

SINTERIZAÇÃO DE PÓ DE AÇO RÁPIDO AISI M2 ^[1]

Edval Gonçalves de Araújo [2]
Francisco Ambrózio Filho [3]
Vladimir Araujo de Sousa [4]

RESUMO

O trabalho apresenta o estudo da influência da pressão de compactação, dos teores de oxigênio e principalmente do carbono sobre a sinterização e microestrutura do aço rápido M2 produzido por atomização a água.

Teores elevados de oxigênio, impedem a sinterização do aço rápido por formação de uma película de óxido que recobre a superfície das partículas do pó. O aumento da pressão de compactação promove uma melhor densificação para dada temperatura, sendo necessárias pressões da ordem de 1000 MPa a 1280°C para se conseguir a densidade teórica.

O aumento do teor de carbono (0.1 a 0.4%), por adição de grafite ao pó de aço rápido, numa temperatura de sinterização de 1240°C, permite a eliminação da porosidade a partir de adições de 0.2%, acima da qual há o rápido crescimento de grão e carbonetos. A 1220°C não há uma sensível eliminação de porosidade mesmo com adição de 0.5%.

-
- [1] Trabalho apresentado no III Seminário de Metalurgia do Pó da Associação Brasileira de Metais - ABM, 23 a 25 de outubro/ 1991
- [2] Engenheiro Metalurgista e Mestrando - IPEN/CNEN.
- [3] Engenheiro Metalurgista, M.E., Doutor em Engenharia Metalúrgica, Pesquisador - IPEN/CNEN.
- [4] Técnico Metalurgista - IPEN/CNEN.

1. INTRODUÇÃO

O método convencional para a produção de aços rápidos envolve fusão e trabalho mecânico, conduzindo a estruturas grosseiras com dispersões não-uniformes de carbonetos e baixas propriedades mecânicas. A obtenção de propriedades mecânicas aceitáveis requer grandes reduções de seção durante o trabalho a quente, com baixo rendimento do processo ($\sim 50\%$) e portanto altos custos.¹

A metalurgia do pó dos aços rápidos vem ganhando importância crescente. Os custos de produção tornam-se menores devido a redução das perdas de processamento, melhoria das propriedades de trabalho a quente, redução do número de passos até a obtenção do produto acabado e economia de energia do processo. No que diz respeito à microestrutura, a eliminação da segregação e dispersão uniforme de carbonetos finos melhoram a capacidade de corte e reduz a distorção nos tratamentos térmicos. Além disso, é possível a produção de materiais com composições especiais que não são obtidas pelos métodos convencionais².

O processamento de aços rápidos por metalurgia do pó, para a produção de ferramentas de corte, é normalmente realizado por dois métodos:³

- (i) Compactação a frio e sinterização do pó de aço rápido atomizado a água numa estreita faixa de temperatura ($\pm 3^\circ\text{C}$ para o aço rápido M2), com formação de fase líquida que acelera o processo de sinterização e,
- (ii) Compactação isostática a quente (CIQ) de pó atomizado a gás até a densificação total.

Na produção de componentes de aço rápido é essencial se obter o máximo de densificação, mantendo os constituintes microestruturais com uma distribuição uniforme e tão fina quanto possível. Para tanto a sinterização do compactado, na forma quase definitiva, é feita sob vácuo (10^{-4} - 10^{-5} mmHg)^{1,2} ou em atmosfera gasosa (nitrogênio-hidrogênio)¹, a temperaturas da ordem de 1220 a 1300°C. Para conseguir tal objetivo recorre-se ainda a adições como o carbono, que abaixa, por vezes significativamente, a temperatura de sinterização^{2,4} ou o cobre, principalmente por infiltração, que

promove uma significativa quantidade de fase líquida proporcionando o rearranjo das partículas e, portanto, densificação¹.

A microestrutura, para o aço rápido M2, após sinterização, consiste de uma matriz martensítica com uma fina dispersão de carbonetos MC e M₆C, onde M denota os constituintes metálicos. Os carbonetos M₆C são ricos em ferro, tungstênio e molibdênio com a presença de algum cromo e vanádio, enquanto que os do tipo MC são basicamente carbonetos de vanádio, com baixa solubilidade de ferro, tungstênio e molibdênio.

O tratamento térmico do aço rápido sinterizado é análogo ao do aço rápido convencional. Os tratamentos de pré-austenitização e revenido subcrítico ("temper-annealing") e recozimento com transformação ("transformation-annealing") têm dado resultados favoráveis com a diminuição do tamanho de grão da austenita após tempera³. Alguns autores verificaram que a diminuição mais acentuada se obtinha usando recozimento com transformação⁴; sendo que a resposta ao tratamento térmico depende fortemente da composição química, em particular do teor de carbono, bem como da distribuição dos carbonetos².

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Objetivos: Este trabalho tem por objetivos estudar a influência da pressão de compactação, dos teores de oxigênio e principalmente carbono na sinterização do pó de aço rápido AISI M2.

Para tanto foram utilizados dois tipos de pós de aço rápido M2 atomizados a água, a tabela I fornece a caracterização química e física dos mesmos. O pó n.º 1 foi fabricado para o estudo do efeito do teor de oxigênio e o pó n.º 2 para se obter dados sobre a influência do teor de carbono, por adição de grafite sintética de granulometria menor que 38 µm, sendo a mistura realizada em agitador por duas horas. A tabela II apresenta as condições em que os ensaios foram realizados.

As amostras (≅ 2 g) foram compactadas uniaxialmente em matriz lubrificada com estearato de zinco a pressões que variaram entre 500 e 1040 MPa, produzindo-se corpos de prova de 10 mm de

diâmetro por $\cong 3,5$ mm de altura. As sinterizações foram realizadas a vácuo (10^{-4} mmHg).

A densidade a verde foi medida geometricamente, enquanto a do sinterizado por densidade hidrostática. O nível de porosidade no material sinterizado foi também obtido por metalografia quantitativa, num analisador de imagens Quantimet 520 - Cambridge Instruments, medindo-se a fração em área de aproximadamente 50 regiões da amostra escolhidas aleatoriamente.

As experiências foram realizadas, mantendo-se o tempo de sinterização em duas horas e a pressão de compactação em 780 MPa, variando-se o teor de carbono contido no pó n° 2, por adição de carbono na forma de grafite, para as temperaturas de 1220°C (0,2, 0,3, 0,4 e 0,5 %C em peso) e 1240°C (0,1, 0,2, 0,3 e 0,4 %C em peso).

As estruturas foram estudadas em microscópio ótico e a distribuição e morfologia dos carbonetos diferenciadas por ataque seletivo⁷, sendo utilizado 45 ml de Nital 5% + 45 ml de Picral 4% + 5 ml de HCl concentrado e tempo de 4 a 5 segundos para evidenciar a quantidade total de carbonetos.

3. RESULTADOS

3.1 Influência do Teor de Oxigênio

Este pó foi compactado com 585 MPa de pressão, obtendo-se densidade a verde de $4,5 \text{ g/cm}^3$ e sinterizado a vácuo por 2 horas a 1240°C, a microestrutura produzida é mostrada na figura 1, sendo que a fração em área de vazios é aproximadamente 27%.

3.2 Influência da Pressão de Compactação

Para este estudo utilizou-se o pó n° 2, com baixo teor de oxigênio cuja morfologia, característica da atomização a água, é apresentada na figura 2. A curva da pressão de compactação versus densidade a verde é mostrada na figura 3.

Resultados obtidos por metalografia quantitativa do mate-

rial sinterizado a 1260°C, com permanência de duas horas nesta temperatura, mostram que para pressões de 585 MPa o nível de porosidade é de 1,06%, para 780 MPa a porosidade diminui para 0,42%, enquanto para 1040 MPa não se detectou porosidade no aço rápido sinterizado, figura 4.

3.3 Influência do Teor de Carbono

A 1220°C, mesmo com adição de 0,5 %C, a porosidade é aproximadamente 19% em área, sendo que a elevação do teor de carbono consegue apenas aumentar a área de pescoço no estágio inicial da sinterização, não havendo aumento na densificação como mostra a tabela III.

Na temperatura de sinterização de 1240°C e com adição de 0,1% de carbono formam-se porosidades arredondadas e homoganeamente distribuídas em todo corpo de prova, conforme figura 5a. A partir de 0,2% de carbono obtém-se densificação total, figura 5b e tabela III; e conforme eleva-se o teor de carbono há o aumento do tamanho de grão e o tamanho dos carbonetos, indo estes para os contornos de grão. Para adições de 0,3 e 0,4%C há a formação de uma zona atacada diferentemente nos contornos de grão figuras 5c e 5d.

4. DISCUSSÃO

O pó de aço rápido é muito susceptível à oxidação tanto na sua fabricação quanto na fase de sinterização, devendo ser tomado cuidados com o superaquecimento do metal e o sistema de atomização (pressão, diâmetro e número de bocais, velocidade do fluido, etc) que determinarão seu nível de oxidação, granulometria e microestrutura.

O excesso de oxigênio causa problemas como reação com carbono contido no material,⁹ sendo que a oxidação da superfície do pó prejudica os mecanismos de difusão e portanto a sinterização, ocasionando retenção de porosidade, como é ilustrado na figura 1, e diminuição na compressibilidade e propriedades mecânicas do aço rápido. Dados da literatura^{2,9} mostram que teores de oxigênio da ordem de 580 ppm são suficientes para ocasionar um decréscimo de 0,05% no teor de carbono contido no aço rápido à temperatura de

1300°C e sob vácuo de 10^{-5} - 10^{-6} mmHg, devido a reação com o oxigênio dissolvido e o residual proveniente da atmosfera de sinterização.

A densidade final do sinterizado é fortemente influenciada pela densidade a verde,⁸ geralmente o aumento das pressões de compactação proporciona menor nível de porosidade, melhor controle dimensional e menor contração na sinterização. Nota-se um sensível aumento na compressibilidade do material quando comparada ao pó N° 1, chegando a densidade a verde a 87% da densidade teórica (densidade teórica de 8.00 g/cm³)² para pressões de 1000 MPa, figura 3; isto implica num maior contato entre as partículas, o que melhorará a sinterabilidade do compactado.⁸

No aço rápido M2 a microestrutura observada está condizente com os trabalhos de Bee⁹ e constitui-se de uma matriz martensítica com uma pequena quantidade de carbonetos do tipo MC, estando estes precipitados no contorno de grão. O carboneto M₂C além de aparecer como uma fina dispersão intragranular, também se encontra coalescido no contorno de grão; com o aumento do teor de carbono no aço há a diminuição da quantidade de M₂C intragranular e um crescimento deste carboneto nos contornos de grão, formando inclusive estruturas eutéticas como mostrado na figura 8a e 8b, o que diminui sensivelmente as propriedades mecânicas e de corte do material.^{3,9}

No aço rápido a sinterização ocorre com formação de fase líquida,⁹ estando representada na figura 6 a fração de líquido em função da temperatura para o aço rápido M2, nota-se que no intervalo de 1240 a 1245°C a velocidade de formação de líquido ocorre com uma variação de 3% de líquido formado por grau, já entre 1245 e 1320°C esta relação é somente de 0.045; isto significa que uma grande quantidade de líquido é formada rapidamente, sendo menor a variação até 1320°C.

Conclui-se que a baixas temperaturas (< 1245°C) há pouca densificação e a porosidade não pode ser minimizada em tempos razoáveis, enquanto que a sinterização alguns graus acima desta temperatura tende a promover o coalescimento de carbonetos e rápido crescimento de grão.

Uma das possibilidades de formação de fase líquida durante a sinterização, necessária para se conseguir a densificação total, é a dissolução preferencial dos carbonetos M_3C , principalmente os intragranulares, e sua migração para o contorno de grão conforme mostra a figura 8b para o aço N° 2 sinterizado a $1260^{\circ}C$ sem adições. Alguns sistemas ternários a base de ferro exibem reações que produzem fases de baixo ponto de fusão, muitas dessas envolvendo carbonetos.⁹

Uma outra possibilidade de se alcançar uma efetiva densificação é aumentar a quantidade de líquido por adição de carbono, pois para o aço rápido M2, o aumento do teor deste elemento abaixa a temperatura solidus de $111^{\circ}C$ para cada 1% C de adicionado,⁹ além de diminuir as temperaturas das reações como mostra a figura 7, podendo este fato explicar as micrografias da figura 5, pois haveria uma maior quantidade de fase líquida para a temperatura de $1240^{\circ}C$ onde se conseguiu uma estrutura isenta de porosidades a partir de 0.2% de excesso de carbono, quantidade necessária para reação com o oxigênio presente no sistema.

A diminuição da densificação mostrada na tabela III se deve ao carbono ter menor densidade que o aço rápido, o que não foi levado em conta na densidade teórica, fixada em 8.00 g/cm^3 .

A região do contorno de grão apresenta uma diferença de contraste para adição de carbono de 0.4%, figura 5d, quando comparada a teores menores; este fato deve-se provavelmente a maior quantidade de líquido e a diferenças mais acentuadas de composição entre a matriz e a fase líquida na solidificação.

5. CONCLUSOES

1. No aço rápido M2 a densificação ocorre por formação de fase líquida sendo que a faixa de temperatura de sinterização é muito estreita ($\pm 3^{\circ}C$) e seu valor é função principalmente do oxigênio, carbono e densidade a verde, abaixo deste intervalo não há a formação de fase líquida suficiente havendo retenção de porosidade e para valores de temperatura mais elevados ocorre o crescimento de grão e carbonetos, indo estes para os contornos de grão.

2. Teores muito elevados de oxigênio impedem a sinterização, pois além de formar uma camada de óxido que dificulta a difusão reage com o carbono da matriz aumentando a temperatura solidus do M2; o que diminui a quantidade de fase líquida.

3. O aumento da pressão conduz a uma elevação na densidade a verde, o que implica numa maior densificação final para dada temperatura.

4. O aumento do teor de carbono no aço rápido, por adição de grafite, provoca uma diminuição da temperatura solidus, o que promove uma maior formação de fase líquida para dada temperatura de sinterização, e portanto, uma maior densificação final.

BIBLIOGRAFIA

1. Igharo, M. e Wood, J.V., Effects of consolidation parameter on properties of sintered high speed steels, *Powder Metallurgy*, 1990, V. 23 (1), pp.70-76.
2. Martins, I.; Oliveira M. M e Carvalhinhos, H., Efeito da Compressão Isostática a Quente (HIP) no Tratamento Térmico dos Aços Rápidos M2 e T15 Sinterizados, *Tratemat 86 - II Congresso Nacional de Tratamientos Térmicos*, San Sebastian, 16 a 21 nov. 1986, pp. 451-461.
3. Bee, J.V; Wood, J.V; Brewin, P.R e Nurthen, P.D., Phase Distributions During the Sintering of High Speed Steel Powders, *Progress in Powder Metallurgy*, 1985, V.41, San Francisco, California, USA, 14-17 jul.1985, pp.217-233.
4. Kulkarni, K.M; Ashurt, A. e Svilar, M., *Modern Developments in Powder Metallurgy*, 13 (1980) 93.
5. Neumeyer, T.A e Kasak, A., *Metallurgical Transaction*, 3A (1972) 228.
6. Jagger, F.L., Price, W.J.C, Walker, P.I e Smith, P., *Powder Metallurgy*, 20 (1977) 151.
7. Blickwede, D.J. e Cohen, Morris, The Isolation of Carbides from High Speed Steel, *Metals Transaction*, Vol. 185, Set. 1949, pp. 578-584.
8. German, R. M., *Powder Metallurgy Science*, Metal Powder Industries Federation, Princeton, N.J., 1984, 256 páginas.
9. Hoyle, Geoffrey; *High Speed Steels*, Butterwoths, Cambridge, 1988, 222 páginas.

MATERIAL	ELEMENTO (%PESO)						
	C	Cr	Mo	V	W	O	N
PÓ N°1	0.85	4*	5*	2*	6*	1.2	0.0470
PÓ N° 2	0.879	4.09	4.96	1.92	6.44	0.0876	0.0210
* composição nominal							

	PÓ N° 1	PÓ N° 2
Diâmetro médio (μm)	105	80
Área de Superfície Específica (m^2/g)	< 0.1	< 0.1
Microdureza Vickers (carga 20 g)	250	184

Tabela I. Caracterização Química e Física dos Pós de Aço Rápido M2.

CONDIÇÕES DE SINTERIZAÇÃO	VARIÁVEIS DE SINTERIZAÇÃO		
	Teor de Oxigênio	Pressão de Compactação	Teor de Carbono
Pó M2	N° 1	N° 2	N° 2
Temperatura (°C)	1240	1260	1220 / 1240
Tempo (h)	2	2	2
Pressão (MPa)	585	585 / 780 / 1040	780
Oxigênio (%)	1.2	0.0876	0.0876
Teor de Carbono Adicionado (%)	0	0	1220°C 0.2 / 0.3 / 0.4 / 0.5 1240°C 0.1 / 0.2 / 0.3 / 0.4

Tabela II - Condições dos Ensaios de Sinterização a Vácuo (10^{-4} mmHg).

	Temperaturas							
	1220°C				1240°C			
%C	0.2	0.3	0.4	0.5	0.1	0.2	0.3	0.4
ρ_v^1	6.45	6.37	6.37	6.34	6.52	6.54	6.49	6.51
ρ_h^2	7.18	7.12	7.09	7.11	7.97	8.06	8.01	7.98
ϕ^3	0.47	0.46	0.44	0.46	0.98	1.04	1.01	0.97

1. ρ_v = Densidade a Verde
2. ρ_h = Densidade Hidrostática do Sinterizado
3. ϕ = Densificação: $(\rho_s - \rho_g) / (\rho_t - \rho_g)$
4. ρ_t = Densidade Teórica (8 g/cm^3)²

Tabela III. Densidade a Verde, Densidade após Sinterização e Densificação em Função do Teor de Carbono para a Pressão de Compactação de 780 MPa.

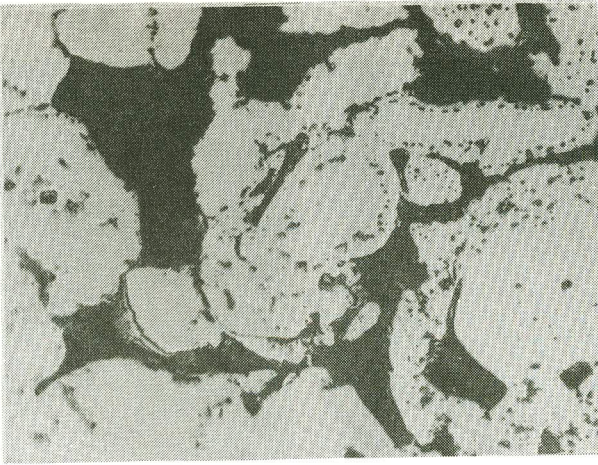


Figura 1. Aço Rápido N° 1 Sinterizado a 1240°C a vácuo por 2h. Sem ataque. 1000 X.



Figura 2. Partículas do pó de Aço Rápido N° 2, apresentando a forma irregular característica da atomização a água.

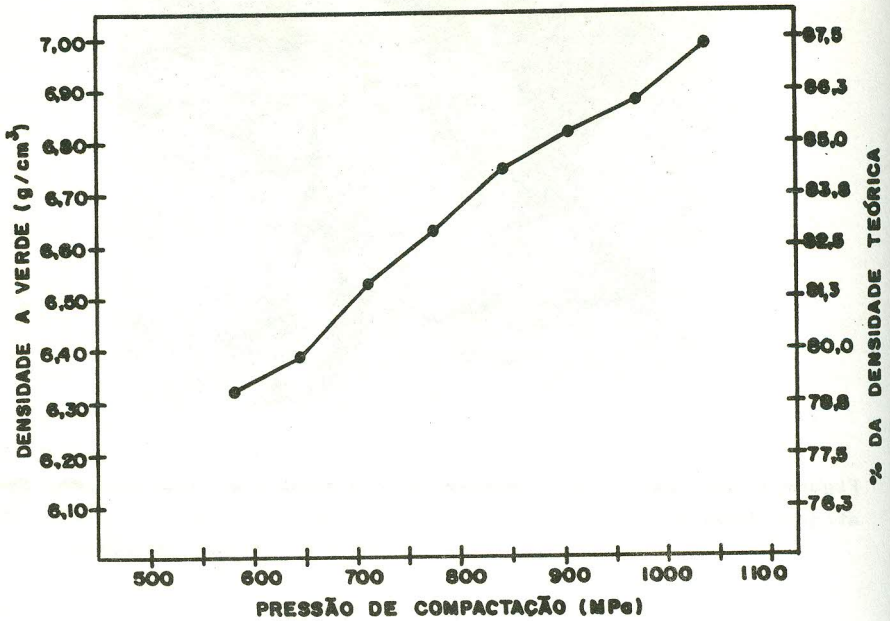


Figura 3. Densidade a Verde (g/cm^3) em função da Pressão de Compactação (MPa) para o pó de Aço Rápido Nº 2.

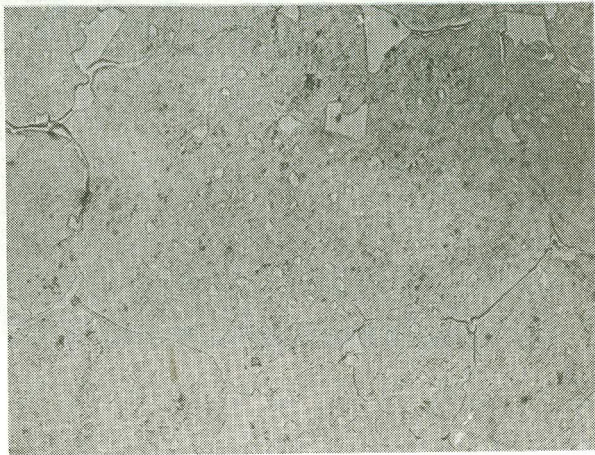
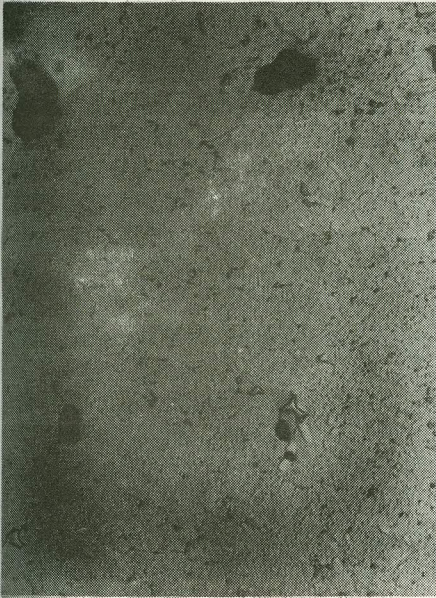


Figura 4. Aço Rápido Nº 2 Sinterizado a 1260°C sob vácuo por 2h. Ataque Nital + Picral. 1000 X

(a)

247

(b)



(c)

(d)

Figura 5. Aço Rápido N° 2 Sinterizado a 1240°C sob vácuo por 2h com adição de (a) 0.1%C, (b) 0.2%C, (c) 0.3%C e (d) 0.4% C. Ataque Nital + Picral. 420 X.

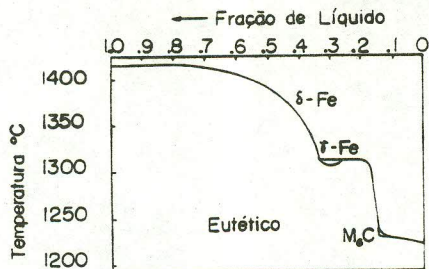


Figura 6. Fração Volumétrica de Líquido Formado em Função da Temperatura. ^p

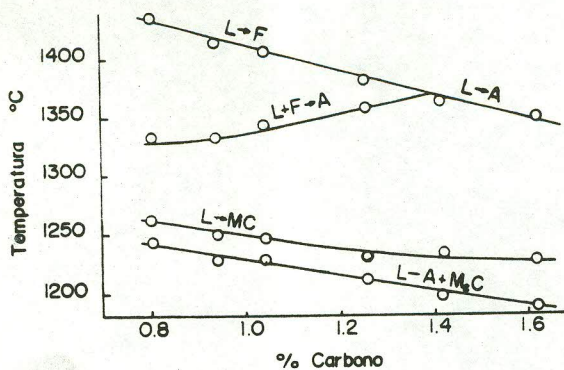
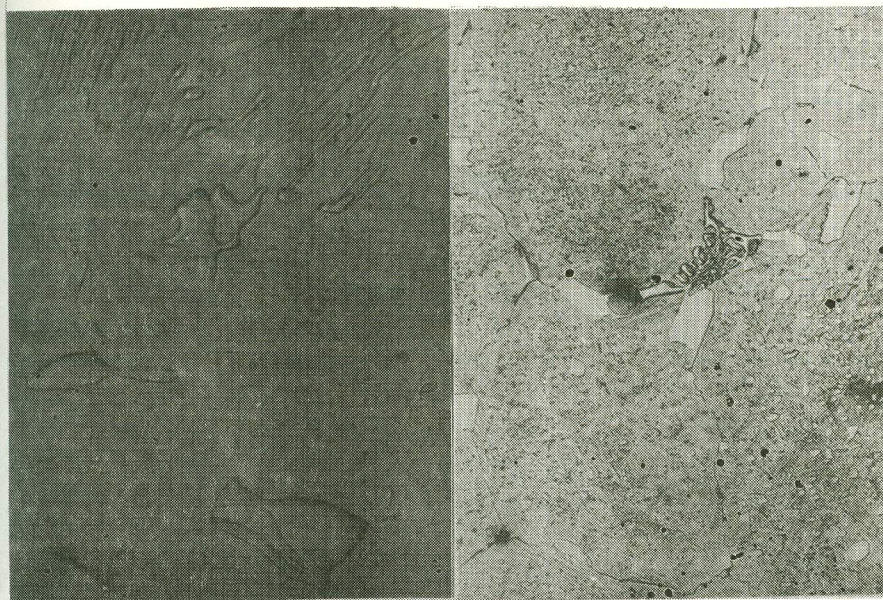


Figura 7. Temperatura de Reação versus Teor de Carbono, para o Aço Rápido M2. ^p



(a)

(b)

Figura 8. Estruturas Eutéticas (a) Aço Rápido N° 2 com adição de 0.3% C, 1240°C sob vácuo por 2 h. (b) 1260°C sob vácuo por 2h sem adição. Ataque Nital + Picral. 1000 X.