

# PROCESSAMENTO DE LIGAS À BASE FERRO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA

**Lucio Salgado**\*, **Francisco Ambrozio Filho**\*

\* **Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares,  
Comissão Nacional de Energia Nuclear,  
C.P. 11049 - Pinheiros - CEP 05422-970 - São Paulo - Brasil**

## RESUMO

A fabricação de pós metálicos é uma etapa importante na tecnologia de fabricação de peças por M/P. Alternativamente aos processos de atomização, vem sendo realizado um estudo para a fabricação de pós metálicos com propriedades especiais através de moagem de alta energia. O presente trabalho apresenta resultados preliminares na caracterização de pós metálicos à base de ferro, contendo níquel, cobre e molibdênio, obtidos por processamento em moinho de alta energia tipo atritor horizontal. Foram avaliados parâmetros de processamento tais como tempo de moagem, rotação e relação massa de pó/massa de bolas nas características dos pós obtidos. A caracterização dos pós, através de difração de raios-X, mostrou um aumento gradativo na dissolução de níquel com o aumento do tempo de moagem. A morfologia das partículas foi alterada com o aumento no tempo de moagem, passando de um formato tridimensional, característico dos pós atomizados, para a forma de escamas. O tamanho médio das partículas, após 10 horas de moagem, situou-se entre 20 e 60  $\mu\text{m}$ .

## INTRODUÇÃO

O “Mechanical Alloying” consiste em uma mistura íntima dos componentes a partir do processamento dos pós num moinho de alta energia (tipo atritor), sendo a moagem feita a seco ou com auxílio de algum fluido, sempre com a presença de uma atmosfera protetora para se evitar uma oxidação excessiva dos pós <sup>[1,2]</sup>. Em função do tempo de moagem, as partículas são moídas e prensadas entre si, havendo então a formação de um aglomerado homogêneo.

Neste tipo de equipamento, a rotação das palhetas pode variar de 60 rpm, para equipamentos de produção, a 1500 rpm para equipamentos laboratoriais. A moagem é causada pela ação dos braços do agitador, cuja

movimentação promove um alto grau de contato entre as bolas e o material a ser moído. Durante o processo, atuam tanto as forças de impacto, como forças de cisalhamento [3].

O material que se pretende estudar, as ligas Ferro-Níquel-Cobre-Molibdênio, é dos mais importantes na fabricação de componentes estruturais sinterizados, especialmente por sua elevada resistência mecânica e à fadiga. Para densidades na faixa de 7.2 g/cm<sup>3</sup>, é possível se atingir níveis de propriedade mecânica tais como um limite de resistência de 1.400 MPa ( para peças tratadas termicamente), e alongamento de 4%, resistência ao impacto de 35J e resistência à fadiga de 260 MPa para peças sinterizadas [4]. Essas ligas são sinterizadas em temperaturas na faixa de 1100 a 1150 °C, utilizando-se cargas de compactação de cerca de 700 MPa.

Com a utilização de pós processados por moagem de alta energia, espera-se obter, além de uma melhor homogeneidade microestrutural, também condições operacionais mais favoráveis, tais como redução na carga de compactação (o que irá possibilitar a fabricação de peças maiores com o mesmo equipamento de compressão), e diminuição no tempo e temperatura de sinterização (função do uso de partículas com tamanho médio muito menor que a convencional).

Os objetivos principais desses ensaios preliminares de moagem foram a obtenção de partículas finas e uma dissolução uniforme de níquel na matriz de ferro, além da avaliação de desempenho desse tipo de moinho para moagem de alta energia.

#### **PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Foram realizados ensaios de moagem, utilizando-se um moinho atritor tipo SIMOLOYER CM01-2I, fabricado pela ZOZ GmbH, na Alemanha, com uma câmara de moagem com capacidade de 2 litros. O princípio desse equipamento é baseado num rotor, disposto horizontalmente, com um projeto que permite uma alta transferência de energia cinética do impacto das bolas para a massa de pó. A moagem foi realizada sob uma atmosfera protetora de argônio, e a temperatura da câmara de moagem foi controlada através de um sistema de refrigeração externa, sendo mantida normalmente à temperatura ambiente.

Os meios de moagem utilizados foram esferas de aço, com diâmetro de 4.762 mm. As cargas de partida para os 2 primeiros ensaios ( v83/1 e v83/2) foram 200g, para uma massa de bolas de 2000g (relação 1:10). No terceiro ensaio, utilizou-se 150g de pó, diminuindo-se a relação massa de pó/massa de pó para 1:15, objetivando-se um aumento no rendimento de moagem. A Tabela 1 mostra as condições dos ensaios realizados. No teste v83/2, foi adicionado ácido esteárico com a finalidade de se promover uma alteração morfológica e granulométrica no pó.

Tabela 1 – Condições do ensaio de moagem em moinho atritor horizontal

<b>ENSAIO</b>	<b>v83/1</b>	<b>v83/2</b>	<b>v83/3</b>
Tempo total (horas)	5	10	10
Tempos de amostragem (min)	10, 30, 60, 120, 600	120, 240, 480, 600	120, 240, 480, 600
Ciclos de rotação	1500rpm/48s	1500rpm/48s	1300rpm/48s

	1000 rpm/12s	1000 rpm/12s	900 rpm/12s
Massa de pó/Massa de bolas	1:10	1:10	1:10
Agente de moagem	nenhum	Ácido esteárico (1,5%)	nenhum

O ensaio de moagem foi contínuo, e periodicamente eram retiradas porções de ensaio, com cerca de 10g de pó para uma caracterização dos pós. As matérias primas utilizadas foram pós comerciais de ferro, cobre, e pré-ligas de Fe-50%Ni atomizados a água, e Fe-65%Mo produzido por aluminotermia. A composição de partida dos pós foi a seguinte:

Níquel	4,00%
Cobre	1,60%
Molibdênio	0,55%
Ferro	Restante

As matérias primas, bem como as amostras após moagem, foram caracterizados por MEV e por difração de raios-X.

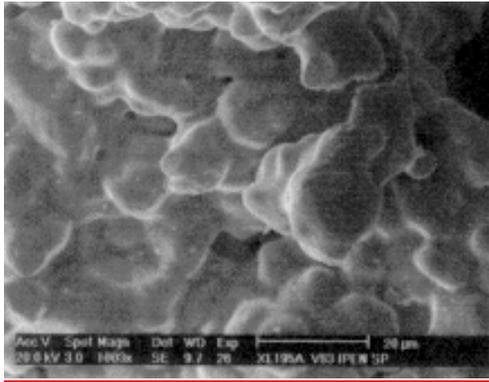
#### *ENSAIO v83/1*

A Figura 1 apresenta uma imagem do pó de partida, mostrando a morfologia típica do pó de ferro atomizado a água. Após 10 min de moagem, as partículas já estavam deformadas, com um formato de escamas, como mostrado na Figura 2. O tamanho das partículas varia entre 100 e 200  $\mu\text{m}$ , com uma espessura da ordem de  $\mu\text{m}$ .

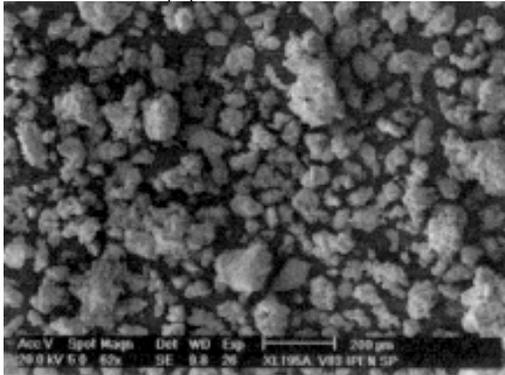
Com o aumento do tempo de moagem, pode-se observar um aumento no tamanho médio das escamas, que chegaram a atingir cerca de 400  $\mu\text{m}$ , após 60 minutos de moagem, como visto na Figura 3. Esse fato pode ser explicado pela grande maleabilidade do ferro e pela soldagem a frio das partículas durante o processo de moagem. Com o aumento progressivo no tempo de moagem, nota-se uma redução gradativa no tamanho médio das partículas, indicando que o processo de fratura predomina, nessas condições, sobre o de soldagem (Figuras 4 e 5).

A análise das imagens não permite revelar a distribuição de segunda fase na matriz. Com esse objetivo, foram feitas análises por difração de raios-X. No ensaio V83/1 são identificados os picos de ferro, e da liga Ferro-50%Níquel adicionados à mistura. Após 30 minutos de moagem, observou-se o alargamento dos picos, indicando a deformação das partículas, e o início do desaparecimento dos picos de Fe-Ni. A partir de 1 hora de moagem, somente são constatados a presença de ferro, e o aumento progressivo da largura dos picos, indicando o encruamento das partículas. A partir de 5 horas de moagem ocorre também uma redução gradual do tamanho

médio das partículas. Na Figura 6 estão indicadas as curvas comparativas para o material de partida e após 300 minutos de moagem, onde se constata o completo desaparecimento dos picos de níquel.

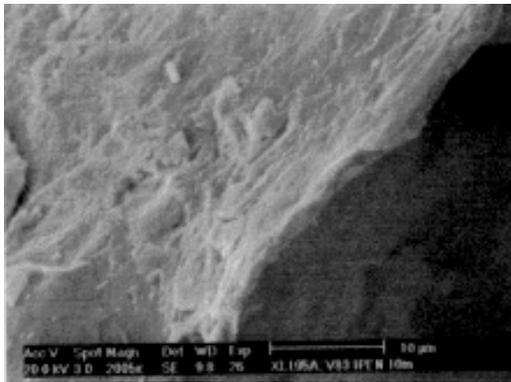
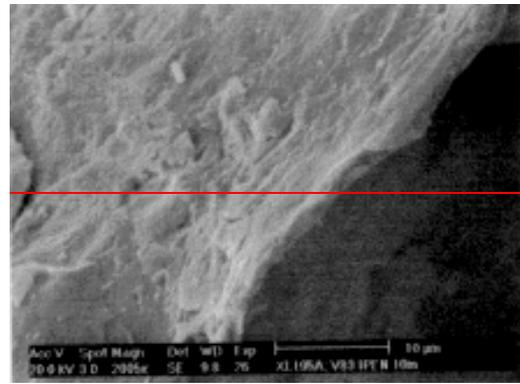


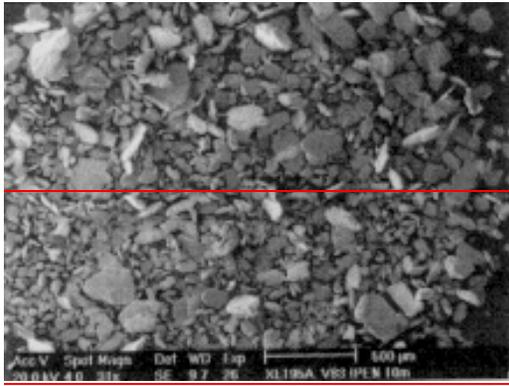
Figura



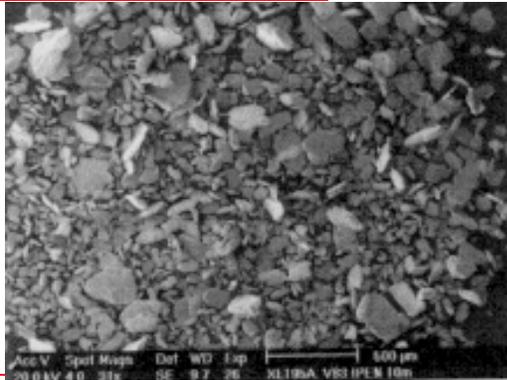
(b)

partida Aumento: (a) 62X (b) 1003X



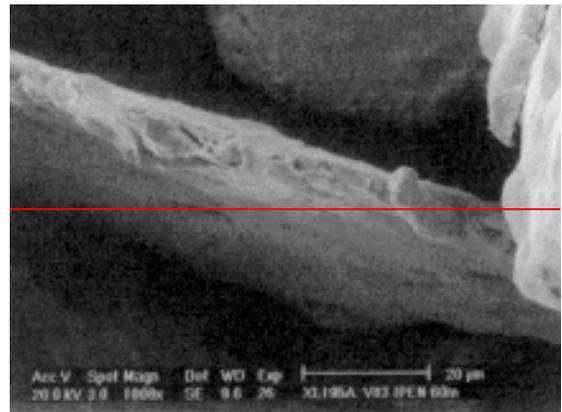


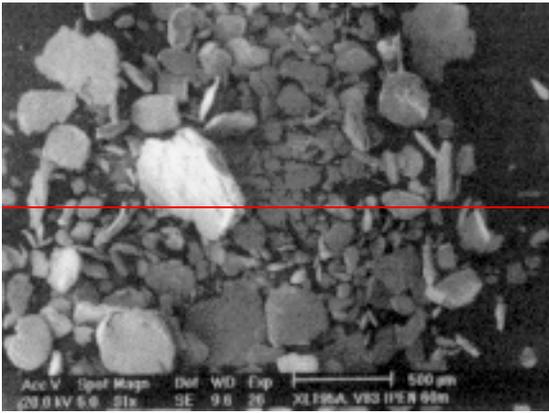
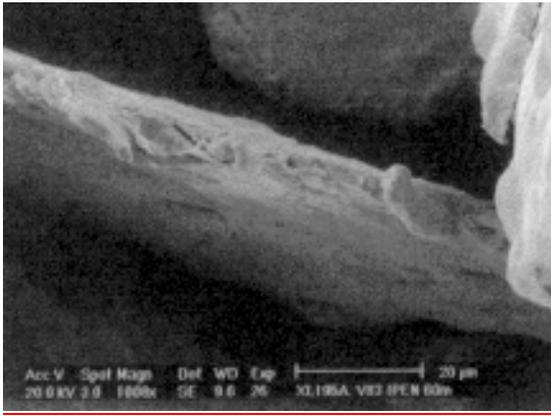
(a)



(b)

Figura 2. Ensaio V83/1 após 10 minutos de moagem Aumento: (a) 31X (b) 2005X





(a)

(b)

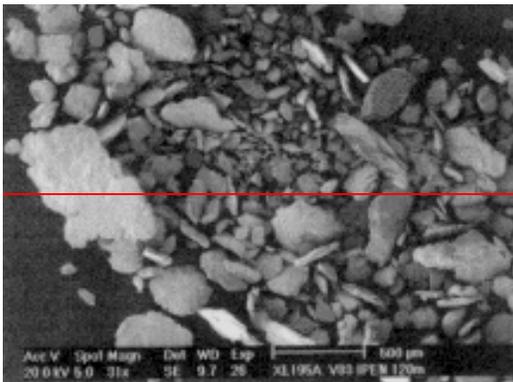
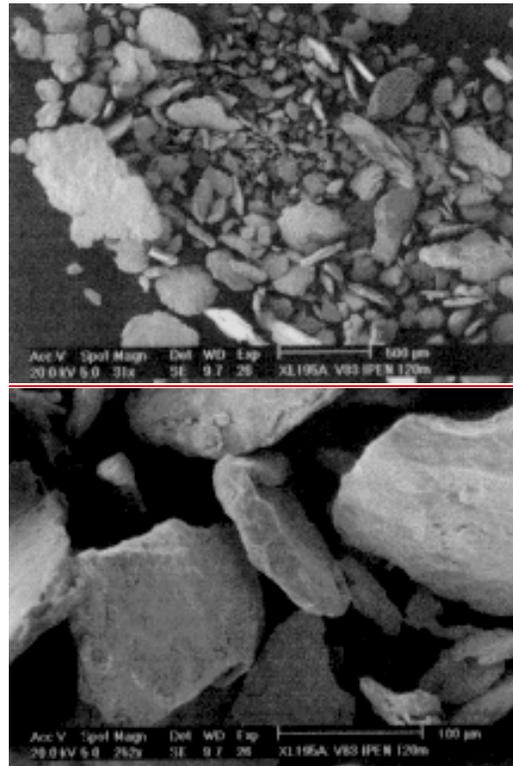


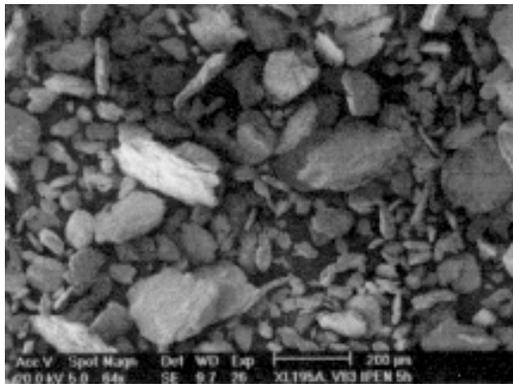
Figura 3. Ensaio V83/1 após 60 minutos de moagem Aumento: (a) 31X (b) 1008X



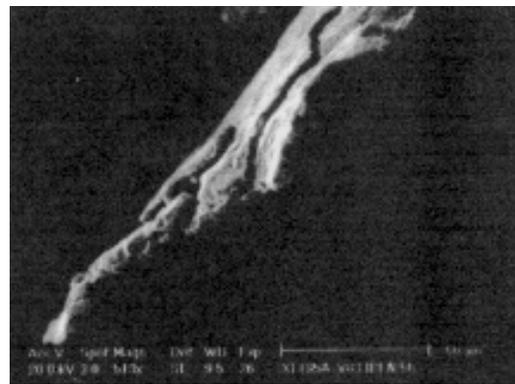
(a)

(b)

Figura 4. Ensaio V83/1 após 120 minutos de moagem Aumento: (a) 31X (b) 252X



(a)



(b)

Figura 5. Ensaio V83/1 após 600 minutos de moagem Aumento: (a) 64X (b) 513X

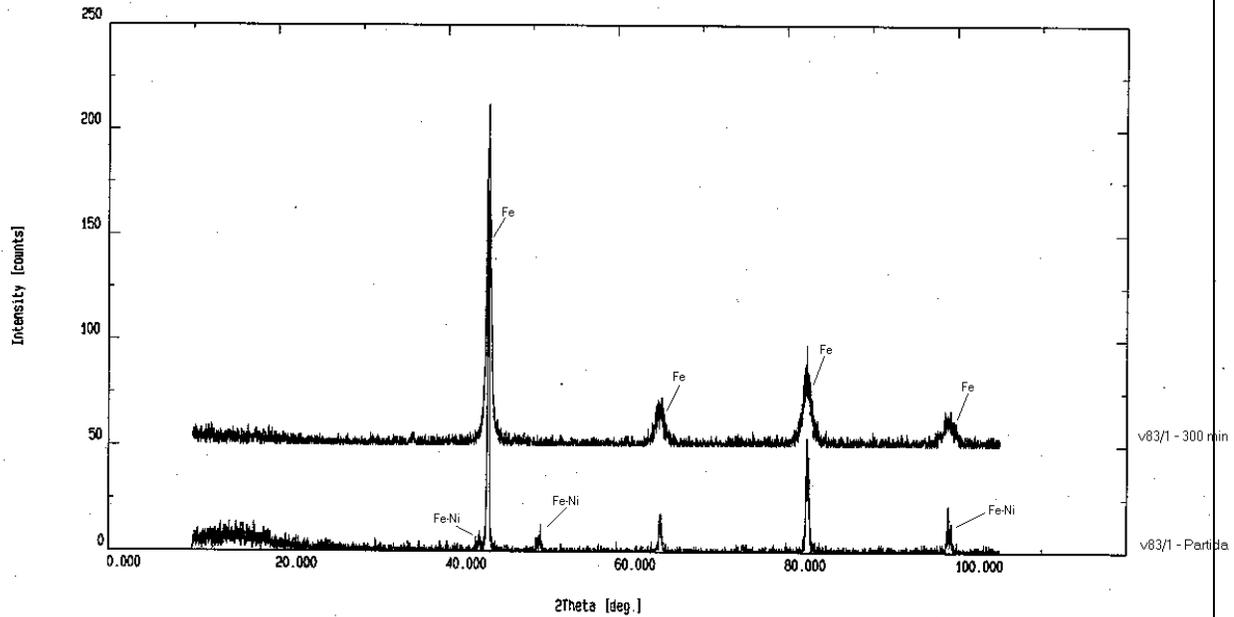
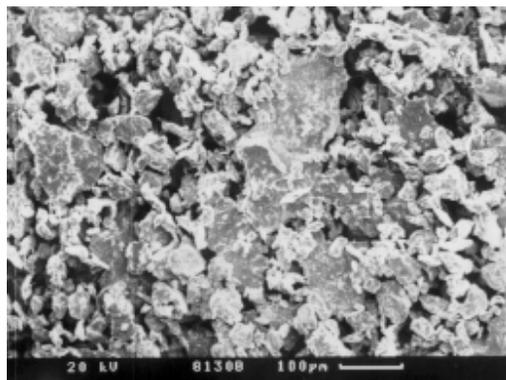


Figura 6 – Difratograma comparativo mostrando o desaparecimento dos picos de níquel após 300 minutos de moagem e o alargamento dos picos devido ao encruamento das partículas.

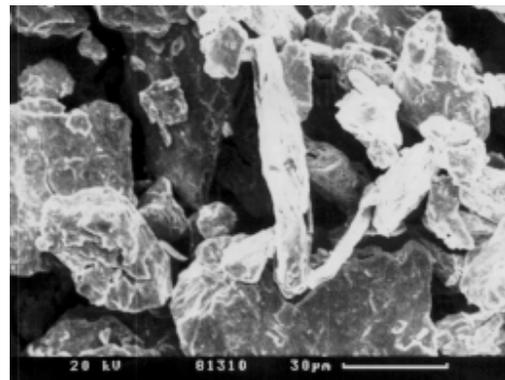
ENSAIO v83/2

Nessa série de testes, foram repetidas as condições do ensaio anterior, com a diferença no aumento do tempo de moagem, e na adição de um agente de moagem nas últimas 2 horas de processamento, com o objetivo de se reduzir a soldagem entre as partículas.

O aumento no tempo de moagem causa uma redução gradativa no tamanho das partículas, como pode ser visto nas Figuras 7 e 8. Após 8 horas, as partículas começam a ficar mais regulares, com tamanho máximo na ordem de 80  $\mu\text{m}$ . Após a adição de 1,5% de ácido esteárico, e a moagem por mais 2 horas, observa-se uma aglomeração das partículas, e uma mudança em sua morfologia para num formato mais regular (Figura 9). Aparentemente houve uma redução significativa no tamanho de partículas, causada pela presença do lubrificante.



(a)



(b)

Figura 7. Ensaio V83/2 após 4 horas de moagem Aumento: (a) 135X (b) 780X

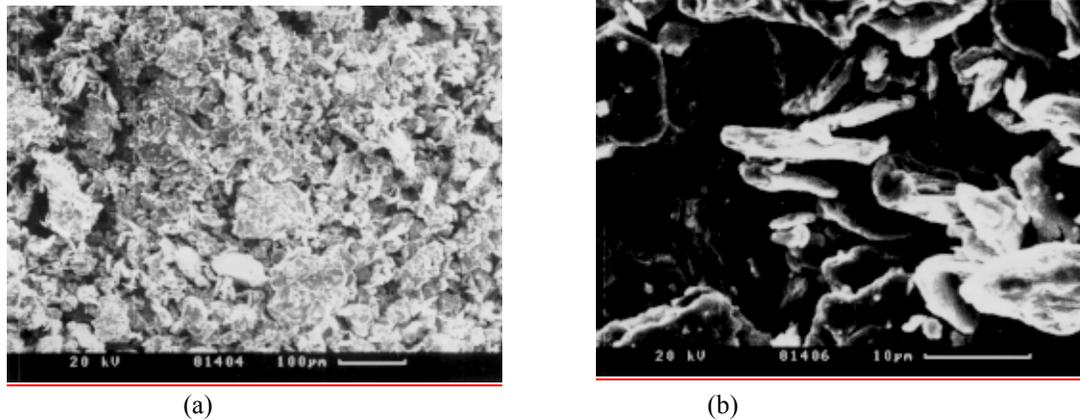


Figura 8. Ensaio V83/2 após 8 horas de moagem Aumento: (a) 155X (b) 2400X

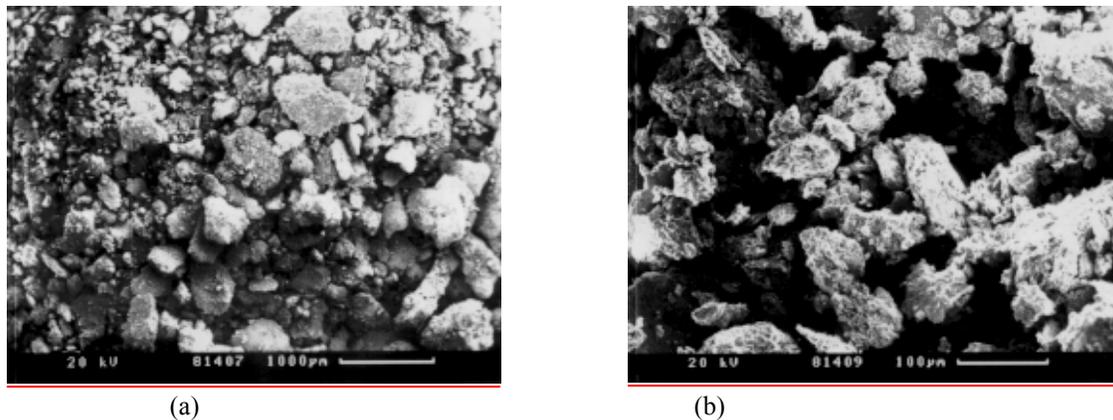
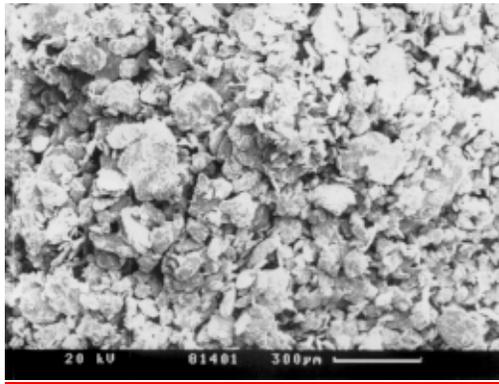


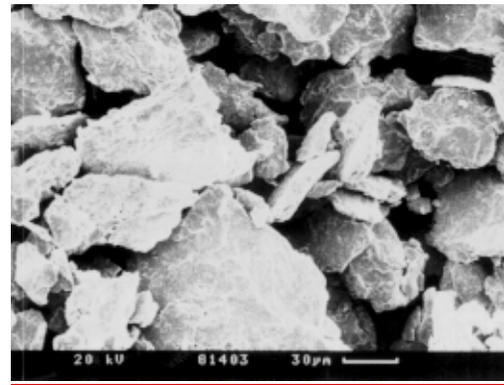
Figura 9. Ensaio V83/2 após 10 horas de moagem Aumento: (a) 20X (b) 200X

### ENSAIO v83/3

Nessa seqüência, houve uma alteração nos parâmetros de processo, com uma redução na relação massa de pó/massa de bolas, e uma simultânea redução na rotação do moinho. Desta feita, não houve a adição de um agente para redução da soldagem das partículas. Da mesma forma que os ensaios anteriores, constatou-se uma tendência gradual na redução do tamanho médio das partículas, observada nas Figuras 10 a 12. Após 10 horas de moagem, o tamanho das partículas variou de 20 a 60  $\mu\text{m}$ , já com uma grande tendência a uma morfologia regular.

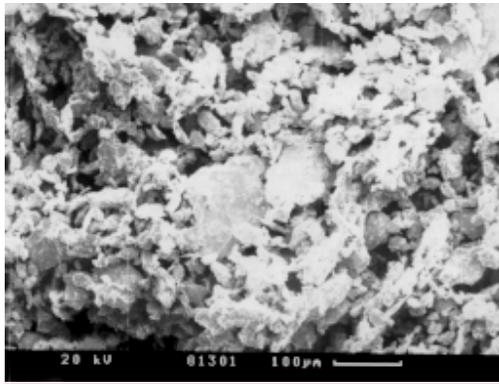


(a)

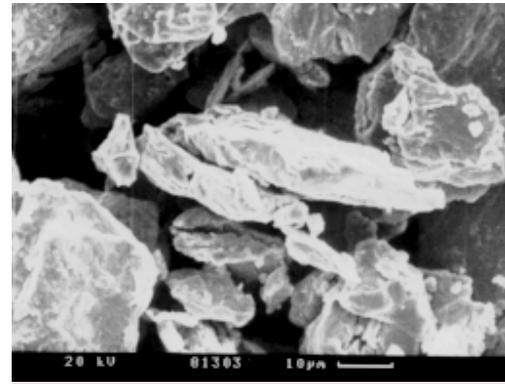


(b)

Figura 10. Ensaio V83/3 após 2 horas de moagem Aumento: (a) 65X (b) 400X.

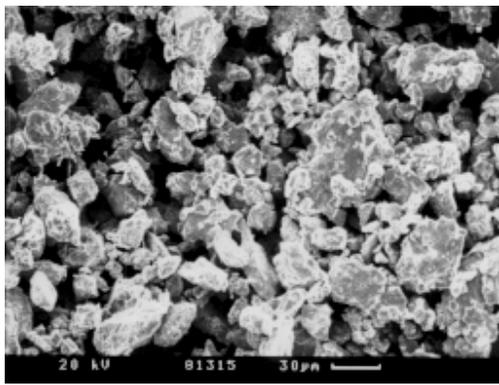


(a)

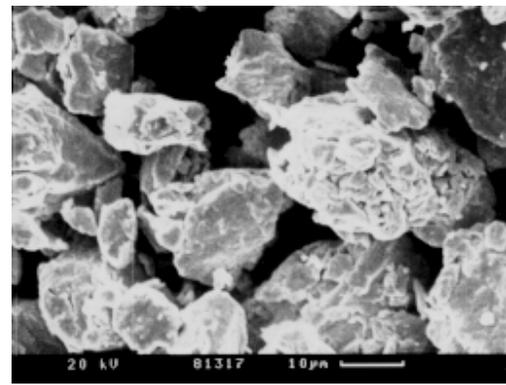


(b)

Figura 11. Ensaio V83/3 após 6 horas de moagem Aumento: (a) 150X (b) 1260X



(a)



(b)

Figura 12. Ensaio V83/3 após 10 horas de moagem Aumento: (a) 350X (b) 1330X

## CONCLUSÕES

1. O tempo de moagem utilizado foi suficiente para a homogeneização do níquel na matriz de ferro.
2. O tamanho médio das partículas aumenta nos estágios iniciais de moagem, com a formação de escamas, para posteriormente diminuir através de mecanismos de fratura.
3. O aumento no tempo de moagem, bem como da relação massa de bolas/massa de pó tende a reduzir o tamanho médio final das partículas.
4. O tamanho de partículas obtido para 10 horas de moagem ainda é muito grande para os objetivos de densificação durante a sinterização (objetiva-se tamanhos médios de partículas de 20  $\mu\text{m}$ )
5. A adição de lubrificante na etapa final de moagem mostrou-se muito interessante, tanto pela mudança na morfologia observada, quanto pelo menor tamanho final de partículas;
6. O equipamento de moagem mostrou-se adequado às finalidades propostas no projeto de pesquisa.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Benjamin, J.S. **Metallurgical Transactions**, v.1, p. 2943-51, 1970
- [2] H. Roskamp et alii. **Powder Metallurgy**, 1996, **39**, (1), 37-43.
- [3] Thumler, F. et al. **Powder Metallurgy**, v.39, n.1, p.37-43, 1996
- [4] W. B. James. **Metal Powder Report**, , **46**, (9), 1991.

## AGRADECIMENTOS

Este trabalho está sendo desenvolvido com apoio financeiro da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP, projeto 96/11795-7.