

## Desenvolvimento de liga sinterizada de níquel por moldagem de pós por injeção

Development of sintered nickel alloy by powder injection molding

Moisés Luiz Parucker<sup>1</sup>, Aloisio Nelmo Klein<sup>1</sup>,  
Roberto Binder<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Laboratório de Materiais - LABMAT – EMC/UFSC – Centro Tecnológico CEP: 88040-900, Florianópolis, SC  
e-mail: [moises\\_parucker@hotmail.com](mailto:moises_parucker@hotmail.com); [klein@emc.ufsc.br](mailto:klein@emc.ufsc.br); [binder@emc.ufsc.br](mailto:binder@emc.ufsc.br)

### RESUMO

A moldagem de pós por injeção é um processo de fabricação de elevada produtividade que possibilita obter componentes de geometria complexa, estreita precisão dimensional e boas propriedades mecânicas. Neste processo, uma mistura de uma determinada quantidade de pós e ligantes orgânicos (polímeros, ceras e óleos) é obtida por meio de uma massa de injeção (feedstock) o qual tem características reológicas adequadas para promover a injeção desta massa em uma cavidade de um molde. A produção de ligas de níquel por meio deste processo é uma alternativa para produção de produtos que requerem aplicações avançadas onde se exige resistência a corrosão e oxidação, resistência mecânica a altas temperaturas e baixo coeficiente de atrito. Neste trabalho apresentamos um estudo das propriedades microestruturais e mecânicas de uma liga de níquel (Ni-Fe-Cr-P) processada via moldagem de pós por injeção, utilizando pós de níquel carbonila com e sem a presença de fase líquida durante a sinterização. Os resultados foram comparados com a mesma liga processada por compactação de pós. Os resultados demonstraram a necessidade de maior quantidade de matéria orgânica para o desenvolvimento da massa de injeção (feedstock: 15% m/m de polímero) para os tipos de pós metálicos utilizados (níquel carbonila do tipo INCO 123) se comparado ao feedstock de ligas comerciais que normalmente utilizam uma quantidade menor de matéria orgânica (feedstock: 9% m/m de polímero). A maior quantidade de matéria orgânica necessária para a preparação do feedstock deve-se a morfologia dos pós empregados (superfície rugosa – tipo *spiky*) que promove retenção de carbono durante o processo de extração, ocasionando a necessidade de otimização do ciclo de extração térmica e sinterização. Ciclos mais lentos e a baixa temperatura promoveram a total retirada dos ligantes. A liga de Ni-Fe-Cr-P injetada apresentou contração de aproximadamente 50%, além de elevado teor de poros quando comparado ao material compactado, o que influenciou as propriedades mecânicas e dureza aparente do material.

**Palavras-chave:** liga de níquel sinterizada, compactação de pós, moldagem de pós por injeção.

### ABSTRACT

The powder injection molding is a manufacturing process that allows high productivity to obtain complex geometry components, dimensional accuracy and good mechanical properties. In this process, a mixture of a quantity of powders and organic binders (polymers, waxes, oils) is obtained through injection of a mass (feedstock) which has rheological properties suitable for promoting the injection of this mass in a cavity of a mold. The production of nickel alloy by this process is an alternative to production of products that require advanced applications, which require resistance to corrosion and oxidation, mechanical strength at high temperatures and low coefficient of friction. This paper we present the study of the microstructural and mechanical properties of a nickel alloy (Ni-Fe-Cr-P) processed by powder injection molding, using carbonyl nickel powders with and without the presence of liquid phase during sintering. The results are compared with the alloy processed by powder compaction. The results demonstrate the need for increased amount of organic matter for developing the injection mass (feedstock: 15 wt.% polymer) for the types of metallic powders used (nickel INCO type 123 carbonyl) compared to commercial alloy feedstock typically use a smaller amount of organic matter (feedstock: 9 wt.% polymer). The largest quantity of organic matter needed for the preparation of the feedstock due to the morphology of the powders used (*spiky*) which promoted carbon retention during

the extraction process, resulting in the need to optimize the extraction cycle and thermal sintering. Slower cycles and low temperature promoted the complete extraction of the ligands. The Ni-Fe-Cr-P alloy injected showed shrinkage of approximately 50%, and high levels of pores as compared to the compacted material, which influenced the mechanical properties and apparent hardness of the material.

**Keywords:** sintered nickel alloy, powder compaction, powder injection molding.

## 1. INTRODUÇÃO

A moldagem de pós por injeção é um processo atrativo pela possibilidade de produção de peças em alto volume, pela flexibilidade dos parâmetros de processamento, pelo potencial para produção de peças em sistemas miniaturizados de alta complexidade geométrica e pela elevada densidade final das peças. O crescimento da tecnologia PIM (powder injection molding – moldagem de pós por injeção) tem ocorrido fortemente nos últimos 15 anos. Indústrias como automotiva, aeroespacial, química e têxtil já utilizam ou substituem os processos de produção convencionais pelo processo PIM em projetos de componentes e sistemas, o que reduz, na maioria das vezes, os custos de produção e aumenta as propriedades dos produtos [1, 2].

Na área de materiais, novas oportunidades surgem para elevar o desempenho dos materiais já conhecidos e em uso corrente na engenharia para novas aplicações. Isto implica maior conhecimento da correlação entre composição química, estrutura e microestrutura e parâmetros de processamento do material, bem como maior conhecimento das solicitações efetivamente presentes na aplicação e, por fim, no aperfeiçoamento dos processos de fabricação.

Na engenharia mecânica, por exemplo, cresce a busca pela obtenção de materiais para aplicações nas quais se requer propriedades como a resistência a altas temperaturas, baixo coeficiente de atrito e elevada resistência ao desgaste, elevada resistência à corrosão, aliado ao baixo peso específico. Isto requer microestrutura mais refinada e por esta razão, uma alternativa plausível é a utilização da técnica de moldagem de pós por injeção, por se utilizar pós mais finos quando comparada à metalurgia do pó tradicional.

Devido a alguns projetos novos do setor automotivo e aeroespacial, materiais a base de níquel resistentes a altas temperaturas tem sido estudadas, como as ligas Hastelloy e Inconel 718 [3,4, 2].

Ligas à base de níquel processadas por injeção de pós não são comumente disponíveis, mas eles têm um potencial de mercado inexplorado para aplicação na indústria [5].

Neste trabalho foi realizado o estudo das propriedades microestruturais e mecânicas de uma liga de níquel (Ni-Fe-Cr-P) processada via moldagem de pós por injeção utilizando pós de níquel carbonila do tipo *spiky*, com e sem a presença de fase líquida durante a sinterização e sua influência nos parâmetros de processamento por PIM. Os resultados foram comparados com a mesma liga processada por compactação de pós.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Pós de portadores de liga na forma de compostos (Fe-Cr e Fe-P) foram previamente misturados com pós de níquel carbonila para obtenção de duas ligas de Ni-Fe-Cr-P (Ni5Fe-Cr2Fe-P e Ni5Fe-Cr5Fe-P), variando-se a concentração de fósforo. O procedimento constituiu de pré-mistura mecânica dos componentes metálicos em um misturador em Y, a 30 RPM, durante 60 minutos, visando atingir um maior nível de homogeneização na massa de pó metálico. As características físico-químicas dos pós utilizados são apresentados na tabela 1.

**Tabela 1:** Características físico-químicas dos pós utilizados para o desenvolvimento de matriz de níquel.

PORTADOR DE LIGA	TAMANHO DE PARTÍCULA ( $\mu\text{m}$ )	COMPOSIÇÃO QUÍMICA (%)	$\rho$ ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	FORNECEDOR
Ni (INCO123)	D50(3,9)	99,9	8,9	INCO
Fe-Cr	D90(16)	MA bal.Fe+ 52Cr+0,6C+4Si+4Mn	-	Osprey
Fe-P	10	15Fe <sub>3</sub> P	-	Höganäs

A tabela 2 apresenta a composição das ligas de níquel utilizadas.

**Tabela 2:** Composição das Ligas de Níquel.

LIGA	Fe-Cr (% m/m)	Fe-P (% m/m)	$\rho_{teórica}$ (g/cm <sup>3</sup> )
Ni5Fe-Cr2Fe-P	5,0	2,0	8,7
Ni5Fe-Cr5Fe-P	5,0	5,0	8,7

### 2.1 Compactação de pós

A mistura de pós foi compactada em matriz de aço cilíndrica, uniaxial de duplo efeito, com diâmetro de 9,5 mm, utilizando pressão de compactação de 600 MPa, caracterizando a moldagem de pós por compactação.

A sinterização foi realizada em atmosfera protetora (90% Ar- 10% H<sub>2</sub>) assistida por plasma com aquecimento resistivo, utilizando voltagem de 400 V, com tempo de pulso ligado ( $t_{on}$ ) de 50  $\mu$ s e pressão de 1 torr. A taxa de aquecimento utilizado foi de 10°C/minutos até 1150 °C e isoterma na mesma temperatura por 60 minutos.

### 2.2 Moldagem de Pós por injeção

O sistema ligante escolhido foi do tipo multicomponente e os elementos utilizados foram polipropileno (PP), acetato de vinil etileno (EVA), parafina, amida-graxa e anti-oxidante. A mistura da carga polimérica com a carga de pó metálico foi realizada em misturador *Haake* do tipo sigma, em temperatura de 180 °C, a 70 RPM, por 90 minutos.

Para determinação da carga crítica de ligantes, foi realizado o ensaio de torque de mistura, onde a massa de pó metálico (Ni, Fe-Cr e Fe-P) juntamente com os elementos do sistema ligante foram misturados.

Carga sólida de ligantes de aproximadamente 60% v/v é considerada adequada para o processo [6].

Após a preparação das misturas nas proporções adequadas, foi realizada a moldagem dos componentes, conforme orientações na norma MPIF *Standart* 50. A máquina utilizada para a moldagem foi a injetora Arburg 320S com força de fechamento de 50 toneladas, utilizando pressão de injeção de 900 bar, pressão de recalque de 800 bar e temperatura de 180 °C. Após a injeção, os corpos de prova foram pesados e identificados.

A remoção dos ligantes foi realizado em duas etapas distintas, devido ao sistema ligante ser do tipo multicomponente. A primeira etapa consistiu na exposição dos componentes a um solvente químico, enquanto que a segunda foi realizada por degradação térmica. Na etapa de remoção química foi realizada como solvente químico hexano aquecido entre 50 – 55 °C. Os componentes foram expostos ao vapor de hexano por um período de 1 hora e em seguida, imersos em hexano aquecido por 5 horas.

Para a remoção dos materiais orgânicos remanescentes foi realizada a remoção térmica assistida por plasma seguida de sinterização (PADS – *Plasma assisted debinding and sintering*, conforme as condições de processamento apresentadas na tabela 3.

**Tabela 3:** Condições de processamento proposta para extração térmica.

TEMPERATURA (°C)	TAXA DE AQUECIMENTO (°C/minutos)	$t_{on}$ ( $\mu$ s)	FLUXO DE GÁS (%)	
			H <sub>2</sub>	Ar
T ambiente a 300	7,0	50	100	-
300 a 500	1,0	100	100	-
500 a 650	5,0	100-140	10	90
650	Isoterma (60 minutos)	140	10	90
resfriamento	-	50	10	90
Voltagem (V)		600		

### 2.3 Caracterização dos sinterizados obtidos por compactação de pós e moldagem de pós por injeção

A caracterização microestrutural das ligas sinterizadas foi realizada por microscopia ótica e eletrônica de varredura. A composição química das amostras foi obtida com o auxílio de microsonda de energia dispersiva de Raio-X (EDS), acoplada ao microscópio eletrônico de varredura ou difratometria de Raio-X.

A densidade dos componentes sinterizados foi determinado pelo método geométrico ou por Arquimedes, de acordo com a norma MPIF *Standard* 42.

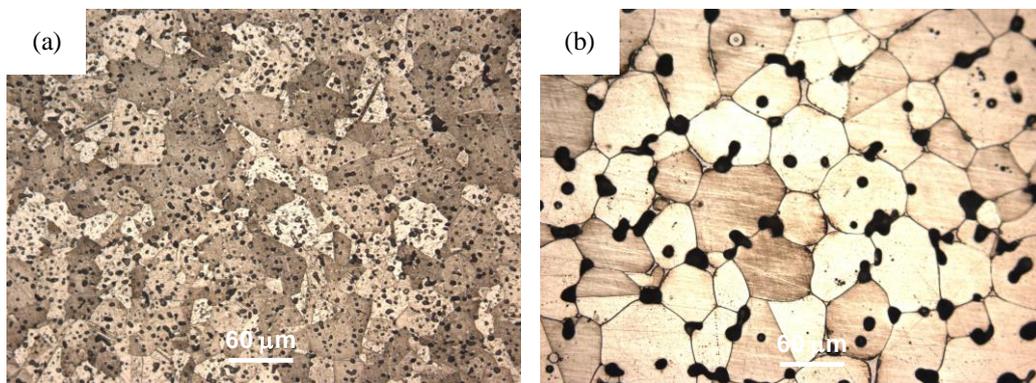
Para os ensaios de microdureza, escolheu-se a seção transversal para as medidas. Os ensaios foram realizados de acordo com a norma MPIF *Standard* 51, empregando-se carga de 25 gf e escala Vickers.

Os ensaios de resistência à tração foram realizadas em máquina universal de ensaios MTS, de acordo com a norma ISO 82.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

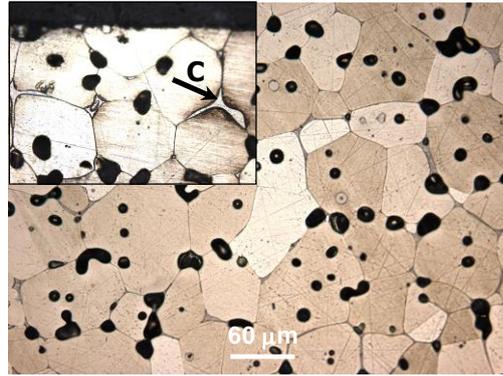
### 3.1 Desenvolvimento de liga de níquel via compactação de pós: caracterização microestrutural e mecânica

A figura 1 apresenta as micrografias das ligas Liga Ni5Fe-Cr2Fe-P (0,3% m/m de fósforo) e Liga Ni5Fe-Cr5Fe-P (0,75% m/m de fósforo) produzidas por compactação de pós.



**Figura 1:** Microestrutura das ligas Ni-Fe-Cr-P processadas pela metalurgia do pó convencional: (a) Liga Ni5Fe-Cr2Fe-P (0,3% m/m P) e (b) Liga Ni5Fe-Cr5Fe-P (0,75% m/m P). (Ataque: Marble, 100X MO).

Observando-se a microestrutura das ligas, pode-se observar que a introdução de fósforo favoreceu a formação de fase líquida na liga com 0,75% m/m de fósforo (Ni5Fe-Cr5Fe-P). De acordo com o diagrama de equilíbrio Ni-P e Fe-P, existem regiões propícias à formação de fase líquida de fosfetos durante a sinterização a 1150 °C. A análise por espectrometria de energia dispersiva (EDS) revelou que na região clara da microestrutura (figura 2 (a) detalhe “C”) existe uma quantidade relativa de fósforo de aproximadamente 6%, acompanhada de 2,0% de Cr, 6,0% de Fe e 86,0% m/m de Ni. Os resultados de análise de EDS associados ao difratograma de raio-X da amostra revelou ser uma composição eutética de (Fe, Ni)<sub>3</sub>P. Em pesquisa realizada com ligas de Fe-7Ni processadas por moldagem de pós por injeção, também foi identificada a formação da fase de (Fe, Ni)<sub>3</sub>P nos contornos de grão [7].



**Figura 2:** Microestrutura da liga de níquel Ni5Fe-Cr5Fe-P (0,75% m/m P), detalhe “C” evidenciando fase clara de (Fe,Ni)<sub>3</sub>P (MEV, ataque: Marble).

A liga Ni5Fe-Cr2Fe-P apresentou dureza de 270 ( $\pm 37,36$ ) HV0,025, densidade de 8,18 g/cm<sup>3</sup> e densidade relativa de 94%. A liga Ni5Fe-Cr5Fe-P apresentou dureza de 385 ( $\pm 46,93$ ) HV0,025, densidade de 7,55 g/cm<sup>3</sup> e densidade relativa de 87%. A presença de fósforo favorece o crescimento de grão (65  $\mu$ m), principalmente pela formação de fase líquida de fosfeto, acarretando menor densidade e maior dureza do sinterizado. A Tabela 4 apresenta a densidade e tamanho de grão em relação à concentração de fósforo presentes nas ligas.

**Tabela 4:** Variação da densidade e do tamanho de grão com a presença de fósforo.

FÓSFORO (% m/m)	DENSIDADE (g/cm <sup>3</sup> )	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO ( $\mu$ m)
0,30	8,18	23
0,75	7,55	65

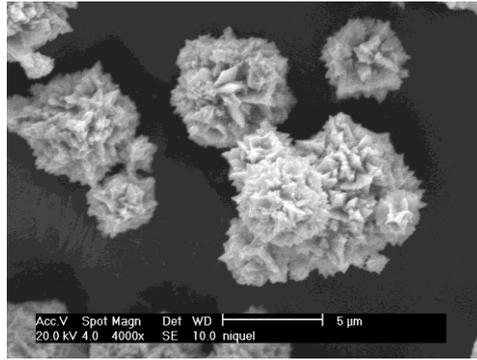
A Tabela 5 apresenta os resultados do ensaio de tração. A liga contendo 0,3% m/m de fósforo apresentou uma maior resistência à tração e ductilidade quando comparada à amostra contendo 0,75% m/m de fósforo. Isto pode ser explicado pelo fato de que a liga contendo 0,75% m/m de fósforo apresentou grãos maiores, além da fase frágil de fosfeto ((Fe, Ni)<sub>3</sub>P) nos contornos de grãos, o que provoca uma diminuição da resistência mecânica do material, bem como o menor alongamento. A liga contendo 0,3% m/m de fósforo apresentou grãos e poros menores, ausência de fase líquida e maior resistência mecânica e ductilidade.

**Tabela 5:** Propriedades mecânicas das ligas Ni-Fe-Cr-P.

LIGA	TENSÃO ESCOAMENTO (MPa) $\pm$ desvio padrão	TENSÃO MAX. RUPTURA (MPa) $\pm$ desvio padrão	ALONGAMENTO (%) $\pm$ desvio padrão
Ni5Fe-Cr2Fe-P	257,0 $\pm$ 5,65	506,0 $\pm$ 0,7	17,95 $\pm$ 0,8
Ni5Fe-Cr5Fe-P	161,0 $\pm$ 3,5	202,0 $\pm$ 2,12	5,57 $\pm$ 0,7

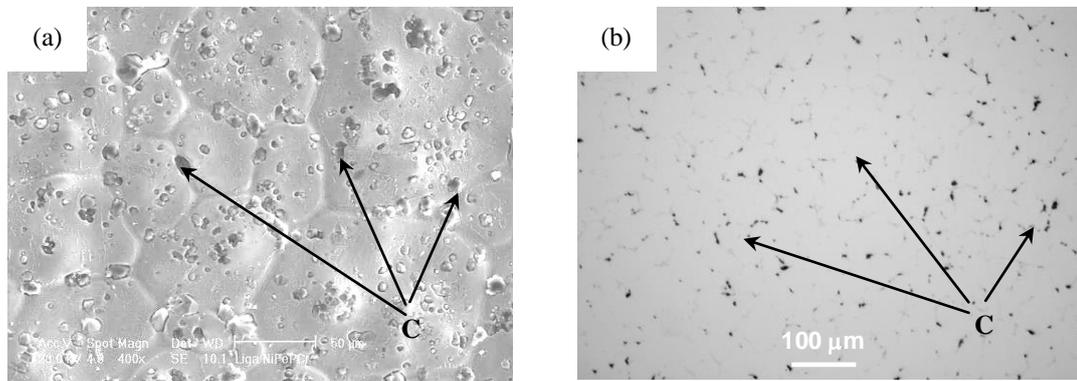
### 3.2 Desenvolvimento de liga de níquel via moldagem de pós por injeção: *feedstock* e extração de ligantes

Como resultado da determinação da carga crítica, foi necessária uma quantidade de 85% m/m de pó metálico e 15% m/m de polímero (*feedstock*), ou seja, aproximadamente 40% v/v de carga sólida, representada por pó metálico. Neste caso, o grande volume de polímero necessário para homogeneização da mistura é justificada pela morfologia do principal constituinte da liga, o níquel carbonila do tipo *spiky* (Figura 3).



**Figura 3:** Morfologia da partícula do pós de Níquel carbonila utilizados no desenvolvimento da liga Ni-Fe-Cr-P.

Após injeção dos corpos de prova, os mesmos foram submetidos à extração química e extração térmica. Foi observada a presença de carbono na superfície e interior do pré-sinterizado, indicando retenção de ligante (matéria orgânica) durante o ciclo de extração (Figura 4). Diante desta situação, foi necessário utilizar um ciclo (Ciclo II - Tabela 6) de extração térmica com taxa de aquecimento mais longo. A tabela 7 apresenta o resultado da análise de carbono para as ligas submetidas aos ciclos de extração térmica I e II.



**Figura 4:** Matéria orgânica retido no componente da liga de níquel Ni5Fe-Cr5Fe-P: a) Topografia e b) Microestrutura.

**Tabela 6:** Ciclos de extração térmica.

CONDIÇÕES	CICLO I	CICLO II
Temperatura (°C)	Taxa de aquecimento (°C/minutos)	
25 a 300	7	5
300 a 500	1	0,7
500 a 650	5	3
Isoterma: 650	60	

**Tabela 7:** Teor de carbono residual (% massa) após ciclos I e II para a liga Ni-Fe-Cr-P com teores variados de fósforo.

LIGA NI-FE-CR-P	CICLO I	CICLO II
0,3% m/m P	0,21	0,20
0,75% m/m P	0,33	0,32

Ficou evidente que os ciclos de remoção térmica utilizados foram ineficientes na retirada do ligante. A fim de eliminar o carbono retido, utilizou-se novamente um ciclo de extração térmica em menor temperatura e maior tempo de extração, conforme pode ser verificado na tabela 8.

**Tabela 8:** Ciclo de extração térmica.

CONDIÇÕES	CICLO III
Temperatura (°C)	Taxa de aquecimento (°C/minutos)
25 a 150	2,5
150 a 400	0,7
400 a 800	2,5
Isoterma: 800	60 minutos

Após a extração térmica, foi realizada a determinação do teor de carbono nos componentes injetados (Tabela 9). Nestas condições, a remoção do ligante chegou a 0,1% m/m de carbono para a liga contendo 0,75% m/m de fósforo. A sinterização favoreceu a remoção de carbono remanescente na liga, chegando a 0,013% m/m. As condições para a realização do ciclo de extração térmica sob fluxo de hidrogênio foram estabelecidas para as ligas de níquel, com um ciclo de aproximadamente 10 horas de duração, seguida de sinterização. Deve-se salientar que a extração térmica por plasma reduz em aproximadamente cinco vezes o tempo de produção de um componente injetado em comparação com processos convencionais de extração térmica e sem geração de resíduos [8,9].

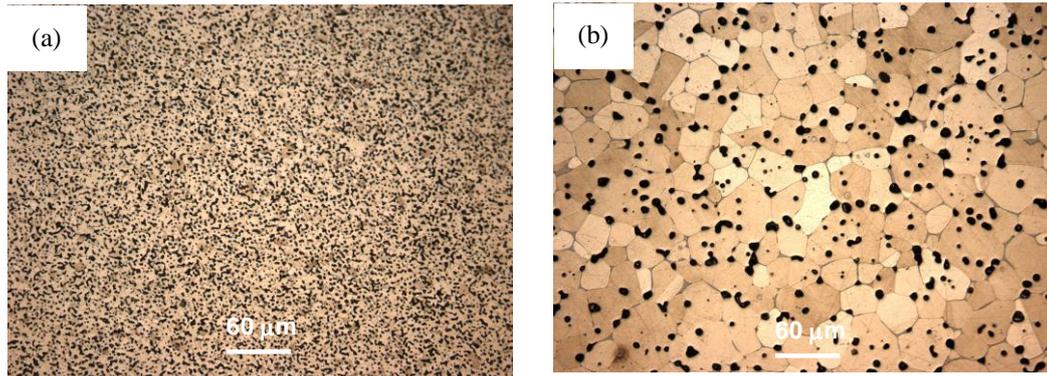
**Tabela 9:** Teor de carbono residual (% m/m) para os corpos de prova após extração térmica e sinterização.

LIGA Ni-Fe-Cr-P	EXTRAÇÃO TÉRMICA	SINTERIZAÇÃO
0,3% m/m P	0,099	0,018
0,75% m/m P	0,109	0,024

De acordo com os resultados, um maior esforço é necessário para a retirada total de carbono retido, principalmente por se utilizar pós do tipo carbonila. De acordo com pesquisa realizada com a moldagem de pós por injeção de ligas de Fe-Ni-P, a utilização de um pó de ferro do tipo carbonila seria responsável pela incorporação de uma grande quantidade de ligante orgânico causado um elevado teor de carbono residual [10]. A determinação dos melhores parâmetros de processamento durante a extração por plasma também requer estudos constantes [11].

A figura 5 apresenta a microestrutura das ligas obtidas pela moldagem de pós por injeção, após a sinterização isotérmica em 1150 °C. Pode-se verificar que uma maior concentração de fósforo favorece o crescimento de grão e aumenta a microdureza. Todos os corpos de prova produzidos por moldagem de pós por injeção apresentaram elevada porosidade após extração térmica devido ao elevado volume de matéria orgânica retirada dos mesmos. Nas ligas onde a sinterização é ativada pela formação da fase líquida de (Fe, Ni)<sub>3</sub>P, como no caso da liga com 0,75% m/m de fósforo, há a formação de uma microestrutura contendo poros grandes, em decorrência do coalescimento. Se compararmos as microestruturas dos produtos injetados com amostras de mesma composição obtidas por compactação de pós, verifica-se que a microdureza dos produtos injetados é menor, em função da maior quantidade de porosidade.

A tabela 10 apresenta o resultado da resistência à tração das ligas Ni<sub>5</sub>Fe-Cr<sub>2</sub>Fe-P e Ni<sub>5</sub>Fe-Cr<sub>5</sub>Fe-P. A liga contendo 0,3% m/m de fósforo apresentou maior resistência à tração e ductilidade, quando comparada à liga contendo 0,75% m/m de fósforo. Este fato está diretamente relacionado à presença da fase de fosfeto (Fe, Ni)<sub>3</sub>P nos contornos de grãos em ligas com concentrações maiores de 0,3% m/m de fósforo, o que leva a uma diminuição da resistência mecânica e alongamento da liga.



**Figura 5:** Microestrutura das ligas Ni-Fe-Cr-P processadas pela moldagem de pós por injeção: (b) Liga Ni5Fe-Cr2Fe-P (0,3% m/m P) e (e) Liga Ni5Fe-Cr5Fe-P (0,75% m/m P). (Ataque: Marble, 100X MO).

**Tabela 10:** Propriedades mecânicas das ligas Ni-Fe-Cr-P processadas por PIM.

LIGA	TENSÃO MAX. RUPTURA	ALONGAMENTO
	(MPa) ± desvio padrão	(%) ± desvio padrão
Ni5Fe-Cr2Fe-P (0,3% m/m P)	448,3±5,1	17,1±0,8
Ni5Fe-Cr5Fe-P (0,75% m/m P)	334,7±9,12	6,8±1,7

A tabela 11 apresenta a variação do tamanho de grão e da densidade com o teor de fósforo na liga. Conforme observado anteriormente no processamento da liga por compactação de pós, à medida que a quantidade de fósforo presente na liga é maior, maior foi o tamanho de grão e menor a densidade do sinterizado. Porém, nos produtos injetados, o tamanho de grão teve seu crescimento limitado pela grande quantidade de poros presentes na microestrutura.

**Tabela 11:** Variação da densidade e do tamanho de grão com a presença de fósforo.

FÓSFORO (% m/m)	DENSIDADE (g/cm <sup>3</sup> )	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO (µm)
0,30	6,5	11
0,75	6,0	70

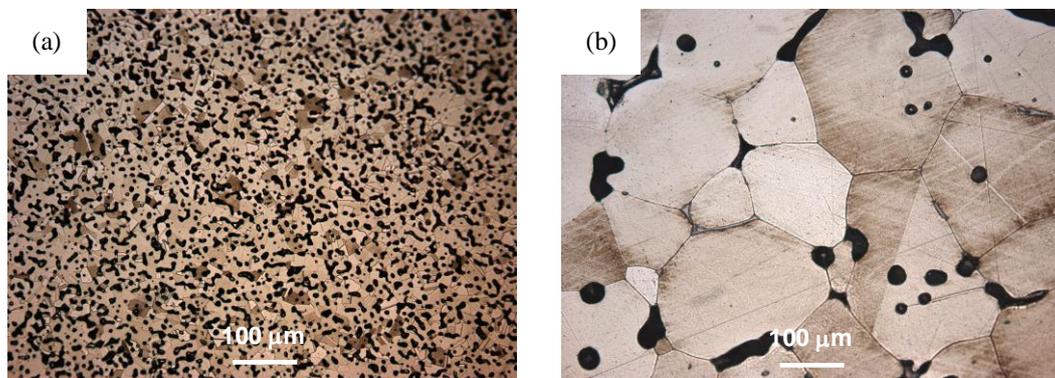
A liga Ni5Fe-Cr2Fe-P apresentou dureza de 217 (±19,14) HV0,025, densidade de 6,5 g/cm<sup>3</sup> e densidade relativa de 75%. A liga Ni5Fe-Cr5Fe-P apresentou dureza de 339 (±32,18) HV0,025, densidade de 6,0 g/cm<sup>3</sup> e densidade relativa de 69%. A presença de fase líquida de fosfeto aumenta a dureza da liga e em relação às ligas produzidas por compactação de pós, houve um decréscimo de aproximadamente 15% na microdureza dos produtos injetados.

Outro resultado relevante após a sinterização foi a retração volumétrica apresentada pelas ligas (Tabela 12), que apresentaram uma retração de aproximadamente 50%.

**Tabela 12:** Retração volumétrica média (%) e desvio-padrão para as ligas submetidas à sinterização.

CONCENTRAÇÃO DE FÓSFORO NA LIGA (%)	RETRAÇÃO VOLUMÉTRICA MÉDIA (%) ± desvio padrão
0,3	51,00±0,60
0,75	44,00±0,40

Com objetivo de avaliar também o grau de densificação das ligas, realizou-se sinterização a 1250 °C por 60 minutos. A liga de níquel com 0,3% de fósforo alcançou densidade relativa de 88%, frente a 75% quando sinterizado a 1150 °C. Quando comparada à liga com 0,75% de fósforo, a densidade relativa foi maior, ou seja, alcançando valores de 94% da densidade teórica. Como resultado, a microestrutura apresentou aumento do tamanho de grão em ambas as ligas devido ativação da sinterização pela formação de fase líquida de fosfeto (Figura 6). A menor concentração de poros favoreceu uma maior microdureza aparente das ligas. A tabela 13 apresenta a densidade, o tamanho de grão e microdureza obtidas.



**Figura 6:** Microestrutura de Ligas de níquel sinterizadas a 1250 °C: (a) Liga com 0,3% m/m de fósforo e (b) Liga com 0,75% m/m de fósforo. (Ataque: Marble, 200X MO).

**Tabela 13:** Variação da densidade, tamanho de grão e microdureza Vickers em função da temperatura de sinterização.

FÓSFORO (% m/m)	DENSIDADE (g/cm <sup>3</sup> )	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO (µm)	MICRODUREZA HV <sub>0,025</sub>
0,30 (1250 °C)	7,7	36	318,9±18,1
0,75 (1250 °C)	8,2	110	427,5±39,7

#### 4. CONCLUSÕES

Quanto aos materiais obtidos por compactação de pós:

- Quantidades maiores de 0,3% m/m de fósforo na liga Ni-Cr-Fe-P propicia à formação de fase líquida de (Fe, Ni)<sub>3</sub>P durante sinterização e como conseqüência produz um sinterizado com maior dureza, aumento do tamanho de grãos e menor resistência à tração (menor resistência à ruptura e alongamento). A composição da liga Ni-Cr-Fe-P pode alcançar dureza de aproximadamente 400 HV e densidade relativa de 94%.

Quanto aos materiais obtidos por moldagem de pós por injeção:

- A morfologia dos pós de níquel tem influência direta sobre as propriedades reológicas da massa e sobre a carga sólida (percentual de pó metálico no *feedstock*) o qual foi necessário utilizar alta carga de polímeros na mistura (aproximadamente 60% v/v). Isto indica que seja utilizada partículas com morfologia arredondada e citado em outro trabalho [5].
- As ligas de níquel apresentaram tendência de evolução microestrutural similar às produzidas por compactação de pós. No entanto, as amostras produzidas por PIM apresentaram maior quantidade de poros, em virtude da alta concentração de ligante adicionado a mistura (60% v/v) e, por conseqüência, menor densidade e alta retração volumétrica (aproximadamente 50%).
- A concentração de fósforo nas ligas (0,3% e 0,75% m/m) tem influência na formação de fase líquida nos contornos de grão (fase frágil de fosfeto), conduzindo ao crescimento de grão e maior tamanho dos poros da liga contendo 0,75% m/m de fósforo e conseqüente redução da resistência à tração e ductilidade do material em comparação a liga contendo 0,3% m/m de fósforo.

#### 5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPQ, EMBRACO e LUPATECH, pelo apoio financeiro.

## 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] GERMAN, R. M., COMWALL, R.G., “Powder Injection Molding: year 2001 Market and Industry Report”, *The International Journal of Powder Metallurgy*, v. 37, pp. 40-44, 2001.
- [2] KRYACHEK, V. M., “Injection moulding (Review)”, *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, v. 43, n.7-8, pp. 336-348, 2004.
- [3] BARTONE, K., DAS, S. J., LU, GOLDENGERG., et al., “Aerospace Valve Flow Body in IN718 by Agar based Metal Injection Molding”, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, pp. 688-694, 2001.
- [4] BOSE, A., VALENCIA, J.J., “Powder Injection moulding of Inconel 718 alloy”, *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, v. 3, pp. 18-99, 1997.
- [5] JOHNSON, J. L., WESTCOT, E. J., “Metal Injection molding of commercially Pure Nickel”, *The International Journal of Powder Metallurgy*, v. 39, pp. 37-45, 2003.
- [6] GERMAN, R. M., BOSE, A., *Injection molding of metals and ceramics*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, 1997.
- [7] NOBREGA NETO, S. C., “Influência da introdução de fósforo na sinterização da liga Fe-7Ni produzida via moldagem de pós por injeção”, Tese D.Sc., Ciências e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.
- [8] SILVA SOBRINHO, A. S. da., SPELLER, C. V., AMORIN, J., “Study of residual gas formed during plasma debinding of powder injection moulded parts”, *Journal of Physics D: Applied Physics*, v. 39, n.1, pp. 94-98, 2006.
- [9] WENDHAUSEN, P., FREDEL, M. C., BINDER, C., et al., “Industrial Plasma Reactor for MIM parts”, *European Congress on Powder Metallurgy*, France, 2001.
- [10] CHAN, T. Y., LIN, S.T., “Injection molding of Fe-Ni-P composite powders prepared by electroless nickel plating and the magnetic properties of the sintered alloys”, *Journal of Materials Processing Technology*, v. 89-90, pp. 165-170, 1999.
- [11] SANTOS, M. A., NEIVOK, M. P., MALISKA, A. M., et al., “Plasma debinding and pre-sintering of injected parts”, *Materials Research*, v. 7, n.3, pp. 505-511, 2004.