

# AVALIAÇÃO MICROESTRUTURAL E MECÂNICA DO COMPÓSITO AA2014-5%TiO<sub>2</sub> PRODUZIDO VIA MOAGEM DE ALTA ENERGIA<sup>1</sup>

Flávia Costa da Silva<sup>2</sup>  
Guilherme André dos Santos<sup>3</sup>  
Cesar Edil da Costa<sup>4</sup>  
Julio Cesar Giubilei Milan<sup>5</sup>

## Resumo

Neste estudo utiliza-se o processo de metalurgia do pó para a elaboração de compósitos a base de alumínio reforçados com nanopartículas de TiO<sub>2</sub>. O compósito é obtido através de moagem de alta energia assim como a obtenção da liga AA2014 utilizada como matriz. A consolidação dos pós obedeceu à seguinte sequência: mistura dos pós segundo proporções específicas, tratamento de recozimento dos pós, compactação uniaxial, extrusão a quente e tratamento térmico. O material produzido foi estudado microestruturalmente mediante microscopia eletrônica de varredura e caracterizado quanto a resistência a tração, dureza e desgaste.

**Palavras-chave:** Compósito de matriz de alumínio; TiO<sub>2</sub>; Extrusão a quente.

## MICROSTRUCTURAL AND MECHANICAL EVALUATION OF AA2014 -5%TiO<sub>2</sub> COMPOSITE PRODUCED BY HIGH ENERGY MILLING

## Abstract

In this study we use the powder metallurgy process for the preparation of aluminum composite reinforced with TiO<sub>2</sub> nanoparticles. The composite is obtained by high energy milling to obtain the AA2014 alloy as matrix. The powder consolidation followed the order: mixing of the powders, annealing treatment of the powders, uniaxial compaction, hot extrusion and heat treatment. The material produced was studied microstructurally by SEM and characterized as tensile strength, hardness and wear.

**Key words:** Aluminum matrix composite; TiO<sub>2</sub>; Hot extrusion.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67<sup>o</sup> Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Eng<sup>a</sup> de Materiais, Centro de Ciências Tecnológicas, Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC), Brasil.

<sup>3</sup> Bolsista I.C., Centro de Ciências Tecnológicas, UDESC, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheiro Industrial Mecânico, Prof. Doutor, Centro de Ciências Tecnológicas, UDESC, Brasil.

<sup>5</sup> Engenheiro Mecânico, Prof. Doutor, Centro de Ciências Tecnológicas, UDESC, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio da série 2xxx, consideradas de alta resistência (duralumínios), são muito influenciadas por tratamento térmico de precipitação. A adição de partículas cerâmicas acelera o processo de envelhecimento da liga, aumentam a dureza e a resistência ao desgaste. Os compósitos produzidos com matriz de ligas de alumínio são amplamente utilizados na indústria automotiva e aeronáutica, ou seja, em aplicações que requeiram alta resistência e baixo peso.<sup>(1)</sup>

A liga AA2014, produzida neste trabalho via moagem de alta energia, tem como elementos principais o alumínio e o cobre. A adição de nanopartículas de TiO<sub>2</sub>, com posterior tratamento térmico de envelhecimento T6, facilitaria a formação de precipitados Al<sub>2</sub>Cu e atuaria como elemento endurecedor. A distribuição uniforme do reforço e adequada consolidação do material é garantida a partir do processo de moagem e da extrusão direta da pré-forma do compósito. A combinação dos reforços cerâmicos com precipitados pode vir a melhorar de uma maneira geral, as propriedades do material compósito.

O objetivo deste trabalho é avaliar as características mecânicas do compósito de matriz de alumínio, produzido via metalurgia do pó mais especificamente através da moagem de alta energia, consolidado via extrusão das pré-formas e posterior tratamento térmico de envelhecimento.

A técnica da moagem de alta energia tem possibilitado avanços na produção de compósitos via metalurgia do pó, oferecendo algumas vantagens com relação a outras técnicas de produção, e em alguns casos torna-se a única rota alternativa para a produção de alguns materiais.<sup>(2)</sup> Esta técnica possibilita a obtenção de estruturas com reforço distribuído homogeneamente, requisito básico para um compósito apresentar suas características particulares.<sup>(3)</sup> A moagem é realizada em moinhos de alta energia onde o processamento de pós no estado sólido envolve, em suma, deformação plástica, soldagem, fratura e soldagem novamente, resultando em uma redistribuição fina dos componentes metálicos ou cerâmicos em uma matriz metálica.

Estudos têm sido desenvolvidos na obtenção de compósitos que apresentem um diferencial nas suas propriedades. Um incremento na dureza e resistência ao desgaste pode ser obtido pela adição de fases cerâmicas e intermetálicos, tais como B<sub>4</sub>C, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, 3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>, TiC, entre outras.<sup>(4)</sup> Assim como estes materiais cerâmicos adicionados o TiO<sub>2</sub> apresenta alta dureza e resistência ao desgaste.<sup>(5,6)</sup>

A extrusão é muito utilizada para processar alumínio e suas ligas e compósitos a base de alumínio e suas ligas, pois através deste processo é possível obter propriedades comparáveis e até melhores do que os mesmos materiais obtidos por métodos convencionais de processamento.<sup>(7)</sup> Além disto a extrusão melhora a distribuição das partículas quando comparado a outros métodos de fabricação de compósitos, evitando que os reforços aglomerem e precipitem.<sup>(8)</sup>

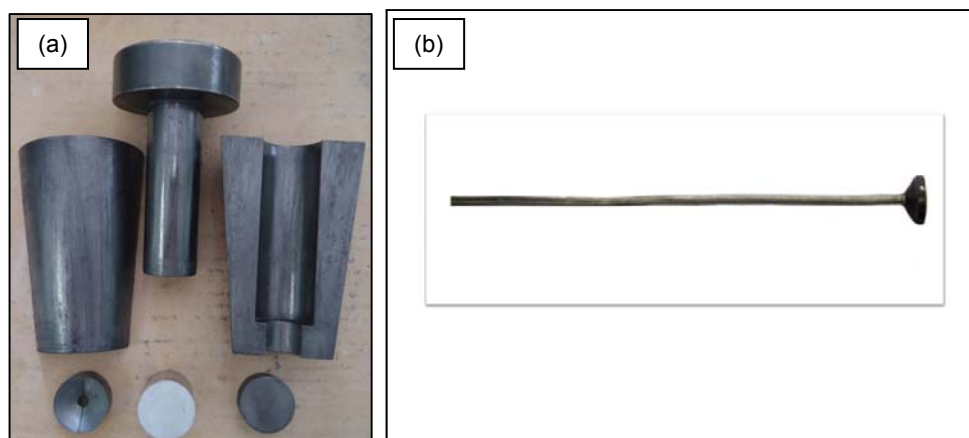
## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

A obtenção da liga AA2014 foi feita através de moagem de alta energia dos pós elementares em moinho atritor modelo HD01 – fabricante Union Press, durante 10 horas, velocidade de 550 rpm e razão bolas/carga de 20:1. A composição em massa dos elementos e dados dos pós está descrita na Tabela 1. O uso destes parâmetros foi baseado em trabalhos anteriores<sup>(9,10)</sup> e possibilitaram a homogeneização e moagem adequada dos elementos.

**Tabela 1.** Dados da composição química da liga AA2014

Elemento Químico	Porcentagem (%)	Pureza (%)	Fabricante	Distribuição granulométrica (µm)
Cobre	4,5	99,5	Metalpó	-970
Magnésio	0,5	99	Reagen	-410
Silício	0,7	-	-	-151
Alumínio	94,3	99,7	Alcoa	-83
PCA - Cera C	1,5	-	Sintermetal	-

A adição de TiO<sub>2</sub> (21 µm) foi realizada em moinho planetário Pulverisette 5 – fabricante Fritsch. A velocidade utilizada foi de 100 rpm durante 30 min, razão bolas/carga de 6:1. Ambas as misturas foram feitas em atmosferas inertes com o uso do gás Argônio. Antes de ser feita a consolidação dos pós foi necessário realizar tratamento térmico para alívio de tensões, devido ao encruamento dos mesmos, facilitando a pré-compactação e posterior extrusão dos corpos de prova. O recozimento foi realizado a 400°C/30 min em atmosfera de N<sub>2</sub>-5%H<sub>2</sub>. Os pós recozidos da mistura foram compactados, para obtenção da pré-forma de extrusão, por pressão uniaxial a frio de 450 MPa em matriz cilíndrica de 25 mm de diâmetro. Como lubrificante foi aplicado estearato de zinco nas paredes da matriz. A consolidação final do material foi feita através do processo de extrusão direta a quente, com uma razão de 25:1 e um ângulo da fieira de 120°. Neste caso as pré-formas foram lubrificadas com grafite assim como as paredes da matriz e a fieira. Os compactados foram aquecidos a 490°C durante 30 min para garantir uma homogeneização completa da temperatura e em seguida realizada a extrusão com uma pressão de 550 MPa e velocidade de 150 mm/min. A Figura 1a mostra a matriz cilíndrica bipartida e o batente superior, em baixo estão a fieira, o corpo de prova pré compactado e batente superior auxiliar, respectivamente. A Figura 1b mostra o perfil de extrusão obtido.



**Figura 1.** (a) Matriz cilíndrica bipartida com batente superior, em baixo da esquerda pra direita: fieira, corpo de prova pré-compactado e batente superior auxiliar; e (b) corpo de prova extrudado.

Após a obtenção dos corpos de prova extrudados foi realizado, segundo norma ASTM B597-86, o tratamento térmico de solubilização seguido de envelhecimento. As amostras foram aquecidas em banho de sais a 550°C/35 min e resfriadas em água. O envelhecimento foi realizado em forno mufla a 160°C/18 h.

Foi realizado o ensaio de tração na máquina de ensaios mecânicos EMIC (DL-30000), a partir deste ensaio foram obtidos os valores aproximados de tensão máxima do material em função da adição de  $\text{TiO}_2$ .

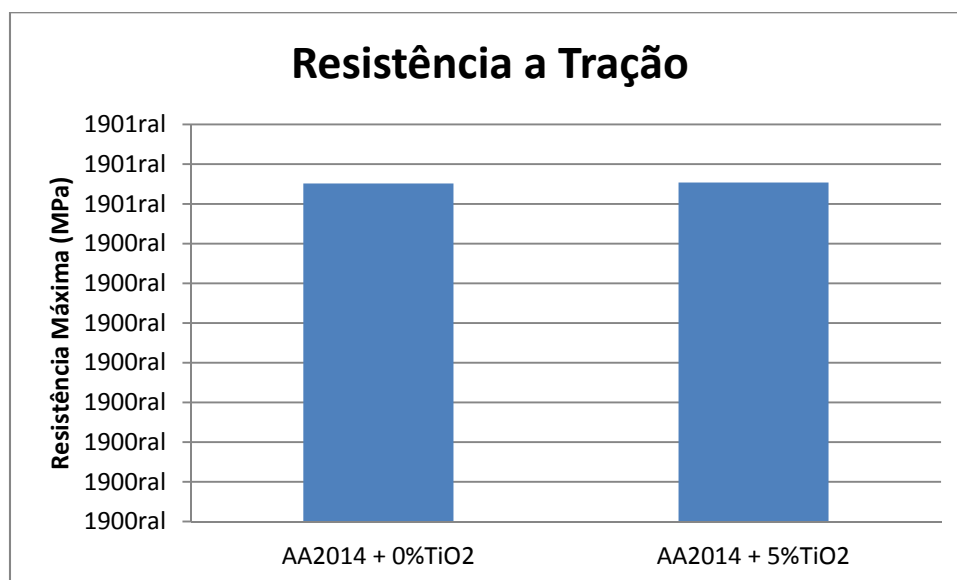
A morfologia da fratura dos corpos de prova ensaiados por tração foi observada através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Medidas de dureza foram feitas nas amostras usando microdurômetro Vickers usando carga de 500 g.

O ensaio de desgaste do tipo pino-sob-disco foi realizado utilizando um tribometro produzido no CCT – UDESC. O ensaio foi feito segundo norma ASTM G99-95, visando determinar a variação do coeficiente de atrito e volume de material removido em função da adição de  $\text{TiO}_2$ . A carga utilizada foi de 5N, o número de voltas foi de 1.000 metros a 159 rpm. O volume de material removido foi medido usando perfilômetro Mitutoyo Contracer, CV 2000M4.

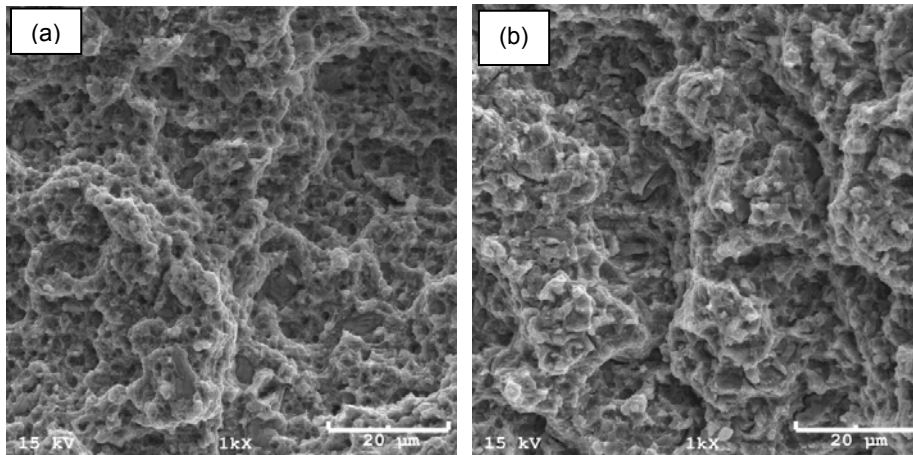
### 3 RESULTADOS

A partir do ensaio de tração foram analisados os valores de resistência máxima para o compósito produzido. A Figura 2 mostra o resultado encontrado. Os dados plotados no gráfico são avaliados em função da adição de  $\text{TiO}_2$ .



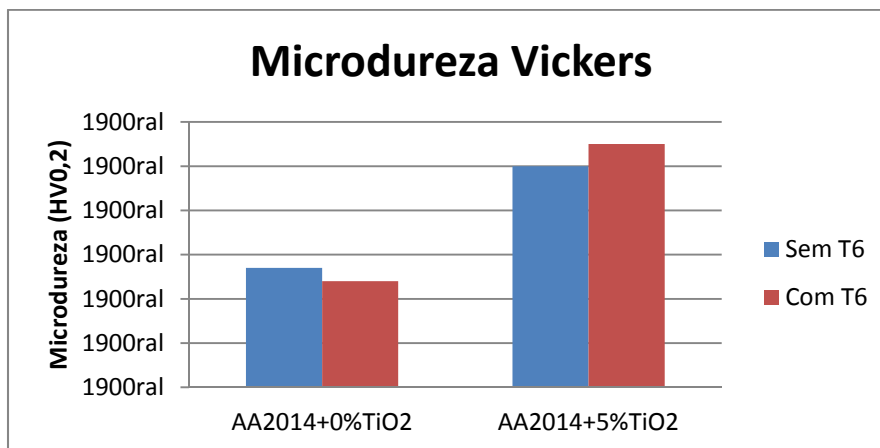
**Figura 2.** Comparação, segundo ensaio de tração, entre liga AA2014 e a mesma liga com 5% de  $\text{TiO}_2$ , ambas tratadas termicamente.

As Figuras 3a e 3b mostram a superfície de fratura do material após o teste de tração. Foi feito um comparativo entre a matriz sem reforço e com reforço, ambas após tratamento térmico T6.



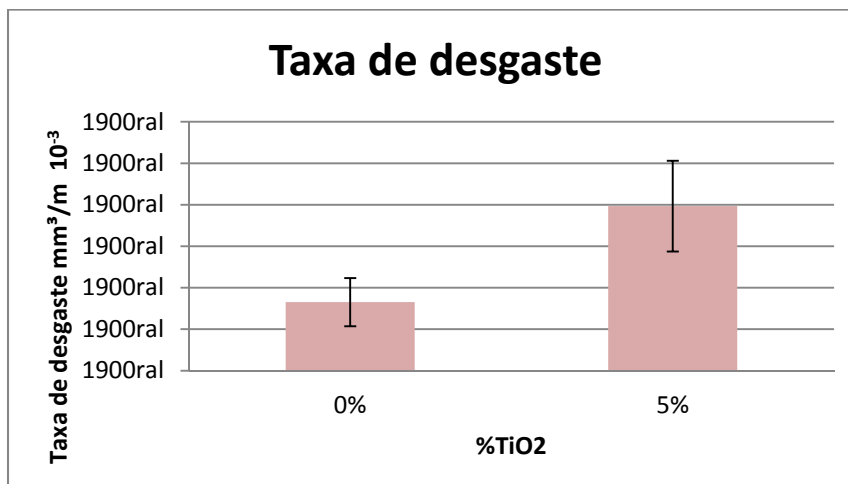
**Figura 3.** Imagens de MEV da superfície da fratura, (a) liga sem reforço; e (b) com adição de reforço, ambas após tratamento térmico de envelhecimento.

A Figura 4 mostra a análise de microdureza Vickers da liga com e sem reforço e com e sem tratamento térmico de envelhecimento.



**Figura 4.** Comparativo de medidas de dureza entre a liga de alumínio sem reforço tratada e não tratada termicamente, e liga com reforço sem e com tratamento térmico de envelhecimento.

Através do ensaio de desgaste é possível obter valores de coeficiente de fricção e volume retirado, com estes dados é calculada a taxa de desgaste do material (Figura 5).



**Figura 5.** Comparativo da taxa de desgaste entre liga 2014 sem e com adição de reforço.

O coeficiente de desgaste ficou na faixa de 2,4 para a liga sem adição de  $\text{TiO}_2$  e 2,6 para a liga com adição de 5% de  $\text{TiO}_2$ .

#### 4 DISCUSSÃO

Como mostra os resultados do teste de tração não houve um aumento significativo de resistência mecânica no material quando adicionado as nanopartículas do óxido. As imagens de MEV confirmam que há semelhança de mecanismo de fratura entre os dois materiais, observando que em ambas o mecanismo de fratura dúctil prevalece, porém observa-se maior quantidade de vazios na fratura da matriz sem reforço.

O teste de microdureza Vickers mostrou que houve um ligeiro aumento, cerca de 18%, de dureza para o material compósito em relação a liga matriz. Isto mostra que os reforços adicionados foram bem distribuídos e juntamente com o tratamento térmico de envelhecimento pode proporcionar um aumento na dureza da liga de alumínio.

A adição de partículas de  $\text{TiO}_2$  aumentam a resistência ao desgaste e a dureza.<sup>(6)</sup> O que não foi observado neste caso, onde o comportamento ao desgaste do material compósito não foi de acordo. O aumento da taxa de desgaste pode ter sido causado pela má interação de reforço e matriz, o que faria com que as partículas cerâmicas fossem retiradas durante o desgaste e atuassem como um agente abrasivo.

Esta má interação pode ser confirmada pelo gráfico de resistência a tração na Figura 2, pois o comportamento do material permaneceu o mesmo com relação a matriz sem reforço.

#### 5 CONCLUSÃO

O processo de extrusão mostrou-se eficiente para a consolidação do compósito de matriz de alumínio.

A adição de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  combinada com o tratamento térmico de envelhecimento proporcionou um aumento de 18% na dureza Vickers do material.

A resistência ao desgaste foi diretamente influenciada pelo arrancamento das partículas do óxido atuando como agente abrasivo durante o desgaste.

A adição de nanopartículas de  $\text{TiO}_2$  requer de um estudo mais detalhado do que diz respeito a sua incorporação e coesão com a matriz.

#### Agradecimentos

A Empresa Alcoa pela doação do pó de alumínio e a Capes pela bolsa de estudos concedida.

#### REFERÊNCIAS

- 1 VELASCO, F.; TORRALBA, J. M.; DA COSTA, C. E.; et al. Mechanical behaviour of the interphase between matrix and reinforcement of Al 2014 matrix composites reinforced with  $(\text{Ni}_3\text{Al})_p$ . Composites, Part A 33, p. 427-434, 2002.
- 2 TORRALBA, J. M.; DA COSTA, C. E.; VELASCO, F. P/M aluminum matrix composites: an overview. Journal of Materials Processing Technology, 133, p. 203-206, 2003.
- 3 FOGAGNOLO, J.B., VELASCO, F., TORRALBA, J.M. Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, Materials Science and Engineering Vol. A342 (2003), p. 131-143.

- 4 SMAGORINSKI, M.E., TSANTRIZOS, P.G., GRENIER, S. et al. The properties and microstructure of Al-based composites reinforced with ceramic particles. *Materials Science and Engineering*, vol.A244, p. 86-90, 1998.
- 5 SIVASANKARAN, S. et all. Synthesis, structure and sinterability of 6061 AA<sub>100-x</sub>-x wt.% TiO<sub>2</sub> composites prepared by high-energy ball milling, *Journal of Alloys and Compounds* , vol. 491, p. 712-721, 2009.
- 6 RAMESH, C.S. et all. Prediction of wear coefficient of Al6061-TiO<sub>2</sub> composites. *Wear* Vol.259, p.602-608, 2005.
- 7 NAVAS, E. M. et all. One step production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying. *Composites: v. A* 37, p. 2114-2120, 2005.
- 8 GUTMANAS, E. Y. Materials with fine microstructures by advanced powder metallurgy. *Progress in Materials Science*. v.34, p.261-366, 1990.
- 9 MAIA, P. B. S. Elaboração de compósitos a base de alumínio reforçados com intermetálico Ni<sub>3</sub>Al por metalurgia do pó: estudo microestrutural e caracterização mecânica e à corrosão. 1998. 91 p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade do Estado de Santa Catarina.
- 10 ESPINOZA, J. S. Q. Compósitos de matriz de alumínio reforçados com aluminetos de níquel: fabricação e caracterização mecânica e estrutural. 2002. 153 p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade do Estado de Santa Catarina.