

ANÁLISE ESTRUTURAL DE MISTURAS DE PÓS METÁLICOS - ELEMENTARES E PRE-ALLOYING - USADOS NA FABRICAÇÃO DE FERRAMENTAS DIAMANTADAS *

Hellen Cristine Prata de Oliveira¹
Amanda Maia Aguiar²
Adriano Corrêa Batista³
Paulo Santos Assis⁴

Resumo

A metalurgia do pó é o processo de fabricação de peças metálicas a partir da sinterização de pós metálicos com características previamente conhecidas, como estrutura, morfologia, tamanho de grão e composição química. A fabricação das peças através do processo de metalurgia do pó consiste basicamente em dois processos principais: processo de compactação, no qual ocorre a mistura e modelagem dos pós metálicos e o processo de sinterização, no qual ocorre o aquecimento destes. A caracterização de 5 amostras de misturas de pós metálicos importados utilizados na fabricação de ferramentas diamantadas foi feita utilizando técnicas como: granulômetro a laser e MEV/EDS. Obteve-se tamanhos médios de partículas de pós com valores entre 25µm e 77µm com uma morfologia do tipo arredondadas, esféricas, agregadas, irregulares e ligamentais para todas as amostras. Identificou-se também que os pós metálicos usados na produção das misturas são compostos de pós puros e pós pré-ligados e que têm basicamente os elementos Cu, Ni, Sn, Fe e Si na sua composição química, sendo que os elementos Pb, S, Cr e Co estão presentes em somente algumas das amostras.

Palavras-chave: Caracterização dos pós metálicos; Morfologia; Composição química.

STRUCTURAL ANALYSIS OF MIXTURES OF METALLIC POWDERS - ELEMENTARY AND PRE-ALLOYING - USED IN THE MANUFACTURE OF DIAMOND TOOLS

Abstract

The powder metallurgy is the process of metal parts manufacturing from metal powder sintering with previously known characteristics, such as structure, morphology, grain size and chemical composition. The production of parts by powder metallurgy process consists in two main processes: compression process, where the mixing and shaping of the metal powders occur and the sintering process, where the heating of these powders occur. The characterization of 5-metallic powder mixtures imported samples used in the manufacture of diamond tools was done using techniques such as laser granulometer and SEM/EDS. Obtained average size of powder particles with values between 25µm and 77µm with a rounded, spherical, aggregate, irregular, ligamentous morphology for all samples. It was also identified that the metal powder used in the production of the mixtures are pure powder compounds and pre-alloyed powders which have basically Cu, Ni, Sn, Fe and Si in its chemical composition, being Pb, S, Cr and Co elements present in only some of the samples.

Keywords: Characterization of metallic powders, Morphology, Chemical composition.

- ¹ Física, Dr^a, Pesquisadora, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.
- ² Engenheira Metalúrgica, Mestranda, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.
- ³ Físico, Doutorando, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.
- ⁴ Engenheiro Metalúrgico, Dr. Ing, Professor, REDEMAT/DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O processo metalúrgico de fabricação de peças metálicas e não metálicas a partir de pós metálicos é chamado metalurgia do pó. Tal processo vem se desenvolvendo gradualmente e diferencia dos processos convencionais pela ausência de fase líquida ou pela presença apenas parcial de fase líquida durante o processamento [1]. Trata-se de uma técnica de fabricação que possibilita a obtenção de peças com características estruturais e físicas diferentes dos outros processos metalúrgicos [2]. Ela permite a obtenção de materiais e componentes na geometria desejada e já na sua forma final, sem ou quase nenhuma operação secundária ou acabamento posterior, e com alto índice de aproveitamento de material [3].

O processo convencional da metalurgia do pó pode ser dividido nas seguintes etapas: obtenção e mistura dos pós, compactação e sinterização. A obtenção dos pós é feita pelo processo de atomização por água no qual o metal é fundido e vazado através de um orifício, formando um filete líquido que é incidido por jatos de água que provocam a pulverização do filete em pós metálicos ou pela redução direta no qual é feita a redução do óxido metálico para a obtenção do material metálico que será moído e peneirado para a obtenção do pó metálico requerido. A compactação que é a aplicação de pressão nos pós, por meio de punções no interior dematrizes com dimensões e geometrias da peça final, corresponde ao compactado verde que será encaminhado para a sinterização.

A sinterização, que é realizada em fornos especiais, pode ser definida como um tratamento térmico que ocorre em temperaturas abaixo da temperatura de fusão do metal ou liga metálica considerada e sob condições controladas de temperatura, tempo e atmosfera, resultando em um material com propriedades mecânicas conforme exigidas para a peça [2].

O processo de obtenção de ligas por metalurgia do pó, a partir dos pós elementares, mostra-se uma alternativa viável, por permitir a obtenção de peças com geometrias complexas e próximas as dimensões finais. Outras características inerentes ao processo como a redução das etapas de usinagem, melhor acabamento superficial e maiores facilidades operacionais podem reduzir o custo final de fabricação. Por isso é importante estudar e caracterizar os pós metálicos antes do processo de compactação e sinterização, pois estas terão intensos reflexos no produto final.

A determinação do tamanho e da morfologia dos pós metálicos é uma importante ferramenta para muitas operações de produção e processamento de peças na metalurgia do pó. Tais características influem de forma expressiva em várias etapas de produção e na microestrutura do material, afetando a resistência mecânica, a densidade e as propriedades térmicas e elétricas dos produtos finais.

Este presente trabalho teve como objetivo caracterizar 5 amostras de pós metálicos, por meio de sua distribuição granulométrica, morfologia, estrutura e composição química. Os pós metálicos são importados da China, foram fornecidos pela Diamond King e são usados na fabricação de ferramentas diamantadas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Os materiais utilizados neste presente trabalho foram os pós metálicos importados usados na fabricação de ferramentas diamantadas: A, B, C, D e E, que foram

analisados e assim as suas composições determinadas. As siglas utilizadas foram designadas durante a pesquisa por desconhecermos seus nomes e composições. Sabe-se que essas 5 amostras são misturas de diferentes pós metálicos com a finalidade de ser usada como elemento de liga na fabricação de ferramentas diamantadas. A importação destas misturas tem um custo elevado, o que torna viável a sua caracterização para identificar os elementos químicos e sua composição para poder diminuir os custos de fabricação destas misturas e, posteriormente, utilizá-las em uma matriz para verificar a sua eficiência na fabricação de ferramentas diamantadas.

2.2 Caracterização dos Materiais

Todo o procedimento experimental foi realizado nos laboratórios da Escola de Minas: Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – DEMET e Departamento de Engenharia Civil – DECIV ambos localizados na Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP.

2.2.1 Granulômetro à laser

O diâmetro médio das partículas dos pós metálicos foi medido em um granulômetro (*laser particle size analyzer*), da marca *Betterzise Instruments LTD*, modelo 2000, disponível no Laboratório de Materiais de Construção Civil (Imc²) do DECIV/UFOP.

2.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

As análises das misturas dos pós metálicos importados foram feitas através do microscópio eletrônico de varredura, da marca Shimadzu/Tescan, modelo Vega 3, disponível no Nanolab do DEMET/UFOP. Seu funcionamento consiste na geração de imagens a partir de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE). Foram analisadas a estrutura, morfologia e o tamanho das partículas das misturas de pós metálicos.

2.2.3 Espectrometria de energia dispersiva

Um espectrômetro por dispersão de energia (EDS) foi acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, da marca Shimadzu/Tescan, modelo Vega 3, disponível no Nanolab do REDEMAT/DEMET/UFOP, com a finalidade de fazer a microanálise pontual dos constituintes metálicos. Obteve-se, assim, informações sobre a composição química das partículas dos pós metálicos de forma semiquantitativa e semiquantitativa.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Granulômetro à Laser

As análises granulométricas dos pós metálicos são apresentadas na Tabela 1, onde é mostrado os diâmetros das partículas dos pós metálicos a 10%, 50% e 90% do material passante pelo laser e o valor do diâmetro médio das partículas de cada pó metálico estudado.

Tabela 1. Valores dos diâmetros das partículas a 10%,50% e 90% dos pós metálicos A, B, C, D e E.

Amostra	D ₁₀ (µm)	D ₅₀ (µm)	D ₉₀ (µm)	D médio (µm)
A	11.90	28.82	70.74	37.15
B	5.15	21.19	49.87	25.40
C	6.44	23.79	55.13	28.45
D	16.10	72.81	146.80	78.57
E	9.58	27.52	70.76	35.95

Analisando a Tabela1, percebe-se uma semelhança na distribuição dos tamanhos das partículas entre as amostras B e C, devido a valores próximos do diâmetro médio, respectivamente, 25,40 µm e 28,45µm. A mesma observação pode ser feita para as amostras A e D, tendo seus diâmetros médios, respectivamente, 37,15µm e 35,95µm.

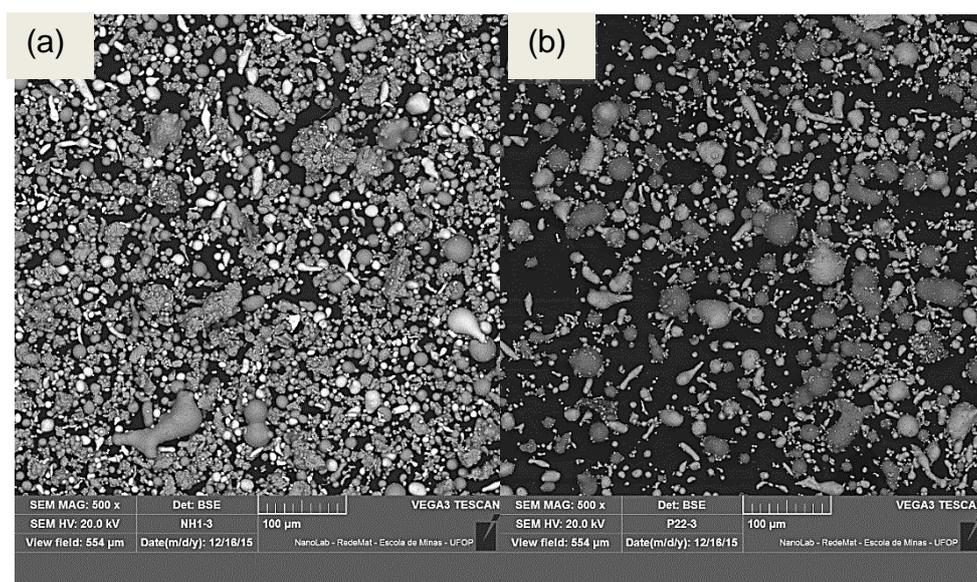
Para a amostra D, verificou-se uma grande variação na distribuição dos tamanhos, o que pode ser comprovado pelo alto valor do diâmetro médio de 78,57µm. Esta variação possivelmente se deve a aglomeração das partículas do pó metálico dispersos na solução, o que dificulta a sua análise.

3.2. Microscopia Eletrônica de Varredura e Microanálise

As micrografias dos pós metálicos analisados foram obtidas utilizando o MEV com elétrons retroespalhados (BSE). Os elétrons BSE fornecem imagem característica de contraste de fase, de composição e de número atômico.

3.2.1. Amostra em pó

A Figura 1 mostra as micrografia obtida no MEV para identificação da morfologia do pó metálico e tamanho das partículas da amostra A, amostra B, amostra C, amostra D e amostra E.



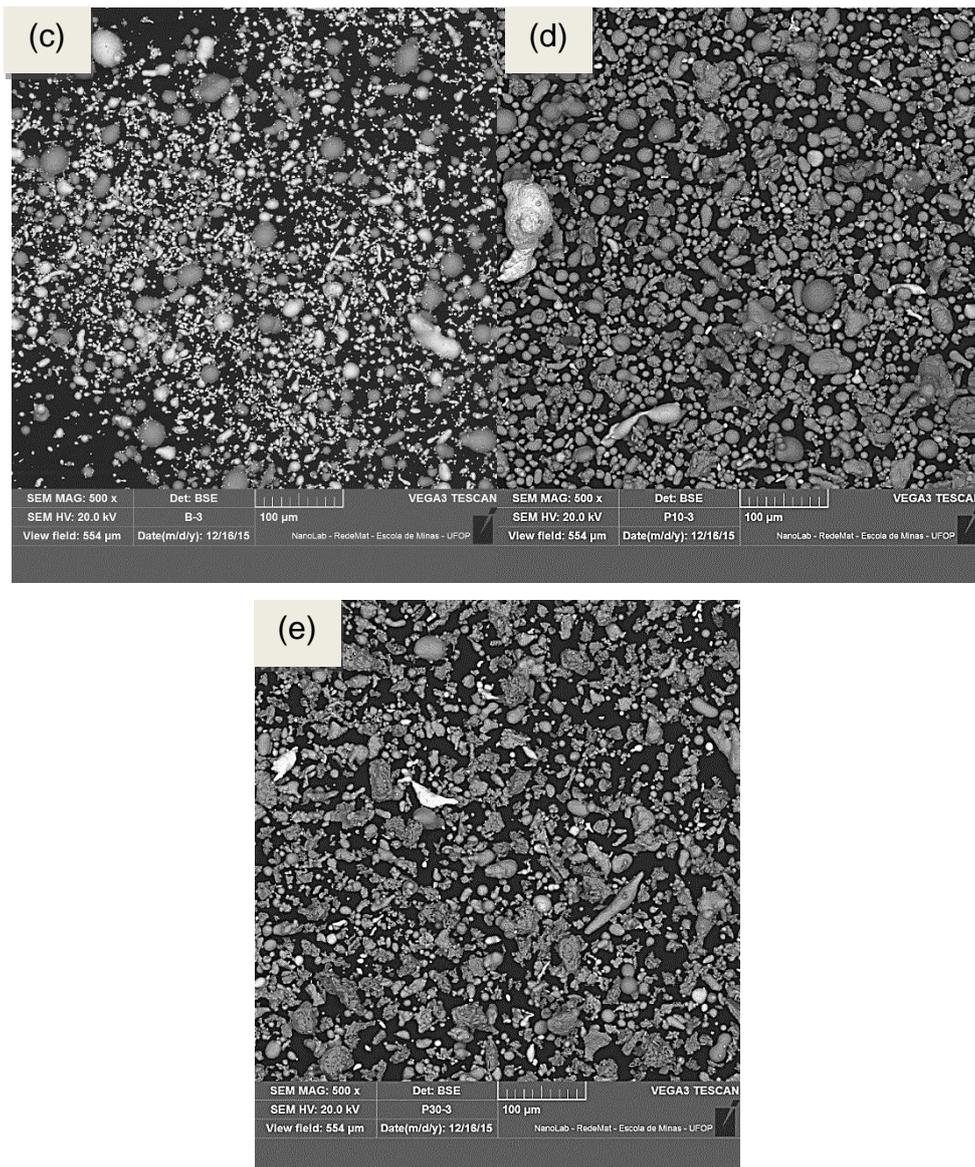


Figura 1: Morfologia da (a) amostra A, (b) amostra B, (c) amostra C, (d) amostra D e (e) amostra E observadas com elétrons BSE.

Conclui-se que as morfologias predominantes nas amostras possuem no geral formatos do tipo gota, esférica, fibrosa, agregado, ligamental, arredondada e irregular.

É possível fazer uma relação entre o número atômico dos elementos e os contrastes observadas nas figuras, sendo que quanto maior o número atômico, mais clara é a tonalidade das partículas.

Possivelmente todas as partículas que apresentam tonalidades semelhantes e morfologia similares, possuem a mesma composição.

Verificou-se que as morfologias dos pós metálicos presentes nas amostras possuem uma grande diversidade, bem como o tamanho das partículas.

3.2.2 Amostras embutidas com resina epóxi

Posteriormente cada amostra foi colocada em resina epóxi e realizada a preparação metalográfica para identificar os constituintes metálicos presentes por meio da análise pontual por EDS.

A Figura 2 mostra a micrografia obtida no MEV para a estrutura das partículas do pó metálico da amostra A, amostra B, amostra C, amostra D e amostra E, após preparação metalográfica

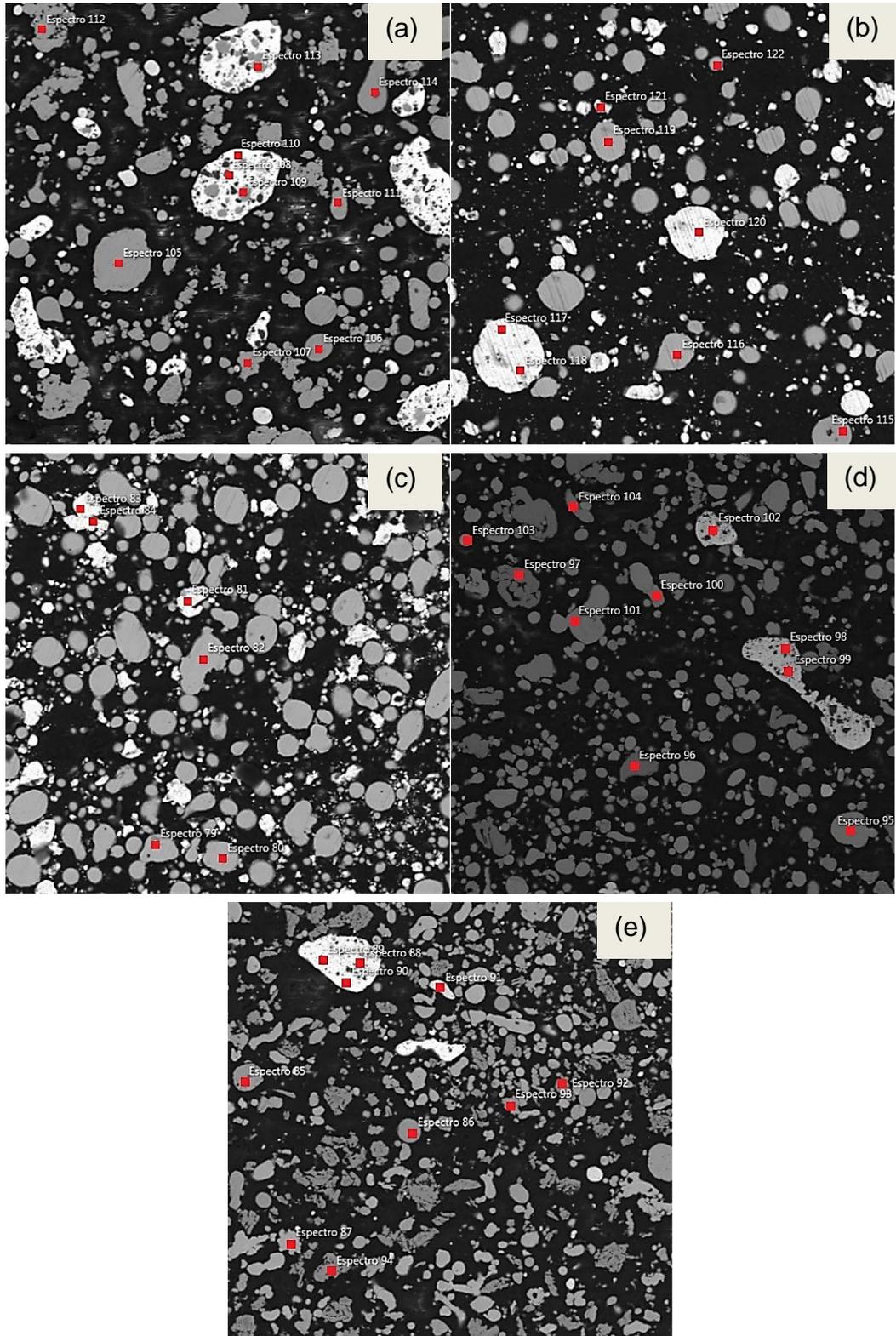


Figura 2. Micrografia da (a) amostra A, (b) amostra B, (c) amostra C, (d) amostra D e (e) amostra E, com aumento de 500x para identificação das regiões da microanálise pontual por EDS.

Tabela 2. Análise química semiquantitativa da amostra A referente à microanálise de modo pontual.

Amostra A							
Espectro	Elemento	% peso	σ (%)	Espectro	Elemento	% peso	σ (%)
105	Cu	97,4	0,2	110	Pb	91,6	0,4
	O	2,6	0,2		O	5,0	0,3
106	Ni	88,3	0,2	111	Cu	3,5	0,3
	Cr	4,0	0,1		Cu	98,4	0,1
	Si	4,0	0,1	O	1,6	0,1	
	Co	2,7	0,2	Cu	98,1	0,1	
107	Fe	1,1	0,1	112	O	1,9	0,1
	Cu	97,5	0,2		Ni	88,5	0,2
108	O	2,5	0,2	113	Si	3,9	0,1
	Si	88,3	0,5		Cr	3,9	0,1
Pb	11,7	0,5	Co		2,8	0,2	
Ni	88,2	0,2	Fe		1,0	0,1	
109	Si	4,4	0,1	114	Ni	88,4	0,2
	Cr	3,9	0,1		Cr	4,8	0,1
	Co	2,6	0,2		Si	3,3	0,1
	Fe	0,9	0,1		Co	1,9	0,1
			Fe		1,5	0,1	

Tabela 3. Análise química semiquantitativa da amostra B referente à microanálise de modo pontual.

Amostra B							
Espectro	Elemento	% peso	σ (%)	Espectro	Elemento	% peso	σ (%)
115	Fe	69	0,2	119	Ni	80,8	0,3
	Cr	18,1	0,2		Si	4,7	0,1
	Ni	7,8	0,2		Fe	4,5	0,1
	Si	5,2	0,1		Co	3,7	0,2
116	Ni	84,9	0,2	120	O	3,5	0,2
	Fe	4,2	0,1		Cr	2,8	0,1
	Si	4,2	0,1	Sn	87,5	0,5	
	Co	3,7	0,2	O	12,5	0,5	
	Cr	3,0	0,1	Sn	87,5	0,5	
117	Sn	85,2	0,5	121	O	11,4	0,5
	O	13,9	0,5		Si	1,1	0,1
	Si	0,9	0,1	122	Ni	84,4	0,2
Sn	84,5	0,5	Fe		4,8	0,1	
O	8,5	0,4	Si		4,1	0,1	
Ni	6,9	0,2	Co		3,7	0,2	
				Cr	3,0	0,1	

Tabela 4. Análise química semiquantitativa da amostra C referente à microanálise de modo pontual.

Amostra C							
Espectro	Elemento	% peso	σ (%)	Espectro	Elemento	% peso	σ (%)
79	Ni	87,2	0,2	82	Ni	87,8	0,2
	Si	5,1	0,1		Si	4,7	0,1
	Cr	4,2	0,1		Cr	4,2	0,1
	Co	2,0	0,1		Co	1,9	0,1
	Fe	1,6	0,1		Fe	1,4	0,1
80	Ni	85,1	0,2	83	Sn	62,4	0,4
	Cr	4,9	0,1		Ni	25,2	0,3
	Si	4,8	0,1		Si	5,3	0,1
	Fe	2,7	0,1		O	5,0	0,5
	Co	2,4	0,1		Cr	1,3	0,1
81	Sn	84,9	0,5	84	Co	0,7	0,1
	O	12,8	0,5		Sn	93,7	0,5
	Ni	2,3	0,2		O	6,3	0,5

Tabela 5. Análise química semiquantitativa da amostra D referente à microanálise de modo pontual.

Amostra C							
Espectro	Elemento	% peso	σ (%)	Espectro	Elemento	% peso	σ (%)
95	Cu	81,9	0,3	101	Cu	86,4	0,3
	Sn	15,4	0,2		Sn	11,4	0,2
	O	2,6	0,2		O	2,2	0,2
96	Fe	100,0	0,0	102	Pb	93,1	0,4
97	Fe	100,0	0,0		O	6,9	0,4
98	Si	100	0	103	Cu	77,5	0,3
99	Pb	86,5	0,5		Sn	16,3	0,2
	O	10,9	0,4		Fe	4,2	0,1
	Sn	2,6	0,3		O	1,9	0,2
100	Cu	83,2	0,3	104	Cu	98,7	0,1
	Sn	14,7	0,2		Fe	1,3	0,1
		O	2,1	0,2			

Tabela 6. Análise química semiquantitativa da amostra E referente à microanálise de modo pontual.

Amostra E							
Espectro	Elemento	% peso	σ (%)	Espectro	Elemento	% peso	σ (%)
85	Cu	95,8	0,2	89	Si	4,3	0,1
	O	3,2	0,2		Co	3,6	0,2
	Fe	1	0,1		Cr	2,8	0,1
86	Ni	84,6	0,2	90	Pb	95,1	0,4

	Fe	5,0	0,1		O	3,8	0,3
	Co	3,8	0,2		Cu	1,1	0,2
	Si	3,6	0,1	91	Pb	100,0	0,0
	Cr	3,0	0,1	92	Fe	98,6	0,2
87	Cu	87,7	0,2	93	Cu	1,4	0,2
	Sn	11,2	0,2		Cu	95,6	0,2
	Fe	1,1	0,1		O	3,1	0,2
88	Si	100,0	0,1		Fe	1,3	0,1
89	Ni	84,9	0,2	94	Fe	99,1	0,2
	Fe	4,4	0,1		Cu	0,9	0,2

Observando-se a imagem gerada por MEV, constatou-se a presença de pós metálicos puros e pós metálicos pré-ligados em todas as amostras, devido à diferença do número atômico dos elementos presentes na amostra. Isto também foi confirmado por meio do EDS de modo pontual realizado na amostras

Ao analisar a amostra A, nota-se que os espectros pontuais 105, 107, 111 e 112 que correspondem a partículas de Cu (pós metálicos puros), entretanto, ao analisar esses espectros na Tabela 3.2, verificou-se a presença de oxigênio devido ao processo de preparação metalográfica.

Para os demais espectros pontuais notou-se aglomerações de elementos químicos dentro das partículas de pós metálicos analisados, como exemplo a partícula que contém os espectros 108, 109 e 110. Esta partícula corresponde ao pó pré-ligado, pois cada partícula é composta de vários elementos diferentes.

Já para a amostra B e para a Tabela 3.3, observa-se que o espectro pontual 120 que corresponde à partícula de Sn (pó metálico puro). Nos espectros pontuais notou-se aglomerações de elementos químicos dentro das partículas de pós metálicos analisados, como exemplo a partícula que contém os espectros 115, 116, 119 e 122. Esta partícula corresponde ao pó pré-ligado, pois cada partícula é composta de vários elementos diferentes.

Para a amostra C, o espectro pontual 84 que corresponde à partícula de Sn (pó metálico puro). Entretanto ao analisar a Tabela 3.4 para esse espectro verificou-se a presença de O₂ devido, possivelmente, ao processo de preparação metalográfica.

Nos demais espectros pontuais verificou-se aglomerações de elementos químicos dentro das partículas de pós metálicos analisados, como exemplo a partícula que contém os espectros 79, 80, 81, 82 e 83. Esta partícula corresponde ao pó pré-ligado, pois cada uma é composta de vários elementos diferentes.

Ao analisar a amostra D, os espectros pontuais 96 e 97 que correspondem a partículas de Fe (pós metálicos puros), ao espectro 98 que corresponde a partículas puras de Si e o espectro 102 que correspondem a partículas puras de Pb, porém, este último, ao ser analisado na Tabela 3.5, constatou-se a presença de O₂ devido ao processo de preparação metalográfica, provavelmente.

Para os demais espectros pontuais notou-se aglomerações de elementos químicos dentro das partículas de pós metálicos analisados, como exemplo a partícula que contém os espectros 95, 99 e 103. Esta partícula corresponde ao pó pré-ligado, pois cada partícula é composta de vários elementos diferentes.

Já para a amostra E, o espectro pontual 88, que corresponde a partícula de Si (pós metálicos puros), entretanto ao analisar a Tabela 3.6 para esse espectro verificou-se a presença de O₂ devido ao processo de preparação metalográfica, possivelmente.

Para os demais espectros pontuais notou-se aglomerações de elementos químicos dentro das partículas de pós metálicos analisados, como exemplo a partícula que contém os espectros 85, 86, 87 e 89 e demais restantes. Esta partícula corresponde ao pó pré-ligado, pois cada partícula é composta de vários elementos diferentes.

De uma forma geral, todas as amostras de mistura de pós metálicos possuem morfologias e estruturas de partículas bem diversificadas, apresentando tamanhos diferentes e presença de pós puros e pós pré-ligados. Trabalho anterior [4] havia revelado para essas amostras através da difração de raios X a diversidade de fases presentes devido as misturas conterem pós elementares e pré-ligados.

As amostras B e C, que possuem o menor tamanho médio de partículas, mostraram, pelas micrografias dos pós em resina, partículas sem nenhuma diferença de número atômico indicando aglomerações de elementos químicos. Após análise pontual das misturas dos pós metálicos foi constatado que existiam partículas com elementos puros e partículas compostas de vários elementos como se fosse uma liga, assim denominada pó pré-ligado.

Para as demais amostras, A, D e E, é nítido pelas micrografias as aglomerações de diferentes elementos químicos dentro das partículas de pós pré-ligados e a presença de partículas com elementos puros (pó puro).

4 CONCLUSÃO

Com este trabalho foi possível concluir que:

- 1- As amostras pesquisadas possuem tamanhos médios de partículas de pós com valores entre 25 μ m e 77 μ m. Entretanto, as amostras A e E apresentam partículas de pós com tamanhos próximos a 36 μ m, enquanto que as amostras B e C também são próximos a 26 μ m. Somente a amostra D possui tamanho médio de partículas de 78,57 μ m, diferente das demais amostras.
- 2- As morfologias das misturas pós metálicos apresentaram diversos tipos, sobressaindo os formatos arredondados, esféricos, agregados, irregular e ligamental para todas as amostras.
- 3- Identificou-se que os pós metálicos usados na produção das misturas são compostos de pós metálicos puros e pós metálicos pré-ligados.

Agradecimentos

À empresa Diamond King pelo fornecimento das misturas de pós metálicos.

REFERÊNCIAS

- [1] FUCHS, C. H. **Estudo do tamanho de grão em amostra de ferro sinterizadas em descarga elétrica de cátodo oco**. 2008. 118f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008.
- [2] DELFORGE, D. Y. M.; FERREIRA, I.; SILVA, C. G. R. D.; PARIS, E. A. G.; MARCELO, A. L., e NOVAES, R. H. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material: uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 95-100, 2007.
- [3] BONATO, M. M. **Resistência à corrosão do aço ABNT 316L injetado sinterizado**. 2003. 120f. Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e de Materiais) –

Faculdade Engenharia Mecânica e de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica do Paraná, Curitiba, 2003.

[4] AGUIAR, A. M.; SILVA, A. C. G.; OLIVEIRA, H. C. P.; ASSIS, P. S. **Caracterização estrutural de pós metálicos usados na fabricação de matrizes metálicas.** In.: Anais do 22º CBECIMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. Natal, RN, p. 5753-5764, 2016.