

# A INFLUÊNCIA DO MECANISMO DE SINTERIZAÇÃO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA PROCESSADOS EM MOINHO DE ALTA ENERGIA

E. G. ARAÚJO, J. F. LIBERATI, F. AMBROZIO

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN); Departamento de Engenharia de Materiais - Travessa R, 400 – Cidade Universitária CEP 05508-900 São Paulo/SP

## ABSTRACT

There is a processing technique in powder metallurgy called mechanical alloying, which produce composites with a homogeneous dispersion of reinforced particles.

The objective of this research is compare final density and alumina distribution in the composites: high speed steel M2, with and without copper phosphide, and Fe-0.6%P-0.9%C (in wt.%) alloy. All materials were mechanical alloyed. The consolidation was done by means of hot isostatic pressing (HIP) and sintering with liquid phase presence.

In the system M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> processed by HIP, with liquid phase, high density materials were obtained without significative modification of alumina distribution.

In the sintering of M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (liquid in the grain boundaries is found) or in M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-P (liquid phase forms between the steel particles and penetrates in the grain boundaries). The final density is low and, in both cases, the alumina is segregated in the grain boundaries.

On the other hand, in the Fe-0.6%P-0.9%C-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (liquid phase forms between the steel but not penetrate in grain boundaries) high relative density is reached and the alumina remains homogeneously disperse in the interior of the grains.

By means of microstructural analysis an influence of the sintering mechanism in the alumina distribution homogeneity was verified.

## RESUMO

Em metalurgia do pó, a técnica de processamento em moinhos de alta energia (PMAE), também conhecida como “mechanical alloying”, consegue produzir uma dispersão homogênea das partículas de reforço no pó da matriz.

O objetivo deste trabalho é comparar dados referentes à densidade final e à manutenção da homogeneidade da distribuição do reforço em compósitos à base de ligas ferrosas (aço rápido M2, aço rápido M2 com adição fosfeto de cobre e Fe-0,6%P-0,9%C) com adição 10% em volume de alumina obtidos por PMAE. A consolidação foi realizada por sinterização no estado sólido assistida por pressão, prensagem isostática a quente (HIP), ou por sinterização com presença de fase líquida, sem o uso de pressão externa, em forno com atmosfera redutora.

Os resultados mostram que no sistema M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> processado por HIP, sem a presença de fase líquida, obtém-se materiais altamente densificados e sem uma modificação significativa na distribuição da alumina.

Na sinterização com de fase líquida do compósito M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (líquido que se forma nos contornos dos grãos) ou no sistema M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-P (líquido se forma externamente às partículas, mas penetra nos contornos de grãos), não se consegue densidades próximas à teórica e, em ambos os casos, a alumina é segregada para os contornos de grãos.

No compósito Fe-0,6%P-0,9%C-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (o líquido se forma entre as partículas, mas não penetra nos grãos), são alcançadas altas densidades relativas e a alumina permanece no interior dos grãos.

A análise microestrutural destes compósitos de matriz metálica permite verificar a influência dos mecanismos de sinterização na homogeneidade da dispersão da alumina.

# **1. INTRODUÇÃO**

## **1.1 COMPÓSITOS**

Os compósitos de matriz metálica resultam da combinação artificial de duas fases: a matriz, na maioria dos casos é uma liga metálica; e o reforço, que, em geral, é um composto intermetálico, óxido, carboneto ou nitreto, dando origem a materiais, de alta resistência ao desgaste, que não podem ser produzidos através dos métodos convencionais [1].

Atualmente, estão sendo desenvolvidos compósitos à base de aços rápidos com adição de elevadas frações volumétricas de partículas cerâmicas [2]. O interesse nestes materiais é devido às possíveis aplicações em componentes resistentes ao desgaste, tais como assentos de válvulas para automóveis e peças para compressores.

Em especial, os resultados obtidos por Beltz e colaboradores para a adição de alumina ao aço rápido M2, mostraram que a resistência ao desgaste das amostras sinterizadas a vácuo duplicava quando se adicionava apenas 5% em volume de alumina ao M2, e que a resistência mecânica diminuía, mas mantendo-se ainda valores elevados (próximos a 2000 MPa). Já para 20% em volume de alumina, houve um aumento de uma ordem de grandeza na resistência ao desgaste, ocorrendo também uma diminuição da resistência mecânica para 1000 MPa [3].

A diminuição da tenacidade está associada à redução da densidade final destes compósitos após a consolidação – que varia de 90 a 93% da densidade teórica para adições de 10 e 5% em volume de alumina, respectivamente – e à formação de macrosegregações nos contornos de grão para teores de alumina a partir de 5% em volume [4].

## **1.2 O PROCESSAMENTO EM MOINHOS DE ALTA ENERGIA**

A microestrutura de um material tem grande efeito sobre as suas propriedades. Logo, uma das etapas da investigação da relação processo-propriedade de um material, é o estudo da influência do processamento na formação de sua microestrutura.

Em geral, na fabricação de compósitos, procura-se utilizar processos capazes de produzir um material com dispersão homogênea da fase cerâmica e estrutura interna uniforme, visando melhorar suas propriedades mecânicas. Uma das possíveis rotas para a produção de pós precursores de compósitos é o PMAE, conhecido também como “mechanical alloying” [5, 6].

O PMAE consiste numa íntima mistura dos componentes em moinhos do tipo vibratório, planetário ou atritor. Este processamento pode ser feito a seco (N<sub>2</sub>, Ar) ou em meio líquido (álcool, hidrocarbonetos), contanto que o sistema seja mantido sob uma atmosfera que

evite a excessiva oxidação do material. Nestes equipamentos, ocorre a transferência de energia cinética das esferas que estão se movendo a altas velocidades, da ordem de 7 m/s [7]. As partículas cerâmicas são cravadas nas partículas dos pós do metal base pelo impacto das esferas de moagem, iniciando-se assim, ciclos de soldagem e fratura entre as partículas do sistema, que acabam por promover a formação de pós de compósitos.

### **1.3 ROTAS DE CONSOLIDAÇÃO DE PÓS**

A prensagem isostática a quente (HIP) e a sinterização com presença de fase líquida são técnicas utilizadas na consolidação de peças produzidas por metalurgia do pó, podendo ser utilizadas na fabricação de compósitos de matriz metálica.

A HIP consiste em aplicar simultaneamente calor e pressão a uma cápsula metálica que contém pó atomizado. A pressão é aplicada de forma multiaxial através da compressão de um meio gasoso [8].

A densificação que ocorre durante a HIP é devida aos mecanismos de fluência, escoamento plástico assistido por alta temperatura e escorregamento de contornos de grão. Neste processamento não há a formação de fase líquida e a microestrutura resultante é isotrópica e com tamanho de grão pequeno [9].

Pela sinterização com presença de fase líquida é possível produzir componentes com boas propriedades físicas e mecânicas e, normalmente, a temperatura e o tempo de processamento são inferiores àqueles empregados na sinterização no estado sólido, sem o auxílio de pressão, devido à maior velocidade de difusão dos elementos no líquido do que no sólido. O líquido promove um aumento da densidade pela ação de forças de atração devido ao fenômeno de capilaridade e à redução do atrito entre as partículas sólidas [10].

## **2. OBJETIVOS**

Neste trabalho, procurou-se estudar a influência do tipo de sinterização na microestrutura dos compósitos M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-1,4%P (via Cu-P). A adição de alumina ao aço rápido M2 visa aumentar sua resistência ao desgaste e o fosfeto de cobre tem a função de reduzir a temperatura de sinterização para valores em torno de 1150°C [11].

Analisou-se, complementarmente, o comportamento dos compósitos M2+10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> consolidado por HIP, onde a sinterização ocorre sem a presença de fase líquida, e do Fe-0,6%P-0,9%C-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que é um sistema com boas propriedades mecânicas e que possui sinterização convencional [12, 13].

### **3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Nos experimentos, utilizou-se o pó de aço rápido M2 atomizado a água e recozido sob atmosfera de hidrogênio. O tamanho médio de partícula ( $\phi_m$ ), determinado por difração de laser, foi de 80 $\mu$ m. A composição química (porcentagem em peso) do aço M2 é: 0,83%C; 4,14%Cr; 4,81%Mo; 1,97%V; 6,20%W; 0,058%O e 0,027%N.

O aditivo fosfeto de cobre (14%P), obtido pela moagem de uma liga fundida., e seu tamanho médio de partícula do Cu-P é de 15 $\mu$ m.

A alumina, utilizada como reforço dos compósitos, foi fornecida pela Alcoa com tamanho médio de 72 $\mu$ m e pureza maior que 99%.

O pó de ferro HD177 ( $\phi_m = 97\mu$ m), atomizado a água, fornecido pela Belgo Brasileira S/A possui teor de carbono inferior a 0,01%.

O compósito M2 com 10% em volume de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi processado, por 15 horas, em um moinho tipo atritor Netzsch Molinex PE075, com jarra de polietileno de alta densidade, em bateladas de 100g de pó e 900g de esferas de aço 52100, de 7,5mm de diâmetro. A rotação da haste foi de 1400rpm e o recipiente de moagem protegido por uma atmosfera de nitrogênio.

O recozimento dos pós foi realizado sob fluxo de H<sub>2</sub> a 950°C por 1h e resfriamento no forno. A seguir, estes pós foram compactadas sob pressão de 550MPa e a sinterização dos materiais foi efetuada em forno de laboratório a 1100, 1150, 1200 e 1250°C (M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e a 1150°C (M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-1,4%P) por 1h, atmosfera de N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub> e resfriamento no forno.

Os compactados a verde de M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtido por PMAE foram selados, sob vácuo de 4x10<sup>-4</sup>Torr, em cápsulas de aço inóx 304. O ciclo de HIP constou de um aquecimento a 1100°C, a 30°C/min, mantendo-se este patamar por 30 minutos, numa pressão de 150MPa. O resfriamento foi realizado por despressurização rápida e desligamento do forno, levando aproximadamente 10 minutos para passar de 1100°C até 800°C, e 1 hora desde 800°C até a temperatura ambiente.

A preparação do compósito Fe-0,6%P-0,9%C-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foi realizada no moinho atritor de maneira idêntica àquela utilizada para o aço rápido. Já o recozimento do pó deste compósito foi feito a 800°C por 1h, com resfriamento no forno. A sinterização foi a 1320°C/1h, sob atmosfera de H<sub>2</sub> e resfriamento no forno.

## **4. RESULTADOS**

### **4.1 COMPÓSITOS M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

#### **4.1.1 PROCESSAMENTO EM MOINHO DE ALTA ENERGIA**

O PMAE do compósito M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, por 15h, resultou em um pó de tamanho médio igual a 10µm. A alumina foi cominuída até cerca de 1µm, estando distribuída no interior das partículas de aço, mais especificamente nos contornos produzidos pela soldagem a frio das partículas metálicas.

Houve uma contaminação dos pós por oxigênio, proveniente da atmosfera de moagem (não se conseguiu uma vedação total do sistema) e carbono, liberado pelo recipiente de polietileno usado na moagem. O teor de oxigênio ficou em 0,4% e o de carbono 2,5%.

O pequeno tamanho de partícula e a contaminação do compósito, levaram a se realizar um recozimento em atmosfera de hidrogênio a 950°C. Este tratamento proporcionou um aumento na compactabilidade dos pós, de 61% para 68% da densidade teórica (DT), e uma redução do teor de carbono e oxigênio para 0,91 e 0,3%, respectivamente.

#### **4.1.2 SINTERIZAÇÃO COM PRESENÇA DE FASE LÍQUIDA DO M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

O pó do compósito M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, após PMAE (15h) e recozimento, foi sinterizado a 1100, 1150, 1200 e 1250°C, por 1h, sob atmosfera de N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>. As densidades relativas obtidas foram de 70, 74, 87 e 87%DT, respectivamente.

Nas temperaturas de sinterização de 1100 e 1150°C, observa-se ainda os contornos de partícula do compósito e um pequeno aumento no tamanho do carboneto tipo M<sub>6</sub>C com o aumento da temperatura. A alumina mantém-se homoganeamente dispersa na matriz.

A 1200°C, ocorre o coalescimento de carbonetos e a aglomeração da alumina, ambos passando a delinear os contornos de grão. O tamanho médio de grão é de 5µm.

A 1250°C, ocorre um crescimento acentuado do tamanho de grão (para 21µm) e os contornos exibem uma estrutura mista de carbonetos coalescidos e aglomerados de alumina, como mostrado na figura 1 (A).

#### **4.1.3 SINTERIZAÇÃO COM PRESENÇA DE FASE LÍQUIDA DO M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+1,4%P**

A fim de se reduzir a temperatura de sinterização do compósito à base de M2, foi adicionado ao pó de M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, após PMAE (15h) e recozimento, 1,4% de fósforo via fosfeto de cobre. A densidade a verde foi de 69%DT e, após sinterização a 1150°C, por 1hora, em atmosfera de N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>, obteve-se uma densidade relativa de 87%DT.

A microestrutura apresentou um tamanho médio grão de 16µm, coalescimento dos carbonetos M<sub>6</sub>C e segregação da alumina, conforme a Figura 1 (B). Portanto, este material

teve o mesmo comportamento, quanto à densificação do compósito, sem adição de fosfeto de cobre sinterizado a 1250°C.

#### 4.1.4 O COMPÓSITO M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PRENSADO ISOSTATICAMENTE A QUENTE (HIP)

Na figura 1 (C) é apresentada a microestrutura do compósito M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> produzido por HIP, a partir do pó processado por 15h no moinho atritor e recozido. Observa-se uma distribuição homogênea de alumina e uma alta densidade final, 99%DT. Devido a alta taxa de resfriamento imposta à amostra, obteve-se uma matriz martensítica.

#### 4.2 COMPÓSITO Fe-0,6%P-0,9%C-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Na Figura 1 (D), é apresentada a micrografia do Fe-0,6%P-0,9%C-10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> processado em moinho atritor, recozido e sinterizado.

Pode-se observar a ocorrência de grãos de tamanho médio igual a 30µm, com partículas finas de alumina homogeneamente dispersas no seu interior. Há também ilhas, um pouco mais escuras que a matriz, que supõem-se ser resultantes da solidificação da fase líquida, devido ao fato de seu teor de fósforo, 1,1%, ser maior do que o teor médio deste elemento na matriz, que é 0,5%. O nível de porosidade não é elevado, cerca de 4%, e os poros são, em sua maioria, arredondados.

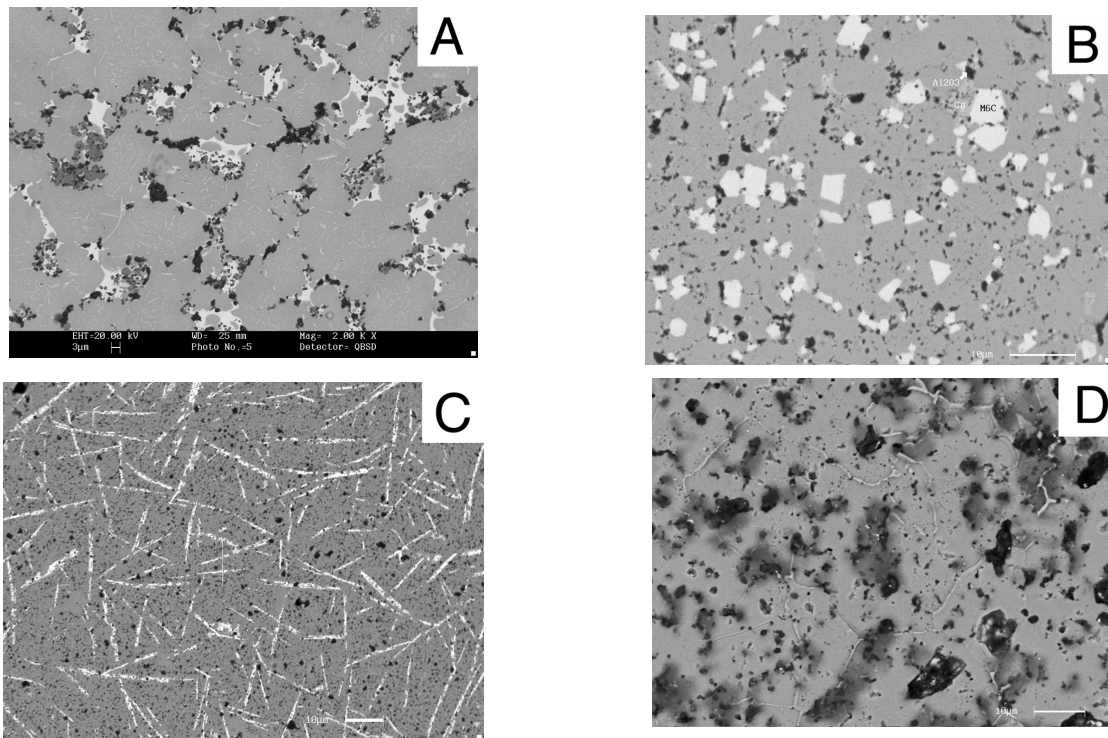


Figura 1 – (A) Compósito M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sinterizado a 1250°C/1h/N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>. Nota-se a presença de grãos grosseiros, delineados por filmes de carbonetos e alumina. (B) Compósito M2+10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+1,4%P(via Cu<sub>3</sub>P) sinterizado a 1150°C/1h/N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>. A microestrutura é semelhante a anterior, com carbonetos M<sub>6</sub>C retangulares e alumina segregada nos contornos de grão. (C) M2+10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + HIP, matriz martensítica e alumina dispersa homogeneamente. (D) Fe-0,6%P-0,9%C-10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – a fase líquida se, formada externamente às partículas, não penetra nos contornos de grão. O material apresenta distribuição homogênea de alumina no interior dos grãos.

## **5. DISCUSSÃO**

Nos pós de aços rápidos a sinterização é do tipo supersolidus, ou seja, a sinterização é realizada a uma temperatura entre as linhas solidus e liquidus do material, fornecendo um líquido resultante da fusão parcial da fase sólida [10, 11].

Na sinterização do aço M2 tem-se a formação de fase líquida nos contornos de grão normalmente a temperatura entre 1240-1250°C. O filme líquido penetra nos contornos de grão e de partícula e desintegra os grãos. Estes grãos se rearranjam devido a fenômenos de capilaridade, seguindo-se uma rápida densificação. A seguir, ocorre o crescimento de grão pelo processo de solução-reprecipitação, onde o transporte de material ocorre, principalmente, por difusão através do líquido.

Na sinterização do aço rápido com adição de fosfeto de cobre, segundo proposta de Bolton [10], haveria a formação de fases líquidas decorrentes da reação de fosfetos, carbonetos ( $M_6C/MC$ ) e ferro, a temperaturas entre 980°C e 1150°C. Os líquidos são formados nos contatos entre a partícula de aço e o portador de fósforo e, com o aumento da temperatura, são capazes de penetrar nos contornos de grão e promover a densificação do sistema.

No compósito M2-10% $Al_2O_3$  obtidos por PMAE há uma dispersão homogênea da alumina, localizada nas linhas de soldagem a frio, no interior das partículas de aço.

O mecanismo básico de sinterização é análogo ao aço M2. A fase líquida se forma entre os grãos e, necessariamente, penetra nos contornos de grãos, desintegrando-os. No entanto, após a sinterização do compósito não se consegue altas densidades finais. Isto pode ser explicado levando-se em conta que:

- As forças que mantêm a alumina no aço rápido são fracas, já que não há nenhuma reação entre a matriz e o reforço durante a etapa de aquecimento e nem entre o reforço e a fase líquida formada na sinterização e
- A baixa molhabilidade entre a fase líquida e a alumina promove o carregamento da alumina pelo líquido. alumina em suspensão, o que modifica as propriedades físicas da fase líquida, principalmente sua viscosidade, e dificulta a etapa de rearranjo.

Em termos de microestrutura, pode-se entender a estrutura final, composta por aglomerados que são formados por carbonetos e alumina nos contornos, devido ao fato de a alumina, que é quimicamente inerte com a fase líquida, não interferir no processo de solução-reprecipitação, permanecendo em suspensão até a solidificação.

No compósito M2-10%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> processado em moinho de alta energia e com posterior adição de fosfeto de cobre por mistura simples, o mecanismo é semelhante ao sistema M2 com fosfeto de cobre. Portanto, neste caso, o líquido é formado no exterior das partículas, mas possui a característica de penetrar nos contornos de grão, desintegrando-os. Deste modo, não se consegue atingir uma alta densidade final, novamente por causa do ineficiente rearranjo do sistema provocado pela grande quantidade de alumina em suspensão no líquido.

No sistema Fe-P-C-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, o líquido se forma entre as partículas mas não penetra nos contornos de grão. Neste caso a quantidade de alumina incorporada ao líquido é menor, já que grande quantidade do reforço ainda está dispersa no interior das partículas, fora do alcance da fase líquida. A etapa de rearranjo deste compósito é efetiva, levando a densidade final do compósito a valores próximos ao teórico.

A forma que se mostrou eficiente para a obtenção do compósito M2 com dispersão de alumina foi a HIP. Deste modo não há líquido no sistema e pode-se obter alta homogeneidade do reforço e densidade próxima à teórica. As recomendações, quanto ao processo, é desenvolver um método de selagem a vácuo do pó compactado, além de controlar as variáveis temperatura e pressão. A desvantagem desta técnica é a necessidade um equipamento sofisticado e caro, e o produto final são preformas que seguem as operações de transformação mecânica convencionais.

## **6. CONCLUSÕES**

Este trabalho apresentou três rotas para a produção de compósitos à base ligas ferrosas com adição de alumina, produzidos pela utilização a técnica de PMAE, obtendo-se alta densidade e homogênea distribuição de alumina nos sistemas :

- Sinterização no estado sólido por HIP nos aços M2.
- Sinterização em que a fase líquida formada não tem a capacidade de penetrar nos contornos de grão e carregar as partículas de reforço, caso Fe-C-P-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Nos compósitos M2-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, com ou sem adição de fosfeto de cobre, onde ocorre a formação de um líquido que penetra nos contornos de grão e carrega a fase de reforço, não se obtém altas densidades nem uma distribuição homogênea da alumina.



## **7. BIBLIOGRAFIA**

- (1) MORTENSEN, A., JIN, I. Solidification processing of metal matrix composites. **Int. Mat. Rev.**, v. 37, n.3, p. 101-128, 1992.
- (2) REBBECK, M. M., BOLTON, J. D., LEWICKA-SHAFFER, M. Enrichment of high speed steels with hard ceramic particles by three different processing routes. In: PM'90 International powder metallurgy conference. **Proceedings**. London, 1990. P. 196-199.
- (3) BELTZ, R. J., DANKOFF, J. D., QUEENEY, R.A. **Progress in Powder Metallurgy**, v. 41, p. 235-250, 1985 apud MARTINS, I. M., OLIVEIRA, M. M., CARVALHINHOS, H. Wear resistant high speed steel matrix composites. In: CAPUS, J. M., GERMAN, R. M. (Comps.). **Advances in powder metallurgy and particulate materials**. Princeton, NJ.: Metal Powder Industries Federation, 1992, v. 6, p. 213-222.
- (4) KIM, Y., CHUNG, H. KIM, B., AHN, J. Process and properties of mechanically alloyed high speed tool steels. In: CAPUS, J. M., GERMAN, R. M. (Comps.). **Advances in powder metallurgy and particulate materials**. Princeton, NJ.: Metal Powder Industries Federation, 1992, v. 7 p. 383-396.
- (5) BENJAMIN, J. S. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. **Metall. Trans.**, v. 1, 2943-2951, 1970.
- (6) BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying - A perspective. In: ARZT, E., SCHULTZ, L. (Eds.). **New materials by mechanical alloying techniques**. Calw-Hirsan (FRG), 1988, p. 3-18.
- (7) SCHWARZ, R. B. Introduction to the viewpoint set on: mechanical alloying. **Scripta Met. Mater.**, v. 34, n.1, p. 1-4, 1996.
- (8) TAKIGAWA, H. Properties of high speed steels produced by powder metallurgy. **Powder Metallurgy**, n°4, p. 196-202, 1981.
- (9) KOIZUMI, M., NISHIHARA, M. **Isostatic Pressing - Technology and Applications**. New York, Elsevier Applied Science, 1991, p. 195.
- (10) BOLTON, J. D; JEANDIN, M; JOUANNY-TRÉSY, C. Mechanisms of sintering in high speed steels with phosphorus alloying additions. **Powder Metall.**, v. 33, n. 2, p. 126-132, 1990.
- (11) BOLTON, J. D; BAAH, H.O. Liquid phase sintering of various high speed steels with copper-phosphorus addition. **Powder Metall.**, v. 34, n. 4, p. 273-279, 1991.
- (12) ROSSKAMP, H.; OSTGATHE, M.; THÜMMLER, F.; ENGSTRÖM, U.; VÄNNMAN. Sintered steels with inert hard phase produced by mechanical alloying in ball mill. **Powder Metall.**, v. 39, n. 1, p. 37-43, 1996.
- (13) THÜMMLER, F., GUTSFELD, C. Sintered steels with high content of hard phases: A new class of wear resistant materials. **Powder Metall. Int.**, v.23, n. 5, p. 285-290 , 1991.
- (10) GERMAN, R. M. **Liquid phase sintering**. New York, NY:Plenum, 1985, 240 p.
- (11) TANDON, R., GERMAN, R. M. Supersolidus-transient liquid phase sintering using superalloy powders. **Int. J. Powder Metall.**, v. 30, n. 4, p. 435-443, 1994.