

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS DO AÇO RÁPIDO AISI M2 COM ADIÇÃO DE NbC VIA MOAGEM DE ALTA ENERGIA¹

Oscar Olimpio de Araujo Filho²
Cezar Henrique Gonzalez³
Severino Leopoldino Urtiga Filho⁴
Mauricio David Martins das Neves⁵
Francisco Ambrozio Filho⁵

Resumo

O objetivo do presente trabalho consiste na elaboração do aço rápido AISI M2 com adição de 6% de carboneto de nióbio (NbC) utilizando-se moagem de alta energia em um moinho Zoz do tipo Attritor horizontal. A relação bola:pó utilizada foi de 10:1 e os tempos de moagem foram de 5, 10 minutos e 1 hora. Estudou-se a influência dos tempos de moagem na morfologia das partículas usando-se Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e por espectrometria de baixa energia dispersiva de raios X (EDS) objetivando a caracterização dos pós. A seguir os pós foram compactados uniaxialmente a frio e observou-se o encruamento dos mesmos no sentido de obter-se compactados isentos de trincas. Para todos os tempos de moagem o nióbio apresentou-se incrustado nas partículas do aço rápido M2, mas apresentaram-se excessivamente encruados e produziram trincas por ocasião da compactação. Medidas de teores de carbono e de oxigênio foram procedidas e apresentaram-se dentro do esperado.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; Moagem de alta energia; Caracterização microestrutural.

PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF AISI M2 HIGH SPEED STEEL POWDERS WITH THE ADDITION OF NbC BY MECHANICAL ALLOYING

Abstract

Mechanical Alloying (MA) has been used primarily for particle size reduction, to its present status as an important method for the preparation of either materials with enhanced physical and mechanical properties or, indeed, new phases, or new engineering materials. In this work, Niobium carbide (NbC) was added to the AISI M2 HSS by Mechanical Alloying technique in an attritor mill and was characterized by means of SEM plus EDS. The milling times used were one hour, 10 and 5 minutes. The ball/powder ratio was 10:1. Then the powders were submitted to a suitable heat treatment of annealing either under vacuum and hydrogen atmospheres. The material which resulted from the milling procedure during one hour, 10 and 5 minutes was cold uniaxially compacted and it was observed cracks in all green compacts. The carbon and oxygen contents were obtained too. The sintering of the AISI M2 plus NbC will be discussed in a next work.

Key words: Powder metallurgy; Mechanical alloying; Microstructural characterization.

¹ Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Engenheiro Mecânico, Doutor em Tecnologia Nuclear pelo IPEN-CNEN/SP- Prof. Colaborador da PPGEM do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE – Rua Acadêmico Hélio Ramos S/N. Cidade Universitária – Recife – PE – Brasil.

³ Engenheiro Mecânico, Prof. Doutor Adjunto 2 do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE – Rua Acadêmico Hélio Ramos S/N. Cidade Universitária – Recife – PE – Brasil.

⁴ Engenheiro Mecânico, Prof. Doutor Adjunto 4 do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE – Rua Acadêmico Hélio Ramos S/N. Cidade Universitária – Recife – PE – Brasil.

⁵ Engenheiro Metalurgista, Prof. Dr. do IPEN-CNEN/SP- Av. Prof. Lineu Prestes Nº 2242 – USP – Butantã – São Paulo – SP – Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O presente trabalho de pesquisa tem como objetivo a obtenção de pós do aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio através de moagem de alta energia. Essa adição de NbC permite a utilização de temperaturas de austenitização e têmpera mais elevadas uma vez que o NbC atua no contorno de grão ancorando os grãos não permitindo que os mesmos cresçam ainda quando tratados termicamente a temperaturas mais elevadas o que é benéfico e interessante para o desempenho de um aço ferramenta.^(1,2)

A moagem de alta energia *Mechanical alloying* é um processamento de pós em moinhos de bolas de alta energia, como os moinhos vibratórios, planetários e atritores. Nestes equipamentos, ocorre a transferência de energia cinética das esferas que estão se movendo em altas velocidades, da ordem de 7 m/s, para as partículas de pós através do cisalhamento ou impacto. Esta técnica permite conseguir uma ligação, a nível atômico, dos elementos químicos que constituem os pós de partida, formando uma liga por um processamento realizado totalmente no estado sólido. Além de misturas de pós elementares, pós pré-ligados e cerâmicos, como óxidos, nitretos, etc., podem ser usados também na produção de compósitos.

Nesta técnica, a matéria-prima e os meios para moagem, em geral, esferas de aço, são colocados em um recipiente (*via*) no qual ocorrerá a agitação no moinho de alta energia. A matéria-prima, em geral, é constituída de pós comerciais, com tamanho de partícula no intervalo de 1 μm e 200 μm . O tamanho das partículas não é crítico, desde que não exceda o tamanho das bolas. O tamanho decresce exponencialmente com o tempo de moagem, atingindo um valor de poucos μm após alguns minutos de processamento. A agitação é realizada à temperatura ambiente, com o material no estado sólido. A energia de ativação necessária para a ocorrência das reações químicas e alterações estruturais é obtida pela energia mecânica associada a tal agitação.⁽³⁾

O produto é resultante das colisões entre as esferas e o material, havendo etapas alternadas de soldagem e fratura do material. A eficácia do processamento é decorrente desta alternância de etapas de fratura e soldagem, o que mantém material não-reagido sempre em contato, facilitando a reação.

De modo geral, as possibilidades de processamento de materiais por moagem de alta energia são muito amplas, embora sua grande maioria seja estudada apenas em laboratório. Pode-se citar:

- produção de materiais com fina dispersão de partículas de segunda fase;
- aumento do limite de solubilidade, produzindo soluções sólidas;
- refino da microestrutura, a ponto de haver a formação de grãos nanocristalinos;
- síntese de fases cristalinas metaestáveis;
- formação de materiais amorfos;
- introdução de grandes quantidades de elementos de liga em sistema imiscíveis ou de baixa miscibilidade, produzindo novas ligas que não são conseguidas através da metalurgia convencional; e
- indução de reações químicas a baixas temperaturas ou mesmo à temperatura ambiente, obtendo-se intermetálicos, carbonetos e silicetos.

Diversos tipos de produtos podem ser fabricados utilizando-se este método de processamento, a saber, pós de ligas metálicas, materiais compósitos, intermetálicos, cerâmicos e magnéticos. Uma das vantagens da moagem de alta energia é a possibilidade de obtenção de ligas fora do equilíbrio.^(4,5)

No futuro, a moagem de alta energia poderá ser usada para sinterizar ligas especiais, dentre elas, ligas para componentes de motores de aeronaves, sendo que os principais materiais a serem processados serão os intermetálicos e os compósitos à base de Ni, Ti, Al e Nb.⁽⁶⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Composição Química do Aço AISI M2

Tabela 1. Composição química do aço (% em massa).

	Mo	W	Mn	Cr	Si	V	Fe	C
M2	4,8	6,2	0,25	4,1	0,27	1,97	Bal.	0,83

A composição química acima apresentada pela tabela 1, foi fornecida pelo fabricante do material (HÖGANÄS).

2.2 Moinho Horizontal de Alta Energia Zoz CM-01

O moinho Zoz CM-01, por ser do tipo attritor horizontal, quando comparado ao attritor vertical, possui uma melhor distribuição do material e bolas, uma maior homogeneização durante o processamento e conseqüente melhoria nos resultados obtidos.

A partir da quantidade estabelecida de material e da relação entre a massa de pó e a massa da carga de bolas (relação bola:pó = 10:1), o pó (mistura de M2 + 6% NbC) e as bolas (esferas de aço cromo 3/16") eram colocados no recipiente para moagem. Após o fechamento do recipiente foi realizada a injeção de gás nitrogênio pela conexão do cilindro de gás à válvula. Na última etapa foi efetuado o processamento do material com rotação do moinho igual a 1500 rpm por um período de uma hora, 5 e 10 minutos.

2.3 Tratamento Térmico de Recozimento

Foi realizado o tratamento térmico de recozimento da mistura do pó de M2 + 6% de NbC a uma temperatura de 800°C por um período de 2 horas a vácuo e posteriormente em atmosfera de hidrogênio. Este processo foi realizado apenas para as amostras que sofreram o processo de moagem por tempo de 1 hora. As amostras batidas por tempos de 5 e 10 minutos não passaram pelo processo de tratamento térmico de recozimento.

2.4 Compactação Uniaxial a Frio

As amostras da mistura do pó de M2 + 6% NbC foram compactadas uniaxialmente a frio numa prensa automática a pressões de compactação de 700 MPa e 500 MPa. Este processo foi realizado para as amostras que sofreram o processo de moagem por tempos de 1 hora, 10 minutos e 5 minutos. Utilizamos uma matriz com diâmetro de 11,3 mm.

3 RESULTADOS

3.1 Moagem por um Período de 1 Hora do Pó de M2 + 6% NbC

Nas Figuras 1 e 2 pode-se observar as micrografias da mistura do pó de M2 + 6% de NbC após moagem por um período de uma hora com rotação do moinho igual a 1.500 rpm obtidas por microscopia eletrônica de varredura (elétrons retroespalhados e secundários).

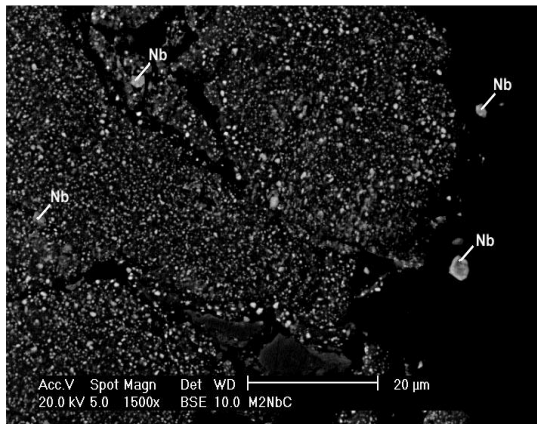


Figura. 1. Micrografia do pó de M2 + 6% NbC após moagem (Imagem de elétrons retroespalhados).

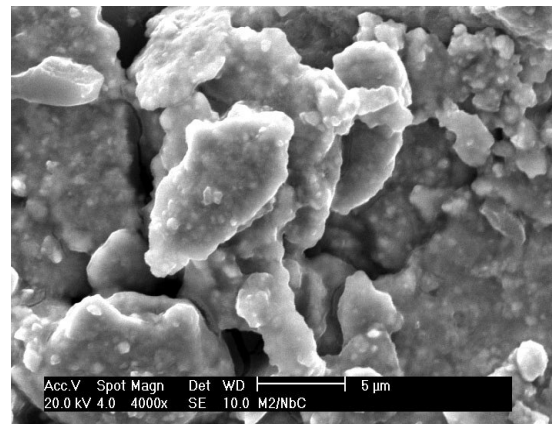


Figura. 2. Micrografia do pó de M2 + 6% NbC após moagem. (Imagem de elétrons secundários).

As Figuras 3 e 4 apresentam microanálises de EDS da fase matriz e do nióbio agregado às partículas do aço rápido AISI M2:

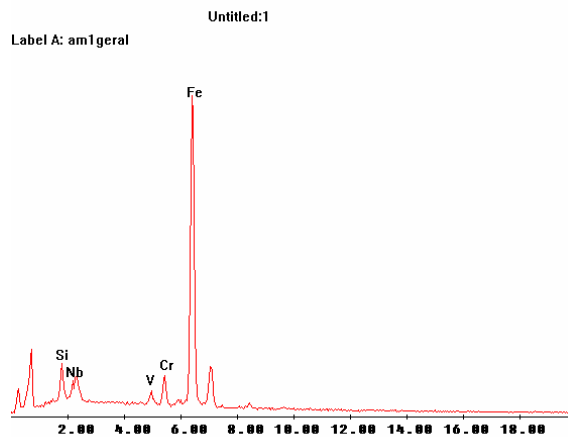


Figura 3. Microanálise de EDS da fase matriz do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado por Mechanical Alloying.

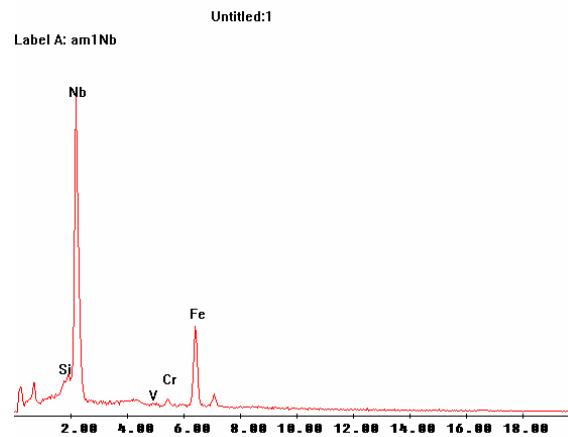


Figura 4. Microanálise de EDS do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado por Mechanical Alloying (fase contendo Nb).

3.1.1 Compactação uniaxial a frio

A Figura 5 ilustra as amostras do pó de M2 + 6% NbC obtidas para um tempo de moagem de 1 hora e compactadas uniaxialmente a frio com pressões de compactação de 700 MPa e 500 MPa.

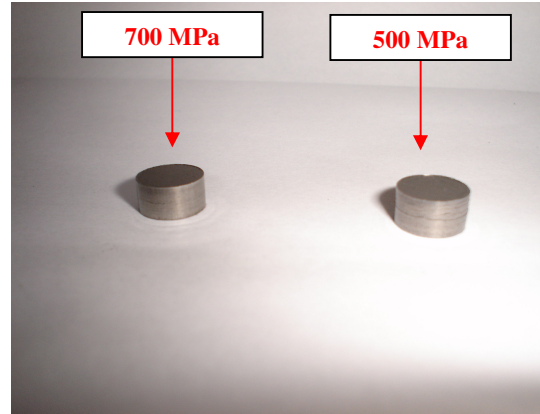


Figura. 5. Amostras compactadas uniaxialmente a frio com pressões de 700 e 500 MPa.

Nas Figuras 6 e 7 são mostradas as micrografias das amostras compactadas, vide as trincas formadas decorrentes do processo de compactação.

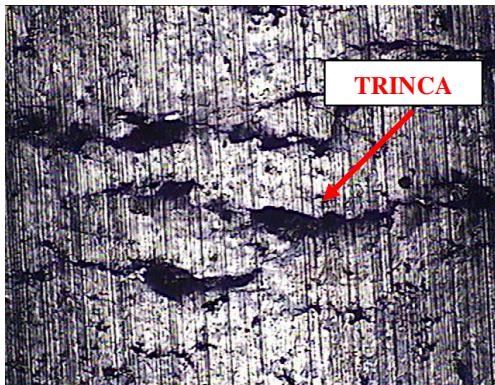


Figura. 6. Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 500 MPa. Tempo de moagem de 1 hora. 50×

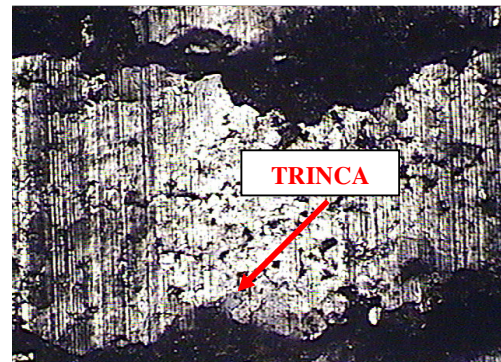


Figura. 7. Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 500 MPa. Tempo de moagem de 1 hora. 50×

3.2 Moagem por um Período de 10 Minutos do Pó de M2 + 6% NbC

Nas Figuras 8 e 9 pode-se observar as micrografias da mistura do pó de M2 + 6% de NbC após moagem por um período de 10 minutos com rotação do moinho igual a 1.500 rpm obtidas por microscopia eletrônica de varredura (elétrons secundários).

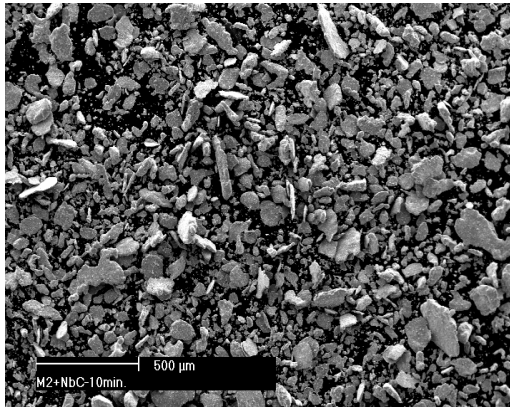


Figura. 8. Micrografia da mistura do pó de M2 + 6% NbC após moagem.

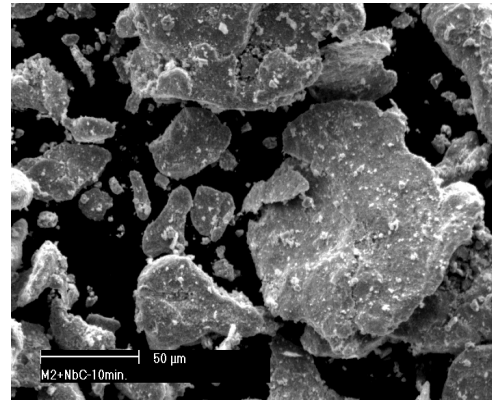


Figura. 9. Micrografia da mistura do pó de M2 + 6% NbC após moagem.

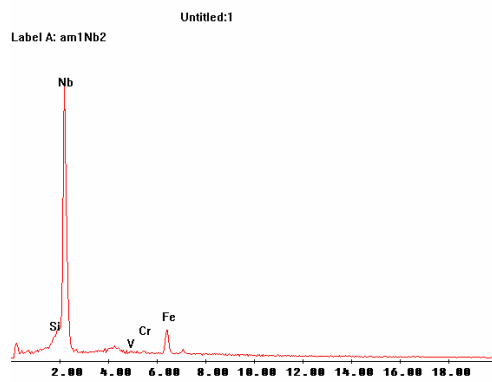


Figura. 10. Microanálise de EDS do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado por 10 minutos por Mechanical Alloying (fase contendo Nb).

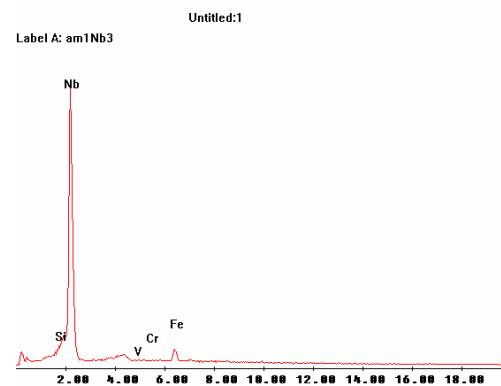


Figura. 11. Microanálise de EDS do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado por 10 minutos por Mechanical Alloying (fase contendo Nb).

3.3 Compactação Uniaxial a Frio

A Figura 12 ilustra as amostras da mistura do pó de M2 + 6% NbC obtidas por um tempo de moagem de 10 minutos e compactadas uniaxialmente a frio com pressões de compactação de 700 MPa e 500 MPa.

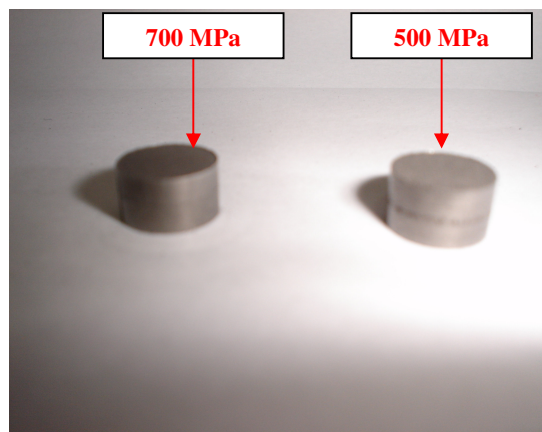


Figura. 12 Amostras compactadas uniaxialmente a frio com pressões de 700 e 500 MPa.

Nas Figuras 13 e 14 são vistas as micrografias dos compactados, onde visualiza-se as trincas formadas na compactação para o tempo de moagem de 10 minutos.

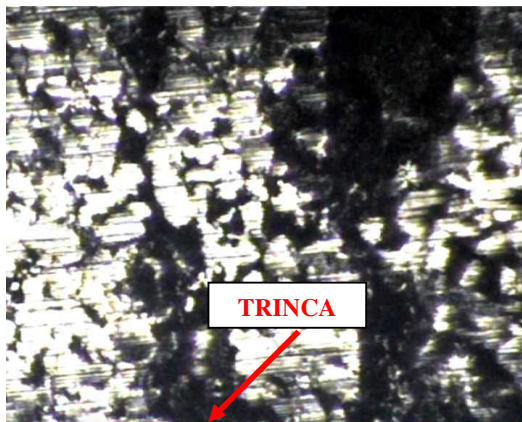


Figura. 13. Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 700 MPa. 50×

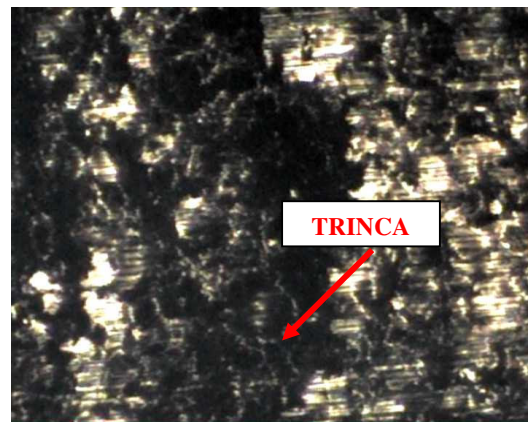


Figura. 14 Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 500 MPa. 50×

3.3 Moagem por um período de 5 minutos do pó de M2 + 6% NbC

Nas Figuras 15 e 16 pode-se observar as micrografias da mistura do pó de M2 + 6% de NbC após moagem por um período de 5 minutos com rotação do moinho igual a 1.500 rpm obtidas por MEV (elétrons secundários).

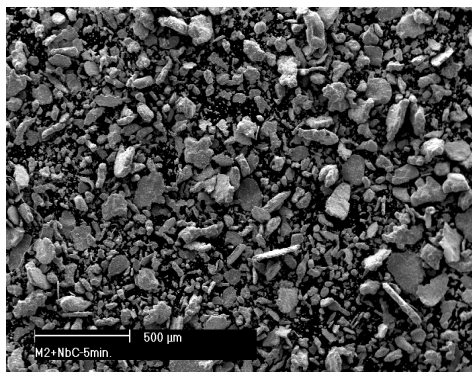


Figura. 15. Micrografia do pó de M2 + 6% NbC após moagem.

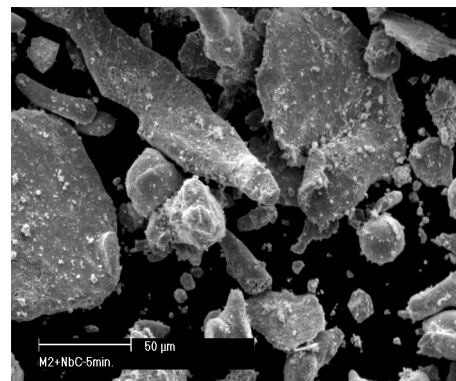


Figura. 16. Micrografia do pó de M2 + 6% NbC após moagem.

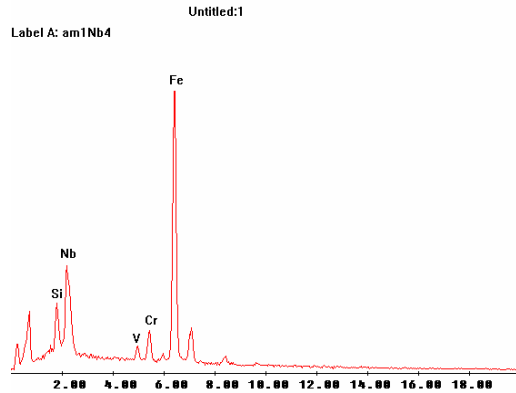


Figura. 17. Microanálise de EDS da fase matriz do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado 5 minutos por Mechanical Alloying.

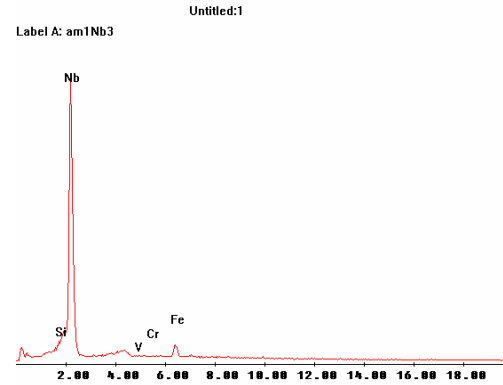


Figura. 18. Microanálise de EDS do aço rápido AISI M2 com a adição de NbC processado 5 minutos por Mechanical Alloying (fase contendo Nb).

3.3.1 Compactação UNIAXIAL A FRIO

A Figura 19 ilustra as amostras da mistura do pó de M2 + 6% NbC obtidas por um tempo de moagem de 5 minutos e compactadas uniaxialmente a frio com pressões de compactação de 700 MPa e 500 MPa.

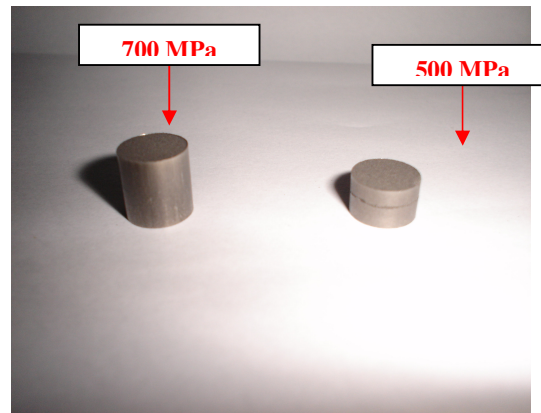


Figura 19. Amostras compactadas a 700 e 500 MPa

Nas Figuras 20 e 21, visualiza-se as trincas formadas no processo de compactação.

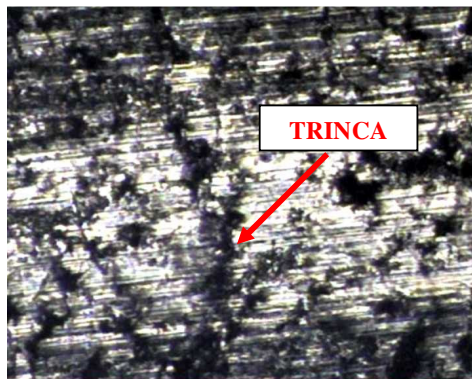


Figura 20. Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 700 MPa. Tempo de moagem de 5 minutos. 50x

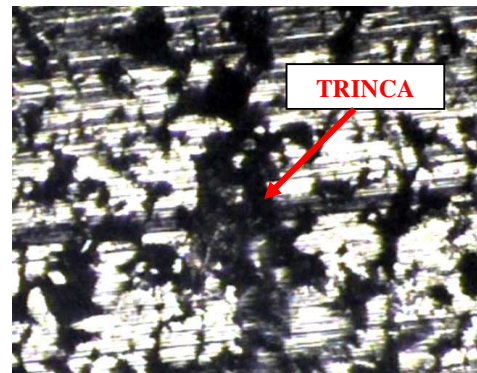


Figura. 21. Imagem de MO da amostra compactada uniaxialmente a frio com pressão de compactação de 500 MPa. Tempo de moagem de 5 minutos. 50x

3.4 Quantificação de Carbono e Oxigênio

Realizou-se o ensaio de combustão direta detecção por infravermelho para a determinação dos teores de carbono e oxigênio. Os resultados estão apresentados nas Tabelas 2 e 3. Estas análises foram realizadas para a amostra que sofreu o processo de moagem por um período de uma hora.

Tabela 2. Quantificação dos teores de carbono e oxigênio antes do tratamento térmico de recozimento.

Carbono (%C)	Oxigênio (%O)
1,34 ± 0,01	0,89
	0,87
	0,87

O teor teórico de carbono calculado para o material (M2 + 6% de NbC) corresponde a 1,4% apresentando-se próximo ao encontrado no ensaio realizado (Tabela 2).

Tabela 3. Quantificação dos teores de carbono e oxigênio após do tratamento térmico de recozimento.

Recozimento	Carbono (%C)	Oxigênio (%O)
TT a vácuo	1,24 ± 0,02	0,82
		0,81
		0,85
TT a hidrogênio (atmosfera redutora)	1,17 ± 0,02	1,0
		1,0
		1,0

4 DISCUSSÃO

O processo de adição de NbC ao pó do aço rápido AISI M2 foi bem sucedido como verificado pelo MEV + EDS. Com os dados apresentados na Tabela 2 e 3, podemos observar que os valores dos teores de oxigênio tanto para a amostra sem recozimento quanto para as amostras recozidas (principalmente para o tratamento térmico de recozimento a vácuo) foram bem próximos, portanto, não realizamos este tratamento térmico para as amostras obtidas por um tempo de moagem de 5 minutos e 10 minutos.

Já as imagens de microscopia óptica das amostras compactadas uniaxialmente a frio, nos revela que para todas as amostras compactadas nas pressões de 700 MPa e 500 MPa obtivemos trincas decorrentes do processo de compactação, sabendo-se que o material estava oxidado e com alto índice de encruamento, diminuindo assim a deformação plástica do mesmo. Todas as amostras serão sinterizadas para uma melhor análise. Sugerimos a utilização do processo de compactação isostática a frio (CIP).⁽⁷⁾

5 CONCLUSÕES

Os itens relacionados abaixo são pertinentes com os resultados observados e nos permitem concluir que:

1. Os resultados obtidos permitiram concluir que o processo utilizado foi bem sucedido, uma vez que o nióbio foi incrustado nas partículas do aço M2.

2. As amostras obtidas para os tempos de moagem de 1 hora, 10 minutos e 5 minutos apresentaram trincas superficiais, fato que nos leva a concluir que o processo de moagem de alta energia deve ser realizado abaixo destes tempos de moagem para obtermos sucesso na compactação ou utilizar o processo de compactação isostática a frio (CIP).
3. A adição de NbC via moagem de alta energia aumentou substancialmente os teores de carbono do aço rápido AISI M2 o que é desejável e interessante para um aço ferramenta.
4. Trincas formadas no material compactado uniaxialmente a frio para todos os tempos de moagem sugerem que o processo de compactação isostática a frio (CIP) deva ser utilizado.
5. O tipo de atmosfera, a vácuo ou redutora de hidrogênio, utilizado no tratamento térmico de recozimento não teve importância significativa nos resultados de carbono e de oxigênio verificados.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer ao DEMEC/UFPE e a FACEPE/CNPq pela bolsa de Desenvolvimento Científico Regional de Oscar Olimpio de Araujo Filho.

REFERÊNCIAS

- 1 Gilman, P.S. and Benjamin, J. S. – Mechanical Alloying - Ann. Rev. Mater. Sci. N^o 13, p. 279-300, 1983.
- 2 Simões, D. G., Lazzari, C.P., Cintho, O. M., Capocchi, J.D.T. – Moagem de Alta Energia na Síntese de NbC – 17^o CBECImat, 2006.
- 3 Bhadesia, H.K.D.H. – Mechanically Alloyed Metals – Materials Science and Technology, Vol 16, p. 1404-1411, 2000.
- 4 Araújo, E.G. Efeito das adições de portadores de fósforo e da alumina na sinterização do aço rápido M2. 2000. Tese (Doutorado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- 5 Araújo, E.G. Influência das adições de NbC e ligas à base de fósforo na sinterização de aço rápido M2. 1993. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- 6 Suryanarayana, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, v.46, p. 1-184, 2001.
- 7 M. Sherif El-Eskandarany – Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials -, Noyes Publications , William Andrew publishing, Norwich, New York, USA, 2001.