

## SINTERIZAÇÃO DO AÇO RÁPIDO AO MOLIBDÊNIO AISI M3:2

Araujo Filho, O.O.<sup>1</sup>, Neves, M.D.M.<sup>1</sup>, Ribeiro, O.C.S.<sup>1</sup>, Desimone, D.<sup>2</sup>, Nogueira, R. A.<sup>1</sup>, Ambrozio Filho, F.<sup>1</sup>.

1. IPEN-CNEN/SP- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – Av. Prof. Lineu Prestes nº 2242 – Universidade de São Paulo – USP – Cidade Universitária – Butantã – São Paulo – SP – CEP: 05508-000,
2. Departamento de Engenharia Mecânica – Curso de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.  
e-mail: oscarof@ipen.br

### RESUMO

*Aços rápidos obtidos por técnicas de metalurgia do pó (MP) apresentam propriedades melhoradas quando comparados aos aços rápidos obtidos pelo processo convencional. Isso se deve a uma microestrutura otimizada com carbonetos menores e homoganeamente distribuídos. A sinterização com fase líquida é uma das técnicas de fabricação de aços rápidos obtidos pela metalurgia do pó. Sinterização com fase líquida de aços rápidos pode vir a se constituir num processo de fabricação economicamente mais viável para a manufatura de ferramentas quando comparado a bem conhecida e dispendiosa sinterização por compactação isostática a quente e, por outro lado, apresentar propriedades melhores relativamente ao aço rápido obtido pelo processo convencional. O objetivo deste trabalho é a obtenção de um aço rápido AISI M3:2 por compactação uniaxial a frio e sinterização com fase líquida. O pó do aço rápido AISI M3:2 foi compactado uniaxialmente a frio a 700 MPa e sinterizado nas temperaturas de 1240 °C, 1250 °C, 1260 °C, 1270 °C e 1275 °C para a determinação da janela de sinterização. As densidades do material a verde variaram entre 6,01 e 6,18 g/cm<sup>3</sup>. Medidas de densidade e de resistência à ruptura transversal (TRS) de pelo menos cinco amostras do material para cada temperatura de sinterização foram obtidas. Micrografias de MEV das amostras sinterizadas a diferentes temperaturas foram obtidas para avaliar as microestruturas (porosidades, tamanho e distribuição de carbonetos). A janela de sinterização, ou seja faixa de temperatura de sinterização que promoveu a melhor densificação do material, foi definida entre 1260 e 1270 °C. A curva de densidades versus temperaturas de sinterização nos forneceu 1263 °C como a temperatura de sinterização para esse aço. Densidades de quase 100% da densidade teórica do material (8,1 g/cm<sup>3</sup>) foram obtidas para essa temperatura. A resistência a ruptura transversal atingiu o seu valor máximo para a temperatura de 1260 °C, apresentando uma queda acentuada para o outro extremo da janela de sinterização (1270 °C), o que corrobora a temperatura de 1263 °C como temperatura ótima de sinterização.*

Palavras-chave: Metalurgia do pó, aços rápidos, sinterização.

### INTRODUÇÃO

Desde a introdução do primeiro protótipo por Taylor e White no início do século XX, os aços rápidos vêm sendo utilizados na manufatura de ferramentas com uma extensa gama de aplicações, que levam em conta suas boas propriedades e que possibilitam em muitas destas aplicações uma alternativa para o metal duro (carboneto de tungstênio sinterizado). A microestrutura desse tipo especial de aço ferramenta após o tratamento térmico de endurecimento

(austenitização, têmpera e subsequente revenimento), consiste de uma matriz de martensita e de carbonetos ricos em tungstênio, molibdênio e vanádio que promovem propriedades elevadas como resistência ao desgaste e tenacidade (Beiss et al, 1985). Essa combinação de propriedades associada ao baixo custo faz desse material um dos favoritos para aplicações como as que estão envolvidas em operações de usinagem. O processo convencional de fabricação desses aços que envolve fusão, lingotamento e conformação a quente a microestrutura apresenta carbonetos grandes (em torno de 25  $\mu\text{m}$ ) (Neumeyer & Kasak, 1972), distribuídos de maneira não uniforme e alinhados na direção da laminação, o que conduz à anisotropia de propriedades principalmente com redução da tenacidade. Por outro lado, as técnicas da metalurgia do pó têm sido aplicadas com sucesso, como um processo alternativo produzindo materiais com carbonetos menores e mais bem distribuídos possibilitando uma melhoria das propriedades e uma redução na anisotropia (Brewin et al, 1989). A metalurgia do pó minimiza os problemas inerentes ao processo convencional, que produz microestruturas com carbonetos grosseiros atribuída à extensa faixa de resfriamento durante a solidificação (Ray & Pal, 1990; Igharo et al, 1990).

O objetivo desse trabalho consiste na obtenção do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a vácuo (compactado uniaxialmente a frio e sinterizado com fase líquida). A sinterização com fase líquida de aços rápidos pode vir a se constituir num processo de fabricação economicamente mais viável para a manufatura de ferramentas quando comparado com a sinterização por compactação isostática a quente e, por outro lado, apresentar propriedades melhores relativamente ao aço rápido obtido pelo processo convencional.

## MATERIAIS E MÉTODOS

O pó do aço rápido AISI M3:2 foi fornecido pela Coldstream Inc. e caracterizado por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). A morfologia irregular observada na micrografia da figura 1 se deve ao processo de atomização a água. A difração de raios X da figura 2 apresenta as fases presentes no pó do aço rápido AISI M3:2 que consiste basicamente de uma matriz de ferrita e de carbonetos dos tipos  $\text{M}_6\text{C}$  (rico em tungstênio e molibdênio) e  $\text{MC}$  (rico em vanádio) (Kaiser & Cohen, 1952). A difração de laser foi utilizada para a determinação de tamanho de partícula e da distribuição de tamanho de partícula. O tamanho médio de partícula é de 96  $\mu\text{m}$ .

A composição química do pó do aço rápido M3:2 fornecido pela Coldstream Inc é apresentada na tabela I.

Tabela I – Composição química do pó do aço rápido M3:2 fornecido pela Coldstream Inc. Peso por cento e o balanço é o ferro.

	C	W	Mo	Cr	V	Mn	Si
Wt%	0,98	5,68	6,2	3,97	2,92	0,30	0,20

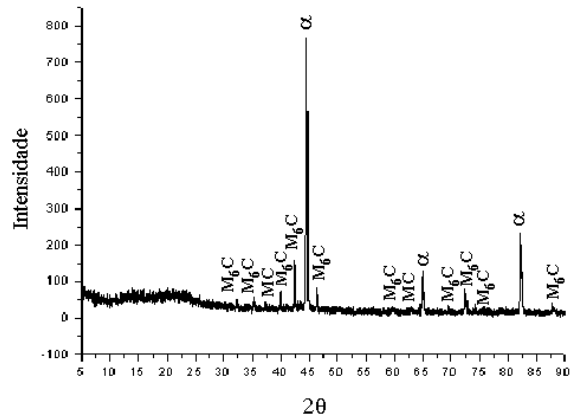
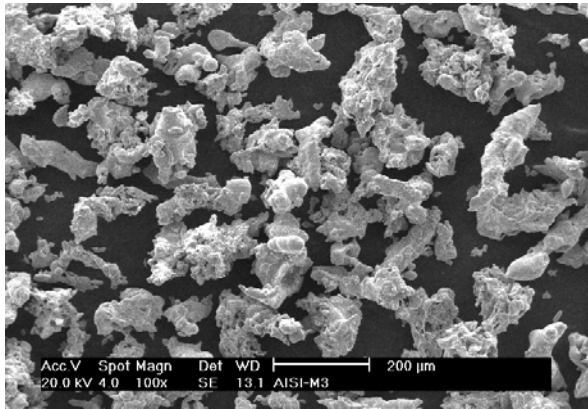


Fig.1 – Micrografia de MEV do pó do aço rápido M3:2 fornecido pela Coldstream Inc. Aumento: 100 ×.

Fig. 2 - Difratograma do pó do aço rápido M3:2 fornecido pela Coldstream Inc. (Cu-Kα).

As amostras do aço rápido M3:2 sinterizado a vácuo foram compactadas uniaxialmente a frio numa prensa a uma pressão de 700 MPa obtendo-se densidades a verde que variaram entre 6,01 e 6,18 g/cm<sup>3</sup>.

O material foi sinterizado em um forno resistivo a vácuo ( $6,5 \times 10^{-4}$  torr. no início da sinterização e  $1,1 \times 10^{-5}$  torr. no final do ciclo de sinterização) em cinco diferentes temperaturas de sinterização durante 1 hora. As temperaturas utilizadas no processo para a obtenção da janela de sinterização foram 1240, 1250, 1260, 1270 e 1275 °C ( $\pm 3$  °C). Medidas de densidade foram executadas medindo-se as amostras e determinando-se sua massa após o que as mesmas foram submetidas ao ensaio de flexão em três pontos para a determinação da resistência à ruptura transversal. As microestruturas foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Ensaio de flexão em três pontos do material sinterizado nas diferentes temperaturas foram executados em amostras retificadas de área de secção transversal de  $5,5 \times 11$  mm<sup>2</sup> e comprimento de 31,7 mm, 25 mm de distância entre os rolos a uma taxa de 2,5 mm/min. (velocidade do cabeçote). Pelo menos cinco amostras foram ensaiadas para cada condição de sinterização.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados para as densidades do aço rápido AISI M3:2 sinterizado nas diferentes temperaturas são apresentados na tabela II e na figura 3.

Tabela II

Temperatura de sinterização (°C)	1240	1250	1260	1270	1275
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	6,79 ± 0,034	6,91 ± 0,014	7,32 ± 0,06	8,0 ± 0,05	7,84 ± 0,034

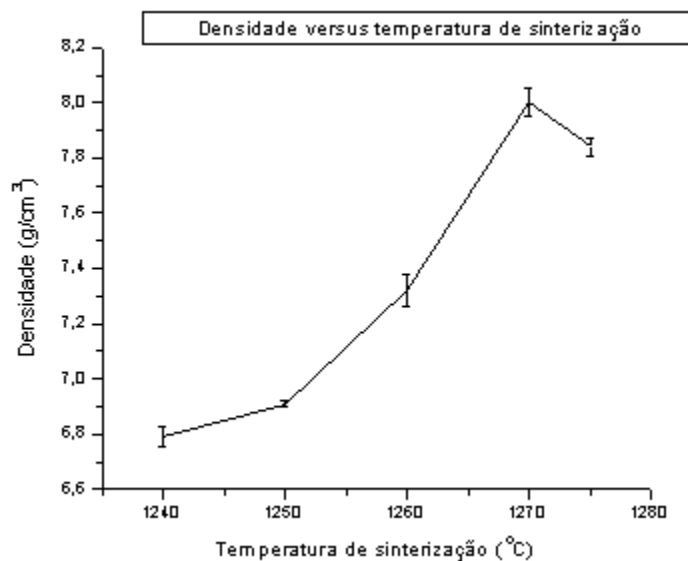


Fig. 3 – densidade em função da temperatura de sinterização.

A densidade aumenta com a temperatura de sinterização atingindo seu valor máximo para a temperatura de 1270 °C,  $8,0 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$ , próxima da densidade teórica do material que corresponde a  $8,1 \text{ g/cm}^3$ . As densificações são crescentes com a temperatura e portanto quantidades menores de poros (porosidade decrescente) são observados. A partir dessa temperatura, a densidade do material apresenta uma queda acentuada que reduz a densidade para  $7,84 \text{ g/cm}^3$  para a temperatura de sinterização de 1275 °C. A janela de sinterização que promove a melhor densificação do material situa-se, portanto, no intervalo entre 1260 – 1270 °C. Os resultados de resistência à ruptura transversal estão relacionados com a quantidade de poros que resultam do ciclo de sinterização. A tabela III e o gráfico da figura 4 apresentam os resultados da resistência à ruptura transversal (TRS).

Tabela III

Temperatura de sinterização, (°C)	1240	1250	1260	1270	1275
TRS (Mpa)	$1342 \pm 17,5$	$1485 \pm 12,3$	$1664 \pm 203$	$997 \pm 118$	$952 \pm 94,3$

A figura 5 mostra a disposição das amostras no forno de sinterização a vácuo.

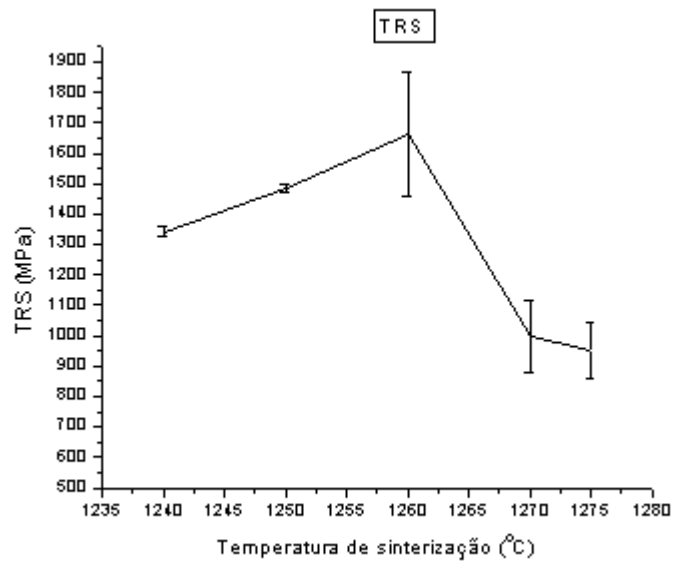


Fig. 4 – A resistência à ruptura transversal (TRS) em da função da temperatura de sinterização.

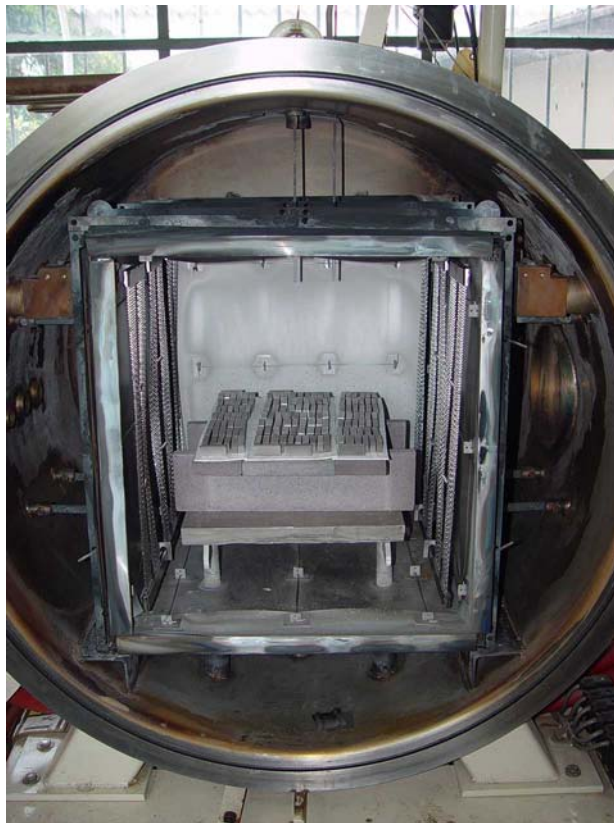


Fig. 5 – Disposição das amostras no forno por ocasião da sinterização.

A avaliação das microestruturas do material foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e são apresentadas nas figuras 6 a 10.

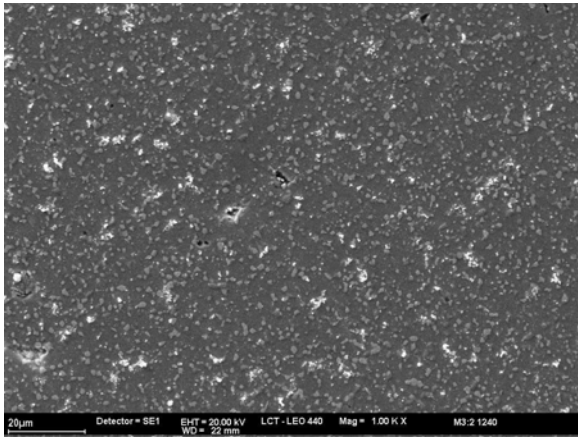


Fig. 6 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1240 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

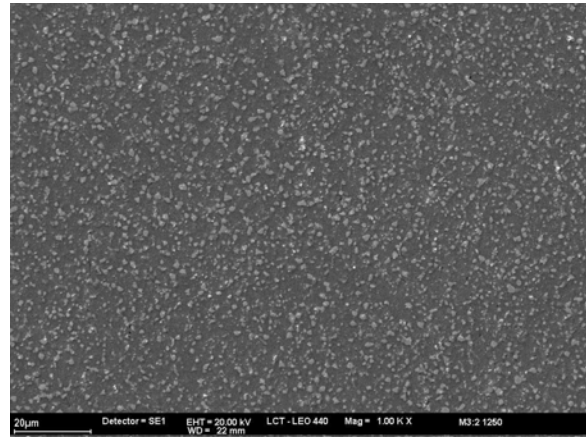


Fig. 7 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1250 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

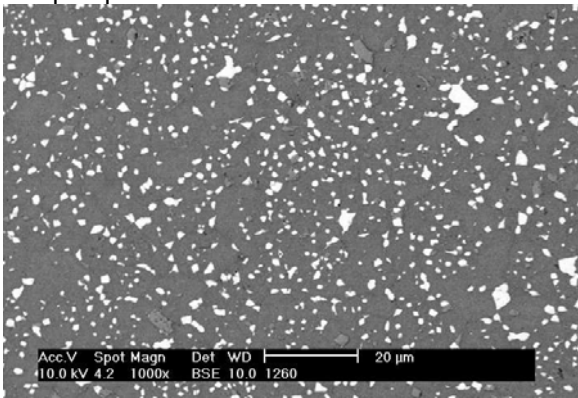


Fig. 8 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1260 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

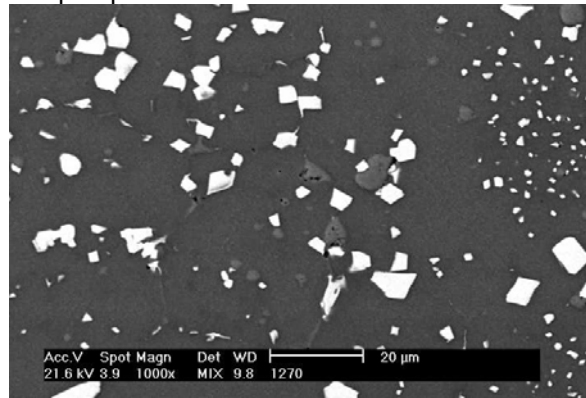


Fig. 9 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1270 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

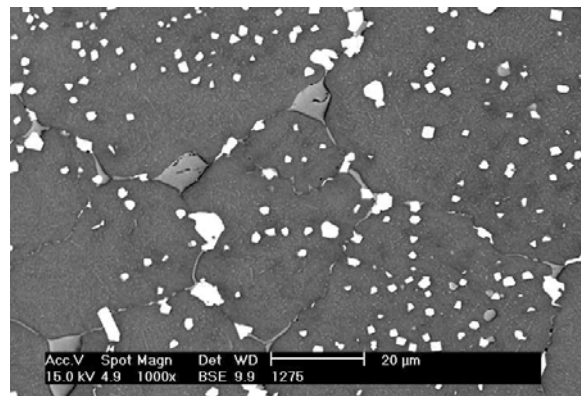


Fig. 10 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1275 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

A avaliação das micrografias de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado nas diferentes temperaturas de sinterização indica que o sinterizado na temperatura de 1240 °C apresenta porosidades, o que é consistente com a baixa densidade ( $6,79 \pm 0,034 \text{ g/cm}^3$ ) apresentada por esse material nessa temperatura de sinterização. Por outro lado, a sinterização do material na temperatura de 1275 °C promoveu um crescimento excessivo dos carbonetos e a formação de uma rede de carbonetos no contorno de grão (com efeitos deletérios para a tenacidade), o que nos leva a concluir que houve um excesso de fase líquida durante o ciclo de sinterização nessa temperatura. A análise dos resultados de densidade, resistência à ruptura transversal e das micrografias de MEV indica que o melhor intervalo de sinterização situa-se entre 1260 e 1270 °C. Tentou-se a temperatura de sinterização de 1263 °C como a temperatura ótima de sinterização e obteve-se resultados para a densidade e o TRS. Essa temperatura apresenta densidades da ordem da densidade teórica do material ( $8,1 \text{ g/cm}^3$ ).

Estabeleceu-se, portanto, a temperatura de 1263 °C como a temperatura de sinterização para o aço rápido AISI M3:2. Os resultados de resistência à ruptura transversal (TRS) e de densidade são apresentados na tabela IV.

Tabela IV – Densidade e TRS para a temperatura de sinterização de 1263 °C

Densidade ( $\text{g/cm}^3$ )	8,1
TRS (Mpa)	$1428 \pm 299$

A figura 11 apresenta uma micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1263 °C.

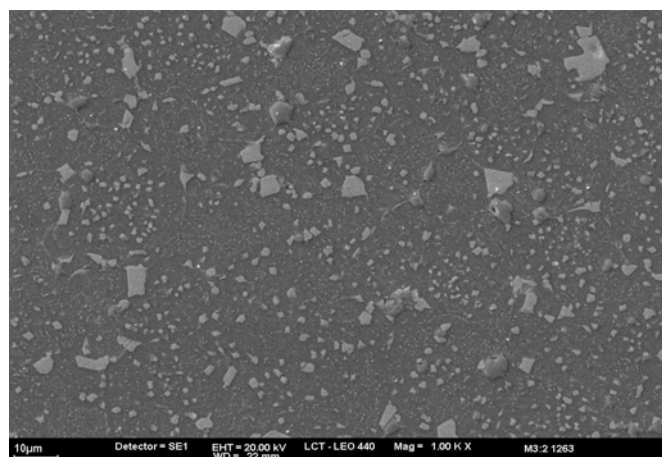


Fig. 11 – Micrografia de MEV do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1263 °C. Aumento: 1000 ×. Ataque químico: nital a 2%.

Medidas do teor de carbono foram executadas utilizando-se o método da combustão direta, detecção por infravermelho, com o objetivo de avaliar a perda de carbono durante a sinterização. A tabela V apresenta os teores de carbono do pó do aço rápido M3:2.

Tabela V – Teor de carbono

	Teor de carbono (%C)
Pó do aço rápido M3:2 fornecido pela Coldstream Inc.	0,98 ± 0,01
Aço rápido M3:2 sinterizado a vácuo	0,88 ± 0,01
Perda de carbono durante a sinterização	0,1

Portanto, durante a sinterização foi observada a perda de 0,1% no teor de carbono.

Uma difração de raios X do material sinterizado a 1263 °C é apresentada na figura 12. O pico de maior intensidade corresponde a austenita (fase  $\gamma$ ) . Picos correspondentes aos carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  ( $Cr_{23}C_6$ ),  $M_3C$  ( $Fe_3C$ ),  $M_7C_3$  ( $Fe_7C_3$ ) e  $M_2C$  ( $Mo_2C$ ) também são observados.

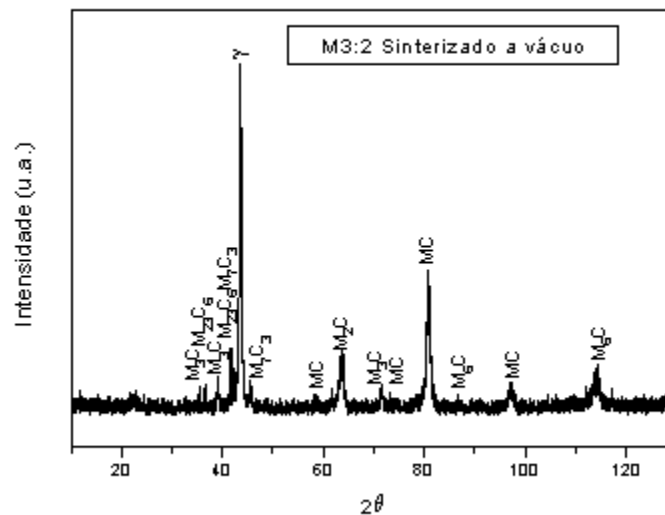


Fig. 12 – Difratograma do aço rápido AISI M3:2 sinterizado a vácuo a 1263 °C. Radiação Cu- $\alpha$ .

Após o ciclo de sinterização o material apresentou uma dureza elevada ( $49 \pm 0,4$ HRC). O tratamento térmico de recozimento se faz necessário uma vez, que as amostras apresentaram durezas da ordem de 49 HRC e também para aliviar tensões internas que resultaram do ciclo de sinterização. O recozimento também é recomendado para facilitar as operações de usinagem na fabricação dos corpos de prova. O aço rápido AISI M3:2 sinterizado a 1263 °C foi submetido ao tratamento térmico de recozimento (Wilson,1975). Inicialmente, o material foi aquecido a 870 °C e mantido nessa temperatura durante 6 horas, seguindo-se de resfriamento até a temperatura ambiente. Em relação à microestrutura, o processo de recozimento conduz à formação da



Após o recozimento a 870 °C, o pico de maior intensidade corresponde a um pico de ferrita (fase  $\alpha$ ). Os picos das fases correspondentes aos carbonetos são basicamente os dos tipos  $M_6C$  (rico em tungstênio e molibdênio) e MC (rico em vanádio).

## CONCLUSÕES

1. A compactação uniaxial a frio do aço rápido AISI M3:2 seguida de sinterização com fase líquida pode vir a se constituir numa técnica alternativa economicamente viável em relação a sinterização por compactação isostática a quente e produzindo produtos com propriedades melhores comparativamente ao processo convencional;
2. O aço rápido AISI M3:2, compactado uniaxialmente a frio e sinterizado a vácuo, apresentou densificação de quase 100% quando sinterizado na faixa de temperatura de 1260-1270 °C;
3. A temperatura de sinterização de 1263 °C promove densidade de 8,1 g/cm<sup>3</sup> que corresponde a densidade teórica para esse tipo de aço rápido;
4. Durante a sinterização foi observada a perda de 0,1% no teor de carbono;
5. Após o ciclo de sinterização, o material antes da realização do tratamento térmico de endurecimento deve ser submetido ao tratamento térmico de recozimento para aliviar tensões que resultam da sinterização, e por conseguinte, promover uma redução da dureza.

## REFERÊNCIAS

1. Beiss, P., Wahling, R., and Duda, D. – Toughness of Vacuum Sintered P/M High Speed Steels. **Modern Developments in Powder Metallurgy**, vol. 15-17, p. 331-357, 1985.
2. Brewin, P. R., Toloui, B., Nurthen, P. D., Fellgett, J. A., Wood, J. V., Igharo, M., Coleman, D. S. and Shaikh, Q. Effect of Process Variables and Microstructure on Properties of Sintered High Speed Steel for Wear Applications. **Powder Metallurgy**, vol. 32, N. 4, p. 285-290, 1989.
3. Hoyle, G. **High Speed Steels**. Butterworth & Co. (Publishers) Ltd, 1988.
4. Igharo, M., Brewin, P. and Wood, J. - Development of sintered high speed steel alloys for wear applications - **World Conference on Powder Metallurgy** , vol 1, p. 266-271, 1990.
5. Kaiser, F. and Cohen, M. Carbides in high-speed steel. Their nature and quantity. **Metal Progress**, p.79-85, Junho, 1952.

6. Neumeier, T. A. and Kasak, A. Grain Size of High-Speed Tool Steels. **Metallurgical Transactions**. vol. 3. p. 2281-2287, 1972.
7. Ray, P. and Pal, P. K. – High Speed Steel Semis – Alternate Production Routes. **World Conference on Powder Metallurgy** , vol 1, p. 159-169, 1990.
8. Wilson, R. **Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels**. McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, 1975.

## **Sintering of the Molybdenum AISI M3:2 High Speed Steel**

### **ABSTRACT**

High Speed Steels obtained by powder metallurgy (PM) techniques present improved properties when compared with products obtained by conventional processing routes. PM techniques produce improved microstructures with smaller and better distribution of carbides. Liquid phase sintering high speed steel seems to be a cheaper processing route in the manufacturing of tool steels if compared to the well-known and expansive hot isostatic pressing high speed steels. In this work a molybdenum AISI M3:2 tool steel manufactured from irregular water atomized powders was uniaxially cold compacted at 700 MPa and then sintered in a resistive furnace under vacuum at five different temperatures of sintering (1240, 1250, 1260, 1270 and 1275 °C). The green densities varied from 6,01 to 6,18 g/cm<sup>3</sup>. The sintered samples from all these experimental procedures were submitted to three point bending test in order to determine the transverse rupture strength (TRS). Measurements of density were performed and the microstructures were evaluated using electronic techniques in order to investigate the best range of sintering temperature. The best range of sintering which promotes the best densification of the material was determined to be in the interval of 1260-1270 °C. The density versus sintering temperature curve indicated the temperature of 1263 °C as the sintering temperature for this material. Densifications of almost 100% of the theoretical density (8,1 g/cm<sup>3</sup>) were obtained at this temperature of sintering. At least five parallel samples were tested to each condition of sintering.

Key-words: Powder metallurgy, high speed steels, sintering.