



EDVAL GONÇALVES DE ARAUJO - IPEN/CNEN/SP  
FRANCISCO AMBRÓSIO FILHO - IPEN/CNEN/SP



cbecimat

Estuda-se a microestrutura resultante da:

- (1) adição de carboneto de nióbio ao aço rápido M2, no sentido de aumentar sua resistência ao desgaste abrasivo e
- (2) adição de teores de fósforo, visando a diminuição da temperatura de sinterização do aço M2, de 1240°C para 1150°C, com a obtenção de densidades próxima à teórica.

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços rápidos são assim designados face a capacidade que apresentam de usar materiais em elevadas velocidades de corte. São ligas ferrosas complexas contendo carbono, cromo, vanádio, molibdênio e/ou tungstênio e, em alguns casos, substancial quantidade de cobalto. O carbono e os elementos de liga são balanceados num nível adequado de modo a resultar após tratamento térmico, elevada dureza, elevada resistência ao desgaste, elevada resistência ao amolecimento por calor e boa tenacidade para permitir a utilização efetiva em operações industriais de corte.

A metalurgia do pó dos aços rápidos vem ganhando importância crescente devido as melhorias de propriedades mecânicas e diminuição dos custos de produção por redução das perdas de processamento, do número de etapas até a obtenção do produto acabado (near net shape) e economia de energia do processo. Há ainda a possibilidade de produção, por esta técnica, de novas ligas e compostos de aço-ferramenta.

No que diz respeito à microestrutura dos aços rápidos sinterizados em relação aos aços convencionais, a eliminação da segregação e dispersão uniforme de carbonetos finos melhora a capacidade de corte e usinabilidade do material, aumenta a tenacidade e reduz a distorção nos tratamentos térmicos [1,2,3,4].

A grande aplicação dos aços rápidos convencionais é como ferramentas de corte, tais como brocas, fresas, mandris, alargadores e "bites" de torno mecânico, já os aços rápidos produzidos por metalurgia do pó, são aplicados na produção de peças para resistir ao desgaste abrasivo a altas temperaturas, como insertos em assentos de válvula para motores de combustão interna [5,6], engrenagens [4], na fabricação de insertos reversíveis e ferramentas de corte de formas complexas com solicitações dinâmicas de reduzida seção e arestas de corte finas, principalmente em operações de usinagem intermitentes [1,7], além de peças e matrizes para trabalho a frio.

Em termos de mercado, há um aumento de 8,5% ao ano na produção de pó de aço rápido, correspondendo a uma projeção de consumo equivalente a 125 milhões de dólares para o ano 2000, apenas para o mercado norte-americano. No Brasil, a tecnologia e processamento de aços rápidos sinterizados é incipiente, estando em fase de pesquisas.

## 2. O AÇO RÁPIDO POR METALURGIA DO PÓ

As normas gerais para a produção de peças de aço rápido são análogas às de outros produtos da metalurgia do pó. Inicia-se pela caracterização da matéria-prima que deve obedecer a critérios granulométricos e químicos, principalmente o teor de oxigênio que deve ser menor que 1000 ppm [9], então o processamento do aço rápido segue uma das seguintes rotas:

- (1) Compactação a frio e sinterização à vácuo do pó atomizado a água e recozido (sinterização com fase líquida)
- (2) Compactação isostática a quente ou extrusão do pó atomizado a gás.

A rota que utiliza a sinterização com fase líquida é a mais econômica, permite a produção de peças na forma quase final com densidades próximas às teóricas, sendo objeto deste trabalho.

A sinterização é a etapa crítica na produção de componentes de aço rápido com fase líquida, necessitando de fornos com distribuição uniforme de temperatura devido a estreita faixa de sinterização ( $\pm 3^\circ\text{C}$  para o aço rápido M2), para a obtenção de peças com propriedades otimizadas [3,5,8], podendo ser realizada sob vácuo ( $10^{-4}$  a  $10^{-6}$  mmHg) [2,5] ou em atmosfera redutora (hidrogênio [8], hidrogênio-nitrogênio [5]). De acordo com a composição química, a temperatura de sinterização varia de 1230°C a 1340°C e o tempo, para dada temperatura, desde 10 minutos a algumas horas [10].

Na temperatura ótima de sinterização a densificação é obtida em tempos razoáveis, mantendo os constituintes microestruturais com uma distribuição uniforme e fina; a alguns graus abaixo desta temperatura não são conseguidos níveis de densidade superiores a 90% da densidade teórica, mesmo para longos períodos de sinterização; pouco acima da temperatura ótima ou para tempos relativamente longos nesta temperatura, ocorre um crescimento excessivo de grão bem como coalescimento de carbonetos, indo estes para os contornos de grão [5].

Na produção de componentes estruturais é essencial a obtenção do máximo de densificação, pois porosidades entre 1 e 3% em volume reduzem a tenacidade, em termos de resistência a ruptura transversal (RRT), em mais de 10% e 25%, respectivamente. O excesso de temperatura ou tempo de sinterização também causam uma queda entre 10 e 25% dessas propriedades, dependendo do superaquecimento [8].

### 3. OBJETIVOS

Este estudo tem por objetivos a análise das microestruturas resultantes das adições de carbono, carboneto de nióbio (NbC) e fósforo ao aço rápido M2, pesquisando-se alguns parâmetros para o processamento desses materiais por sinterização com fase líquida.

### 4. METODOLOGIA

Os pós utilizados nas experiências possuem as seguintes características:

Aço rápido M2 (% peso)	
Cr: 0.91, Cr: 4.06, Mo: 4.80, V: 1.76, W: 5.80, O: 0.058 e N: 0.027	
Densidade Verdadeira:	8.00 g/cm <sup>3</sup>
Densidade Aparente:	2.65 g/cm <sup>3</sup>
Microdureza Vickers:	220 (carga 90g)
Tamanho de Grão Fischer:	175 µm
Tamanho Médio de Grão:	80.5 µm
Escoabilidade (seg/50g):	32

Carboneto de Nióbio (% peso)	
C <sub>total</sub> : 11.3%, C <sub>livre</sub> : 0.30% e Nb: 85.7%	
Densidade Aparente:	3.4 g/cm <sup>3</sup>
Tamanho de Grão Fischer:	2.6 µm

Cobre-Fósforo		< 38µm
Cu: 66%, P: 14% (%peso)		
Grafite	< 38µm	
C <sub>total</sub> : 98.5% (%peso)		

As variáveis a serem estudadas: influência das adições de Carbono, NbC e P sobre o aço rápido AISI M2, foram divididas em três grupos sendo processados da seguinte forma:

1. Teor de carbono (0.1, 0.2, 0.3 e 0.4% em massa): O aço M2 e o carbono, na forma de grafite, foram misturados em misturador Y por 1h, compactados uniaxialmente em matriz cilíndrica de 10 mm de diâmetro com pressão de 700 MPa e sinterizados a vácuo por 2h a 1240°C.
2. Ao aço M2 é adicionado fósforo (1.0 e 1.4% em peso) através de uma liga cobre-fósforo, fazendo-se mistura simples (Y) por 1h, sendo a amostra compactada uniaxialmente com pressão de 550 MPa e sinterizada sob hidrogênio a 1150°C por 30 minutos.
3. O NbC (10, 15, 20, 25 e 30%) é misturado ao M2 com misturador em Y por 1h, compactado sob pressão de 550 MPa e sinterizado a vácuo por 1h a 1280°C. A liga M2-15% NbC também foi misturada num moinho de tipo attritor sob heptano (rotação de 1500 rpm), por 1 hora e sinterizada a vácuo e em hidrogênio por 1h a 1280°C.

### 5. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A sinterização dos aços rápidos ocorre devido a intensificação dos mecanismos de difusão pela grande quantidade de fase líquida formada. Takajo [11] relata que a quantidade de líquido necessária para se atingir a densidade total no M2 é de aproximadamente 5%. Evidências metalográficas sugerem que os carbonetos tipo MoC estão envolvidos no eutético: austenita + carbonetos → líquido, mas não excluem a possibilidade da reação do carboneto MC. Assim, durante a sinterização há a formação de um filme líquido que penetra pelos contornos de grão das partículas, sendo o esqueleto desintegrado em grãos individuais, estes grãos se rearranjam e segue-se uma rápida densificação.

Na última etapa da sinterização há o crescimento de grão, provavelmente pelo processo de solução-reprecipitação, onde o transporte de material ocorre por difusão através do líquido. Durante o resfriamento, a fase líquida se decompõe em austenita e carbonetos, estando estes carbonetos localizados principalmente nos contornos de grão; havendo precipitação adicional de carbonetos a partir da austenita, caracterizada por carbonetos finos no interior dos grãos.

A figura 1 mostra o crescimento de grão em função do teor de carbono, evidenciando que, para teores abaixo de 0.10%C, não há a formação de fase líquida suficiente para a densificação. Acima de 0.2%C ocorre um crescimento de grão linear, sendo este função direta da quantidade de fase líquida formada no sistema. As micrografias da figura 2 comprovam este fato, já que o excesso de carbono abaixo de 0.2%, fornece uma estrutura com alto nível de porosidade, já a adição de 0.2%C produz um material totalmente denso. O aumento do teor de carbono além desses níveis, proporciona o crescimento de grão, bem como coalescimento dos carbonetos, o que pode ser explicado pelos seguintes fatos:

1. - Parte do carbono adicionado reage com o oxigênio dissolvido no pó.
2. - Cada 1% de carbono adicionado proporciona o abaixamento de 111°C na temperatura solidus, além de diminuir a temperatura das reações do sistema [5], ou seja o aumento do teor de carbono tem efeito análogo ao aumento da temperatura de sinterização.
3. - Há a formação de aproximadamente 15% de líquido, no intervalo de 1240 a 1245°C para o M2 [5]. 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°C e 1320°C esta relação é somente de 0.045. Este fato explica o pequeno intervalo de sinterização característico do aço M2.

#### EFEITO DO TEOR DE CARBONO

TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO: 1240°C

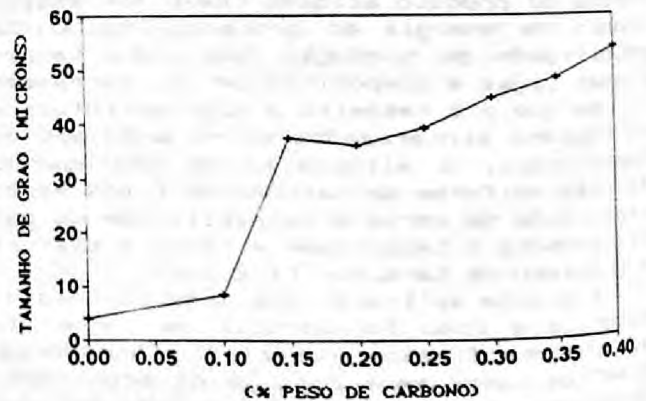


Figura 1: Efeito da adição de carbono sobre o tamanho de grão do aço rápido M2.

A figura 3 mostra o resultado dos ensaios que visam aumentar a resistência ao desgaste do aço rápido pela adição de carboneto de nióbio ao pó de M2 por mistura simples. Este processamento produz uma estrutura altamente densificada até 15% NbC, acima deste teor o carboneto torna-se a fase contínua da estrutura diminuindo sensivelmente o grau de densificação. Nota-se que o carboneto de nióbio, embora de se esperar, é levado para os contornos pela fase líquida, o que certamente provocará uma acentuada diminuição da tenacidade do material. O carboneto de nióbio possui dimensões muito maiores que o tamanho médio de partícula do pó de NbC adicionado, provavelmente devido

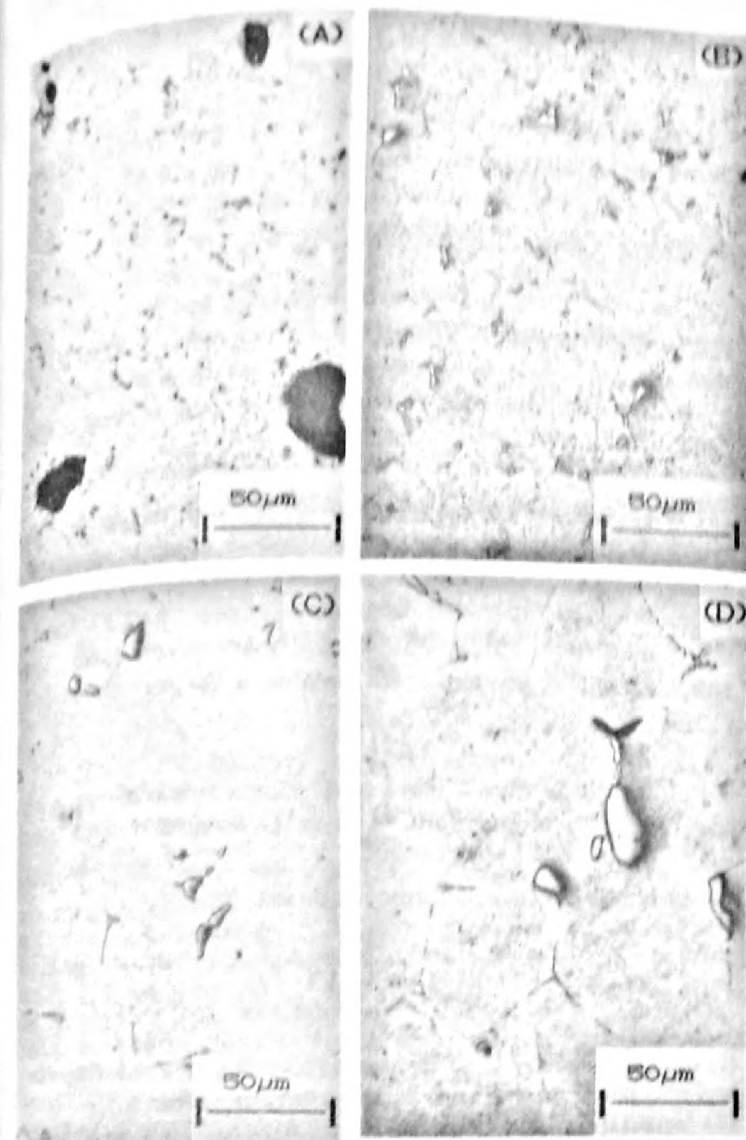


Figura 2: Efeito do Teor de Carbono ao M2: (a) 0.1%, (b) 0.2%, (c) 0.3% (d) 0.4%. Temperatura de Sinterização 1240°C, sob vácuo, 2h.

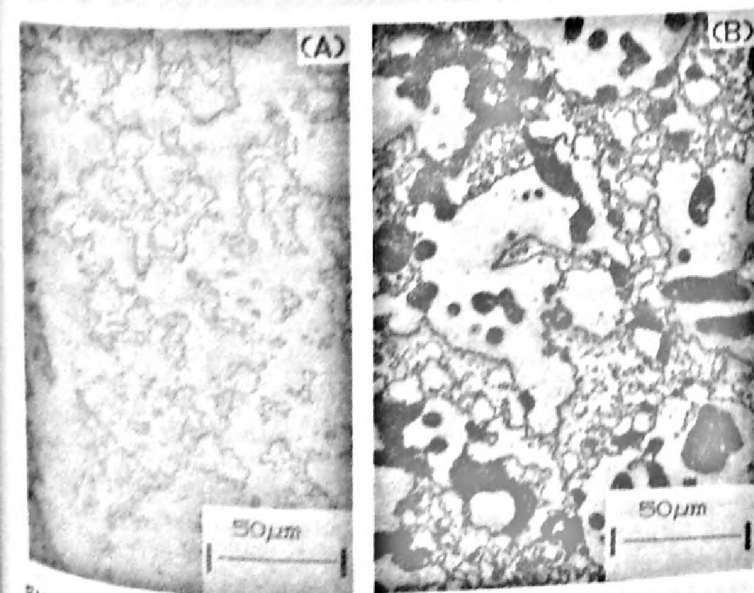


Figura 3: (A) Aço M2-10% NbC (Misturador Y) e (B) Aço M2-30% NbC (Misturador Y). Temperatura de Sinterização 1260°C / 1 hora / vácuo.

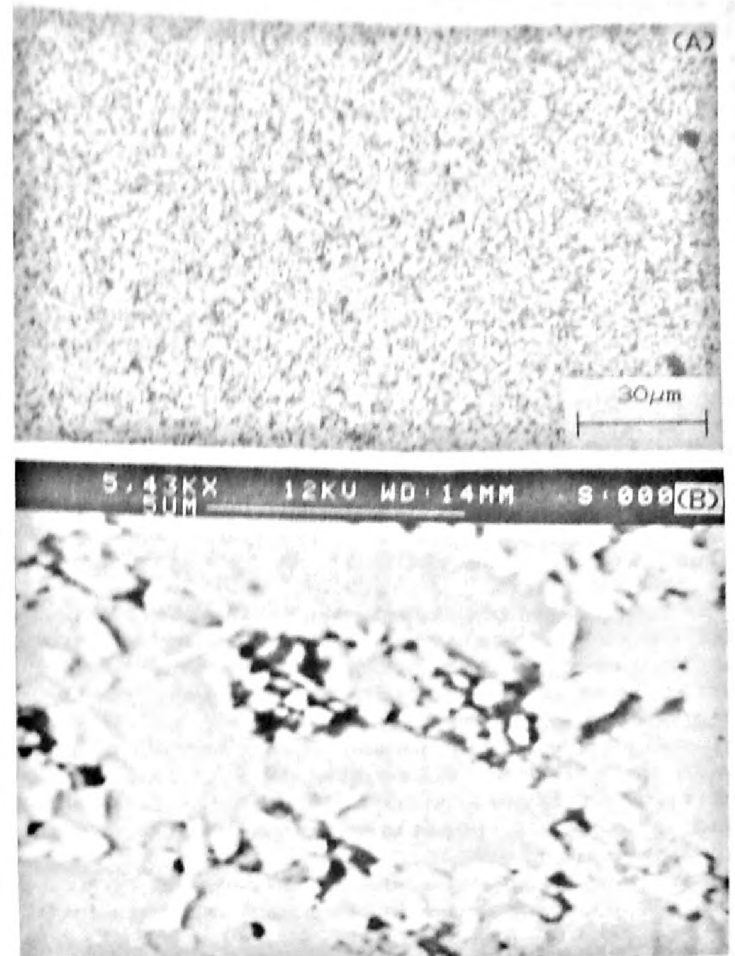


Figura 4: (A) M2-15% NbC (mechanical alloying) 1260°C / 1 hora / vácuo. (B) Detalhe da mesma estrutura.

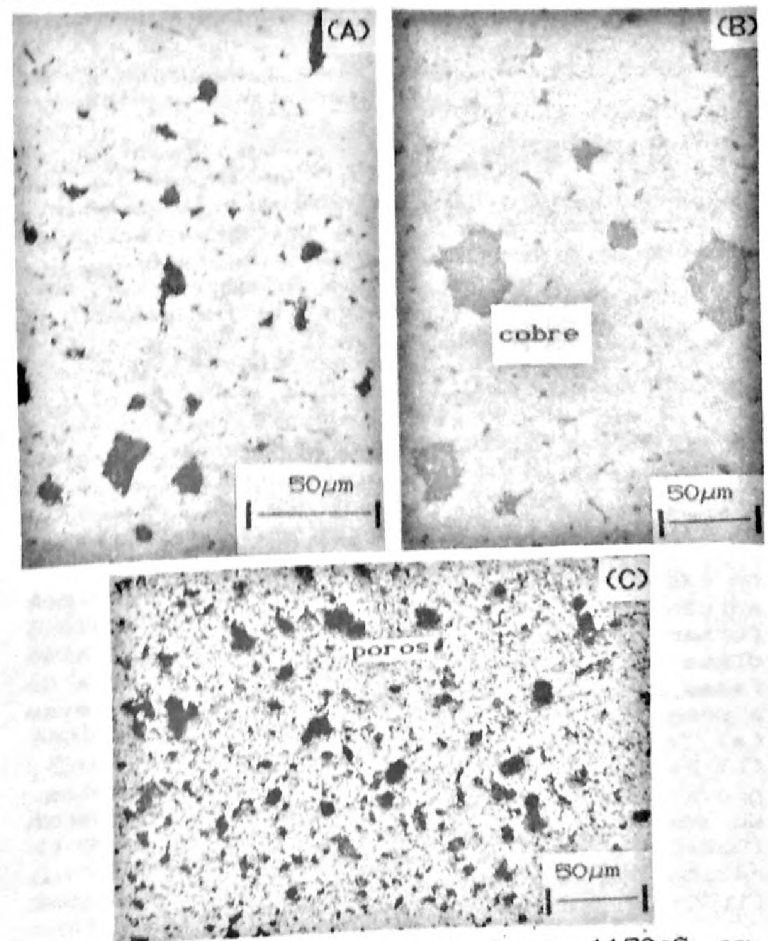


Figura 5: Aço M2 sinterizado a 1150°C em atmosfera de H<sub>2</sub> por 30 minutos (misturador Y), com adição de (A) 1.4%P (B) Detalhe 1.4% P e (C) 1.0% P.

a aglomeração do pó de carboneto, que não foi desagregado pelo processo de mistura simples e/ou devido ao coalescimento do carboneto na presença de fase líquida. Esta microestrutura não implica necessariamente que o composto seja inferior no que se refere a resistência ao desgaste, já que os mecanismos de desgaste são função do sistema tribológico onde o material é apenas uma variável.

No que se refere a concepção da forma de adição de NbC ao M2 fez-se experimentos que utilizam a técnica de mechanical alloying em analogia aos trabalhos de Gutfeld para a liga Fe-0.6%P-0.9%C com adições de NbC, TiC, TiN e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sinterizadas em torno de 1280°C [12].

O mechanical alloying consiste de um moimento de alta energia que produz uma íntima mistura entre os pós, promovendo uma distribuição uniforme dos carbonetos, sendo os mesmos cravados nas partículas de aço rápido, essas partículas aço-carboneto são prensadas entre si pelas esferas de aço inóx do sistema de moagem.

Após este processamento as partículas de NbC estão localizadas no interior das partículas do aço rápido e não apenas justapostas como ocorre na mistura simples, portanto promovem um ancoramento efetivo dos contornos de grão, impedindo seu crescimento, produzindo um material altamente densificado, como mostrado na figura 4 para M2+15% NbC sinterizado a 1260°C, permitindo uma ampliação da faixa de sinterização.

**Efeito da Adição de Cu-P:** Pelo exposto no item anterior, consegue-se sinterizar aço rápido M2 nas temperaturas entre 1240 e 1260°C com adição de carbono, à vácuo; técnica normalmente utilizada em aços rápidos para aplicações em ferramentas de corte. De acordo com Bolton [13] há a possibilidade de diminuição da temperatura de sinterização para níveis próximos a 1150°C pela adição de Cu-P, este material é promissor em aplicações onde o desgaste abrasivo é a principal característica de desempenho. No sentido de se obter maiores informações sobre esta tecnologia realizou-se ensaios com adição de Cu-P em teores de até 10% em peso. A metodologia reproduziu condições análogas a sinterização de produtos de ferro: fornos de 1200°C, atmosfera de hidrogênio comercial e tempos inferiores a 1 hora, o que reduz drasticamente os custos de produção.

As microestruturas resultantes para teores de fósforo de 1.0 e 1.4% é mostrada na figura 5, obtendo-se densidade próxima a teórica no segundo caso.

A análise dilatométrica possibilitou a conclusão que o aumento do teor de Cu-P no material produz uma diminuição da temperatura de início de formação de fase líquida de 1200°C, no caso do M2 puro, para 1060°C no aço M2 com adição de 1.4%P, devido ao fato do fósforo formar compostos de baixo ponto de fusão. Além disso foi possível se confirmar a sequência de fases líquidas propostas por Bolton, que levam a progressiva densificação do material:

- (a) Transformação de Cu<sub>3</sub>P em Fe<sub>3</sub>P (~ 710°C);
- (b) Reação entre o Fe<sub>3</sub>P, ferrita e carbonetos, provavelmente MoC, (~ 1050°C);
- (c) liquefação do cobre residual da reação Cu<sub>3</sub>P → Fe<sub>3</sub>P (~ 1065°C) e
- (d) líquido eutético formado da reação da austenita com o carboneto MoC (1150°C).

O mecanismo de densificação que age neste sistema seria a penetração líquido eutético formado pela reação fosfeto-carboneto (b), molhando os contornos de grão e acelerando o processo de rearranjo.

## 6. CONCLUSÕES

(1) As adições de carbono promovem um aumento de sinterabilidade para o aço M2, mas o excesso deste elemento provoca um crescimento exagerado do grão e dos carbonetos devido formação de grande quantidade de fase líquida num curto intervalo de temperatura.

(2) As adições de carboneto de nióbio ao aço rápido M2 por simples mistura, reduz a densificação para teores de NbC acima de 15%, sendo que esta técnica de mistura não é efetiva quanto a distribuição do NbC na matriz, ficando o mesmo nos contornos de grão.

(3) O processamento do aço rápido M2 com adição de 15% NbC via mechanical alloying mostrou-se eficiente no que se refere a homogeneização da microestrutura. Esta técnica de processamento mostrou-se bastante promissora para a obtenção de compósitos M2/NbC com boas propriedades nas temperaturas de sinterização comuns a do aço rápido M2 (1260°C).

(4) A adição de ligas Cu-P ao M2 mostrou-se eficiente para a diminuição da temperatura de sinterização do aço rápido para valores da ordem de 1150°C, sendo que o Cu-P promove uma diminuição do início de formação de fase líquida.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) METALS handbook. 10 ed. Metals Park:ASM, 1990. v.1: Properties and selection iron, steels and high-performance alloys. p. 779-788.
- (2) MARTINS, I.; OLIVEIRA, M. e CARVALHINHOS, H. Efeito da compressão isostática a quente (HIP) no tratamento térmico dos aços rápidos M2 e 15 sinterizados. Tratermat 86 - II Congresso Nacional de Tratamientos Térmicos, San Sebastian, 16 a 21 nov. 1986, p. 451-461.
- (3) BEE, J.V.; WOOD, J.V. e NURTHEN, P. D. Phase distribution during the sintering of high speed steel powders. Progress in Powder Metallurgy, 1985, v.41, San Francisco, California, USA, 14-17 jul. 1985, p. 217-233.
- (4) KARAGOZ, S e FISHMEISTER, H.F., Niobium-alloyed high speed steel by powder metallurgy. Metallurgical Transactions A, Metals Park, v. 19, n. 66, June 1988, p. 1395-1401.
- (5) 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.
- (6) REBBECK, M. M., BOLTON, J.D., LEWICKA-SHAFFER, M. Enrichment of high speed steel with hard ceramic particles by three different processing routes. PM'90 International Powder Metallurgy Conference, London, p. 196-199, 1990.
- (7) HOYLE, G. High speed Steels, Butterworths, Cambridge, 1988, 222 p.
- (8) KAR, P. K., UPADHYAYA, G.S. Liquid phase sintering of P/M high speed steel. Powder Metallurgy International, v. 22, n° 1, 23-26, 1990.
- (9) ARAÚJO, E.G., AMBRÓZIO FILHO, F. e SOUSA, V.A. Sinterização de pó de aço rápido M2, III Seminário de Metalurgia do Pó da ABM, p. 245- 259, 1991.
- (10) GREETHAM, G. High density speed steels. PM'90 International Metallurgy Conference, London, 1990, p. 206 - 216.
- (11) TAKAJO, S e NITTA, N. Observation of liquid phase sintering of high speed steel powder, Sintering'85, Eds. G. C. Kuczynski, D. P. Uskokovic, H. Palmour III, M. M. Ristic, Plenum Press, New York (1987), p. 189-196.
- (12) GUTSFELD, Ch. Herstellung und Eigenschaften Mechanischer Legierter Sinterstähle mit hartstoffeinlagerungen, 1991, 121p. PhD Thesis, Universität Karlsruhe.
- (13) BOLTON, J.D. et al. Mechanisms of Sintering in High Speed Steels with Phosphorus Alloying Addition. Powder Metallurgy, v. 33, n° 2, 1990, p.126-132.