

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

RODRIGO ESTEVAM COELHO (Doutorando - Lab. Metal. do Pó)

FRANCISCO AMBROZIO FILHO (Prof. Dr. do Dep. de Materiais)

RESUMO

O “mechanical alloying” (M.A.) é um processo de moagem de alta energia que tem sido aplicado para sintetizar novos materiais. Os materiais produzidos por M.A. tem diversas vantagens sobre os materiais obtidos de forma convencional. O M.A. pode aumentar o limite de solubilidade sólida dos elementos na matriz, produzir novas fases, microestruturas nanocristalinas e materiais amorfos. Neste trabalho apresenta-se a interação entre os elementos Al, Fe e Si através do M.A. A mistura de pó na composição inicial $Al_{91,8}Fe_{6,2}Si_{2,0}$ (at%) foi estudada em função do tempo de moagem. O processo foi realizado em moinho de bolas do tipo atritor com a adição de 0,5 (wt%) de cera “Hoescht wachs C Mikropulver” sob atmosfera de nitrogênio. Os parâmetros de processo utilizados para obter o material foram: velocidade da haste do moinho, 1400 rpm; bolas com 7 mm de diâmetro; razão peso de bolas / peso de material, igual a 10:1 e tempo de processo 1, 5, 10, 20 e 40 horas. Os pós obtidos em 1, 5, 10, 20, 40 horas foram analisados por microscopia eletrônica de varredura e difratometria de raios-X. Os pós em 1, 10 e 40 horas foram analisados também por calorimetria diferencial de varredura. No pó obtido em 40 horas de moagem foi feito análise por energia dispersiva (EDS) e verificou-se o afinamento do Fe e Si, estes ficaram cravados na matriz Al. O pó moído em 40 horas submetido a tratamento térmico à temperatura de 300 °C por dez minutos apresentou novas fases, confirmadas por DSC e identificadas por difração de raios-X.

Palavras-chaves: “mechanical alloying”, tratamento térmico, nova fase.

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

Abstract

Mechanical alloying (M.A.) is a high-energy ball milling process applied to synthesize news materials. M.A. has been used to produce powder materials with several advantages over the conventional alloy. M.A. can increase the solid solubility limit of elements in matrix, the production of news phases, nanocrystallines microstructures and amorphous materials. The present work shows the solid state interaction among Al, Fe and Si element by MA. The composition $Al_{91,8}-Fe_{6,2}-Si_{2,0}$ (at%) powder mixture was studied as a function of milling time. M.A. was performed using an attritor ball-mill by adding of 0,5 (wt%) “Hoeschst Wachs C Mikropulver” wax under an nitrogen atmosphere. The processing parameters were: impeller velocity, 1400 rpm; ball diameter 7mm, rate ball / load, 10:1 and milling time 1, 5, 10, 20 and 40 hours. The characterisation of the powder at milling time 1, 5, 10, 20, 40 hours was carried out by scanning electron microscopy and x-ray diffractometry. The characterisation at 1, 10 and 40 hours was carried out by differential scanning calorimetry (DSC) too. After 40 hours of milling it was verified by energy dispersive scanning (EDS) showed refining of Fe and Si embedded in a Al matrix. The milled powder after 40 hours and submitted to treatment at 300^oC by 10 minutes showed new phase confirmed by DSC and identified by x-ray diffraction.

Keys words: mechanical alloying, thermal treatment, new phase,

1- INTRODUÇÃO

As limitações dos processos convencionais para produção de algumas ligas, levaram muitos pesquisadores a desenvolver métodos alternativos que apresentassem maiores possibilidades de aplicações tecnológicas. Um desses métodos, a moagem de alta energia, também denominado de “mechanical alloying” (M.A.) foi desenvolvido na década de 1960. Inicialmente foi utilizado para produzir compósitos metálicos, e em 1980 obtiveram-se materiais com estrutura cristalina estável ou metaestável, quasicristalina, nanocristalina e amorfa. Através deste processo é possível estender o limite de solubilidade de alguns elementos de liga dentro da matriz. Quando se trata de materiais cujos elementos possuam altas diferenças de temperaturas de fusão, o M.A. tem sido empregado com grande eficiência [1, 2, 3, 4].

Para realizar o processo de M.A. é necessário a utilização de moinhos de bolas que produzam alta energia. Durante o processo as partículas de metal em pó são simultaneamente achatadas, fraturadas e soldadas. As bolas colidem uma com a outra provocando impactos com as partículas. A força de impacto deforma as partículas criando automaticamente novas superfícies. Essas novas superfícies entram em contato e soldam-se novamente pelo impacto das bolas repetindo o processo [1].

Existem algumas variáveis envolvidas no processo de M.A., dentre as quais, podem-se destacar o tipo de moinho utilizado, a velocidade de moagem, a atmosfera do sistema, a razão de massa de bola / pó, o agente de adição e a composição inicial [4, 5, 6].

Quando se deseja obter ligas de alumínio com microestrutura composta de alta fração volumétrica de dispersóides termicamente estáveis e homoganeamente distribuído na matriz, o M.A. pode apresentar algumas vantagens sobre os processos convencionais [7].

Geralmente são utilizados moinho de bolas do tipo atritor vertical, vibratórios, planetários e atritor horizontal [8]. O moinho atritor horizontal, com recipiente de 100 litros pode produzir até 0,5 toneladas / dia, desponta como alternativa para sintetizar algumas ligas ou compósitos em escala comercial [9].

O uso de agentes de adição, tais como, ácido esteárico, metanol ou cera a base de polietileno são fundamentais para reduzir “a soldagem” e manter o processo controlado aumentando a eficiência do sistema [10, 11].

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 nitrogênio [12].

O presente estudo contém os procedimentos experimentais e a análise da evolução microestrutural da mistura Al-Fe-Si interagida por M.A.. A caracterização foi realizada por microscopia eletrônica de varredura, difratometria de raios-X e calorimetria diferencial de varredura.

2- PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

As partículas iniciais de Al(40 μ m)-Fe(100 μ m) e Si (600 μ m) com adição de 0,5 % em peso de cera de polietileno, para controle do processo, foram processadas por M.A. utilizando-se um moinho de bolas de alta energia do tipo atritor em atmosfera protetora de nitrogênio. A mistura de pós metálicos foi preparada nas proporções atômicas de Al_{91,8}-Fe_{6,2}-Si_{2,0}.

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

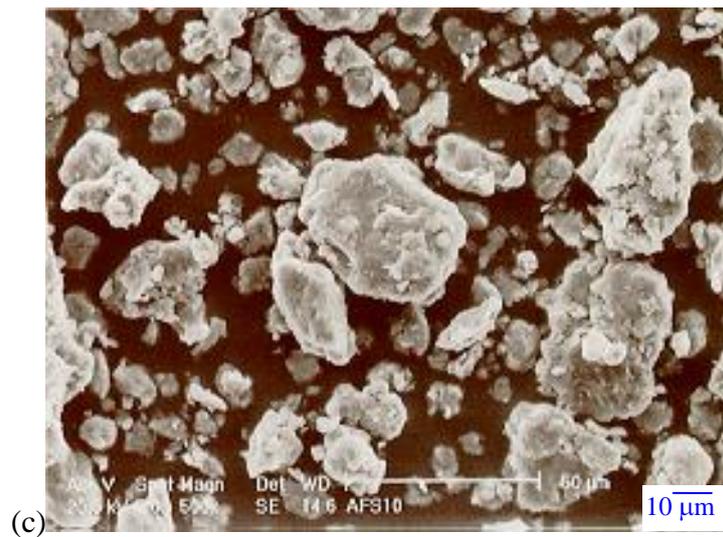
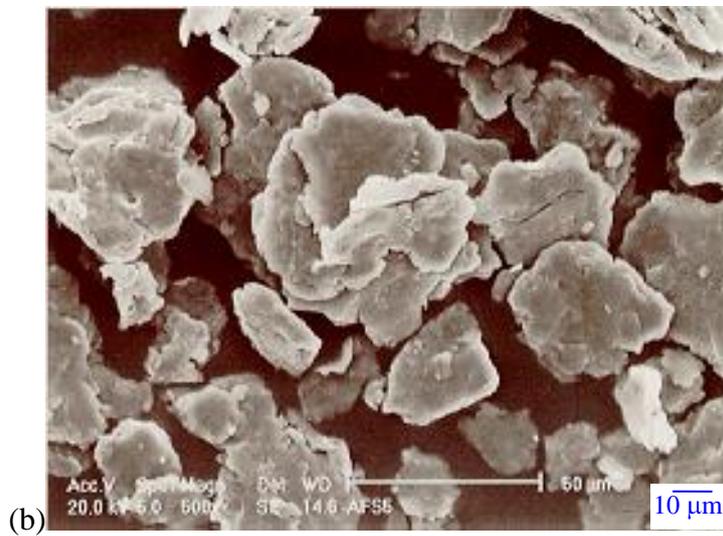
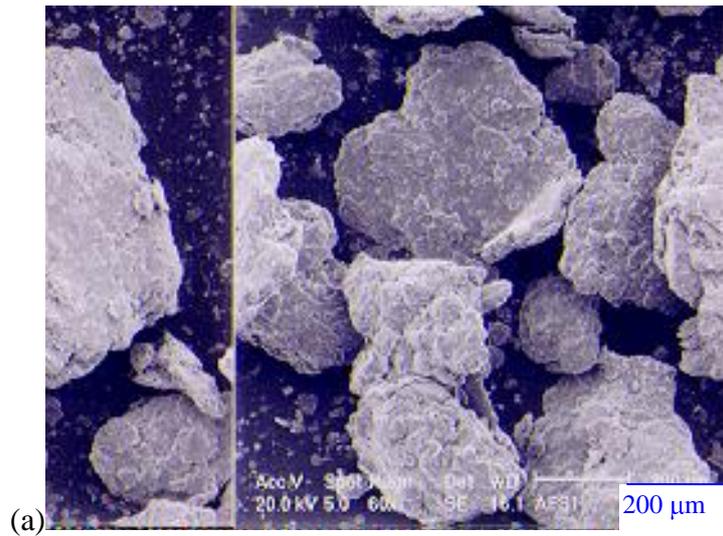
Após o processo de “mechanical alloying”, os pós obtidos em 1, 5, 10, 20, 40 horas foram analisados por microscopia eletrônica de varredura e difratometria de raios-X. Os pós obtidos em 1, 10 e 40 horas foram analisados também por calorimetria diferencial de varredura.

Para análise do pó processado por 40 horas foi preparada uma amostra misturando-o com a resina de embutimento. A amostra foi lixada, polida, recoberta com carbono e analisada quantitativamente utilizando-se a análise por energia dispersiva (EDS). A observação foi realizada em área selecionada e em alguns pontos distintos das partículas.

O pó obtido por 40 horas de moagem foi recozido à temperatura de 300 °C durante 10 minutos e analisado por difração de raios-X.

3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

A evolução morfológica das partículas de pós de Al, Fe e Si para vários tempos de moagem estão representadas na figura 1 (a, b, c, d, e). Na Figura 1 (a) as partículas foram moídas por 1 hora. Na Figura 1(b) foram processadas por 5 horas; observa-se que as partículas reduzem de tamanho e apresentam a forma de escamas. Após 10 horas de moagem, Figura 1 (c), as partículas reduzem acentuadamente de tamanho e apresentam diâmetros inferiores a 40 μ m. Após 20 e 40 horas de moagem, Figura 1 (d) e 1(e), as partículas reduzem ainda mais de tamanho, assumem a forma arredondada e apresentam diâmetros inferiores a 20 μ m. O tempo de processo e a cera de polietileno utilizada como aditivo são os fatores responsáveis pela evolução morfológica das partículas [1].



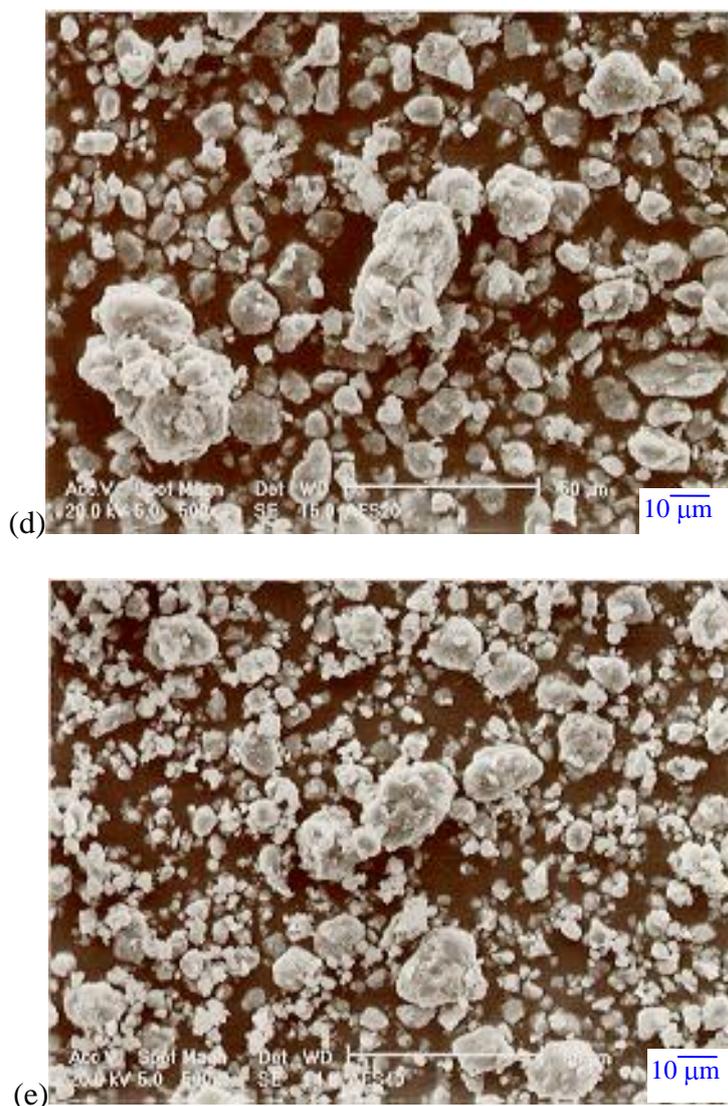


Figura 1 - Morfologia das partículas observadas no MEV nos diferentes tempos de moagem, (a) 1h, (b) 5h, (c) 10h, (d) 20, (e) 40h.

A análise quantitativa, do material após 40 horas de moagem sem tratamento térmico, realizada no microscópio eletrônico de varredura por energia dispersiva na área selecionada da partícula, apresentou a composição média $\text{Al}_{92,95}\text{-Fe}_{6,35}\text{-Si}_{0,70}$. Os pontos identificados na imagem de raios-X apresentaram diferentes composições a da área selecionada. Os pontos da matriz alumínio apresentaram a composição média $\text{Al}_{92,64}\text{-Fe}_{6,27}\text{-Si}_{1,09}$. Os pontos brancos apresentaram a composição média $\text{Al}_{93,82}\text{-Fe}_{6,18}$ correspondendo a concentração de partículas de ferro com diâmetros em torno de 0,5 μm . Os pontos com tonalidades cinza claro apresentaram a composição $\text{Al}_{90,91}\text{-Fe}_{6,01}\text{-Si}_{3,08}$ (at%) correspondendo a concentração de partículas de silício com diâmetros inferiores a 1 μm . Essas partículas diminutas de ferro e silício não são encontradas mais de forma livre, mas sim, cravadas e distribuídas na partícula de alumínio.

Os difratogramas de raios-X do material Al-Fe-Si para os diferentes tempos de moagem estão apresentados na Figura 2. Na indexação dos elementos foi observado que todos os picos de ferro difratados sobrepõe-se aos picos de alumínio.

Observa-se pelos difratogramas que conforme aumenta o tempo de moagem os picos de difração diminuem de intensidade, alargam-se, diminuem as distâncias interplanares e

deslocam-se ligeiramente para a direita do diagrama. A diminuição da intensidade e o alargamento dos picos podem ser justificados pela criação de defeitos provocados no material durante o processo de moagem. O crescimento dos efeitos causados por soldagem e fratura ocorridos no material durante o processo, indicam a possível perda de cristalinidade do alumínio, ferro e silício e a formação de liga amorfa. Entretanto o deslocamento dos picos para a direita, sugere que os elementos Fe e Si estão entrando em solução na matriz alumínio.

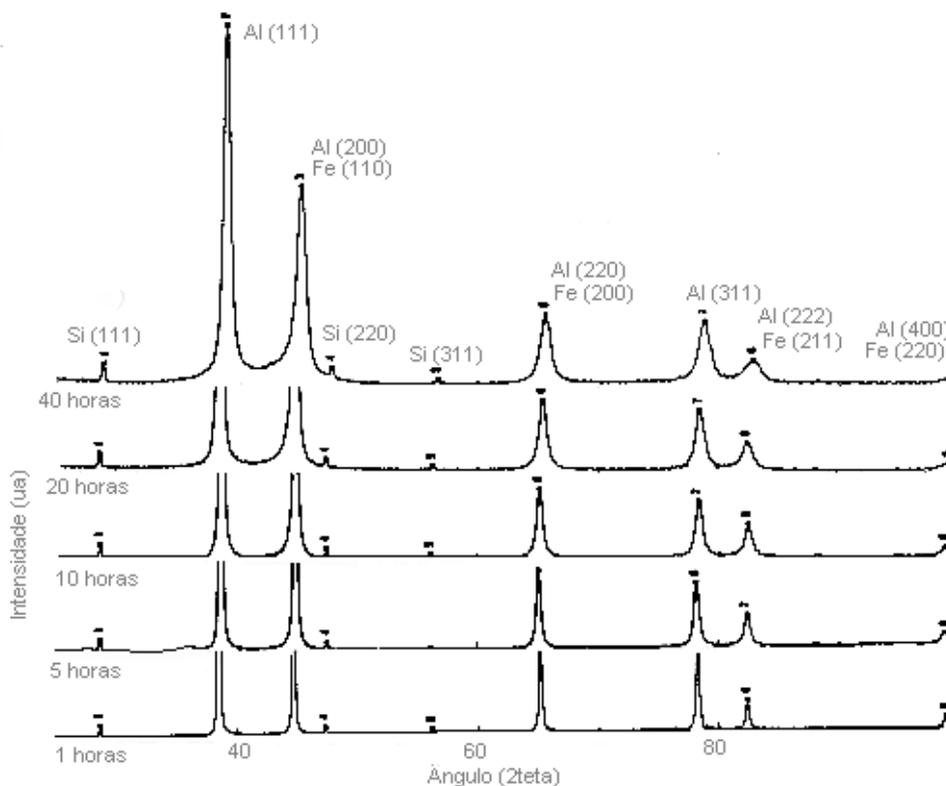


Figura 2 - Difratomogramas de raios-X em função do tempo de moagem.

A curva apresentada na Figura 3 corresponde ao resultado da calorimetria diferencial de varredura do pó obtido em 1, 10 e 40 horas de moagem. Essa análise foi realizada a uma taxa de aquecimento de 5 °C/min nas temperaturas variando de 25 a 480 °C. A curva para 1 hora de moagem não apresenta nenhuma mudança significativa. A curva para 10 horas apresenta dois picos exotérmicos à 276 e 417 °C e um pico endotérmico à 340 °C; esses efeitos estão relacionados com a recuperação dos defeitos provocados pelo processo de moagem. A curva para 40 horas de moagem apresenta um pico endotérmico à 300 °C iniciando em 281 °C e terminando em 353 °C, esse efeito está associado a uma mudança de fase.

No difratograma de raios-X do pó obtido em 40 horas de moagem tratado termicamente à temperatura de 300 °C, apresentado na Figura 4, observa-se o aparecimento de outros picos de difração, os quais foram identificados como sendo uma nova fase na composição $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$. Neste difratograma observa-se o afinamento dos picos quando comparado ao difratograma da amostra obtida em 40 horas de moagem sem tratamento térmico. A diminuição das partículas de ferro e silício no processo de moagem e o tratamento térmico à 300 °C facilitou a difusão dos átomos desses elementos resultando no aparecimento dessa nova fase.

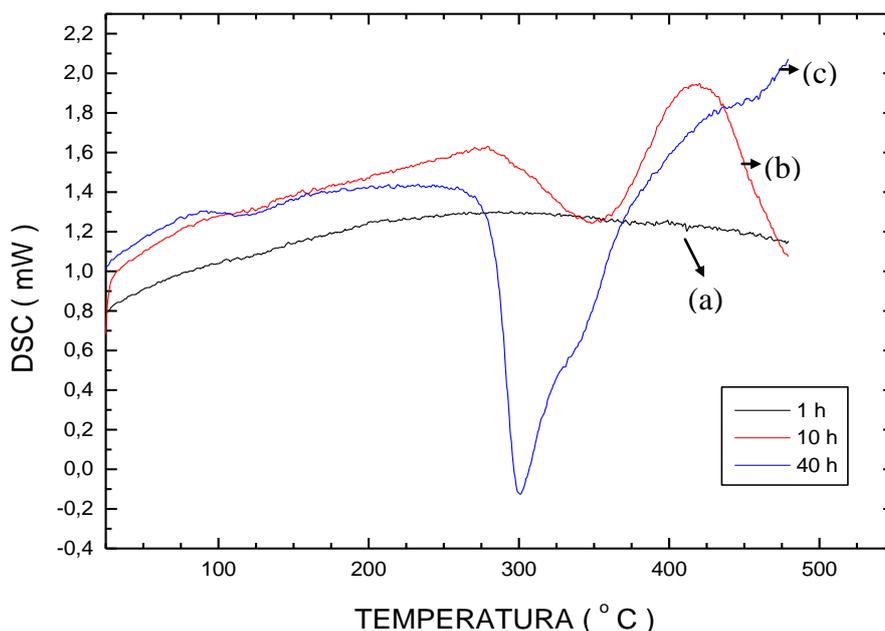


Figura 3 - Curvas de DSC do material submetido ao aquecimento em atmosfera de nitrogênio, (a) 1 h, (b) 10 h, (c) 40 h.

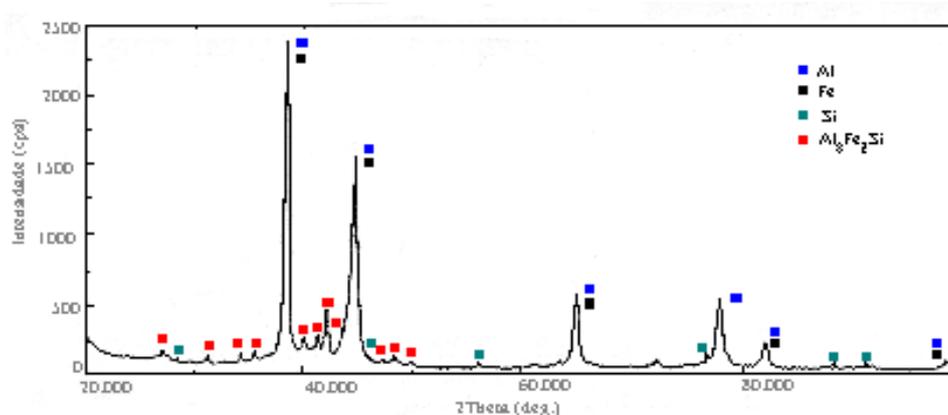


Figura 4 - Difratograma de raios-X do pó obtido em 40 horas de moagem e recozido à 300 °C.

4- Conclusões

Pelo presente estudo pode-se concluir que o processo de M.A. aplicado na interação dos elementos Al-Fe-Si no estado sólido, resulta no afinamento das partículas de Fe e Si que ficam distribuídas e cravadas na matriz Al. Ocorre o início de formação de solução sólida no material sem tratamento térmico e o aparecimento de uma nova fase quando o material processado por 40 horas é submetido a tratamento. A evolução morfológica das partículas, com o aumento do tempo de moagem, é uma outra característica fundamental que possibilitará os processos subsequentes de conformação mecânica desse material.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo apoio financeiro e a Belgo Brasileira pela doação de alumínio e ferro em pó.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [01] BENJAMIN, J. S. - **Mechanical Alloying**, Scientific American 1976, vol.234, pp. 40-48.
- [02] BENJAMIN, J. S & SCHELLENG, R. D. - **Dispersion Strengthened Aluminum-Magnesium Alloy Made by Mechanical Alloying**. Metallurgical Transactions. 1980, vol. 12A, pp. 1827-1832.
- [03] SINGER, R. F.; OLIVER, W. C. & NIX, W. D. - **Identification of Dispersoid Phases Created in Aluminum During Mechanical Alloying**. Metallurgical Transactions. 1980, vol. 11A, pp. 1895-1901
- [04] SURYANARAYANA, C.; CHEN, Guo-Hao & FROES, F. H. - **Milling Maps for Phase Identification During Mechanical Alloying**. Scripta Metallurgica et Materialia. 1992, vol. 26, pp. 1727-1732.
- [05] FADEEVA, V. I. & LENOV, A. V. - **Amorphization and Crystallisation of Al-Fe by Mechanical Alloying**. - Materials Science and Engineering. 1996, A206 pp. 00-94.
- [06] 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.
- [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] 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.
- [09] ZOZ, H.; ERNST, D.; MIZUTANI, T.; OKOUCHI, H - **Simoloyer CM 100S, Semi-Continuously Mechanical Alloying in a Production Scale Using Cycle Operation - Part I**. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials. 1997, vol. 2.
- [10] SAGO, James A.; NEWKIRK, Joseph W. & BRASEL, Gregory M. - **Rapid Mechanical Alloying for Metal Powder Production**. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials. 1997, vol. 2, parts 11-15.
- [11] LEE, Kwang Min & KIM, Hyun Seung - **Application of Mechanical Alloying Processing to the Formation of Cu-C Metallic Composite Powder**. Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials. 1997, vol. 2, parts 11-15.
- [12] 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.