

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM

**ESTUDO, FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PINÇAS DE BIÓPSIA PARA
ENDOSCOPIA FLEXÍVEL ATRAVÉS DO PROCESSO DE MOLDAGEM DE PÓS POR
INJEÇÃO**

Patrik Oliveira Bonaldi

Dissertação para obtenção do título de Mestre
em Engenharia

Porto Alegre
2008

Livros Grátis

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

Milhares de livros grátis para download.

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais –
PPGEM

**ESTUDO, FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PINÇAS DE BIÓPSIA PARA
ENDOSCOPIA FLEXÍVEL ATRAVÉS DO PROCESSO DE MOLDAGEM DE PÓS POR
INJEÇÃO**

Patrik Oliveira Bonaldi
Engenheiro de Materiais

Trabalho realizado no Laboratório de Transformação Mecânica/Centro de Tecnologia do Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de Fabricação

Porto Alegre
2008

Esta Dissertação foi julgada adequada e aprovada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração Processos de Fabricação e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Lírio Schaeffer (PPGEM/UFRGS)

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Francisco Ambrozio Filho (DEMM/FEI)

Prof. Dr. Fidel Romel Mallqui Espinoza (FURG)

Prof. Dr. Nestor Cezar Heck (PPGEM/UFRGS)

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann
Coordenador do PPGEM

Dedico aos meus avôs
Neli Lourenço Bonaldi (in memorian)
e Orcy Souza de Oliveira (in memorian).

AGRADECIMENTOS

Ao professor Lírio Schaeffer pela orientação e oportunidade.
A todos colegas do Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS.
Aos colegas de moradia, Diego R. S. de Lima, Pedro K. Knoll e Saimon Damásio.

Ao engenheiro Harold Luna pela amizade, auxílio e sugestões nas atividades realizadas.

Ao Técnico Éder Hamermuller, pelo apoio prestado nos experimentos.
Ao engenheiro Fábio Luis Knewitz, pelo auxílio em algumas análises.
A empresa Steelinject Injeções de Aços LTDA. de Caxias do Sul pela doação de matéria-prima utilizada neste trabalho.

Ao CNPq pelo apoio através financiamento da bolsa de mestrado.
Aos meus pais, por todo apoio e incentivo moral e financeiro por todos esses anos.

A minha namorada Sabine Rockenbach pelo companheirismo nesse último ano.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

A Deus, muito obrigado.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS.....	VIII
LISTA DE TABELAS.....	X
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
RESUMO.....	XII
ABSTRACT	XIII
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. Processo de Moldagem de Pós por Injeção	4
2.2. Micromoldagem de Pós por Injeção.....	7
2.3. Aço Inoxidável	7
2.3.1. Aço Inoxidável Martensítico	8
2.3.2. Aço Inoxidável Ferrítico.....	9
2.3.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos	9
2.3.4. Metalurgia do Pó de Aço inoxidável	10
2.4. Produção de Pós	11
2.5. Preparação da Carga Injetável	12
2.5.1. Relação entre Pó e Sistema Aglutinante.....	13
2.5.2. Sistema Aglutinante.....	14
2.6. Moldagem Por Injeção.....	18
2.7. Ferramental de Injeção	20
2.8. Extração de Sistema Aglutinante.....	21
2.8.1. Extração por Imersão em Solvente.....	22
2.8.2. Extração Térmica por Degradação	23
2.9. Sinterização	23
2.9.1. Estágios de Sinterização	25
2.9.2. Mecanismo de Sinterização	25
3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS.....	27

3.1. Considerações Gerais	27
3.2. Materiais Utilizados.....	29
3.3. Preparação da Carga Injetável	29
3.4. Caracterização da Carga Injetável	31
3.4.1. Caracterização Pó	31
3.4.2. Viscosidade.....	31
3.4.3. Análise Térmica TG	32
3.5. Moldagem por Injeção.....	33
3.5.1. Molde de Injeção	34
3.5.2. Densidade a Verde.....	36
3.6. Extração de Sistema Aglutinante.....	36
3.7. Sinterização	37
3.8. Caracterização Peça Sinterizada.....	38
3.8.1. Metalografia.....	38
3.8.2. Dureza.....	38
3.8.3. Análise de Porosidade	38
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1. Caracterização Pó de Aço 316L	39
4.2. Caracterização Reológica das Cargas Injetáveis	39
4.3. Análise Térmica.....	43
4.4. Moldagem por Injeção.....	44
4.5. Densidade Peça Verde	47
4.6. Extração por Imersão em Solvente.....	48
4.7. Extração Térmica e Sinterização	49
5. CONCLUSÕES.....	54
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	55
REFERÊNCIAS	56

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1: Microcomponentes da pinça de biópsia.	2
Figura 1.2: Esquema de aplicação da pinça de biópsia por endoscopia flexível.	3
Figura 1.3: Detalhe da aplicação da pinça no exame de biópsia.	3
Figura 2.1: Etapas necessárias para obtenção de peças através do processo de MPI ¹	5
Figura 2.2: Esquema do processo de moldagem de pós metálicos por injeção.	6
Figura 2.3: Relação entre quantidade de peça produzida-complexidade geométrica em relação à técnica utilizada.	6
Figura 2.4: (a), (b) e (c) exemplos de peças produzidas pelo processo moldagem de pós metálicos por injeção.	7
Figura 2.5: Possibilidades de situações de mistura de Pó-Aglutinante; (a) excesso de aglutinante, (b) concentração crítica, e (c) vazios por insuficiência de aglutinante ¹	13
Figura 2.6: Gráfico proposto para determinação de carga crítica ¹	14
Figura 2.7: Estrutura do polipropileno.	17
Figura 2.8: Molécula do aditivo ácido esteárico.	18
Figura 2.9: Viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento do ferro com ligante de cera-polímero a 150°C, mostrando o efeito na adição de 1% de ácido esteárico ¹	18
Figura 2.10: Esquema da máquina injetora de alta pressão.	19
Figura 2.11: Esquema do fuso e tubo de injeção de uma máquina injetora de alta pressão.	19
Figura 2.12: Configuração de uma matriz de injeção ¹⁰	20
Figura 2.13: Classificação de oito processos de extração do sistema aglutinante ¹	22
Figura 2.14: Evolução da microestrutura em sinterização.	25
Figura 2.15: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização ¹	26
Figura 3.1: Fluxograma da metodologia experimental adotada neste trabalho.	28
Figura 3.2: Câmara de mistura (a), misturador (b).	30
Figura 3.3: Moinho de facas Seibt modelo MGHS 1.5/85.	30
Figura 3.4: Micrografia do pó de aço 316L.	31
Figura 3.5: Viscosímetro Programável Digital BROOKFIELD modelo DV-II+.	32
Figura 3.6: Exemplo de curva de TGA (vermelho) e sua derivada, DTG (azul).	33
Figura 3.7: Injetora de alta pressão ARBURG 220S.	33
Figura 3.8: Molde dos componentes da pinça de biópsia, face A (a) e face B (b).	34
Figura 3.9: Desenho do molde de injeção.	35
Figura 3.10: Molde retrabalhado.	35
Figura 3.11: Corpo de prova do tipo barra.	36
Figura 3.12: Cuba de banho termostático para extração por imersão.	36
Figura 3.13: Forno do tipo tubular, com atmosfera controlada.	37
Figura 3.14: Curva de sinterização com patamar de sinterização (a) 1250 °C e (b) 1150 °C.	37
Figura 4.1: Curva de distribuição de tamanho de partícula para o pó doado pela Steelinject.	39
Figura 4.2: Viscosidade em função da taxa de cisalhamento (a) aglutinante 1, (b) aglutinante 2, (c) aglutinante 3, (d) aglutinante 4 e (e) aglutinante 5	40
Figura 4.3: Comportamento das cargas injetáveis utilizando aglutinante A1 variando o tamanho de partícula, (a) P1 (5µm), (b) P2 (10µm) e (c) P3 (27µm).	41
Figura 4.4: Comportamento das cargas injetáveis utilizando aglutinante A3 variando o tamanho de partícula, (a) P1 (5µm), (b) P2 (10µm) e (c) P3 (27µm).	42
Figura 4.5: Viscosidade em função da taxa de cisalhamento das cargas injetáveis.	43

Figura 4.6: Curva TG e DTG da carga de injeção utilizada.	44
Figura 4.7: Dificuldades encontradas na etapa de injeção.	45
Figura 4.8: Peças injetadas, haste (a), concha (b) e conjunto canal, concha, haste e garfo (c). ..	46
Figura 4.9: Micrografia da peça injetada (MEV).	47
Figura 4.10: Densidade da peça verde injetada em 400 e 1200 bar.	47
Figura 4.11: Micrografia da peça após extração por imersão em solvente.	48
Figura 4.12: Corpos de prova com problemas de extração química.	49
Figura 4.13: Amostra com defeito de inchamento na extração térmica.	49
Figura 4.14: Amostra sinterizada com defeito na extração térmica (a) longitudinal, (b) corte transversal.	50
Figura 4.15: Peças sinterizadas, (a) haste, (b) concha e (c) haste e concha.	51
Figura 4.16: Micrografia de peça injetada a 400 bar, sinterizada a 1250°C, com ataque de água régia.	52
Figura 4.17: Micrografia de peça injetada a 1200 bar, sinterizada a 1250°C, com ataque de água régia.	52
Figura 4.18: Peça sinterizada a 1150°C, 2 horas, sem ataque.	53

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Composição química do aço AISI 316L.	9
Tabela 2.2: Composição química dos aços inoxidáveis para MPI ²⁰	11
Tabela 2.3: Comparação de técnicas de produção de pequenas partículas ¹	12
Tabela 2.4: Características dos pós metálicos.	13
Tabela 2.5: Viscosidade típica de componentes do sistema aglutinante ¹	16
Tabela 3.1: Composição dos aglutinantes.	29
Tabela 3.2: Composição química (wt%) do pó de aço inoxidável 316L fornecido pela Sandvik.	30

LISTA DE SÍMBOLOS

- E - Energia de ativação para o fluxo viscoso (J)
- L_0 - Comprimento inicial (mm)
- L - Comprimento final (mm)
- R - Constante dos gases (J/mol.K)
- T_0 - Temperatura de referência (K)
- T - Temperatura absoluta (K)
- W_B - Massa do sistema aglutinante (g)
- W_p - Massa do pó metálico (g)
- wt% - Porcentagem em peso
- Y - Fator de retração (%)
- ΔL - Variação de comprimento (mm)
- Φ - Fração volumétrica do Pó metálico (%)
- η_0 - Viscosidade na temperatura T_0 (N/m².s)
- η_B - Viscosidade sistema aglutinante (N/m².s)
- ρ_B - Densidade do sistema aglutinante (g/cm³)
- ρ_G - Densidade da peça verde (g/cm³)
- ρ_p - Densidade do pó metálico (g/cm³)
- ρ_S - Densidade da peça sinterizada (g/cm³)
- ρ_T - Densidade teórica (g/cm³)

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo estudar os parâmetros do processo de fabricação e a possibilidade da obtenção de pinças de biópsia por endoscopia flexível através do processo de Moldagem de Pós por Injeção (MPI), visto que atualmente essa peça não é produzida no Brasil. Essa pinça possui basicamente seis componentes, sendo o material utilizado o aço inoxidável austenítico AISI 316L, material largamente utilizado em instrumentos médicos, pois este possui boa resistência à corrosão aliada a boas propriedades mecânicas e é considerado biocompatível.

A carga injetável utilizada no processo foi produzida no Laboratório de Transformação Mecânica. Inicialmente foram realizados estudos reológicos de cinco tipos de sistemas aglutinantes, após essa etapa foi variado o tamanho de partícula e carregamento do pó esférico de 316L atomizado a gás, no qual os melhores resultados apresentados foi a combinação de 90% em peso de pó de 316L, com tamanho de partícula de 90% menor que 27 μ m e 10% do sistema aglutinante formado por 50% de polipropileno, 30% de parafina, 15% de cera de abelha e 5% de ácido esteárico.

Os parâmetros de injeção foram definidos conforme a necessidade apresentada durante o processo, sendo que a pressão de injeção ideal foi de 1200 bar. A extração química foi realizada por imersão em hexano a 40°C por 2 horas. A sinterização foi realizada em duas temperaturas, 1150°C por 2 horas e 1250°C por 1 hora, ambos com atmosfera de hidrogênio, sendo que a extração térmica foi a 450°C por 1 hora. A sinterização mostrou-se mais eficiente com temperatura de sinterização de 1250°C por 1 hora, apresentando um nível de porosidade aceitável, menor que 5% e dureza de 121,4 HV. Porém as peças apresentaram perda de forma, podendo ser causada pela alta taxa de aquecimento durante a extração térmica ou até mesmo por uma eventual heterogeneidade da carga injetável.

ABSTRACT

The goal of this work is to study the parameters and the possibility to obtain biopsy forceps by means of flexible endoscopy obtained through the process of Powder Injection Molding (PIM). This forceps is not currently produced in Brazil. This forceps has basically six components, and the material used is 316L stainless steel powder, which is widely used in medical instruments, because it has good corrosion resistance combined with good mechanical properties and is considered biocompatible.

The feedstock used in the process was produced in the Metal Forming Laboratory. Initially rheological studies of five types of binders were conducted, and after this step, one has varied the size of the particle and loading of the powder of the gas atomized spherical 316L, in which the best results presented a combination of 90% in 316L powder volume, with particle size 90% less than 27 μ m and 10% of the binder consisting of 50% polypropylene, 30% paraffin wax, 15% bee wax and 5% stearic acid.

The parameters of injection were defined according to the need presented during the process, and the ideal pressure of injection was of 1200 bar. The chemical debinding was performed by immersion in hexane at 40°C for 2 hours. The sintering was done at two temperatures, 1150°C for 2 hours and 1250°C for 1 hour, both with hydrogen atmosphere, and the thermal debinding was at 450°C for 1 hour. One has verified that sintering is more efficient with a landing sintering at 1250°C for 1 hour, presenting an acceptable level of porosity, less than 5% and hardness of 121,4 HV. But the pieces had loss of shape, which may be caused by the high rate of thermal debinding heating during or even by any heterogeneity of the feedstock.

1. INTRODUÇÃO

A Metalurgia do Pó convencional (MP) e a Moldagem de Pós por Injeção (MPI) são técnicas de processamento de componentes utilizadas em diversas aplicações, onde a geometria e o tamanho do produto final fazem com que esses processos sejam mais econômicos quando comparados a outros processos de fabricação como fundição e usinagem.

O processo MPI possui uma grande vantagem em relação aos outros processos de fabricação, pois é aplicado tanto para metais como cerâmicos. Esse processo combina uma pequena quantidade de polímeros com um pó inorgânico para formar a carga injetável, para poder ser moldado. Após a moldagem, o aglutinante polimérico e o aditivo são extraídos e o pó metálico ou cerâmico é sinterizado¹.

Em 1920¹ combinou-se a técnica de injeção de plásticos com materiais cerâmicos. Já na segunda grande guerra essa técnica estendeu-se aos pós metálicos e, em meados dos anos 70¹, começou ser utilizada com objetivo da obtenção de formas pequenas e complexas para materiais metálicos.

O processo de moldagem por injeção de pós metálicos, conhecido por *Metal Injection Moulding* (MIM) vem crescendo devido a vários fatores, entre eles, produção de peças com geometrias complexas, alta produtividade, produção de peças em séries, obtenção de microestrutura uniforme e sem necessidade de uma etapa de acabamento. De acordo com o relatório da Business Communications Co., Inc.², o mercado global de moldagem e pós metálicos por injeção foi estimado em 382 milhões de dólar em 2004. Este mercado esta projetado crescer em uma taxa de crescimento anual média de 8,4% que deverá alcançar 571 milhões de dólares em 2009. A injeção de pós metálicos é uma tecnologia avançada do processo de metalurgia do pó e as limitações que existem na compactação de peças com geometrias complexas.

Nos últimos 10 anos houve um aumento maciço na produção de micropeças³. Essas micropeças possuem grande importância em diversas aplicações na área de microengenharia, tais como multicomponentes miniaturizados, bombas de fluído, misturadores químicos e

instrumentos médicos ⁴. Uma das técnicas indicada é o processo de Micromoldagem de Pós por Injeção (μ MPI), no qual foi utilizado neste trabalho.

O objetivo desta dissertação é o estudo de parâmetros de todas as etapas do processo de Moldagem de Pós Metálicos por Injeção e a obtenção de microcomponentes em aço inoxidável AISI 316L e caracterização dos componentes obtidos. Estes microcomponentes formam uma micropinça para exames de biópsia por endoscopia flexível, conforme figura 1.1, onde 1 representa o componente “garfo”, 2 o componente “concha” direita e esquerda, 3 o “oitão” direito e esquerdo e 4 o componente “haste”. O estudo é motivado pela crescente tendência a miniaturização de componentes em diversas áreas ^{5, 6, 7} e o fato de que, atualmente essa pinça não é fabricada no Brasil, o que conseqüentemente aumenta os custos de exames de biópsia. Cada pinça é comercializada pelo valor aproximado de R\$900,00, cotação realizada com a empresa Endogerais em abril de 2008.

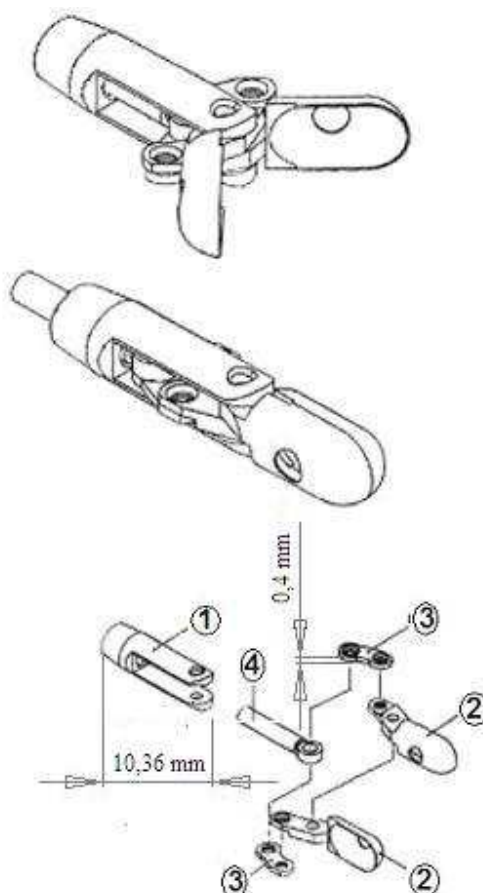


Figura 1.1: Microcomponentes da pinça de biópsia

É necessário que o tipo de aço utilizado na fabricação destes componentes que formam a pinça seja um material biocompatível, sendo o mais comum o aço inoxidável austenítico AISI 316L, pois a aplicação destes componentes é no interior do corpo humano, conforme figura 1.2. A figura 1.3 mostra com detalhe a retirada da amostra para biópsia.

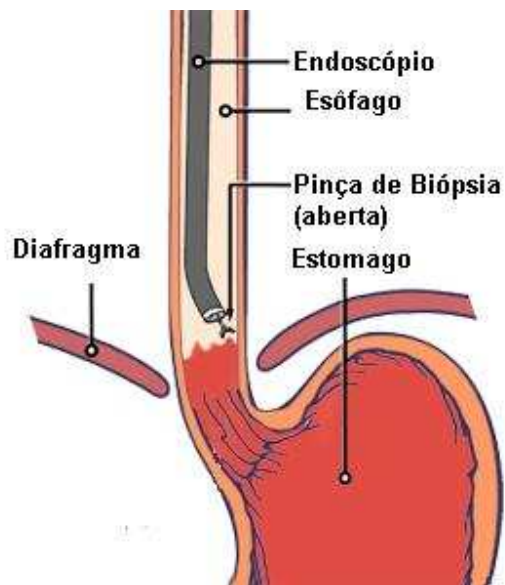


Figura 1.2: Esquema de aplicação da pinça de biópsia por endoscopia flexível ⁸.

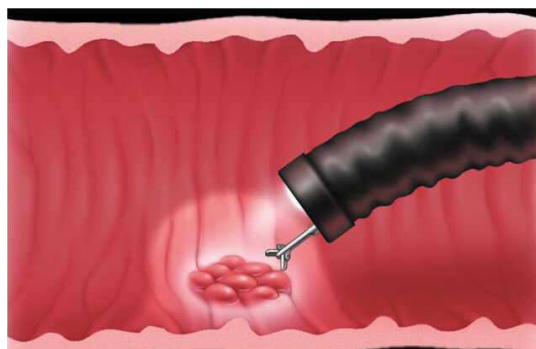


Figura 1.3: Detalhe da aplicação da pinça no exame de biópsia ⁹.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Processo de Moldagem de Pós por Injeção

A moldagem por injeção é um processo extensamente utilizado para a produção de componentes plásticos. Desde 1920, houve uma progressiva evolução da moldagem por injeção, que era restrito para materiais plásticos e passou para pós cerâmicos e metálicos ¹⁰. Pois esses materiais possuem propriedades vantajosas em relação aos polímeros – altas resistência, altas temperaturas de operação, propriedades elétricas, magnéticas e térmicas.

Essa tecnologia relativamente nova é conhecida como Moldagem de Pós de Injeção (MPI). Esse processo combina a injeção de plásticos com a metalurgia do pó convencional. Embora a compactação por injeção permite obter peças resistentes e uniformes, ela não substitui a técnica convencional ¹¹. O processo de MPI é constituído por quatro etapas básicas: mistura do pó com um sistema aglutinante, formando uma carga injetável; injeção da carga em um molde com a forma desejada; extração do sistema aglutinante seguido da etapa de sinterização, como mostra a figura 2.1.

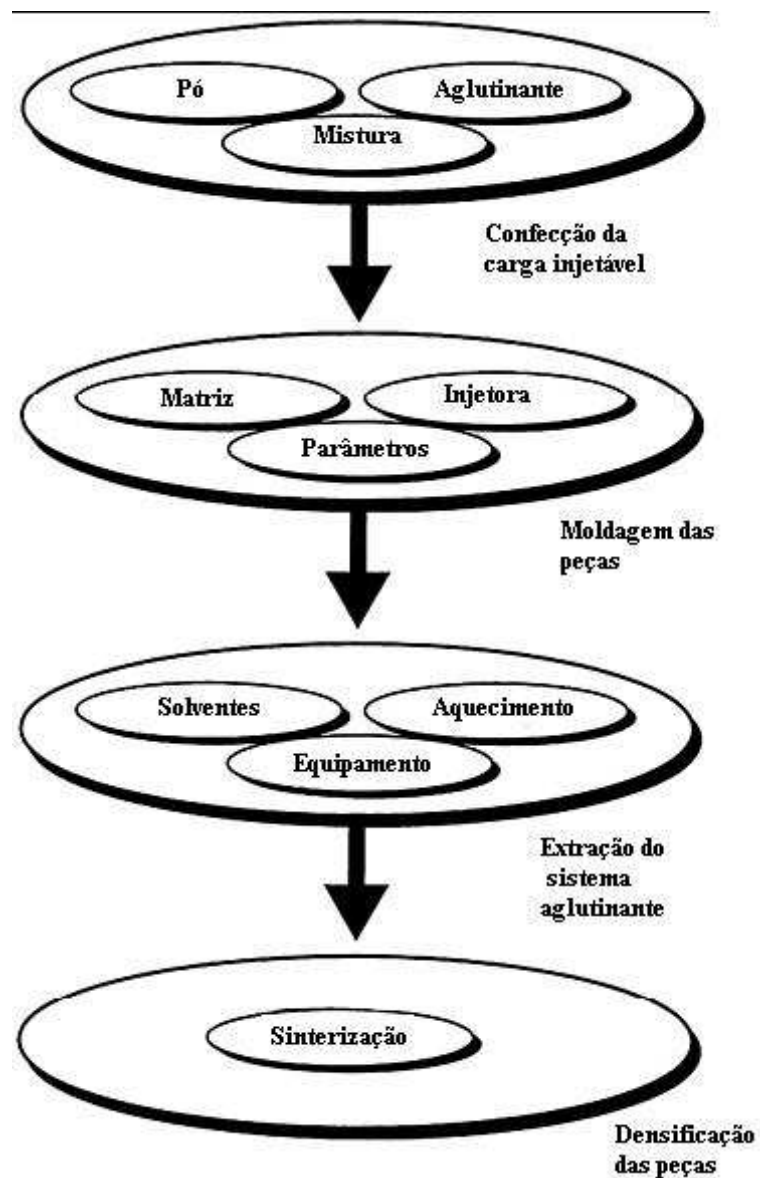


Figura 2.1: Etapas necessárias para obtenção de peças através do processo de MPI ¹.

Esse processo quando utilizado para injeção de pós metálicos é chamada de Moldagem de Pós Metálicos por Injeção. A figura 2.2 mostra um esquema do processo.

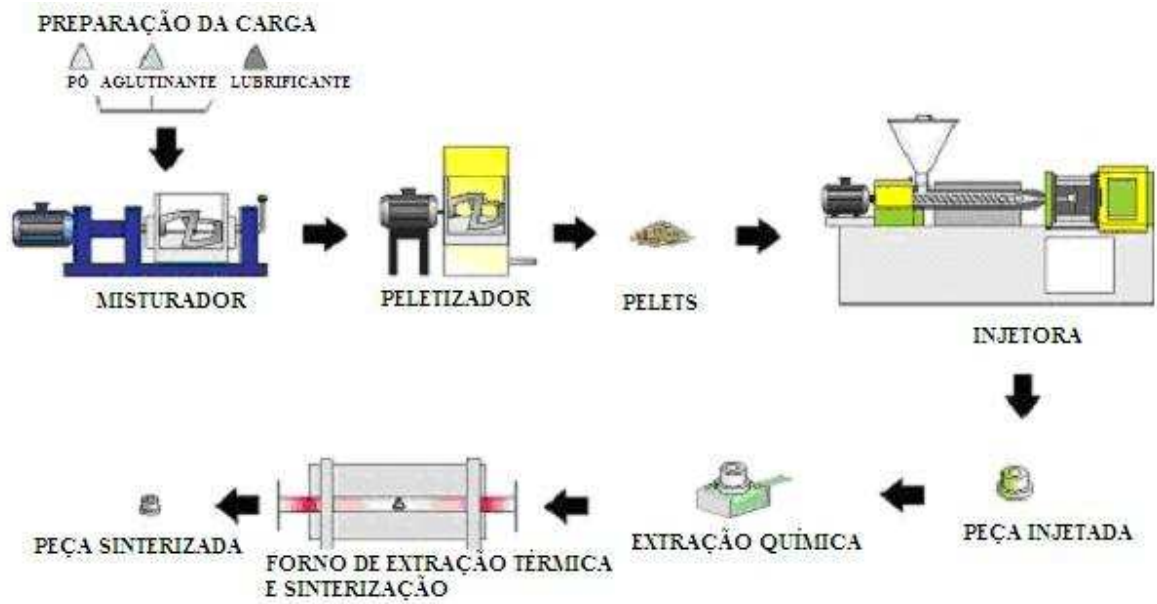


Figura 2.2: Esquema do processo de moldagem de pós metálicos por injeção.

Uma relação entre alguns processos de fabricação de componentes metálicos é apresentada na figura 2.3, onde é avaliada a relação entre quantidade de peças produzidas e sua complexidade geométrica.

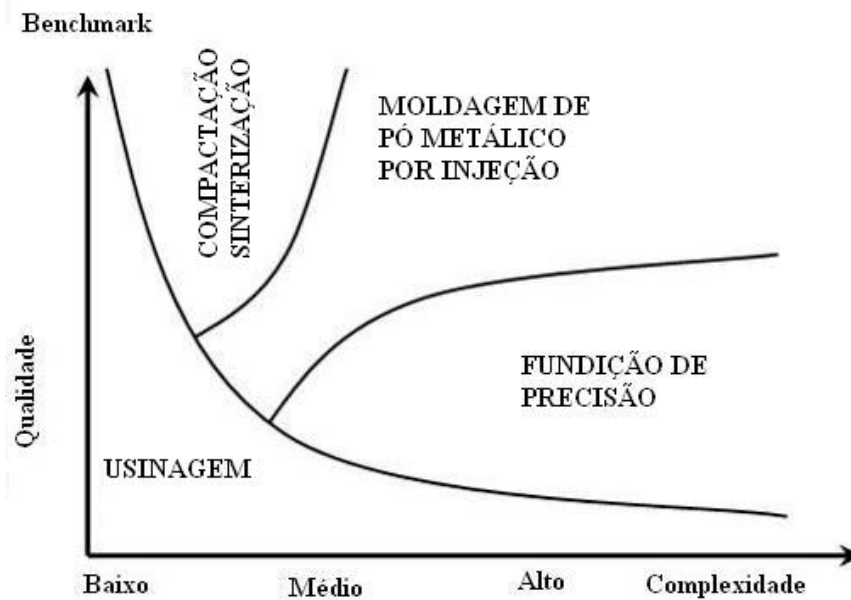


Figura 2.3: Relação entre quantidade de peça produzida-complexidade geométrica em relação à técnica utilizada¹².

O processo de moldagem de pós metálicos por injeção embora seja muito utilizado em larga escala industrial em alguns países, ainda não é muito dominado no Brasil. Alguns exemplos de peças produzidas por esse processo são apresentados pela figura 2.4.

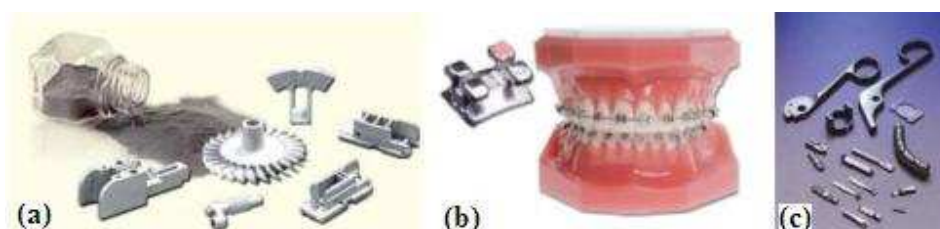


Figura 2.4: (a), (b) e (c) exemplos de peças produzidas pelo processo moldagem de pós metálicos por injeção.

2.2. Micromoldagem de Pós por Injeção

O processo utilizado neste trabalho é a micromoldagem de pós por injeção, o que é a moldagem de pós por injeção voltada para peças que possuem dimensões menores que 1mm⁷. Isso se deve a tendência da miniaturização dos sistemas, principalmente em tecnologia de comunicação, médica e biomateriais¹³. Alguns cuidados devem se ter nesse processo, como distribuição de tamanho de partícula, tipo de aglutinante e parâmetros de injeção, pois de acordo com Milke¹⁴, injeções de micropeças necessitam de pressão de injeção maiores. Alguns trabalhos mostram a utilização de nanopós de aço inoxidável 316L para injeção de micropeças¹⁵.

A rugosidade superficial de micropeças é um fator importante no processo, já que se tratando de micropeças, há uma baixa tolerância dimensional das peças sinterizadas^{16, 17}.

2.3. Aço Inoxidável

Denominam-se aços inoxidáveis um grupo de aços resistentes à corrosão contendo no mínimo 10,5% de cromo; adições de níquel, molibdênio, titânio, nióbio e outros elementos podem também estar presentes na sua composição¹⁴.

As propriedades mecânicas e comportamento em serviço dos vários tipos de aço inoxidável dependem da composição química e do tratamento térmico. Os aços inoxidáveis são basicamente divididos em três grupos: martensíticos, austeníticos e ferríticos¹⁸. Há também mais

dois grupos, os endurecidos por precipitação, que possui o mecanismo de endurecimento por precipitados e duplex, híbrido de austenítico e ferrítico.

Os aços inoxidáveis têm várias características que os diferem dos demais aços fabricados. A seguir segue uma relação destas características ¹⁸:

- Resistência à corrosão em ambientes atmosféricos e aquosos normais para as classes com menores teores de elementos de liga e resistência à corrosão em ambientes mais agressivos como a maioria de ácidos, soluções alcalinas, soluções contendo cloro, para os aços que possuem maior quantidade de elementos de liga;

- Resistência ao calor e à oxidação superficial, para as classes com altos teores de cromo e níquel;

- Higiene, fator importante nas condições estritamente higiênicas de cozinhas, hospitais e fábricas de processamento de alimentos. Nesses casos, o aço inoxidável é, por assim dizer, a primeira escolha devida sua facilidade de limpeza;

- Aparência estética, devida sua superfície brilhante, a qual pode ser facilmente mantida, tornando-o aplicável em arquitetura e ornamentação;

- Resistência mecânica, sobretudo no caso dos aços austeníticos que pelo encruamento adquirem maior resistência e nos aços dúplex de alta resistência;

- Resistência ao choque, em função da microestrutura austenítica da série 300; os aços dessa série caracterizam-se por alta tenacidade, desde temperaturas elevadas, até temperaturas abaixo de zero, tornando-os particularmente adequados para aplicações criogênicas;

2.3.1. Aço Inoxidável Martensítico

Esses aços caracterizam-se por serem aços-cromo, contendo 11,5-18,0%; eles tornam-se martensítico e endurecem pela tempera ¹⁸. As características principais desses aços são:

- São ferro-magnéticos;

- Podem ser facilmente trabalhados, tanto a quente como a frio, sobretudo quando o teor de carbono for baixo;

- Apresentam boa resistência à corrosão quando expostos ao tempo, à ação da água ou certas substâncias químicas; à medida que aumenta o teor de carbono, fica prejudicada a resistência à corrosão, o que, entretanto, é compensado pelo maior teor de cromo;

- A tempera também melhora a resistência à corrosão, pois contribui para evitar a possibilidade de precipitação de carbonetos.

2.3.2. Aço Inoxidável Ferrítico

Nesse grupo, o cromo ainda é o principal elemento de liga. O teor deste elemento pode, neste caso, superar o máximo verificado nos aços martensíticos e como o carbono não ultrapassa 0,35%, a austenita fica inteiramente eliminada. A estrutura desses tipos de aço, à temperatura ambiente, com qualquer velocidade de resfriamento, é sempre ferrítica e esses aços inoxidáveis são também chamados endurecíveis. As principais aplicações para esse tipo de aço são: tubos irradiadores, caldeiras, recipientes para indústria petrolífera, sistemas de exaustão de automóveis, etc ¹⁸.

2.3.3. Aços Inoxidáveis Austeníticos

O uso em grande escala do aço inoxidável austenítico justifica-se por sua melhor combinação entre custo, propriedades mecânicas, resistência à corrosão, biocompatibilidade e trabalhabilidade (conformabilidade por deformação e por usinagem) ¹⁹.

Os aços inoxidáveis austeníticos apresentam melhores propriedades de resistência à corrosão quando comparados com os aços inoxidáveis ferríticos e martensíticos. Enquanto as classes ferríticas e martensíticas apresentam sensível redução a resistência a corrosão a 700°C, a classe austenítica exibe boa estabilidade a altas temperaturas, como 900°C ²⁰. A classe austenítica é preferida também quando é exposto a elevadas temperaturas. São aços que constituem simultaneamente cromo e níquel, constitui os melhores tipos de aços resistentes à corrosão.

O aço inoxidável austenítico utilizado no presente trabalho é do tipo AISI 316L em pó, que segundo a norma possui composição química conforme tabela 2.1:

Tabela 2.1: Composição química do aço AISI 316L:

Elemento	C	Mn máx	P máx	S máx	Si máx	Cr	Ni	Mo	outros elementos
(%)	0,03 máx	2,00	0,045	0,030	1,00	16/18,5	11/14	2,5/3	-

O termo “L” é destinado às versões com baixo teor de carbono. Os aços inoxidáveis austeníticos são não magnéticos. Esse comportamento é resultado da adição de níquel, que estabiliza a fase austenítica na temperatura ambiente.

2.3.4. Metalurgia do Pó de Aço inoxidável

Componentes produzidos por metalurgia do pó a partir de ligas resistentes à corrosão, estão ganhando cada vez mais aplicação na área de MP, dos quais ligas de aço inoxidável abrangem uma variedade nas indústrias, incluindo aeroespacial, automotivo, transformação química, médicas e de recreação.

Os recentes progressos levaram também para o entendimento de que o processamento adequado e sinterização do aço inoxidável em MP, são fatores extremamente importantes para a resistência à corrosão e satisfazer cada vez mais aplicações exigentes.

Na América do Norte, a exploração de aços inoxidáveis por MP nas décadas de 1930 e 1940 conduziu a sua produção comercial no fim dos anos 1940. Inicialmente, as composições do aço inoxidável eram simplesmente copiadas dos conhecidos forjados, misturando os pós elementares de ferro, cromo, níquel e foram compactados e sinterizados em hidrogênio. Nos finais dos anos 1940, a Vanadium Alloys Steel Company começou a utilizar água para atomização, tornando liga de aço inoxidável em pó ²⁰.

Moldagem de pós metálicos por injeção, produz componentes quase totalmente denso, principalmente a partir de pós finos atomizados a gás, devido à sua baixa porosidade e baixo teor de oxigênio. Aços inoxidáveis produzidos por MPI exibem significativamente melhor resistência à corrosão e propriedades mecânicas em comparação com os aços inoxidáveis produzidos por metalurgia do pó convencional. Atualmente, o aço inoxidável 316L é o mais amplamente

utilizado em MPI. Esse material é escolhido quando a resistência à corrosão é a principal exigência. A tabela 2.2 mostra os aços inoxidáveis mais utilizados comercialmente em MPI.

Tabela 2.2: Composição química dos aços inoxidáveis para MPI ²⁰.

Tipo	Fe	C	Cr	Ni	Mo	Cu	Si	Mn	Outros
316L	bal	0,03 (a)	16,0-8,0	10,0-14,0	2,0-3,0		1,0 (a)	2,0 (a)	
316L	bal	0,03 (a)	16,0-18,5	10,0-14,0	2,0-3,0			1,0 (a)	
17-4PH	bal	0,07 (a)	15,5-17,5	3,0-5,0		3,0-5,0	1,0 (a)	1,0 (a)	Nb+Ta: 0,15-0,45
17-4PH	bal	0,07 (a)	15,0-17,5	3,0-5,0		3,0-5,0	1,0 (a)	1,0 (a)	Nb+Ta: 0,15-0,45
430L	bal	0,05 (a)	16,0-18,0				1,0 (a)	1,5 (a)	
440C	bal	0,95-0,2	16,0-18,0					1,5 (a)	
310S	bal	0,26-0,4	24,0-26,0	19,0-22,0				1,5 (a)	
420J	bal		12,0-14,0						
904L	bal	0,03 (a)	21,6 (a)	24,8 (a)	4,47 (a)		0,02 (a)		
312 duplex	bal	0,03 (a)	24,0-26,0	5,5-6,5	1,2-2,0		1,0 (a)	2,0 (a)	

(a) máximo.

2.4. Produção de Pós

Os processos de fabricação de pós podem ser agrupados nas seguintes categorias:

- Processos Mecânicos

- Processos Químicos

Geralmente os métodos utilizados incluem atomização a água e gás, moagem, eletrólise e métodos químicos incluindo redução de óxidos. Em alguns casos podem ocorrer técnicas envolvendo mais de uma das categorias mencionadas ²¹. A escolha do processo depende fundamentalmente do conjunto de propriedades mecânicas, físicas e químicas de cada material.

A técnica utilizada influencia diretamente no pó, como, tamanho, forma, microestrutura, composição química e custo do pó, influenciando diretamente no processo de moldagem de pós por injeção. A tabela 2.3 apresenta uma comparação entre as algumas técnicas de produção de pó metálico.

Tabela 2.3: Comparação de técnicas de produção de pequenas partículas ¹.

Técnica	Tamanho, µm	Forma	Material	Custo
Atomização a gás	5-40	Esférica	Ligas	Alto
Atomização a água	6-40	Arredondada	Ligas	Moderado
Atomização centrífuga	25-60	Esférica	Ligas	Alto
Atomização a plasma	2-40	Esférica	Ligas	Alto
Oxi-redução	1-10	Poligonal	Elementos	Moderado
Precipitação	0,1-3	Poligonal	Compostos	Baixo
Moagem	0,1-400	Irregular	Materiais frágeis	Moderado

Algumas características do pó devem ser levado em conta, as características de um pó ideal para moldagem por injeção podem ser descritas na tabela 2.4 ¹:

Tabela 2.4: Características dos pós metálicos.

	Vantagens	Desvantagens
Tamanho de partícula pequena	Rápida sinterização, menor defeitos de moldagem, retenção de forma.	Extração lenta, maior contaminação, maior contração, alta viscosidade, maior aglomeração.
Forma esférica	Alta compactação, baixa viscosidade, melhor fluxo.	Baixa resistência, alto custo, desmoronamento na extração.
Larga distribuição	Alta compactação, menor contração na sinterização.	Menor qualidade, microestrutura heterogênea, extração lenta.

2.5. Preparação da Carga Injetável

A mistura de pó e sistema aglutinante, que funciona como veículo temporário possibilitando a moldagem por injeção, utilizada na moldagem de pós é chamada de carga

injetável. Cinco fatores determinam as características da carga injetável ¹: característica do pó, composição do ligante, relação pó/ligante, método de mistura e técnica de peletização.

O sistema aglutinante tem influência na reologia da carga, na própria moldagem, nos processos a serem utilizados na sua remoção, dimensional, defeitos e composição química final dos injetados. Um primeiro requisito é permitir o fluxo e a compactação das partículas dentro da cavidade da matriz, é fundamental que o aglutinante molhe a superfície do pó. Há uma faixa ideal de viscosidade que mantém o pó disperso, sem interferir no processo da moldagem.

Para a confecção de uma carga injetável ideal, devem ser consideradas a facilidade de moldagem e a necessidade do controle das dimensões finais. Para alcançar esse balanço, a carga injetável normalmente utiliza polímeros com baixo peso molecular, reduzindo a viscosidade e facilitando a moldagem.

2.5.1. Relação entre Pó e Sistema Aglutinante

A carga injetável representa uma mistura equilibrada de pó e aglutinante. A relação de pó e aglutinante determina o sucesso ou a falha subsequente do processo. Três situações são esquematizadas na figura 2.5. Pouca quantidade de ligante resulta em alta viscosidade e bolhas de ar presas dificultam a moldagem. O carregamento crítico de sólidos é a composição onde as partículas são firmes sem pressão externa e todos espaços entre as partículas são preenchidos pelo ligante. O carregamento de sólido Φ é a relação volumétrica de pó sólido e do volume total de pó e ligante. O carregamento de sólido é expresso normalmente na base de porcentagem, e um valor crítico em MPI é próximo de 60%.

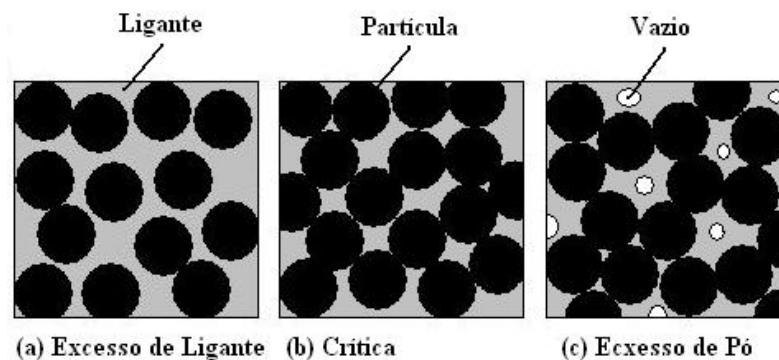


Figura 2.5: Possibilidades de situações de mistura de Pó-Aglutinante; (a) excesso de aglutinante, (b) concentração crítica, e (c) vazios por insuficiência de aglutinante ¹.

$$\Phi = \frac{\frac{W_p}{\rho_p}}{\frac{W_p}{\rho_p} + \frac{W_B}{\rho_B}} \quad \text{Eq. 2.1}$$

Onde, Φ = fração volumétrica do Pó metálico (%);
 W_p = massa do pó metálico (g);
 ρ_p = densidade do pó metálico (g/cm³);
 ρ_B = densidade do sistema aglutinante (g/cm³);
 W_B = massa do sistema aglutinante (g).

A faixa típica de mistura para moldagem de pós por injeção é mostrada pelo gráfico da figura 2.6 sugerido por German¹, onde mostra a carga crítica em relação a densidade da mistura.

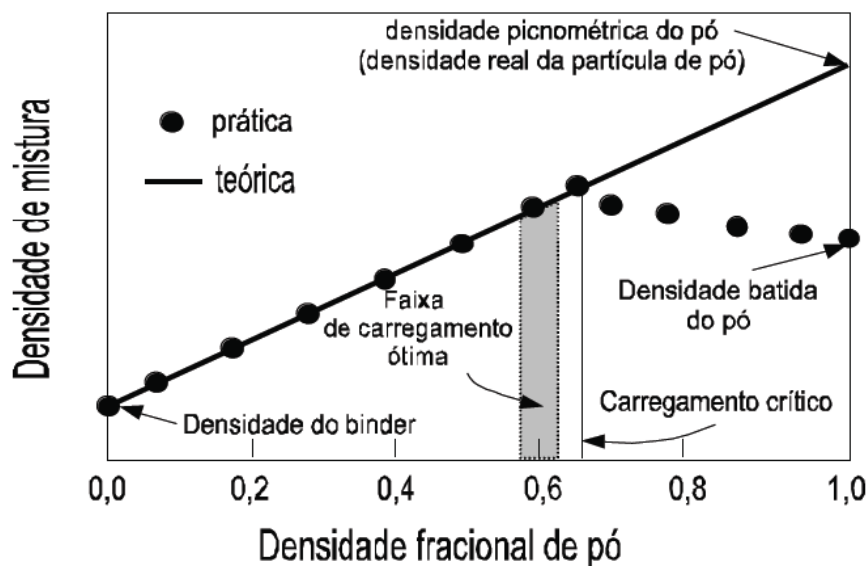


Figura 2.6: Gráfico proposto para determinação de carga crítica¹.

2.5.2. Sistema Aglutinante

O sistema aglutinante é um veículo temporário que permite a injeção do pó em uma forma desejada e manter esse formato até o início da sinterização. O sistema aglutinante não faz parte do produto final, porém exerce uma função muito importante no sucesso do processo. A

composição e as técnicas utilizadas para remoção desse sistema aglutinante requer um estudo mais amplo, pois influenciam nas próximas etapas e características do produto final.

O pó metálico é misturado com o sistema aglutinante formando a carga injetável para moldagem. Muitos sistemas aglutinantes são multicomponentes que contem uma maior fase que determina as propriedades básicas, juntamente com muitos modificadores para ajustar situações particulares.

Os atributos são subdivididos dentro de categorias baseadas em características de fluxo, interação do pó, características de remoção e manufatura. É fundamental que o aglutinante molhe a superfície do pó, para colaborar na mistura e na moldagem¹.

Quanto às características de fluxo, é necessário um grande aumento na viscosidade, para assegurar a forma compactada, no resfriamento. As temperaturas de moldagem influenciam nos valores de viscosidade, se a viscosidade for muito baixa, então o pó e o aglutinante se separam, durante a moldagem. Os polímeros termoplásticos, com comprimento de cadeia pequeno, geralmente satisfazem as necessidades de injeção, como complementos das ceras. Neste trabalho utilizou-se um polímero termoplástico, ceras e um aditivo lubrificante.

A equação 2.2¹ permite prever o valor de viscosidade, com base em dados da literatura, conforme a tabela 2.5.

$$\eta_B = \eta_0 \exp\left(\frac{E}{R} \left[\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right]\right) \quad \text{Eq. 2.2}$$

E = energia de ativação para o fluxo viscoso (J);

η_0 = viscosidade na temperatura T_0 (Pa.s);

R = constante dos gases (J/mol.K);

T = temperatura absoluta (K);

T_0 = temperatura de referência (K).

Tabela 2.5: Viscosidade típica de componentes do sistema aglutinante¹.

Material	η_0, Pa.s	E, kJ/mol	T₀, K	Temp. Fusão, °C
Parafina	0,009	4,4	373	60
Cera Carnaúba	0,021	12,3	383	84
Cera Polietileno	0,81	19,0	383	>100
Polipropileno	420	33,0	503	140 a 200
Ácido esteárico	0,007	---	383	74

A viscosidade da mistura na temperatura de moldagem deve ser no máximo 10^3 Pa.s¹.

2.5.2.1. Ceras

As ceras são componentes rotineiramente usados em cargas de injeção. As ceras incluem, parafina, cera de abelha, cera de carnaúba e diversas ceras como oligômeros curtos. As ceras possuem baixa temperatura de fusão, baixo peso molecular, baixa viscosidade, e se decompõe com pequena mudança de volume como outros polímeros. O baixo peso molecular das ceras fornece uma alta volatilidade que ajuda no processo de extração de aglutinante¹. Geralmente, a cera é misturada com outros polímeros e aditivos lubrificantes resultando numa estrutura de sistema aglutinante multicomponente.

O uso de cera natural tem algumas vantagens em relação aos demais polímeros sintéticos. A sua decomposição não libera gases tóxicos ou odor desagradável e causam menos problemas ambientais. As ceras naturais mais conhecidas são: cera de carnaúba, cera de abelha, cera de ouricuri, cera de candelilla e cera Montan²². No entanto, a sua decomposição é muito lenta.

2.5.2.2. Polímeros

Polímeros são macromoléculas que resultam das combinações de blocos individuais chamadas de monômeros. A maioria dos polímeros são de estruturas regulares em que uma única unidade repete muitas vezes. Isto produz uma escala dos macromoleculas que têm estruturas similares e pesos moleculares²³.

Em alguns polímeros, os segmentos longos de cadeias lineares do polímero são orientados em uma maneira regular com respeito a um outro. Tais polímeros têm muitas das características físicas dos cristais e seriam cristalinos. A orientação é ajudada pelo alinhamento dos dipolos em

diferentes cadeias. As interações de Van der Waals' entre cadeias longas do hidrocarboneto podem fornecer suficiente energia atrativa total para esclarecer um grau elevado de regularidade dentro dos polímeros. Os polímeros podem ser termoplásticos ou termorrígidos. Os termorrígidos foram ligações cruzadas, quando aquecidos permanecem rígidos, não amolecem quando reauecidos, mas decompõe-se em altas temperaturas.

Contrariamente, a viscosidade dos termoplásticos depende do peso molecular do polímero e da temperatura. Sofrem reversibilidade sob efeito de calor.

O polímero utilizado neste trabalho é o polímero termoplástico polipropileno. A polimerização do propileno resulta em um polímero com a seguinte estrutura é mostrada pela figura 2.7. O polipropileno possui ponto de fusão de 167°C e resistência a ruptura entre 31,1 e 41,3 MPa.

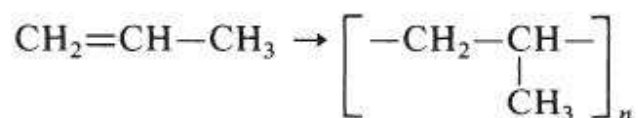


Figura 2.7: Estrutura do polipropileno.

2.5.2.3. Aditivos

Grande parte dos sistemas aglutinantes contem aditivos como função de melhorar a lubrificação do molde, a viscosidade da carga, a molhabilidade do pó, e contribuir na operação de remoção de aglutinantes. Geralmente o aditivo é usado para cobrir o pó, criando uma espécie de ponte química entre pó e aglutinante. Um dos aditivos mais utilizados e usado nesse trabalho é o ácido esteárico.

O ácido esteárico é uma molécula polar de baixo custo, extensamente usado em processamento de pó. Sua estrutura molecular é $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$, como mostra a figura 2.8, com densidade de $0,94\text{g/cm}^3$, e temperatura de fusão de 65 a 75°C, dependendo da pureza. O ácido esteárico reduz o ângulo de contato pelo abaixamento da energia de superfície pó-aglutinante.

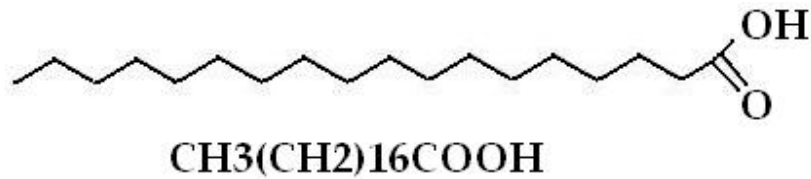


Figura 2.8: Molécula do aditivo ácido esteárico.

O ácido esteárico promove mudanças significativas nas propriedades da carga injetável, podendo ser percebido pela a viscosidade, na figura 2.9, mostra a mudança de viscosidade com a adição desse aditivo.

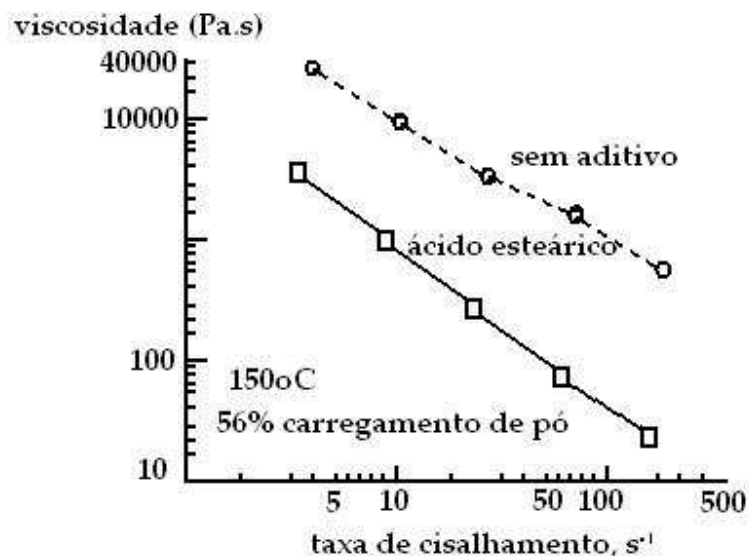


Figura 2.9: Viscosidade aparente em função da taxa de cisalhamento do ferro com ligante de cera-polímero a 150°C , mostrando o efeito na adição de 1% de ácido esteárico ¹.

2.6. Moldagem Por Injeção

A moldagem por injeção pode ser considerada uma das etapas mais importante. Pois vários defeitos aparecem nesta etapa, como bolhas, segregação de fases, formação de linhas de solda, empenamento, vazios, baixo controle dimensional e marcas de rechupes, que certamente serão aumentados nas etapas posteriores. Geralmente esses defeitos podem ser eliminados através de ajustes no ciclo de moldagem (tempo, temperatura e pressão) ¹. A injeção é realizada por uma máquina de injeção, que pode ser de baixa ou alta pressão. A utilizada no presente trabalho é uma injetora de alta pressão, conforme mostra a figura 2.10.

O processo de injeção inicia-se com o aquecimento da carga injetável, numa temperatura suficiente para fundir o material. Este é forçado através de um fuso dentro do tubo de injeção, conforme a figura 2.11, assumindo o formato da matriz ou molde, que na seqüência é resfriado, mantendo esse formato. Nesta etapa, a peça produzida é chamada de “peça verde”.

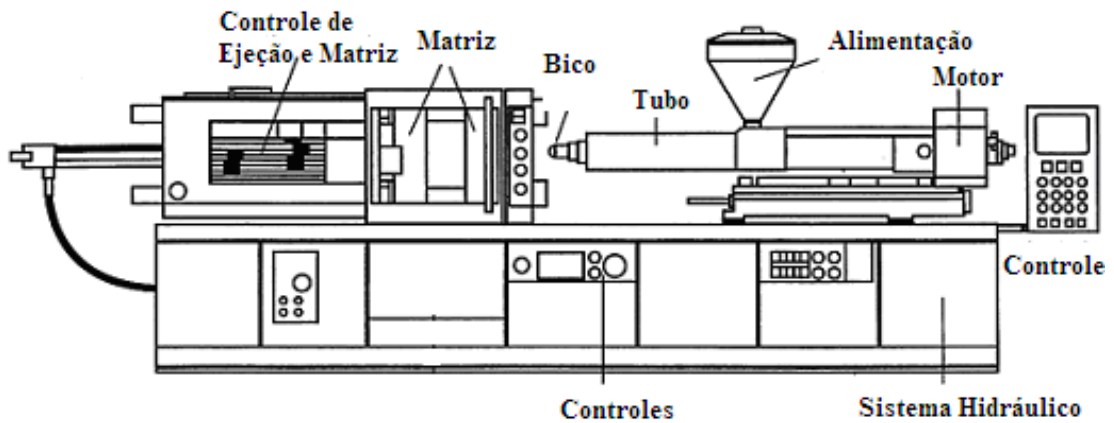


Figura 2.10: Esquema da máquina injetora de alta pressão.

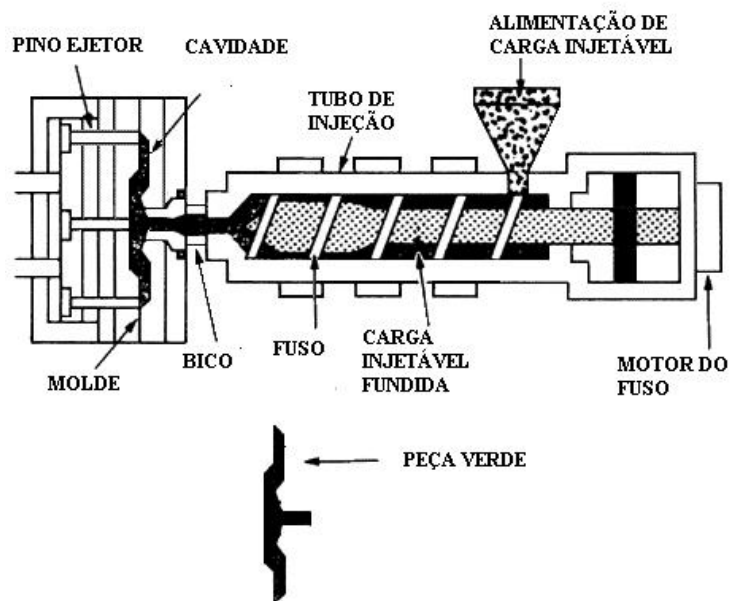


Figura 2.11: Esquema do fuso e tubo de injeção de uma máquina injetora de alta pressão.

2.7. Ferramental de Injeção

O ferramental de MPI é similar ao usado na tradicional injeção de plásticos. A maior diferença em MPI, é que as dimensões do ferramental são levadas em consideração à retração da peça após sinterização. A configuração do molde possui uma cavidade e consiste de uma via para o enchimento da cavidade com ejetores para extração do componente injetado. O fluxo e o comportamento térmico da carga injetável de MPI são diferentes dos termoplásticos convencionais, pois há um esforço especial para garantir o preenchimento uniforme no molde ¹.

Em MPI, o molde deve ter controle de temperatura para garantir o controle da dimensão final do componente. Muitas cargas injetáveis de MPI requerem um molde aquecido durante o preenchimento para retardar a taxa de resfriamento. Cada etapa reduz as tensões residuais e melhora uniformidade da retração durante a sinterização. A figura 2.12 mostra as configurações de uma matriz de MPI.

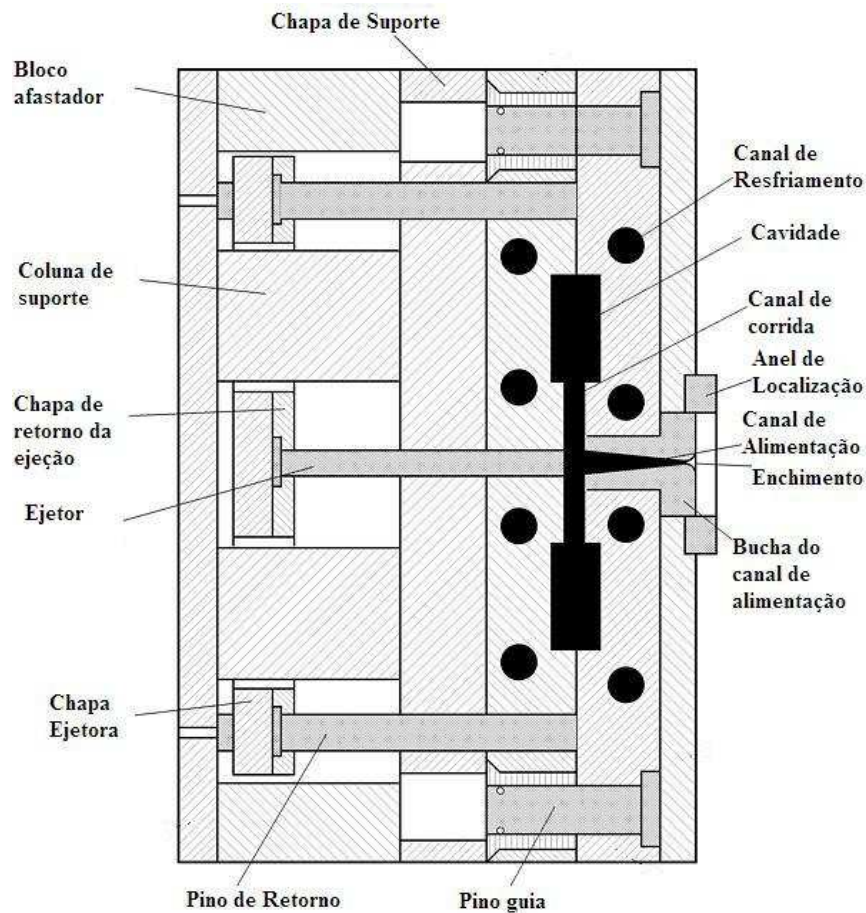


Figura 2.12: Configuração de uma matriz de injeção ¹⁰.

A primeira preocupação com o projeto da matriz é com a retração do componente injetado. Com um volume base, as cargas injetáveis típicas contêm 60% de sólido e 40% de aglutinante em volume. Para atingir as propriedades desejadas dos componentes, a retração linear durante a sinterização pode ser de 15%. Se o carregamento de sólidos é abaixo de 40% em volume, a retração linear pode ser de 25%. A retração das dimensões é conhecida como o fator de retração Y e é calculado a partir do carregamento de pó metálico da carga injetável e a densidade parcial do sinterizado ρ_s/ρ_T .

$$Y = 1 - \left(\frac{\phi}{\frac{\rho_s}{\rho_T}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{Eq. 2.3}$$

Onde ρ_s é a densidade final e ρ_T é a densidade teórica do material. Essa equação assume uma retração isotrópica na sinterização.

2.8. Extração de Sistema Aglutinante

Após a moldagem, precisa-se retirar o sistema aglutinante, veículo temporário que tornou possível a injeção. A extração do ligante é a etapa chave do processamento de peças moldadas por injeção ²¹, pois remover o aglutinante sem afetar a forma final da peça é um processo muito delicado, sendo uma grande fonte de defeitos. Já que o aglutinante sustenta a união das partículas de pó, determinando o sucesso ou insucesso da peça final.

A incapacidade de extrair completamente o sistema aglutinante pode resultar uma distorção da peça após a sinterização ¹.

Hoje existem diversas técnicas de extração do aglutinante, dependendo de qual componente do ligante se deseja extrair, que são divididos em processos químicos e/ou térmicos, conforme figura 2.13. Após a etapa de extração de aglutinante a peça é chamada de “peça marrom”, muito frágil e de delicado manuseio.

Há ainda o método de extração via plasma ²⁴, o uso de processos assistido a plasma está crescendo rapidamente na indústria, particularmente deposição física por vapor, revestimentos

por deposição química. A principal razão para o crescente interesse nestes processos reside no fato de evitar ou minimizar a poluição da água e do ar, bem como resíduos sólidos, em comparação com as técnicas convencionais.

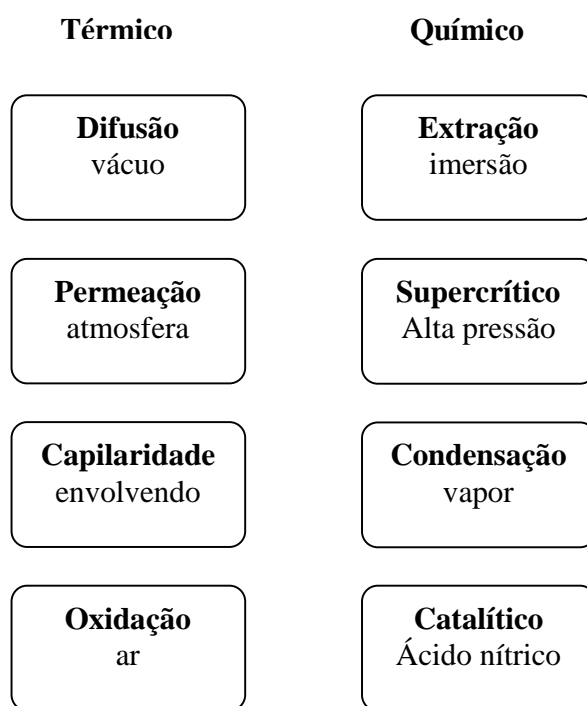


Figura 2.13: Classificação de oito processos de extração do sistema aglutinante ¹.

2.8.1. Extração por Imersão em Solvente

O processo de extração por solvente envolve imersão do compactado em fluido que dissolve algum dos componentes do sistema. Deixando uma estrutura de poros abertos, para subsequente extração térmica.

Estudo realizado indicou que o processo de remoção por solvente consiste de quatro etapas. Primeiro, as moléculas do solvente penetram dentro do ligante, produzindo gel. Quando a interação solvente-ligante é forte o bastante, o gel gradualmente desintegra, formando uma verdadeira solução. A solução então difunde em direção à superfície e, finalmente, a solução é removida da superfície. Portanto, nesse processo o que limita a remoção é a difusão da solução solvente-ligante para fora do corpo ²⁵.

O solvente pode ainda ser aquecido, tendo então uma extração química termicamente assistida, o que reduz o tempo de extração.

2.8.2. Extração Térmica por Degradação

Esta técnica é a mais utilizada entre as diversas técnicas disponíveis²⁶ e largamente utilizada na indústria. Quando o ligante é aquecido, ele amolece e fica incapaz de resistir à ação gravitacional ou a pressão de vapor interna. No entanto, quando há presença de poros interconectados, forças capilares surgem entre as partículas quando o ligante é fundido, impedindo, desse modo, a deformação do corpo. Por isso, a remoção progressiva dos componentes de ligante é desejável, pois, inicialmente, canais de poros abertos são criados para facilitar a remoção posterior do ligante remanescente. Assim, o uso de sistema multicomponente de ligante é vantajoso, uma vez que possibilita a remoção de um dos componentes, o de menor estabilidade, no estágio inicial, enquanto o outro, que mantém a estrutura do corpo, permanece para manter as partículas unidas¹.

A remoção térmica envolve o fluxo de fluido através dos poros como um líquido ou um gás. No início da remoção, são formados pequenos poros dentro do corpo devido à decomposição do ligante de baixo peso molecular. Como os poros são pequenos, a taxa de fluxo do ligante fundido para a superfície é lenta. Portanto, a taxa de aquecimento deve ser muito lenta de modo a permitir a difusão do ligante do interior para a superfície da peça, permitindo, assim, uma abertura gradativa de poros. Um rápido aquecimento é catastrófico, visto que o ligante funde completamente antes de dar início a sua degradação e, conseqüentemente, o corpo pode vir a sucumbir ao seu próprio peso devido à ausência da força capilar.

2.9. Sinterização

Sinterização é o transporte de matéria, ativado termicamente, em uma massa de pós ou um compactado poroso, resultando na diminuição da superfície específica livre pelo crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume e alteração da geometria dos poros²¹. Do ponto de vista teórico, como uma transformação de estado termodinâmico, espontânea e conseqüentemente irreversível. Ocorrendo uma diminuição da energia livre do sistema. A sinterização ocorre geralmente perto da temperatura de fusão do material. As ligações entre as partículas ocorrem por movimentação individual de átomos através de eventos no estado sólido

ou fase líquida. Acompanhando a ligação entre as partículas durante a sinterização há um aumento significativo na dureza, resistência, e outras propriedades de engenharia, incluindo ductilidade, condutividade, permeabilidade magnética, resistência ao desgaste e corrosão ¹.

Nos primeiros momentos do ciclo de sinterização, começam a ocorrer reações químicas entre a atmosfera de sinterização e os aditivos e/ou óxidos presentes na superfície das partículas metálicas. A redução dos óxidos e a remoção dos gases adsorvidos limpa a superfície das partículas metálicas e promove o processo de difusão.

Uma medida freqüente de sinterização é a mudança dimensional linear, denominada retração $\Delta L/L_0$. É a mudança dimensional do compactado (ΔL) dividido pela dimensão inicial (L_0). A densidade e retração são inter-relacionadas. As medidas de densidade e retração são fáceis de executar. Em moldagem de pós metálicos por injeção é assumida uma retração isotrópica na sinterização, onde densidade parcial da peça verde ρ_G muda para a densidade ρ_S como segue na equação 2.4 ¹:

$$\rho_S = \frac{\rho_G}{\left(1 - \frac{\Delta L}{L_0}\right)^3} \quad \text{Eq. 2.4}$$

A sinterização de MPI é similar a peças obtidas por MP convencional, exceto pelos resíduos de aglutinantes. A remoção deverá ocorrer antes do fechamento dos poros, já que o interesse em aços inoxidáveis austeníticos é o baixo teor de carbono. Para pós atomizados a água ou gás, a sinterização com hidrogênio ou vácuo pode ser melhor para controlar a reação do oxigênio com o carbono residual do aglutinante ²⁰.

Para sinterização de aços inoxidáveis é necessária atmosfera controlada, sendo as mais típicas atmosferas de hidrogênio, hidrogênio-nitrogênio, amônia dissociada e vácuo e temperatura de aproximadamente 1150°C, em forno a vácuo próximo de 1345°C ²⁰. Atmosfera de hidrogênio fornece boas propriedades de resistência à corrosão, pois previne a reoxidação durante o resfriamento e também mantém baixos teores de carbono.

2.9.1. Estágios de Sinterização

Durante a sinterização, inicialmente o pó solto sofre uma transformação para ficar denso, com estrutura policristalina e propriedades mecânicas e físicas semelhantes a outros materiais de engenharia. A mudança estrutural à descrita esquematicamente pela figura 2.14. No estágio final da sinterização tem alguns pequenos poros situados nos contornos de grão. Conseqüentemente existe a possibilidade de manipular a densificação, controlando o tamanho de grão durante a sinterização, para obter melhores propriedades.

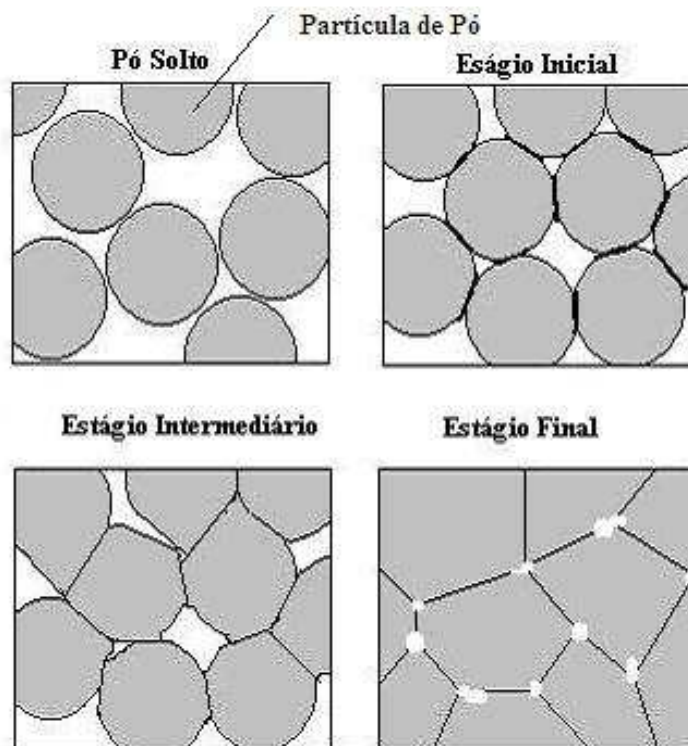


Figura 2.14: Evolução da microestrutura em sinterização.

2.9.2. Mecanismo de Sinterização

Em nível microscópico, a sinterização ocorre pela movimentação dos átomos para preencher os poros entre as partículas. Os átomos podem tomar basicamente quatro caminhos durante a sinterização ¹, difusão atômica através da superfície, do volume e ao longo do contorno de grão e por evaporação-condensação, como mostra a figura 2.15. A taxa de crescimento do pescoço, retração e densificação, todos dependem das taxas de transporte acumulado por esses vários caminhos.

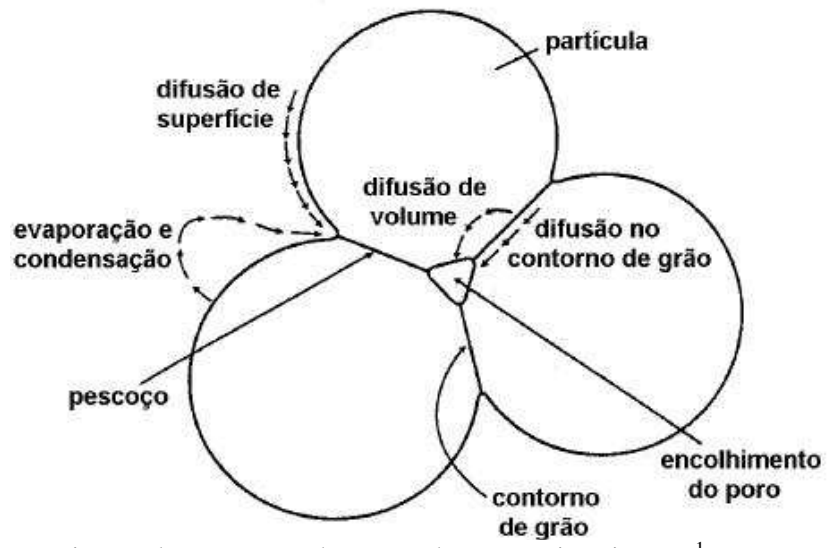


Figura 2.15: Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização ¹.

3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.1. Considerações Gerais

Os experimentos realizados neste trabalho foram realizados no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM). As análises de granulometria por infravermelho foram realizadas no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas no Centro de Microscopia também da UFRGS. As micrografias foram analisadas no Laboratório de Fundição da UFRGS.

Neste capítulo são apresentados os procedimentos experimentais utilizados no trabalho, mostrando todas as etapas de uma peça obtida por moldagem de pós metálicos por injeção, assim como caracterização do pó doado, caracterização reológica dos sistemas aglutinantes e cargas injetáveis elaboradas e caracterização de peça sinterizada.

Na figura 3.1 é apresentado um fluxograma para o entendimento da metodologia adotada no trabalho. Inicialmente foram analisadas as propriedades reológicas de cinco sistemas aglutinantes, A1, A2, A3, A4 e A5.

A partir dos dados reológicos foram selecionados os sistemas aglutinantes A1 e A3 e assim foram preparadas as cargas injetáveis com três pós de aço inoxidável AISI 316L com tamanhos de partículas de d_{90} : $5\mu\text{m}$, d_{90} : $10\mu\text{m}$ e d_{90} : $27\mu\text{m}$, indicados como P1, P2 e P3 respectivamente. Nessas misturas foram variadas as frações volumétricas de pó metálico em 0, 15, 27, 35, 42 e 48%, indicados como V1, V2, V3, V4, V5 e V6 respectivamente, esta última próximo do indicado em literatura^{1, 27, 28}.

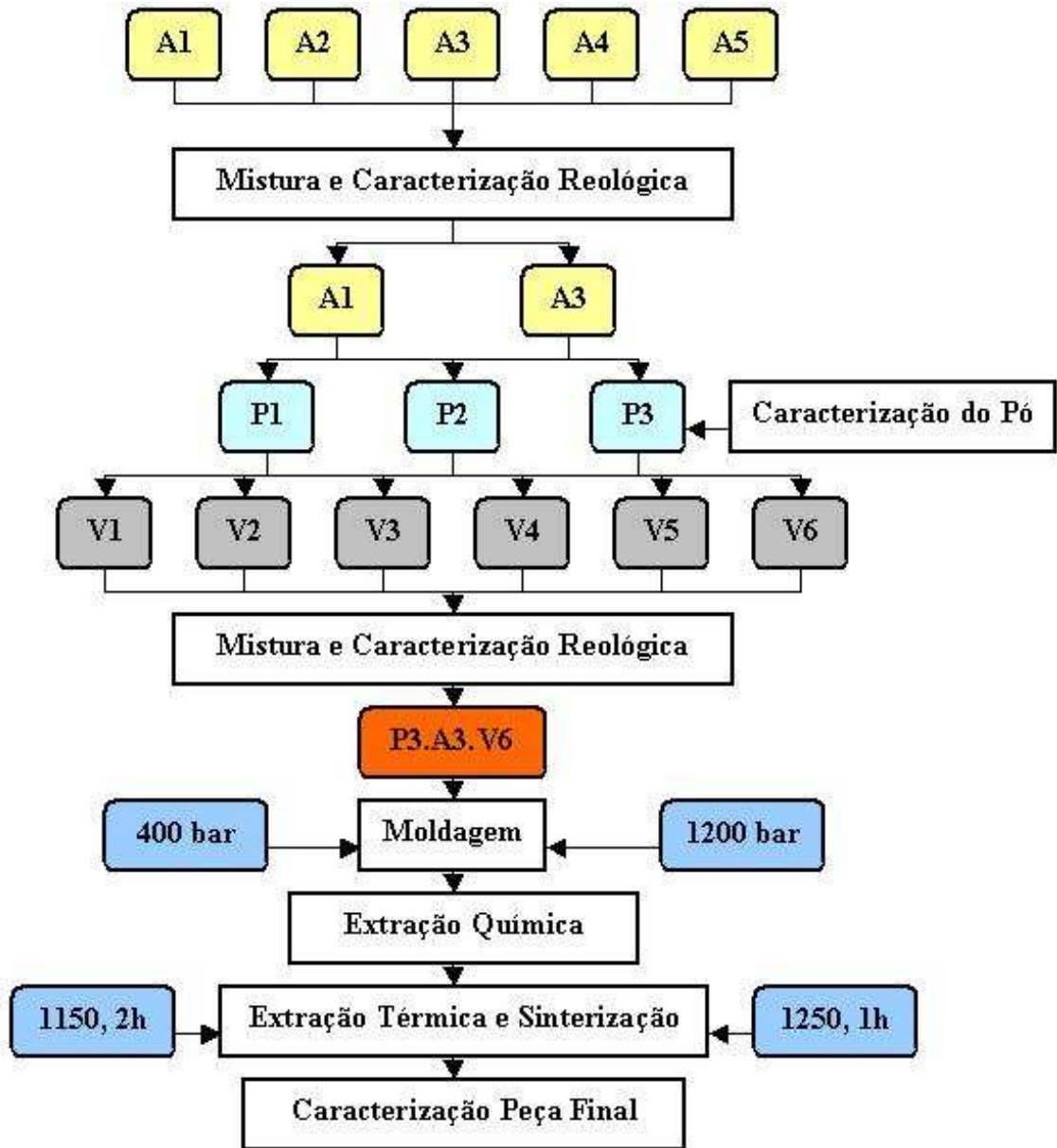


Figura 3.1: Fluxograma da metodologia experimental adotada neste trabalho.

Com os dados do comportamento reológicos das cargas injetáveis, foi possível selecionar as carga mais indicada para o processo, que foi com o sistema aglutinante A3, com o pó P3 e fração volumétrica de pó metálico V6, formando a carga P3.A3.V6. Após a seleção da carga injetável, esta foi peletizada e submetida ao processo de moldagem por injeção. Onde durante a injeção foram usadas duas pressões, 400 e 1200 bar ²⁹. No ciclo de sinterização foram usados dois patamares de sinterização, 1150°C por 2 horas e 1250°C por 1 hora.

As etapas dos procedimentos experimentais são detalhadas nos capítulos seguintes.

3.2. Materiais Utilizados

Neste trabalho foram utilizados basicamente cinco tipos de matérias-primas:

- pó metálico;
- polipropileno;
- parafina;
- cera de abelha;
- ácido esteárico.

O pó metálico utilizado foi o pó de aço inoxidável AISI 316L, com granulometria de d90: 5µm (P1), d90: 10µm (P2) e d90: 27µm (P3), os dois primeiros foram fornecidos pela Sandvik Osprey Powders da Inglaterra, com composição química mostrada pela tabela 3.1. O terceiro pó metálico foi doado pela empresa Steelinject Injeções de Aços LTDA. de Caxias do Sul.

Todos foram atomizados a gás, portanto de geometria esférica. Essa escolha foi com base na bibliografia, visto que pós atomizados em água apresentam densidade após sinterizado de aproximadamente 97% e atomizado a gás 99%³⁰.

Tabela 3.1: Composição química (wt%) do pó de aço inoxidável 316L fornecido pela Sandvik.

C	Cr	Ni	Mo	Mn	P	S
0,019	16,7	10,7	2,1	1,2	0,027	0,005

O polipropileno foi fornecido pela Ipiranga Petroquímica, já a cera de abelha e parafina foram fornecidas pela Delaware.

3.3. Preparação da Carga Injetável

A preparação da carga foi realizada em um misturador do tipo dupla pá em Z (figura 3.2) com velocidade de 90rpm (Rotações Por Minuto), temperatura de 180°C, suficiente para fundir os componentes orgânicos, e tempo de 2 horas de mistura, suficiente para obter uma carga homogênea. As composições das cargas utilizadas são mostradas na tabela 3.2. A escolha dos

sistemas aglutinantes foram baseados em experimento realizados no LdTM e bibliografia ^{14, 31, 32}.

Tabela 3.2: Composição dos aglutinantes.

Componentes	A1	A2	A3	A4	A5
PP (%)	40	55	50	45	45
PA (%)	30	20	30	55	40
CA (%)	30	20	15	0	10
AE (%)	0	5	5	0	5

PP = Polipropileno; PA = Parafina; CA = Cera de Abelha; AE = Ácido Esteárico.



Figura 3.2: Câmara de mistura (a), misturador (b).

Após a homogeneização da carga, esta é retirada do misturador, resfriada ao ar e moída em um moinho de facas marca Seibt, modelo MGHS 1.5/85 com velocidade constante de 1135rpm, figura 3.3. Assim torna-se possível a alimentação da carga na injetora.



Figura 3.3: Moinho de facas Seibt modelo MGHS 1.5/85.

3.4. Caracterização da Carga Injetável

3.4.1. Caracterização Pó

O pó de aço inoxidável 316L fornecido pela empresa Sandvik Osprey Powders é acompanhado da análise de tamanho de partícula. Porém o pó doado pela empresa Steelinject não forneceu essa informação, assim foi realizada análise de distribuição de tamanho de partícula por difração a LASER.

A difração a laser opera em sistema ótico e com um ou mais feixes de luz possibilitando medir a distribuição precisa de tamanho de partículas.

A morfologia mostrada na figura 3.4 foi analisada por um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da Philips, modelo XL 30. Onde se observa que o pó é de geometria esférica, ou seja, atomizado a gás inerte, indicado para MPI. Assim como os outros dois tipos de pó utilizado, de acordo com o fornecedor.

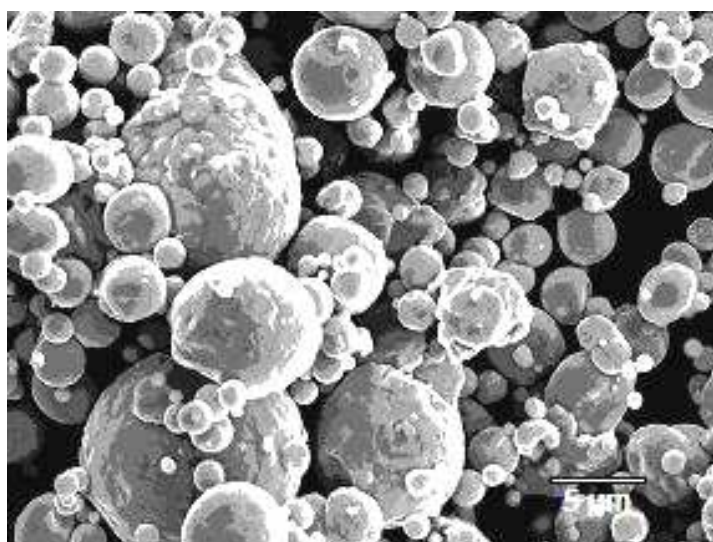


Figura 3.4: Micrografia do pó de aço 316L.

3.4.2. Viscosidade

O equipamento utilizado para realizar o estudo reológico dos sistemas aglutinante e cargas injetáveis preparadas foi o viscosímetro Programável Brookfield DV-II+, conforme figura 3.5, que mede a viscosidade de fluidos através do gradiente de cisalhamento (*Shear Rate*). O princípio

de operação do equipamento é medir através de uma mola calibrada o torque provocado pelo movimento rotacional de um sensor de cisalhamento imerso no fluido de teste. A resistência da viscosidade do fluido contra o sensor é medida pela deflexão da mola ³³. As temperaturas estudadas no trabalho foram 180, 185, 190, 195 e 200°C.



Figura 3.5: Viscosímetro Programável Digital BROOKFIELD modelo DV-II+.

Esse equipamento é recomendado para pequenos volumes de amostras e quando se deseja maior definição nos dados de tensão de cisalhamento e taxa de cisalhamento. O equipamento ainda foi dotado de um sistema de controle de temperatura, chamado Sistema Thermosel, o qual é projetado para medidas de viscosidade de pequenas amostras, na faixa de temperatura de 25 a 300°C.

3.4.3. Análise Térmica TG

Esta técnica caracteriza-se pela contínua monitoração do peso de uma substância em função da temperatura, registrando a variação da massa em função do tempo, até a sua decomposição térmica ou ainda ganho de peso. Esse registro é chamado de TG. Devido a variação de temperatura e tempo ocorrem de forma constante (dT/dt), existe uma correlação entre eles. Utiliza-se um equipamento denominado termobalança, que se compõe de uma microbalança eletrônica com um forno associado a um programador de temperaturas. A balança é encapsulada, para permitir um controle da atmosfera do forno. A figura 3.6 mostra a perda de massa de uma substância em função da temperatura aplicada a mesma.

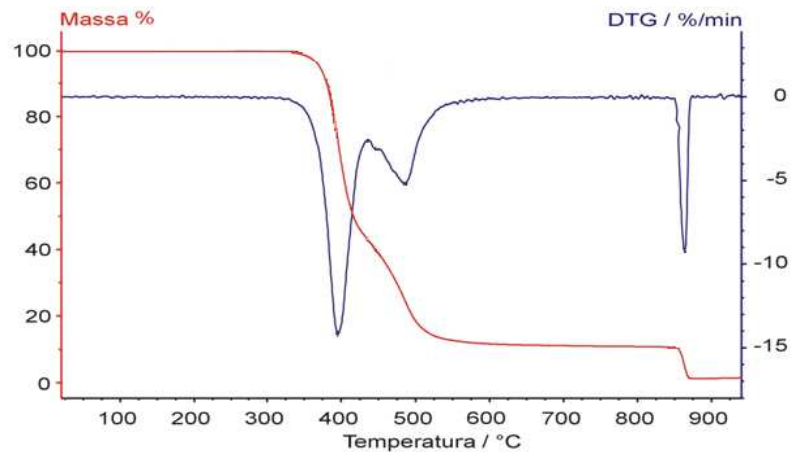


Figura 3.6: Exemplo de curva de TG e sua derivada, DTG.

Foi realizada análise da carga injetável com o sistema aglutinante mais indicado pelo ensaio de viscosidade, com os tamanhos de partícula de $27\mu\text{m}$ para definir a temperatura de decomposição do polipropileno e assim definir a temperatura de extração térmica.

3.5. Moldagem por Injeção

Para obtenção das micropeças, foi utilizada uma máquina injetora de alta pressão, marca ARBURG modelo 220S que pode ser vista na figura 3.7. Com diâmetro de fuso de 22mm, com tratamento superficial.



Figura 3.7: Injetora de alta pressão ARBURG 220S.

3.5.1. Molde de Injeção

O molde para a injeção dos componentes são mostradas pela figura 3.8 face A (a) e face B (b). Na face A podemos observar um sistema de “gavetas” que proporciona os furos nas peças. Ainda na face A, é indicado as cavidades de cada componente para formar a pinça de biópsia de acordo com a figura 1.1. Algumas dimensões do molde são mostrados no desenho da figura 3.9. Para facilitar o entendimento, cada componente foi denominado como:

Componente 1 → Garfo;

Componente 2 → Concha (direita e esquerda);

Componente 3 → Oito (direito e esquerdo);

Componente 4 → Haste.

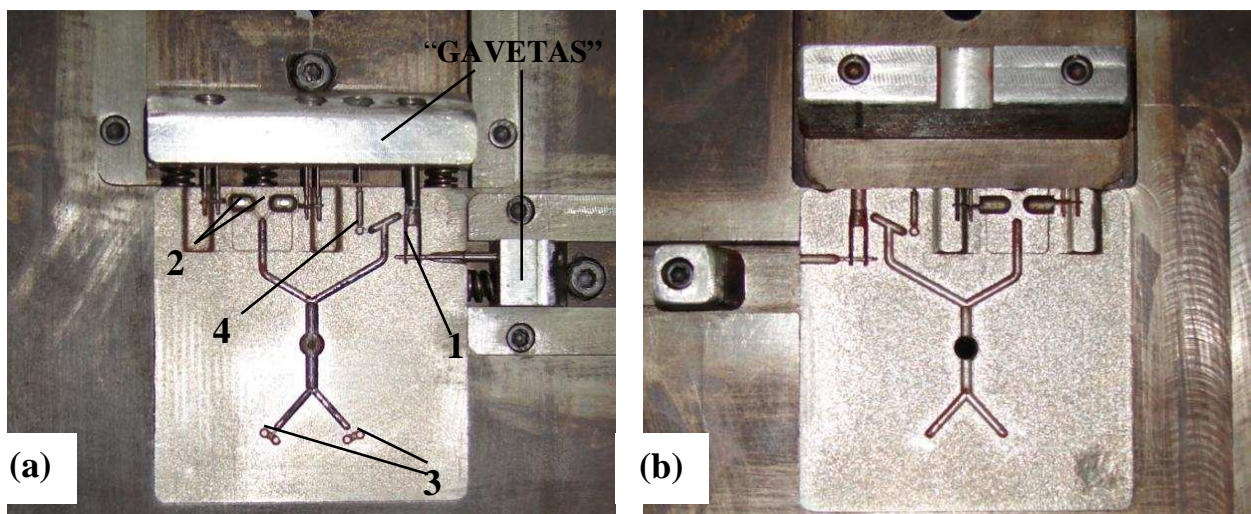


Figura 3.8: Molde dos componentes da pinça de biópsia, face A (a) e face B (b).

Após algumas tentativas de injeção, foi verificado a necessidade de um retrabalho no molde, para melhorar o preenchimento das cavidades, principalmente nas cavidades dos componentes 2 e 4, conforme figura 3.8 (a), mesmo em temperatura e pressões de injeção elevada. Outra dificuldade foi o fato de o canal de injeção não ser cônico, dificultando a limpeza do mesmo entre uma injeção e outra.

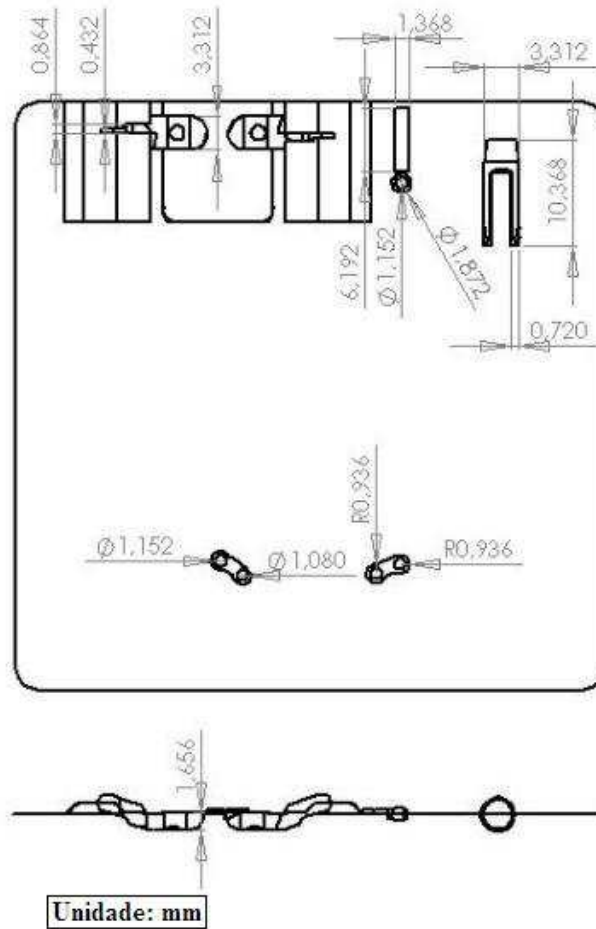


Figura 3.9: Desenho do molde de injeção.

Visto isto, foi necessária uma nova usinagem, resultado verificado pela figura 3.10. A diferença pode ser vista quando comparada com a figura 3.8 (a).

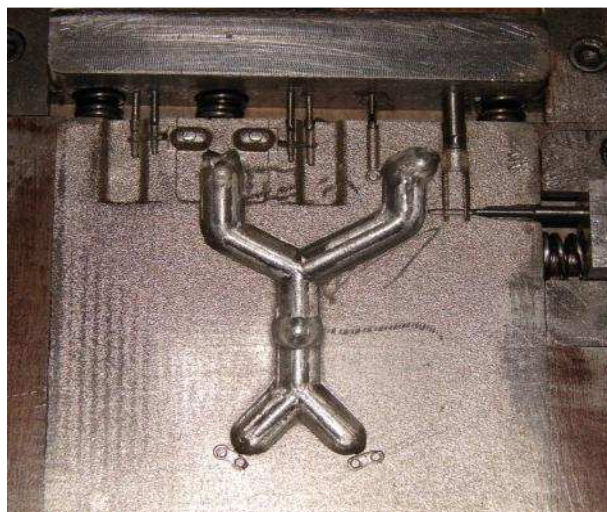


Figura 3.10: Molde retrabalhado.

3.5.2. Densidade a Verde

Para a medição de densidade foram injetados corpos de prova do tipo barra com dimensões de 79,0x10,0x5,0mm, como mostra a figura 3.11, a partir da sua massa e volume. O resultado é uma média de cinco amostras. Como os componentes da pinça são muito pequenos e de massa muito baixa, não foi possível a mediação da densidade por métodos convencionais.

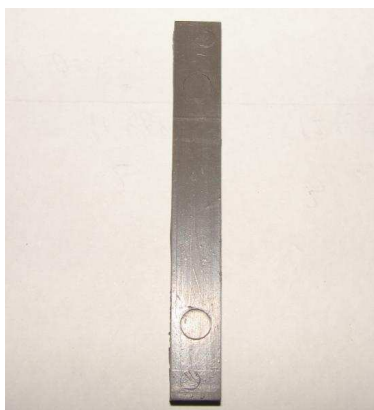


Figura 3.11: Corpo de prova do tipo barra.

3.6. Extração de Sistema Aglutinante

Neste trabalho foi utilizada a extração de sistema aglutinante por extração química por imersão em solvente seguido de extração por degradação térmica.

Na extração química, foi usado um banho termostático como mostra a figura 3.12, marca Nova Técnica modelo NT265 com capacidade para aquecimento de até 100°C, na remoção de ceras em cargas injetáveis produzidas no laboratório. A extração por degradação térmica foi realizada no mesmo ciclo de sinterização no forno elétrico tubular com atmosfera controlada.



Figura 3.12: Cuba de banho termostático para extração por imersão.

A extração por solvente foi realizada com hexano em temperaturas de banho de 40°C por 2 horas.

3.7. Sinterização

A etapa de sinterização foi realizada em um forno do tipo tubular, conforme figura 3.13, com aquecimento por resistências elétricas, com temperatura máxima de 1300°C. O forno conta com um controlador de temperatura programável onde são monitoradas as temperaturas, tempos e taxas de aquecimento e pode ser utilizada atmosfera controlada. Neste trabalho foi utilizada uma atmosfera de hidrogênio.



Figura 3.13: Forno do tipo tubular, com atmosfera controlada.

Foram utilizadas duas curvas de sinterização neste trabalho, mostradas na figura 3.14 (a) com patamar de sinterização de 1250°C por 1 hora e (b) com patamar de 1150°C por 2 horas. Em ambos os casos foram utilizados patamar de extração térmica de 450°C por 1 hora.

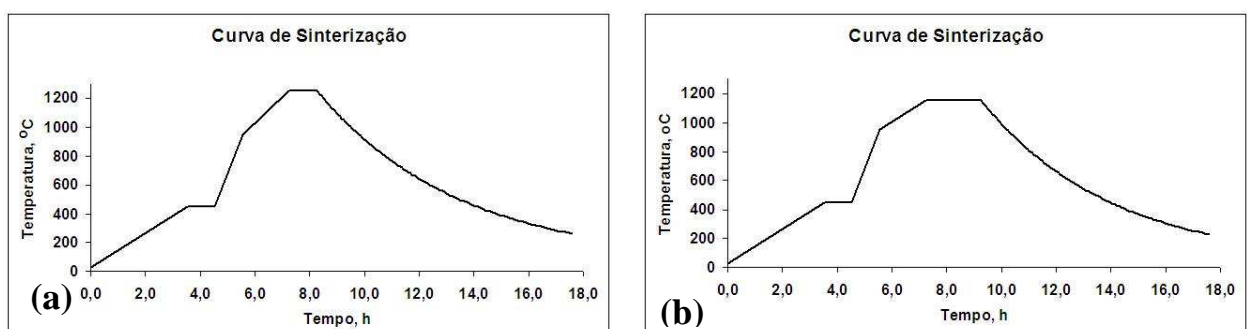


Figura 3.14: Curva de sinterização com patamar de sinterização (a) 1250°C e (b) 1150°C.

A taxa de aquecimento até o patamar de extração térmica foi 2°C/min. A taxa de aquecimento até 950°C foi de 8°C/min. Até o patamar de sinterização foi com taxa de 3°C/min para o ciclo da figura 3.14(a) e 2°C/min para o ciclo da figura 3.14(b).

3.8. Caracterização Peça Sinterizada

3.8.1. Metalografia

Para a preparação da amostra foi necessário o embutimento com baquelite e foram lixadas com as seguintes granulometrias de lixas de 180, 240, 400, 600 e 1200 *mesh* e polidas com pasta de diamante de 1µm. O Ataque químico foi realizado com água régia, composto de ácido nítrico e ácido clorídrico. As imagens foram realizadas num microscópio ótico.

3.8.2. Dureza

O ensaio de dureza utilizado foi a microdureza Vickers, devido às pequenas espessuras das peças sinterizadas. Foram realizadas cinco medidas para cada amostra, com carga de 50 gramas e tempo de indentação de 15 segundos.

3.8.3. Análise de Porosidade

A avaliação do nível de porosidades foi realizada através de análise de imagens obtidas nas metalografias sem ataque, utilizando o programa ImageJ, versão 1.34s. As imagens obtidas via microscopia ótica foram ajustadas de forma a corrigir a iluminação com o uso de uma função do software e convertidas para um padrão de uma imagem em tons de cinza (8-bits) para que pudessem ser analisadas. As imagens foram segmentadas, de forma a podermos diferenciar regiões escuras (principalmente porosidades) da região clara que representa o material. Foi utilizada a segmentação automática do programa, assim é possível realizar a medição da porcentagem ocupada pelos poros de forma a obter um valor aproximado da porosidade da peças.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização Pó de Aço 316L

Os resultados da avaliação granulométrica do pó metálico doado pela empresa Steelinject são mostrados pela curva de distribuição de tamanhos de partícula, na figura 4.1.

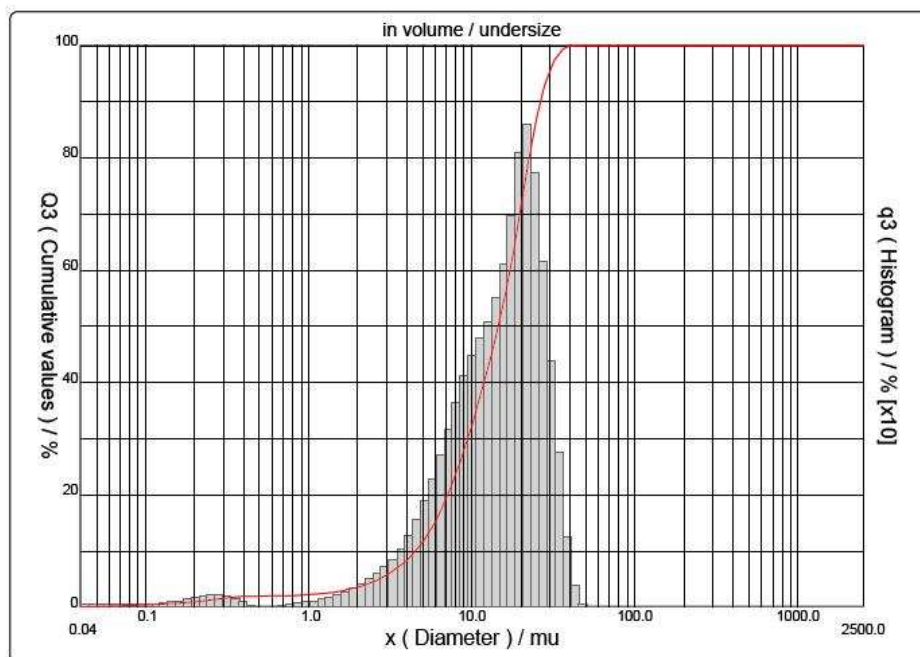


Figura 4.1: Curva de distribuição de tamanho de partícula para o pó doado pela Steelinject.

De acordo com os resultados obtidos pelo ensaio a amostra possui mediana de $15,07\mu\text{m}$. Foi verificado também que 10% de sua massa possui diâmetro menor que $4,48\mu\text{m}$, 50% menor que $14,52\mu\text{m}$ e 90% menor que $26,47\mu\text{m}$. A distribuição de tamanho das partículas é relativamente larga, o que permitiu um bom empacotamento. Para facilitar a denominação do tamanho de partícula deste pó, foi denominado que a amostra é $d_{90}: 27\mu\text{m}$, já que os outros dois tipos de pó utilizados neste trabalho são denominados pelo fornecedor como $d_{90}: 5\mu\text{m}$ e $d_{90}: 10\mu\text{m}$, ou seja, 90% de sua massa possui diâmetro menor que 5 e $10\mu\text{m}$ respectivamente.

4.2. Caracterização Reológica das Cargas Injetáveis

O comportamento reológico dos sistemas aglutinantes estudados são mostrados na figura 4.2. Com base nos gráficos apresentados, os sistemas aglutinantes A1 e A3, figura 4.2 (a) e 4.2

(c) respectivamente, são escolhidas para mistura com o pó metálico, com composição mostrada anteriormente na tabela 3.1.

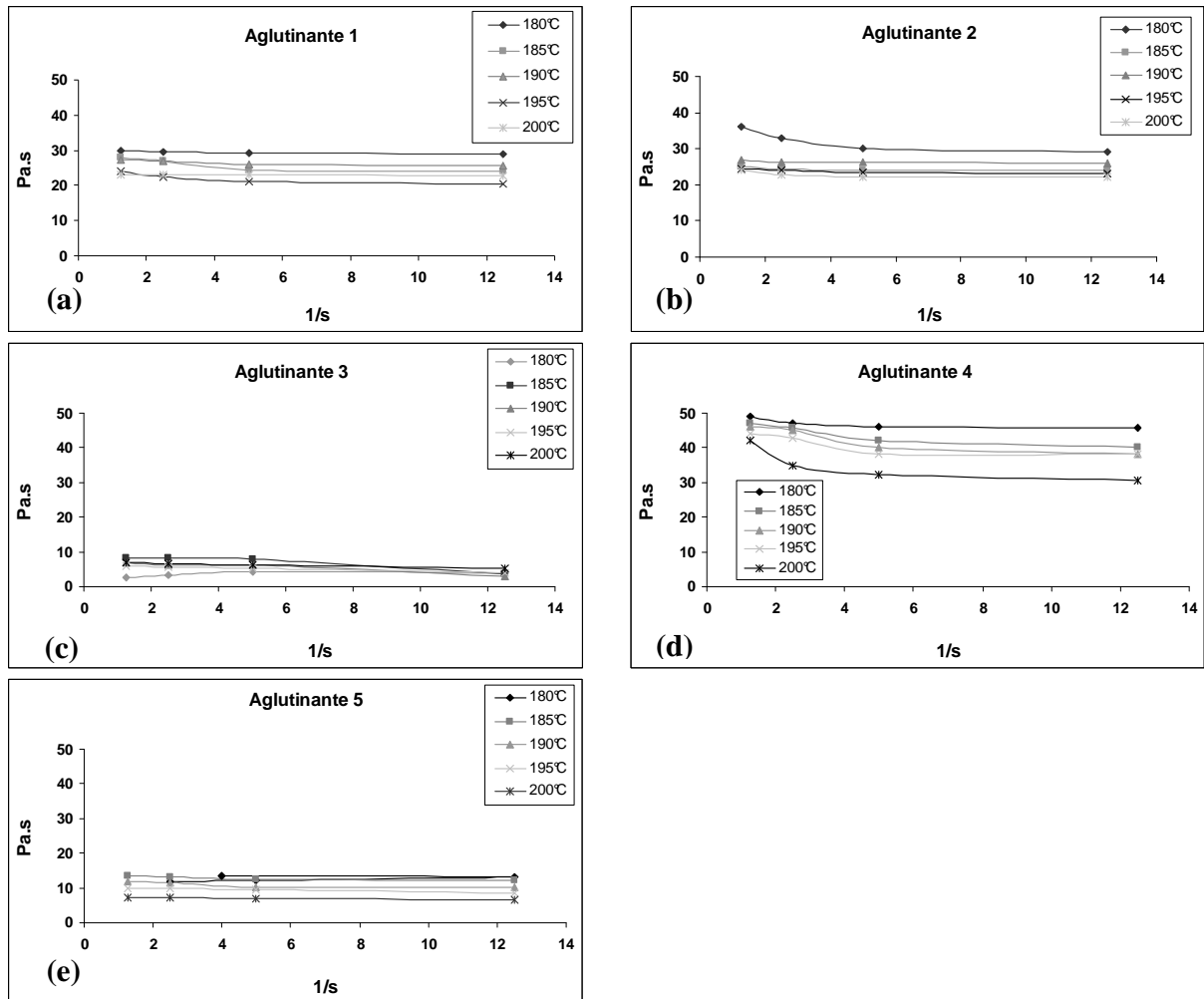


Figura 4.2: Viscosidade em função da taxa de cisalhamento (a) aglutinante 1, (b) aglutinante 2, (c) aglutinante 3, (d) aglutinante 4 e (e) aglutinante 5.

O aglutinante A1 mostrou uma viscosidade homogênea em função da variação de temperatura e taxa de cisalhamento. Enquanto o aglutinante A3 apresentou menor viscosidade a menores temperaturas o que facilita o preenchimento das cavidades do molde, o que mostra o benefício da utilização de ácido esteárico como surfactante, pois a adição de AE decresce a viscosidade significativamente³⁴. O aglutinante A3, apresentou também uma viscosidade abaixo de 10 Pa.s, valor indicado como ideal para misturas para MPI¹.

As análises dos sistemas aglutinantes misturados com os pós metálicos P1 (5 μ m), P2 (10 μ m) e P3 (27 μ m) são mostrados na figura 4.3 para o aglutinante A1 e figura 4.4 para o aglutinante A3, variando o carregamento de pó metálico de 0, 15, 27, 35, 42 e 48% em volume denominados como V1, V2, V3, V4, V5 e V6 respectivamente. Altos carregamentos de pó não são aceitáveis, pois conduzirá a alta viscosidade da carga injetável, ocasionando defeitos na etapa de injeção³⁵. Este ensaio foi realizado a temperatura de 180°C e variação de velocidade, registrada em RPM (Rotações Por Minuto) para verificar o comportamento da carga injetável com a variação de velocidade. A carga injetável utilizando o aglutinante A1 mostrou uma viscosidade maior comparado a carga injetável utilizando o aglutinante A3, para todos os casos de tamanho de partícula. Foi observado que quanto menor tamanho de partícula, maior a viscosidade da carga injetável. Observa-se também que quanto maior a velocidade do ensaio, menor é a viscosidade, propriedade interessante para as cargas injetáveis, pois permite obter misturas com maior quantidade de sólidos.

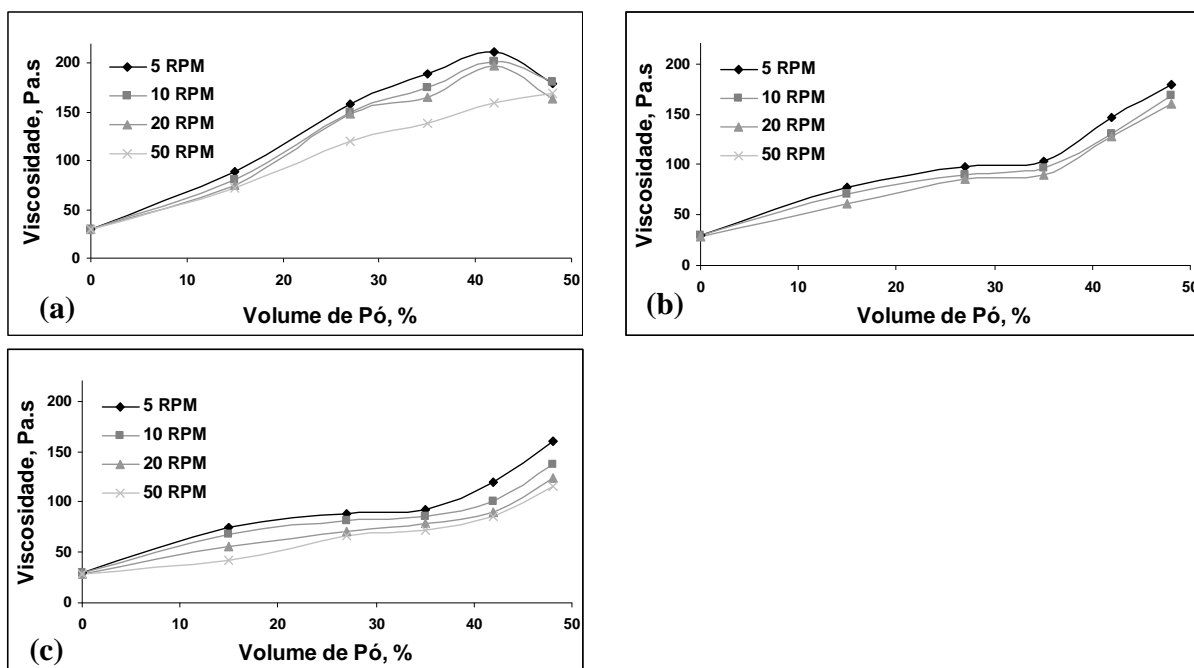


Figura 4.3: Comportamento das cargas injetáveis utilizando aglutinante A1 variando o tamanho de partícula, (a) P1 (5 μ m), (b) P2 (10 μ m) e (c) P3 (27 μ m).

Na figura 4.3(a), percebe-se que há uma redução de viscosidade na fração volumétrica de pó de 48%, isso pode ter ocorrido devido a uma falha de mistura da carga, já que pós com

tamanho de partícula tão pequena possuem tendência a se aglomerar, dificultando sua mistura, sendo um dos motivos de essa combinação ser descartada neste trabalho.

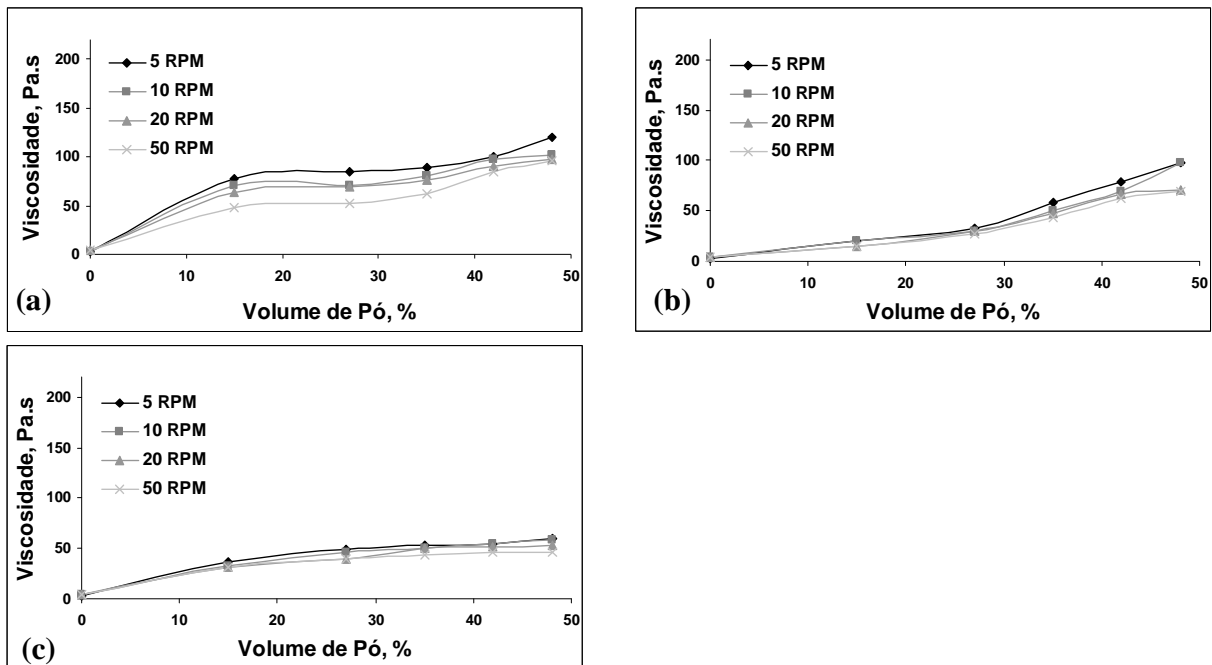


Figura 4.4: Comportamento das cargas injetáveis utilizando aglutinante A3 variando o tamanho de partícula, (a) P1 (5µm), (b) P2 (10µm) e (c) P3 (27µm).

Outro fator observado foi que com o aumento da carga de pó metálico, maior é a viscosidade da carga injetável. É importante salientar que de acordo com a figura 2.8, a fração de pó metálico ideal para se obter uma boa compactação do injetado é na faixa de 60%, neste caso foi utilizado o valor máximo de 48% (V6), pois em experimentos práticos realizados no laboratório observou-se que nesta faixa ocorre uma grande dificuldade de preenchimento das cavidades do molde, principalmente com a diminuição do tamanho de partícula. Visto que a viscosidade das cargas injetáveis é muito sensível ao conteúdo de sólidos e a temperatura. A baixas temperaturas, a viscosidade da mistura é alta para condições padrão de moldagem. A altas temperaturas, o sistema aglutinante pode degradar, e durante a moldagem pode ocorrer segregação do pó, podendo resultar numa significativa tensão térmica no componente moldado e conseqüente craqueamento³⁶.

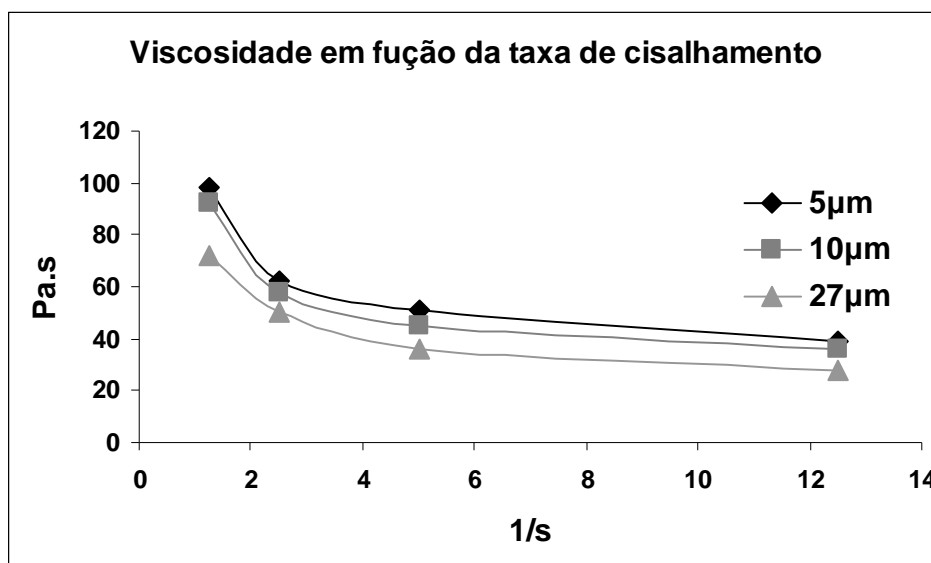


Figura 4.5: Viscosidade em função da taxa de cisalhamento das cargas injetáveis.

Com base nos resultados apresentados na figura 4.5, o comportamento pseudoplástico da carga injetável com o aglutinante A3 é a que oferece melhores condições para o processo de injeção. Com o fluxo pseudoplástico, a viscosidade decresce com o aumento da taxa de cisalhamento, minimiza o *jetting* e a formação de linhas de soldagem e defeitos³⁷.

Pelos resultados apresentados, a carga injetável mais indicada para o processo é a mistura utilizando o aglutinante A3, com o pó metálico P3. Apesar da literatura indicar tamanhos de partículas menores para μMPI ^{1, 38, 42, 39}, porém com os tamanhos de partícula de 5 e 10 μm , na prática apresentou grandes problemas de preenchimento. Esta análise é muito importante para definir parâmetros de injeção e composição da carga injetável já que a viscosidade é a propriedade reológica mais importante⁴⁰.

4.3. Análise Térmica

Foi realizado um ensaio de termogravimetria na carga de injeção utilizada, como mostra a figura 4.6. A partir desta análise podemos definir o ciclo de extração térmica, onde ocorre a degradação do polímero utilizado. O gráfico mostra que há duas regiões de temperatura que ocorre a perda de massa. A primeira região ocorre com o pico de 264,12°C, indicada pela derivada (DTG), onde provavelmente ocorre a degradação da cera e parafina. O outro pico ocorre

a 451,75°C, onde ocorre a degradação do polímero, no caso o polipropileno. Então este parâmetro será utilizado na curva de sinterização.

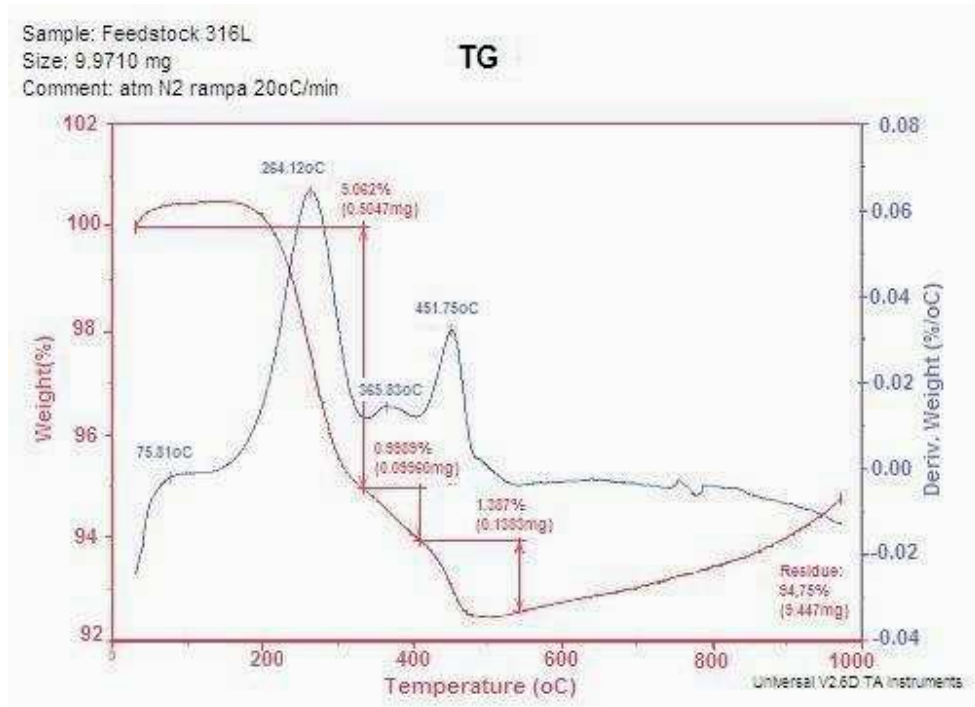


Figura 4.6: Curva TG e DTG da carga de injeção utilizada.

4.4. Moldagem por Injeção

Foram utilizados dois níveis de pressão de injeção, 400 e 1200 bar, visto que para injeção de micropeças requerem maiores pressões ⁴¹, a temperatura do molde foi estabelecida em 100°C, no qual apresentou melhores condições de preenchimento. A temperatura de injeção foi estabelecida em 180°C, de acordo com os resultados de comportamento reológico da carga juntamente com o observado nas condições de trabalho. Temperatura de injeção mais elevadas e baixas velocidades de injeção são utilizadas em μ MPI ⁴².

Para um melhor processamento, foram selecionados os *peletes* por granulometria, dando preferência para granulações maiores, já que granulação muito fina do material pode agravar problemas durante a injeção como aprisionamento do ar na peça moldada e entupimento do bico da injetora ⁴³.

Depois de solucionado o problema de preenchimento e estabelecido os parâmetros de injeção, a maior dificuldades encontrada é a remoção das peças na matriz após injeção, visto que

o molde não possui um sistema de extração. Em moldes mais comuns, de peças de dimensões mais elevadas, o sistema de extração das peças é através de um sistema de pinos, que empurra a peça para fora da cavidade, conforme mostrado na figura 2.14, no pino ejetor. Porém para peças das dimensões dos componentes da pinça, esse sistema não pode ser utilizado, pois seria necessário um pino muito fino, que perfuraria a peça. Devido a falta de informações em literatura sobre projetos de moldes de injeção para micropeças, sendo que grande parte da bibliografia sobre injeção de micropeças são baseadas em corpos de prova e não especificamente em peça com uma devida aplicação, o molde utilizado no trabalho é necessário que as peças sejam removidas do molde manualmente, assim induzindo alguns defeitos, até mesmo quebra das peças.

Foi encontrada uma grande dificuldade em remover as peças injetadas, sendo que algumas componentes não foram possíveis a remoção, e outros apresentaram uma quebra após a abertura dos moldes, como mostra a figura 4.7.

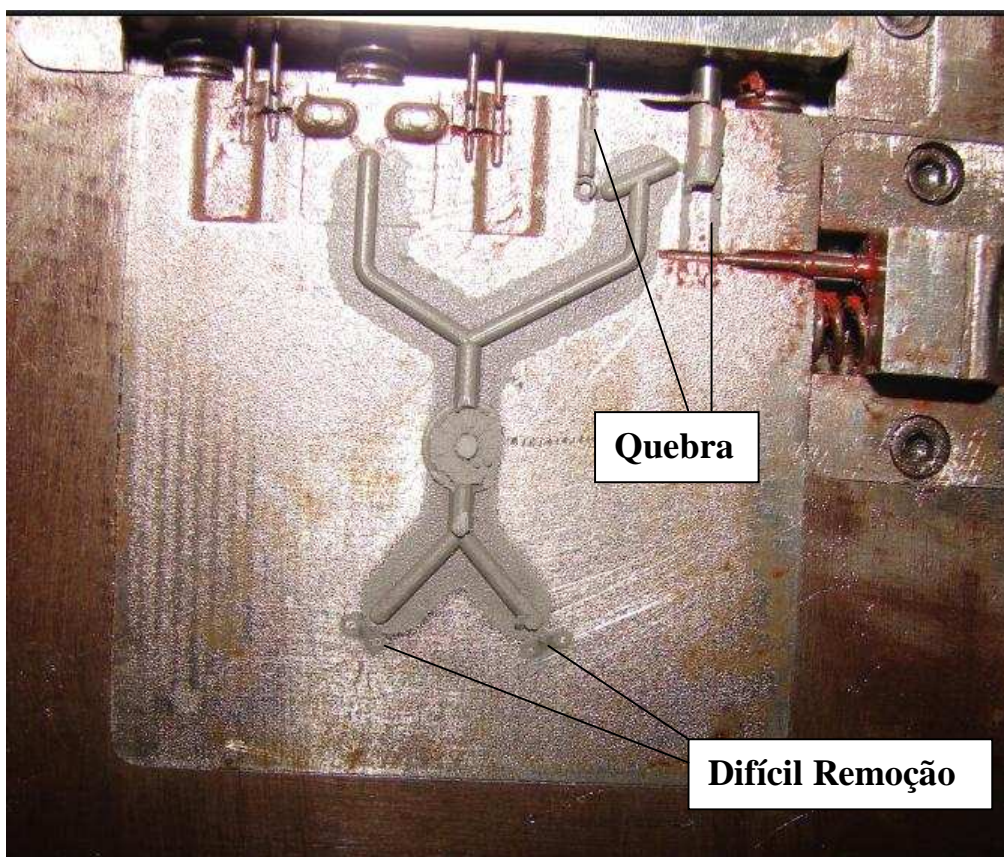


Figura 4.7: Dificuldades encontradas na etapa de injeção.

Algumas peças injetadas são apresentadas na figura 4.8.

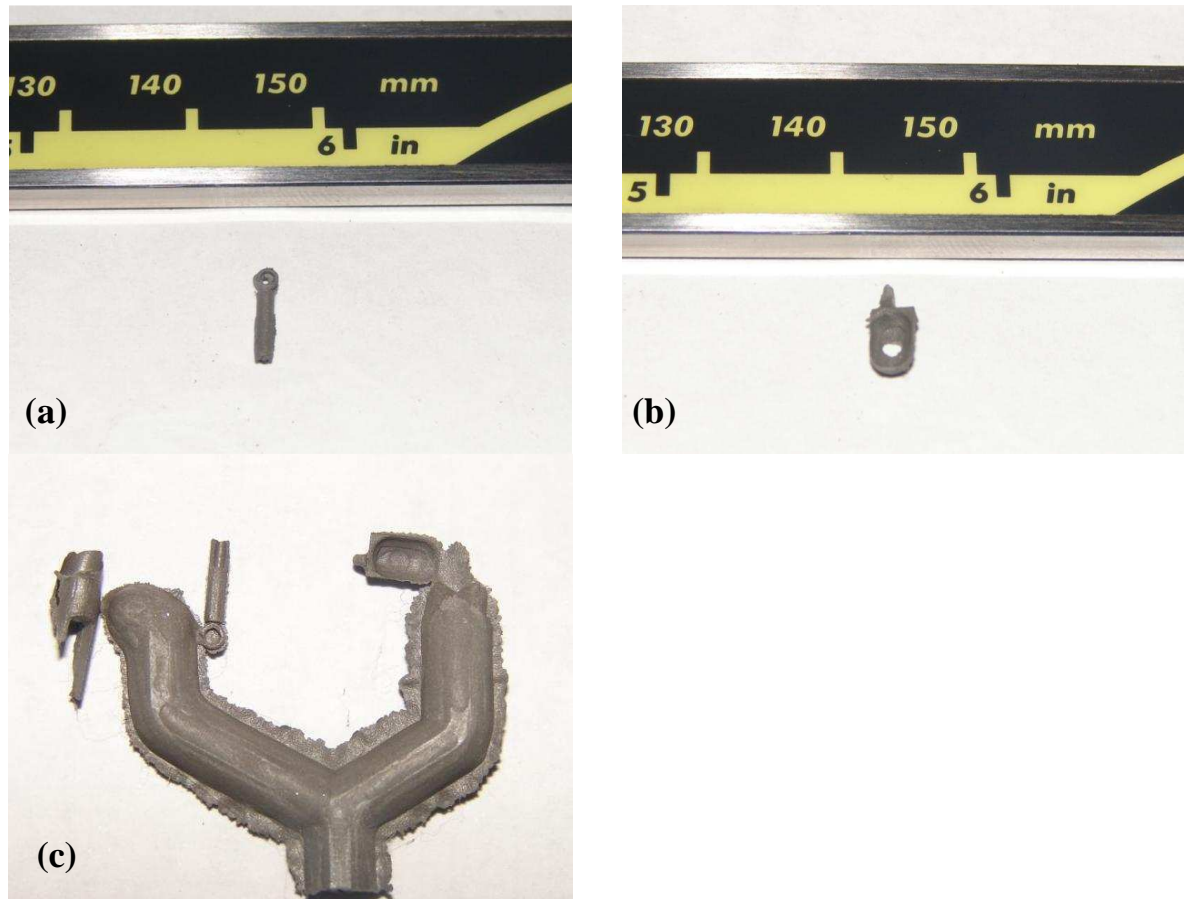


Figura 4.8: Peças injetadas, haste (a), concha (b) e conjunto canal, concha, haste e garfo (c).

Outro fator que pode contribuir pela dificuldade de remoção das peças do molde é o acabamento superficial das cavidades usinadas. Pelo fato das cavidades terem algumas dimensões menores que 1mm, ficando difícil um polimento, o que melhoraria a superfície.

Algumas peças injetadas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, afim de verificar a homogeneidade da injeção. A micrografia é mostrada pela figura 4.9, onde se verifica uma homogeneidade da mistura.

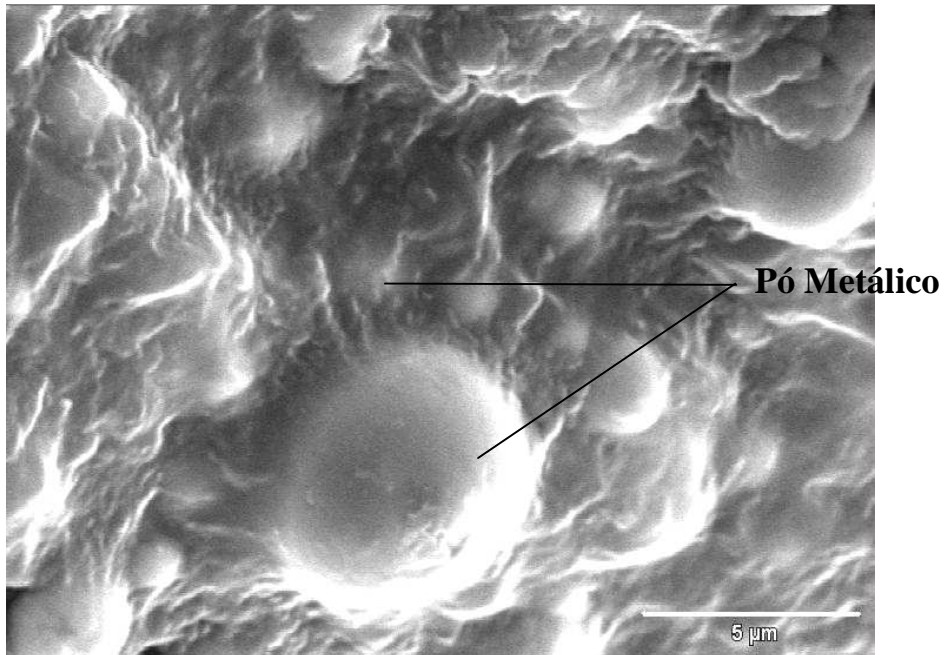


Figura 4.9: Micrografia da peça injetada (MEV).

4.5. Densidade Peça Verde

Foi medida a densidade da peça após injeção nos dois níveis de pressão de injeção. O resultado foi comparado com a densidade teórica de $5,17\text{g/cm}^3$ da peça moldada, considerando a densidade do pó como $8,0\text{g/cm}^3$ e densidade do sistema aglutinante de $0,92\text{g/cm}^3$. Os resultados são apresentados na figura 4.10.

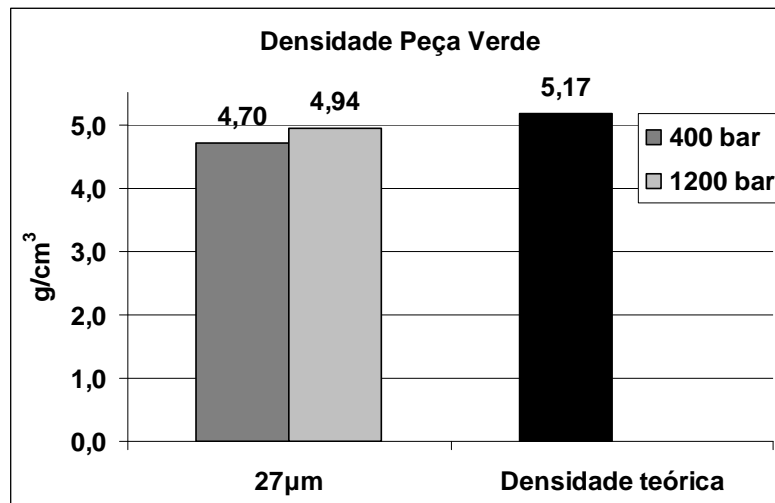


Figura 4.10: Densidade da peça verde injetada em 400 e 1200 bar.

Com uma pressão de injeção de 1200 bar a densidade média foi de $4,94\text{g/cm}^3$, superior a peça injetada com 400 bar, que foi de $4,69\text{g/cm}^3$, facilitando a sinterização, ou seja, possui uma compactação mais alta, diminuindo a quantidade poros a serem fechados. Porém ficou com 95,64% da densidade teórica.

4.6. Extração por Imersão em Solvente

A extração do sistema aglutinante por imersão em solvente foi mais eficiente a 40°C por 2 horas. Temperatura esta também utilizada por Resende ⁴⁴. Nestas condições a extração mostrou-se satisfatória, pois verificando a perda de massa durante o processo foi em torno de 5%, quantidade de parafina, cera de abelha e ácido esteárico adicionada à carga anteriormente. Em alguns casos a perda foi superior a 5%, muito provável a uma quebra da peça, pois estas são muito delicadas, ou uma heterogeneidade da mistura. A figura 4.11 mostra uma micrografia analisada por MEV, onde se observar caminhos livres deixados pela cera, parafina e ácido esteárico dissolvidos.

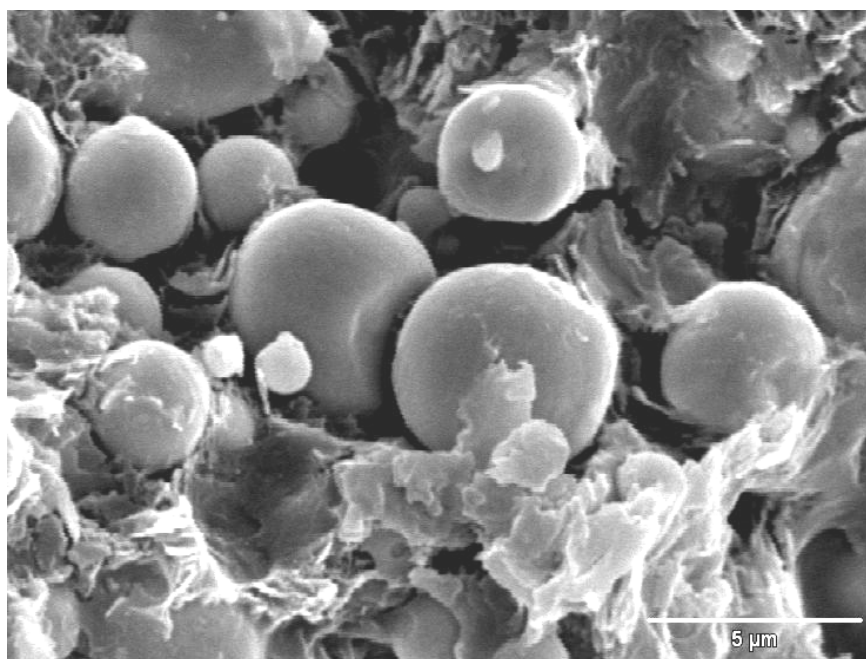


Figura 4.11: Micrografia da peça após extração por imersão em solvente.

Em μMPI , o tamanho das peças são menores que 1 mm, assim o tempo de extração de aglutinante é diretamente proporcional ao tamanho da peça moldada, e terá um tempo reduzido

significativamente. Desde que as peças são tão pequenas, os principais desafios do sistema aglutinante para μ MPI são manter a resistência da peça verde para a desmoldagem e manipulação, retenção de forma durante a extração de aglutinante, retração homogênea durante a sinterização³.

Também foi realizada extração a 60°C, porém não apresentou resultados satisfatórios, como é visto na figura 4.12, onde ocorreu quebra nas peças, devida a acelerada remoção de material dissolvido.



Figura 4.12: Corpos de prova com problemas de extração química.

4.7. Extração Térmica e Sinterização

Em estudos preliminares do ciclo de extração térmica, mostrou que em altas taxas de aquecimento em torno de 10°C/min apresentam alguns defeitos como inchamento, como mostra a figura 4.13. O inchamento da peça pode ocorrer como resultado da evolução dos gases de decomposição a uma taxa tal que não é possível a difusão dos mesmos através do interior da peça.



Figura 4.13: Amostra com defeito de inchamento na extração térmica.

A figura 4.14(a) e (b) mostra o resultado da sinterização com uma taxa de aquecimento elevada de extração térmica.

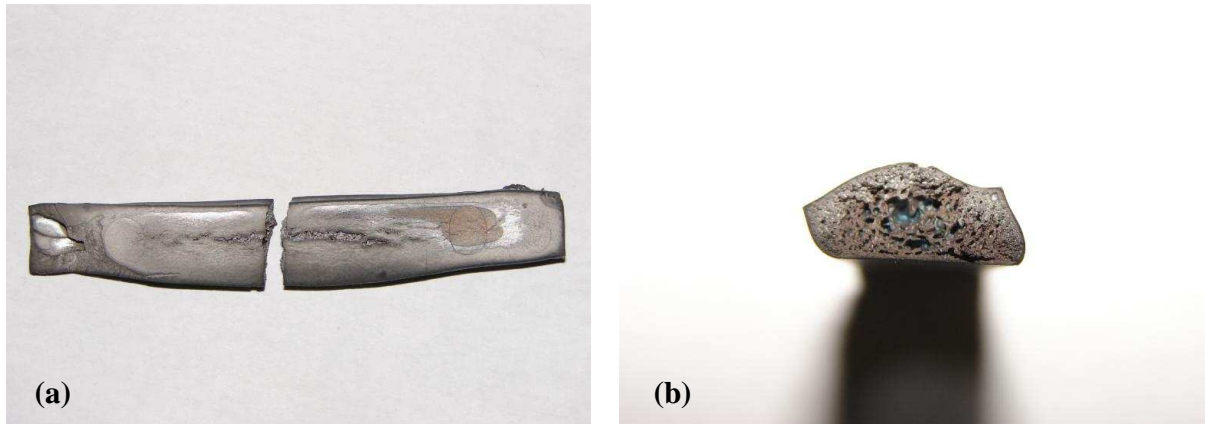


Figura 4.14: Amostra sinterizada com defeito na extração térmica (a) longitudinal, (b) corte transversal.

Com base nesses resultados, foi definida uma taxa de aquecimento no ciclo de extração térmica de $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

As peças sinterizadas nos patamares de 1250°C por 1 hora e 1150°C por 2 horas, apresentaram resultados semelhantes quanto a perda da forma inicial do componente, alguns exemplos são mostrados na figura 4.15. Embora a etapa de sinterização seja a consolidação dos experimentos, a variação de parâmetros, não resolvera os problemas gerados nas etapas anteriores. Acredita-se que a perda de forma provavelmente ocorreu durante a extração térmica, pois mesmo com uma taxa de aquecimento muito lenta, o aquecimento do forno não possui um comportamento completamente linear, ocorrendo picos de temperatura, seguido de estabilização. O que é prejudicial principalmente no início do ciclo, fazendo com que a peça não suporte seu próprio peso e assim perdendo sua forma inicial.

Para verificar se o defeito encontrado realmente ocorre na etapa de extração térmica, poderia ser realizado em etapa separada da sinterização. Mas devido ao fato das peças serem muito delicadas e a dificuldade de colocar e remover as peças do forno de sinterização aliado ao fato que peças após a extração térmica são extremamente frágeis, não foi realizado esse procedimento.



Figura 4.15: Peças sinterizadas, (a) haste, (b) concha e (c) haste e concha.

Outro fator que pode contribuir para a perda de forma da peça sinterizada é uma eventual heterogeneidade da carga injetável, que pode ocorrer durante a etapa de mistura, ou ainda durante o processo de injeção, quando a carga é submetido a tempos elevados a exposição de calor, pois possibilita a degradação de alguns componente ou ainda a segregação de pó metálico.

Na figura 4.16 e 4.17, são apresentadas as micrografias das peças sinterizadas. Comparando as duas figuras, se observa que a peça injetada a 1200 bar possui uma menor porosidade comparada a peça injetada a 400 bar, visto que partimos de um empacotamento maior antes da sinterização, facilitando a mesma. A micrografia da figura 4.16 possui nível de porosidade, analisada através do programa ImageJ, de 11,4% e da figura 4.17 foi de 4,2%. Em ambos os casos os poros são arredondados, um dos fatores que mostra que a sinterização foi eficiente. A amostra da figura 4.16 possui dureza média de 118,0HV e da figura 4.17 121,4HV, utilizando uma tabela de conversão de dureza, esses valores equivalem a 69 e 70 Rockwell B

respectivamente, o que esta dentro do padrão da *Metal Powder Industries Federation* (MPIF), que estabelece uma dureza mínima de 67HRB²⁰ para aço 316L obtido por MPI com densidade de 95% da densidade teórica. Vale salientar que, como o ensaio foi de microdureza, não esta sendo avaliado a microestrutura total, mas sim apenas a fase metálica. Não foi medida dureza pelo método Rockwell B, devido as dimensões da peça, o que não respeitaria as distâncias entre as medidas e distância da superfície da peça.

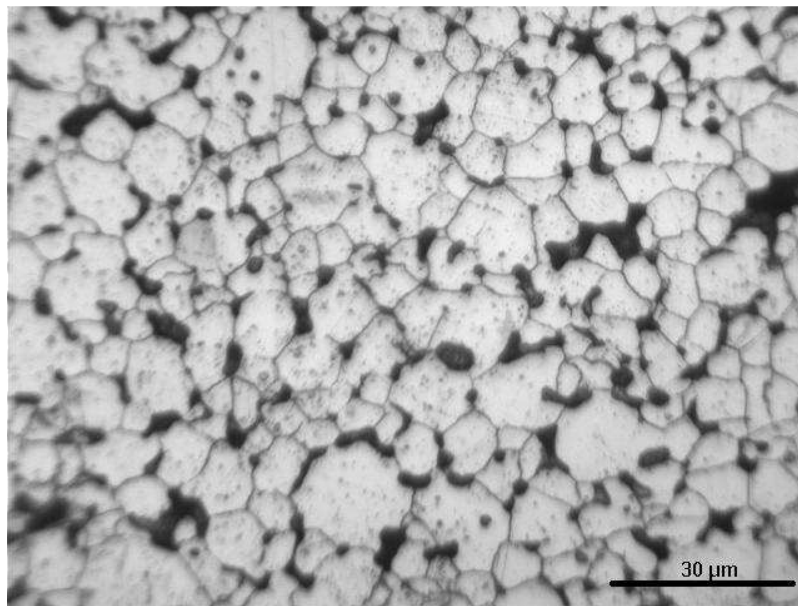


Figura 4.16: Micrografia de peça injetada a 400 bar, sinterizada a 1250°C, com ataque de água régia.

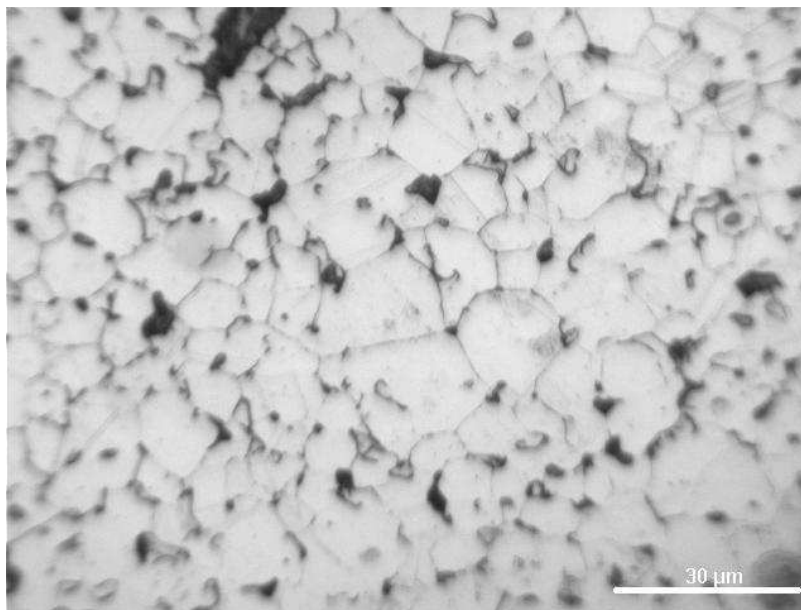


Figura 4.17: Micrografia de peça injetada a 1200 bar, sinterizada a 1250°C, com ataque de água régia.

A figura 4.18 mostra a micrografia sem ataque da peça sinterizada a 1150°C por 2 horas. O nível de porosidade observado pelo programa foi de 16,2%. Observa-se que os poros não são arredondados, como nas micrografias das figuras 4.16 e 4.17, mostrando que o ciclo de sinterização não foi eficiente, mesmo com tempo de sinterização maior, já que a temperatura apresenta uma influência das mais profundas nas taxas de difusão ⁴⁵.

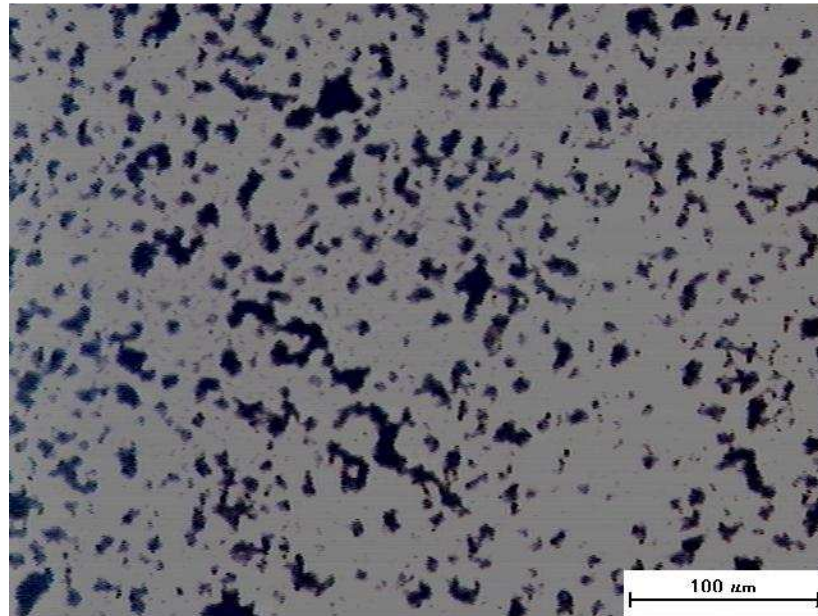


Figura 4.18: Peça sinterizada a 1150°C, 2 horas, sem ataque.

5. CONCLUSÕES

De um modo geral, este trabalho contribuiu para o melhor entendimento de como as diversas etapas de moldagem de pós por injeção influenciam na qualidade do produto final.

A carga injetável que apresentou melhores propriedades reológicas para a obtenção dos componentes da pinça de biópsia, foi a combinação utilizando próximo de 50% em volume de pó de aço inoxidável austenítico AISI 316L, com tamanho de partícula de 90% menor que 27 μ m e de geometria esférica. Sendo que o restante formado pelo sistema aglutinante, que por sua vez é composto de 50% em peso de polipropileno, 30% de parafina, 15% de cera de abelha e 5% de ácido esteárico.

A extração do sistema aglutinante por imersão em solvente apresentou melhores resultados com a temperatura de banho de 40°C, por 2 horas, com perda de massa próxima dos 5%. Com temperatura de 60°C, não apresentou resultados satisfatórios, devida a alta taxa de extração, ocasionando fissuras nas peças.

O molde utilizado mostrou-se eficiente em apenas alguns componentes, o componente “garfo” em diversas vezes se partiu durante a abertura do molde, já o componente “oito”, é muito difícil sua remoção da cavidade. Todos os componentes são removidos manualmente, pois o molde não possui um sistema de extração, necessitando muito cuidado na remoção. Esse fato não é favorável para uma produção em série, podendo também introduzir defeitos nas peças, que só serão observados nas etapas posteriores. Os parâmetros de injeção que apresentaram melhores resultados foi com uma pressão de injeção de 1200 bar, que apresentou maior compactação, temperatura de injeção de 180°C e temperatura de molde de 100°C.

A sinterização mostrou-se mais eficiente para o ciclo de patamar de sinterização de 1250°C por 1 hora, onde o nível de porosidade foi menor que 5%, com poros arredondados e dureza de 121,2HV, que esta dentro do padrão da MPIF. Porém as peças perderam sua forma inicial, muito provavelmente ocorrida durante a etapa de extração térmica ou heterogeneidade da carga injetável.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- O projeto de molde de injeção deve ser revisto, com intuito de facilitar a remoção de todos os componentes da pinça, projetando um sistema de extração das peças do molde.
- A extração térmica deve ser realizado em um forno separado da sinterização, para evitar contaminações do carbono residual do aglutinante e ser realizado num forno com maior precisão da taxa de aquecimento, afim de evitar a distorção das peças.
- Estudar um método para manuseio das peças entre a extração térmica e sinterização, já que as peças ficam muito frágeis.
- Realizar ensaios de corrosão nas peças sinterizadas, visto que essa propriedade é imprescindível para a aplicação da pinça de biópsia.
- Realizar um estudo econômico da produção da pinça no Brasil, visando a diferença entre o produto importado e produzido no Brasil e conseqüentemente os custos dos exames.

REFERÊNCIAS

¹ German, R.M; Bose, A. **Injection molding of metals and ceramics**. 1 ed., Metal Powder industries Federation, Princeton, NJ, 1997.

² <http://www.bccresearch.com/editors/RGB-306.html> (visitado em 13/11/2006).

³ Liu, Z.Y.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Khor, K.A.; Murakoshi, Y.; Maeda, R. **Binder system for micropowder injection molding**. *Materials Letters*. v. 48. 2001. 31-38 p.

⁴ Piotter, V.; Guber, A.; Heckeke, M.; Gerlach, A. **Micro Moulding of Medical Device Components**. *Medical device manufacturing & technology*. 2004. 60-62 p.

⁵ Zauner, R. **Micro powder injection moulding**. *Microelectronic Engineering*. v. 83. 2006. 1442–1444 p.

⁶ Liu, L.; Loh, N.H.; Tay, B.Y.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R. **Micro powder injection molding: Sintering kinetics of microstructured components**. *Scripta Materialia*. v. 55. 2006. 1103-1106 p.

⁷ Ph. Imgrund, A.; Rota, A. S. **Microinjection moulding of 316L/17-4PH and 316L/Fe powders for fabrication of magnetic–nonmagnetic bimetals**. *journal of materials processing technology*. v.200. 2008. 259–264 p.

⁸ www.barrettsinfo.com/figures/fig3a_7.gif (visitado em 10/07/2008).

⁹ www.murrasaca.com/endoscopy.htm (visitado em 10/07/2008).

¹⁰ American Society for Metals - **Metals Handbook**, v.7, Powder Metallurgy, 1984.

¹¹ Chiaverine V. **Metalurgia do Pó**. 4ª ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais 2001.

¹² http://www.investmentcasting.microfond.it/MIM_investment_casting_metal_injection_molding.htm (visitado em 25/11/2006).

¹³ Liu, Z.Y.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Khor, K.A.; Murakoshi, Y.; Maeda, R.; Shimizu, T. **Micro-powder injection molding**. Journal of Materials Processing Technology. v. 127. 2002. 165–168 p.

¹⁴ Milke, E. **Estudo da Obtenção de Peças com Paredes Finas e Micropeças Através da Moldagem de Pós de Aço Inoxidável 316-L por Injeção**. Tese Doutorado– Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2004.

¹⁵ Supriadi, S.; Baek, E.R.; Choi, C.J.; Lee, B.T.. **Binder system for STS 316 nanopowder feedstocks in micro-metal injection molding**. Journal of Materials Processing Technology. v. 187-188. 2007. 270-273 p.

¹⁶ Liu, L.; Loh, N.H.; Tay, B.Y.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R.. **Effects of thermal debinding on surface roughness in micro powder injection molding**. Materials Letters. v. 61. 2006. 809-812 p.

¹⁷ Tay, B.Y.; Liu, L.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R.. **Surface roughness of microstructured component fabricated by μ MIM**. Materials Science and Engineering A. v. 396. 2005. 311–319 p.

¹⁸ Chiaverini, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 7ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2002.

¹⁹ Aços inoxidáveis austeníticos especiais para implantes ortopédicos. **Publicação do Núcleo de Desenvolvimento Técnico Mercadológico do Aço Inoxidável**. Número 14. Setembro/Dezembro de 2003.

²⁰ Klar, E.; Samal, P. K. **Powder Metallurgy Stainless Steels: Processing, Microstructures, and Properties**. ASM International. 2007.

²¹ Klein, A. N. **Materiais Sinterizados: técnica, produtos e aplicações**. Apostila de aula.

-
- ²² Brumati, P. A. **Utilização de ceras naturais no processo de moldagem de cerâmicas por injeção**. Dissertação de mestrado apresentada na UFSCar, 1995.
- ²³ Gokel, G. W. **Dean's Handbook of Organic Chemistry**, Seção 10, 2a edição. 2004.
- ²⁴ Santos, M.A.; Maliska, A.M.; Klein, A.N.; Ristow W. Jr.; Muzart, J.L.R.. **Debinding of injected parts using an abnormal glow discharge**. *Materials Science and Engineering A*. v. 407. 2005. 71–76 p.
- ²⁵ Lin, S. T.; German, R. M. **Extraction debinding of injection molded parts by condensed solvent**. *Powder Metallurgy International*, v. 21, n. 5. 1989. 19-24 p.
- ²⁶ Yimin Li, Shaojun Liu, Xuanhui Qu, Baiyun Huang, **Thermal debinding processing of 316L stainless steel powder injection molding compacts**. *Journal of Materials Processing Technology*. v.137. 2003. 65–69 p.
- ²⁷ Shu, G.J.; Hwang, K.S.; Pan, Y.T. **Improvements in sintered density and dimensional stability of powder injection-molded 316L compacts by adjusting the alloying compositions**. *Acta Materialia*. v. 54. 2006. 1335–1342 p.
- ²⁸ Liu, Z.Y.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Khor, K.A.. **Characterization of powder injection molding feedstock**. *Materials Characterization*. v. 49. 2003. 313– 320p.
- ²⁹ Omar, M.A.; Ibrahim, R.; Sidik, M.I.; Mustapha, M.; Mohamad, M. **Rapid debinding of 316L stainless steel injection moulded component**. *Journal of Materials Processing Technology*. v. 140. 2003. 397–400 p.
- ³⁰ Pavan Suri, Ryan P. Koseski, Randall M. German. **Microstructural evolution of injection molded gas- and water-atomized 316L stainless steel powder during sintering**. *Materials Science and Engineering A*. v. 402. 2005. 341-348 p.
- ³¹ Oliveira, R. V. B.; Pinheiro, E; Soldi, V.; Tibúrcio, A.; Fredel, M. C. **Moldagem por Injeção de Pós Cerâmicos: Remoção da Parafina e do Polipropileno Utilizados como Veículo Orgânico**. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, vol. 14, no 3. 2004. 150-155 p.

-
- ³² Harima, E. **Estudo da moldagem de pós de alumina por injeção com ênfase na formulação e remoção de ligante.** Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis. 2003.
- ³³ BRASEQ[®], Manual de instrução de operação do viscosímetro digital programável Brookfield modelo DV-II+, 2002.
- ³⁴ Li Yi-min, Liu Xiang-quan, LUO Feng-hua, W E Jian-ling. **Effects of surfactant on properties of MIM feedstock.** Transactions of Nonferrous Metals Society of China. v. 17. 2007. 1-8 p.
- ³⁵ Yimin Li, Liujun Li, Khalil, K.A.. **Effect of powder loading on metal injection molding stainless steels.** Journal of Materials Processing Technology. v. 183. 2007. 432-439 p.
- ³⁶ Rei, M. **Estudo de Propriedades de Cargas Moldáveis por Injeção de Pós de Aço Inoxidável 316-L.** Dissertação de mestrado – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 1999.
- ³⁷ Khakbiz, M.; Simchi, A.; Bagheri, R. **Analysis of the rheological behavior and stability of 316L stainless steel–TiC powder injection molding feedstock.** Materials Science and Engineering A. v. 407. 2005. 105–113 p.
- ³⁸ Poter, M.A. **Effects of binder systems for metal injection moulding.** Tese de mestrado. Lulea University of Technology. MSc Programmes in Engineering. 2003.
- ³⁹ G Fu, G.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R.. **Injection molding, debinding and sintering of 316L stainless steel microstructures.** Applied Physics A, Materials Science & Processing. v. 81. 2005. 495–500 p.
- ⁴⁰ Baiyun, H.; Shuquan, L.; Xuanhui, Qu. **The rheology of metal injection molding.** Journal of Materials Processing Technology. v. 137. 2003. 132–137 p.

-
- ⁴¹ Fu, G.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R. **Replication of metal microstructures by micro powder injection molding**. *Materials and Design*. v. 25. 2004. 729-733 p.
- ⁴² Tay, B.Y.; Liu, L.; Loh, N.H.; Tor, S.B.; Murakoshi, Y.; Maeda, R. **Characterization of metallic micro rod arrays fabricated by μ MIM**. *Materials Characterization*. v. 57. 2006. 80–85 p.
- ⁴³ Mutsuddy, B. C.; Ford, R. G. **Ceramic injection molding**, 1 ed., *Materials Technology Series*, Chapman & Hall, NY, 1995.
- ⁴⁴ Resende, L. M. **Estudo reológico de uma mistura para moldagem de pós por injeção**. Tese de Doutorado. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 2001.
- ⁴⁵ Callister, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5^a ed. LTC. Rio de Janeiro, Brasil. 2002.

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](#)