

FEUP Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia

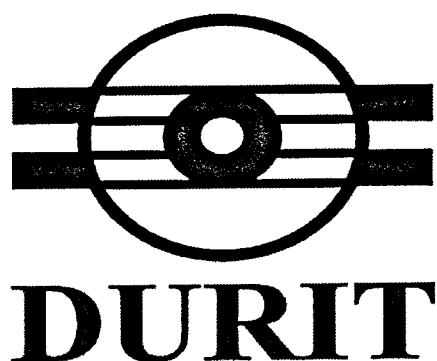


Estudo das características do metal duro a diferentes pressões

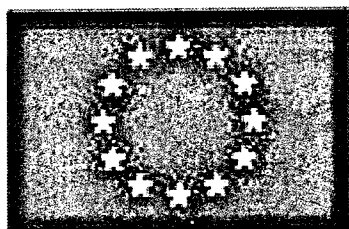


669(047.3)
LEMM 2004/OL1a

Trabalho realizado por: Ana Oliveira
Orientador: Eng. Nuno Miranda
Supervisor: Prof. Luís Filipe Malheiros



FEUP Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia



Estudo das características do metal duro a diferentes pressões



Trabalho realizado por: Ana Oliveira
Orientador: Eng. Nuno Miranda
Supervisor: Prof. Luís Filipe Malheiros

669 (047.3) / LENT 2004/01a

Universidade do Porto Faculdade de Engenharia Biblioteca	
Nº	88537
CDU	
Data	18 / 4 / 20 04



DURIT Brasil Ltda.

CNPJ 13.455.068/0001-07
Insc. Estadual 22.988.533-NO
www.durit.com.br

Salvador, 01 de Agosto de 2005

De: Nuno Miranda – Durit Brasil Ltda

Para: Coordenação do PRODEP

Assunto: Avaliação do Estágio desenvolvido pela aluna Ana Oliveira

O estágio desenvolveu-se respeitando o cronograma previamente definido sendo que os objectivos inicialmente propostos foram atingidos. A aluna mostrou compromisso com as tarefas a executar não se verificando incidentes durante o período.

Cordialmente me subscrevo,

Nuno Miguel Coelho de Miranda





Universidade do Porto
Faculdade de Engenharia

FEUP

Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais
DEMM

DECLARAÇÃO

Para os devidos efeitos se declara que o aluno Ana Luísa Pratas Oliveira desenvolveu um estágio curricular na empresa Durit Brasil, tendo cumprido integralmente os objectivos traçados com a aplicação dos conhecimentos adquiridos ao longo da licenciatura, e demonstrado uma elevada capacidade de integração no trabalho de equipa, e uma maturidade digna de realce.

Porto e FEUP, 07 de Setembro de 2005



FEUP
(Prof. Luís Filipe Malheiros)
Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais
DEMM

Agradecimentos

Após concluído o meu trabalho, gostaria de agradecer à Durit Brasil, em especial ao Sr. Eng. Manuel Valente e ao Director Geral da Durit Brasil João Valente, pela oportunidade que me deram para realizar o meu estágio. de final de curso.

Gostaria também agradecer ao meu orientador, Eng. Nuno Miranda, pela disponibilidade, ajuda, orientação e força que me deu ao longo deste estágio.

Gostava ainda de congratular o meu orientador Eng. Luís Filipe Malheiros pela disponibilidade e orientação que sempre me prestou.

Também gostava de agradecer aos meus pais pelo esforço que fizeram, pela força que me deram na minha estadia no Brasil e sobretudo por sempre terem acreditado em mim, sendo que estas pequenas coisas foram muito importantes para a realização do meu estágio.

Por último agradeço aos meus amigos brasileiros que sempre se mostraram disponíveis, apoiando-me nos momentos mais difíceis do meu trabalho e estadia, e ao meu companheiro João Silva por todo o companheirismo que demonstrou durante a nossa viagem.

Glossário

WC- Carboneto de tungstênio;

Co- Cobalto;

VC- Carboneto de vanádio;

C- Carbono;

Grau- Mistura homogênea constituída essencialmente por carboneto de tungstênio ligado a uma fase metálica de Co;

FSSS- tamanho de grão medido pelo método de Fisher (Fisher Sub Sieve Seizer);

HC- Força coerciva;

FG- Teor de ferrite;

σ_m - Saturação magnética;

HV30- Dureza Vickers para uma carga de 30 Kg;

ρ - Peso específico;

ρ_r - Peso específico relativo;

ρ_v - Peso específico em verde;

ρ_s - Peso específico Densidade após sinterização;

ρ_{abs} - Densidade absoluta;

ρ_t - Peso específico teórica;

V_v- Volume da amostra em verde;

h_v- Altura da amostra em verde;

d_v- Diâmetro da amostra em verde;

m_v- Massa da amostra em verde;

m_{AD}- Massa da amostra antes da desparafinação;

m_{DD}- Massa da amostra depois da desparafinação;

h_{AD}- Altura da amostra antes da desparafinação;

h_{DD}- Altura da amostra depois da desparafinação;

d_{DD}- Diâmetro da amostra depois da desparafinação;

d_s- Diâmetro da amostra sinterizada;

h_s- Altura da amostra sinterizada;

m_s- Massa da amostra sinterizada;

PP- Perda de peso;

Cr_t- Factor de contracção teórico;

Cr_h- Factor de contracção da altura da amostra;

Cr_d- Factor de contracção do diâmetro da amostra;

sinterHIP- Sinterização sob vácuo, com prensagem isostática a quente, num único ciclo térmico;

VAC- Sinterização sob vácuo;

K_{Ic}- tenacidade à fractura

Resumo

Este trabalho foi realizado no âmbito da disciplina de Estágio, do 2º semestre do 5º ano do curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, na empresa Durit Brasil, durante aproximadamente 5 meses.

Este trabalho teve como objectivo o estudo das propriedades magnéticas, mecânicas, físicas e microestruturais das classes BD05, BD10, GD10, GD20 e GD30 para diferentes pressões de compactação dos pós. Este estágio também teve como objectivo estabelecer um primeiro contacto com o mundo industrial e atingir algum conhecimento tecnológico na área da pulverometalurgia.

Para se alcançar os objectivos propostos dividiu-se o trabalho em 4 partes, ajudando assim a uma melhor execução, bem como a uma melhor compreensão deste:

1. Preparação do GD10, GD20 e GD30 sem parafina utilizando um moinho de bolas de ensaio;
2. Prensagem uniaxial ou isostática das amostras (GD10, GD20, GD30, BD05 e BD10) a diferentes pressões: 600, 800, 1000, 1200 e 1400bar;
3. Sinterização no HIP e no VAC;
4. Análise do efeito da pressão de prensagem nas diferentes características físicas, mecânicas, magnéticas e microestruturais;

Antes da execução prática efectuou-se um estudo de alguns procedimentos, tais como:

1. Preparação de amostras para análise metalográfica de acordo com norma específica;
2. Análise da densidade de sinterização de acordo com norma específica;
3. Análise de propriedades magnéticas (coercividade, ferromagnetismo e saturação magnética) de acordo com normas específicas;
4. Medição da dureza Vickers de acordo com norma específica;
5. Estudo da equação de Shetty para calcular a tenacidade a partir das indentações do ensaio de dureza.
6. Análise da porosidade e do C não combinado de acordo com a norma específica;

Terminado o estudo prático, poder-se-á apontar as seguintes conclusões:

- As propriedades mecânicas, físicas e magnéticas da dos metais duros não são influenciadas pelo aumento da pressão de compactação, pelo tipo de sinterização e prensagem;
- Essas propriedades são afectadas pelo teor de Co da mistura;
- A contracção dos metais duros diminui com o aumento da pressão de compactação, não sendo influenciada pelo tipo prensagem e de sinterização;
- A densidade relativa da mistura em verde aumenta com a pressão de compactação;
- A microestrutura não é influenciada pelo aumento de pressão de compactação, nem pelo tipo prensagem e de sinterização.

Índice

1- Introdução	1
2- Procedimento experimental	1
2.1- Preparação dos pós.....	2
2.1.1- Preparação do GD10, GD20 e GD30.....	2
2.1.2- Descarregamento, destilação, secagem e peneiramento	3
2.2- Preparação das amostras	4
2.2.1- Prensagem uniaxial	4
2.2.2- Prensagem isostática	4
2.2.2.1- Desparafinação ou pré-sinterização	5
2.2.2.2- Torneamento e corte	5
2.2.3- Sinterização.....	6
2.3- Preparação das amostras	7
2.4- Propriedades magnéticas, físicas e mecânicas	7
2.4.1- Determinação das propriedades magnéticas	7
2.4.2- Determinação das propriedades físicas.....	7
2.4.3- Determinação das propriedades mecânicas	8
2.5- Análise microestrutural.....	9
2.4.1- Avaliação de porosidade tipo A, B e C.....	9
2.4.2- Avaliação da deficiência de C e fase η	9
2.4.3- Avaliação da microestrutura	10
3- Resultados experimentais.....	10
3.1- Preparação dos pós.....	10
3.2- Estudo da contracção, da ρ_r e da PP para diferentes pressões de compactação	13
3.4- Estudo das propriedades para diferentes pressões de compactação.....	18
3.5- Estudo da microestrutura para diferentes pressões de compactação	24
4- Discussão e conclusão	26
4.1- Preparação dos pós.....	26
4.2- Estudo da contracção, da ρ_r e da PP para diferentes pressões de compactação.....	27
4.4- Estudo das propriedades para diferentes pressões de compactação.....	29
4.5- Estudo da microestrutura para diferentes pressões de compactação	30
5- Bibliografia	31
6- Anexo	32

1-Introdução

O metal duro é um material relativamente recente, obtido pelo processo pulverometalúrgico, e de grande importância para todos os processos de maquinação na indústria actual.

O processo da pulverometalurgia resume-se a uma mistura de matéria-prima de WC e Co, prensagem e sinterização, para a obtenção de um material de alta densidade. A obtenção de propriedades mecânicas adequadas, como a resistência ao desgaste e alta dureza, é função da composição química da mistura e do tamanho de grão do WC ^[1,2].

Este material é constituído por carbonetos metálicos e por uma fase metálica ligante, Co ou Ni. A quantidade de carbonetos metálicos é responsável pela alta resistência ao desgaste e também pela dureza, enquanto que a fase ligante está relacionada com a tenacidade do material, dado que o Co e o Ni são materiais dúcteis. ^[3].

Neste trabalho os graus da Durit estudados foram o GD10, GD20, GD30, BD10 e BD05 e as suas composições químicas e propriedades estão representadas na tabela 1.

Grau	WC (%)	Co (%)	WC (%)	FSSS	HC (Oe)	FG (%)	HV30	ρ (g/cm ³)	Microporosidade
BD05	94,00	6,00	-	6,0	135±15	5,5±0,5	1400±30	14,95±0,1	<A02;<B02;<C02
BD10	91,50	8,50	-	6,0	100±15	9,0±1,0	1274±30	14,69±0,1	<A02;<B02;<C02
GD10	93,80	6,00	0,2	2,5	200±20	5,1±0,5	1600±30	14,95±0,1	<A02;<B02;<C02
GD20	90,00	10,00	-	2,5	150±20	9,5±1,0	1350±30	14,51±0,1	<A02;<B02;<C02
GD30	85,00	15,00	-	2,5	125±25	15,0±1,0	1150±30	14,00±0,1	<A02;<B02;<C02

Tab.1 – Composição química e propriedades dos graus estudados ^[4].

As aplicações do metal duro dependem da composição química e da microestrutura, e as principais aplicações dos pós estudados, encontram-se no anexo 1.1. No anexo 1.2 encontra-se uma tabela utilizada na Durit para explicar as aplicações do metal duro dependo das suas propriedades.

2- Procedimento Experimental

Para alcançarmos os objectivos a que nos propusemos neste trabalho, efectuou-se um pequeno estudo bibliográfico com o intuito de ajudar na execução das várias tarefas.

As amostras obtidas ao longo deste trabalho passaram por um ciclo de produção que inclui: preparação de pós, prensagem, sinterização e controlo final.

As características dos lotes dos pós empregues neste procedimento experimental estão representadas no anexo 1.3.

2.1- Preparação dos pós

Nesta etapa do trabalho aprendeu-se os cuidados necessários a ter na preparação dos pós (% bolas, tipo de bolas, tipo de solvente, horas de moagem, % C, horas de secagem), bem como a obtenção de um pó a partir de outro com composição e propriedades diferentes.

Os pós obtidos nesta etapa do processo foram o GD10, GD20 e GD30 sem parafina.

Para se saber as quantidades necessárias a colocar no moinho de matéria-prima, solvente e bolas, foi necessário obter o volume deste, correspondendo cada elemento a 1/3 do volume do moinho. Para tal encheu-se um moinho de bolas NETZCH com água, determinando-se assim o seu volume.

Para se saber as quantidades de matéria-prima necessárias foi necessário calcular a densidade aparente do GD10, GD20 e do GD30.

A influência do tamanho das bolas fig.1, durante o processo de moagem foi estudada durante a preparação do GD10.

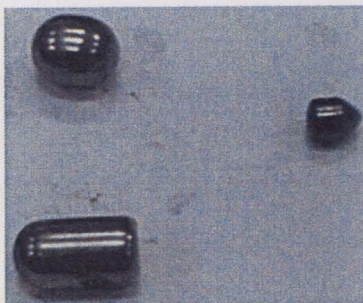


Fig.1- Bolas utilizadas no processo de moagem.

O estudo do tempo de moagem também foi realizado na preparação do GD10, inicialmente só se retirou a 1ª amostra passado 20 h e a partir daí passado 10 horas de moagem.

2.1.1-Preparação do GD10, GD20 e GD30

No início da preparação do grau GD10 carregaram-se os moinhos, colocando os seguintes componentes pela seguinte ordem: bolas (1/3 do volume do moinho), 13Kg de WC, 850g de Co e 28g de VC e 4900ml de solvente orgânico (30% álcool; 70% hexano).

Colocaram-se os moinhos a rodar durante 20 horas. Passadas as 20 horas retirou-se uma amostra de cada moinho e peneirou-se num crivo com uma malha de 425mesh. Após se ter peneirado efectuou-se uma prensagem uniaxial a uma pressão de 4000Kgf, sinterizou-se a amostra compactada no sinterHIP e analisou-se a microestrutura e as suas propriedades magnéticas, físicas e mecânicas, até obtermos as características do GD10, tabela 1. Se o pó

não apresentasse as características necessárias fazia-se uma análise dos resultados obtidos, com o objectivo de se saber se adicionava C (eq.1.1), Co, WC ou só se punha o pó a rodar.

$$C_1 = \frac{WC_1 \times (A - B)}{100 - A} \text{ (eq.1.1)}$$

Onde C_1 é o peso em Kg do Carbono a juntar, WC o peso de carboneto de tungsténio a transformar; A o teor do C em percentagem a obter-se no carboneto; B o teor de C em percentagem do carboneto a transformar ^[5].

O C era adicionado em amostras que apresentavam presença de fase η , o WC se fosse necessário aumentar a densidade e o Co no caso contrário, uma vez que o Co têm uma densidade inferior em relação WC. Caso o pó apresentasse boas características e uma microestrutura heterogénea colocavam-se os moinhos para rodar.

Quando se obteve um pó com as mesmas características que um GD10 da tabela 1 descarregou-se o moinho, destilou-se, secou-se e peneirou-se o pó. Por último retirou-se uma amostra do pó descarregado para adquirir a sua aprovação.

Na preparação do GD20 recorreu-se ao mesmo procedimento que no caso do GD10, retirando-se só a 1ª amostra passado 90 horas, uma vez que o pó só a partir daí adquiria as características necessárias. As quantidades aplicadas de matéria-prima foram 13kg de WC e 1,4Kg de Co. Neste caso realizou-se logo a correcção do carbono passando de um carbono livre de 6,16% para 6,20% correspondendo à adição de 5,50g de C, eq.1.1.

O GD30 foi obtido a partir de 8kg de GD20 e aproximadamente 5kg de WC, 1,3Kg de Co e 2g de C. A transformação de um GD20 para um GD30 deveu-se ao adicionamento de Co, uma vez que passamos de um pó com 10% para 15% de Co, para tal utilizou-se a seguinte equação:

$$Co_1 = \frac{M \times (P1 - P2)}{100 - P1} \text{ (eq.1.2)}$$

onde Co_1 é o peso em Kg de Co a juntar; M o peso em Kg da mistura a transformar; P1 o teor de Co em percentagem a obter-se na mistura e P2 o teor de Co em percentagem da mistura a transformar ^[5].

2.1.2- Descarregamento, destilação, secagem e peneiramento

Na execução do processo de descarregamento colocou-se solvente no moinho e pôs-se a girar durante 20m. Após 20 minutos de moagem verteu-se a lama de metal duro no destilador, através de uma pequena torneira. Este procedimento repetiu-se até só sair solvente.

Na destilação deixou-se o pó a repousar algum tempo e de seguida retirou-se o solvente recorrendo a uma bomba de vácuo. Quando executada esta tarefa é necessário que o destilador esteja bem vedado, que a temperatura atinga aproximadamente 60°C e que a pressão esteja aproximadamente entre os 508 e os 635mmHg.

Quando terminada a destilação verificou-se que o pó estava seco e realizou-se o peneiramento num crivo de malha de 40mesh. Este procedimento foi realizado pelo o mesmo método da Durit.

2.2- Preparação das amostras

Esta fase do trabalho prático envolveu a prensagem uniaxial ou a prensagem isostática e a sinterização no HIP ou no forno sob vácuo. No caso da prensagem isostática, as amostra sofreram outras operações, tais como: desparafinação ou pré-sinterização, torneamento e corte.

Para cada grau estudado preparam-se 10 amostras.

2.2.1- Prensagem uniaxial

Ao efectuar este procedimento pesaram-se 30g de cada pó, encheu-se o molde cilíndrico com um diâmetro 17,60mm e procedeu-se à compactação a frio numa prensa uniaxial CIOLA A6-10 aplicando as seguintes pressões: 600, 800, 1000, 1200 e 1400bar. De seguida marcaram-se as amostras e fez-se uma caracterização dimensional, com o intuito de determinar o V_v e ρ_v , a densidade relativa e o factor de contracção linear teórico. O V_v , ρ_v e o Cr_t foram calculados a partir das seguintes expressões:

$$V_v = \pi \times \left(\frac{d_v}{2}\right)^2 \times h_v \quad (\text{eq.1.3})$$

$$\rho_v = \frac{m_v}{V_v} \quad (\text{eq.1.4})$$

$$Cr_t = \sqrt[3]{\frac{V_v * \rho_s}{m_v}} \quad (\text{eq.1.5})$$

$$\rho_r = \frac{\rho_v}{\rho_{abs}} \quad (\text{eq.1.6})$$

onde V_v é o volume das amostras em verde, d_v o diâmetro da amostra em verde, h_v a altura da amostra em verde, m_v a massa da amostra em verde, ρ_s a densidade após sinterização, ρ_r o peso específico relativo e ρ_{abs} a densidade absoluta [5].

2.2.2- Prensagem isostática:

Na elaboração das amostras para prensagem isostática, aplicou-se uma pressão hidrostática a um molde flexível de borracha (prensagem isostática de contentor húmido)

através de um fluido (água). Aplicaram-se pressões de compactação de 600, 800, 1000, 1200 e 1400 bar.

Terminada a prensagem isostática de todas as amostras do GD10, GD20 e GD30, procedeu-se à determinação da altura, do diâmetro e da massa dos provetes.

Nota: As amostras BD10, BD05 não foram desparafinadas.

2.2.2.1-Desparafinação ou pré-sinterização

Na desparafinação das amostras utilizou-se um forno SinterVac furnace GCA/ vacuum industrie, a uma temperatura de 750°C, uma pressão entre os 500-1000 μmHg , e durante 346 minutos (valores utilizados no procedimento da desparafinação da Durit). Este procedimento serviu para evitar a quebra das amostras durante o torneamento e também para obtermos amostras com formas geométricas cilíndricas.

As amostras de GD10, GD20 arrumaram-se num tabuleiro de grafite, enquanto que as amostras de GD30 num tabuleiro de grafite revestido com alumina. Isto acontece, porque o GD30 apresenta um teor de Co mais elevado que os outros graus, diminuindo assim a sua temperatura de sinterização. Com essa diminuição torna-se mais fácil o C dissolver-se nas amostras e originar porosidade tipo C, daí a necessidade de se revestir o tabuleiro com alumina. A curva de aquecimento utilizada na operação de desparafinação está representada na Fig.2.

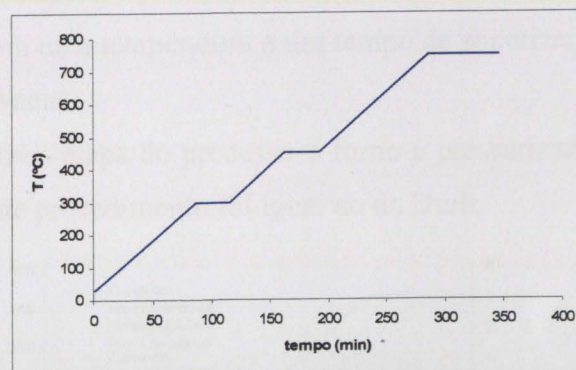


Fig.2- Curva de aquecimento da desparafinação.

2.2.2.2-Torneamento e corte

As operações de torneamento e corte tiveram como função conferir a forma final pretendida aos compactos prensados isostaticamente e desparafinados.

Antes de se realizar o processo de torneamento e corte, mediu-se de novo a massa para se poder calcular a perda de massa durante a desparafinação, através da expressão:

$$PP = \left(\frac{m_{AD} - m_{DD}}{m_{AD}} \right) \times 100 \quad (\text{eq.1.7})$$

onde PP representa a perda relativa de peso, m_{AD} a massa da amostra antes da desparafinação e m_{DD} a massa da amostra depois da desparafinação [5].

Concluída a tarefa de pesagem, executou-se o torneamento utilizando uma rotação de 800rpm e um avanço de 0,02 rpm com uma ferramenta de diamante policristalino. Voltou-se de novo a executar-se uma caracterização dimensional das amostras, para calcular a altura destas. Terminado o cálculo da altura das amostras, cortaram-se as amostras na máquina de corte para as respectivas medidas pretendidas, usando um rebolo galvanizado de diamante. Realizou-se de novo uma caracterização dimensional com o objectivo de calcular o V_v (eq.1.3), ρ_v (eq.1.4), Cr_t (eq.1.5) e a ρ_r (eq.1.6).

2.2.3- Sinterização

Na sinterização aplicaram-se dois métodos diferentes, a sinterização em forno sob vácuo e o sinterHIP.

A sinterização em forno sob vácuo ocorreu no SinterVac furnace GCA/ vacuum industrie, a uma temperatura entre os 1400 e os 1500°C, durante 10 horas, sobre tabuleiros de grafite (para as amostras GD10, GD20 e BD05) e tabuleiros de grafite revestidos com alumina (para os graus GD30 e BD10), sendo o Árgon o gás aplicado na pressurização do forno.

A sinterização por sinterHIP foi realizada num forno ULTRATEMP, WSF industries INC. Tonawanda, N.Y., com uma temperatura e um tempo de sinterização semelhantes aos da sinterização em forno sob vácuo.

No sinterHIP, na última etapa do processo o forno é pressurizado a uma pressão entre os 13 e 15 bar, figura 3. Este procedimento foi igual ao da Durit.

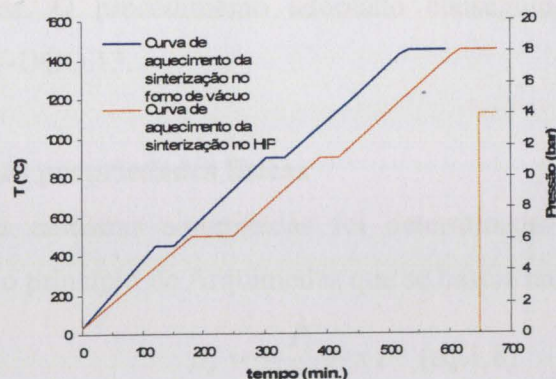


Fig.3- Curva de aquecimento relativa à sinterização.

2.3-Preparação das amostras

A preparação das amostras para o estudo das propriedades magnéticas e físicas requereu apenas um pequeno polimento com uma lixa, o que permitiu retirar a grafite, impedindo assim que houvesse interferência nos resultados.

A preparação das amostras para a análise microestrutural necessitou de uma rectificação numa rectificadora plana Ferdimat, de uma lapidação numa lapidadora Lapmaster e de um polimento com uma pasta de diamante de 10-5µm e de 2-4 µm, numa polidora Struers.

2.4-Propriedades magnéticas, físicas e mecânicas

Neste trabalho estudaram-se as seguintes propriedades magnéticas: força coerciva, teor de ferrite e saturação magnética. Em relação às propriedades físicas estudadas foram a densidade sinterizada e a contracção linear. Enquanto as propriedades mecânicas analisadas foram a dureza e a tenacidade à fractura.

2.4.1-Determinação das propriedades magnéticas

Para a medição do HC usou-se um coercímetro Forster- Koerzimat; os parâmetros a ter em conta são o campo da força residual e o campo da força coerciva. O procedimento adaptado foi baseado na instrução de trabalho IT-DGQ.17 e na norma ISO3326.

Na medição do FG utilizou-se uma Ferritgehaltmesser 1,054, os parâmetros a ter em conta são o zero mecânico e o zero eléctrico que têm de estar coincidentes e o selector de intervalo de medidas para podermos executar uma medida aceitável. O procedimento aplicado foi obtido a partir da instrução de trabalho IT-DGQ.12.

Os valores da saturação magnética foram obtidos por uma Magnetic multimeter LDJ Model 702. Para a realização deste procedimento é necessário medir em primeiro lugar a densidade das amostras. O procedimento adoptado conseguiu-se através do estudo da instrução de trabalho IT-DGQ.13.

2.4.2- Determinação das propriedades físicas

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada de acordo com a norma ISO3369, aplicando-se o princípio de Arquimedes que se baseia na seguinte equação:

$$\rho_s = \frac{P_1}{P_1 - P_2} \times F \quad (\text{eq.1.8})$$

onde P_1 representa a massa da amostra na balança, P_2 o peso da amostra submersa na água, F a densidade da água para uma determinada temperatura e ρ_s a densidade após sinterização [5].

No estudo do factor de contracção mediu-se a altura e o diâmetro das amostras depois de sinterizado, para calcular o factor de contracção do diâmetro e da altura aplicaram-se as seguintes equações:

$$Cr_d = \frac{d_v}{d_s} \quad (\text{eq.1.9})$$

$$Cr_h = \frac{h_v}{h_s} \quad (\text{eq.1.10})$$

onde Cr_d é o factor de contracção do diâmetro da amostra, d_v o diâmetro da amostra em verde, d_s o diâmetro da amostra sinterizada, Cr_h o factor de contracção da altura da amostra, h_v a altura da amostra em verde e h_s a altura da amostra sinterizada [5].

2.4.3- Determinação das propriedades mecânicas

A dureza é uma medida da resistência de um material à deformação permanente (plástica); esta propriedade obteve-se pelo ensaio Vickers, aplicando uma carga de 30kgf de acordo com a norma ISO3878. O valor da dureza é dado por:

$$HV = 1,854 \times \frac{F}{dm^2} \quad (\text{eq.1.11})$$

onde F é a força aplicada e dm a média dos comprimentos das diagonais do losângulo da indentação [5].

A tenacidade à fractura (K_{Ic}) é a quantidade de energia que um material pode absorver antes de fracturar (ensaio de impacto). Os valores da tenacidade à fractura do metal duro estão compreendidos entre os 5 e os 30MPam^{1/2} [3].

Como o ensaio para encontrar os valores da tenacidade à fractura envolve um ensaio destrutivo, desenvolveu-se um método alternativo, que se baseia nas fissuras que provêm dos vértices de uma indentação do ensaio da dureza Vickers. A indentação provoca a formação de fendas superficiais fora da cavidade de contacto do indentador. As fendas superficiais formadas podem ser do tipo radial ou de Palmqvist, e crescem nos ciclos de carga e descarga do indentador perpendicularmente à superfície, em geral a partir dos vértices da impressão [6].

Shetty conclui que se verifica uma proporcionalidade entre o K_{Ic} e o factor $(HV \times K')^{\frac{1}{2}}$, típica em materiais onde se formam fissuras Palmqvist, equação 1.12. Num ensaio de dureza Vickers, a constante de proporcionalidade é de 0,0889.

$$K_{Ic} = 0,0889 \times (HV \times \frac{F_i}{4L}) \quad (\text{eq.1.12})$$

onde F_i é a força aplicada e L o comprimento médio das fissuras [6, 9].

Antes de se realizar o ensaio para a determinação da tenacidade teve que se comprovar que se tratavam de fissuras Palmqvist. Para tal, fez-se uma indentação na peça, poliu-se a amostra com uma pasta de diamante de 2-4 μm durante 5min e observou-se no microscópio ICM405, para uma ampliação de 200X. As fissuras Palmqvist são caracterizadas por se formarem a partir dos vértices das indentações, enquanto que as fissuras medianas formam-se a partir do centro da indentação.

Concluída a etapa de comprovação das fissuras de Palmqvist, realizou-se o ensaio da determinação da tenacidade à factura.

Nota: Em todas as amostras repetiu-se 5 vezes o ensaio para a determinação de cada propriedade, para se poder calcular a média, o desvio padrão e o intervalo de confiança.

2.5- Análise microestrutural

A análise microestrutural feita requereu uma avaliação da porosidade, da deficiência de carbono, da fase η e da microestrutura.

2.5.1- Avaliação de porosidade tipo A, B e C

A avaliação do tipo de porosidade foi feita no microscópio ICM405 para uma ampliação de 100X e, compararam-se as superfícies polidas com as figuras 1, 2 e 3 da norma ISO4505 (anexo 1.4). As amostras que apresentavam porosidade tiraram-se fotografias.

A porosidade tipo A, com vazios até 10 μm de diâmetro, está associada ao tempo de moagem e à baixa temperatura de sinterização. A porosidade tipo B apresenta vazios com diâmetro entre os 10 a 25 μm e normalmente está relacionada com a sujidade do pó ou baixa pressão de compactação. A porosidade tipo C apresenta vários tamanhos e está geralmente associada a excesso de carbono ou carbono não combinado ^[7].

2.5.2- Avaliação da deficiência de carbono e fase η

Na avaliação da deficiência de carbono e fase η atacaram-se as amostras durante 20 segundos com MURAKAMI (50% ferrocianeto de potássio e 50% hidróxido de potássio), lavaram-se com água e álcool e secaram-se. Após o ataque de 20 segundos observaram-se as amostras a uma ampliação de 200X, compararam-se com as figuras da norma ISO4499 e tiraram-se fotografias.

2.5.3- Avaliação da microestrutura

Na avaliação da microestrutura atacaram-se as amostras com MURAKAMI durante 5 minutos, lavaram-se com água e álcool e secaram-se. Observaram-se as amostras inicialmente a uma ampliação de 200X e de seguida a uma de 1500X. Por último tiraram-se fotografias das amostras.

3-Resultados experimentais

3.1- Preparação dos pós

As tabelas que se observam de seguida, representam as análises feitas às amostras do GD10, GD20 e GD30 (sem parafina), durante o processo de moagem. A última linha de cada tabela confirma a possibilidade de descarregar o pó. Das análises feitas verifica-se que há amostras que apresentaram alguns defeitos de uma microestrutura de metal duro, figs. 4 e 5.

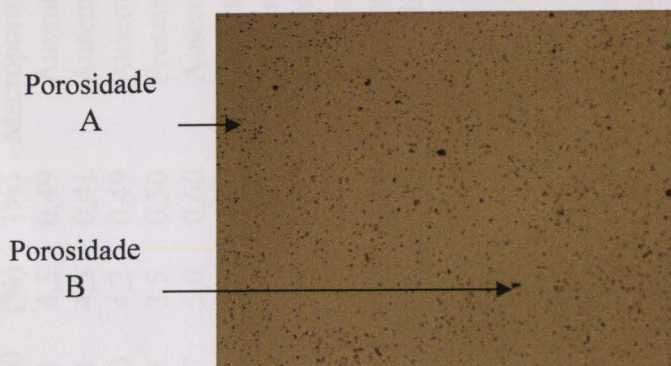


Fig.4.-Microporosidade do metal duro; GD10 com 50h de moagem no moinho de bolas (grandes), prensado uniaxialmente e sinterizado no HIP (400X).

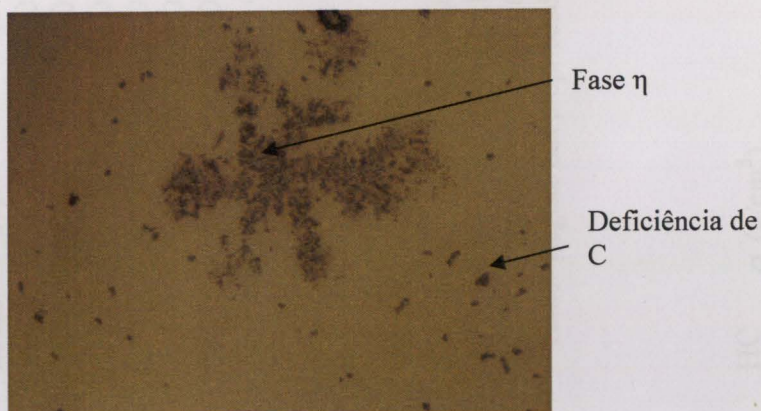


Fig.5.- Defeitos de uma microestrutura de metal duro; GD10 com 60 horas de moagem no moinho com bolas (pequenas), prensado uniaxialmente e sinterizado no HIP (400X).

Tempo de moagem (h)	HC (Oe)	ρ_s (g/cm ³)	σ_m (emug ¹)	HV30	FG (%)	PP (%)	Macroporosidade	Microporosidade	Fase η	Grafite	Microestrutura ^(*)
20	209,0	14,86	109,0	1541	4,5	0,49	Ausente	A08, B00, C00	Ausente	Ausente	Má
30	215,0	14,79	145,0	1541	4,5	0,41	Ausente	A08, B00, C00	Ausente	Ausente	Má
50	223,0	14,77	78,0	1550	4,2	0,49	Ausente	A06, B02, C00	Presente	Ausente	Má
60	258,0	14,77	74,0	1541	3,5	0,50	Presente	A08, B02, C00	Presente	Ausente	Boa
70	224,0	14,96	139,0	1717	5,0	0,60	Ausente	<A02, B00, C00	Ausente	Ausente	Boa
80	208,0	14,93	130,0	1626	5,5	-	Ausente	A00, B04, C00	Ausente	Ausente	Má
90	219,0	14,86	108,0	1626	3,9	-	Ausente	A04, B00, C00	Ausente	Ausente	Má
110	282,0	14,91	106,0	1687	3,5	-	Ausente	A06, B02, C00	Presente	Ausente	Má
130	247,0	15,00	118,0	1626	4,5	-	Ausente	<A02, <B02, C00	Ausente	Ausente	Boa
140	183,0	14,85	167,0	1541	5,2	1,16	Ausente	A00, <B02, C00	Ausente	Ausente	Boa

Tab.2- Registo das propriedades e da microestrutura das amostras do GD10; moinho de bolas (grandes); sinterizado no sinterHIP a 1450°C.

Tempo de moagem (h)	HC (Oe)	ρ_s (g/cm ³)	σ_m (emug ⁻¹)	HV30	FG (%)	PP (%)	Macroporosidade	Microporosidade	Fase η	Grafite	Microestrutura ^(*)
90	116,4	14,58	125,1	1261	11,0	-	Ausente	A00, B00, C00	Ausente	Ausente	Boa
100	138,7	14,62	143,6	1363	9,0	0,52	Ausente	A00, B00, C00	Ausente	Ausente	Boa

Tab.3- Registo das propriedades e da microestrutura das amostras do GD20; moinho de bolas; sinterizado no sinterHIP a 1450°C.

Tempo de moagem (h)	HC (Oe)	ρ_s (g/cm ³)	σ_m (emug ⁻¹)	HV30	FG (%)	PP (%)	Macroporosidade	Microporosidade	Fase η	Grafite	Microestrutura ^(*)
90	110,6	14,10	132,0	1149	15,5	0,74	Ausente	A00, B00, C00	Ausente	Ausente	Boa

Tab.4- Registo das propriedades e da microestrutura do GD30; moinho de bolas; sinterizado no sinterHIP a 1450°C.

Tempo de moagem (h)	HC (Oe)	ρ_s (g/cm ³)	σ_m (emug ⁻¹)	HV30	FG (%)	PP (%)	Macroporosidade	Microporosidade	Fase η	Grafite	Microestrutura
20	189,0	14,74	87,0	1541	4,8	0,83	Ausente	A08, <B02, C00	Ausente	Ausente	Má
30	186,0	14,82	81,0	1611	4,7	0,77	Ausente	A08, B00, C00	Ausente	Ausente	Má
50	184,0	14,80	82,0	1552	4,7	0,61	Ausente	A06, B06, C00	Ausente	Ausente	Má
60	213,0	14,62	74,0	1622	4,2	0,82	Ausente	A08, B06, C00	Presente	Ausente	Má
70	206,0	14,92	130,0	1656	5,0	0,84	Ausente	<A02, B04, C00	Ausente	Ausente	Má
80	236,0	14,94	131,0	1626	4,5	-	Ausente	A00, B04, C00	Ausente	Ausente	Má
90	260,0	14,90	115,0	1626	3,5	-	Ausente	A00, B04, C00	Presente	Ausente	Má
110	228,0	14,84	115,0	1541	4,5	-	Ausente	A06, B02, C00	Ausente	Ausente	Má
130	217,0	14,88	122,0	1626	4,9	-	Ausente	A06, B02, C01	Ausente	Ausente	Má
140	140,0	14,86	150,0	1541	6,0	0,84	Ausente	A00, <B02, C01	Ausente	Ausente	Boa
150	223,0	14,88	114,0	1626	4,3	-	Ausente	A08, B00, C01	Ausente	Ausente	Boa
160	162,0	14,90	141,0	1541	6,2	-	Ausente	A00, B04, C01	Ausente	Ausente	Boa
232	231,0	14,95	128,9	1626	4,9	-	Ausente	A04, B06, C1	Ausente	Ausente	Boa
242	233,0	14,94	127,0	1608	5,1	-	Ausente	A00, B04, C01	Ausente	Ausente	Boa
342	171,0	14,81	125,4	1600	5,6	1,91	Ausente	A00, B00, C00	Ausente	Ausente	Boa

Tab.5- Registo das propriedades e da microestrutura das amostras do GD10; moinho com bolas (pequenas); sinterizado no sinterHIP a 1450°C.

Nota (*1): A microestrutura foi classificada segundo dois tipos:

Microestrutura boa- microestrtrura homogénea constituída por grãos médios de WC numa matriz metálica de Co;

Microestrutura m- microestrtrura heterogénea constituída por grãos médios de WC numa matriz metálica de Co; apresenta macrosegregação de Co.

3.2-Estudo da contração, densidade em verde relativa e perda de massa para diferentes pressões de compactação

Os gráficos seguintes apresentam o estudo feito ao comportamento da contração, densidade em verde relativa e perda de massa a diferentes pressões.

Nos gráficos em que se estuda o comportamento da contração para diferentes pressões é feita uma comparação do tipo de sinterização. Nos outros gráficos a comparação feita já depende do tipo de prensagem.

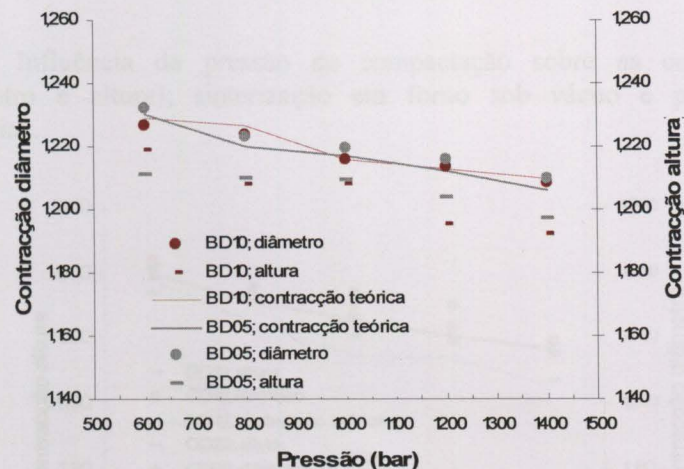


Fig.6- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização em forno sob vácuo e prensagem uniaxial.

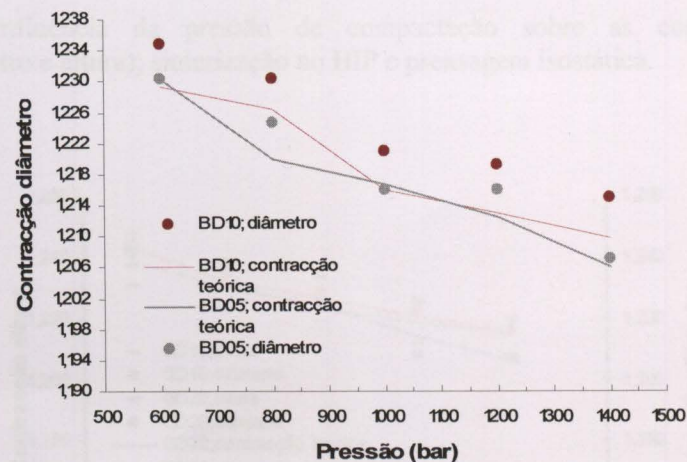


Fig.7- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização no HIP e prensagem uniaxial.

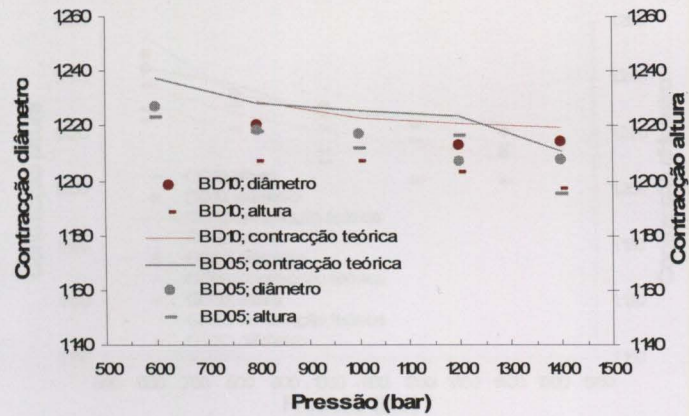


Fig.8- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização em forno sob vácuo e prensagem isostática.

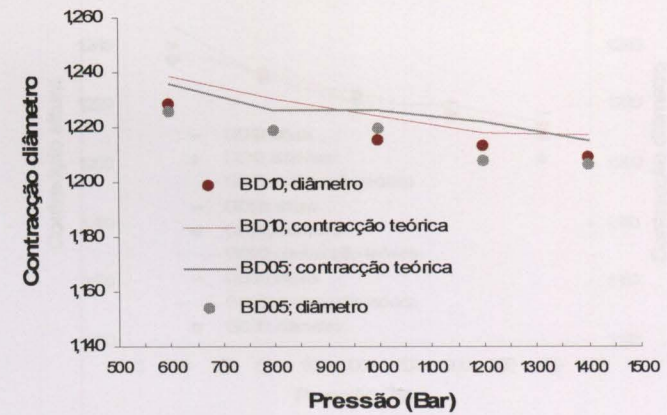


Fig.9-Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização no HIP e prensagem isostática.

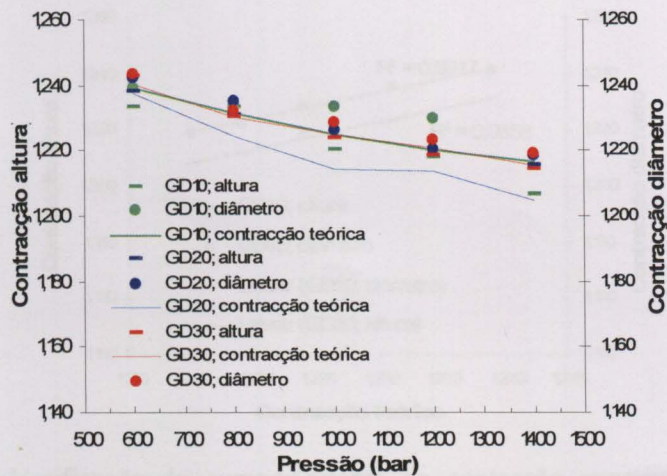


Fig.10- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização em forno sob vácuo e prensagem uniaxial.

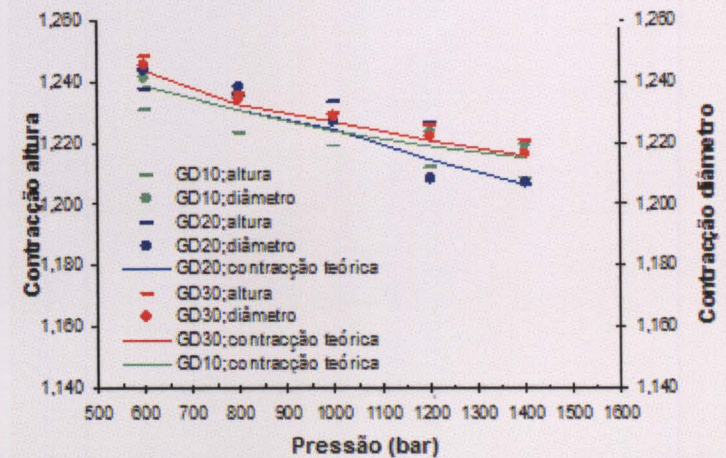


Fig.11-. Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização no HIP e prensagem uniaxial.

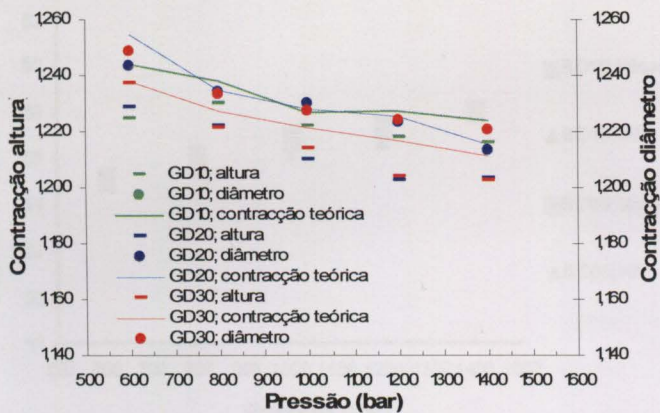


Fig.12- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização em forno sob vácuo e prensagem isostática.

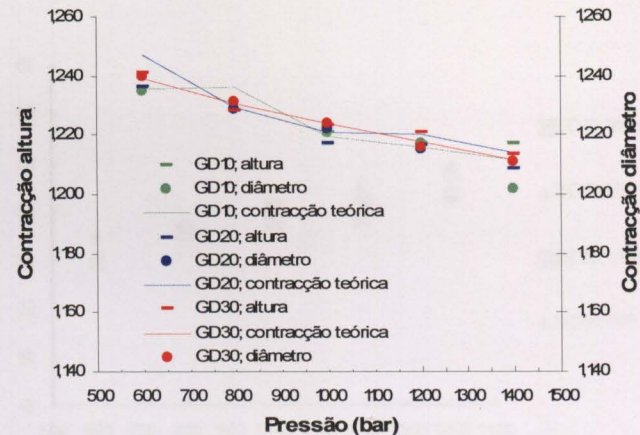


Fig.13- Influência da pressão de compactação sobre as contrações (diâmetro e altura); sinterização no HIP e prensagem isostática.

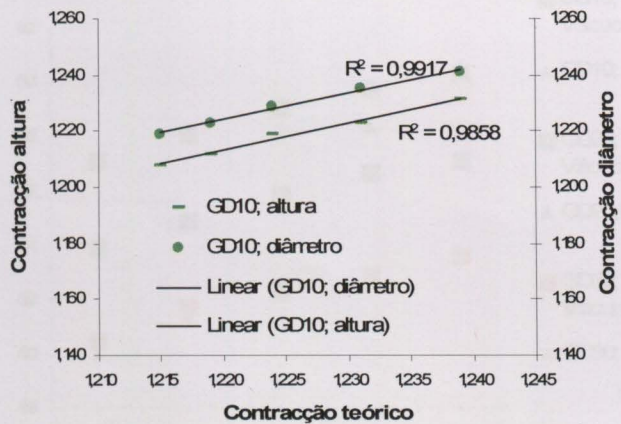


Fig.14- Verificação do comportamento da contração experimental em função da contração teórica; sinterização em forno sob vácuo e prensagem uniaxial.

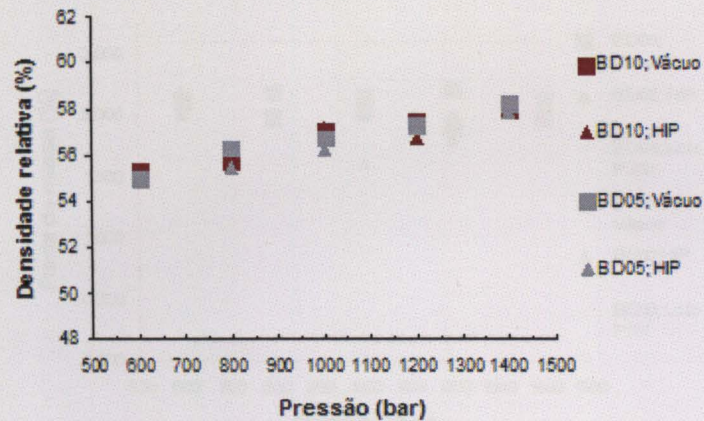


Fig.15- Influência da pressão de compactação sobre a densidade em verde relativa; prensagem uniaxial.

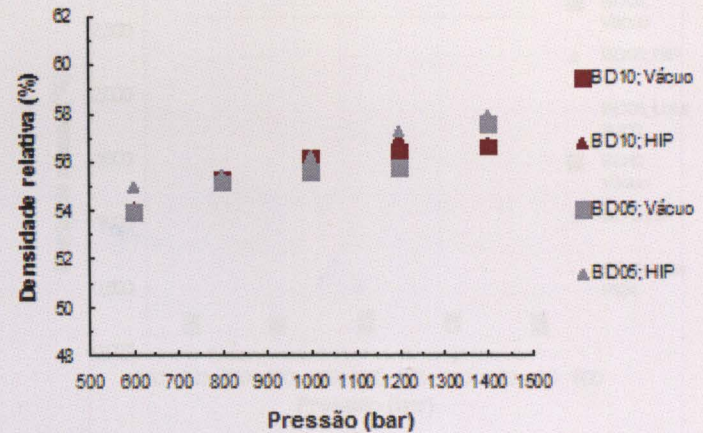


Fig.16- Influência da pressão de compactação sobre a densidade em verde relativa; prensagem isostática.

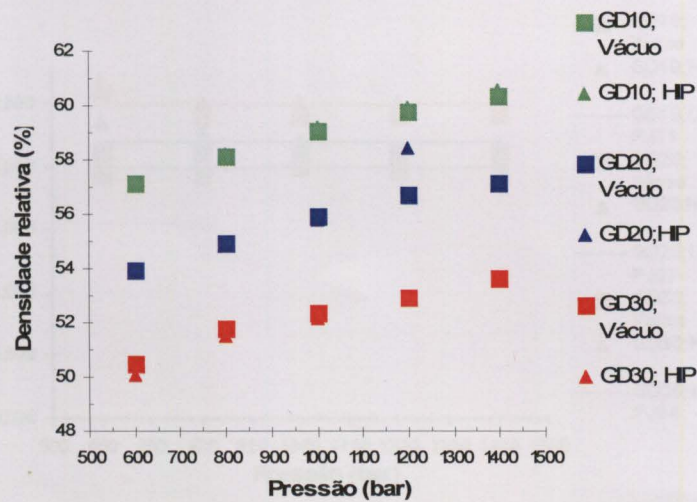


Fig.17- Influência da pressão de compactação sobre a densidade em verde relativa; prensagem uniaxial.

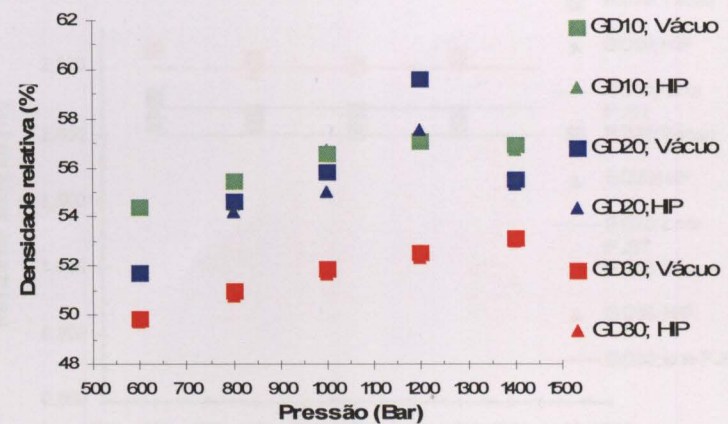


Fig.18- Influência da pressão de compactação sobre a densidade em verde relativa; prensagem isostática.

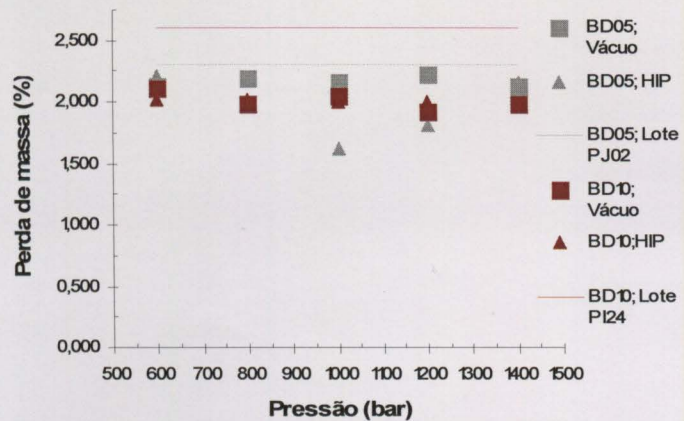


Fig.19- Influência da pressão de compactação sobre a perda de massa; prensagem uniaxial.

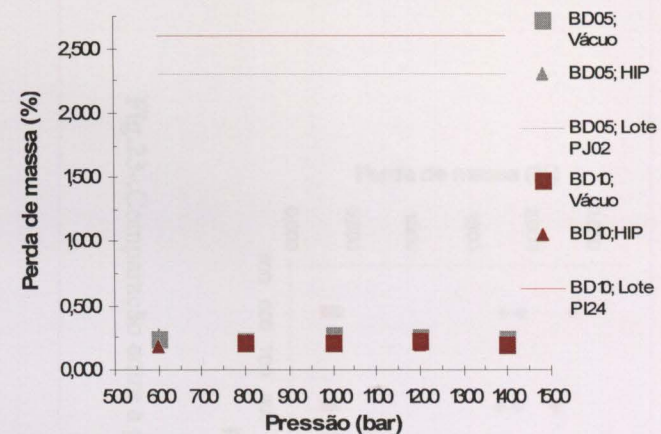


Fig.20- Influência da pressão de compactação sobre a perda de massa; prensagem isostática.

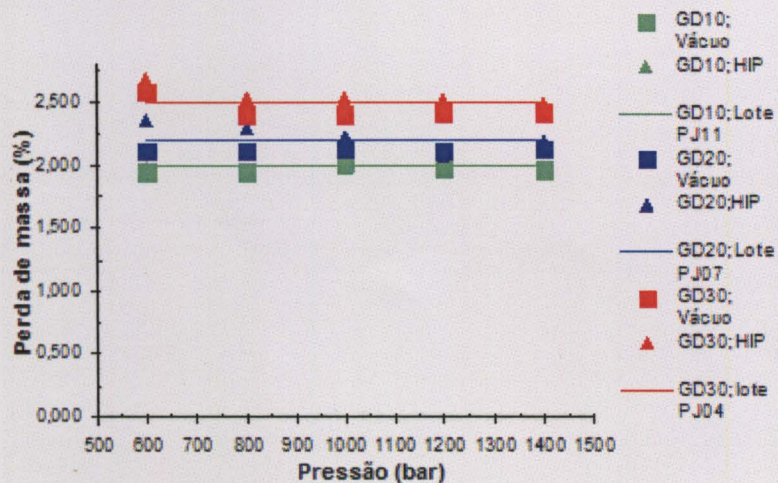


Fig.21- Influência da pressão de compactação sobre a perda de massa; prensagem uniaxial.

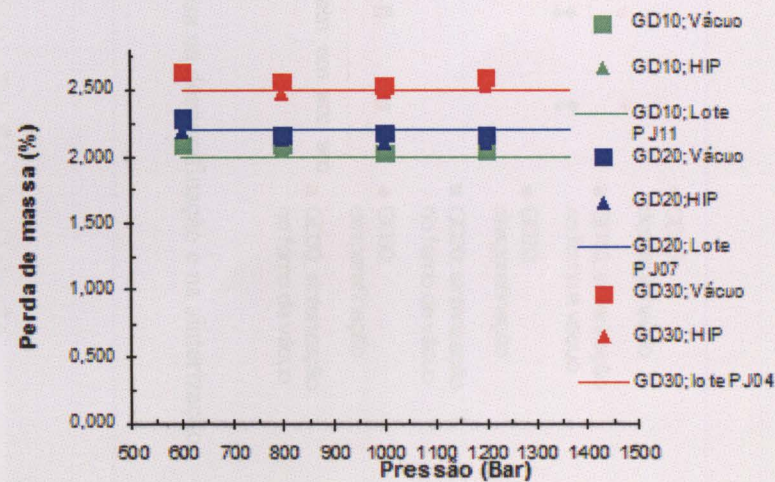


Fig.22- Influência da pressão de compactação sobre a perda de massa; prensagem isostática.

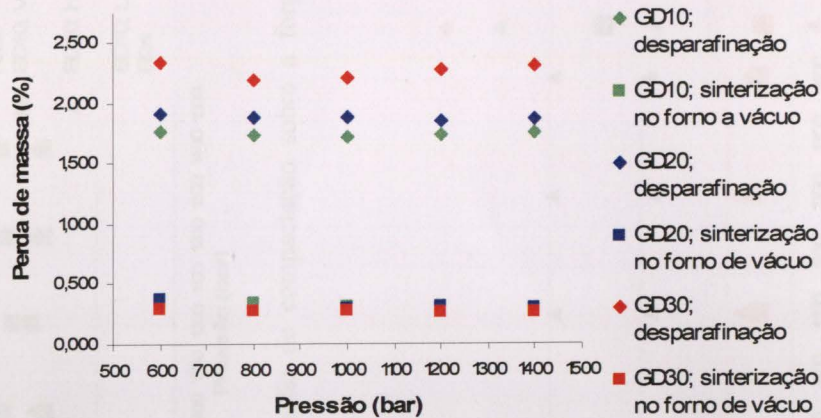


Fig.23-. Comparação entre a perda de massa na desparafinação e na sinterização.

3.3- Estudo das propriedades para diferentes pressões de compactação

Com o objectivo de verificar o comportamento das propriedades magnéticas (HC, FG e σ_m) e mecânicas (HV30, K_{Ic}) em função da pressão, apresentam-se os seguintes gráficos.

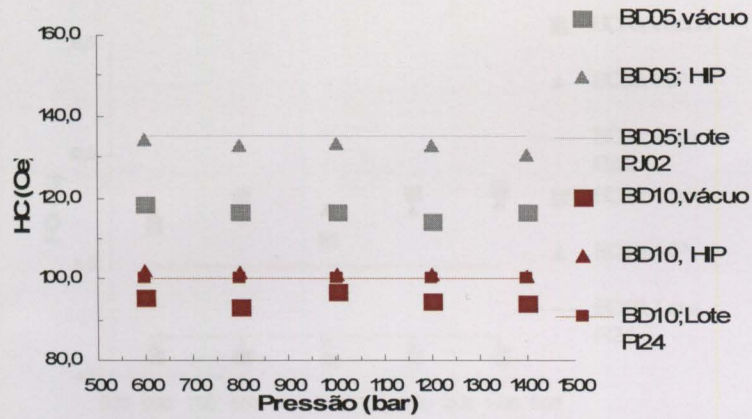


Fig.24- Influência da pressão de compactação sobre a força coerciva; prensagem uniaxial.

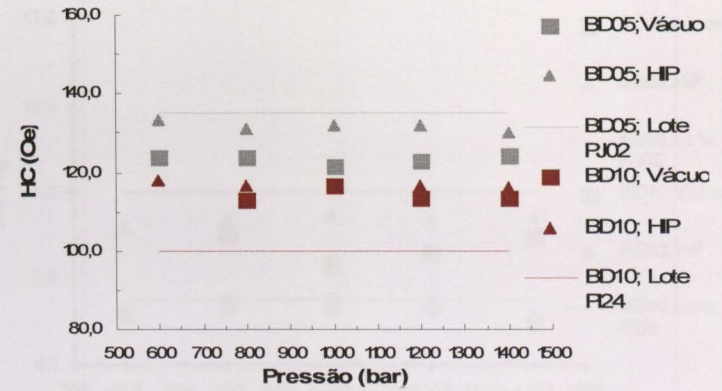


Fig.25- Influência da pressão de compactação sobre a força coerciva; prensagem isostática.

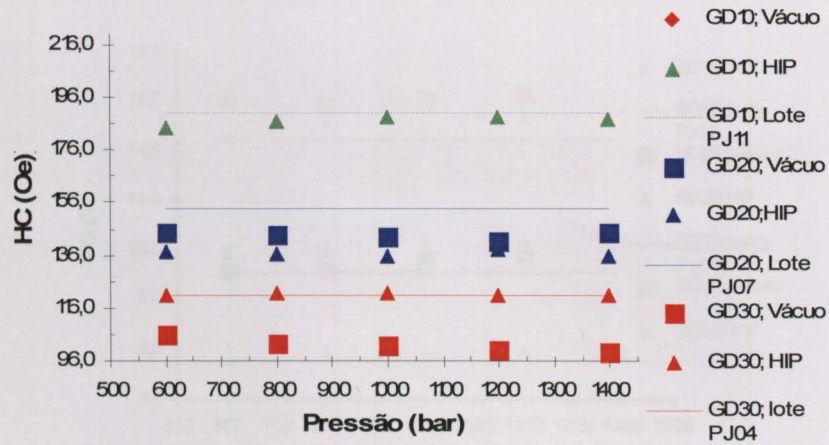


Fig.26-; Influência da pressão de compactação sobre a força coerciva; prensagem uniaxial.

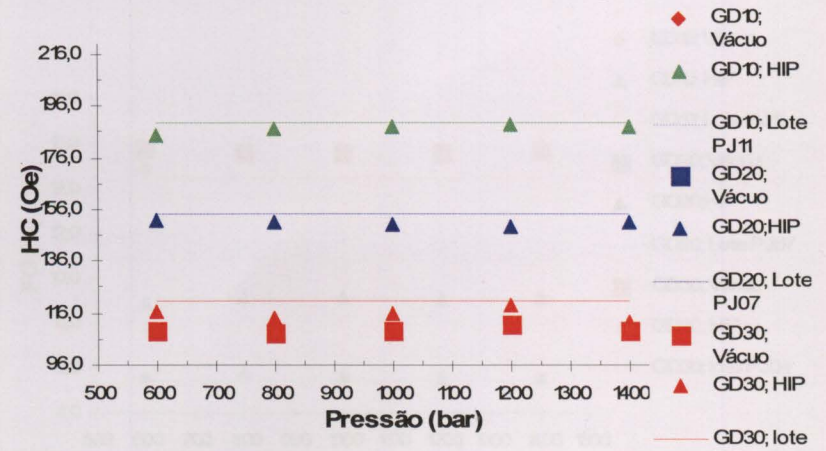


Fig.27- Influência da pressão de compactação sobre a força coerciva; prensagem isostática.

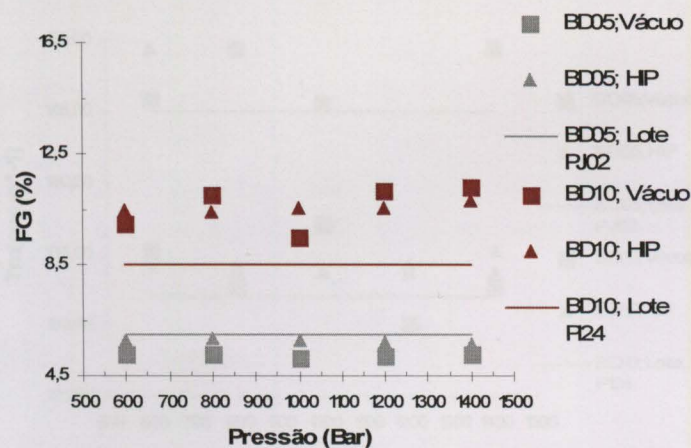


Fig.28- Influência da pressão de compactação sobre o teor de ferrite; prensagem uniaxial.

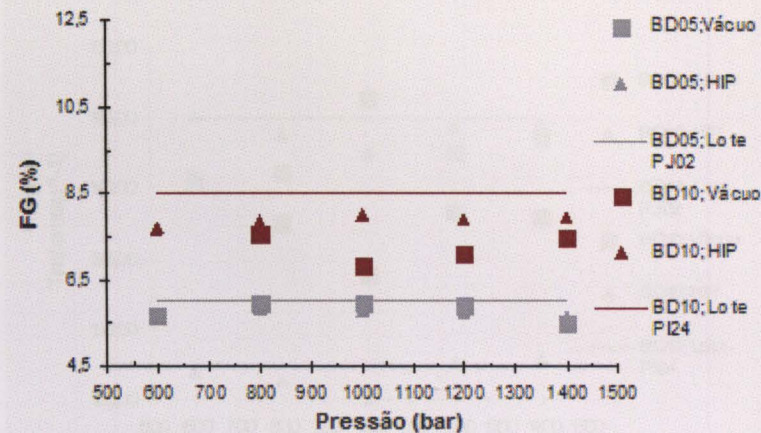


Fig.29- Influência da pressão de compactação sobre o teor de ferrite; prensagem isostática.

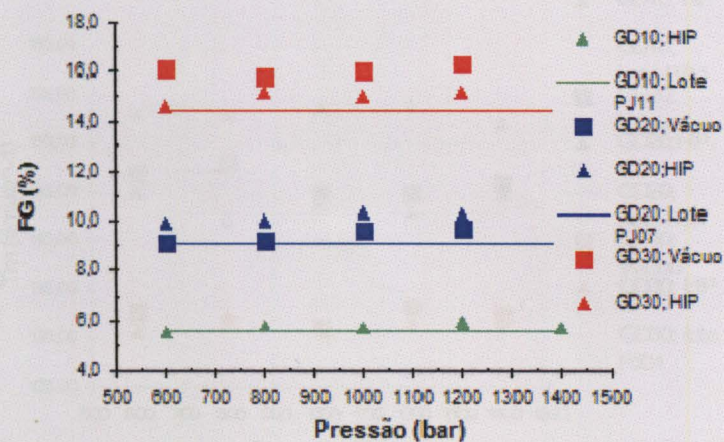


Fig.30- Influência da pressão de compactação sobre o teor de ferrite; prensagem uniaxial.

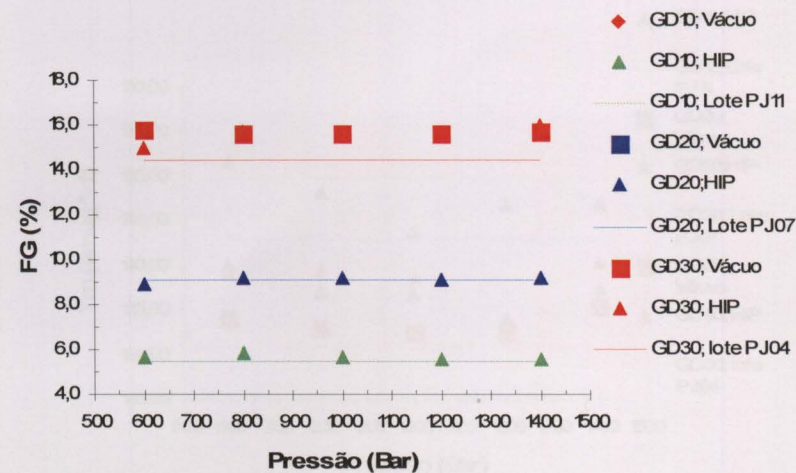


Fig.31- Influência da pressão de compactação sobre o teor de ferrite; prensagem isostática.

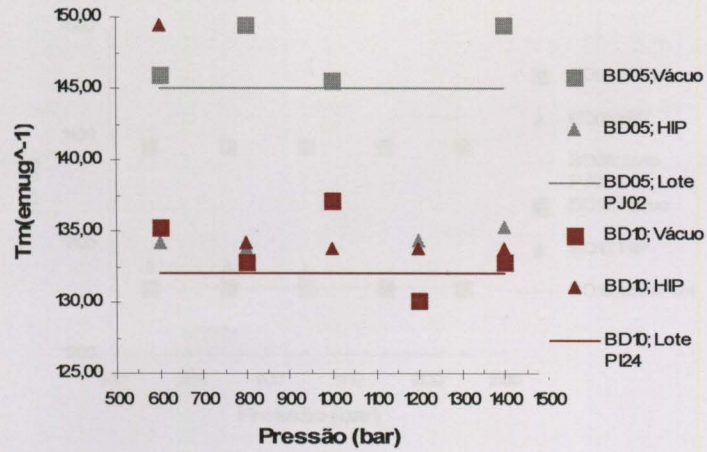


Fig.32- Influência da pressão de compactação sobre a saturação magnética; prensagem uniaxial.

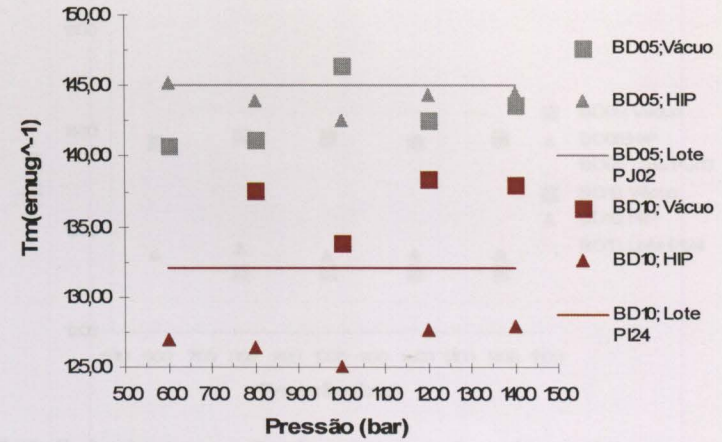


Fig.33- Influência da pressão de compactação sobre a saturação magnética; prensagem isostática.

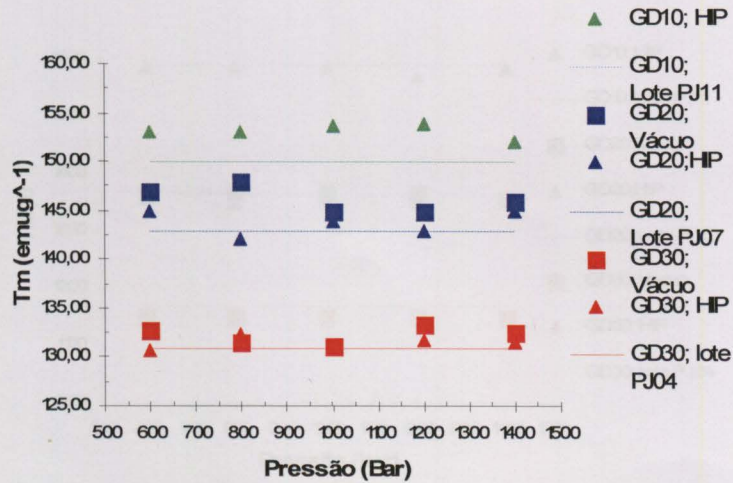


Fig.34- Influência da pressão de compactação sobre a saturação magnética; prensagem uniaxial.

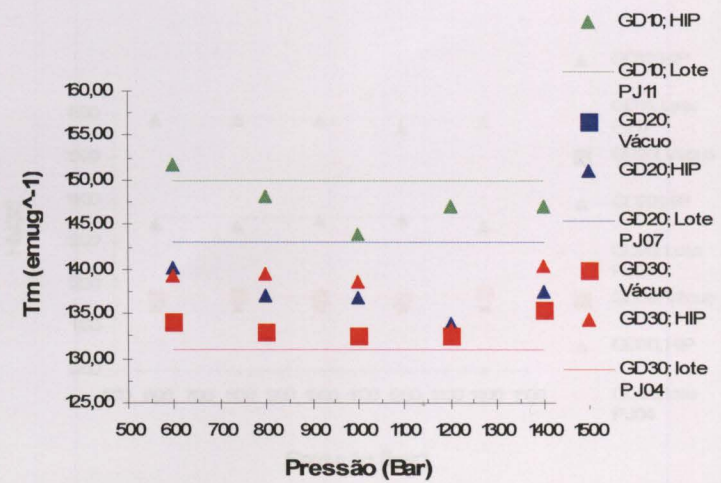


Fig.35- Influência da pressão de compactação sobre a saturação magnética; prensagem isostática.

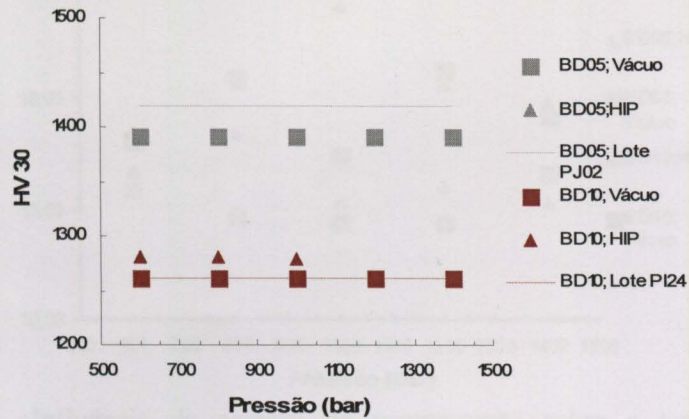


Fig.36- Influência da pressão de compactação sobre a dureza; prensagem uniaxial.

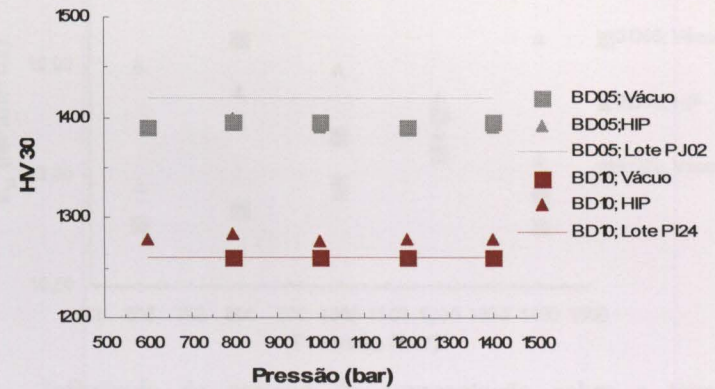


Fig.37- Influência da pressão de compactação sobre a dureza; prensagem isostática.

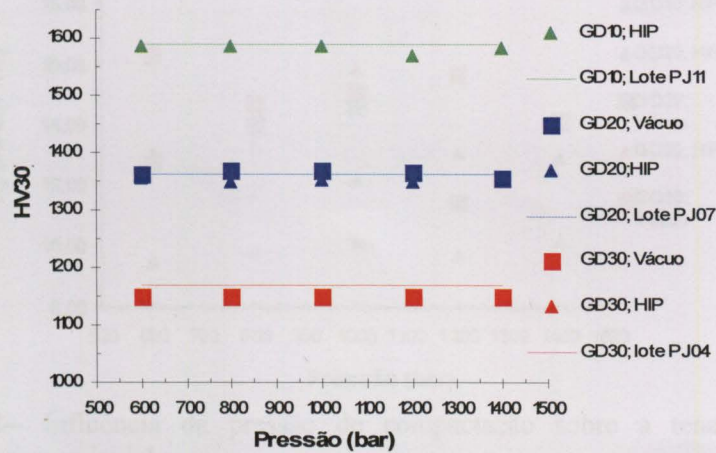


Fig.38- Influência da pressão de compactação sobre a dureza; prensagem uniaxial.

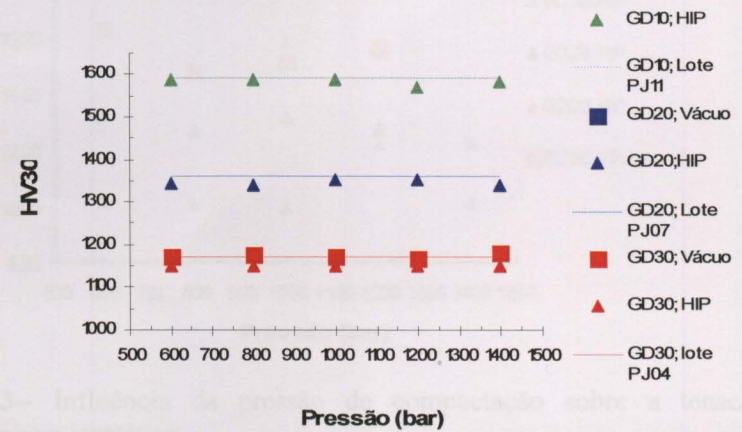


Fig.39- Influência da pressão de compactação sobre a dureza; prensagem isostática.

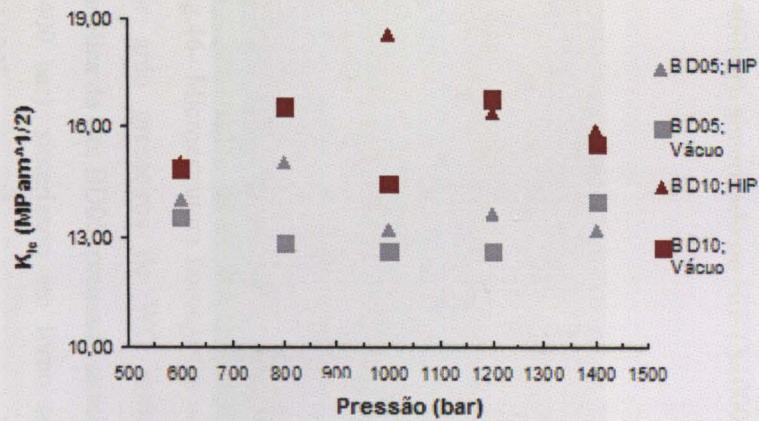


Fig.40-- Influência da pressão de compactação sobre a tenacidade; prensagem uniaxial.

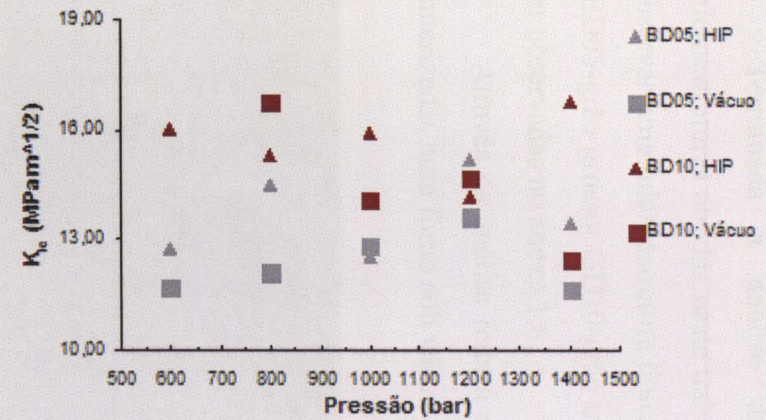


Fig.41-- Influência da pressão de compactação sobre a tenacidade; prensagem isostática.

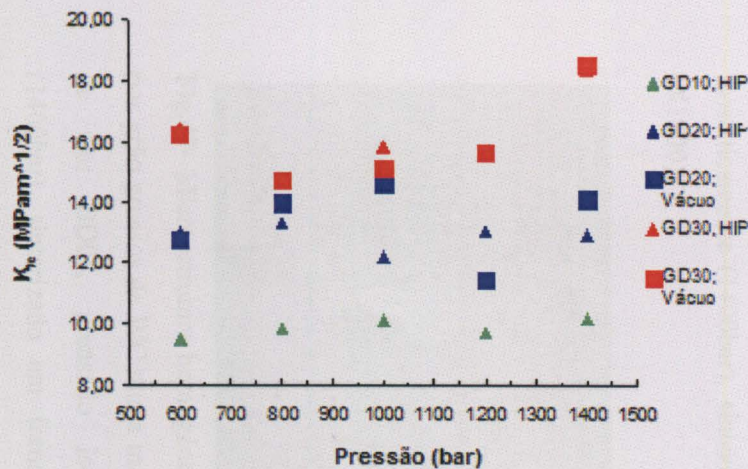


Fig.42-- Influência da pressão de compactação sobre a tenacidade; prensagem uniaxial.

Nota: A comprovação das fissuras Palmqvist está no anexo 1.5.

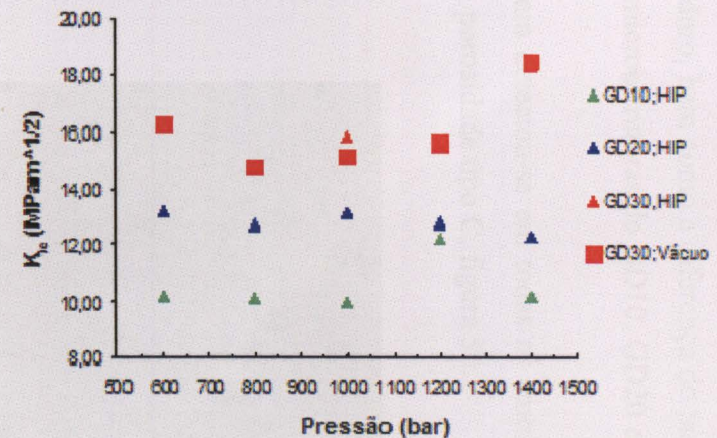


Fig.43-- Influência da pressão de compactação sobre a tenacidade; prensagem isostática.

3.4- Estudo da microestrutura para diferentes pressões de compactação

Terminada a análise das propriedades, apresenta-se em seguida algumas microestruturas obtidas neste trabalho. As microestruturas representadas tem como objectivo observar uma microestrutura típica de metal duro, bem como a diferença do tamanho de grão (BD05-grão grosso; GD10-grão médio). As microestruturas do BD10, GD20 e GD30 podem ser observadas no anexo 1.6.

Através da análise feita à microestrutura detectou-se em todas as amostras do BD10 sinterizadas num forno sob vácuo um defeito, porosidade tipo C, figura 50.

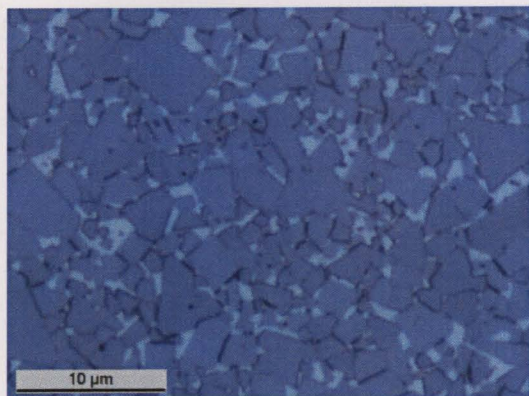


Fig.44- Microestrutura homogénea constituída por grãos grosseiros de WC numa matriz metálica de Co; BD05, prensado uniaxialmente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

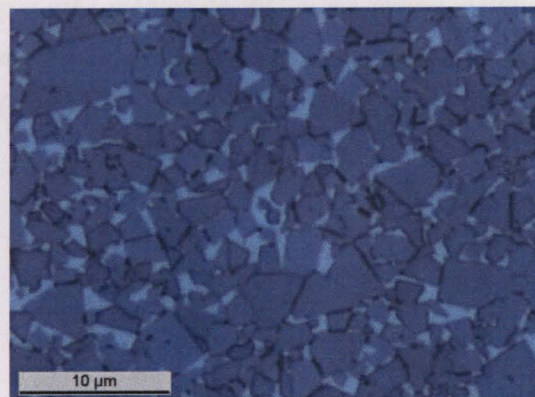


Fig.45- Microestrutura homogénea constituída por grãos grosseiros de WC numa matriz metálica de Co; BD05, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

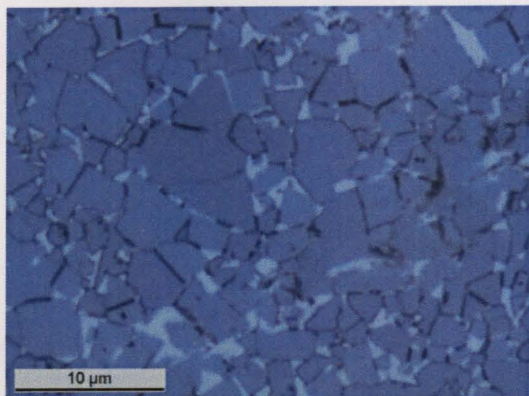


Fig.46- Microestrutura homogénea constituída por grão grosseiros de WC numa matriz metálica de Co; BD05, prensado uniaxialmente (1400 bar), sinterizado em forno sob vácuo (X1000).

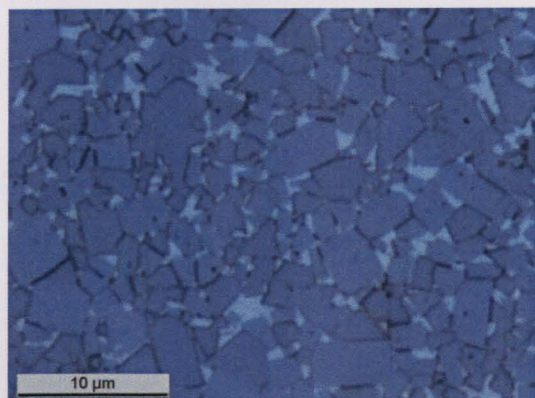


Fig.47- Microestrutura homogénea constituída por grão grossos de WC numa matriz metálica de Co; BD05, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado em forno sob vácuo (X1000).

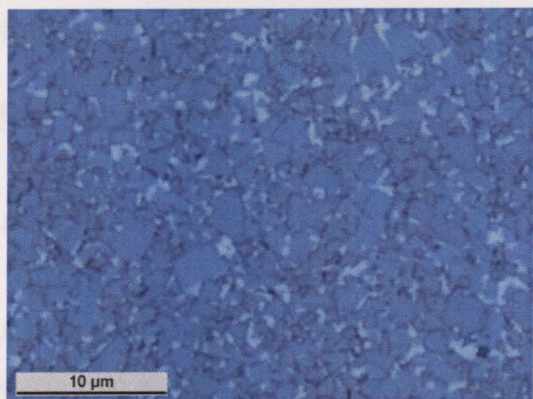


Fig.48- Microestrutura homogénea constituída por grão médios de WC numa matriz metálica de Co; GD10, prensado uniaxialmente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

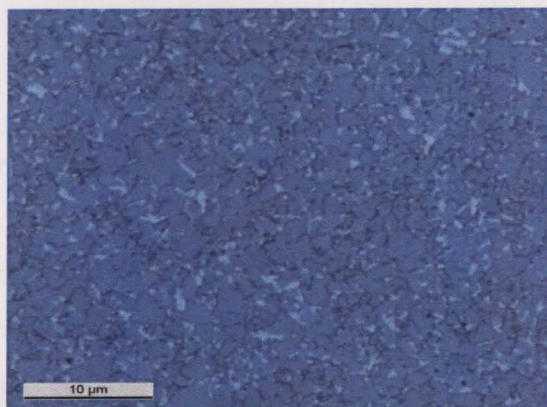


Fig.49- Microestrutura homogénea constituída por grão médios de WC numa matriz metálica de Co; GD10, prensado uniaxialmente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).



Fig. 50.- Porosidade tipo C; BD10 prensado uniaxialmente a 1200 bar e sinterizado em forno sob vácuo.

4-Discussão dos resultados e conclusão:

4.1-Preparação dos pós

Em relação à etapa da preparação dos pós constatou-se que o GD10 foi mais trabalhoso que o GD20 e GD30.

Devido à experiência obtida na preparação do GD10, fez-se logo a correção de C usando a equação 1.1 e só se retiraram as primeiras amostras passadas 90h de moagem, uma vez que só a partir daí o pó adquire as propriedades pretendidas.

A preparação do pó do GD10 demonstrou defeitos a nível da microestrutura, fig.4 e 5 e variação das propriedades, tabela 2 e 5.

Ao nível da microestrutura os defeitos apresentados foram: (a) microporosidade; (b) macrosegregação e (c) fase η .

(a) Microporosidade:

A microporosidade tipo A, fig.4, é formada devido à falta de horas de moagem e baixa temperatura de sinterização. Para eliminar esse defeito aumenta-se o tempo de moagem para que o pó fique mais homogêneo.

A microporosidade tipo B, fig.4, formada ao longo do processo da preparação dos pós, deve-se à sujidade durante o descarregamento deste e à baixa pressão usada na prensagem. Para eliminar essa microporosidade no meio do processo modificou-se o modo de retirar o pó do moinho, para tal antes de se passar no crivo com uma malha de 425Mesh, dissolveu-se o pó com hexano (solvente orgânico) formando-se assim uma lama.

(b) Macroseguração do Co:

A formação da macroseguração de Co apresentada em algumas microestruturas está associada ao tempo de moagem. Este tem de ser o suficiente para permitir a ligação (mecânica) entre a fase ligante e a fase dura, como também, tem que permitir uma distribuição homogênea do Co durante o processo de sinterização.

(c) Fase η :

A fase η e /ou deficiência de C, fig.5, foram tratadas adicionando C, uma vez que estas fases só se apresentam devido a uma descarburização ou uma falta de C inerente à mistura. Estes tipos de defeitos são causados no processo de sinterização durante a dissolução do W no Co fundido.

Em relação à variação das propriedades do GD10 podemos concluir que estas são justificadas por: ausência/ aumento da quantidade de C e porosidade.

A ausência de C constatou-se numa amostra moída 60 horas comparativamente a uma moída 50 horas (tabela 5), uma vez que se formou fase η . Este facto leva a uma diminuição do FG e da saturação magnética assim como um aumento do HC e da dureza.

Porém, com o aumento da quantidade de C ocorreu uma diminuição repentina no HC e na dureza, uma vez que a fase paramagnética desapareceu. Este caso notou-se na amostra com 140 horas de moagem na tabela 5 do moinho com bolas pequenas.

Ao longo do processo da preparação dos pós constatou-se uma pequena variação da densidade, podendo esta ser causada pela porosidade, bem como pela composição química do pó. As amostras que tinham porosidade apresentavam uma densidade mais baixa em relação às outras, o que era de prever, tal problema foi resolvido com o aumento de horas de moagem. Outro método usado para combater a variação da densidade é à adição de WC e Co. A adição de WC vai corresponder a um aumento da densidade, já que este elemento é muito mais denso que o Co.

No que concerne ao tempo de moagem verificamos que beneficia/ auxilia o efeito da moagem, tendo este sido estudado para ver qual a influência nas propriedades e na microestrutura do material. Ao longo da moagem constatou-se que o aumento do tempo levou a um melhoramento das propriedades, bem como da microestrutura, uma vez que o Co tem mais tempo para se ligar mecanicamente ao WC. Contudo, tempos de moagem exagerados levam a uma variação das propriedades mecânicas, devido a uma diminuição do tamanho de grão do carboneto de tungsténio.

4.2-Estudo da contracção, densidade em verde relativa e da perda de massa para diferentes pressões de compactação

Ao analisarmos as figuras 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12 e 13 que representam a contracção do diâmetro e da altura para diferentes pressões de compactação, conclui-se que:

- Não existe variação da contracção do diâmetro e da altura em relação ao valor teórico;
- A contracção diminui com o aumento da pressão de compactação;
- A contracção do material não é influenciada pelo tipo de prensagem e pelo tipo de sinterização.

Os valores relativos com o aumento da pressão de compactação já seriam de esperar, dado que as amostras prensadas com pressões superiores apresentam uma densidade em verde maior do que as amostras prensadas a pressões mais baixas. Uma vez que para pressões

maiores são necessárias maiores cargas, a contracção durante a prensagem é maior, originando peças com menor porosidade aumentando assim a densidade em verde.

Ao observamos as figuras 8 e 9 comprovou-se que o valor teórico da contracção é superior aos valores práticos, o que não deveria ter acontecido, já que estes deviam ser coincidentes. Isto ocorreu uma vez que houve uma falha durante o processo experimental, já que estas amostras deveriam ter sido desparafinadas e só a partir daí medir o diâmetro, a altura e a massa que estão presentes na equação 1.5.

Em relação à figura 14 verificou-se que a contracção obtida experimentalmente é linear com o valor teórico, uma vez que ao deduzir-se a fórmula do factor de contracção obtêm-se uma equação da recta: $\rho_s = F_r \times \rho_v$.

Em relação à densidade relativa para diferentes pressões de compactação e partindo dos gráficos 15, 16, 17 e 18 podemos concluir que:

- Não depende do tipo de prensagem e tipo de sinterização;
- Aumenta com o aumento da pressão até se tornar constante.

Relacionando as equações 1.5 e 1.6, anexo 1.7, podemos confrontar de que forma se comporta a percentagem relativa com a contracção:

$$Cr = \sqrt[3]{\frac{\rho_s}{\text{pesoespecifico}_{relativa} \times \rho_{abs}}} \quad (\text{eq.1.13})$$

onde Cr é o factor de contracção, ρ_s peso específico após sinterização e ρ_{abs} a densidade absoluta.

Com esta fórmula verificamos que um aumento da densidade relativa provoca uma diminuição da contracção e vice-versa, como certificamos ao compararmos os gráficos da densidade relativa com os da contracção.

Ao analisarmos os gráficos que relacionam a perda de massa para diferentes pressões de compactação verificamos que:

- Os valores práticos relativamente aos valores teóricos são bastante satisfatórios, não ocorrendo variação;
- A perda de massa não é influenciada pelo tipo de sinterização, tipo de prensagem e aumento da pressão de compactação.

Nas amostras do BD10 e BD05 quando prensadas isostaticamente constata-se uma pequena variação entre a perda de massa calculada e a perda de massa teórica, figura 20. Essa diferença deve-se ao facto de não se ter considerado a perda de massa durante a desparafinação.

Através da figura 23 chegamos à conclusão que durante a desparafinação não se perde só parafina, havendo também a evaporação de elementos orgânicos e impurezas. Também concluimos que a perda de massa é mais significativa durante a desparafinação do que na sinterização.

4.3- Estudo das propriedades para diferentes pressões de compactação

Ao efectuarmos o estudo das propriedades magnéticas e mecânicas com o aumento da pressão de compactação, constatamos que:

- Não dependem da pressão aplicada, dado que os valores encontrados estão próximos do valor teórico;
- Não são influenciadas pelo tipo de sinterização e pelo tipo de prensagem;
- São influenciadas pelo teor de Co, quando se mantém constante o tamanho de grão.

Comportamento das propriedades magnéticas com a influência do valor de Co:

(a) No caso do HC, este aumenta com a redução do teor de Co, devido à diminuição da quantidade de fase magnética (Co- elemento metálico) presente, observar as figuras 24, 25, 26 e 27. Este facto pode ser explicado, porque a força coerciva representa uma medida de resistência à desmagnetização de um material totalmente magnetizado. Logo quanto menor a quantidade do elemento magnético mais facilmente a amostra se desmagnetiza.

(b) Em relação ao teor de ferrite constatou-se exactamente o contrário do que acontecia no HC, já que é o Co é o elemento responsável pelo teor de ferrite, figuras 28, 29, 30 e 31.

(c) A saturação magnética não é uma propriedade que depende do teor de Co, mas sim do teor de C existente. Os valores de saturação magnética encontram-se dentro do seu intervalo [120, 160 emug⁻¹], uma vez que estes não apresentam fase η (< 120 emug⁻¹) ou grafite (<160 emug⁻¹).

Comportamento das propriedades mecânicas com a influência do teor de Co:

(a) No que diz respeito à dureza esta diminui com o aumento do teor de Co, figuras 36, 37, 38 e 39, porque este é um elemento metálico dúctil. Como a ductilidade é inversamente proporcional à dureza, logo se aumentarmos a quantidade de Co, o material torna-se mais dúctil, ou seja, mais fácil de se deformar, diminuindo assim a dureza.

(b) O teor de Co também intervém na tenacidade, aumentando a tenacidade para teores de Co mais elevados e vice-versa, já que se trata de um elemento dúctil, figuras 42, 43, 44 e 45.

Em relação ao ensaio da determinação da tenacidade constatou-se que:

- Os valores obtidos eram aproximadamente parecidos com os valores utilizados pela Durit, anexo 1.8 [8];
- Os valores experimentais não foram muito concordantes, apresentando um intervalo de confiança alto, anexo.1.9, uma vez que as fissuras não tinham o mesmo tamanho e também por não se terem formado as 4 fissuras, afectando assim o cálculo do valor da tenacidade, equação 1.12.

4.4- Estudo da microestrutura para diferentes pressões de compactação:

No estudo da microestrutura com o aumento da pressão de compactação observou-se que:

- Não havia porosidade (A<02, B<02, C<02);
- Formação da fase η ou deficiência de C;
- Que a microestrutura obtida em quase todos os casos foi boa, figuras 44, 45, 46 e 47.
- Que a microestrutura não é afectada pelo aumento da pressão de compactação, tipo de prensagem e tipo de sinterização.

As únicas amostras que mostraram alguma irregularidade foi o GD30 e o BD10, quando sinterizados sob vácuo.

O BD10 apresentou porosidade tipo C, figura 50, porque não se colocaram as amostras num tabuleiro coberto de óxido de alumínio, provocando assim uma dissolução do C nas amostras durante a sinterização.

Enquanto que o GD30 apresentou um crescimento de grão anormal (anexo 1.6), que pode levar a uma diminuição da dureza. Isto acontece porque o GD30 tem um teor de Co bastante elevado (15%), logo não necessita de temperaturas de sinterização tão elevadas (1450°C).

5- Bibliografia:

- [1] - Brandes, E.A; Brook, G. B; "Smithells Metals Reference Book; ButterWorth Heinemann"; 7º edition; 1992;
- [2] - Ferreira, José; "Tecnologia da pulverometalurgia"; Fundação Calouste Gulbenkian; 2002;
- [3]- Brookes, Kenneth J.A; "World Directory and handbook of Hardmetals and Hard materials"; Published by International Carbide Data, 1996;
- [4]- Tabela de graus da Durit;
- [5]- Apontamentos cedidos pela Durit;
- [6]- Miranda, Nuno; "Microestrutura e propriedades do metal duro de grão fino"; 2000;
- [7]- norma ISO 4505_78: Hardmetals- "Metallographic determination of porosity and uncombined";
- [8]- Cabral, Gil; "Cemented Carbides as Wear Material"; 2000;
- [9]- Cabral, Gil; "Caracterização das propriedades eléctricas, magnéticas, mecânicas e térmicas do metal duro"; 1999
- [10]- Catalogo da Durit;
- [11]-norma ISO4499_78: Hardmetals- "Metallographic determination of microstruture";
- [12]- ASTM, B390-92: "Standard Practice for evaluating apparence grain size and distribution of cemented tungsten carbides";
- [13]- norma ISO3878- 83:"Hardmetals- Vickers hardness test";
- [14]- norma ISSO 3326- 75: "Hardmetals- Determination of (the magnetization) coercivity";
- [15] norma ISO3369: "Impermeable sintered metal materials and hardmetals- Determination of density";

6- Anexos

1.1- As principais aplicações dos graus estudados

Os graus estudados apresentam as seguintes aplicações:

GD10- núcleos de fresas, matrizes de prensagem de pós e ferramentas de corte. Estas peças são aplicadas em funções em que não haja muito impacto para não ocorrer fractura, visto que a tenacidade do material é baixa.

GD20- rolos para guiar fios, núcleos de dimensões médias com furos entre os 5 e os 10mm e as mesmas aplicações que o anterior. Estas peças apresentam menor resistência ao desgaste do que o GD10, mas uma maior resistência ao impacto/choque.

GD30- facas, em núcleos de grande dimensão (acima dos 20mm), em punções para corte em série, rolos laminadores e roldanas. As peças para este tipo de aplicação já têm que ter uma boa resistência ao choque, para que não ocorra fractura durante a sua aplicação.

BD05 e BD10- para ferramentas resistentes ao impacto para a indústria mineira, dado que apresentam uma elevada dureza e resistência ao choque. O aumento da tenacidade em relação ao GD10, GD20 e GD30 é explicado pelo aumento do tamanho de grão do WC.

1.2- Tabela relativa às aplicações do metal duro

Tabela de graus de metal duro	
Para conformação e peças anti-desgaste	Para corte e maquinação
GD 03F GD 08F GD 13F GD 16F GD 18F	KD 01 KD 05 KD 10 KD 15 KD 20 KD 30 KD 40
Graus microgrão, para aplicações especiais	para corte de metais ferrosos de apara curta e metais não ferrosos
GD 05 GD 10 GD 15 GD 20 GD 30 GD 40 GD 50 GD 60	PD 05 PD 10 PD 20 PD 25 PD M PD 30 PD 40
para tecnologias de conformação, protecção contra desgaste e corrosão	para corte de metais de apara comprida
GD 10N GD 20N GD 08NC GD 10NC	MD 10 MD 20
para aplicações especiais anti-corrosivas usando Ni/Cr como ligante	para corte de metais de apara curta ou comprida
BD 10 BD 20 BD 30 BD 40	
para conformação e indústria mineira	

Tab.1 - Graus de metal duro de acordo com as especificações da Durit [10].

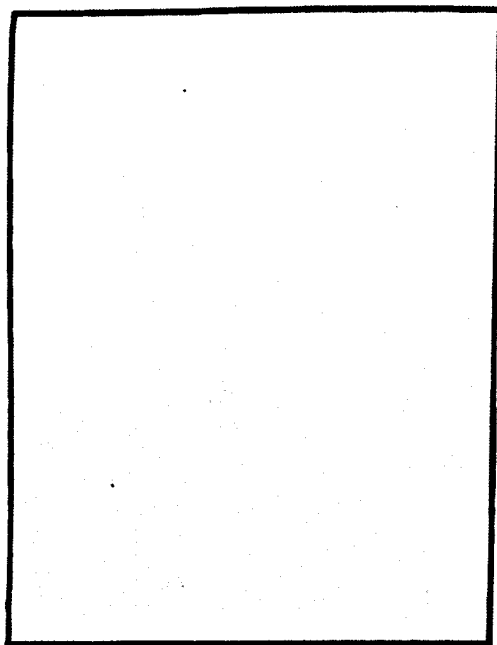
1.3- Características dos lotes utilizados

Grau	Lote	T (°C)	HC (Oe)	FG (%)	σ_m (emug ⁻¹)	HV30	ρ (g/cm ³)	Microporosidade	PP (%)
BD05	PJ02	1460	135	6	145	1419	14,94	A00; B00; C00	2,3
BD10	PI24	1460	103	8,5	132	1261	14,70	A00; B00; C00	2,6
GD10	PJ11	1460	190	5,5	150	1591	14,94	A00; B00; C00	2,0
GD20	PJ07	1460	154	9,1	143	1363	14,53	A00; B00; C00	2,2
GD30	PJO4	1460	121	14,5	131	1171	14,04	A00; B00; C00	2,5

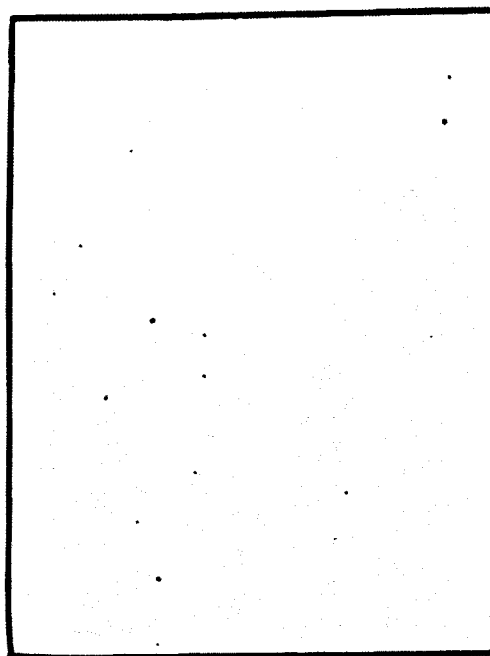
Tab.2-Características dos lotes utilizados.

1.4 - Representação da microporosidade norma ISO4505 ^[7]

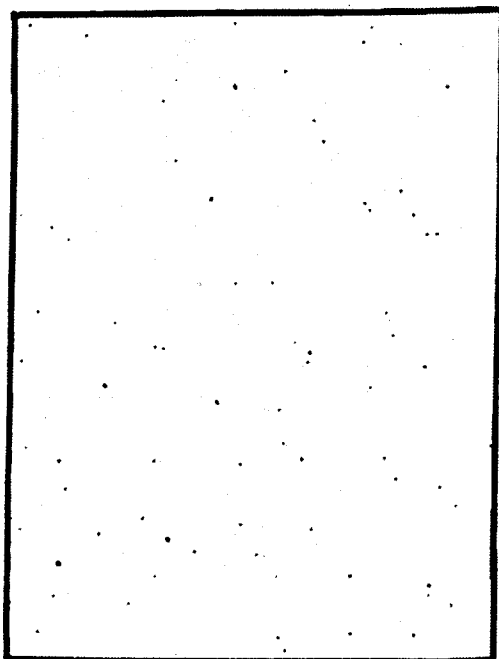
Porosidade tipo A (X100)



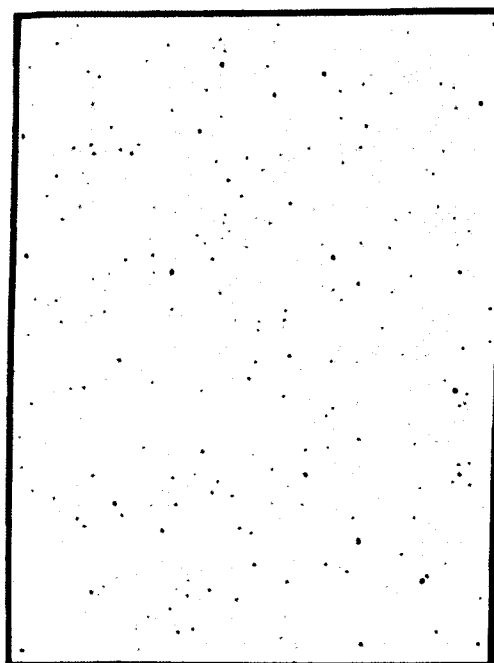
A02 0,02 % (vol.)



A04 0,06 % (vol.)



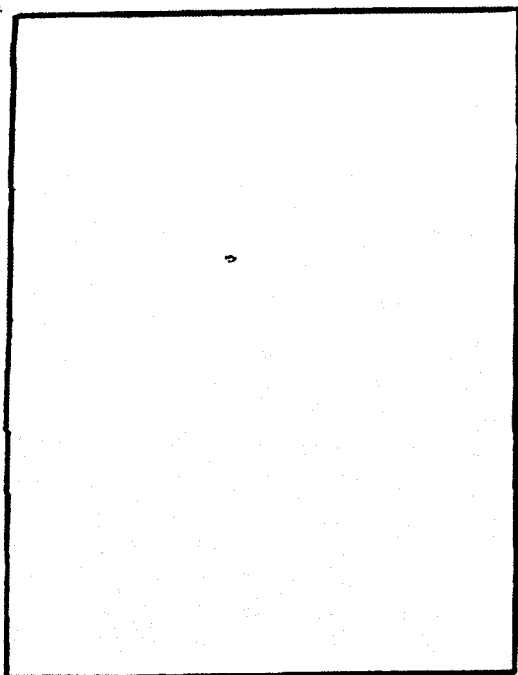
A06 0,2 % (vol.)



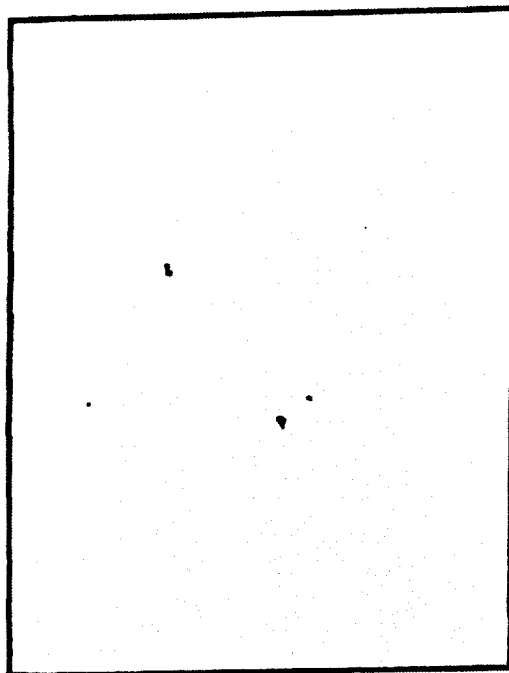
A08 0,6 % (vol.)

Fig.1- Porosidade tipo A (100X).

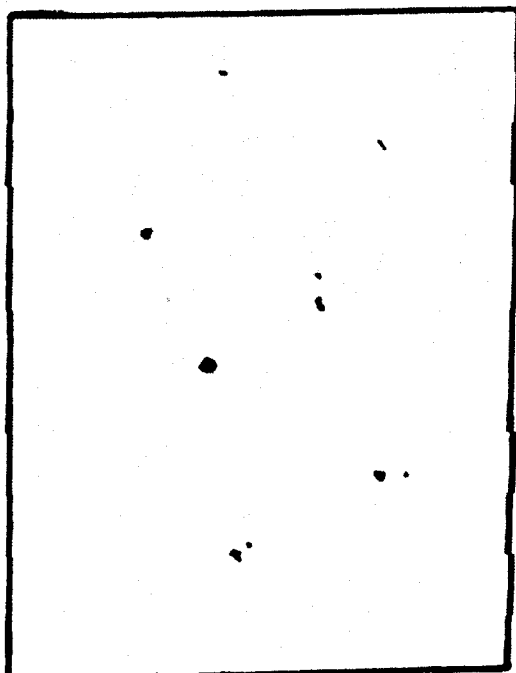
Porosidade tipo B (X100)



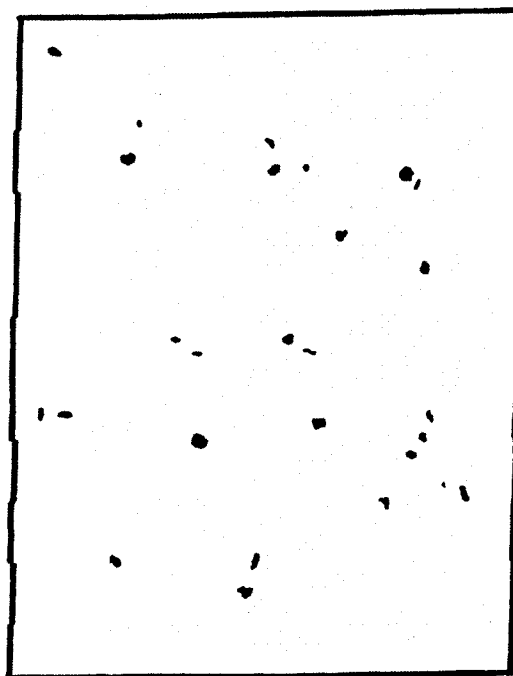
B02 0,02 % (vol.)
(140 pores/cm²)



B04 0,06 % (vol.)
(430 pores/cm²)



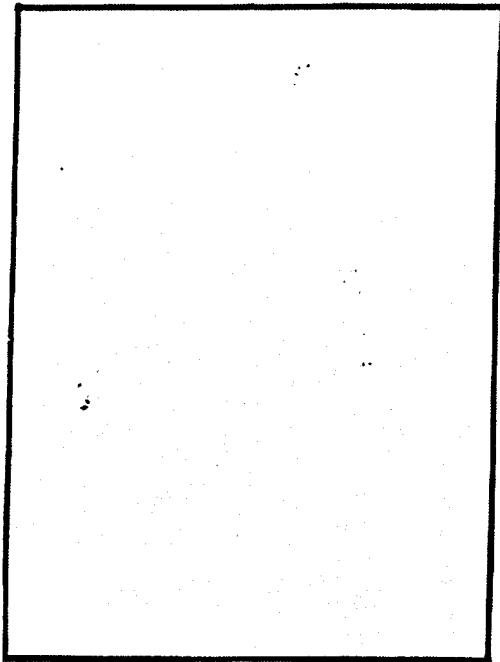
B06 0,2 % (vol.)
(1 300 pores/cm²)



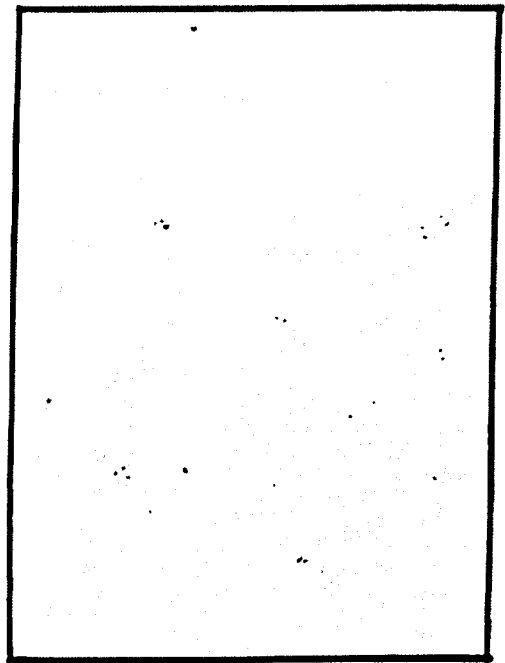
B08 0,6 % (vol.)
(4 000 pores/cm²)

Fig.2- Porosidade tipo B (100X).

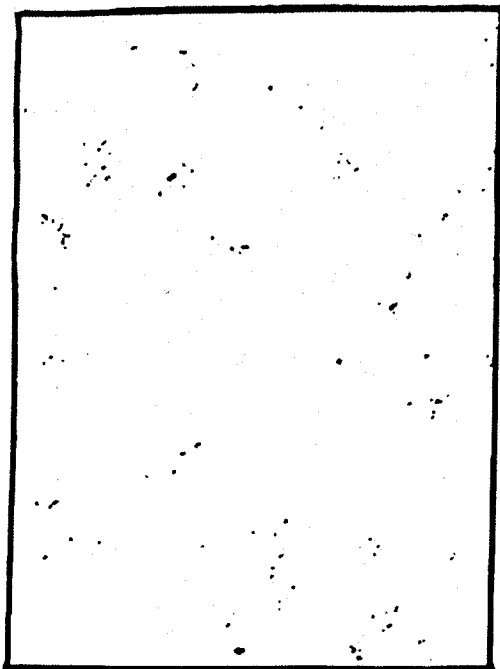
Porosidade tipo C (X100)



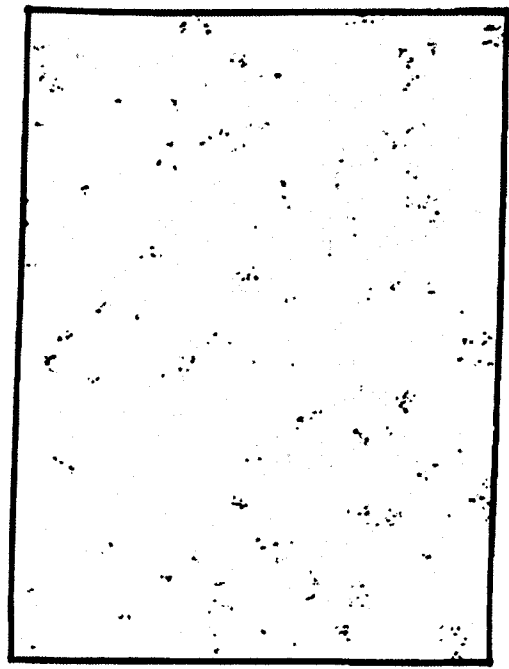
C02



C04



C06



C08

Fig.3- Porosidade tipo B (100X).

1.5- Fissuras de Palmqvist

Assim, com o auxílio das figuras apresentadas no decorrer desta página, comprovamos que as fissuras formadas são de Palmqvist, tendo sido possível a realização do ensaio da determinação à tenacidade.

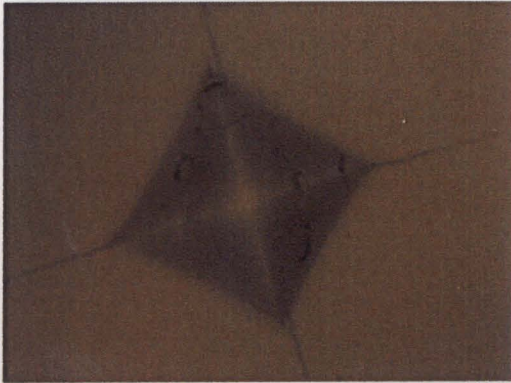


Fig.4- GD10 após a realização do ensaio de dureza; prensado uniaxialmente (1000 bar), sinterizado no HIP (400X).

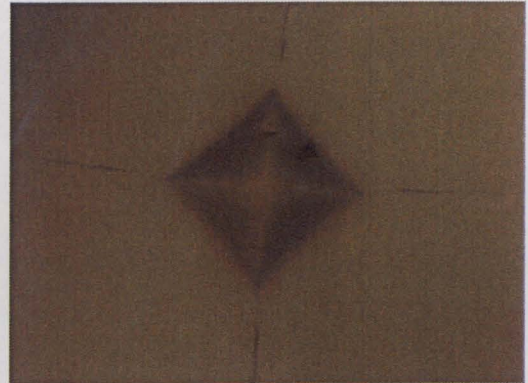


Fig.5- GD10 após ter sido polida com uma pasta de 2-4 μ m durante 5 min; prensado uniaxialmente (1000 bar), sinterizado no HIP (400X).

1.6- Microestruturas do BD10, GD20 e GD30:

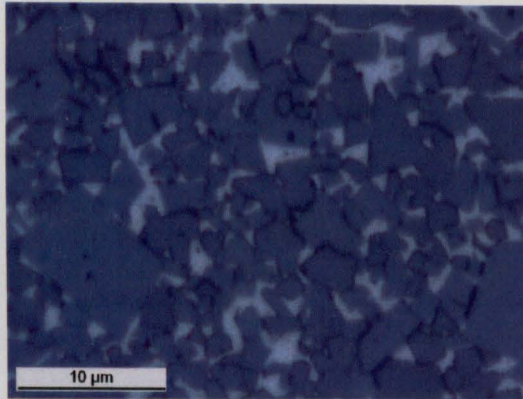


Fig.4- Microestrutura homogénea constituída por grão grossos de WC numa matriz metálica de Co; BD10, prensado uniaxialmente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

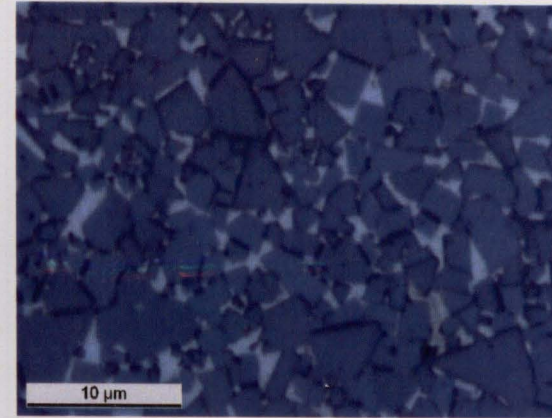


Fig.5- Microestrutura homogénea constituída por grão grossos de WC numa matriz metálica de Co; BD10, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

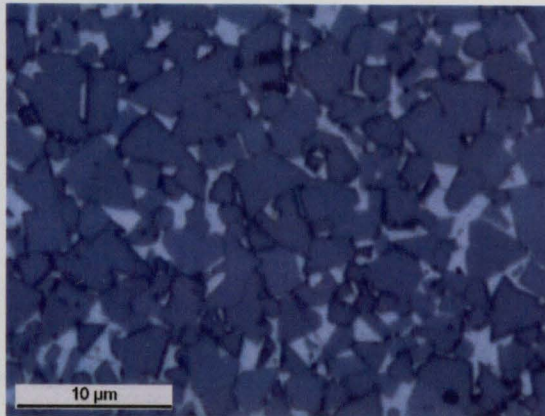


Fig.6- Microestrutura homogénea constituída por grão grossos de WC numa matriz metálica de Co; BD10, prensado uniaxialmente (1400bar), sinterizado no vácuo (X1000).

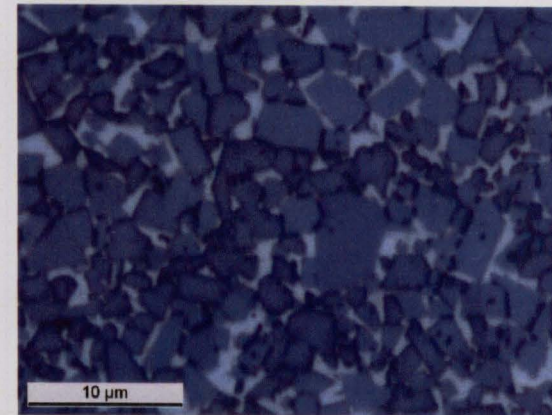


Fig.7- Microestrutura homogénea constituída por grão grossos de WC numa matriz metálica de Co; BD10, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no vácuo (X1000).

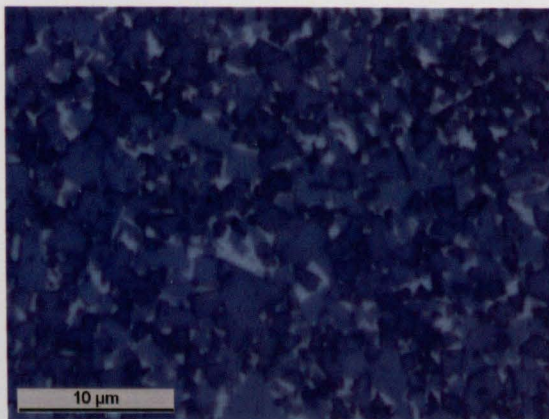


Fig.8- Microestrutura homogénea constituída por grão médios de WC numa matriz metálica de Co; GD20, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

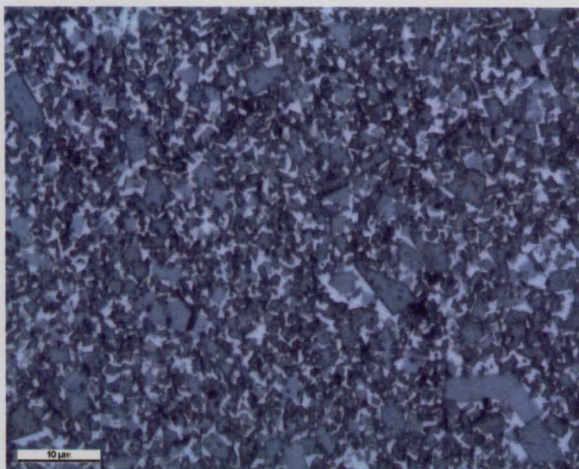


Fig.9- Microestrutura homogénea constituída por grão médios de WC numa matriz metálica de Co; GD30, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no vácuo (X1000).

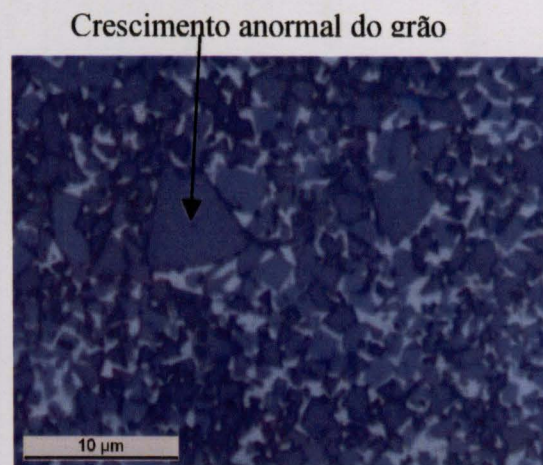


Fig.10- Microestrutura homogénea constituída por grão médios de WC numa matriz metálica de Co; GD30, prensado isostaticamente (1400bar), sinterizado no HIP (X1000).

1.7-Relação entre a equação da densidade relativa e o factor de contracção:

$$Fr_t = \sqrt[3]{\frac{V_s * \rho_t}{m_v}} \quad \text{densidade}_{relativa} = \frac{\rho_v}{\rho_{abs}}$$

$\rho_v = \frac{m_v}{V_v}$ substituindo na equação da densidade relativa teremos :

$$\text{densidade}_{relativa} = \frac{\frac{m_v}{V_v}}{\rho_{abs}} \text{ resolvendo a equação em relação ao volume em verde}$$

ficaremos com a seguinte expressão :

$$V_v = \frac{m_v}{\rho_{abs} \times \text{densidade}_{relativa}} \text{ substitui-se esta equação no factor de contracção,}$$

$$Fr = \sqrt[3]{\frac{\frac{m_v \times \rho_s}{\rho_{abs} \times \text{densidade}_{relativa}}}{m_v}} \Leftrightarrow Fr = \sqrt[3]{\frac{\rho_s}{\rho_{abs} \times \text{densidade}_{relativa}}}$$

1.8- Apresentação dos valores da tenacidade que servem de base nos trabalhos da Durit

Grau	Tenacidade MN/mm ²
GD10	10,2
GD20	14,5
GD30	18,3
BD10	15,6
BD05	14,6

Tab.1- Valores da tenacidade que servem de base nos trabalhos da Durit ^[8].

1.9-Apresentação dos valores obtidos da tenacidade e respectivo intervalo de confiança:

Prensagem isostática:

Grau	Sinterização	Pressão (bar)	Tenacidade (MN/mm ²)	Intervalo de confiança (95%)
BD05	HIP	600	12,81	1,05
		800	14,52	2,01
		1000	12,59	0,77
		1200	15,20	2,78
		1400	13,47	2,84
	Vácuo	600	11,75	0,50
		800	12,11	0,68
		1000	12,85	1,36
		1200	13,65	2,21
		1400	11,66	0,64
BD10	HIP	600	16,06	1,66
		800	15,31	8,24
		1000	15,91	2,57
		1200	14,19	0,55
		1400	16,74	2,52
	Vácuo	800	16,78	1,88
		1000	14,10	2,30
		1200	14,67	1,80
		1400	12,45	6,19

Tab.2- Valores obtidos da tenacidade para o BD05 e BD10.





FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



000088337