

AVALIAÇÃO DA MICRODUREZA NAS LIGAS DE FE-CU-NB OBTIDAS POR Prensagem A QUENTE *

Hellen Cristine Prata de Oliveira ¹
Raissa Capanema Mendes da Silveira ²
Paulo Santos Assis ³

Resumo

Esse trabalho, tem como intuito estudar as ligas metálicas 56,66%Cu – 28,33%Fe – 15%Nb; 50%Cu – 25%Fe – 25%Nb; 43,34%Cu – 21,67%Fe – 35%Nb e 36,33%Cu – 18,33%Fe – 45%Nb, submetidas à sinterização nas condições de prensagem a quente a 800°C/35MPa/3 min. Foi observado o comportamento da estrutura quando se aumenta o teor, em peso, de nióbio nas ligas. Para maior entendimento das propriedades mecânicas das matrizes metálicas, com ênfase a relação da microdureza Vickers com a dureza, fez-se difração de raios X, microscopia ótica, microscopia de varredura, medição da dureza e microdureza Vickers, além da densidade relativa e porosidade. Avaliou-se o processo de sinterização e a efetividade da mesma entre os elementos de Fe, Cu e Nb. Os resultados revelam o aumento do teor de nióbio, favorecendo a formação de soluções sólidas, indicando melhor propriedades mecânicas. Além disso, percebe-se relação direta entre a dureza com a microdureza Vickers.

Palavras-chave: Caracterização microestrutural; Microdureza Vickers; Prensagem a quente.

MICROHARDNESS EVALUATION IN FE-CU-NB ALLOYS OBTAINED BY HOT PRESSING

Abstract

This paper has as objective to study specific metal alloys used in the metal matrix composites to compound rock cutting tools. The alloys compositions studied are 56,66%Cu – 28,33%Fe – 15%Nb; 50%Cu – 25%Fe – 25%Nb; 43,34%Cu – 21,67%Fe – 35%Nb e 36,33%Cu – 18,33%Fe – 45%Nb. Those materials were submitted to sintering conditions of 800°C temperature, 35Mpa pressure and 3min time. It was observed the structure behavior when the Nb weight grade is increased in the alloys. For a better mechanical properties comprehension of the metal matrixes, some tests were made as follows: x-ray diffraction, optical microstructure characterization, scanning electron microscopy, bulk density and porosity and, mainly, Vickers Hardness and Microhardness. The sintering process was assessed, as well as, its effectiveness using those elements. The results show that the Nb increase favors solid solutions formation, indicating better mechanical properties. Besides that, realize the direct relation between Vickers Hardness and Microhardness.

Keywords: Microstructural characterization; Vickers Microhardness; Hot pressing.

¹ Física, Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais, Pesquisadora, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

² Engenheira Metalúrgica, setor técnico da aciaria/refino secundário, Arcelor Mittal Tubarão, Vitória, ES, Brasil.

³ Engenheiro Metalúrgico, Dr. Ing. Professor, REDEMAT/DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Metalurgia do Pó (M/P) é uma técnica de fabricação de produtos metálicos, ferrosos ou não ferrosos, que consiste em três etapas principais: obtenção do pó metálico, conformação do mesmo e em seguida tratamento térmico de sinterização, com o objetivo de melhorar a coesão da estrutura interna.

Diferente dos processos metalúrgicos convencionais de fusão, a M/P não segue o diagrama de fases por não ser termodinamicamente estável. Considerando essa característica do processo, o material é submetido a temperatura abaixo do ponto de fusão, sob atmosfera, pressão e tempo controlados. Cabe ressaltar que, nesse processo há ausência de fase líquida ou presença parcial desta, apenas durante o processamento.

A metalurgia do pó possibilita a fabricação de peças e partes metálicas de formatos complexos, formas definidas ou praticamente definidas, e alta qualidade, com tolerância bem definida e de maneira econômica, com mínima perda de matéria prima.

O uso de nióbio (Nb) como elemento alternativo ao cobalto (Co) na fabricação de ferramentas diamantadas tem despertado um grande interesse devido o Brasil deter cerca de 98% deste mineral. Entretanto, pesquisas estão sendo desenvolvidas para melhor entendimento da interação de ferro (Fe), cobre (Cu) e nióbio (Nb) durante a sinterização para uso como matriz metálica[1,2].

Além disso, é importante mencionar que o desempenho de uma ferramenta diamantada depende, dentre muitos fatores, do tipo de diamante usado, isto é, tamanho, estrutura, resistência. A vida e a força de corte de uma ferramenta diamantada dependem do efeito combinado de todos os diamantes na superfície da ferramenta e do material a ser cortado [2].

O trabalho em questão consiste no estudo de 4 ligas metálicas do sistema Fe-Cu-Nb, variando a porcentagem de Nb em 15, 25, 35 e 45% em peso, produzidas pela técnica de metalurgia do pó – prensagem a quente adotando os parâmetros 35MPa, 800°C e tempo de 3 minutos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho, foram estudadas as matrizes metálicas ligantes para ferramentas diamantadas do sistema Fe-Cu-Nb variando os teores de 15 a 45%Nb em peso, de acordo com as seguintes composições:

- 28,34%Fe – 56,66%Cu – 15%Nb
- 25%Fe – 50%Cu – 25%Nb
- 21,67%Fe – 43,33%Cu – 35%Nb
- 18,34%Fe – 36,66%Cu – 45%Nb

A sinterização dos pós metálicos foi feita por prensagem a quente (Metalurgia do Pó), usando os parâmetros de sinterização: 35MPa / 800°C / 3 min.

Para melhor entendimento deste comportamento mecânico, à medida que se altera o teor de nióbio, realiza-se medições da microdureza e dureza Vickers, densidades aparente e relativa e, determinação da porosidade. Ressalta-se que as fases presentes nas ligas metálicas foram identificadas através das análises por Difração de Raios X (DRX) e microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers, através do Microdurômetro Digital Pantec modelo HXD-1000TM, realizado no Laboratório de Tratamentos

Térmicos e Microscopia Ótica (LTM), com carga 50gf/mm² por 5 segundos das fases presentes nas 4 ligas metálicas (Fe-Cu-15%Nb; 25%Nb; 35%Nb e 45%Nb), para acompanhar a influência do teor de Nb nas propriedades mecânicas.

Para as medidas de dureza Vickers (HV5) foi utilizado uma carga de 50kgf/mm² durante 15 segundos nas 4 amostras para verificar o comportamento mecânico das mesmas.

A densidade relativa (ρ_R) das amostras foram adquiridas a partir da relação da densidade aparente e a densidade teórica, que demonstra a diferença entre a densidade experimental do material sinterizado e a densidade teórica.

A partir da densidade relativa é possível calcular a porosidade da amostra. A porosidade (P) é uma estimativa da quantidade de poros existentes nos materiais, que se obtém a partir da diferença entre 100 e a densidade relativa do material ($100 - \rho_R$). A análise da porosidade revela o quanto poroso está o material, sendo esta também pode observada pela microestrutura e pela diminuição das propriedades mecânicas.

A análise difratométrica (DRX) das amostras pesquisadas foram efetuadas em um difratômetro do tipo comercial, marca Shimadzu, modelo XRD 7000, a varredura foi feita variando 2θ de 30 a 100°, com passo ($\Delta\theta$) de 0,03 s e tempo de 0,5 s, usando a radiação de Cu-K α .

A determinação dos picos dos difratogramas e a identificação das fases presentes nas matrizes metálicas foram realizadas com o auxílio do banco de dados cristalográficos do JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standards) e CIF (Crystallograph Standart).

A análise da microestrutura das matrizes foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Tescan, modelo VEJA 3 LM, realizado no laboratório Nanolab – UFOP, sendo as imagens geradas a partir de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os difratogramas obtidos das ligas Fe-Cu-Nb, onde o teor de Nb varia: 15, 25, 35 e 45% em peso.

Nas ligas analisadas por DRX, verificou-se a coincidência dos picos relativos às fases Cu, Nb e solução sólida Fe(α). Observa-se, nas ligas metálicas estudadas, um possível desmembramento dos picos a medida que aumenta a concentração de Nb, referentes aos ângulos próximos a 37°, 69° e 95°, favorecendo a transformação de fase.

Nota-se que na matriz metálica com 15%Nb nos ângulos próximos a 44° e 82,5° encontra-se picos que relevam formação de solução sólida. Nas amostras de 25%Nb percebe-se picos nos ângulos próximos a 37,5°, 45° e 82,5°, esse desmembramento de picos, com sutis alterações, também é encontrado nas matrizes de 35%Nb. Na matriz com 45%Nb a transformação de fases é encontrada nos ângulos próximos a 37,5°, 45°, 70°, 82,5° e 95°.

Entende-se que obtenção das soluções sólidas secundárias decorrente da interação entre os elementos Fe-Nb foi mais expressiva quando se aumenta o teor de Nb, conseqüentemente decréscimo do teor de Fe e Cu [2,3].

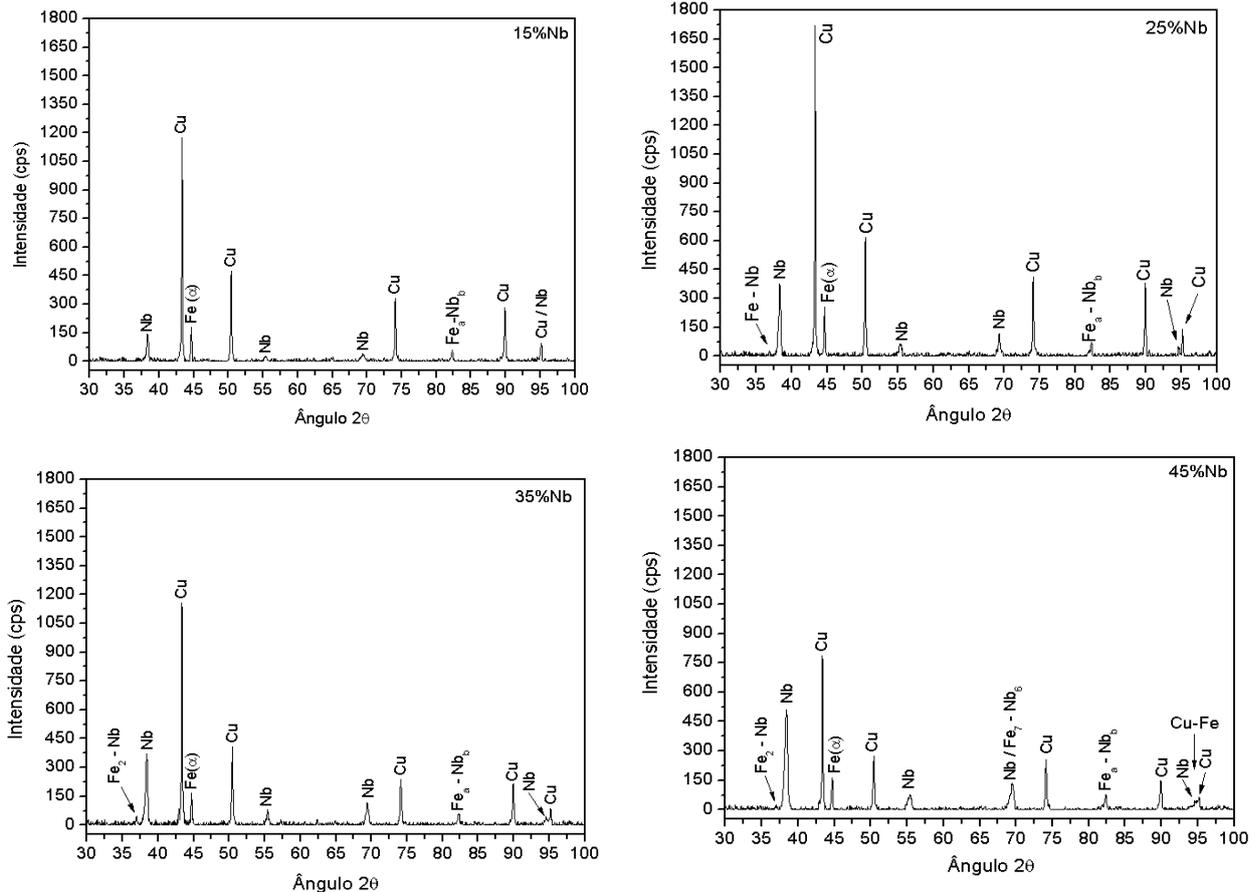
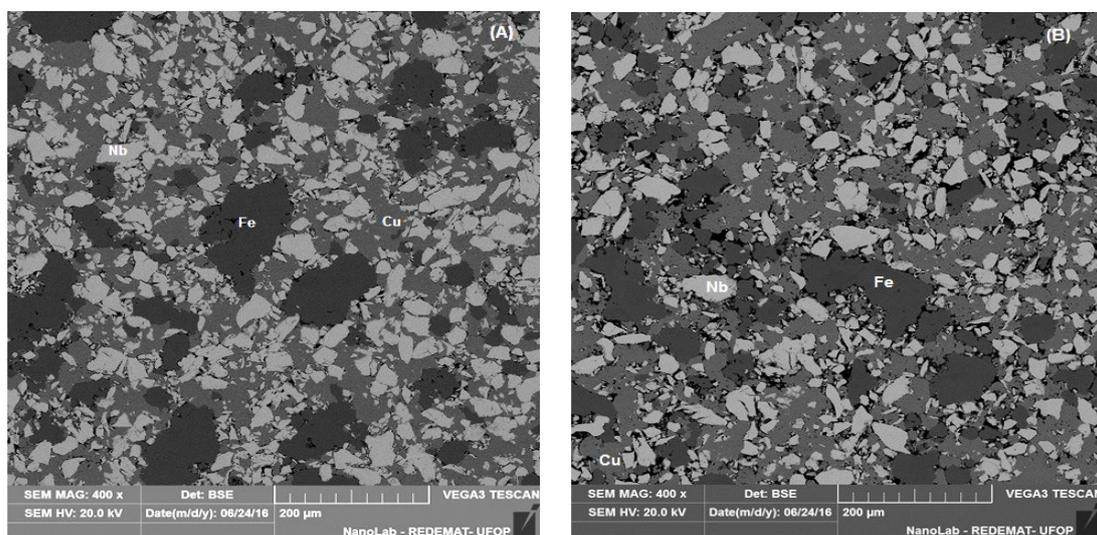


Figura 1- Difratogramas obtidos das ligas de Fe-Cu-Nb, onde o teor de Nb varia: 15%, 25%, 35% e 45% em peso.

As matrizes metálicas foram submetidas à análise microestrutural para avaliar a efetividade da sinterização através dos componentes estruturais, porosidade, segregação e formação de fases, conforme mostra a Figura 2.

As ligas apresentam diferenças em relação à microestrutura devido à concentração de Nb, formando aglomerados de partículas de Fe e Nb dispersas pela matriz de Cu, revelando a interação através das interfaces dessas partículas.



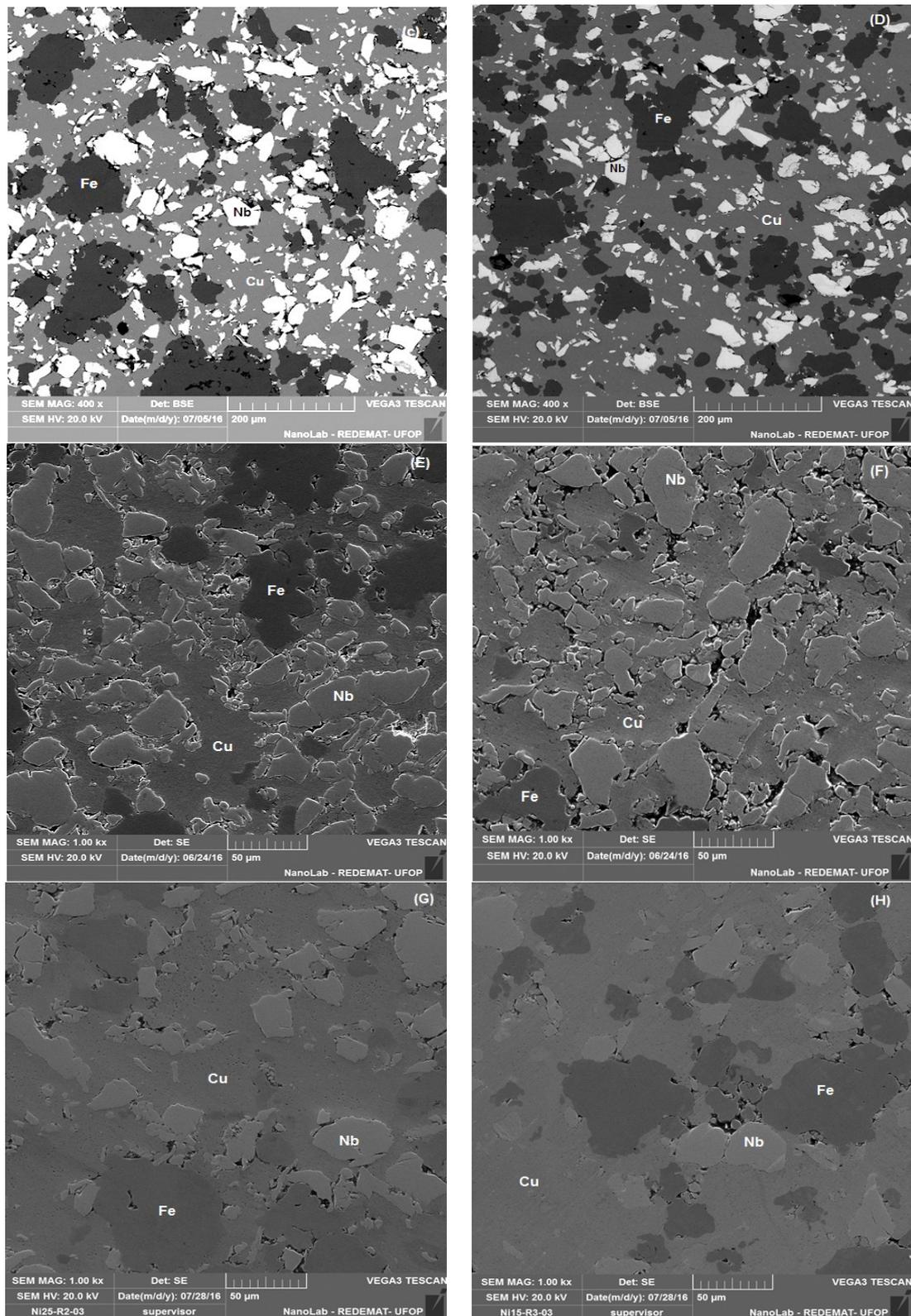


Figura2 – Microestrutura das ligas de Fe-Cu-Nb obtidas por MEV, onde o teor de Nb varia: (a,b) 45, (c,d) 35, (e,f) 25 e (g,h) 15% em peso. Ampliação: (a,b,c,d) 400x; (e,f,g,h) 1000x

Relacionando a liga de 35%Nb com as demais, percebe-se um aumento da quantidade de poros para esta liga, o que implica resultados piores nas propriedades mecânicas e físicas.

Verificou-se que nas imagens de elétrons secundários a topografia da amostra tem relação com a densidade, nota-se que o nióbio tem mais densidade, admitindo topografia mais elevada. Em contrapartida o cobre é elemento de menor densidade, sendo assim mais macio, topografia mais baixa. O ferro admite densidade e topografia intermediárias.

Percebe-se, presença de poros, provavelmente esféricos, acusando estágio final e efetividade na sinterização. A presença de poros, originalmente ocupado pelo cobre, possivelmente, se dá pelo inchaço na sinterização. Além disso, há um rearranjo das partículas de Fe no momento de sinterização que provoca contração, indo em contrapartida ao inchaço que ocorre com o Cu [2].

As matrizes metálicas foram conduzidas ao teste de Dureza Vickers (HV5), densidade relativa (ρ_R) e porosidade (P), conforme Tabela 1.

Tabela 1 – Densidade Relativa (ρ_R), porosidade (P) e dureza HV5 das amostras pesquisadas.

Amostras	ρ_R (%)	P (%)	HV5 (kgf/mm ²)
15%Nb	96,68	3,32	98,46
25%Nb	90,65	9,35	99,38
35%Nb	86,83	13,17	92,20
45%Nb	86,72	13,28	98,95

Observa-se mudança dos valores de dureza HV5 à medida que aumenta o teor de Nb na matriz. Ao aumentar de 15% para 25% Nb, em peso, percebe-se aumento da dureza, passando de 98,46 para 99,38 kgf/mm². No entanto, ao aumentar o teor de Nb de 25% para 35%, ocorre um decréscimo no valor da dureza, atingindo 92,20 kgf/mm²; enquanto que, de 35% para 45%Nb o valor aumenta para 98,95 kgf/mm².

Este mesmo comportamento não pode ser relacionado com a densidade relativa e porosidade, que interferem em um material com melhores propriedades. A formação de solução sólida pode explicar a variação nos teores de dureza HV5 mesmo com baixos valores de densidade relativa e elevada porosidade.

Nota-se que a medida que se altera o teor de Nb, 15%, 25%,35% e 45% em peso, há acréscimo da concentração de poros, ou seja, aumento da porosidade.De certa forma, a dispersão dos valores de dureza HV5 observados pode estar relacionada ao aumento do teor de Nb na matriz.

Mas também, segundo os valores de densidade e porosidade, a presença de poros prejudica as propriedades mecânicas e físicas desses materiais sinterizados resultando em valores inferiores de dureza e densidade. Isto é muito perceptível para a matriz com 35%Nb quando comparada às demais.

Pode-se atribuir a variação dos valores de dureza HV5 das matrizes metálicas com Nb à formação de soluções sólidas de Fe-Nb. A matriz com 15%Nb, devido a baixa porcentagem de Nb e a imiscibilidade do mesmo ao Fe, apresenta pouca formação de solução sólida [4].

Ao aumentar para 25%Nb, a quantidade de solução sólida aumenta, uma vez que com o acréscimo de Nb a rede cristalina fica saturada com átomos de Fe, sofrendo transformações de fases gerando mais soluções sólidas.

A partir de 35%Nb, percebe-se um decréscimo no valor da dureza, uma possível explicação é a baixa densidade devido à presença de porosidade. No caso de 45%Nb, aumenta as soluções sólidas de FeNb e CuFe e conseqüente aumenta a dureza, comparando com a matriz de 35%Nb [4].

O endurecimento por formação de solução sólida de Cu em Fe promove o aumento de algumas propriedades mecânicas de interesse. Dentre elas pode-se destacar a resistência à tração e a dureza, as quais podem ser acrescidas em magnitude da ordem de 50 a 60%, em comparação ao Cu e Fe puros [2].

Os valores de dureza para as ligas estudadas são satisfatórios, para as quatro ligas metálicas estudadas e condizentes com os resultados encontrados na literatura [2,4-7]. Além disso, a presença de soluções sólidas dispersas na matriz de Cu tem relação com o teor de Nb e apresentam grande influência nas propriedades mecânicas finais.

Em relação a densidade relativa, a liga com 15%Nb e 25%Nb apresentam resultados satisfatórios, admitindo valor de 96,61% e 90,70% respectivamente. O melhor resultado de densidade relativa é da liga metálica com 15%Nb, já que apresenta o maior valor dentre as demais, ou seja, é a que mais se aproxima dos valores encontrados na literatura [4].

Os valores de densidade relativa para as matrizes metálicas com 35%Nb e 45%Nb, também são satisfatórios, embora sejam inferiores das demais ligas. Sugere-se que com adição de Nb (ligas com 35%Nb e 45%Nb) tenham maior porosidade, o que acarreta em menor densidade. Esta relação entre poros e densificação é atribuído ao fato de que o principal mecanismo de transporte de massa para a densificação é basicamente limitado pela fase rica em Cu. As quantidades presentes de partículas sólidas induzem uma alta deformação que age aumentando a força motriz para a densificação [4].

As densidades tenderam a diminuir à medida que se adicionou Nb. Sugere-se que com a adição de Nb condiciona formação de fases secundárias de maior dureza e conseqüentemente reduz a compressibilidade, o que acarreta em maior porosidade [8]. Além disso, como observado por Oliveira e colaboradores [2,3], a quantidade de poros diminui com o aumento do teor de Cu, que como conseqüência promove a densificação.

Durante a sinterização, a porosidade da estrutura tende a ser fechada. Para isto, o material deve ser deslocado para preencher os espaços vazios.

O aumento da porosidade pode ser atribuído aos diferentes valores de coeficiente de difusão dos elementos em contato, gerando porosidade como conseqüência da interdifusão dos elementos. Assim, aumentando o teor de Nb, intensifica as reações de interdifusão que impacta no aumento de porosidade [8].

Segundo Oliveira [4] e Del Villaret al. [5] a relação entre poros e densificação pode ser explicada pelo fato de que os principais mecanismos de transporte de massa para a densificação são praticamente limitados pela fase rica em Cu. As soluções sólidas presentes induzem uma alta deformação que agem aumentando a força motriz para a densificação. No entanto, não se obteve resultados bem-sucedidos para as ligas metálicas, principalmente de 35% e 45%.

Constata-se, então, que a liga de 15%Nb e 25%Nb apresenta os melhores valores de propriedades físicas e mecânicas.

A Tabela 2 mostra a variação da microdureza das fases de ferro, cobre e nióbio presentes na liga Fe-Cu-Nb.

Tabela 2 - Microdureza Vickers (HV0,05) da liga Fe-Cu-Nb com variação no teor de Nb: 15%, 25%, 35% e 45% em peso.

Amostras	Microdureza do Ferro	Microdureza do Cobre	Microdureza do Nióbio
15%Nb	127,00 gf/mm ²	88,04 gf/mm ²	216,79 gf/mm ²
25%Nb	122,32 gf/mm ²	84,82 gf/mm ²	198,32 gf/mm ²
35%Nb	119,85 gf/mm ²	72,11 gf/mm ²	182,11 gf/mm ²
45%Nb	138,39 gf/mm ²	91,5 gf/mm ²	202,46 gf/mm ²

Verifica-se que existe uma variação na microdureza HV0,05 para as matrizes metálicas, sendo que o Cu apresenta menor valor de microdureza nas quatro matrizes metálicas, sendo um elemento dúctil e o Nb maior valor de microdureza nas matrizes metálicas.

O comportamento dos elementos Fe, Cu e Nb, em relação a microdureza, apresenta a mesma tendência nas quatro matrizes. Com aumento do teor de Nb, a microdureza dos elementos diminui até a matriz de 35%Nb, com posterior aumento do teor de Nb, de 35%Nb para 45%Nb, a microdureza dos elementos aumenta.

Ressalta-se que para liga de 15%Nb tem maior valor de microdureza para o Nb, comparada com as demais ligas, comportamento fora da curva. Nas medições notou-se que as periferias das amostras apresentaram endentação com valores de microdureza mais expressivo, mais condizentes com os valores apresentados na literatura. Já no centro, o Nb apresentou menores valores de 60 microdureza que o esperado. Como as medições foram aleatórias, os grãos escolhidos para medição podem ter influenciado nos resultados finais.

Comparando com os valores de dureza percebe-se relação entre essas duas propriedades. Nota-se que para matriz metálica de 35%Nb apresenta o menor valor de dureza (92,20kgf/mm²), enquanto a matriz metálica de 45%Nb apresenta o maior valor de dureza (100,80kgf/mm²).

Sugere-se que à medida que aumenta teor de Nb, eleva a concentração de poros proporcionando aumento na concentração de microporos intragranulares, como pode ser observado nas imagens de MEV. Os poros dentro dos grãos e na matriz de cobre, possivelmente, são principais responsáveis pela queda de microdureza nas amostras.

Na liga metálica de 35%Nb tem-se ao analisar o MEV teve a impressão de poros maiores e quantitativamente mais expressivos, supostamente, pela ineficiência da sinterização. Essa condição faz com que a microdureza desta liga apresentem os menores valores e conseqüentemente influência nas propriedades mecânicas da liga, piorando-a.

De modo geral, nota-se que os poros apresentam tamanho significativo e apresentam distribuição aleatória nos grãos. Raramente nota-se que os poros estão interligados e pode-se dizer que apresentam forma irregular.

Ao relacionar com a porosidade, notou-se que os valores de microdureza tiveram comportamento opostos que os valores obtidos de porosidade. Aumentando o teor de Nb a porosidade tende a aumentar e a microdureza tende a diminuir, até 35%Nb. Sugerindo que esse seja o principal fenômeno que interfere no valor de microdureza.

Ressalta-se que para matriz metálica de 45%Nb embora tenha porosidade elevada, tem mais interações entre Fe e Nb, possibilitando formação de mais fases secundárias, que acarretaram em aumento das propriedades mecânicas dessa liga. Possivelmente as soluções sólidas formadas nessa liga influenciaram para obter ganho nos valores de microdureza.

4 CONCLUSÃO

- 1) A distribuição dos elementos Fe, Cu e Nb na matriz metálica é heterogênea, dificultando interação destes elementos, sendo obstáculo para formação de soluções sólidas. Percebeu-se formação de fases secundárias, mas os efeitos termodinâmicos não foram suficientes para promover em quantidade considerável.
- 2) Não houve interações significativas entre os elementos Fe, Cu e Nb para o parâmetro de sinterização usado, no entanto, nota-se interações ocorrendo preferencialmente nos contornos de grão, sendo esse o principal mecanismo difusional.
- 3) Em relação à dureza HV5, a matriz metálica 21,67%Fe–43,33%Cu–35%Nb apresentou pior resultado, 92,20(kgf/mm²), comparando-a com as demais ligas estudadas. Esse resultado está relacionado com o mecanismo de densificação do Cu, que não condicionou a diminuição da porosidade.
- 4) A medida que aumenta a quantidade de Nb na matriz metálica, favorece a formação das fases secundárias. Somado a isso, as propriedades foram melhoradas devido ao mecanismo de densificação e a diminuição da porosidade, indicando efetividade no processo de sinterização.
- 5) As matrizes metálicas de 35%Nb e 45%Nb apresentam os menores resultados referentes à densidade relativa, indicando ocorrência de porosidade durante a sinterização. A liga com 15%Nb apresentou maior valor de densidade relativa, seguida pela liga com 25%Nb.
- 6) A liga de 25%Nb tem maior dureza HV5 (99,38 kgf/mm²) fator atribuído à formação de soluções sólidas, enquanto a liga de 35%Nb o menor resultado (92,20 Kgf/mm²).
- 7) A amostra com 35%Nb teve os menores valores de Microdureza Vickers HV0,05 comparando com as demais ligas analisadas, fato atribuído principalmente a presença de poros intragranulares.

Agradecimentos

À empresa Metalpó pelo fornecimento dos pós metálicos de Fe e Cu.

REFERÊNCIAS

- 1 Chiaverini, V. Metalurgia do pó técnicas e produtos. 3.ed. São Paulo, 352p. 1992.

- 2 Oliveira, H.C.P. Influência de Adições de Nióbio no Sistema Ferro-Cobre para Atuar como Matriz Ligante em Ferramentas Diamantadas. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, RJ.2010. 230f.
- 3 Oliveira, H.C.P; batista, A.C; Perpétuo, G.J; assis, P.S. Comportamento estrutural das matrizes metálicas do sistema Fe-Cu-Nb obtidas por prensagem a quente. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais - 22º CBECiMat, Natal, RN, Brasil. 2016, p.5911-5928.
- 4 Oliveira, H.C.P; Batista, A.C. Análise das propriedades mecânicas das matrizes metálicas Fe-Cu-Nb obtidas pela técnica de metalurgia do pó. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais - 21ºCBECiMat, Cuiabá, MT, Brasil. 2014, p.5511-5520.
- 5 Del Villar, M.; Muro, P.; Sánchez, J.M.; Iturriza, I.; Castro, F.Consolidation of diamond tools using Cu-Co-Fe based alloys as metallic binders. Powder Metallurgy. 2001, 44(1): 82-90.
- 6 Clark, I.E.; Kamphuis, B. Cobalite HDR – A New Prealloyed Matrix Powder for Diamond Construction Tools. Industrial Diamond Review. 2002, (3):177-182.
- 7 Kamphuis, B.; Serneels, B. Cobalt and nickel free bond powder for diamond tools: Cobalite CNF. Industrial Diamond Review. 2004, (1): 26-32.
- 8 Neves, M.D.M. Sinterização de misturas de pós de ligas de ferro para aplicação automotivas. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais), Universidade de São Paulo, São Paulo/SP, 2005. 131f.