

# OBTENÇÃO DA LIGA Fe-19,5Cr-5Ni UTILIZANDO MOAGEM DE ALTA ENERGIA<sup>1</sup>

*Cleverson Moinhos<sup>2</sup>  
Evaldo Toniolo Kubaski<sup>3</sup>  
Eduardo F. Monlevade<sup>4</sup>  
José Deodoro T. Capocchi<sup>5</sup>  
Osvaldo Mitsuyuki Cintho<sup>6</sup>*

## Resumo

Para conseguir-se uma estrutura de um aço inoxidável dúplex foram misturados pós-elementares com a composição Fe-19,5Cr-5Ni que foi processada em um moinho de alta energia tipo ATTRITOR sob atmosfera de argônio por tempos até 15 horas. A moagem foi desenvolvida usando um jarro de aço inoxidável e bolas de aço-cromo com a relação poder de moagem de 1:50. Os produtos das moagens foram conformados em pastilhas e tratados sob atmosfera inerte a 900, 1050 e 1200°C durante o período de 1 hora. Os produtos finais foram analisados por difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e mapeadas por espectrometria de energia dispersiva para avaliar o processo de obtenção da liga. Os resultados mostraram a influência dos níveis de deformação plástica, de acordo com os tempos de moagem, na microestrutura e distribuição dos componentes nas amostras. Fases de ferrita e austenita foram encontradas em finas formações, após tratamento térmico, confirmando a obtenção de uma estrutura dúplex. Os resultados obtidos neste trabalho apresentam uma nova rota para a produção de uma liga inoxidável de grande interesse tecnológico.

**Palavras-chave:** Moagem de alta energia; Tratamento térmico; Austenita; Ferrita.

---

<sup>1</sup> Trabalho apresentado 60<sup>o</sup> Congresso Anual da ABM, Minas Centro – Centro de Convenções e Feiras, 25 a 28 Julho de 2005, Belo Horizonte – MG.

<sup>2</sup> UEPG – Departamento de Engenharia de Materiais, Ponta Grossa, PR.

<sup>3</sup> UEPG – Departamento de Engenharia de Materiais, Ponta Grossa, PR.

<sup>4</sup> INdT – Instituto Nokia de Tecnologia

<sup>5</sup> Escola Politécnica da USP – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

<sup>6</sup> UEPG – Departamento de Engenharia de Materiais, Ponta Grossa, PR.

# 1 INTRODUÇÃO

A elaboração de ligas por moagem de alta energia (Mechanical Alloying - MA) é uma técnica de processamento que permite a produção de materiais homogêneos partindo de mistura pós-elementares. John Benjamin e seus colegas do Paul D. Merica Research Laboratory da International Nickel Company (INCO) desenvolveram tal processo por volta de 1966. A técnica foi resultado de uma longa pesquisa para produzir uma superliga à base de níquel para aplicação em turbinas a gás, sendo que se esperava combinar resistência à alta temperatura da dispersão de óxidos e a resistência a temperaturas intermediárias da fase  $\gamma'$  precipitada. A resistência requerida à corrosão e oxidação também era incluída na liga por sutis adições de elementos de liga.[1]

O processo de obtenção de ligas por moagem por alta energia consiste da repetida solda-fratura-solda da mistura de partículas de pó no moinho de alta energia. As partículas de pó são submetidas a impactos com a colisão das bolas durante a moagem e sob deformação, solda ou fratura, dependendo do comportamento mecânico dos componentes em pó. O processo é usado para produzir uma variedade de materiais e ligas: soluções sólidas supersaturadas, compostos intermetálicos e compósitos de matriz metálica.[2,3]

Comumente, aços e ligas de aço são preparados por técnicas convencionais de fundição. Este trabalho propõe uma técnica atrativa para preparação de aço inoxidável austenítico-ferrítico (Fe-19,5Cr-5Ni) via moagem dos pós de Fe, Cr e Ni a temperatura ambiente. Este tipo de sistema pode resultar em um aço inoxidável dúplex. Aços Inoxidáveis Dúplex oferecem uma atrativa combinação das propriedades mecânicas, resistência à corrosão e redução do teor de elementos de liga, com os quais obtém-se bons resultados na indústria química, petroquímica, etc [4]. Uma atração tecnológica em potencial deste trabalho é que o mesmo apresenta a MA como uma nova rota para a produção de uma liga de grande interesse para engenheiros e cientistas de materiais.[5] Para o caso do aço inoxidável dúplex, poucas informações sobre a sua obtenção por meio de moagem de alta energia tem sido verificada na literatura.

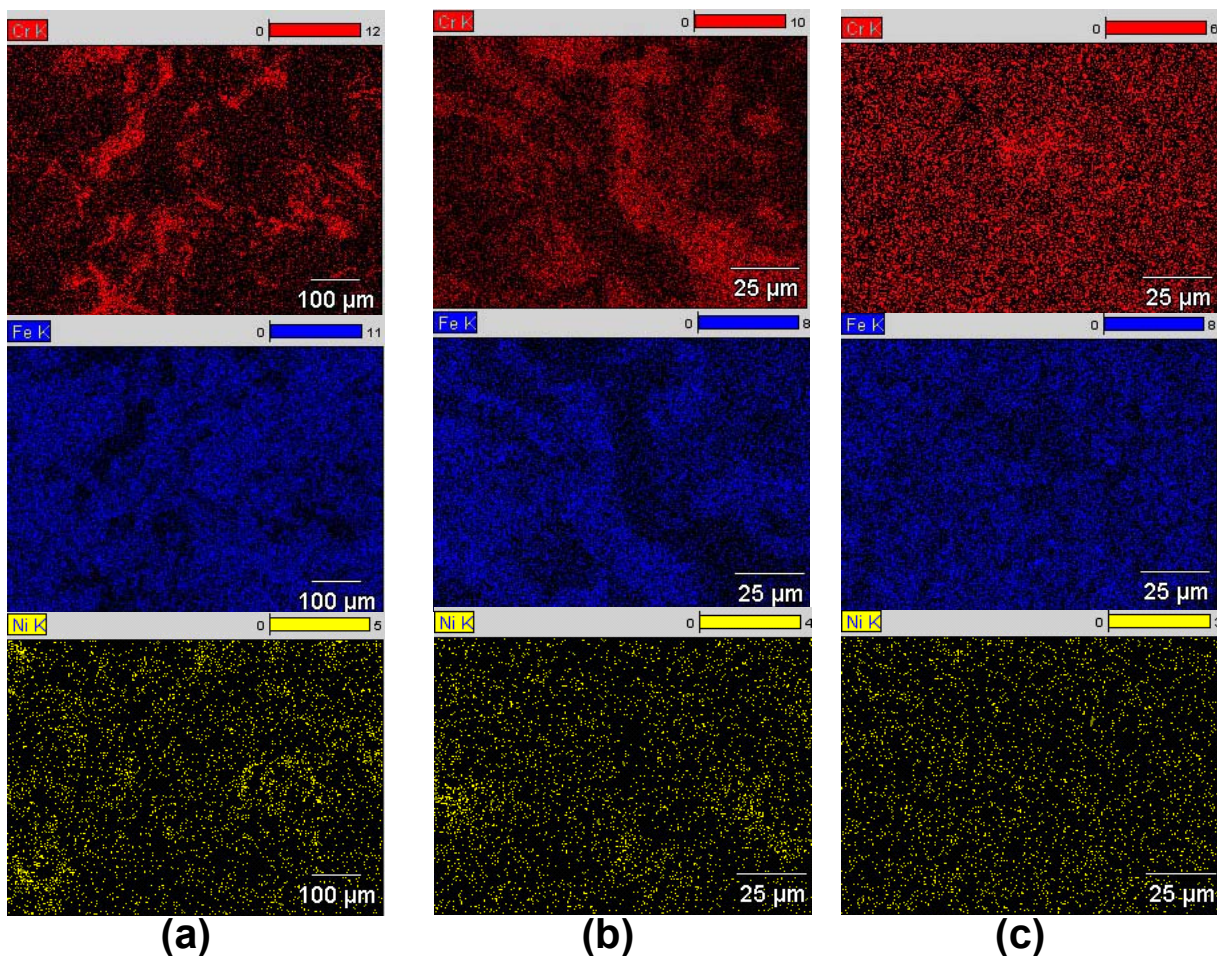
## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Pós elementares de alta pureza de Fe(99%), Cr(98%) e Ni(99,8%) foram utilizados como materiais de partida. O moinho ATTRITOR utilizado neste estudo contém um jarro de aço inoxidável e bolas de aço-cromo com um poder de moagem de 1:50. A atmosfera era de argônio para prevenir a oxidação do pó durante a moagem[5]. Outros parâmetros utilizados foram: tamanho da bola:  $\frac{1}{4}$ ”; velocidade do moinho: 500rpm; como ACP (Agente de Controle de Processo) foi usado o ácido esteárico na proporção de 1,5%(em peso). O tempo de moagem foi de 5, 9 e 15 horas sob atmosfera de argônio. Os produtos de moagem foram conformados a frio uniaxialmente numa matriz cilíndrica e utilizando ácido esteárico como lubrificante da matriz. Duas amostras foram conformadas para cada condição (tempo de moagem). As pastilhas

formadas possuíam 8mm de diâmetro. As amostras foram tratadas sob atmosfera inerte a 900, 1050 e 1200°C durante 1 hora.

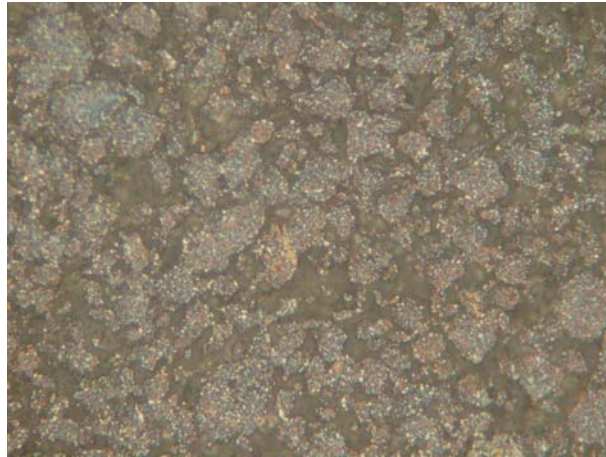
### 3 RESULTADOS

As Figuras 1a, 2a e 3a mostram análises de mapeamento por energia dispersiva (EDS), obtida por microscopia eletrônica das amostras processadas por tempos de 5, 9 e 15 horas e tratadas termicamente a temperatura de 900°C. O mapeamento por EDS exibe a evolução do progresso da homogeneização através de cores. Para a análise apresentada, a cor vermelha indica a concentração de Cr, a cor azul indica o Fe e o amarelo indica o Ni. Observa-se que a 5 horas a microestrutura não é homogênea, indicada pela presença de regiões com fortes concentrações das cores vermelha e azul, mostrando um maior teor de cromo e ferro, respectivamente. Com o aumento do tempo de moagem, verifica-se uma melhor distribuição destes elementos de liga sendo que para 15 horas de moagem, o mapeamento exibe uma dispersão homogênea dos elementos. Convém ressaltar que, este processo de homogeneização é menos visualizável para o níquel (mapeamento em amarelo) devido à menor quantidade deste elemento utilizado no presente trabalho.



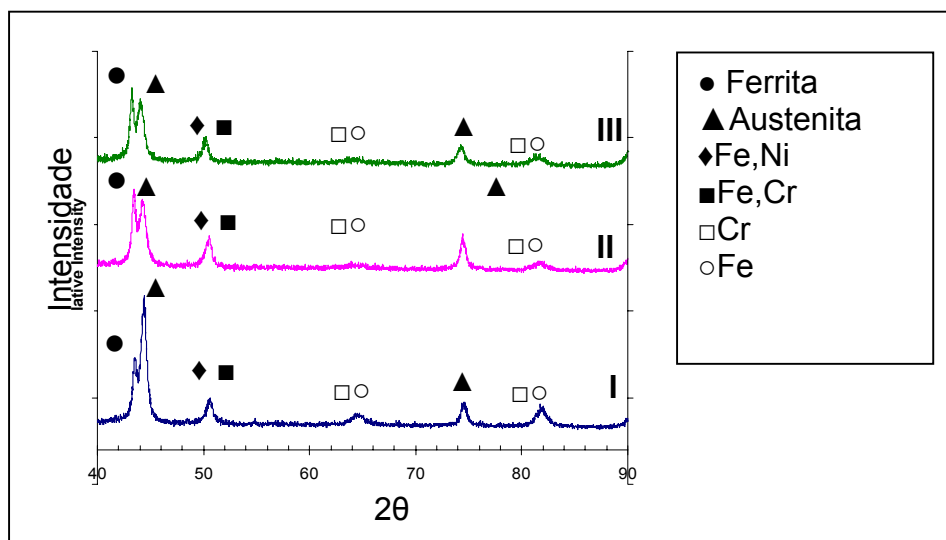
**Figura 1.** Mapeamento por EDS separado por elemento (Cr, Fe e Ni) para diferentes tempos de moagem: (a) 5 horas; (b) 9 horas e (c) 15 horas.

Por meio da análise metalográfica por microscopia ótica da amostra processada por 15 horas e tratada termicamente a 900°C observou-se que as partículas que a compõe é formada por grãos extremamente finos de ferrita e austenita. Este fato é indicado pelo ataque metalográfico com reagente Behara ao qual a amostra foi submetida. O ataque com este reagente resulta em diferentes cores para a austenita e ferrita[6] permitindo uma distinção entre estas fases. A micrografia desta amostra é apresentada na Figura 2.



**Figura 2.** Micrografia ótica de uma amostra depois de 15 horas de moagem e tratada termicamente a 900°C.

A existência da austenita e ferrita também foi comprovada através da Figura 3, que mostra um difratograma da liga Fe-19,5Cr-5Ni após os vários tempos de moagem e tratamento térmico a 1200°C.



**Figura 3.** Difratogramas de amostras tratadas a 1200°C: (I) pó moído por 5 horas; (II) pó moído por 9 horas e (III) pó moído por 15 horas.

Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das amostras sob diferentes temperaturas de tratamento térmico podem ser vistas na Figura 4. Estas micrografias evidenciam a evolução da morfologia das amostras moídas por 15 horas para diferentes temperaturas de tratamento. A amostra tratada termicamente a 900°C exibe uma morfologia com grãos separados resultando em alta porosidade. Com o aumento da temperatura observa-se a redução da porosidade, finalizando na microestrutura apresentada na Figura 4c com temperatura de tratamento de 1200°C para o mesmo tempo de moagem (15 horas). Para esta figura observa-se uma microestrutura composta por grãos homogêneos e com menor porosidade que as amostras tratadas a temperaturas inferiores. Convém destacar que, na Figura 4a, cada partícula visualizada é formada por grãos muito finos, conforme visualizado na Figura 2. Com o tratamento térmico a 1200°C realizado, tais grãos crescem dando origem à microestrutura mostrada na Figura 4c. Assim, os grãos visualizados na Figura 4c tiveram como origem os finos grãos que compõe as partículas mostradas na figura 4a e 4b.

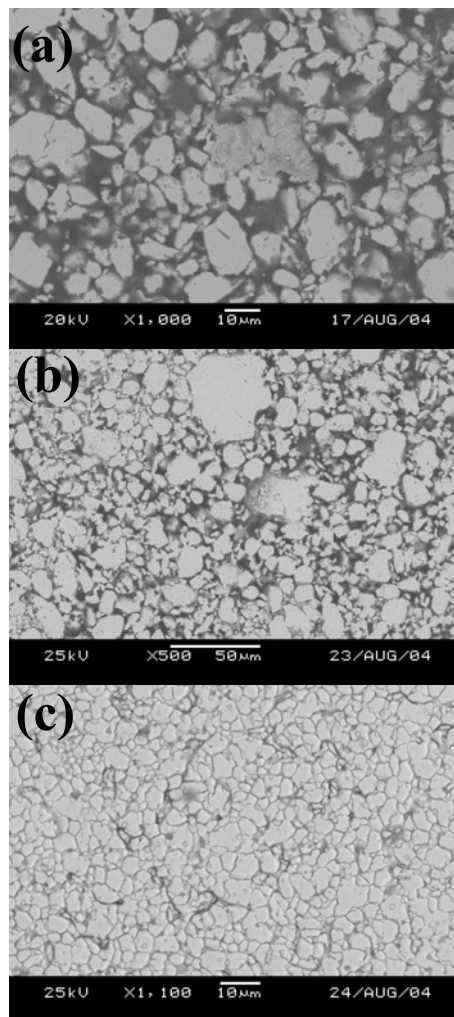
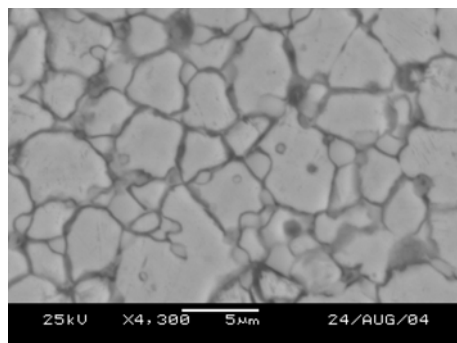


Figura 4. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra de 15 horas de moagem: (a) tratada termicamente a 900°C; (b) tratada termicamente a 1050°C; (c) tratada termicamente a 1200°C.

A Figura 5 mostra mais detalhadamente a microestrutura da amostra moída por 15 horas e tratada termicamente a 1200°C por 1h.

A combinação do tempo de moagem e tratamento térmico mostra resultados extremamente importantes para a otimização do processo. Para os intervalos de tempos de moagem experimentados e temperaturas de tratamentos térmicos realizados, nota-se que a amostra processada por 15 horas e submetida a tratamento a 1200°C por 1 hora foi a que apresentou uma melhor microestrutura final.



**Figura 5.** Micrografia de varredura da amostra de 15 horas de moagem tratada termicamente a 1200°C.

A literatura tem apresentado poucos dados envolvendo a obtenção de aços inoxidáveis utilizando moagem de alta energia a partir de pós elementares. Os dados do presente trabalho apresentam concordância com os resultados de EL-ESKANDARANY e AHMED [5], que obtiveram uma liga inoxidável austenítica Fe18-Cr-8Ni em um moinho de barras (rod mill). Devido à menor capacidade energética deste tipo de moinho, estes pesquisadores investigaram uma faixa de tempo de moagem maior (0,5 a 300h) e determinaram a cristalização da fase austenítica dentro da faixa estudada no presente trabalho (970°C).

#### **4 CONCLUSÕES**

O mapeamento por EDS mostrou uma boa homogeneização dos componentes da liga estudada para tempo de moagem de 15 horas.

A temperatura de tratamento térmico mostrou grande influência na microestrutura final das amostras quanto à porosidade sendo que a amostra moída por 15 horas e tratada a 1200°C foi a que apresentou melhor resultado.

A partir da formulação investigada (Fe-19,5Cr-5Ni) foi possível obter um aço de estrutura dúplex conforme indicado pela difração de raios-x e micrografias.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 SURYANARAYANA, C. Mechanical Alloying and Milling. **Progress in Materials Science**, v. 46, p. 1-184, 2001.
- 2 FOGAGNOLO, J. B.; RUIZ-NAVAS, E. M.; ROBERT, M. H.; TORRALBA, J. M. The Effects of Mechanical Alloying on the Compressibility of Aluminium Matrix Composite Powder. **Materials Science and Engineering**. v. A355, p. 50-55, 2003.
- 3 BENJAMIN, J. S. Fundamentals of Mechanical Alloying. **Materials Science Forum**. v. 88-90, p. 1-18, 1992.
- 4 KOSLOWSKI, R. H. Composite of austenitic-ferritic stainless steel. **Journal of Materials Processing Technology**. v. 53, p. 239-246, 1995.
- 5 EL-ESKANDARANY, M. S.; AHMED, H. A. Morphological and Structural Studies of amorphous Fe<sub>74</sub>Cr<sub>18</sub>Ni<sub>8</sub> Alloy prepared by the Rod-milling Technique. **Journal of Alloys and Compounds**. v.216, p. 213-220, 1994.
- 6 VOORT, G. F. V. The Metallography of Stainless Steel. **Journal of Materials**. Março, 1989.



# STUDY OF Fe-19.5Cr-5Ni ALLOY PROCESSING BY HIGH ENERGY MILLING<sup>7</sup>

Cleverson Moinhos<sup>8</sup>  
Evaldo Toniolo Kubaski<sup>9</sup>  
Eduardo F. Monlevade<sup>10</sup>  
José Deodoro T. Capocchi<sup>11</sup>  
Osvaldo Mitsuyuki Cintho<sup>12</sup>

## Abstract

To obtain a microstructure duplex in a stainless steel, a Fe19.5Cr5Ni elemental powder mixture was processed in an ATTRITOR type high energy mill under argon atmosphere during times up to 15 hours. The milling was carried out using a stainless steel jar and chromium steel balls with a 1:50 powder-to-ball ratio. The milling products were formed in 8mm diameters pastilles and treated under inert atmosphere at 900, 1050 and 1200°C during 1 hour. The final products were analyzed by x-ray diffraction analysis (XRD), scanning electron microscopy and dispersive energy spectrometry (EDS) mapping in order to evaluate the alloying process. The results showed a great influence of plastic deformation levels, according to milling times, on the microstructure and components distribution along the samples. Ferrite and austenite phase in very fine-grained formations were detected after treatments. The results show a new route to produce a interesting alloying with technological application.

**Key-words:** Mechanical alloying; High energy mill; Heat treatment; Austenite; Ferrite.

---

<sup>7</sup> Paper to be presented at 60<sup>th</sup> ABM Annual Congress, Minas Centro – Convention and Fair Center, July 25<sup>th</sup> to 28<sup>th</sup>, Belo Horizonte – MG, Brazil.

<sup>8</sup> UEPG – Department of Materials Engineering, Ponta Grossa, PR, Brazil.

<sup>9</sup> UEPG – Department of Materials Engineering, Ponta Grossa, PR, Brazil.

<sup>10</sup> INdT – Nokia Technology Institute.

<sup>11</sup> Department of Materials and Metallurgical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo, São Paulo, Brazil.

<sup>12</sup> UEPG – Department of Materials Engineering, Ponta Grossa, PR, Brazil.