

SÍNTESE DO TIFE POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA: PROCEDIMENTOS PARA CONTROLAR A ADERÊNCIA DOS PÓS NO CONJUNTO DE MOAGEM

Edgar Djalma Campos Carneiro Dammann e Ricardo Mendes Leal Neto
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

INTRODUÇÃO

A obtenção de compostos intermetálicos via moagem de alta energia traz algumas vantagens relativas ao armazenamento de hidrogênio no estado sólido. O TiFe possui uma temperatura de hidratação e desidratação relativamente baixa, assim como uma capacidade volumétrica de armazenamento de hidrogênio relativamente alta. Pela rota de moagem de alta energia não apenas obtém-se o composto na forma de pó, ideal para a hidratação, mas também um material nanocristalino, de maior capacidade de armazenamento de hidrogênio. Entretanto, uma dificuldade desta rota é o problema da aderência dos pós no ferramental de moagem, o que prejudica o rendimento e a própria síntese do composto.

OBJETIVO

Investigar diferentes procedimentos para se evitar a aderência dos pós de Ti e Fe no ferramental utilizado na moagem de alta energia, com vistas à síntese do TiFe.

METODOLOGIA

Todas as amostras foram preparadas a partir da mistura em proporção estequiométrica dos pós elementares de Ti e Fe, sem adição de qualquer agente controlador de processo (ACP) [1]. Em alguns casos foi usado o hidreto de titânio (TiH₂), empregando-se dois tipos de moinhos diferentes, o agitador (Spex) e o planetário (Fritsch). Foram usados pós de Ti (-325 mesh) e Fe (-200 mesh) com 99,5% de pureza. O carregamento e o descarregamento da mistura no conjunto de moagem (copo e bolas) foram sempre conduzidos no interior de uma caixa de luvas com atmosfera de argônio. Uma vez selado, o conjunto era retirado da caixa e levado ao moinho. O tempo total de moagem foi

mantido em 5 horas. Os procedimentos adotados para o controle de aderência foram: 1-moagem contínua no agitador (procedimento padrão, sem controle); 2-pré-moagem de uma pequena quantidade dos pós de Ti e Fe, em proporção estequiométrica, com o objetivo de recobrir as bolas e o copo de moagem [2], além de inversão e rotação do conjunto de hora em hora; 3-mesmo procedimento anterior, com abertura do copo (exposição ao ar) de hora em hora, porém sem inversão e rotação; 4-moagem no moinho planetário; 5-moagem da mistura de TiH₂ e Fe no moinho planetário; 6-mesmo que 5, porém no moinho agitador.

Após a moagem, em caso de aderência de uma parcela do pó moído no recipiente, retirava-se apenas o pó solto para pesagem (determinação do rendimento) e caracterização (difração de raios X).

RESULTADOS

Na Tabela 1 estão discriminados os rendimentos obtidos em cada procedimento, expressos pela porcentagem em massa do pó solto em relação à massa total da mistura. Os difratogramas de raios X das amostras de cada procedimento são apresentados na Figura 1.

TABELA 1 - Rendimentos (R) obtidos em função dos procedimentos adotados.

Proc.	Exp. ao Ar	t(h)	bola:pó	R(%)	Moinho
1	não	5	10:1	14,0	Agitador
2	não	5x1	10:1	26,0	Agitador
3	sim	5x1	10:1	101,3	Agitador
4	não	5	25:1	24,2	Planetário
5	não	5	50:1	93,3	Planetário
6	não	5	10:1	35,0	Agitador

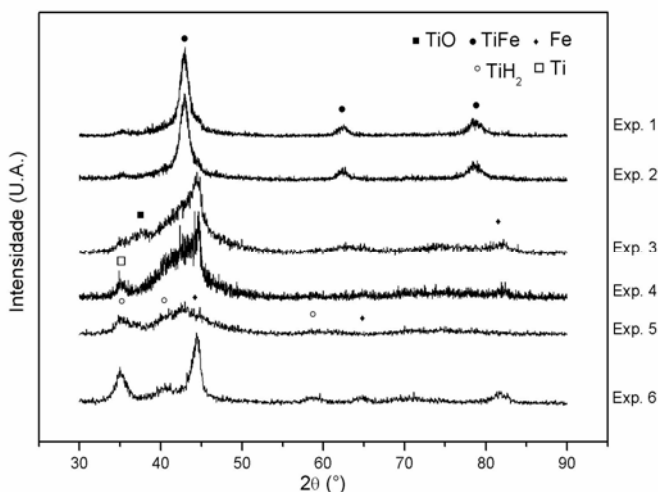


Figura 1 - Espectros de difração das amostras moídas em diferentes condições.

Os pós moídos apresentaram um aspecto muito fino, mais acentuado nos casos onde se utilizou o hidreto de titânio.

Os melhores rendimentos foram obtidos com os procedimentos 3 e 5. Entretanto, houve oxidação (TiO) no caso do procedimento 3 (exposição ao ar), ou formação muito parcial de TiFe no caso do procedimento 5 (Figura 1). O alto rendimento do procedimento 3 foi atribuído à formação do TiO, que funcionou com um agente controlador de processo, evitando a aderência. O valor superior a 100% deve-se ao desgaste das bolas de moagem.

A formação do composto TiFe, como fase majoritária, foi observada indubitavelmente nas amostras dos procedimentos 1 e 2. Com o procedimento 2, obteve-se o melhor rendimento combinado com a formação do composto desejado.

A comparação do procedimento 1 com o 4 foi favorável a este último, em termos de rendimento, porém a mistura se apresenta num estágio inferior de moagem, pois há picos de Ti e de Fe presentes no difratograma (Figura 1). Da mesma forma, a utilização de TiH₂ nos procedimentos 5 e 6 foi benéfica em termos de controle de aderência, porém a mistura resultante ainda se encontra num estágio inferior de moagem, uma vez que são observados picos de difração de TiH₂ e de Ferro.

CONCLUSÕES

Foi possível obter majoritariamente o composto TiFe (procedimentos 1 e 2), conforme se comprovou pela difração de raios X, embora com um rendimento considerado baixo. O procedimento de recobrir previamente o conjunto de moagem, combinado com inversão e rotação do conjunto (procedimento 2), forneceu o melhor rendimento combinado com formação majoritária do TiFe, no moinho agitador

Foi observada uma tendência maior de aderência nas amostras provenientes do moinho agitador (mais energético) em relação às amostras do moinho planetário (menos energético).

A formação de óxido de titânio (TiO) ocorreu provavelmente em razão da exposição ao ar durante as aberturas do copo de moagem para inspeção da aderência (procedimento 3).

A utilização de hidreto de Ti (TiH₂) forneceu um pó extremamente fino sem, a presença aparente de óxido, apesar da formação parcial do composto intermetálico TiFe.

O planetário mostrou-se um moinho mais favorável à não aderência.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] FALCÃO, R.B.; DAMMANN E.D.C.C.; ROCHA, C. J.; LEAL NETO, R. N. Trabalho apresentado no PowderTech 2009, a ser publicado no Materials Science Forum.
- [2] López-Báez, I.; Espinoza-Beltrán, F. J.; Barreiro-Rodríguez, G. Revista Mexicana de Física, v. 52, n.3, 2006, p. 278-284
- [3] Zaluski, L.; Tessier, P.; Ryan, D. H.; Doner, C. B.; Zaluska, A. and Ström-Olsen, J. O. J. Mater. Res., v.. 8, n. 12, 1993, p. 3059-3068

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

FAPESP e CNPq.