



Análise comparativa entre radiação micro-ondas e aquecimento resistivo para sinterização de aço inoxidável reforçado com B₄C

NEVES, E. B.¹; OSORIO, A. G.²; GONÇALVES, M. R. F.²; POLLNOW, E.N.¹

¹ Doutorando no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, UFPel/Pelotas-RS

² Prof.^o Dr.^o, Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, UFPel/Pelotas-RS

Palavras-chave: metalurgia do pó, microestrutura, microdureza, consumo de energia elétrica.

Resumo

O aço inoxidável 316L é utilizado em diversas áreas da engenharia devido suas características de alta resistência à corrosão e bom acabamento superficial. Porém, sua aplicação é limitada em função de sua baixa resistência ao desgaste decorrente de sua baixa dureza. Uma forma de aumentar sua dureza é pela inclusão de partículas de um material mais duro em sua matriz. Utilizando o processo de Metalurgia do Pó se avaliou a sinterização do aço inoxidável 316L com reforço de sua matriz pela inclusão de partículas de carbeto de boro-B₄C. Foi realizada uma análise comparativa entre o forno micro-ondas e o forno resistivo quanto ao seu consumo de energia, a fim de verificar qual processo é mais efetivo energeticamente. Foi realizada uma caracterização dos pós por microscopia eletrônica de varredura e difração de raios X e a análise microestrutural por microscopia óptica e testes de microdureza Vickers. Concluiu-se que o consumo de energia com uso de forno tipo micro-ondas foi menor que o resistivo com uma sinterização mais homogênea em seu volume e apresentou uma dureza maior.

Comparative analysis between microwave radiation and resistive heating for sintering of stainless steel reinforced with B₄C

Keywords: powder metallurgy, microstructure, microhardness, electric power consumption.

Abstract

The 316L Stainless steel alloy is used in several areas of engineering due to its great characteristic of corrosion resistance and good surface finishing. However its application is limited by its low wearing resistance regarding its low hardness. One way of increasing its hardness is through the inclusion of harder particles in the matrix of the material. Using the Powder Metallurgy process, the sintering of 316L stainless steel with reinforcement of its matrix was evaluated by the inclusion of boron carbide particles-B₄C. A comparative analysis was performed between two different ovens, a microwave radiation and a resistive heating one to verify which was the most energetically effective process. Was performed a powders characterization of by scanning electron microscopy and X-ray diffraction and microstructural analysis by optical microscopy and ending with testing Vickers microhardness. It was observed that the energy consumption with the use of a microwave oven was lower than the resistive with a more homogeneous sintering in its volume and a higher hardness values.

INTRODUÇÃO

Angelo e Subramanian (2009) expõem a Metalurgia do Pó M/P como uma antiga tecnologia de processamento de materiais, onde se compacta e/ou modela pós-metálicos ou não metálicos no formato desejado e os sinteriza (aquecimento da peça abaixo da temperatura de fusão do elemento principal constituinte). Como técnicas tradicionais de sinterização (Brito, Medeiros e Lourenço, 2007) apontam a sinterização resistiva; sinterização com auxílio de pressão e a sinterização reativa como exemplo de técnicas inovadoras, citam a sinterização seletiva por laser; sinterização por plasma e sinterização por micro-ondas. Nesta pesquisa foram produzidas amostras sinterizadas por aquecimento resistivo e micro-ondas.

Lorenço (2004) lembra que a sinterização necessita de calor para sua efetivação, e a forma mais empregada em laboratório e em escala industrial é utilizando forno do tipo resistivo, que gera calor através do efeito Joule, causado pela corrente elétrica que percorre uma determinada resistência acoplada em seu interior. Já Yang *et al.* (2004) lembra que a sinterização por radiação micro-ondas representa um enorme potencial econômico, superando deficiências evidenciadas em processos de sinterizações resistivas, como por exemplo, uma microestrutura uniforme devido ao seu aquecimento volumétrico o que gera produtos de melhor qualidade (Bansal, 2014; Agrawal, 2013) e também melhorias substanciais nas difusões cinéticas e ciclos de processamento mais curtos (Agrawal, 2006; Chhillaret *et al.*, 2008).

A matéria prima sinterizada nos dois fornos foi pó de aço inoxidável 316L e pó de carbetos de boro- B_4C . A aplicação do aço inoxidável 316L é limitada devido a sua baixa resistência ao desgaste, efeito de sua baixa dureza e sua estrutura austenítica impossibilita endurecer pelos métodos tradicionais de tratamentos térmicos. Uma solução possível seria a inclusão de um material mais duro em sua matriz, como por exemplo, o carbetos de boro- B_4C . Este apresenta uma elevada dureza e também uma excelente resistência ao desgaste (Zorzi e Perottoni, 2005) é usado em aplicações industriais, tais como abrasivos em polimento; para afiar ferramentas de corte, como material para

blindagem de veículos e coletes a prova de bala (Suri, 2010).

Assim, este trabalho teve por objetivo avaliar a sinterização do aço 316L com a inclusão de 3% em massa de B_4C e processado por fornos com aquecimento resistivo e aquecimento por radiação micro-ondas. Por fim foi realizada uma comparação de custo x benefício, a partir do consumo demandado de energia elétrica em cada processo e o resultado de desempenho através de análise microestrutural e ensaio de dureza.

Material e Métodos

Para esta pesquisa foi utilizado pó de 316L atomizado em água, adquirido junto à empresa Brats. Conforme ASTM (2004) o aço inoxidável 316L é composto pelos elementos apresentados na Tabela 1.

Para o carbetos de boro, foi usado o pó de partida da marca H. C. Starck do tipo HS. A Tabela 2 apresenta suas características, conforme informado pelo fornecedor.

Os pós foram submetidos à caracterização morfológica com uso do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca JEOL e modelo JSM 6610 LV. A caracterização de fases com uso de equipamento de difração de raios X da marca Shimadzu modelo RX6000, no qual se empregou uma geometria focalizante, de Bragg-Brentano (geometria simétrica). O tubo usado foi o de Cu (radiação $K\alpha$ - $\lambda = 0,1542$ nm), com passo de $0,02^\circ$ e tempo de integração de 1 segundo por ponto, no intervalo de 30° a 80° em $2(\theta)$. Os difratogramas obtidos foram analisados e identificados pela comparação com as fichas de padrões do “*International Centre for Diffraction Data*” (ICDD). As análises de microestrutura foram realizadas no microscópio óptico (Olympus BX41M).

A pesagem dos pós foi realizada em uma balança analítica Shimadzu modelo AY 220 com capacidade de 220g e precisão de 0,1mg. Foi adicionado 3% em massa de B_4C no pó de aço 316L. A mistura dos pós foi realizada em um misturador do tipo “Y” durante 15 minutos. A seguir, foram compactadas em uma matriz cilíndrica uniaxial de duplo efeito com diâmetro de 10 mm e pressão de compactação de 750MPa.

Foi utilizado um Forno Resistivo (FR) do tipo Tubular INTI modelo FT-1200 de aquecimento

Tabela 1- Composição química SAE 316L.

SAE316L	C	Mn	P	Si	Ni	Cr	Mo	Fe
(%)	≤ 0,03	máx.2	0,045	0,750	10 - 14	16 - 18	2 - 3	Bal.

Fonte: ASTM (2004)

Tabela 2 - Pó de B₄C.

Tipo	Descrição	Tamanho de partícula		Área superficial	Densidade		
		Difração a laser		(BET) m ² /g	a verde		
		D90%/D50 % / D10%					
Grade HS	Pó para sinterização	3 µm / 0,8 µm / 0,2 µm		15-20	1,6 - 1,8 g/cm ³		
Composição química							
Elemento	C	N	O	Fe	Si	Al	Outros
(%)	mín.	max.	max.	max.	max.	max.	max.
	21,8	0,7	1,7	0,05	0,15	0,05	0,5

Fonte: H. C. Starck

resistivo de capacidade de 1200°C e potência de 12kW. Para a sinterização por radiação micro-ondas foi utilizado o Forno de Micro-Ondas (FMO) da marca INTI modelo FT-1700 com capacidade de aquecimento de 1600°C e potência de 1,2 kW.

Os patamares de sinterização para o forno resistivo e forno de micro-ondas foi de 1100°C durante 15 minutos com o propósito de efetuar uma comparação nos efeitos de tempo e temperatura nos dois processos. No entanto, como não ocorreu a sinterização da amostra utilizando o forno resistivo, decidiu-se elevar o tempo de isoterma do mesmo para 60 minutos.

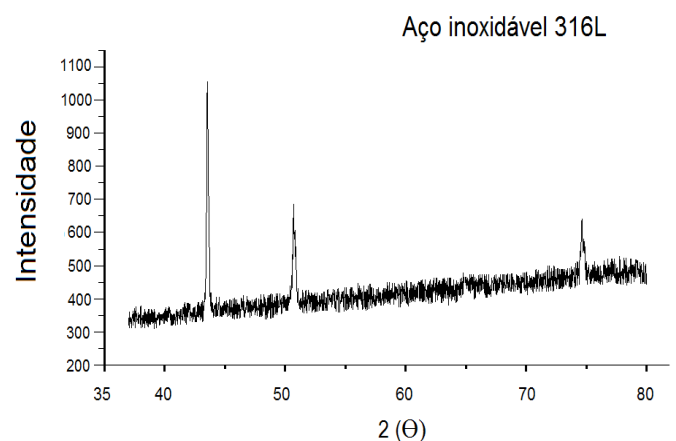
Para o ensaio de dureza foi utilizado o Microdurômetro (Futuretech FM700) aplicando 5 impressões por amostra a uma pressão de 0,3 kgf pelo tempo de 10 segundos para avaliar a sua microdureza Vickers HV.

Na comparação de consumo entre os fornos, foi considerado o tempo para atingir a temperatura de 1100°C adicionada ao seu tempo de permanência na mesma. Para o cálculo do consumo energético consideremos sua potência em kW e o tempo de uso em horas, então teremos a Equação 1:

Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta o difratograma do pó de inox 316L com difração em $2\theta = 43,50; 50,79$

e 74,69. Analisando o difratograma, o mesmo apresenta sua posição, intensidade relativa e forma semelhante ao disponível na ficha cristalográfica JCPDS 33-0397 (ICDD, 2004) que aponta os picos característicos presentes no aço inoxidável 316L.

**Figura 1.** Difratograma do pó de aço inoxidável 316L

A Figura 2 apresenta o difratograma do pó de carbetto de boro com seus picos de intensidade máxima de difração em $2\theta = 23,49; 34,91$ e $37,80$. Análogo ao difratograma anterior apresenta a posição, intensidade relativa e forma semelhante ao disponível na ficha cristalográfica do carbetto de boro JCPDS 6-0555 (ICDD, 2004).

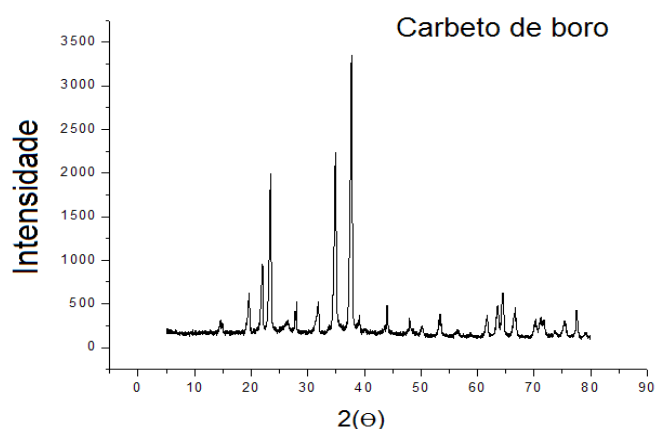


Figura 2. Difratograma de carbeto de boro grade HS

A Figura 3 apresenta a morfologia do pó de aço inoxidável 316L, como recebido pelo fabricante. Observa-se uma morfologia irregular e aglomerada com algumas partículas esféricas. A figura abaixo também apresenta uma partícula esférica com diâmetro de 43,3 μm .

Podemos visualizar uma morfologia irregular apresentada pelo pó do carbeto conforme Figura 4.

A amostra produzida em forno resistivo com patamar de 1100°C durante 15 minutos não sinterizou, em função do tempo adotado, sendo descartada sua análise microestrutural. Entretanto, para isoterma de 1100°C durante 60 minutos ocorreu a sinterização parcial conforme apresentado na Figura 5.

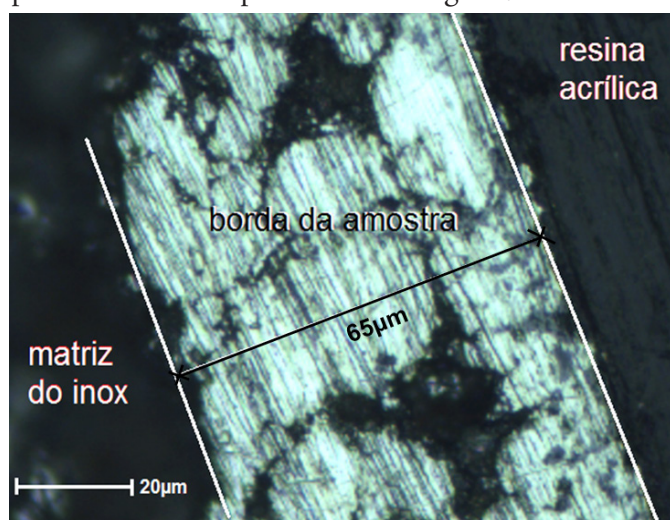


Figura 5. Micrografia obtida por microscopia óptica da região da borda na amostra sinterizada em FR com temperatura de 1100°C durante 60 minutos

Ao analisarmos a amostra da Figura 5, verificamos três regiões distintas: uma central onde ocorreu a sinterização das bordas (profundidade de sinterização próxima a 65 μm), a região à direita na figura (região formada por resina acrílica necessária para preparação

metalográfica) e a esquerda (região da matriz do aço inoxidável, onde não ocorreu a sinterização). Deve-se salientar a imprecisão na dureza média verificada nessa amostra, devido à fina camada sinterizada, apresentou uma microdureza próxima a 128 HV. A amostra 316L+B₄C sinterizada no forno micro-ondas para temperatura de 1100°C e tempo de 15 minutos apresentou uma excelente sinterização em todo seu volume e pode ser visualizada nas Figuras 6A, 6B e 6C.

A Figura 6A e 6B apresenta a fase austenítica presente na matriz do material com precipitações de carbeto de boro presentes nas “regiões de maior dureza”. A Figura 6C apresenta a impressão piramidal do ensaio de microdureza Vickers, que revelou 330HV, para diagonal horizontal que mediu 39,36 μm e na vertical com 42,89 μm . Segundo ASTM (2004) a dureza máxima do aço inoxidável 316L é 220HV. Ensaio de microdureza para a amostra sinterizada em forno micro-ondas apresentaram excelentes resultados, com valor mínimo de 202 Vickers e máximo de 690 Vickers e média de 406 Vickers. Os valores anotados nos ensaios de microdureza, para ambos os fornos, são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4. Microdureza Vickers (HV).

Tipo de forno	Microdureza (HV)		Média	Desvio padrão
Forno Resistivo (FR)	mín.	118	128,26	6,67
	máx.	139		
Forno Micro-ondas (FMO)	mín.	202	406,43	204,59
	máx.	690		

Para estimar o consumo de energia demandado pelos dois fornos para sinterização das amostras, considerou-se o tempo necessário para atingir a temperatura de 1100°C a uma taxa de 15°C/minuto para o forno resistivo (FR) e 30°C/minuto para o forno micro-ondas (FMO). A utilização de um tempo menor de sinterização para o FMO foi devido a resultados superiores aos apresentados pelo FR em 15 e 60 minutos. O cálculo para consumo de energia elétrica é apresentado na Tabela 5.

Tabela 5. Consumo de energia dos fornos.

Conforme visualizado na tabela 4, o consumo utilizado na amostra em FR com isoterma de 1100°C durante 60 minutos foi de 36kW/h e no FMO com

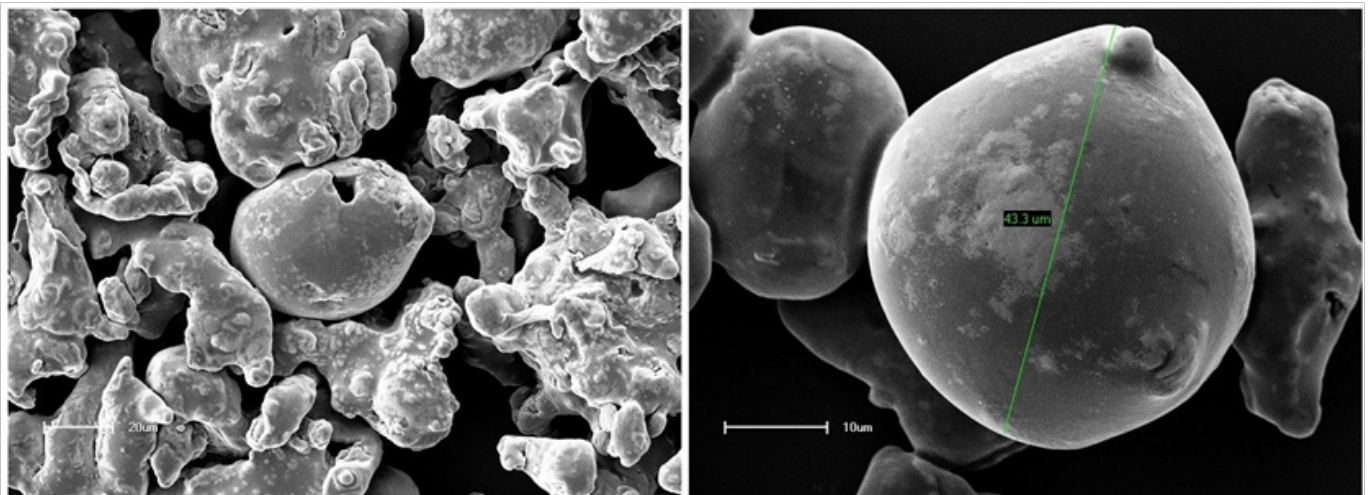


Figura 3. Micrografias obtidas via MEV do pó do aço inox 316L.

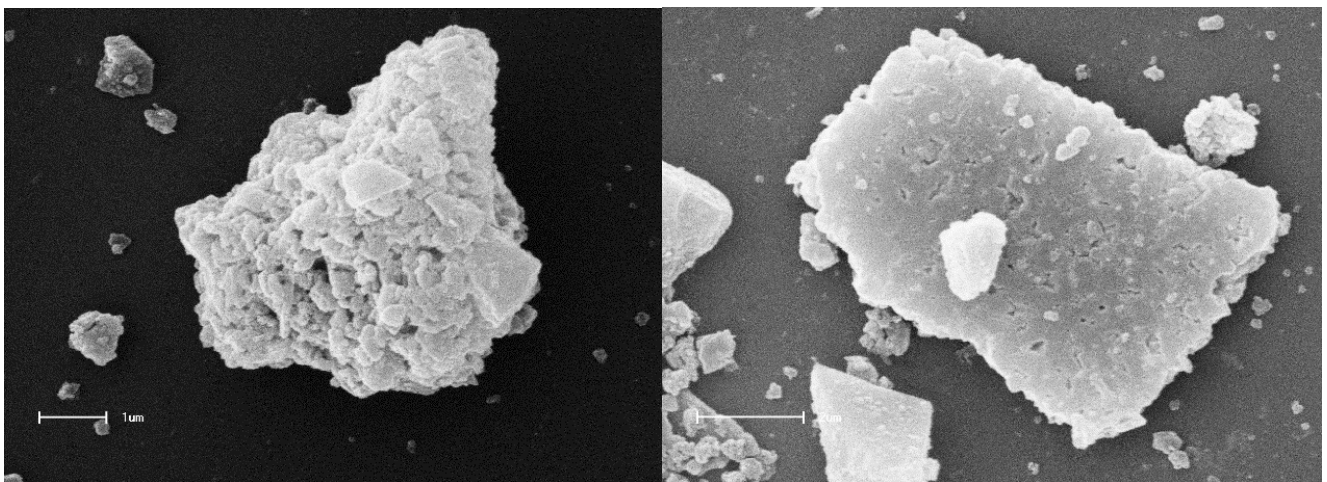


Figura 4. Micrografias obtidas via MEV do pó de carbeto de boro.

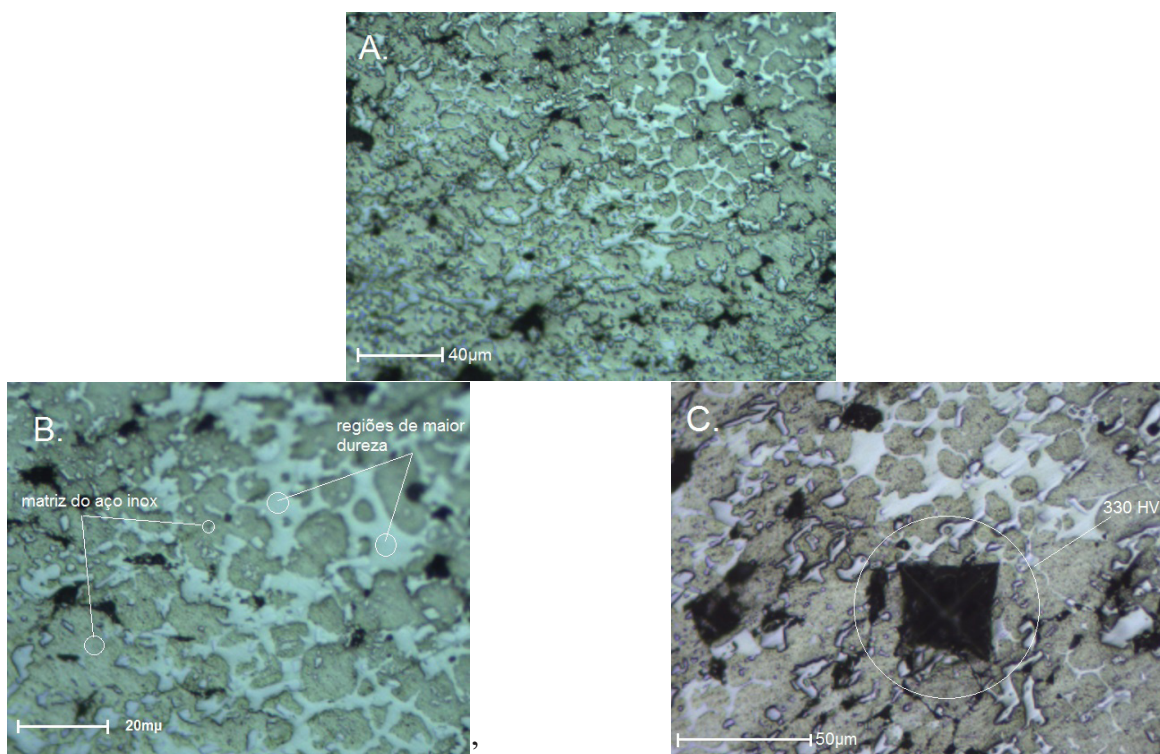


Figura 6. Micrografia obtida por microscopia óptica da amostra sinterizada em FMO com temperatura de 1100°C durante 15 minutos A) poros e B) precipitados (região de maior dureza) C) micrografia com a impressão de 330 HV

1100°C durante 15 minutos foi de 1,092kW/h. O consumo apresentados em ambos os fornos confirma resultados coletados por Maia et al. (2014) no qual aponta a energia de micro-ondas como promissora no processamento de materiais, em particular os cerâmicos, corroborando com o autor, a presente pesquisa apresentou excelentes resultados para a matriz metálica de aço inoxidável 316L. Os resultados na sinterização do aço SAE 316L+B₄C observou uma economia próxima a 96% gerado por ciclos térmicos menores com uma potência elétrica 10 vezes mais baixa. Cabe salientar que os resultados fazem referência à sinterização de uma amostra pequena, e que a sinterização de peças em escala industrial, fatores como o aquecimento das paredes do forno resistivo, penetração das micro-ondas também devem ser levados em consideração.

Conclusão

A partir dos resultados observados, podemos inferir a viabilidade no uso da energia de micro-ondas para sinterização de aço inoxidável 316L reforçado com partículas dispersas de carbeto de boro, verificando-se que:

Nos ensaios de microdureza, o valor médio encontrado em amostras processadas em forno micro-ondas, foi o triplo da dureza verificada em forno do tipo resistivo.

O forno micro-ondas demonstrou uma considerável economia de energia se comparado ao forno resistivo.

A sinterização por micro-ondas possibilitou realizar ciclos de processamento menores, equivalente a (um terço) do tempo utilizando forno resistivo.

A amostra produzida em forno resistivo sinterizou uma fina camada superficial na amostra para o tempo de 60 minutos. Por outro lado, o forno micro-ondas sinterizou todo o volume da amostra em 15 minutos.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e UFPEL pelo apoio financeiro e concessão de bolsas.

Literatura Citada

AGRAWAL, D. Microwave sintering of metal powders. Pennsylvania State University, USA. Woodhead Publishing

Limited, 2013, Cap. 12, p. 361-490.

AGRAWAL, D. Microwave sintering, brazing and melting of metallic materials. International Symposium Advanced processing of metals and materials. V. 4, p. 183-192, 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. West Conshohocken-PA- 2004. 12p.

ANGELO, P.C. SUBRAMANIAN, R. Powder Metallurgy: science, technology and applications. New Delhi, India. 2009. 300p.

BANSAL, A. SHARMA, A.K. KUMAR, P. DAS, S. Characterization of bulk stainless steel joints developed through microwave hybrid heating. Materials characterization, v.91, p.34-41, 2014.

BRITO, F. I. G. MEDEIROS, K. F. LOURENÇO J. M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. Holos, Ano 23, v.3, p.204-211, 2007.

CHILLAR, P. AGRAWAL, D. ADAIR, J.H.A. Sintering of molybdenum metal powder using microwave energy. Powder Metallurgy, v.51, n.2, p.182-187, 2008

ICDD- International Centre for Diffraction Data. JCPDS - ICDD PDF-2. 2004.

LORENÇO, J.M. Evolução microestrutural de ferro puro e ligas ferrosas sinterizadas por plasma. Florianópolis, UFSC. 2004. 149f. Tese Doutorado

MAIA, M.Z.A.A. MAIA, A.M.A, SILVA, V.J. MENEZES, R.R. SANTANA, L.N.L. Análise da influência da sinterização de alumina em fornos de micro-ondas e convencional. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 9, n. 2, p.86-91. 2014.

SURI, A.K. SUBRAMANIAN, C. SONBER, J.K. MURTHY, T.S.R.Ch. Synthesis and consolidation of boron carbide: a review, International Materials Review. v.55 p. 4-40, 2010.

YANG, J.H. SONG, K.W. Y. LEE, W. KIM, J.H. KANG, K.W. KIM, K.S. JUNG, Y.H. Journal of Nuclear Materials, v.325, p.210-216, 2014.

ZORZI, J. E.; PEROTTONI, C. A.; JORNADA, J. A. H. Hardness and wear resistance of B₄C ceramics prepared with several additives. Materials Letters, v.59, p. 2932-2935, 2005.