

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO - UFPE
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA - PPGEM

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

PREPARAÇÃO DE AÇOS RÁPIDOS AO MOLIBDÊNIO COM
ADIÇÃO DE CARBONETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DE TÉCNICAS
DE METALURGIA DO PÓ

Mestrando: RODRIGO TECCHIO ANTONELLO

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho

Dissertação apresentada para
obtenção do Título de Mestre em
Engenharia Mecânica na Área de
Materiais e Fabricação do
Departamento de Engenharia
Mecânica da UFPE.

Recife
2012

RODRIGO TECCHIO ANTONELLO

**PREPARAÇÃO DE AÇOS RÁPIDOS AO MOLIBDÊNIO COM
ADIÇÃO DE CARBONETO DE NÍOBIO ATRAVÉS DE TÉCNICAS
DE METALURGIA DO PÓ**

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho

Dissertação apresentada para
obtenção do Título de Mestre em
Engenharia Mecânica na Área de
Materiais e Fabricação do
Departamento de Engenharia
Mecânica da UFPE.

Recife

2012

Catálogo na fonte
Bibliotecária Valdicéa Alves, CRB-4 / 1260

A627p

Antonello, Rodrigo Tecchio.

Preparação de aços rápidos ao molibdênio com adição de carboneto de nióbio através de técnicas de metalurgia do pó / Rodrigo Tecchio Antonello
- Recife: O Autor, 2012.

xiv,89folhas; figs.; tabs.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araujo Filho.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Inclui Referências.

1. Metalurgia do pó.
 2. Aços rápidos AISI M2 e M3.
 2. Moagem de alta energia (MAE).
 4. Carboneto de nióbio (NbC).
 5. Sinterização a vácuo.
- I Araujo Filho, Oscar Olímpio de-. (Orientador). II Título.

UFPE

621CDD (22. ed.)

BCTG/2014 - 005

“PREPARAÇÃO DE AÇOS RÁPIDOS AO MOLIBDÊNIO COM ADIÇÃO DE
CARBONETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ”

RODRIGO TECCHIO ANTONELLO

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS E FABRICAÇÃO
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO
ORIENTADOR/PRESIDENTE

Prof. Dr. JORGE RECARTE HENRÍQUEZ GUERRERO
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO (UFPE)

Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)

Prof. Dr. CARLOS AUGUSTO DO NASCIMENTO OLIVEIRA (IFPE)

Prof. Dr. FRANCISCO AMBROZIO FILHO (IPEN)

APROVADO EM 28 DE FEVEREIRO DE 2012

AGRADECIMENTOS

A Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM) e ao Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) pela oportunidade de desenvolvimento deste trabalho através da disponibilidade de utilização de toda estrutura laboratorial para realização dos experimentos necessários para a conclusão do mesmo;

A FACEPE pela bolsa de Mestrado durante os vinte quatro meses do curso;

Ao meu orientador, Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araujo Filho pela orientação, amizade, companheirismo e compreensão durante o desenvolvimento deste trabalho;

Agradeço a Deus, pelo apoio e compreensão da minha família durante todo tempo de realização do trabalho;

Ao Prof. Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho pelo apoio na utilização das instalações do laboratório de materiais compósitos (COMPOLAB – DEMEC – UFPE);

Aos professores do Departamento de Engenharia Mecânica (UFPE) da área de materiais e fabricação Prof. Dr. Tiago Rolim, Prof. Dr. Yogendra Yadava, Prof. Dr. Ricardo Sanguinetti; pela convivência durante as disciplinas cursadas;

Ao técnico do laboratório de Propriedades Mecânicas (DEMEC – UFPE) Diniz Ramos, pelo total apoio e dedicação durante a realização dos ensaios mecânicos;

Aos técnicos do laboratório de Preparação Metalográfica e Microscopia Óptica (DEMEC – UFPE) Janaina Cirino e Ivaldo França, pelo total apoio e dedicação durante a realização das análises microscópicas;

Ao Departamento de Física (UFPE) pela utilização dos serviços de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) e Difração de Raios-X (DRX);

Aos técnicos e amigos do Departamento de Física (UFPE) João Carlos, Pedro Canuto, Sérgio Santos e Tarcyla de Andrade, pelo total apoio e dedicação durante a realização das análises microscópicas e difração de raios-X;

Ao Prof. Dr. Osmar Baraúna, do Instituto de Tecnologia de Pernambuco (ITEP) pela contribuição na realização dos serviços de Difração de Raios X e Difração a Laser;

Aos amigos do laboratório de materiais compósitos (COMPOLAB – DEMEC – UFPE) Diniz Ramos, Magda Vieira, Janaina Cirino, Ivaldo França, Márcio Marcelo, Servulo Alves, Everthon Rodrigues de Araújo pelos vários momentos compartilhados e também pelo apoio acadêmico;

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Lista de Figuras

Figura	Pag.
Figura 2.1 – Aspecto da distribuição dos carbonetos primários depois de diferentes níveis de deformação do aço AISI M3:2 convencional	10
Figura 2.2 – Aspecto da distribuição dos carbonetos primários depois de diferentes níveis de deformação do aço AISI M3:2 MP sinterizado a vácuo	10
Figura 2.3 – Distribuição dos carbonetos primários nos diversos métodos de produção dos aços rápidos. (a) estado fundido; (b) rota convencional: lingotamento seguido de deformação (laminação ou forjamento); (c) método Osprey; (d) metalurgia do pó (HIP)	13
Figura 2.4 - Diagrama de solidificação do aço rápido AISI M2	14
Figura 2.5 – Variação do tamanho dos carbonetos MC e M_6C de decomposição com o tempo de tratamento no aço M2 fundido em areia e tratado a 1150 °C e 1200 °C (Adaptada de Gomashschi, 1998)	18
Figura 2.6 - Curvas aproximadas de dureza versus temperatura de revenido para um aço com 1% C 4% Cr 18% W temperado a 1090°C	19
Figura 2.7 – Diagrama esquemático do processo de moagem de alta energia (MA)	26
Figura 2.8 – Moinho vibratório do tipo SPEX e mídia de moagem	30
Figura 3.1 - Jarra tampa anel de vedação de borracha e bolas	32
Figura 3.2 - Bolas usadas nas moagens	32
Figura 3.3 - Vistas superior e lateral do compactado verde	33
Figura 3.4 - Balança “BIOPRECISA”, modelo JA303N	33
Figura 3.5 - Moinho	34
Figura 3.6 – Moinho com a jarra	34
Figura 3.7 - Prensa de compactação	35
Figura 3.8 - Matriz, punção e base da matriz	35
Figura 3.9 - Conjunto matriz, punção e base da matriz	35
Figura 3.10 - Ciclo de sinterização dos aços rápidos AISI M2 e M3:2	37

para a temperatura de 1250 °C

Figura 3.11 – Forno a vácuo do Departamento de Engenharia Mecânica da UFRN (10^{-5} Torr.)	37
Figura 3.12 - Serra de corte de precisão	38
Figura 3.13 - Amostras embutida a frio em resina acrílica	38
Figura 3.14 - MEV do Departamento de Física da UFPE	41
Figura 3.15 - Microscópio óptico do LABMEC da UFPE	41
Figura 3.16 - Durômetro do LABMEC da UFPE	42
Figura 4.1 – Pó elementar de nióbio fornecido pela Aldrich	44
Figura 4.2 – Pó elementar de carbono na forma de grafite	45
Figura 4.3 – Espectro de difração de raios-X do NbC processado durante 5 horas. Cu- $k\alpha$	46
Figura 4.4 – Espectro de difração de raios-X do NbC processado durante 10 horas. Cu- $k\alpha$	46
Figura 4.5 – Pó de carboneto de nióbio (NbC) processado por MAE durante 5 horas	47
Figura 4.6 – Pó de carboneto de nióbio (NbC) processado por MAE durante 10 horas	47
Figura 4.7 – Espectro da microanálise de EDS do carboneto de nióbio processado por moagem de alta energia durante 5 horas	48
Figura 4.8 – Espectro da microanálise de EDS do carboneto de nióbio processado por moagem de alta energia durante 10 horas	48
Figura 4.9 – Imagem de MEV dos pós elementares do aço rápido AISI M2	49
Figura 4.10 – Imagem de MEV dos pós elementares do aço rápido AISI M3:2	50
Figura 4.11– Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M2 + NbC – 30 min. Cu- $k\alpha$	51
Figura 4.12 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M2 + NbC – 1 hora. Cu- $k\alpha$	51
Figura 4.13 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. Cu- $k\alpha$	52
Figura 4.14 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M3:2	52

+NbC – 1 hora. Cu-K α

Figura 4.15 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE	53
Figura 4.16 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE	54
Figura 4.17 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE	54
Figura 4.18 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 30 minutos	55
Figura 4.19 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE	55
Figura 4.20 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE	56
Figura 4.21 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE	56
Figura 4.22 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 60 minutos	57
Figura 4.23 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE	57
Figura 4.24 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE	58
Figura 4.25 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE	58
Figura 4.26 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M3:2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 30 minutos	59
Figura 4.27 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE	59
Figura 4.28 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE	60
Figura 4.29 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE	60
Figura. 4.30 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M3:2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 60 minutos	61
Figura 4.31 – Compactado a partir do pó de M2 + NbC e M3:2 + NbC processados no moinho SPEX	62
Figura 4.32 – Compactado a partir do pó de M2 + NbC e M3:2 + NbC processados no moinho SPEX	62
Figura 4.33 – Pastilhas do aço rápido M2 sem reforço de NbC sinterizado a vácuo	63
Figura 4.34 – Pastilhas do aço rápido M3:2 sem reforço de NbC sinterizado a vácuo	63

Figura 4.35 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo	64
Figura 4.36 - Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo	65
Figura 4.37 – Pastilhas sinterizadas do aço rápido AISI M2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)	66
Figura 4.38 – Pastilhas sinterizadas do aço rápido AISI M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)	66
Figura 4.39 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo.	67
Figura 4.40 – Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo	68
Figura 4.41 - Pastilha do aço rápido M3:2 soldada a um suporte	69
Figura 4.42 – Pastilha do aço rápido AISI M2 com o suporte	69
Figura 4.43 - Pastilha do aço rápido AISI M2 fixada ao suporte	70
Figura 4.44 - Pastilha do aço rápido AISI M3:2 fixada ao suporte	70
Figura 4.45 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%.	71
Figura 4.46 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	72
Figura 4.47 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	72
Figura 4.48 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	73
Figura 4.49 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	74
Figura 4.50 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%.	74
Figura 4.51 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de	75

nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	
Figura 4.52 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	75
Figura 4.53 – Aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	76
Figura 4.54 – Aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	77
Figura 4.55 – Aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	78
Figura 4.56 – Aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%	78
Figura 4.57 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M2 sem a adição de carboneto de nióbio	79
Figura 4.58 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio	80
Figura 4.59 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio	80
Figura 4.60– Imagem de MEV do aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio	81

Lista de Tabelas

Tabela	Pag.
Tabela 2.1 – Sequência Simplificada da Solidificação do Aço Rápido AISI M2	15
Tabela 2.2 – Características dos Carbonetos Eutéticos (Boccalini, 1996)	16
Tabela 2.3 – Morfologia dos carbonetos primários	17
Tabela 3.1: Composição química do aço AISI M2 (% em peso)	31
Tabela 3.2 – Composição química do pó do aço rápido M3:2 que consta do certificado de qualidade fornecido pela Coldstream Inc	31
Tabela 3.3 – Fases e respectivos padrões utilizados para indexar os espectros de difração de raios X (DRX) das amostras dos aços rápidos investigados	40
Tabela 4.1 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2	64
Tabela 4.2 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2	65
Tabela 4.3 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)	67
Tabela 4.4 - Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)	68

ÍNDICE

	Pag.
1. Introdução	1
1.1 Objetivo Geral	2
1.2 Objetivos específicos	2
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1 Aços Ferramenta	3
2.2 Classificação e Aplicação	3
2.3 Considerações Gerais Sobre os Aços Rápidos	6
2.4 Evolução dos Aços Rápidos	7
2.5 Efeito dos elementos de liga nos aços rápidos	8
2.6 Rotas de processos dos aços rápidos	9
2.6.1 Rota convencional	9
2.6.2 Metalurgia do pó	10
2.6.3 Processo convencional de fusão, lingotamento e conformação mecânica	12
2.7 Solidificação dos aços rápidos	14
2.7.1 Carbonetos primários	15
2.7.2 Decomposição do carboneto M_2C	16
2.7.3 Esferoidização e engrossamento	17
2.8 Tratamento Térmico dos Aços Rápidos	19
2.8.1 Recozimento	19
2.8.2 Têmpera	20
2.8.3 Revenimento	21
2.9 Dureza dos aços rápidos	22
2.10 Moagem de alta energia (MA)	23
2.10.1 Mecanismo de formação de ligas na MA	25
2.10.2 Variáveis da moagem de alta energia	27
2.11 Aços sinterizados reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas duras	27
3. Metodologia experimental	31
3.1 Pós de partida	31
3.2 Mídia de moagem (jarras)	32
3.3 Lubrificante usado nas compactações dos pós	32
3.4 Pesagem Das Amostras	33
3.5 Moagem	34
3.6 Tempos de moagens	34
3.7 Compactações dos pós	34
3.8 Matriz e punção	35
3.9 Preparação do carboneto de nióbio (NBC)	36
3.10 Sinterizações	36
3.10.1 Obtenção do aço rápido por sinterização com fase líquida	36
3.11 Preparação metalográfica das amostras dos aços rápidos AISI M2 e M3:2	38
3.11.1 Embutimentos das seções dos sinterizados	38
3.11.2 Lixamentos das amostras sinterizadas	39

3.11.3 Polimentos das amostras sinterizadas	39
3.12 Difração de Raios-X	39
3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia	40
Dispersiva de Raios X dos pós e dos sinterizados	
3.14 Microscopia Óptica dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo	41
3.15 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo	42
3.16 Densidade	43
4. Resultados e Discussão	44
4.1 Síntese do carboneto de nióbio (NbC)	44
4.2 Moagem de alta energia dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de NbC utilizando o moinho vibratório SPEX do compolab do DEMEC da UFPE	49
4.3 Difração de raios-x dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)	50
4.4 Microscopia eletrônica de varredura dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)	53
4.5 Compactação uniaxial a frio dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)	62
4.6 Sinterização dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)	62
4.7 Densidade dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo	64
4.8 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo	65
4.9 Sinterização dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)	66
4.10 Densidade dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo	67
4.11 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo	68
4.12 Pastilhas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 soldada a um suporte	68
4.13 Microscopia óptica dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)	71
4.14 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)	79
5. Conclusões	82
6. Sugestões para trabalhos futuros	83
7. Referencias Bibliográficas	84

PREPARAÇÃO DE AÇOS RÁPIDOS AO MOLIBDÊNIO COM ADIÇÃO DE CARBONETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ

RESUMO

Aços rápidos obtidos por técnicas de metalurgia do pó (MP) apresentam propriedades melhoradas quando comparados aos aços rápidos obtidos pelo processo convencional. A inserção do nióbio (Nb) como elemento de liga nos aços rápidos iniciou-se com o objetivo de substituir elementos de liga como o vanádio (V) e o tungstênio (W). A sinterização com fase líquida é uma das técnicas de fabricação de aços rápidos obtidos pela metalurgia do pó. O objetivo deste trabalho é a obtenção dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) por compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo com fase líquida. Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 foram processados por moagem de alta energia (MAE) com e sem adição de carboneto de nióbio e compactado uniaxialmente a frio a 700 MPa e sinterizados nas temperaturas de 1240 °C, 1270 °C, para os aços sem a adição de NbC e 1250 °C, para os aços com a adição de 6% de NbC. Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) processados por uma técnica de moagem de alta energia (MAE) foram caracterizados por difração de raios-X e Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de baixa energia dispersiva de raios-X (EDS) para avaliar a incorporação do reforço do carboneto de nióbio (NbC) aos pós elementares dos aços rápidos. Amostras dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sinterizadas a vácuo com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) tiveram suas densidades avaliadas e as microestruturas foram caracterizadas por microscopia óptica (MO) para avaliar as microestruturas (porosidades, tamanho e distribuição de carbonetos). Os aços rápidos AISI M2 e M3:2 objetos desse trabalho de pesquisa foram avaliados ainda no que concerne a propriedade mecânica de dureza através de ensaios de dureza Vickers (HV).

Palavras-chave: Metalurgia do pó (MP), aços rápidos AISI M2 e M3:2, moagem de alta energia (MAE), Carboneto de nióbio (NbC) e sinterização a vácuo.

PREPARATION OF MOLYBDENUM HIGH SPEED TOOL STEELS WITH ADDITION OF NIOBIUM CARBIDE THROUGH POWDER METALLURGY TECHNIQUES

ABSTRACT

High speed steels processed by Powder Metallurgy (PM) techniques present better mechanical properties when compared with similar steels obtained by the conventional process of cast to ingot and hot working. 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. The introduction of niobium as alloying element began with the object of replacing elements like vanadium (V) and tungsten (W). Phase liquid sintering consists in a manufacturing technique to process high speed steels by powder metallurgy. The aim of this work of research is to process and obtain AISI M2 and M3:2 with and without the addition of niobium carbide by high energy milling, cold uniaxial compaction and vacuum sintering in the presence of a liquid phase. The powders of the AISI M2 and M3:2 were processed by high energy milling adding a small quantity of niobium carbide, then the powders were characterized by means of X-ray diffraction (XRD) and scanning electron Microscopy (SEM) plus energy dispersion spectroscopy (EDS) in order to evaluate the milling process. The powders of the AISI M2 and M3:2 with and without the addition of niobium carbide (NbC) were uniaxially cold compacted and then submitted to vacuum sintering. The sintered samples had their microstructure, porosity and carbide distribution observed and evaluated by means of Optical Microscopy (MO) and the mechanical property of hardness was investigated by means of Vickers hardness tests. At least five samples of each steel were investigated.

Key-words: Powder Metallurgy (PM), AISI M2 and M3:2 high speed steels, High energy ball milling, Niobium carbide and Vacuum sintering.

1. Introdução

Na mente de muitas pessoas, Metalurgia do Pó (MP) é associada com produtos porosos de limitada resistência e ductilidade, com a exceção de carbonetos sinterizados (Metal duro) e outros materiais produzidos por sinterização com fase líquida. Entretanto, novas técnicas de consolidação de pós juntamente com novos tipos de pós, permite atualmente a fabricação de produtos virtualmente totalmente densificados de todos os metais na forma de produtos acabados. As propriedades obtidas podem ser iguais ou mesmo superiores aquelas obtidas por processos convencionais de fabricação tais como fundição e conformação plástica. Desde a década de 60, as técnicas de fabricação de Metalurgia do Pó (MP) para atingir-se produtos ou componentes com elevadas densificações tem sido uma das áreas mais pesquisadas no domínio da Metalurgia do Pó (MP). Basicamente, a limitação de densidade da Metalurgia clássica tem sua origem na desfavorável mudança da geometria da deformação e ao endurecimento ao qual todos os metais são susceptíveis durante a compactação o que conduz a necessidade de excessivas pressões quando se tenta atingir elevadas densidades (Hoyle, 1988).

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 μm) (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, 1991). 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 e Pal, 1990, Baglyuk, 2004 e Igharo et al, 1990).

Esse trabalho de pesquisa contempla a produção de aços rápidos AISI M2 e M3:2 na forma de pastilhas e discos com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC).

1.1 Objetivo geral

O objetivo desse trabalho consiste na obtenção dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sinterizados a vácuo (compactado uniaxialmente a frio e sinterizado com fase líquida) com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC). 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.

1.2 Objetivos específicos

1. Obtenção de pastilhas e discos dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) com boa densificação e microestrutura otimizada;
2. Investigar a viabilidade de obtenção dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) através de uma técnica de Metalurgia do Pó de moagem de alta energia (MAE), compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo com fase líquida.

2. Revisão Bibliográfica

2.1 Aços ferramenta

O aço ferramenta representa uma importante fatia do segmento de aços especiais. Produzido e processado para atingir um alto grau de qualidade, o aço ferramenta é empregado na fabricação de matrizes, moldes, ferramentas de corte intermitente e contínuo, ferramentas para conformação de chapas, corte a frio e componentes de máquinas. Abastecem os segmentos de autopeças, automobilístico, eletroeletrônicos e extrusão de alumínio.

Este tipo de aço se caracteriza pela elevada dureza e resistência à abrasão. Tem boa tenacidade e mantém as propriedades de resistência mecânica mesmo sob elevadas temperaturas. Tais características são obtidas com a adição de altos teores de carbono e elementos de liga tais como tungstênio, molibdênio, vanádio, manganês e cromo. A maior parte dos aços ferramenta é forjada. Outra parte é produzida por fundição de precisão ou por metalurgia do pó.

A fusão deste tipo de aço é realizada, geralmente, em quantidades pequenas em fornos elétricos. A seleção de matéria-prima é um fator de grande importância para o processo. Esse cuidado também pode ser verificado na utilização de sucata. Há ainda atenção especial com as tolerâncias de composição química e homogeneidade do produto final. Estas e outras particularidades tornam o aço ferramenta um material de custo mais elevado quando comparados com os aços denominados de comuns. Villares e Grupo Gerdau são os responsáveis pela produção nacional de aço ferramenta (Chiaverini, 2008 e Costa e Silva, 2006).

2.2 Classificação e Aplicação

Os aços ferramenta são classificados de acordo com suas características metalúrgicas principais ou de acordo com seu nicho de aplicação. A classificação do American Iron and Steel Institute (AISI) é a mais utilizada pela indústria de ferramentaria e tem se mostrado útil para a seleção do produto.

Apesar de existirem mais de 100 tipos de aços ferramenta normalizados internacionalmente, para as mais diversas aplicações e solicitações, a indústria trabalha com uma gama reduzida de opções. São preferidos aqueles que possuem suas propriedades e desempenhos consagrados ao longo do tempo, como, por exemplo, os aços AISI H13, AISI D2 e AISI M2 (Thompson, 1982).

Os aços ferramenta são divididos em diferentes tipos, de acordo com sua aplicação e características. São eles:

Aço rápido - Desenvolvido para aplicação de usinagem em elevadas velocidades. Podem ser ao molibdênio (grupo M) e ao tungstênio (grupo T). Ambos possuem desempenho semelhante, entretanto os do grupo M apresentam menor custo inicial. O aço rápido ao molibdênio tem elevada dureza, resistência ao desgaste e boa tenacidade. Este tipo de aço é frequentemente temperado em banhos de sais. Aplicação: ferramentas, brocas, perfuratrizes, alargadores de furos, machos para abertura de roscas e fresas helicoidais. Alguns tipos podem ser utilizados para determinadas aplicações a frio, como laminadores de rosca, punções e matrizes para corte de discos.

Aços para trabalhos a quente - Indicado para utilização em operações de punçonnemento, cisalhamento e forjamento de metais em temperaturas elevadas, condições de pressão e abrasão. São identificados como aço H, no sistema de classificação.

São divididos em três subgrupos: ao cromo (entre H10 e H19), ao tungstênio (de H21 a H26) e ao molibdênio (de H42 e H43). Aplicação: os aços ao cromo são utilizados em aplicações de transformações mecânicas a temperaturas elevadas. Os aços ao tungstênio são empregados como mandris ou matrizes de extrusão para aplicações de alta temperatura, como na extrusão de ligas de cobre, ligas de níquel e aço.

Aço para deformação a frio - Esse aço se restringe a aplicações que não envolvam aquecimentos repetidos ou prolongados em faixas de temperatura de 205° a 260° C. Isso porque não contém elementos de liga necessários para resistência à deformação a quente. São divididos em três grupos: aços

temperáveis ao ar (grupo A), alto-carbono e alto-cromo (grupo D) e temperáveis em óleo (grupo O). Aplicação: os do grupo A são aplicados na produção de facas de cisalhamento, punções, corte de chapas para estampagem e matrizes para aparar. Os do grupo D são aplicados em ferramentas de forjamento, rolos de laminação de rosca, estampagem profunda, moldes de tijolo, calibres, operações de brunimento, rolos e facas para corte de tiras. Os do grupo O são utilizados em matrizes e punções para corte de chapas para estampagem, rebarbação, trefilação, flangeamento e forjamento (Tool steel, 1988, Mesquita e Barbosa, 2001).

Aços resistentes ao choque - Seus principais elementos de liga são manganês, silício, cromo, tungstênio e molibdênio. Quase todos os aços deste tipo (conhecidos como Grupo S) possuem conteúdo de carbono de aproximadamente 0,50%. Por conta disso, apresentam uma combinação de elevada resistência e tenacidade e baixa ou média resistência ao desgaste por abrasão. Aplicação: talhadeiras, formões, contra-rebites, punções, brocas-guia e outras aplicações que requerem elevada tenacidade e resistência ao choque.

Aços baixa-liga para aplicações especiais - Este tipo de aço ferramenta possui pequenas quantidades de cromo, vanádio, níquel e molibdênio. A demanda por estes aços vem caindo continuamente. Atualmente, existem apenas dois subgrupos, ambos temperáveis a óleo. São os aços do grupo L. Aplicação: são utilizados em componentes de máquinas como cames, placas, mandris e pinças de tornos.

Aços para moldagem - Esses aços possuem cromo e níquel como principais elementos de liga. Apresentam características de baixa resistência ao amolecimento em altas temperaturas. Aplicação: utilizados quase que exclusivamente em peças fundidas sob pressão ou em moldes para injeção ou compressão de plásticos e são classificados como grupo P.

Aços temperáveis em água - Nestes aços o carbono é o principal elemento de liga. São adicionadas, também, pequenas quantidades de cromo para aumentar a temperabilidade e a resistência à abrasão, e de vanádio, para manter uma granulação fina, e conseqüentemente, maior tenacidade.

Pertencem ao grupo W. Aplicação: utilizados em ferramentas para forjamento a frio, cunhagem de moedas, gravação em relevo, trabalho em madeira, corte de metais duros (machos e alargadores), cutelaria e outras que requeiram resistência ao desgaste por abrasão (Wilson, 1975).

2.3 Considerações gerais sobre os aços rápidos

O primeiro grande impulso causado nos materiais de ferramentas verificou-se no início do século XX, quando Taylor e White desenvolveram o primeiro aço rápido contendo 0,67% C, 18,91% W, 5,47% Cr, 0,11% Mn, 0,29% V e tratamento térmico adequado. Sua introdução revolucionou o segmento da usinagem daquele período, propiciando um grande aumento na produtividade. As velocidades de corte puderam ser incrementadas em uma ordem de grandeza: de 3 a 5 m/min com a utilização de ferramentas de aço carbono para 30 a 35 m/min com o uso dos aços rápidos. Devido a esse incremento da velocidade de corte, designou-se estes aços de aços rápidos do termo em inglês “High Speed Steels”. Objetivando-se um aumento da vida útil do aço rápido, as ferramentas são frequentemente revestidas por uma camada de outro material como é o caso do TiN (Nitreto de Titânio) ou do TiC (Carboneto de Titânio). A maioria dos revestimentos geralmente aumenta a dureza e a vida da ferramenta. O uso principal do aço rápido continua a ser na fabricação de várias ferramentas de corte: brocas, fresas, serras para madeira, bits de usinagem, facas fellows (fresas helicoidais) para cortar engrenagens, machos, alargadores, etc. Outras aplicações dos aços rápidos são aquelas em que o binômio resistência ao desgaste e resistência mecânica seja um requisito.

Os aços rápidos se inserem no contexto da competitividade industrial que engloba a evolução tecnológica e mercados com demandas cada vez mais exigentes, fazendo com que os produtos se alterem constantemente no intuito de reduzir custos e melhorar as propriedades. Aços rápidos com desempenho melhorado tem sido objeto de pesquisa nos últimos anos. Entenda-se por performance melhorada, o desenvolvimento de materiais que permitam sua utilização com maiores potências de corte (velocidades de corte e avanços incrementados) (Araujo Filho, 2006).

2.4 Evolução dos aços rápidos

O desenvolvimento destes aços teve início na segunda metade do século XIX, em 1888 com os aços especiais introduzidos por Robert Mushet, cuja composição química base (Fe-2%C-7%W-2,5%Mn) e têmpera ao ar, representavam um avanço em termos de resistência ao desgaste. Em 1898 foi apresentada a idéia de tratamentos de austenitização a altas temperaturas, próximas da temperatura de fusão, como forma de aumentar a dureza do material e estabilidade térmica. Em 1908, Taylor apresentou um aço que mais tarde seria a base para o hoje largamente conhecido AISI T1. Já nesta época Taylor já tinha consciência da possibilidade de substituição do tungstênio pelo molibdênio, entretanto, ao contrário do que viria a ocorrer no período entre guerras, o molibdênio era muito caro, inviabilizando seu uso, além dos resultados heterogêneos atribuídos a dificuldades de têmpera, relacionadas a problemas de descarbonetação. Posteriormente à substituição do tungstênio pelo molibdênio ganhou impulso com a escassez de matérias primas decorrente da primeira guerra na Europa este procedimento não foi bem aceito, em função das dificuldades de deformação a quente e no tratamento térmico (principalmente descarbonetação). Nos E.U.A, por outro lado, era concebido um aço com uma composição química próxima do atual aço rápido AISI M1, além de se incrementar o uso do cobalto, para melhorar a estabilidade térmica. É desta época a elevação dos teores de vanádio com correspondente ajuste do teor de carbono, propícia a maior formação de carbonetos complexos duros.

Nos anos 40 e 50 os aços ao molibdênio e ao tungstênio (classe M) se consolidam como alternativa menos onerosa aos aços ao tungstênio (classe T), sendo largamente utilizados até os dias atuais. A partir de então, aço M2 consolidou-se como substituto do aço T1, em decorrência de vantagens econômicas da substituição de parte do tungstênio pelo molibdênio, suficientes para superar a resistência ao seu uso devido às dificuldades encontradas em seu processamento –

deformação a quente e tratamento térmico. Além deste aspecto, as influências positivas dos dois se complementam: enquanto o molibdênio favorece o aumento de dureza, a tenacidade e a temperabilidade, o tungstênio exerce melhor controle sobre o crescimento de grão e proporciona melhor proteção contra a descarbonetação e oxidação. No geral, ambos são responsáveis pela resistência ao desgaste, dureza a quente e estabilidade térmica (Araujo Filho, 2006).

Remonta à década de 50 a introdução do nióbio nos aços rápidos. Entretanto, apenas nos anos 70 e 80, com a prospecção de jazidas de minérios de nióbio no Brasil, avançaram as investigações iniciadas nos anos 50, que buscavam a substituição parcial do vanádio nos aços rápidos das séries molibdênio-tungstênio e molibdênio, pelo nióbio, de menor custo, e um forte formador de carbonetos primários, muito estáveis termicamente (Simões, D. G., 2006). Atualmente os aços rápidos são subdivididos em três séries: aços ao tungstênio, ao tungstênio e ao molibdênio. Atualmente, 88% dos aços rápidos consumidos são da série ao tungstênio e molibdênio. A utilização do nióbio, ou melhor, do carboneto de nióbio, se justifica devido à elevada estabilidade térmica desse carboneto que mesmo em elevadas temperaturas de tratamento térmico de austenitização/têmpera, que é interessante para que se atinja elevados valores de dureza, a presença desses carbonetos no contorno de grão atua ancorando os contornos e evitando assim o crescimento de grãos.

2.5 Efeitos dos elementos de liga nos aços rápidos

Carbono:

- maior teor favorece a formação de carbonetos para maior dureza e resistência ao desgaste.

Cobalto

- proporciona dureza em altas temperaturas.

Cromo:

- melhora a temperabilidade e em teores perto de 4%, favorece a combinação de dureza com tenacidade. Podendo ainda formar carboneto para maior resistência ao desgaste e menor oxidação em altas temperaturas.

Molibdênio:

- substitui parcialmente o tungstênio (menor custo).
- desvantagem da maior tendência de descarburização.

Tungstênio:

- forma carboneto bastante duro, responsável pela resistência ao desgaste.
- favorece a dureza em altas temperaturas.

Vanádio:

- forma o mais duro dos carbonetos. Aços com altos teores de vanádio são os que apresentam maior resistência ao desgaste (Wilson, 1975).

2.6 Rotas de processamento dos aços rápidos.

2.6.1 Rota convencional

A rota convencional envolve a obtenção de ferramentas a partir da usinagem de semi-acabados obtidos por fusão, lingotamento e trabalho a quente (forjamento, laminação). Este trabalho a quente (em torno de 90% de deformação) envolve complexo esquema de passes, que tem como intuito “quebrar” a estrutura bruta de fusão, de forma a obter uma distribuição mais homogênea dos carbonetos primários. Este “melhoramento” pode ser notado nas figuras 2.1 e 2.2, que apresenta a influência do grau de deformação sobre a distribuição dos

carbonetos não dissolvidos. Entretanto, mesmo para deformações da ordem de 90% os carbonetos ainda se apresentam distribuídos heterogeneamente segundo estrias cujas dimensões são função do tamanho e distribuição das colônias eutéticas (Hoyle, 1988).

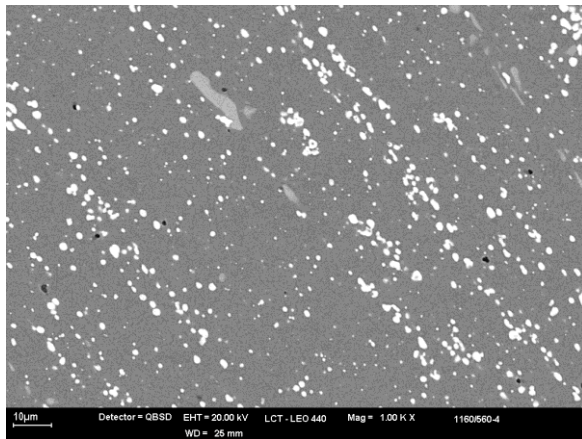


Figura 2.1 – Aspecto da distribuição dos carbonetos primários depois de diferentes níveis de deformação do aço AISI M3:2 convencional.

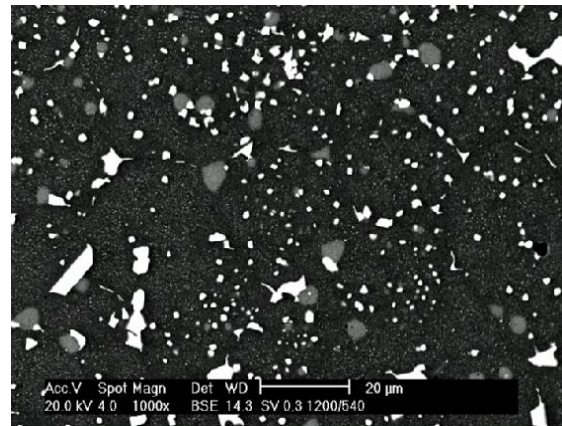


Figura 2.2 – Aspecto da distribuição dos carbonetos primários depois de diferentes níveis de deformação do aço AISI M3:2 MP sinterizado a vácuo.

2.6.2 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó (MP) do inglês "Powder Metallurgy (PM)" está se tornando cada vez mais popular na produção de componentes de aço de geometria simples ou complexa que requerem pequenas tolerâncias dimensionais e propriedades mecânicas como resistência ao desgaste e tenacidade otimizada, sendo considerada ainda, uma técnica economicamente mais viável na manufatura de certos componentes (Froes, 1994). Tradicionalmente, a metalurgia do pó pode ser simplesmente definida como uma técnica em que um metal sólido, liga ou cerâmica na forma de partículas secas, normalmente com um diâmetro máximo inferior a 150 μm , são convertidas em um componente de engenharia, agregando ainda uma forma, acabamento predeterminados próximos dos finais e possuindo propriedades

que possibilitam a sua utilização na maioria dos casos sem ulteriores processamentos (Thümmeler e Oberacker, 1993). Constitui, portanto, um processo largamente utilizado na manufatura de ferramentas de corte de alta performance de aço rápido disponibilizando itens na forma de barras, formas próximas da final ("near-net shape") e insertos indexáveis para ferramentas de corte (Friborg, 1982). O desenvolvimento de uma distribuição fina e uniforme de carbonetos nos aços rápidos obtidos pelo processo convencional com aceitáveis propriedades mecânicas requer grandes reduções das secções o que acarreta elevados custos de produção. Segundo Mesquita e Barbosa (Mesquita e Barbosa, 2004), várias opções têm sido propostas para refinar a estrutura dos aços rápidos, a maioria delas relacionadas com o aumento da taxa de resfriamento por ocasião da solidificação destacando-se a metalurgia do pó como a mais efetiva no refino da microestrutura inicial devido à elevada taxa de resfriamento durante a atomização. O processo da metalurgia do pó é tecnologicamente maduro e aços rápidos processados por essa técnica têm sido empregados em várias aplicações de usinagem e de trabalho a frio. A metalurgia do pó permite a obtenção de peças isentas de segregação (é uma característica tão importante que designa um processo, no caso o ASP, terminologia essa derivada das iniciais de "Anti-Segregation Process"), uniformidade da microestrutura e, por conseguinte, isotropia das propriedades mecânicas (o processo convencional produz microestruturas não-uniformes e anisotropia das propriedades mecânicas), uniformidade do tamanho de grão, uma dureza uniforme após o tratamento térmico, distribuição e tamanhos de carbonetos mais uniformes em secções maiores (Takigawa, 1981, Brewin, 1991 e Frantsevich, 2000). O tamanho dos grãos de austenita formados durante o tratamento de endurecimento é, geralmente, considerado como um importante fator na caracterização microestrutural dos aços rápidos. Grãos de austenita mais refinados são considerados vantajosos e trazem efeitos benéficos no que concerne às propriedades relevantes na performance das ferramentas de corte. A metalurgia do pó facilita a obtenção de estruturas de grãos mais refinados nos aços rápidos (Neumeyer, 1972, Martins, 1986 e Várez, 2004). Permite ainda, a obtenção de aços cujas composições inviabilizam a obtenção pelo processo convencional devido à segregação relacionada a problemas de trabalhabilidade a quente. Os tratamentos térmicos que se aplicam aos aços

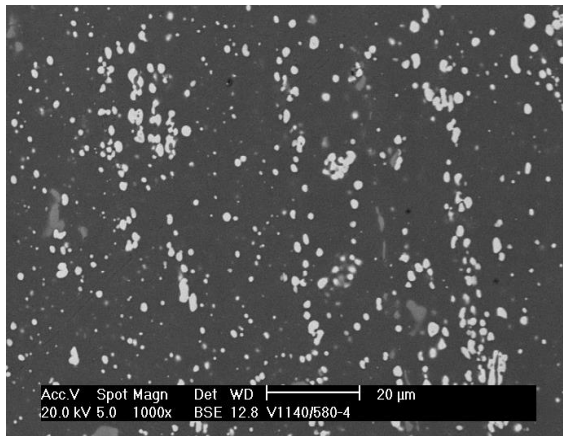
rápidos são basicamente os mesmos utilizados nos aços rápidos obtidos pelo processo convencional, no entanto, os primeiros têm uma resposta mais imediata e previsível devido à microestrutura mais uniforme e aos carbonetos mais refinados (tamanho ou espaçamento entre carbonetos menores).

2.6.3 Processo convencional de fusão, lingotamento e conformação mecânica

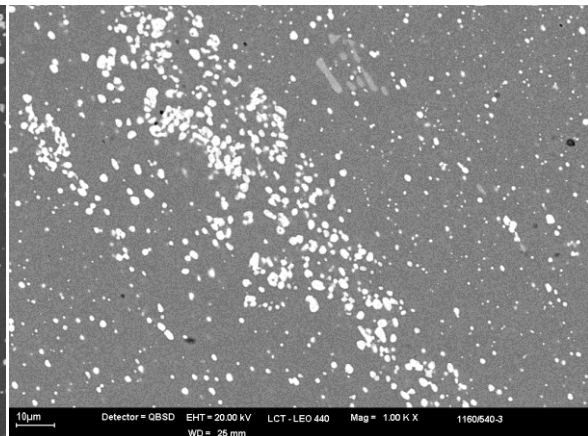
Apesar de alguns tipos de aços rápidos obtidos pelo processo convencional de fusão, lingotamento e conformação mecânica serem normalizados, a produção de ferramentas diretamente do estado fundido é uma rota pouco utilizada nos países ocidentais, mas utilizada em escala industrial nos países do leste europeu. Isto se deve ao fato de no estado bruto de fusão a distribuição dos carbonetos primários apresentar-se heterogênea com estes localizados nas regiões interdendríticas, mesmo após severos tratamentos térmicos capazes apenas de “quebrar” as lamelas destes carbonetos. Entretanto, a estrutura bruta de fundição pode ser modificada através do controle da velocidade de solidificação (refino da estrutura pelo aumento da taxa de solidificação), pela variação da composição química base (superresfriamento constitucional) e pela adição de elementos chamados modificadores como o Nb, Al, Bi, Sb, metais de terras raras, etc.

A principal justificativa para a produção de ferramentas pelo processo convencional de fusão, lingotamento e conformação mecânica é a diminuição do custo de produção, decorrente da diminuição das operações de usinagem e diminuição da quantidade de material aplicado na sua fabricação. A fabricação de ferramentas por fundição de precisão do aço M42, além de proporcionar as mesmas propriedades das ferramentas convencionais, permitiu uma redução de até 50% nos custos de produção. A figura 2.2 mostra a distribuição final dos carbonetos após as diferentes rotas de processamento. Nesta pode-se perceber que a metalurgia do pó e os métodos de refusão controlada propiciam uma melhor distribuição e homogeneidade de tamanhos dos carbonetos, com refinamento

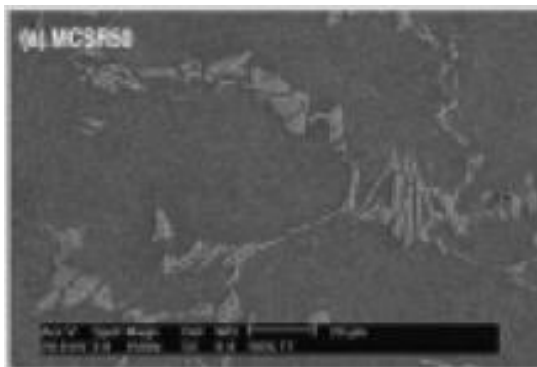
dos carbonetos primários no método OSPREY (Rossi et al,2006). Percebe-se também a distribuição heterogênea dos carbonetos primários segundo estrias direcionadas paralelamente à direção de deformação na estrutura obtida da rota convencional.



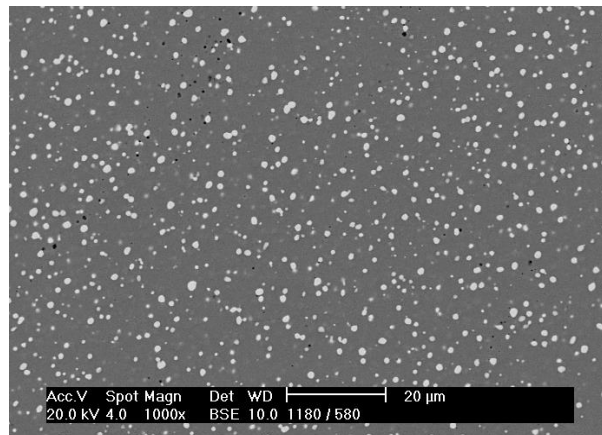
(a) estado fundido



(b) rota convencional: lingotamento seguido de deformação (laminação ou forjamento)



(c) método Osprey



(d) metalurgia do pó (HIP)

Figura 2.3 – Distribuição dos carbonetos primários nos diversos métodos de produção dos aços rápidos. (a) estado fundido; (b) rota convencional: lingotamento seguido de deformação (laminação ou forjamento); (c) método Osprey; (d) metalurgia do pó (HIP).

2.7 Solidificação dos aços rápidos

Independentemente do processo de solidificação, as características gerais da estrutura bruta de fusão dos aços rápidos são as mesmas, isto é, matriz dendrítica e precipitados eutéticos (austenita e carbonetos) nos contornos interdendríticos. O tamanho da célula dendrítica e o espaçamento interdendrítico dependem da composição química base, mas principalmente da velocidade de resfriamento. Desta forma, a baixa condutividade térmica, a composição química e a larga faixa de solidificação apresentadas pelos aços rápidos impõem sérias limitações às dimensões do material fundido, uma vez que à medida que aumentam as suas dimensões, aumenta a heterogeneidade da distribuição das poças eutéticas. A forma mais eficiente de melhorar esta distribuição é diminuir o tempo de solidificação, aumentando a velocidade de resfriamento no intervalo peritético (Bocallini, 2006).

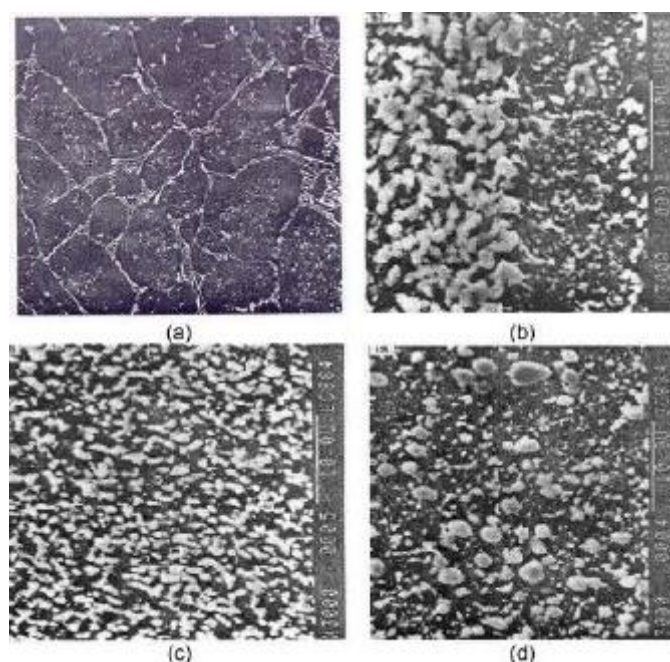


Figura 2.4 Diagrama de solidificação do aço rápido AISI M2

A tabela 2.1 apresenta a sequência deste processo a partir da análise desta literatura e do diagrama da figura 2.3. As temperaturas apresentadas podem

ser afetadas por diversas variáveis como a velocidade de solidificação, composição química base, superaquecimento. A composição química base exerce influência sobre o intervalo de solidificação, ou seja, sobre o engrossamento e sobre o coalescimento das dendritas. O aumento do carbono causaria um aumento no super-resfriamento constitucional e com isso diminuiria o espaçamento (Oleszak et al., 2004).

Tabela 2.1 – Sequência Simplificada da Solidificação do Aço Rápido AISI M2

Transformação	Reação	Temperatura (°C)
Precipitação primária de ferrita δ	$L \rightarrow \delta$	~ 1435
Início da reação peritética	$L + \delta \rightarrow \gamma$	~ 1330
Decomposição eutética do líquido remanescente	$L \rightarrow \gamma + C$	~ 1240
Transformação eutetóide	$\gamma \rightarrow \alpha + C$	~ 800

2.7.1 Carbonetos primários

Nos aços rápidos AISI M2 e M3:2 podem ocorrer a formação dos eutéticos: $\gamma + M_2C$; $\gamma + M_6C$; $\gamma + MC$, onde M são os metais presentes no aço. A fração volumétrica total de eutético bem como a de cada um dos tipos possíveis de carbonetos depende da composição química base, da velocidade de resfriamento e da presença de outros elementos de liga e de pequenos teores de modificadores como o N, Al, Ca, Sb e metais de terras raras. A tabela 2.2 mostra a composição média dos mesmos. A presença ou não e a quantidade de carboneto M_2C sofre influência tanto da composição química base quanto da velocidade de resfriamento, além da presença de certos elementos, como Al e N. O carboneto M_6C forma-se na solidificação em baixas velocidades de resfriamento, que produzem um líquido interdendrítico (Kaiser e Cohen, 1952).

Tabela 2.2 – Características dos Carbonetos Eutéticos (Boccalini, 1996).

Carboneto	Estrutura Cristalina	Dureza (HV)	%Fe	%W	%Mo	%Cr	%V	%C
M ₂ C	HC	2000	3-7,5	25-50	21-36	5-7	8-15	~5,6
M ₆ C	CFC	1500	30-35	29-38	20-25	2-4,5	2-4,5	~2,5
MC	CFC	3000	1,7-3,5	10-24	8,5-16	3-7	50-60	~14

A literatura descreve de forma pouco sistematizada as distintas morfologias do carboneto M₂C. Boccalini e colaboradores estabeleceram uma classificação baseada na teoria clássica de Croker que descreve as morfologias dos produtos eutéticos a partir das considerações da entropia envolvida no processo (tabela 2.3). A morfologia tipo 1 é favorecida por elevados teores de V e C e por baixas velocidades de resfriamento e caracterizada pela presença de plaquetas não paralelas, com direções preferenciais de crescimento, enquanto que a morfologia tipo 2 é favorecida por baixos teores de V e C e por altas velocidades de resfriamento, caracterizada por plaquetas longas e paralelas.

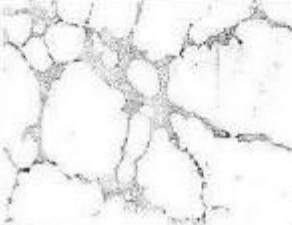
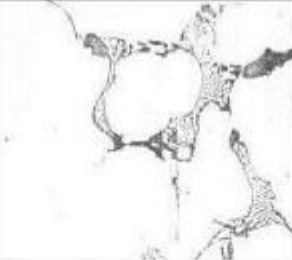
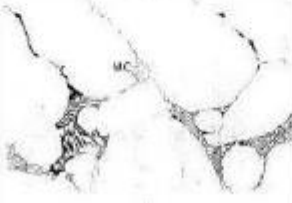
O carboneto MC, nas composições nominais do aço AISI M2 e M3:2, precipita durante a decomposição eutética do líquido interdendrítico. Entretanto, a adição de elementos de liga fortemente formadores de carbonetos tipo MC como o Nb e a elevação do teor de V fazem com que esta precipitação se dê a temperaturas superiores às da precipitação da ferrita primária.

2.7.2 Decomposição do carboneto M₂C

Durante o aquecimento para deformação e/ou para austenitização dos aços rápidos, a estrutura de carbonetos sofre uma forte mudança: o carboneto M₂₃C₆, quando presente, se dissolve rapidamente. Entre 1150 °C e 1200 °C ocorre a imediata dissolução dos carbonetos ultrafinos e em menos de 60 minutos a decomposição é total. Em temperaturas mais

altas (entre 1230 °C e 1260 °C, ocorre também a decomposição do carboneto M_6C e o surgimento de partículas de MC isoladas.

Tabela 2.3 – Morfologia dos carbonetos primários

Carboneto	Morfologia	Micrografia	Denominação	
			Literatura	Boccalini et.al. (1996; 1999; 2001)
M_2C	Tipo I		Pena Leque Plaqueta	Eutético Irregular
	Tipo II		Lamelar Bastonete "rod like" "spindel"	Regular Complexa
M_6C			Espinha de Peixe	Regular Complexa
MC				Pétala Irregular Pétala Ramificada (Regular-Complexa)

2.7.3 Esferoidização e engrossamento

Durante e após a decomposição do M_2C , com o avanço do tratamento térmico tem lugar a esferoidização do carboneto M_6C e o engrossamento generalizado deste e do carboneto MC. Este processo se inicia na diminuição da energia associada à instabilidade de forma quando as plaquetas de carbonetos, a altas temperaturas, tendem a se “quebrar”, dando origem a segmentos menores, caracterizando o fenômeno da esferoidização. Em seguida tem início o fenômeno do

engrossamento, quando ocorre o aumento do tamanho médio das partículas dos carbonetos, com conseqüente redução do número destas. Para tempos muito longos, ocorre o fenômeno da coalescência entre partículas, em que o crescimento destas é impedido pelas partículas vizinhas gerando uma interface entre os carbonetos. A cinética global do processo de engrossamento é tanto maior quanto maior for a velocidade de solidificação. No caso específico do carboneto MC, o tamanho médio final das partículas é menor, de acordo com a comparação das figuras 2.4-a e 2.4-b, que compara resultados obtidos em amostras fundidas em areia e em coquilha. Uma explicação possível estaria no menor espaçamento entre as lamelas dos carbonetos decorrentes da maior taxa de solidificação no caso da fundição em coquilha, de forma que a decomposição do carboneto M_2C seria mais rápida, aumentando a coalescência entre as partículas durante o crescimento (Santana da Silva, 2001).

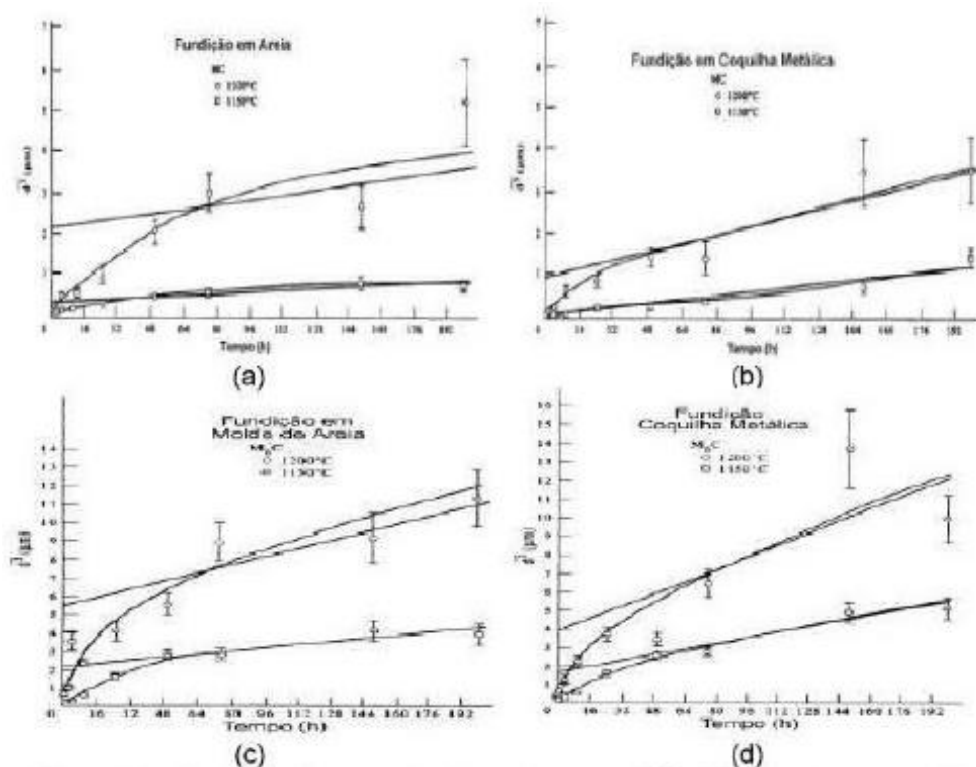


Figura 2.5 – Variação do tamanho dos carbonetos MC e M_6C de decomposição com o tempo de tratamento no aço M2 fundido em areia e tratado a 1150 °C e 1200 °C (Adaptada de Gomashschi, 1998)

2.8 Tratamento Térmico dos Aços Rápidos

O revenido alivia as tensões oriundas da têmpera sem redução substancial da dureza. Temperaturas usuais na faixa de 500 a 550°C. A Figura 2.5 dá curvas aproximadas de dureza versus temperatura de revenido para um aço com 1% C 4% Cr 18% W temperado a 1090°C. (a), (b) e (c) são as curvas para tempos de 25, 50 e 90 minutos respectivamente. Temos então uma série de tratamentos, recozimento, tempera, revenimento e outros tratamentos podem ser aplicados a aços rápidos, como tratamento subzero (transformação da austenita retida), têmpera com transformação parcial em bainita, nitretação (Reed-Hill, 1982).

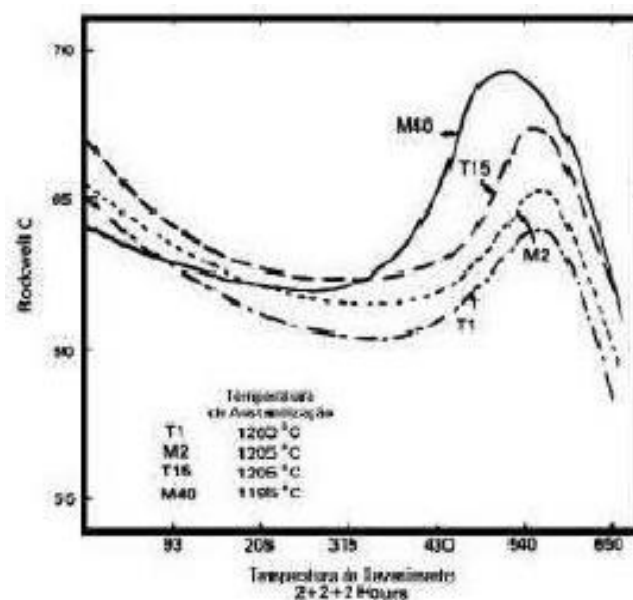


Figura 2.6 - Curvas aproximadas de dureza versus temperatura de revenido para um aço com 1% C 4% Cr 18% W temperado a 1090°C

2.8.1 Recozimento

O recozimento é realizado nos aços rápidos em diversos estágios da produção de uma ferramenta. Na sua execução o material é aquecido lentamente para evitar trincas em função de gradientes térmicos grandes, e resfriado ao forno pelo menos até 500°C. É comumente classificado em subcrítico, quando realizado abaixo da temperatura de transformação austenítica; pleno ou de transformação,

quando executado acima da temperatura de transformação; e de esferoidização, a temperatura de início da transformação austenítica (A1) da grande maioria dos aços rápidos fica em torno de 810°C. Simulações no TERMOCALC, indicam temperaturas próximas de 830°C. No caso do recozimento subcrítico forte precipitação de carbonetos ocorre para tempos da ordem de 1h, entretanto, para tempos maiores, estes se tornam incoerentes, diminuindo a dureza do material. Estes carbonetos têm tamanhos entre 50 e 300 nm. O recozimento é geralmente utilizado no alívio de tensões, em temperaturas da ordem de 700°C, em materiais no estado bruto de fundição, após o trabalho mecânico ou aplicado antes de um tratamento de têmpera, para minimizar as distorções no material. O recozimento pleno a 890°C, em função da grande dureza dos aços rápidos, é sempre aplicado antes de sua usinagem. Além disso, recozimentos prévios à têmpera proporcionam sensível refinamento do grão austenítico. Também pode se aplicar um recozimento subcrítico, que do ponto de vista formal poderia ser tomado como um revenimento a altas temperaturas, imediatamente abaixo da temperatura de transformação (geralmente 790°C) por longo tempo para diminuir a dureza, uma vez que ocorre o empobrecimento da matriz ferrítica e o crescimento dos carbonetos, tanto precipitados quanto primários. Os aços rápidos são fornecidos pelos fabricantes neste estado para facilitar as operações subsequentes de usinagem. Após o recozimento, o material é constituído por uma matriz ferrítica com finos carbonetos dispersos e carbonetos primários (Chiaverini, 2008).

2.8.2 Têmpera

A aplicação de tratamentos de austenitização nos aços rápidos a temperaturas próximas da linha solidus representou o grande salto na aplicação destes materiais. As temperaturas de austenitização utilizadas na prática industrial durante o tratamento de têmpera do aço M2 variam de 1190°C a 1230°C (Metals Handbook, 1989). A baixa condutividade térmica do material, decorrente da grande quantidade de carbonetos, requer um cuidado especial

durante seu aquecimento, para se evitar um aquecimento rápido principalmente durante a transformação da austenita, que levaria a distorções dimensionais, trincamento e a uma estrutura heterogênea. Para superar este problema, o material é submetido a vários pré-aquecimentos: a 500 °C; a temperaturas abaixo da transformação austenítica, isto é por volta de 800 °C; a 1100 °C, em tempos da ordem de 10 minutos. Então o material é levado à temperatura de austenitização, em torno de 1200 °C por tempos muito curtos, dificilmente superiores a 5 minutos, de forma a proporcionar a adequada precipitação dos carbonetos secundários durante o revenimento e limitar o tamanho de grão à faixa de 12 µm. Em função de sua composição química, estes materiais apresentam alta temperabilidade, podendo ser temperados no óleo e ao ar. Temperaturas próximas da transformação austenítica não são suficientes para solubilizar o carbono na quantidade suficiente para a precipitação secundária durante o revenimento. Entretanto, entre 900 °C e 1100 °C todos os carbonetos $M_{23}C_6$ são dissolvidos e a partir de 1160°C o carboneto M_6C começa a se dissolver, mas só sendo completamente consumido acima da temperatura solidus. O carboneto MC praticamente não se dissolve, de forma que após a têmpera, o aço M2 é constituído por uma matriz martensítica e dispersão dos carbonetos MC e M_6C primários. No estado temperado, os aços rápidos apresentam uma estrutura de carbonetos MC e M_6C primários grosseiros dispersos numa matriz martensítica maclada.

2.8.3 Revenimento

Subsequentemente a têmpera, procede-se à execução de duplos ou triplos revenimentos, que garantem a supressão de praticamente toda a austenita retida, que no estado temperado pode estar presente em teores de até 30%, além de garantir a máxima dureza secundária, quando executado em temperaturas entre

530°C-570 °C Nas condições de uso na grande maioria das aplicações, a austenita retida é praticamente suprimida (<0,5%) após triplos revenidos. O revenimento pode ser entendido como uma sequência dos seguintes fenômenos, à medida que aumenta a temperatura de tratamento:

i)

entre 105 °C e 250 °C precipitação a partir da martensita do carboneto metaestável e, causando a diminuição da dureza do material;

ii)

entre 250 °C e 500 °C o carboneto e dá lugar à cementita;

iii) acima de 500 °C a cementita é redissolvida na matriz e então ocorre a precipitação dos carbonetos MC e M₂C indeformáveis na matriz, promovendo o fenômeno do endurecimento secundário. A partir de 600 °C, tem início o engrossamento dos carbonetos que conduz a diminuição da dureza, além da precipitação dos carbonetos M₆C, M₃C e M₂₃C₆.

2.9 Dureza dos aços rápidos

O modo mais simples de se avaliar a qualidade dos aços rápidos é através da medição da dureza à temperatura ambiente, somada ao conhecimento da composição química e da microestrutura do material. A determinação da estabilidade térmica é feita a partir da medida da dureza do material temperado e revenido normalmente e, posteriormente, submetido a três outros ciclos térmicos de revenimento a 620 °C, ou seja, acima da temperatura de revenimento convencional e próxima das temperaturas reais de trabalho da ferramenta. Desta forma, estariam sendo simuladas possíveis transformações ocorridas durante o trabalho da ferramenta e, indiretamente, se estabeleceria capacidade do aço em manter suas propriedades nestas condições, caracterizando sua estabilidade térmica do aço. Outra importante

consideração acerca da qualidade dos aços rápidos, e que está intimamente relacionada com sua dureza, diz respeito à sua usinabilidade. Esta propriedade representa a relação entre a perda de massa pelo material trabalhado e a perda de massa pela ferramenta de usinagem. Este parâmetro depende da dureza da matriz e da distribuição e tamanho dos carbonetos presentes, que geralmente têm dureza comparável à do material que compõe a ferramenta. Quanto mais grosseira a distribuição dos carbonetos, pior será a usinabilidade do aço. Dessa forma, os materiais obtidos por metalurgia do pó apresentam melhor usinabilidade. Por outro lado, maiores teores de vanádio representam diminuição a depreciação deste parâmetro. Dentre os aços rápidos convencionais o M2 é o que apresenta melhor usinabilidade.

2.10 Moagem de alta energia (MA)

Esta técnica de processamento foi desenvolvida por volta de 1966 no Paul D. Merica Research Laboratory da empresa The International Nickel Company (INCO), nos Estados Unidos, com o objetivo de se produzir superligas à base de níquel reforçadas com dispersão de óxidos.

A moagem de alta energia do termo em inglês “Mechanical alloying” é um processamento de pós em moinhos de bolas de alta energia, como os moinhos vibratórios, planetários e atritores. Nestes equipamentos, ocorre a transferência de energia cinética das esferas que estão se movendo em altas velocidades, da ordem de 7 m/s, para as partículas de pós através do cisalhamento ou impacto. Esta técnica permite conseguir uma ligação, a nível atômico, dos elementos químicos que constituem os pós de partida, formando uma liga por um processamento realizado totalmente no estado sólido. Além de misturas de pós elementares, pós pré-ligados e cerâmicos, como óxidos,

nitretos, etc., podem ser usados também na produção de compósitos (Bhadeshia,1997).

Nesta técnica, a matéria-prima e os meios para moagem, em geral, esferas de aço, são colocados em um recipiente (“vial”) no qual ocorrerá a agitação no moinho de alta energia.

A matéria-prima, em geral, é constituída de pós comerciais, com tamanho de partícula no intervalo de 1 e 200 μm . O tamanho das partículas não é crítico, desde que não exceda o tamanho das bolas. O tamanho decresce exponencialmente com o tempo de moagem, atingindo um valor de poucos μm após alguns minutos de processamento (Salgado, 2002).

A agitação é realizada à temperatura ambiente, com o material no estado sólido. A energia de ativação necessária para a ocorrência das reações químicas e alterações estruturais é obtida pela energia mecânica associada a tal agitação.

O produto é resultante das colisões entre as esferas e o material, havendo etapas alternadas de soldagem e fratura do material.

A eficácia do processamento é decorrente desta alternância de etapas de fratura e soldagem, o que mantém material não-reagido sempre em contato, facilitando a reação.

De modo geral, as possibilidades de processamento de materiais por moagem de alta energia são muito amplas, embora sua grande maioria seja estudada apenas em laboratório. Pode-se citar:

1. Produção de materiais com fina dispersão de partículas de segunda fase;
2. Aumento do limite de solubilidade, produzindo soluções sólidas;
3. Refino da microestrutura, a ponto de haver a formação de grãos nanocristalinos;
4. Síntese de fases cristalinas metaestáveis;
5. Formação de materiais amorfos;

6. Introdução de grandes quantidades de elementos de liga em sistema imiscíveis ou de baixa miscibilidade, produzindo novas ligas que não são conseguidas através da metalurgia convencional;
7. Indução de reações químicas a baixas temperaturas ou mesmo à temperatura ambiente, obtendo-se intermetálicos, carbonetos e silicetos.
8. Diversos tipos de produtos podem ser fabricados utilizando-se este método de processamento, a saber, pós de ligas metálicas, materiais compósitos, intermetálicos, cerâmicos e magnéticos.
9. Uma das vantagens da moagem de alta energia é a possibilidade de obtenção de ligas fora do equilíbrio.
10. No futuro, a moagem de alta energia poderá ser usada para sinterizar ligas especiais, dentre elas, ligas para componentes de motores de aeronaves, sendo que os principais materiais a serem processados serão os intermetálicos e os compósitos à base de Ni, Ti, Al e Nb.

2.10.1 Mecanismo de formação de ligas na MA

De acordo com Suryanarayana, 2001, a formação de ligas pode ser subdividida em etapas distintas.

Inicialmente há mistura do material, com a ocorrência de deformação, fratura e soldagem das partículas, que apresentam grande variação na morfologia e dureza. Na colisão entre duas bolas, uma determinada quantidade de material fica entre elas, como visto na figura 1. Esta quantidade equivale a, aproximadamente 1000 partículas, que sofrem o impacto das bolas em cada colisão.

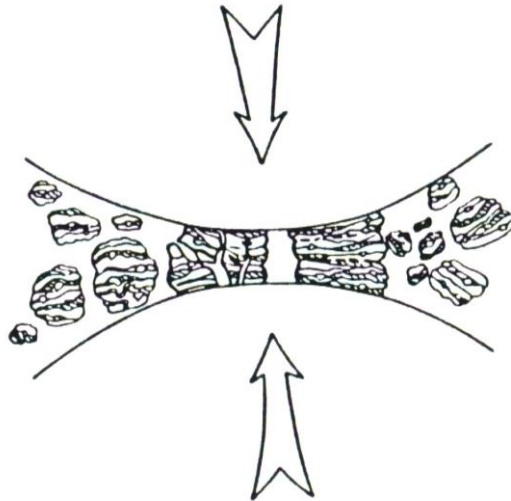


Figura 2.7 – Diagrama esquemático do processo de moagem de alta energia (MA)

Este mecanismo (deformação, fratura e soldagem) origina a produção de partículas achatadas formadas de camadas dos componentes da liga.

Em seguida, o processo de soldagem torna-se predominante, com aumento do tamanho das partículas e diminuição na sua quantidade. As duas etapas seguintes caracterizam-se pela formação de partículas equiaxiais e pela soldagem em camadas, com a produção de orientações ao acaso. A estrutura lamelar torna-se mais fina e com aspecto marmorizado, ocorrendo aumento na dureza, o que eleva a tendência à fratura das partículas.

Por fim, a última etapa caracteriza-se por ser um estado estacionário de processamento, no qual a composição de cada partícula converge para a do material como um todo. Como há um equilíbrio entre as frequências de fratura e soldagem, o tamanho médio e a distribuição das partículas não se alteram significativamente (Suryanarayana et al., 2001).

A formação da liga ocorre a partir do final da terceira etapa, por meio de difusão de um elemento para o outro. Isto é favorecido pela formação de camadas alternadas cada vez menos espessas, além do aumento de temperaturas e de rotas de difusão criadas pelos defeitos induzidos pela formação (Capdevila, 2003 e Suryanarayana, 2008).

2.10.2 Variáveis da moagem de alta energia

A moagem de alta energia é um processo complexo que envolve a otimização de um grande número de variáveis na obtenção de um produto ou uma microestrutura desejada. Alguns dos parâmetros mais importantes, que tem efeito nas características finais do produto são:

- tipo de moinho;
- revestimento do moinho;
- velocidade de processamento;
- tempo de processamento;
- meios de moagem;
- relação massa de bolas/ massa de pó (Poder de moagem);
- enchimento do recipiente de moagem;
- atmosfera;
- agente de controle do processo;
- temperatura de processamento;

Deve-se ressaltar que as variáveis são interdependentes, ou seja, o efeito de cada uma delas no processamento está relacionado à influência das demais variáveis (Capdevila, 2001).

2.11 Aços sinterizados reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas duras

Aços sinterizados têm sido reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas duras, especialmente carboneto de nióbio (NbC) e carboneto de tântalo (TaC), podendo ser empregados em uma variedade de aplicações que requerem resistência mecânica, ao desgaste e a ambientes quimicamente hostis. O processamento de compósitos por metalurgia do pó envolve etapas e, alternativamente, tratamentos superficiais (nitretação ou cementação), das quais a moagem é de grande importância (Fischmeister, 1975). O processamento de materiais por metalurgia do pó tem sido empregado com sucesso na produção de compósitos de matriz metálica reforçados pela

dispersão de partículas cerâmicas de alta dureza, resultando em uma combinação de melhores propriedades funcionais, físicas e mecânicas. A adição de partículas duras dispersas, especialmente carboneto de nióbio (NbC) e carboneto de tântalo (TaC) aumenta potencialmente a dureza e a resistência ao uso, enquanto que subseqüentes tratamentos superficiais, incluindo nitretação ou cementação (Baglyuk e Poznyak, 2002) melhora a resistência à corrosão do compósito. Além disso, gradientes de porosidade podem ser obtidos para ajustar a densidade para necessidades específicas. Portanto, avanços recentes na tecnologia do pó de compósito podem produzir materiais estratégicos para um número crescente de aplicações incluindo a manufatura de ferramentas e a produção de componentes industriais. O uso de partículas duras também contribui para abaixar os custos quando comparado aos compósitos fundidos com fibras contínuas. Entre diferentes possíveis combinações de composição, compósitos de matrizes ferrosas reforçadas têm sido particularmente estudados objetivando-se obter materiais sinterizados com propriedades mecânicas e tribológicas similares aos aços ferramenta convencionais, mas com superior resistência à corrosão. O avanço no processamento de aços sinterizados reforçados por partículas cerâmicas dispersas é crescente. O processamento de compósitos por metalurgia do pó envolve a mistura dos pós de partida, moagem e homogeneização, recozimento, conformação (normalmente por compactação), sinterização e, alternativamente, tratamentos superficiais opcionais (nitretação ou cementação) visando o estabelecimento do conjunto de propriedades físicas, químicas e mecânicas necessárias ao desempenho almejado do material resultante. A moagem é uma das etapas de maior relevância na produção de compósitos por metalurgia do pó. Além do ajuste da distribuição de tamanhos de partículas da mistura de pós, a moagem é também responsável pela homogeneidade na distribuição da fase de reforço e aditivos, bem como pela formação de partículas compósitas, ou seja, pela inserção de partículas cerâmicas nas partículas de ferro da fase matriz.

O método de moagem de alta-energia tem recebido considerável atenção durante os últimos anos. O seu processamento apresenta uma vasta aplicação no que se refere à produção de compósitos e ligas comerciais importantes (carbetos, silicetos, nitretos, boretos de metais de transição),

devido principalmente à eficiência das misturas a nível atômico, em consequência do intenso trabalho mecânico efetuado sobre os materiais constituintes. O resultado é a obtenção de ligas nanocristalinas, ou amorfas, apresentando microestruturas homogêneas, com o controle de adições de segundas fases (endurecimento por precipitação), entre outros (Froes, 1996).

Diferentes tipos de equipamentos de moagem de alta energia são utilizados para produzir pós ligados mecanicamente, diferindo entre eles pela sua capacidade, velocidade de operação, e sua habilidade para controlar a operação, variando a temperatura de moagem e a extensão de redução da contaminação do pó. Entre eles, podem-se citar o moinho vibratório SPEX (figura 2.8) e o moinho de bolas planetário como os mais comumente utilizados em análises laboratoriais. Especificamente, o moinho planetário é usado para produzir grandes quantidades de pós moídos e o SPEX para a produção de ligas (Suryanarayana, C., 2001). Pela ação das colisões pó e bolas, se produzem sucessivos caldeamentos e fraturas, até produzir um pó em que cada partícula tenha a composição da mistura inicial (Froes, 1996).

O moinho SPEX mói de 10-20 gramas de pó por vez. Neste, o cadinho preso, contendo o pó e bolas, é movimentado energicamente para trás e para frente várias mil vezes em um minuto, o qual é combinado com movimentos laterais da extremidade inferior do cadinho. Devido a amplitude (~ 5 cm) e a velocidade (~ 1200 rpm) do movimento, as velocidades das bolas são altas (na ordem de 5 m/s) e, conseqüentemente, a força de impacto das bolas é muito grande. Portanto, é considerado como de alta energia. Entretanto, o moinho planetário é considerado de energia mais baixa, apesar da velocidade linear das bolas ser maior que a do moinho SPEX, neste caso, a frequência de impacto é bem menor. No planetário, é possível moer em torno de 100 gramas por vez através de um disco suporte rotativo e um mecanismo de direção especial que faz com que ele gire em torno do seu próprio eixo. A força centrífuga produzida pela rotação do cadinho e do disco suporte age no pó e nas bolas, provocando efeitos de fricção e impacto (Suryanarayana, C., 2001).

Ruiz-Román et al. (Ruiz-Román et al., 1999), em seu estudo, apresentam a moagem de alta energia para a fabricação de materiais compósitos de matriz metálica reforçados com carbonetos de nióbio, e com adições de cobre para ativar a sinterização, por meio de processos de sinterização com fase líquida. A

técnica de moagem de alta energia (moinho de bolas) tem emergido como uma rota não dispendiosa para produzir fases em diversas formas variadas, desde materiais nanoestruturados e amorfos, a nanocompósitos e soluções sólidas estendidas (Ruiz-Román et al, 1999).

A moagem via úmida tem sido considerada como um método mais adequado, comparado à via seco, para obter um produto de grãos mais finos, devido à adsorção das moléculas de solvente nas superfícies das partículas formadas novamente e da sua mais baixa energia superficial. A condição de menos aglomerado nas partículas do pó é um outro fator relevante para a moagem úmida (Suryanarayana, C., 2001).

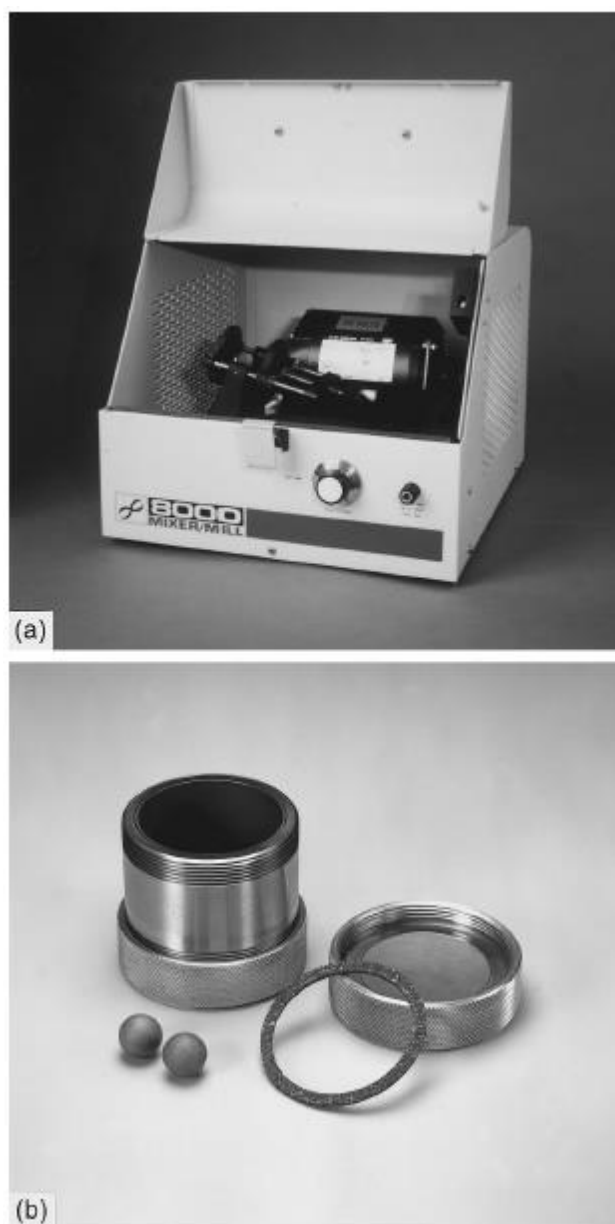


Figura 2.8 – Moinho vibratório do tipo SPEX e mídia de moagem

3 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Esse projeto consiste na obtenção de discos e pastilhas de aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) através de uma técnica de Mecanossíntese ou Moagem de Alta energia (Mechanical Alloying), compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo. Os testes de desempenho das pastilhas dos aços rápidos serão objeto de um outro projeto de pesquisa.

3.1 Pós de partida

Foram usados pós comerciais, o pó dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 do presente trabalho foram obtidos junto a Coldstream Inc. enquanto que o carboneto de nióbio (NbC) foi sintetizado a partir de pós elementares de nióbio (Nb) e carbono na forma de grafite.

Tabela 3.1: Composição química do aço AISI M2 (% em peso).

	C	Mo	W	Mn	Cr	Si	V	Fe
Massa (%) M2	0,83	4,8	6,2	0,25	4,1	0,27	1,97	Bal.

Tabela 3.2 – Composição química do pó do aço rápido M3:2 que consta do certificado de qualidade fornecido pela Coldstream Inc.

	C	Mo	W	Mn	Cr	Si	V	Fe
Massa (%) M3:2	0,98	6,12	5,68	0,3	3,97	0,2	2,92	Bal.

3.2 Mídia de moagem (jarras e bolas)

Utilizou-se como mídia de moagem jarras construídas em aço inox AISI 304 L apresentadas na figura 3.1.



Figura 3.1 - Jarra tampa anel de vedação de borracha e bolas

Utilizaram-se bolas (esferas de aço) fabricadas em aço SAE 52100. O poder de moagem (ou relação massa de bola/massa de pós) foi de 10:1. A figura 3.2 apresenta as esferas de aço utilizada na moagem.



Figura 3.2 - Bolas usadas nas moagens

3.3 Lubrificante usado nas compactações dos pós

Foi utilizado como lubrificante na matriz e no punção durante as compactações, o estearato de zinco ($C_{36}H_{70}O_4Zn$) fabricado pela "SIGMA-

ALDRICH” que tem como função reduzir o atrito resultante do punção com a matriz e dos pós com a matriz durante as compactações, além de facilitar a retirada do punção após cada compactação.

Após as compactações a temperatura ambiente, obtivemos os compactados verdes nos formatos de discos e com dimensões aproximadas de 11,00 mm de diâmetro e 4,00 mm de espessura (Figura 3.3).



Figura 3.3 - Vistas superior e lateral do compactado verde

3.4 Pesagem das amostras

Foi utilizada uma balança eletrônica fabricada pela “BIOPRECISA”, modelo “JA303N” com precisão de miligramas (mg) na pesagem das amostras, medindo as massas dos pós e das bolas. A figura 3.4 mostra a balança utilizada na realização do experimento.



Figura 3.4 - Balança “BIOPRECISA”, modelo JA303N

3.5 Moagem

O moinho utilizado é um moinho de alta energia do tipo “SPEX” (vibratório) fabricado pela Triunfo Ferramentaria de Sorocaba - São Paulo. O moinho de alta energia que foi utilizado possui uma única rotação fixa de funcionamento de setecentos e vinte rotações por minuto (720 rpm). As figuras 3.5 e 3.6 mostram o moinho utilizado.



Figura 3.5 - Moinho

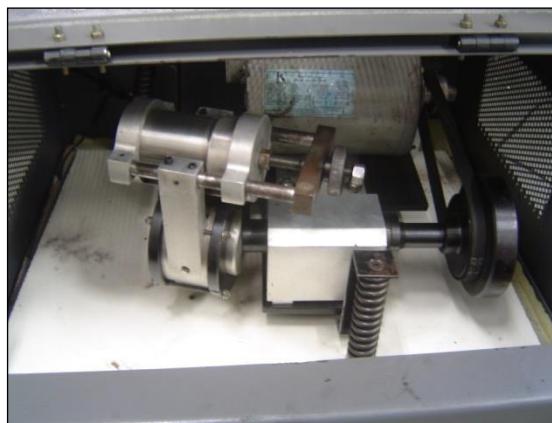


Figura 3.6 – Moinho com a jarra

3.6 Tempos de moagens

Utilizou-se dois tempos de moagens, trinta minutos (30 min) e sessenta minutos (60 min), No entanto, compactou-se pós submetidos aos tempos de moagem de alta energia de sessenta minutos (60 min).

3.7 Compactações dos pós

Os pós foram compactados uniaxialmente a frio (temperatura ambiente) numa pressão de $7,0 \text{ t/cm}^2$ (700 MPa) utilizando-se uma prensa de compactação do LABMEC - Laboratório de Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica - UFPE com capacidade nominal de 80 toneladas. Na figura 3.7 pode-se visualizar a prensa utilizada no procedimento experimental de compactação.



Figura 3.7 - Prensa de compactação

3.8 Matriz e punção

Foi utilizada uma matriz cilíndrica com um furo passante e com uma base inferior móvel, além de um punção cilíndrico; tanto a matriz, quanto o punção e a base da matriz são feitos em aço AISI D6, fornecido pela Villares Metals (nome comercial VC 131) temperado e revenido fabricando-se discos com dimensões aproximadas de 11,00 mm de diâmetro e 4,00 mm de espessura, ou seja, após as compactações obtivemos os denominados compactados verdes. A figura 3.8 e 3.9 mostra a matriz e o punção utilizados para preparação dos compactados.



Figura 3.8 - Matriz, punção e base da matriz



Figura 3.9 - Conjunto matriz, punção e base da matriz

3.9 Preparação do carboneto de nióbio (NbC)

Devido a escassez do carboneto de nióbio (NbC) uma vez que a CBMM Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (Grupo Moreira Salles) não disponibilizar mais o carboneto de nióbio (NbC) no mercado nacional o que obrigou a sintetização desse insumo em nosso laboratório. Para tal adquiriu-se pós de nióbio metálico e de grafite (carbono) e iniciou-se uma investigação para sintetizar o NbC a partir desses pós elementares e utilizando-se o moinho vibratório SPEX. Foi preparada uma mistura desses componentes, utilizando-se um excesso de 10% de C em relação à estequiometria de formação de NbC. A relação fica: 1Nb : 1,1C. Os produtos de moagem das misturas foram caracterizados por difração de raios-X e por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

3.10 Sinterizações

3.10.1 Obtenção do aço rápido por sinterização com fase líquida

Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 fornecidos pela Coldstream Inc. foram compactados a uma pressão de 700 MPa numa prensa hidráulica do Compolab do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE. Ao aço rápido M3:2 adicionou-se 0,3% em massa de carbono na forma de grafite uma vez que o pó fornecido pela Coldstream Inc. apresentava um teor de carbono de 0,98% abaixo portanto do que preconiza a norma ASTM A600-92a 'Standard Specification for Tool Steel High Speed' que está na faixa de 1,15 a 1,25%. Os aços rápidos ao molibdênio AISI M2 e M3:2 com a adição de 0,3% de grafite foram sinterizados num forno a vácuo (10^{-5} Torr.) do Laboratório de Metalurgia do Pó do CCTM - Centro de ciências e Tecnologia de Materiais do IPEN – instituto de pesquisas Energéticas e Nucleares a 1270 °C e 1240 °C , repectivamente. Os aços AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) foram sinterizados a vácuo (10^{-5} Torr.) num forno do Departamento de Engenharia Mecânica da UFRN na temperatura de 1250° C durante 1,0 horas numa taxa de aquecimento de 20° C/min. O ciclo de sinterização e o forno utilizados são apresentados nas figuras 3.10 e 3.11.

3.11 Preparação metalográfica das amostras dos aços rápidos AISI M2 e M3:2

As amostras produzidas neste trabalho foram cortadas utilizando uma máquina de corte de precisão “IsoMet LOW SPEED SAW” fabricada pela “BUEHLER”, ver figura 3.12 abaixo.



Figura 3.12 - Serra de corte de precisão

3.11.1 Embutimentos das seções dos sinterizados

Todos os embutimentos das amostras para análise ao microscópio óptico foram executadas a frio (temperatura de 80° C) e utilizando-se resina acrílica. Na figura 3.13 pode-se visualizar amostras embutidas do aço rápido AISI M3:2 e M2.

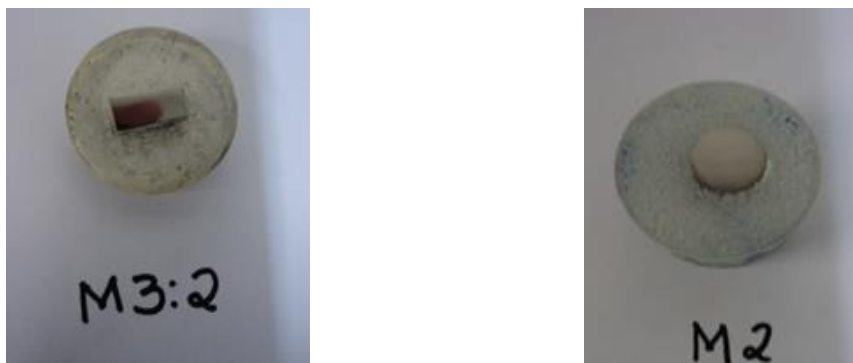


Figura 3.13 - Amostras embutida a frio em resina acrílica

3.11.2 Lixamentos das amostras sinterizadas

Nos lixamentos dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) em que utilizou-se as lixas de grana #220, #320, #400 e #600. Nos lixamentos utilizou-se a lixadeira/politriz “Arapol 2V fabricada pela AROTEC”. O lixamento seguido de polimento é realizado nas amostras para observação da mesma em Microscópio Ótico.

3.11.3 Polimentos das amostras sinterizadas

Utilizou-se pasta de diamante de 1 e 3 μm no polimento dos aços rápidos ao molibdênio AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC).

3.12 Difração de Raios-X

O ensaio de Raios-X dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC), processados por moagem de alta energia foram realizados no ITEP - Instituto Tecnológico de Pernambuco em um difratômetro “SIEMENS D500” ($\text{Cu K}\alpha$; $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) onde a taxa de evolução foi de $0,02^\circ/\text{s}$ e a faixa de análise foi de, 2θ variando entre 5° e 120° .

O difratômetro possibilita a obtenção dos espectros de difração de acordo com a Lei de Bragg (02):

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (02)$$

Onde:

λ é o comprimento de onda do feixe de raios-X incidente.

d é a distância entre camadas atômicas em um cristal do material em análise.

θ é ângulo de difração

As fases ferrita, martensita, austenita retida e carbonetos M_6C , MC , M_2C , M_3C , M_7C_3 , $M_{23}C_6$ e MC (carboneto de nióbio) foram identificadas estabelecendo-se comparações dos seus valores de distâncias interplanar “d” e com os valores de “d” encontrados nas fichas. As fases e os padrões utilizados são apresentados na tabela 3.3

Tabela 3.3 – Fases e respectivos padrões utilizados para indexar os espectros de difração de raios X (DRX) das amostras dos aços rápidos investigados.

Fase	Padrão
Ferrita (α)	PDF n° 6-696
Martensita (α')	PDF n° 6-696
Austenita (γ)	PDF n° 6-619
M_6C (Fe_3W_3C)	PDF n° 23-1127
MC (VC)	PDF n° 35-786
M_2C (W_2C)	PDF n° 20-1315
M_3C (Fe_3C)	PDF n° 34-100
M_7C_3 (Fe_7C_3)	PDF n° 17-333
$M_{23}C_6$ ($Cr_{23}C_6$)	PDF n° 35-783
MC (NbC)	PDF n° 3-0857

3.13 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia Dispersiva de Raios X dos pós e dos sinterizados

A microscopia eletrônica de varredura dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC), processados por moagem de alta energia foram executados e as análises de composições químicas foram realizadas por espectroscopia dispersiva de raios X, executadas no Departamento de Física da UFPE por meio de um microscópio eletrônico de varredura com EDS acoplado “JEOL, JSM-5900” mostrado na figura 3.14.



Figura 3.14 - MEV do Departamento de Física da UFPE

3.14 Microscopia Óptica dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo

As análises microscópicas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC), processados por moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo foram executados no microscópio óptico modelo “BX51M” fabricado pela “OLIMPUS” do LABMEC - Laboratório de Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica - UFPE e as amostras foram atacadas Nital a 3%. A figura 3.15 mostra o microscópio óptico utilizado.



Figura 3.15 - Microscópio óptico do LABMEC da UFPE

3.15 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo

Os ensaios mecânicos de dureza Vickers (HV) foram executados com carga de 5 Kgf de acordo com a norma NBR NM 188-1 para avaliar os resultados obtidos da propriedade mecânica de dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC). Foram realizados 5 ensaios de dureza para cada amostra. Abaixo pode-se ver na figura 3.16 a máquina utilizada na realização do ensaio de dureza.



Figura 3.16 - Durômetro do LABMEC da UFPE

A fórmula para calcular a dureza em decorrência das características do penetrador e da carga aplicada pelo durômetro está descrita na equação abaixo.

$$HV = \frac{1,8544 \times Q}{L^2}$$

Onde: Q - Carga em Kgf.

L - Diagonal média em mm.

A figura seguinte mostra um tipo típico de penetrador utilizado em durômetro para medir a dureza Vickers (HV).

3.16 Densidade

As densidades geométricas do sinterizado e do compactado foram calculadas, respectivamente, pelas relações: massa do compactado / volume do compactado e massa do sinterizado/volume do sinterizado. Na determinação da massa utilizou-se uma balança analítica digital.

4. Resultados e Discussão

4.1 Síntese do carboneto de nióbio (NbC)

Devido a impossibilidade de aquisição do carboneto de nióbio (NbC) uma vez que a CBMM Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (Grupo Moreira Salles) não disponibilizar mais o NbC no mercado nacional o que obrigou a sintetização desse insumo no Compolab (Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural). Para tal adquiriu-se pós de nióbio metálico e de grafite (carbono) e iniciou-se uma investigação para sintetizar o NbC a partir desses pós elementares e utilizando-se o moinho vibratório SPEX. Os pós elementares de nióbio (Nb) e de carbono na forma de grafite são apresentados nas figuras 4.1 e 4.2.

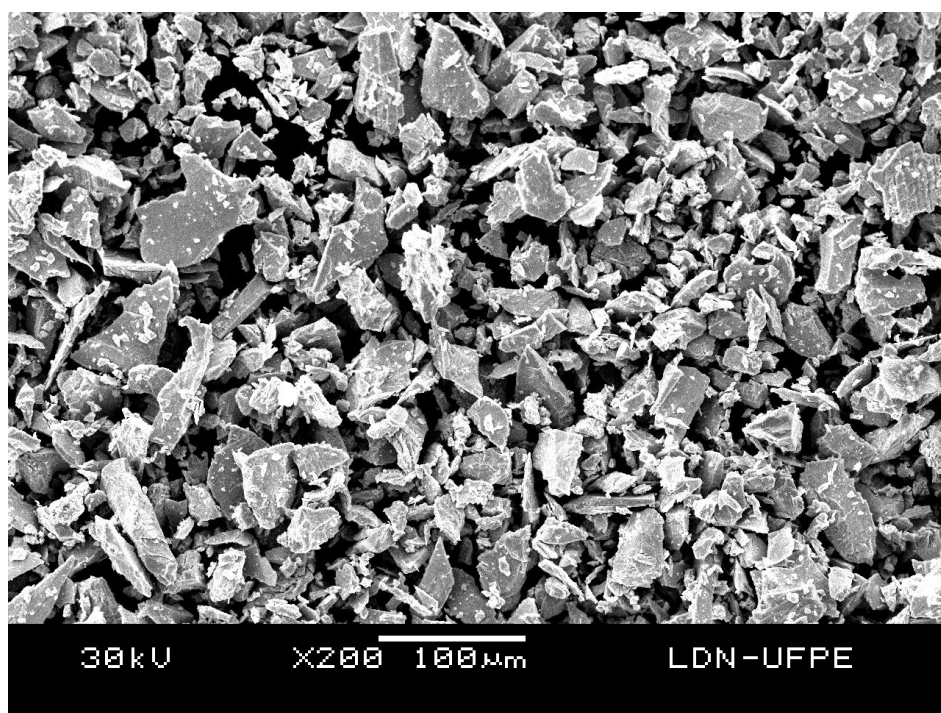


Figura 4.1 – Pó elementar de nióbio fornecido pela Aldrich

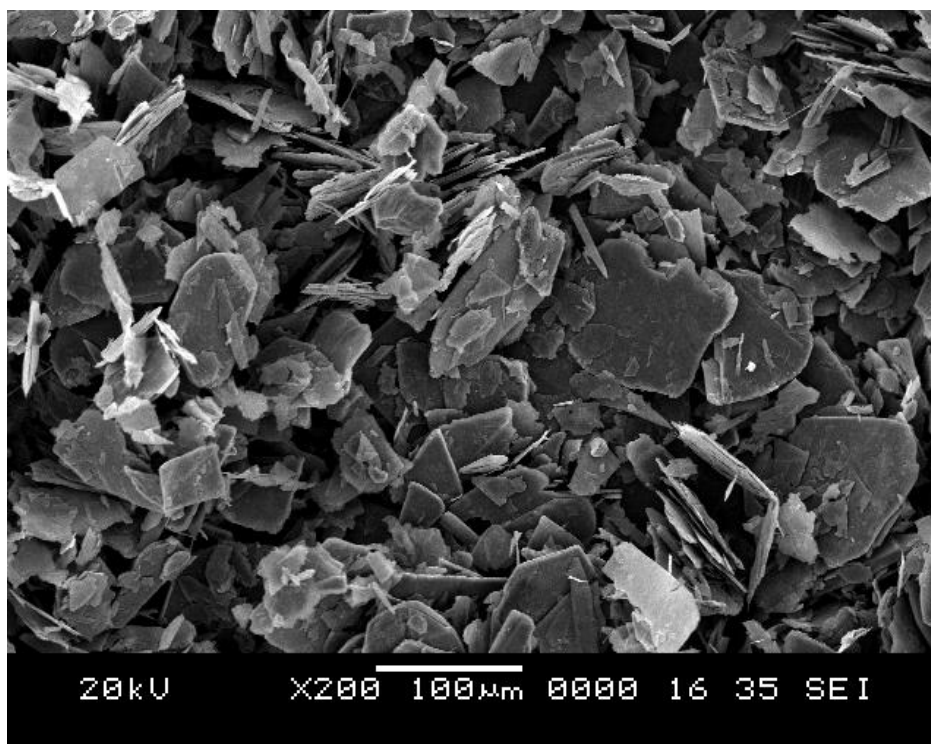


Figura 4.2 – Pó elementar de carbono na forma de grafite

Na síntese do carboneto de nióbio, insumo indispensável para esse projeto de pesquisa utilizou-se tempos de moagem de 5 e 10 horas para a síntese do carboneto de nióbio (NbC). As moagens foram realizadas utilizando-se um moinho vibratório SPEX 8000 Mixer/Mill, com utilização de jarra e esferas de moagem de aço (SAE 52100), visando a avaliar a possibilidade de formação de produtos da reação com o processamento. Com base em dados da literatura (Cintho, e Capocchi, 2003), adotaram-se o poder de moagem (relação de massa de bola/massa de pós de 10:1). Os produtos de moagem das misturas foram caracterizados por difração de raios-X e por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

As figuras 4.3 e 4.4 apresentam os espectros de difração de raios-x dos pós de carboneto de nióbio NbC submetidos aos procedimentos de moagem durante 5 e 10 horas no moinho SPEX.

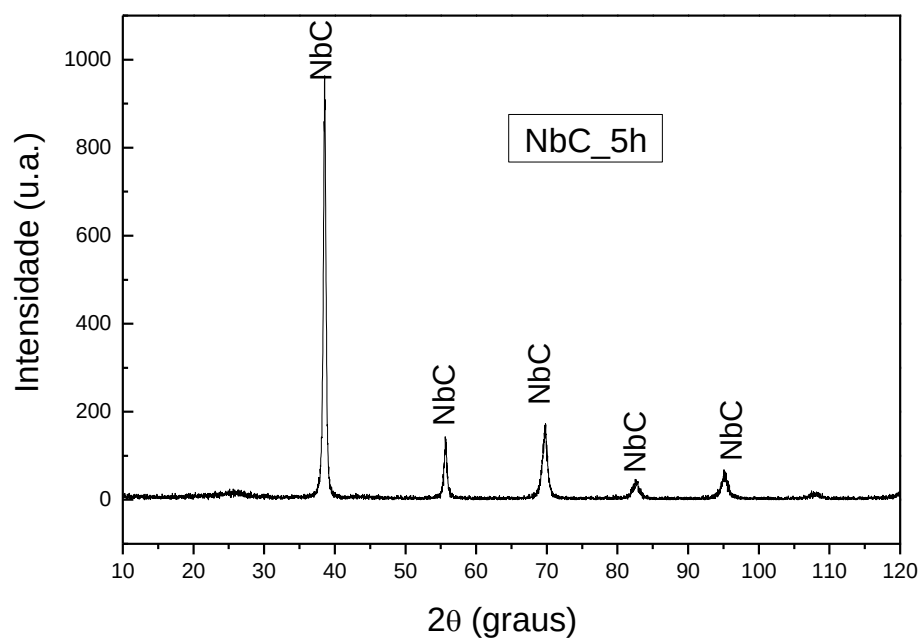


Figura 4.3 – Espectro de difração de raios-X do NbC processado durante 5 horas. Cu- α

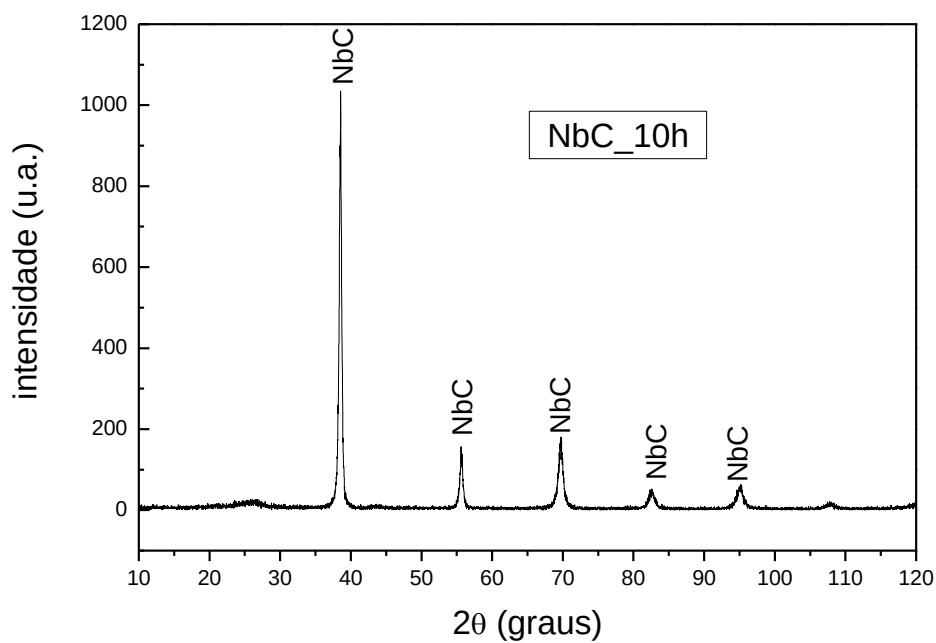


Figura 4.4 – Espectro de difração de raios-X do NbC processado durante 10 horas. Cu- α

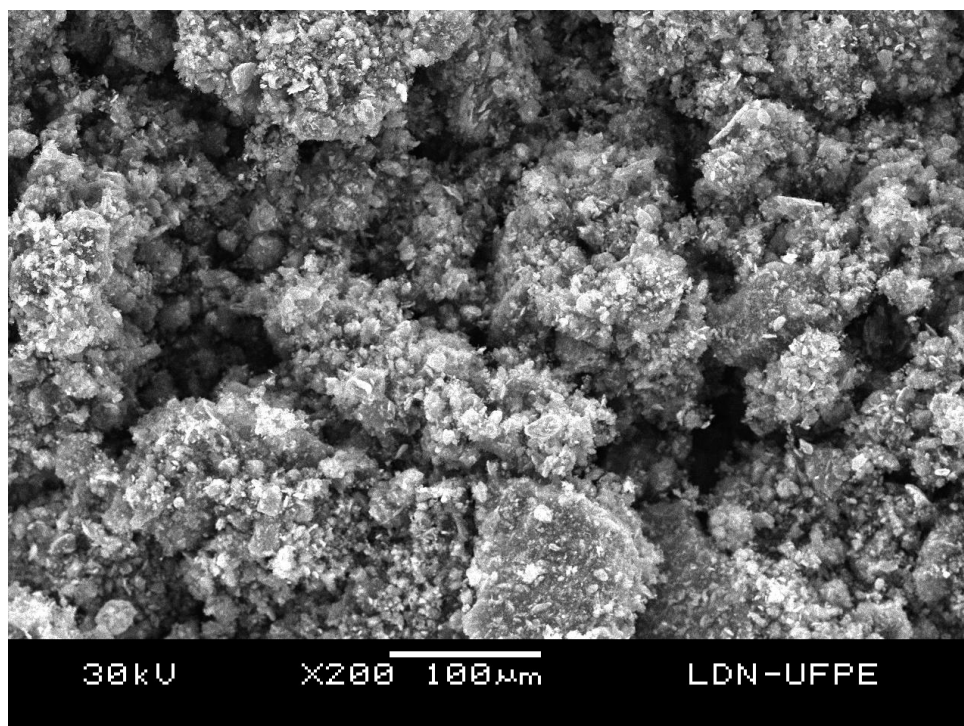


Figura 4.5 – Pó de carboneto de nióbio (NbC) processado por MAE durante 5 horas

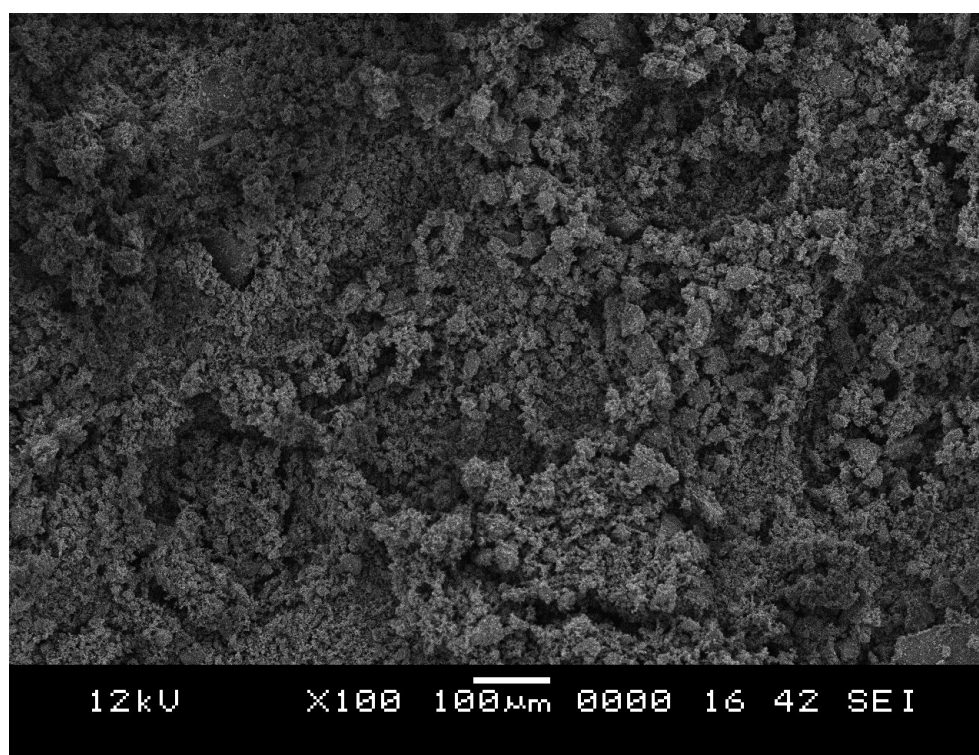


Figura 4.6 – Pó de carboneto de nióbio (NbC) processado por MAE durante 10 horas

A observação dos espectros de difração de raios-X não apresenta nenhuma diferença significativa para os dois procedimentos de moagem de alta energia para os tempos de moagem de 5 e 10 horas. No entanto, as fases características do carboneto de nióbio estão presentes e podemos verificar o sucesso do método de Metalurgia do Pó de moagem de alta energia (MAE) para síntese desse carboneto fundamental para o projeto de pesquisa. Obteve-se, portanto, o carboneto de nióbio, insumo indispensável para a consecução do projeto. As figuras 4.7 e 4.8 apresentam os resultados das análises de EDS realizadas nos pontos ressaltados e identificam as partículas da mistura: carbono (C) e nióbio (Nb), respectivamente.

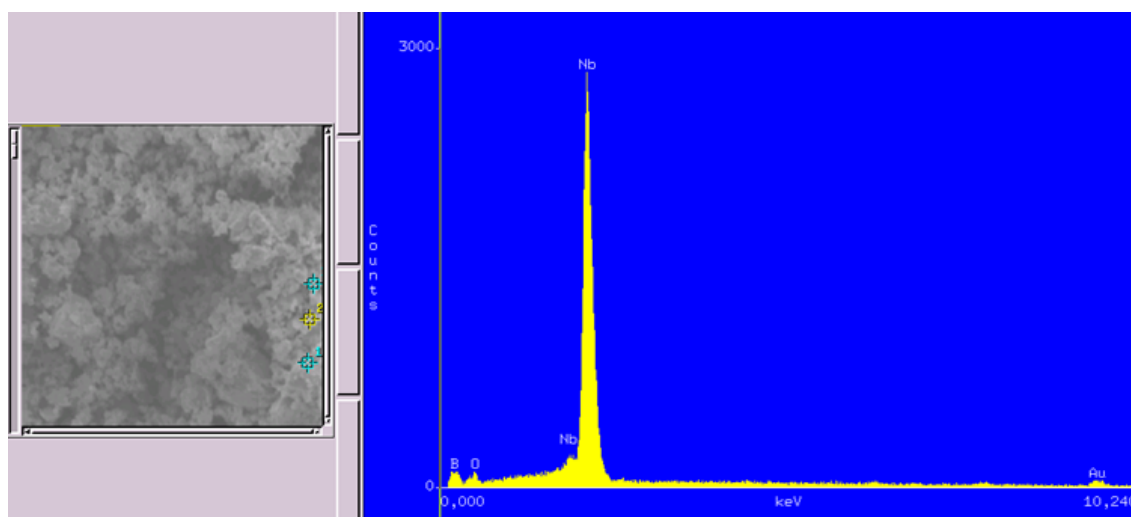


Figura 4.7 – Espectro da microanálise de EDS do carboneto de nióbio processado por moagem de alta energia durante 5 horas

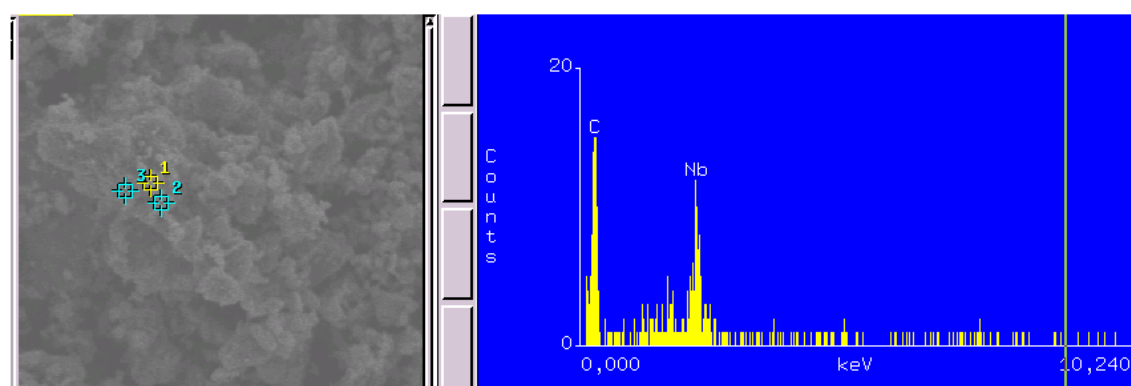


Figura 4.8 – Espectro da microanálise de EDS do carboneto de nióbio processado por moagem de alta energia durante 10 horas

Analisando-se a figura 4.8, observa-se que, após o processamento de moagem por 10h da mistura, foi obtido NbC como produto de reação entre Nb e C.

4.2 Moagem de alta energia dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de NbC utilizando o moinho vibratório SPEX do compolab do DEMEC da UFPE

Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 atomizados a água de morfologia irregular (figuras 4.9 e 4.10) foram adicionados aos pós do carboneto de nióbio (NbC) e submetidos a um procedimento de mecanossíntese num moinho vibratório do tipo SPEX. Os tempos de moagem foram de 30 minutos e 1 hora. A caracterização dos pós foi procedida através de técnicas de difração de raios-X DRX, de Microscopia Eletrônica de Varredura MEV e de Espectroscopia de Energia Dispersiva EDS. Os resultados, micrografias, espectros de EDS e difratogramas são apresentados a seguir:

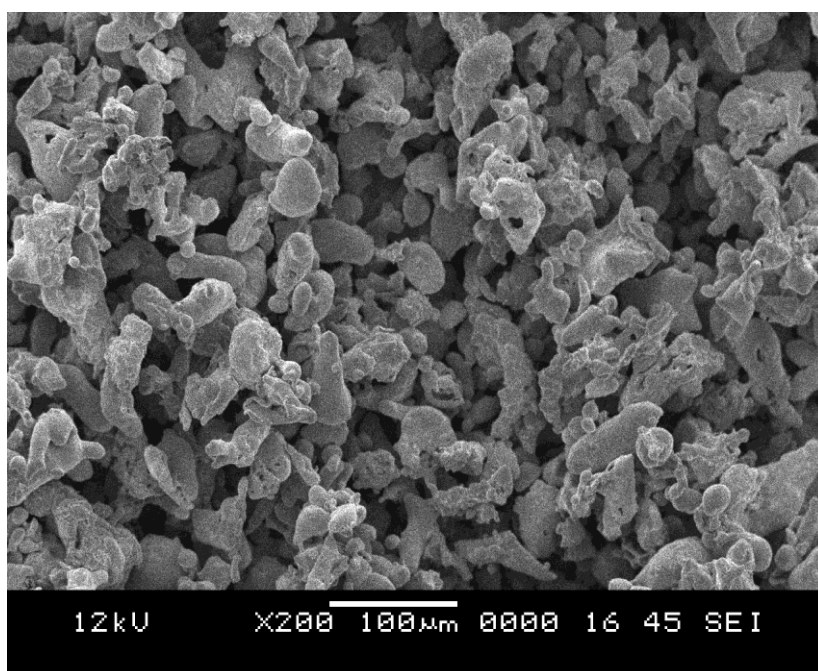


Figura 4.9 – Imagem de MEV dos pós elementares do aço rápido AISI M2

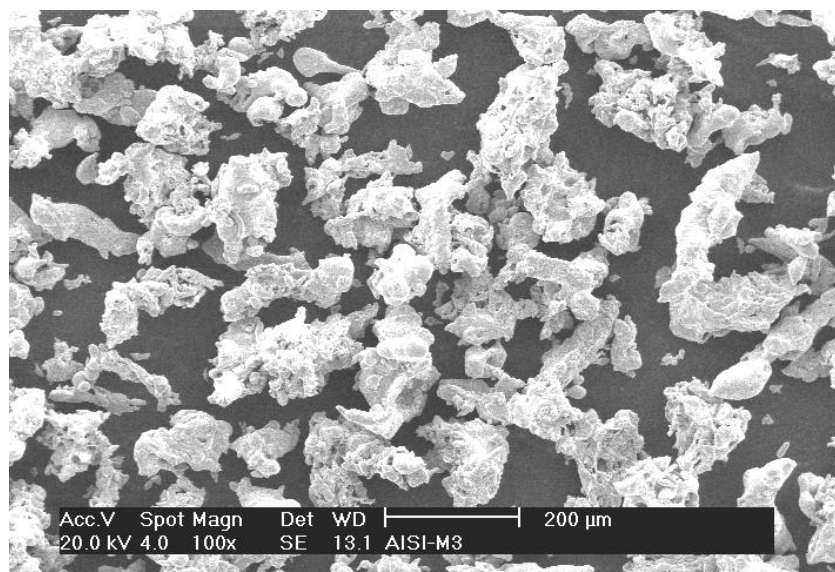


Figura 4.10 – Imagem de MEV dos pós elementares do aço rápido AISI M3:2

4.3 Difração de raios-x dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)

Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 submetidos a um procedimento de moagem de alta energia num moinho do tipo vibratório ou SPEX foram analisados no que diz respeito às fases constituintes através de uma técnica de difração de raios-x com a seguinte condição de aquisição: $10 \leq 2\theta \leq 120$ e um passo de 0,02 °/seg.

Observou-se que obteve-se com sucesso a incorporação do carboneto de nióbio (NbC) nas partículas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2, para todas as condições de moagem de alta energia, como se verifica pelos picos correspondentes ao carboneto de nióbio (NbC) nos espectros de difração de raios-X das figuras 4.11 e 4.12.

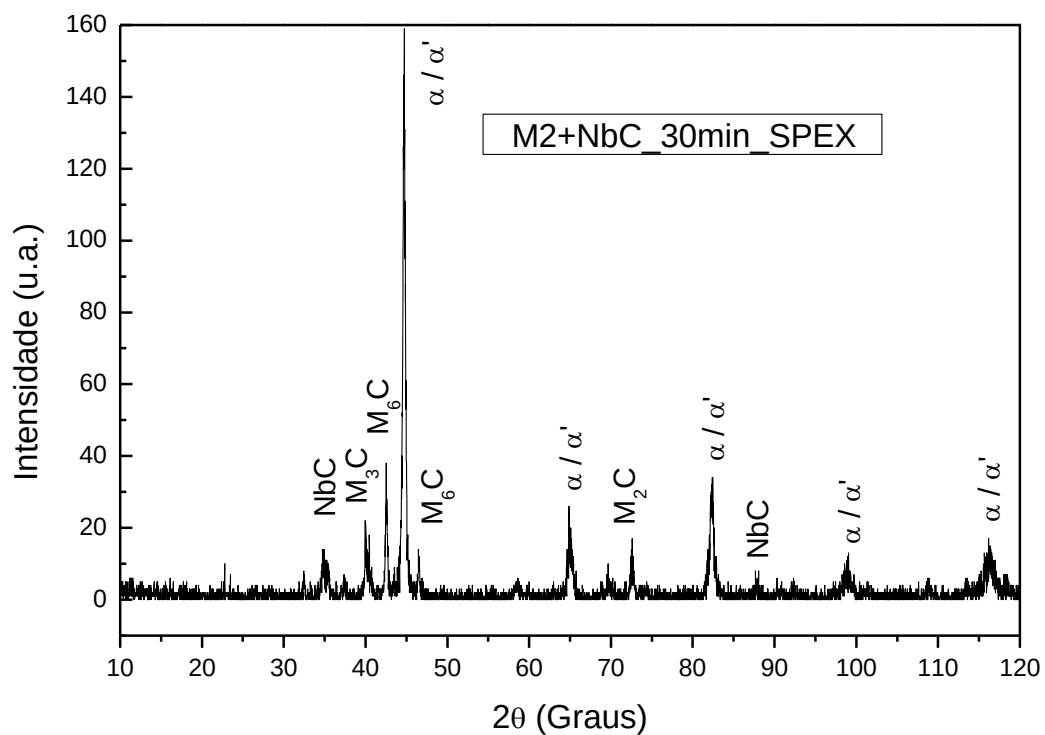


Figura 4.11– Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M2 + NbC – 30 min. Cu-ka

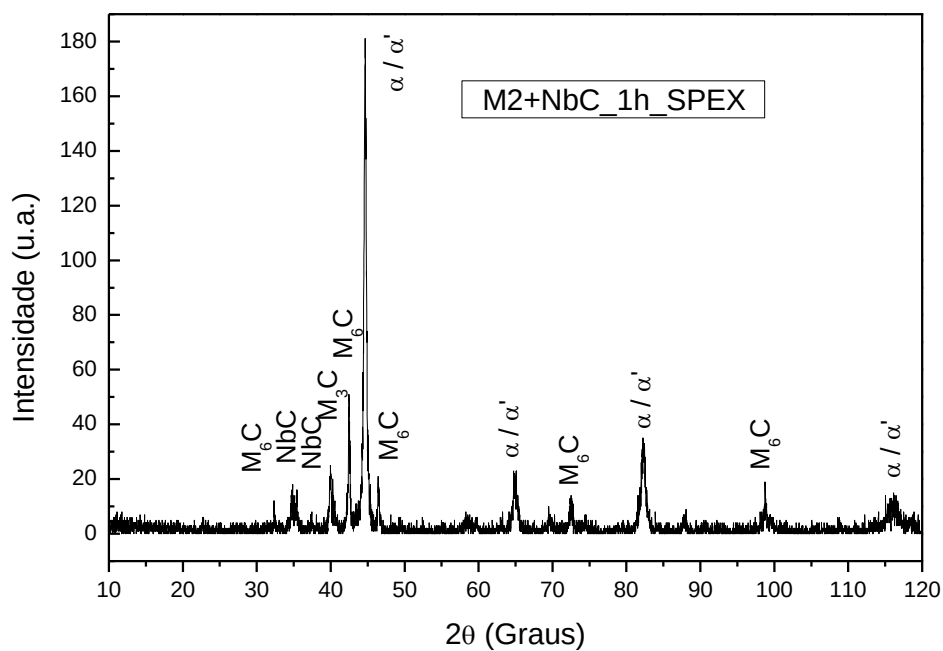


Figura 4.12 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M2 + NbC – 1 hora. Cu-ka

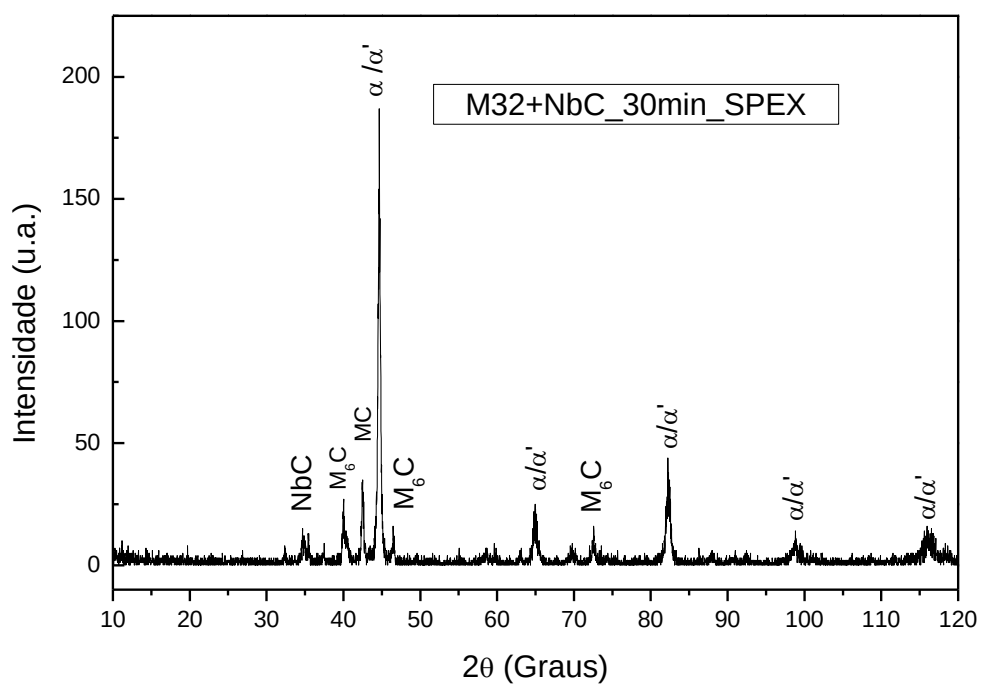


Figura 4.13 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. Cu- α

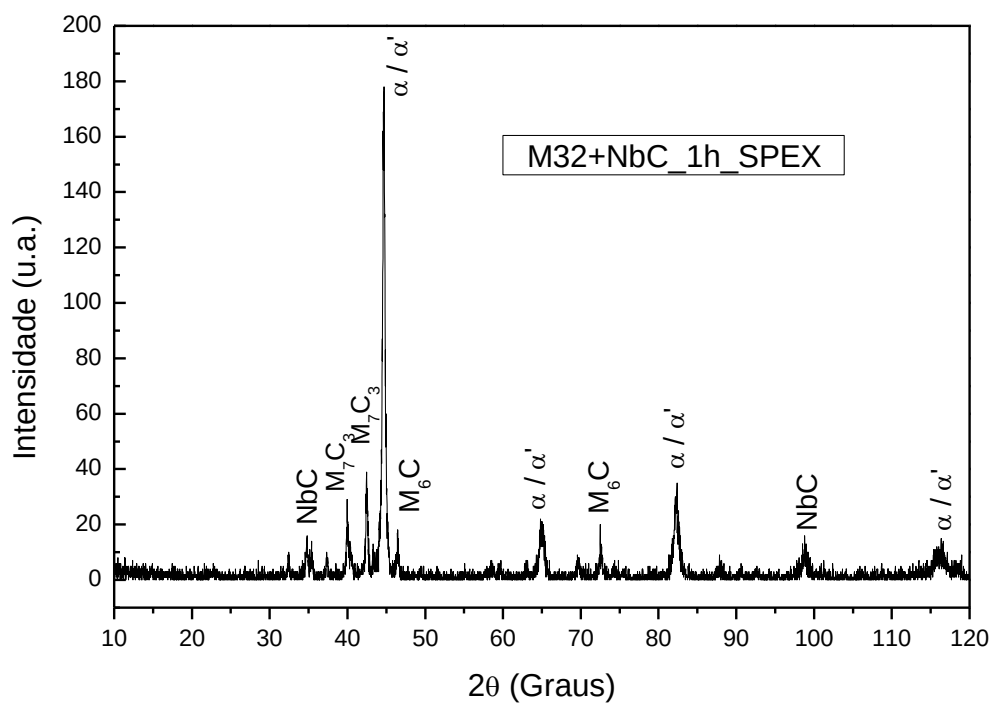


Figura 4.14 – Espectro de difração de raios-X do pó do aço rápido M3:2 +NbC – 1 hora. Cu- α

Os difratogramas foram obtidos e são apresentados nas figuras 4.13 a 4.14. O exame do difratograma de raios X do material “como processado por moagem de alta energia” apresentam picos correspondentes a ferrita/martensita (fases α e α') e dos carbonetos M_7C_3 (Fe_7C_3), M_6C (Fe_3W_3C), MC (VC), M_2C (Mo_2C) e MC (NbC).

4.4 Microscopia eletrônica de varredura dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) processados por moagem de alta energia (MAE)

Os pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 submetidos a um procedimento de moagem de alta energia num moinho do tipo vibratório ou SPEX foram analisados no que diz respeito a micro-análise através de uma técnica de espectroscopia de baixa energia dispersiva de raios-x (EDS). Observou-se que se obteve com sucesso a incorporação do carboneto de nióbio (NbC) nas partículas dos aços rápidos M2 e M3:2, para todas as condições de moagem de alta energia, como se verifica pelos picos correspondentes ao nióbio (Nb) nos espectros de baixa energia dispersiva de raios-x.

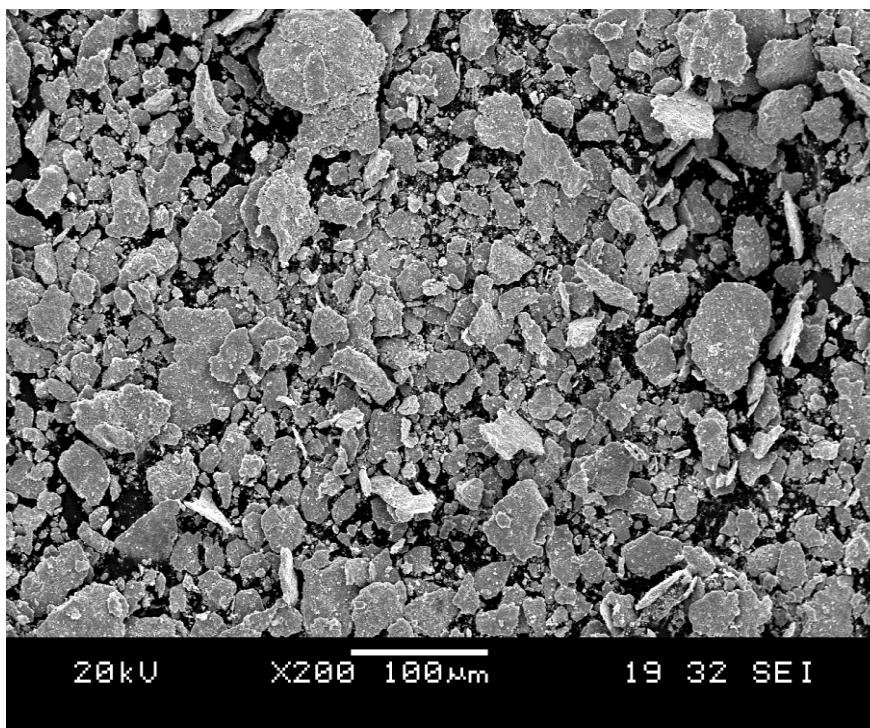


Figura 4.15 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE

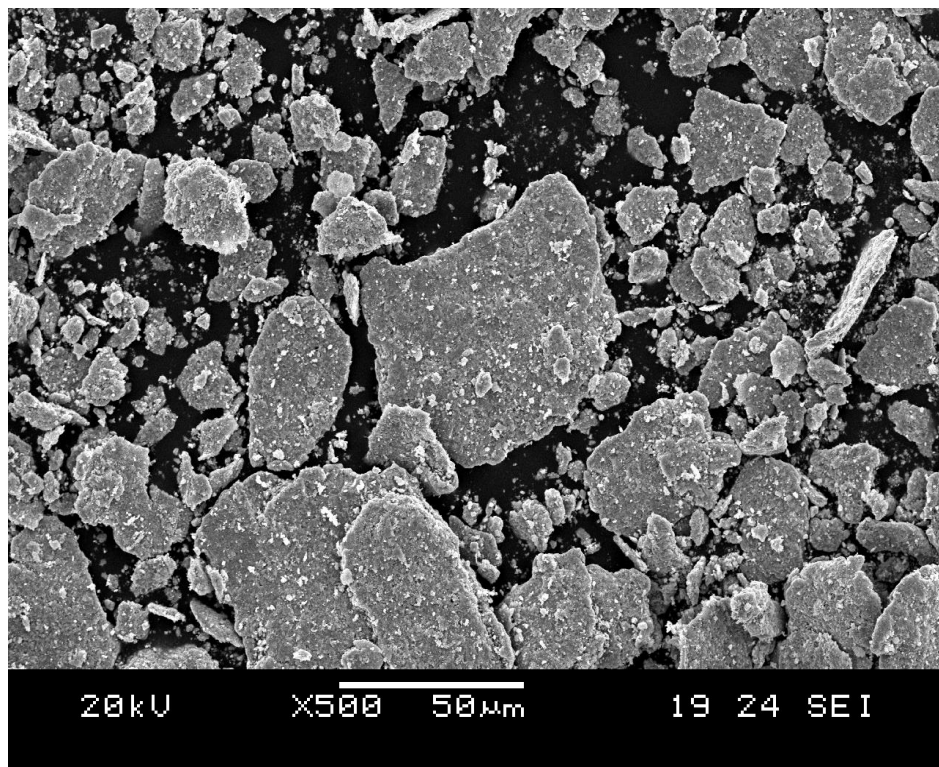


Figura 4.16 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE

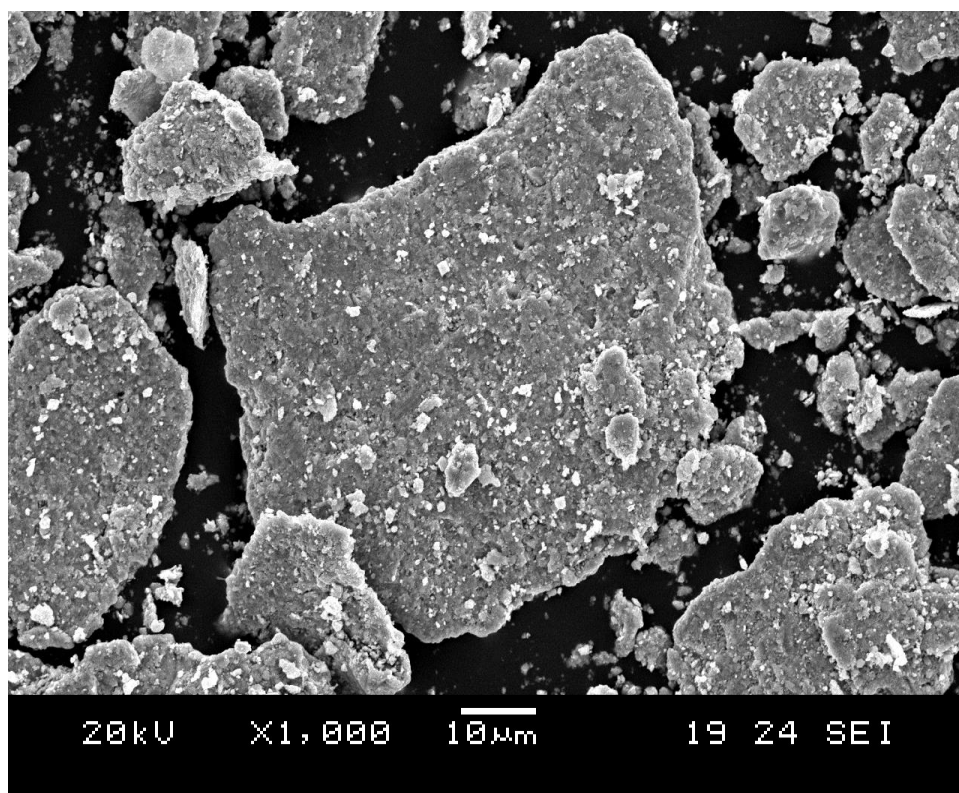


Figura 4.17 – Aço rápido M2 + NbC – 30 min. de MAE

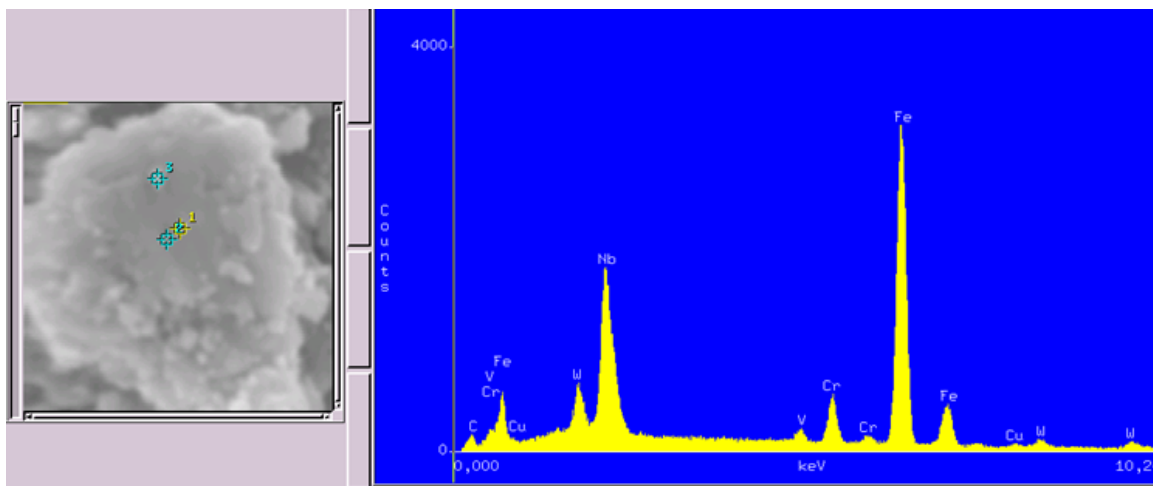


Figura 4.18 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 30 minutos

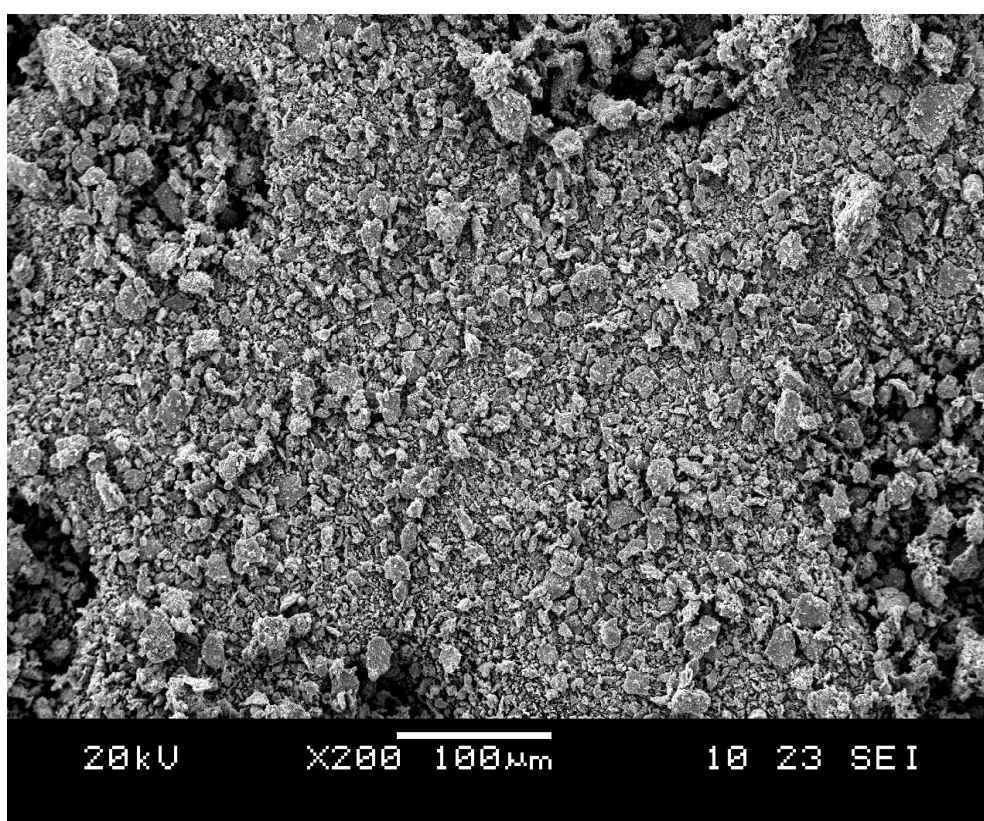


Figura 4.19 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE

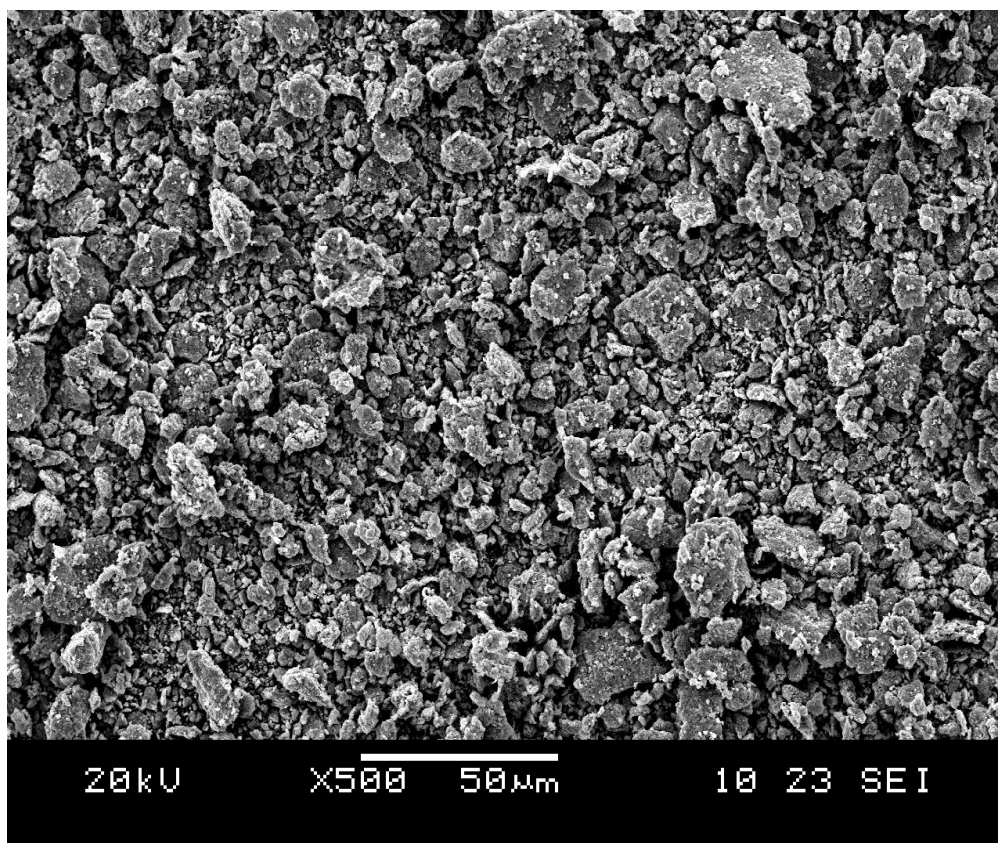


Figura 4.20 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE

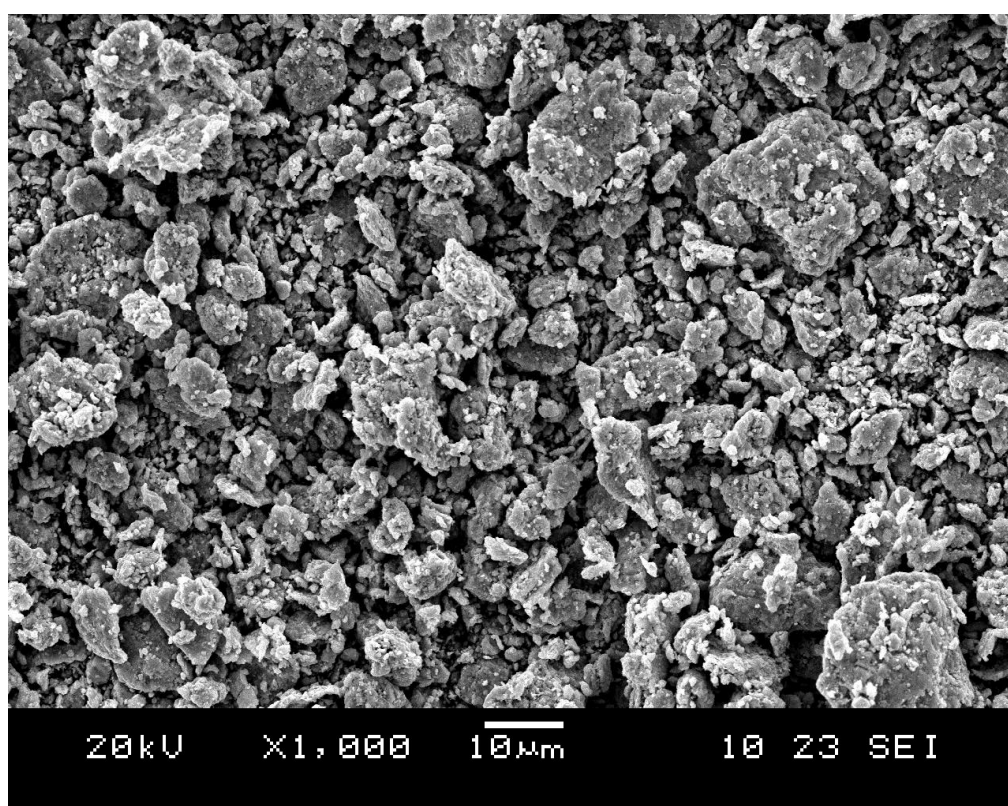


Figura 4.21 – Aço rápido M2 + NbC – 60 min. de MAE

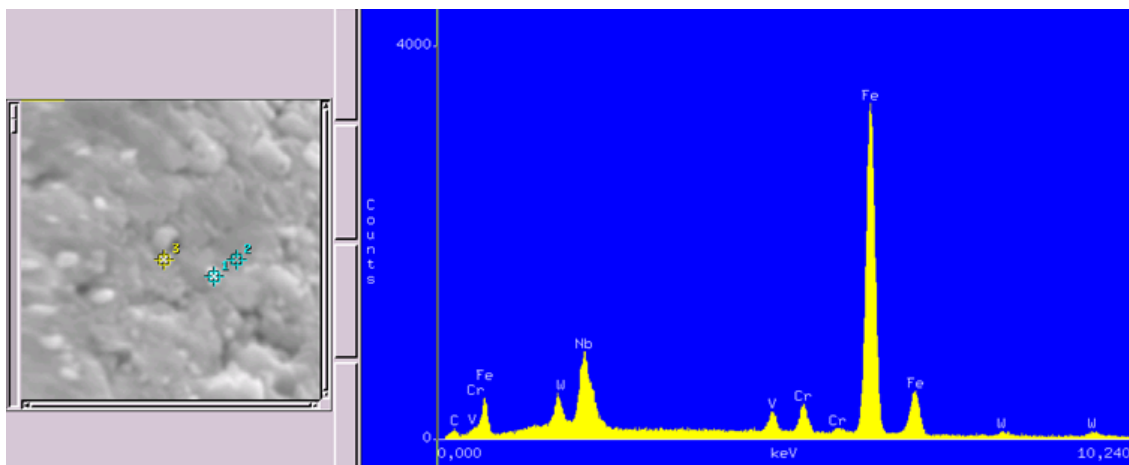


Figura 4.22 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 60 minutos

Nas moagens de alta energia do aço rápido AISI M2 verificou-se a inserção do carboneto de nióbio (NbC) na matriz do aço rápido e uma redução significativa do tamanho de partícula de 30 para 60 minutos de MAE.

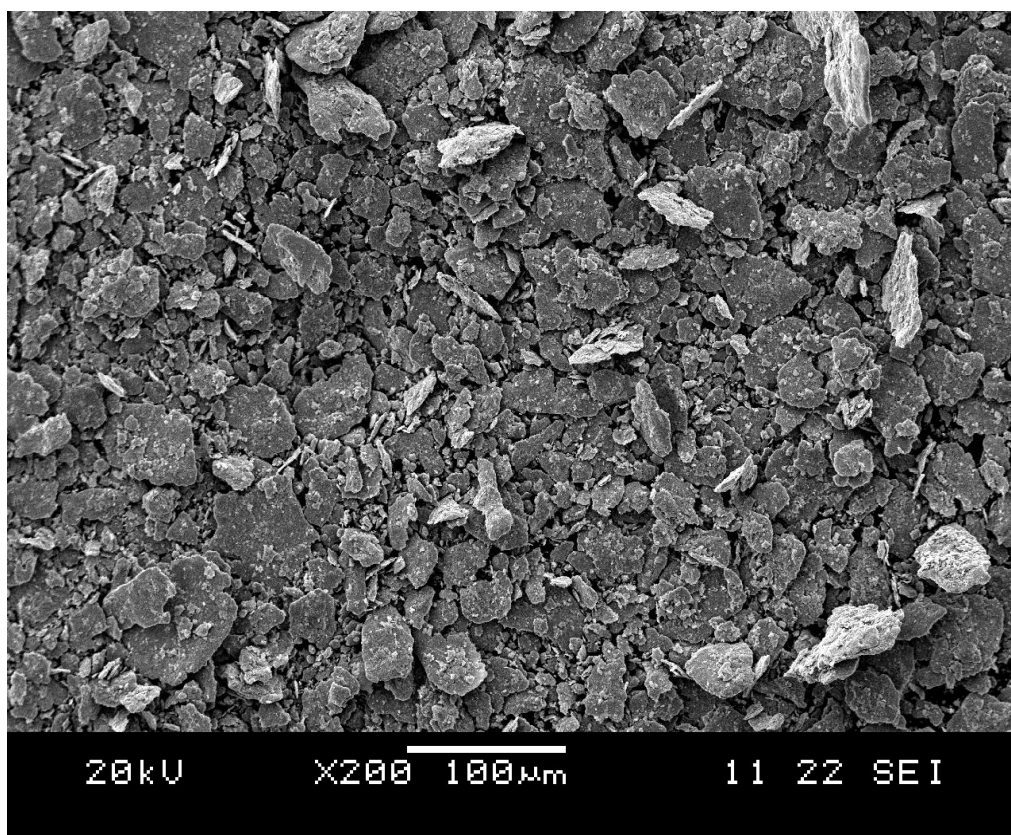


Figura 4.23 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE

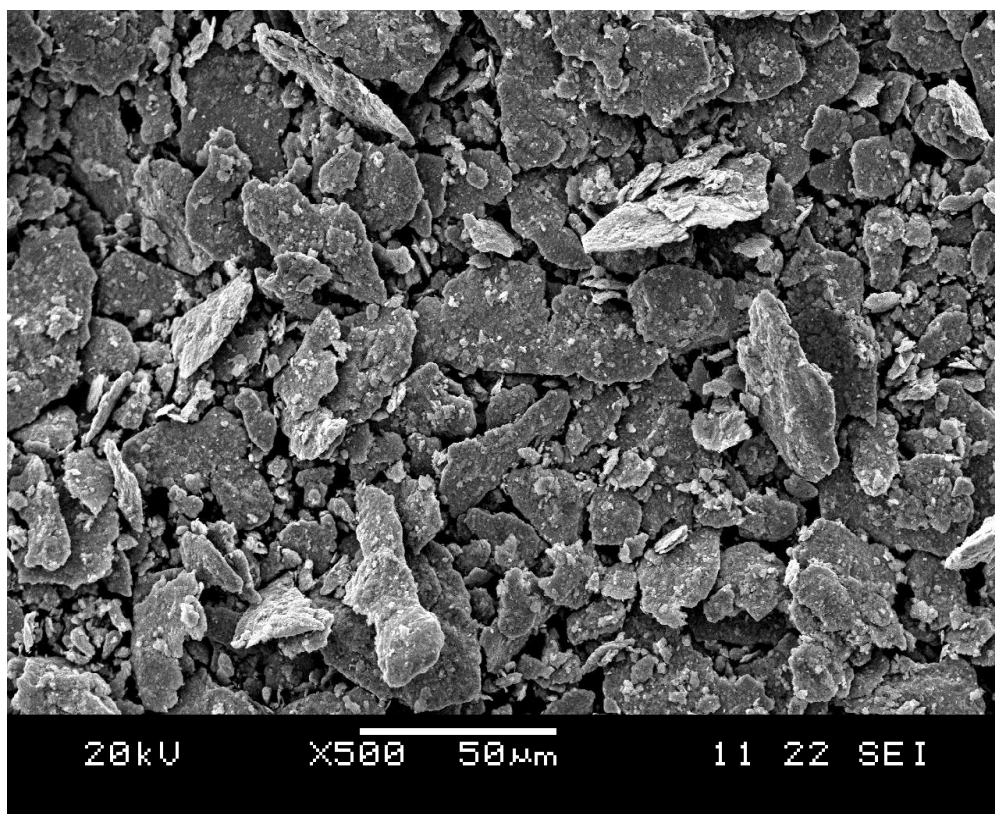


Figura 4.24 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE

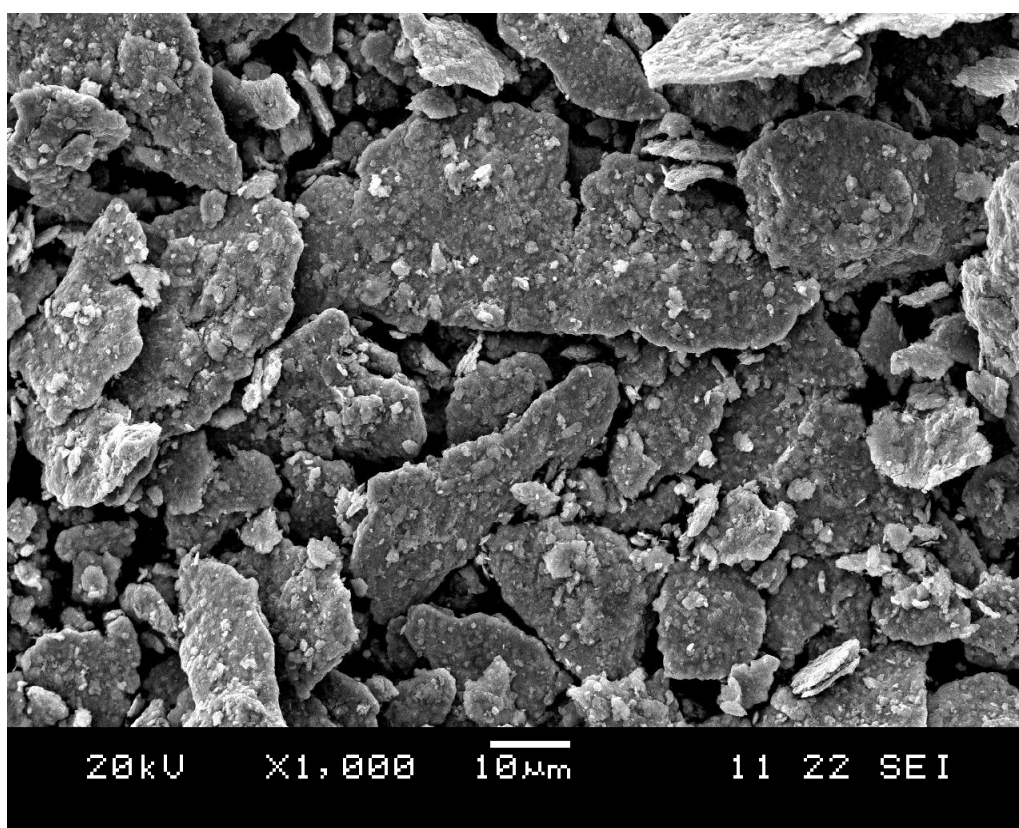


Figura 4.25 – Aço rápido M3:2 + NbC – 30 min. de MAE

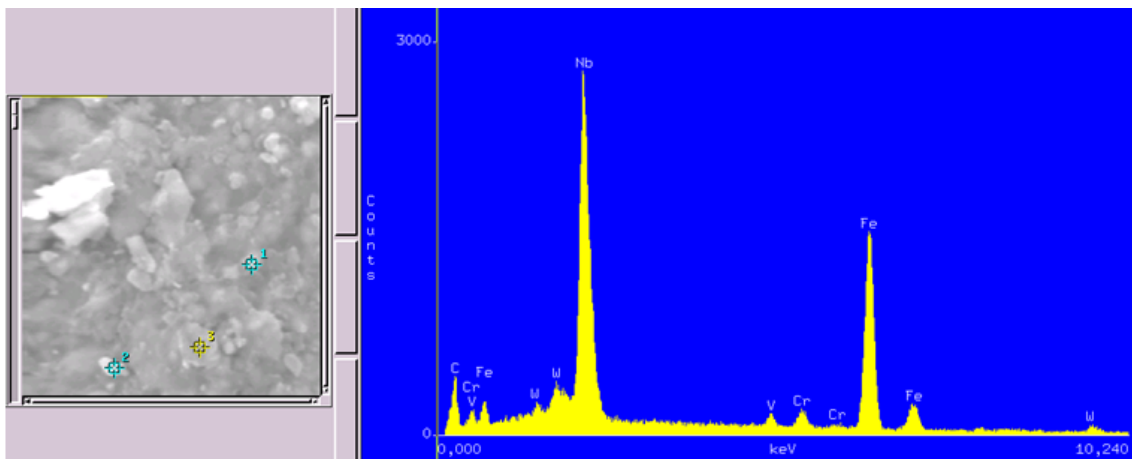


Figura 4.26 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M3:2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 30 minutos

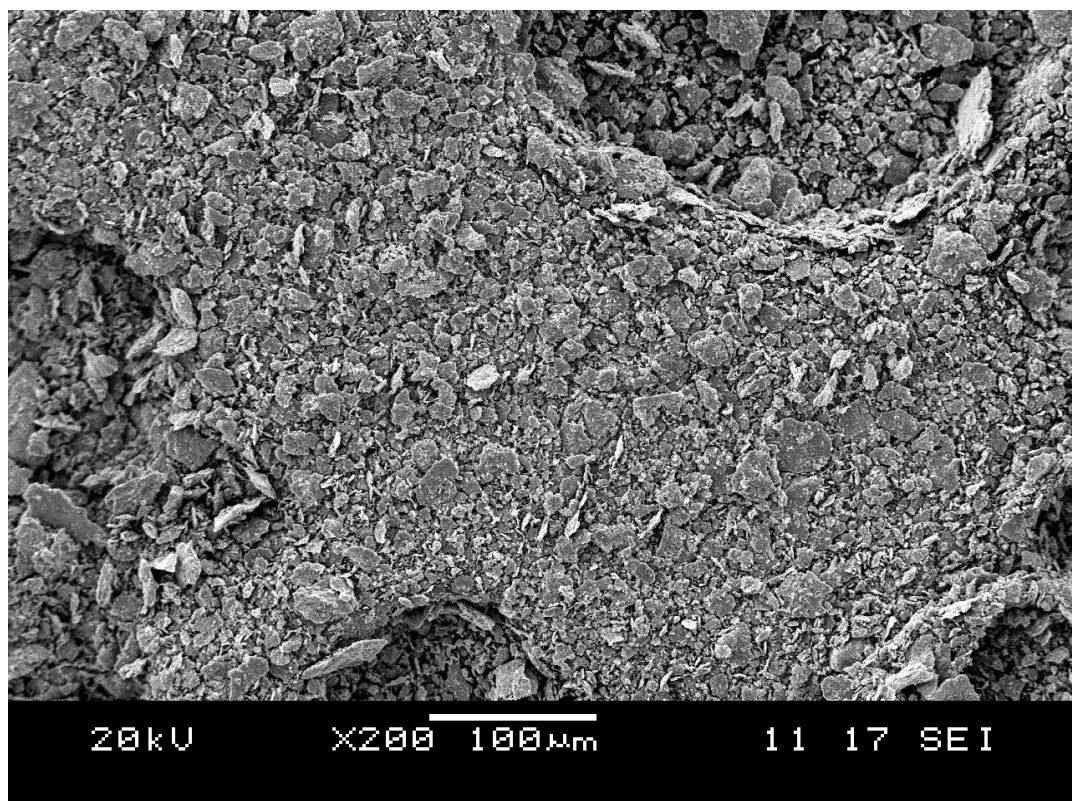


Figura 4.27 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE

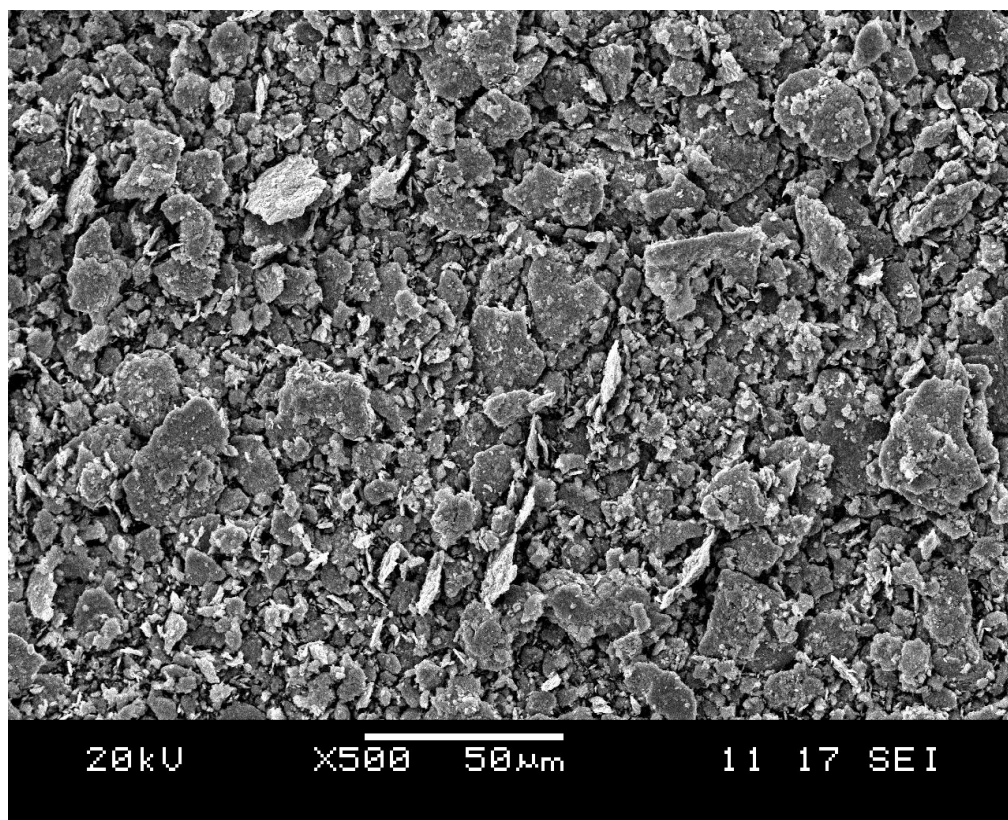


Figura 4.28 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE

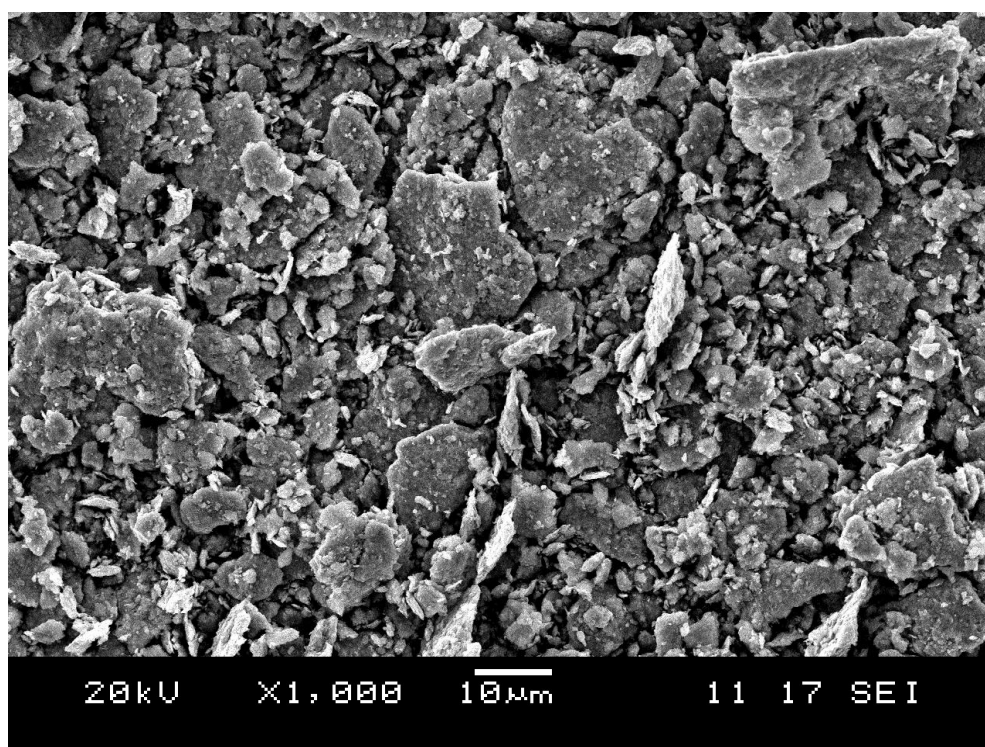


Figura 4.29 – Aço rápido M3:2 + NbC – 60 min. de MAE

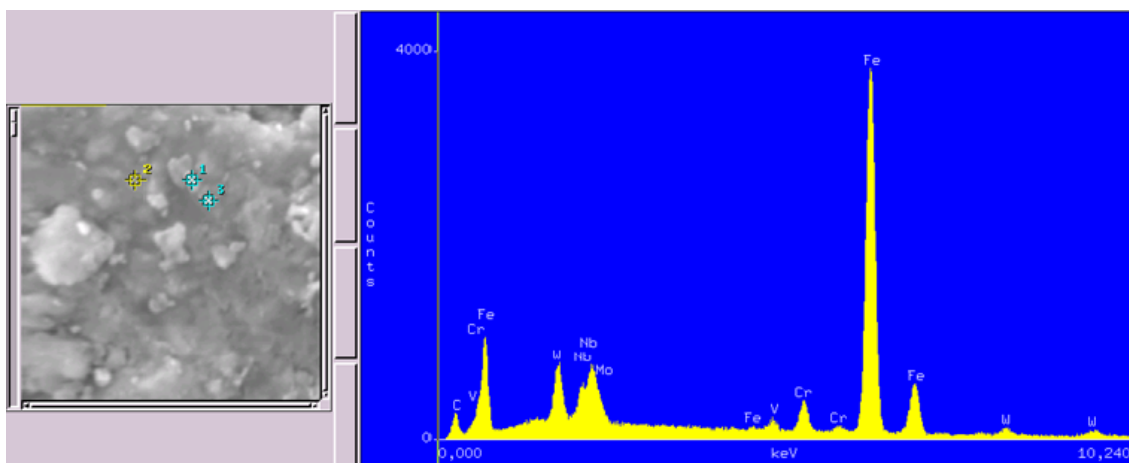


Figura. 4.30 – Espectro da micro-análise de EDS do aço rápido AISI M3:2 + NbC processado por moagem de alta energia durante 60 minutos

Nas moagens de alta energia do aço rápido AISI M3:2 verificou-se a inserção do carboneto de nióbio (NbC) na matriz do aço rápido e uma redução significativa do tamanho de partícula de 30 para 60 minutos de MAE tal qual como observado com o aço rápido AISI M2 com o reforço de carboneto de nióbio (NbC).

Comparando-se os espectros de difração de raios-X (DRX) e a forma dos pós compósitos após a moagem com as dos pós de partida via as imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS), percebe-se que houve modificação da morfologia das partículas e efetiva incorporação das partículas cerâmicas na matriz de ferro.

Constatou-se por meio dos resultados obtidos (MEV) que a moagem por 60 minutos em moinho de alta energia SPEX proporcionou, apesar da formação de plaquetas, boa distribuição do carboneto na matriz metálica, resultando em misturas mais homogêneas relativamente ao tempo de moagem de 30 minutos. Pode-se perceber que houve incorporação das partículas duras de carboneto na matriz de ferro, formando partículas compósitas. Devido à mais alta energia do SPEX, pós mais finos puderam ser obtidos em tempos menores de moagem, no entanto, para o tempo de 30 minutos foi constatada a presença de

plaquetas, caracterizando microsoldagem de partículas de ferro, com correspondente formação de partículas de tamanho maior.

4.5 Compactação uniaxial a frio dos pós dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)

Compactou-se uniaxialmente a frio em caráter experimental apenas os pós do aço rápido M2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) processados no moinho vibratório SPEX. O compactado (Figuras 4.31 e 4.32) apresentou-se levemente trincado o que nos conduz a utilizar um lubrificante na matriz e no pó (até 1% no máximo) no sentido de reduzir o atrito e por conseguinte eliminar essas trincas. Utilizou-se uma carga de compactação de 700 MPa (700 Ton/cm²) e uma matriz do Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural – Compolab do DEMEC da UFPE.

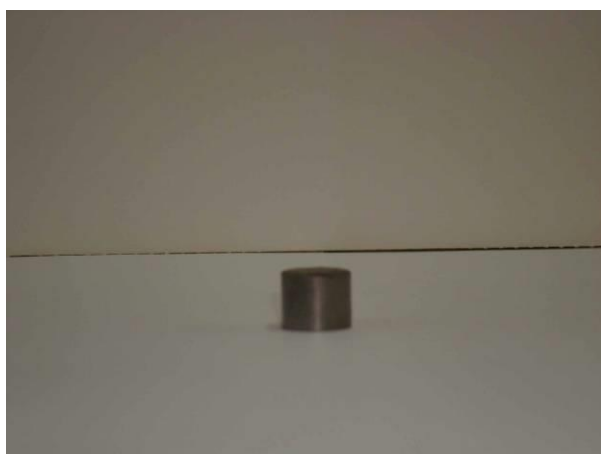


Figura 4.31 – Compactado a partir do pó de M2 + NbC e M3:2 + NbC processados no moinho SPEX



Figura 4.32 – Compactado a partir do pó de M2 + NbC e M3:2 + NbC processados no moinho SPEX

4.6 Sinterização dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)

As figuras 4.33 e 4.34 apresentam as pastilhas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem reforço de carboneto de nióbio (NbC):



Figura 4.33 – Pastilhas do aço rápido M2 sem reforço de NbC sinterizado a vácuo



Figura 4.34 – Pastilhas do aço rápido M3:2 sem reforço de NbC sinterizado a vácuo

4.7 Densidade dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo

Os resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 são apresentados na Tabela 4.1:

Tabela 4.1 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2

Aço rápido	Densificação (%)
AISI M2	$92,544 \pm 1,395$
AISI M3:2	$92,837 \pm 0,233$

O gráfico da figura 4.35 apresenta os resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo.

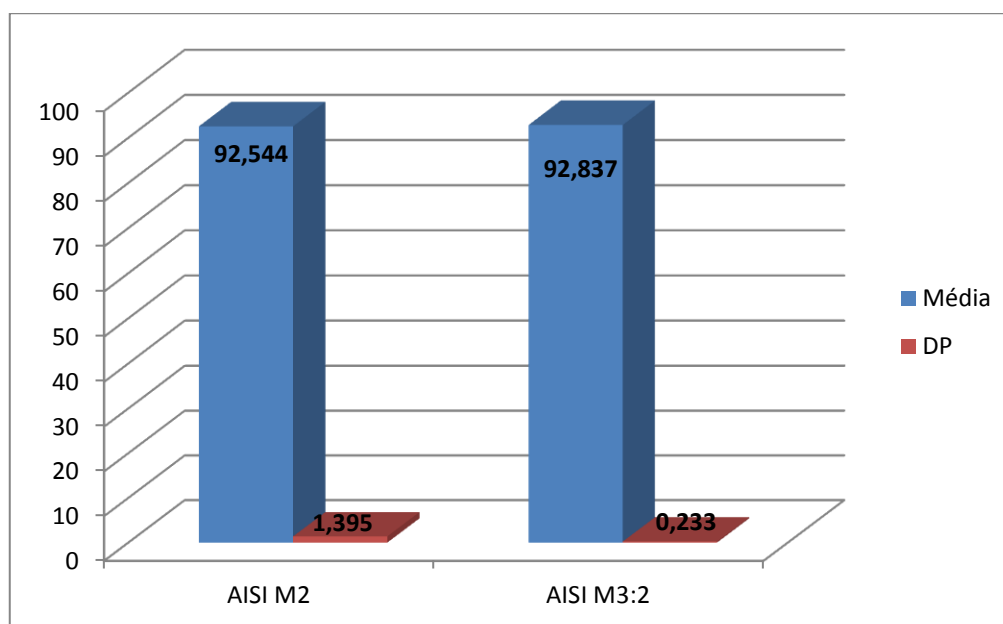


Figura 4.35 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo

Obteve-se para os aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo uma relativamente adequada densificação em conformidade com a literatura (Nogueira, 2004) , não obstante resultados

melhores podem ser obtidos por uma melhor adequação da temperatura de sinterização desses aços rápidos ao molibdênio.

4.8 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo

Os resultados de dureza Vickers (HV) dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 são apresentados na Tabela 4.2:

Tabela 4.2 - Resultados de durezas Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2

Aço rápido	Dureza Vickers (Mpa)
AISI M2	96,307 ± 4,571
AISI M3:2	88,423 ± 6,884

O gráfico da figura 4.36 apresenta os resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo.

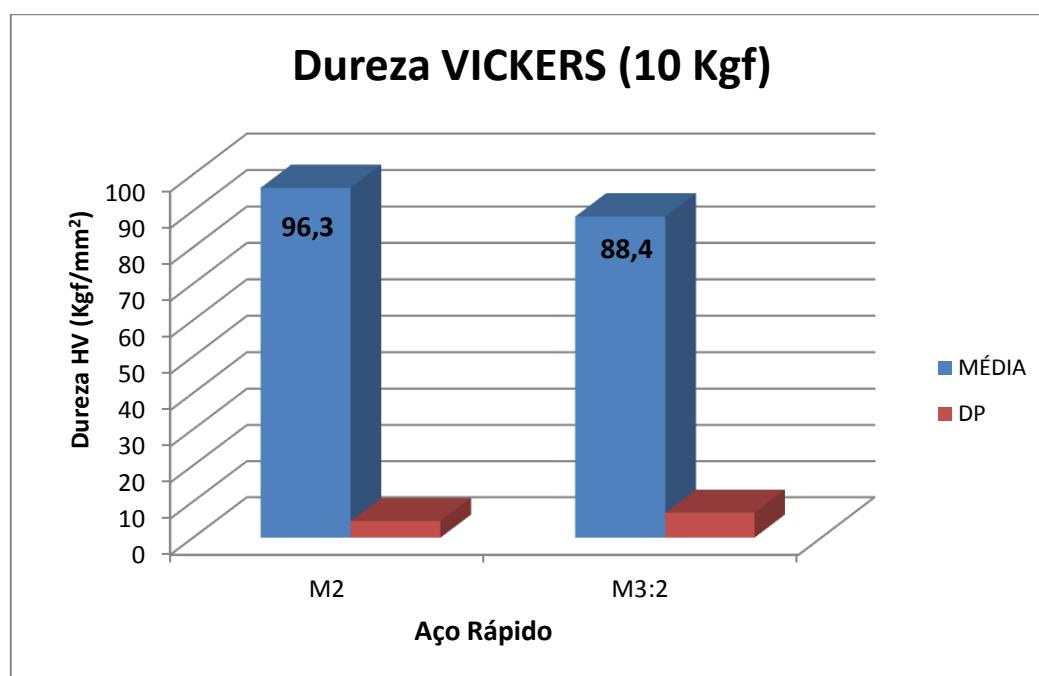


Figura 4.36 - Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo

4.9 Sinterização dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)

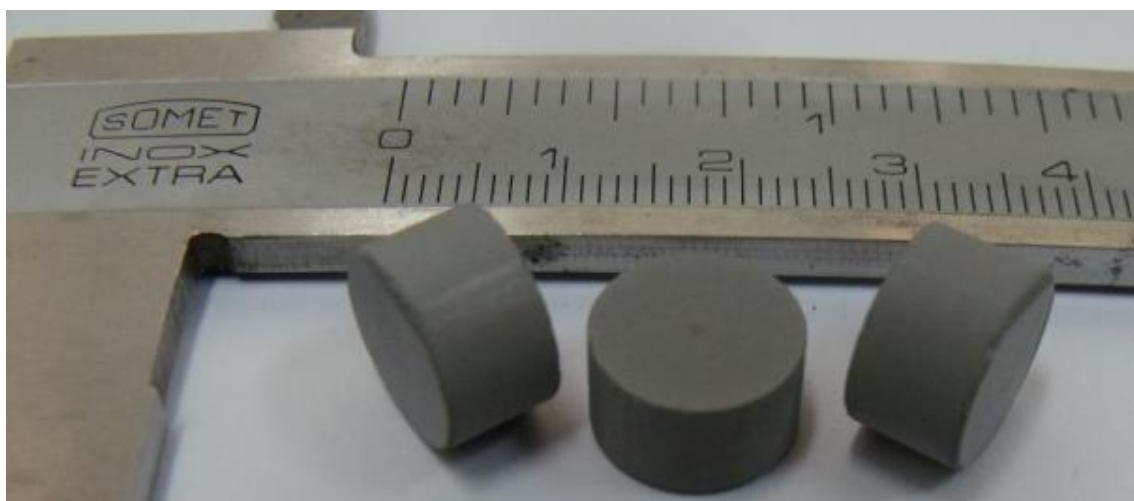


Figura 4.37 – Pastilhas sinterizadas do aço rápido AISI M2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)



Figura 4.38 – Pastilhas sinterizadas do aço rápido AISI M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)

4.10 Densidade dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo

Os resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 são apresentados na Tabela 4.3:

Tabela 4.3 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)

Aço rápido	Densificação (%)
AISI M2 + 6% de NbC	92,883 $\pm$ 0,097
AISI M3:2+ 6% de NbC	95,423 $\pm$ 0,351

O gráfico da figura 4.39 apresenta os resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo. Observa-se uma melhor densificação para esses aços rápidos relativamente aos mesmos sem a adição da fase cerâmica de reforço. Os aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio apresentaram uma melhor densificação quando comparados aos seus similares classe AISI M2.

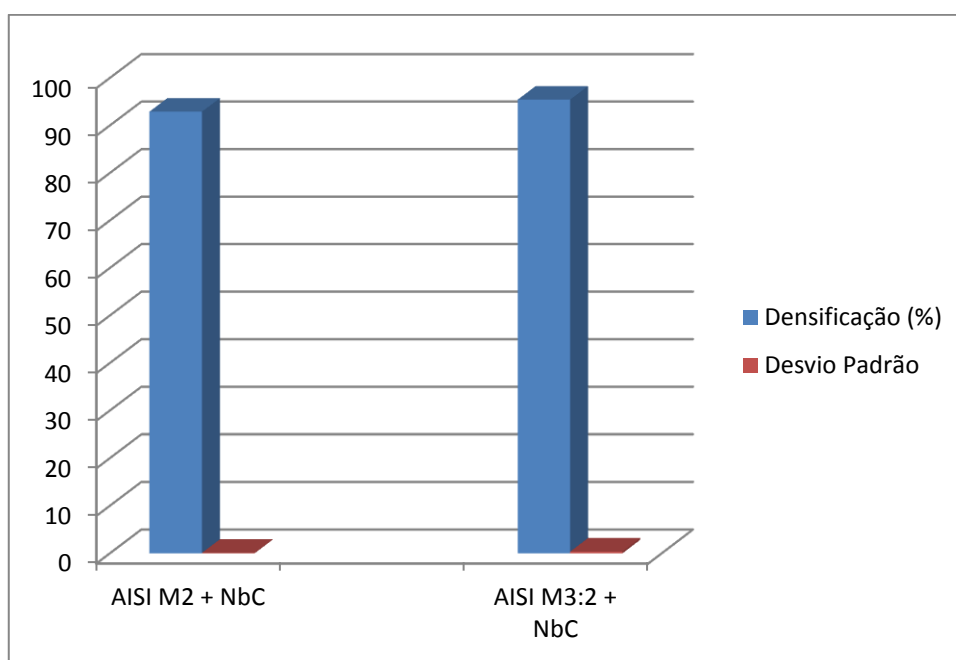


Figura 4.39 - Resultados de densificação dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo.

4.11 Dureza dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com a adição de carboneto de nióbio sinterizados a vácuo

Os resultados de dureza Vickers (HV) dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 são apresentados na Tabela 4.4:

Tabela 4.4 - Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC)

Aço rápido	Dureza Vickers (Mpa)
AISI M2 + 6% de NbC	72,000 ± 2,660
AISI M3:2+ 6% de NbC	84,800 ± 1,080

O gráfico da figura 4.40 apresenta os resultados de dureza Vickers do aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo.

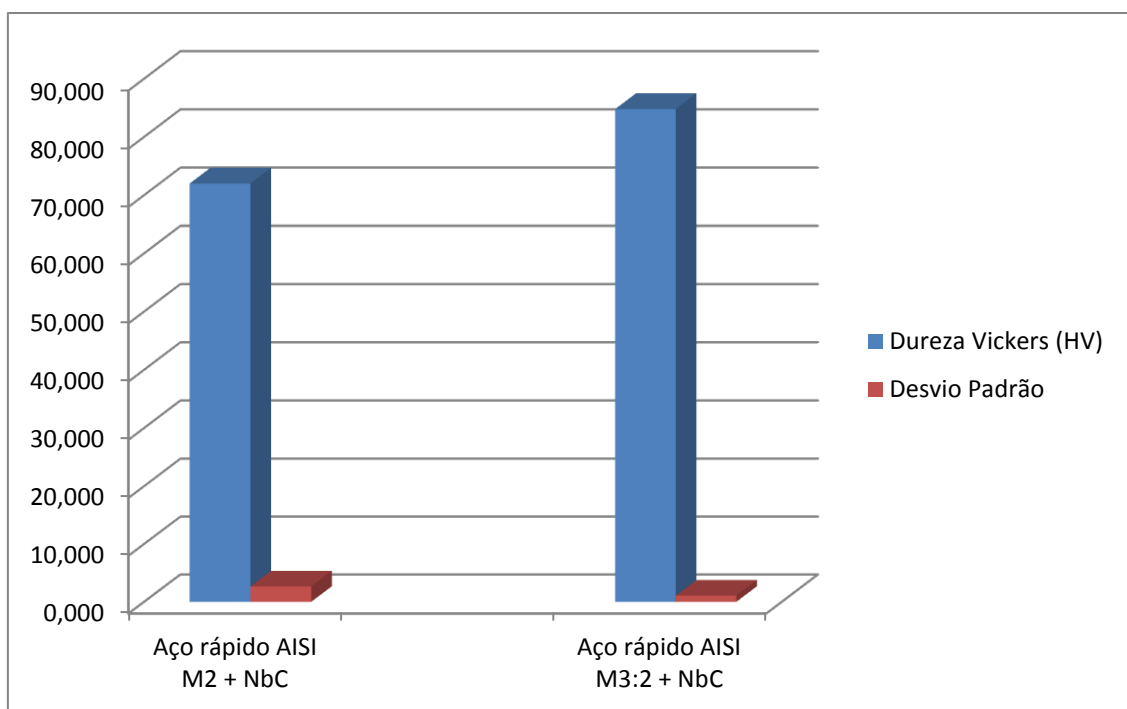


Figura 4.40 – Resultados de dureza Vickers dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) sinterizados a vácuo

4.12 - Pastilhas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 soldada a um suporte

A figura 4.41 apresenta uma pastilha do aço rápido M3:2 soldada a um suporte para utilização como ferramenta de corte:

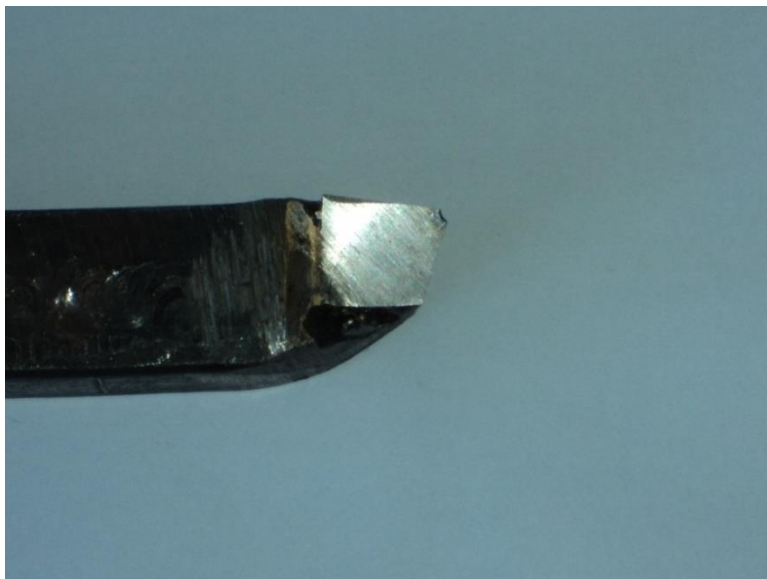


Figura 4.41 - Pastilha do aço rápido M3:2 soldada a um suporte

Pastilhas dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 utilizada como inserto



Figura 4.42 – Pastilha do aço rápido AISI M2 com o suporte



Figura 4.43 - Pastilha do aço rápido AISI M2 fixada ao suporte

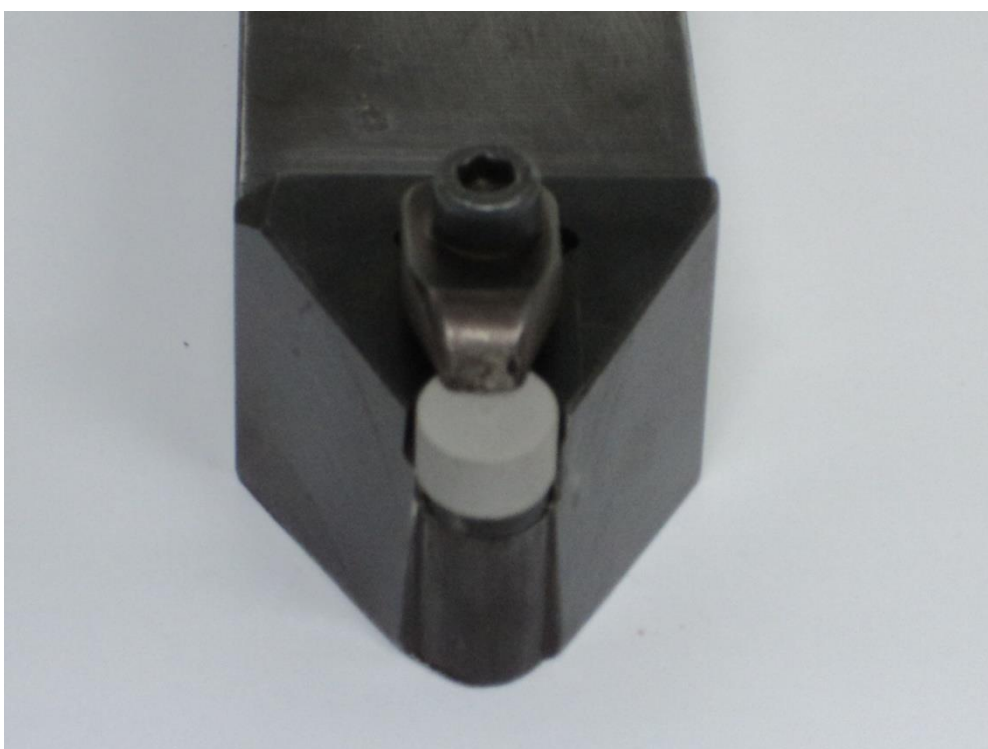


Figura 4.44 - Pastilha do aço rápido AISI M3:2 fixada ao suporte

4.13 Microscopia óptica dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)

As figuras 5.45 a 5.56 apresentam as micrografias de microscopia óptica dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC). As observações das micrografias de microscopia óptica (MO) apresentam materiais com boa microestrutura e densificação. O aço rápido AISI M3:2 apresenta-se com uma microestrutura e densificação melhorada relativamente aos aços rápidos AISI M2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC). Tal fato deve ser atribuído ao maior teor de carbono do M3:2 relativamente ao M2. O teor de carbono mais elevado reduz a temperatura de fusão do aço que por sua vez também promove uma redução da temperatura de sinterização. Para uma melhor determinação das temperaturas de sinterização para esses aços rápidos ao molibdênio seria necessário ensaios de dilatométrica que não foi possível no atual estágio desse trabalho de pesquisa.

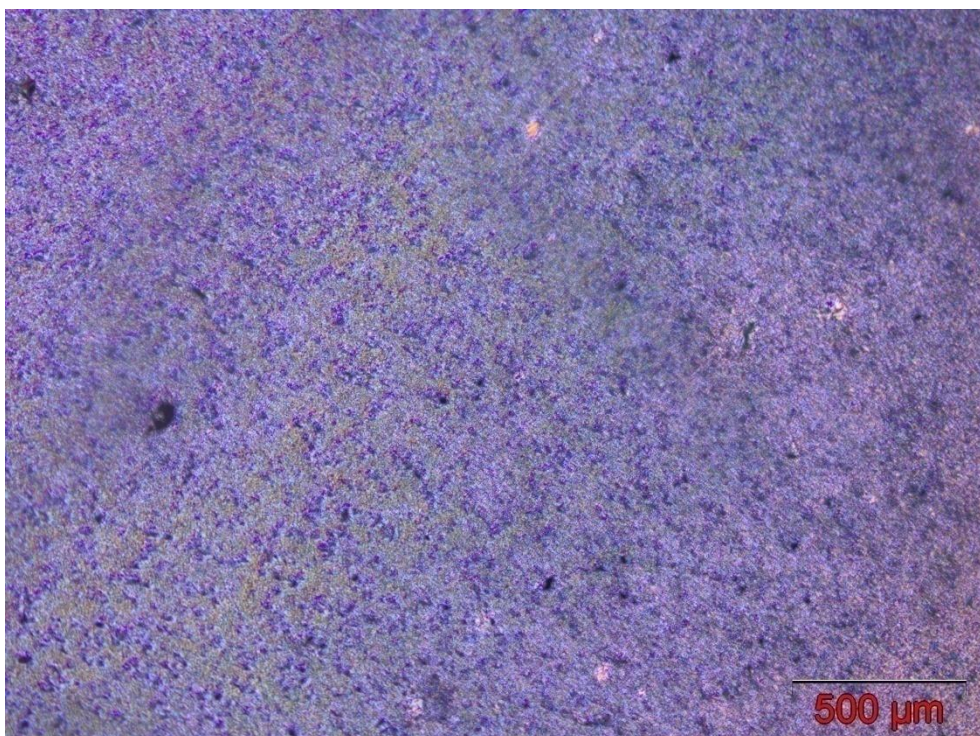


Figura 4.45 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%.

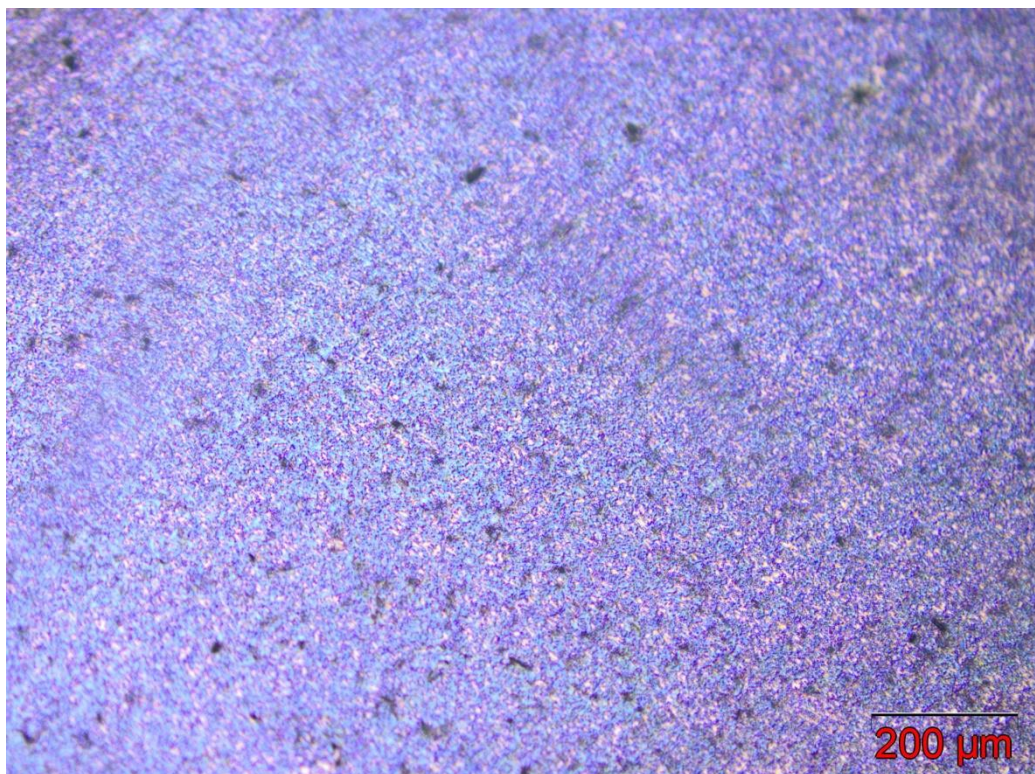


Figura 4.46 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%

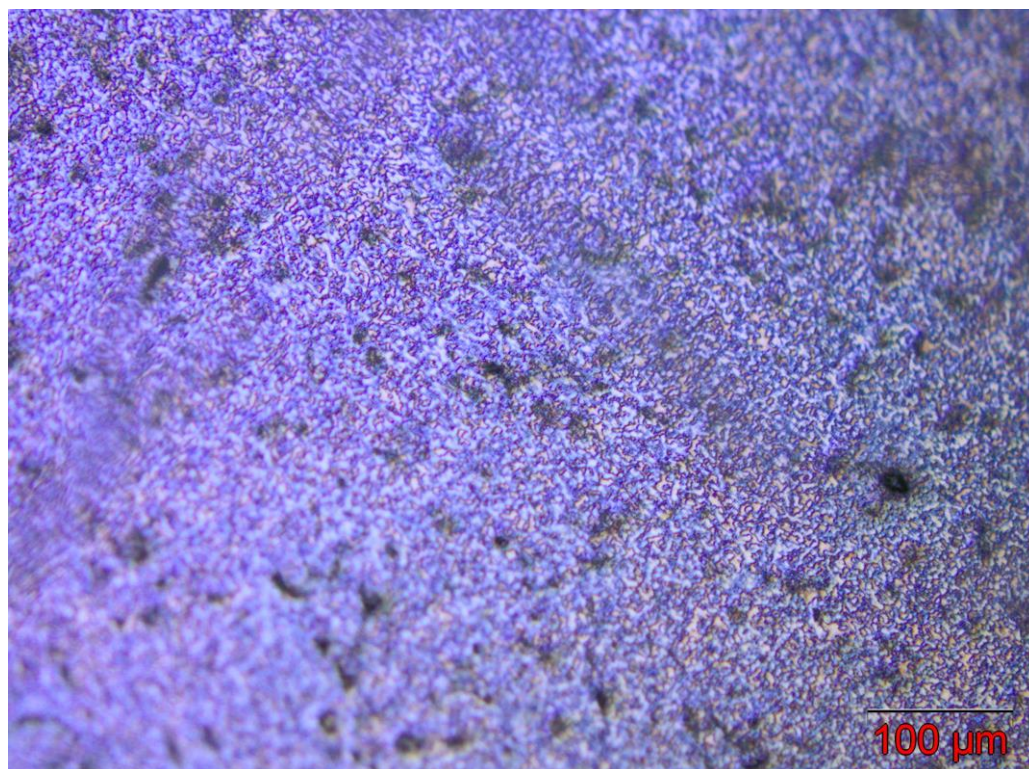


Figura 4.47 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%

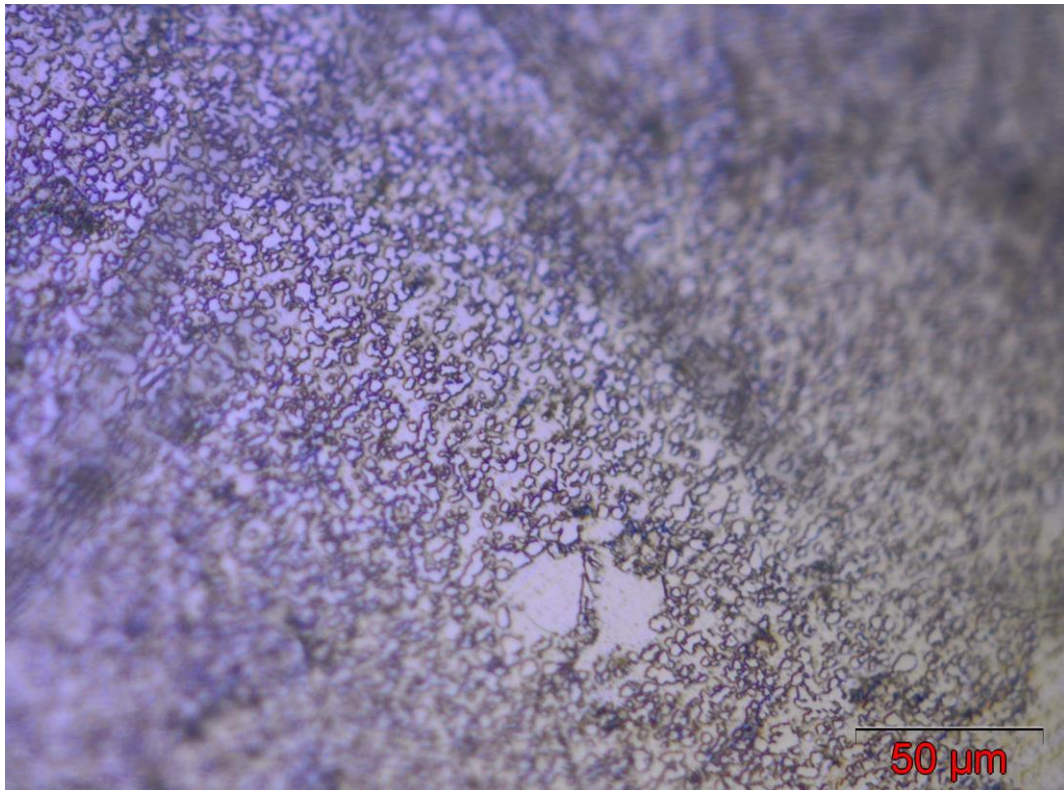


Figura 4.48 – Aço rápido AISI M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%

As micrografias de microscopia óptica do aço rápido AISI M2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) apresenta uma microestrutura refinada com alguma porosidade o que sugere que a temperatura de sinterização de 1250 °C não promoveu uma adequada densificação do material o que pode ser atribuída à janela de sinterização muito estreita para esse classe de aço rápido ao molibdênio (a janela de sinterização para essa classe de aços rápidos ao molibdênio AISI M2 e M3:2 é algo em torno de 3 °C, o que sugere que a sinterização com fase líquida não produziu uma quantidade suficiente de líquido que promovesse um molhamento das partículas do material conduzindo a uma boa densificação do mesmo). Nogueira (Nogueira, R. M. U, 2004) preconiza que para essa classe de aços rápidos sinterizados a vácuo uma densificação em torno de 90% é atingida para a temperatura de sinterização de 1250 °C o que está de acordo com o resultado obtido para esse aço rápido ao molibdênio.

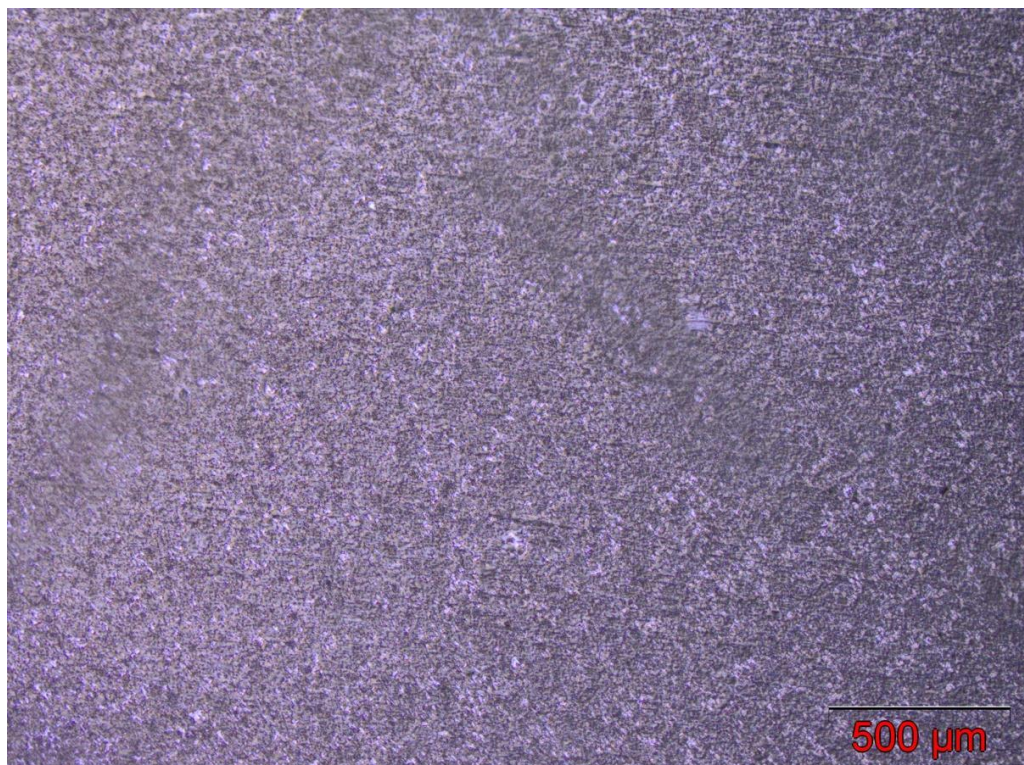


Figura 4.49 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%

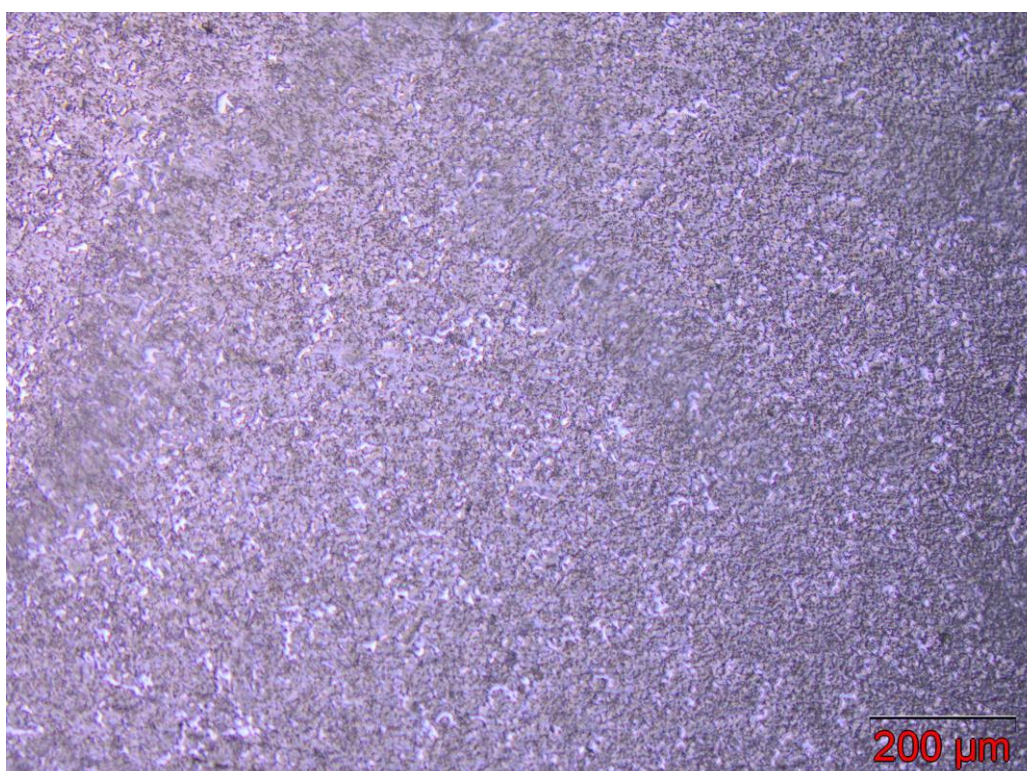


Figura 4.50 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%.

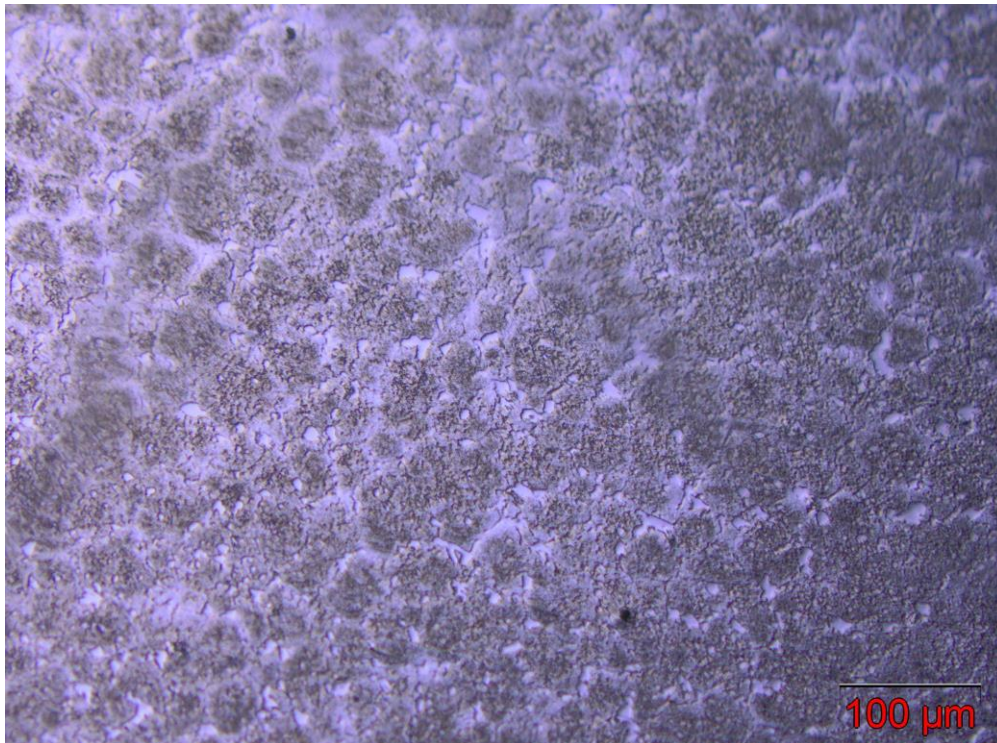


Figura 4.51 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%

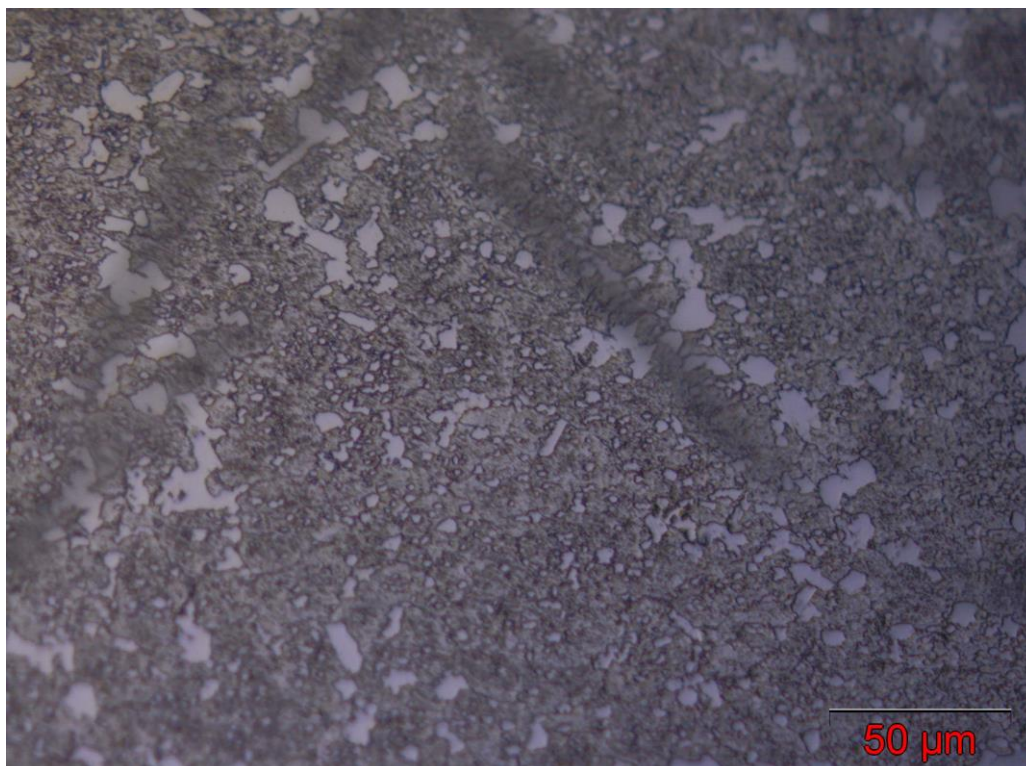


Figura 4.52 – Aço rápido AISI M3:2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%

As micrografias de microscopia óptica (MO) do aço rápido AISI M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) apresentam uma microestrutura refinada com uma quantidade de porosidade aberta bem menor do que aquela apresentada pelo aço rápido AISI M2 o que sugere que a temperatura de sinterização de 1250 °C promoveu uma mais adequada densificação o que sinaliza que a sinterização com fase líquida produziu uma maior quantidade de líquido que promoveu um maior molhamento das partículas do material e que apresentou-se mais efetivo e por conseguinte conduzindo a uma melhor densificação desse aço rápido relativamente ao M2 sem adição de carboneto de nióbio (NbC). Nogueira (Nogueira, R. M. U, 2004) preconiza que para essa classe de aços rápidos sinterizados a vácuo uma densificação mais efetiva é obtida para a temperatura de sinterização de 1250 °C uma vez que o maior teor de carbono dessa classe de aço rápido relativamente ao aço rápido M2 promove uma redução da temperatura de sinterização o que está de acordo com o resultado observado nas micrografias de microscopia óptica (MO) para esse aço rápido ao molibdênio.

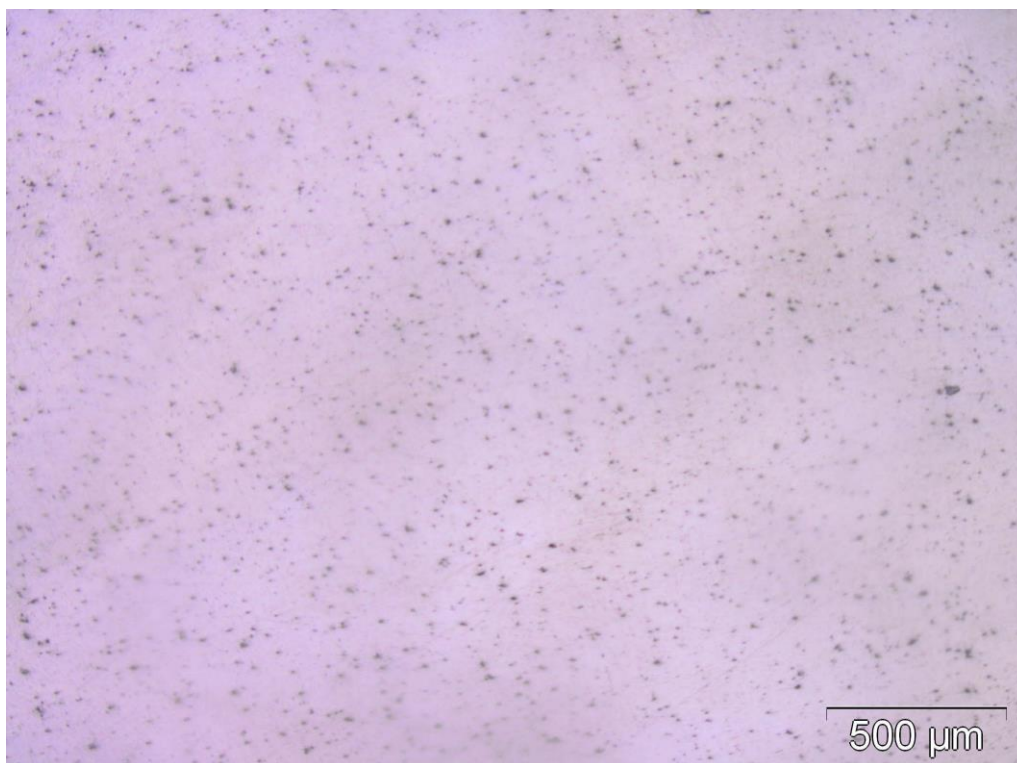


Figura 4.53 – Aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%

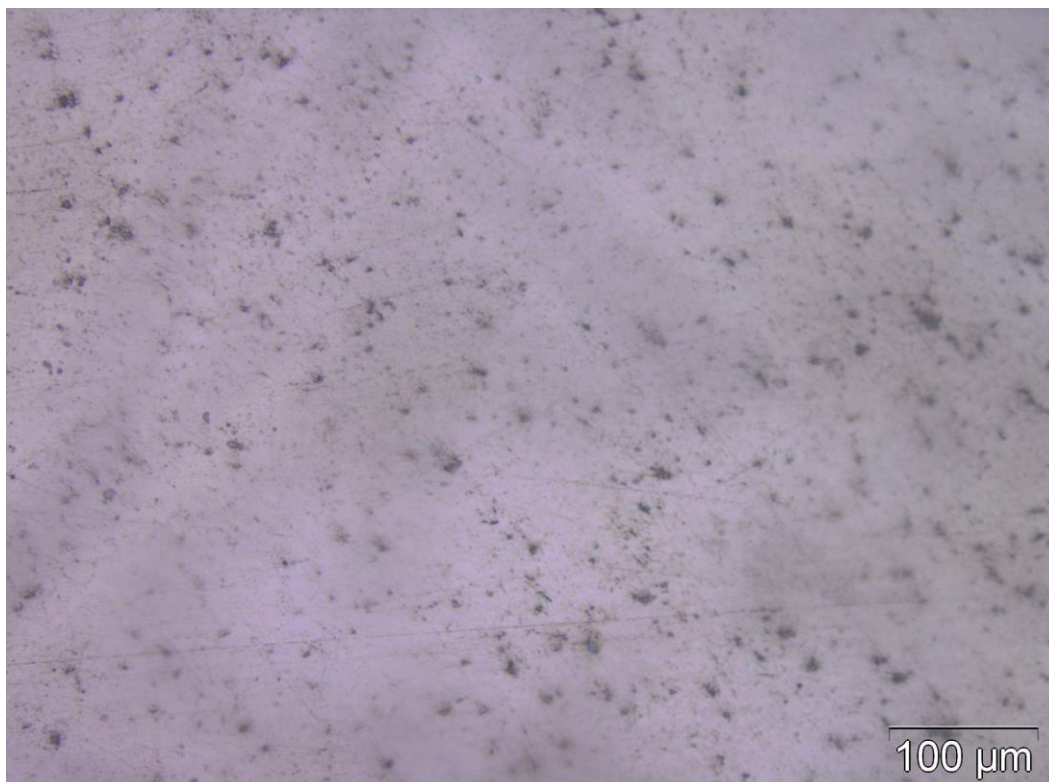


Figura 4.54 – Aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC)
– Ataque químico Nital a 3%

A adição do carboneto de nióbio (NbC) ao aço rápido AISI M2 pela observação das micrografias de microscopia ótica não evidenciaram uma maior densificação, ou melhor, uma menor quantidade de porosidade aberta como seria de esperar para a temperatura de sinterização de 1250 °C devido a um maior teor de carbono proveniente da adição do acima citado carboneto de nióbio (NbC). No entanto, os resultados de densificação desse aço rápido AISI M2 com a adição do carboneto de nióbio apresenta uma melhoria acentuada de densificação com a incorporação da fase cerâmica de reforço relativamente ao aço rápido sem carboneto de nióbio.



Figura 4.55 – Aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%

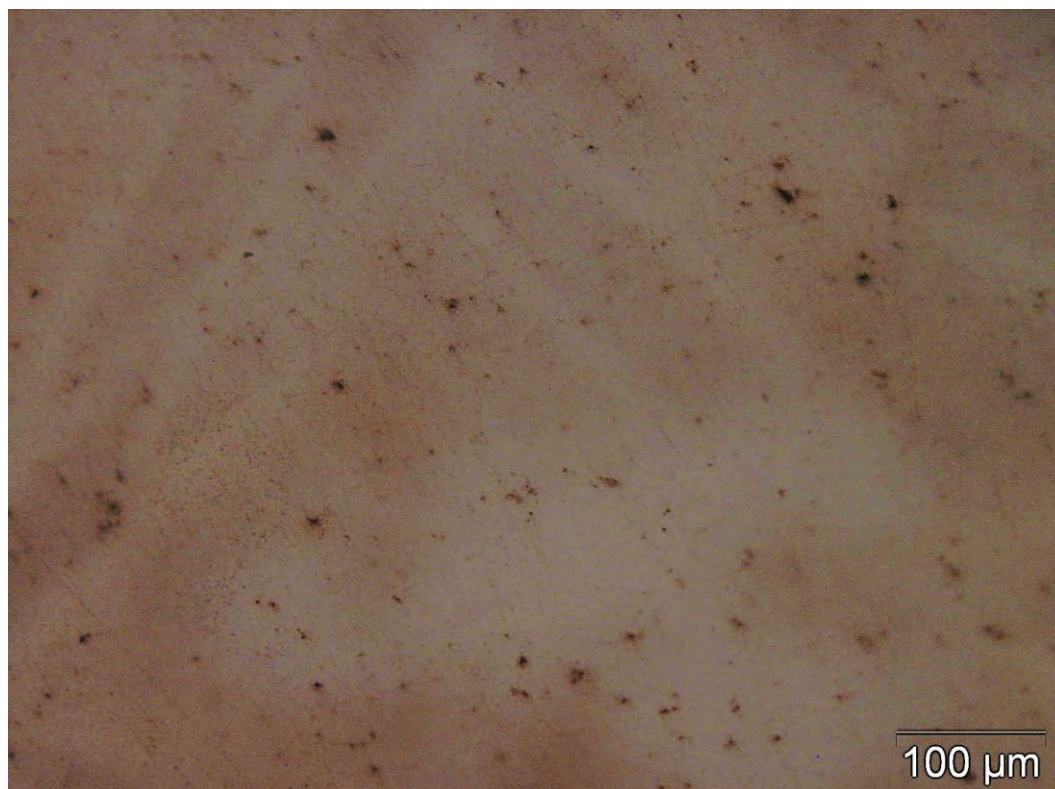


Figura 4.56 – Aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio (NbC) – Ataque químico Nital a 3%

O aço rápido ao molibdênio AISI M3:2 com adição de carboneto de nióbio (NbC) apresentou uma melhor densificação relativamente ao seu similar sem a incorporação da fase de reforço (NbC) o que é consistente com as micrografias de microscopia óptica (MO) observadas.

4.14 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC)

A figura 4.57 apresenta imagem de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço rápido AISI M2 sem a adição de carboneto de nióbio onde se observa a matriz de ferrita e carbonetos complexos do tipo M_6C e alguma porosidade.

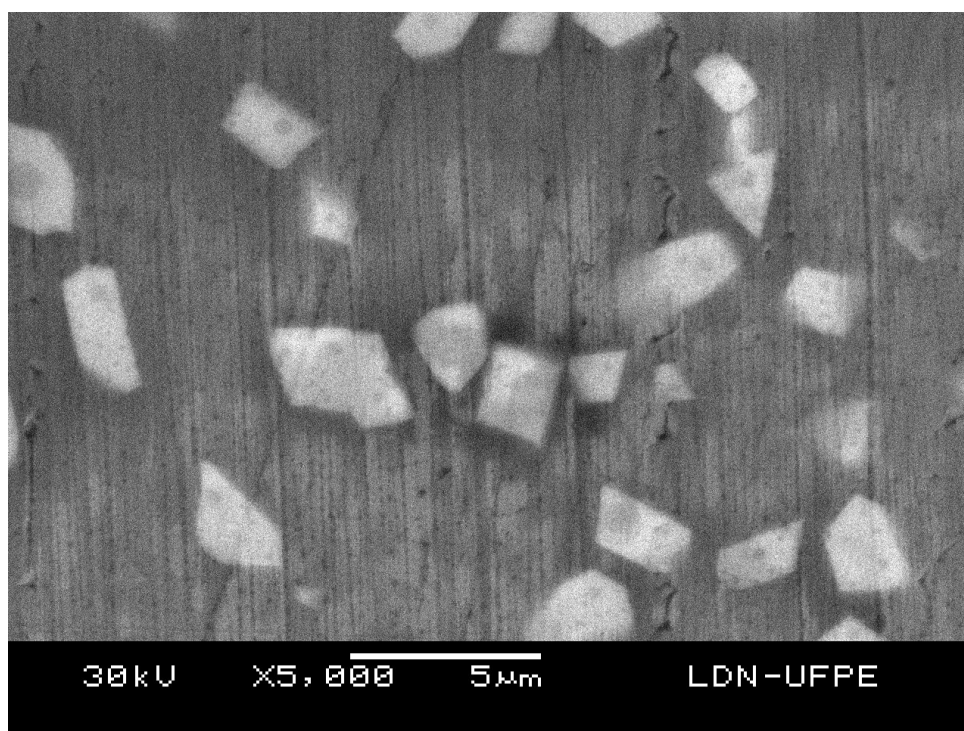


Figura 4.57 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M2 sem a adição de carboneto de nióbio

A figura 4.58 apresenta imagem de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço rápido AISI M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio onde se observa a matriz de ferrita e carbonetos complexos do tipo M_6C e MC e alguma porosidade.

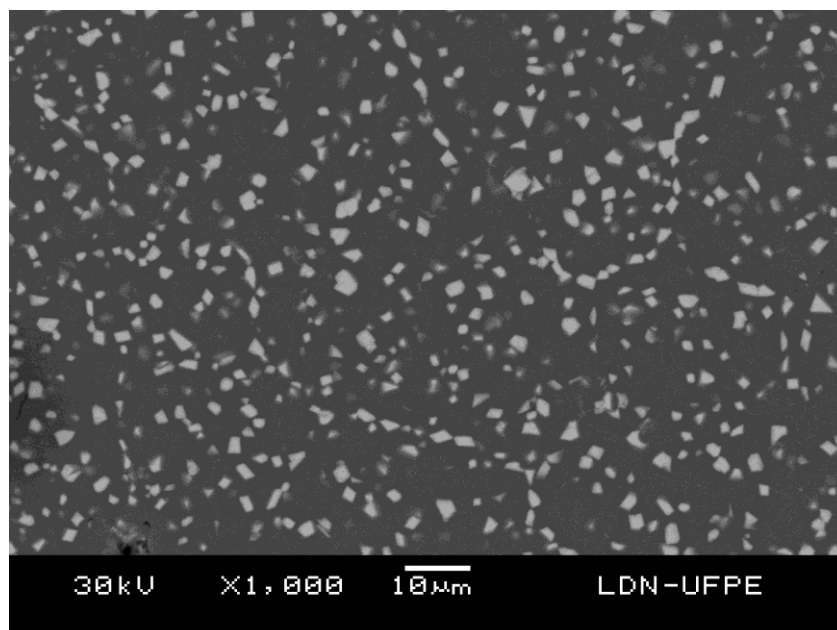


Figura 4.58 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M3:2 sem a adição de carboneto de nióbio

A figura 4.59 apresenta imagem de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio onde se observa a matriz de ferrita e carbonetos complexos do tipo M_6C e MC e alguma porosidade.

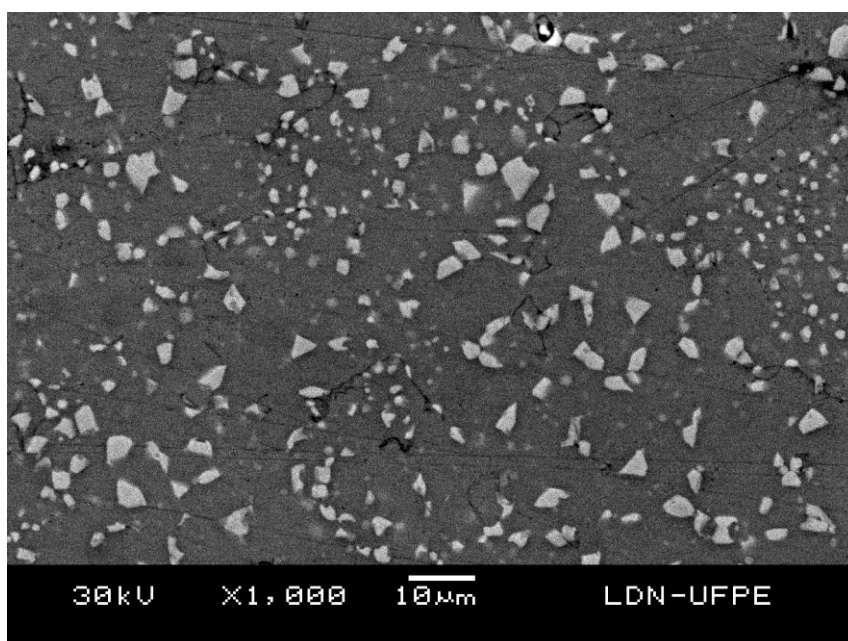


Figura 4.59 – Imagem de MEV do aço rápido AISI M2 com a adição de carboneto de nióbio

A figura 4.60 apresenta imagem de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio onde se observa a matriz de ferrita e carbonetos complexos do tipo M_6C e MC e alguma porosidade.

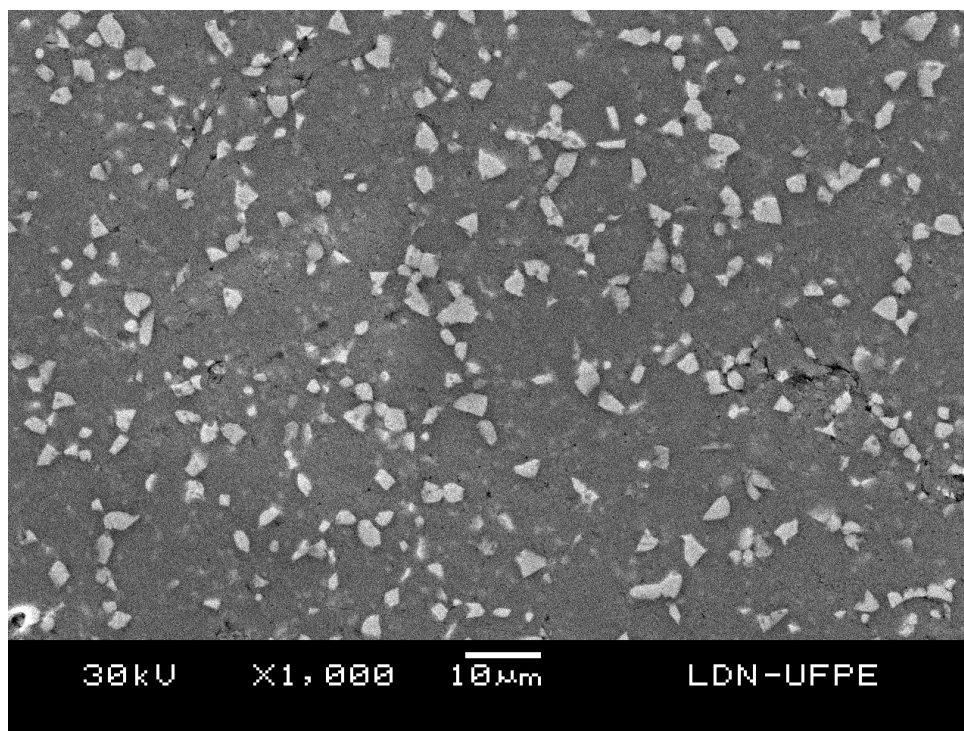


Figura 4.60– Imagem de MEV do aço rápido AISI M3:2 com a adição de carboneto de nióbio

5. Conclusões

1. O processo de moagem de alta energia (MAE) propiciou a inserção do carboneto de nióbio (NbC) nas matrizes dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 como observado nas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e nos espectros de Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) e Difração de Raios-X, promovendo ainda uma redução do tamanho de partícula com o aumento do tempo de moagem de 30 minutos para 60 minutos;
2. A difração de raio-X da amostra da mistura de carbono na forma de grafite (C) e nióbio (Nb), submetida à moagem por 5 e 10h, indica que, durante o processamento, ocorreu a formação de carboneto de nióbio (NbC).
3. A técnica de Metalurgia do Pó (MP) de moagem de alta energia (MAE), seguida de compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo produziu pastilhas e discos dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com aceitáveis resultados de densificação;
4. Os resultados de densificação apresentaram-se um pouco abaixo do ideal (em torno de 98%);
5. Os resultados de dureza apresentaram-se relativamente baixos o que é interessante nesses aços rápidos ao molibdênio AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC) por que dispensa eventuais tratamentos térmicos de recozimento;
6. As micrografias de Microscopia Óptica (MO) e de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) apresentaram uma melhor microestrutura para o aço rápido AISI M3:2 relativamente ao aço rápido AISI M2 com e sem a adição do carboneto de nióbio (NbC).

6. Sugestões para trabalhos futuros

1. Executar e avaliar a eficiência do tratamento térmico de endurecimento dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC);
2. Executar os ensaios de usinagem dos aços rápidos AISI M2 e M3:2 com e sem a adição de carboneto de nióbio (NbC);
3. Utilizar outros reforços como o carboneto de tântalo.

7. Referências Bibliográficas

André Luis V. da Costa e Silva e Paulo Roberto Mei – São Paulo – Blucher – 2006.

Araujo Filho – Estudo Comparativo de Aços Rápidos AISI M3:2 Produzidos por Diferentes Processos de Fabricação – Tese de Doutorado- USP – 2006.

Bhadeshia, H. K. D. H. - Recrystallisation of Practical Mechanically Alloyed Iron–Base and Nickel–Base Superalloys - Materials Science and Engineering A223 p. 64-77 – 1997.

Baglyuk, G. A. and Poznyak, L. A. - Structure Formation During Activated Sintering of High Speed Steel – Theory and Technology of Sintering, Heat, and Chemical Heat-Treatment Processes, Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 43, Nos. 11-12, p.570-575, 2004.

Baglyuk, G. A. and Poznyak, L. A. - The Sintering of Powder Metallurgy High-Speed Steel With Activating Additions - Powder Metallurgy and Metal Ceramics, Vol. 41, Nos. 7-8, 2002.

Beiss, P., Wahling, R. and Duda, D. – Toughness of Vacuum Sintered P/M High Speed Steels- Modern Developments in Powder Metallurgy, Volumes 15-17, p-331-357, 1985.

Boccalini, M. and Goldstein, H.- Solidification of high speed steels, International Materials Reviews, Vol. 46, No. 2, 2001.

Brewin, P. R. – PM High Speed Steels – Institute of Metals, p-296-300, 1991.

Capdevila, C., Chen, Y. L., Lassen, N. C. K., Jones, A. R. and Bhadeshia, H. K. D. H. - Heterogeneous deformation and recrystallisation of iron base oxide

dispersion strengthened PM2000 alloy - Materials Science and Technology June Vol. 17 p. 693- 699, 2001.

Capdevila, C., Chen, Y. L., Lassen, N. C. K., Jones, A. R. and Bhadeshia, H. K. D. H.- Grain Boundary Mobility in Fe-Base Oxide Dispersion Strengthened PM2000 Alloy - ISIJ International, Vol. 43, No. 5, pp. 777–783, 2003.

Capdevila, C. and Bhadeshia, H. K. D. H. - Manufacturing and Microstructural Evolution of Mechanically Alloyed Oxide Dispersion Strengthened Superalloys - ADVANCED ENGINEERING MATERIALS , 3, No. 9 , p. 647 – 656, 2001.

Chiaverini, Vicente – Aços e ferros Fundidos – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – São Paulo – 2008.

Chiaverini, Vicente – Tratamento Térmico das Ligas Metálicas – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – São Paulo - 2008

D. G. Simões, 2006, C. P. De Lazzari, O. M. Cintho, J. D. T. Capocchi - MOAGEM DE ALTA ENERGIA NA SÍNTESE DE NbC - 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – 2006.

El-Eskandarany, M. Sherif. - Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials - Noyes Publications / William Andrew Publishing – 2001.

Fischmeister, H. F. - Modern Techniques for Powder Metallurgical Fabrication of Low-Alloy and Tool Steels - Annu. Rev. Mater. Sci.- p. 151 – 176 – 1975.

Frantsevich, I. N.- The Place Of Powder Metallurgy In Contemporary Material Science and Technology, Powder Metallurgy and Ceramics, Vol. 39, Nos. 7-8, p. 334-344, 2000.

Freitas Guedes, B. C, Souza Silva, A. , Martinelli A. E., R.Nascimento , M, Araújo Melo, D. M, Gomes, U. U. - Moagem de Pós Compósitos para Sinterização de Aços Reforçados por Adição de Carbetos - 17º CBECIMat -

Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, p. 7255-7263, 2006.

Friberg, S. – HIP to Near Net Shape. Scandinavian Journal of Metallurgy, No.11, p- 223-235, 1982.

Froes, F. M. - New technics widening the scope of powder metallurgy. Metal Powder Report, Vol 49, No. 9, p. 23-26, 1994.

Froes, R.D.; Suryanarayana, F.H.; Taylor, WARD-CLOSE, C.; GOODWIN, R. P.; Powder Metallurgy, v. 39, pp. 63, 1996.

F. Thümmeler and R. Oberacker - An Introduction to Powder Metallurgy. Series Editors I. Jenkins and J. V. Wood. The Institute of Materials, 1993.

Gilman, P. S. and Benjamin J. S. - Mechanical Alloying - Annu. Rev. Mater. Sci.- p. 279 – 300 – 1983.

Ghomashchi, M. R. - Quantitative Microstructural Analysis Of M2 Grade High Speed Steel During High Temperature Treatment, Acta Mater., No. 14, p. 5207 – 5220, 1998.

Hoyle, G. – High Speed Steels. Butterworth & Co. (Publishers) Ltd, 1988.

Huler, M., Chernik, G., Fokina, E., Budim, N. - Mechanical Alloying in Planetary Mills of High Accelerations - Rev.Adv.Mater.Sci. 18 pp. 366-374, 2008.

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.

Jesualdo Luiz Rossi, Edilson Rosa de Jesus e Edson Souza Rosa de Jesus – Avaliação de Desempenho do Aço Rápido AISI M2 Obtido por Conformação

por Spray Quando Aplicado como Ferramenta de Corte – Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, V2, p. 19-24, 2006.

Kaiser, F. and Cohen, M. - Carbides in high-speed steel - Their nature and quantity. Metal Progress, p.79-85, Junho, 1952.

Koch, C. C. - Materials Synthesis by Mechanical Alloying - Annu. Rev. Mater. Sci. 19 pp. 121-43, 1989.

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. II Congresso Nacional de Tratamentos Térmicos, Portugal, p. 451-452, 1986.

MESQUITA, R. A. e BARBOSA, C. A. “Aços Ferramenta de Alto Desempenho para Matrizes de Fundição sob Pressão”, Caderno tecnológico da revista Metalurgia & Materiais, vol. 59, n. 539, p. 17-22, Novembro de 2003.

Mesquita, Andrijauskas e Barbosa. Desenvolvimento de Um Novo Aço para Trabalho a Frio de Alta Tenacidade. Anais do 56º Congresso da ABM, p. 71, Belo Horizonte-MG, Brasil, 2001.

Mesquita, R. A. and Barbosa, C. A.- Spray Forming High Speed Steel – Properties and processing, Materials Science and Engineering A 383, p. 87-95, 2004.

Neumeyer, T. A. and Kasak, A. - Grain size of high-speed tool steels - Metallurgical Transactions, Vol. 3, p. 2281, August, 1972.

Nogueira, R. M. U. - Obtenção e Estudo de Insertos Sinterizados de Aços Rápidos AISI M2, M32 e T15 – dissertação de mestrado submetida à Universidade do Estado de Santa Catarina, UDESC, Brasil. Título:, *Ano de Obtenção*: 2004.

Paula Fernanda da Silva, Alexandre Bellegard Farina e Mário Boccalini Júnior - Ligas “Aço MATRIZ + NbC” - Caracterização no Estado Bruto de Fundição - Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.4, n.3, p. 43-49,. 2008.

Oleszak, D., Grabias, A, Karwacinski, L. and Kulik, T. Phase Transformations in M2 Steel Powders Subject to Ball Milling – Rev. Adv. Mater. Sci – 8, p. 138-142, 2004.

Ray, P. and Pal, P. K. – High Speed Steel Semis – Alternate Production Routes. World Conference on Powder Metallurgy, Vol 1, p. 159-169, 1990.

Reed-Hill, Robert E., - Princípios de Metalurgia Física. Editora Guanabara 2, 1982.

Ruiz-Román, J. M., Iglesias, F. A. C., Materiales Compuestos de Matriz Metálica Base Hierro Reforzados con Partículas de NbC Mediante Aleación Metálica, Polytechnic University of Madrid Spain, 1999.

Santana da Silva, W. – Estudo da Tenacidade à Fratura do Aço Rápido M2 Fundido, Modificado e Tratado Termicamente. Dissertação de mestrado submetida à Escola Politécnica da USP para obtenção do título de mestre, São Paulo, 2001.

Salgado, L. - Processamento da Liga Ferro-Níquel-Cobre-Molibdênio por Moagem de Alta Energia – Tese de Doutorado- USP- Universidade de São Paulo – 2002.

Suryanarayana, C. – Progress in Materials Science – 2001.

Suryanarayana, C., Ivanovb, E., Boldyrev, V.V. - The science and technology of mechanical alloying - Materials Science and Engineering A304–306 pp. 151–158, 2001.

Suryanarayana, C. - Recent Developments in Mechanical Alloying – Rev. Adv. Mater. Sci 18, pp. 203-211, 2008.

Takigawa, H., Manto, H., Kawai, N. and Homma, K. - Properties of high-speed steels produced by powder metallurgy. Powder Metallurgy, No. 4, p-196-201, 198.

Thompson, E. R. - High Temperature Aerospace Materials Prepared by Powder Metallurgy - Annu. Rev. Mater. Sci.- p. 213 – 242 – 1982.

Tool Steels, Steel Products Manual, Iron and Steel Society, April 1988.

Várez, A., Levenfeld, B., Torralba, J. M., Matuba, L. And Dobrzanski – Sintering in different atmospheres of T15 and M2 high speed steels produced by a modified metal injection moulding process, Materials Science and Engineering, A366, Vol. 318 – 324, 2004.

Wilson, R. – Metallurgy and Heat Treatment of Tool Steels. McGraw-Hill Book Company (UK) Limited, 1975. 11. Beiss, P. and Wähling R. - Transverse Rupture Strength and Plastic Work of Bending of Two PM Tool Steels- World Conference on Powder Metallurgy , Vol 1, p. 140-143, 1990.