

PRODUÇÃO DE LIGA Al-Fe-Nb POR MECHANICAL ALLOYING.

RODRIGO ESTEVAM COELHO*
FRANCISCO AMBROZIO FILHO**

RESUMO

O processo de “mechanical alloying” (MA) é uma técnica que tem sido usada para produzir materiais com diversas vantagens sobre as ligas convencionais. Nas ligas obtidas por MA são desenvolvidas novas fases com fina microestrutura e um alta fração volumétrica de dispersóides estáveis termicamente. Apresenta-se neste trabalho a interação da mistura de pó dos elementos Al, Fe e Nb no estado sólido pelo processo de MA, na composição de Al-Fe_{6,2}-Nb_{1,0} (at%) que foi estudada em função do tempo. A mistura de pó foi processada em moinho atritor com adição de 0,5 (wt%) de cera, “Hoeschst Wachs C Mikropulver”, sob atmosfera de nitrogênio. A investigação da microestrutura do material obtido foi realizada por difratometria de raios-X, análise térmica diferencial e microscopia eletrônica de varredura. Após 10 horas de moagem foram encontradas duas novas fases cristalinas verificadas por raios-X e através da análise por energia dispersiva realizada com EDAX Phillips observou-se uma distribuição homogênea de Fe e Nb na matriz alumínio.

Palavras-chaves: “mechanical alloying”, fases cristalinas, distribuição homogênea

53^o Congresso Anual da ABM

CNEN / SP

ipen- Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

*Cidade Universitária “Armando de Sales Oliveira” - Travessa R, 400
CEP 05508-900 - Caixa Postal: 11049 - CEP 05422-970 - São Paulo - SP - Brasil
Fone (011) 816-9391 - Fax (011) 816-9370 - Email: recoelho@net.ipen.br*

* Doutorando - Laboratório de Metalurgia do Pó.

** Prof. Dr. do Departamento de Materiais.

1- INTRODUÇÃO

O processo de “mechanical alloying” (M.A.) foi desenvolvido na década de 1960 para moagem de compósitos metálicos em pós. Atingiu escala comercial a partir da década de 1980 quando foi demonstrado que poderia também ser usado para obtenção de materiais com estrutura cristalina estável e metaestável, quasicristalina, nanocristalina e amorfa ^{1, 2, 3}. O processo de M.A. envolve conceitos de mecânica, fluxo de calor, termodinâmica e cinética e tem sido objeto de grande interesse de estudo ⁴.

A composição inicial de uma mistura de pós submetidos ao processo de M.A. pode influenciar na síntese de formação da liga. ^{5,6} O M.A. apresenta algumas vantagens sobre os processos convencionais de obtenção das ligas de alumínio, como, materiais de microestrutura com alta fração volumétrica de dispersóides termicamente estáveis e homogênea e distribuído na matriz ⁷.

A liga Ti-Mg nanocristalina, em solução sólida, com cristais de aproximadamente 10-15nm apresenta uma estrutura CFC metaestável. Após processada por M.A. durante 4 horas, transforma-se em uma solução sólida cuja estrutura passa a ser HC ⁸. Os tamanhos de grãos nanocristalinos produzidos em alguns materiais através de M.A. podem ser explicados pelos resultados da competição entre a criação e a recuperação dos defeitos na rede cristalina ⁹. A energia livre de Gibbs é aumentada para altos níveis durante a moagem, resultando em reações que favorecem as mudanças microestruturais ¹⁰.

Para se obter materiais com as características descritas nos parágrafos anteriores é necessário utilizar parâmetros que gerem energia cinética suficiente no sistema de moagem. Dentre os parâmetros, alguns são fundamentais, como exemplo: o tipo de equipamento, o diâmetro e o movimento das bolas, a razão massa de bolas e massa de material, os aditivos e a atmosfera do sistema ^{11,12}.

Geralmente são utilizados moinho de bolas do tipo atritor vertical, vibratórios, planetários e horizontais². O moinho atritor horizontal, para produção semi-contínua, desponta como alternativa para sintetizar alguns sistemas de ligas em escala comercial ¹⁰.

Através do M.A. pode-se estabelecer um mecanismo simultâneo de “soldagem” e de “fratura” no material processado. Entretanto é fundamental o uso de agentes controladores, tais como, ácido esteárico, metanol ou cera a base de polietileno. HUANG & LAVERNIA ¹³ (1995) referem-se ao trabalho de GILMAN (1979), o qual usou Nopcowax-22 DSP no

processamento de liga alumínio-alumina, para reduzir “a soldagem” e manter o processo controlado.

Durante a moagem pode haver contaminação com elementos estranhos à composição inicial, tais elementos são provenientes do meio utilizado. O dispositivo e os acessórios usados devem ser fabricados de materiais resistentes ao desgaste e as experiências devem ser realizadas em atmosfera de argônio ou nitrogênio⁵.

A fase de desenvolvimento do M.A. para obtenção de materiais com estrutura cristalina estável e metaestável, quasicristalina, nanocristalina e amorfa está praticamente inexplorada², motivando pesquisas na área.

O presente estudo contém os resultados da investigação da evolução microestrutural da mistura Al-Fe-Nb interagida por M.A.. Verificou-se que com o aumento do tempo de moagem ocorre o aparecimento de novas fases, identificadas por raios-X e por microscopia eletrônica de varredura.

2- PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

As partículas iniciais de Al(40 μ m)-Fe(100 μ m)-Nb(100 μ m) com adição de 0,5 % em peso de cera de polietileno, para controle do processo, foram interagidas por M.A. utilizando-se um moinho de bolas de alta energia do tipo atritor em atmosfera protetora de nitrogênio. Para início de processo, a mistura de pó foi preparada nas proporções atômicas de Al_{92,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}.

Os parâmetros de processo utilizados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Parâmetros do processo de moagem

Volume do recipiente (cm ³)	550
Massa de pó (g)	50
Massa de cera (%)	0,5
Razão de carga (Massa de bola / Massa de pó)	10:1
Diâmetro de bola (mm)	7
Velocidade da haste (rpm)	1400
Atmosfera passante	Nitrogênio
Refrigeração	Água
Tempo de processo (h)	1, 5, 10, 20, 40

Após o processo de mechanical alloying, os pós foram caracterizados por difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura e análise térmica diferencial (ATD).

A amostra com 10 horas de moagem foi preparada utilizando-se o embutimento de uma fina camada de pó seguida de lixamento e investigada por EDAX Phillips no microscópio eletrônico de varredura.

3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

A curva apresentada na Figura 1 corresponde ao resultado da análise térmica diferencial do pó obtido em 10, 20 e 40 horas de moagem. Essa análise foi realizada a uma taxa de aquecimento de 20 °C/min nas temperaturas variando de 12 a 800 °C. Verifica-se que do início das curvas (linhas a, b, c) até 600 °C ocorre o efeito exotérmico. Tal efeito possivelmente está associado a recuperação da deformação das fases compostas pelos elementos Al-Fe-Nb provocada durante o processo de moagem. O pico endotérmico na curva do ATD ocorre a 650°C e está associado a uma mudança de fase coincidindo com a temperatura de fusão do alumínio. Efeitos semelhantes a estes também foram analisados por Szyszko, Fadeeva & Matyja¹⁴ (1997).

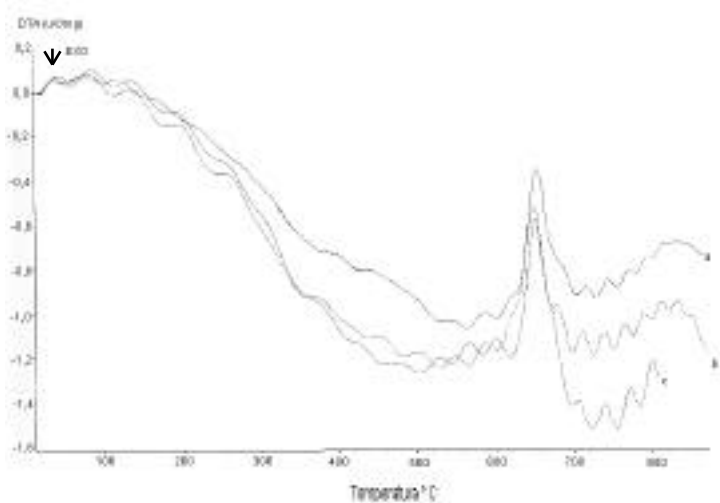


Figura 1 - Curvas de ATD representando o material submetido ao aquecimento em atmosfera de argônio, (a) 40 h, (b) 20h, (c) 10 h.

Os difratogramas de raios-X do material Al-Fe-Nb para diferentes tempos de moagem estão apresentados na Figura 2. Na indexação dos elementos foi observado que todos os picos de Fe difratados se sobrepõe com os picos de Al e os quatro picos de Nb difratados, dois destes também se sobrepõe com os picos de Al.

Observa-se também pelos difratogramas uma diminuição da intensidade e um alargamento dos picos de difração, isto ocorre com o aumento o tempo de moagem. A diminuição da intensidade e o alargamento dos picos podem ser justificados pela criação de defeitos e a elevação das discordâncias provocados no material durante o processo de moagem; com o aumento do tempo, o material tende a amorfização perdendo a cristalinidade.

A partir de 10 horas de moagem observa-se a formação de duas novas fases que podem ser vistas também no difratograma de raios-X. Os novos picos indicam possivelmente a formação de fases intermetálicas. Essas fases apresentam distâncias interplanares $d_1 = 2,5830 \text{ \AA}$ e $d_2 = 2,4339 \text{ \AA}$ com intensidades de 4 % e 12% respectivamente. Estudos subsequentes estão sendo realizados para a identificação destas novas fases e outros parâmetros para operação do equipamento de raios-X serão utilizados para evitar a sobreposição dos picos de Al-Fe e Al-Nb, isto facilitará a análise do diagrama.

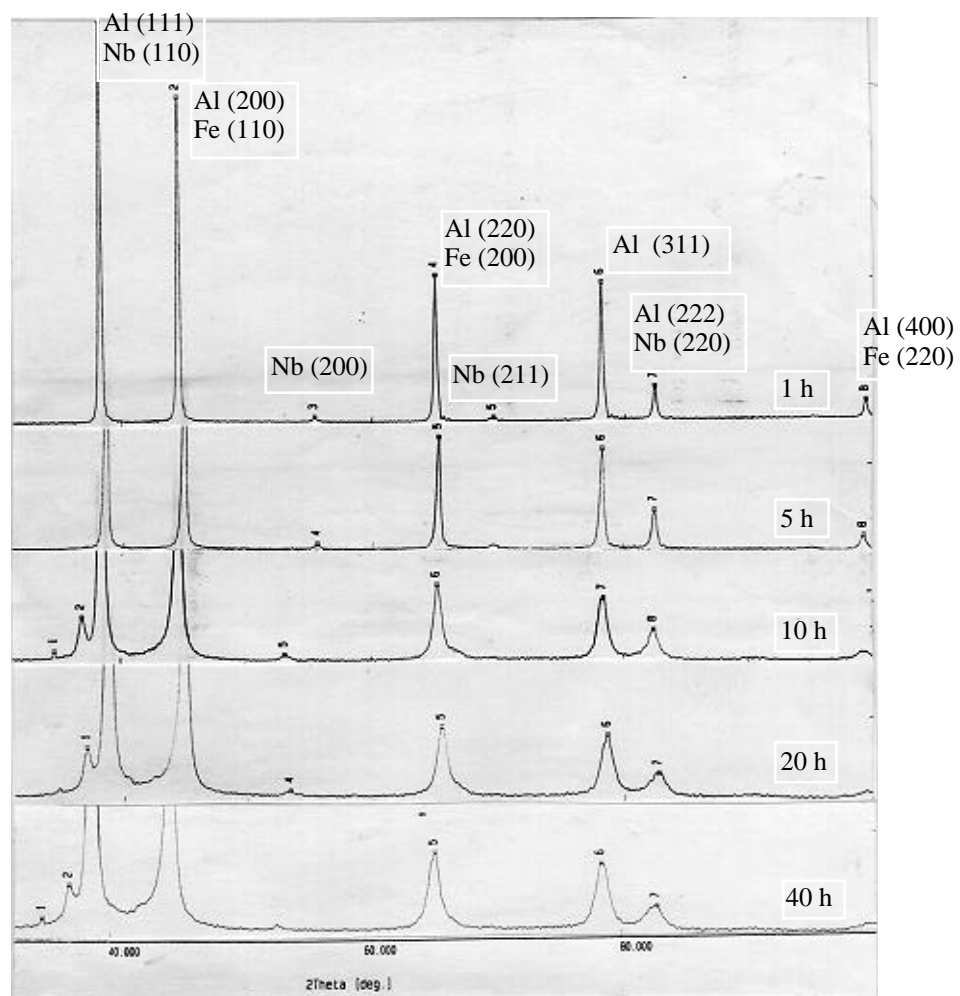


Figura 2 - Difratogramas de raios-X em função do tempo de moagem.

Várias partículas de pó foram analisadas isoladamente através de análise por energia dispersiva (EDAX-Philips). Os valores médios percentuais semi-quantitativos de cada elemento encontrados no interior da partícula de pó apresentaram a composição $Al_{92,4}-Fe_{6,7}-Nb_{0,9}$ (at%). A microfotografia do feixe retro-espalhado apresentada na Figura 3 é uma das partículas de pós observadas; os pontos mais claros correspondem a fases ricas em ferro e nióbio e estão distribuídos na matriz alumínio.

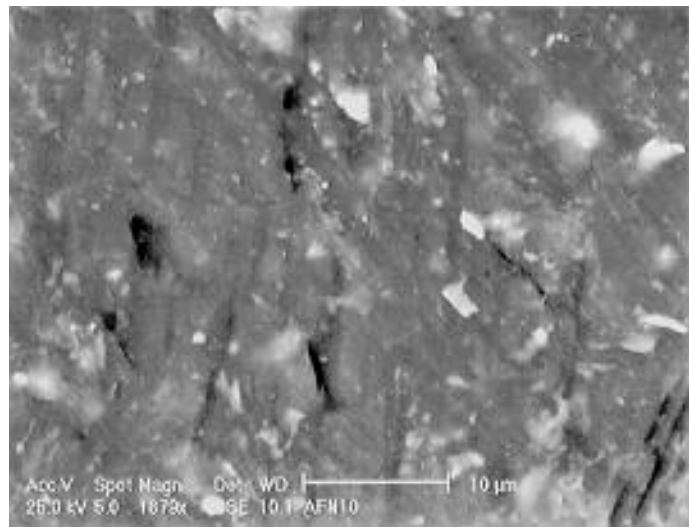
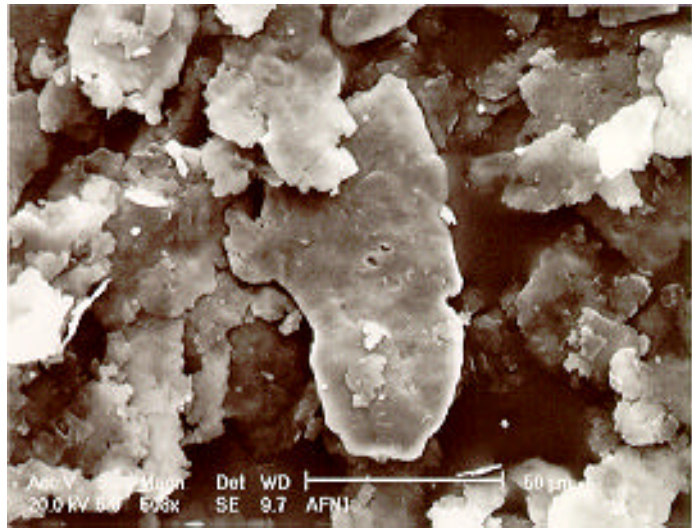
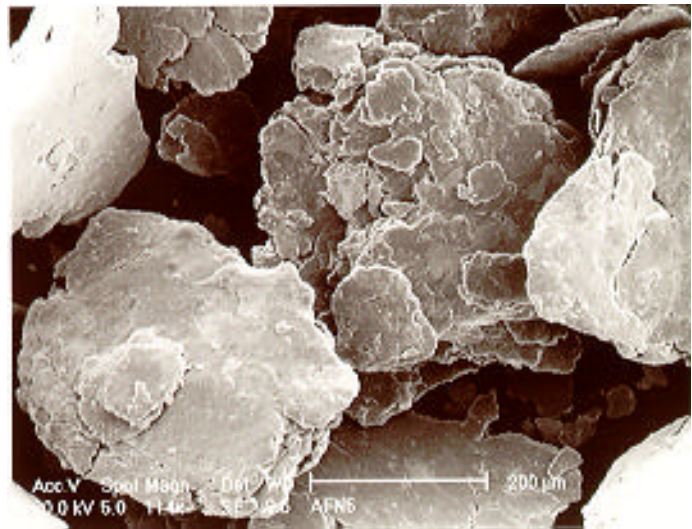


Figura 3 - Distribuição do ferro e do nióbio dentro da matriz alumínio na partícula de pó (10h de moagem).

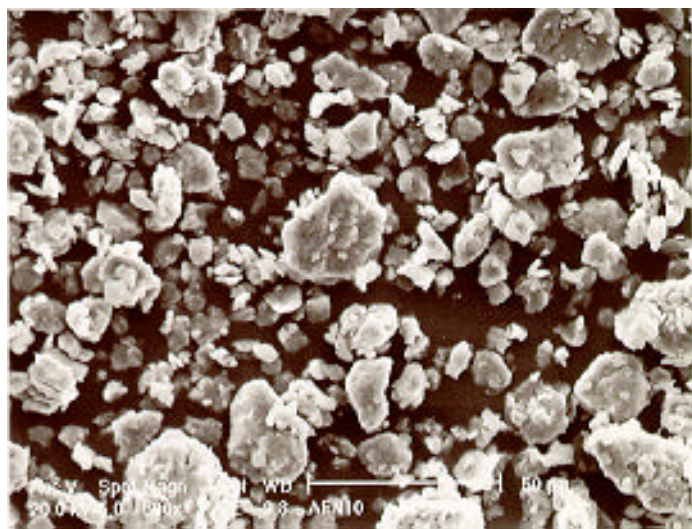
A evolução morfológica das partículas de pós para vários tempos de moagem estão representadas na figura 4 (a, b, c, d, e). Na Figura 4 (a) as partículas elementares foram moídas por 1h; observa-se o início da fratura. Na Figura 4(b) foram moídas por 5 horas; observa-se que as partículas estão ainda mais fraturadas e sobrepostas, apresentando a forma de escama. Percebe-se que após 10 horas de moagem, Figura 4 (c, d, e), as partículas assumem a forma arredondada, diminuem de tamanho apresentando diâmetros inferiores a $30\ \mu\text{m}$. O tempo de processo e a cera de polietileno, utilizada como aditivo, são fatores fundamentais para causar esta evolução morfológica.



(a)



(b)



(c)

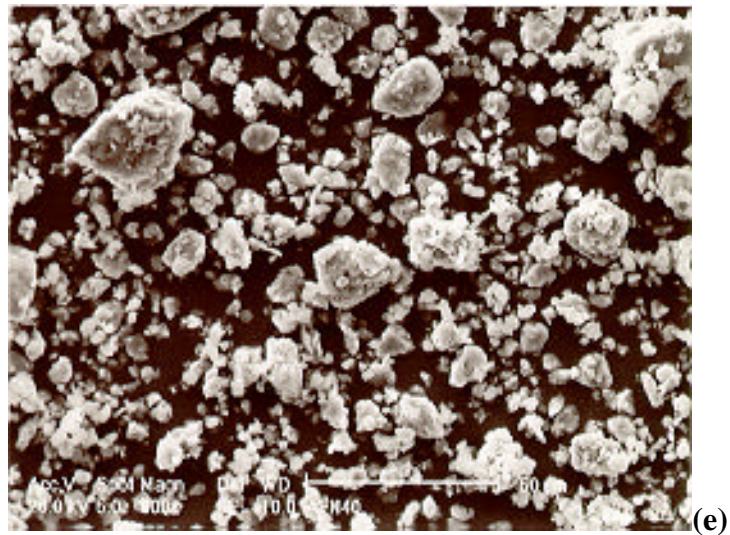
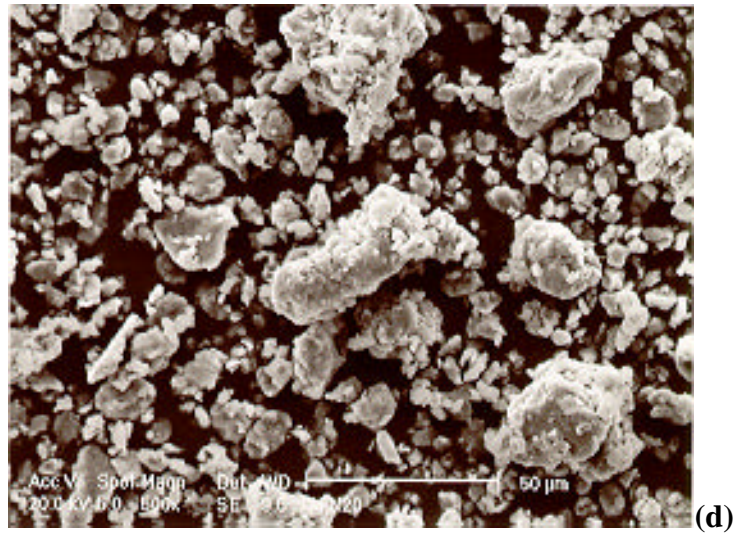


Figura 4 - Morfologia das partículas observadas no MEV nos diferentes tempos de moagem, (a) 1h, (b) 5h, (c) 10h, (d) 20, (e) 40h.

4- Conclusões

Pelo presente estudo pode-se concluir que o processo de “mechanical alloying” utilizando-se o equipamento do tipo atritor vertical, no sistema Al-Fe-Nb, resulta na formação de novas fases cristalinas após 10 horas de moagem. Uma outra característica fundamental observada, é a morfologia da partícula que vai tomando forma arredondada com o aumento do tempo de processo, isto facilita os processos de conformação subsequentes.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [01] BENJAMIN, J. S. - Metallurgical Transactions, 1970, vol.1, p. 2943.
- [02] CALKA, A. & RADLINSKI, P. - **Universal High Performance Ball-Milling Device and its Application for Mechanical Alloying**. Materials Science and Engineering. 1991, A134 pp. 1350-1353.
- [03] RODRIGUEZ, J. A.; GALLARDO, J. M. & HERRERA, E. J. - **Structure and Properties of Attrition-Milled Aluminium Powder**. Journal of Materials Science. 1997, vol.32, pp. 3535-3539.
- [04] RYDIN, R. W.; MAURICE, D. & COURTNEY, T. H. - **Milling Dynamics: Part I. Attritor Dynamics: Results of a Cinematography Study**. Metallurgical Transactions. 1993, vol. 24A, pp. 175-185.
- [05] ITSUKAICHI, T.; MASUYAMA, K.; UMEMOTO, M.; OKANE, I. & CABAÑAS, J. G.- **Mechanical Alloying of Al-Ti Powder Mixtures and their Subsequent Consolidation**. Journal Materials Research. 1993, vol.8, n. 8, pp.1817-1827.
- [06] PORTNOV, V. K.; LENOV, A. V.; FADEEVA, V. I. & MATYJA, H. - **The Formation of B2 Structure by Mechanical Alloying of $Al_{50}Fe_{50-x}Ni_x$ Powder Mixtures**. Materials Science Forum. 1998, vols. 269-272, pp.69-74.
- [07] NIU, X. P.; BRUN, P. Le; FROYEN, L.; PEYTOUR, C. & DELAEY, L. - **High-Strength and High-Stiffness Al-Fe-Mn Alloys Fabricated by Double Mechanical Alloying**. Powder Metallurgy International. 1993, vol.25, pp.118-124.
- [08] SURYANARAYANA, C. & FROES, F. H.- **Journal of Material Research**. 1990 n.5, p.1880.
- [09] ECKERT, J.; HOLZER, J. C.; KRILL III, C. E. & JOHNSON, W. L. - **Journal of Material Research**. 1992, n.7, p.1751.
- [10] ZOZ, H.; ERNST, D.; WEISS, H.; MAGINI, M.; POWELL, C.; SURYANARAYANA, C. & FROES, F. H. - **Mechanical Alloying of Ti- 24Al- 11Nb (at%) Using the Simoloyer**. Metall 50, 1996, pp 575-579.
- [11] FADEEVA, V. I. & LENOV, A. V. - **Amorphization and Crystallisation of Al-Fe by Mechanical Alloying**. - Materials Science and Engineering. 1996, A206 pp. 00-94.

- [12] COSTA, C. E.; TORRALBA, J.M.; RUIZ-PRIETO, J.M.; BADIA, J.M.; AMIGÓ, V. & ZAPATA, W.C. - **P/M 2014 Aluminum Alloy Obtained by Mechanical Alloying**, *Advance Powder Metallurgy & Materials*. 1996, vol. 1, pp. 2.23-2.31.
- [13] HUANG, B. L. & LAVERNIA, E. J. - **Materials Synthesis by Mechanical Alloying**. *Journal of Materials Synthesis and Processing*. 1995, vol.3, n.1, pp. 01-09.
- [14] SZYSZKO, M. B.; FADEEVA, V. I. & MATYJA, H. - **Formation of Ternary Intermetallic Phase by Mechanical Alloying of Al-Fe-Ge**. *Material Science Forum*. 1997, vol. 235-238, pp. 97-102.

PRODUCTION OF Al-Fe-Nb ALLOY BY MECHANICAL ALLOYING.

Abstract

Mechanical alloying (M.A.) is a technique has been used to produced powder materials with several advantages over the conventional alloy. In obtained alloys by MA are developed new phases with a fine microstructure and a high volume fraction of thermally stable dispersoids. The present work show the solid state interaction between Al, Fe and Nb by MA in the composition of Al-Fe_{6,2}-Nb_{1,0} (at%) powder mixture was studied as a function of milling time. The powder mixture was attrition milled in the presence of 0,5 (wt%) of a wax “Hoeschst Wachs C Mikropulver” under an nitrogen atmosphere.

The investigation was carried out by X-ray diffractometry, differential thermal analysis and scanning electron microscopy. It was found after 10 hours of milling two news crystallines phases that was observed by X-ray, and by EDAX Phillips showing distributed homogeneity of Fe and Nb in Al matrix.

Keys words: mechanical alloying, crystallines phases, distributed homogeneity