

8

SINTERIZAÇÃO

Amauri Loberto - Magneti Marelli Cofap

Luis Antonio Genova - IPEN

Maria do Carmo Amorim da Silva - Magneti Marelli Cofap

8.1- Aspectos gerais da sinterização

Do ponto de vista da metalurgia do pó define-se sinterização como o processo pelo qual agregados de pós compactados ou não, são transformados em corpos sólidos por mecanismos de transporte atômico difusionais a temperaturas abaixo do ponto de fusão do constituinte principal. Durante o processo ocorre a redução de energia livre do sistema através da diminuição da superfície específica do material. Resulta daí a formação de contornos de grãos e crescimento de pescoço entre partículas, levando o sistema à densificação e consequentemente à contração volumétrica.

Normalmente a temperatura especificada de sinterização é da ordem 2/3 a 3/4 da temperatura de fusão da liga considerada. No caso do ferro, por exemplo, a temperatura de sinterização varia de 1000 a 1150°C. As temperaturas e tempos de sinterização usualmente empregadas em metalurgia do pó estão indicados na tabela 8.1.1. O tempo indicado é o de permanência da peça no patamar de temperatura de sinterização (vide figura 8.5.4).

Tabela 8.1.1- Temperaturas e tempos de sinterização

Material	Temperatura (°C)	Tempo em minutos
Alumínio	595-625	10-30
Bronze	760-860	10-20
Cobre	840-900	12-45
Latão	840-900	10-45
Ferro, ferro grafita, etc.	1000-1150	8-45
Níquel	1000-1150	30-45
Aço Inox	1090-1290	30-60
Imãs Alnico	1215-1300	120-150
Metal duro	1425-1480	20-30

Muito embora objeto de inúmeros experimentos científicos, não existe ainda uma teoria universalmente aceita para explicar o mecanismo de sinterização, pois este mecanismo depende das características físicas do material e das condições de processamento. No entanto, com o conhecimento atual pode-se distinguir seis estágios distintos e não necessariamente sequenciais que ocorrem durante a sinterização:

- Soldagem inicial das partículas;
- Crescimento de pescoços e diminuição da área superficial;
- Arredondamento dos poros;
- Fechamento dos canais que interligam os poros;
- Contração dos poros e densificação;
- Coalescimento e crescimento dos poros

Na fase inicial as ligações se desenvolvem principalmente pela difusão atômica entre grãos adjacentes, formando-se a região do pescoço, sem nenhuma variação dimensional, mas com um elevado grau de coesão. Com a elevação da temperatura, aumentam as superfícies de ligação, observando-se o crescimento do pescoço. Apesar de haver transporte de material, não se observa ainda a deformação na peça. Em seguida inicia-se a etapa de fechamento dos poros intercomunicantes e simultaneamente o arredondamento dos poros, provocando deformações que podem ser de contração ou expansão da peça. Este estágio é particularmente importante na fabricação de materiais autolubrificantes e filtros, cuja estrutura deve ter porosidade aberta e controlada.

Com o aumento da temperatura, ocorre a contração dos poros, acompanhada da diminuição do volume da peça e aumento das suas propriedades mecânicas; este estágio praticamente determina as propriedades do sinterizado. Finalmente, no último estágio da sinterização ocorrerá o coalescimento e crescimento dos poros remanescentes. Este estágio consiste na contração e eliminação dos poros pequenos e isolados e no crescimento dos poros maiores, contribuindo para a redução da energia livre do sistema. É importante mencionar que nos estágios intermediário e final da sinterização, ocorre o crescimento de grãos.

A figura 8.1.1 ilustra os estágios acima descritos.



Figura 8.1.1- Estágios do mecanismo de sinterização.

Em resumo a sinterização é um processo relativamente simples que, no entanto exige controle rigoroso das variáveis que podem afetar a formação da liga. A variável mais importante do processo é a temperatura, pois o grau de ligação das partículas aumenta consideravelmente com pequenos aumentos da temperatura de sinterização. A segunda variável mais importante é o tempo de sinterização, pois, quanto mais longo, maior o grau

de ligação devido à maior quantidade de material difundido. A atmosfera do forno é outra importante variável e sua função básica é proteger o material da ação do oxigênio. Ela também aumenta a transferência de calor alterando, portanto, a taxa de aquecimento e resfriamento, uniformiza a temperatura nas diferentes regiões do forno e pode funcionar como agente controlador das reações químicas do processo.

O tamanho de partículas dos pós utilizados no compactado influenciam na quantidade de transporte de material; quanto menor o tamanho da partícula, maior a sua área superficial, portanto maior a área de contato entre partículas com diminuição da distância de difusão sobre a qual os átomos devem se movimentar durante a transformação.

A natureza do pó e a porosidade do compactado influenciam na taxa de difusão. Quanto menor a quantidade de poros, maior o grau de ligação, porque há um maior contato físico entre as partículas e maior área para a difusão.

8.2- A sinterização por fase líquida

A sinterização por fase líquida é utilizada para melhorar as propriedades mecânicas do material sinterizado pela redução da sua microporosidade, podendo-se quase que atingir a condição livre de poros. A diferença básica entre a sinterização sólida e a sinterização por fase líquida é que nesta última ocorre a formação de uma fase líquida transiente ou permanente, durante o processo de sinterização. Sendo assim, o aglomerado de pós a ser sinterizado é composto de dois ou mais componentes, onde um dos componentes, chamado de aditivo tem menor ponto de fusão que o componente principal da mistura.

8.2.1 Princípios da sinterização por fase líquida

Quando o compactado é aquecido à temperatura de sinterização e ocorre a liquefação de um dos componentes, a tendência do líquido é cobrir as partículas do componente sólido, eliminando desta forma a interface sólido-vapor. A eliminação desta interface vai depender da molhabilidade do líquido sobre a superfície sólida. A figura 8.2.1 ilustra este processo.

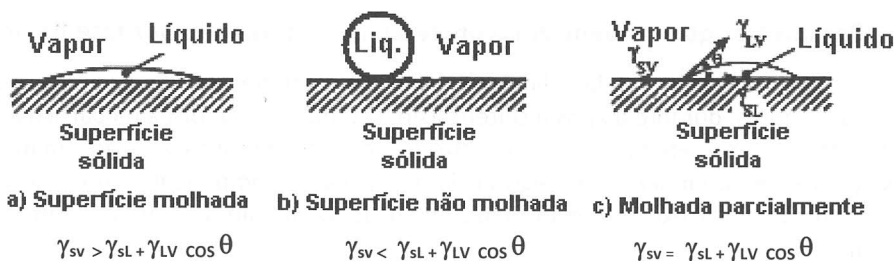


Figura 8.2.1- Condições de molhabilidade de um líquido sobre uma superfície sólida ⁽¹⁾

Do ponto de vista microestrutural o processo pode ser classificado na seguinte seqüência ⁽¹⁾:

Processo de rearranjo

É o primeiro estágio do processo, subsequente à formação da fase líquida. Nesta fase, ocorre o rearranjo das partículas sólidas pelo efeito de capilaridade exercida sobre o líquido. Neste estágio, o compactado comporta-se como um sólido viscoso onde a fração de densificação é fortemente influenciada pela quantidade de líquido, tamanho da partícula (partículas menores tem melhor rearranjo) e solubilidade do sólido no líquido. Estima-se que para obter porosidade nula são necessários aproximadamente 35% do volume de fase líquida formada durante o rearranjo. Da mesma forma, o processo de rearranjo pode ser inibido por partículas com forma irregular ou alta densidade a verde.

Processo de solução/precipitação

A característica geral deste estágio é o “engrossamento” microestrutural, também chamado de “*Ostwald ripening*”. A solubilidade no líquido de um grão é inversamente proporcional ao seu tamanho. Esta proporcionalidade em solubilidade estabelece um gradiente de concentração no líquido, resultando no transporte de matéria por difusão de grãos pequenos para grãos grandes, conhecido como engrossamento dos grãos. Este processo contribui para a densificação do material. A forma final do grão é determinada não só pelas energias interfaciais sólido-líquido e sólido-sólido, como também pela quantidade do líquido e de qualquer anisotropia na energia superficial do sólido.

Processo final

Este estágio é controlado pela sinterização sólida. Nesta etapa, ocorre à ligação das partículas sólidas, crescimento do pescoço e formação do contorno de grão, e a fase líquida já foi toda consumida. A densificação é lenta devido à existência do corpo sólido. A rigidez do corpo inibe rearranjos adicionais, no entanto o engrossamento microestrutural continua através do processo de difusão entre os elementos constituintes do material. Se no final deste processo existir poros residuais com gases aprisionados, ocorrerá a dilatação do sinterizado.

8.2.2 Parâmetros que influenciam o processo de sinterização por fase líquida

Na sinterização por fase líquida há um maior número de variáveis para serem controladas antes, durante e após a sinterização. O tamanho e a forma da partícula, como visto antes, tem efeito na compactação e na densificação do material e conseqüentemente influencia na resistência mecânica do componente sinterizado. Além disso, a força capilar exercida pelo fluido no sólido varia com a forma e o tamanho da partícula.

A taxa de aquecimento e resfriamento é importante na sinterização por fase líquida. A taxa de aquecimento tem efeito crítico sobre sistemas que apresentam uma fase líquida transiente ⁽²⁾. De modo geral emprega-se rápido aquecimento neste processo,

no entanto deve-se controlar a redução de óxido, transferência uniforme de calor e remoção de ligantes e lubrificantes. Durante a etapa de resfriamento é frequentemente usada uma taxa de resfriamento rápida porque evita segregação de impurezas e consequente fragilização do sinterizado.

A temperatura de sinterização, neste caso, deve ser suficiente para formar fase líquida. Temperatura muito acima deste valor influencia na difusão, molhabilidade e solubilidade do sólido no líquido. O tempo de sinterização decresce com o aumento da temperatura devido à rápida difusão e o maior teor de líquido. Deve-se controlar os parâmetros tempo-temperatura para otimizar a densificação e minimizar o engrossamento microestrutural.⁽³⁻⁴⁾

A atmosfera tem em geral a função de proteção; ela pode evitar, por exemplo, a formação de óxidos. Porém, a atmosfera residual pode ser aprisionada durante a formação da fase líquida e dificultar a densificação do produto, ou reduzir a formação de filmes superficiais e alterar a molhabilidade⁽²⁾ entre os componentes.

Outros parâmetros podem ter influência na sinterização por fase líquida, tais como: estequiometria do pó, homogeneidade, densidade a verde, etc. Mas o mais crítico em aplicações práticas da sinterização por fase líquida é o controle dimensional. Altas taxas de contração ou expansão durante a sinterização atuam como uma variável importante na concepção do processo de fabricação de produtos, uma vez que interferem nas tolerâncias dimensionais, e deve ser cuidadosamente avaliada na fase de projeto.

8.3- Efeitos da sinterização sobre as características do sinterizado

Os efeitos da sinterização sobre as propriedades mecânicas do produto final são considerações importantes e seu conhecimento é indispensável na fase de concepção do produto sinterizado. Esses efeitos podem ser assim resumidos:

No dimensionamento e densidade da peça

Durante a sinterização, ocorre a perda de massa do compactado devido à eliminação do lubrificante utilizado na matéria-prima para facilitar a operação de compactação, à redução dos óxidos eventualmente presentes e perda de elementos por volatilização.

Há também a mudança volumétrica do corpo em função das transformações de fases e reações químicas entre os elementos que compõe o material e deste com os gases da atmosfera de sinterização, que pode ser de contração ou expansão.

Como consequência, o sinterizado apresenta uma diferença dimensional em relação ao compactado.

Do ponto de vista industrial, entende-se como variação dimensional a relação entre o produto sinterizado e a ferramenta de compactação (matriz), e o projetista de posse destas informações dimensiona o ferramental de compactação. Busca-se na especificação do material do produto, aquele que apresente menor dispersão durante a sinterização.

Nas propriedades do material

Como mencionado anteriormente, são muitas as variáveis que interferem nas propriedades do material sinterizado, sendo o tempo e a temperatura de sinterização as variáveis de maior influência. A temperatura destaca-se pelo grau de impacto nas propriedades, pois pequena variação de temperatura acarreta considerável aumento na energia de ligação das partículas com influência direta nas propriedades.

A figura 8.3.1 mostra o efeito da temperatura de sinterização nas propriedades do material.

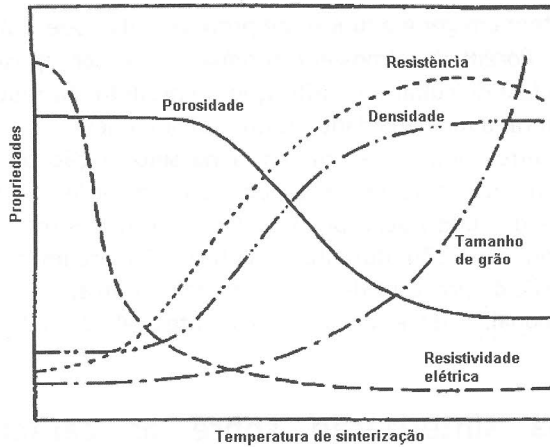


Figura 8.3.1- Efeito da temperatura de sinterização sobre as propriedades do material sinterizado ⁽⁵⁾.

8.4- Atmosferas de sinterização

Devido à porosidade, a superfície específica do compactado é muito superior à do componente sólido equivalente. Este fato, combinado a elevadas temperaturas, possibilita um maior número de reações químicas entre a superfície dos pós e a atmosfera de sinterização.

De maneira geral, a atmosfera de sinterização exerce as seguintes funções:

- Ajuda a remover e “queimar” lubrificantes e outros compostos orgânicos adicionados às misturas de pós. A remoção ocorre na fase inicial de sinterização ou de pré-aquecimento;
- Ajuda a uniformizar a transferência de calor por condução e convecção;
- Evita ou minimiza reações químicas no sinterizado, que podem interferir no processo, por exemplo, oxidação;
- Reduz camadas de óxidos superficiais do material sinterizado, bem como evita a formação de novos óxidos durante o processo de sinterização;

- Altera a composição da liga do compactado por adição ou remoção de elementos tais como carbono e nitrogênio.

A sinterização não pode ser realizada na presença de oxigênio. Para evitar infiltrações de ar através das aberturas do forno, a atmosfera deve ser mantida a uma pressão superior à pressão atmosférica, através de controle do gás introduzido.

As atmosferas tradicionalmente empregadas no processo de sinterização são basicamente: gás endotérmico ou exotérmico produzido a partir de gases ou alcoóis, amônia dissociada, nitrogênio, hidrogênio, mistura de nitrogênio/hidrogênio, argônio ou hélio e vácuo. Atualmente, por sua versatilidade, facilidade de controle, alta pureza, baixo risco de acidentes e baixo custo, as atmosferas baseadas em misturas de nitrogênio com até 10% de hidrogênio vêm sendo cada vez mais utilizadas industrialmente.

O ponto de orvalho, conteúdo de hidrogênio, potencial de carbono e conteúdo de oxigênio da atmosfera de sinterização devem ser monitorados e controlados para obter as propriedades desejadas nos componentes sinterizados. A escolha do tipo de atmosfera é função do material que está sendo sinterizado, do tipo do forno, das propriedades requeridas bem como de considerações econômicas.

Características dessas atmosferas:

1) Endogás e exogás

- Baixo custo de produção, obtido pela reação de gás combustível com ar
- Constituintes principais: N_2 (40-90%), H_2 , CO , CO_2 e H_2O .

2) Nitrogênio

- Não redutor de óxidos
- Reage com alguns elementos e podem formar compostos de nitrogênio alterando as propriedades do material sinterizado.

3) Hidrogênio

- Altamente redutor de óxidos metálicos
- Muito inflamável
- Ótimo condutor de calor
- Facilita a remoção das impurezas de oxigênio e vapor d'água, etc.

4) Misturas de nitrogênio-hidrogênio

- Atmosfera redutora de óxidos metálicos

5) Argônio, Hélio

- Atmosfera inerte
- São utilizados ocasionalmente como atmosfera de sinterização, mas o seu custo representa um fator decisivo na limitação do seu uso.

6) Vácuo

- Sob o ponto de vista científico, é considerada a melhor atmosfera para sinterização, pois viabiliza a sinterização de alguns metais cujos óxidos são dificilmente reduzidos, como o alumínio, nióbio, etc. No entanto, a sinterização a vácuo é bastante dispendiosa, pela baixa taxa de produção e elevados custos dos equipamentos de vácuo.
- Utilizados em geral em forno tipo "Batch".

Tabela 8.4.1 Propriedades de algumas atmosferas de sinterização ⁽⁶⁾

Propriedades de algumas atmosferas de sinterização											
Atmosfera	Ponto de Orvalho (°C)	Propriedades em alta temperatura	CO ₂	CO	CH ₄	O ₂	H ₂	N ₂	H ₂ O	He	Ar/Gás
Exogás pobre	20	Of, n, D	10,2	1,4			1,2	84,7	2,5		9
Exogás rico	20	R, r, D	4,9	10,2	0,4		12,2	69,8	2,5		6
Endogás	5	R, r, C	0,3	19,8	0,5		40,4	38,2	0,8		2,5
Amônia dissociada	-50	R, r, m					75	25			na
Argônio	-50 ou menos	N, n, m				0.001	0.001	0.098	99.0		na
Hélio	-50 ou menos	N, n, m					0.01			99.99	na
Mistura de N ₂ e H ₂	-50 ou menos	R, r, m					5	95			na
Ar	10 ou menos	Of, Oc, D				21.0		78.1			na

R - Reduz o Fe e semióxidos

r - Reduz o Cu e seus óxidos

Of - Oxida o ferro e seus óxidos

Oc - Oxida o cobre e seus óxidos

N - Neutro ao Ferro e seus óxidos

C - Carboneta o aço

D - Descarboneta o aço

n - Neutro ao Cu e seus óxidos

m - Neutro ao Fe-C

8.5- Fornos para Sinterização

Os fornos usados para a sinterização de peças são muito similares aos de atmosfera controlada usados em operações de brazagem e tratamento térmico de aços. No entanto, algumas características típicas dos materiais sinterizados fazem com que cuidados especiais sejam observados na escolha do equipamento. A peça sinterizada é porosa e, portanto tem maior área superficial em contato da atmosfera; a temperatura durante a fase de sinterização (até 1.150°C para o aço carbono), para garantir a perfeita união das partículas do compactado, é mais alta do que a usada na maioria dos demais tratamentos. A combinação destas variáveis aumenta a reatividade entre a superfície da peça e a atmosfera, exigindo maiores cuidados no controle da atmosfera utilizada, bem como na estanqueidade do forno. Além disto, novas configurações como, por exemplo, sistemas de remoção rápida de lubrificante na zona de pré-sinterização, resfriamento forçado no resfriamento para permitir o tratamento térmico da peça (sinterhardening) e a tendência de uso de temperaturas de sinterização mais elevadas são questões cada vez mais importantes na seleção do forno, e serão discutidas a seguir:

8.5.1 Fornos contínuos

São os fornos mais utilizados por sua grande capacidade de carga e boa produtividade. Existem vários tipos de fornos contínuos que se diferem pelo tipo de transportador de carga utilizado.

Tipicamente os fornos contínuos possuem quatro secções distintas: Pré-aquecimento, sinterização, resfriamento lento e resfriamento final, como ilustrado na figura 8.5.1.

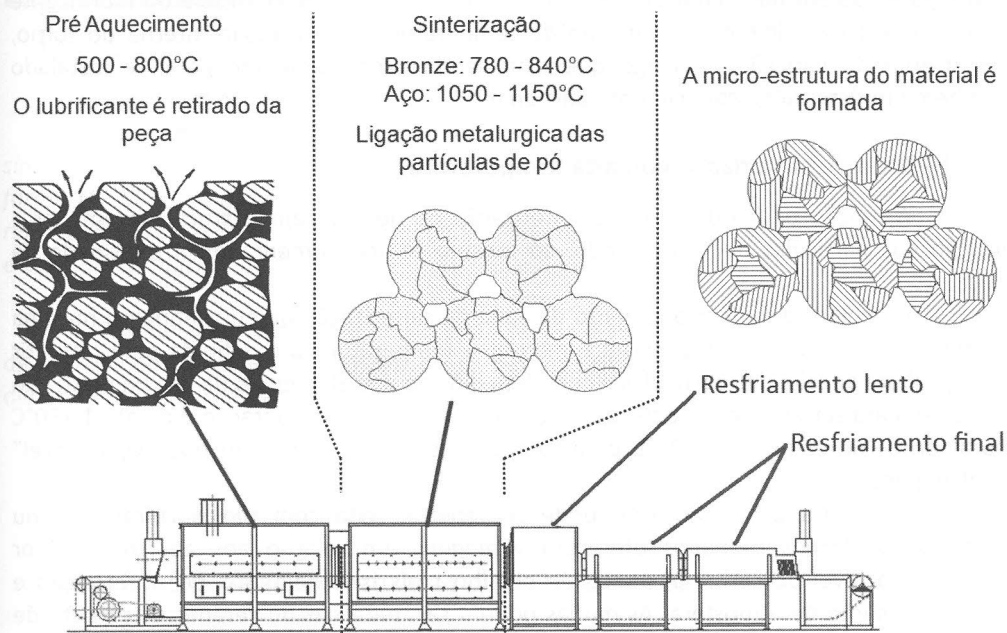


Figura 8.5.1- Forno contínuo de esteira e suas zonas.

a) Zona de pré-aquecimento

A função desta seção, além de permitir um aquecimento mais gradual da carga que está sendo introduzida no forno, é de remover o lubrificante necessário para a compactação do produto. Por isto, esta zona é também conhecida por zona de queima (ou de remoção) de lubrificante. A temperatura típica para o pré-aquecimento é de cerca de 850°C para a sinterização de aços.

Tanto a taxa de aquecimento como o comprimento desta zona também são importantes para a operação, pois a remoção do lubrificante, se não bem controlada, pode provocar bolhas na superfície das peças. Em geral, o comprimento da zona de pré-sinterização varia de 50 a 100% da zona de alta temperatura.

A maioria dos fornos de sinterização é muflada para facilitar a remoção do lubrificante pela entrada do forno, evitando que ele se condense em partes internas do equipamento reduzindo sua vida útil. O aquecimento em geral é elétrico ou a gás.

Para facilitar a remoção do lubrificante, normalmente se aumenta o ponto de orvalho desta zona com a introdução de nitrogênio umidificado, o que resulta em uma atmosfera oxidante.

Atualmente, existem projetos mais sofisticados para a zona de pré-sinterização, conhecidos como zona de queima rápida, sempre com o objetivo de aumentar a eficiência da remoção do lubrificante. Estes equipamentos são muito úteis na sinterização de peças grandes ou de maior densidade. Os mais comuns possuem queimadores de gás instalados dentro da zona de pré-aquecimento, cujos gases de combustão são forçados a passar sobre as peças em fluxo contrário ao carregamento, facilitando o arraste do lubrificante vaporizado. Para minimizar a variação de temperatura e da pressão interna do forno, decorrente da variação da carga que está sendo processada, em geral, é instalado também um sistema de aquecimento adicional.

b) Zona de sinterização ou alta temperatura

A função básica da zona de sinterização ou de alta temperatura é promover a ligação das partículas do compactado, ao mesmo tempo aumentando a densidade da peça.

O projeto e dimensionamento da zona de sinterização objetiva atingir a máxima temperatura o mais rápido possível e manter a temperatura pré-definida para permitir uma perfeita adesão das partículas e completa difusão dos elementos de liga na matriz do material. Para sinterizações de ferro ou aço, a temperatura de operação é de até 1.150°C para fornos de esteira e 1.330°C para fornos “pusher” ou fornos do tipo “viga móvel” (walking beam).

A câmara de sinterização pode ser aberta, feita com tijolos refratários, ou muflada. Os fornos muflados oferecem vantagens em relação aos abertos: melhor controle do nível de carbono, ponto de orvalho mais baixo na zona de sinterização e menor consumo de atmosfera. As muflas podem ser metálicas ou cerâmicas (carbeto de silício ou alumina).

Muflas metálicas:

- São estanques e por isto não exigem que a estrutura do forno seja hermética.
- Possuem uma vida útil de até dois anos.

Muflas cerâmicas:

- São mais caras que as metálicas porém têm vida útil de até 10 anos.
- Exigem que a estrutura do forno seja hermética pois são permeáveis. A permeabilidade ocorre tanto pela natureza do material cerâmico como pela sua forma construtiva que é feita através de secções com encaixe macho-fêmea. É muito importante que seja injetado nitrogênio no volume compreendido entre a mufla e as paredes do forno. Caso isto não ocorra, a atmosfera existente dentro da mufla vazará para esta região criando assim o risco de explosão (vide figura 8.5.2).

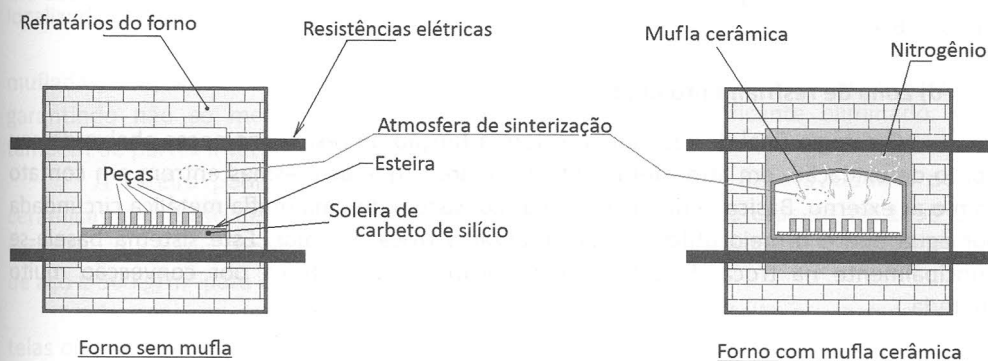


Figura 8.5.2: Seção transversal de um forno. No forno sem mufla a atmosfera de sinterização fica em contato direto com os elementos de aquecimento e o refratário do forno. No forno com mufla a atmosfera de sinterização não chega até as resistências e refratário. No caso da mufla cerâmica deve-se injetar N_2 no espaço existente entre a mufla e as paredes internas do forno.

O aquecimento da zona de sinterização pode ser elétrico ou a gás. Os elementos de aquecimento elétrico podem ser de carbeto de silício ou resistência de molibdênio, dependendo da temperatura de operação do forno.

c) Zona de resfriamento

A zona de resfriamento do forno é subdividida em:

c1) Zona de resfriamento lento ou de restauração

A função desta seção é servir de área de transição para evitar o aparecimento de tensões no material, proveniente de choque térmico e garantir um melhor desenvolvimento da sua microestrutura. É também chamada de zona de restauração pois é nela que parte do carbono perdido na zona da sinterização é novamente absorvido pelo material da peça.

Esta seção pode ser aberta, com revestimento de tijolos refratários ou muflada. Alguns fornos possuem sistema de aquecimento nesta zona para melhor controle de temperatura.

c2) Zona de resfriamento rápido (Opcional)

Um sistema opcional de resfriamento, que utiliza principalmente o mecanismo de troca de calor por convecção, pode ser instalado logo após a zona de resfriamento lento. O sistema consiste em circular a atmosfera de proteção, resfriando-a (dentro ou fora do forno) com o uso de trocadores de calor à base de água. Este sistema oferece várias vantagens sobre o convencional: permite aumentar a carga do forno, permite substancial economia em espaço físico para instalação do forno e o mais importante, permite que certos materiais sejam tratados termicamente (sinterhardening) nesta fase do processo reduzindo consideravelmente os custos operacionais.

Mais informações sobre a operação de sinterhardening são apresentadas no capítulo 8.7.

d) Zona de resfriamento final

O estágio final de resfriamento tem a função de resfriar as peças abaixo de seu ponto de oxidação, em atmosfera controlada, antes que as mesmas entrem em contato com o ar externo. Basicamente, estas zonas consistem de uma mufla metálica circundada por água que é o meio utilizado para realizar a troca de calor. Este sistema baseia-se principalmente na troca de calor por radiação, sendo a troca por convecção muito limitada.

Com o objetivo de reduzir o volume de gás de proteção utilizado no processo e melhorar a distribuição do fluxo da atmosfera no interior do forno, em geral são instaladas cortinas de fibras cerâmicas nas zonas de resfriamento. Estas cortinas diminuem a área de passagem do gás e conseqüentemente a sua vazão, forçando o fluxo da atmosfera em direção a entrada do forno, de modo a não permitir que os vapores do lubrificante migrem para a zona de alta temperatura, motivo primário para a ocorrência de fuligem nas peças.

Classificação quanto ao sistema de transporte

Os fornos contínuos podem ser classificados segundo seu tipo de transportador ou carga como:

1- Fornos de esteira

São os fornos mais utilizados para a sinterização de peças, por sua alta capacidade de carga, baixo custo de operação e manutenção e boa reprodutibilidade do perfil térmico, especialmente na zona de alta temperatura.

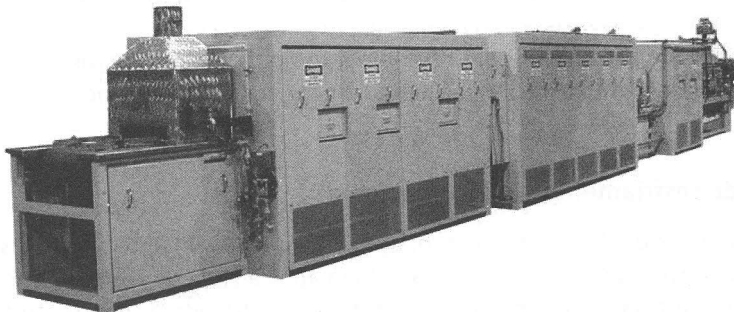


Figura 8.5.3- Forno contínuo de esteira – Fonte: Abbott Furnace Co, USA

O forno consiste de uma mesa de carga, uma zona de pré-aquecimento, uma zona de alta temperatura, uma zona de resfriamento lento, uma zona de resfriamento

final e uma mesa de descarga de peças. A esteira é tracionada por fricção, através de rolos localizados junto à mesa de carga.

As câmaras de pré-aquecimento e a de alta temperatura podem ou não ser mufladas, sendo que em fornos muflados há um melhor controle do fluxo de atmosfera, garantindo não só menor contaminação das peças pelo lubrificante eliminado, mas também de partes internas do equipamento.

A esteira pode ser de aço inoxidável para aplicações de até 1.150°C ou de cerâmica de carbeto de silício ou de alumina resistindo a temperaturas de até 1350°C. A carga sobre a esteira pode chegar a 120 kg/m², sendo 75 kg/m² o valor típico para esteiras de aço e 50 kg/m² para esteiras de cerâmica.

As peças podem ser colocadas diretamente sobre a esteira ou carregadas em telas ou bandejas que são então depositadas sobre a esteira (vide figura 7.8.2 no capítulo 7).

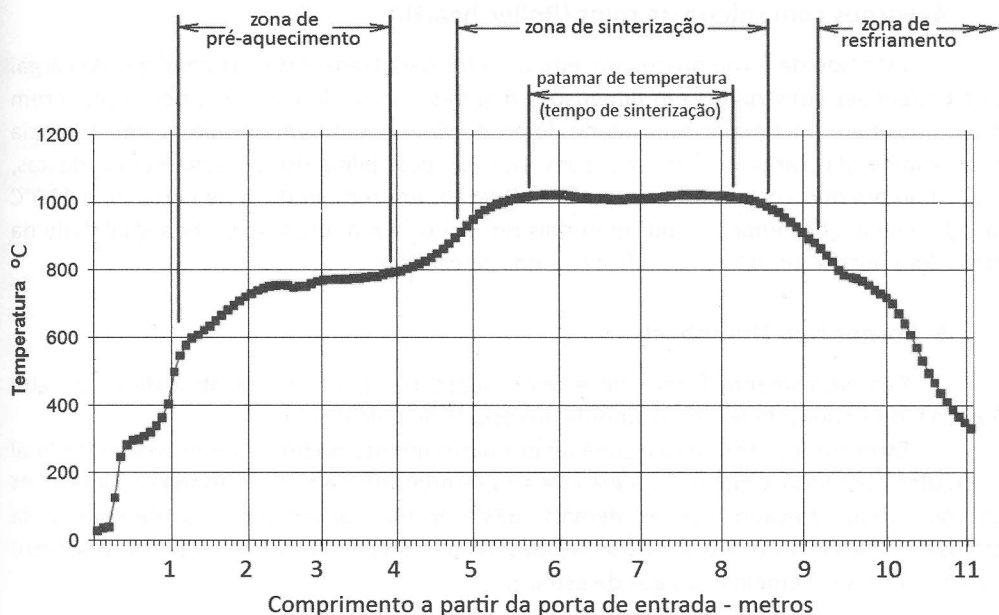


Figura 8.5.4- Curva de temperatura de um forno contínuo de esteira.

2- Fornos com empurrador (Pusher)

Em fornos deste tipo, as peças são acondicionadas em bandejas, em geral de cerâmica ou grafite, que são empurradas através do forno por dispositivo manual, hidráulico ou mecânico. O acionamento do mecanismo empurrador é intermitente. Fornos deste tipo em geral têm capacidade de produção menor que os fornos de esteira, porém podem trabalhar com atmosferas mais puras por serem mais estanques que os de esteira e operar em temperatura de até 1.650°C.

3- Fornos de vigas móveis (Walking-beam)

A utilização destes fornos é particularmente interessante para aplicações que requerem temperatura de sinterização maior que as típicas para os fornos de esteira. Como toda a estrutura interna deste tipo de forno pode ser feita em cerâmica, eles podem operar em até 1.650°C. As peças devem ser acondicionadas em bandejas de cerâmica ou grafite. O forno possui vigas longitudinais internas que se movimentam intermitentemente num movimento circular, elevando todas as bandejas do interior do forno, que estão apoiadas no seu leito (fixo), conduzindo-as para frente, e depositando-as novamente sobre o leito. Este movimento determina a velocidade de operação do forno. Pelas características construtivas deste tipo de forno, existe uma maior dificuldade para a manutenção da qualidade da atmosfera de proteção devido a sua menor estanqueidade em relação aos fornos com empurrador.

4- Fornos com soleira de rolos (Roller-hearth)

Este tipo de forno possui um leito de rolos para transporte das bandejas de carga. Eles podem ser construídos em dimensões maiores que os de esteira e, portanto, serem projetados para uma maior capacidade de produção. Ele também permite a transferência mais rápida da carga através de suas portas, possibilitando o fechamento destas, reduzindo assim o consumo de atmosfera. Operam em temperatura de cerca de 1.150°C devido a limitações impostas por materiais dos rolos. A manutenção da boa qualidade da atmosfera nestes fornos é mais difícil que nos de esteira.

5- Fornos tipo Humpback

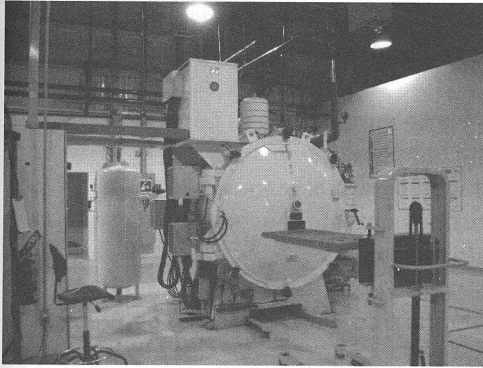
São basicamente fornos de esteira, adaptados para uso de atmosferas de alta pureza e baixa densidade, como amônia dissociada ou hidrogênio.

Estes fornos têm tanto a zona de pré-aquecimento quanto a de resfriamento final inclinadas, de modo a manter a região de alta temperatura e a de resfriamento lento em um nível mais elevado que as demais, desta forma conservando os elementos da atmosfera mais leves que o ar nestas regiões. As demais características construtivas deste tipo de forno são semelhantes aos de esteira.

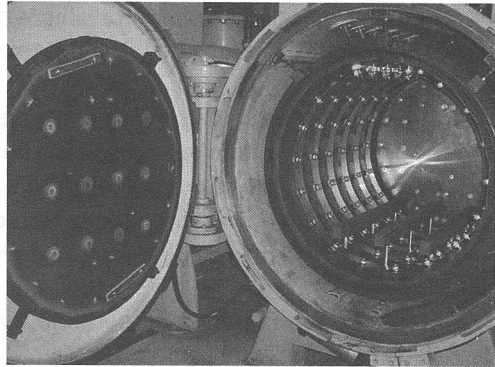
8.5.2 Fornos batch (lote)

Este tipo de forno é utilizado em geral para a sinterização de peças muito grandes, que exijam longos ciclos de aquecimento e resfriamento, e também quando uma atmosfera extremamente pura seja requisito importante para o processo de fabricação. Podem operar em temperatura de até 2.750°C. São bastante utilizados na sinterização de materiais de fricção e podem ser equipados com dispositivos para trabalhar com razoável pressão na câmara, útil para a sinterização de discos de freio e embreagem.

Construtivamente, podem ser do tipo campânula, que é uma retorta que contém os elementos de aquecimento e é posicionada sobre a carga (fixa), ou de elevador, no qual a carga é elevada para o interior do forno.



Vista geral



Câmara interna

Figura 8.5.5- Forno do tipo Batch (lote).

8.5.3 Fornos a vácuo

Fornos a vácuo podem ser tipo batch ou contínuos e não diferem construtivamente dos que utilizam atmosfera de proteção, a menos pelo fato de trabalharem com ausência total desta.

Os fornos a vácuo tipo batch foram desenvolvidos para a sinterização de materiais refratários e metais reativos como o tântalo, nióbio, titânio, zircônio e outros, para sinterização de carbonetos contendo titânio e tântalo e para a sinterização de materiais magnéticos. Este tipo de construção não é usado para a sinterização de peças estruturais seriadas.

Já os fornos contínuos a vácuo são usados para a sinterização de ferro e aço quando há necessidade de maior flexibilidade no perfil de temperatura e/ou o rigoroso controle do nível de carbono do material e construtivamente são semelhantes aos fornos convencionais de esteira. Possuem mesa de carga, zona de pré-aquecimento, vestíbulo para acesso à zona de vácuo que compreende a zona de alta temperatura e a de resfriamento lento, zona de resfriamento final com atmosfera inerte e resfriamento auxiliado por ventiladores e mesa de descarga de peças.

8.6- Roteiro para a solução de problemas na sinterização de aços⁽⁷⁾.

Para se garantir a boa qualidade das peças sinterizadas, é fundamental que todos os parâmetros de processo sejam bem determinados e rigorosa e permanentemente controlados. A composição correta da atmosfera, a vazão e o fluxo da mesma através do forno são fatores determinantes para a produção de peças sinterizadas com qualidade. A manutenção adequada do equipamento, principalmente no que diz respeito a vazamentos é também fator crucial para a sinterização. Recomenda-se seguir periodicamente os seguintes procedimentos:

1. Verificar o ponto de orvalho e o teor de O_2 de todos os gases admitidos no forno. Pelo menos 5 pontos do forno devem ser analisados:

- Centro da zona de pré-aquecimento
- Primeiro quarto da zona de alta temperatura
- Terceiro quarto da zona de alta temperatura
- Centro da primeira seção de resfriamento
- Centro da última seção de resfriamento

2. Efetuar a leitura do perfil de temperatura ao longo do forno, de preferência carregado de peças (vide figura 8.5.4);

3. Realizar o teste de vazamento do forno, conhecido como Q-R (Quality-Rating), que consiste em reduzir a temperatura do forno para cerca de $1.030^{\circ}C$ e introduzir N_2 na vazão de trabalho. Após cerca de duas horas, medir o ponto de orvalho e o teor de O_2 nas diferentes seções do forno. Em seguida, aumentar a temperatura para $1.120^{\circ}C$, introduzir o gás redutor e repetir a medição após quinze minutos. Na zona de alta temperatura, em forno muflado, o primeiro teste deve apresentar um baixo nível de O_2 ($<20ppm$) e um baixo ponto de orvalho ($<40^{\circ}C$), se não há vazamentos importantes no forno. Se o teor de O_2 for alto, há entrada de ar no forno. Se o ponto de orvalho for alto, deve-se suspeitar de vazamento de água. O segundo teste deve apresentar nível de $O_2 < 5 ppm$ e baixo ponto de orvalho. Se houver entrada de ar no forno, o teor de O_2 será baixo, porém o ponto de orvalho será alto, devido à reação do H_2 com o ar. Quanto mais baixo o ponto de orvalho melhor a qualidade do processo:

- Fornos muflados -40 a $-25^{\circ}C$
- Fornos não muflados -25 a $-10^{\circ}C$

Já na seção de resfriamento, como não há a reação do H_2 com o ar presente na atmosfera do forno, o teor de O_2 permanece alto e o ponto de orvalho será baixo devido à baixa formação de umidade.

A seguir são apresentados os problemas mais comuns em peças sinterizadas decorrentes de deficiência na sinterização, suas principais causas e correções:

1- Fuligem nas peças

A ineficiência na remoção do lubrificante utilizado na mistura é a causa primária do aparecimento de fuligem em peças sinterizadas. A fuligem é causada pelo depósito do carbono proveniente da decomposição térmica dos hidrocarbonetos do lubrificante sobre as peças. Pode-se classificar a fuligem em três tipos:

2- Fuligem aderente

É uma mancha preta difícil de ser removida. Pode ocorrer em qualquer parte da peça sinterizada. Ocorre quando o lubrificante não é totalmente vaporizado ou removido da superfície da peça antes que ela entre na zona de alta temperatura. As causas mais frequentes são:

- Ponto de orvalho muito baixo na zona de pré-sinterização;
- Pouco tempo na pré-sinterização;
- Alta densidade da peça;
- Baixa temperatura na zona de pré-sinterização;
- Muita massa no forno.

Correção: aumentar o ponto de orvalho da zona de pré-sinterização, reduzir o carregamento do forno e/ou reduzir a velocidade da esteira.

3- Fuligem granular

É um tipo de fuligem parecido com flocos, de cor preta que surge principalmente no topo das peças. É causada pela deposição do lubrificante vaporizado sobre a peça, e é de fácil remoção. As causas mais frequentes são:

- Ponto de orvalho muito baixo na zona de pré-sinterização;
- Migração do vapor de lubrificante para a zona de alta temperatura;
- Fluxo da atmosfera deficiente, que não elimina todos os vapores de lubrificante;
- Coifa de exaustão da entrada do forno deficiente.

Correção: aumentar, redirecionar e redistribuir o fluxo de atmosfera no interior do forno, verificar os defletores de controle das coifas de exaustão para provocar o aumento da saída dos vapores de lubrificante pela entrada do forno.

4- Fuligem brilhante

É uma fuligem preta e uniforme que ocorre em toda a superfície da peça sinterizada. É causada pela quebra catalítica (catalytic cracking) do gás natural na superfície da peça na zona de alta temperatura.

Correção: reduzir a vazão de gás natural e/ou alterar o ponto de introdução do gás no forno.

5- Fuligem na esteira

O aparecimento de fuligem sobre a esteira é um indicação de fuligem do tipo granular. As ações de correção são as já citadas. É um problema importante, uma vez que ela causa carbonetação e conseqüentemente fragilização das esteiras de aço, reduzindo sua vida útil.

6- Bolhas e imperfeições

Podem ocorrer na parte superior das peças, especialmente em ligas contendo níquel ou em peças de densidade muito alta. São causadas pela dificuldade da saída do lubrificante pela porosidade da peça, que eventualmente chega a provocar a quebra ou arrancamento de material. **Correção:** reduzir a velocidade da esteira e/ou o carregamento do forno para permitir a saída mais gradual do lubrificante. Aumentar a vazão de nitrogênio umidificado ou realizar o pré-aquecimento em operação separada.

7- Oxidação de peças

A oxidação de peças sinterizadas pode ocorrer de diversas formas, sendo importante entender o fenômeno metalúrgico que explica seu aparecimento. Ela pode ser causada por um ou mais dos seguintes elementos oxidantes: ar, água ou dióxido de carbono.

A oxidação por ar apresenta coloração de cinza clara a preta. É função, em geral, da pressão parcial e temperatura. Mais de 25 ppm de oxigênio na zona de resfriamento causa oxidação no material sinterizado.

Oxidação por água ou CO_2 para uma dada temperatura e material, é função da relação $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ e CO/CO_2 . A coloração da peça e o perfil de temperatura do forno são bons indicadores do tipo de problema. A tabela a seguir indica a coloração do aço para diversas faixas de temperaturas.

Temperatura °C	Coloração
200	amarelo claro
240	amarelo forte
270	bronze
290	azul escuro
310	azul claro
340-400	cinza ou preto

Quando a oxidação ocorre por contaminação da atmosfera com ar que penetra pela porta de saída do forno, as principais causas são:

- Vazão do gás de proteção insuficiente;
- Diferença de pressão entre as extremidades do forno;
- Ajuste deficiente dos defletores das coifas de exaustão;
- Deficiência nas cortinas internas e das portas.

Correção: aumentar a vazão dos gases de proteção, regular os defletores das coifas de exaustão, verificar e reparar as cortinas, evitar correntes de ar junto às portas do forno, manter a porta de saída o baixo possível e a de entrada 10 mm mais elevada que a de saída.

Quando a oxidação é causada por entrada de ar na zona de resfriamento, ela surge em toda a superfície da peça e podem ser observadas marcas na esteira, na região de contato com as peças. Este defeito tende a se agravar. Tanto a superfície da peça quanto a da esteira podem apresentar carepas. As principais causas deste defeito são:

- Má vedação dos flanges;
- Vazamento de ar através das tubulações de gases;
- Trincas estruturais nas junções das zonas de resfriamento.

Correção: buscar e reparar os vazamentos; flanges quando possível devem ser soldadas.

No caso de oxidação por água, a peça apresenta coloração mais escura e esta é mais aderente. É um defeito que também tende a se agravar. Principais causas:

- Trincas ou furos nas camisas de água de resfriamento;
- Atmosfera muito úmida.

Correção: em primeiro lugar é preciso identificar se a oxidação é causada por água ou ar, com auxílio do teste conhecido como “teste cobre/aço” e em seguida procurar e corrigir os vazamentos.

Teste Cobre/Aço – consiste em sinterizar ao mesmo tempo uma amostra de cobre e outra de aço. Vazamento de água oxida somente o aço; vazamento de ar oxida ambos os materiais.

8- Oxidação da esteira

Esteiras de aço, em geral inoxidável da serie 314, contém cromo, que tem um potencial de oxidação maior que os aços normalmente utilizados nas peças. Se a esteira apresentar coloração escura e as peças coloração clara, poderá estar havendo uma pequena infiltração de ar pela porta de saída do forno. Aumentar a vazão de gás de proteção pode diluir o O_2 contaminante. No entanto se a cor da esteira se mantiver clara, porém apresentando resíduo superficial, é muito provável que esteja ocorrendo oxidação na zona de pré-aquecimento com posterior redução na zona de alta temperatura. As soluções a serem adotadas são as mesmas do caso anterior.

9- Peças foscas

Se a superfície da peça apresentar aparência fosca ou áspera onde normalmente se obtém um acabamento brilhante, e apresenta baixa dureza decorrente de descarbonetação, está ocorrendo oxidação na zona de pré-aquecimento seguida de redução na zona de alta temperatura. Principais causas:

- Ponto de orvalho muito alto na zona de pré-aquecimento;
- Entrada de ar na zona de pré-aquecimento;
- Desbalanceamento do fluxo da atmosfera.

A correção deve ser feita através de ajustes nos sistema de balanceamento e direcionamento do fluxo de atmosfera do forno.

10- Sinterização inadequada

É indicada pela baixa resistência mecânica e dureza do material sinterizado, bem como por variação dimensional não esperada das peças. Suas principais causas são:

- Temperatura de sinterização ou velocidade de esteira inadequada;
- Pouco elemento redutor (H_2 , C) na atmosfera de proteção;
- Ponto de orvalho muito elevado na zona de alta temperatura;
- Alto teor de O_2 na zona de alta temperatura;
- Densidade incorreta da peça;

Correção: controlar o ponto de orvalho e a quantidade de O_2 na zona de alta temperatura, aumentar a vazão de H_2 , checar e corrigir a velocidade da esteira, temperaturas de controle e características da peça verde.

11- Descarbonetação

A perda de carbono pode ocorrer na superfície ou no interior do produto. Este fenômeno pode acontecer tanto na zona de pré-sinterização quanto na de alta temperatura e é evidenciado pela baixa dureza e um menor teor de perlita no material sinterizado. A confirmação pode ser feita por análise química ou metalográfica do material. É resultante do elevado ponto de orvalho na zona de alta temperatura, entrada de ar, ou alto teor de CO_2 na atmosfera do forno.

Correção: reduzir o ponto de orvalho da zona de alta temperatura, adicionar gás natural na zona de resfriamento lento, prevenir a entrada de N_2 umidificado na zona de alta temperatura, carregar as peças sobre placas de grafite, controlar o nível de carbono da atmosfera, verificar a densidade da peça verde e distribuição de densidade de peças altas.

Finalmente, é interessante mencionar um teste muito útil na detecção de problemas de sinterização, conhecido como “teste de infiltração com cobre”, que consiste em infiltrar ao mesmo tempo, um pedaço de cobre puro sobre duas peças, uma verde e outra sinterizada. As seguintes situações podem ocorrer:

- O cobre não fundir, indicando deficiência na temperatura de sinterização;
- O cobre fundir, infiltrar na peça sinterizada e não infiltrar na peça verde, o que indica problemas na remoção de lubrificante da peça;
- O cobre fundir e não infiltrar ambas as peças, o que indica problemas de redução insuficiente na zona de alta temperatura;
- O cobre fundir, infiltrar ambas as peças e estas saírem oxidadas do forno, o que indica a ocorrência de oxidação na zona de resfriamento.

8.7- O processo de sinterhardening

O tratamento de sinterhardening é relativamente recente na metalurgia do pó. Teve início nos anos 80 na Europa, e vem sendo largamente utilizado na fabricação de componentes sinterizados como alternativa aos tratamentos térmicos posteriores.

Pode-se dizer, grosso modo, que é um processo que combina sinterização e tratamento térmico, ou seja, é um processo onde se aumenta a taxa de resfriamento do forno de sinterização de modo que uma porção significativa da matriz do material, susceptível a transformação de fases, sofra esta transformação sem a necessidade de tratamento térmico adicional. Geralmente o processo necessita de uma etapa de revenimento do material, que é realizado em fornos convencionais apropriados para este tratamento (vide cap.9.6.1).

O interesse em estudos envolvendo sinterhardening vem aumentando ao longo dos anos porque é uma técnica que oferece boas condições de manufatura, proporcionando uma economia em etapas do processo e conseqüentemente de custo, com uma combinação única de resistência, dureza e controle dimensional.

Há uma série de vantagens do processo de sinterhardening quando comparado aos tratamentos térmicos convencionais:

- O processo é feito no próprio forno de sinterização, eliminando a necessidade de um tratamento secundário de têmpera.

- Por ser um tratamento menos agressivo que a têmpera em óleo, provoca uma menor distorção nas peças obtendo-se assim um melhor controle dimensional do lote produzido;
- Permite um melhor controle microestrutural das peças, possibilitando otimizar a resistência mecânica e dureza do componente fabricado;
- O sinterhardening é um processo menos complexo e mais limpo que o tratamento de têmpera convencional. Produtos temperados em banho de óleo retêm uma quantidade considerável de óleo em seus poros e, quando necessário requerem tratamentos especiais para remoção desse óleo;
- Ainda pelo fato de não reter óleo, é o tratamento indicado para peças que recebem tratamentos superficiais posteriores tais como zincagem ou aplicação de camadas resinadas (pintura, polímeros redutores de atrito, etc.).
- É um processo menos agressivo ao Meio Ambiente quando comparado aos tratamentos térmicos convencionais.
- O sistema pode ser adaptado em fornos de sinterização convencionais.

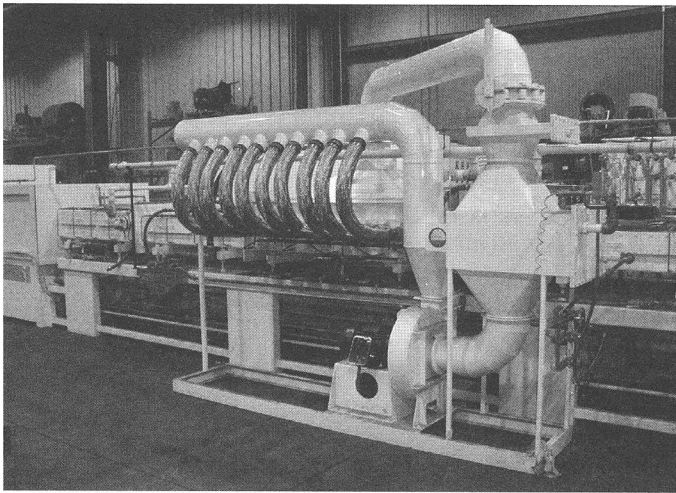


Figura 8.7.1- Sistema de resfriamento rápido em um forno contínuo de esteira.

Fonte: Abbott Furnace Company, USA

Nos últimos anos, os grandes fabricantes de pós de ferro para sinterizados têm trabalhado no desenvolvimento pós e ligas mais adequadas ao tratamento de sinterhardening, em geral utilizando pós pré-ligados, levando em conta o compromisso entre a temperabilidade da liga e a compressibilidade do pó. Os elementos de ligas mais utilizados como aditivos ao pó de ferro para aumentar sua temperabilidade são: molibdênio, níquel, cobre, manganês e cromo. Os dois últimos têm significativa influência na temperabilidade da liga, porém ainda têm seu uso limitado por sua forte afinidade com o oxigênio, enquanto que o molibdênio e o níquel apesar de ter custo mais elevado, não apresentam grandes problemas na sinterização e podem ser processados a partir de 1120°C.

A figura 8.7.2 ilustra o ganho de propriedades mecânicas obtido em uma liga com alto teor de molibdênio, cobre e carbono com diferentes taxas de resfriamento (2,5 e 5°C/segundo) em operação de sinterhardening, quando comparados com o resfriamento convencional de sinterização (1°C/segundo).

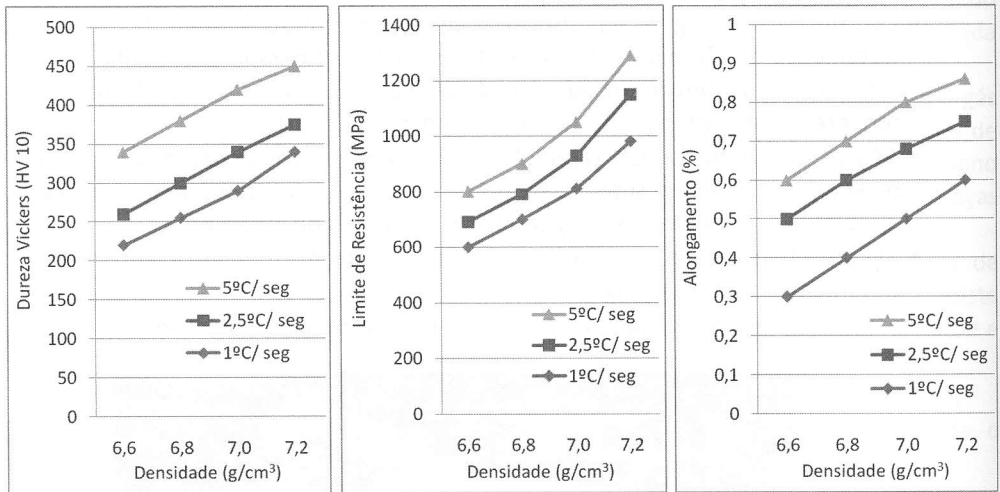


Figura 8.7.2- Propriedades mecânicas da liga $Fe + 1,5Mo + 2Cu + 0,6C$, sinterizada em N_2+H_2 a $1.120^\circ C$ por 30 minutos, com taxas de resfriamento de $1^\circ C$, $2,5^\circ C$ e $5^\circ C$.

Referências Bibliográficas

- [1]- Uílame Umbelino Gomes, Tecnologia dos pós-Fundamentos e aplicações, Ed. UFRN, Natal 1995.
- [2]- German, R.M. Liquid Phase sintering. New York: Plenum Press, 1985.
- [3]- Sundaresan, R., Ramakrisnam, P. Liquidphase sintering of aluminum base alloys. *Inter. J. Powder Met. Powder Tech.*, V.14, p.9-16, 1978.
- [4]- Meredith, B., Milner, D.R. The liquid phase sintering of titanium carbide-cobalt system. *Powder Met.* V15., p.344-363, 1972.
- [5]- Henry H. Hausner, Handbook of Powder Metallurgy. Chemical Publisher Co. Inc, New York 1973.
- [6]- Hirschhorn, J.S. *Introduction to powder Metallurgy* New York: American Powder Metallurgy Institute P. 226, 228, 1969.
- [7]- Thomas Philips, The International Journal of Powder Metallurgy, volume 26, 1990
- [8]- Metals Handbook – Ninth Edition – Vol. 7 – Powder Metallurgy ; ASM-American Society for Metals, Ohio, 1984.