

## UTILIZAÇÃO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E MICROANÁLISE POR EDS NA ANÁLISE ESTRUTURAL DAS MATRIZES METÁLICAS 25%FE-50%CU-25%NBH OBTIDAS POR PRENSAGEM A QUENTE \*

Marina Furbino Martins<sup>1</sup>  
Hellen Cristine Prata de Oliveira<sup>2</sup>  
Priscila de Souza André<sup>3</sup>  
Adriano Corrêa Batista<sup>4</sup>  
Paulo Santos Assis<sup>5</sup>

### Resumo

O presente trabalho tem como objetivo estudar o comportamento estrutural das matrizes metálicas 25%Fe-50%Cu-25%NbH obtidas por prensagem a quente para diferentes temperaturas de sinterização. Os pós metálicos foram misturados e em seguida prensados a quente, com os seguintes parâmetros de sinterização: 35MPa, 3min e 750°C/850°C/950°C. Realizaram-se nestes sinterizados microscopia eletrônica de varredura e microanálise por espectroscopia dispersiva de energia a fim de avaliar a estrutura resultante do processo de sinterização das matrizes metálicas e a efetividade da sinterização entre os elementos Fe, Cu e NbH. Com os resultados foi possível identificar os elementos Fe, Cu e Nb presentes na matriz metálica e uma distribuição heterogênea dos mesmos, sem a ocorrência de segregação no material. Com o aumento da temperatura de sinterização observou-se maior interação entre os elementos Fe, Cu e Nb, principalmente nos contornos de grão através da microanálise por EDS em linha. A técnica MEV é vantajosa para análise morfológica, topográfica e observação de regiões com composições químicas distintas devido ao peso atômico. Na microanálise por EDS, os resultados são semiquantitativos e semiqualitativos e podem indicar a presença de estequiometrias relacionadas a presença de uma possível fase (microanálise pontual) que pode ser confirmada com a análise de difração de raios X.

**Palavras-chave:** Microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS; Metalurgia do pó; Caracterização estrutural.

### USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPY AND MICROANALYSIS BY EDS IN THE STRUCTURAL ANALYSIS OF METAL MATRIXES 25%FE-50%CU-25%NBH OBTAINED BY HOT PRESSING

#### Abstract

The present work aims to study the structural behavior of the metal matrixes 25%Fe-50%Cu-25%NbH obtained by hot pressing due to different sintering temperatures. The metallic powders were mixed and then hot-pressed, with the following sintering parameters: 35MPa, 3min and 750°C/850°C/950°C. The sintered materials were analyzed by SEM and EDS to evaluate the microstructure resulting from the process of sintering metal matrix and the effectiveness of the sintering between Fe, Cu and NbH elements. The results showed Fe, Cu and Nb phases and a heterogeneous distribution, with no occurrence of segregation in the material. As the sintering temperature increased, a higher interaction between the Fe, Cu and Nb elements was observed, especially in the grain boundaries through in-line EDS microanalysis. The SEM technique is advantageous for morphological, topographic and observation of regions with different chemical compositions due to the atomic weight. In microanalysis by EDS, the results are semiquantitative and semiqualitative and may indicate the presence of stoichiometry related to the presence of a possible phase (microanalysis point) that can be confirmed with X-ray diffraction analysis.

**Keywords:** SEM and EDS microanalysis; Powder metallurgy; Structural characterization.

<sup>1</sup> Engenheira Metalúrgica, Mestranda, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP), Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>2</sup> Física, Dr<sup>a</sup>, Pesquisadora, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>3</sup> Engenheira Química, Mestranda, REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>4</sup> Físico, Dr., professor, Coordenadoria de Física, Instituto Federal de Minas Gerais – Campus Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.

<sup>5</sup> Engenheiro Metalúrgico, Dr.Ing, professor, REDEMAT/DEMET, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil..

## 1 INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó é uma técnica de conformação mecânica que utiliza pós metálicos e não metálicos como matéria prima. O processo é normalmente utilizado quando técnicas convencionais de fabricação não são as mais indicadas, como, por exemplo, quando se trabalha com altas temperaturas e porosidade. Além disso, a metalurgia do pó permite a fabricação de peças com um maior aproveitamento da matéria prima e próximas ao seu formato final, embora exista uma quantidade mínima de peças a serem fabricadas para tornar o processo viável [1,2].

Para a fabricação das peças, a metalurgia do pó conta com as seguintes etapas: preparação dos pós, compactação e sinterização. Quando as etapas de compactação e sinterização ocorrem simultaneamente, o processo recebe o nome de prensagem a quente, também denominado sinterização por pressão, sinterização a quente ou compactação a quente. No processo de prensagem a quente, o pó é prensado uniaxialmente a alta temperatura, isto é, acima da sua temperatura de recristalização. A aplicação concomitante de temperatura e pressão ativa os mecanismos de difusão e de deformação plástica. Como resultado, obtém-se um produto final com maior densificação quando comparado aos outros métodos de compactação [3,4,5].

Dentre os produtos gerados pela metalurgia do pó – prensagem a quente, destacam-se as ferramentas diamantadas, aplicadas no corte de rochas ornamentais, concreto, asfalto, entre outros. Para que se alcance uma maior eficiência de produção ao menor custo, as condições de uso e propriedades da ferramenta devem ser analisadas, para que a composição da peça esteja de acordo com o que se deseja [6].

Estudos para a utilização do nióbio na fabricação dessas ferramentas vêm sendo desenvolvidas [7]. Além do mais, o Brasil detém cerca de 98% das reservas de nióbio no mundo, sendo estratégico o uso deste metal em diversas aplicações.

O uso das técnicas de microscopia eletrônica de varredura e microanálise por EDS é bem difundida entre os meios de pesquisas, contudo é necessário dar uma atenção à potencialidade destas técnicas na interpretação dos resultados, podendo os mesmos serem confirmados ou até mesmo complementados por outras técnicas analíticas.

No presente trabalho, foi estudada a matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH obtida por prensagem a quente sob diferentes temperaturas de sinterização (750°C, 850°C e 950°C), tempo de 3 minutos e pressão de 35MPa. Este trabalho tem como objetivo avaliar a estrutura resultante do processo de sinterização das matrizes metálicas e a interação entre os elementos Fe, Cu e Nb utilizando as técnicas MEV e EDS.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e Métodos

Para o presente trabalho foram utilizados os seguintes teores de Fe, Cu e NbH:

25%Fe – 50%Cu – 25%NbH

O pó de ferro foi fornecido pela empresa METALPÓ com 99,8% de pureza. O tamanho médio de partículas apresentado pelo pó foi: 74,8% do material entre 44 $\mu$ m e 58 $\mu$ m (-250/+350mesh) e 18,9% de material abaixo de 44 $\mu$ m (-325mesh).

O pó de cobre atomizado, também fornecido pela empresa METALPÓ, constava 99,7% de pureza. O tamanho médio de partículas apresentado pelo pó foi: 10% do material entre 44 $\mu$ m e 58 $\mu$ m (-250/+350mesh) e 90% do material abaixo de 44 $\mu$ m (-325mesh).

O pó de hidreto de nióbio foi produzido e fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) com 99,0% de pureza e tamanho médio de partículas menores do que 44 $\mu$ m (-325mesh).

As misturas dos pós foram realizadas durante 30 minutos em um misturador industrial rotativo para metais.

A sinterização por prensagem a quente das matrizes metálicas foi realizada na empresa Diamond King. Para a sua realização, foi necessário determinar os parâmetros de sinterização: pressão, temperatura e tempo a serem utilizados. Para o presente trabalho foram definidos os seguintes parâmetros (Tabela 1):

**Tabela 1.** Parâmetros de sinterização utilizados neste trabalho

Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
35	750	3
35	850	3
35	950	3

As matrizes metálicas, após a sinterização por prensagem a quente, tiveram suas superfícies preparadas manualmente utilizando lixas de carbetto de silício com granulometrias #80, #100, #220, #320, #400, #1200 e #2000, respectivamente. Após o processo de lixamento, as amostras foram polidas com pasta de alumina de 1 $\mu$ m e pasta de diamante de 0,25 $\mu$ m. A preparação metalográfica das amostras foi realizada no laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia (LTM) do Departamento de Metalurgia (DEMET) da Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP).

A análise da microestrutura das matrizes metálicas foi realizada no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), equipamento *Tescan* modelo Vega 3, disponível no Nanolab do DEMET/UFOP, sendo as imagens geradas a partir de elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE). Foi avaliada a efetividade da sinterização através dos componentes estruturais, porosidade e segregação e o aspecto morfológico, topográfico (SE) e observação de regiões com composições químicas distintas devido ao peso atômico (BSE).

Com o auxílio de um Espectômetro por Dispersão de Energia (EDS) da marca *Oxford* acoplado ao MEV, foi realizada a microanálise pontual a qual indica a presença de estequiometrias relacionadas a presença de uma possível fase que pode ser confirmada com a análise de difração de raios X. A microanálise em linha foi realizada para observar a interação e solubilidade entre os elementos químicos

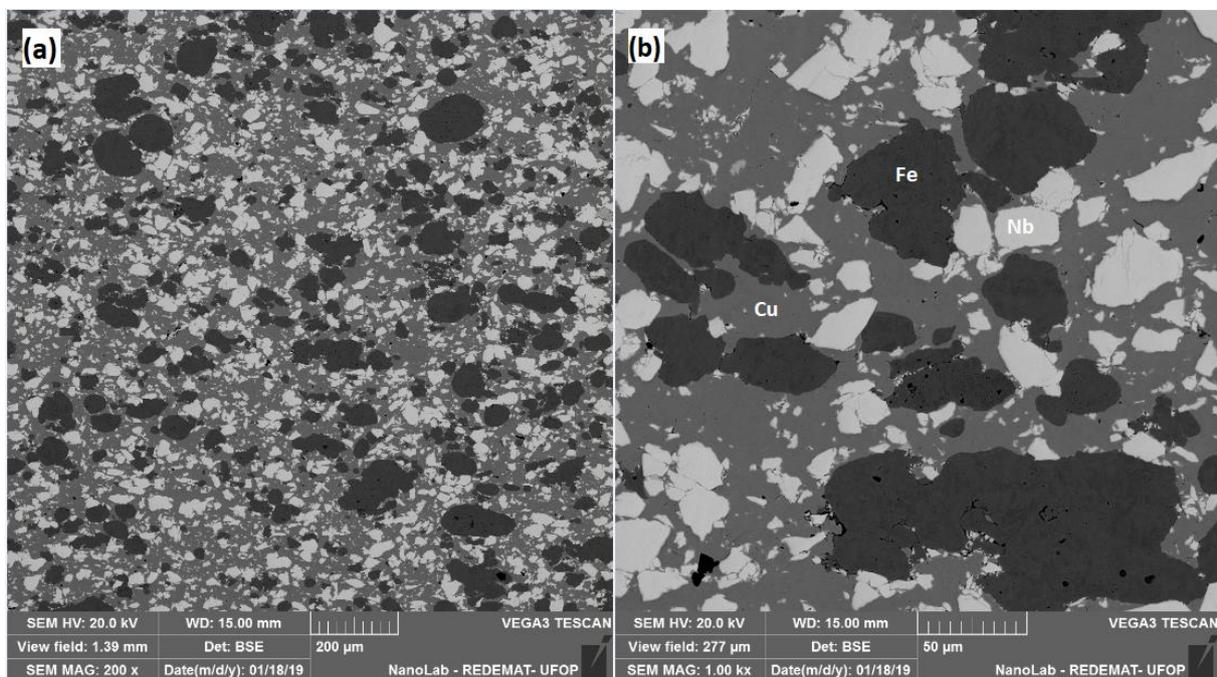
presentes na amostras, enquanto que e a distribuição dos elementos químicos presentes através do mapeamento por raios X característicos dos constituintes metálicos.

## 2.2 Resultados e Discussão

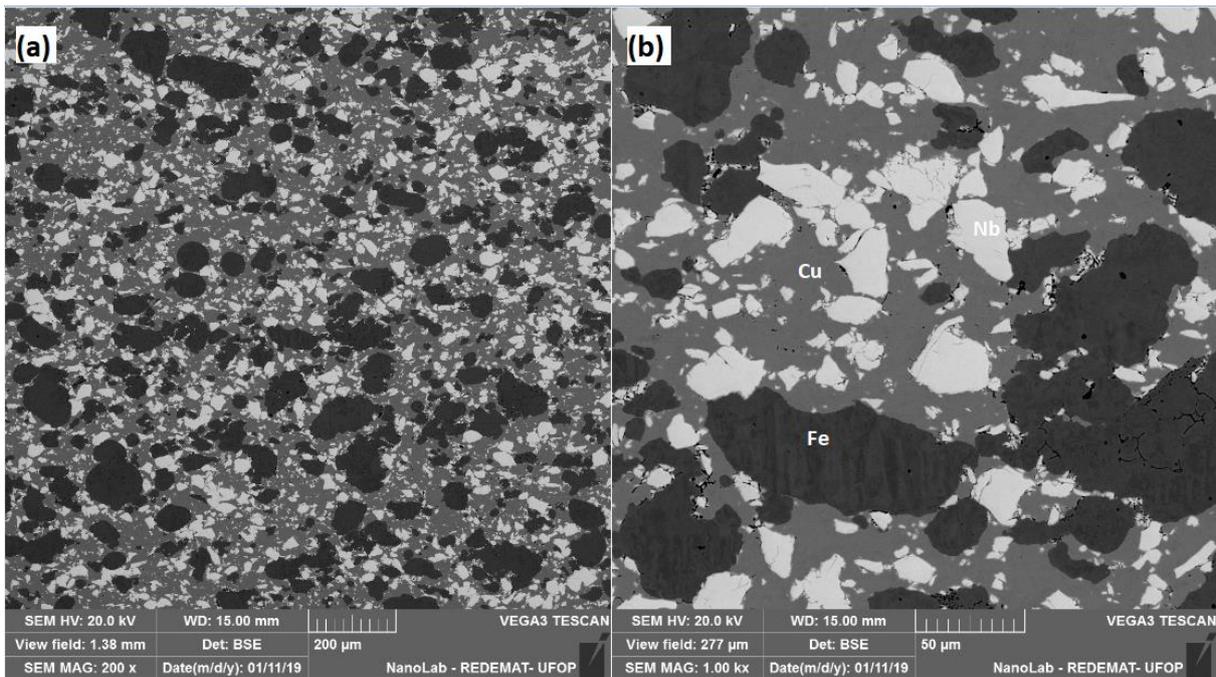
As micrografias das Figuras 1, 2 e 3 obtidas por MEV representam a morfologia das matrizes metálicas 25%Fe-50%Cu-25%NbH sinterizadas a diferentes temperaturas (750°C, 850°C e 950°C, respectivamente). Foi realizada microanálise pontual por EDS para indicar a presença de estequiometrias relacionadas a presença de uma possível fase nas matrizes metálicas.

Pelas estequiometrias foi possível afirmar que para todas as matrizes sinterizadas a diferentes temperaturas existem aglomerados de Fe, aglomerados de Nb e a base de Cu, o que leva a compreender a existência de fases de Fe, Nb e Cu. Isso é mais fácil de observar onde a micrografia foi feita utilizando elétrons retroespalhados (BSE) pois os grãos relativos às fases de Fe são da cor de cinza escuro, os grãos de Nb são quase brancos e para o Cu pertence o cinza mais claro, como indicado nas figuras 1(b), 2(b) e 3(b).

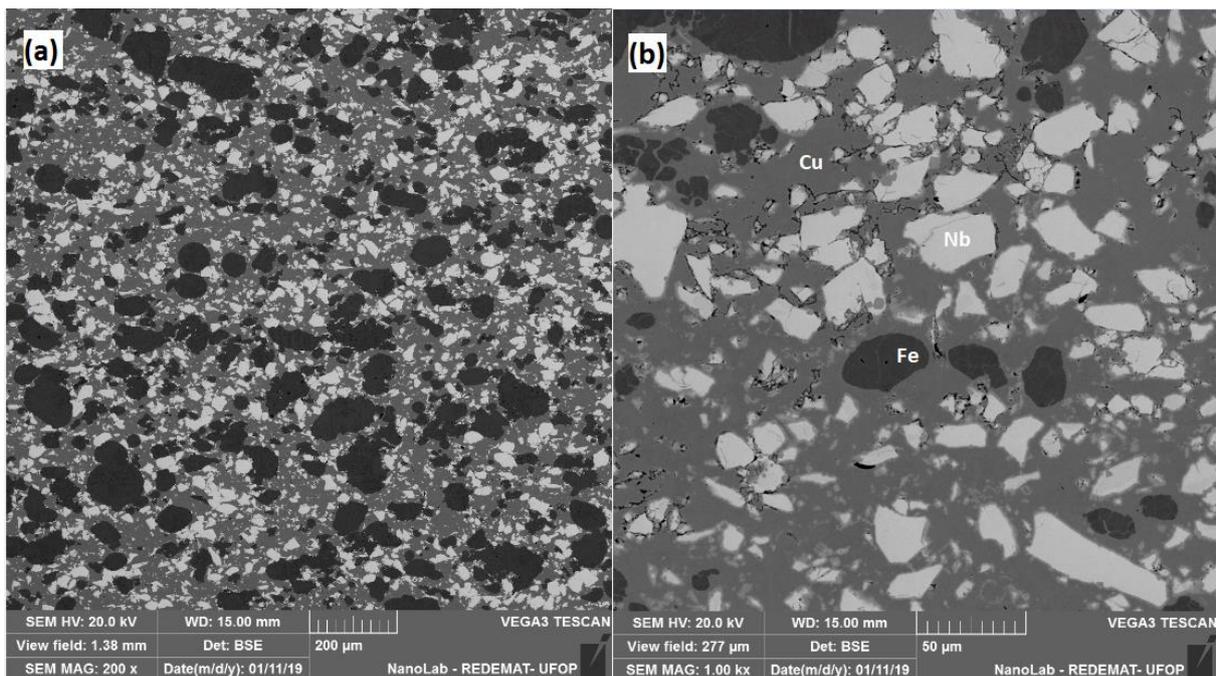
Analisando as estruturas das matrizes metálicas e as temperaturas de sinterização utilizadas é possível confirmar que o processo de sinterização no estado sólido ocorreu para os pós de Fe e Nb, pois há formação de porosidades ao redor e também no interior dos grãos. A sinterização por fase líquida é observada nos pós de Cu, pois a temperatura de sinterização utilizada favorece a fusão e os mesmos conseguiram preencher os espaços vazios percolando todos os demais grãos.



**Figura 1.** Microestrutura da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/750°C) obtida por MEV. Ampliação: (a) 200x e (b) 1000x.



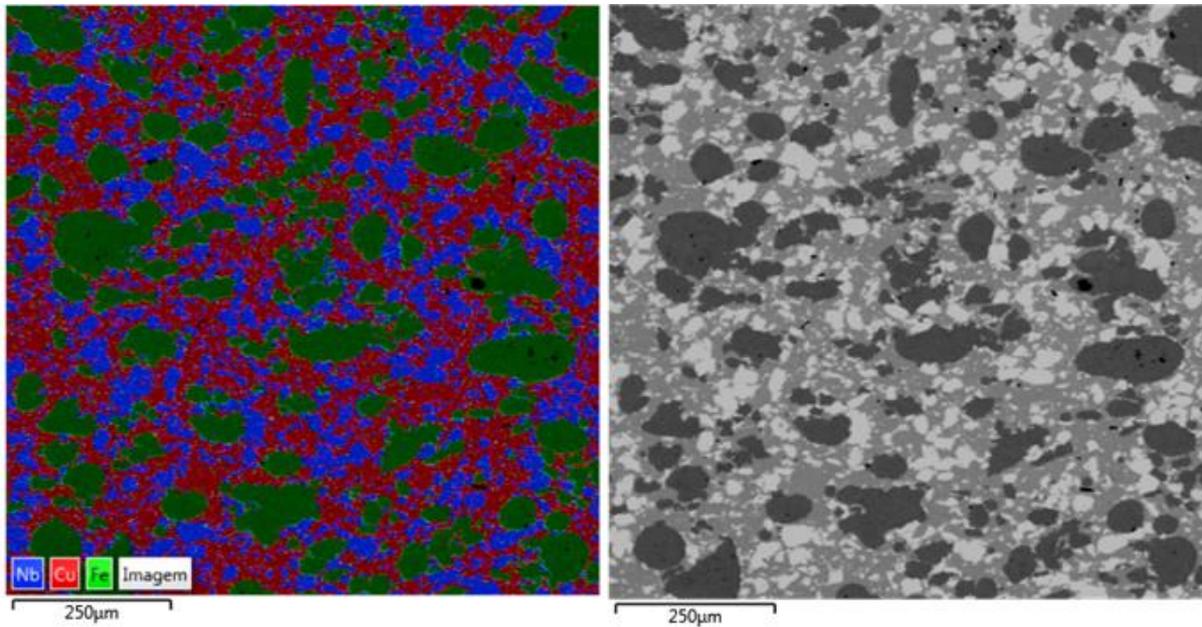
**Figura 2.** Microestrutura da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/850°C) obtida por MEV. Ampliação: (a) 200x e (b) 1000x.



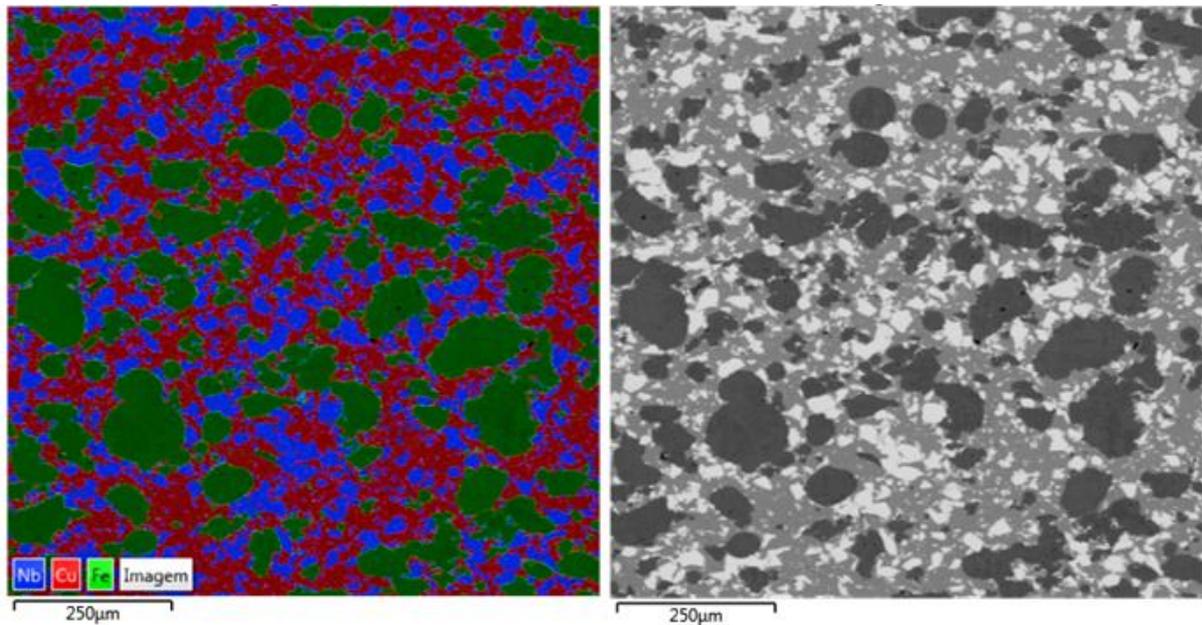
**Figura 3.** Microestrutura da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/950°C) obtida por MEV. Ampliação: (a) 200x e (b) 1000x.

As Figuras 4, 5 e 6 mostram as estruturas referentes às matrizes metálicas 25%Fe-50%Cu-25%NbH sinterizadas a diferentes temperaturas (750°C, 850°C e 950°C, respectivamente) obtidas por MEV em elétrons BSE com o aumento de 300x e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb, as quais comprovam a presença de Fe, Cu (em maior quantidade) e Nb.

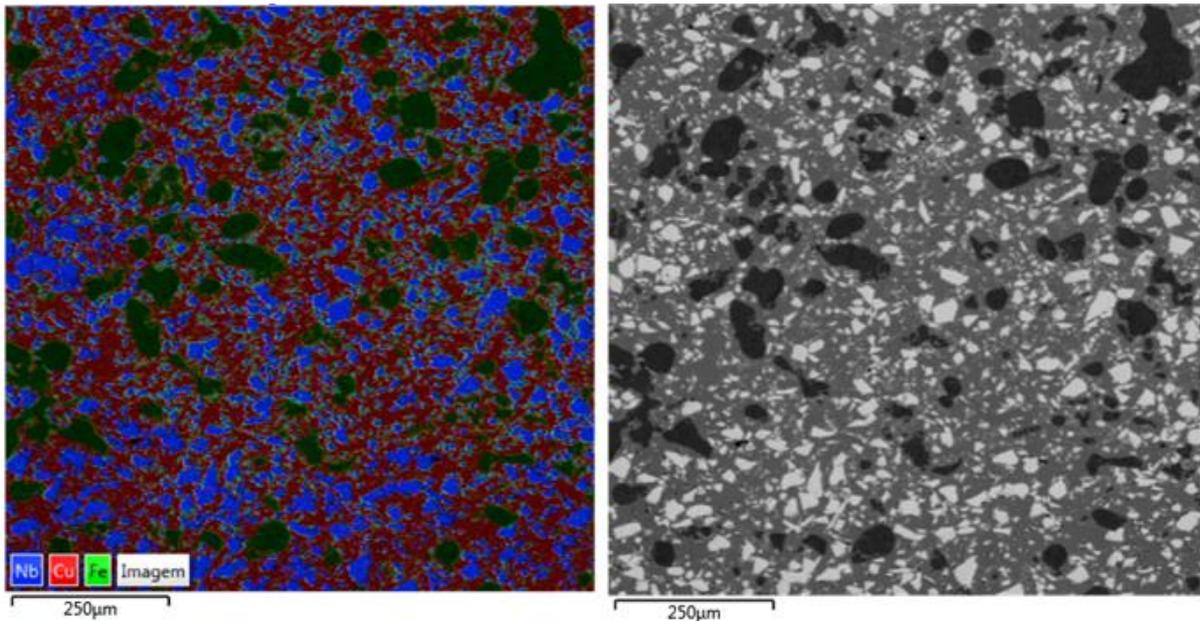
Pela sobreposição dos elementos mapeados, as regiões vermelhas correspondem à fase dúctil Cu, enquanto as cores verde e azul representam Fe e Nb, respectivamente.



**Figura 4.** Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/750°C).



**Figura 5.** Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/850°C).



**Figura 6.** Região analisada e o mapeamento por emissão característica de raios X dos elementos Fe, Cu e Nb da matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/950°C).

Não foi possível identificar a sobreposição dos elementos Fe, Cu e Nb para formar novas fases. Isto é esperado pelo fato dos diagramas de fases desses elementos mostrarem baixa ou nenhuma solubilidade nas temperaturas de sinterização utilizadas. As matrizes metálicas apresentaram uma distribuição heterogênea dos elementos Fe, Cu e Nb mas sem a ocorrência de segregação no material.

As Tabelas 2, 3 e 4 apresentam os dados semiquantitativos resultante da microanálise por mapeamento de raios X característicos. Os resultados mostram a presença de Fe, Cu (em maior quantidade) e Nb e com valores estequiométricos próximos à composição da matriz metálica apresentada.

**Tabela 2.** Semiquantitativo da matriz 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/750°C)

Elemento	% em peso
Fe	27,29
Cu	40,18
Nb	32,53
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

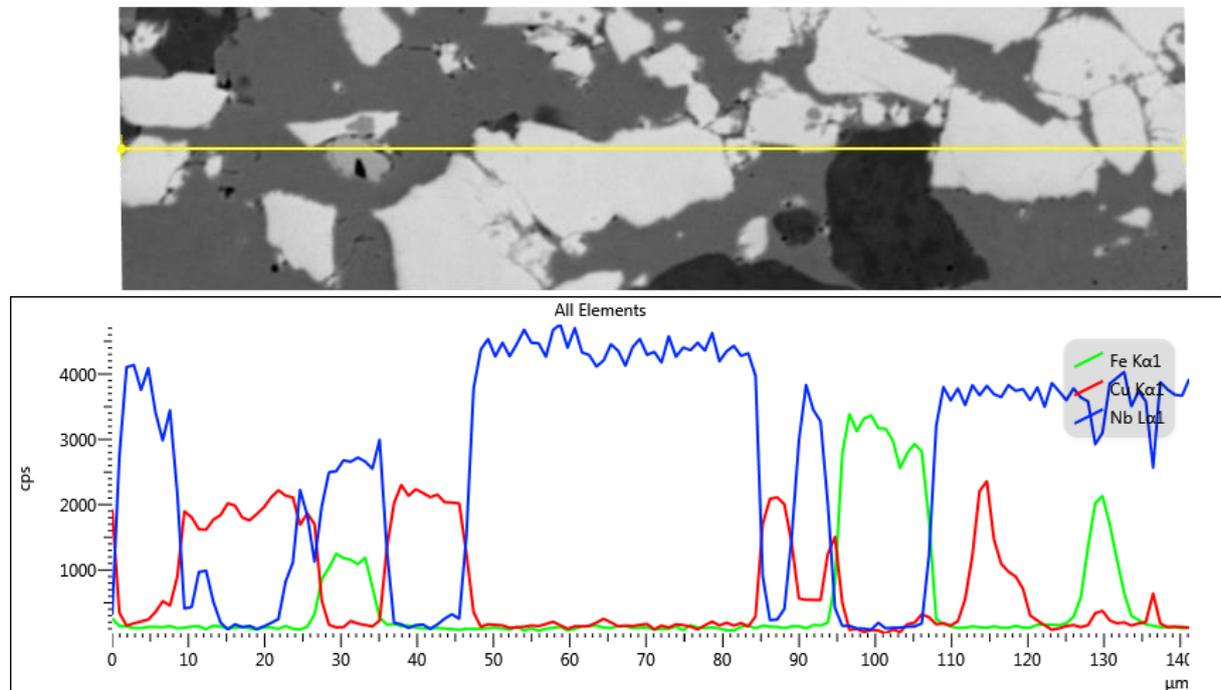
**Tabela 3.** Semiquantitativo da matriz 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/850°C)

Elemento	% em peso
Fe	29,26
Cu	40,50
Nb	30,24
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

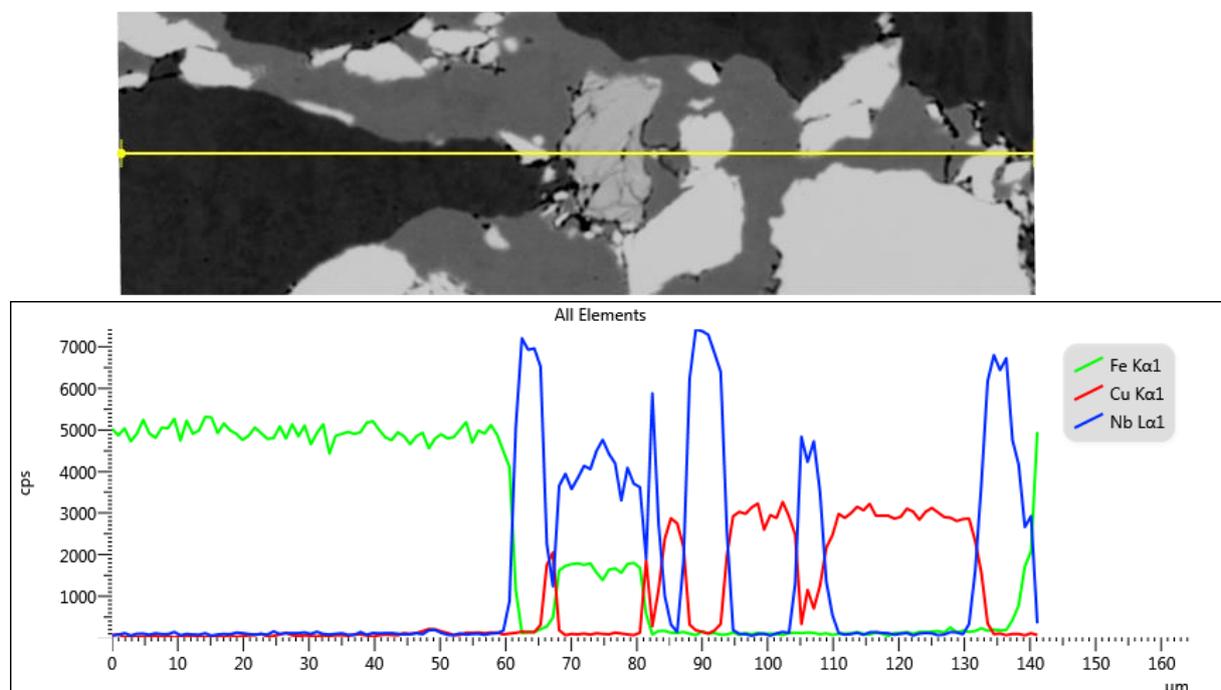
**Tabela 4.** Semiquantitativo da matriz 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/950°C)

Elemento	% em peso
Fe	21,53
Cu	45,87
Nb	32,60
<b>Total</b>	<b>100,00</b>

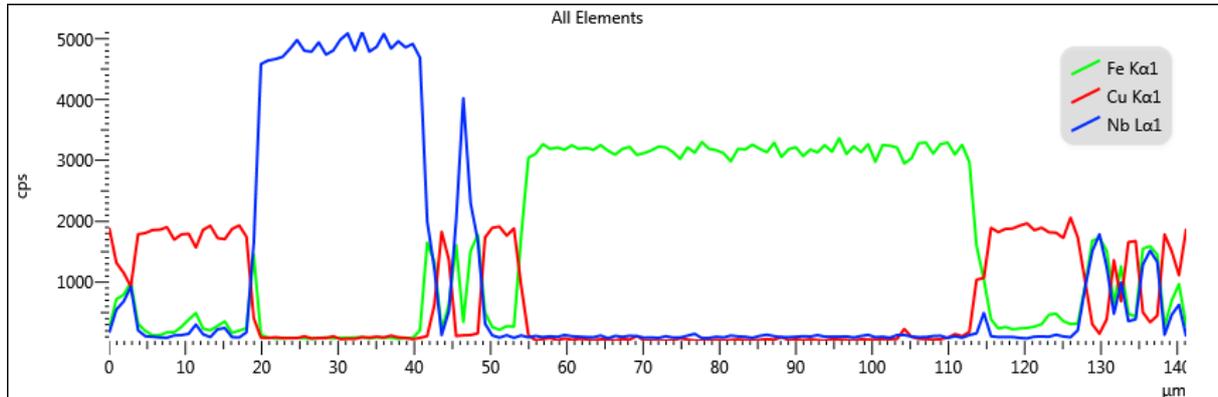
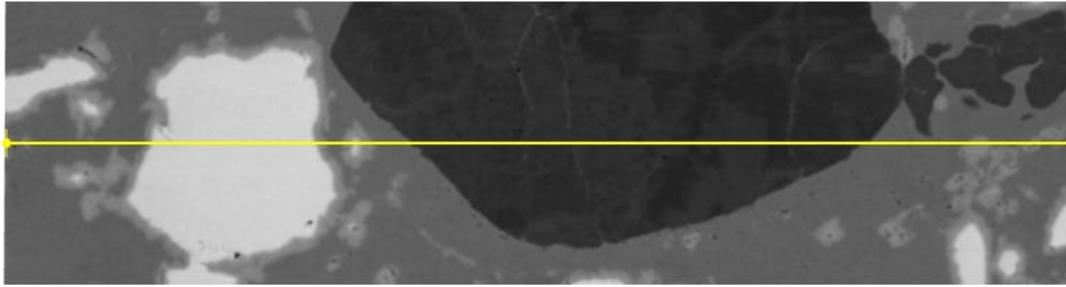
As Figuras 7, 8 e 9 mostram as análises por EDS ao longo de uma linha para as matrizes metálicas sinterizadas a diferentes temperaturas (750°C, 850°C e 950°C, respectivamente), sendo apresentadas as variações de intensidade de emissão característica de raios X para as matrizes metálicas.



**Figura 7.** Região analisada com aumento de 1000x (BSE) obtida por MEV e as intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/750°C).



**Figura 8.** Região analisada com aumento de 1000x (BSE) obtida por MEV e as intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/850°C).



**Figura 9.** Região analisada com aumento de 1000x (BSE) obtida por MEV e as intensidades de emissão característica de raios X ao longo da linha para a matriz metálica 25%Fe-50%Cu-25%NbH (35MPa/3min/950°C).

Os resultados comprovam a interação entre os elementos Fe, Cu e Nb, principalmente nos contornos de grão conforme descreve a teoria de sinterização.

Vale ressaltar que somente é possível fazer essa interpretação porque foram feitos ajustes nos parâmetros durante a microanálise em linha. Teoricamente, o diâmetro do feixe de elétrons relativo à microanálise equivale a  $1\mu\text{m}$  e durante a análise em linha, na verdade são feitas microanálises pontuais em sequência e equidistantes ao longo de uma linha, a distância entre os pontos foram alterados para valores menores do que  $1\mu\text{m}$  ( $\sim 900\text{nm}$ ) garantindo assim a efetividade e varredura completa ao longo da linha.

Observa-se ainda a maior interação entre os elementos químicos Fe, Cu e Nb à medida em que se aumenta a temperatura de sinterização das matrizes metálicas. Na figura 9 é possível observar a maior interação de Fe e Nb nos contornos dos grãos, mostrando que a temperatura de sinterização favorece a solubilidade entre os elementos.

### 3 CONCLUSÃO

1. As matrizes metálicas sinterizadas a diferentes temperaturas apresentaram estruturas similares, com presença das fases Fe, Cu e Nb.
2. As estruturas apresentadas pelas matrizes metálicas mostraram distribuição heterogênea, mas sem a ocorrência de segregação.
3. A MEV permitiu avaliar a estrutura quanto aos processos de sinterização sofridos pelas matrizes metálicas: Fe e Nb sinterização por fase sólida e Cu por fase líquida.

4. À medida que a temperatura de sinterização aumenta, há maior interação entre os elementos químicos de Fe, Cu e Nb, principalmente nos contornos de grão.
5. A microanálise por EDS de forma semiquantitativa permitiu verificar a presença somente dos elementos químicos Fe, Cu e Nb. Enquanto que o semiquantitativo permitiu fazer analogias às estequiometrias das fases e composição química das matrizes metálicas.

### **Agradecimentos**

À CAPES pela bolsa de pesquisa; CBMM e Metalpó/Combustol pelo fornecimento dos pós metálicos e Diamond King pelas sinterizações.

### **REFERÊNCIAS**

- 1 Fang ZZ. Sintering of advanced materials. Cambridge: Woodhead Publishing; 2010.
- 2 Upadhyaya G. Sintering Fundamentals. Laubisrutirst: Trans Tech Publications; 2009.
- 3 Thummler F, Oberacker R. An Introduction to Powder Metallurgy. Londres: The Institute of Materials; 1993.
- 4 Danninger H, Calderon R, Gierl-Mayer C. Powder Metallurgy and Sintered Materials. Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. 2017 [acesso em 13 jun. 2019];1:1-57. Disponível em: [https://publik.tuwien.ac.at/files/publik\\_263735.pdf](https://publik.tuwien.ac.at/files/publik_263735.pdf).
- 5 James W. Powder Metallurgy Methods and Applications. ASM Handbook. 2015;7:9-19.
- 6 Romanski A. Factors affecting diamond retention in powder metallurgy diamond tools. Archives of metallurgy and materials. 2010;55(4):1073-1081.
- 7 Oliveira HC, Batista AC, Rosa LG, Assis PS. Estudo Sobre o Processo de Sinterização das Matrizes metálicas de Fe-Cu-25%Nb e Fe-Cu-25%Co Durante a Prensagem a Quente. In: Abdala MRWS (Org). Ciência e Engenharia de Materiais 2. Ponta Grossa: Atena; 2018.