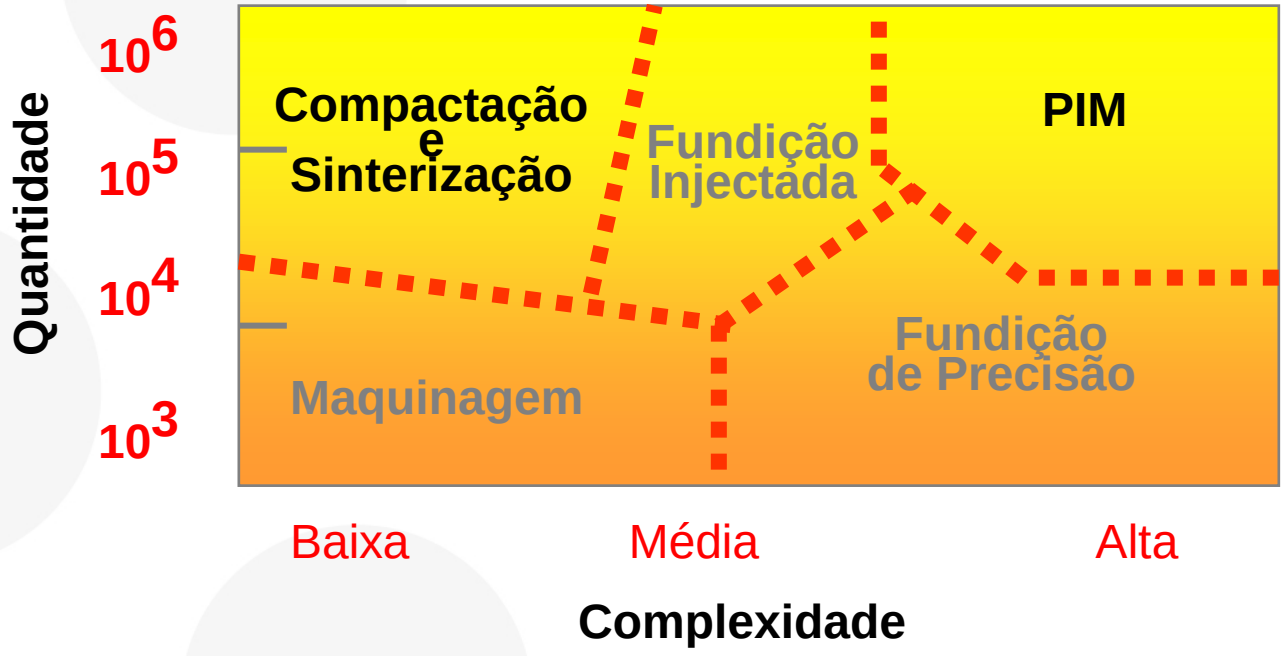
SINTERIZAÇÃO DE PÓS METÁLICOS POR MICRO-ONDAS

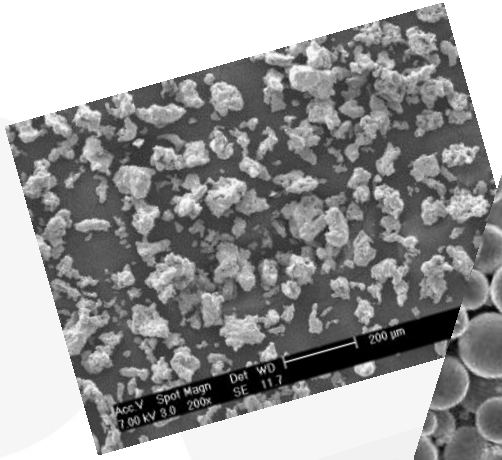
João Mascarenhas (LNEG)

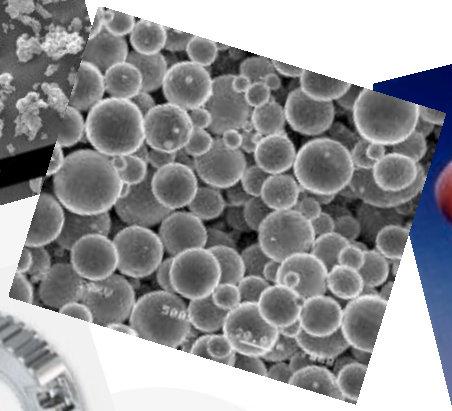
•PULVEROMETALURGIA (PM)

• Tecnologia em que se utilizam pós metálicos que depois de conformados são consolidados por um ciclo térmico (Sinterização)



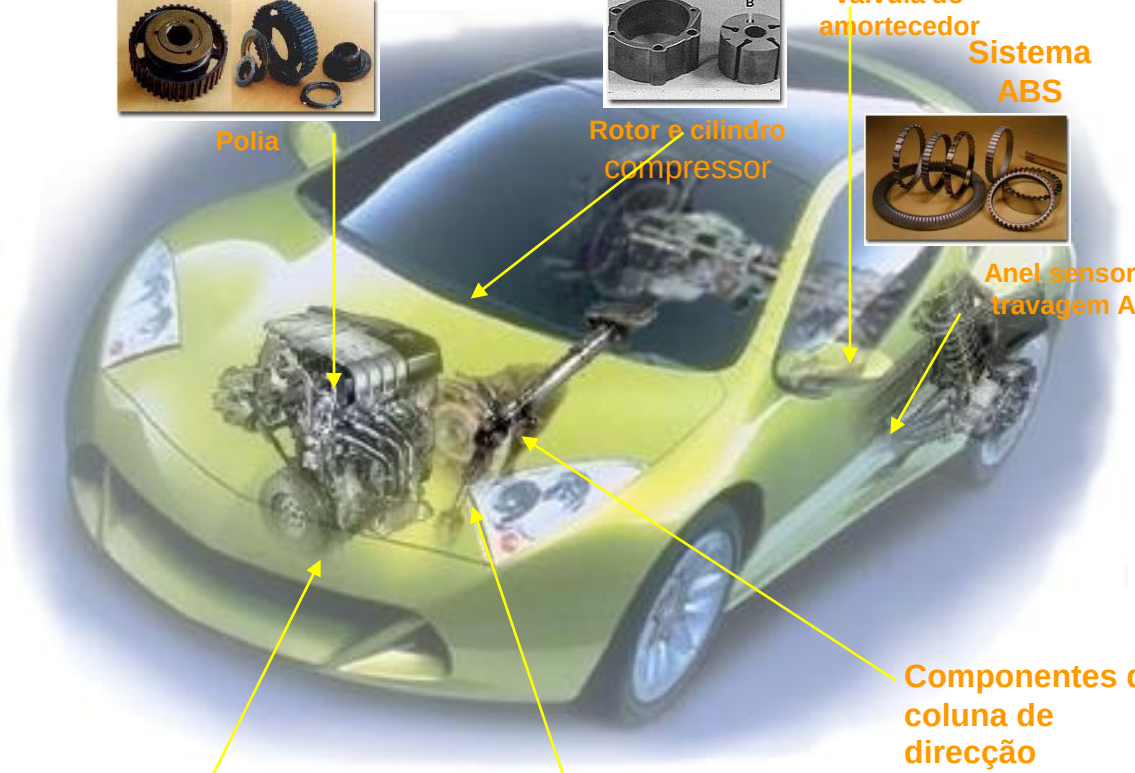
•PULVEROMETALURGIA (PM)





LNEG

Componentes PM na Indústria Automóvel

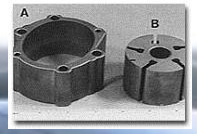


Motor

Guias e assento das válvulas

Componentes da bomba de injecção

Polia



Rotor e cilindro compressor

Peças do ar condicionado

Componentes do amortecedor

Assento da válvula do amortecedor

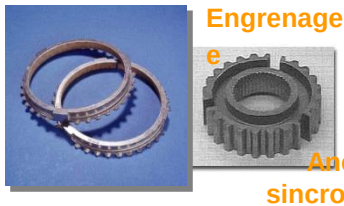
Sistema ABS

Anel sensor de travagem ABS

Componentes da bomba de óleo

Rotores e engrenagens

Transmissão



Engrenagem e

Anel de sincronização

Componentes da coluna de direcção

Alavanca da direcção

LNEG

•A forma mais comum de consolidação dos pós conformados é a sinterização em forno de vácuo ou de atmosfera controlada.

•Esta tarefa é realizada ao longo de várias horas, em que os componentes PM são aquecidos a uma determinada taxa, mantidos a uma determinada temperatura por um determinado tempo e, finalmente arrefecidos.

•A aplicação das micro-ondas (MO) no aquecimento de materiais foi descoberta em **1946** e tem sido aplicada em vários campos.

• Entre as várias aplicações em Engenharia de Materiais, destacam-se:

- Secagem
- Slip-casting
- Remoção de ligantes orgânicos
- Calcinação
- Sinterização de metais e cerâmicos
- Ligação

•O primeiro relato de tentativa de sinterização de materiais por MO data de 1967. O material alvo do trabalho foi dióxido de urânio.

•A utilização de MO está mais ligada a materiais dieléctricos.

• Desde então, muitos materiais, incluindo **metais**, têm sido processados por MO.

LNEG

•Quando as MO penetram através de um material dieléctrico, é gerado um campo eléctrico no interior do material, através do movimento transiente induzido em, p.e., **dipolos**.

•Os dipolos realinham-se com o sentido do campo.

•A resistência a estes movimentos induzidos origina perdas, atenua o campo eléctrico devido a forças de fricção, elásticas, de inércia e resultam num **aquecimento volumétrico**.

•É o caso da **água**, p.e.

LNEG

INTRODUÇÃO

Letters to Nature

Nature **399**, 668-670 (17 June **1999**) | doi:10.1038/21390; Received 9 October 1998; Accepted 20 April 1999

Full sintering of powdered-metal bodies in a microwave field

Rustum Roy[1], Dinesh Agrawal[1], Jiping Cheng[1] & Shalva Gedevanishvili[1]
Materials Research Laboratory, The Pennsylvania State University, University Park, Pennsylvania 16802, USA
Correspondence to: Dinesh Agrawal[1] Correspondence and requests for materials should be addressed to D.A. (e-mail: Email: dxa4@psu.edu).

The use of microwaves to process absorbing materials was studied intensively in the 1970s and 1980s, and has now been applied to a wide variety of materials[1, 2, 3, 4]. Initially, success in microwave heating and sintering was confined mainly to oxide and some non-oxide ceramics [5, 6, 7, 8, 9, 10, 11]; but recently the technique has been extended to carbide semimetals [12, 13, 14] used in cutting tools. Here we describe the microwave sintering of powdered metals to full density. We are able to sinter a wide range of standard powdered metals from commercial sources using a **2.45-GHz microwave field**, yielding dense products with better mechanical properties than those obtained by conventional heating. These findings are surprising in view of the reflectivity of bulk metals at microwave frequencies. The ability to sinter metals with microwaves should assist in the preparation of high-performance metal parts needed in many industries, for example, in the automotive industry.

INTRODUÇÃO

•Na sinterização por MO, se o material “emparelha” (couples) com as MO, absorve a energia electromagnética, transformando-a em calor.

•Nos metais a interacção entre o campo magnético e o metal resulta num aquecimento volumétrico, através do calor induzido por correntes de Eddy, à superfície do mesmo.

- As vantagens apontadas na sinterização por MO:
  - Taxas de Aquecimento mais rápidas
  - Temperaturas de Sinterização mais baixas
  - Densificação mais eficiente
  - Tamanho de grão mais pequeno
  - Aparente redução da energia de activação

- No aquecimento de materiais por MO, aspectos diferentes são reconhecidos, a saber:

- Aquecimento interno (volúmico)
- Aquecimento rápido
- Aquecimento mais uniforme
- Aquecimento selectivo

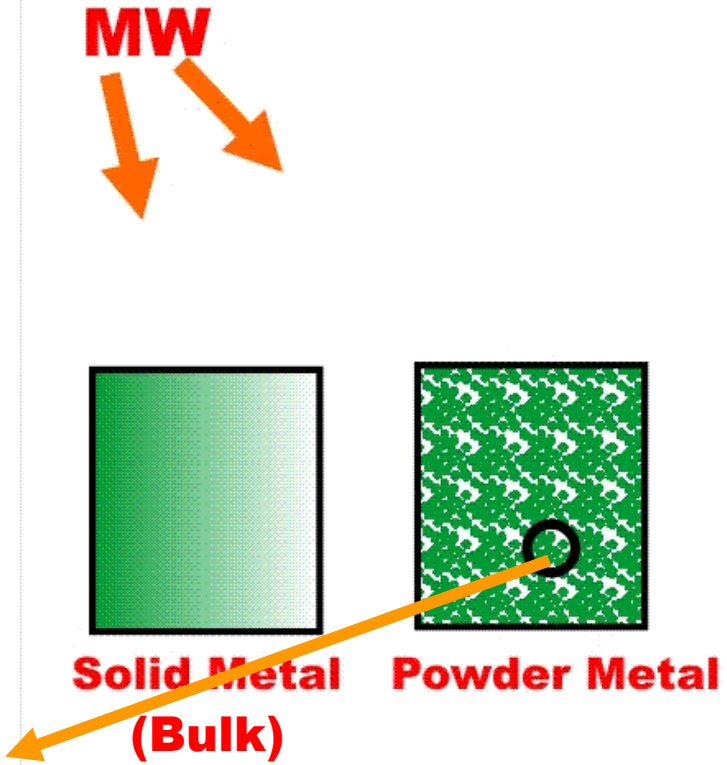
Estes aspectos são atractivos do ponto de vista das aplicações industriais.

- Igualmente, o chamado “**efeito não-térmico**” (“**non-thermal effect**”) das MO é conhecido e evidencia a sinterização e a cinética das reacções.

- Embora as bases do “efeito não-térmico” não estejam ainda bem compreendidas actualmente, este fenómeno continua a servir de motivação aos investigadores no sentido da tentativa de compreensão e aplicação do aquecimento por MO.

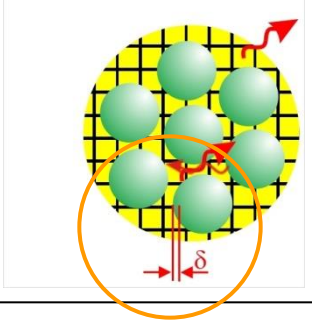
LNEG

Interacção das MO com os Metais



A penetração das MO nos materiais é um parâmetro conhecido como **skin depth - δ** – no caso dos materiais condutores é dado por:

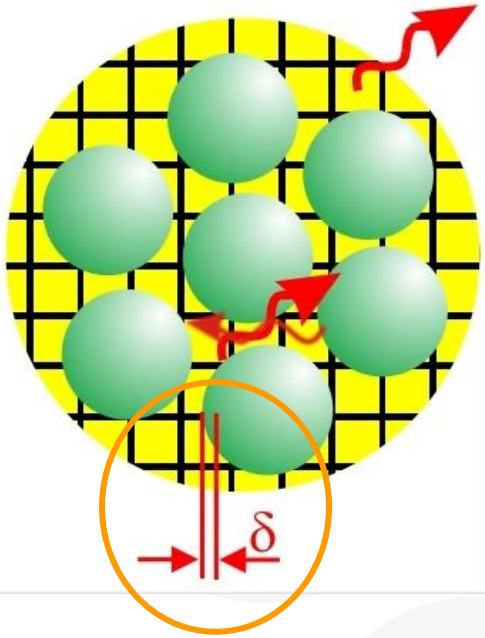
$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} = \sqrt{\frac{\rho \lambda_0}{\pi c \mu}}$$

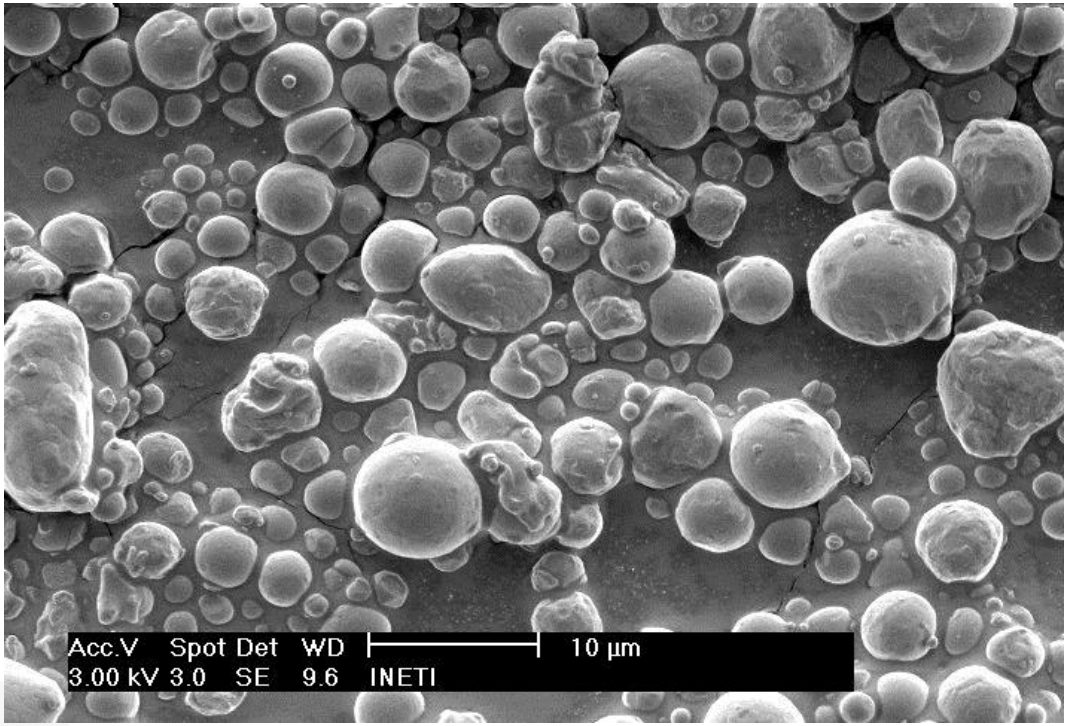


f é a frequência das micro-ondas
σ é a conductividade eléctrica
μ é a permeabilidade magnética do vácuo (4.Pi x 10^{-7} $H.m^{-1}$)
ρ é a resistividade eléctrica
λ_0 é o comprimento de onda das micro-ondas
c é a velocidade da luz

Como **λ_0** é uma constante para cada frequência de MO (12.24 cm para **2.45 GHz**),
δ É apenas dependente da resistividade eléctrica **ρ**.

Para a maior parte dos metais, δ está no intervalo **0.1 - 10 μm**
Dimensão que é comparável a d_{50} de alguns pós, o que pode favorecer a transferência de calor e a sinterização de pós metálicos.





Pó de aço MIM 316L

Nestes materiais condutores eléctricos, o aquecimento é limitado a uma pequena área superficial influenciado por correntes de Eddy.

No caso do pó metálico 316L, $\delta \approx$ **8 µm**

- As principais LIMITAÇÕES no uso das MO na sinterização não é apenas a geração de calor nos materiais, mas sim a **retenção do calor** nos mesmos, uma vez absorvida a energia das MO.

- Assim, o factor definido como "low loss tangent" é crítico na caracterização dos materiais a processar em MO.

- Um material que possua um valor muito baixo de "low loss tangente" é "transparente" às MO. Não absorve MO.

LNEG

- Assim, a Engenharia de materiais tem tido um desafio na “personalização” de materiais para o processamento por MO.

- Conjugar as propriedades dieléctricas com os valores da “low loss tangent” é um dos campos de desenvolvimento. (Estas propriedades variam com a temperatura).

- Para se conseguir processar alguns materiais, grandes aumentos de potência são necessários para se atingirem aumentos significativos de temperatura.

LNEG

- Existem várias formas de minimizar estas questões, através de:
  - Utilização de materiais de isolamento transparentes às MO
  - Paredes reflectoras da radiação
  - Aditivos para aumentar a absorção
  - Utilização de “**susceptors**”
  - Utilização de frequências mais elevadas (>2.45 GHz)

– Utilização de frequências mais elevadas (>2.45 GHz) pode permitir uma maior absorção de potência (energia) pelo material, mas a penetração da radiação é reduzida à medida que a frequência aumenta.

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu \sigma}} = \sqrt{\frac{\rho \lambda_0}{\pi c \mu}}$$

- As dificuldades encontradas com os sistemas convencionais de processamento de materiais estão relacionados sobretudo com a não uniformidade do aquecimento e a dificuldade da transferência de calor.
- Os sistemas híbridos, utilizando MO em conjunto com os convencionais, são uma tentativa de superar aquelas dificuldades.

Contudo, podem surgir outras como, p.e.:

- Thermal runaway
- Design e custo do equipamento

LNEG

PROCESSAMENTO por MO

LNEG

Os **custos energéticos** associados com a geração de MO não são negligenciáveis, dado a eficiência dos sistemas e os custos da electricidade.

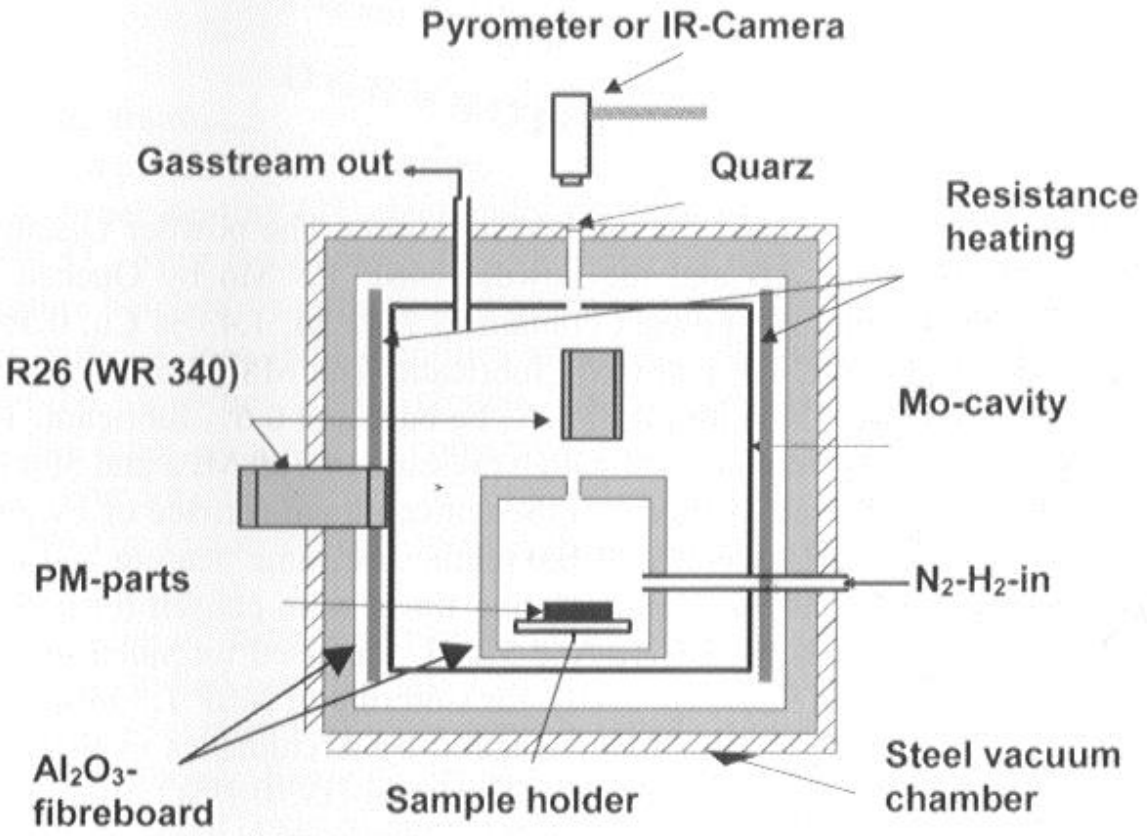
Comparando os processamentos por microondas e por gás (assumindo eficiências semelhantes), os custos energéticos de um sistema unicamente a MO poderá ser cerca de **4 X superior**.

Assim, na maioria dos casos, utilizam-se as MO em complemento a outra fonte de energia.

LNEG

Equipamento:

- Forno MO **9 kW – 2.45 GHz**
- Cavidade ressonante em Mo
- Sistema de aquecimento com resistências de Mo com 12kW
- Local: Alemanha



Equipamento:

•Forno MO **9 kW – 2.45 GHz**

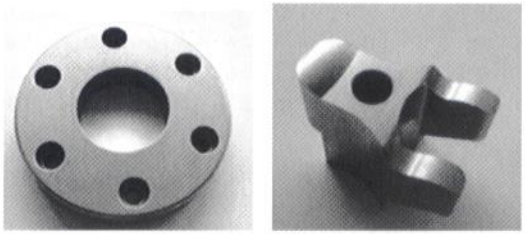
(MSP) **(Distaloy AE)**

Material (peso%)	**MO**	**Convencional**	**Densidade**
3.75Ni-1.43Cu-0.5Mo- Fe+0.5C (Distaloy AE)	15’ – 1023ºC	15’ – 1101ºC 95%Ar-5%H_2	=s

Material (peso%)	**MO**	**Convencional**	**Densidade**
1.54Mo-Fe+0.77C (MSP)	30’ – 1030ºC	30’ – 1192ºC 95%N_2-5%H_2	7.2 g.cm^{-3}

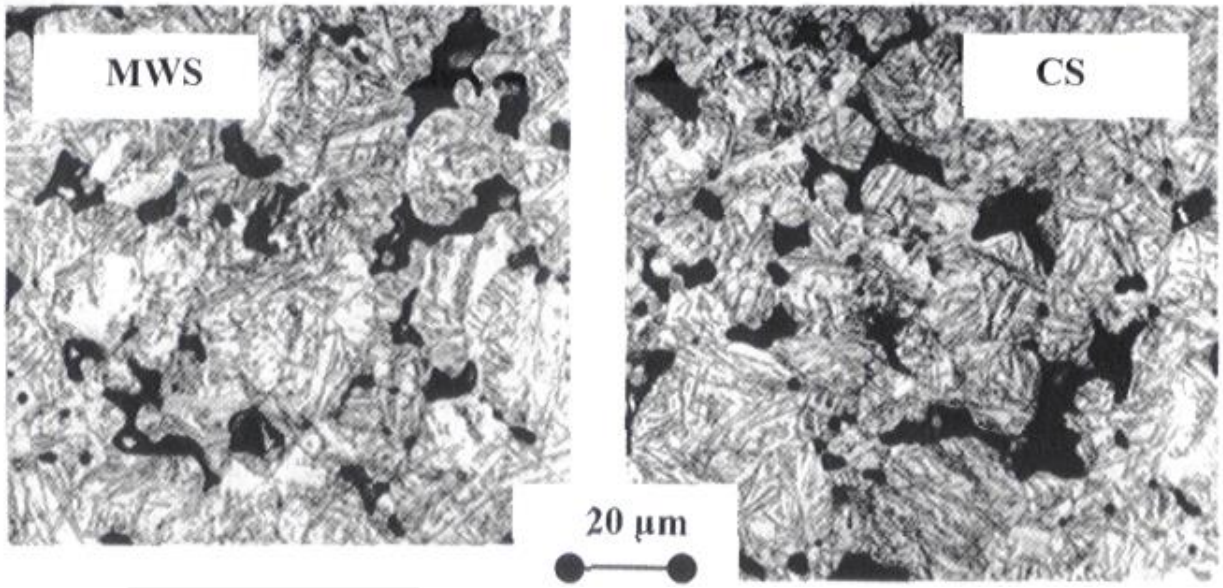
Equipamento:

•Forno MO **9 kW – 2.45 GHz**



(MSP)

Amostras de MSP polidas e contrastadas (microscópio óptico)



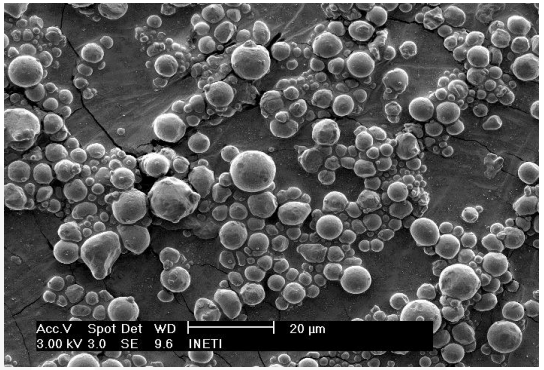
MO – 30’-1145ºC

Convencional – 30’ -1142ºC

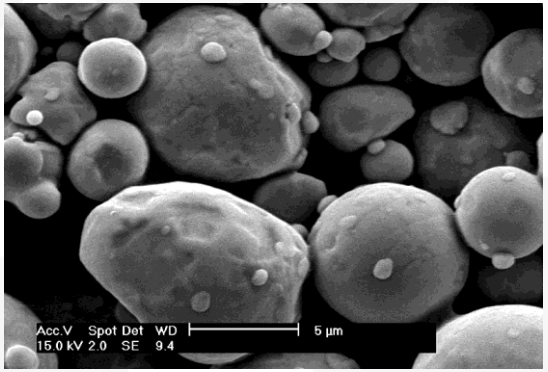
Morfologia dos Pós de Aço Inoxidável 316L

316L (atomisado por gás)

a)

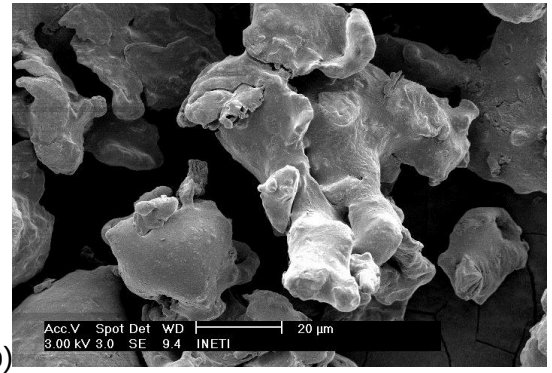


c)

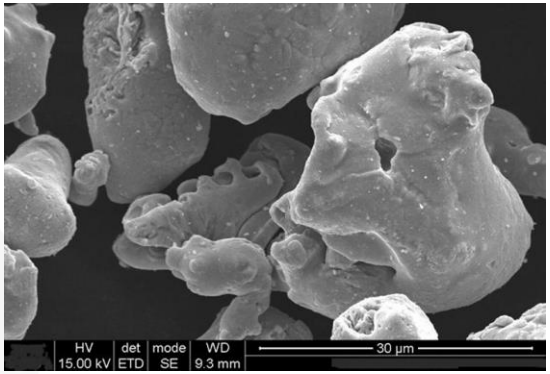


316LHD (atomizado por água)

b)



d)



d_{50} = 7 / 8 microns

d_{50} = 36 / 37 microns

LNEG

A sinterização por MO foi realizada num equipamento de

2.45 GHz-1kW

Atmosfera - Ar+7%H_2 ; D.P. -68ºC;

Velocidade média de aquecimento - **60ºC.min^{-1}**

Utilização de ***susceptors* de SiC**

Para efeitos comparativos foram realizados ciclos em vácuo:

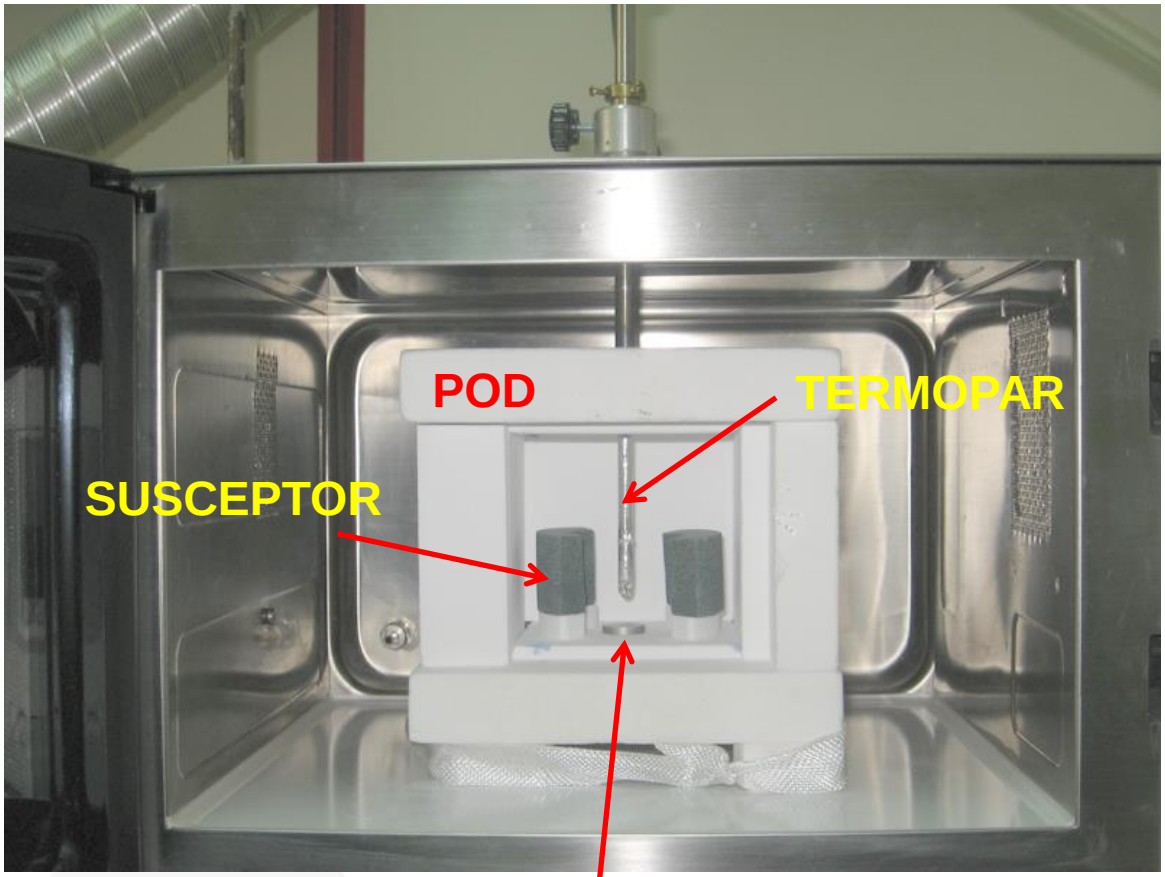
1,3x10^{-3} Pa

Velocidade máxima de aquecimento ; **15ºC.min^{-1}**

LNEG

Equipamento de MO 2.45 GHz-1000 W

Utilização de susceptors de SiC)



De forma a diminuir a fricção interpartículas, os pós foram revestidos (aço 304 nanométrico)

Características dos pós de 316L

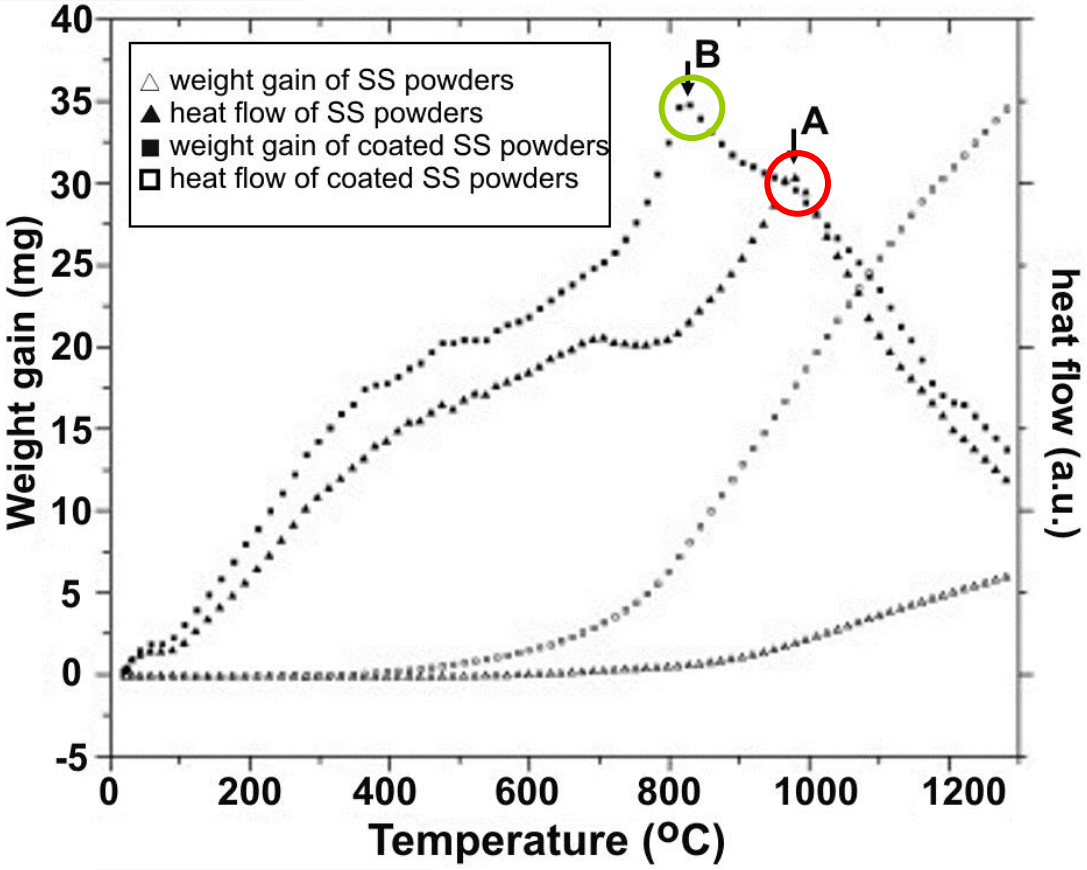
Pó	Revestimento	Morfologia Partícula	d_{50} [µm]	Coeficiente Fricção Interparticula [Pa]
316L (GA)	Não	Esférica	7	196
	Sim		8	49
316LHD (WA)	Não	Irregular	36	92
	Sim		37	54

O revestimento era também para tentar tirar partido de se possuir uma "**película" nanométrica** (em termos de espessura e cristalinidade), logo **mais reactiva**, e assim tirar partido do facto do processo de aquecimento nos pós metálicos ser induzido por correntes de Eddy (superficiais).

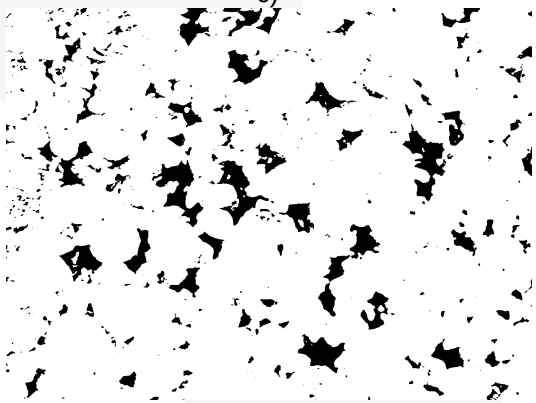
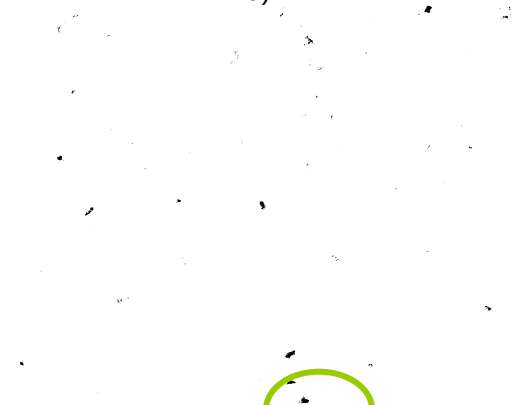
EFEITO DO REVESTIMENTO

A diferença no comportamento entre pós revestidos e não-revestidos pode ser (em parte) atribuída à estrutura nanocristalina do revestimento, sendo este mais reactivo.

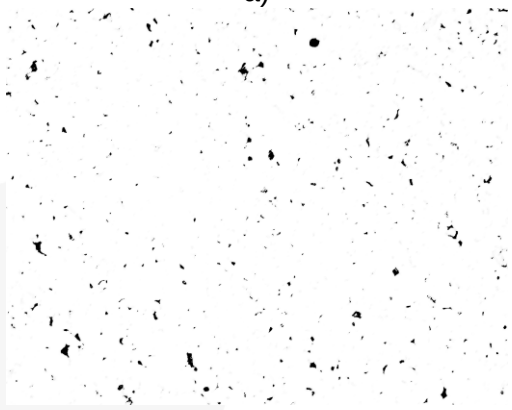
De facto, quando aquecidos numa atmosfera reactiva (TG-DTA) os picos de reacção são detectados a 950ºC para o pó não-revestido **(A)**, e a 800ºC para o revestido**(B)**,



Sinterização em MO - 1000ºC – 60’: Porosidade

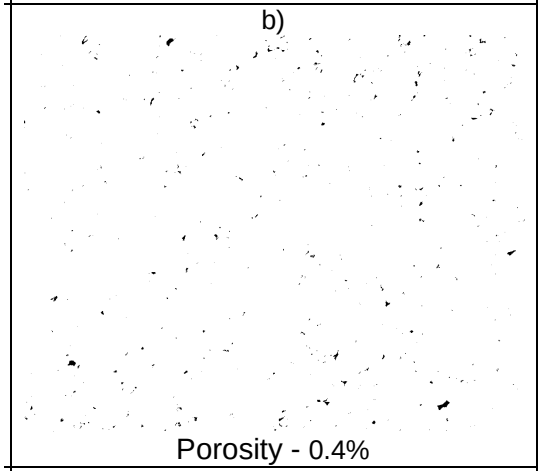
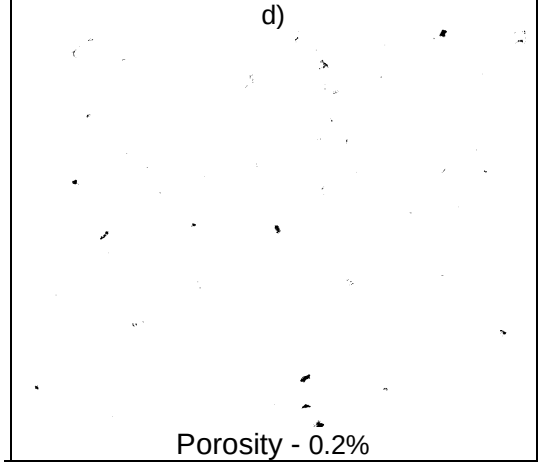
50 µm	Uncoated	Coated
316L	a) Porosity - 2.3%	b) Porosity - 0.4%
316LHD	c)  Porosity - 7.4%	d)  Porosity - 0.2%

Sinterização em Vácuo 1000ºC – 60’: Porosity

50 µm	Uncoated	Coated
316L	a)  Porosity - 1.1%	b) Porosity - 1.8%
316LHD	c) Porosity - 3.2%	d) Porosity - 4.4%

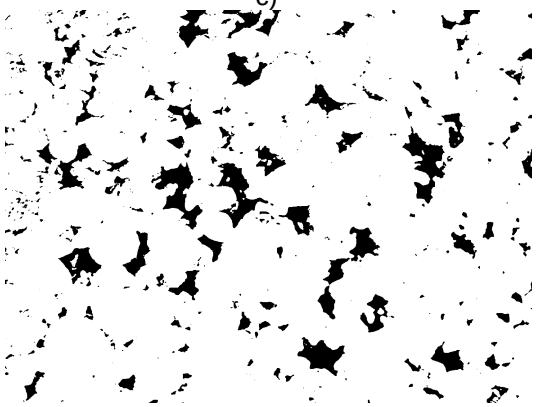
Sinterização 1000ºC – 60’: Porosidade

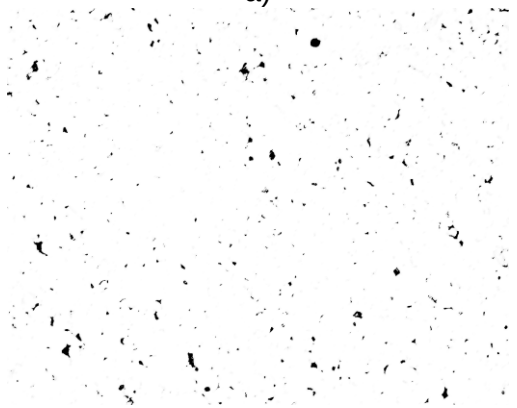
Pós Revestidos

	MO	Vácuo
316L	Coated b)  Porosity - 0.4%	Coated b) Porosity - 1.8%
316LHD	d)  Porosity - 0.2%	d) Porosity - 4.4%

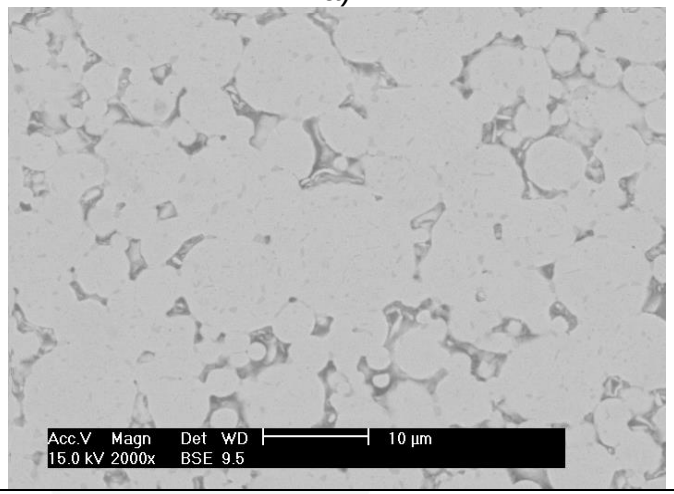
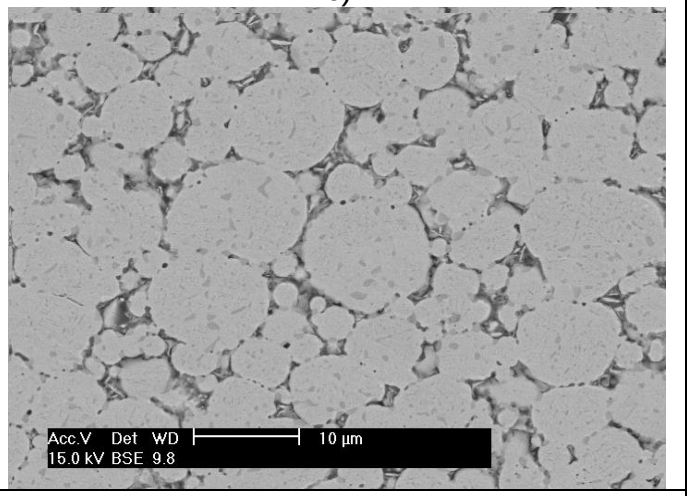
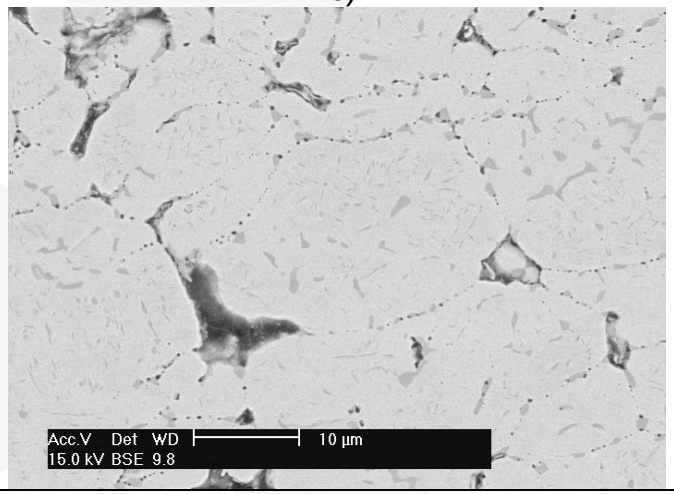
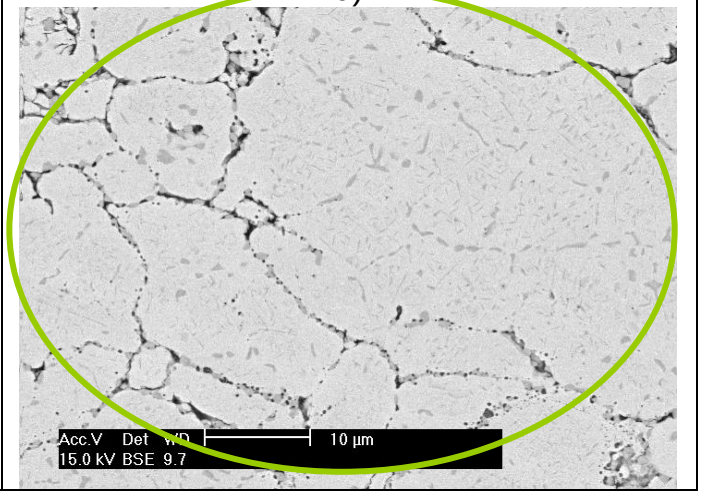
Sinterização 1000ºC – 60’: Porosidade

MO **Pós Não-Revestidos** Vácuo

50 µm	Uncoated
316L	a) Porosity - 2.3%
316LHD	c)  Porosity - 7.4%

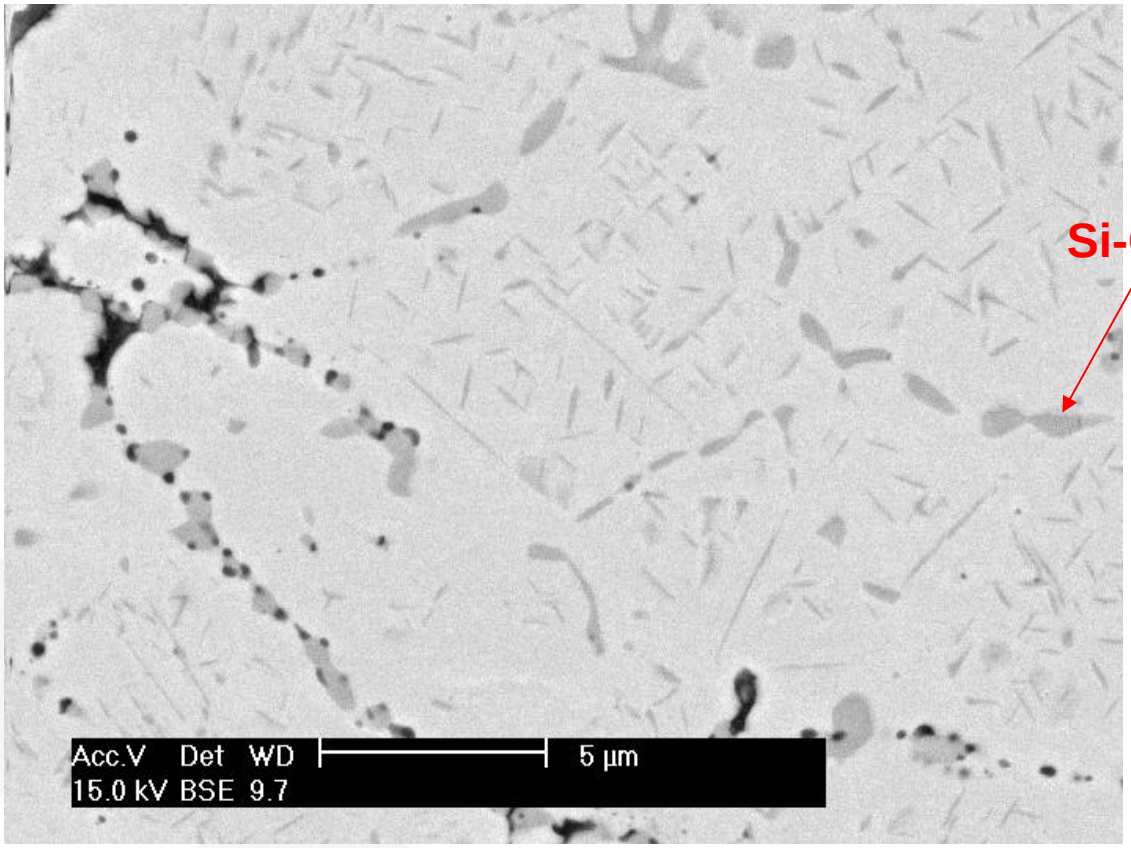
50 µm	Uncoated
316L	a)  Porosity - 1.1%
316LHD	c) Porosity - 3.2%

Microestruturas das amostras sinterizadas em MO -1000ºC – 60’

	Uncoated	Coated
316L	a) 	b) 
316LHD	c) 	d) 

Embora possuissem baixa porosidade, os pós não estavam sinterizados a 100%

- O baixo nível de porosidade foi observado nas amostras revestidas sinterizadas em MO



Prior particle boundaries of coated 316LHD sintered in MW 1000ºC-60'

CONCLUSÕES

- Foi observado um efectivo resultado do efeito (não térmico) das Micro-ondas na sinterização dos pós de aço MSP 1.5Mo, Distaloy AE e aço inoxidável 316L, sendo obtidas microestruturas equivalentes às sinterizadas convencionalmente, mas a mais baixas temperaturas.
- A utilização de um revestimento nonoestruturado nos pós de 316L facilitou a obtenção de densidades mais elevadas nos pós de 316L, quando sinterizados em MO.
- Apesar de uma elevada densificação, não se obteve a sinterização total dos aços estudados.
- Existe a necessidade de estudar e adequar o sistema de processamento por MO (híbrido), de forma a serem obtidos os resultados pretendidos e obter um consumo energético compatível com a sua exploração comercial.

LNEG

joao.mascarenhas@lneg.pt

www.lneg.pt

RE.NEW.ABLE.
A INSPIRAR PORTUGAL

meid
Ministério da Economia,
da Inovação e do Desenvolvimento