

ESTUDO DE COMPOSTOS INTERMETÁLICOS DE Au – Al, OBTIDOS POR DIFUSÃO NO ESTADO SÓLIDO, USANDO A MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A. S. S NEVES¹, L. M. M. DIAS², M. V. R. da SILVA³, F. A. de SÁ⁴, J. A. S. SOUZA⁵

^{1,2,3,4,5} Universidade Federal do Pará, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia

E-mail para contato: alacidneves@ufpa.br

RESUMO – Utilizando filmes de Au – Al foram estudados os compostos intermetálicos. formados pela difusão no estado sólido. A Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Energia dispersiva por elétrons secundários (EDS) foram os métodos utilizados para a observação do fenômeno. A amostra de ouro com massa de 0,330 g e pureza de 99,9 % foi laminada até a espessura de 0,1 mm, sobreposta com papel alumínio com pureza de 99 %. Os filmes foram enrolados, tipo rocambole e prensados. Em seguida submetidos a tratamento térmico a 550 °C por 1 hora. O corpo de prova foi resfriado em dessecador por 24 h. O procedimento metalográfico seguiu a norma ASM Handbook, ASM Internation, 2004 de preparação de amostras. A metalografia foi desenvolvida através do embutimento a frio de uma porção de 0,045 g do corpo de prova em resina acrílica, a qual foi lixada com lixas de grãos abrasivos de número 400, 600, 1200, 1500 e 2000 e polida com alumina.

Palavras – chave: Difusão, intermetálico Au – Al, microscopia eletrônica de varredura.

1. INTRODUÇÃO

Materiais são submetidos com frequência a tratamentos térmicos para melhorarem suas propriedades mecânicas (Callister; Willian, 2011) da composição química como resultado do movimento dos átomos, ou ocorrência de difusão no estado sólido (Shackelford, 2008).

O processo, no qual os átomos de um metal se difundem para o interior do outro, é conhecido como interdifusão, ou difusão de impurezas. O fenômeno de difusão no estado sólido pode ocorrer quando as barras de dois metais diferentes se unem, de modo que exista um contato íntimo entre as duas fases (Callister; Willian, 2011).

Sob o ponto de vista microestrutural, a fase de um material é uma região que difere da outra no que se refere à estrutura e /ou à composição. Um diagrama de fases é a representação gráfica que indica para diferentes temperaturas, pressões e composições, quais as fases presentes no sistema (ASM, 1992).

No diagrama de fases ouro – alumínio (Au-Al) mostrado na Figura. 1, há cinco fases de intermetálicos descritas por Hansen identificadas no sistema como AuAl_2 , AuAl , Au_2Al , Au_5Al_2 e Au_4Al (Philofsky, 1970). Somente os compostos AuAl_2 e Au_2Al têm ponto máximo de fusão, enquanto todos os outros formam-se periteticamente (Majni *et al.*, 1981).

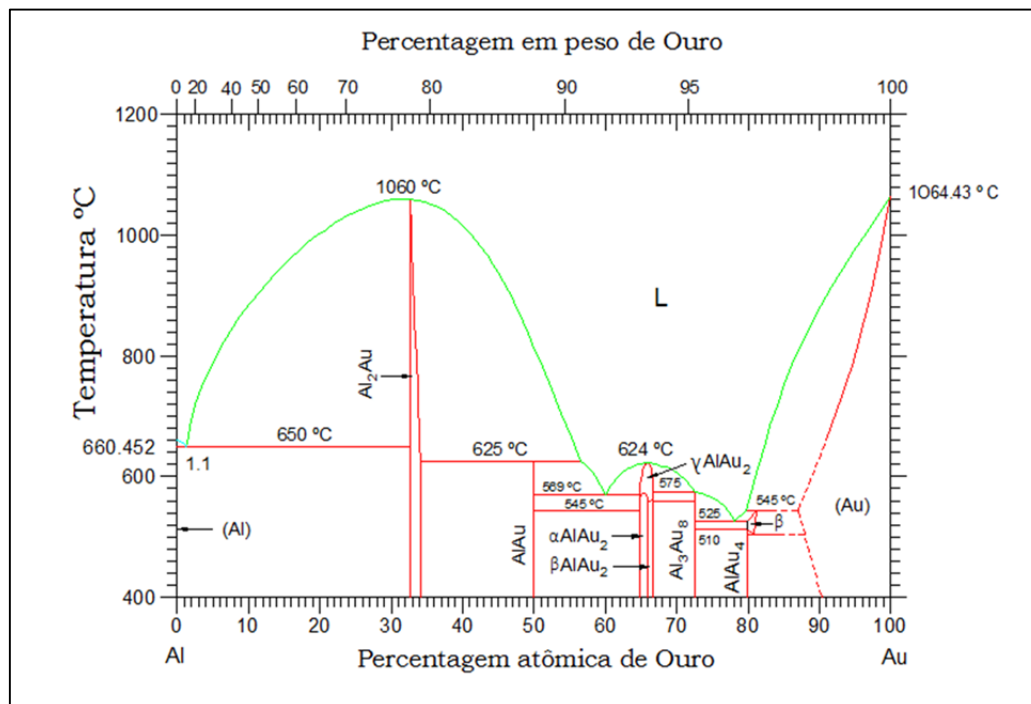


Figura1-Diagrama de fases Au-Al.
Fonte: Adaptado de Murray *et al.* (1987)

Os intermetálicos são constituídos de dois ou mais elementos metálicos com características particulares e distintas dos metais que os originaram (Leal Neto; Guilherme, 2012).

O ensaio metalográfico realizado em materiais metálicos pode ser macrográfico ou micrográfico, e é abordado através de sua textura que em geral é realizado em uma seção previamente preparada e atacada adequadamente por um reagente químico. A macrografia pode ser observada a olho nu, lupa ou com utilização de microscópios estéreos (que favorecem a profundidade de foco e dão, portanto, visão tridimensional da área observada) com aumentos que podem variar de 5X a 64X, por seu intermédio tem-se uma ideia do conjunto (ASM, 1992).

Para a visualização da microestrutura de metais, diversas soluções de ataque têm sido utilizadas com a finalidade de identificar as regiões dos contornos de grão, tamanho de grão, microconstituintes, proporção e dispersão de fases, inclusões e micro segregação, que são observadas através da microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) sendo que a identificação quantitativa dos elementos químicos pode ser obtida através da espectroscopia de energia dispersiva (EDS). (Vurobi Junior; Cintho, 2008).

A difusão intermetálica em sistemas binários Al-Au é de muito interesse devido estes sistemas exibirem propriedades mecânicas adversas e favoráveis. Tais propriedades são particularmente importantes em fabricação de circuito integrado (Fouracre, 1986). Enquanto que as propriedades ópticas são importantes na fabricação de jóias devido a coloração que pode ser obtida através da cobertura de finas camadas de ouro púrpuro, por exemplo, obtidos do composto intermetálico AuAl_2 (Supansomboon *et al*, 2008). Há ainda o interesse do ponto de vista teórico que está relacionado com estudo de estruturas eletrônicas de ligas (Piao *et al*, 2002).

Neste estudo utilizamos Microscópio de varredura eletrônica (MEV) e Espectroscopia por dispersão de energia (EDS) para a visualização e determinação da composição química de intermetálicos formados pela difusão no sistema binário Au-Al.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo iniciou com a laminação da amostra de ouro com certificado de pureza 99,9 % e espessura de 0,1 mm, que foi sobreposta com filme de alumínio com pureza 99,9 % e espessura de 0,02 mm, a seguir as lâminas foram enroladas estilo rocambole de tal modo que os filmes pudessem ficar intimamente em contato como mostra a Figura 2.1, sendo então submetido à temperatura de 550 °C em mufla por 1 hora e após este período foi resfriado em dessecador por 24 horas.



Figura 2.1 – Rocambole das lâminas ouro e alumínio

Fonte: Acervo próprio

Para o ataque colorido na amostra 1, foi utilizado uma solução de Iodeto de potássio e Iodo sublimado, com tempo de contato de 40 segundos, conforme a norma ASM Handbook.

Para o ataque químico na amostra 2 foi utilizado água régia que é uma solução de ácido clorídrico e ácido nítrico na proporção 3:2, com tempo de contato de 40 segundos, conforme a norma ASTM E 407-07, indicado para ligas a partir de 90% de ouro.



Figura 2.2 - Embutimento da Amostras 1 e Amostra 2.

Fonte: Acervo próprio

As regiões de difusão das amostras foram identificadas utilizando os seguintes dispositivos: microscopia eletrônica de varredura (MEV), e a identificação quantitativa dos elementos químicos foi obtida através da espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As Figuras 3.1 (amostra 1) e Figuras 3.2 (amostra 2), mostram as micrografias eletrônicas obtidas do MEV que indicam os filmes de ouro (na cor branco) e alumínio (na cor cinza) após o tratamento metalográfico. A amostra 1 sofreu o ataque químico com uma solução de iodo sublimado e iodeto de potássio e a amostra 2 o ataque foi com água régia. Com relação ao ataque químico foi observado que não se visualizou os contornos de grãos e as diferenças nas fases microestruturais.

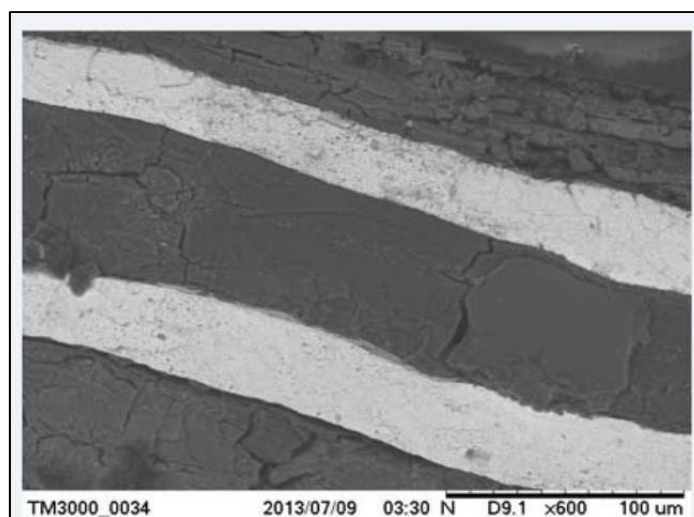


Figura 3.1 – Micrografia dos filmes Au-Al da amostra 1 após ataque químico.

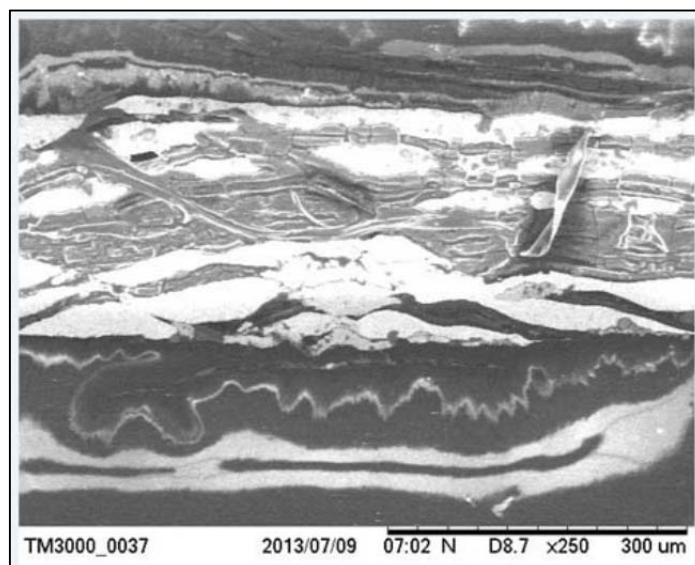


Figura 3.2 – Micrografia dos filmes Au-Al da amostra 2 após ataque químico.

A Figura 3.3 é composta pela micrografia obtida por MEV e pelo espectro do ponto obtido por EDS da amostra 1 localizado próximo da superfície de contato. Os picos apresentados no EDS indicam teores de alumínio e ouro, sugerindo a ocorrência da difusão do alumínio no ouro. Os valores dos percentuais em peso foram: 18,624 de C; 24,531 de O; 4,402 de Al e 52,452 de ouro. Os picos de carbono e oxigênio que aparecem no espectro são da resina utilizada no embutimento, portanto são desconsiderados. Desse modo, temos que as massas do ouro e alumínio nos picos encontrados para este ponto representam 100%, sendo 62% de ouro e 38% de alumínio.

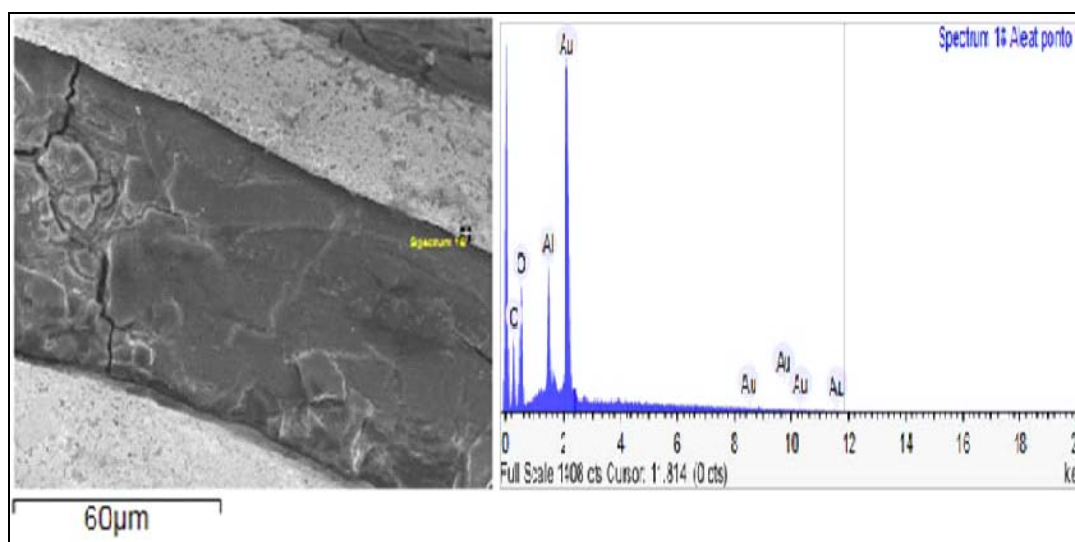


Figura 3.3 – Micrografia (MEV) e Espectro do EDS do Au-Al (amostra 1) próximo da superfície de contato

A Figura 3.4 é composta pela micrografia obtida por MEV e pelo espectro do ponto obtido por EDS da amostra 1 localizado em um ponto afastado das superfícies de contato. O espectro de EDS apresentou somente picos significativos de ouro, o que demonstra que não

houve difusão do alumínio no ouro na região mais afastada das fronteiras de contato entre os filmes.

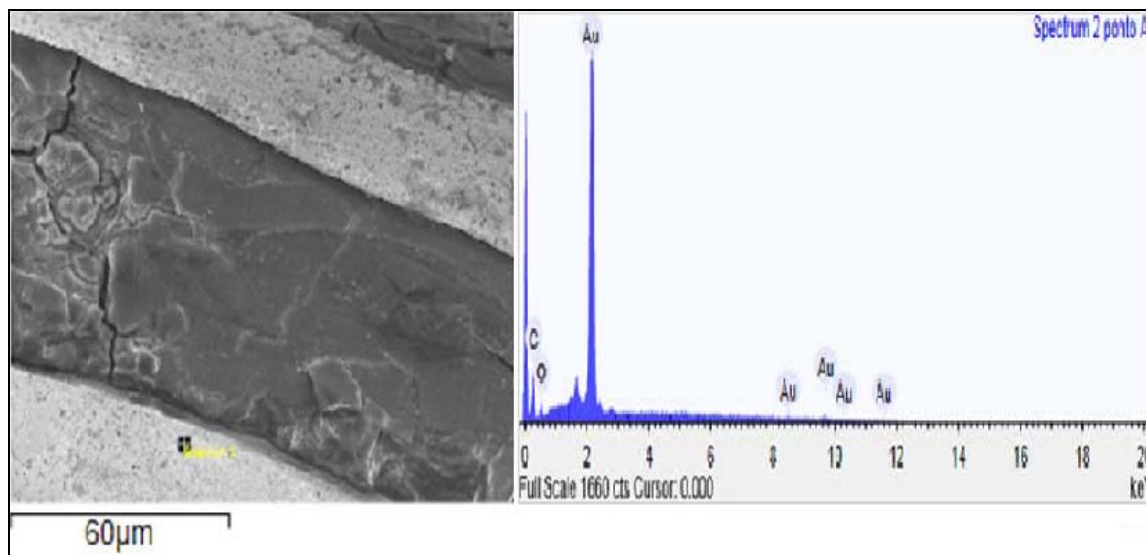
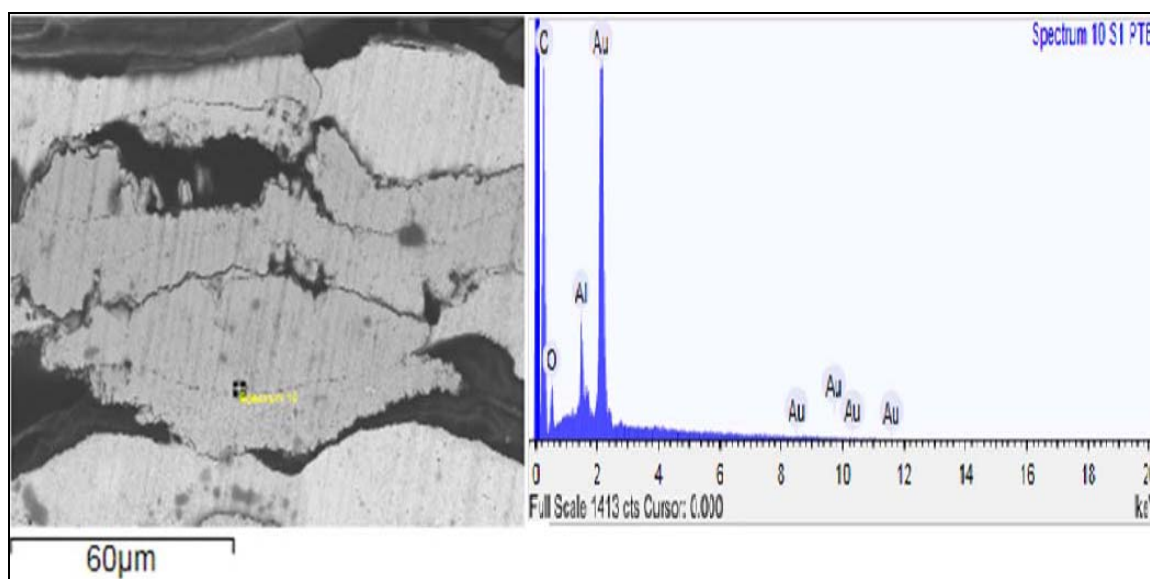


Figura 3.4 – Micrografia do Au-Al (MEV) e Espectro do EDS do Au-Al (amostra 1) afastado da superfície de contato.

A Figura 3.5 é composta pela micrografia obtida por MEV e pelo espectro do ponto obtido por EDS da amostra 2. Os resultados percentuais em peso foram: 56,156 de C; 8,465 de O, 2,138 de Al e 33,241 de Au. Os picos de carbono e oxigênio que aparecem no espectro são da resina utilizada no embutimento, portanto, assim como nas amostras anteriores também foram desconsiderados. Desse modo, temos que as massas do ouro e alumínio nos picos encontrados neste ponto representam 100%, sendo 67% de ouro e 33% de alumínio.

Do mesmo modo que na amostra 1 o teor de alumínio captado pelo EDS mostra que houve difusão do alumínio no ouro.



4. CONCLUSÃO

Os resultados do estudo metalográfico mostram que houve difusão do alumínio no ouro. A difusão do alumínio no ouro, nas amostras 1 e 2, demonstrou que o fenômeno ocorreu principalmente nas fronteiras de contato entre os filmes e não em toda a superfície do ouro.

As análises realizadas pela Espectroscopia de energia dispersiva (EDS), nos pontos selecionados em que ocorreu a difusão entre o alumínio e ouro, apresentaram picos que indicam a formação de compostos intermetálicos.

A técnica metalográfica utilizada neste estudo não possibilitou a retirada de informações da sua microestrutura, isto pode ter ocorrido devido ao tempo de contato da solução de ataque com a amostra não ter sido suficiente para revelar as regiões dos contornos de grão e tamanho de grão.

5. REFERENCIAS

ASM- AMERICAN SOCIETY FOR METALS, Handbook – Alloy phases diagrams *ASM International*, v.3,1992

ASTM STANDARD E3-11 – Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. *American Society for Testing and Materials*, 2011.

ASTM STANDARD E407-07 – Standard Guide for Microetching Metals and Alloys. *American Society for Testing and Materials*, 2007.

CALLISTER, Jr; WILLIAN, D. *Fundamentos da ciência e engenharia de materiais*. Rio de Janeiro: LTC, 2011.

FOURACRE, R. A. Electron Microscope Observations of chemical diffusion in the Al/Au system. *Thin Solids Films*, p. 135, 1986.

LEAL NETO, R. M.; GUILHERME, E. G. Elaboração mecânica de ligas de ouro colorido por moagem de alta energia. *67º Congresso Abm- International*. Rio de Janeiro, 2012.

MAJNI, C. et al. Gold-aluminum thin-film interactions and compound formation. *J. Appl. Phys.* p.52(6), June, 1981.

MURRAY, J. L et al. The Al – Au (Aluminum – Gold) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. v. 8, n 1, p. 20-30, 1987.

PHILOFSKY, ELLIOT. Intermetallic formation in gold-aluminum systems. *Solid-State Electronics*. 1970)

PIAO et al. Electronic structures of Au-Al thin-films alloys by high energy XPS and XANES. *Journal of Electron Spectroscopy*, p. 125, 2002.

SHACKELFORD, JAMES F. *Ciência dos Materiais*. 6ªed. SP: Pearson Prentice Hall, 2008.