

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO EUTETÓIDE OBTIDO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA <sup>1</sup>

*Kahl Dick Zilnyk*<sup>2</sup>  
*Selauco Vurobi Junior*<sup>3</sup>  
*Oswaldo Mitsuyuki Cintho*<sup>4</sup>  
*José Deodoro Trani Capocchi*<sup>5</sup>

## **Resumo**

A microestrutura de um aço carbono de composição eutetóide obtido por moagem de alta energia e a influência do tempo de moagem foram estudadas. Notou-se que a proporção de perlita formada ficou aquém do previsto pelo diagrama ferro-carbono, sugerindo a formação de solução sólida supersaturada. Além de metalografia quantitativa, utilizou-se difração de raios X e ensaio de dureza por microindentação para caracterizar o aumento do limite de solubilidade do carbono no ferro- $\alpha$ .

**Palavras-chave:** Moagem de alta energia; Aço carbono; Aço eutetóide; Solubilidade.

## **MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF AN EUTECTOID STEEL OBTAINED BY MECHANICAL ALLOYING**

### **Abstract**

The microstructure of an eutectoid carbon steel obtained by mechanical alloying and the influence of the milling time on it were studied. It noted that the pearlite content formed was below the iron-carbon diagram prevision, suggesting formation of super-saturated solid solution. In addition to quantitative metallography were used x ray diffraction and microindentation hardness testing to characterize the increase of carbon solubility in the  $\alpha$ -iron.

Key words: Mechanical alloying; Carbon steel; Eutectoid steel; Solubility.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil*

<sup>2</sup> *Graduando em Engenharia de Materiais. Universidade Estadual de Ponta Grossa*

<sup>3</sup> *Msc. Universidade Estadual de Ponta Grossa – Departamento de Engenharia de Materiais.*

<sup>4</sup> *Dr. Universidade Estadual de Ponta Grossa – Departamento de Engenharia de Materiais.*

<sup>5</sup> *Dr. Universidade de São Paulo - Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.*

# 1 INTRODUÇÃO

A Moagem de Alta Energia (MAE) é uma técnica de processamento que permite a produção de materiais homogêneos partindo da mistura de pós elementares. Desenvolvida a partir da década de 1960, é utilizada para obter materiais nanoestruturados, reações no estado sólido, materiais amorfos, ligas metaestáveis e soluções sólidas supersaturadas.<sup>(1,2)</sup>

No início do processo de moagem, as partículas frágeis são fragmentadas e as partículas dúcteis tornam-se achatadas por um processo de microforjamento.<sup>(1-3)</sup> As partículas achatadas sofrem soldagem, enquanto as partículas frágeis são distribuídas na superfície do material mais mole. Com isso, há um aumento do tamanho de partícula, como se observa em (a) e (b) na Figura 1. As partículas também sofrem fraturas, as quais tendem a refiná-las. Em um segundo estágio do processo, a fratura torna-se mais comum que a soldagem das partículas. Com o decorrer da moagem, ambos os fenômenos, soldagem e fratura, entram em equilíbrio e o tamanho de partícula segue praticamente constante, como em (c) e (d) na Figura 1. O material frágil depositado na superfície do material dúctil é incorporado em sua matriz. Em estágios extremos, ocorre a amorfização do material.<sup>(1,3)</sup>

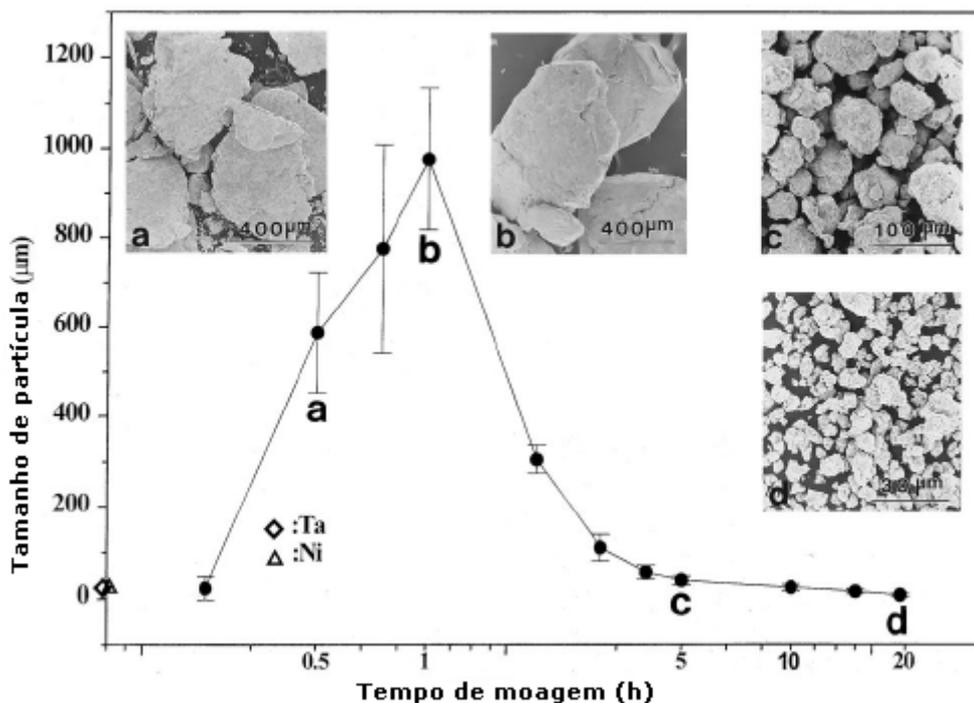


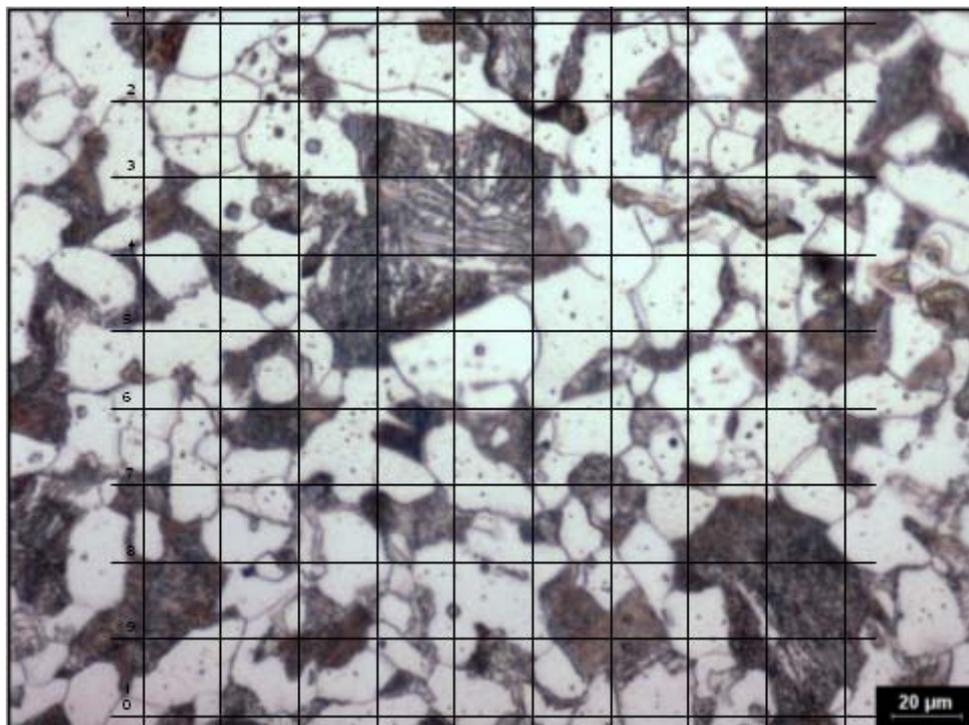
Figura 1. Variação do tamanho de partícula em função do tempo de moagem.<sup>(1)</sup>

Dependendo das condições de moagem, uma extensão do limite de solubilidade entre os elementos pode ser obtida. A redução do tamanho de partícula e de cristalito, bem como a formação de fases nanométricas, aumentam a quantidade de contornos de grão, favorecendo a difusão.<sup>(1,4,5)</sup> Elementos que formam solução sólida intersticial ficam retidos na atmosfera de Cottrell do grande número de discordâncias geradas na MAE.<sup>(1,6)</sup>

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Ferro e grafite em pó, comercialmente puros, foram misturados na proporção eutetóide e processados em um moinho do tipo SPEX com poder de moagem 7:1 pelos tempos de 0,25 horas, 0,5 horas, 0,75 horas, 1 hora, 2 horas, 4 horas, 9 horas e 12 horas. Os pós moídos por 0,25 horas, 0,5 horas, 2 horas, 4 horas e 9 horas foram submetidos a difração de raios X. Amostras de 1 grama dos pós processados foram compactadas uniaxialmente, em matriz rígida sob a tensão de 1,5 GPa, a temperatura ambiente. Os compactados foram sinterizados à 1.200°C por uma hora em atmosfera de argônio. Depois de embutidos em resina acrílica, foram lixados e polidos, segundo a preparação metalográfica convencional.

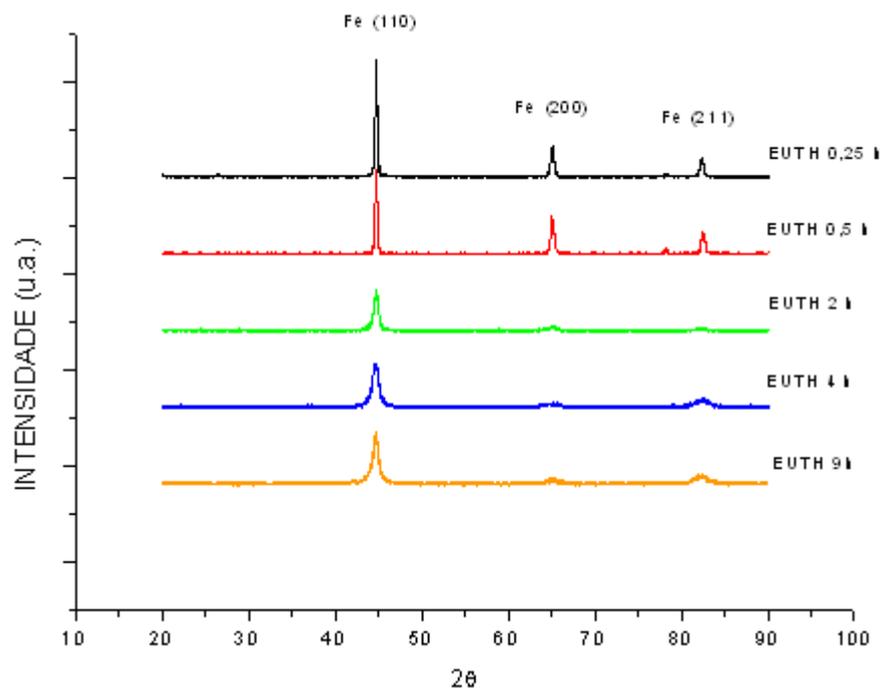
Em um microscópio óptico equipado com câmera digital, foram feitas imagens da superfície da amostra e estimadas as porosidades por meio de contagem sistemática manual de pontos.<sup>(7)</sup> As amostras foram então atacadas com uma solução de nital 2% e novas imagens foram feitas por microscopia óptica e eletrônica. Na seqüência, determinou-se a quantidade de perlita formada na microestrutura das amostras, também por metalografia quantitativa, como mostrado na Figura 2. Ensaios de dureza por microindentação foram realizados apenas nos grãos de ferrita, tendo sido feitas sete medidas por amostra.



**Figura 2.** Exemplo de imagem utilizada na determinação de proporção de fase, com a grade de cem pontos. Foto da amostra moída por 0,75 horas

### 3 RESULTADOS

Os perfis de difração de raios X das amostras analisadas estão exibidos na Figura 3.



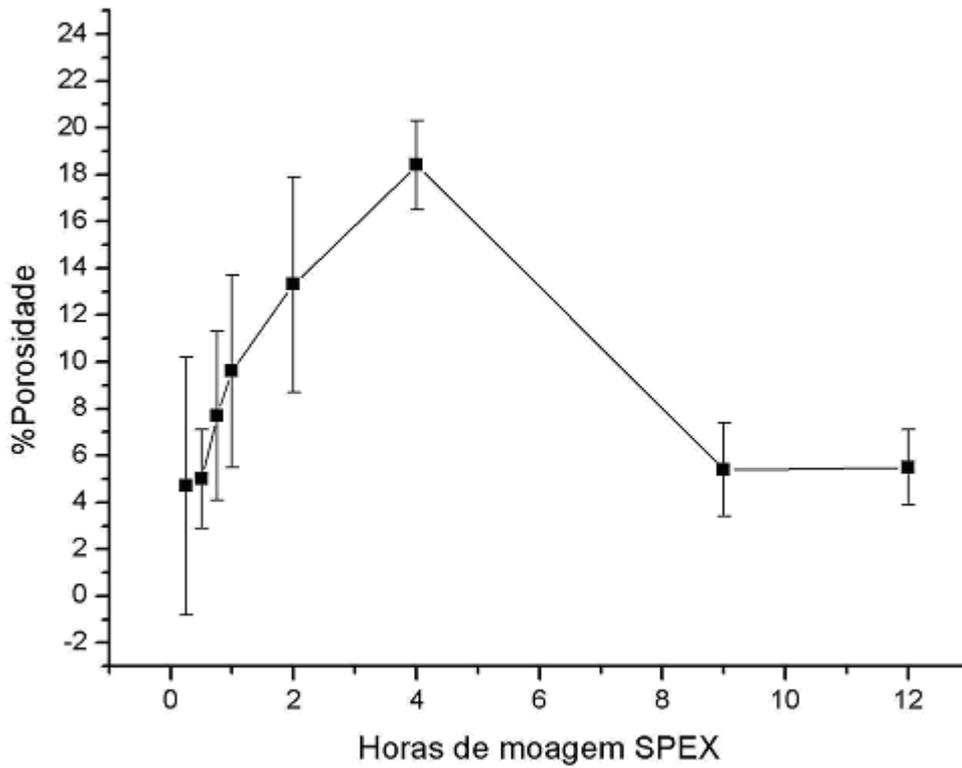
**Figura 3.** Perfis de difração das amostras moídas por 0,25 horas, 0,5 horas, 2 horas, 4 horas e 9 horas.

Os tamanhos de cristalito, calculados a partir das difrações de raios X usando a equação de Scherrer, para as amostras analisadas estão exibidos na Tabela 1.

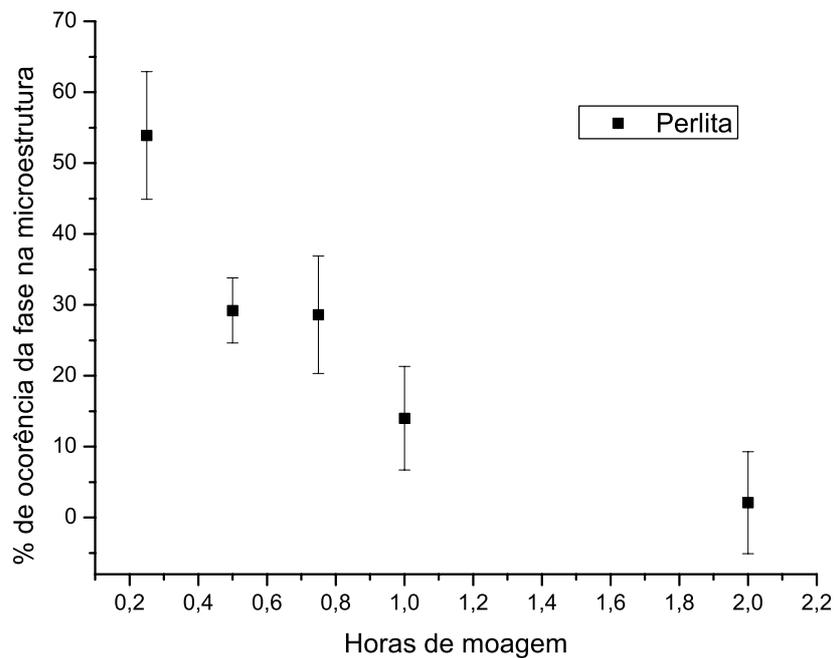
**Tabela 1.** Tamanhos de cristalito calculados pela equação de Scherrer

Tempo de moagem (h)	D Scherrer (110) (nm)	D Scherrer (200) (nm)	D Scherrer (211) (nm)
0,25	33,418	22,770	21,1
0,5	29,466	18,220	23,376
2	15,988	6,951	20,059
4	9,9424	5,717	7,7907
9	8,774	5,121	6,676

Os valores estimados de porosidade através de metalografia quantitativa estão demonstrados a figura 4. A proporção de perlita, em porcentagem na Figura 5, refere-se à área útil da amostra, não considerando a porosidade. A proporção e o tamanho dos grãos de perlita na microestrutura das amostras moídas por 4 horas, 9 horas e 12 horas foi insuficiente para ser estimada com imagens de microscopia óptica.



**Figura 4.** Variação do volume ocupado por poros nas amostras em função do tempo de moagem.



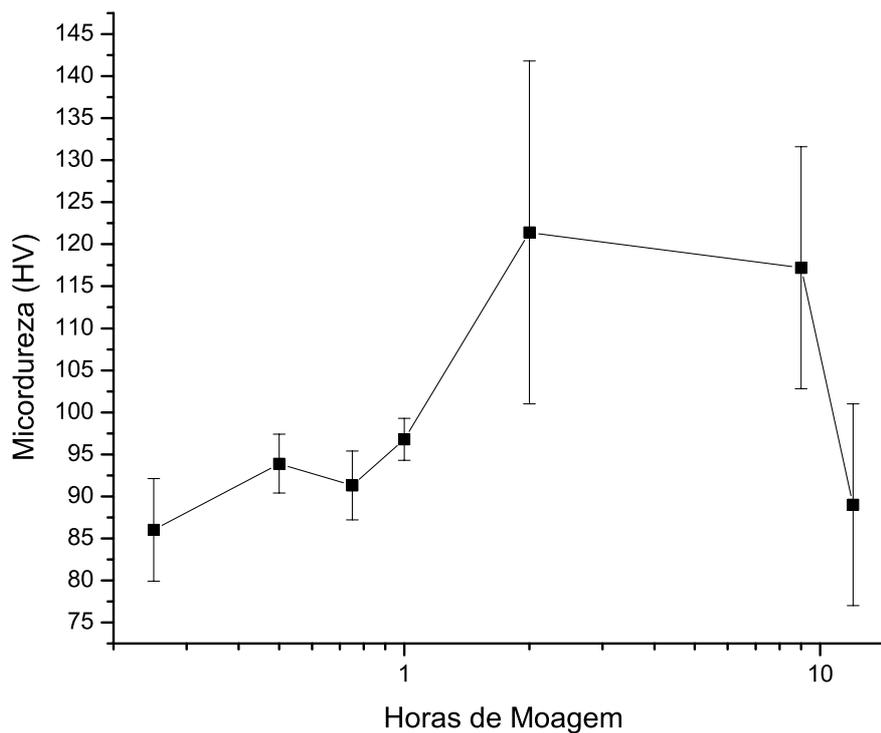
**Figura 5.** Proporção de perлита na microestrutura variando com o tempo de moagem.

Através de interpolação com pontos retirados do diagrama ferro-carbono,<sup>(8)</sup> estimou-se a quantidade de carbono presente na microestrutura perlítica (Tabela 2).

**Tabela 2.** Quantidade teórica de carbono necessária para formar a microestrutura das amostras

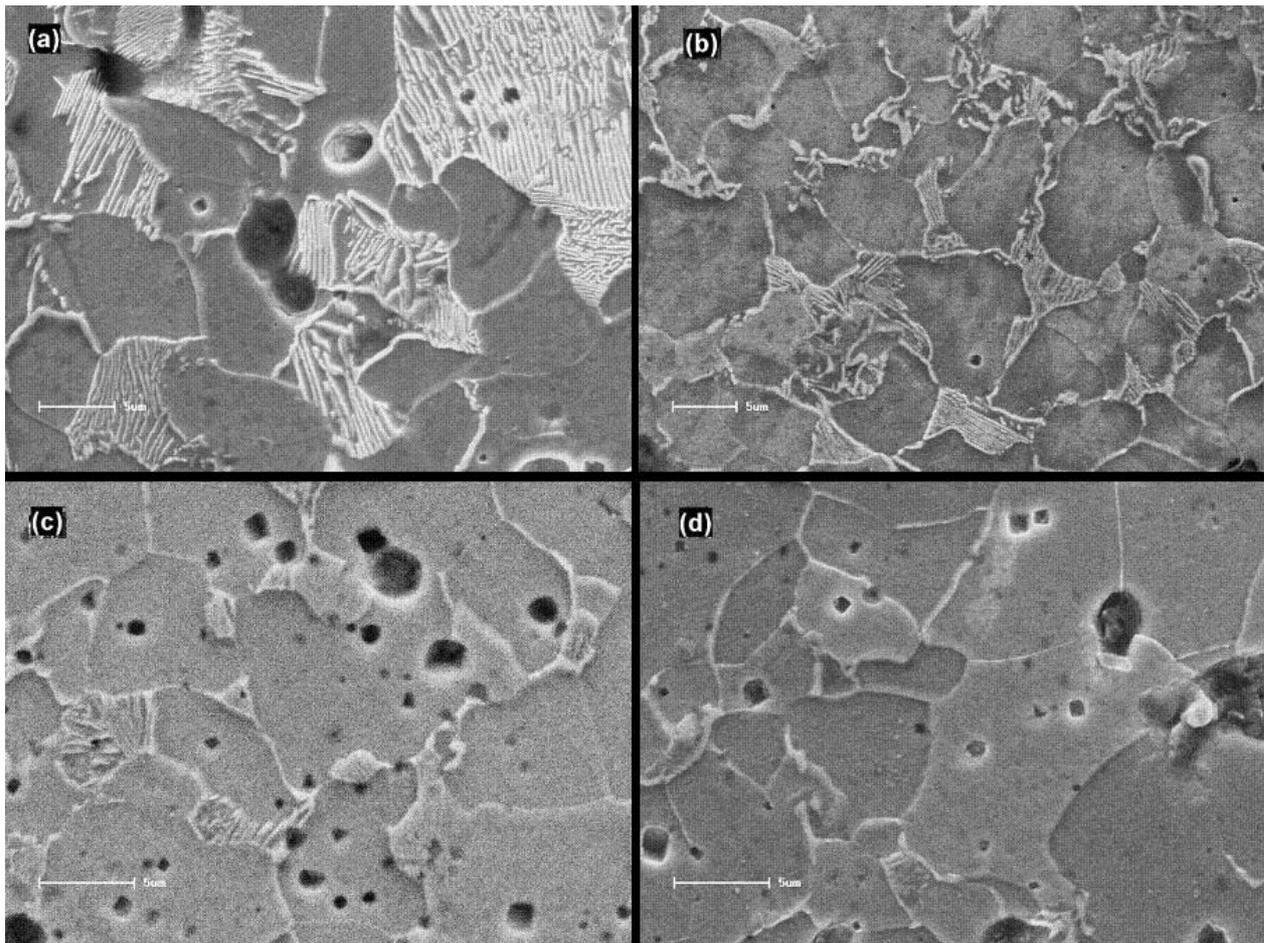
Tempo (h)	Teor teórico de carbono para microestrutura formada
0,25	0,41%
0,5	0,22%
0,75	0,21%
1	0,11%
2	0,02%

Os valores de dureza encontrados para os grãos de ferrita das amostras são exibidos na Figura 6.



**Figura 6.** Dureza dos grãos de ferrita, em função do tempo de moagem

Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de algumas amostras estão mostradas na Figura 7.



**Figura 7.** Microscopias eletrônicas de varredura das amostras moídas por: (a) 0,25 h, (b) 2h, (c) 9h, (d) 12h

#### 4 DISCUSSÃO

Como mostra o gráfico da Figura 4, inicialmente a porosidade aumentou com o tempo de moagem, atingindo o valor máximo com 4 horas. Este fato pode ser explicado pelo aumento do tamanho de partícula característico do início da moagem.<sup>(1,4)</sup> Ao atingir o ponto onde a frequência de fratura das partículas passa a ser maior que a união a frio delas,<sup>(1,3,4)</sup> o tamanho de partícula cai e juntamente a porosidade é reduzida. Dessa forma, as amostras moídas por 9 horas e 12 horas apresentaram menor porosidade. O formato da curva de porosidade em função do tempo é bastante semelhante ao de tamanho de partícula, exibido na Figura 1. Contudo, a redução dos valores de porosidade pode ter sido em parte provocada pela redução do tamanho dos poros devido à redução do tamanho de partícula. Como se pode observar na Figura 7, as amostras de maior tempo de moagem possuem grande quantidade de pequenos poros indetectáveis por meio de microscopia óptica, técnica utilizada na metalografia quantitativa deste trabalho.

O teor de perlita formada diminuiu com o tempo de moagem, como se observa na seqüência de imagens na Figura 7, o que sugere que houve extensão do limite de solução sólida do carbono no ferro- $\alpha$ . A Tabela 2 mostra que apenas uma parcela do carbono adicionado efetivamente colaborou para a formação de perlita. Porém, aumentos de solubilidade em sólidos são difíceis de serem confirmados,<sup>(1)</sup> podendo, por exemplo, ter ocorrido a formação de carbeto nanométricos,<sup>(1,9)</sup>

difícilmente detectáveis por difração de raios X. Há ainda a possibilidade pouco investigada de ocorrer perda de carbono durante o processo de moagem.

Os perfis de difração de raios X, exibidos na Figura 3, mostram uma atenuação na intensidade dos picos e o alargamento dos mesmos. Este fenômeno está relacionado com o aumento de área superficial do pó, redução do tamanho de cristalito e com a presença de tensões resultantes da intensa deformação plástica sofrida na moagem.<sup>(1,3,4)</sup> A Tabela 1 mostra a ocorrência da redução do tamanho de cristalito, o que favorece a formação de solução sólida supersaturada.<sup>(1,3,4)</sup> Assim, pode-se considerar que realmente houve extensão no limite de solubilidade do carbono no ferro- $\alpha$  devido à moagem, sendo o carbono aprisionado pelo grande número de discordâncias, geradas pela MAE, nas atmosferas de Cottrell.<sup>(1,6)</sup>

Os valores de dureza, apresentados na figura 6, não revelaram relação clara com o tempo de moagem. Algumas amostras apresentaram grande espalhamento de dados, devido à influência de defeitos como poros e a dificuldade de medir a dureza de grãos individuais, dado os seus reduzidos tamanhos. Contudo, observa-se que as durezas obtidas são significativamente maiores que a do ferro puro, cuja dureza é comparável a do cobre,<sup>(10)</sup> o que sugere a ocorrência de solubilização de carbono na ferrita além do limite previsto pelo diagrama ferro-carbono.

Através de análise por DTA seria possível conferir o teor de carbono no pó processado, determinando o ponto de fusão da amostra e comparando-a com o diagrama ferro-carbono. Assim investigar-se-ia a possibilidade de perda de carbono. As dificuldades encontradas na determinação da dureza podem ser contornadas fazendo nanoindentações, minimizando a influência de defeitos como porosidade nos resultados. Microscopia eletrônica de transmissão poderia ser utilizada para investigar a presença de carbeto nanométricos na matriz ferrítica.

## 5 CONCLUSÕES

A porosidade de um sinterizado pré-compactado uniaxialmente é proporcional ao tamanho de partícula. A proporção de perlita na microestrutura do aço carbono de composição eutetóide diminuiu com o tempo de moagem. Três hipóteses para explicar o aparente desaparecimento do carbono foram feitas: formação de solução sólida supersaturada, precipitação de carbeto finamente dispersos ou perda de carbono durante o processo de moagem. A redução do tamanho de cristalito detectada na difração de raios X favorece a hipótese de extensão do limite de solubilidade.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPQ pela bolsa PIBIC-CNPQ.

## REFERÊNCIAS

- 1 SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Material Science. N. 46, p. 1-184, 2001.
- 2 CINTHO, O. M.; CAPOCCHI, J. D. T.; Utilização da moagem de alta energia no processamento de materiais. In: Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP, BT/PMT/0305, p. 1-27.

- 3 NOWOSIELSKI, R.; PILARCZYK, W.; Structure and properties of Fe-6.67%C alloy obtained by mechanical alloying. *Journal of Materials Processing Technology*, n.162-163, p. 373-378, 2005.
- 4 ROCHMAN, N. T.; KAWAMOTO, K.; SUEYOSHI, H.; NAKAMURA, Y.; NISHIDA, T. Effect of milling temperature and additive elements on an Fe-C system alloy prepared by mechanical alloying. *Journal of Materials Processing Technology*, n.89-90, p. 367-372, 1999.
- 5 BALÁZ, P.; E. GODOCÍKOVÁ, E.; KRIL'OVÁ, L.; LOBOTKA, P.; GOCK, E. Preparation of nanocrystalline materials by high-energy milling. *Materials Science and Engineering A*, n.386, p.442-446, 2004.
- 6 MEYERS, M. A. & CHAWLA, K. K. *Mechanical Behavior of Materials*. Editora Prentice Hall, 1999.
- 7 ASTM E 562-02 Determining volume fraction by systematic manual point count.
- 8 CALLISTER JR, W. D. *Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução*. 5ªed., Rio de Janeiro, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2002.
- 9 MIANI, F.; FECHT, H.J. Evaluating the mechanochemical power transfer in the mechanosynthesis of nanophase Fe-C and Fe-Cu powder. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, n.17, p133-139, 1999.
- 10 BAIN, E.C. *Function of the Alloying Elements in Steel*. U.S. Steel Corporation, Pittsburgh, American Society for Metals, 1939.