

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

**LIGAS MAGNÉTICAS À BASE DE FeCo PROCESSADAS VIA MOLDAGEM DE PÓS
POR INJEÇÃO**

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ALINE SILVA

FLORIANÓPOLIS, JULHO DE 2008

**LIGAS MAGNÉTICAS À BASE DE FeCo PROCESSADAS VIA MOLDAGEM DE PÓS
POR INJEÇÃO**

ALINE SILVA

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

ESPECIALIDADE CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS E APROVADA EM SUA FORMA
FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Paulo A. P. Wendhausen, Dr.-Ing
Orientador – PGMat - UFSC

Prof. Carlos A. S. de Oliveira, Dr. Eng.
Coordenador – PGMat - UFSC

BANCA EXAMINADORA

Prof. João Cardoso de Lima, Dr.
Presidente

Prof. ^a.Maria Luisa Sartorelli, Dr.
Membro

Prof. Nelson Jhoe Batistela, Dr.Eng.
Membro

Aos meus Pais, Antonio e Jurema.

Meus irmãos Alekçandro e Cristiane.

Ao meu amor, Valter.

Agradecimentos

Agradeço a Deus pelo objetivo alcançado.

Ao Professor Paulo Antonio Pereira Wendhausen, pela orientação, incentivo, investimento, tempo e paciência que contribuíram para a conclusão do trabalho.

À empresa Steelinject, em nome dos senhores Waldir Ristow, Ricardo Machado e Matheus Amorim pelo fornecimento de materiais para a pesquisa e pela disponibilidade de equipamentos para processamento e análises.

Ao professor Nelson Jhoe Batistela do laboratório GRUCAD e os seus alunos Maurício Rigonni e Marcelo Anjos pelo auxílio na caracterização das amostras.

Aos colegas do laboratório Juliana, Leonardo, Wagner, Paulo, Marco, Cristiano, Martin, Robin, Douglas pela disposição em ajudar e pelos momentos de descontração.

Aos alunos de graduação Ana Paula, Kaline, Rafaela, Hellen e Renan que se envolveram e auxiliaram na execução dos ensaios e um agradecimento especial ao Jaime A. Lozano, companheiro na produção de artigos.

À minha família e amigos, pelo suporte psicológico, pelo carinho e paciência.

E a todos aqueles que, de maneira direta ou indireta, contribuíram para a minha formação e a realização deste trabalho.

Resumo

Diferentes métodos de processamento de ligas à base de FeCo através da técnica de moldagem de pós por injeção foram estudados com o intuito de otimizar propriedades finais e reduzir o custo de produção. Os fatores analisados foram o uso de pós metálicos na condição elementar e pré-ligada; a introdução do elemento vanádio na liga de FeCo; a análise de duas rotas distintas de extração e sinterização, e por último foram caracterizadas as propriedades magnéticas, mecânicas e elétricas. Os resultados mostraram que o uso do pó na forma elementar permite atingir valores mais altos de densidade, mais adequados para as propriedades magnéticas moles e representa uma redução de custo de material e de processamento para a liga de FeCo. A liga com o elemento vanádio possui propriedades magnéticas inferiores à liga de FeCo quando aplicada frequência de 0,05 Hz, porém, com o aumento da frequência, esse resultado é invertido. Esse comportamento é atribuído à resistividade elétrica das ligas de FeCo₂V, que apresentaram valores em torno de uma ordem de grandeza maior que a liga de FeCo. Apesar da liga de FeCo não apresentar problemas no processamento devido a sua fragilidade, a adição do elemento vanádio resulta em um aumento de 100% na resistência mecânica. Em relação a custos, a rota de processamento que apresenta as melhores propriedades indica que com o uso de pós elementares, possivelmente uma etapa do processamento poderá ser eliminada. O custo dos pós elementares de Fe e Co é aproximadamente 50% menor que o dos pós pré-ligados FeCo e FeCo₂V, e o uso de pós elementares ainda permite o processamento através da rota de menor custo. Foi possível concluir que todos os fatores analisados possuem influência nas propriedades finais das ligas e que o custo de processamento pode ser adequado a cada caso, de acordo com as propriedades requeridas em uma dada aplicação.

Palavras chave: Moldagem de pós por injeção. Ligas magnéticas moles. Ligas à base de FeCo.

Abstract

Different processing methods for FeCo-based alloys were tested for use in the injection molding manufacturing technique, aiming at optimization of the properties of the final product as well as cost reduction. The following parameters were analyzed: the use of either elemental or pre-alloyed metallic powders as precursors; the insertion of vanadium in the FeCo alloy; and two distinct routes for extraction and sintering of molded test parts. The magnetic, mechanical and electrical properties for each set of parameters were characterized. It is shown that the use of elemental powders yield molded objects with higher densities, more suited for soft magnetic applications. Furthermore, it represented a reduction of material and processing costs for the FeCo alloy. Alloys containing vanadium showed inferior magnetic properties at 0.5 Hz, when compared to the pure FeCo alloy. However, for higher frequencies, this relation is inverted, what can be related to the resistivity of FeCo₂V, which is about an order of magnitude higher than in the FeCo alloy. FeCo alloys did not show any problem during processing, although addition of vanadium increased by 100% the mechanical strength of the molded parts. Considering the costs, there is an indication that, by using elemental powders, one step of the fabrication process could be eliminated. In conclusion, the use of elemental powders, besides being 50 % cheaper than the pre-alloyed FeCo or FeCo₂V powders, also enable the use of a less costly processing route. It was also shown that all analyzed parameters do have an influence on the final properties of the alloys, and therefore, it is important to adequate the processing route to the properties required in each particular application.

Key words: Powder injection molding. Soft magnetic alloys. FeCo based alloys

Sumário

| | | |
|-----------|---|-----------|
| 1. | Introdução | 2 |
| 2. | Objetivos | 4 |
| | 2.1. Objetivos específicos | 4 |
| 3. | Revisão da literatura..... | 6 |
| | 3.1. Materiais magnéticos moles à base de Fe e Co..... | 6 |
| | 3.1.1. Aplicações para as ligas à base de FeCo..... | 16 |
| | 3.2. Processamento via moldagem de pós por injeção | 17 |
| | 3.2.1. Os pós metálicos | 21 |
| | 3.2.2. Mistura para injeção..... | 23 |
| | 3.2.3. Moldagem por injeção..... | 24 |
| | 3.2.4. Extração do ligante..... | 25 |
| | 3.2.5. Sinterização..... | 28 |
| 4. | Materiais e Métodos..... | 32 |
| | 4.1. Processamento | 32 |
| | 4.1.1. Materiais utilizados | 32 |
| | 4.1.2. Preparação da massa de injeção..... | 35 |
| | 4.1.3. Injeção das peças..... | 36 |
| | 4.1.4. Extração química dos ligantes por solvente | 37 |
| | 4.1.5. Extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo..... | 37 |
| | 4.1.6. Extração termoquímica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla | 39 |
| | 4.2. Métodos de caracterização | 40 |
| | 4.2.1. Caracterizações preliminares | 40 |
| | 4.2.2. Propriedades elétricas | 42 |
| | 4.2.3. Propriedades magnéticas..... | 43 |
| | 4.2.4. Propriedades mecânicas | 45 |
| 5. | Resultados e discussões | 46 |
| | 5.1. Caracterizações preliminares | 46 |
| | 5.1.1. Densidade das misturas para injeção | 46 |
| | 5.1.2. Retração dimensional | 46 |
| | 5.1.3. Densidade das amostras sinterizadas | 48 |
| | 5.1.4. Análise microestrutural | 51 |
| | 5.1.5. Análise térmica..... | 55 |
| | 5.2. Propriedades elétricas..... | 57 |
| | 5.3. Propriedades magnéticas | 59 |
| | 5.3.1. Material referência (2V Permendur) | 59 |
| | 5.3.2. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo...60 | |
| | 5.3.3. Rota de extração térmica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla..72 | |

| | |
|--|-----------|
| 5.4. Propriedades mecânicas..... | 76 |
| 5.4.1. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo... | 76 |
| 5.4.2. Rota de extração térmica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla.. | 79 |
| 6. Estudo de Caso: Processamento de ligas à base de FeCo via MPI para aplicação em válvulas magnéticas de motores a diesel..... | 81 |
| 6.1. A aplicação..... | 81 |
| 6.2. Materiais analisados..... | 82 |
| 6.3. Resultados obtidos..... | 83 |
| 6.3.1. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo... | 83 |
| 6.3.2. Rota de extração térmica com oxidação e sinterização em forno mufla..... | 88 |
| 6.4. Conclusões do estudo de caso | 91 |
| 7. Conclusões | 93 |
| 8. Sugestões de trabalhos futuros..... | 95 |
| 9. Referências | 96 |
| 10. Apêndice – Definições de algumas propriedades magnéticas..... | 99 |

Lista de Figuras

| | |
|---|----|
| Figura 2.1 – Análises realizadas no presente trabalho..... | 5 |
| Figura 3.1 – O momento magnético do ferro e cobalto nas ligas binárias $Fe_{1-x}Co_x$ e a saturação de magnetização das ligas em função da composição. (Sourmail, 2005) | 7 |
| Figura 3.2 - Indução de saturação do ferro com diferentes elementos de liga (Metals Handbook, 1985). | 8 |
| Figura 3.3 - Permeabilidade magnética do ferro com o acréscimo do elemento cobalto (Bozorth, 1951). | 9 |
| Figura 3.4- Diagrama de fases do sistema ferro/cobalto (Sourmail, 2005). | 11 |
| Figura 3.5 - Estruturas formadas nas ligas à base de FeCo..... | 11 |
| Figura 3.6 - Momento de saturação em função da temperatura para liga ordenada (linha cheia) e desordenada (linha tracejada) (CLEGG e BUCKLEY, 1973)..... | 12 |
| Figura 3.7 - Resistividade da liga FeCo em função da adição de elemento de liga (Chen, 1977). | 13 |
| Figura 3.8 - Diagrama de fases do sistema ferro, cobalto e vanádio (Martin e Geisler, 1952)... | 13 |
| Figura 3.9 - Exemplos de peças fabricadas pelo processo MPI (GERMAN, 2003). | 18 |
| Figura 3.10 – Funcionamento da válvula magnética da bomba de injeção (Bosch CD-ROM, 1999). | 20 |
| Figura 3.11 – Peça de FeCo2V componente da válvula magnética pertencente a bombas de injeção. | 20 |
| Figura 3.12 - Determinação da fração volumétrica de sólidos crítica. (GERMAN e BOSE, 1997). | 24 |
| Figura 3.13 - Material após a extração total do ligante e após formação dos primeiros contatos entre as partículas. | 26 |
| Figura 3.14 –Mecanismo de oxidação nas ligas de FeCo2V (SUNDAR e DAVI, 2004)..... | 27 |
| Figura 4.1 – Pós elementares e pré-ligados utilizados para produção das amostras. | 33 |
| Figura 4.2 – Corpos de prova processados via MPI..... | 36 |
| Figura 4.3 - Ciclo de ETP e sinterização em FV..... | 38 |
| Figura 4.4 – Ciclo com tratamento térmico de resfriamento otimizado. | 38 |
| Figura 4.5 - Ciclo de ETO e sinterização em FM..... | 39 |
| Figura 4.6 - Equipamento utilizado para análise de resistividade. | 42 |
| Figura 4.7 - Bobinamento primário e secundário para caracterização magnética. | 43 |
| Figura 4.8 - Equipamento traçador de curvas de histerese e magnetização. | 43 |
| Figura 5.1 – Anéis após o processamento com diferentes rotas e tipos de pó. | 47 |

| | |
|--|----|
| Figura 5.2 - Corpos de prova de tração de FeCo (a) e FeCo2V (b)..... | 48 |
| Figura 5.3 – Resultados de densidade das amostras processadas nas rotas ETP e ETP+FV. | 49 |
| Figura 5.4 – Densidade das peças processadas pela rota ETO+FM..... | 50 |
| Figura 5.5 - Micrografias das ligas à base de FeCo sinterizadas (Sem ataque, aumento de 500x). | 51 |
| Figura 5.6 - Micrografias das ligas à base de FeCo sinterizadas (Ataque Marble, aumento de 500x). | 52 |
| Figura 5.7 – Micrografia do material fundido referência para o processo MPI..... | 53 |
| Figura 5.8 – Segunda fase encontrada nas amostras de FeCo2V processada com pós elementares..... | 54 |
| Figura 5.9 – Análise térmica diferencial das ligas de FeCo e FeCo2V..... | 55 |
| Figura 5.10 – Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETP+FV. | 57 |
| Figura 5.11 - Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETP..... | 58 |
| Figura 5.12 - Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETO+FM. | 58 |
| Figura 5.13 – Curva de histerese e laço BH obtidos para o material referência. | 59 |
| Figura 5.14 - Permeabilidade máxima relativa em função do campo induzido para o material referência..... | 60 |
| Figura 5.15 – Curvas de histerese de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 0,05 Hz. | 61 |
| Figura 5.16 – Laço BH de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 17 Hz. | 61 |
| Figura 5.17 – Permeabilidade de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 0,05 Hz. | 61 |
| Figura 5.18 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 17 Hz. | 61 |
| Figura 5.19 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 63 |
| Figura 5.20 – Indução de saturação das amostras processadas na rota ETP+FV. | 64 |
| Figura 5.21 - Coercividade das amostras processadas na rota ETP+FV. | 64 |
| Figura 5.22 – Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 65 |
| Figura 5.23 - Ligas processadas via ETP, frequência de análise 0,05 Hz. | 66 |
| Figura 5.24 - Ligas processadas via ETP, frequência de análise 17 Hz. | 66 |
| Figura 5.25 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP, frequência de análise 0,05 Hz. | 66 |
| Figura 5.26 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP, frequência de análise 17 Hz. | 66 |
| Figura 5.27 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP. | 68 |
| Figura 5.28 - Indução de saturação das amostras processadas na rota ETP. | 69 |

| | |
|--|----|
| Figura 5.29 - Coercividade das amostras processadas na rota ETP..... | 69 |
| Figura 5.30 - Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETP. | 70 |
| Figura 5.31 - Ligas de FeCo e FeCo ₂ V com e sem TTO de resfriamento..... | 71 |
| Figura 5.32 - Permeabilidade das ligas de FeCo ₂ V e FeCo, com e sem TTO de resfriamento. | 71 |
| Figura 5.33 - Ligas processadas via ETO+FM, freqüência de análise 0,05 Hz. | 72 |
| Figura 5.34 - Ligas processadas via ETO+FM, freqüência de análise 17 Hz. | 72 |
| Figura 5.35 - Permeabilidade de ligas processadas via ETO+FM, freqüência de análise 0,05 Hz..... | 73 |
| Figura 5.36 - Permeabilidade de ligas processadas via ETO+FM, freqüência de análise 17 Hz. | 73 |
| Figura 5.37 - Permeabilidade das amostras processadas na rota ETO+FM. | 74 |
| Figura 5.38 - Indução de saturação das amostras processadas na rota ETO+FM..... | 75 |
| Figura 5.39 - Coercividade das amostras processadas na rota ETO+FM. | 75 |
| Figura 5.40 – Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETO+FM..... | 76 |
| Figura 5.41 – Tensão máxima e de escoamento das amostras processadas na rota ETP+FV.. | 77 |
| Figura 5.42 – Deformação específica das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 78 |
| Figura 5.43 – Tensão máxima e de escoamento de amostras no estado pré-sinterizado e sinterizado, na rota ETP+FV..... | 79 |
| Figura 5.44 – Tensão máxima e de escoamento de amostras submetidas à rota ETO+FM..... | 80 |
| Figura 5.45 - Deformação específica obtida para as ligas processadas na rota ETO+FM. | 80 |
| Figura 6.1 – Localização da peça de FeCo ₂ V na bomba de injeção (Bosch CD-ROM, 1999). . | 81 |
| Figura 6.2 - Densidade das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 83 |
| Figura 6.3 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETP+FV. | 84 |
| Figura 6.4 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 84 |
| Figura 6.5 – Coercividade das amostras processadas na rota ETP+FV. | 85 |
| Figura 6.6 – Resistividade das amostras processadas na rota ETP+FV..... | 85 |
| Figura 6.7 – Dureza das amostras processadas pela rota ETP+FV..... | 86 |
| Figura 6.8 – Densidade das amostras processadas na rota ETP..... | 86 |
| Figura 6.9 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETP..... | 87 |
| Figura 6.10 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP. | 87 |
| Figura 6.11 – Coercividade das amostras processadas na rota ETP. | 87 |
| Figura 6.12 – Resistividade das amostras processadas na rota ETP..... | 88 |
| Figura 6.13 – Densidade das amostras processadas na rota ETO+FM. | 88 |
| Figura 6.14 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETO+FM. | 89 |

Figura 6.15 – Permeabilidade relativa das amostras processadas na rota ETO+FM.89

Figura 6.16 – Coercividade das amostras processadas na rota ETO+FM.90

Figura 6.17 – Resistividade elétrica das amostras processadas na rota ETO+FM.....90

Figura 6.18 – Dureza das amostras processadas na rota ETO+FM.....90

Figura 10.1 – Curva de histerese ou laço BH..... 100

Lista de Tabelas

Tabela 3.1 – Propriedades magnéticas de ligas à base de FeCo..... 14

Tabela 3.2 – Valores obtidos da literatura para propriedades mecânicas de ligas à base de FeCo..... 14

Tabela 3.3 – Energia de formação dos óxidos de ferro e cobalto (SUNDAR e DEEVI, 2004). .27

Tabela 4.1 – Pós metálicos estudados no processamento via MPI.....32

Tabela 4.2 – Custo dos pós elementares e pré-ligados.33

Tabela 4.3 – Materiais poliméricos da massa de injeção.34

Tabela 4.4 – Propriedades magnéticas medidas pelo fabricante do material de referência Permendur 2V após tratamento térmico.....34

Tabela 4.5 – Composição química dos pós e do material de referência fundido.35

Tabela 4.6- Carga metálica das misturas.....35

Tabela 4.7 – Parâmetros de injeção.37

Tabela 5.1 – Densidade das misturas de injeção.....46

Tabela 5.2 – Contração dimensional das ligas ao final do processamento MPI.47

Tabela 5.3 – Densidade das amostras sinterizadas de FeCo e FeCo₂V.....48

Tabela 5.4 – Densidade da liga fundida usada como referência.48

Tabela 5.5 – Percentual atômico de elementos formadores das ligas.....53

Tabela 5.6 – Temperatura de transição de fases das ligas de FeCo elementar e FeCo₂V pré-ligado.....56

Tabela 5.7 – Resistividade das ligas estudadas.....57

Tabela 5.8 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas do material referência.....60

Tabela 5.9 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas obtidas na rota ETP+FV. .62

Tabela 5.10 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas obtidas na rota ETP.....67

Tabela 5.11 – Resultados obtidos com e sem o tratamento térmico de resfriamento.....71

Tabela 5.12 – Média e desvio padrão de propriedades magnéticas obtidas na rota ETO+FM. 73

Tabela 5.13 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETP+FV.77

Tabela 5.14 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETP.....78

Tabela 5.15 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETO+FM.79

Lista de Abreviações

MPI – Moldagem de pós por injeção
MMM – Materiais magnéticos moles
MEV – Microscópio eletrônico de varredura
MO – Microscopia ótica
ATD - Análise térmica diferencial
DC – Corrente elétrica contínua
AC – Corrente elétrica alternada
ELE - Pós elementares
PRE - Pós pré-ligados
ETP – Extração térmica com pré-sinterização
FV – Sinterização em forno a vácuo
ETO – Extração térmica com atmosfera oxidante
FM – Sinterização em forno mufla
TTO - Tratamento térmico
Mat. Ref. – Material de referência fundido
Máx - Máximo

1. Introdução

A liga de FeCo consegue aliar a mais alta saturação magnética e temperatura de Curie, em conjunto com alta permeabilidade e baixa coercividade (Sourmail, 2005). Esta liga, na forma fundida, vem sendo estudada desde 1929, quando foi patenteada por Elmen e Arnold, porém não obteve sucesso devido à impossibilidade de processamento através da laminação. White e Wahl (1932) descobriram que adicionado 2% de vanádio, a composição da liga fundida FeCo, tornava a liga passível de ser processada por laminação a frio após a fundição. Mais tarde foi descoberto que além de aumentar a ductilidade da liga, o elemento vanádio também aumentava significativamente a resistividade elétrica. Por estas razões, a liga de FeCo₂V, conhecida comercialmente por Permendur, tornou-se mais importante dentre as ligas à base de FeCo (CHEN, 1977).

As ligas à base de FeCo são utilizadas em aplicações onde é necessário um alto fluxo magnético. Dentre essas aplicações, está a válvula magnética de sistemas de injeção automotivos. Esta aplicação motivou o presente estudo, realizado em parceria com a empresa Steelinject S.A, fabricante de um componente da válvula magnética através do processo de moldagem de pós por injeção (MPI). O componente inicialmente era fabricado a partir da usinagem de um material sólido, utilizando a liga de FeCo₂V (Permendur), porém foi alterado o processo de produção do componente para o processo MPI. O processo MPI é caracterizado pela possibilidade de produzir peças de pequeno porte, com geometria complexa, no seu formato final, sem a necessidade de conformação ou usinagem, tornando a produção mais econômica. Entretanto, quando a mudança de processo se torna uma vantagem econômica, pode ocorrer à mudança de processo de fabricação, sem o estudo do material que melhor se adapta para o novo processamento, ocorrendo apenas uma transferência da liga utilizada anteriormente para o novo processo, sem que ocorra uma engenharia dos materiais.

No processo MPI, as peças são fabricadas a partir de um material na forma de pó. Esse pó é misturado a polímeros, e injetado em um molde para que tome a forma desejada. Em

seguida, o polímero é extraído, e a etapa seguinte de sinterização, confere à peça as propriedades finais por meio de difusão no estado sólido. Por ser uma técnica complexa, são muitas as variáveis durante o processamento que irão levar a mudanças nas propriedades finais. Portanto, o entendimento do comportamento de cada material em todas as etapas do processo MPI é necessário, no intuito de diminuir custos de produção e tempo de desenvolvimento, mas por ser uma técnica relativamente nova, não foram encontrados na literatura científica estudos sobre o processamento de ligas à base de FeCo. Assim, para esta pesquisa, foi proposto o desenvolvimento do processamento das ligas à base de FeCo na técnica de MPI, visando obter vantagens técnicas e econômicas em relação a outros processos de fabricação. Além disso, como o processo MPI permite a produção de peças sem que haja deformação plástica, foi vislumbrada a possibilidade de obter peças de FeCo sem o terceiro elemento. A presente pesquisa está apresentada em dez capítulos, conforme seqüência a seguir:

Capítulo 1 – Introdução sobre os assuntos relacionados ao tema;

Capítulo 2 – Apresentações dos objetivos da pesquisa;

Capítulo 3 - Revisão da literatura;

Capítulo 4 – Materiais e métodos aplicados para a realização da pesquisa;

Capítulo 5 – Resultados obtidos e discussões;

Capítulo 6 - Estudo de caso: processamento de ligas à base de FeCo via MPI para aplicação em válvulas magnéticas de motores a diesel;

Capítulo 7 – Conclusões;

Capítulo 8 – Sugestões para trabalhos futuros;

Capítulo 9 – Referências bibliográficas;

Capítulo 10 – Apêndice.

Esta dissertação contou com recursos do projeto FINEP de desenvolvimento de ligas da Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC juntamente com a Steelinject S.A, de Caxias do Sul, Rio Grande do Sul.

2. Objetivos

Avaliar os métodos de processamento e o seu impacto nas propriedades das ligas à base de FeCo obtidas através da técnica de moldagem de pós por injeção.

2.1. *Objetivos específicos*

Os objetivos específicos apresentados a seguir foram delineados almejando alcançar o objetivo principal, tendo sempre como objetivo secundário, analisar os custos relativos de processamento e material.

- Estudo da influência da adição do elemento vanádio na liga à base de FeCo quando processada via MPI;
- Estudo das ligas formadas a partir de pós na forma elementar e pós na forma pré-ligada, para verificar a influência do gradiente de composição química na etapa de sinterização;
- Estudo da rota mais adequada de extração térmica de ligantes e sinterização:
 - a) Primeira rota analisada - extração térmica com pré-sinterização (ETP) seguida de sinterização em forno a vácuo (FV) e sinterização com tratamento térmico de resfriamento (TTO);
 - b) Segunda rota analisada - extração térmica com atmosfera oxidante (ETO) seguida de sinterização em forno mufla (FM) com atmosfera redutora.
- Caracterização de material comercial fundido visando uma comparação com as ligas obtidas a partir do processamento MPI;
- Caracterização das seguintes propriedades:
 - a) Caracterizações preliminares – *densidade, porosidade, tamanho de grão, composição química e transformação de fases.*

- b) Propriedades magnéticas com freqüência de 0,05 Hz e 17 Hz - *permeabilidade, indução magnética, coercividade e perdas magnéticas*;
- c) Propriedades mecânicas - *tensão de escoamento, tensão de resistência máxima e deformação específica*.
- d) Propriedade Elétrica - *resistividade*.

Na Figura 2.1 é apresentado um fluxograma para melhor visualização dos objetivos específicos analisados.

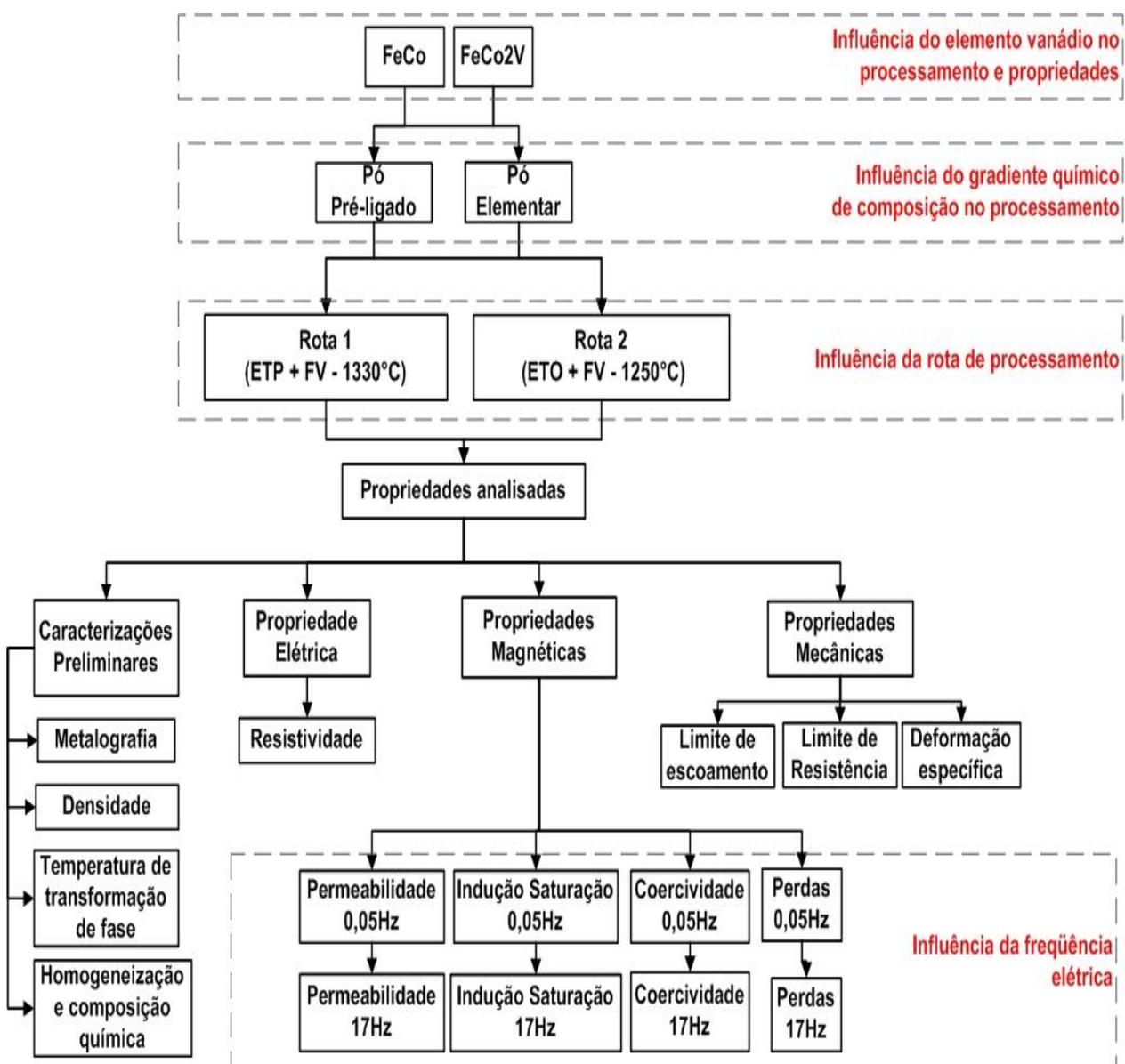


Figura 2.1 – Análises realizadas no presente trabalho.

3. Revisão da literatura

3.1. *Materiais magnéticos moles à base de Fe e Co*

Uma classe importante na indústria dos materiais ferromagnéticos são os materiais magnéticos moles (MMM), entre os quais estão o ferro e o cobalto. Para esses materiais o campo externo necessário para magnetizar e desmagnetizar o material é baixo e por esse motivo são chamados de moles. Um MMM pode ser utilizado como amplificador e/ou direcionador do campo magnético em uma variedade de dispositivos, incluindo transformadores, geradores, e motores usados na geração e distribuição de energia elétrica, em vários aparatos, desde aparelhos domésticos até equipamentos científicos. As aplicações para esses materiais dividem-se em duas categorias: as aplicações AC e DC. Nas aplicações DC, o material será magnetizado para realizar uma operação e desmagnetizado ao final da operação. Nas aplicações AC, o material sofrerá ciclos contínuos de magnetização de um sentido para outro no período de operação. Portanto, a funcionalidade dos MMM será definida por sua permeabilidade, propriedade importante tanto em aplicações AC quanto DC. Porém a relevância das outras propriedades magnéticas irá variar para cada aplicação. Para as aplicações AC, a eficiência dos materiais será definida pelas perdas magnéticas sofridas nos ciclos de magnetização. As perdas irão depender da frequência utilizada no ciclo de magnetização e das características do material magnético mole. O comportamento magnético de um material irá depender de vários fatores, como estrutura cristalina, tamanho de grão, tamanho de poro, morfologia, pureza, defeitos internos, resistividade elétrica e temperatura de trabalho. Por ser facilmente magnetizável e desmagnetizável os MMM podem ser usados em núcleos de transformadores, cabeçotes de gravação magnética, sensores de campo magnético, transdutores e blindagem magnética.

Os materiais magnéticos moles que se almeja obter neste trabalho, através do processamento via MPI, são as ligas de FeCo e FeCo₂V. O ferro é um elemento abundante na crosta terrestre e muito utilizado em aplicações magnéticas, pois, além de ser um elemento

barato, possui o mais alto valor de saturação magnética entre todos os elementos, 2,2 Tesla. O cobalto possui o segundo maior valor, porém, devido ao seu alto custo as ligas formadas com este elemento são caras e são utilizadas apenas em aplicações que necessitam de propriedades magnéticas específicas, tais como alto valor de saturação, alta temperatura de Curie. O vanádio, quando acrescentado em pequenas quantidades aos aços, tem a finalidade de inibir crescimento de grãos e formar carbeto, resultando em um aumento da resistência mecânica. Com a combinação dos dois elementos, ferro e cobalto, forma-se um material ferromagnético mole que possui o mais alto valor de saturação magnética entre todos os materiais, além de apresentar um alto valor de temperatura de Curie. Porém, esta liga possui é frágil, o que dificulta a realização de operações de conformação. Na Figura 3.1 está apresentado o momento magnético do ferro e cobalto nas ligas binárias $Fe_{1-x}Co_x$ com diferentes composições e a saturação de magnetização em função da composição. A linha reta indica os valores para os elementos puros. A linha curva indica o aumento da magnetização de saturação quando há a formação de solução sólida devido a um aumento do momento do Fe. (Sourmail, 2005).

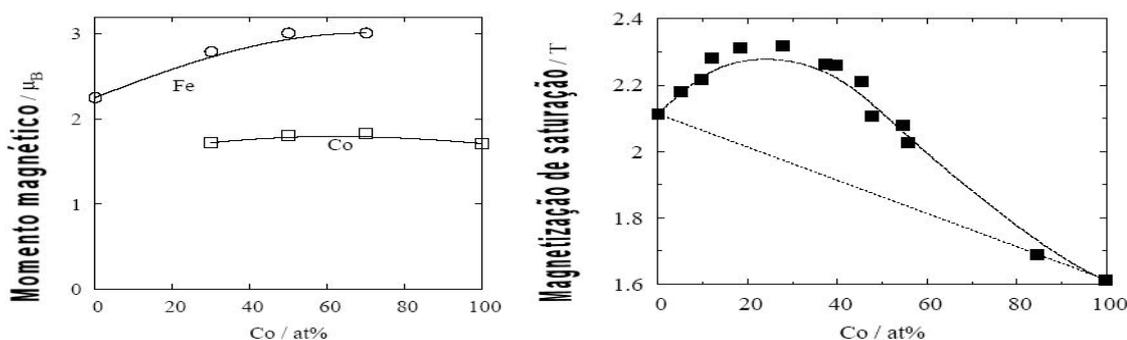


Figura 3.1 – O momento magnético do ferro e cobalto nas ligas binárias $Fe_{1-x}Co_x$ e a saturação de magnetização das ligas em função da composição. (Sourmail, 2005)

A liga de FeCo na forma fundida vem sendo objeto de estudo desde 1920, quando foi descoberto por Elmen e Arnold. Porém, a liga não obteve sucesso comercial devido à fragilidade do material. Entretanto, vários outros estudos foram iniciados na tentativa de encontrar soluções para obtenção de peças de FeCo a partir dos processos convencionais de fundição e laminação. A revisão a seguir diz respeito, na maior parte, a resultados obtidos para

as ligas à base de Fe e Co fundidas e não sinterizadas, entretanto, não tira a validade da revisão, pois, o objetivo é justamente que as peças produzidas via MPI alcancem as propriedades das peças produzidas convencionalmente.

Na Figura 3.2 é apresentada a indução de saturação do ferro quando solubilizado com diferentes elementos, mostrando que os mais altos valores de saturação são obtidos com a adição de até 60% de cobalto, sendo a composição de Fe-37Co a maior.

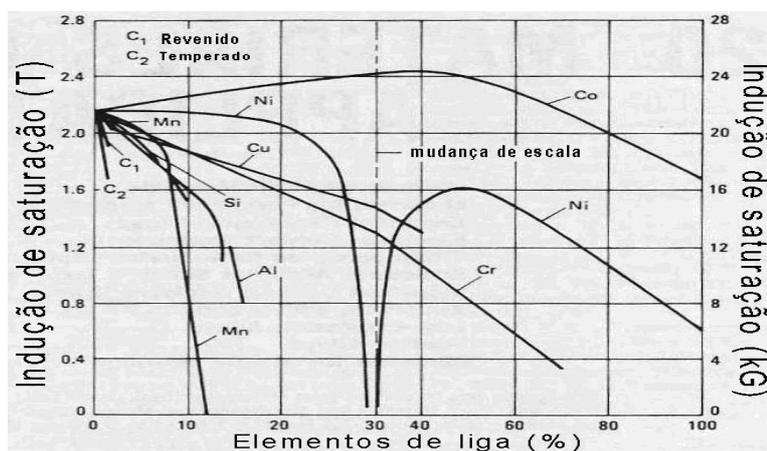


Figura 3.2 - Indução de saturação do ferro com diferentes elementos de liga (Metals Handbook, 1985).

Segundo Fiorillo (2004), a composição química irá determinar os valores das propriedades magnéticas intrínsecas, como a magnetização de saturação, constante de anisotropia magnética e magnetostricção, o que, por sua vez, irá afetar o processo de magnetização devido à relação com a estrutura e microestrutura do material, como tamanho de grão, defeitos na rede e fases distintas. Por ser uma propriedade intrínseca do material, é comum afirmar que a indução de saturação independe da microestrutura, porém pequenas variações foram observadas por Fingers e Kozlowski (1997). Para uma mesma liga de FeCo-2V-0,3Nb submetida a diferentes condições de tratamento térmico observou-se uma variação de 0,06T com o aumento do tamanho de grão. Porém a pequena variação observada pode ser devida a erros típicos de medida e segundo Sourmail (2005), há estimativas de que esses erros podem alcançar 0,1T. Além disso, é importante observar que a adição de um terceiro elemento leva à diminuição da indução de saturação devido ao efeito de diluição e/ou pela precipitação de partículas não-magnéticas, que podem ocorrer durante o tratamento térmico.

Elmen (1926) demonstrou que a alta permeabilidade persiste mesmo à alta densidade de fluxo magnético, e que os maiores valores de permeabilidade associados a um alto valor de magnetização de saturação são obtidos para a liga FeCo, conforme mostrado na Figura 3.3. Esta característica torna a liga um grande potencial para aplicações, onde os materiais magnéticos moles são necessários. Apesar do grande potencial, surpreendentemente Sourmail (2005) em sua revisão sobre ligas à base de FeCo cita que existem poucos estudos reportando diretamente a permeabilidade inicial e máxima de ligas à base de FeCo.

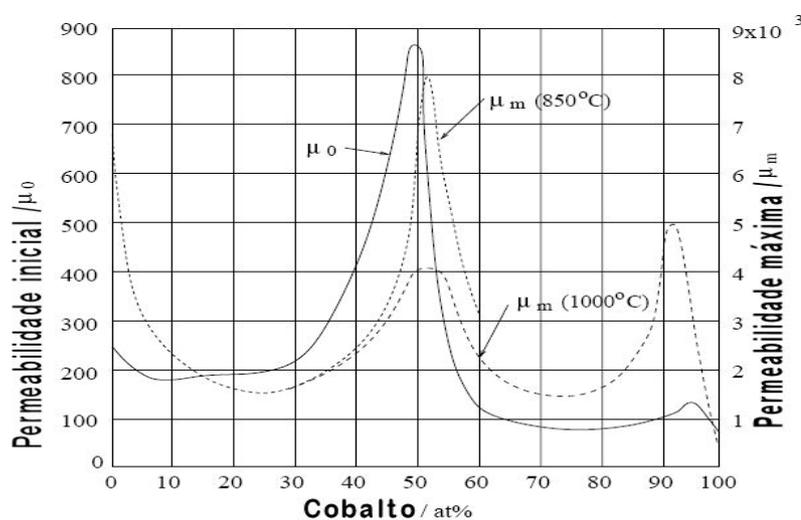


Figura 3.3 - Permeabilidade magnética do ferro com o acréscimo do elemento cobalto (Bozorth, 1951).

Outra propriedade significativa para os materiais magnéticos moles é a coercividade, pois é um parâmetro importante relacionado às baixas perdas magnéticas. Essa propriedade é influenciada pela microestrutura e, portanto, será afetada pela maior parte dos defeitos, como discordâncias, contorno de grão e precipitados. Quanto menor o grau de impurezas e defeitos na liga, melhores serão as propriedades magnéticas obtidas. De acordo com Chen (1977), defeitos pontuais não exercem efeitos detectáveis nas duas mais importantes propriedades sensíveis à microestrutura que são a coercividade e permeabilidade. Quando os defeitos pontuais são convertidos em discordâncias em hélice, poros, bolhas de gás ou inclusão de partículas, eles efetivamente deterioram as propriedades dos materiais magnéticos moles. Ainda segundo, nos vários estudos realizados com as ligas à base de Fe e Co, na forma fundida e laminada foram observados que, considerando os defeitos de rede, as discordâncias

são as que mais afetam as propriedades magnéticas. Isto acontece, em parte, porque geralmente esses defeitos estão presentes em grandes quantidades nos materiais laminados, e, em parte, porque os campos de forças associados com as discordâncias têm interações importantes com as paredes de domínios, causando mudanças no processo de magnetização devido ao movimento das paredes. É interessante observar que o defeito de rede que mais afeta as ligas produzidas via fusão e laminação, não terá grande influência nas ligas sinterizadas, pois, como será visto adiante, as peças não sofrem deformação no processo de MPI e, portanto, não haverá formação considerável de discordâncias. Porém, dependendo do ciclo térmico aplicado, haverá a formação de grande quantidade de contornos de grão. O efeito dos contornos internos no processo de magnetização pode ser examinado sob dois aspectos: A existência de um contorno significa que há uma mudança na direção do vetor de magnetização em regiões adjacentes ao contorno e o grau de mudança depende da falta de orientação do contorno. O segundo efeito do contorno está na distribuição e movimentação das paredes de domínio. Se o contorno estiver relativamente livre de impurezas, ele pode não ser capaz de romper uma parede de domínio. Além de defeitos, o estado de ordenamento terá influência na coercividade, sendo que no estado desordenado esta propriedade é maior do que no estado ordenado (Yu, 2000).

O diagrama de fases binárias para o sistema FeCo, apresentado na Figura 3.4, tem sido objeto de estudo detalhado desde 1941 (Ellis e Greiner apud Sourmail, 2005). Em 1975, outro estudo foi realizado por Normanton et al (apud Sourmail, 2005), e, mais recentemente, por Ohnuma et al (2002 apud Sourmail, 2005). Conforme mostrado na Figura 3.4, o ferro e o cobalto, próximos à composição equiatômica, possuem intersolubilidade, e tenderão a formar solução sólida desordenada com estrutura do tipo cúbica de face centrada - CFC (γ) a temperaturas elevadas.

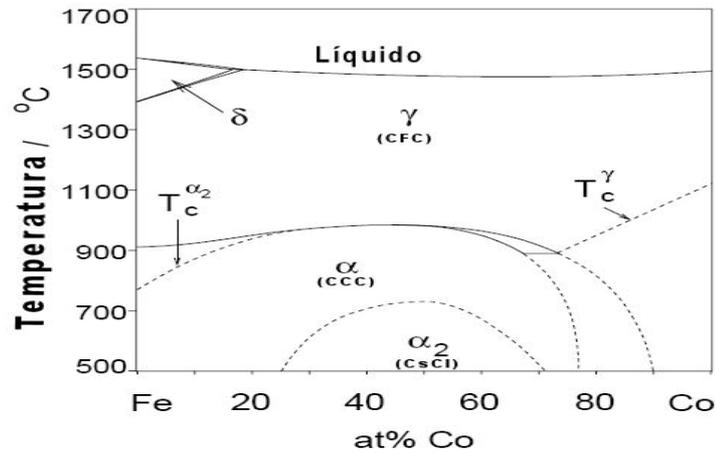


Figura 3.4- Diagrama de fases do sistema ferro/cobalto (Sourmail, 2005).

Na faixa de temperaturas entre 980°C e 730°C, a liga existe na forma de solução sólida desordenada com estrutura cúbica de corpo centrado - CCC (α). Na temperatura de 730°C a liga apresenta uma transformação de segunda ordem com mudança na estrutura saindo da solução sólida α e sofrendo um ordenamento atômico para formar uma estrutura do tipo CsCl - cloreto de césio (α_2), conforme ilustra a Figura 3.5. Se as ligas de FeCo ou FeCo₂V são resfriadas a partir da região $\gamma + \alpha$, a fase gama irá sofrer uma transformação martensítica para a fase CCC, a qual tem sido reportada como α' (SOURMAIL, 2005).

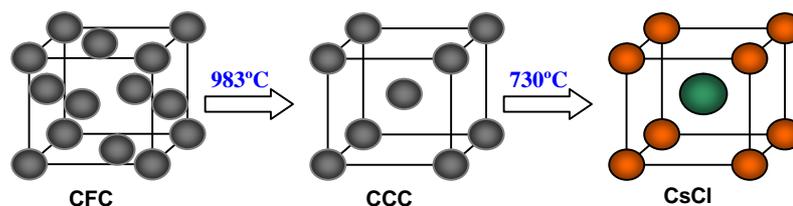


Figura 3.5 - Estruturas formadas nas ligas à base de FeCo.

Entende-se por ordenamento quando os espaços da rede estão agrupados em subredes, e cada um está ocupado predominantemente por uma espécie de átomo e estas ligas são comumente chamadas de superestruturas. Na liga FeCo a estrutura CCC pode ser determinada em duas redes cúbicas simples, α e β interpenetradas. Segundo Chen (1986), o ordenamento da fase α na proximidade de 50% de cobalto, somado a presença de impurezas como carbono, oxigênio, e hidrogênio tende a tornar a liga frágil. Portanto, as propriedades mecânicas e magnéticas são sensíveis ao tratamento térmico aplicado e também à pureza da liga. A transição de ordem-desordem em ligas magnéticas é importante: o ordenamento

químico ou atômico é o ordenamento magnético e ambos são fenômenos cooperativos, caracterizados por uma temperatura crítica definida, e ambos são controlados por interações entre átomos e spins. Muitos métodos têm sido usados para correlacionar as mudanças das propriedades em função da transição de ordem-desordem. Medidas do momento de saturação de ligas FeCo realizadas por Clegg e Buckley (1973) mostram um aumento de 4% após ordenamento (Figura 3.6). Os mesmos autores mostram também que a liga de FeCo apresenta transição de ordem-desordem que não pode ser suprimida por uma taxa de resfriamento menor que 4000°C/s, valor não praticável em escala industrial. Portanto, a liga de FeCo estará normalmente no seu estado ordenado.

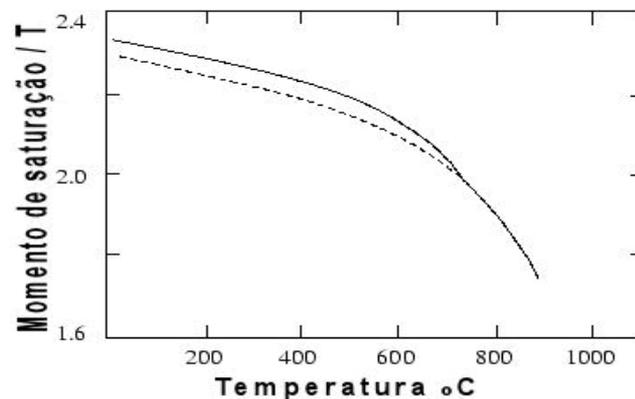


Figura 3.6 - Momento de saturação em função da temperatura para liga ordenada (linha cheia) e desordenada (linha tracejada) (CLEGG e BUCKLEY, 1973).

O ordenamento da liga de FeCo causa dois problemas sérios na tentativa de converter a liga fundida em um material magnético funcional: O primeiro é a considerável redução da resistividade; e o segundo é o aumento da fragilidade do material (CHEN, 1961). Para resolver a questão da liga fundida de FeCo, White e Wahl (1932), doparam a liga com outros elementos para tentar diminuir a fragilidade, sem alterar as propriedades magnéticas da liga. O resultado encontrado foi de que o vanádio aumenta a ductilidade da liga, possibilitando a laminação. Além de afetar a ductilidade, o vanádio, foi o elemento que apresentou o melhor resultado para o aumento da resistividade, como apresentado na Figura 3.7.

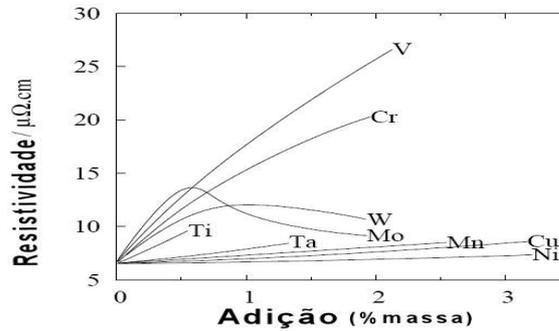


Figura 3.7 - Resistividade da liga FeCo em função da adição de elemento de liga (Chen, 1977).

Após encontrar estes resultados foi proposta a liga ternária de FeCo2%V, a qual recebeu o nome comercial de Permendur. Por ter possibilitado a comercialização por processos convencionais, a vasta maioria de trabalhos publicados até esta data diz respeito às ligas de FeCo2V e suas variantes, em vez de ligas binárias ou outro sistema ternário. Além do aumento da resistividade, o vanádio modifica a forma do diagrama da liga FeCo, conforme mostrado na Figura 3.8, uma mudança da temperatura de transição de CFC (γ) para CCC (α) para aproximadamente 880°C, e uma expansão do campo ($\alpha + \gamma$). A temperatura crítica para a transformação de ordem-desordem ($\alpha \leftrightarrow \alpha_1$) é diminuída para aproximadamente 700°C quando a liga possui 2% de vanádio e a região ($\alpha + \alpha_1$) aumenta (CHEN, 1977). Este conhecimento é importante no momento da decisão do ciclo térmico empregado na produção de peças devido às diferenças quando o terceiro elemento é adicionado à liga.

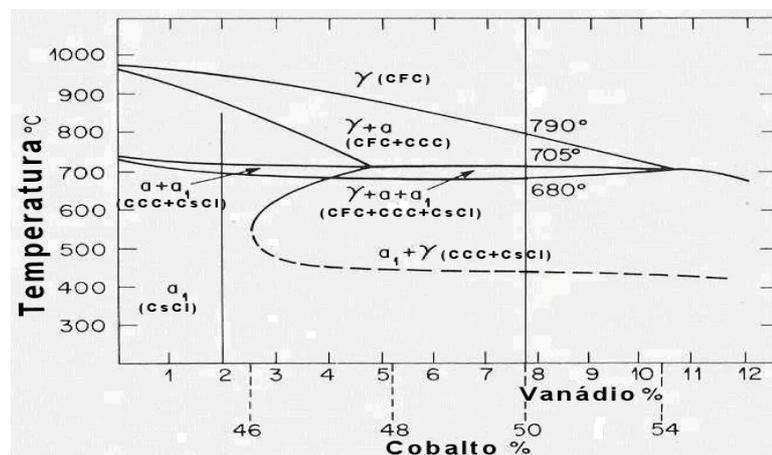


Figura 3.8 - Diagrama de fases do sistema ferro, cobalto e vanádio (Martin e Geisler, 1952).

Tradicionalmente a liga de FeCo2V é produzida por laminação a quente acima da temperatura de transição de $\alpha \rightarrow \gamma$, seguido por um recozimento a 850°C e então rapidamente

resfriado até a temperatura ambiente (CHEN, 1977). Segundo Chin & Wernick (1986), para desenvolver o melhor comportamento magnético mole da liga fundida, o tratamento térmico final consiste em recozer a liga abaixo da transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ e acima da temperatura de ordenamento e, portanto, a aproximadamente 850°C. Esse tratamento serve para as ligas com e sem o elemento vanádio.

As propriedades requeridas nos materiais magnéticos moles irão variar de acordo com cada aplicação. Uma propriedade importante para definição da aplicação desses materiais é valor da resistividade elétrica. Essa propriedade terá um papel fundamental quando o material for utilizado em aplicações em alta frequência, onde, precisa ter baixas perdas magnéticas. A liga binária FeCo ordenada possui baixo valor de resistividade, mas com a adição do vanádio, esse valor pode aumentar em até uma ordem de grandeza. Valores das propriedades magnéticas das ligas de FeCo2V encontrados na literatura, no estado fundido e sinterizado; estão listados na Tabela 3.1. Os valores para a liga FeCo são difíceis de serem apresentados, pois muitas vezes os autores chamam de FeCo e, pelas propriedades apresentadas é possível identificar que na verdade a liga descrita é FeCo2V.

Tabela 3.1 – Propriedades magnéticas de ligas à base de FeCo.

| Propriedades/Material | Fe49Co2V | |
|--------------------------------|----------------------|--------------------------|
| | Fundido ¹ | Sinterizado ² |
| Densidade (g/cm ³) | 8,12 | >7,7 |
| Indução magnética (T) | 2,35 | 2,2 |
| Permeabilidade máx. | 4500 | 5200 |
| Coercividade (A/m) | 240 | 118 |
| Remanência (T) | 2,0 | 1,4 |
| Resistividade(μΩ.m) | 0,44 | 0,35 |

Fonte: ¹ Vacummschmelze, 2001; ²MPIF 35, 2000.

As propriedades mecânicas da liga assim como as propriedades magnéticas, irão variar bastante dependendo da composição e do tratamento térmico empregado. Os valores encontrados na literatura e apresentados na Tabela 3.2 foram obtidos após diferentes ciclos térmicos a partir de 850°C com resfriamento lento, portanto no estado ordenado.

Tabela 3.2 – Valores obtidos da literatura para propriedades mecânicas de ligas à base de FeCo.

| Material/ Propriedades | | Tensão máxima MPa | Tensão de escoamento (0,2%) MPa | Alongamento |
|------------------------|--------------------------|----------------------|------------------------------------|-------------|
| FeCo | Fundido ¹ | --- | ~300 | --- |
| Fe49Co2V | Fundido ² | 350 | 250 | 3% |
| | Sinterizado ³ | 207 | 138 | <1 |

Fonte: ¹ Sourmail, 2005; ² Vacummschmelze, 2001; ³MPIF 35, 2000.

A fase ordenada é freqüentemente classificada como frágil, enquanto a fase desordenada apresenta alguma ductilidade. A liga com o vanádio apresenta uma ductilidade maior, o que leva a hipótese de que o vanádio diminui o processo de ordenamento, criando um alto grau de ordem a curto alcance e permite que alguma ductilidade seja retida com um tratamento de resfriamento forçado (MARCINKOSWSKY, 1974 apud SOURMAIL, 2005). Para Stoloff e Davies (1964 apud SOURMAIL, 2005), a relação entre a mudança de resistência nos estados ordenado e desordenado esta relacionado com a transição entre deformação por discordância simples para deformação com discordância de superestruturas. Enquanto discordâncias simples encontram resistência com o ordenamento, as discordâncias de superestruturas não são sensíveis ao grau de ordenamento. Eymery et al (1974 apud SOURMAIL, 2005) e Grosbras (1976 apud SOURMAIL, 2005) propõem que uma concentração mais alta de lacunas são retidas devido ao resfriamento forçado na liga de FeCo2V do que na liga de FeCo, o que é causado pela alta interação entre as lacunas com o vanádio. Logo, a liga com maior quantidade de lacunas apresentaria uma facilidade maior de deslocamento de discordâncias. Em sua revisão sobre as ligas à base de FeCo, Sourmail (2005) cita que estudos reportam uma mudança no modo de deformação de escorregamento planar para ondulado com o ordenamento do sistema, o que estaria modificando as propriedades magnéticas e mecânicas. Porém, mais de 50 anos de investigações, até o momento não há uma concordância entre os pesquisadores sobre a influência da adição do vanádio na cinética de ordenamento. Existe uma tendência em associar a fragilidade com ordenamento e ductilidade com falta de ordenamento. Todavia, tem aumentado as evidências de que apenas essa afirmação não explica o fenômeno. Está claro que as ligas de FeCo são sensíveis à fratura intergranular, e que o vanádio impede a fratura intergranular por um mecanismo que

não está confirmado. Neste caso o material continua frágil no estado ordenado, onde a fratura é controlada por uma clivagem transgranular, enquanto é dúctil no estado desordenado.

As propriedades mecânicas e magnéticas estão relacionadas com a microestrutura do material. Porém, devido à reação de ordenamento a recristalização e crescimento de grão não seguem um comportamento padrão e, portanto, merecem atenção na definição do ciclo térmico de processamento (SOURMAIL, 2005). Davies e Stoloff (1964 apud SOURMAIL, 2005) reportaram uma diferença significativa do comportamento do crescimento do tamanho de grão abaixo e acima da temperatura crítica de ordenamento. Alguns pontos estão claramente entendidos, entretanto um número de questões continua sem consenso em diferentes áreas para as ligas à base de FeCo, principalmente para as ligas processadas via MPI, pois não foram encontradas publicações relacionando as condições de processamento MPI com as propriedades alcançadas, e que descrevam a otimização do processamento visando à melhoria das propriedades magnéticas, mecânicas ou elétricas.

3.1.1. Aplicações para as ligas à base de FeCo

As principais características da liga FeCo são seu alto valor de saturação magnética e o alto valor da temperatura de Curie. Um alto valor de saturação significa que é possível obter uma densidade de fluxo magnético grande, permitindo, por exemplo, uma redução no volume do material a ser empregado. A alta temperatura de Curie permite o uso do magnetismo em uma faixa de temperatura de trabalho maior. Segundo a norma técnica britânica BS IEC 60404-1(2000), ligas à base de FeCo comumente contém elementos de liga como vanádio, nióbio e cromo para o aumento da ductilidade, e podem ter as seguintes aplicações:

- Materiais isotrópicos: aplicações envolvendo altíssima polarização de magnetização em campos baixos ou médios tais como transformadores, relays, dispositivos eletromagnéticos ou eletromecânicos para equipamentos aeroespaciais ou aeronáuticos, membranas de telefone, pólos de eletromagnetos, lentes magnéticas.

- Materiais anisotrópicos: Amplificadores magnéticos altamente carregados e de menor tamanho e transformadores para propósito especiais.

Para aplicações à alta temperatura, a liga de FeCo₂V produzida convencionalmente apresenta uma desvantagem em relação à liga de FeCo, pois ocorre precipitação de segunda fase na liga de FeCo₂V, deteriorando as propriedades magnéticas. Neste sentido, Yu (2000) realizou um estudo para utilizar as vantagens da liga de FeCo em aplicações em alta temperatura. Ele produziu um compósito ao adicionar partículas de cerâmica ou fibra na liga de FeCo, por deposição eletroquímica. Com este estudo, o autor conseguiu desvincular as propriedades magnéticas e mecânicas do tratamento térmico empregado, pois uma melhora nas propriedades mecânicas leva a uma deteriorização das propriedades magnéticas e vice-versa. Outra forma de obter peças de FeCo, sem a necessidade do elemento vanádio, é através do processo de fabricação de MPI. Neste processo é possível desvincular as propriedades mecânicas das magnéticas do material para a produção da peça.

3.2. Processamento via moldagem de pós por injeção

Os principais processos de fabricação são: a fundição, conformação mecânica, processos de usinagem e consolidação de pós. A fundição e a consolidação de pós são considerados processos de fabricação primários. Dentre os processos de consolidação de pós está o processo de MPI, o qual possui a vantagem imediata da obtenção da peça final na estrutura e microestrutura desejadas sem necessidade de processos de fabricação secundários. O processo MPI é um método de fabricação de peças relativamente novo que começou a se firmar na indústria a partir da década de 80 com o desenvolvimento de materiais específicos para o processo e com o melhor entendimento do mesmo. Atualmente o processo MPI disputa lugar com processos convencionais de fabricação, tornando-se competitivo quando as peças são produzidas em larga escala, possuem pequenas dimensões e formas geométricas complexas. Essas exigências do processo vêm ao encontro das tecnologias que estão sendo desenvolvidas nos dias atuais, onde novos equipamentos são criados ou

redimensionados visando à miniaturização dos equipamentos existentes. Essa tendência é motivada por diversos fatores, tais como, a diminuição de peso e dimensões visando redução dos custos até a comodidade e praticidade de usuários em diversos segmentos. Neste aspecto, o processo MPI ocupa um papel importante, bem como a liga de FeCo, pois MPI é justamente direcionado para a fabricação de peças complexas e de pequeno porte. Por outro lado, a liga FeCo possuindo um alto valor de saturação, permite a redução de volume das peças. German e Bose (1997) citam algumas das vantagens do processo MPI que podem ser empregadas para ligas à base de FeCo em relação aos processos convencionais usados para a fabricação de peças. O processo MPI tem a vantagem de alcançar densidade próxima à densidade teórica dos materiais, em uma peça de geometria complexa, sem a necessidade de várias etapas de fabricação. A alta densidade, com a presença de poucos poros, significa que induções magnéticas equivalentes a de materiais forjados podem ser obtidas, uma vez que a principal característica da liga de FeCo é a alta indução de saturação. Além disso, novas ligas podem ser desenvolvidas aproveitando a vantagem do processo MPI, pois torna-se possível a adição ou retirada de elementos de liga que a tecnologia de fabricação por fundição e forjamento não permitem. É o caso da liga FeCo, que no processamento convencional, necessita de outros elementos de liga, como o vanádio, devido à alta fragilidade da liga binária.

Segundo German (2003), no ano de 2002 o segmento de MPI gerou aproximadamente 800 milhões de dólares em componentes vendidos no mundo. Exemplos dos segmentos industriais que encontraram aplicações para o processo estão expostos na Figura 3.9.

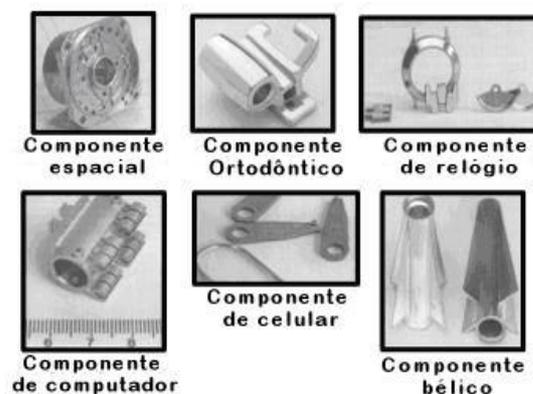


Figura 3.9 - Exemplos de peças fabricadas pelo processo MPI (GERMAN, 2003).

Assim como acontece em outras aplicações que utilizam peças fabricadas pelo processo de MPI, no processamento de peças magnéticas moles é necessário um estudo do comportamento dos materiais nas rotas disponíveis de processamento para garantir que a peça irá atender às especificações da aplicação em questão, além de garantir que o menor custo de processamento seja alcançado. Isto se deve à dependência das propriedades finais com os fatores empregados durante o complexo processo de MPI. Neste trabalho foi analisado o processamento das ligas à base de Fe e Co para uma aplicação específica. Porém, a pesquisa não se limita apenas a esta aplicação, uma vez que foram analisados vários aspectos da liga, em relação ao processo de fabricação, que não haviam sido reportados na literatura até o momento e, portanto, se estendem a outras aplicações que venham a utilizar essas ligas processadas via MPI. A opção pelo estudo de uma aplicação específica ocorreu no intuito de definir algumas propriedades que deveriam ser alcançadas pela liga, quando processada via MPI para garantir que o estudo, além de seu caráter acadêmico, obtivesse também uma abordagem de interesse comercial. Portanto, as propriedades avaliadas foram relacionadas a algumas exigências que um componente de uma válvula magnética utilizada em bombas de injeção a diesel deve possuir.

O componente da válvula que fica preso à base da agulha da válvula magnética, exposto na Figura 3.10, possui propriedades magnéticas moles e é fabricado com a liga de Fe₄₉Co₂V. O funcionamento acontece da seguinte forma: inicialmente a agulha da válvula está sofrendo a força da mola e encontra-se pressionada contra o encosto stop, liberando a passagem de combustível e igualando a pressão do sistema (Figura 3.10 A). Para iniciar a geração de alta pressão, a caixa de comando envia uma corrente para o solenóide do magneto elétrico que cria um campo magnético. Este campo irá atrair a peça de FeCo₂V movimentando a agulha e fechando a passagem do combustível (Figura 3.10 B). Portanto, a agulha tem a função de fechar a ligação entre o lado de baixa pressão e a câmara de alta pressão. O combustível é pressurizado pelo movimento do pistão de bomba. Quando a pressão na câmara fica alta, o bico injetor se abre, injetando combustível para dentro da câmara de combustão. A

caixa de comando interrompe o processo de injeção ao desligar a corrente que alimenta o solenóide da válvula magnética.

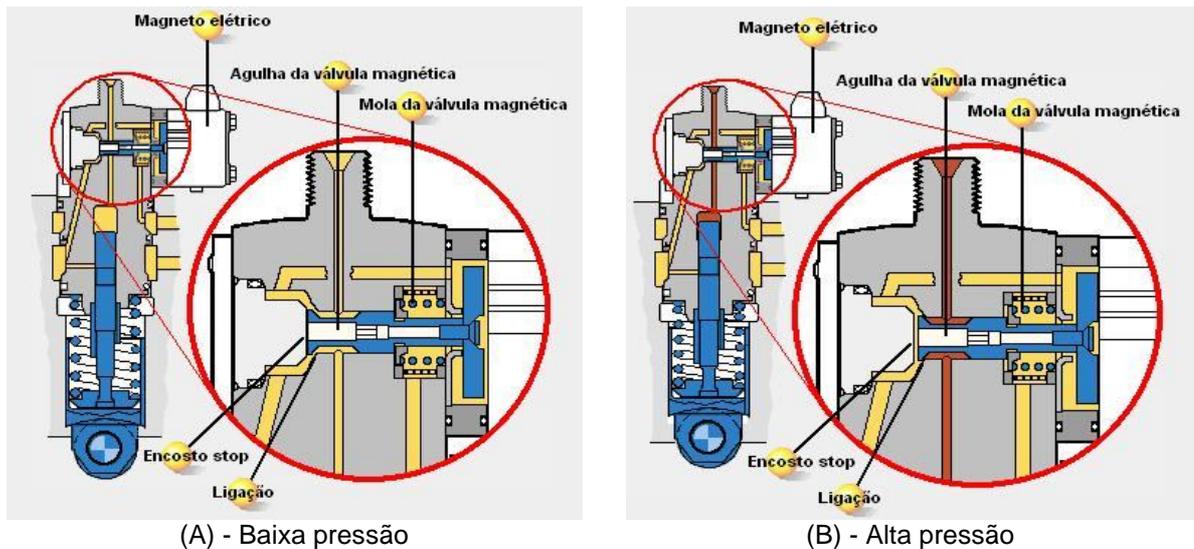


Figura 3.10 – Funcionamento da válvula magnética da bomba de injeção (Bosch CD-ROM, 1999).

A Figura 3.11 mostra a peça em detalhe, onde pode ser observada a complexidade geométrica que justifica o uso do MPI para a fabricação da mesma. Esta peça trabalha em uma frequência de 17 Hz, atingindo uma pressão de aproximadamente 2000 bar e possui especificações quanto à permeabilidade magnética, indução de saturação, coercividade, densidade, resistividade elétrica e dureza. Esta aplicação será detalhada mais adiante no estudo de caso que será apresentado no capítulo 6.



Figura 3.11 – Peça de FeCo2V componente da válvula magnética pertencente a bombas de injeção.

As etapas do processo MPI estão apresentadas na forma de fluxograma na Figura 3.1.

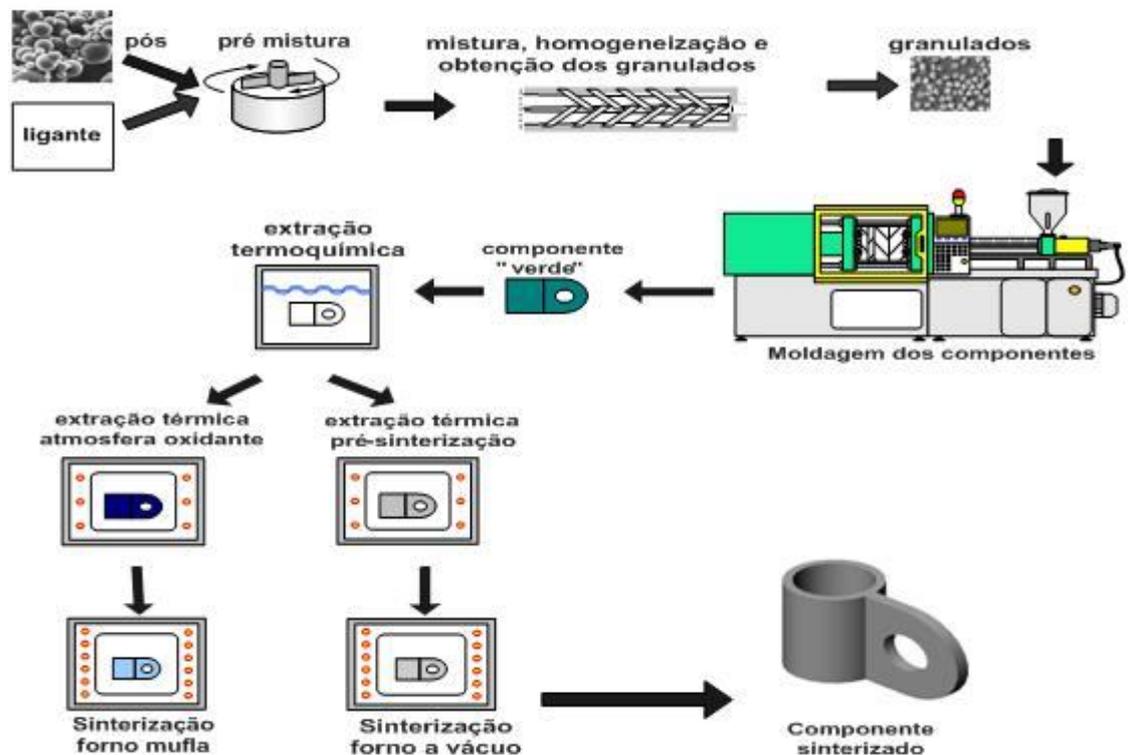


Figura 3.1 – Etapas do processo MPI.

O processo MPI tem início: 1) com a preparação da mistura do pó metálico e o ligante, que é constituído de vários polímeros termoplásticos; 2) a mistura servirá para alimentar uma máquina de moldagem por injeção que permite a formação de peças com geometria complexa; 3) após a retirada da peça da máquina injetora, ela será submetida à extração do ligante que pode ser feito através do uso de solventes e/ou através da evaporação do ligante quando submetido à alta temperatura; 4) a peça formada após a retirada do ligante se tornará frágil, pois no lugar onde estava o ligante irão sobrar vazios. À medida que a temperatura aumenta, a mobilidade atômica aumenta e tem início a etapa de sinterização. Para um melhor entendimento de alguns aspectos importantes relacionados ao processamento das ligas à base de FeCo, posteriormente serão descritas em mais detalhes algumas etapas do processamento.

3.2.1. Os pós metálicos

A complexidade do processo de MPI é tal, que cada etapa pode ser um causador de defeitos na peça final. Portanto, os materiais utilizados ocupam uma posição importante no que se refere à qualidade obtida nas peças ao final do processamento. As características inseridas

nos pós serão determinantes para o processamento MPI do material e irão interferir nas propriedades finais das peças. Alguns aspectos dos pós, como a distribuição do tamanho, forma das partículas e quantidade de impurezas terão influência em todas as etapas. Estes aspectos têm a capacidade de alterar as propriedades reológicas da mistura, podendo inviabilizar a etapa de moldagem devido a um inadequado escoamento da massa na máquina injetora, na extração dos polímeros podem gerar tensões causando distorções na forma da peça, ou ainda na sinterização gerando poros ou distorções.

Na etapa de sinterização, os pós terão um papel determinante, pois a densificação terá início apenas nesta etapa e dependerá das características dos pós. A energia motriz para a sinterização é fornecida pela diminuição da energia livre de superfície do material e, por este motivo, é imprescindível ter um tamanho de partícula pequeno e com alta energia superficial. Segundo German (1996), com um maior contato entre as partículas por unidade de volume, haverá um aumento da cinética de reação durante a sinterização, tornando possível atingir as densidades desejadas. Esse mesmo autor cita que outro fator relevante na densificação das peças é a existência de gradiente químico de composição entre os pós formadores da liga. Portanto, os pós utilizados para obter uma peça com a composição à base de FeCo podem estar na forma final da liga, i.e, já na forma pré-ligada, como Fe₅₀Co, ou estar no seu estado elementar, constituindo um gradiente químico que auxiliará a densificação da liga durante o processamento. Porém, o uso dos pós elementares pode gerar diferenças de composição química na peça final devido a não homogeneidade da massa de injeção, ou devido a um ciclo de sinterização não adequado para a homogeneização química dos pós, ou ainda devido à baixa interação química entre os pós.

Chen (1977) cita que a maior parte das impurezas que degradam as propriedades magnéticas moles são os elementos carbono, nitrogênio, oxigênio e enxofre. O oxigênio é geralmente negligenciado como contaminante em materiais forjados. Entretanto os pós utilizados no processo MPI possuem uma grande área superficial e, portanto, facilidade de haver contaminação. Além disso, o carbono pode estar presente na etapa de sinterização

devido a uma extração de ligantes ineficiente. Portanto, apesar do processo MPI permitir uma flexibilidade maior para composição das ligas, é necessário cuidado na manipulação dos pós, no processamento e um controle da composição na peça final até que o processamento esteja totalmente controlado.

3.2.2. Mistura para injeção

A mistura para injeção é conhecida na indústria como o “*feedstock*”. Nas massas preparadas para a realização deste trabalho foi utilizado o tipo de ligante mais comum na indústria, que German e Bose (1997) descrevem como sendo formado por um polímero de baixo ponto de fusão, como a parafina, e um polímero de mais alto ponto de fusão, como polipropileno. O polímero de baixo ponto de fusão terá cadeias menores, facilitará o escoamento da mistura durante a moldagem e será extraído primeiro, formando canais porosos dentro da peça para facilitar a saída do restante dos polímeros de alto ponto de fusão. Os polímeros de alto ponto de fusão servirão para garantir a resistência estrutural da peça até o início da sinterização.

É necessário que a peça tenha uma proporção de pó e ligante ideal para que seja possível a moldagem, extração do ligante e sinterização. Portanto, uma ação importante da etapa de mistura é a de definir o carregamento sólido, i.e, definir a quantidade de pó metálico que terá a mistura. Esta proporção pode ser definida através de estudos reológicos da massa, como medidas de viscosidade da mistura ou acompanhar os valores de torque das pás dos misturadores e a sua variação com diferentes quantidades de ligantes. Como ilustrado na Figura 3.12, com o acréscimo de pó, o valor do torque aumenta, tendendo a estabilizar com o decorrer do tempo de mistura, até quando se alcança uma fração de pó em que o torque da mistura não mais estabiliza. Neste ponto ocorre o contato direto entre as partículas, a mistura perde a característica de pasta, o que resulta em picos que impedem a estabilização do torque medido, sendo esta a fração de sólidos crítica. Após atingir a fração crítica, devem ser acrescentados 3% de ligante e esta será a fração ótima de pós (GERMAN e BOSE, 1997).

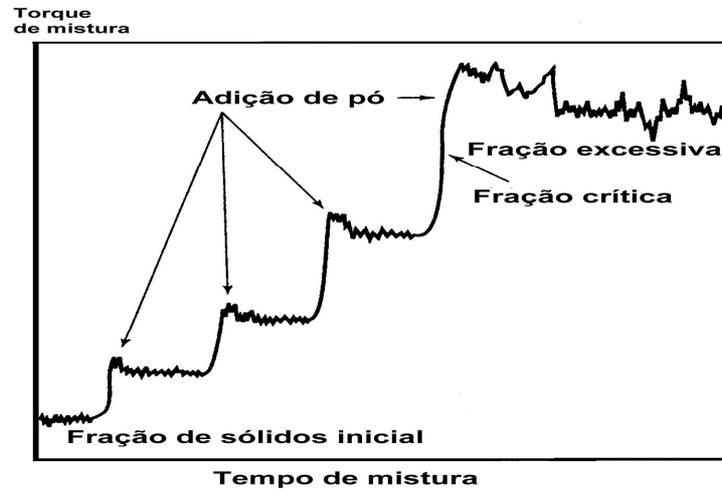


Figura 3.12 - Determinação da fração volumétrica de sólidos crítica. (GERMAN e BOSE, 1997).

Para que o ligante seja eficiente no transporte das partículas metálicas ele deve envolver cada partícula metálica com uma fina camada para evitar o contato das mesmas. Do contrário, há a geração de atrito aumentando a força necessária para o escoamento do pó e dificultando o fluxo de injeção, levando a problemas na etapa de moldagem devido à viscosidade muito alta da mistura. Por outro lado, se houver um excesso de ligante na mistura problemas surgirão na etapa de extração levando a um tempo muito longo e podendo causar deformações. Também na etapa de sinterização a peça irá sofrer grandes retrações podendo levar a problemas no controle dimensional. Além disso, durante a injeção, poderá ocorrer a sedimentação das partículas levando à heterogeneidade de composição. Na conclusão desta etapa, a garantia de uma massa de injeção livre de defeitos é de fundamental importância, pois estes defeitos, tais como, não homogeneidade ou degradação dos polímeros da massa pode inviabilizar as etapas seguintes. Depois de concluída a mistura, ela é triturada e serve de alimentação para máquina injetora.

3.2.3. Moldagem por injeção

A máquina injetora é composta por um sistema de alimentação do molde e um sistema de aplicação de pressão na massa de injeção e no molde. O molde possui a cavidade com o formato da peça desejada. O sistema de alimentação possui zonas de aquecimento da massa, que irão permitir uma diminuição da viscosidade devido ao aumento da temperatura,

garantindo que no momento da aplicação de pressão e preenchimento do molde, toda a massa estará a uma mesma temperatura e com a mesma viscosidade para o completo preenchimento da cavidade do molde. Para a injeção são necessários ajustes de alguns parâmetros, tais como: as temperaturas para cada zona, o tempo de fechamento e abertura do molde, o tempo de injeção, as pressões de injeção e recalque e, temperatura do molde. Estes ajustes são realizados de acordo com as características de cada mistura. Nesta etapa, o material irá tomar a forma final desejada, portanto é necessário que o material não apresente defeitos oriundos deste estágio, pois estes defeitos estarão presentes até o final do processamento. Alguns dos defeitos que podem ocorrer são: trincas, bolhas, vazios, linhas de soldagem e heterogeneidades na mistura devido ao peso das partículas dentro do ligante. Após a obtenção da peça a função do sistema ligante chegou ao fim e terá que ser extraído da peça formada.

3.2.4. Extração do ligante

A etapa de extração do ligante pode ser considerada como sendo a mais crítica do processo, pois é preciso remover todos componentes poliméricos presentes na mistura, já que a função destes componentes chegou ao fim. Na remoção, os polímeros precisam ser extraídos de tal forma que a peça não perca a sua integridade estrutural. Além disso, é desejável que cada etapa dure o menor tempo possível para que o processo tenha vantagens econômicas. Neste tópico serão apresentados os métodos de extração de ligantes mais comuns na indústria e que foram utilizados nesta pesquisa: a extração termoquímica por solvente seguida pela extração térmica por degradação com atmosfera oxidante ou redutora.

A extração termoquímica é realizada colocando a peça moldada na presença de um solvente que irá dissolver apenas uma parte dos componentes orgânicos, formando uma rede de poros através da peça que servirá como passagem para a saída do restante dos ligantes. A extração do polímero com mais alto ponto de fusão pode ser realizada de duas formas:

a) Extração feita através da degradação dos polímeros com atmosfera redutora. Após a retirada dos ligantes já começam a se formar os contatos das partículas de pós metálicos para

que a peça não perca a sua integridade estrutural, estando ao final da extração no estado pré-sinterizado, conforme figura 3.13. Esta etapa do processamento será chamada neste trabalho de ETP, sigla para a “*extração térmica com pré-sinterização*”.

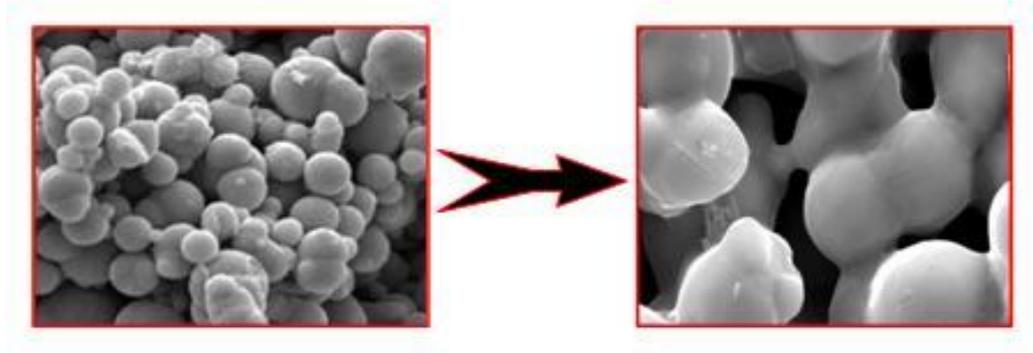


Figura 3.13 - Material após a extração total do ligante e após formação dos primeiros contatos entre as partículas.

b) Extração feita através da degradação dos polímeros com atmosfera oxidante, sendo que à medida que os polímeros estão sendo retirados, o pó metálico estará oxidando para proporcionar resistência estrutural à peça. Esta etapa do processamento será nomeada neste trabalho de ETO, sigla para a “*extração térmica com oxidação*”, atingindo temperatura de até 500°C em atmosfera oxidante. Após a ETO é necessário que os óxidos sejam reduzidos antes que o pó comece a sinterizar, e por esse motivo, elementos que possuem óxidos muito estáveis dificilmente poderão ser processados pela rota ETO. Uma forma de avaliar o comportamento dos materiais utilizados pela rota com atmosfera oxidante é através do uso do diagrama de Ellingham, que permite prever a possibilidade termodinâmica de obtenção de metais a partir dos respectivos óxidos, por decomposição térmica ou redução química (SHRIVER e ATKINS, 2003). Em relação aos materiais analisados neste trabalho, os pós elementares que irão formar os óxidos de ferro e cobalto são facilmente reduzidos nas temperaturas utilizadas nos ciclos, porém o óxido do vanádio pode ser bastante estável dependendo do óxido formado, e necessitaria de temperatura ou pressão muito superior às utilizadas no processo, pois a entalpia de reação do óxido de vanádio é muito maior do que a entalpia de reação do ferro e cobalto. Já os pós pré-ligados irão apresentar um comportamento distinto dos pós elementares quanto à oxidação. A oxidação do FeCo2V ocorre em duas

etapas segundo Sundar e Deevi (2004): no início o oxigênio da atmosfera preferencialmente reage com o ferro e forma uma camada que consiste de Fe_3O_4 e Fe_2O_3 . A oxidação do ferro antes do cobalto é favorável, pois o ferro possui afinidade maior com o oxigênio sendo a energia de formação do óxido de ferro (em 500°C e 600°C) maior que a do óxido de cobalto, conforme Tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Energia de formação dos óxidos de ferro e cobalto (SUNDAR e DEEVI, 2004).

| Óxido | Energia de formação |
|---------------------------|---------------------|
| Co_3O_4 | 2560 - 640 kJ/mol |
| Fe_3O_4 | 2790 - 880 kJ/mol |
| Fe_2O_3 | 2585 - 635 kJ/mol |
| CoFe_2O_3 | 2770 - 840kJ/mol |

Conforme Figura 3.14, a formação da camada de óxido de ferro resulta em uma interface entre o óxido e o soluto de FeCo_2V , rica em cobalto e vanádio.

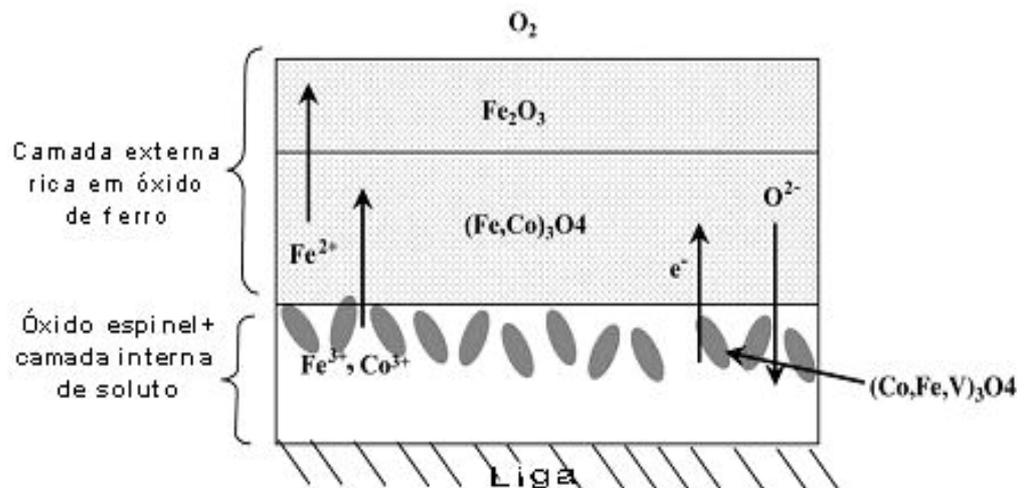


Figura 3.14 –Mecanismo de oxidação nas ligas de FeCo_2V (SUNDAR e DAVI, 2004)

O restante da oxidação ocorre através da difusão do oxigênio rumo à interface rica em cobalto e vanádio e difusão do ferro e cobalto rumo à interface da atmosfera oxidante. O oxigênio que difunde através da camada oxida reage com a camada enriquecida de cobalto e vanádio e forma ilhas de óxidos espinel na forma de $(\text{Co,Fe,v})_3\text{O}_4$. A camada de óxido externa formada é de natureza semicondutora e não deverá ser suficiente para formar uma barreira

isolante na superfície necessária para minimizar as perdas por correntes de Foucault em aplicação A.C (SUNDAR e DEEVI, 2004).

3.2.5. Sinterização

A etapa de sinterização é de máxima importância no processo de MPI, pois irá definir as propriedades finais das peças e irá depender de diversos fatores, que estão resumidamente expostos a seguir:

- A composição dos pós e as fases presentes nos pós utilizados;
- A forma em que se encontram os pós: elementar ou pré-ligado;
- O tamanho, forma e distribuição das partículas;
- A taxa de aquecimento do material;
- A temperatura máxima e o tempo em que será mantido a esta temperatura;
- A atmosfera do forno;
- A taxa de resfriamento do material.

O processo MPI, tal qual a metalurgia do pó, está baseado principalmente na densificação através da difusão no estado sólido na etapa de sinterização, pois neste processo a temperatura de fusão da maior parte dos constituintes não é alcançada. A etapa de sinterização tem como conceito físico o transporte de matéria, ativado termicamente, em uma massa de pós ou compactado poroso, resultando na diminuição da superfície específica livre pelo crescimento de contatos entre as partículas, redução do volume dos poros e alteração da geometria dos poros (THUMMLER e OBERACKER, 1993).

Existem três estágios que podem ser caracterizados durante o processo de sinterização: O primeiro se caracteriza pela formação dos pescoços (*necks*), onde a cinética dominante são os gradientes de curvatura próximos aos pescoços. Neste estágio haverá uma estrutura de poros abertos, de formatos irregulares e ainda é possível identificar as partículas. No segundo estágio as partículas começam a perder a identidade devido a um alto crescimento

dos pescoços, formando uma rede interconectada e pode ser observado o crescimento de grãos. Esta etapa apresentará o maior percentual de densificação do material e definirá em grande parte as suas propriedades. No último estágio os poros se tornam isolados e arredondados, a densificação se torna lenta, devido ao aprisionamento dos gases no interior dos poros (GERMAN, 1996). Ainda segundo German (1996), uma das energias que contribuem para que o pó sinterize, é alta energia superficial presente no mesmo. Esta energia faz com que haja movimentos atômicos no sentido de diminuir a energia do sistema. A energia de superfície por unidade de volume depende do inverso do diâmetro da partícula e, portanto, quanto menor for a partícula, maior será a energia associada à mesma. Em cada um dos contatos formados entre as partículas estabelece-se um contorno de grão, com uma energia associada a ele. Estes contornos são regiões de defeitos que proporcionam alta mobilidade atômica. O pescoço (*neck*) formado entre as duas partículas diminui a energia superficial devido à redução da área superficial total. Os mecanismos de transporte de massa para a região do pescoço são feitos através do processo de difusão. Difusão é um processo termicamente ativado e depende de uma energia mínima para que seja atingida a energia de ativação para movimentação atômica. De acordo com a relação de Arrhenius o número de átomos varia com a temperatura. Onde: N - são os átomos ativados; N_0 - é o total de átomos; E - é a energia de ativação; k - é a constante de Boltzmann; T - é a temperatura absoluta.

$$\frac{N}{N_0} = \exp\left(\frac{-E}{kT}\right) \quad (3-1)$$

Como pode ser verificado na equação 4-1 quanto maior a temperatura maior será a movimentação atômica, e maior serão as ligações entre as partículas. Há vários mecanismos possíveis de transporte de matéria, e geralmente um será predominante. Todavia, muitos materiais sinterizam por uma combinação de modos de fluxo de massa e, pequenas mudanças nos parâmetros do processo, como, tamanho de partícula, temperatura ou tempo, podem levar a mudanças nos mecanismos de transporte de massa. Isto torna difícil a definição dos mecanismos atuantes (GERMAN e BOSE, 1997).

Existem técnicas já conhecidas para alcançar maiores níveis de densidade no processo de MPI, como exemplo, o uso de menor tamanho de partícula, adição de elementos criando gradiente químico, tempo maior de sinterização e temperaturas mais elevadas. Mas estes fatores devem ser estudados para cada material, pois podem levar a outras implicações, tais como, encarecimento do processo ou geração de defeitos na microestrutura, tal como, a separação dos poros do contorno de grão dificultando a densificação do material. Para as ligas à base de FeCo sinterizadas German (1997) sugere um processamento com temperatura de sinterização de 1250°C com patamar de 1 hora para o FeCo e 1350°C com patamar de 4 horas para o FeCo₂V.

O processo MPI proporciona uma grande flexibilidade de misturas de pós e, estas misturas podem formar materiais compósitos ou havendo homogeneização formar uma solução sólida. Em MPI, para a formação de uma solução sólida, é necessária uma homogeneização da mistura de pós pelo processo de difusão, formando uma única fase (GERMAN, 1996). O grau de homogeneização (H) é definido como a variação química ponto a ponto e varia com a taxa de difusão e com o tamanho de partícula, como mostra a equação a seguir, onde: D_v - é a difusividade; t - é o tempo; Y - é a escala de segregação microestrutural que depende do tamanho de partícula e quantidade relativa de componentes (GERMAN, 1996).

$$H \cong \frac{D_v t}{Y^2} \quad (3-2)$$

A homogeneização ocorrerá com a difusão de um material dentro do outro, e analisando a equação 4-1, pode ser concluído que pequenos tamanhos de partícula levam a mais rápida homogeneização, pois as distâncias de difusão são pequenas. Até mesmo para sistemas de fracas interações, os gradientes de potencial químico são grandes e a homogeneização freqüentemente domina o início da sinterização. Os gradientes de composição aumentam os fluxos difusionais, e a interface entre fases auxilia a criação de vacâncias enquanto retarda o crescimento de grãos (GERMAN, 1996). Muitos sistemas de misturas de pós são quimicamente ativos com energia livre de mistura maior do que a energia de superfície. Nestes casos, a

sinterização irá ocorrer pela reatividade entre os pós devido a um alto calor de reação exotérmica gerado durante o ciclo térmico a que o material está sendo submetido. Quanto maior a atividade química, maior será o controle da sinterização pela solubilidade e pelas reações químicas entre os pós (GERMAN, 1996). A transformação de ordem-desordem leva aparentemente a um aumento da energia de ativação de difusão volumétrica. A energia de ativação de difusão volumétrica é maior na estrutura ordenada do que na estrutura desordenada. Enquanto que a energia de ativação de difusão no contorno de grão não muda significativamente com a transição de temperatura de ordenamento (TOKEI, 1998).

O fenômeno de sinterização de fases geradas a partir de misturas de pós depende de fatores químicos e físicos, tais como, tamanho de partícula, forma de partícula, composição e, homogeneização. A contração na sinterização depende não apenas da temperatura e do tempo, mas também da composição, tamanho de partícula, conectividade das fases e densidade a verde (GERMAN, 1996). As interações químicas podem ser observadas a partir da construção de diagramas de fases e a homogeneização pode ser medida através de metalografia quantitativa, difração de raios x e magnetização.

4. Materiais e Métodos

Este capítulo apresenta as técnicas, métodos e materiais utilizados na preparação das amostras e dos experimentos, que tinham o objetivo de analisar a influência da condição do pó e do elemento vanádio na liga de FeCo nas duas rotas de processamento via MPI e a influência da frequência elétrica nas propriedades magnéticas das ligas à base de Fe e Co.

4.1. Processamento

4.1.1. Materiais utilizados

Para realização deste estudo, os materiais metálicos utilizados para a formação da massa de injeção foram os pós de ferro, cobalto e vanádio na forma elementar e os pós de Fe50Co e Fe49Co2V na forma pré-ligada, como apresentado na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Pós metálicos estudados no processamento via MPI.

| Condição do pó | Material | Fabricantes | Tamanho médio | Densidade |
|----------------|--------------------|-------------|-------------------|----------------------------|
| | | | de partícula | de batida |
| | | | (μm) | (g/cm^3) |
| Elementar | Ferro carbonila OM | Basf | 4,1 | 4,1 |
| | Cobalto extrafino | Umicore | 1,4 | 2,2 |
| | Vanádio | Alfa Aesar | <44 | *** |
| Pré-ligado | FeCo | Atmix | 8,50 | 4,40 |
| | FeCo2V | Atmix | 9,96 | 4,42 |

Visando obter as melhores propriedades com os menores custos de processamento, analisaram-se os pós na forma elementar e na forma pré-ligada em duas rotas de processamento de custos distintos. Na Figura 4.1 são apresentadas fotos dos pós utilizados para preparação das amostras, onde é possível observar que há diferença no tamanho e formato dos pós. Em relação aos pós pré-ligados, o pó de FeCo apresenta uma grande variação de tamanho e formato menos esférico do que o pó pré-ligado de FeCo2V.

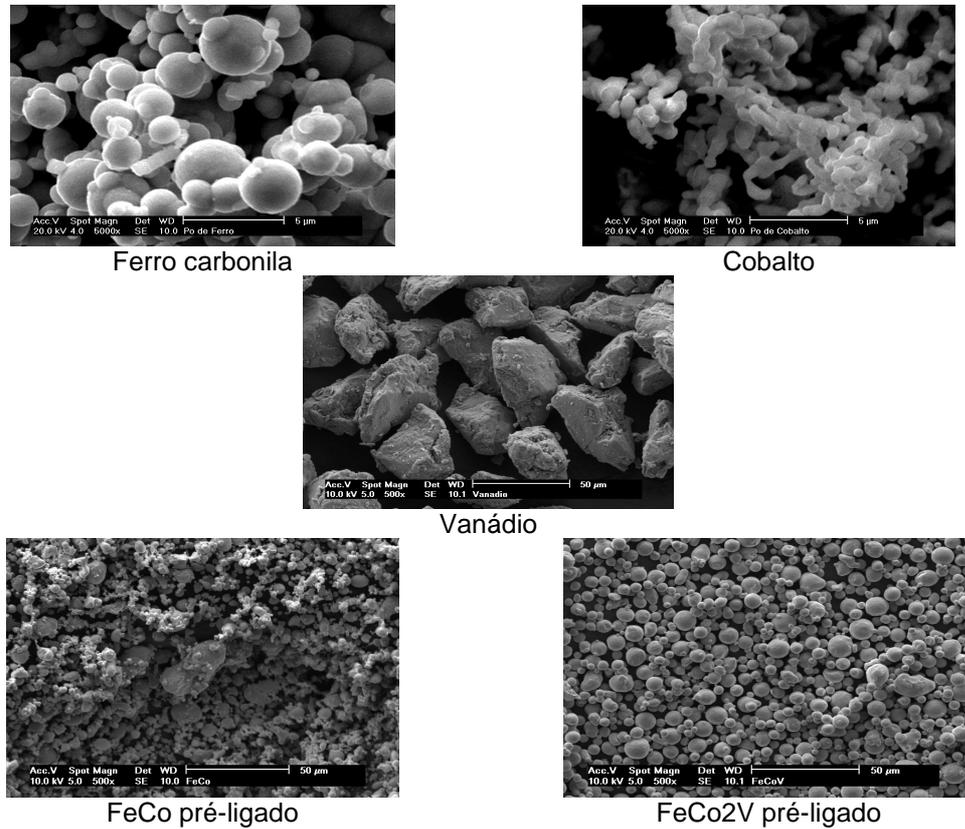


Figura 4.1 – Pós elementares e pré-ligados utilizados para produção das amostras.

O custo dos pós está apresentado na Tabela 4.2, onde pode ser observado para a fabricação de uma peça de FeCo obtida a partir pós elementares o custo pode ser até 50% menor do que uma peça obtida a partir de pós pré-ligados. A liga pré-ligada de FeCo2V é vendida ao mesmo preço da liga sem vanádio. Em relação à liga com o vanádio elementar não é adequada uma comparação com as outras ligas, pois o preço do elemento vanádio apresentado é para a compra de apenas 40 gramas, o que torna muito caro o material. Neste valor, o pó aumentaria em cerca de 50% o preço da liga, sendo que a utilização do mesmo só seria justificável se apresentasse vantagens econômicas em algum outro aspecto.

Tabela 4.2 – Custo dos pós elementares e pré-ligados.

| Tipo de pó | USD | massa |
|------------|-------|-------|
| V | 130.4 | 40g |
| Fe | 7.7 | 1kg |
| Co | 52 | 1kg |
| FeCo | 60 | 1kg |
| FeCo2V | 60 | 1kg |

Os materiais poliméricos utilizados para a preparação da massa de injeção de todas as ligas sinterizadas estão listados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Materiais poliméricos da massa de injeção.

| Material polimérico |
|----------------------------|
| Parafina |
| Polipropileno |
| Amida Graxa |
| Acetato de vinil etila |
| Antioxidante |

Com o intuito de obter uma referência para as propriedades obtidas com as amostras fabricadas pelo processo MPI, foram usinados anéis para caracterização magnética a partir do material produzido via fusão, comercialmente denominado Permendur 2V (conforme ASTM-A801 Tipo 1). De acordo com as informações do fabricante da liga fundida Permendur 2V, o material apresentará as propriedades magnéticas mostradas na Tabela 4.4, após serem submetidas a um tratamento térmico de recozimento. A atmosfera deve ser de hidrogênio com taxa de 15°C/min até alcançar a temperatura de 850°C, nesta temperatura é realizado um patamar de 2 horas, em seguida o resfriamento com taxa de 93°C por hora até 315°C, e então resfriado sem controle térmico com atmosfera de hidrogênio mantida até temperatura ambiente.

Tabela 4.4 – Propriedades magnéticas medidas pelo fabricante do material de referência Permendur 2V após tratamento térmico.

| Liga | Campo aplicado (A/m) | Mínima densidade de fluxo exigido (T) | Densidade de fluxo medido (T) |
|-----------------------------------|----------------------|---------------------------------------|-------------------------------|
| Referência fundida - Permendur 2V | 796 | 1,5 | 1,89 |
| | 1592 | 1,75 | 2,13 |
| Permendur 2V | 3979 | 1,95 | 2,25 |
| | 7958 | 2,15 | 2,28 |

*Testado pelo fabricante conforme norma ASTM A773/A773M-01.

A composição química desse material fundido e dos pós utilizados estão apresentados na Tabela 4.5 conforme análise dos fabricantes.

Tabela 4.5 – Composição química dos pós e do material de referência fundido.

| | | Materiais utilizados | | | | | |
|-----------------------------------|----|----------------------|---------|------|----------|----------|--------------|
| | | Fe | Co | V | FeCo | FeCo2V | Permendur 2V |
| Composição Química (%massa) | Fe | 98,3 | 68 ppm | | 49,878 | 48,672 | 49,81 |
| | Co | | 99,87 | | 49,89 | 49,04 | 47,99 |
| | V | | | 99,9 | | 1,91 | 1,88 |
| | Si | 0,05 | 11 ppm | | 0,18 | 0,22 | 0,02 |
| | P | | | | 0,006 | 0,005 | 0,005 |
| | S | | 5 ppm | | 0,003 | 0,004 | 0,001 |
| | Cr | | | | 0,02 | 0,06 | 0,08 |
| | Mn | | 7 ppm | | 0,01 | 0,03 | 0,02 |
| | Ni | | 364 ppm | | 0,01 | 0,03 | 0,18 |
| | C | 0,80 | 120 ppm | | 0,003 | 0,009 | 0,014 |
| | O | 0,17 | 0,5 | | 2200 ppm | 2700 ppm | |
| | Mo | | | | | 0,01 | |
| | Cu | | 9 ppm | | | 0,01 | |
| | Ca | | 10 ppm | | | | |
| | N | 0,69 | | | | | |

4.1.2. Preparação da massa de injeção

A mistura foi preparada em um equipamento misturador do tipo Z, componente do Reômetro Reomix Haake, a uma temperatura de 180°C, sendo a velocidade de rotação das pás de 70rpm por um tempo de 60 minutos para homogeneização da massa. Os polímeros foram adicionados juntamente com os pós metálicos. Nesta etapa foi definida a carga sólida com base no torque gerado pelas pás do misturador conforme apresentado na revisão bibliográfica, item 3.2.2. Como pode ser observado na Tabela 4.6, a carga metálica variou para cada liga devido às diferentes características dos pós metálicos utilizados.

Tabela 4.6- Carga metálica das misturas.

| Liga | Condição do pó | Fe (%massa) | Co (% massa) | V (% massa) | Carga metálica (% massa) |
|--------|----------------|-------------|--------------|-------------|--------------------------|
| FeCo | Elementar | 48,656 | 51,344 | --- | 88 |
| FeCo | Pré-ligado | 49,878 | 49,890 | --- | 93 |
| FeCo2V | Elementar | 47,790 | 50,431 | 1,779 | 90 |
| FeCo2V | Pré-ligado | 48,672 | 49,040 | 1,91 | 92,5 |

Para alimentar a máquina injetora, a massa preparada foi triturada após o resfriamento em um granulador de laminas rotativas de marca SEIBT, produzindo grânulos de aproximadamente 8 mm.

4.1.3. Injeção das peças

Na produção dos corpos de prova foi utilizada uma máquina de injeção Arburg Allrounder 320S de pressão máxima de injeção de 250 MPa. Injetou-se corpos de prova com dois formatos distintos, um para caracterização mecânica conforme MPIF Standard 50 (Figura 4.2 - A) e outro na forma de anel para caracterização magnética (Figura 4.2 - B) conforme norma ASTM A773. O primeiro corpo de prova também foi utilizado na caracterização elétrica da resistividade. As dimensões dos moldes dos corpos de prova injetados estão apresentadas na Figura 4.2.

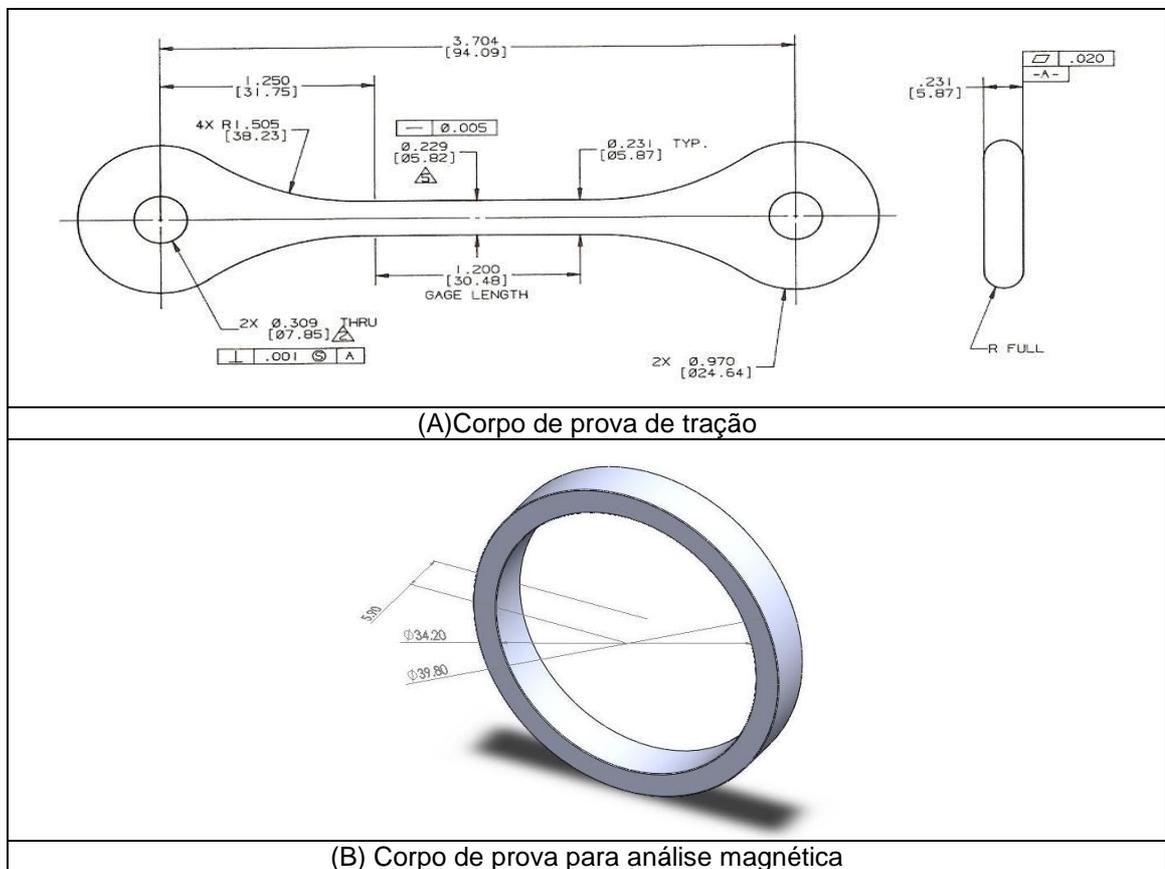


Figura 4.2 – Corpos de prova processados via MPI.

Devido à diferença na quantidade de ligante os parâmetros de injeção tiveram de ser alterados para cada liga. Os parâmetros utilizados para injeção das peças estão apresentados na tabela 4.7.

Tabela 4.7 – Parâmetros de injeção.

| | Liga | Fe50Co | Fe50Co | FeCo2V | FeCo2V |
|------------------------------|--------------------------------------|-----------|------------|------------|-----------|
| | Condição do pó para formação da liga | Elementar | Pré-ligado | Pré-ligado | Elementar |
| Parâmetros de injeção | Pressão de injeção | 900 bar | 1400bar | 1400 bar | 900 bar |
| | Pressão de recalque | 800 bar | 900 bar | 900 bar | 800 bar |
| | Velocidade de injeção | 40mm/s | 40mm/s | 40mm/s | 40mm/s |
| | Temperatura no bico | 190°C | 190°C | 190°C | 190°C |
| | Temperatura 1 | 185°C | 185°C | 185°C | 185°C |
| | Temperatura 2 | 180°C | 180°C | 180°C | 180°C |
| | Temperatura 3 | 175°C | 175°C | 175°C | 175°C |
| | Temperatura 4 | 170°C | 170°C | 170°C | 170°C |

4.1.4. Extração química dos ligantes por solvente

Todas as peças foram submetidas à mesma rota de extração química utilizando o solvente do tipo hexano. Nessa etapa eliminaram-se a parafina, acetato de vinil etila, amida graxa e oxidante. A extração química foi realizada em um ciclo de uma hora em imersão no vapor e 16 horas em líquido saturado de hexano, a uma temperatura de 65°C. Para certificar-se da extração completa, nesta etapa realizaram-se medidas de massa antes e após o ciclo completo.

Após a etapa de extração química, duas rotas diferentes de extração térmica e sinterização foram analisadas, principalmente devido à diferença de custos de processamento entre as rotas.

4.1.5. Extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo

No ciclo de extração térmica com pré-sinterização (ETP), utilizou-se um tempo total de 42 horas, aquecimento em atmosfera de hidrogênio a 100Pa (1×10^{-3} atm) até 980°C, com patamar de 3 horas. Quando atingida a máxima temperatura, modificou-se a atmosfera para uma mistura de 65% Argônio e 35% hidrogênio. O resfriamento foi feito com taxa de aproximadamente 1,7°C por minuto. Após o ETP as peças foram submetidas a um ciclo total de sinterização de 8 horas em forno a vácuo (FV). A temperatura máxima de sinterização foi de 1330°C com patamar de 3 horas e pressão parcial de 8×10^{-2} Pa (7.9×10^{-7} atm) com mistura 90% de Argônio e 10% de hidrogênio em seguida submetido a um resfriamento forçado. Um gráfico

com os ciclos de ETP e sinterização em FV está apresentado na Figura 4.3 para melhor visualização.

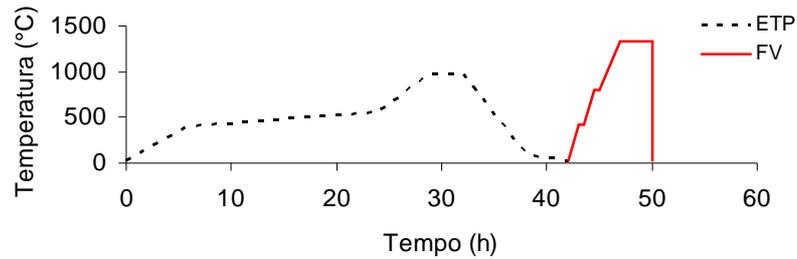


Figura 4.3 - Ciclo de ETP e sinterização em FV.

O tratamento térmico é muito utilizado nos processos convencionais de produção de peças à base de FeCo e aplicado de acordo com as propriedades que se deseja obter. O tratamento utilizado, na rota apresentada anteriormente, não foi o ideal para obtenção das melhores propriedades magnéticas das ligas à base de FeCo, pois devido à falta de equipamentos não foi possível reproduzir as rotas em escala laboratorial e as amostras foram processadas em ciclos padrões da empresa parceira sem a possibilidade de mudanças nos ciclos térmicos. Para comprovar a possibilidade de melhorar as propriedades magnéticas em amostras produzidas via MPI, algumas peças foram submetidas a um tratamento térmico de sinterização com resfriamento controlado, após a etapa de pré-sinterização. O ciclo está apresentado na Figura 4.4 com a sigla TTO (tratamento térmico de resfriamento). As ligas testadas foram: de FeCo produzida com pós elementares, e a de FeCo₂V produzida com pós pré-ligados. No ciclo de sinterização com TTO foi utilizado um forno tubular com atmosfera de 95%Argônio+5%Hidrogênio.

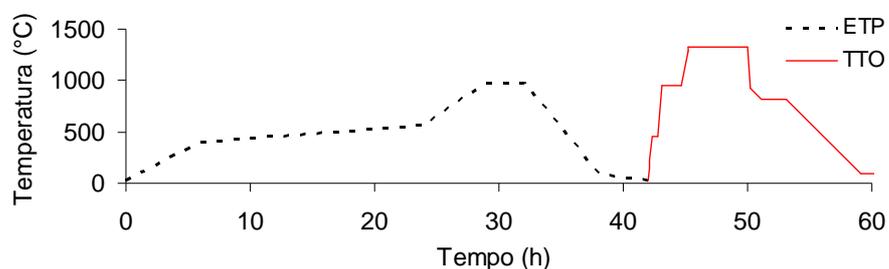


Figura 4.4 – Ciclo com tratamento térmico de resfriamento otimizado.

4.1.6. Extração termoquímica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla

Após a etapa de extração química as amostras foram submetidas ao ciclo de extração termoquímica com atmosfera oxidante (ETO) para retirada do polímero polipropileno. Conforme apresentado na Figura 4.5, o ciclo utilizado foi de 60 horas com temperatura máxima de 500°C, com atmosfera oxidante e pressão ambiente.

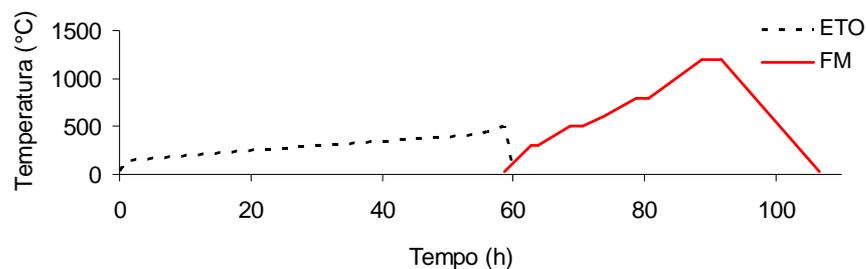


Figura 4.5 - Ciclo de ETO e sinterização em FM.

A redução dos óxidos e sinterização foi realizada em um forno mufla (FM). Antes de iniciar o ciclo de redução e sinterização o forno foi limpo com um fluxo de nitrogênio. Foi necessário um tempo 30 horas para atingir a temperatura de sinterização de 1250°C, foi realizado um patamar de 3 horas, e resfriamento com taxa de 1,4°C por minuto, sendo o ciclo total de 48 horas. Para redução dos óxidos foi utilizada uma atmosfera de 90% de Argônio e 10% de hidrogênio. Um gráfico com os ciclos de ETO e sinterização em FM está apresentado na Figura 4.5 para melhor visualização.

Uma preocupação para uso desta rota no processamento da liga de FeCo2V é a presença do elemento vanádio na liga, pois esse elemento possui um óxido estável e difícil de ser reduzido. Entretanto, a rota de ETO+FM, devido à energia consumida e os gases utilizados, representa um terço do custo comparada à rota ETP+FV, e por isso deu validade a avaliação do comportamento das ligas nesta rota. É importante salientar que neste trabalho serão avaliadas ligas à base de FeCo e que, por se tratar de um estudo inicial, somado à complexidade do processo utilizado na obtenção das peças, poderá haver variação na composição química devido às diferentes rotas de processamento testadas.

4.2. Métodos de caracterização

4.2.1. Caracterizações preliminares

Um bom entendimento das propriedades magnéticas, elétricas e mecânicas requer um conhecimento da microestrutura e estrutura, portanto foram realizadas análises de densidade, microscopia ótica e eletrônica e espectroscopia de energia dispersiva.

I. Densidade das misturas para injeção

O ensaio densidade das misturas para injeção foi realizado para certificar-se que não houve erros durante a preparação da massa em relação à porcentagem de ligantes. Para realizar o ensaio foi utilizado um picnômetro a gás que fornece o volume do material através da medida de deslocamento do gás hélio a partir de uma célula de referência.

II. Densidade das amostras sinterizadas

A densidade é um importante indicativo da eficiência do processamento de material via MPI uma vez que a amostra parte de um estado de baixíssima densidade e precisa garantir que a etapa de sinterização está sendo efetiva. O método utilizado para a avaliação da densidade dos componentes sinterizados foi o de imersão em água, de acordo com o método de Arquimedes para verificar o volume deslocado pelo material na água. Devido à grande variação de porosidade nas amostras elas foram seladas com parafina antes da medida, conforme British Standard BS EN ISO 2738:2000 . Nestas análises foi utilizada uma balança de precisão com resolução de $\pm 0,0001$ gramas e água destilada a temperatura ambiente como líquido de referência.

III. Retração dimensional

A escolha do material e rota de processamento inadequado leva a distorções dimensionais das peças no momento da extração e sinterização. Por este motivo é importante a realização de uma análise dimensional medindo a diferença nas dimensões do corpo injetado

antes e após a sinterização. Como instrumento de medida nessa análise foi utilizado um paquímetro com incerteza de 0,02mm.

IV. Microscopia ótica

Através da microscopia ótica é possível definir o tamanho, quantidade e forma dos poros e grãos presentes no material. Para realização desta análise foi realizada a preparação metalográfica das amostras. Para a preparação superficial as amostras foram cortadas, embutidas com baquelite, lixadas com lixas de até 2000mesh, polidas com diamante de 0,3 μ m. O ataque químico foi realizado com um reagente conhecido como Marble com solução de composição de 1g CuSO₄; 4,5ml HCl; 5ml H₂O.

V. Microscopia eletrônica de varredura e Espectroscopia de energia dispersiva

Para analisar a composição química e a homogeneização das ligas estudadas foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura Phillips XL30 do laboratório LCM da Universidade federal de Santa Catarina que possui integrado uma microsonda de espectroscopia de energia dispersiva de raios x, que realiza análise pontual da composição química. A rota ETO+FM era uma preocupação no processamento da liga FeCo₂V devido à grande reatividade química do elemento vanádio com o oxigênio e por isso foi analisado a liga de FeCo₂V produzida com pós pré-ligados e elementares para verificar a formação de óxido de vanádio e se os mesmos são reduzidos na etapa de sinterização.

VI. Análise térmica diferencial (ATD)

A análise térmica diferencial (ATD) foi utilizada para auxiliar na otimização do processamento, permitindo definir o ciclo térmico de modo a evitar fases indesejadas em cada etapa do processamento. Foram realizadas análises em duas amostras de FeCo obtidas com pós elementares e FeCo₂V obtidas com pós pré-ligados, ambas processadas nas rotas ETP+FV e ETP+TTO. Para análise foi utilizada a técnica de análise térmica diferencial no equipamento STA Netzsch, modelo 409 C. Nas amostras testadas foi aplicado um ciclo de

10°C/min com atmosfera de mistura 95% de Argônio e 5% de hidrogênio até a temperatura de 1250°C.

4.2.2. Propriedades elétricas

Para a análise de resistividade elétrica foi utilizado o método a quatro pontos, utilizando como amostra a parte cilíndrica do corpo de prova de tração, conforme apresentado na Figura 4.6. O motivo para utilizar esse corpo de prova e não um corpo de prova específica do por norma é de que no processo MPI, a fabricação de amostras depende da fabricação de moldes de alto custo. Por esse motivo foi realizada uma análise de resistividade com finalidade mais qualitativa do que quantitativa, uma vez que não foi possível fabricar uma amostra conforme norma de ensaio.

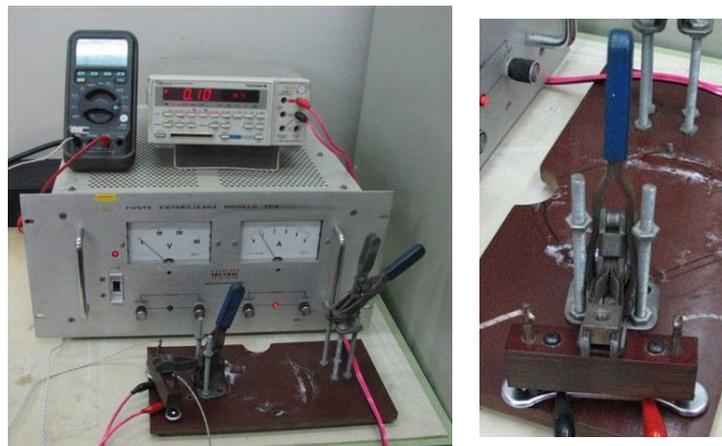


Figura 4.6 - Equipamento utilizado para análise de resistividade.

No ensaio foi aplicada uma corrente contínua através de uma fonte DC variável. Os valores aplicados de corrente foram próximos de 1A sendo realizadas 3 medidas por amostra, sendo que para cada condição foram analisadas 10 amostras. O contato da fonte com a amostra foi feito através de um dispositivo que pressiona dois contatos em forma de ponta contra as extremidades da amostra. Com isso, procura-se tornar uniforme a pressão e a área de contato. A distância entre os contatos para aplicação da corrente elétrica e para leitura da tensão foi mantida para todas as amostras. Foi então medida a tensão na amostra nos pontos marcados com um multímetro de precisão Yokogawa. As medidas de diâmetro foram

realizadas com um paquímetro com resolução de 0.02mm na região de menor diâmetro. Não foi verificado aquecimento em nenhuma das amostras.

4.2.3. Propriedades magnéticas

Para análise das propriedades magnéticas foi utilizado o método do anel conforme norma ASTM A773. As amostras foram fabricadas na forma de anel de secção transversal quadrada seguindo a relação de razão entre o diâmetro externo e interno menor que 1,4 conforme especifica do por norma. As amostras foram preparadas envolvendo cada anel com duas bobinas de fio de cobre separadas por uma fina camada de material isolante, conforme ilustrado na Figura 4.7.

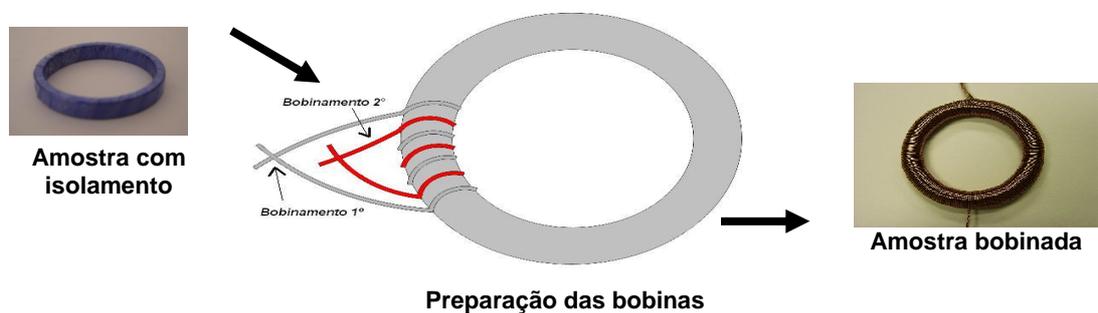


Figura 4.7 - Bobinamento primário e secundário para caracterização magnética.

Para traçar as curvas de histerese e magnetização foi utilizado o equipamento TCH5000 conforme mostrado na Figura 4.8.

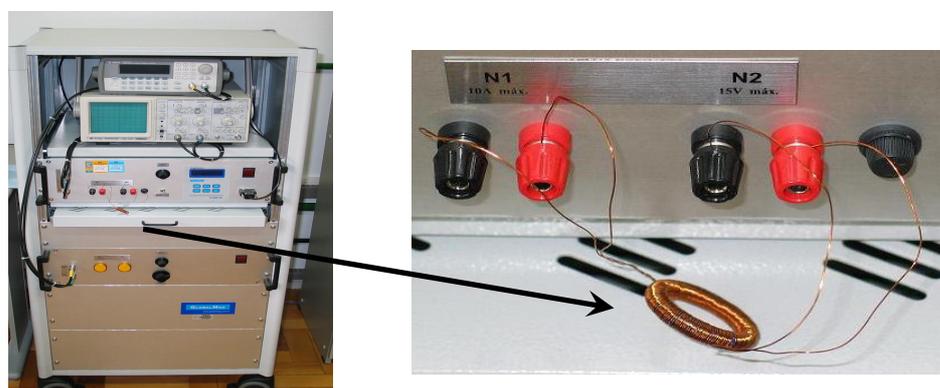


Figura 4.8 - Equipamento traçador de curvas de histerese e magnetização.

O equipamento é composto de uma fonte de corrente alternada de até 10 Amperes, um gerador de funções e uma unidade de aquisição de dados, a qual integra também um

fluxímetro e um amperímetro, que se conectam a um computador. O campo está associado à corrente elétrica aplicada, portanto o enrolamento primário é conectado a um amplificador de potência que irá suprir a corrente de magnetização I . Através do software é possível ajustar a frequência que será aplicada ao material, devido à interface de comunicação entre o software e o gerador de funções. Este gerador envia um sinal à fonte de corrente. Uma corrente senoidal é utilizada permitindo um melhor controle da curva de histerese a baixas frequências (<100 Hz). A amplitude máxima também pode ser controlada pelo usuário através do software ou de um potenciômetro. A queda de tensão medida através do resistor é proporcional à intensidade do campo H . Para circuitos magnéticos fechados e enrolamentos uniformemente distribuídos, o valor do campo magnetizante será estimado pela seguinte expressão:

$$H = \frac{N1 \cdot I}{L} \quad \text{Equação 4-1}$$

Onde: H = campo magnético aplicado em A/m; $N1$ = número de espiras do enrolamento primário; I = corrente elétrica no enrolamento primário em Ampere; L = comprimento do circuito magnético em metro.

A variação do fluxo magnético será calculada utilizando a tensão induzida no segundo enrolamento $N2$ quando aplicado o campo produzido pelo enrolamento primário. Com o número de espiras no enrolamento secundário é definido o campo induzido, pela seguinte equação:

$$N2 = \frac{\lambda \cdot R \cdot C}{B \cdot A} \quad \text{Equação 4-2}$$

Onde: B = Indução magnética em T; λ = tensão na saída do integrador em V; RC = constante de tempo do circuito integrador em s (10^{-1} , 10^{-2} ou 10^{-3}); $N2$ = número de espiras do secundário; A = área da seção da amostra em m^2 .

Para obtenção da curva de histerese, seleciona-se uma determinada frequência de medição, a corrente desejada e a tensão. O equipamento aplica um campo crescente na amostra e registra ao mesmo tempo os campos induzidos. O campo aplicado cresce até um

valor máximo que depende do número de espiras do bobinamento primário, e do valor de corrente e tensão selecionados. A partir daí, começa a ser reduzido até atingir o valor zero e avançar para campos no sentido oposto até novamente o valor máximo. Novamente o campo é reduzido até zero e o ciclo de histerese se completa. Os dados são passados para o software no computador que fornece o gráfico de indução (B) em função do campo aplicado (H). Através da curva de histerese, obtêm-se as propriedades do material de indução de magnética, coercividade e perdas. Já para a obtenção da curva de magnetização a amplitude de corrente é aumentada durante o experimento, começando do zero, e as medições são feitas no ponto de saturação de cada curva. Com a curva de magnetização do material é possível obter a permeabilidade.

Para caracterização das propriedades magnéticas dos anéis foi aplicado um campo máximo de 4000A/m, e para cada condição foram analisadas 7 amostras. As análises foram realizadas em duas frequências O valor de 0,05 Hz foi escolhido no intuito de analisar as propriedades do material sem que haja perdas magnéticas dinâmicas. O valor de 17 Hz foi escolhido por ser a frequência utilizada na aplicação da liga de FeCo2V na válvula magnética. As condições apresentadas anteriormente foram utilizadas para todas as rotas, com exceção da rota com resfriamento otimizado onde foi utilizado um campo de 2000A/m com frequência de 0,05 Hz e apenas três amostras foram analisadas.

4.2.4. Propriedades mecânicas

Para avaliar as propriedades mecânicas das ligas foi realizado o teste de tração, onde se obteve a tensão máxima de resistência, a tensão de escoamento e a deformação específica. A produção dos corpos de prova e o ensaio de tração seguem o método da norma MPIF 50 para materiais produzidos pelo processo de MPI. A geometria e as dimensões do inserto do molde estão apresentadas na Figura 4.2. O ensaio foi realizado em uma máquina universal de ensaios Shimadzu AG-IS 100 kN com velocidade de 0,3mm/s. Para cada condição analisada foram produzidos 5 corpos de prova de tração.

5. Resultados e discussões

Os resultados foram analisados utilizando a técnica estatística de variância multifatorial para uma comparação mais confiável dos fatores avaliados. Para a análise estatística foi utilizado o software Statgraphics Centurion.

5.1. Caracterizações preliminares

5.1.1. Densidade das misturas para injeção

Após a etapa de mistura, os materiais foram divididos em relação à condição do pó e o tipo de liga, posteriormente, foram separados também pela rota de processamento. Os resultados de densidade da mistura de injeção, apresentados na Tabela 5.1, estão de acordo com a carga de sólidos e ligantes que foi utilizada para cada mistura, confirmando que não houve erros na etapa de mistura.

Tabela 5.1 – Densidade das misturas de injeção

| Liga | Condição do pó | Densidade (g/cm ³) |
|--------|----------------|--------------------------------|
| FeCo | Elementar | 4,12 |
| FeCo | Pré-ligado | 5,23 |
| FeCo2V | Elementar | 4,60 |
| FeCo2V | Pré-ligado | 5,37 |

5.1.2. Retração dimensional

A primeira análise realizada após o processamento completo foi o de retração dimensional, esses valores forneciam resultados qualitativos da densidade das ligas. Na Tabela 5.2 estão apresentadas as retrações lineares medidas nos corpos de prova de tração. É importante lembrar que a carga de ligantes nas misturas elementares foi maior do que nas misturas pré-ligadas e, portanto esperava-se uma retração maior dessas ligas. As ligas obtidas com pós pré-ligados foram mais afetadas pela rota de processamento do que as obtidas com pós elementares, pois obtiveram menor contração. Para as ligas processadas com pós elementares os resultados mostram que a contração da liga de FeCo foi praticamente igual à

liga sem o elemento vanádio, portanto, o terceiro elemento teve pouca influência na densificação destas ligas.

Tabela 5.2 – Contração dimensional das ligas ao final do processamento MPI.

| Processamento | Material | Condição do Pó | Retração (%) |
|-----------------|----------|----------------|--------------|
| ETP - 980°C | FeCo | pré-ligado | 8 |
| | | elementar | 20 |
| | FeCo2V | pré-ligado | 0 |
| | | elementar | 18 |
| ETP+FV - 1330°C | FeCo | pré-ligado | 13 |
| | | elementar | 21 |
| | FeCo2V | pré-ligado | 15 |
| | | elementar | 19 |
| ETO+FM - 1250°C | FeCo | pré-ligado | 14 |
| | | elementar | 18 |
| | FeCo2V | pré-ligado | 9 |
| | | elementar | 17 |

O resultado mais interessante das ligas produzidas com pós elementares é de que após a etapa, chamada de “pré-sinterização” as ligas já estavam praticamente com a sua contração final e, portanto já na etapa final de sinterização.

A Figura 5.1 ilustra a retração dos anéis após o processamento. A liga de FeCo2V processada com pós elementares na rota ETO+FM, apresentou formação de óxidos visíveis a olho nu ao final do processamento.



Figura 5.1 – Anéis após o processamento com diferentes rotas e tipos de pó.

Nas Figura 5.2-a e Figura 5.2-b estão apresentados os corpos de prova de tração, de FeCo e FeCo2V, processados com os pós elementares e pré-ligados, nas rotas ETP, ETP+FV e ETO+FM. Com esta figura é possível visualizar mais facilmente a maior contração linear

sofrida pelas amostras produzidas a partir de pós elementares. A liga de FeCo2V, processada com pó pré-ligado, na rota ETO+FM, apresentou contração bem menor do que na rota ETP+FV e a as amostras ficaram com uma aparência escura ao final do processamento. No estado pré-sinterizado a liga de FeCo2V possuía grande fragilidade e não houve contração dimensional.

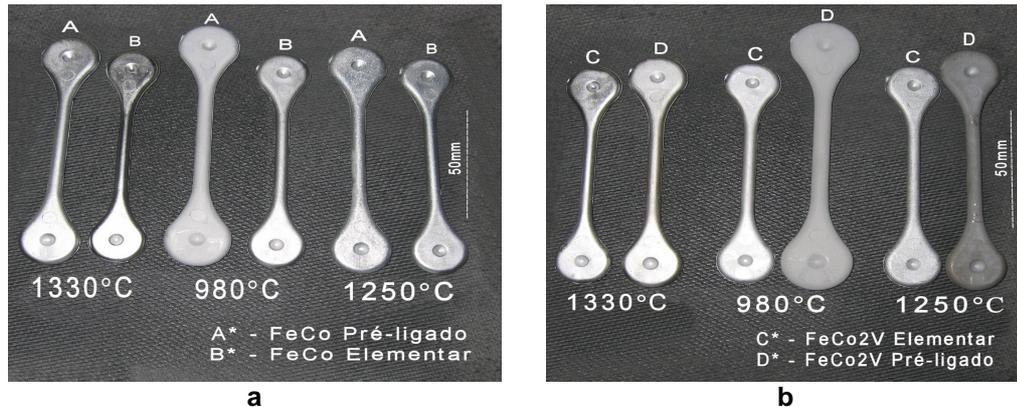


Figura 5.2 - Corpos de prova de tração de FeCo (a) e FeCo2V (b).

5.1.3. Densidade das amostras sinterizadas

Os resultados de densidade das amostras sinterizadas estão apresentados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 – Densidade das amostras sinterizadas de FeCo e FeCo2V.

| Processamento | | FeCo elementar | FeCo pré-ligado | FeCo2V pré-ligado | FeCo2V elementar |
|-----------------|----------------------------|-------------------|--------------------|----------------------|---------------------|
| ETP+FV (1330°C) | Média (g/cm ³) | 7.893 | 7.230 | 7.741 | 7.868 |
| | Desvio padrão | 0.047 | 0.039 | 0.019 | 0.006 |
| ETP (980°C) | Média (g/cm ³) | 7.748 | 6.807 | 4.843 | 7.564 |
| | Desvio padrão | 0.068 | 0.175 | 0.118 | 0.022 |
| ETO+FM (1250°C) | Média (g/cm ³) | 7.746 | 7.643 | 6.702 | 7.421 |
| | Desvio padrão | 0.049 | 0.089 | 0.278 | 0.016 |

Os resultados de densidade das amostras fundidas usadas como referência para o processo MPI estão apresentados na Tabela 5.4, e mostram que as ligas obtidas pelo processo MPI alcançaram até 97% da densidade da liga fundida.

Tabela 5.4 – Densidade da liga fundida usada como referência.

| Liga | Densidade (g/cm ³) | |
|------|--------------------------------------|-------|
| | Amostra Referência (2V Permendur) | Média |
| | Desvio padrão | 0.011 |

Para uma melhor visualização dos resultados obtidos para cada rota de processamento, serão apresentados a seguir, gráficos com os resultados médios e com intervalo de confiabilidade de 95% para as ligas de FeCo e FeCo2V processadas com os pós elementares e pré-ligados.

a. Rota extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo.

Os resultados de densidade das amostras pré-sinterizadas estão apresentados à esquerda da Figura 5.3, e os resultados na condição sinterizada, à direita da figura. As ligas processadas com os pós elementares (linha pontilhada), apresentaram os maiores valores. Após a etapa de pré-sinterização (980°C), as ligas processadas com pós elementares, apresentaram valores próximos aos obtidos na sinterização (1330°C), mostrando um efeito benéfico do uso do gradiente de composição química para a densificação. As ligas pré-sinterizadas foram submetidas a todas as análises apresentadas neste trabalho. É possível afirmar que a temperatura de sinterização da liga com pós elementares pode ser menor do que 1330°C, e para que haja um aumento da densidade é necessária uma modificação do ciclo de pré-sinterização, pois a maior parte da densificação ocorre nessa etapa.

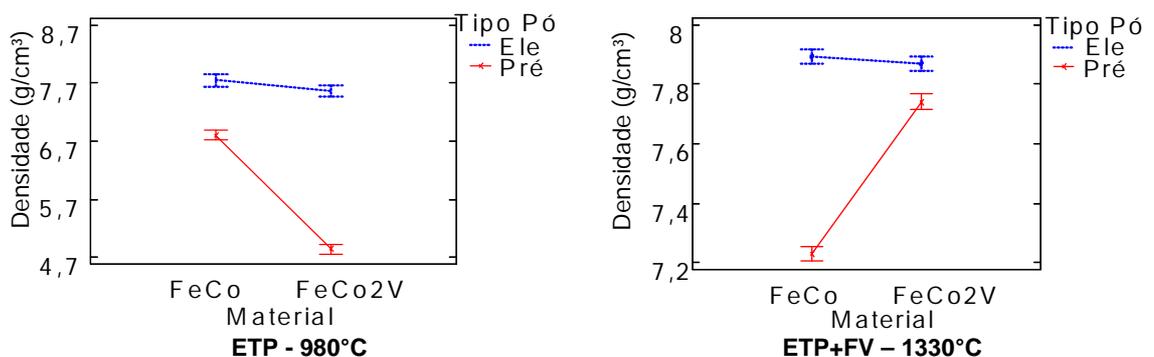


Figura 5.3 – Resultados de densidade das amostras processadas nas rotas ETP e ETP+FV.

Pelos resultados apresentados na Figura 5.3 pode ser observado que a cinética de reação entre as partículas dos pós pré-ligados (linha cheia) é bem diferente dos pós elementares (linha pontilhada), pois apresentaram grande variação entre as etapas de pré-sinterização e sinterização. A liga de FeCo processada com pós pré-ligados alcançou o menor valor de densidade na etapa de sinterização, este resultado pode ter sido causado pela

distribuição de tamanho dos pós pré-ligados (Figura 4.1) que possuía partículas muito grandes, levando a uma diminuição da energia superficial e, portanto, menor força motriz para a difusão. A outra causa pode ser conferida nos resultados apresentados mais adiante, onde é possível observar que esta liga apresentou alta taxa de crescimento de grão levando a uma diminuição das regiões de mobilidade atômica e aprisionamento dos poros dentro do grão. Os resultados mostram ainda, que diferente das outras ligas, a difusão da liga de FeCo₂V quando no estado pré-ligado só irá ocorrer em temperaturas maiores que 980°C. Em síntese para a rota ETP+FV, os melhores resultados foram alcançados pelas ligas processadas com pós elementares, com e sem o elemento vanádio. A condição dos pós para o processamento tem influência muito maior do que o elemento vanádio na liga.

b. Rota de extração térmica em atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla.

Após o ciclo de ETO, as peças produzidas com pós pré-ligados estavam com maior fragilidade do que os processados com pós elementares. Uma das causas é que as ligas feitas a partir de pós elementares possuem tamanho de partícula menor e, portanto, maior área de contato oxidada. Além disso, há uma diferença de reatividade dos pós com o oxigênio quando na forma elementar ou quando na forma de liga. A partir dos resultados apresentados na Figura 5.4 é possível concluir as ligas de FeCo não foram influenciadas pelo tipo de pó. As ligas de FeCo₂V foram mais afetadas pela rota de processamento ETO+FM, e sofreram influência do tipo de pó utilizado, sendo que os melhores resultados foram obtidos para as amostras processadas com pó elementar, que alcançou valores próximos aos obtidos pela liga sem vanádio.

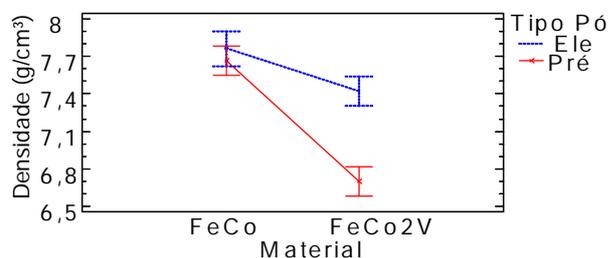


Figura 5.4 – Densidade das peças processadas pela rota ETO+FM.

5.1.4. Análise microestrutural

I. Micrografias obtidas com microscópio ótico

As micrografias das amostras sem ataque químico estão apresentadas na Figura 5.5. Com esses resultados observou-se que houve diferença na porosidade das ligas, inclusive na forma e a distribuição dos poros. Além disso, algumas ligas que apresentaram a formação de segunda fase. As amostras de FeCo, após a etapa ETP, e FeCo2V após rota ETO+FM, processadas com o pó pré-ligado, apresentaram a formação de uma estrutura de poros irregulares e em fase de coalescimento. Na liga processada com os pós elementares na rota ETP+FV os poros já estão coalescidos e arredondados. Para a liga de FeCo2V obtida com pós elementares foi observada a formação de uma segunda fase em todas as rotas de processamento.

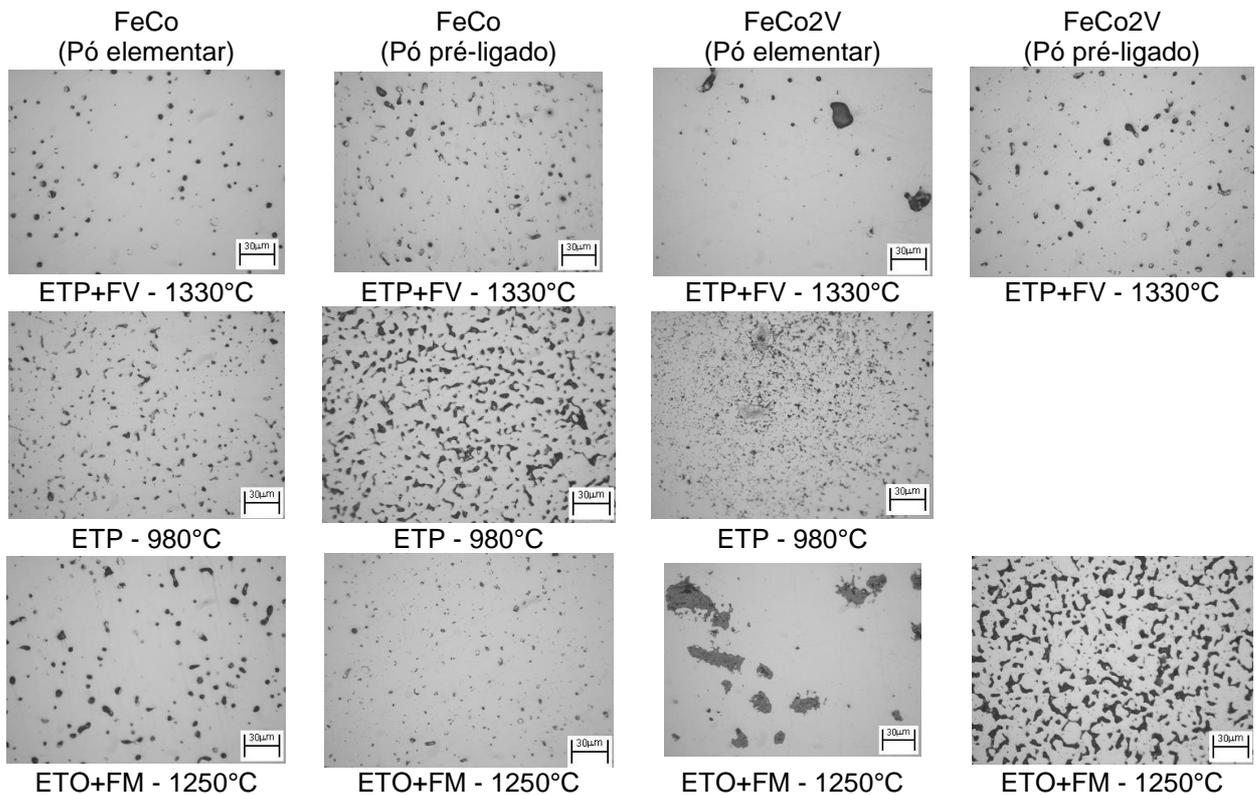


Figura 5.5 - Micrografias das ligas à base de FeCo sinterizadas (Sem ataque, aumento de 500x).

Além da densidade e distribuição de poros, que terão influência nas propriedades magnéticas da liga, o tamanho de grão também poderá alterar as propriedades. Na Figura 5.6 estão apresentadas as micrografias após ataque químico, revelando o tamanho de grão

alcançado em cada condição analisada. Foi possível observar que as amostras de FeCo apresentam um crescimento de grão elevado, aprisionando os poros dentro do grão e não permitindo uma maior densificação. A situação mais crítica ocorre para a liga de FeCo processada com pós pré-ligados onde os poros ainda estavam com formatos irregulares e em fase de coalescimento. Esse resultado mostra que para as ligas processadas com os pós pré-ligados, a ação do vanádio, impedindo o crescimento do grão, é benéfica para alcançar maior densidade. A liga de FeCo₂V processada com pó pré-ligado na rota ETO+FM não apresentou a formação de segunda fase e nesta rota as amostras apresentaram grande porosidade, uma aparência superficial escura. Para a liga de FeCo₂V, processada com pós elementares e submetida à rota ETP+FV, foi observado que no estado pré-sinterizado havia partículas de pó não solubilizadas, que diminuíram de tamanho após a sinterização. Essas partículas provavelmente seriam do pó de vanádio que possuíam um tamanho maior que os outros pós. Para confirmar essa hipótese foi realizada uma análise química com equipamento EDX.

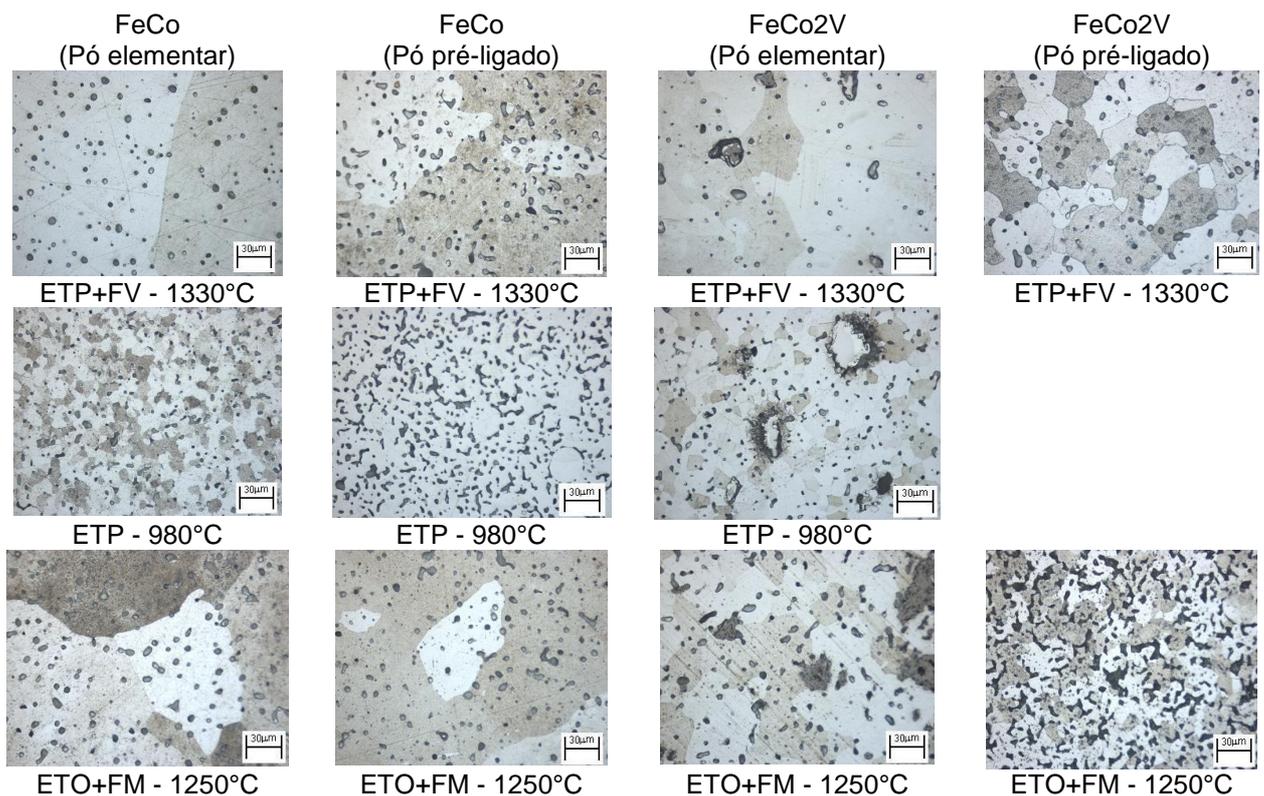


Figura 5.6 - Micrografias das ligas à base de FeCo sinterizadas (Ataque Marble, aumento de 500x).

A micrografia do material referência, obtido em processos tradicionais, está apresentada na Figura 5.7, para comparação com os resultados obtidos no processo MPI. A direita da figura está apresentada a micrografia em maior detalhe.

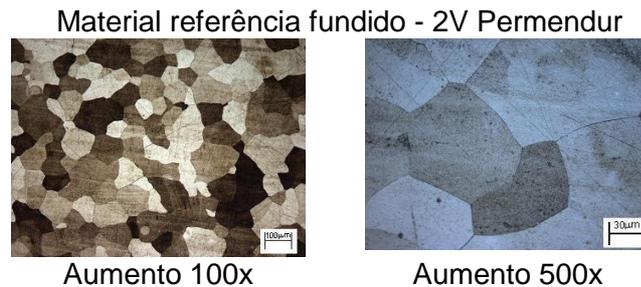


Figura 5.7 – Micrografia do material fundido referência para o processo MPI.

O material utilizado como referência apresentou grãos equiaxiais próprio de ligas obtidas por fusão, e com tamanho de grão similar aos obtidos nas amostras sinterizadas. Além disso, não há a presença de porosidade que degrada as propriedades magnéticas do material.

II. Análise química com sonda EDX

Os resultados do percentual atômico das ligas processadas com pós elementares e pré-ligados estão apresentados na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 – Percentual atômico de elementos formadores das ligas.

| Processamento | Material | Tipo de Pó | Fase | V (%at) | Fe (%at) | Co (%at) | C (%at) | O (%at) | Al (%at) | Si (%at) |
|---------------|----------|------------|------|---------|----------|----------|---------|---------|----------|----------|
| ETP 980°C | FeCo | Elementar | | | 49.08 | 50.92 | | | | |
| | FeCo2V | Elementar | a | 0.89 | 48.55 | 50.55 | | | | |
| | | | b | 89.08 | 3.63 | 7.29 | | | | |
| ETP+FV 1330°C | FeCo | Elementar | | | 49.72 | 50.28 | | | | |
| | FeCo2V | Elementar | a | 1.87 | 47.14 | 50.99 | | | | |
| | | | b | 37.67 | 30.19 | 32.13 | | | | |
| ETO+FM 1250°C | FeCo | Elementar | | | 49.58 | 50.42 | | | | |
| | FeCo2V | Elementar | c | 0.38 | 48.16 | 51.46 | | | | |
| | | | d | 54.02 | 3.26 | 3.34 | 39.37 | | | |
| | FeCo2V | pré-ligado | | 2.96 | 42.72 | 44.04 | 7.12 | | 2.17 | 0.98 |

Através dos resultados, pode-se observar que na liga de FeCo processada com pó elementar, houve a formação de solução sólida com aproximadamente 50% de cada elemento

na rota de sinterização ETP+FV, ETO+FM, e inclusive após a etapa ETP. Este resultado indica que a liga já estava na condição sinterizada após 980°C.

As amostras de FeCo2V processadas com pós elementares apresentaram a formação de segunda fase (Figura 5.8) e foram realizadas análises para definição da composição química das mesmas, como pode ser verificado na Tabela 5.5.

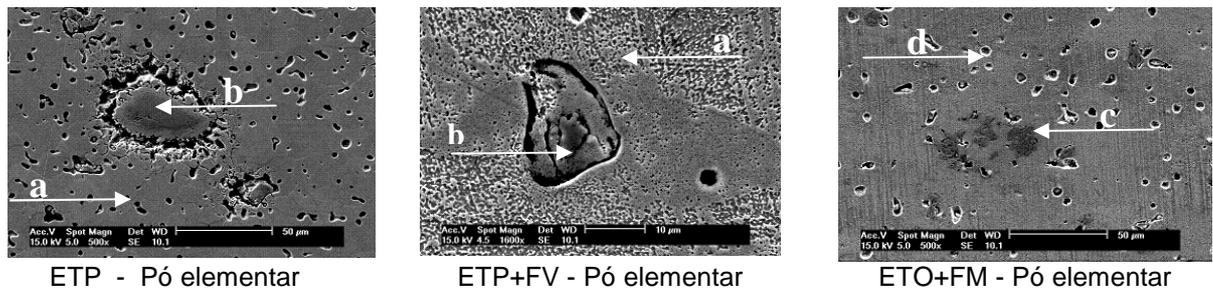


Figura 5.8 – Segunda fase encontrada nas amostras de FeCo2V processada com pós elementares.

Após a etapa ETP, o pó de vanádio entrou em solução com o ferro e cobalto na liga de FeCo2V, porém não alcançou a quantidade de 2% de vanádio na fase **a**, restando uma fase **b** rica em vanádio. Na rota de sinterização ETP+FV, houve um aumento do percentual de vanádio na fase **a**, porém, devido ao grande tamanho de partícula do pó de vanádio, não solubilizou completamente restando ainda uma segunda fase **b** com menor percentual de vanádio que na etapa ETP. Esse resultado mostra que o pó de vanádio deveria ter menor tamanho para que houvesse uma solubilização completa e em menor tempo. A liga de FeCo2V elementar não alcançou a solubilização de 2% de vanádio na rota ETO+FM, solubilizando apenas 0,38% devido à oxidação do pó de vanádio, conforme indica a fase **c** na Tabela 5.5. A fase **d** mostra uma composição principalmente de vanádio e oxigênio. Houve uma pequena interação do vanádio com a liga de FeCo, mesmo havendo a oxidação. Talvez com o uso do elemento vanádio com menor tamanho de partícula essa interação seja maior. É interessante observar que na forma pré-ligada, as amostras de FeCo2V processadas via ETO+FM, não apresentaram óxidos de vanádio e sim a presença de carbono. Esse resultado leva à hipótese de que a etapa de redução dos ligantes não foi eficiente para essa liga. Contudo a redução dos óxidos foi eficiente, já que não foram encontrados óxidos na análise. Portanto, o elemento

vanádio quando em solução sólida com outros elementos tem a reatividade com o oxigênio modificada. A diferença de contração e densidade para essa liga deve estar mais relacionada com a baixa difusão desta liga na temperatura aplicada somada com uma extração de ligantes ineficiente. Hipótese que pode ser confirmada pelo comportamento da liga na rota ETP, em que não foi observada nenhuma contração, sendo necessária a temperatura de 1330°C para que houvesse maior densificação. Os elementos Si e Al também estavam presentes em quantidade não desprezíveis, como não havia outra fonte para que houvesse a presença destes elementos, a conclusão é que sejam resquícios do polimento. Os resultados mostraram que o processamento da liga com o elemento vanádio foi afetado pela condição do pó.

Importante salientar, que neste estudo, estão sendo analisadas as propriedades obtidas de acordo com o processamento e é sabido que haverá diferença nas propriedades de acordo com a composição química obtida em cada uma das rotas, mas a intenção a princípio é descobrir o comportamento dos materiais no processamento.

5.1.5. Análise térmica

Os resultados do ensaio de análise térmica diferencial estão apresentados na Figura 5.9, e mostram as temperaturas em que ocorrem as transições de fase para as ligas de FeCo e FeCo₂V.

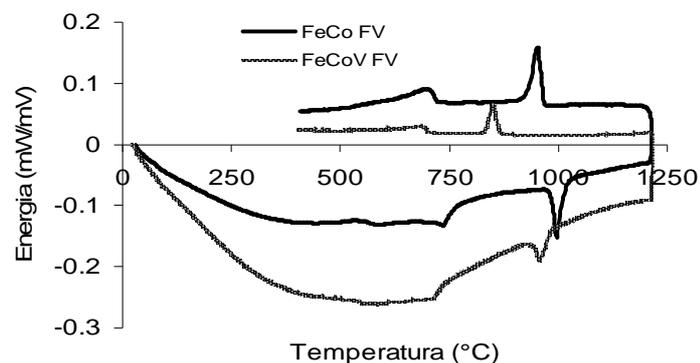


Figura 5.9 – Análise térmica diferencial das ligas de FeCo e FeCo₂V.

A diferença na posição dos picos no aquecimento e resfriamento pode ser explicada pelo atraso na transformação devido à taxa de resfriamento não ter sido lenta o suficiente, mas

mostra que para uma mesma condição a liga com o elemento vanádio possui um comportamento diferente.

Tabela 5.6 – Temperatura de transição de fases das ligas de FeCo elementar e FeCo2V pré-ligado.

| Material | | CCC <->CFC | CCC <-> ordenado | Pico anômalo |
|----------|--------------|------------|------------------|--------------|
| FeCo2V | Aquecimento | 960 | 716 | 550 |
| | Resfriamento | 847 | 697 | **** |
| FeCo | Aquecimento | 990 | 738 | 553 |
| | Resfriamento | 951 | 686 | **** |

Chen (1977) cita temperatura de transição da estrutura CFC para CCC para a liga com 2% de vanádio de 880°C. Analisando os resultados na Tabela 5.6, é possível observar que há um decréscimo maior do que o citado por Chen, na temperatura de transição para o material que contém o vanádio. O resultado da transição no aquecimento é importante para definição do ciclo de processamento, pois na etapa de extração e pré-sinterização (ciclo ETP – 980°C) o material foi submetido a um ciclo térmico que ultrapassa a temperatura de transição (960°C) da liga de FeCo2V, enquanto que para a liga de FeCo a temperatura máxima não alcança a temperatura de transição (990°C). A fase cristalina em que o material se encontra no momento da sinterização é um fator importante para o aumento da densidade do material, pois a difusão será diferente em cada estrutura. Por exemplo, a energia de ativação de difusão no volume é maior na estrutura ordenada do que na desordenada, enquanto a energia de ativação de difusão no contorno de grão não muda significativamente quando cruza a temperatura de transição (TÔKEI, 1999). O resultado mostra também que a liga de FeCo, mantém a estrutura CCC desordenada por uma faixa maior de temperatura em relação à liga de FeCo2V, resultado importante para definição do ciclo de resfriamento do material. Foi observado um pico a 550°C e segundo Sourmail (2005), trata-se de uma anomalia, que corresponde a um pico secundário na capacidade térmica abaixo da reação de ordenamento. Alguns autores sugerem que o pico parece ser sensível ao tratamento térmico empregado (NORMANTON, 1975 apud SOURMAIL, 2005). Existe inclusive um estudo que sugere que este pico corresponde a uma transição de fase (USTINOVSHIKOV e TRESHEVA, 1998).

5.2. Propriedades elétricas

Os resultados de resistividade estão apresentados na Tabela 5.7.

Tabela 5.7 – Resistividade das ligas estudadas.

| Processamento | Liga | Tipo de pó | Resistividade (ohm.m) | |
|---------------|--------|------------|-----------------------|---------------|
| | | | Média | Desvio padrão |
| ETP+FV | FeCo2V | Elementar | 4.36E-07 | 1.42E-08 |
| | | Pré-ligado | 5.19E-07 | 2.74E-08 |
| | FeCo | Elementar | 5.76E-08 | 3.18E-09 |
| | | Pré-ligado | 1.02E-07 | 3.77E-09 |
| ETO+FM | FeCo2V | Elementar | 1.09E-07 | 3.67E-09 |
| | | Pré-ligado | 1.52E-07 | 2.72E-08 |
| | FeCo | Elementar | 6.02E-08 | 3.31E-09 |
| | | Pré-ligado | 7.91E-08 | 6.00E-09 |
| ETP | FeCo | Elementar | 5.77E-08 | 4.90E-09 |
| | | Pré-ligado | 1.42E-07 | 7.78E-09 |
| | FeCo2V | Elementar | 2.85E-07 | 2.97E-09 |

Os resultados da Tabela 5.7, estão apresentados a seguir na forma de gráficos para comparação dos fatores avaliados.

I. Resistividade elétrica das amostras processadas via ETP+FV.

A Figura 5.10 mostra que o elemento vanádio exerce maior influência nos resultados de resistividade do que o tipo de pó. A liga com o elemento vanádio apresentou valores de resistividade em torno de uma ordem de grandeza maior do que a liga de FeCo. As ligas quando processadas com o pó pré-ligado, possuem um valor maior de resistividade do que com o pó elementar.

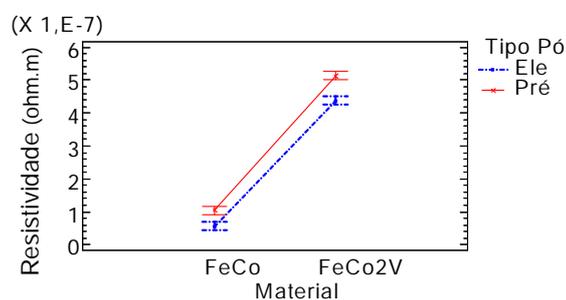


Figura 5.10 – Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETP+FV.

II. Resistividade elétrica das amostras processadas via ETP.

Conforme a Figura 5.11, a liga de FeCo2V apresentou o maior valor de resistividade elétrica para a rota ETP. Porém esse valor foi menor do que após a etapa de sinterização em FV, devido à menor quantidade de vanádio solubilizado na liga. A liga de FeCo processada com pó pré-ligado apresentou o maior valor entre as ligas de FeCo analisadas. A liga de FeCo2V obtida a partir de pós pré-ligados não foi analisada, devido à grande fragilidade.

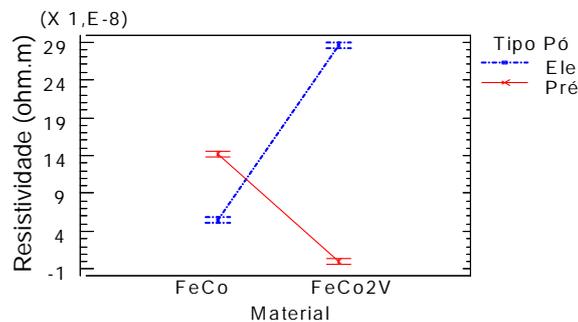


Figura 5.11 - Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETP.

III. Resistividade elétrica das amostras processadas via ETO+FM.

Conforme Figura 5.12, na rota ETO+FM o tipo de pó teve influência para a liga de FeCo2V, mas não para a liga de FeCo. A oxidação da liga de FeCo2V processada com pós elementares não foi eficiente para aumentar a resistividade, e a baixa solubilização do vanádio na liga de FeCo levou a valores semelhantes à liga de FeCo. A liga de FeCo2V obtida com pós pré-ligados deve ter sofrido a oxidação conforme citado no subcapítulo 3.2.4, já que não foi observada a formação de óxidos após a etapa de sinterização, mas a presença de grande quantidade de poros, o que acabou diminuindo a resistividade da liga. Na rota ETO+FM as ligas de FeCo2V tiveram um decréscimo das propriedades em relação à rota ETP+FV.

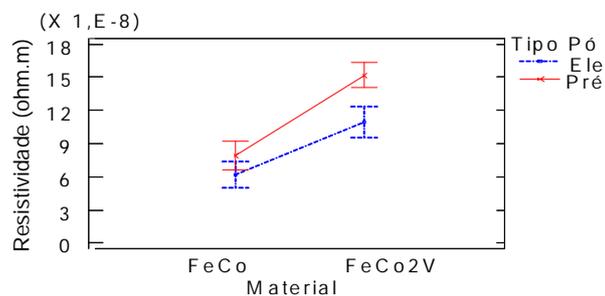


Figura 5.12 - Resistividade elétrica obtida para as ligas processadas na rota ETO+FM.

As propriedades magnéticas das ligas são deterioradas com o aumento da frequência elétrica, devido à geração de correntes induzidas. O aumento da resistividade do material pode amenizar essa deterioração.

5.3. Propriedades magnéticas

Neste tópico, inicialmente serão apresentadas as propriedades do material fundido, que serviram como referência para as propriedades obtidas com o processo MPI. Em seguida são mostradas as propriedades obtidas no processo MPI, que estão divididas por rota de processamento, sendo a primeira rota ETP+FV, em seguida ETO+FM. Na rota ETP+FV foram avaliadas as propriedades após a etapa de pré-sinterização, ETP, e após um tratamento com resfriamento controlado, TTO.

5.3.1. Material referência (2V Permendur)

A curva de histerese, analisada com frequência de 0,05 Hz, e o laço BH com frequência de 17 Hz, das amostras de referência, estão apresentados a seguir.

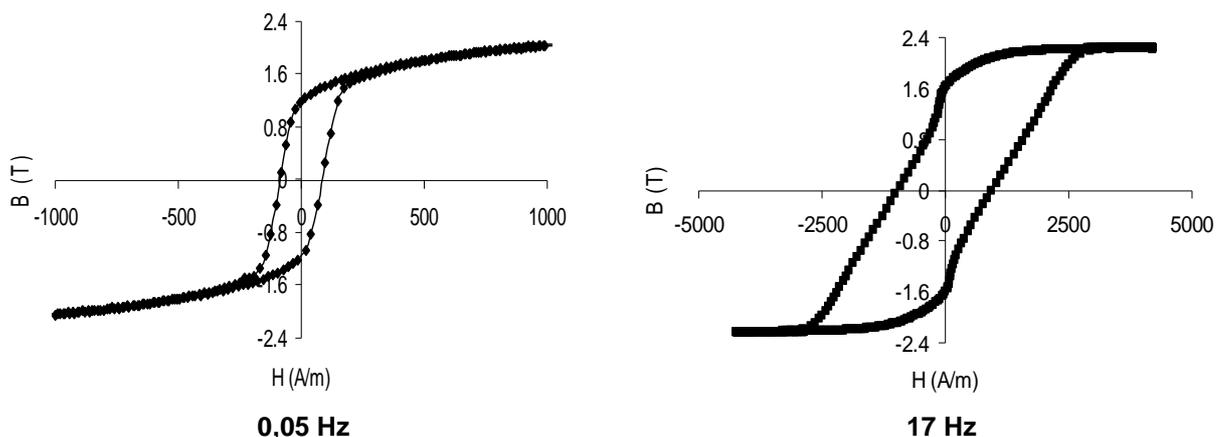


Figura 5.13 – Curva de histerese e laço BH obtidos para o material referência.

O resultado da Figura 5.13, mostra que há um aumento da área interna da curva quando há um aumento da frequência para 17 Hz, devido à presença de correntes de Foucault que aumentam as perdas deteriorando os valores relativos às propriedades magnéticas moles.

A degradação dos valores de permeabilidade com o aumento da frequência pode ser observada na Figura 5.14.

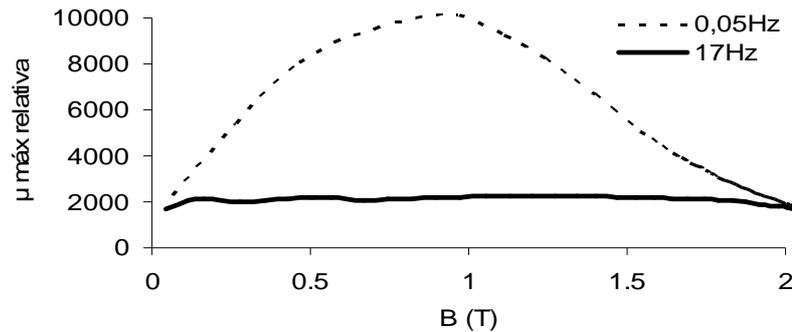


Figura 5.14 - Permeabilidade máxima relativa em função do campo induzido para o material referência.

As propriedades mostradas anteriormente na forma de gráficos estão apresentadas a seguir na Tabela 5.8 para melhor visualização dos valores alcançados.

Tabela 5.8 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas do material referência.

| Liga | Frequência (Hz) | B (T) | μ máx relativa | Hc (A/m) | Perda (J/m ³) | |
|--------------|-----------------|-----------|--------------------|----------|---------------------------|------|
| 2V Permendur | 0.05 | Media | 2.23 | 10126 | 85 | 375 |
| | | Desv.Pad. | 0.04 | 564 | 3 | 49 |
| | 17 | Media | 2.24 | 2269 | 955 | 8678 |
| | | Desv.Pad. | 0.04 | 100 | 25 | 272 |

Os resultados da Tabela 5.8 mostram que a liga é bastante afetada na frequência de 17 Hz, pois há uma queda acentuada da permeabilidade e um aumento da coercividade e conseqüentemente das perdas.

5.3.2. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo.

A seguir estão apresentadas, as curvas de histerese analisadas com frequência de 0,05 Hz e os laços BH analisados com 17 Hz, obtidas para as amostras de FeCo e FeCo2V, processadas com pós elementares e pré-ligados na rota ETP+FV.

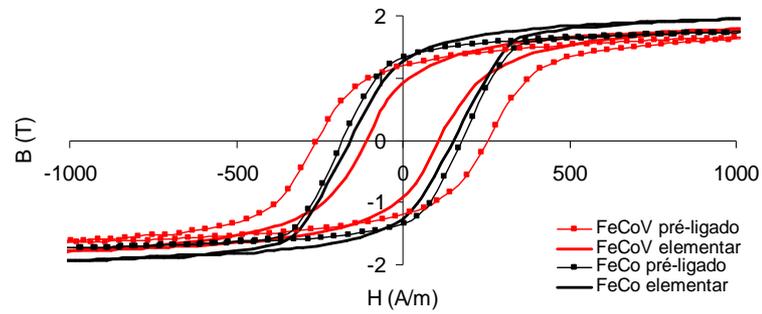


Figura 5.15 – Curvas de histerese de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 0,05 Hz.

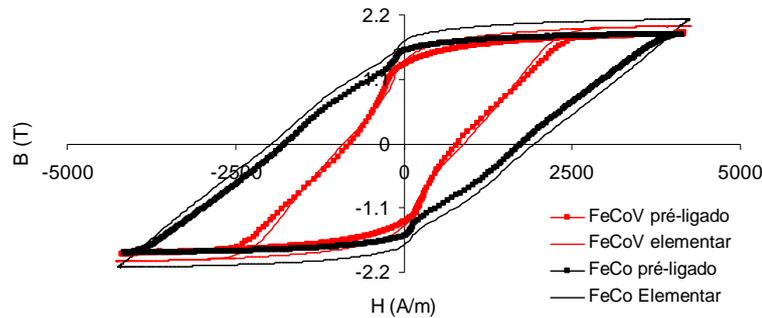


Figura 5.16 – Laço BH de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 17 Hz.

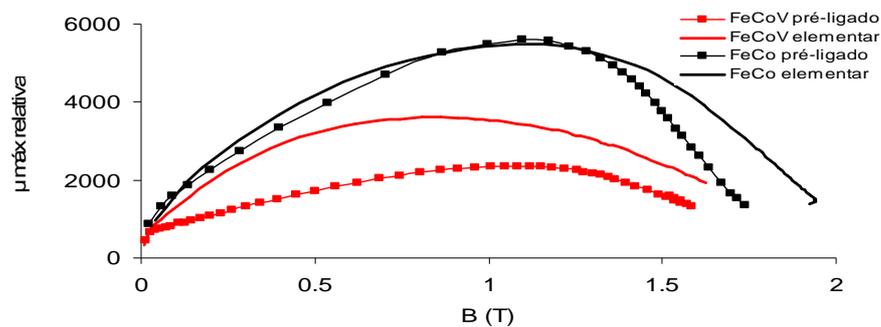


Figura 5.17 – Permeabilidade de ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 0,05 Hz.

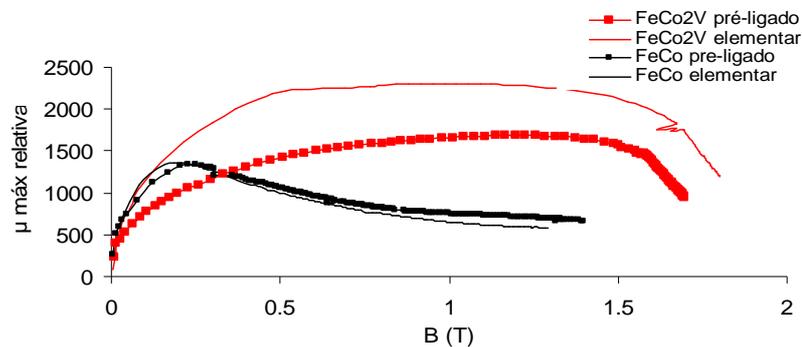


Figura 5.18 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP+FV, frequência de análise 17 Hz.

As propriedades mostradas anteriormente na forma de gráficos estão apresentadas na Tabela 5.9 para melhor visualização dos valores alcançados.

Tabela 5.9 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas obtidas na rota ETP+FV.

| Processamento | Liga | Condição do pó | Frequência (Hz) | B (T) | μ máx | Hc (A/m) | Perda (J/m ³) |
|------------------------|----------------------------------|----------------|-----------------|-------------|--------------|-------------|---------------------------|
| ETP+FV | FeCo2V | Pré-ligado | 0.05 | 1.88 | 2375 | 260 | 1433 |
| | | | | 0.02 | 78 | 5 | 83 |
| | | | 17 | 1.88 | 1700 | 857 | 6612 |
| | | | 0.02 | 30 | 11 | 232 | |
| | | Elementar | 0.05 | 2.02 | 3161 | 111 | 686 |
| | | | | 0.03 | 524 | 5 | 28 |
| | 17 | | 2.02 | 2303 | 890 | 6752 | |
| | | 0.03 | 95 | 19 | 236 | | |
| | Fe50Co | Pré-ligado | 0.05 | 1.87 | 5546 | 180 | 1038 |
| | | | | 0.09 | 641 | 6 | 79 |
| | | | 17 | 1.88 | 1440 | 1751 | 12648 |
| | | | 0.09 | 23 | 72 | 1126 | |
| Elementar | | 0.05 | 2.12 | 5635 | 158 | 1049 | |
| | | | 0.04 | 671 | 5 | 97 | |
| | 17 | 2.13 | 1375 | 1964 | 15976 | | |
| | 0.04 | 87 | 46 | 723 | | | |
| Fundição e Conformação | Material referência 2V Permendur | 0.05 | | 2.23 | 10126 | 85 | 375 |
| | | | | 0.04 | 564 | 3 | 49 |
| | | 17 | | 2.24 | 2269 | 955 | 8678 |
| | | | | 0.04 | 100 | 25 | 272 |

Para analisar a influência dos dois fatores “material e tipo de pó” nas propriedades magnéticas, foi realizada uma análise estatística dos resultados obtidos para as amostras processadas na rota ETP+FV na frequência de 0,05 Hz e 17 Hz. Estas análises estão apresentadas a seguir para cada propriedade, apresentando o valor médio e o intervalo de confiabilidade de 95%.

I. Permeabilidade relativa para as amostras processadas via ETP+FV

Conforme apresentado na Figura 5.19, os melhores resultados de permeabilidade das amostras processadas pela rota ETP+FV, analisadas com frequência de 0,05 Hz, foram obtidos pela liga de FeCo, sendo que a condição inicial do pó não teve influência na permeabilidade. A liga de FeCo2V foi mais afetada pela condição do pó do que a liga de FeCo, sendo que os melhores resultados foram obtidos para a liga processada com os pó no estado elementar.

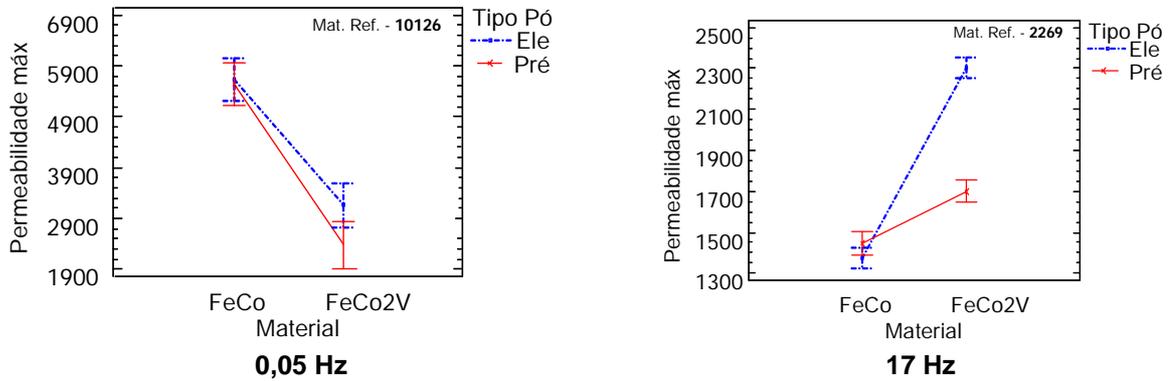


Figura 5.19 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP+FV.

Quando aplicada uma frequência de campo maior, houve uma queda acentuada dos valores para ambas as ligas, e também uma inversão dos resultados, e a liga de FeCo2V passou a apresentar os maiores resultados de permeabilidade, devido à maior resistividade das ligas com o elemento vanádio. Além disso, o tipo de pó passou a ter um efeito maior para a liga de FeCo2V., devido ao maior tamanho de grão da liga processada com os pós elementares. Foi possível concluir que com o aumento da frequência, a permeabilidade é mais afetada pela resistividade do que pelo tamanho de grão. Pois mesmo com um tamanho de grão maior do que a liga de FeCo2V, a liga de FeCo, tem um decréscimo muito maior da permeabilidade.

II. Indução de saturação para as amostras processadas via ETP+FV

A propriedade de indução de saturação, das ligas de FeCo e FeCo2V, não foi afetada pela variação da frequência, mas sim pelo tipo de pó, conforme mostra a Figura 5.20. Os maiores valores foram obtidos para a liga processada com os pós elementares. Quando processadas com pós pré-ligados, apresentou resultados semelhantes. A liga FeCo, obtida com pós elementares, apresentou o melhor resultado.

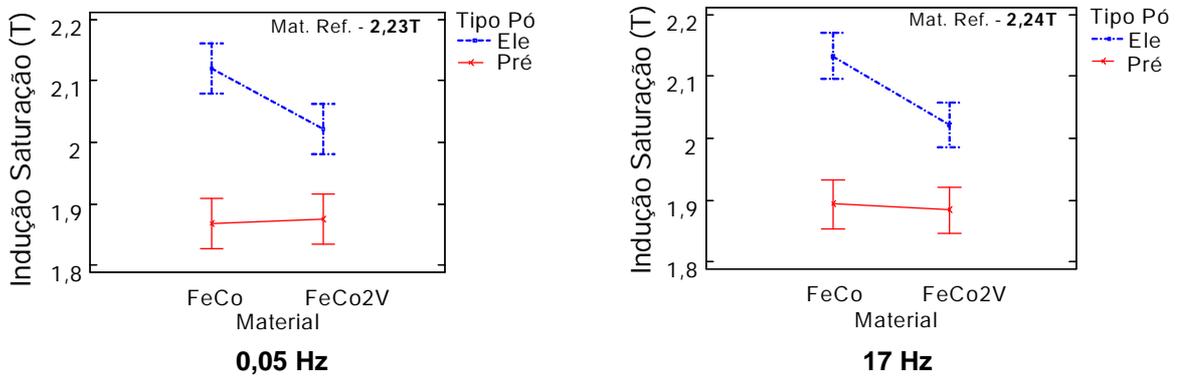


Figura 5.20 – Indução de saturação das amostras processadas na rota ETP+FV.

III. Coercividade para as amostras processadas via ETP+FV

Com frequência de 0,05 Hz, os resultados de coercividade da liga FeCo, foram pouco afetados pela condição inicial do pó, conforme apresentado na Figura 5.21. Ao contrário da liga de FeCo2V, que sofreu uma influência significativa em relação ao tipo de pó utilizado. Os melhores resultados foram obtidos pela liga de FeCo2V processada com pós na forma elementar, que possuíam o maior tamanho de grão. Com o aumento da frequência para 17 Hz, houve um grande aumento da coercividade para as duas ligas, porém a mais afetada foi a liga FeCo de menor resistividade.

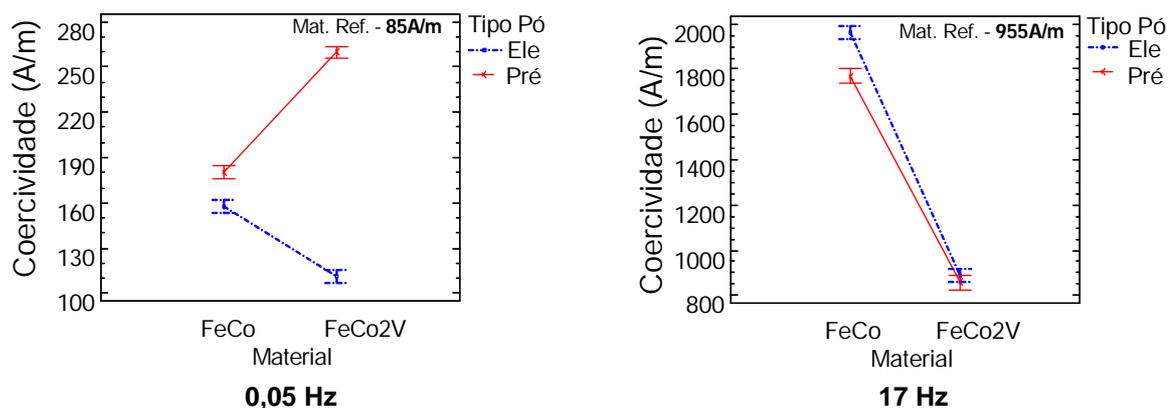


Figura 5.21 - Coercividade das amostras processadas na rota ETP+FV.

IV. Perdas magnéticas para as amostras processadas via ETP+FV

As menores perdas, na frequência de 0,05 Hz, foram alcançadas pela liga de FeCo2V obtida com pós elementares, conforme mostra a Figura 5.22. Esse material sofreu grande

influência pela condição do pó, diferente da liga de FeCo. Com o aumento da frequência as duas ligas sofreram um aumento significativo das perdas, e a condição do pó deixou de ter influência para a liga de FeCo2V e passou a influenciar para a liga de FeCo. Esse resultado pode ser atribuído a diferença de tamanho de grão e da indução de saturação destas ligas.

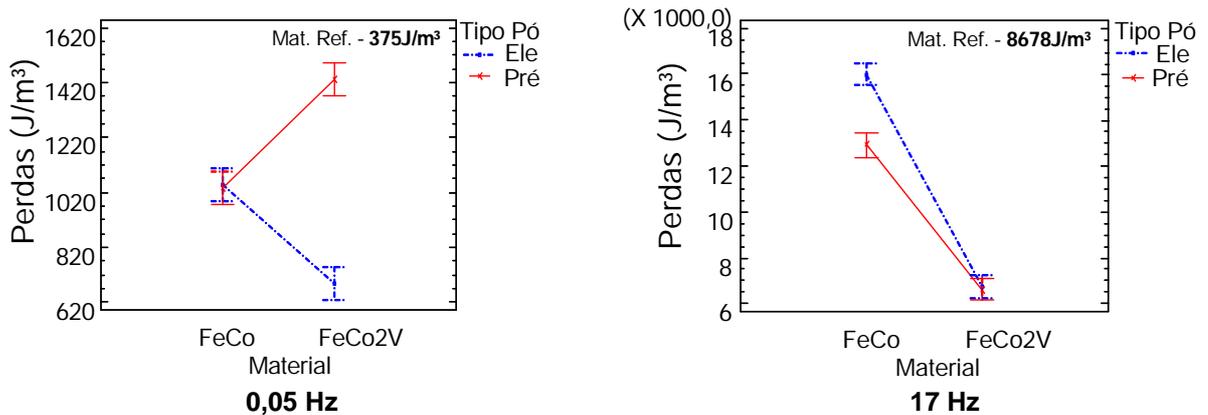


Figura 5.22 – Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETP+FV.

A liga de FeCo, processada com pós elementares na rota ETP+FV, analisada com frequência de 0,05 Hz, apresentou os melhores resultados em comparação com o material referência. Porém, com frequência de 17 Hz houve uma inversão e a liga de FeCo2V, processada com pó elementar, apresentou os melhores valores, inclusive melhor que a liga fundida no quesito perdas, porém não alcançou o valor de indução da liga fundida. Se uma sinterização adequada for aplicada para eliminação completa da porosidade, a propriedade de saturação deve ser equivalente a de um material fabricado via fusão.

5.3.2.1 Rota de extração térmica com pré-sinterização

A seguir estão apresentadas as curvas de histerese e permeabilidade em função do campo aplicado, obtidas para as ligas de FeCo e FeCo2V, processadas com pós elementares e pré-ligados, na etapa ETP.

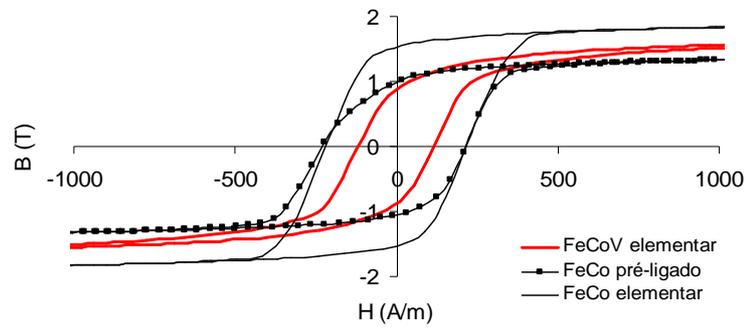


Figura 5.23 - Ligas processadas via ETP, frequência de análise 0,05 Hz.

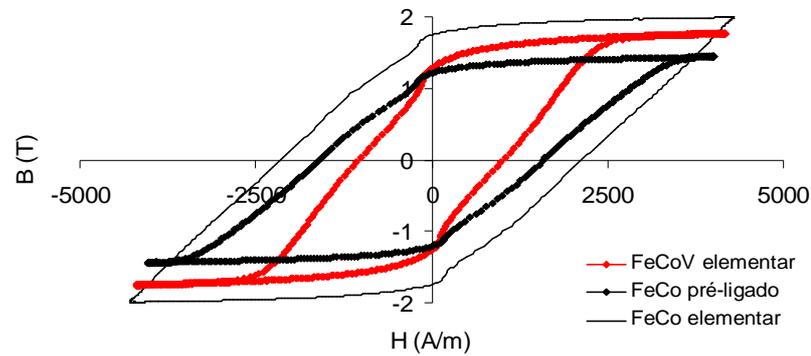


Figura 5.24 - Ligas processadas via ETP, frequência de análise 17 Hz.

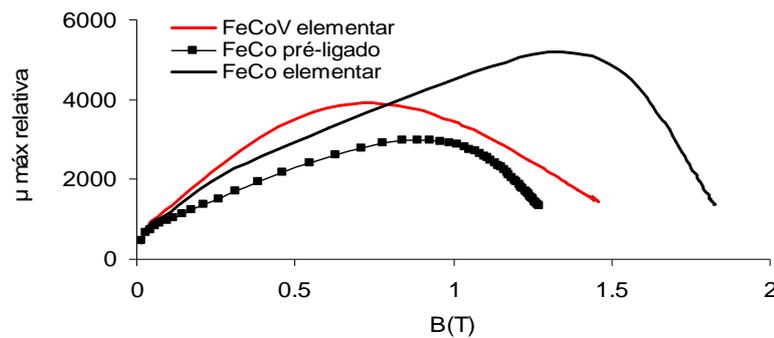


Figura 5.25 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP, frequência de análise 0,05 Hz.

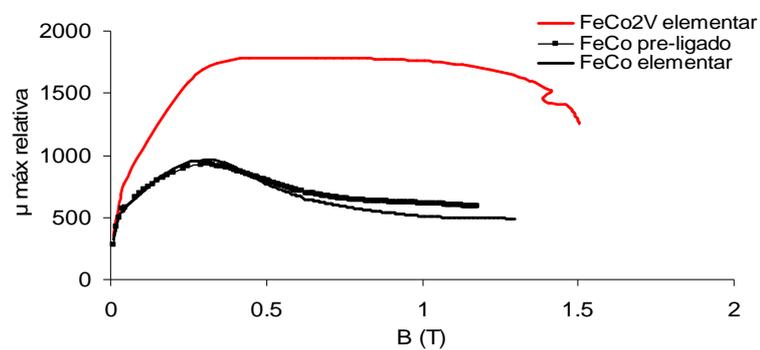


Figura 5.26 - Permeabilidade das ligas processadas via ETP, frequência de análise 17 Hz.

As propriedades mostradas anteriormente na forma de gráficos estão apresentadas na Tabela 5.10. Para comparação, os resultados do material de referência também estão apresentados.

Tabela 5.10 – Média e desvio padrão das propriedades magnéticas obtidas na rota ETP.

| Processamento | Liga | Condição do pó | Freqüência (Hz) | B (T) | μ máx | Hc (A/m) | Perda (J/m ³) | | |
|------------------------|----------------------------------|----------------|-----------------|--------------|-------------|--------------|---------------------------|-------------|------------|
| ETP | FeCo2V | Elementar | 0,05 | 1,76 | 3951 | 121 | 720 | | |
| | | | | 0,02 | 159 | 9 | 72 | | |
| | | | 17 | 1,77 | 1789 | 1035 | 6659 | | |
| | | | | 0,02 | 45 | 40 | 306 | | |
| | | | Fe50Co | Pré-ligado | 0,05 | 1,44 | 3085 | 219 | 919 |
| | | | | | | 0,08 | 233 | 4 | 65 |
| | 17 | 1,44 | | | 937 | 1596 | 8694 | | |
| | | 0,09 | | | 22 | 77 | 999 | | |
| | Elementar | 0,05 | | | 1,95 | 5583 | 219 | 1385 | |
| | | | | | 0,11 | 1276 | 27 | 193 | |
| | | 17 | 1,96 | 1003 | 2131 | 15942 | | | |
| | | | 0,11 | 71 | 39 | 1030 | | | |
| Fundição e Conformação | Material referência 2V Permendur | 0,05 | 2,23 | 10126 | 85 | 375 | | | |
| | | | 0,04 | 564 | 3 | 49 | | | |
| | | 17 | 2,24 | 2269 | 955 | 8678 | | | |
| | | | 0,04 | 100 | 25 | 272 | | | |

Comparando com os resultados do material referência, em freqüência de 0,05 Hz, as propriedades das ligas processadas na rota ETP não alcançaram o valor de saturação e a permeabilidade foi no máximo a metade do valor da liga fundida. Este resultado deve ter sido causado pela diferença de densidade das amostras. Entretanto com freqüência de 17 Hz a liga FeCo2V obtida com pós elementares exibiu propriedades próximas da liga fundida, com exceção da indução de saturação. A seguir é apresentada uma análise estatística para verificar o quanto a etapa de sinterização influenciou nos resultados.

I. Permeabilidade relativa das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas.

Os resultados apresentados na Figura 5.27, mostraram que o material sem o elemento vanádio, analisado com freqüência de 0,05 Hz, possui a maior permeabilidade nos dois estados de processamento, pré e sinterizado. Mostram também que a diferença entre os processamentos é maior na freqüência de 17 Hz.

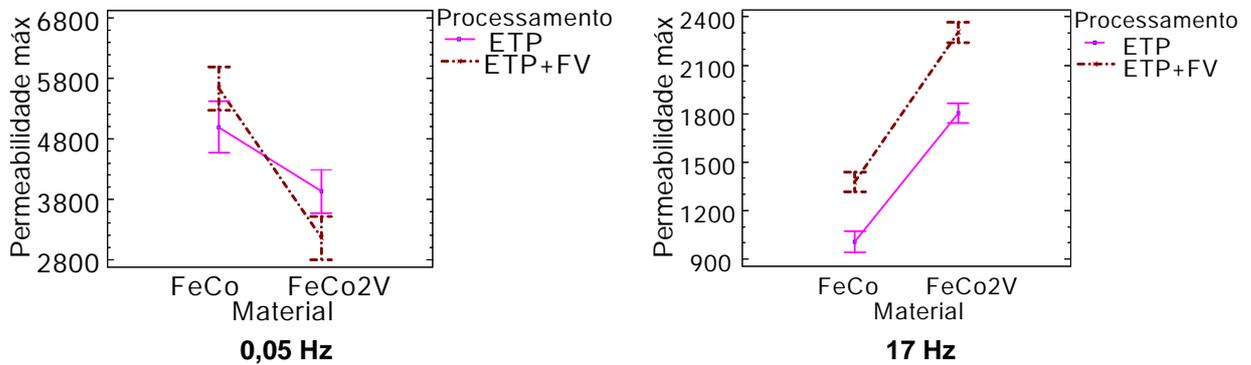


Figura 5.27 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP.

Na frequência de 0,05 Hz, a liga com o elemento vanádio, apresentou um valor de permeabilidade maior no estado pré-sinterizado do que no estado sinterizado. A liga de FeCo obteve valores próximos nos dois estados de processamento. Resultado interessante, pois a liga no estado pré-sinterizado ainda possui um pequeno tamanho de grão e, portanto, mais barreiras para movimentação dos domínios magnéticos. Porém, no estado sinterizado as ligas sofreram um resfriamento rápido a partir da fase gama e pode ter havido uma transformação martensítica, formando a estrutura α' , levando a uma queda da permeabilidade, Mas o resultado também pode ter sido causado pela menor solubilização de vanádio no FeCo na pré-sinterização. Portanto, na frequência de 0,05 Hz, a transformação de fase ou a solubilização tiveram influência maior do que o tamanho de grão. Entretanto, com o aumento da frequência, o material no estado pré-sinterizado sofre efeito das perdas dinâmicas e a liga após sinterização alcança o maior valor, sugerindo que a solubilização do vanádio deve ter tido maior influência. Essa questão precisa ser analisada, pois o resultado pode levar à conclusão de que a liga de FeCo2V é mais susceptível ao tratamento térmico do que a liga de FeCo. Vale lembrar que a liga de FeCo sofre o ordenamento cristalino mesmo com resfriamento forçado.

II. Indução de saturação das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas.

O processamento possui efeito na indução de saturação, conforme mostra a Figura 5.28. Entretanto, as frequências analisadas não afetaram a indução de saturação. Os maiores valores foram obtidos para as ligas após sinterização, resultado esperado já que a densidade nesta condição foi maior. Entre os materiais, a liga de FeCo apresentou os maiores valores.

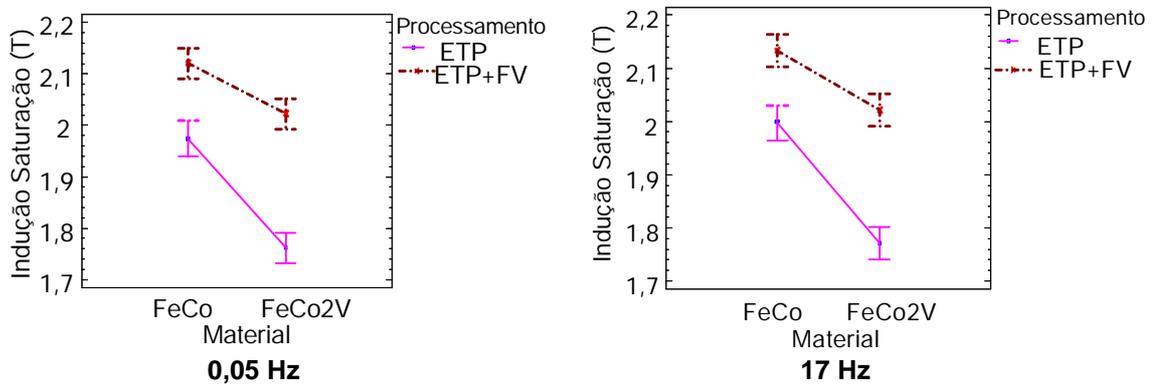


Figura 5.28 - Indução de saturação das amostras processadas na rota ETP.

III. Coercividade das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas

Os resultados apresentados na Figura 5.29, mostram que na freqüência de 0,05 Hz, os menores valores de H_c foram obtidos na liga de FeCo2V, que não sofreram influência do processamento, ao contrário da liga de FeCo. Na freqüência de 17 Hz, há um grande aumento da coercividade, e os menores resultados são obtidos para a liga com vanádio no estado sinterizado. Na freqüência de 17 Hz, as condições de processamento tiveram pequeno efeito na coercividade.

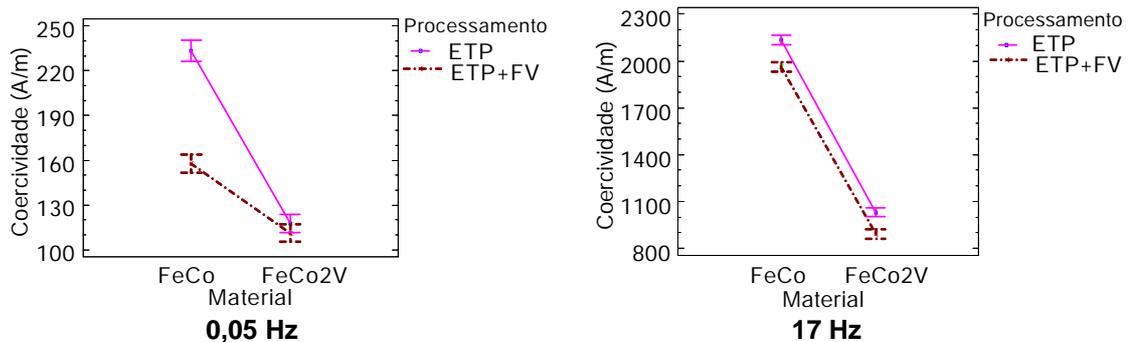


Figura 5.29 - Coercividade das amostras processadas na rota ETP.

Foi possível observar a importância do elemento vanádio, que apesar de ocasionar defeitos como uma segunda fase paramagnética, apresentou valores menores de coercividade do que a liga de FeCo. Na freqüência de 17 Hz, o tamanho de grão deve ter sido responsável pela diminuição da coercividade com a mudança da rota de processamento.

IV. Perdas magnéticas das amostras pré-sinterizadas e sinterizadas.

A liga de FeCo2V possui as menores perdas e não é afetada pelo processamento, conforme mostra a Figura 5.30. A liga de FeCo possui perdas maiores e o processamento tem um efeito significativo na frequência de 0,05 Hz.

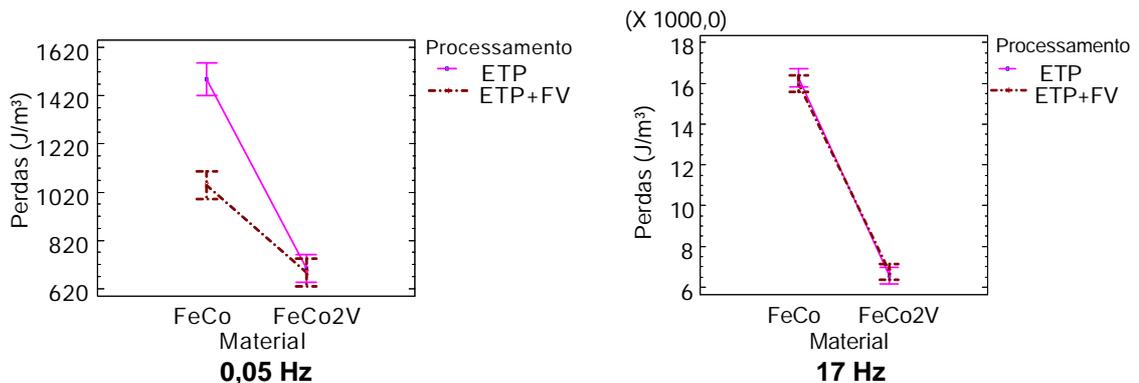


Figura 5.30 - Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETP.

Na frequência de 17 Hz há um aumento de aproximadamente 10 vezes nas perdas magnéticas para as duas ligas. Como esperado, em frequências maiores o material com vanádio apresentou as menores perdas.

Os resultados mostram que em frequência de 0,05 Hz, a liga de FeCo2V é menos afetada pela condição pré ou sinterizada do que a liga de FeCo, mas existe uma diferença significativa na propriedade de indução magnética devido à diferença de densidade nas duas etapas do processamento. Na frequência de 17 Hz o processamento passa a ter influência semelhante para os dois materiais. Esses resultados são muito importantes, pois mostram que as ligas obtidas a partir de pós elementares, processadas em uma rota com temperatura muito menor do que as usualmente utilizadas no processamento dessas ligas, alcançam boas propriedades magnéticas moles. Vale lembrar que o ciclo utilizado na pré-sinterização é padrão da empresa parceira e foi utilizado para os dois materiais FeCo e FeCo2V, mesmo sabendo que com a adição do vanádio na liga, o comportamento termodinâmico é diferente, e portanto, o tratamento térmico não deveria ser igual. Se fosse aplicado um ciclo otimizado para cada liga na etapa ETP as propriedades ficariam ainda melhores e é possível que a etapa posterior pudesse ser excluída do processamento.

5.3.2.2 Rota com tratamento térmico de resfriamento

As curvas de histerese e permeabilidade em função do campo induzido, obtidas com as ligas processadas com ciclo de resfriamento controlado, estão apresentadas a seguir.

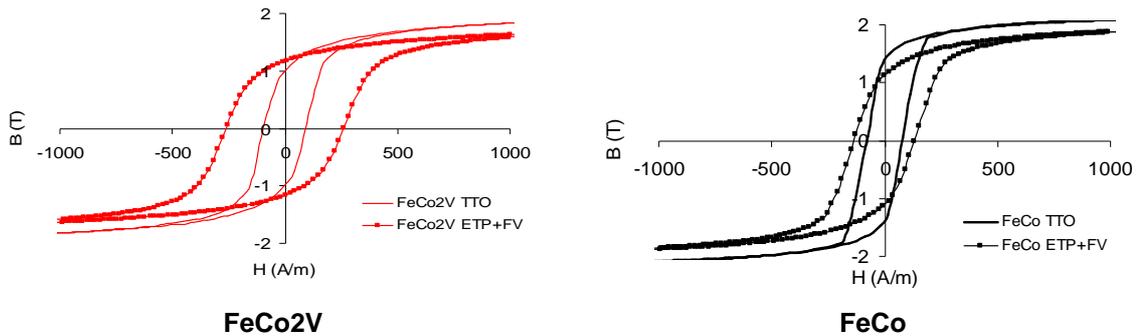


Figura 5.31 - Ligas de FeCo e FeCo2V com e sem TTO de resfriamento.

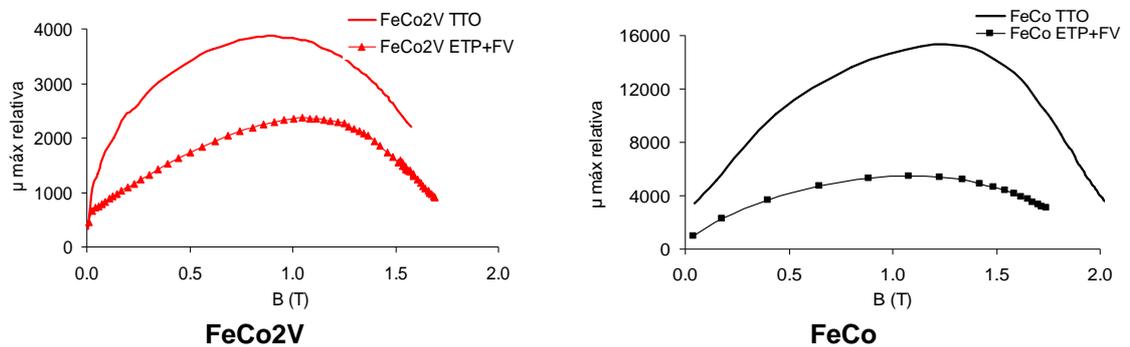


Figura 5.32 - Permeabilidade das ligas de FeCo2V e FeCo, com e sem TTO de resfriamento.

Os resultados retirados das curvas estão apresentados na Tabela 5.11, para melhor visualização dos valores.

Tabela 5.11 – Resultados obtidos com e sem o tratamento térmico de resfriamento.

| Processamento | Material | Bs(T) | μ_{max} | Hc (A/m) | Perdas (J/m ³) | Densidade (g/cm ³) |
|---------------|----------|-------------|--------------|------------|----------------------------|--------------------------------|
| ETP+TTO | FeCo2V | 1,93 | 4639 | 102 | 540 | 7,89 |
| | | 0,002 | 758 | 6 | 50 | 0,03 |
| | FeCo | 2,18 | 15218 | 60 | 670 | 8,09 |
| | | 0,01 | 112 | 0,6 | 52 | 0,001 |
| ETP+FV | FeCo | 2,06 | 5635 | 135 | 880 | 7,89 |
| | | 0,04 | 671 | 6 | 61 | 0,05 |
| | FeCo2V | 1,78 | 2375 | 255 | 1425 | 7,74 |
| | | 0,03 | 78 | 3 | 47 | 0,01 |

O valor de permeabilidade duplicou e a coercividade caiu pela metade, após TTO da liga de FeCo2V. A liga de FeCo também teve seu valor de permeabilidade aumentado em

aproximadamente 3 vezes, enquanto a coercividade diminuiu para menos de 50% do valor original. Os resultados mostram que uma simples substituição dos ciclos de tratamento térmico que foram utilizados pode melhorar significativamente as propriedades magnéticas moles das ligas analisadas.

5.3.3. Rota de extração térmica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla.

A seguir estão apresentadas, as curvas de histerese, os laços BH e a permeabilidade, analisadas com frequência de 0,05 Hz e 17 Hz, das amostras processadas na rota ETO+FM.

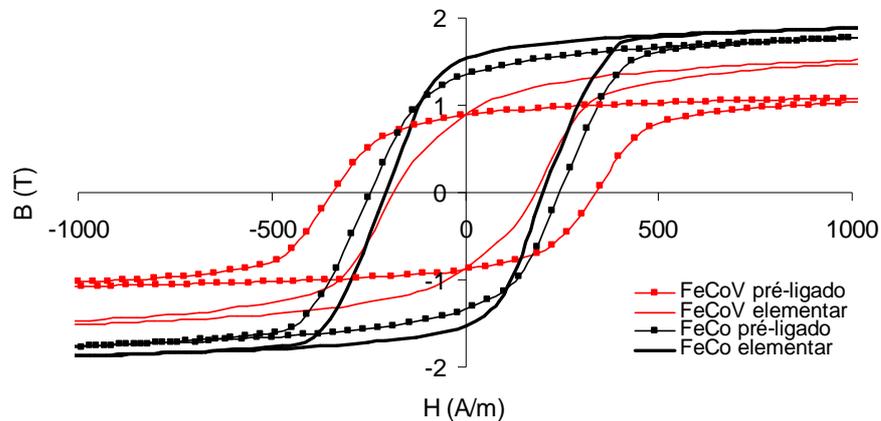


Figura 5.33 - Ligas processadas via ETO+FM, frequência de análise 0,05 Hz.

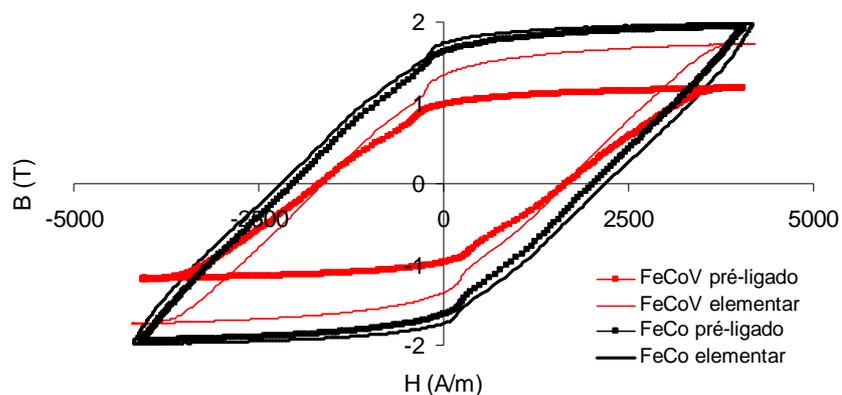


Figura 5.34 - Ligas processadas via ETO+FM, frequência de análise 17 Hz.

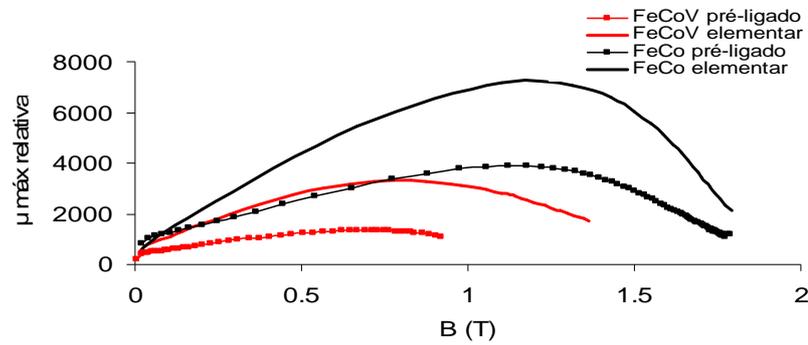


Figura 5.35 - Permeabilidade de ligas processadas via ETO+FM, frequência de análise 0,05 Hz.

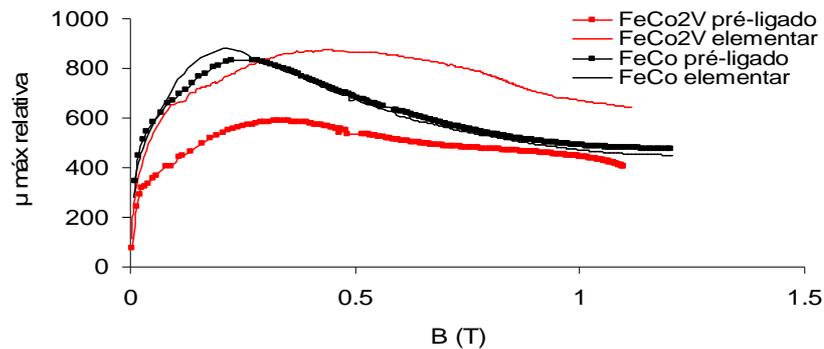


Figura 5.36 - Permeabilidade de ligas processadas via ETO+FM, frequência de análise 17 Hz.

As propriedades mostradas anteriormente na forma de gráficos estão apresentadas na Tabela 5.12 para melhor visualização dos valores alcançados.

Tabela 5.12 – Média e desvio padrão de propriedades magnéticas obtidas na rota ETO+FM.

| Processamento | Liga | Condição do pó | Frequência (Hz) | B (T) | μ máx | Hc (A/m) | Perda (J/m ³) |
|------------------------|----------------------------------|----------------|-----------------|--------------|--------------|--------------|---------------------------|
| ETO+FM | FeCo2V | Pré-ligado | 0,05 | 1.19 | 1356 | 344 | 1410 |
| | | | | 0.04 | 90 | 2 | 52 |
| | | 17 | 1.19 | 590 | 1674 | 7361 | |
| | | | 0.03 | 6 | 30 | 321 | |
| | | Elementar | 0,05 | 1.73 | 3289 | 174 | 967 |
| | | | | 0.05 | 134 | 4 | 51 |
| | 17 | 1.74 | 931 | 1639 | 10445 | | |
| | | 0.05 | 29 | 27 | 375 | | |
| | Fe50Co | Pré-ligado | 0,05 | 1.94 | 3920 | 249 | 1352 |
| | | | | 0.03 | 129 | 5 | 84 |
| | | 17 | 1.95 | 841 | 2028 | 14784 | |
| | | | 0.04 | 16 | 46 | 404 | |
| Elementar | | 0,05 | 2.01 | 6883 | 203 | 1300 | |
| | | | 0.05 | 1011 | 16 | 119 | |
| 17 | 1.99 | 884 | 2213 | 16670 | | | |
| Fundição e Conformação | Material referência 2V Permendur | 0,05 | 2.23 | 10126 | 85 | 375 | |
| | | | 0.04 | 564 | 3 | 49 | |
| | | 17 | 2.24 | 2269 | 955 | 8678 | |
| | | | 0.04 | 100 | 25 | 272 | |

A seguir será apresentado da mesma forma que para a rota anterior, uma comparação das propriedades obtidas de acordo com o “material e o tipo de pó utilizado”.

I. Permeabilidade das amostras processadas via ETO+FM

Na frequência de 0,05 Hz, a liga de FeCo produzida com o pó elementar, que apresentou o maior tamanho de grão, apresentou também os maiores valores de permeabilidade, conforme mostra a Figura 5.37. Os resultados de permeabilidade foram influenciados pela condição do pó. O material com vanádio, que apresentou a menor densidade e tamanho de grão, foi a liga mais afetada nesta rota de processamento. Com o aumento da frequência, houve uma queda acentuada da permeabilidade, e o tipo de pó deixou de ter influência para a liga de FeCo. A liga de FeCo2V obtida a partir de pós elementares obteve resultado próximo da liga de FeCo, mesmo com a presença de óxidos, devido à baixa solubilização do elemento vanádio nesta rota.

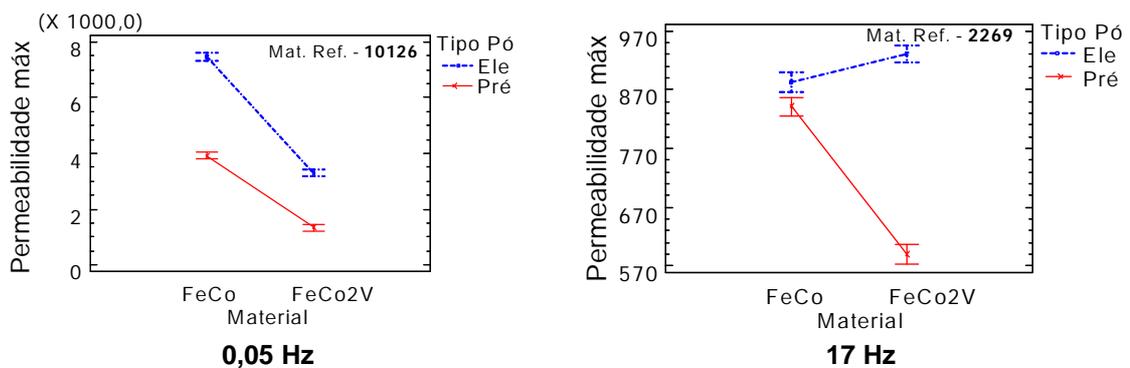


Figura 5.37 - Permeabilidade das amostras processadas na rota ETO+FM.

II. Indução de saturação das amostras processadas via ETO+FM

A indução de saturação não apresentou variação com o aumento da frequência de acordo com a Figura 5.38. Os maiores valores foram obtidos com as ligas FeCo de maior densidade. A liga de FeCo2V sofreu maior influência pelo tipo de pó utilizado, e os melhores resultados foram obtidos com o pó elementar, sendo que a porosidade da liga produzida com pós pré-ligados, mostrou ter maior influência do que os óxidos presentes na liga obtida a partir de pós elementares.

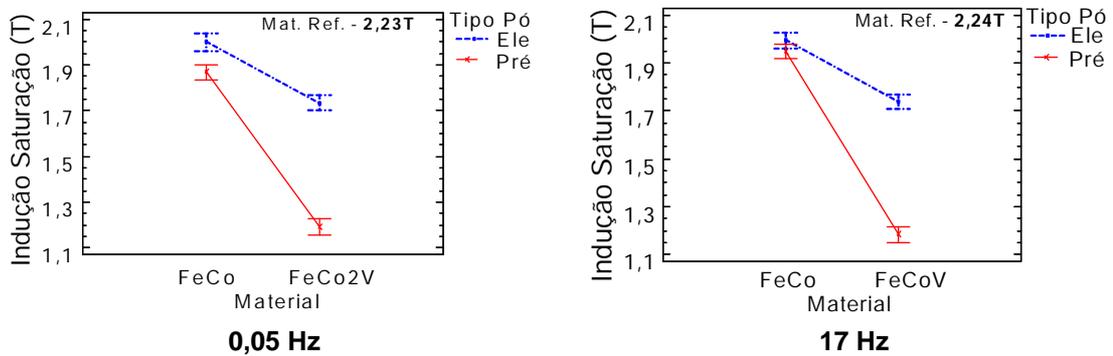


Figura 5.38 - Indução de saturação das amostras processadas na rota ETO+FM.

III. Coercividade das amostras processadas via ETO+FM

Os resultados apresentados na Figura 5.39, obtidos na freqüência de 0,05 Hz, mostram que o tamanho de grão e porosidade possuem influência na coercividade, porém com o aumento da freqüência essas características microestruturais são menos importantes do que a resistividade das ligas de FeCo2V. A maior resistividade da liga FeCo, processada com pós pré-ligados, proporcionou menor coercividade na freqüência de 17 Hz. O menor valor foi alcançado pela liga de FeCo2V produzida com pós elementares.

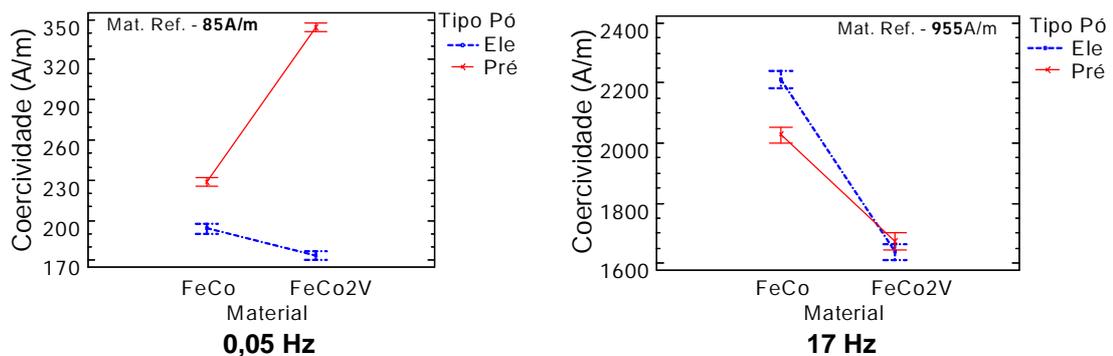


Figura 5.39 - Coercividade das amostras processadas na rota ETO+FM.

IV. Perdas magnéticas das amostras processadas via ETO+FM

Estão apresentados na Figura 5.40 os resultados das perdas magnéticas. Na freqüência de 0,05 Hz o menor valor foi obtido para a liga de FeCo2V processada com pós elementares. Com o aumento da freqüência há um aumento substancial das perdas, e a liga que passa a possuir o menor valor, é a liga de FeCo2V processada com os pós pré-ligados, devido ao baixo percentual de vanádio na liga obtida com pós elementares.

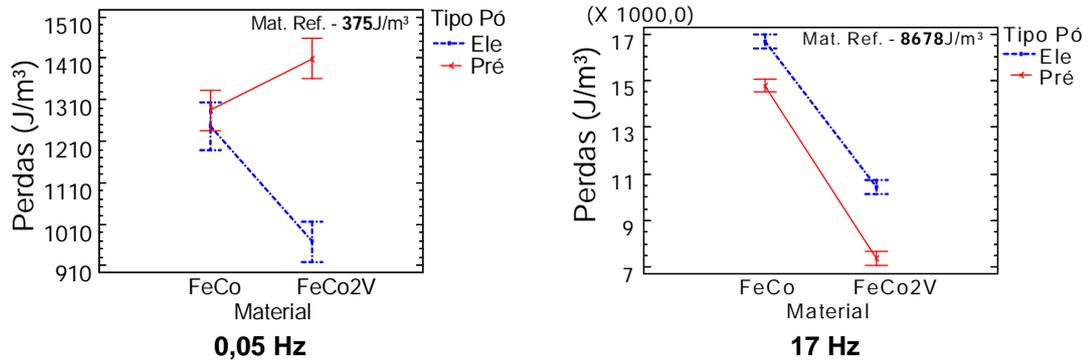


Figura 5.40 – Perdas magnéticas das amostras processadas na rota ETO+FM.

As propriedades das ligas de FeCo2V foram inferiores na rota ETO+FM em relação às propriedades obtidas nas rotas ETP+FV. É necessário um estudo com pós de vanádio de menor tamanho de partícula para produção da liga elementar. Também um estudo para aumentar a densidade da liga processada com pós pré-ligados para obtenção de melhores resultados. As ligas de FeCo foram menos afetadas na rota de processamento ETO+FM, porém as propriedades foram inferiores às obtidas na rota ETP+FV, e conseqüentemente, inferior à liga referência. Entretanto esse resultado não descarta o uso da rota ETO+FM para a produção das ligas à base de FeCo, pois essa decisão deve ser feita levando em conta as propriedades exigidas para cada aplicação e o custo para obter as mesmas. É importante salientar, que a liga com elemento vanádio está sendo chamada de FeCo2V para facilitar a comparação no texto, mas nesta rota o material elementar não alcançou os 2% de vanádio, sendo que foi solubilizado apenas 0,38% na liga de FeCo.

5.4. Propriedades mecânicas

5.4.1. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo

As propriedades obtidas com as ligas processadas na rota ETP+FV estão apresentados na Tabela 5.13.

Tabela 5.13 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETP+FV.

| Liga | Tipo de pó | Tensão escoamento (MPa) | Tensão máxima (MPa) | Deformação específica |
|--------|------------|-------------------------|---------------------|-----------------------|
| FeCo | pré-ligado | 121 | 202 | 0.023 |
| | | 19 | 3 | 0.001 |
| | Elementar | 107 | 165 | 0.018 |
| | | 12 | 11 | 0.004 |
| FeCo2V | pré-ligado | 242 | 478 | 0.082 |
| | | 4 | 31 | 0.011 |
| | Elementar | 203 | 296 | 0.048 |
| | | 1 | 33 | 0.013 |

Para facilitar a discussão dos resultados são apresentados a seguir os resultados separados por propriedades mecânicas analisadas.

I. Tensão máxima e de escoamento

Conforme os resultados apresentados na Figura 5.41, a liga de FeCo2V possui os maiores valores de tensão de escoamento e tensão máxima, sendo a liga obtida com os pós pré-ligados, a que apresentou o maior valor. A liga de FeCo alcançou aproximadamente a metade dos valores obtidos com a liga de FeCo2V. A liga sem o vanádio não foi afetada pelo tipo de pó utilizado.

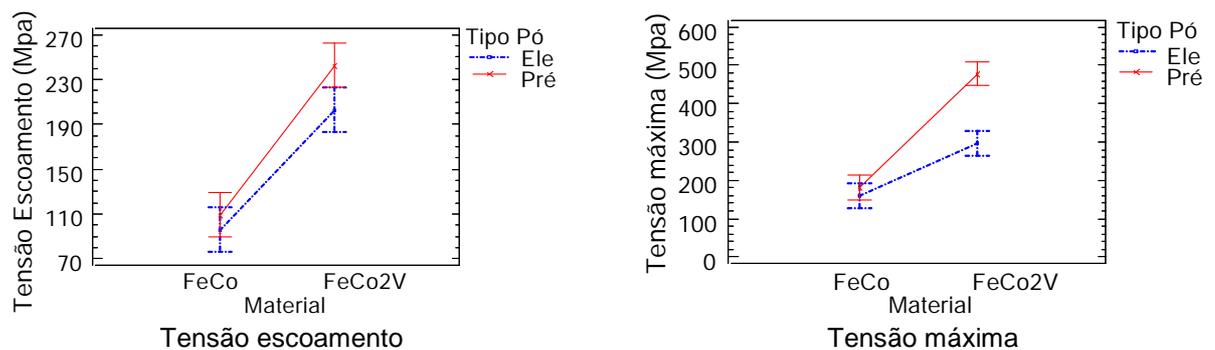


Figura 5.41 –Tensão máxima e de escoamento das amostras processadas na rota ETP+FV.

II. Deformação específica

Os resultados apresentados na Figura 5.42 mostram um comportamento que já era esperado para a liga que contém o vanádio, já que a adição deste elemento tem justamente essa função, de aumentar a capacidade de deformação da liga. O resultado mostra também que, ao contrário da liga de FeCo, a liga com o vanádio, é afetada pela condição do pó. Os

valores de deformação específica estão apresentados apenas para mostrar que o vanádio possui um efeito na liga mesmo quando processada via MPI, porém essa deformação alcançada neste processo é muito pequena se comparada aos materiais fundidos que chegam a apresentar um valor de deformação específica de 6.

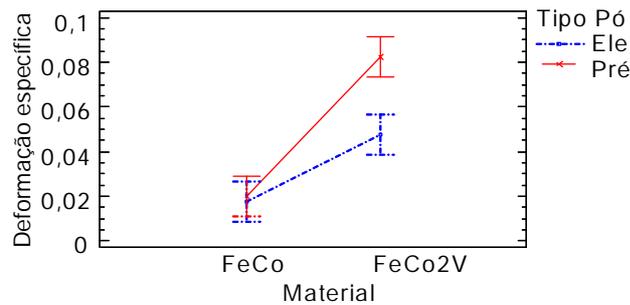


Figura 5.42 – Deformação específica das amostras processadas na rota ETP+FV.

5.4.1.1 Rota de extração térmica com pré-sinterização

As propriedades obtidas nas peças processadas na etapa de pré-sinterização estão apresentadas na Tabela 5.14.

Tabela 5.14 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETP.

| Liga | Tipo de pó | Tensão escoamento (MPa) | Tensão máxima (MPa) | Deformação específica |
|--------|------------|-------------------------|---------------------|-----------------------|
| FeCo | pré-ligado | 43 | 60 | 0.010 |
| | | 4 | 13 | 0.007 |
| | Elementar | 154 | 241 | 0.036 |
| | | 7 | 19 | 0.007 |
| FeCo2V | Elementar | 257 | 305 | 0.031 |
| | | 6 | 39 | 0.011 |

A seguir está apresentada uma comparação dos resultados obtidos após pré-sinterização e sinterização para as ligas processadas com os pós elementares.

I. Tensão máxima e tensão de escoamento

Conforme apresentado na Figura 5.43, a tensão de escoamento das ligas no estado pré-sinterizado é maior do que no estado sinterizado. Os resultados de tensão máxima, mostram que para a liga de FeCo, a tendência continua igual à apresentada na tensão de escoamento, mas para a liga de FeCo2V os resultados se tornam iguais após a etapa pré-

sinterização e sinterização. Esse resultado deve ter sido causado devido ao menor tamanho de grão na etapa de pré-sinterização.

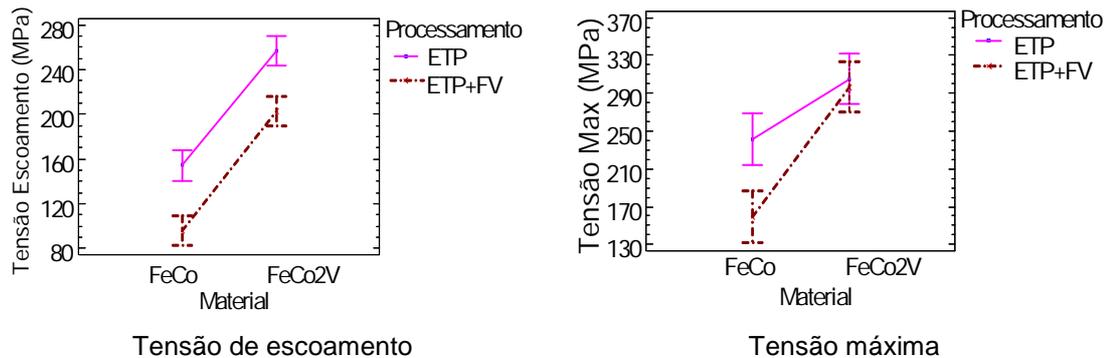


Figura 5.43 – Tensão máxima e de escoamento de amostras no estado pré-sinterizado e sinterizado, na rota ETP+FV.

5.4.2. Rota de extração térmica com atmosfera oxidante e sinterização em forno mufla

As propriedades obtidas com as ligas processadas na rota ETO+FM estão apresentados na Tabela 5.15.

Tabela 5.15 – Propriedades mecânicas das ligas processadas pela rota ETO+FM.

| Liga | Tipo de pó | Tensão escoamento (MPa) | Tensão máxima (MPa) | Deformação específica |
|--------|------------|-------------------------|---------------------|-----------------------|
| FeCo | pré-ligado | 115 | 207 | 0.033 |
| | | 9 | 12 | 0.003 |
| | Elementar | 128 | 211 | 0.031 |
| | | 4 | 7 | 0.002 |
| FeCo2V | pré-ligado | 216 | 257 | 0.048 |
| | | 2 | 27 | 0.008 |
| | Elementar | 104 | 185 | 0.017 |
| | | 9 | 14 | 0.006 |

Comparando com a rota de processamento ETP+FV, às ligas sofreram um pequeno acréscimo ou ficaram com as propriedades iguais, com exceção da liga de FeCo2V processada com pós elementares que diminuiu pela metade a sua resistência mecânica, devido à baixa solubilização do vanádio na liga. Para facilitar a discussão dos resultados estão apresentados a seguir os resultados separados por propriedades mecânicas.

I. Tensão de escoamento e tensão máxima

A Figura 5.44 mostra que a tensão de escoamento da liga de FeCo não foi afetada pelo tipo de pó utilizado, ao contrário da liga de FeCo2V que sofreu grande influência. Os maiores valores foram obtidos para a liga de FeCo2V processada com pós pré-ligados. Esse resultado é interessante, pois essa liga mesmo tendo uma alta porosidade apresentou valores altos de resistência mecânica. Nos resultados de tensão máxima, obtidos para as ligas processadas na rota ETO+FM, observa-se uma variação muito grande dos valores e não foi possível concluir qual dos fatores afetou mais a propriedade da liga.

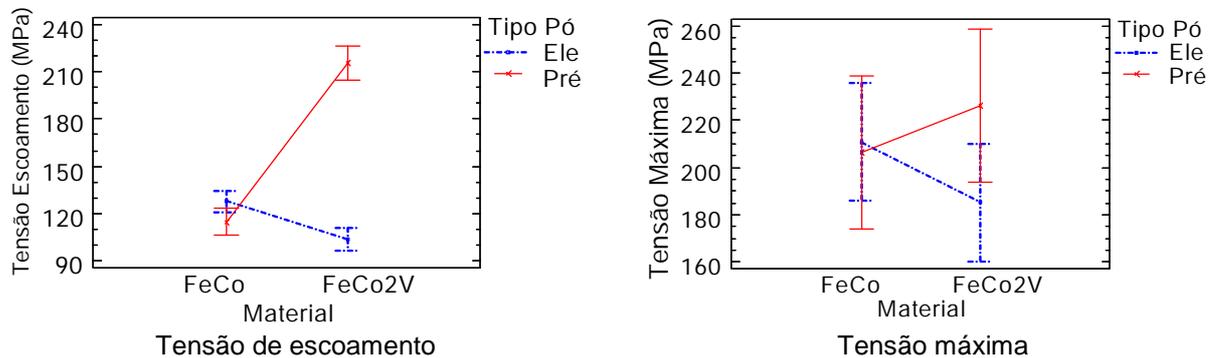


Figura 5.44 –Tensão máxima e de escoamento de amostras submetidas à rota ETO+FM.

II. Deformação específica

A deformação também é muito pequena para as ligas processadas na rota ETO+FM e apenas a liga de FeCo2V sofre influência pelo tipo de pó utilizado. Os valores obtidos para as duas ligas foram muito próximos.

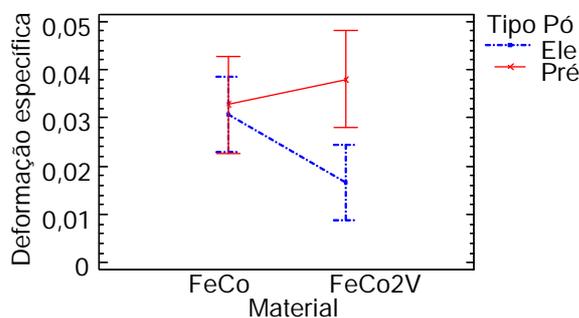


Figura 5.45 - Deformação específica obtida para as ligas processadas na rota ETO+FM.

6. Estudo de Caso: Processamento de ligas à base de FeCo via MPI para aplicação em válvulas magnéticas de motores a diesel.

6.1. A aplicação

As bombas de injeção têm a função de abastecer o motor a diesel com combustível, gerar alta pressão para injeção, injetar combustível na dose certa, no transcurso certo e no ponto certo de injeção. Para controlar a injeção do combustível algumas bombas utilizam a válvula magnética. O sistema que utiliza a válvula magnética é conhecido como o sistema de injeção controlado pelo tempo, pois depende do tempo de abertura da válvula magnética, diferente de outros sistemas controlados por válvula de pressão. Esse sistema permite limitar a emissão de gases nocivos, a propagação de ruídos e o consumo de combustível (Bosch CD-ROM, 1999).

Cada cilindro do motor possui o seu sistema modular de injeção. Esses sistemas são comandados por válvulas magnéticas que geram alta pressão através das bombas injetoras de cilindro único. O acionamento das bombas de alta pressão é feito pelo eixo de comando do motor que é composta de diversos sensores que medem o movimento do pedal, as pressões e temperaturas do sistema, e a partir destes valores enviam sinais que irão comandar a válvula magnética. A Figura 6.1 ilustra em detalhe a localização da peça de FeCo₂V na válvula magnética.

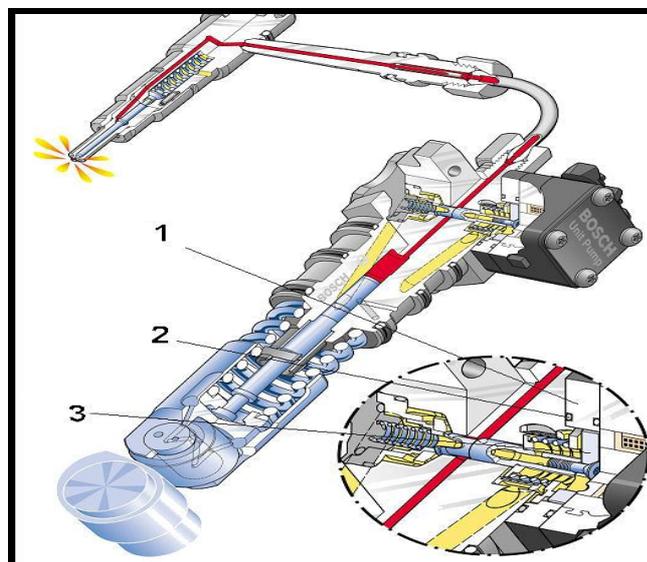


Figura 6.1 – Localização da peça de FeCo₂V na bomba de injeção (Bosch CD-ROM, 1999).

O número 1 na figura indica a placa compactada e sinterizada em inox 316, a qual serve de alojamento para a placa magnética de FeCo₂V, indicada pelo número 3. O número 2 indica os *o'rings* de vedação entre a placa de inox e a placa magnética para evitar a passagem de diesel nesta região. A peça de FeCo₂V tem como função abrir e fechar a passagem do diesel a ser injetado na câmara de combustão do motor, funcionando como uma armadura, permitindo ou não a passagem de combustível. Um sinal de corrente contínua pulsante aplicado ao solenóide faz com que a armadura oscile para frente e para traz, resultando na injeção de combustível para dentro do cilindro. Nesta oscilação o componente trabalha com uma frequência de 17 ciclos por segundo, suportando uma pressão do combustível muito alta. A pressão do sistema é de cerca de 1400 bar. Por este motivo, este componente necessita ser fabricado em material que possua característica ferromagnética mole e resistência mecânica adequada. Esta liga de FeCo₂V é específica da pela empresa fabricante da válvula que exige que o material alcance as especificações apresentadas a seguir:

- Indução magnética acima de 1,9 T em campo 10000 A/m;
- Coercividade abaixo de 400A/m;
- Permeabilidade máxima relativa acima de 3000;
- Resistividade elétrica acima de 0,42 micro Ohm metro
- Dureza acima de 84HRb;
- Densidade acima de 7,80g/cm³;

6.2. Materiais analisados

Conforme apresentado anteriormente na Tabela 4.1 do capítulo 5, os materiais analisados foram as ligas de FeCo e FeCo₂V, processadas com pós elementares e pré-ligados, em duas rotas do processo de MPI, ETP+FV e ETO+FM. Atualmente, a liga é fabricada com pós pré-ligados, na rota de processamento que utiliza extração térmica seguida de pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo, com resfriamento controlado (ETP+FV+TTO) . A avaliação dos pós e das rotas de processamento foi realizada visando à

redução de custos, pois a rota que utiliza a extração com atmosfera oxidante (ETO+FM) representa cerca de um terço do custo da rota ETP+FV. E os pós utilizados no processamento também irão representar variações no custo das peças, conforme apresentado na Tabela 4.2.

6.3. Resultados obtidos

Os resultados apresentados no trabalho anteriormente serão comparados a seguir em relação aos valores específicos dos para o material na aplicação da válvula magnética. Apesar de ocorrer variação das propriedades magnéticas de acordo com a frequência elétrica utilizada, não existe especificação de frequência de análise pela empresa fabricante da válvula e a empresa fabricante da peça utiliza para as análises a frequência de 0,05 Hz. Portanto a seguir serão apresentadas as propriedades obtidas nas peças processadas pelas duas rotas analisadas com frequência de 0,05 Hz.

6.3.1. Rota de extração térmica com pré-sinterização e sinterização em forno a vácuo.

I. Densidade

Os resultados apresentados na Figura 6.2 mostram que as ligas elementares alcançam a especificação de densidade. E a liga de FeCo₂V processada com pós pré-ligados utilizada atualmente na empresa para a fabricação da peça trabalha no limite da especificação e não alcançou o valor exigido, assim como a liga de FeCo obtida com pó pré-ligado.

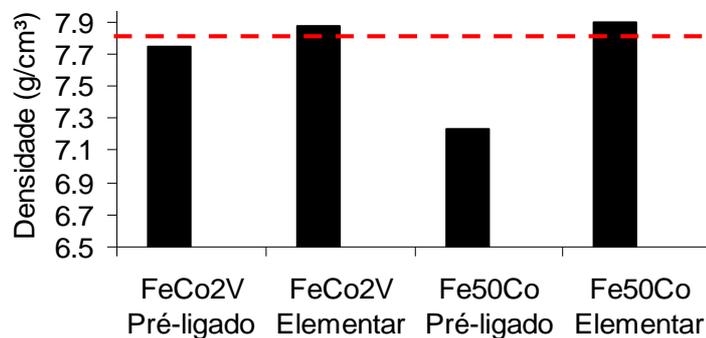


Figura 6.2 - Densidade das amostras processadas na rota ETP+FV.

II. Indução magnética

Na rota ETP+FV as ligas elementares alcançaram o valor de indução específica do conforme Figura 6.3, e mais uma vez é possível verificar que a liga utilizada atualmente fica no limiar do valor especificado.

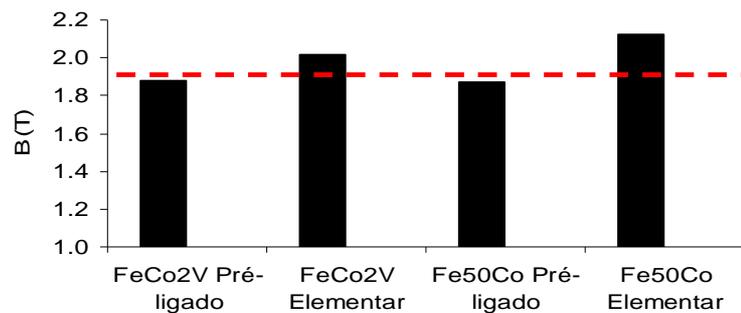


Figura 6.3 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETP+FV.

III. Permeabilidade relativa

Os resultados de permeabilidade mostram que as ligas de FeCo e FeCo2V obtidas com pós elementares não precisam de tratamento térmico de resfriamento para alcançar o especificado de permeabilidade, ao contrário da liga utilizada atualmente para a fabricação da peça, que não alcançou a exigência sem a aplicação do tratamento térmico de resfriamento.

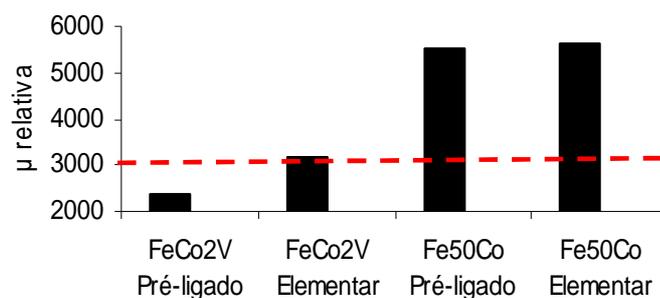


Figura 6.4 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP+FV.

IV. Coercividade

Todas as ligas apresentaram valores de coercividade dentro do especificado, conforme Figura 6.5.

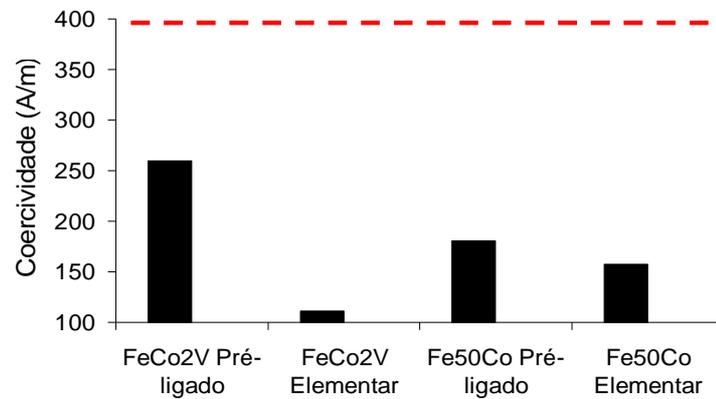


Figura 6.5 – Coercividade das amostras processadas na rota ETP+FV.

V. Resistividade elétrica

Na rota ETP+FV, apenas as ligas de FeCo2V, alcançaram o valor de resistividade, conforme mostra a Figura 6.6.

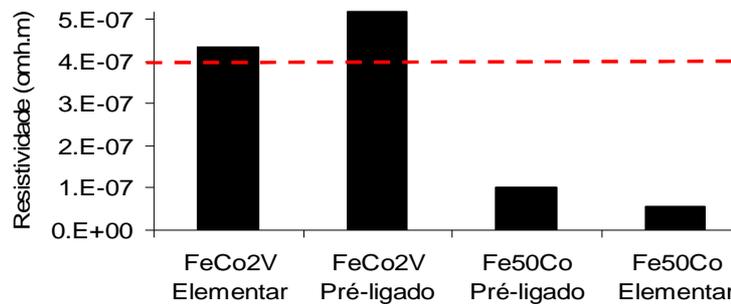


Figura 6.6 – Resistividade das amostras processadas na rota ETP+FV.

VI. Dureza

Apenas duas ligas foram analisadas em relação à dureza, a liga de FeCo obtida com pó elementar e a liga de FeCo2V obtida com pó pré-ligado. Os resultados mostram que as duas alcançam o valor exigido. A liga de FeCo não teria problemas em relação à resistência mecânica para essa aplicação. Nem todas as condições foram analisadas em termos de dureza, mas pode ser feita uma correlação com as propriedades obtidas com o ensaio de tração, apresentados no tópico 5.4.

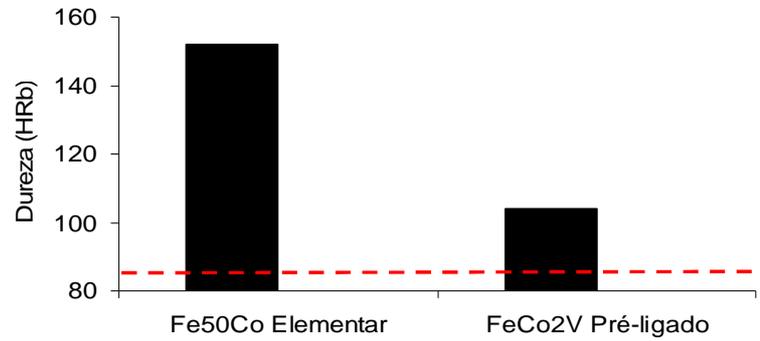


Figura 6.7 – Dureza das amostras processadas pela rota ETP+FV.

6.3.1.1 Rota de extração térmica com pré-sinterização

I. Densidade

Os resultados obtidos após a etapa de pré-sinterização estão apresentados na Figura 6.8, onde é possível observar que as ligas ainda não alcançam o valor especificado. Os resultados para a liga de FeCo2V, processada com pós pré-ligados, não foram apresentados pois nesta etapa a liga estava com uma fragilidade muito grande e não possuía resistência mecânica para ser analisada.

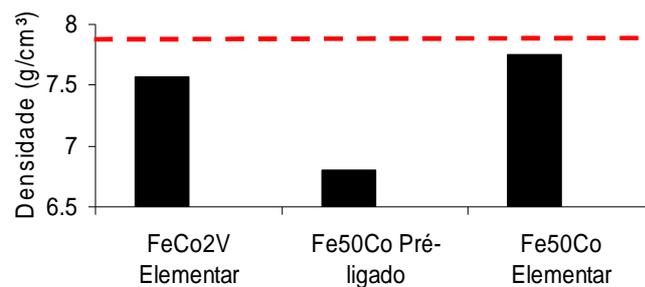


Figura 6.8 – Densidade das amostras processadas na rota ETP.

II. Indução magnética

Conforme Figura 6.9, a liga de FeCo obtida com pós elementares já apresenta o valor específica do de indução, após a etapa de pré-sinterização, e a liga de FeCo2V precisa alcançar uma densidade maior para que atinja o valor especificado.

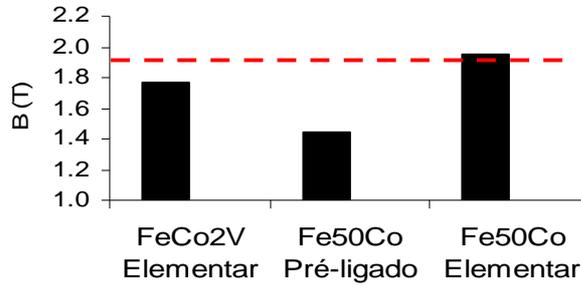


Figura 6.9 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETP.

III. Permeabilidade

Conforme Figura 6.10, após a etapa de pré-sinterização todas as ligas analisadas alcançaram o valor específica do de permeabilidade.

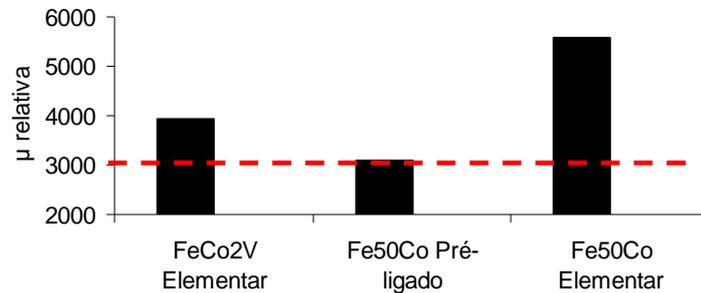


Figura 6.10 – Permeabilidade das amostras processadas na rota ETP.

IV. Coercividade

Após a etapa de pré-sinterização as ligas já apresentaram coercividade abaixo do especificado, conforme Figura 6.11.

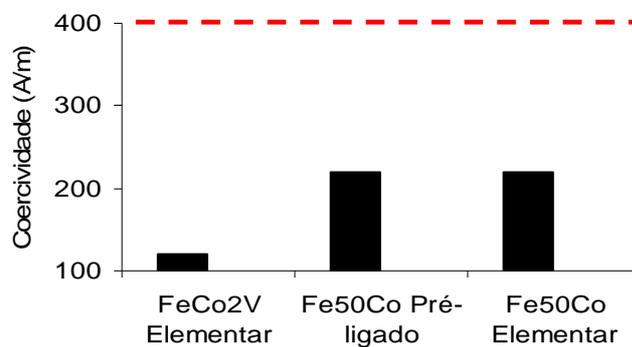


Figura 6.11 – Coercividade das amostras processadas na rota ETP.

V. Resistividade

As ligas produzidas na rota ETP alcançaram propriedades promissoras, porém conforme apresentado na Figura 6.12, não foi alcançada a especificação.

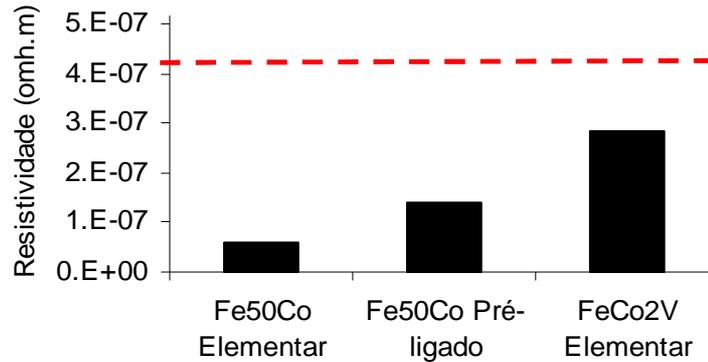


Figura 6.12 – Resistividade das amostras processadas na rota ETP.

6.3.2. Rota de extração térmica com oxidação e sinterização em forno mufla

I. Densidade

O resultado de densidade das ligas apresentados na Figura 6.13, mostram que é necessário um estudo maior do ciclo de processamento visando um aumento da densidade, e esse estudo tem uma justificativa econômica forte já que o custo do processo representa um terço do valor do processo ETP+FV.

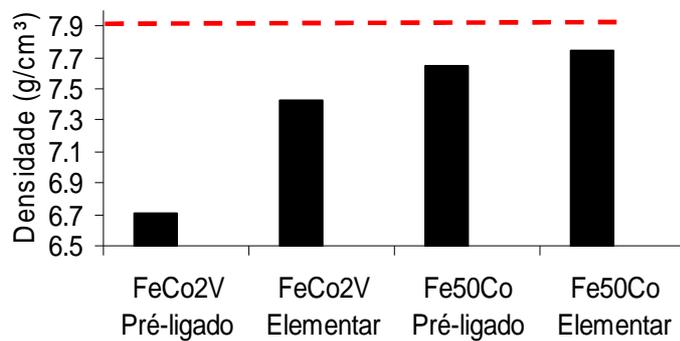


Figura 6.13 – Densidade das amostras processadas na rota ETO+FM.

II. Indução magnética

Os resultados de indução magnética medidos nas peças processadas na rota ETO+FM estão apresentados na Figura 6.14. A liga de FeCo alcança o valor especificado de 1,9T e é provável que com um aumento da densidade da liga FeCo2V processada com pós elementares pela rota ETO+FM as exigências do fabricante também serão alcançadas.

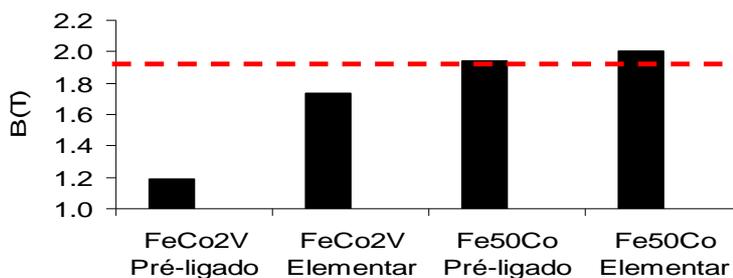


Figura 6.14 – Indução magnética das amostras processadas na rota ETO+FM.

III. Permeabilidade relativa

Na Figura 6.15 é possível verificar que a liga de FeCo2V, obtida a partir de pós pré-ligados, não alcançou o valor especificado.

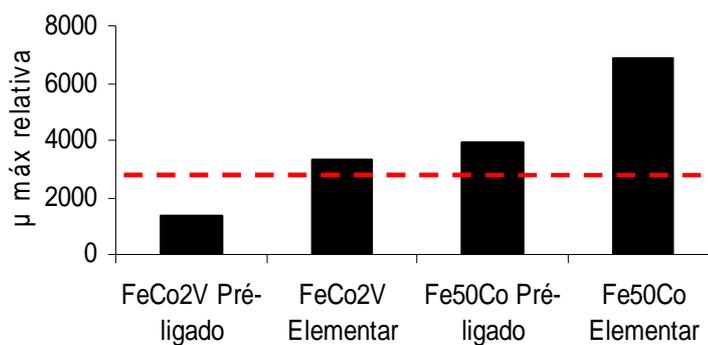


Figura 6.15 – Permeabilidade relativa das amostras processadas na rota ETO+FM.

IV. Coercividade

Os resultados apresentados na Figura 6.16 mostram que todas as ligas alcançam a especificação de coercividade.

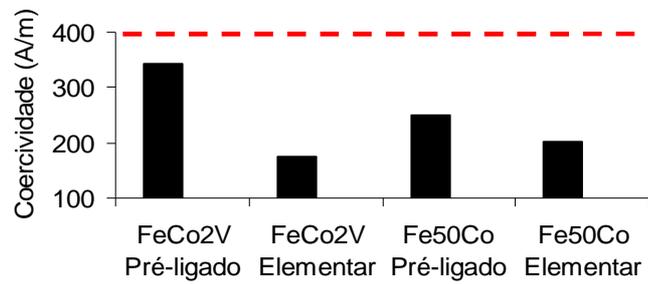


Figura 6.16 – Coercividade das amostras processadas na rota ETO+FM.

V. Resistividade elétrica

As amostras processadas na rota ETO+FM não alcançaram o valor específica do de resistividade, conforme Figura 6.17.

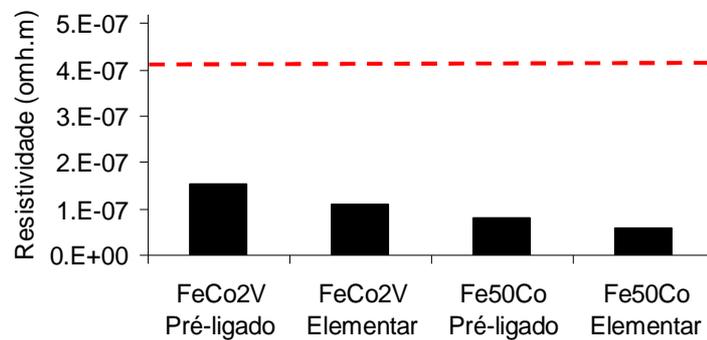


Figura 6.17 – Resistividade elétrica das amostras processadas na rota ETO+FM.

VI. Dureza

Conforme apresentado na Figura 6.18, as duas ligas analisadas apresentaram dureza acima do especificado. Nem todas as condições foram analisadas em termos de dureza, mas pode ser feita uma correlação com as propriedades obtidas com o ensaio de tração, apresentados no tópico 5.4.

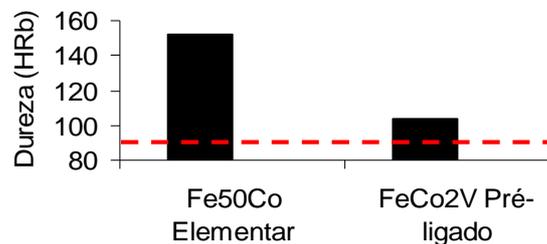


Figura 6.18 – Dureza das amostras processadas na rota ETO+FM.

6.4. Conclusões do estudo de caso

Para a análise em termos técnicos e econômicos do processamento do material usado na fabricação do componente da válvula de injeção foram usados pós elementares e pré-ligados, uma variação de composição química e duas rotas de extração de ligantes e sinterização.

A liga sem e com o elemento vanádio foi avaliada para verificar a influência desse elemento no processamento via MPI e, os resultados confirmaram que, apesar de ser menor, a resistência mecânica da liga de FeCo foi suficiente para alcançar a especificação.

Outro fator analisado foi o uso de pós elementares. A idéia de utilizar esses pós foi puramente técnica visando criar um gradiente químico que aumentaria a densificação do material na etapa de sinterização. Mas quando realizada uma análise de custos para produção das peças com os pós pré-ligados e elementares, o resultado mostrou que o uso de pós elementares para produção da liga de FeCo representaria uma redução de custo na ordem de 50% em relação aos pós pré-ligados de FeCo e FeCo₂V. Os resultados mostram que a liga de FeCo₂V processada com os pós elementares, apresenta resultados promissores para redução de custos de processamento. Há indícios de que, com uma otimização da etapa de pré-sinterização, a liga poderia alcançar as exigências para a aplicação, resultando na exclusão de uma etapa do processamento. Para tanto seria necessário um estudo para aperfeiçoar o ciclo ETP e avaliar o impacto que representaria o aumento do custo da peça devido ao uso do pó de vanádio elementar. Uma alternativa para contornar o alto custo do pó de vanádio seria utilizar o pó de FeV pré-ligado que possui um custo 10 vezes menor, representando uma redução de 30% em relação ao pó pré-ligado. Na rota ETO+FM seria necessário também um estudo para aumento da densidade e também da solubilização do elemento vanádio na liga para atingir as especificações.

A liga de FeCo, obtida com pós elementares, alcançou os melhores resultados nas duas rotas analisadas, com exceção da resistividade elétrica. Seria interessante a realização de testes na bomba de injeção com as peças de FeCo e FeCo₂V para avaliar se o rendimento da

liga sem o vanádio seria muito inferior, pois o uso da liga de FeCo representa uma redução de 50% no custo do pó e 30% no custo do processamento, se utilizada à rota ETO+FM. Representaria também uma redução de custos se fosse otimizada a rota ETP e excluída a rota de sinterização em forno a vácuo. Porém ainda não existe uma avaliação de quanto essa exclusão representaria nos custos de processamento.

O estudo de caso chegou até a etapa de avaliação dos materiais, porém não foram realizados testes com as peças, pois para executar a análise do material na bomba seria necessária a produção de um novo molde já que os materiais avaliados possuíam diferença de contração. Neste estudo de caso foram analisados o processo e as propriedades decorrentes. A análise faltante seria de verificar o desempenho dessas materiais na bomba de injeção.

7. Conclusões

Foi realizado um estudo analisando os métodos de processamento e as propriedades decorrentes, de um material magnético mole, à base de FeCo, processado via MPI. Os resultados obtidos em relação aos fatores analisados mostraram que a rota de processamento, o tipo de pó e a presença do elemento vanádio possuem influência na maioria das propriedades estudadas.

O uso dos pós elementares, criando um gradiente químico de composição, apresentou varias vantagens em relação aos pós pré-ligados. Principalmente em termos econômicos, visto que com otimização do ciclo ETP é possível que haja a exclusão da etapa de sinterização em forno a vácuo para as ligas de FeCo e FeCo₂V.

A liga de FeCo₂V processada com pós elementares, apresentou os melhores resultados de propriedades magnéticas na frequência de 17Hz, com exceção da indução de saturação. Porém o uso do vanádio é limitado ao processamento na rota de maior custo, além de apresentar um decréscimo nas propriedades na frequência de 0,05Hz.

O uso da liga de FeCo, obtida com pós elementares, permite o processamento nas duas rotas analisadas. Portanto representa uma vantagem econômica de processamento em relação à liga com vanádio, apesar de apresentar menor resistividade elétrica.

Com o uso da técnica de moldagem de pós por injeção foi possível obter amostras de FeCo, sem a presença do elemento vanádio, abrindo a possibilidade de fabricação de peças de pequeno porte e geometria complexa também com a liga sem vanádio.

Com tratamento térmico de resfriamento adequado, ligas processadas via moldagem de pós por injeção podem até mesmo ultrapassar algumas propriedades magnéticas da liga referência e com as vantagens de obtenção das peças na sua forma final, sem etapas de conformação e usinagem.

O estudo mostrou que o entendimento do comportamento de cada material no processamento é necessário no intuito de diminuir custos de produção e que é possível obter diferentes propriedades, dependendo da definição da rota de processamento e dos materiais utilizados.

Este trabalho teve início com uma motivação que visava uma aplicação em especial, mas vários aspectos do processamento dessas ligas foram avaliados e os conhecimentos obtidos podem ser estendidos a outras aplicações, e servirão para enriquecer a literatura científica a respeito do processamento de ligas à base de Fe e Co na técnica de moldagem de pós por injeção, visto que existem poucos dados de outros autores a respeito de peças à base de Fe Co produzidas via MPI.

8. Sugestões de trabalhos futuros

São propostas as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

-Verificar qual a faixa de temperatura de redução dos óxidos, principalmente da ligas com o elemento vanádio, para aperfeiçoar o ciclo de redução e sinterização dos pós quando na forma elementar ou na forma de liga. .

- Analisar as propriedades da liga de FeCo₂V quando produzida com pós de FeV, Fe e Co elementar na rota ETO+FM e na rota ETP, visando uma diminuição do custo de material e processamento.

- Estudar outros elementos que poderiam substituir o vanádio nas ligas processadas via MPI.

- Otimização do ciclo de extração seguido de pré-sinterização (ETP) para alcançar maior densidade das ligas elementares, e para a liga de FeCo₂V utilizar temperatura máxima menor que a de transformação de fases.

- Realizar estudos para aumentar a densificação da liga de FeCo obtida com pó pré-ligado.

- Verificar o grau de ordenamento de cada liga para correlacionar com as propriedades obtidas.

- Analisar as propriedades mecânicas com e sem o tratamento térmico de resfriamento.

- Analisar o tipo de fratura de cada liga, se transgranular ou intergranular, e definir se existe alguma associação das propriedades mecânicas com o ordenamento da liga.

- Produção da peça componente da válvula com outras ligas para analisar a eficiência na bomba de injeção.

9. Referências

- ASM Handbook, volume 7, *Powder metal Technologies and applications*, The materials information society, 1998.
- BOSCH CD-ROM, *Programa de ensino para sistema de injeção Diesel UI e UP*, Apostila interativa Bosch, Robert Bosch GmbH, 1999.
- BRITISH STANDARD, BS EN ISO 2738:2000, *Sintered metal materials, excluding hardmetals - Permeable sintered metal materials - Determination of density, oil content and open porosity*.
- BRITISH STANDARD, *Magnetic Materials – Part 1: Classification*, BS IEC 60404-1/ED, 2000.
- BRITISH STANDARD, *Magnetic Materials – Part 4: Methods of Measurements of D.C. Magnetic Properties of Magnetically Soft Materials*, BS EN 60404-4, 1997.
- BRITISH STANDARD, *Magnetic materials — Specification for sintered soft magnetic materials – BS EN10331:2003(E)*, British standard Publications-BSI, London 2003.
- BRITISH STANDARD, *Magnetic Materials – Specifications for Sintered Soft Materials*, BS EN 10331, 2003.
- CHEN, C.W., Metallurgy and Magnetic Properties of a Fe-Co-V alloy, *J. Appl. Phys.*, 32(3):348S-355S, 1961. Apud SOURMAIL, T., Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- CHEN, C., *Magnetic and Metallurgy of Soft magnetic Materials*, Dover Publication, Inc. New York, 1977.
- CHIN, G.Y.; WERNICK, J.H., *Ferromagnetic materials – Handbook on the properties of magnetically ordered substances*, vol.2, edited by , E.P. Wohlfarth, North-Holland Physics Publishing, 1986.
- CLEGG, D. W., BUCKLEY, .R. A.; The disorder-order transformation in iron-cobalt-based alloys, *Metal Sci. J.*, 7:48-54, 1973. Apud SOURMAIL, T., Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- ELLIS, W.C., GREINER, E.S., *Equilibrium relations in the solid state of the iron-cobalt system*. Trans. ASM, pages 415-433, 1941. Apud SOURMAIL, T., Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- ELMEN, W.G.; ARNOLD, H.D. *The development of several alloys of iron, nickel and cobalt having extraordinary magnetic properties*, *Bell System Technical Journal*, 1923.
- EYMERY, J. P., GROSBRAS, P., MOINE, P., Ordering kinetics of various Fe-Co alloys. *Phys. Stat. Sol. A*, 21:517–528, 1974. Apud SOURMAIL, T., Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005

- FINGERS, R.T.; KOZLOWSKI, G.; Microstructure and magnetic properties of Fe-Co alloys. *J. Appl. Phys.*, 81(8):4110-4111, 1997.
- FIORILLO, F.; *Characterization and Measurement of Magnetic Materials*, Academic Press, 2004, ISBN: 0122572513.
- GERMAN, R. M. *Powder Injection Molding - Design and Applications – user's guide*, published by Innovative Material solutions, Inc, 2003.
- GERMAN, R. M., *Sintering Theory and Practice*, Innovative Material Solutions, Inc., Pennsylvania, 1996.
- GERMAN, R. M.; BOSE, A. *Injection Molding of Metal and Ceramics*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1997.
- GERMAN, R. M.; CORNWALL, R.G., *The Powder Injection Molding Industry and Market Report*, Innovative Material Solutions, Inc., 1997.
- GROSBRAS, P., EYMERY, J. P., MOINE, P., Nature de la transformation desordre-ordre dans les alliages fer-cobalt. Influence de l'addition de vanadium. *Acta Metall.*, 24:189–196, 1976. Apud SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- MARCINKOWSKI, M. J., *The effect of atomic order on the mechanical properties of alloys with emphasis on fcco*. In H. Warlimont, editor, *Order-disorder transformations in alloys*, pages 364–403, Berlin, 1974. Springer-Verlag. Apud SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- MPIF 50 – Metal Powder Industries Federation - *Method for preparing and evaluating metal injection molded deformed and sintered tension tests specimens*, 1992
- NORMANTON, A. S.; BLOOMFIELD, P. E.; SALE, F. R.; ARGENT, B. B.; A calorimetric study of iron-cobalt alloys, *Metal Sci.*, 9:510-517, 1975. Apud SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- OHNUMA, I. et al, Phase equilibria in the Fe-Co binary system, *Acta Mater.*, 50:379-393, 2002. Apud SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- SHRIVER, D.F, ATKINS, P.W., *Química inorgânica*, 3 ed. edição Bookman, 2003, p.203.
- SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.
- STOLOFF, N. S., DAVIES, R. G., The plastic deformation of ordered FeCo and Fe₃Al alloys. *Acta Metall.*, 12:473–485, 1964. Apud SOURMAIL, T., *Near equiatomic FeCo alloys: constitution, mechanical and magnetic properties*, Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, 2005.

- SUNDAR, R.S.; DEEVI, S.C.; *Influence of alloying elements on the mechanical properties of FeCo–V alloys*, Chrysalis Technologies Incorporated, Richmond, VA, USA, 2004.
- SUNDAR, R.S.; DEEVI, S.C.; *Isothermal oxidation behavior of FeCo–2V intermetallic alloy*; Published by Elsevier Ltd; doi:10.1016/j.intermet.2004.03.023.
- THUMMLER, F., OBERACKER, R., *Introduction to Powder Metallurgy*, The Institute of Materials, London, 1993.
- TÔKEI, Z.S, et al, Grain-boundary diffusion in B2 intermetallic compounds: effect of ordering on diffusion in the Fe₃Al and FeCo compounds, *Acta Metar.* Vol.47, n^o4, pp.1371, Pergamon/Elsevier Science) ISSN 1359-6454, 1999.
- TOKEY, ZS. BERNARDINI, J. BEKE, D.L., Grain-boundary diffusion in B2 intermetallic compounds: effect of ordering on diffusion in the Fe₃Al and FeCo compounds, *acta mater.* Vol. 47, pp. 1371, 1359-6454/99 \$19.00 – 0.00, 1999.
- USTINOVSHIKOV, Y., TRESHEVA, S., Character of transformations in Fe-Co system. *Mat. Sci. Eng. A*, A248:238–244, 1998.
- VACUMMSCHMELZE, *Advanced material – The key to progress*, Germany, 2001
- WHITE, J.H.; WAHL, C.V., *Workable magnetic compositions containing principally iron and cobalt*, US patent N^o 1,862,559, 1932.
- YU, R.H., BASU, S., ZHANG, Y., XIAO, J. Q., Magnetic domains and coercivity in FeCo soft magnetic alloys. *J. Appl. Phys.*, 85(8):6034–6036, 1999.
- YU, R.H. et al, *High Temperature Soft Magnetic Materials: FeCo Alloys and Composites*, IEEE Transactions Magnetics, vol.36, NO 5, 2000.

10. Apêndice – Definições de algumas propriedades magnéticas

Um **campo magnético** é por definição uma variação na energia de um determinado volume, ou mais precisamente, um gradiente de energia que produz uma força a qual pode ser detectada pela aceleração de carga elétrica no campo, pela corrente em um condutor, pelo torque em dipolos magnéticos ou pela reorientação de spins de elétrons em certos átomos (JILES, 1991). O campo magnético será gerado pela movimentação de cargas elétricas, ou pelo spin eletrônico. A intensidade de campo magnético H pode ser calculada no caso da geração por uma corrente elétrica através da lei de Biot-Savart ou pela lei de Ampère (CULLIT, 1972). A unidade do campo magnético, no sistema internacional, é baseada no fato de que este é produzido por um campo elétrico, quando aplicado uma corrente I (Ampere) em um solenóide de comprimento L (metros), com N voltas e, portanto o campo magnético dentro do solenóide será:

$$H = \frac{NI}{L} \quad 10-1$$

Onde H é dado em A/m.

Quando um campo magnético é aplicado em um meio, haverá uma resposta do meio ao campo. Esta resposta é chamada **indução magnética "B"** ou **densidade de fluxo magnético**. Em alguns casos B será uma função linear de H , como por exemplo, no vácuo. No entanto este comportamento não se repete para todos os materiais e dependerá do alinhamento dos dipolos magnéticos. Para cada material, a interação entre seus átomos constituintes determina como os **dipolos magnéticos** dos átomos estarão alinhados. A soma dos momentos individuais dos átomos irá determinar o momento magnético de todo o material. Este pode ser expresso pela razão entre o torque gerado em um dipolo magnético dividido pela indução magnética. Muitas vezes é apresentado o valor de magnetização (M) e não o de indução magnética (B). A magnetização M nada mais é do que o momento magnético dividido pelo volume do material e é uma propriedade do material, a relação com a indução magnética é dada por:

$$B = \mu_0(H + M) \quad 10-2$$

Segundo Pierre Weiss (1929 apud SINNECKER, 2000), em sua teoria do campo molecular, os materiais ferromagnéticos são magnetizados espontaneamente, ou seja, estão em seu estado saturado mesmo na ausência de um campo externo, esses materiais formam regiões chamadas de **domínios magnéticos**, separadas pelas paredes de domínios. As paredes de domínios são interfaces entre regiões na qual a magnetização troca espontaneamente de direção. Apesar de cada domínio estar magneticamente saturado em seu campo molecular interno, o conjunto desses domínios no material possui orientação randômica quando não há aplicação de um campo externo de tal forma a anular a magnetização macroscópica. A orientação da magnetização em um dado domínio é determinada pela estrutura cristalina. Com a aplicação de um campo magnético a primeira tendência é de movimentação das paredes de domínio, de tal forma que fiquem o mais próximo da direção do campo externo. Com o aumento do campo externo os domínios são forçados a rotacionar para que fiquem alinhados com o campo, atingindo o máximo de fluxo magnético para um dado material (LALL, 1992).

Uma forma de avaliar a resposta do material quando aplicado um campo externo é através da curva de histerese. Para gerar uma curva de histerese, como apresentado na Figura 10.1, um material ferromagnético deve ser colocado na presença de um campo magnético **H** (Ampere/metro) para que haja a rotação das paredes de domínio e alinhamento com o campo aplicado, gerando no material um fluxo magnético **B** (Tesla).

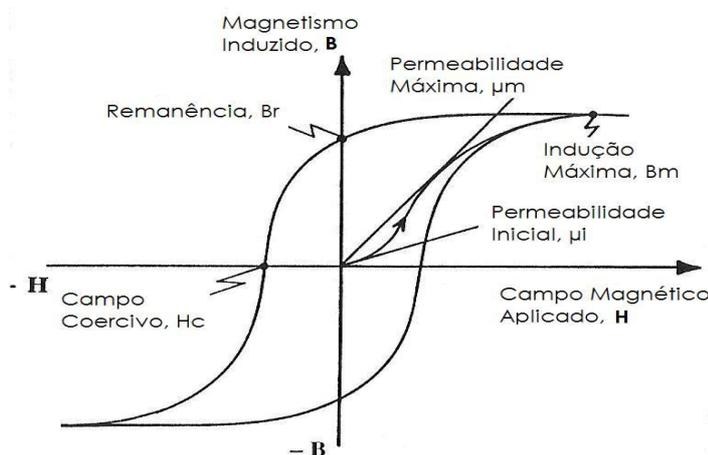


Figura 10.1 – Curva de histerese ou laço BH

Como ilustrado na Figura 10.1, um material ferromagnético que não tenha sido magnetizado, apresenta um estágio de aumento da magnetização, conhecida como curva de magnetização inicial, apresentada no primeiro quadrante do gráfico, com uma linha que parte da origem. Essa linha indica que até atingir o joelho da curva haverá o alinhamento e crescimento dos domínios na direção de fácil magnetização com a movimentação das paredes de domínio do material. A grandeza que mede esse alinhamento é chamada de permeabilidade (μ) e será a razão entre a indução magnética (B) e o campo magnético aplicado (H), e portanto a permeabilidade representará a facilidade com que um material permite estabelecer, através dele, um fluxo magnético. Frequentemente encontram-se valores da permeabilidade relativa, que é a relação entre a permeabilidade do material e a permeabilidade do vácuo. Acima do joelho da curva, com o aumento do campo haverá uma rotação dos domínios na direção do campo externo aplicado e material estará saturado magneticamente, ou seja, esse é o máximo fluxo magnético (B_s) gerado para aquele material. Com a diminuição do campo externo o material tende a diminuir o fluxo magnético, mas não segue o mesmo caminho na curva que quando magnetizado. Pois, as paredes de domínio e os domínios que não estavam favoravelmente orientados irão retornar para a direção de fácil magnetização e mesmo com o campo igual a zero o material continua com certa magnetização remanente (B_r). Para que este material volte a ser não magnetizado é necessário inverter o sentido do campo e aumentar até certo valor. Este campo necessário para desmagnetizar o material é chamado de campo coercivo (H_c). Se o campo invertido continuar a aumentar, mesmo após o fluxo ter atingido zero o material passará a magnetizar-se com os domínios orientados da mesma forma que antes, porém em sentido oposto.

A área interna da curva de histerese ou do laço BH, representa a dissipação de energia, dentro dos materiais, cada vez que esses materiais são levados a percorrer o ciclo completo de magnetização, ou seja, mostram a dificuldade que a força magnética (H) encontra em orientar os domínios do material. Reflete, portanto o trabalho realizado por H para obter B . Essa perda pode ser medida, e é dada em J/m^3 ou W/kg . De acordo com Rasmussen (2005), os dois

principais tipos de **perdas magnéticas** são: as perdas por histerese e perdas por corrente de Foucault. As perdas por histerese resultam do fato de que uma parcela da energia que foi empregada para magnetizar o material será perdida após a desmagnetização e não será possível recuperá-la. São ocasionadas pela presença de imperfeições no material, tais como partículas de fase não magnética, discordâncias, poros, entre outros. Estes defeitos tendem a dificultar a movimentação das paredes dos domínios, dificultando a magnetização e desmagnetização. As perdas por correntes de Foucault são correntes circulantes induzidas no material em razão da variação da densidade de fluxo magnético e terão o efeito de diminuir o fluxo magnético e gerar uma perda elétrica dissipada na forma de calor. Este efeito pode ser minimizado pelo aumento da resistividade do material.

Referências utilizadas no apêndice

- JILES, D.; Introduction to Magnetism and Magnetic Materials, 2nd ed., New York, NY: Chapman & Hall, 1998. ISBN: 9780412798603.
- CULLIT, B. D.; Introduction to Magnetic Materials, Addison-Wesley, 1972.
- LALL, Charman, Soft magnetism: fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding, Metal Powder Industries Federation, 1992 - New Jersey, USA.
- WEISS, P., J. Phys., 6, 661 (1907). Apud SINNECKER, J. P., Materiais Magnéticos Doces e Materiais Ferromagnéticos Amorfo, Revista Brasileira de Ensino de Física, vol. 22, no. 3, Setembro, 2000.
- RASMUSSEN, C. B., Iron Losses and Properties of Soft Magnetic Materials for Electrical Machines, I14 98 S 0087, Institution Inst. of Energy Technology, Aalborg University, Edited by Ewen Ritchie, 2005.