#### CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DE PÓS METÁLICOS USADOS NA FABRICAÇÃO DE MATRIZES METÁLICAS

 <sup>1\*</sup>A.M. Aguiar; <sup>1</sup>A.G. Silva; <sup>1</sup>H. C. P. de Oliveira; <sup>1</sup>P. S. Assis
 <sup>1</sup>REDEMAT – UFOP - Praça Tiradentes, 20, Centro, Ouro preto – MG, 35400-000.
 <sup>\*</sup>Rua Conde de Bobadela, 153, Centro, Ouro Preto – MG, 35400-000. Email:amandamaia.ufop@gmail.com

### 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: EDX e DRX. Identificou-se 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; difração de raios X; Composição química.

## 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 (FUCHS, 2008). Trata-se de uma técnica de fabricação que possibilita a obtenção de peças com características estruturais e físicas diferentes dos outros processos metalúrgicos (DELFORGE et al., 2007). 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 (BONATO, 2003).

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 de matrizes com dimensões e geometrias da peça final, que 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 (DELFORGE et al., 2007).

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.

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

## MATERIAIS E MÉTODOS

#### 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 para este trabalho por não haver um nome para estas misturas.

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.

### 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.

## Espectrometria de Raio X por Energia Dispersiva (EDX)

A análise da composição química das misturas dos pós metálicos foi feita por meio do Espectrômetro de Raios X por Energia Dispersiva, da marca Shimadzu/ Ray ny, modelo EDX-20, disponível no Nanolab do DEMET/UFOP.

## Difração de raios X

A análise difratométrica das misturas dos pós metálicos importados foi feita em um difratômetro da marca Shimadzu, modelo XRD 6100, disponível no Laboratório DEMET. A varredura foi feita variando 20 de 30° a 150°, com passo ( $\Delta \theta$ ) de 0,02° e tempo de 1,2s, usando a radiação de Cu-K $\alpha$ . para identificar as fases presentes.

# RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### EDX

A Tabela 1 mostra a composição química semiquantitativa para as amostras A, B, C, D e E, obtidas com o uso da técnica de EDX.

Nas análises de EDX, para a amostra A, verificou-se a presença de Cu, Ni, Sn, Pb, Si, Cr, I e Co. A amostra B apresentou os elementos Ni, Sn, Fe, Cr, Co, Si e S nas análises de EDX. Os elementos Ni, Sn, Cr, Fe, Si, Co, S e Ac foram encontrados na amostra C após análise por EDX. A análise de EDX para a amostra D revelou a presença dos elementos Cu, Sn, Fe, Ni, Zn, S, Pb, Cs e Cr. A amostra E, após análise de EDX, revelou os elementos Cu, Fe, Sn, Ni, I, Zn, Pb, S, Cr, Mn, Ca.

Ressalta-se que o termo semiquantitativo se dá devido ao EDX não conseguir identificar elementos leves como, por exemplo, hidrogênio, carbono e oxigênio. Entretanto o equipamento utilizado neste trabalho conseguiu identificar Si e S.

De modo geral, pode-se dizer que os elementos com pequena porcentagem, tanto no EDX são elementos contaminantes. Entretanto, a confirmação da presença ou não desses elementos deve ser baseada nas análises de DRX, que são apresentadas a seguir.

A		В		С		
Elemento	% Peso	Elemento % Peso		Elemento	%Peso	
Cu	53,664	Ni	54,999	Ni	64,735	
Ni	26,336	Sn	33,843	Sn	25,705	
Sn	10,626	Fe	4,061	Cr	4,03	
Pb	2,886	Cr	2,768	Fe	2,076	
Si	2,273	Со	2,264	Si	1,514	
Cr	1,909	Si	1,516	Со	1,437	
	1,529	S	0,551	S	0,442	
Co	0.778			Ac	0.061	

Tabela 1 - Composição química semiquantitativa das amostras analisadas.

D		E			
Elemento	%Peso	Elemento	%Peso		
Cu	73,541	Cu	61,362		
Sn	12,916	Fe	22,945		
Fe	8,426	Sn	7,621		
Ni	2,842	Ni	3,002		
Zn	0,705	Si	1,42		
S	0,533	I	1,067		
Pb	0,52	Zn	0,944		
Cs	0,377	Pb	0,656		
Cr	0,139	S	0,561		
		Cr	0,174		
		Mn	0,137		
		Са	0,11		

## Difração de Raios X

## Amostra A

O difratograma da amostra A, Figura 1 e Tabela 2, mostra as fases presentes.

Ao analisar o difratograma com os resultados anteriores, por exemplo EDX, verificase que os elementos abaixo de 2,27% não foram identificados no DRX.

Nos picos 16, 18 e 20, onde é possível verificar o alargamento na base dos mesmos, há sobreposição das seguintes fases Cu/Sn, Cu/Sn e Cu/Ni/Sn, respectivamente. Para todos esses picos não foram identificados nenhuma fase de interação entre esses elementos.



Figura 1 – Difratograma da amostra A.

Amostra A						
Pico	Ângulo	Fase				
1	30.64	Sn				
2	31.30	Pb				
3	32.02	Sn				
4	36.27	Pb				
5	43.32	Cu				
6	44.35	Ni				
7	50.45	Cu				
8	51.67	Ni				
9	55.34	Sn				
10	62.12	Pb				

Tabela 2 – Fases presentes na amostra A.

74.12	Cu
76.1	Ni
79.51	Sn
89.93	Cu
92.56	Ni
95.14	Cu/Sn
116.92	Cu
136.51	Cu/Sn
137.18	Cu-Sn
144.71	Cu/Ni/Sn
145.8	Sn
	74.12 76.1 79.51 89.93 92.56 95.14 116.92 136.51 137.18 144.71 145.8

Para o pico 19 não foi possível identificar fases principais como Cu, Ni, Sn e Pb. Possivelmente existe a interação entre os elementos Cu e Sn formando a fase Cu-Sn, mas, para isto, deverá ser feito um estudo detalhado como, por exemplo o uso de Rietveld para identificar a fase presente neste pico.

#### Amostra B

O difratograma da amostra B, Figura 2 e Tabela 3, mostram as fases presentes.



Figura 2 – Difratograma da amostra B.

Amostra B							
Pico	Ângulo	Fase					
1	30.64	Sn					
2	32.02	Sn					
3	38.12	Fe₃Sn					
4	42.36	NiCoCr					
5	43.87	Sn					
6	44.23	Ni/Fe/Co					
7	44.85	Sn/NiCoCr					
8	51.67	Ni/Co/Si					
9	55.34	Sn					
10	62.53	Sn					
11	63.78	Sn					

12	64.47	Cr
13	72.41	Sn
14	73.2	Fe/Si/Sn
15	76.1	Ni/Co
16	79.51	Sn
17	89.41	Sn
18	92.56	Ni
19	95.43	Fe
20	98.02	Ni
21	112.1	Sn
22	120.59	Sn
23	121.29	Ni
24	133.43	Sn

25 143.54 Ni	26 144.54	Sn
--------------	-----------	----

Ao analisar o difratograma com os resultados anteriores, por exemplo EDX, verificase que todos os elementos presentes na análise feita por este foram identificados no DRX, exceto o enxofre. Nos picos com a base alargada 6, 7, 8, 14 e 15 há sobreposição de fases, não sendo possível identificar o pico para uma determinada fase.

Para o pico 3, possivelmente existe a interação entre os elementos Fe e Sn, formando a fase Fe<sub>3</sub>Sn, para os picos 4 e 7, possivelmente existe a interação entre os elementos Ni, Co e Cr, formando a fase NiCoCr, mas para confirmar esta possibilidade deverá ser feito um estudo detalhado como, por exemplo, o uso de Rietveld para identificar a fase presente nestes picos.

#### Amostra C

O difratograma da amostra C, Figura 3 e Tabela 4, mostra as fases presentes.





C.
С

Amostra C			2	32.02	Sn	 5	39.74	Sn
Pico	Ângulo	Fase	3	36.65	S	 6	42.13	NiCoCr
1	30.64	Sn	4	37.9	S	 7	43.76	Sn

22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Ma	teriais
06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil	

8	44.35	Ni/Cr/Co	20	63.78	Sn		32	104.8	Sn
9	44.9	Sn	21	64.58	Sn/Cr		33	112.1	Sn
10	45.91	Sn	22	72.41	Sn		34	113.27	Sn
11	46.67	Sn	23	73.2	Sn		35	114.05	Sn
12	48.58	Cr	24	76.1	Ni		36	120.59	Sn
13	49.21	Fe	25	79.47	Sn		37	121.29	Ni
14	51.67	Ni/Co/Si	26	82.87	Fe		38	123.24	Sn
15	52.64	Ni	27	89.41	Sn		39	130.41	Sn
16	54.04	S	28	92.56	Ni		40	130.97	Sn
17	55.33	Sn	29	95.54	Fe/Sn		41	131.5	Sn
18	56.45	Sn/Si	30	98.02	Ni/Cr	_	42	133.42	Sn/Cr
19	62.54	Sn	31	103.27	Sn		43	143.54	Ni
<u>18</u> 19	56.45 62.54	Sn/Si Sn	<u> </u>	98.02 103.27	Ni/Cr Sn		42 43	133.42 143.54	Sn/Cr Ni

Ao analisar o difratograma com os resultados anteriores, por exemplo EDX, verificase que todos os elementos presentes na análise feita por este foram identificados no DRX, exceto o actínio. Nos picos 8, 14, 18, 21 e 42 há sobreposição de fases, não sendo possível identificar o pico para uma determinada fase.

Para o pico 6 existe a interação entre os elementos Ni, Co e Cr, formando possivelmente a fase NiCoCr, entretanto precisará ser feito um estudo detalhado como, por exemplo, o uso de Rietveld para identificar a fase presente nestes picos para poder fazer uma afirmação concreta.

#### Amostra D

O difratograma da amostra D, Figura 4 e Tabela 5, mostra as fases presentes.

Amostra D					
Pico	Ângulo	Fase			
1	42.32	Cu			
2	43.3	Cu			
3	44.35	Ni			
4	44.67	Fe			
5	49.67	Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>			
6	50.43	Cu			
7	65.02	Fe			
8	72.24	Sn			
9	74.13	Cu			

Tabela 5 – Fases presentes na amostra D.

10	82.33	Fe		
11	87.45	Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>		
12	92.42	Cu		
13	89.93	Ni		
14	92.56	Ni		
15	95.14	Cu/Sn		
16	112.97	Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>		
17	116.38	Cu/Fe		
18	130.54	Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>		
19	136.51	Cu/Sn		
20	144.71	Cu		



Figura 4 – Difratograma da amostra D.

Ao observar o difratograma com os resultados anteriores, por exemplo EDX, verificouse que somente os elementos Cu, Sn, Fe, Ni e Zn foram identificados no DRX. Nos picos 17 e 19 há sobreposição das seguintes fases Cu/Fe e Cu/Sn, respectivamente. Para todos esses picos não foram identificadas nenhuma fase de interação entre esses elementos.

Para os picos 5, 11, 16 e 18 existe a interação entre os elementos Cu e Zn, formando possivelmente a fase Cu<sub>0.64</sub>Zn<sub>0.36</sub>, entretanto precisará ser feito um estudo detalhado como, por exemplo, o uso de Rietveld para identificar a fase presente nestes picos para poder fazer uma afirmação concreta.

#### Amostra E

O difratograma da amostra E, Figura 5 e Tabela 6 mostra as fases presentes.

_							
		Amostra E			7	65.44	Fe
	Pico	Ângulo	Fase		8	72.67	Sn
	1	42.9	Fe		9	73.26	FeSn/Fe/Sn
	2	43.87	Sn		10	74.68	Cu
	3	45.04	Ni		11	82.74	Fe
	4	49.95	Fe		12	88.27	Fe
	5	50.79	Cu		13	90.63	Fe0.64Ni0.36
	6	52.79	Ni		14	93.15	Ni

Tabela 6 – Fases presentes na amostra E.

22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil

15	95.45	Cu/Sn	18	130.51	Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>
16	99.25	Ni	19	137.24	Cu-Sn
17	116.9	Cu	20	144.71	Cu/Ni/Sn



Figura 5 – Difratograma da amostra E.

Ao observar o difratograma com os resultados anteriores, por exemplo EDX, verificase que somente os elementos Cu, Fe, Sn, Ni e Zn foram identificados no DRX. Nos picos com a base alargada 9, 15 e 20 há sobreposição das seguintes fases FeSn/Fe/Sn, Cu/Sn e Cu/Ni/Sn, respectivamente, não sendo possível identificar o pico para uma determinada fase.

Para os picos 9, 13, 18 e 19 existe a interação entre os elementos Fe e Sn, formando possivelmente a fase FeSn, entre Fe e Ni formando possivelmente Fe<sub>0.64</sub>Ni<sub>0.36</sub>, entre Cu e Zn formando Cu<sub>0.64</sub>Zn<sub>0.36</sub> e entre Cu e Sn formando Cu-Sn, respectivamente. Entretanto precisará ser feito um estudo detalhado como, por exemplo, o uso de Rietveld para identificar a fase presente nestes picos para poder fazer uma afirmação concreta.

#### CONCLUSÕES

Com este trabalho foi possível concluir que:

- Identificou-se que os pós metálicos usados na produção das misturas são compostos de pós metálicos puros e pós metálicos pré-ligados.
- 2- A amostra A apresentou as fases Sn, Pb, Cu, Ni e Cu-Sn.
- 3- A amostra B apresentou as fases Sn, Ni, Fe, Co, Cr, Si, Fe<sub>3</sub>Sn e NiCoCr.
- 4- A amostra C apresentou as fases Sn, S, Ni, Cr, Co, Fe, Si e NiCoCr.
- 5- A amostra D apresentou as fases Cu, Ni, Fe, Sn e Cu<sub>0.64</sub>Zn<sub>0.36</sub>.
- 6- A amostra E apresentou as fases Fe, Sn, Ni, Cu, FeSn, Cu-Sn e Cu<sub>0.64</sub>Zn<sub>0.36</sub>.
- 7- A composição química da amostra A pode ser definida como: 53,88%Cu 26,56%Ni 10,85%Sn 3,11%Pb 2,49%Si 2,13%Cr 1,00%Co.
- 8- A composição química da amostra B pode ser definida como: 55,09%Ni 33,93%Sn 4,15%Fe 2,86%Cr 2,35%Co 1,61%Si.
- 9- A composição química da amostra C pode ser definida como: 64,74%Ni 25,71%Sn 4,04%Cr 2,09%Fe 1,52%Si 1,45%Co 0,45%S.
- 10-A composição química da amostra D pode ser definida como: 73,86%Cu 13,23%Sn 8,74%Fe 3,15%Ni 1,01%Zn.
- 11-A composição química da amostra E pode ser definida como: 61,65%Cu 23,23%Fe 7,91%Sn 3,29%Ni 1,42%Si 1,23%Zn 0,95%Pb.

## REFERÊNCIAS

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.

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.

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.

### STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF METAL POWDERS USED TO MANUFACTURE METAL MATRIX

## 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 metal powders are mixed and shaped and the sintering process, where the heating of these powders are made. The characterization of 5-metallic powder mixture samples that are imported and used in the manufacture of diamond tools was done using techniques such as laser granulometer and SEM/EDS. It was obtained the average size of powder particles with values between 25 $\mu$ m and 77 $\mu$ m 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 prealloyed 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, X-Ray Diffraction, Chemical composition.

22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais 06 a 10 de Novembro de 2016, Natal, RN, Brasil