



21-25
AGOSTO DE 2016
FORTALEZA - CEARÁ

CARACTERIZAÇÃO DE NIÓBIO METÁLICO ATRAVÉS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

GABRIEL PESSOA VILAS BOAS, gabrielpvb@msn.com¹

VICTOR OLIVEIRA FERREIRA, victorof9@hotmail.com²

IVONE THATIANNE DE ABREU DOS PASSOS CARDOSO, ivoveabreucardoso@hotmail.com¹

PAULO D'ANGELO COSTA ASSUNÇÃO, dangeloassuncao@gmail.com¹

¹Faculdade Estácio Belém, Campus IESAM, Avenida Gov. José Malcher, 1148 - Nazaré - Belém-PA

²Universidade Federal do Pará, Rua Augusto Corrêa, Nº 1, Campus Profissional, Belém -PA

Resumo: A presente pesquisa advém do fato de que o Nióbio apresenta excelentes propriedades como resistência à altas temperaturas, corrosão, boas propriedades mecânicas e características de supercondutor quando combinado com determinadas ligas. O Brasil possui cerca de 90% das reservas de Nióbio do mundo, recurso que se explorado e utilizado de forma correta pode ser revertido para o desenvolvimento do país. A aplicação deste material no campo da engenharia é bastante vasta, despertando o interesse de diversos ramos da indústria, por exemplo, a indústria automobilística utiliza ligas compostas de Nióbio, pois possui menor peso e maior resistência, além de gerar economia de combustível, menor desgaste nos pneus e aumento da segurança na utilização dos automóveis. Apesar dos prósperos benefícios recebidos com a exploração e a utilização adequada deste material, o Brasil tem se limitado a extrair e a exportar este metal, o que lhe obriga a ser importador dos benefícios ora citados. Neste trabalho, a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), forneceu o cavaco de Nióbio Metálico proveniente de usinagem, para viabilizar a caracterização do material através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), essa análise foi feita com objetivo de verificar as suas propriedades para posteriormente ser utilizado como elemento de liga em juntas soldadas.

Palavras-chave: Nióbio, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Caracterização.

1. INTRODUÇÃO

O desejo das indústrias em alcançar estruturas mais resistentes, leves, que suportem altas temperaturas, necessita de pesquisas em materiais para formação de novas ligas. O Nióbio Metálico é um minério nobre que pode ser aplicado em diversos ramos, pois possui todas as propriedades acima citadas, entretanto, para chegar nesses resultados é necessário caracterizar este material, bem como realizar uma análise química (Leite, 1998).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) proposta neste trabalho, se refere a um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação e resolução. Esta análise de sua microestrutura é muito importante pois nos permite entender as correlações existentes entre a microestrutura e suas propriedades, bem como com os seus defeitos e assim chegar à conclusão de como esse material pode ser trabalhado.

A amostra de Nióbio Metálico estudada neste trabalho foi fornecida pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM). Esta foi examinada quanto a sua composição química e suas possíveis aplicações.

2. METODOLOGIA

O material fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, localizada em Araxá - Minas Gerais, é um cavaco proveniente de usinagem, possui largura de 7mm e espessura de 0,3mm, essa espessura foi um grande limitador para caracterização do material. Para realizar a caracterização do nióbio, foi realizado um embutimento a quente da lamina de nióbio em Baquelite, **Fig. 1**, para facilitar o lixamento e o polimento. Este procedimento antecede o ataque químico para revelação da microestrutura do material, entretanto, não obteve-se sucesso nessa análise inicial. Em seguida, foi utilizado como alternativa o cavaco de nióbio fundido em arco elétrico de uma tocha de soldagem TIG, e o cavaco solidificado foi embutido, **Fig. 2**, para realizar a metalografia.

As peças embutidas foram lixadas com as lixas de granulometria 80, 100, 120, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200, em seguida foram polidas com alumina de 0,3 e 0,5 micra, e depois foram atacadas com reativo metalográfico de composição: 10ml ácido nítrico (HNO_3) e 30 ml de ácido fluorídrico (HF).

Após o tratamento metalográfico a peça foi levada para análise em microscópio ótico, cujo Fabricante é ZEISS, e o Modelo: Axio Lab. A1. Desta forma, pode-se verificar as fases presentes no material.

A referida verificação é um procedimento que antecede a análise por MEV e serve para verificar se a peça está com a superfície adequada e com boa revelação. Em seguida, as amostras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura utilizando o microscópio fabricado por TESCAN modelo VEGA 3.

A verificação da composição química do nióbio foi realizada no modo EDS (Energy Dispersive X-Ray), que funciona com a incidência de feixe de elétrons sobre o material. Os elétrons mais externos dos átomos são excitados, mudando de nível energético, retornando assim para sua posição inicial, onde liberam a energia adquirida, ao qual é emitida em comprimento de onda de Espectro de Raio-X.

Como os elétrons de um átomo possuem energias distintas, é possível, no ponto de incidência do feixe, através de um detector instalado na câmara de vácuo do MEV determinar quais elementos químicos estão presentes naquele material.



Figura 1. Lâmina de nióbio no Baquelite.



Figura 2. Nióbio fundido em arco elétrico.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A **Fig. 3** foi obtida por microscopia ótica com aumento de 222x, esse recurso foi utilizado para verificar como a amostra está preparada e se a mesma se encontra em condições para a verificação no MEV. Essas imagens comprovam a qualidade da metalografia e do ataque químico utilizado para revelar as fases da microestrutura.

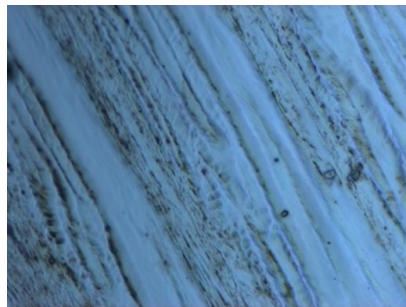


Figura 3. Superfície do Nióbio Metálico.

As **Figuras 4, 5 e 6**, abaixo representam a análise química realizada em três pontos diferentes da amostra e todos os resultados obtidos estão descritos na **Tab. 1**, podemos concluir através desses dados que o metal possui na sua composição em média 93,3% de Nióbio Metálico, 6,4% de Oxigênio e 0,5% de Silício de peso. Portanto, podemos verificar que a amostra é um nióbio metálico quase puro, mas, possui uma pequena concentração de silício em sua composição que pode formar zonas de tensão em sua microestrutura e posteriormente uma trinca.

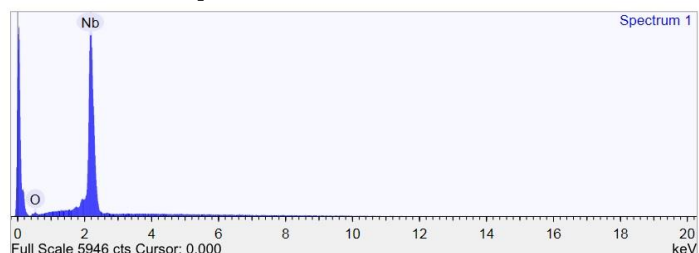
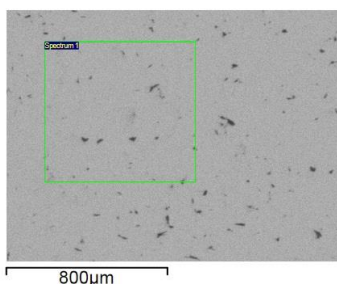


Figura 4. Ponto 1 da análise química

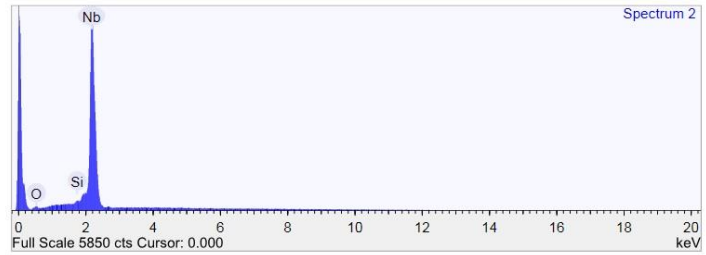
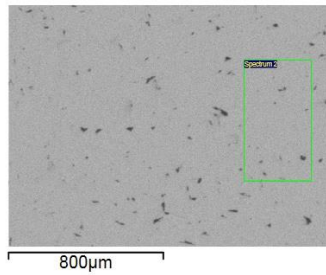


Figura 5. Ponto 2 da análise química

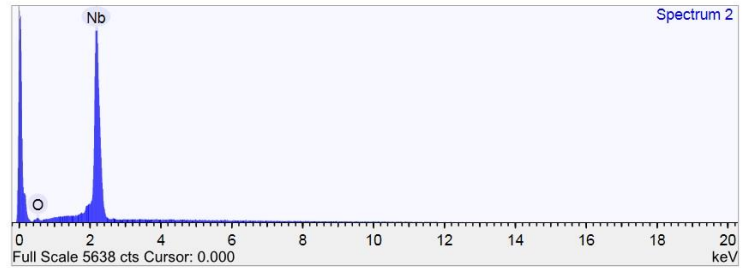
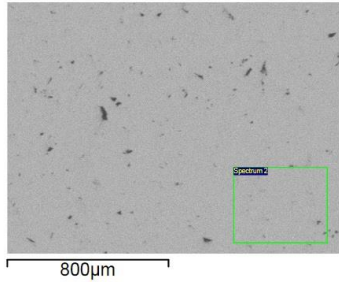


Figura 6. Ponto 3 da análise química

Tabela 1. Resultados obtidos através do MEV com recurso EDS

Elemento	Peso %			Média
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	
Oxigênio	5,951	6,368	6,978	6,432
Nióbio	94,049	93,112	93,022	93,394
Silício	-	0,520	-	0,520

A imagem capturada pelo MEV, **Fig. 7**, é uma ampliação de aproximadamente 6000 vezes do cavaco de Nb, como observado não é possível verificar as fases da microestrutura, uma vez que a usinagem deformou o material, ficando assim impossibilitado de realizar qualquer análise de fases ou inclusões.

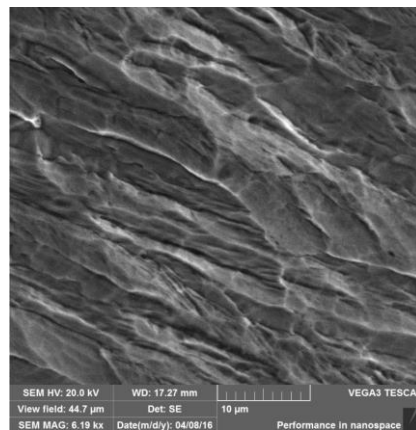


Figura 7. Ampliação do cavaco de Nb.

Devido ao cavaco da usinagem não oferecer possibilidade de verificação da microestrutura como comentado na metodologia deste trabalho, como alternativa o cavaco foi fundido no arco TIG, e a **Fig. 8** é uma representação dessa microestrutura em uma ampliação de aproximadamente 5200 vezes.

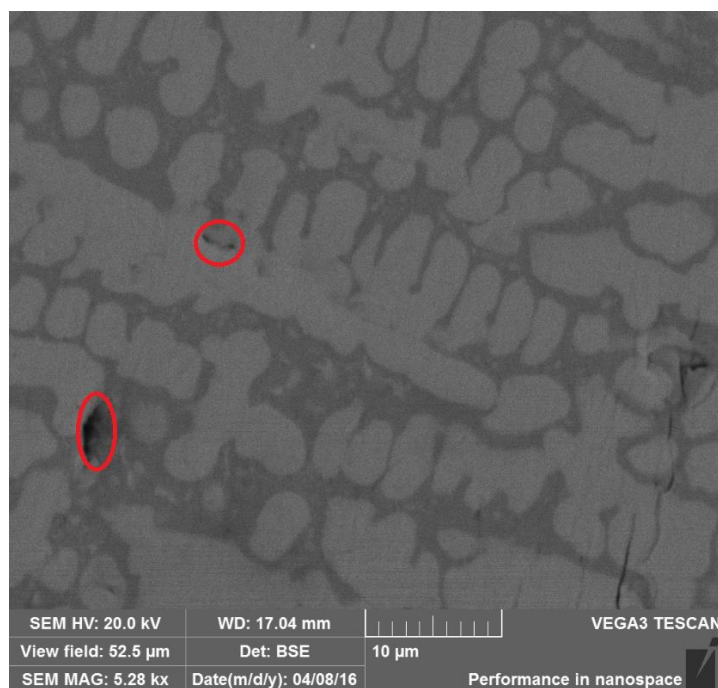


Figura 8. Microestrutura em uma ampliação de 5200 vezes.

Nessa imagem observa-se claramente as microestruturas separadas em três regiões: a de cor branca maior, região de cor branca menor e a região de cor cinza escuro. As regiões de contraste branco maior são as dendritas grosseiras, as quais predominam na microestrutura. A região de cor cinza escuro é uma solução com maior teor de silício, teor superior causado pela segregação desse elemento. A segregação do silício é também responsável pelo refino da dendrita, pois ele é um elemento facilitador de nucleação de novos sítios dendríticos. Os pontos em vermelho indicam uma saturação de silício.

Apesar do valor de silício encontrado na análise de EDS ter sido inferior a 1%, foram observadas algumas microtrincas no material fundido **Fig. 9**. Logo, o equilíbrio de fases foi influenciado pelos elementos de liga adicionados o que pode inferir na adição da % Si, que conduz ao precipitado de silicatos bem como fases Leves (Guo, 2011).

As microtrincas podem ter sido causadas pela alta contração durante a solidificação, mas o silício pode formar fração de volume de precipitados que são fatores importantes para diminuir a rugosidade da fratura de um sólido de Nb (comprovado com o teste de resistência mecânica). Durante o processo de deformação do teste, as fases de volume de precipitado de silício, melhoram o deslocamento e a tenacidade à fratura (Chan, 2001).

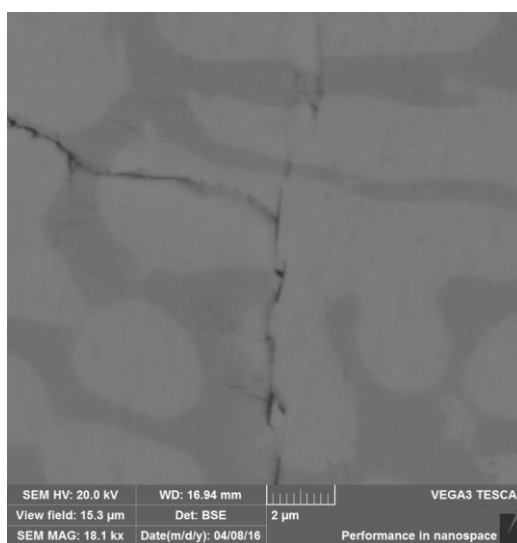


Figura 9. Microtrincas no material fundido.

A **Fig. 10**, com ampliação de aproximadamente 6000 vezes no interior da trinca, e pode-se observar que essa trinca internamente tem uma grande concentração de silício, o que aponta que a trinca foi causada por micro segregação de silício. O aumento de 2% de silício provocou trincas nos contornos de grãos da liga de Nb Cr estudado por Kong, Bin, et al. (2015).

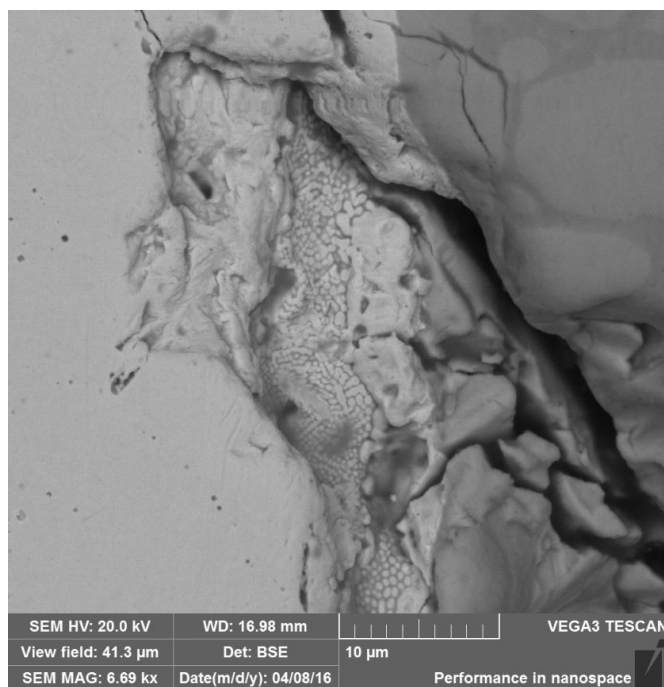


Figura 10. Imagem maior que 6000 vezes dentro da trinca.

O nióbio apresenta uma importante aplicação como elemento de liga para conferir melhoria de propriedades em produtos de aço, especialmente nos aços de alta resistência e baixa liga usados na fabricação de automóveis e de tubulações para transmissão de gás sob alta pressão. Com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), Nb pode formar uma série contínua de soluções sólidas com Ti, W, Mo, Ta e V, e soluções sólidas limitadas com Cr, Al, Hf e Zr; de acordo com o estudo de Begley et al. (1961).

Esse material caracterizado será utilizado como elemento de liga na junta de solda em estado sólido de aço e alumina para aumentar a resistência mecânica na junta uma vez que a soldagem em estado sólido apresenta sempre uma queda na resistência mecânica nessa região quando comparado com o metal de base. O nióbio fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) possui pureza acima de 90% o que foi constatado nesse trabalho. Esse percentual é suficiente para aplicação dessa nova linha de pesquisa.

4. CONCLUSÃO

Para realizar a caracterização do cavaco de Nióbio Metálico, fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) foi utilizada uma fundição do metal para que fosse possível realizar a metalografia. Isso se deu ao fato de que sua espessura é muito sutil e para que se alcançasse o resultado desejado idealizou-se a fundição do material como alternativa de êxito. Com isso, através da microscopia ótica foi verificada a qualidade da metalografia e atestado que a amostra encontrava-se preparada para a análise no MEV.

Na análise de composição química do material foi comprovado que a amostra possui cerca de 93% de nióbio em sua composição química podendo assim ser dado prosseguimento ao estudo do trabalho, por se tratar de uma real amostra de nióbio.

Na realização da análise MEV foi observado que apesar do valor de silício encontrado na análise de EDS ter sido inferior a 1% foi encontrado algumas microtrincas e na ampliação da imagem da trinca foi observado uma grande saturação de silício, o que aponta que a trinca foi causada por micro segregação de silício.

Por fim, podemos concluir, que a amostra pode ser considerada como Nióbio puro e apesar das pequenas trincas encontradas no material, ele pode fornecer alta resistência mecânica e suportar altas temperaturas, fatores fundamentais na formação de novas ligas, permitindo que seja bem empregado quando utilizado como reforço em materiais metálicos no estado sólido.

5. AGRADECIMENTOS

O autor agradece a todos que contribuíram para a realização deste trabalho, em particular, a Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), pelo fornecimento da amostra de Nióbio Metálico, ao grupo LCAM da Universidade Federal do Pará, que viabilizou com seus equipamentos a análise do material e ao Prof^o M.e. Paulo D'angelo Costa Assunção que acompanhou e orientou todo o desenvolvimento deste artigo.

6. REFERÊNCIAS

- Begley R.T. and Bechtold J. H., 1961, "Journal of the Less Common Metals", Vol. 3 No. 1, 1 p.
Chan, Kwai S., 2001, "Metallurgical and Materials Transactions", Vol. 32, No. 10, 2475 p.
Guo, Bao-Hui and Guo, Xi-Ping, 2011, "Transactions of Nonferrous Metals Society of China", Vol. 21, 1710 p.
Kong, Bin, et al., 2015, "Effects of minor Si on microstructures and room temperature fracture toughness of niobium solid solution alloys" Materials Science and Engineering, Vol. 639, pp. 114-121.
Leite, R.C.C., 1998, "Nióbio, uma conquista nacional", São Paulo: Livraria Duas idades.

CHARACTERIZATION OF METALLIC NIOBIUM THROUGH THE SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM)

GABRIEL PESSOA VILAS BOAS, gabrielpvb@msn.com¹

VICTOR OLIVEIRA FERREIRA, victorof9@hotmail.com²

IVONE THATIANNE DE ABREU DOS PASSOS CARDOSO, ivoveabreucardoso@hotmail.com¹

PAULO D'ANGELO COSTA ASSUNÇÃO, dangeloassuncao@gmail.com¹

¹Faculdade Estácio Belém, Campus IESAM, Avenida Gov. José Malcher, 1148 - Nazaré - Belém-PA

²Universidade Federal do Pará, Rua Augusto Corrêa, Nº 1, Campus Profissional, Belém -PA

Abstract *The present research comes by the fact that Niobium presents excellent properties, like resistance to high temperatures, corrosion, good mechanical properties and characteristics superconductor when combined with determinates alloys. Brazil possesses about 90% of the Niobium reservation of the world. If this resource is explored and used in a correct way, it can be reversed to the development from the country. The application of this material in the engineering field is large, arousing interest of several areas in the industry. For example, the automobile industry uses Niobium alloys because have smaller weigh and bigger resistance, besides to generate fuel economy, less wastage in the tires and increases the safety of the vehicle. Although the successful benefits received with the exploration and proper use of the material, Brazil has been limited to extract and exporting the material and by this reason, wich obligates the country to import this benefits already mentioned. On this study, the Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), provided the metallic niobium from machining, it has enabled the characterization of material by Scanning Electron Microscopy (SEM), this analysis was made with the objective to verify their properties and then it be used as alloys element in welded joints.*

Keywords: Niobium, Scanning Electron Microscopy (SEM), Characterization.