

## Influência da atmosfera de sinterização na densificação de uma liga Monel 400

### *Influence of sintering atmosphere on densification of a Monel alloy 400*

Angelo Ores Bonamigo<sup>1</sup>  
Jorge Luis Braz Medeiros<sup>2</sup>  
Luciano Volcanoglo Biehl<sup>3</sup>  
Hektor Oliveira Borges<sup>4</sup>  
José de Souza<sup>5</sup>

#### Resumo

O presente estudo compara a densificação de amostras de uma liga de níquel Monel 400 sinterizadas em duas diferentes atmosferas, sendo uma atmosfera inerte de gás argônio e outra um sólido composto de coque de petróleo. Três pares de amostra foram feitos, cada uma delas compactadas em diferentes pressões de 665 MPa, 1350 MPa e 2000 MPa; nos pares de mesma pressão, uma amostra foi sinterizada no meio gasoso, e a outra amostra sinterizada no meio sólido a uma temperatura de 1100°C por um tempo de 180 minutos. Diversas imagens metalográficas foram obtidas e analisadas por meio de *software*, para descobrir a porcentagem de área porosa superficial. Verificou-se que as amostras que tiveram maior pressão de compactação obtiveram uma menor área porosa, assim como as sinterizadas, em meio sólido, também obtiveram uma maior densificação, em relação às amostras sinterizadas em meio gasoso.

**Palavras-chave:** Densificação. Sinterização. Atmosferas de sinterização.

#### Abstract

*The present study compares the densification of samples of a sintered Monel 400 nickel alloy in two different atmospheres, one being an inert atmosphere of argon gas and other a solid medium composed of petroleum coke. Three sample pairs were made, each one of them compressed at different pressures of 665 MPa, 1350 MPa and 2000 MPa; in the same pressure pairs, one sample was sintered in the gaseous environment, and the other sample sintered in the solid environment at a temperature of 1100 °C for a time of 180 minutes. Several metallographic images were obtained and analyzed by software to find the percentage of porous surface area. It was found that the samples that had higher compaction pressure had a smaller porous area, as well as the sintered ones, in solid medium, also had a higher densification, compared to the sintered samples in gas medium.*

**Keywords:** Densification. Sintering. Sintering atmospheres.

1 Bacharel em Engenharia Mecânica e mestrando do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande (FURG), Rio Grande, RS, Brasil. E-mail: angelo.bonamigo@gmail.com

2 Doutor em Ciência e Tecnologia dos Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), Porto Alegre, RS. Professor da Escola de Engenharia na FURG. E-mail: jorge.braz@furg.br.

3 Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela UFRGS. Professor da Escola de Engenharia e coordenador do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica na FURG. E-mail: lucianobiehl@furg.br.

4 Bacharel em Engenharia Mecânica e mestrando do Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica na FURG. E-mail: hektor\_borges@hotmail.com.

5 Doutor em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais pela UFRGS. Professor na Escola Técnica Liberato Salzano Vieira da Cunha (FETLSVC), Novo Hamburgo, RS. E-mail: josesouza@liberato.com.br.

## 1 Introdução

A metalurgia do pó é amplamente usada na fabricação de peças de alto desempenho, sendo utilizados diversos metais e ligas de composições diversas (YANG *et al.*, 2017). O processo permite a máxima utilização da matéria-prima, permitindo a fabricação de peça com elevado grau de complexidade, com propriedades mecânicas controladas e bom acabamento superficial. Sendo essa utilizada em vários setores, como aeroespacial, médico, automobilístico, etc. (CARDOSO *et al.*, 2017; VERMA; TYAGI; YANG, 2015).

Praticamente 70% das peças sinterizadas são empregadas na indústria automotiva, onde cada vez mais os componentes feitos por processo tradicionais estão sendo substituídos componentes feitos pela metalurgia do pó, permitindo obter formas mais complexas e, ainda assim, atendendo as exigências de projeto. Muitos dos estudos estão sendo focados nos componentes de motores, que têm formas complexas, elevada precisão e são expostos a ambientes com alto nível de agressividade corrosiva.

A liga de níquel Monel é extremamente resistente à corrosão, principalmente em ambientes marinhos com água parada, sendo sua grande utilização em componentes para ambientes salinos como a indústria naval e petroquímica. Em relação às demais superligas de níquel, ela tem baixa resistência mecânica, sendo essa comparável aos aços especiais. O aumento da competitividade entre as empresas aumenta a busca por diferenciais competitivos, criando uma demanda por novos métodos de produção.

Novos métodos podem ser o uso de novas ligas, tendo um diferencial nas propriedades mecânicas e físicas das peças ou com novos métodos de fabricações dos materiais existentes, obtendo um diferencial produtivo e nos custos de produção das peças. A sinterização tem um alto custo agregado na fabricação de componentes, sendo esse um limitador para sua utilização, mas suas propriedades e utilizações únicas garantem sua parcela de mercado, principalmente nas indústrias automotivas.

Essa pesquisa busca comparar as densificações entre duas atmosferas de sinterização, sendo uma delas gasosa, composta pelo gás inerte argônio; e a outra composta por um meio sólido de coque de petróleo (carbono). Será analisada a porcentagem de área porosa de cada amostra.

## 2 Revisão da literatura

A metalurgia do pó apresenta vantagens em relação aos processos tradicionais de fabricação, sendo

esses: a precisão dimensional, garantia de geometria e tolerâncias em alta repetitividade, evitando etapas de acabamento posteriores, como usinagem; menor tempo de execução; menor consumo de energia e facilidade de automação da linha de processo. Entretanto para a sinterização ser economicamente atrativa é necessário um grande lote de peças (CARDOSO *et al.*, 2016, 2017).

As partículas de pó utilizadas na sinterização são classificadas, conforme sua geometria: pós-esféricos são obtidos pelo processo de atomização, enquanto pós-irregulares são obtidos por processos químicos ou mecânicos. Para diferentes geometrias, os pós diferirão em seus parâmetros físicos, como energia superficial, tamanho médio da partícula, viscosidade, entre outros. Na densificação, é extremamente difícil isolar a influência de um único parâmetro físico, devido às inter-relações entre os mesmos (YANG *et al.*, 2017).

As diferentes formas, tamanhos, distribuição granulométrica e outras características dos pós são imprescindíveis para o domínio do processo de obtenção dos pós e sua correta caracterização, para se ter um controle exato sobre as propriedades finais das peças (LOBO, 2014).

Quanto mais irregular for a forma, maior a área superficial livre para interação, formando uma peça mais compacta e com melhor propriedade mecânica. Analisando o tamanho de uma partícula com diâmetro médio maior, permite uma menor pressão de compactação, enquanto uma com diâmetro médio menor permite uma superfície menos rugosa (LOBO, 2014).

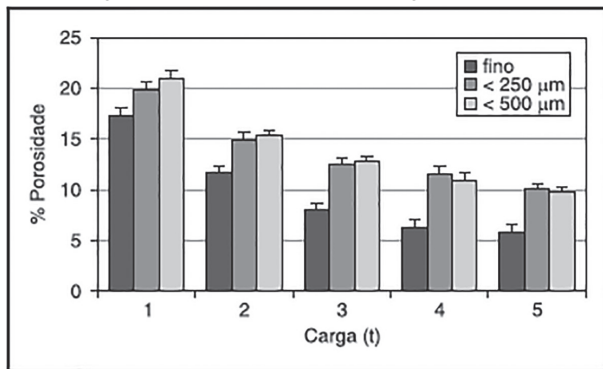
Mesmo que a energia livre do compactado verde seja dominante na força motriz da sinterização, ela não domina a cinética relacionada com a densificação; essa é influenciada pela distância entre as matérias que permitem o transporte ou não de massa. Ela é a maior influência do tamanho do grão e não a maior energia livre contida nas superfícies, a porosidade e a densidade são importantes características para a compactação, os poros influem na carga de compressão e a densidade mostra o verdadeiro volume do pó (LOBO, 2014).

De acordo com Lobo (2014), as propriedades mecânicas dos aços melhoram com o aumento da pressão de compactação, devido à diminuição e mudança morfológica dos poros e diferente mecanismo de difusão.

O efeito da pressão e a influência do tamanho das partículas sobre a porosidade são mostrados na figura 1. O aumento da pressão de compactação atribui uma diminuição da porcentagem de porosidade,

e a diminuição do tamanho das partículas mostrou que os grãos mais finos apresentaram uma porcentagem porosa menor que os grãos mais grosseiros, entretanto isso não implicou em uma diferença significativa na porcentagem de porosidade (ROSA; SHAREEF; NOORT; 2000).

Figura 1 – Pressão x Porcentagem porosa



Fonte: Rosa, Shareef e Noort (2000).

A porosidade influencia no tratamento térmico de ligas feitas por metalurgia do pó, estudos demonstram uma menor capacidade de têmpera em ligas sinterizadas do que as fabricadas por processos convencionais (LOBO, 2014).

A sinterização é definida como a consolidação das partículas, através do aquecimento do compactado verde a uma temperatura de 2/3 da temperatura de fusão do material (CARDOSO *et al.*, 2017).

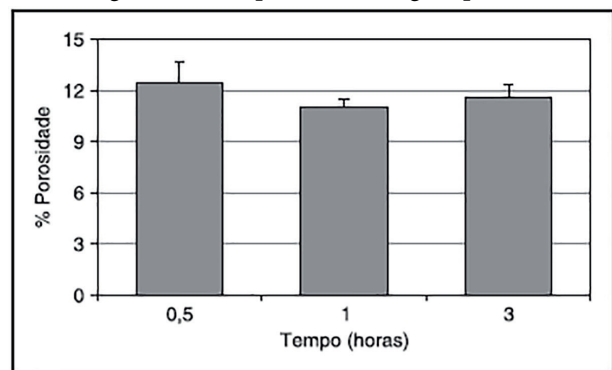
A técnica de sinterização chamada de convencional é a mais utilizada, sendo que ela utiliza um aquecimento resistivo e uma atmosfera controlada. A atmosfera tem fundamental importância no processo de sinterização dos metais, reduzindo os óxidos, criando átomos do metal altamente móveis. A atmosfera pode afetar significativamente as propriedades finais e a na obtenção de uma boa precisão dimensional (CARDOSO *et al.*, 2016, 2017).

Na sinterização, o estágio final envolve o fechamento da porosidade aberta e eliminação de poros isolados, atingindo a densificação total. Um dos mecanismos de diminuição da porosidade está associado ao crescimento de grãos, a densificação inevitavelmente incorre no crescimento de grãos, o controle do tamanho de grão na matriz, durante a sinterização pela difusão do transporte de massa, reduz a taxa de crescimento de grãos. As mudanças de forma e tamanho dos grãos podem alterar completamente as características projetadas, sendo que uma energia superficial maior pode contribuir para uma densificação mais rápida (CHAMBON; VAUDEZ; HEINTZ, 2018; JU; NING; LU, 2018; NABBOUH *et al.*, 2018).

Um dos mecanismos de densificação ocorre no limite do fechamento dos poros, onde há uma redução da pressão interna, surgindo uma contração, primeiramente a redução da pressão nos poros desequilibra a força motora, induzindo o preenchimento dos poros. Posteriormente, a pressão reduzida nos poros aumenta a tensão de sinterização, aumentando a taxa de densificação, devido à solução de reprecipitação (CARDOSO *et al.*, 2016).

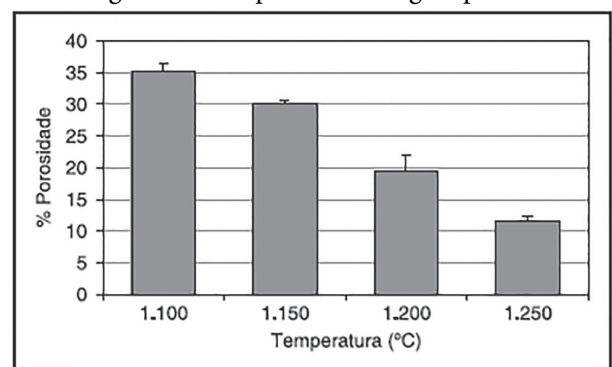
A figura 2 mostra a relação entre o percentual poroso e o tempo de sinterização, e a figura 3, a relação entre o percentual poroso e a temperatura de sinterização. Neles, pode-se notar que o tempo de sinterização não teve influência significativa no percentual poroso, enquanto o aumento da temperatura de sinterização impactou na diminuição significativa da área porosa (ROSA; SHAREEF; NOORT, 2000).

Figura 2 – Tempo x Porcentagem porosa



Fonte: Rosa, Shareef e Noort (2000).

Figura 3 – Tempo x Porcentagem porosa



Fonte: Rosa, Shareef e Noort (2000).

A atmosfera de sinterização pode afetar a composição da superfície, mudando os potenciais químicos da superfície, alterando a dominância de diferentes mecanismos de sinterização. Diferentes atmosferas e pressões são fatores que mudam o comportamento de sinterização (JU; NING; LU, 2018).

Diferentes atmosferas de sinterização influenciam na mudança do parâmetro da célula unitária e no tamanho do cristalino com a variação de temperatura. E também influi no aumento da porosidade que consequentemente influencia na densificação (GHASALI *et al.*, 2016).

### 3 Materiais e métodos

Para a realização deste trabalho, foi utilizado uma liga de níquel Monel 400, sendo essa composição das amostras feita por pós-dissociados, cuja composição química é mostrada na tabela 1, referendada pela norma UNS 04400.

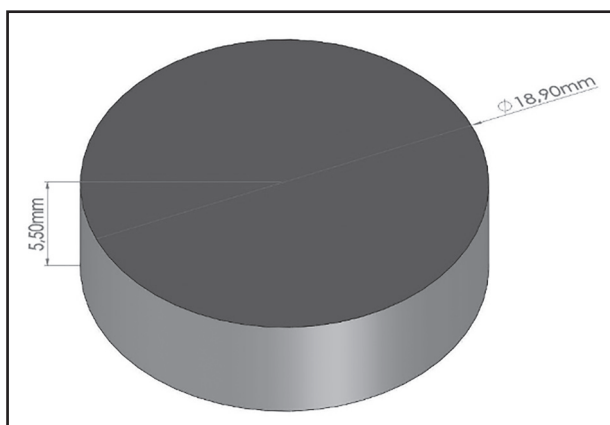
Tabela 1 – Composição química

	Ni	Cu	Fe	C
Monel 400	65,0%	32,2%	2,5%	0,3%

Fonte: Os autores (2017).

A mistura de pós-elementares foi feita em um misturador do tipo “Y” pelo tempo de uma (1) hora, para que se obtenha uma homogeneização da mesma. Logo após, foram separadas seis (6) amostras de dez (10) gramas cada, das misturas de pós, que foram compactadas em uma matriz de compressão de dupla ação, composta de: duas (2) punções e uma (1) matriz cilíndrica; sendo a área da matriz igual a 147,41 mm<sup>2</sup>. Duas (2) amostras foram compactadas a uma força de compactação de 665 MPa, outras duas (2) compactadas a uma força de compactação de 1350 MPa e as outras duas (2) amostras compactadas a uma força de compactação de 2000 MPa; formando uma amostra com formato e dimensões mostradas na figura 4.

Figura 4 – Formato e dimensões das amostras



Fonte: Os autores (2017).

A sinterização foi dividida em dois (2) grupos de amostras, sendo eles constituídos de uma (1) amostra de cada pressão de compactação. Cada grupo foi sintetizado a uma temperatura de 1100°C, por um tempo de 180 minutos, sendo diferenciados somente pela atmosfera. O primeiro

grupo foi colocado em uma (1) caixa metálica envolta de coque de petróleo, sendo a caixa fechada hermeticamente, onde foi sinterizado no forno elétrico resistivo da marca Pyro, presente no laboratório de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Rio Grande (FURG). O segundo grupo de amostras foi sinterizado em atmosfera de argônio, com uma vazão de dez (10) litros por minuto no forno elétrico com atmosfera controlada da marca EDG.

Para a análise de porcentagem de área porosa, foi utilizado o microscópio ótico Olympus QX 51, presente no laboratório de Engenharia Mecânica da FURG; e o Microscópio Eletrônico de Varredura, Jeol, JSM-6610LV com microsonda de EDS, presente no CEME-SUL FURG. Nesse local, foram coletadas inúmeras imagens microscópicas, com diferentes ampliações, das superfícies das amostras polidas.

Para a análise de porcentagem da área porosa, foi usado o *software ImageJ*, onde as imagens foram transformadas em imagens de dois (2) bits. Essas imagens continham somente as cores preto e branco, onde as partes em preto eram as porosidades e a parte em branco, o metal base.

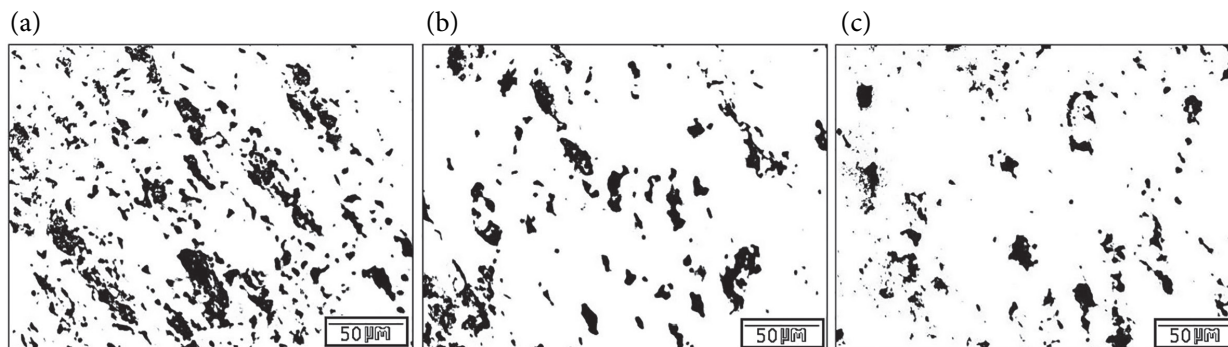
### 4 Resultados e discussões

Na análise microestrutural, notou-se a presença de porosidades nas amostras, onde as fases mais escuras foram caracterizadas como porosidade e as fases mais claras como o metal base das amostras.

Para as amostras sinterizadas em uma atmosfera sólida de coque de petróleo, utilizando diversas imagens de cada amostra, as quais foram processadas pelo *software ImageJ*, transformadas em imagens de 2 bits, conforme as figuras: 5(a), amostra compactada a uma pressão de 665 MPa, 5(b) amostra compactada a uma pressão de 1350 MPa, 5(c) amostra compactada a uma pressão de 2000 MPa.



Figura 5 – (a) Amostra compactada a uma pressão de 665 MPa; (b) Amostra compactada a uma pressão de 1350 MPa; (c) Amostra compactada a uma pressão de 2000 MPa



Fonte: Os autores (2017).

Analisando os resultados do *software*, obteve-se em uma porosidade média das amostras sinterizadas em uma atmosfera sólida de coque de carbono,

apresentada na tabela 2. Na sequência, foi obtido um aumento de densificação das amostras, conforme o aumento da força de compressão utilizada.

Tabela 2 – Área média porosa das amostras sinterizadas em atmosfera sólida de coque de petróleo

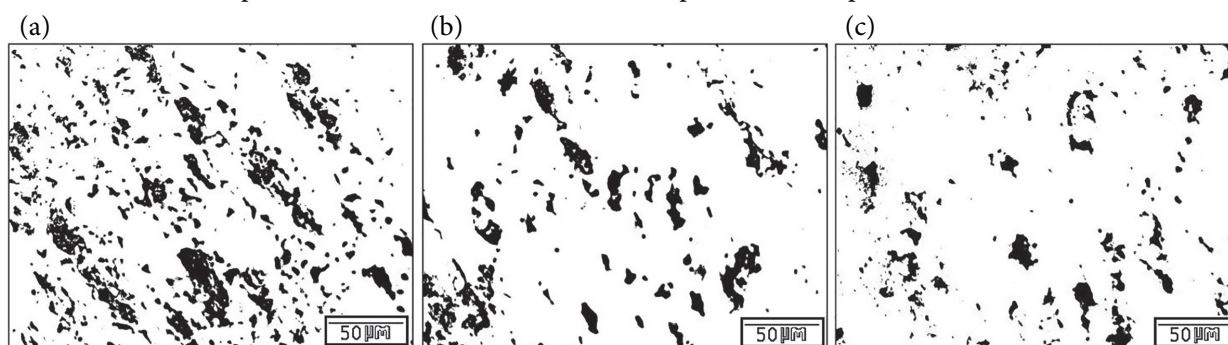
Amostra (pressão de compactação)	Área média porosa (%)
665 MPa	22,16
1350 MPa	16,17
2000 MPa	8,51

Fonte: Os autores (2017).

Para as amostras sinterizadas, em uma atmosfera gasosa composta de gás argônio, utilizando diversas imagens de cada amostra, essas foram processadas pelo *software* ImageJ, transformadas em imagens

de dois (2) bits, conforme as figuras: 6(a), amostra compactada a uma pressão de 665 MPa; 6(b) amostra compactada a uma pressão de 1350 MPa; 6(c) amostra compactada a uma pressão de 2000 MPa.

Figura 6 – (a) Amostra compactada a uma pressão de 665 MPa; (b) Amostra compactada a uma pressão de 1350 MPa; (c) Amostra compactada a uma pressão de 2000 MPa



Fonte: Os autores (2017).

Analisando os resultados do *software*, obteve-se em uma porosidade média das amostras sinterizadas em uma atmosfera gasosa composta de gás

argônio, apresentada na tabela 3, onde foi obtido um aumento de densificação das amostras, conforme o aumento da força de compressão utilizada.

Tabela 3 – Área média porosa das amostras sinterizadas uma atmosfera gasosa composta de gás argônio

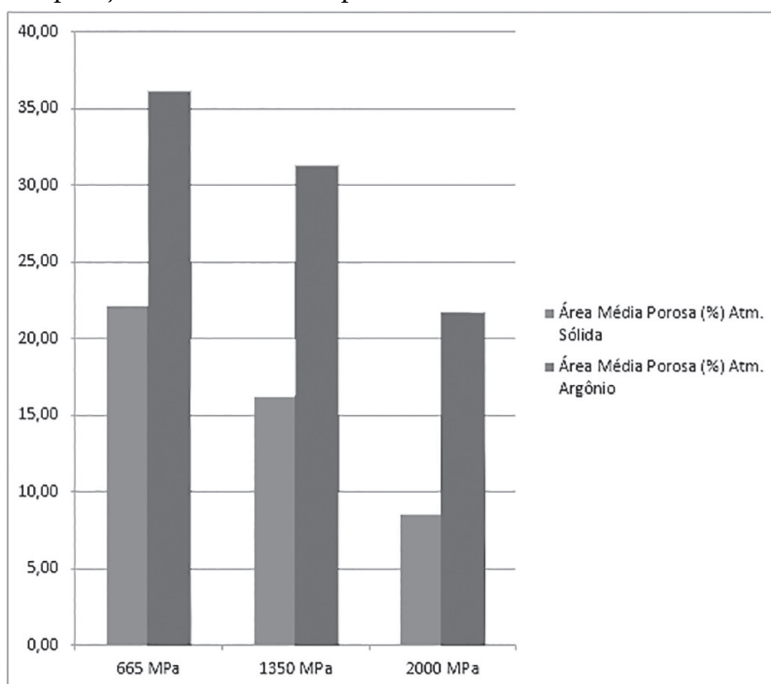
Amostra (pressão de compactação)	Área média porosa (%)
665 MPa	36,05
1350 MPa	31,24
2000 MPa	21,59

Fonte: Os autores (2017).

Com os dados da tabela 2 e da tabela 3, foi construído o gráfico de colunas, comparando as áreas porosas médias para as amostras com mesma carga de compressão e diferentes métodos de sinterização, mostradas na

figura 7, onde se pode notar que as amostras sinterizadas em meio sólido de coque de petróleo obteve uma maior densificação do que as amostras sinterizada em argônio com uma mesma força de compactação.

Figura 7 – Comparação das áreas médias porosas entre os diferentes métodos de sinterização



Fonte: Os autores (2017).

### 5 Conclusão

Com os dados obtidos no presente estudo, verificou-se que, no processo de sinterização, a atmosfera tem uma influência na densificação das amostras, sendo que as amostras sinterizadas em uma atmosfera sólida de coque de petróleo obtiveram uma menor área porosa em comparação com as amostras sinterizadas em atmosfera gasosa com o gás argônio. Sendo assim, as amostras sinterizadas em atmosfera sólida apresentaram uma maior densificação que as amostras sinterizadas em atmosfera gasosa. Não foram detectadas diferenças anisotrópicas significativas entre as amostras sinterizadas com diferentes atmosferas.

### Referências

CARDOSO, G. S. *et al.* Influência da sinterização a plasma com atmosfera de nitrogênio em amostras compactadas de alumínio. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Campinas, v. 35, n. 4, p. 133-139, set./dez. 2016.

CARDOSO, G. S. *et al.* Influências das atmosferas N2 e H2 na sinterização a plasma de alumínio comercialmente puro. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 14, n. 3, p. 243-249, jul./set. 2017.

CHAMBON, C.; VAUDEZ, S.; HEINTZ, J. De-densification mechanisms of yttria-doped cerium

- oxide during sintering in a reducing atmosphere. **Journal American Ceramic Society**, v. 101, n. 11, p. 4956-4967, Nov. 2018.
- GHASALI, E. *et al.* Low Temperature sintering of Aluminum-Zircon Metal Matrix composite prepared by spark plasma sintering. **Materials Research**, São Carlos, v. 19, n. 5, p. 1516-1439, set./out. 2016.
- JU, H.; NING, K.; LU, K. Atmosphere effects on micron-sized ZnO ridges during sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 38, n. 15, p. 5007-5014, Dec. 2018.
- LOBO, C. J. S. **Estudo das propriedades mecânicas de ligas Fe-Ni e Fe-Ni-Mo processadas por metalurgia do pó**. 2014. 159 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciências dos Materiais) - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.
- NABBOUH, M. *et al.* Effect of sintering profile on densification, microstructure and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-3YSZ-Ni composite. **Ceramics International**, v. 44, n. 14, p. 17434-17439, Oct. 2018.
- ROSA, A. L.; SHAREEF, M. Y.; NOORT, R. V. Efeito das condições de preparação e sinterização sobre a porosidade da hidroxiapatita. **Pesquisa Odontológica Brasileira**, São Paulo, v. 14, n. 3, p. 273-277, jul./set. 2000.
- VERMA, A.; TYAGI, S.; YANG, K. Modeling and optimization of direct metal laser sintering process. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, London, v. 77, p. 847-860, Mar. 2015.
- YANG, C. *et al.* Influence of powder properties on densification mechanism during spark plasma sintering. **Scripta Materialia**, v. 139, p. 96-99, Oct. 2017.

