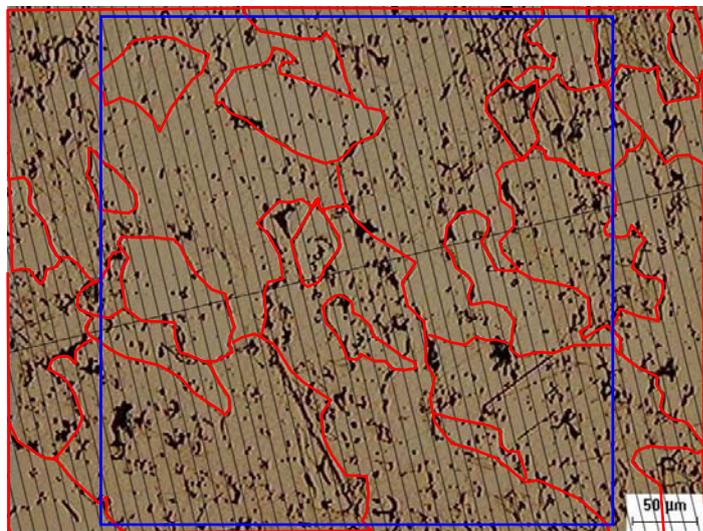
ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	16
$N_{AE}$ :	8,8
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>86 µm</b>



Diâmetros de Ferret				
15	30	70	120	180
20	40	70	130	210
20	40	80	140	280
25	45	110	160	360
<b>Diâmetro de Ferret médio: 107 µm</b>				

ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	4,8
Número ASTM (G):	3,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>116 µm</b>

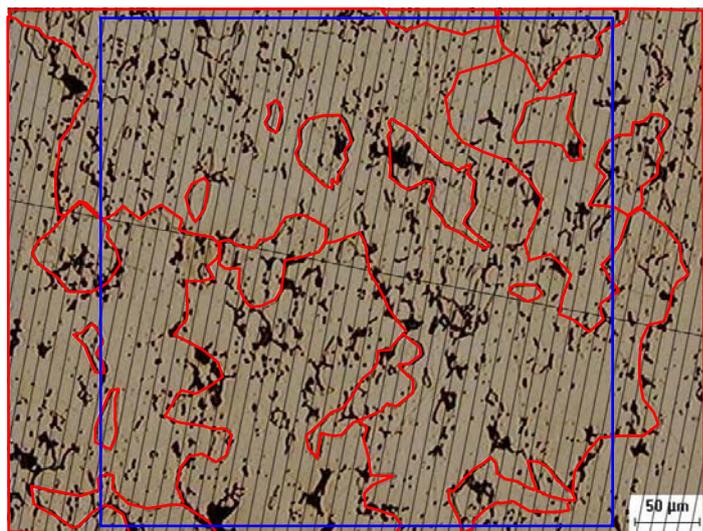
### APÊNDICE 3.4 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 240 MINUTOS



Diâmetros de Ferret					
25	45	70	85	120	230
35	50	70	90	120	260
35	60	75	90	190	
35	60	80	95	220	
40	70	80	110	225	

**Diâmetro de Ferret médio: 99 µm**

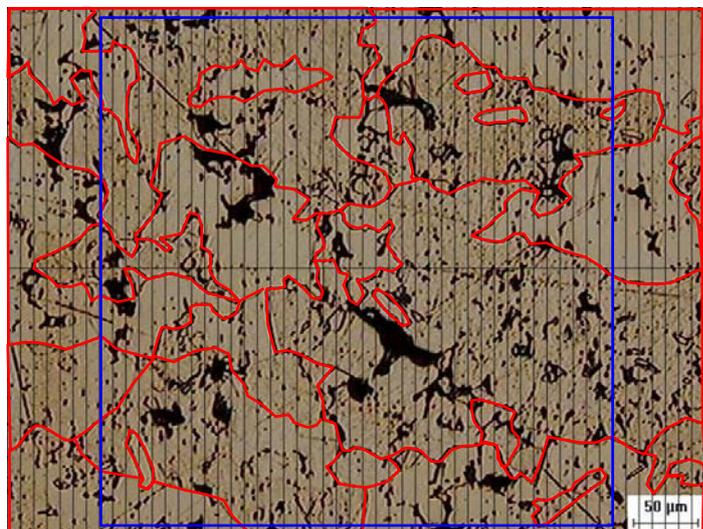
ASTM	
Grãos inteiros:	6
Grãos metade:	14
$N_{AE}$ :	5,2
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>112 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	25	50	90	140	540
15	40	65	90	200	
15	40	80	90	230	
25	45	80	100	250	

**Diâmetro de Ferret médio: 106 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	9
Grãos metade:	13
$N_{AE}$ :	6,2
Número ASTM (G):	3,6
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>102 µm</b>

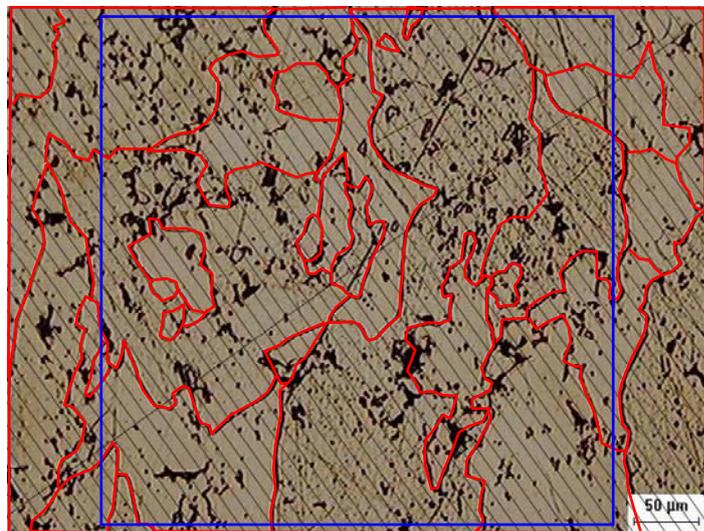


Diâmetros de Ferret					
20	40	60	140	180	290
20	40	65	140	220	330
25	40	100	150	220	
30	50	100	170	240	
30	55	105	170	260	

**Diâmetro de Ferret médio: 122 µm**

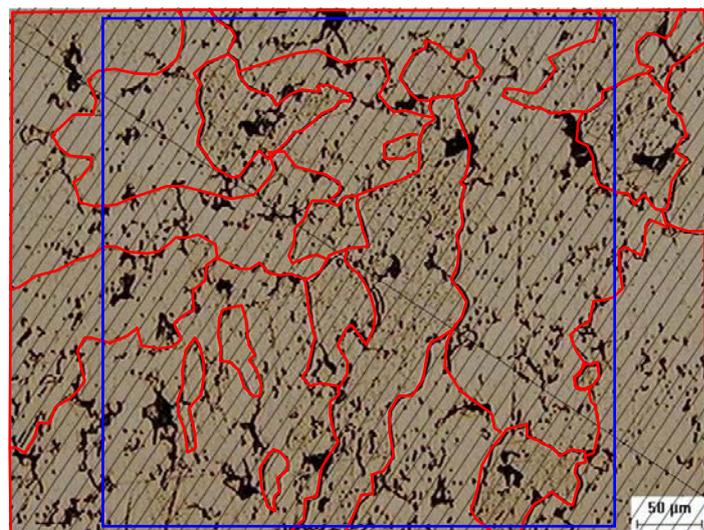
ASTM	
Grãos inteiros:	12
Grãos metade:	13
$N_{AE}$ :	7,4
Número ASTM (G):	3,9
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>94 µm</b>

### APÊNDICE 3.4 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NO TEMPO DE 240 MINUTOS (CONTINUAÇÃO)



Diâmetros de Ferret					
15	30	65	110	180	370
15	30	70	130	180	
20	35	70	130	180	
20	45	70	140	180	
25	50	80	150	210	
30	50	90	160	310	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 105 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	12
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



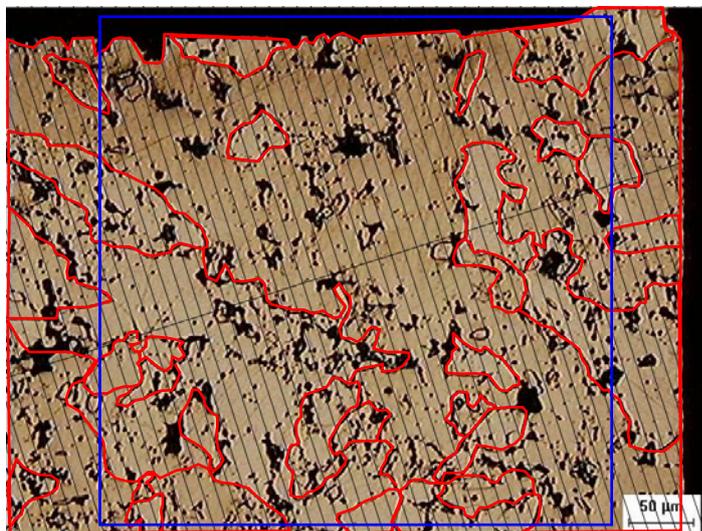
Diâmetros de Ferret					
15	45	60	90	130	210
20	50	80	110	150	300
20	50	85	110	155	430
40	60	90	120	170	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 113 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	12
$N_{AE}$ :	6,4
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>101 µm</b>

## **APÊNDICE 4 – ESTUDO DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO**

Nos próximos itens serão mostrados os resultados das amostras sinterizadas em DECO para temperaturas de 1050, 1150 e 1250 °C. Foram utilizados tempos de sinterização de 60 min, espaço radial entre-cátodos de 5,8 mm e pressão de 3 Torr. À esquerda, as micrografias (com aumento de 100 x) com contornos de grãos realçados manualmente, grade utilizada para medição do diâmetro de Ferret, e quadrado de área conhecida para determinação do tamanho de grão ASTM. À direita, os respectivos diâmetros de Ferret dos grãos encontrados na micrografia e o diâmetro de Ferret médio, bem como a quantidade de grãos inseridos no quadrado de área conhecida, o número de tamanho de grão ASTM e o diâmetro médio equivalente.

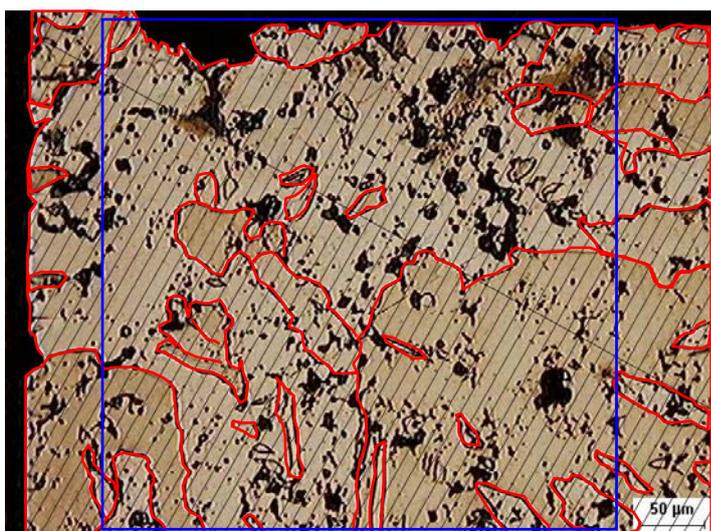
**APÊNDICE 4.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA  
TEMPERATURA DE 1050 °C**



Diâmetros de Ferret					
20	32	50	50	80	120
30	35	50	60	90	280
30	40	50	70	110	510
30	40	50	80	110	
30	40	50	80	120	
30	45	50	80	120	

**Diâmetro de Ferret médio: 81 µm**

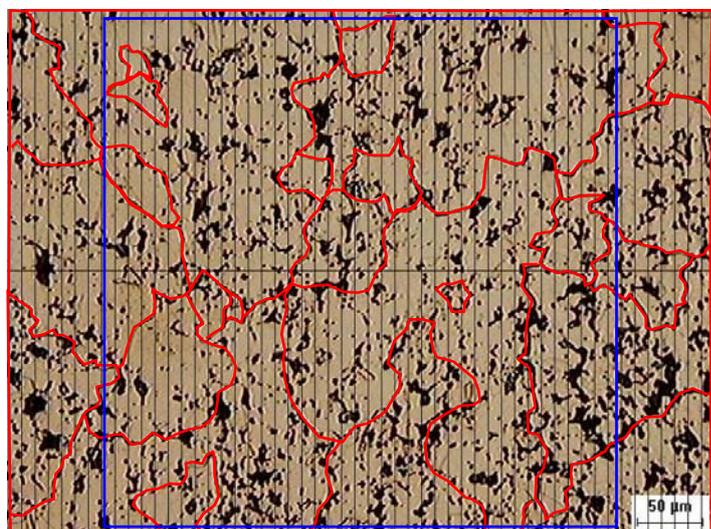
ASTM	
Grãos inteiros:	16
Grãos metade:	16
N <sub>AE</sub> :	9,6
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>82 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	25	30	60	70	130
15	25	30	60	70	180
20	25	35	60	80	305
20	25	40	60	90	480
20	25	40	60	90	
20	25	50	60	100	
20	30	50	70	110	

**Diâmetro de Ferret médio: 70 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	16
Grãos metade:	16
N <sub>AE</sub> :	9,6
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>82 µm</b>

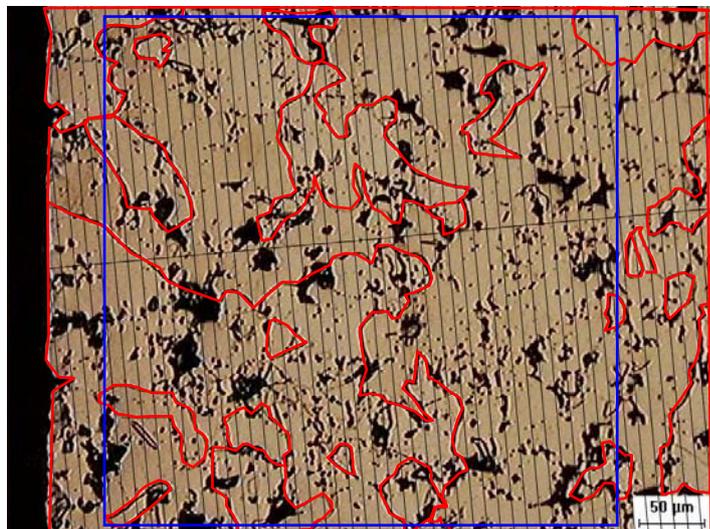


Diâmetros de Ferret					
15	40	70	80	140	280
20	50	70	110	140	
25	60	70	120	200	
30	60	80	130	240	
40	60	80	130	250	

**Diâmetro de Ferret médio: 100 µm**

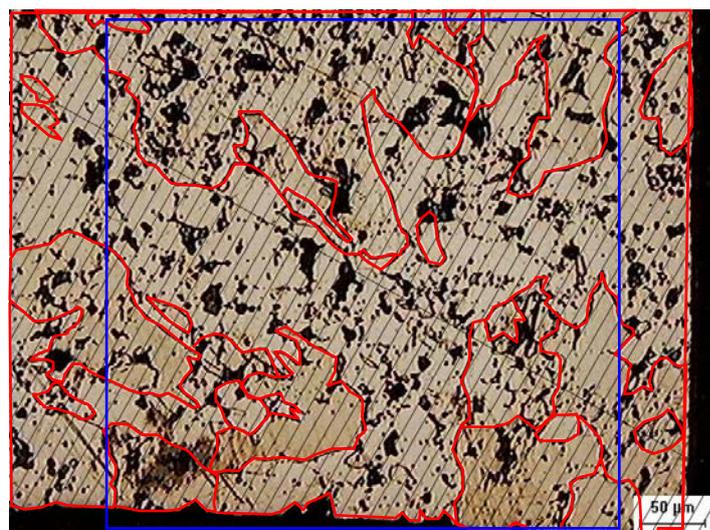
ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	12
N <sub>AE</sub> :	6,8
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>98 µm</b>

**APÊNDICE 4.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA  
TEMPERATURA DE 1050 °C (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
10	20	40	50	70	110
10	30	40	60	80	160
15	30	50	60	90	310
20	30	50	65	100	510
<b>Diâmetro de Ferret médio: 84 μm</b>					

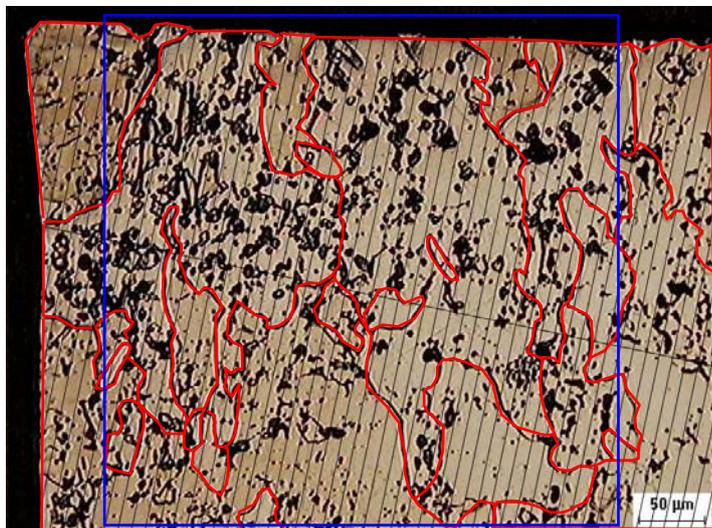
ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	11
N <sub>AE</sub> :	5,4
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>109 μm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	30	40	85	130	320
20	30	45	95	150	450
25	30	45	100	180	550
30	35	50	100	200	
30	40	70	110	310	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 118 μm</b>					

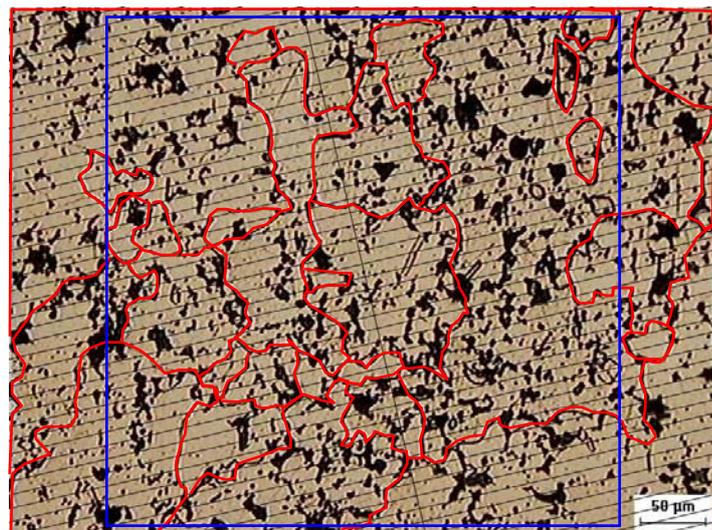
ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	10
N <sub>AE</sub> :	6,0
Número ASTM (G):	3,6
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>104 μm</b>

**APÊNDICE 4.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA  
TEMPERATURA DE 1150 °C**



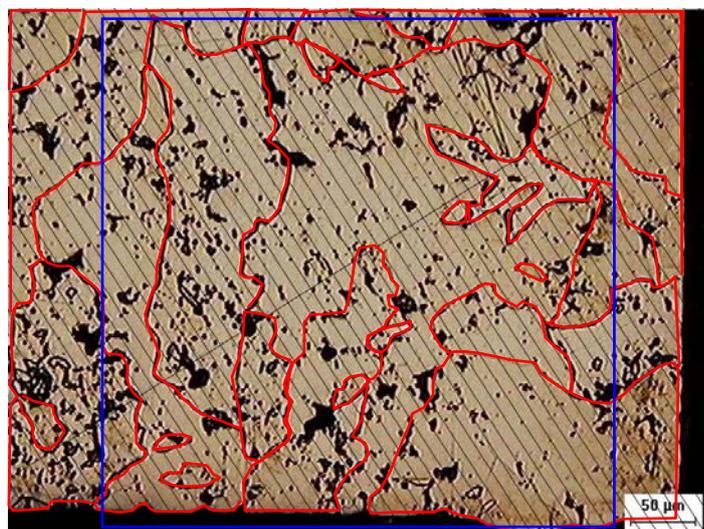
Diâmetros de Ferret					
10	30	40	60	100	150
20	30	40	60	110	220
30	30	40	70	110	230
30	32	60	85	140	370
<b>Diâmetro de Ferret médio: 87 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	40	70	100	150
20	30	50	70	120	230
25	40	50	80	120	240
25	40	50	80	140	430
30	40	60	90	150	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 90 µm</b>					

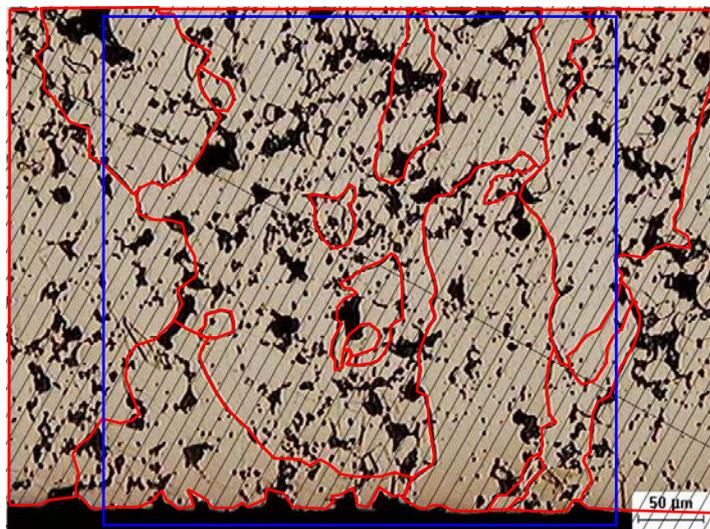
ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	8,6
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>87 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	60	90	140	270
20	35	70	100	190	310
23	35	75	100	190	
25	40	80	110	210	
30	60	80	120	250	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 102 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	11
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>

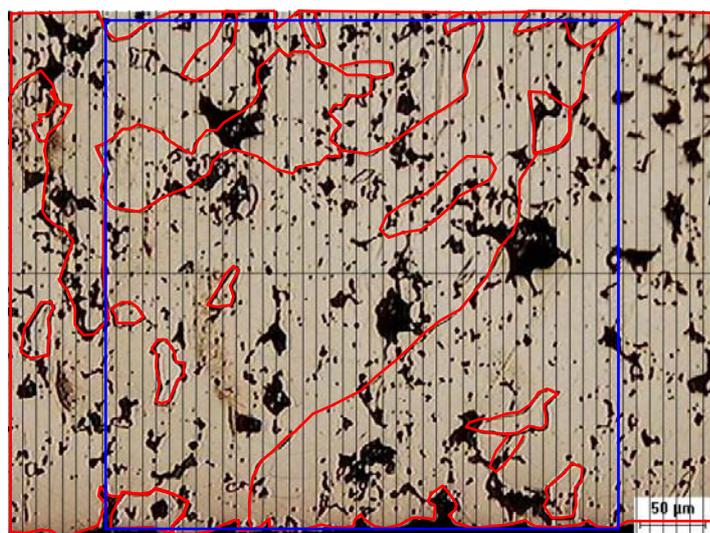
**APÊNDICE 4.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA  
TEMPERATURA DE 1150 °C (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	25	40	60	150	230
20	25	50	70	160	240
25	35	60	130	160	350

**Diâmetro de Ferret médio: 103 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	5,2
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>112 μm</b>

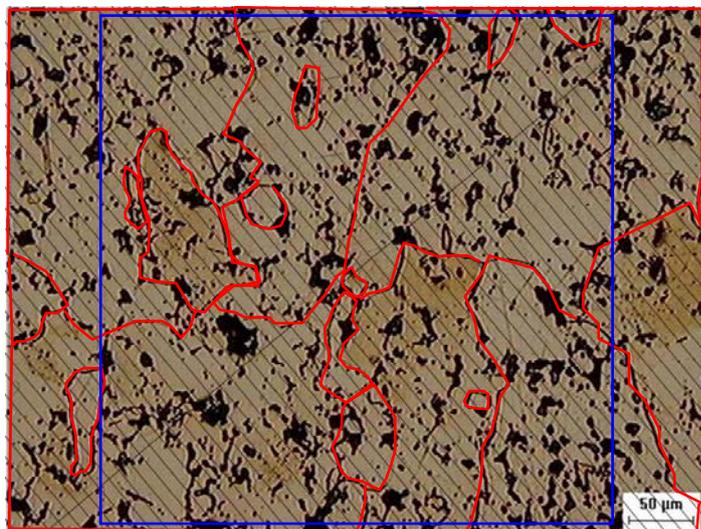


Diâmetros de Ferret				
15	20	30	60	200
20	20	30	70	350
20	25	40	85	360
20	30	40	85	460

**Diâmetro de Ferret médio: 99 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	6,4
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>101 μm</b>

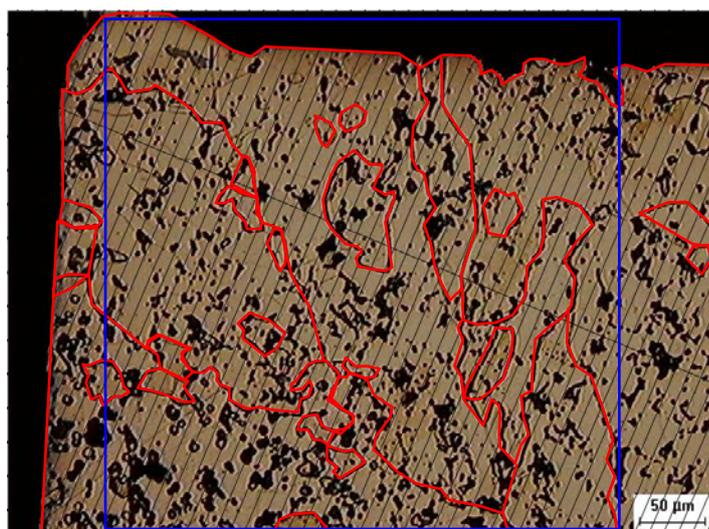
### APÊNDICE 4.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA TEMPERATURA DE 1250 °C



Diâmetros de Ferret				
18	30	60	150	280
20	35	60	180	310
20	40	70	200	340
28	55	80	250	

**Diâmetro de Ferret médio: 117 µm**

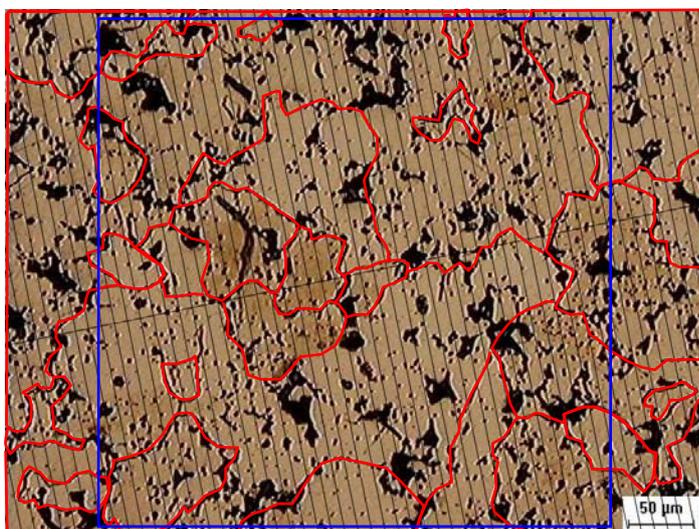
ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	5,0
Número ASTM (G):	3,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>114 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
12	20	30	40	80	400
12	20	32	40	90	430
20	25	32	48	110	
20	25	35	60	265	
20	30	40	65	320	

**Diâmetro de Ferret médio: 86 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	16
Grãos metade:	7
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	50	60	90	130	150
25	50	60	90	140	460
30	50	60	90	140	470
40	60	70	110	150	
50	60	90	110	150	

**Diâmetro de Ferret médio: 109 µm**

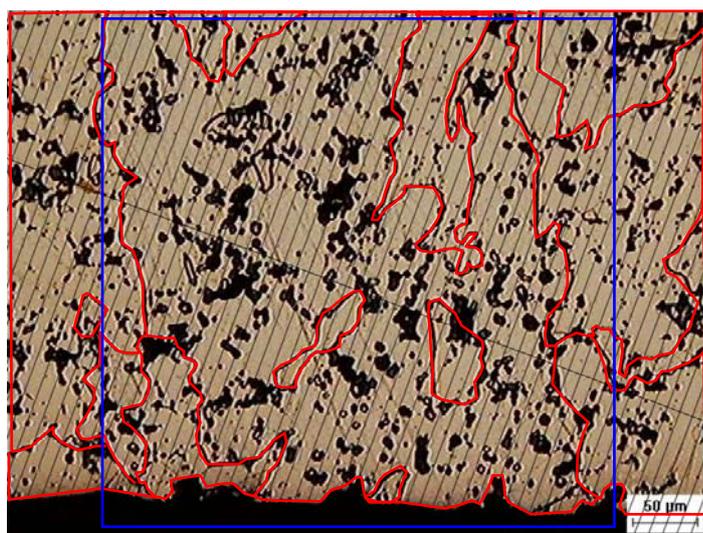
ASTM	
Grãos inteiros:	9
Grãos metade:	16
N <sub>AE</sub> :	6,8
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>98 µm</b>

**APÊNDICE 4.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA NA  
TEMPERATURA DE 1250 °C (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	37	41	75	150	440
30	37	50	90	180	
30	40	60	120	350	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 109 μm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	5,8
Número ASTM (G):	3,5
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>105 μm</b>



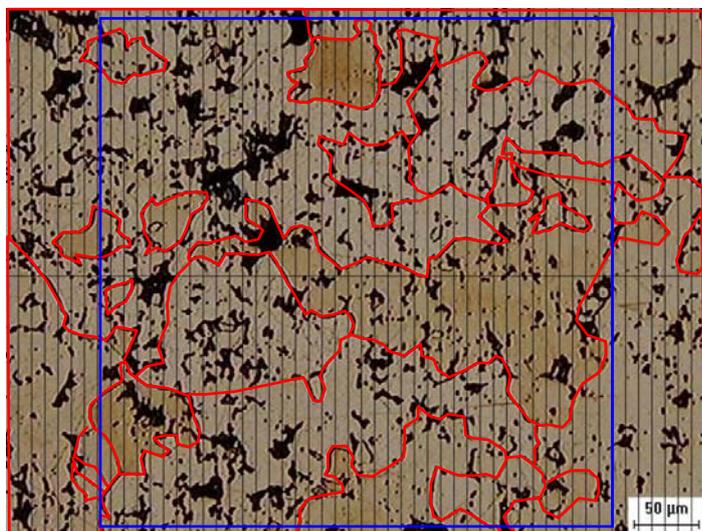
Diâmetros de Ferret					
20	60	60	100	140	460
25	60	70	110	180	
50	60	80	130	210	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 113 μm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	4
Grãos metade:	11
N <sub>AE</sub> :	3,8
Número ASTM (G):	2,9
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>130 μm</b>

## **APÊNDICE 5 – ESTUDO DO ESPAÇO RADIAL ENTRE-CÁTODOS NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO**

Nos próximos itens serão mostrados os resultados das amostras sinterizadas em DECO para espaços radiais entre-cátodos de 3,2, 5,8 e 9,2 mm. Foram utilizados tempos de sinterização de 120 min, temperatura de 1150 °C e pressão de 3 Torr. À esquerda, as micrografias (com aumento de 100 x) com contornos de grãos realçados manualmente, grade utilizada para medição do diâmetro de Ferret, e quadrado de área conhecida para determinação do tamanho de grão ASTM. À direita, os respectivos diâmetros de Ferret dos grãos encontrados na micrografia e o diâmetro de Ferret médio, bem como a quantidade de grãos inseridos no quadrado de área conhecida, o número de tamanho de grão ASTM e o diâmetro médio equivalente.

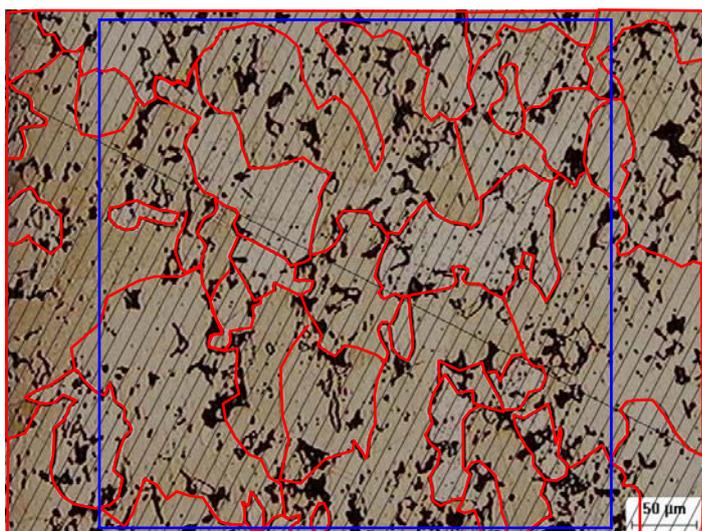
**APÊNDICE 5.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 3,2 mm**



Diâmetros de Ferret				
20	40	60	100	210
20	40	80	125	300
25	45	80	150	330
30	50	80	160	365
35	60	90	165	380

**Diâmetro de Ferret médio: 122 µm**

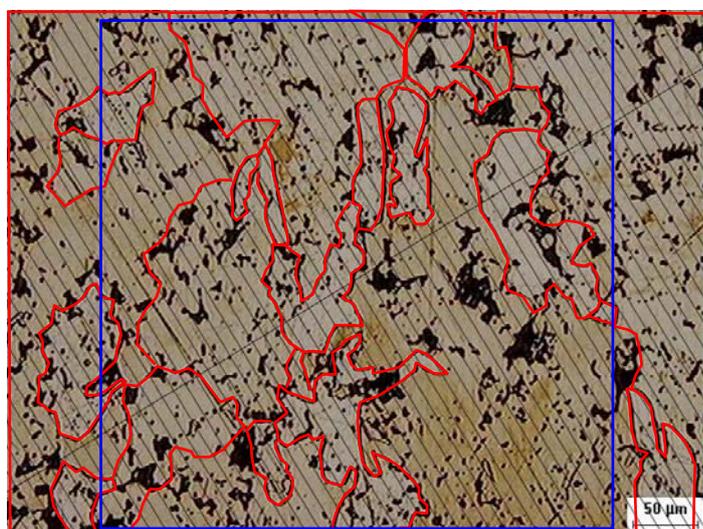
ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	6,2
Número ASTM (G):	3,6
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>102 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	40	50	85	95	190
20	40	55	90	100	200
25	45	55	90	130	230
30	45	55	90	140	245
30	50	60	90	160	325
35	50	65	90	160	
40	50	80	90	180	

**Diâmetro de Ferret médio: 93 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	9,8
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>81 µm</b>

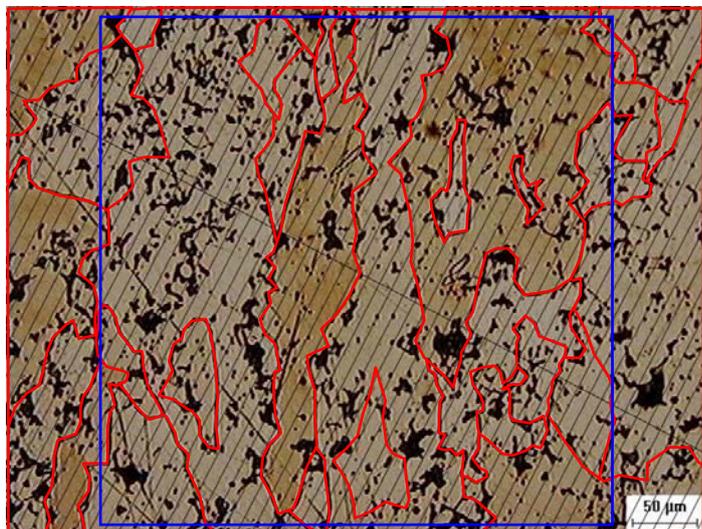


Diâmetros de Ferret				
20	50	60	85	165
25	50	70	100	175
30	50	70	130	210
30	60	85	145	265
40	60	85	145	330

**Diâmetro de Ferret médio: 101 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	9
Grãos metade:	14
$N_{AE}$ :	6,4
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>101 µm</b>

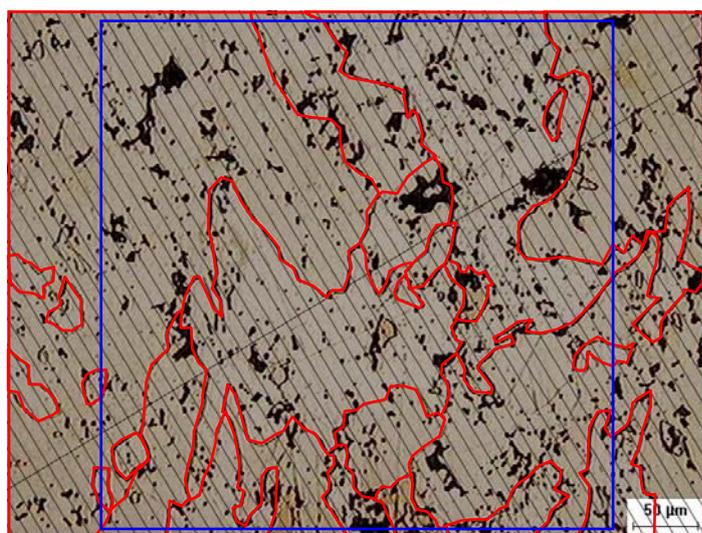
**APÊNDICE 5.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 3,2 mm (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
30	40	60	80	120	280
30	45	65	85	140	
35	50	70	90	160	
35	50	70	100	190	
35	50	70	110	190	
40	60	80	115	270	

**Diâmetro de Ferret médio: 92 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	9
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	6,6
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>99 µm</b>

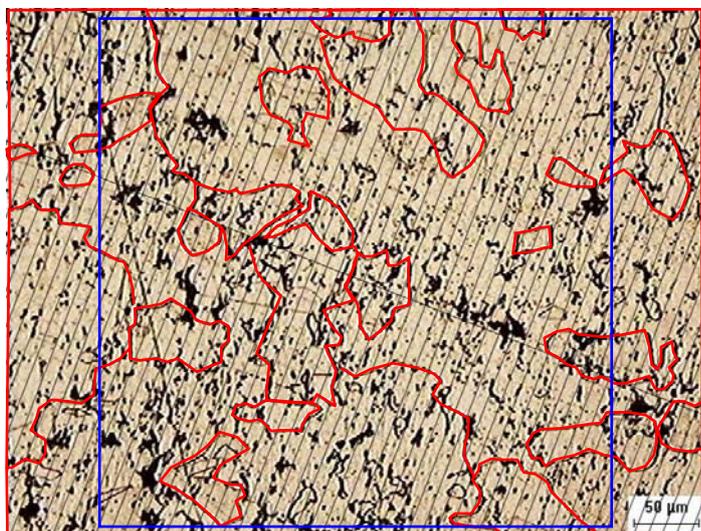


Diâmetros de Ferret				
15	30	35	90	200
15	30	50	100	210
20	35	50	100	260
25	35	90	100	280
25	35	90	150	430

**Diâmetro de Ferret médio: 100 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	16
$N_{AE}$ :	6,0
Número ASTM (G):	3,6
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>104 µm</b>

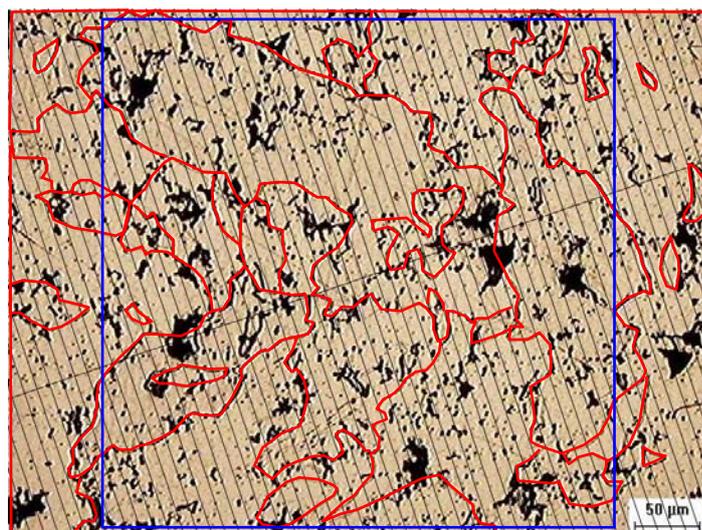
**APÊNDICE 5.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 5,8 mm**



Diâmetros de Ferret					
20	40	60	70	110	540
20	40	60	70	110	
25	50	60	75	120	
30	50	65	90	140	
40	60	70	100	460	

**Diâmetro de Ferret médio: 99 μm**

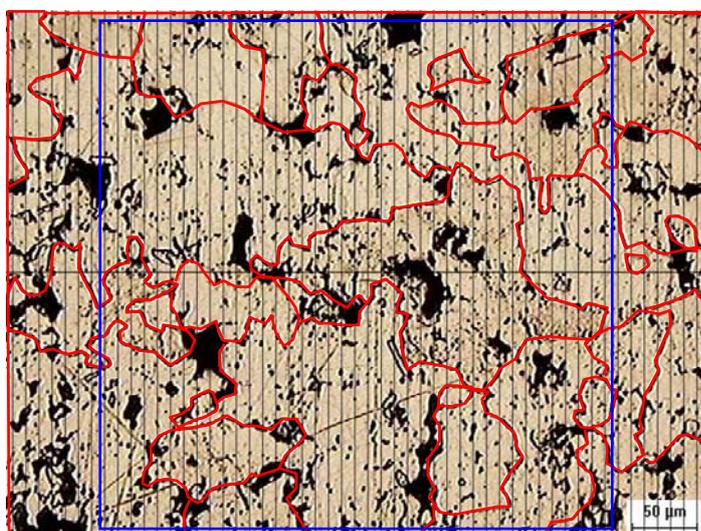
ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	12
$N_{AE}$ :	6,8
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>98 μm</b>



Diâmetros de Ferret					
10	20	35	65	110	200
10	25	40	70	125	230
15	25	50	70	130	280
15	30	55	75	150	300
15	30	60	80	160	
15	35	65	110	160	

**Diâmetro de Ferret médio: 84 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	14
$N_{AE}$ :	8,0
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>90 μm</b>

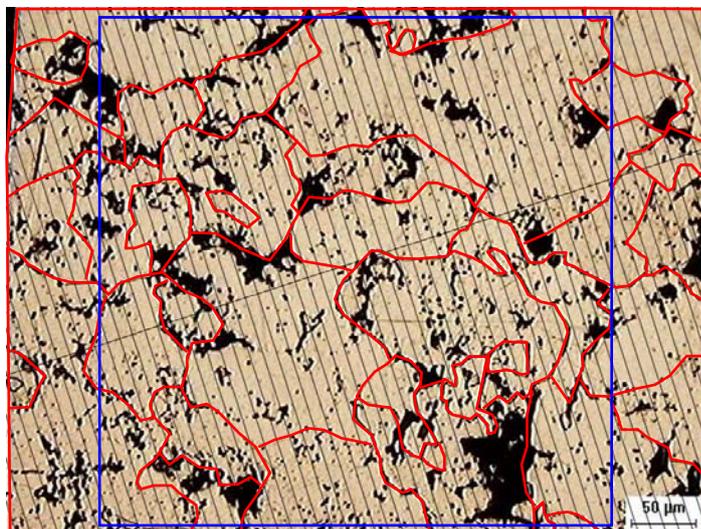


Diâmetros de Ferret					
15	40	70	100	140	340
20	40	70	100	170	340
25	50	75	120	220	
25	55	80	120	230	
30	60	90	120	270	
35	65	100	140	300	

**Diâmetro de Ferret médio: 114 μm**

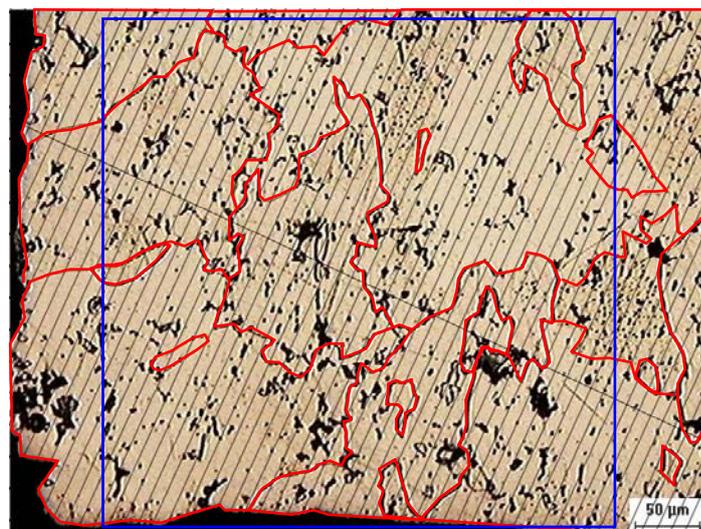
ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	7,0
Número ASTM (G):	3,8
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>96 μm</b>

**APÊNDICE 5.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 5,8 mm (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
15	40	70	90	110	145
20	45	70	90	130	160
20	50	80	100	130	160
30	50	80	100	135	240
30	55	80	100	140	280
35	60	80	110	140	
40	65	85	110	140	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 93 µm</b>					

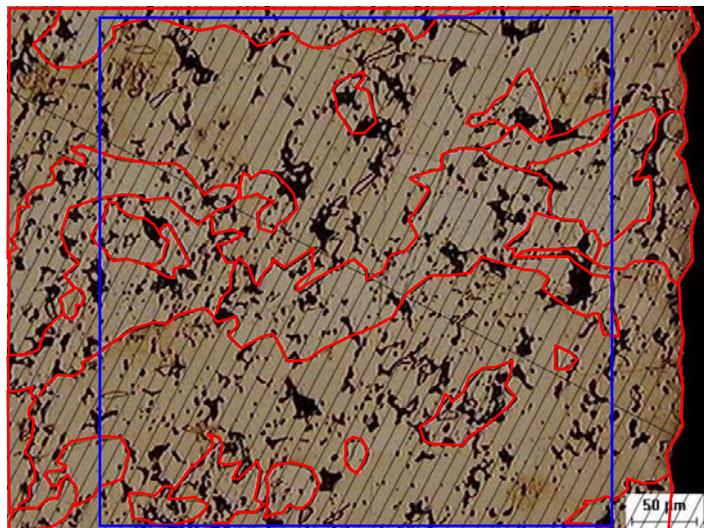
ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	16
N <sub>AE</sub> :	8,8
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>86 µm</b>



Diâmetros de Ferret				
15	30	70	120	180
20	40	70	130	210
20	40	80	140	280
25	45	110	160	360
<b>Diâmetro de Ferret médio: 107 µm</b>				

ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	10
N <sub>AE</sub> :	4,8
Número ASTM (G):	3,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>116 µm</b>

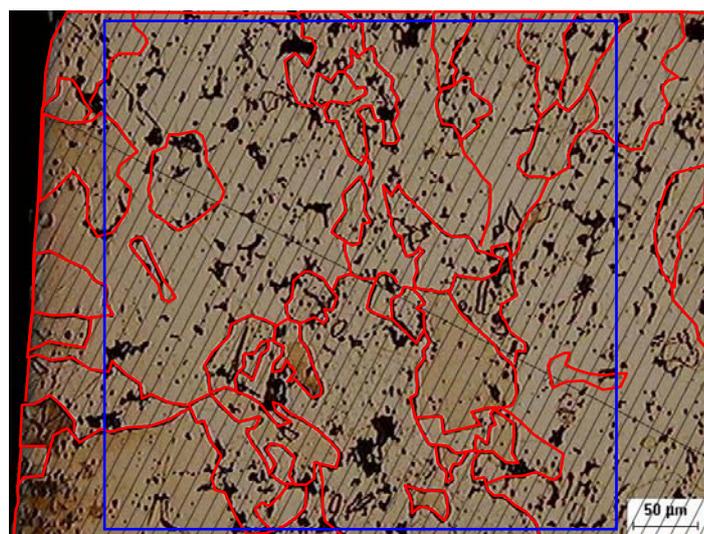
**APÊNDICE 5.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 9,2 mm**



Diâmetros de Ferret					
15	40	55	70	135	480
15	40	55	70	145	
20	50	55	70	280	
30	50	60	80	290	
40	50	65	100	430	

**Diâmetro de Ferret médio: 107 µm**

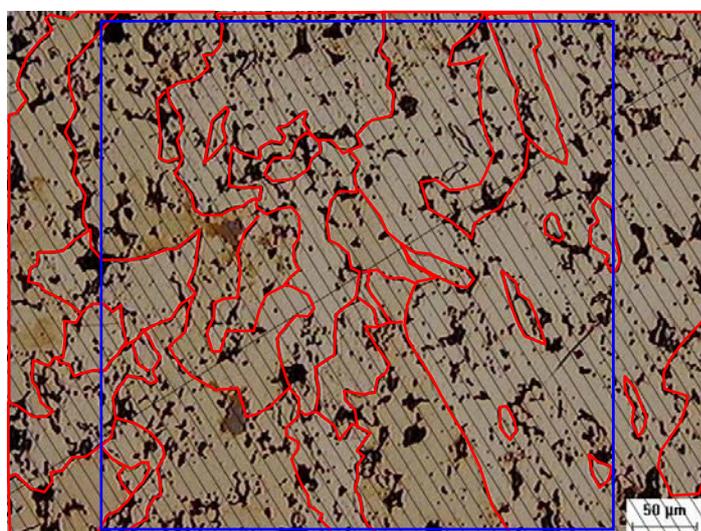
ASTM	
Grãos inteiros:	10
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	6,6
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>99 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	35	35	55	65	110
25	35	40	55	70	120
25	35	40	55	75	170
25	35	40	60	90	230
30	35	50	60	100	230
30	35	50	60	100	240
30	35	50	65	110	260
30	35	55	65	110	

**Diâmetro de Ferret médio: 72 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	24
Grãos metade:	17
N <sub>AE</sub> :	13,0
Número ASTM (G):	4,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>71 µm</b>

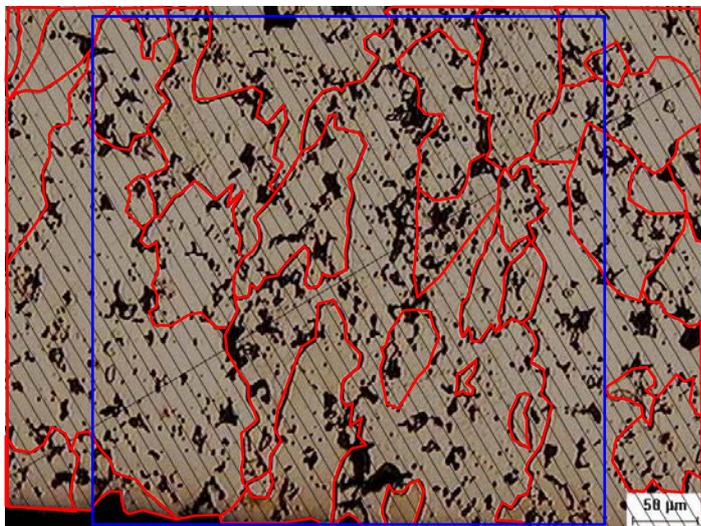


Diâmetros de Ferret					
15	15	40	80	110	200
15	20	50	80	130	220
15	30	50	90	130	330
15	30	50	100	140	
15	35	60	100	170	
15	35	65	110	180	

**Diâmetro de Ferret médio: 83 µm**

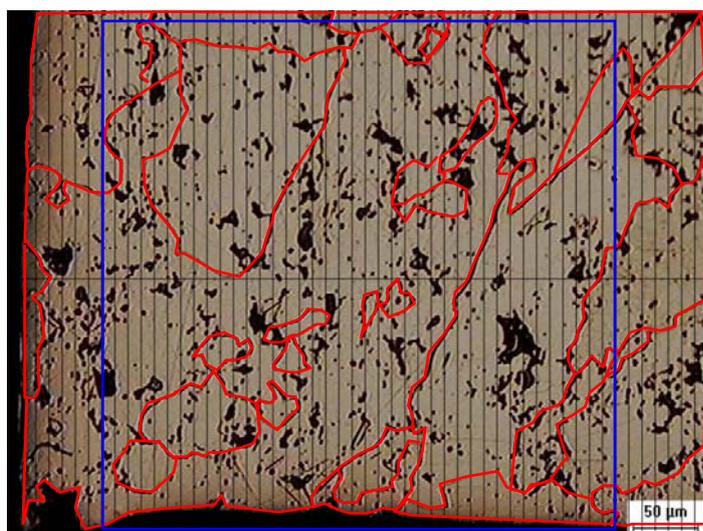
ASTM	
Grãos inteiros:	16
Grãos metade:	14
N <sub>AE</sub> :	9,2
Número ASTM (G):	4,2
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>84 µm</b>

**APÊNDICE 5.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA COM ESPAÇO  
RADIAL ENTRE-CÁTODOS DE 9,2 mm (CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	40	60	85	125	210
25	40	65	85	130	330
25	40	70	100	140	
30	45	70	100	150	
30	45	80	100	150	
35	55	80	110	160	
35	60	80	120	210	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 90 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	15
N <sub>AE</sub> :	8,2
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>89 µm</b>



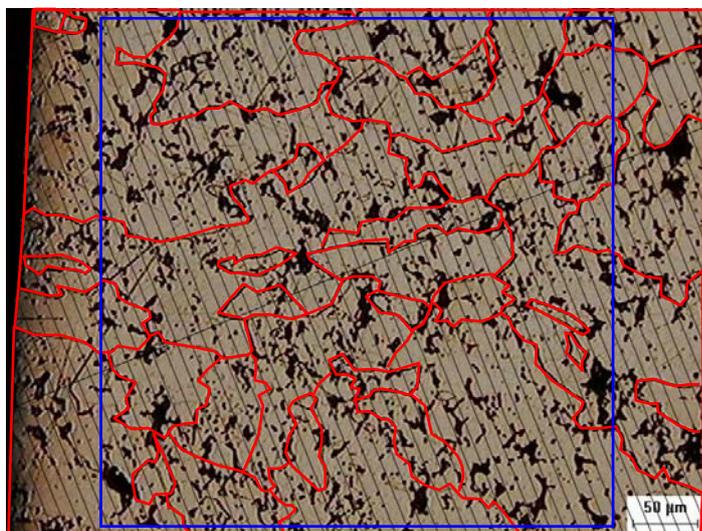
Diâmetros de Ferret					
15	30	50	60	100	170
20	30	50	80	105	210
20	40	55	80	120	370
25	40	55	80	150	
25	45	60	85	155	
30	50	60	90	170	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 83 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	9,4
Número ASTM (G):	4,2
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>83 µm</b>

## **APÊNDICE 6 – ESTUDO DA PRESSÃO DE TRABALHO NA SINTERIZAÇÃO DE FERRO EM DECO**

Nos próximos itens serão mostrados os resultados das amostras sinterizadas em DECO para pressões de 1, 3, 6 e 9 Torr. Foram utilizados tempos de sinterização de 60 min, temperatura de 1150 °C e pressão de 3 Torr. À esquerda, as micrografias (com aumento de 100 x) com contornos de grãos realçados manualmente, grade utilizada para medição do diâmetro de Ferret, e quadrado de área conhecida para determinação do tamanho de grão ASTM. À direita, os respectivos diâmetros de Ferret dos grãos encontrados na micrografia e o diâmetro de Ferret médio, bem como a quantidade de grãos inseridos no quadrado de área conhecida, o número de tamanho de grão ASTM e o diâmetro médio equivalente.

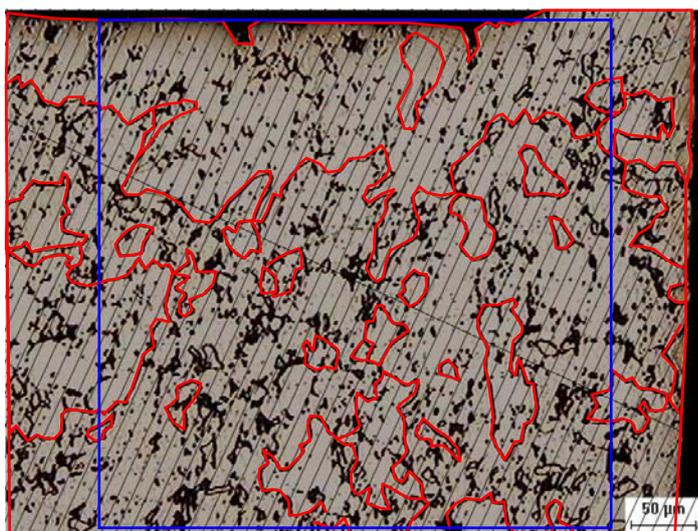
## APÊNDICE 6.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 1 Torr



Diâmetros de Ferret					
15	40	60	90	135	180
15	45	60	100	140	260
25	50	70	110	145	310
30	60	70	110	150	
35	60	80	120	150	
35	60	90	125	160	
35	60	90	130	160	

**Diâmetro de Ferret médio: 96 µm**

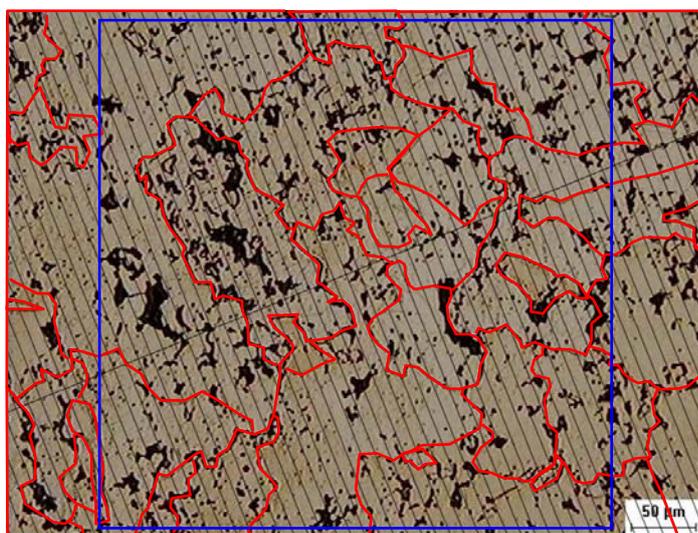
ASTM	
Grãos inteiros:	19
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	10,6
Número ASTM (G):	4,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>78 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
10	20	30	35	55	130
15	20	30	35	55	130
15	25	30	40	65	520
15	25	30	45	70	610
20	25	30	50	70	
20	25	30	50	80	

**Diâmetro de Ferret médio: 72 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	19
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	9,6
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>82 µm</b>

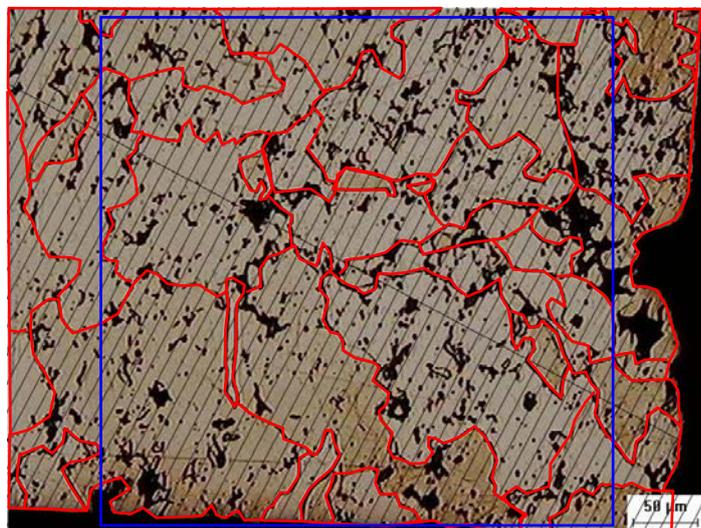


Diâmetros de Ferret					
20	40	60	80	100	190
25	40	65	80	110	200
25	50	70	80	110	220
30	50	75	85	140	240
30	55	80	90	155	280
30	55	80	90	160	

**Diâmetro de Ferret médio: 94 µm**

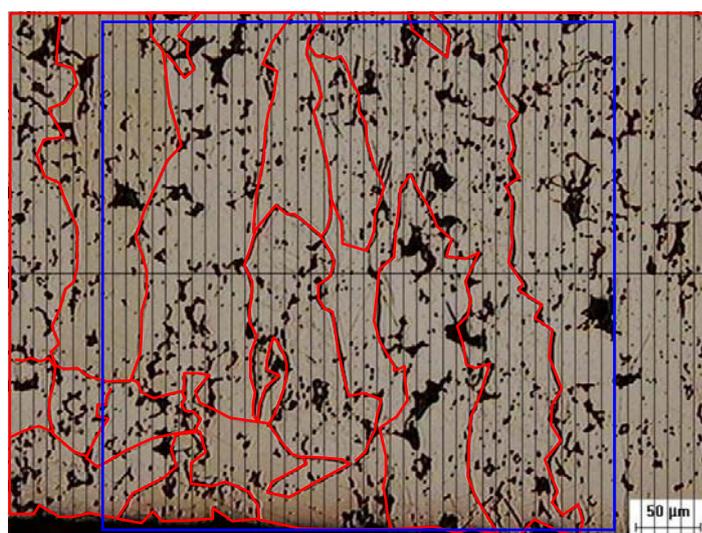
ASTM	
Grãos inteiros:	12
Grãos metade:	14
$N_{AE}$ :	7,6
Número ASTM (G):	3,9
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>92 µm</b>

**APÊNDICE 6.1 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 1 Torr  
(CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	40	60	100	130	240
25	40	60	100	135	260
30	50	70	105	140	270
30	50	70	110	145	
30	60	70	110	150	
30	60	80	110	210	
30	60	85	130	220	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 98 µm</b>					

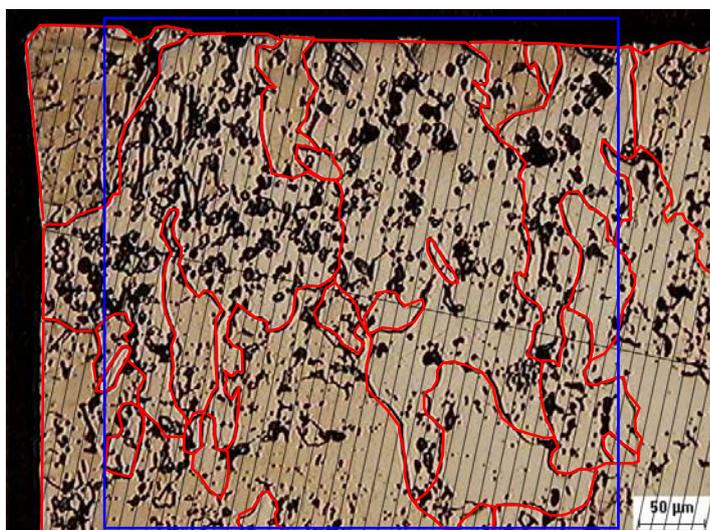
ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	15
N <sub>AE</sub> :	9,8
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>81 µm</b>



Diâmetros de Ferret				
25	50	60	100	160
25	50	85	110	160
30	55	90	120	200
35	60	100	130	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 87 µm</b>				

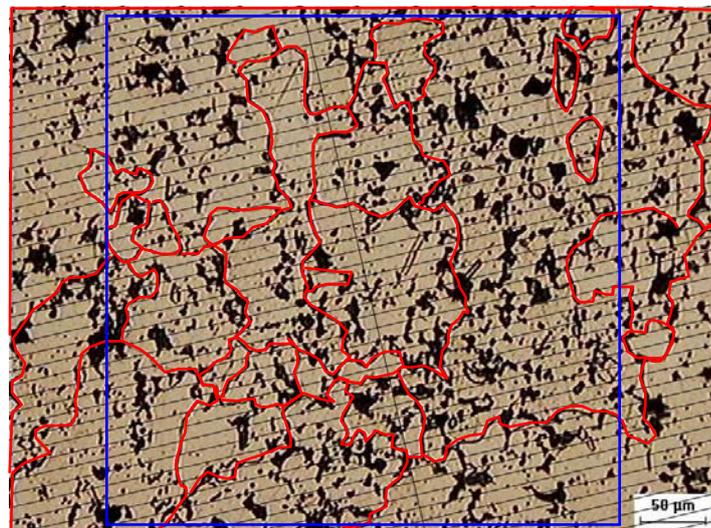
ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	4,6
Número ASTM (G):	3,2
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>119 µm</b>

## APÊNDICE 6.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 3 Torr



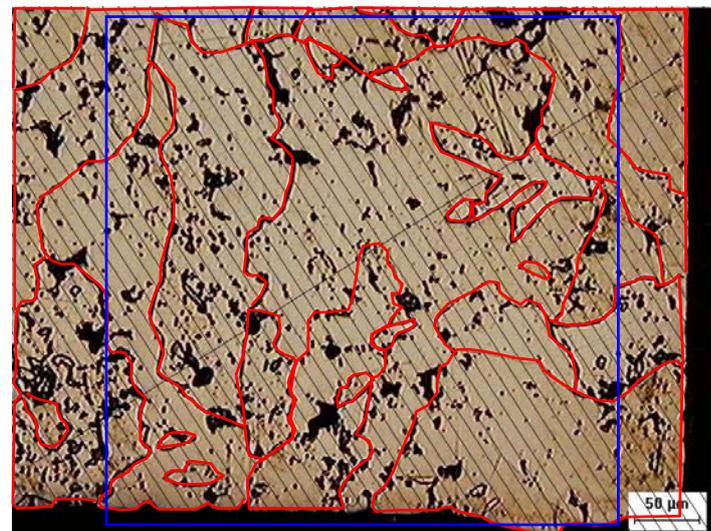
Diâmetros de Ferret					
10	30	40	60	100	150
20	30	40	60	110	220
30	30	40	70	110	230
30	32	60	85	140	370
<b>Diâmetro de Ferret médio: 87 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	40	70	100	150
20	30	50	70	120	230
25	40	50	80	120	240
25	40	50	80	140	430
30	40	60	90	150	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 90 µm</b>					

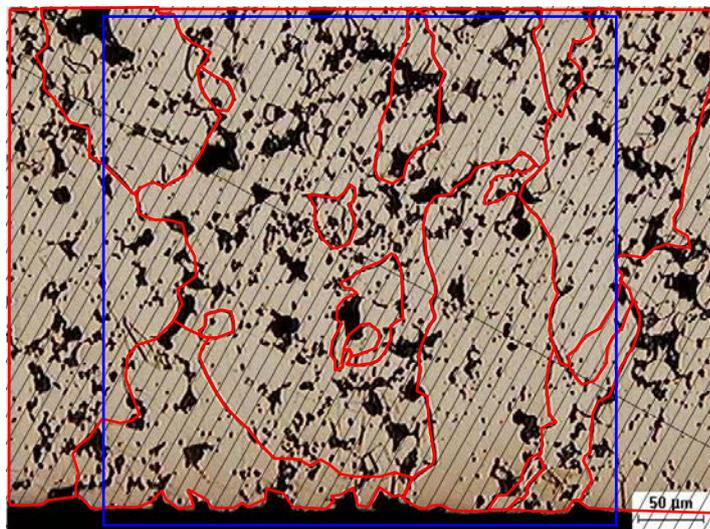
ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	9
N <sub>AE</sub> :	8,6
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>87 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
20	30	60	90	140	270
20	35	70	100	190	310
23	35	75	100	190	
25	40	80	110	210	
30	60	80	120	250	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 102 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	11
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>

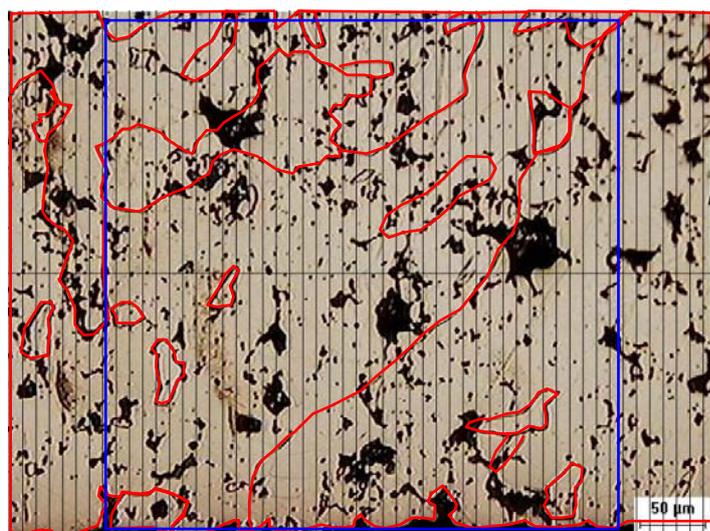
**APÊNDICE 6.2 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 3 Torr  
(CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	25	40	60	150	230
20	25	50	70	160	240
25	35	60	130	160	350

**Diâmetro de Ferret médio: 103 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	8
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	5,2
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>112 μm</b>

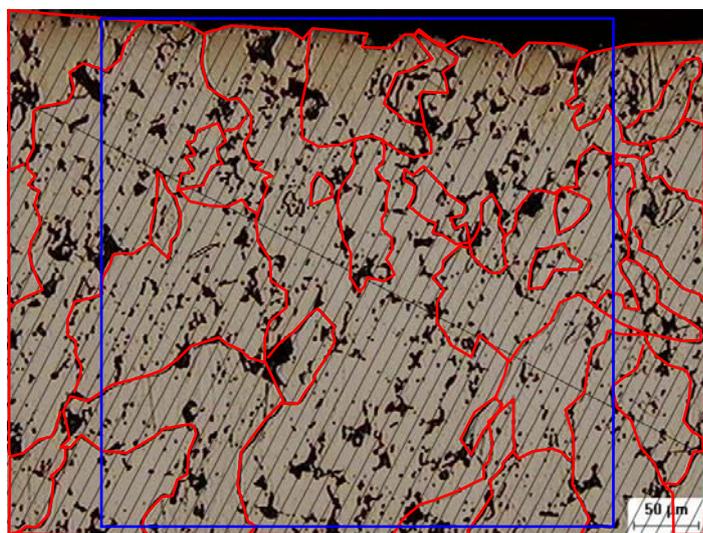


Diâmetros de Ferret				
15	20	30	60	200
20	20	30	70	350
20	25	40	85	360
20	30	40	85	460

**Diâmetro de Ferret médio: 99 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	6,4
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>101 μm</b>

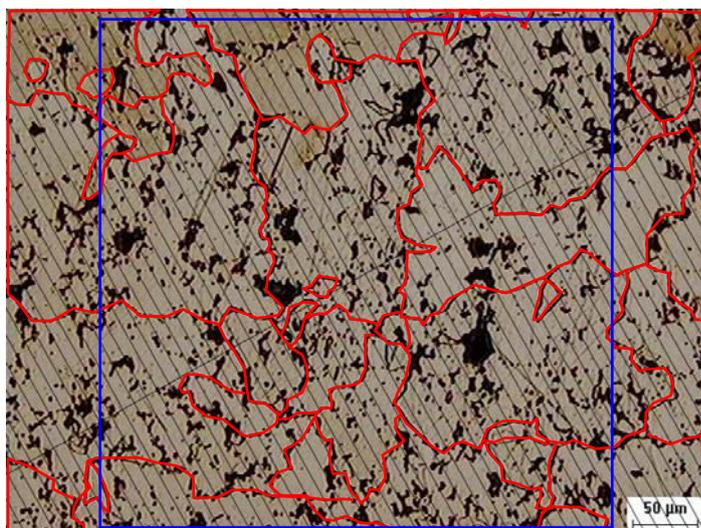
### APÊNDICE 6.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 6 Torr



Diâmetros de Ferret					
15	40	45	80	100	140
15	40	50	80	100	150
30	40	60	80	110	150
35	40	60	80	120	170
35	40	60	80	120	340
35	40	60	80	130	

**Diâmetro de Ferret médio: 81 µm**

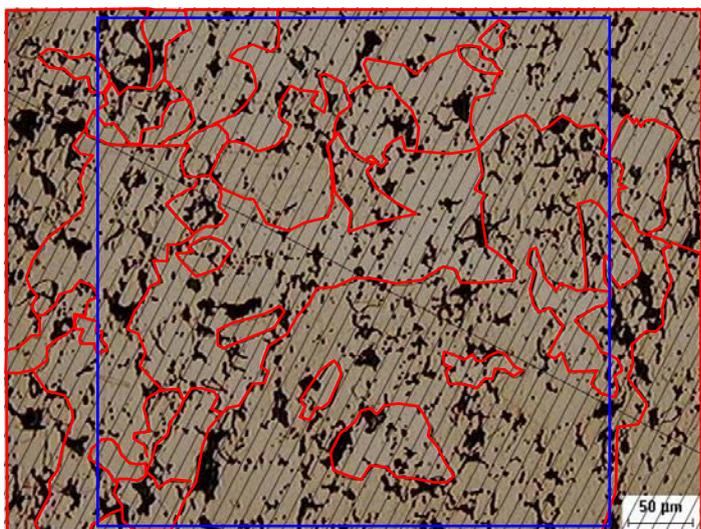
ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	7,8
Número ASTM (G):	4,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>91 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	30	50	80	140	220
20	35	55	90	160	230
25	40	55	90	170	230
25	45	55	100	190	260
25	50	60	120	200	
25	50	75	120	210	

**Diâmetro de Ferret médio: 98 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	13
Grãos metade:	16
N <sub>AE</sub> :	8,4
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>88 µm</b>

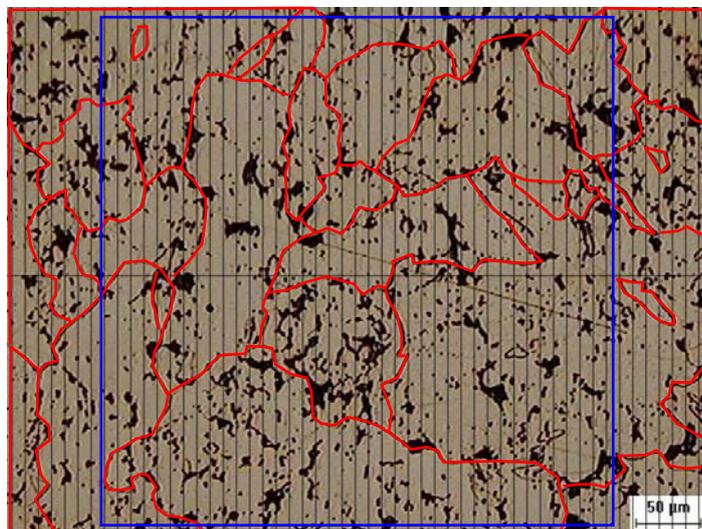


Diâmetros de Ferret					
15	30	40	60	80	120
20	35	45	60	80	130
25	40	50	60	90	160
25	40	50	60	90	250
30	40	50	70	110	290
30	40	50	80	110	390

**Diâmetro de Ferret médio: 82 µm**

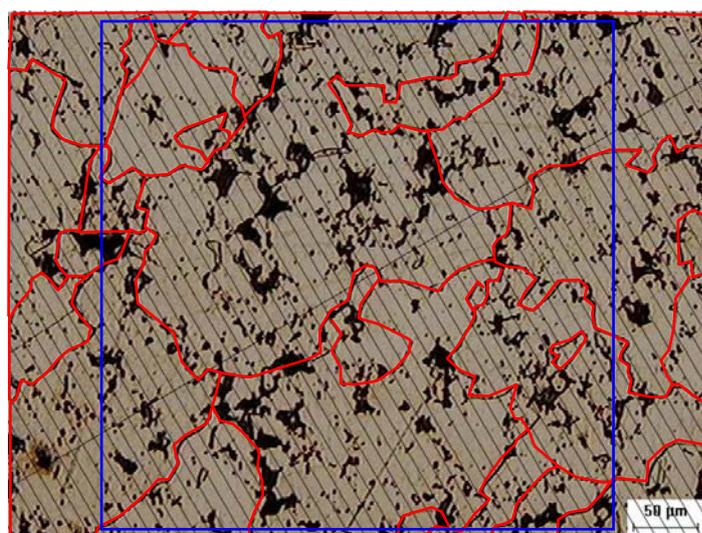
ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	9,4
Número ASTM (G):	4,2
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>83 µm</b>

**APÊNDICE 6.3 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 6 Torr  
(CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
15	35	65	100	150	350
15	40	70	100	200	
20	40	80	110	210	
25	45	80	110	220	
30	45	90	120	220	
35	60	90	120	250	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 101 µm</b>					

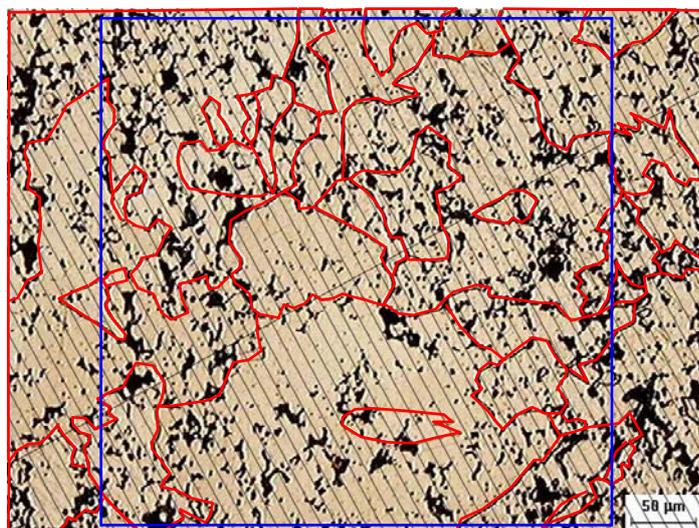
ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	11
$N_{AE}$ :	6,6
Número ASTM (G):	3,7
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>99 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
15	40	75	130	160	350
30	60	90	130	180	
35	60	100	140	210	
35	60	110	150	230	
40	65	130	150	260	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 117 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	5
Grãos metade:	17
$N_{AE}$ :	5,4
Número ASTM (G):	3,4
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>109 µm</b>

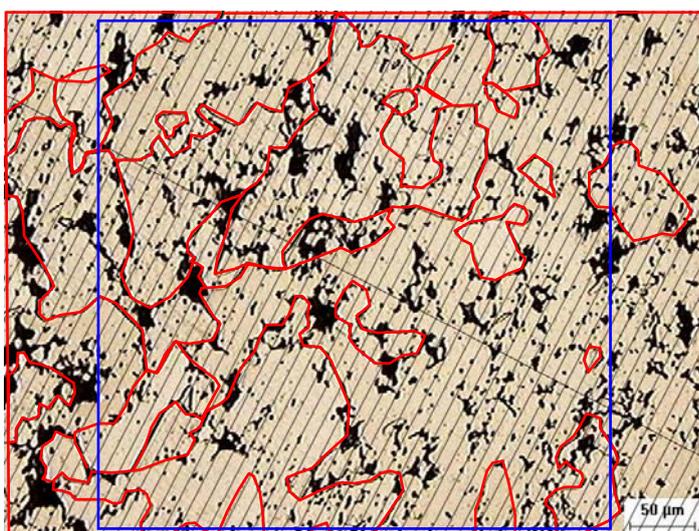
## APÊNDICE 6.4 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 9 Torr



Diâmetros de Ferret					
15	35	55	70	110	220
20	35	60	75	120	300
20	40	60	75	150	300
20	45	60	75	160	
30	50	60	75	160	
30	50	60	80	200	
30	50	70	85	220	

**Diâmetro de Ferret médio: 89 µm**

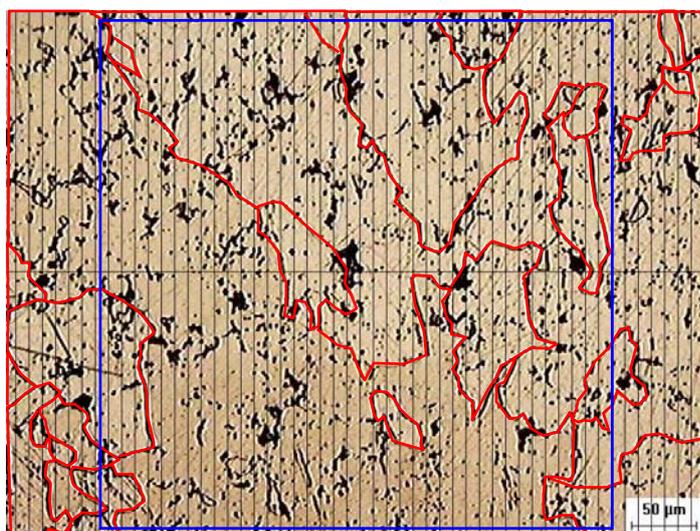
ASTM	
Grãos inteiros:	14
Grãos metade:	20
$N_{AE}$ :	9,6
Número ASTM (G):	4,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>82 µm</b>



Diâmetros de Ferret					
10	30	45	60	120	220
20	35	55	60	140	240
20	35	55	70	140	420
30	40	55	80	155	
30	40	60	80	200	

**Diâmetro de Ferret médio: 91 µm**

ASTM	
Grãos inteiros:	11
Grãos metade:	15
$N_{AE}$ :	7,4
Número ASTM (G):	3,9
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>94 µm</b>

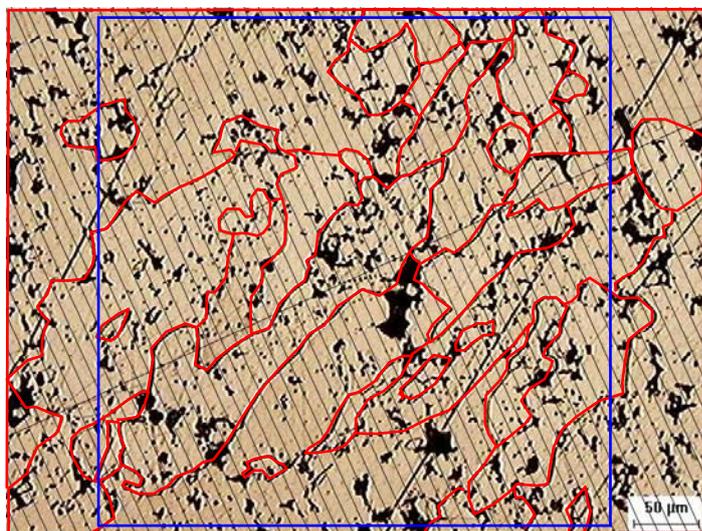


Diâmetros de Ferret				
15	30	45	60	110
15	30	45	60	120
20	30	50	60	140
20	30	55	75	430
20	35	60	80	460

**Diâmetro de Ferret médio: 84 µm**

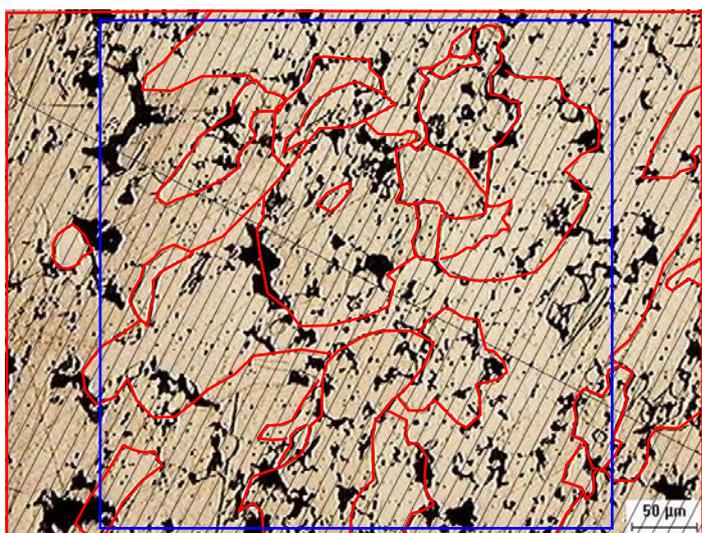
ASTM	
Grãos inteiros:	7
Grãos metade:	10
$N_{AE}$ :	4,8
Número ASTM (G):	3,3
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>116 µm</b>

**APÊNDICE 6.4 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA EM 9 Torr  
(CONTINUAÇÃO)**



Diâmetros de Ferret					
20	30	55	70	110	190
25	30	60	75	120	230
25	40	60	80	120	290
25	40	65	90	135	320
30	45	65	100	140	320
30	50	70	100	140	360
<b>Diâmetro de Ferret médio: 104 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	21
Grãos metade:	14
N <sub>AE</sub> :	11,2
Número ASTM (G):	4,5
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>76 µm</b>

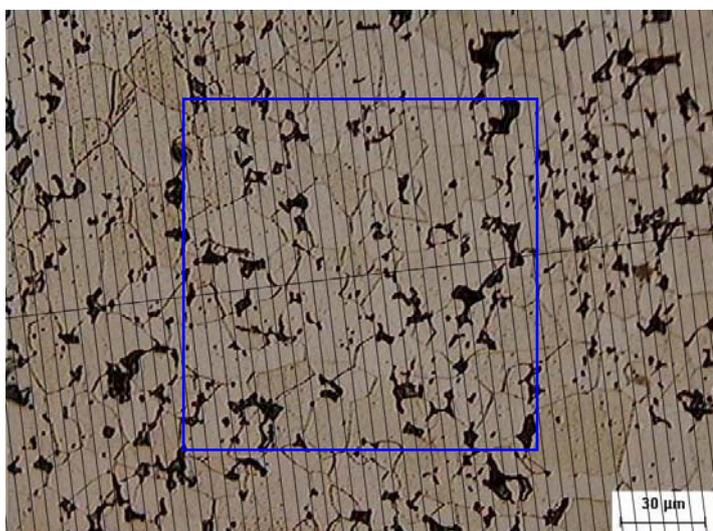


Diâmetros de Ferret					
15	25	35	55	80	130
15	30	35	65	90	350
15	30	45	65	90	440
25	30	50	70	100	
25	30	55	80	110	
<b>Diâmetro de Ferret médio: 78 µm</b>					

ASTM	
Grãos inteiros:	17
Grãos metade:	8
N <sub>AE</sub> :	8,4
Número ASTM (G):	4,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>88 µm</b>



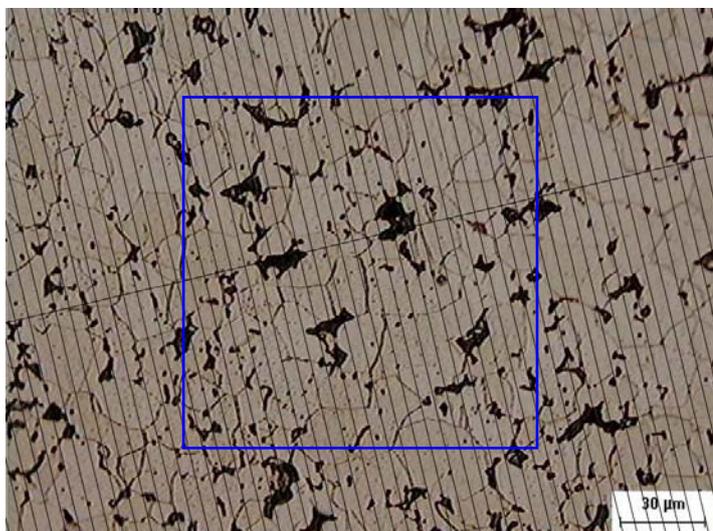
## APÊNDICE 7 – RESULTADOS DA AMOSTRA SINTERIZADA CONVENCIONALMENTE (CONTINUAÇÃO)



Diâmetros de Ferret									
5	15	15	20	20	25	25	35	40	50
10	15	15	20	20	25	25	35	40	55
10	15	15	20	20	25	25	35	40	60
10	15	15	20	20	25	30	35	45	70
10	15	15	20	20	25	30	35	45	80
10	15	15	20	20	25	30	35	45	
10	15	20	20	20	25	30	40	45	
10	15	20	20	20	25	35	40	45	
10	15	20	20	20	25	35	40	50	

**Diâmetro de Ferret médio: 26 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	26
Grãos metade:	13
N <sub>AE</sub> :	130,0
Número ASTM (G):	8,0
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>22 μm</b>



Diâmetros de Ferret									
10	10	15	15	20	25	25	30	40	55
10	10	15	15	20	25	25	30	40	55
10	10	15	15	20	25	30	30	40	55
10	10	15	20	20	25	30	30	40	75
10	10	15	20	20	25	30	30	45	80
10	15	15	20	20	25	30	35	45	
10	15	15	20	20	25	30	35	45	
10	15	15	20	20	25	30	35	45	
10	15	15	20	20	25	30	35	50	
10	15	15	20	25	25	30	35	55	

**Diâmetro de Ferret médio: 25 μm**

ASTM	
Grãos inteiros:	29
Grãos metade:	12
N <sub>AE</sub> :	140,0
Número ASTM (G):	8,1
<b>Diâmetro ASTM:</b>	<b>22 μm</b>

# Livros Grátis

( <http://www.livrosgratis.com.br> )

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)  
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)  
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)  
[Baixar livros de Matemática](#)  
[Baixar livros de Medicina](#)  
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)  
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)  
[Baixar livros de Meteorologia](#)  
[Baixar Monografias e TCC](#)  
[Baixar livros Multidisciplinar](#)  
[Baixar livros de Música](#)  
[Baixar livros de Psicologia](#)  
[Baixar livros de Química](#)  
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)  
[Baixar livros de Serviço Social](#)  
[Baixar livros de Sociologia](#)  
[Baixar livros de Teologia](#)  
[Baixar livros de Trabalho](#)  
[Baixar livros de Turismo](#)