



# RBES

Revista Brasileira de  
Engenharia e Sustentabilidade

ISSN

Pelotas, RS, UFPel-Ceng

<https://periodicos.ufpel.edu.br/ojs2/index.php/RBES/index>

v.4, n.1, p. 38-44, jul. 2017

## DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA REFORÇADOS COM CARBETO DE NIÓBIO

VIEIRA, J.V.<sup>1</sup>; ROSA, L.<sup>2</sup>; OSÓRIO, A.<sup>3</sup>; ALANO, J.H.<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Universidade Federal de Pelotas – Centro de Desenvolvimento Tecnológico/CDTec, Rua Gomes Carneiro, 01 – Centro – Campus Porto – CEP 96010-610 – Pelotas/RS, Mestranda em Ciências e Engenharia dos Materiais – jtvieira1@gmail.com

<sup>2</sup> Universidade Federal de Pelotas – Centro de Desenvolvimento Tecnológico/CDTec, Rua Gomes Carneiro, 01 – Centro – Campus Porto – CEP 96010-610 – Pelotas/RS, Graduando em Ciências e Engenharia dos Materiais – leonardomaciieldarosa@gmail.com

<sup>3</sup> Universidade Federal de Pelotas – Centro de Desenvolvimento Tecnológico/CDTec, Rua Gomes Carneiro, 01 – Centro – Campus Porto – CEP 96010-610 – Pelotas/RS, Doutora em Ciências e Engenharia dos Materiais – osorio.alice@gmail.com

<sup>4</sup> Universidade Federal de São Carlos – Departamento de Engenharia de Materiais DEMa, Rod. Washington Luiz Km 235 Jardim Guanabara- CEP13565-905 – São Carlos/SP, Pós – Doutor em Ciências e Engenharia dos Materiais - henrique.al@gmail.com

**Palavras-chave:** aço 316L., reforço, propriedades mecânicas, propriedades morfológicas, sinterização.

### Resumo

O objetivo do presente trabalho é o desenvolvimento de compósitos de matriz metálica reforçados com carbeto de nióbio, com adição de 1,3, 5 e 10% de carbeto de nióbio em massa em matriz de aço inoxidável 316L, com temperatura de 1150°C e tempo de sinterização de 60min em forno tubular resistivo com atmosfera controlada em nitrogênio. Suas propriedades mecânicas, morfológicas e químicas com diferentes proporções matriz/reforço, tais como dureza, análise de microestrutura para verificar a dispersão do carbeto na matriz, análise de difração de raios X e ensaio de corrosão do material. Os resultados apresentaram boa sinterabilidade nestes parâmetros, apresentando as fases austenita do aço e NbC do reforço e o componente desenvolvido apresentou melhora na dureza quando comparado ao mesmo material sem reforço, com valor médio de 160HB. Sua resistência a corrosão, no entanto foi um pouco prejudicada com a adição do carbeto.

## DEVELOPMENT OF METALLIC COMPOUNDS REINFORCED WITH NIOBIUM CARBIDE

**Keywords:** 316L steel, NbC, mechanical properties, morphological properties, sintering.

### Abstract

The objective of this paper is the development of metallic matrix composites reinforced with niobium carbide with addition of 1, 3, 5 and 10% of niobium carbide mass in a 316L stainless steel matrix, at the temperature of 1150°C and time of 60 min of sintering in a resistive tubular furnace with controlled atmosphere in nitrogen. Its mechanical, morphological and chemical properties with different matrix/reinforcement proportions, such as hardness, optical microscope surface analysis to verify the dispersion of the carbide in the matrix, X-ray diffraction analysis and corrosion test of the material were evaluated. Results presented good sinterability at this parameters, evidenced by microscopy images and X Ray Diffraction, and the compound developed showed an improvement at the hardness when compared to the same material without the NbC reinforcement.

## INTRODUÇÃO

Nos últimos anos vários artigos foram publicados onde carbetos são utilizados como reforço e os resultados têm contribuído para grandes avanços na descoberta de vários materiais com adição dos mesmos. Segundo Fernandes (2014), ligas metálicas reforçadas por carbetos melhoram potencialmente algumas propriedades mecânicas necessárias para a utilização de importantes materiais de engenharia, tais como o aço e o níquel. No entanto, o desempenho é conseguido não apenas pela melhoria de composição, mas também por técnicas de processamento adequadas, tais como novos métodos de sinterização, no caso da metalurgia do pó.

Ainda, autores como Huang et al (2015) estudaram a influência da sinterização com e sem formação de fase líquida, além da influência da composição química, quando carbetos de nióbio é utilizado em metais duros. As composições testadas foram de 12% de carbetos de nióbio em diferentes matrizes de Co, aço e Fe<sub>3</sub>Al. Ainda, os autores avaliaram a adição de WC, VC e Mo<sub>2</sub>C à composição do produto. Com a adição de carbetos, esses autores obtiveram uma maior dureza, como também um tamanho de grão limitado, além de um aumento considerável na resistência a flexão dos compósitos.

O aço inoxidável 316L é bastante utilizado por sua alta resistência à corrosão, mas em algumas aplicações ainda possui limitações em função da sua baixa resistência ao desgaste, devido à alta tenacidade apresentada. Em Fernandes (2014) foi analisado o efeito da sinterização adicionando aditivos como carboneto de nióbio e carboneto de tântalo para melhorar o desempenho do material sob condições desgastantes. Com isso, esta pesquisa visa adquirir maior conhecimento na área, a fim de desenvolver um compósito de matriz metálica de aço inoxidável 316L reforçado com carbetos de nióbio via metalurgia do pó, visando aplicação em ferramentas de corte ou em revestimentos, bem como a avaliação do efeito do tempo e da temperatura de sinterização na microestrutura e nas propriedades mecânicas do compósito.

## MATERIAL E MÉTODOS

Primeiramente foi realizada a mistura de quatro formulações de 25g, sendo que a amostra A possui 99% em peso de aço inoxidável 316L e 1% de carbetos de nióbio, a amostra B possui 97% em peso de aço inoxidável 316L e 3% de carbetos de nióbio, a amostra C possui 95% em peso de aço inoxidável 316L e 5% de carbetos de nióbio e a amostra D possui 90% em peso de aço inoxidável 316L e 10% de carbetos de nióbio. O

pó de carbetos de nióbio utilizado passou em peneira mesh #48, segundo dados da CBMM (2015) e os pós de aço 316L em mesh #100 (BRATS, 2015). Ambos os pós foram misturados em um misturador em Y por 1h para o preparo das amostras.

Posteriormente, foram compactados os corpos de prova a fim de definir a curva de compressibilidade em uma matriz de aço temperado, obtendo assim pastilhas com 17mm de diâmetro e aproximadamente 2,8mm de altura.

Após definida a pressão a ser utilizada na compressão a partir da curva de compressibilidade, as amostras foram prensadas com uma pressão de aproximadamente 886MPa. As amostras obtidas a partir das formulações A, B, C e D apresentaram densidade a verde aproximada de 5,93 g/cm<sup>3</sup>. Logo depois de compactadas, as amostras foram sinterizadas.

A sinterização ocorreu com aproximadamente 2/3 da temperatura de fusão dos componentes, que é de aproximadamente 1150°C. Utilizou-se taxa de aquecimento de 15 °C/min, com patamar de 60min e atmosfera controlada de nitrogênio.

Após as amostras serem sinterizadas, estas foram preparadas metalograficamente para avaliação. Para tal, as amostras foram embutidas, lixadas e polidas com suspensão de alumina. Estas amostras foram, então, analisadas em um microscópio ótico da marca Olympus, modelo BX41M. O ensaio mecânico de dureza Brinell (HB) foi realizado em um Durômetro da marca VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig fab. – N° 308/163 ano 1967, utilizando uma carga de 31,25 kg/f em seis pontos diferentes das amostras.

Para as medidas de difração de raios X foi utilizado um Difratômetro Philips, modelo X'Pert MPD

com um monocromador de grafite e um anodo fixo operando a 40kV e 40mA. A radiação utilizada foi Cu-K(alfa) ( $\lambda = 1,54059 \text{ \AA}$ ), no intervalo de 20 a 100° em 2( $\theta$ ). Os difratogramas obtidos foram analisados e identificados pela comparação com as

fichas de padrões do “International Centre for Diffraction Data (ICDD)” e artigos publicados.

Para o ensaio de corrosão das amostras foi utilizado a técnica eletroquímica polarização anódica potenciodinâmica. Foi utilizada uma solução de cloreto de sódio 3,5% em massa, com eletrólito, este eletrólito comumente utilizado na caracterização da corrosão localizada de aços inoxidáveis (SENATORE et al., 2007). A célula eletroquímica utilizada foi uma convencional de três eletrodos, sendo material de estudo um eletrodo de trabalho e um contra-eletrodo de colomelano(ECS) saturado.

Para a polarização anódica potenciodinâmica foi utilizado uma faixa de varredura 1 mv/s a partir de – 100 mv em relação ao potencial de circuito aberto até 500 mv.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras sinterizadas em forno resistivo nas condições propostas apresentaram boa sinterabilidade, e suas micrografias podem ser visualizadas nas Figuras 1 a 6.

Foram sinterizadas em forno resistivo as amostras A, B, C e D (1, 3, 5 e 10% de carbetos de nióbio, respectivamente), apresentaram resultado satisfatório (vide Figuras 1 a 6). Nas Figuras 2 e 5 podem ser visualizadas amostras atacadas com água régia, onde se visualiza os contornos de grão da fase matriz de aço 316L.



Figura 1: Micrografia da amostra com formulação A, com 1% de NbC.



Figura 2: Micrografia da amostra com formulação A (1% NbC), atacada com água régia.

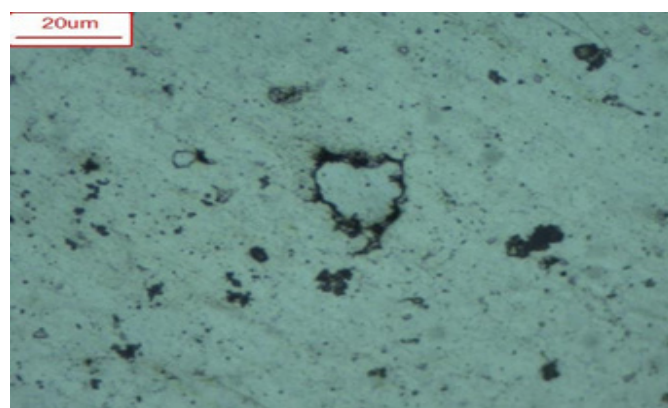


Figura 3: Micrografia da amostra com formulação B, com 3% de NbC.

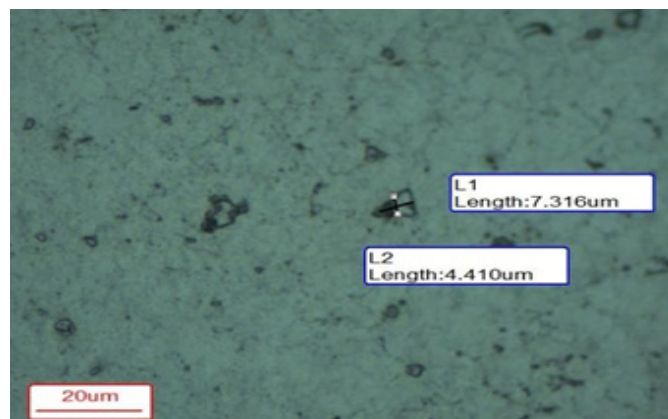


Figura 4: Micrografia da amostra com formulação C (5% NbC), com indicação das medidas de um NbC.

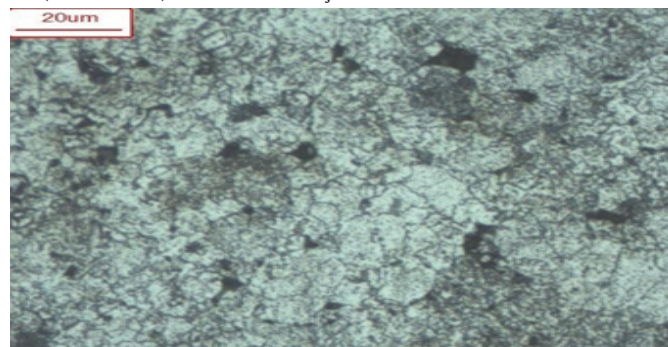


Figura 5: Micrografia da amostra com formulação C (5% NbC), atacada com água régia.



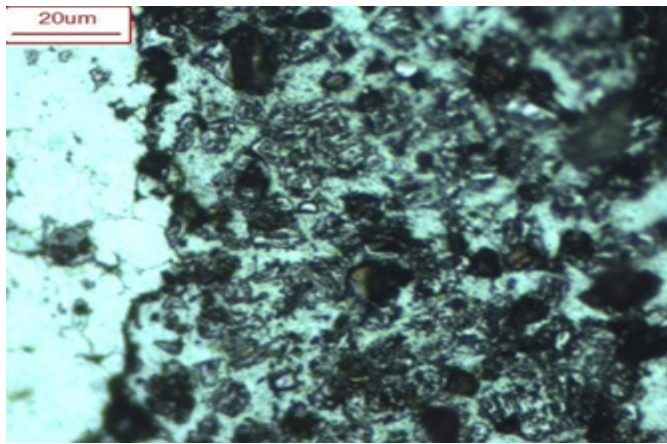


Figura 6: Micrografia da amostra com formulação D, com 10% de NbC.

Pelas micrografias pode-se observar que nas amostras A, B e C (Figuras 1, 3, e 4) o carbeto de nióbio se apresenta com distribuição mais homogênea, enquanto que na formulação D (Figura 6) se observou zonas escuras que indicam zonas de aglomeração destes carbetos. As micrografias aqui obtidas foram comparadas a trabalhos prévios sobre adição de carbetos em matriz metálica de aços inoxidáveis (KAN et al, 2016), comprovando a obtenção de microestruturas satisfatórias (com uma boa homogeneidade do NbC na matriz). Imagens das amostras com 1 e 5% de NbC atacadas com ácido foram adicionadas, evidenciando os contornos de grão da fase austenítica do aço 316L, as mesmas imagens não foram adicionadas para as amostras com 3 e 10% de NbC pois estas não acrescentam nenhuma informação adicional ao estudo.

A partir destes resultados, foi decidido não dar continuidade às análises da amostra D (10% de carbeto de nióbio) devido ao resultado insatisfatório de homogeneização do carbeto na matriz de aço 316L. A Figura 7 apresenta os difratogramas de raios X obtidos para as amostras sinterizadas com diferentes percentuais de carbeto de nióbio. Os padrões associados ao número 1 indicam as reflexões características da fase austenita dos aços inoxidáveis 316L (FERNANDES, 2011; ZIETALA, 2016). Já os padrões associados ao número 2 indicam a presença de carbeto de nióbio (SONG, 2015). Verificou-se ainda, um pico a aproximadamente  $44^\circ$  e outro a  $82^\circ$ . De acordo com a literatura pesquisada, estes picos podem ser atribuídos a um percentual de ferrita formada (ZIETALA, 2016; OLASEINDE, 2014) ou, ainda, há a possibilidade

de formação de uma fase conhecida por austenita expandida, onde o nitrogênio da atmosfera controlada reage com o Fe, formando um composto de nitreto de ferro na superfície (TSCHIPITSCHIN, 2010).

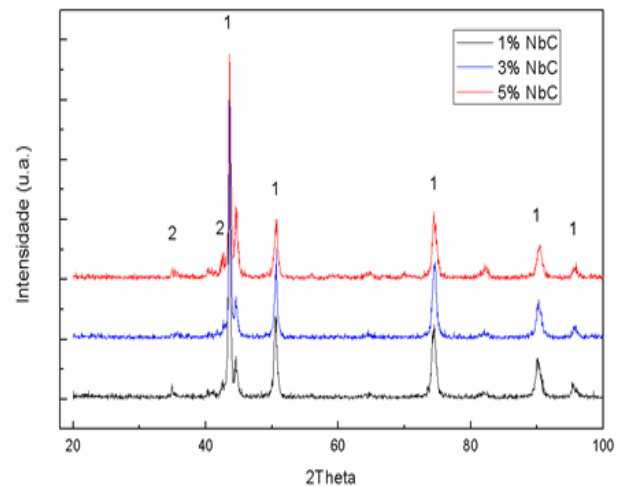


Figura 7: Difratogramas obtidos para as amostras desenvolvidas.

O ensaio de dureza Brinell utiliza penetradores esféricos, que podem ser de aço para matérias com dureza até 350 HB e metal duro (tungstênio) para matérias com dureza entre 350 a 650 HB. Para medição manual, a esfera mais utilizada é a que apresenta dimensão igual a 2,5 mm com a consideração da tabela da norma ABNT NBR NM 187 (ALBUQUERQUE et al., 2008).

Os dados obtidos referentes à análise de dureza Brinell (HB) das amostras A, B, C e D são apresentados na Tabela 1, na qual consta os valores de dureza obtidos para cada ponto, além da média e desvio padrão.

Tabela 1: Resultados das análises de dureza Brinell, com média e desvio padrão

	Dureza (HB)						Média (HB)	Desvio Padrão (%)
A	171,09	155,65	159,47	162,77	157,55	154,41	160,16	6,11
B	167,55	147,25	157,55	158,19	160,78	157,55	158,14	6,55
C	172,54	157,55	157,55	162,77	166,16	157,55	162,35	6,13
D	157,55	157,55	162,77	165,47	151,37	140,04	155,79	9,12

Conforme os resultados de dureza HB, pode-se observar que as amostras sinterizadas de composição A, B, C e D obtiveram valores próximos de dureza HB, embora houvesse uma variação na porcentagem de carbeto. O menor valor obtido foi para a amostra D (10% de carbeto de nióbio), que pode ser explicado pela aglomeração dos carbetos, que uma vez aglomerados, podem perder seu efeito de reforço na matriz.

Conforme Ishida (2009), o valor médio de dureza para aço inoxidável 316L é de 150 HB. As amostras obtidas apresentaram, então, leve aumento no desempenho mecânico, quando carbeto de nióbio é adicionado a este aço. Wen Hao Kan et al (2016) utilizou testes de dureza para avaliar a viabilidade da adição de carbetos em matriz metálica em aços inoxidáveis para aplicação em mineração, e constatou que o aumento de carbeto de nióbio resultou em um aumento de dureza global, embora tenha causado uma diminuição na quantidade de Cr em solução sólida com a matriz, o que poderia ser uma preocupação para a resistência à corrosão. Esta diminuição pode ter ocorrido devido ao fato de que a adição de carbeto de nióbio pode ter dissolvido na matriz, liberando uma pequena quantidade de C que pode ter reagido com o Cr. As simulações termodinâmicas apresentadas pelos autores também atribuíram isso a um ligeiro aumento na precipitação de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. No entanto, estes novos compostos precipitados mostram grande promessa para aplicações em desgaste e ambientes corrosivos.

Observou-se nos ensaios de corrosão que a amostra de 100% de aço inoxidável 316L é mais nobre que as amostras com adição de carbetos, sendo assim as amostras A e B respectivamente com 1 e 3% de carbeto de nióbio apresentaram maior suscetibilidade a corrosão, como também, mesmos com os diferentes percentuais

de carbeto, as amostras A de 1% de carbeto de nióbio e a amostra B com 3% de carbeto de nióbio obtiveram comportamento similar.

O potencial de pite do aço inoxidável 316L é de 0,269VECS; já nas amostras A com adição de 1% de carbetos foi de 0,07VECS e nas amostras B com 3% de carbeto foi de 0,04 VECS, evidenciando que são bem diferentes do aço inoxidável 316L (BAI et al., 2016). Estes resultados podem ser visualizados na figuras abaixo.

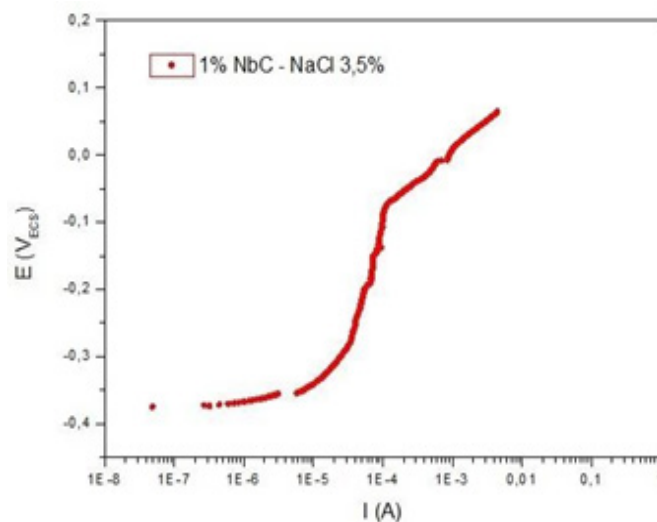


Figura 8: Curvas de polarização potenciodinâmica do aço inoxidável austenítico 316L com adição de 1% carbeto de nióbio.

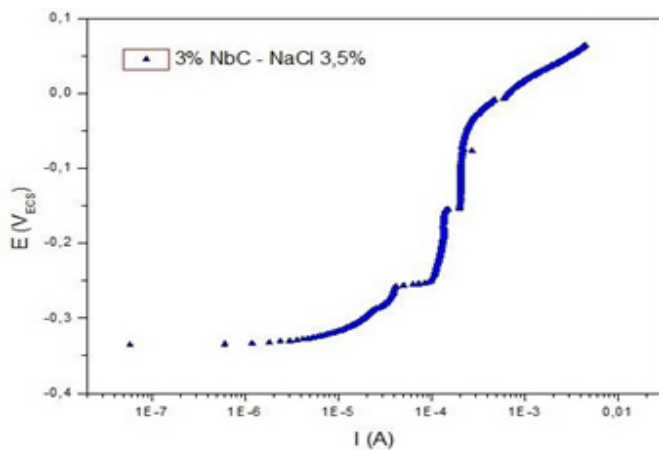


Figura 9: Curvas de polarização potencio dinâmica do aço inoxidável austenítico 316L com adição de 3% carbeto de nióbio.

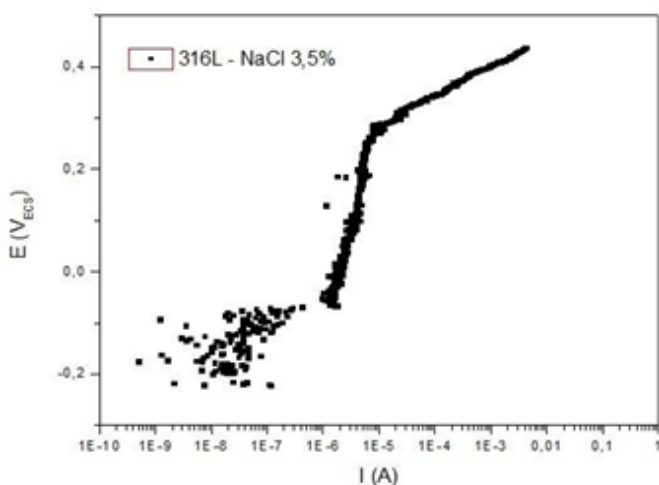


Figura 10: Curvas de polarização potencio dinâmica do aço inoxidável austenítico 3016L.

## CONCLUSÃO

A partir dos experimentos e resultados obtidos, conclui-se que foi possível obter compósitos de matriz metálica de aço inoxidável 316L reforçados com carbeto de nióbio, sendo que percentuais acima de 5% apresentaram falta de homogeneidade na matriz. Os resultados de microscopia óptica e DRX evidenciaram uma boa sinterabilidade e a presença das fases austenita (característica do aço inoxidável 316L) e carbeto de nióbio, respectivamente.

Considerando os resultados de dureza HB, se observou um leve aumento de desempenho mecânico nas amostras desenvolvidas quando comparadas ao mesmo aço sem adição de reforço. Porém, mesmo variando a porcentagem de carbeto de 1 a 5%, o aumento no valor de dureza foi bem próximo.

Os ensaios de corrosão mostraram que as amostras com adição de carbeto são mais suscetíveis a formação de corrosão, embora o aumento do percentual de carbeto tenha ocasionado uma pequena variação em termos de formação de pontos corrosivos.

Com base no estudo realizado, acredita-se que, apesar de apresentar maior suscetibilidade à formação de corrosão por pite, este componente desenvolvido possa ter aplicação na área de ferramentas de corte em meios menos agressivos.

## LITERATURA CITADA

- ALBUQUERQUE, V.; TAVARES, J.; PEDROSA, P. Medição automática da dureza Brinell utilizando técnicas de processamento e análise de imagem. In: Congresso Luso-Moçambicano de Engenharia, 5, e Congresso de Engenharia de Moçambique, 2, 2008, Maputo. Anais... UP, 2008, 8p.
- BAI, G.; LU, S.; LI, D.; LI, Y. Influences of niobium and solution treatment temperature on pitting corrosion behaviour of stabilised austenitic stainless steels. *Corrosion Science*, v. 108, pgs. 111-124, 2016.
- BRATS (Indústria e comércio de produtos metálicos especiais). Aplicações. Disponível em: <<http://www.brats.com.br>>. Acessado em 27 dez 2016.
- CBMM (Companhia brasileira de Mineração de Minas Gerais). Aplicações. Disponível em: <<http://www.cbmm.com.br/br/p/108/home.aspx>>. Acessado em 07 ago 2015.
- FERNANDES, M., Compósito de matriz metálica a base de níquel com adição de TaC e NbC produzidos via metalurgia do pó. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) Natal, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2014. 124p.
- FURUKAVA, M., Sinterização de aço inoxidável reforçado com partículas nanométricas dispersas de carbeto de nióbio – NbC. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) Natal, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2007. 163p.
- HUANG, S. G.; VANMEENSEL, H. K.; MOHRBACHER, M. WOYDT, J.
- VLEUGELS. Microstructure and mechanical properties of NbC-matrix hardmetals with secondary carbide addition and different metal binders. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v.48, pgs. 418–426, 2015.
- ISHIDA, M. Avaliação comparativa de barras laminadas do aço AISI 316L com e sem tratamento térmico de solubilização. Dissertação (Pós-Graduação em Engenharia Minas, Metalúrgica e de Materiais.). Porto Alegre, Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009. 78p.
- KAN, W; YE, Z.; ZHU, Y.; BHATIA, V.; DOLMAN, K.; LUCEY, T.; TANG, X.;
- PROUST, G.; CAIRNEY, J. Fabrication and characterization of microstructure of stainless steel matrix composites containing up to 25 vol% NbC. *Materials Characterization*, v. 119, pg. 65-74, 2016.

OLASEINDE, O.; MERWE, J.; CORNISH, L. Characterization and Corrosion Behaviour of Selected Duplex Stainless Steels in Acidic and Acidic-Chloride Solution. *Advances in Chemical Engineering and Science*, v.4, pgs. 89-93, 2014. SENATORE, M.; FINZETTO, L.; PEREA, E. Estudo comparativo entre os aços inoxidáveis dúplex e os inoxidáveis AISI 304L/316L. *Revista Escola de Minas*. 60.1, pgs. 175-181, 2015

SONG, Q. et al. Preparation of niobium carbide powder by electrochemical reduction in molten salt. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 647, pgs. 245-251, 2015.

TSCHIPTSCHIN, A.; PINEDO, C. Estrutura e propriedades do aço inoxidável austenítico AISI 316L Grau ASTM F138 nitretado sob plasma à baixa temperatura. *Revista Escola de Minas*, v.63, n.1, p.137-141, 2010.

WOYDT, M.; MOHRBACHER, H. The use of niobium carbide (NbC) as cutting tools and for wear resistant tribosystems, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, v. 49 212–218. Amsterdã; Elsevier, 2015

ZIĘTALA, M. et al. The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping. *Materials Science & Engineering A* 677, Elsevier, 2016. 10p.