

Tema: Metalurgia do Pó

DISPERSÃO DE PARTÍCULAS SUBMICROMÉTRICAS (xNb-xB₄C) POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA EM MATRIZ AA2024*

Éverton Rafael Breitenbach¹

Flávia Costa da Silva²

César Edil da Costa³

Júlio César Giubilei Milan⁴

Resumo

A liga MA2024, reconhecida pelas aplicações em componentes aeronáuticos e automobilísticos, foi obtida por moagem em moinho atritor. Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas, adições de 2,5%; 5%; 10% e 20% de reforço com tamanho de partícula inicial menor que 45 µm foi realizada em moinho planetário, com relação de carga:bolas de 3:1 e 15 minutos de moagem a 250 RPM. A consolidação dos corpos de prova cilíndricos foi realizada pela técnica de forjamento de precisão, em matriz fechada em forno tubular na temperatura de 490°C. A microestrutura foi avaliada por microscopia óptica e eletrônica, enquanto que a resistência mecânica foi avaliada por ensaio de microdureza. Os resultados de microscopia revelaram a formação de intermetálicos que influenciam de forma positiva e significativa no comportamento mecânico dos compósitos.

Palavras-chave: Moagem; Nióbio; Carbetos de boro.

SUBMICROMETRIC PARTICLE (xNb-xB₄C) DISPERSED BY HIGH ENERGY BALL MILLING IN MA2024 MATRIX

Abstract

The alloy MA2024 recognized by applications in aircraft and automobile components, was obtained by milling in attritor. In order to obtain improvements in mechanical properties, additions of 2.5%, 5%, 10% and 20% reinforcement particle with size less than 45 µm was performed by eccentric high energy ball mill, with load ratio balls 3:1 and 15 minutes milling at 250 rpm. The consolidation of the cylindrical specimens was formed by near net shape at closed die at tube furnace (490°C). The microstructure was evaluated by optical and electron microscopy, while the mechanical strength was evaluated by microhardness testing. The microscopic results showed the formation of intermetallic influencing positively and significantly on the mechanical behavior of the composites.

Keywords: High Energy Ball Milling; Niobium; Boron carbide.

¹ Engenheiro Mecânico, Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, Professor Substituto no Departamento de Engenharia Mecânica e Doutorando no Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, Santa Catarina, Brasil.

² Engenheira de Materiais, Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, Doutoranda no Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, Santa Catarina, Brasil.

³ Engenheiro Mecânico, Professor Doutor no Departamento de Engenharia Mecânica e no Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, Santa Catarina, Brasil.

⁴ Engenheiro Mecânico, Professor Doutor no Departamento de Engenharia Mecânica e no Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, Santa Catarina, Brasil.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Materiais compósitos de matriz metálica têm sido extensivamente estudados, sendo um dos motivos, seu uso em bens de consumo da mobilidade, cuja intenção é reduzir o peso próprio, motivado pela redução de emissão de gases poluentes e ainda garantir a adequada resistência mecânica. As fases de reforço da matriz de alumínio podem ser particulados finos dispersos nos estados de líquido ou sólido; sob estado líquido são adicionados pela agitação em fundidos, mas na distribuição geralmente ocorre segregação, enquanto que pela rota da metalurgia do pó a adição de partículas é um processo de relativa facilidade na criação de propriedades isotrópicas. [1] Ligas de alumínio reforçadas com B_4C têm sido usadas na indústria nuclear, pela excelente absorção de nêutrons, bem como pela baixa densidade e alta condutividade térmica. [2] Este particulado cerâmico têm elevado ponto de fusão ($2450^\circ C$), elevado módulo de elasticidade (445 GPa), boa estabilidade térmica, alta dureza (B_4C é o terceiro material mais duro, após diamante e nitreto de boro cúbico), alta resistência ao impacto e ao desgaste, alta resistência química e baixa densidade ($2,51 \text{ g/cm}^3$) [3]. O trabalho de Alizadeh [4] reporta o aumento da resistência ao desgaste no compósito nano estruturado de Al-2%Cu (em peso) com adições de 2 e 4% de B_4C . Em relação ao nióbio, o Brasil detém mais de 98% das reservas mundiais deste mineral, segundo o Plano Nacional de Mineração [5]. Tem sido usado na produção de aços, devido a alta resistência a corrosão e a promoção da tenacidade. Seu uso neste trabalho tem intenção de investigar a possível interação com o compósito, devido às interações já conhecidas nos aços.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A composição de pós da liga MA2024 foi realizada pela pesagem dos pós constituintes e mistura manual assistida, durante 5 min. A moagem dos pós-elementares foi executada no moinho atritor - modelo HD01 – fabricante Union Press durante 10 horas e velocidade de 550 rpm. A ocupação do volume do jarro foi de 45%, sendo utilizada uma massa de 2.000 gramas de esferas de aço SAE 52100 com uma razão bolas/carga de 20:1. Após o carregamento do pó foi realizada a substituição da atmosfera por meio de injeção de fluxo de argônio e durante a moagem o jarro foi refrigerado com fluxo de água, cerca de 1 litro/min. A adição do reforço foi realizada utilizando um moinho planetário de alta energia – modelo Pulverisette 5 – fabricante Fritsch durante 15 min. e 250 rpm. A atmosfera também foi argônio e razão bolas/carga foi de 3:1, sendo a carga 50 gramas de pós. Na aplicação de ambas moagens para evitar a aderência e aglomeração foi usado agente de controle de processo, 1,5% em peso – micro cera tipo C.

Os corpos de prova foram obtidos pela compactação a frio das misturas em matriz de simples efeito, cilíndricas com 25 mm de diâmetro, sob 450 MPa. A conformação de precisão foi realizada em matriz bipartida, cilíndrica com 26 mm de diâmetro, sob 600 MPa, em um forno tubular a $490^\circ C$.

Por ser uma liga termicamente tratável, foi realizado o tratamento nomeado T6 conforme norma ASTM, cujo ciclo está representado na Figura 1.

A microscopia óptica e eletrônica foi obtida de corte transversal dos corpos de prova, sendo a superfície devidamente preparada.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

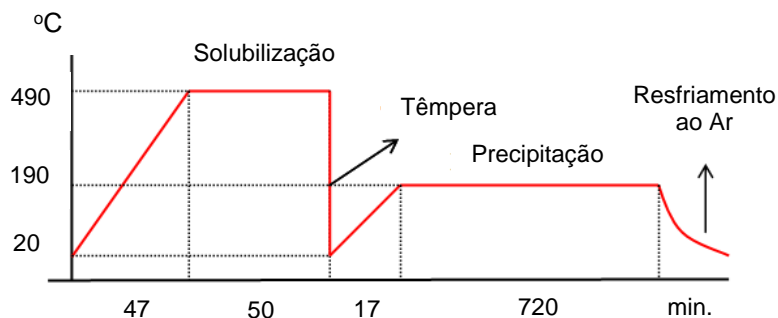


Figura 1. Ciclo de tratamento conforme norma ASTM B 597-86.

Os ensaios de microdureza foram realizados em um microdurômetro – modelo HMV2 – Shimadzu com carga de 500 gramas. A microscopia eletrônica foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura – Modelo ESM 90 – Zeiss.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microscopia Óptica e Eletrônica

Pela análise das micrografias de microscopia óptica, pode-se observar que houve uma boa dispersão dos reforços na matriz até a fração de 10%, conforme mostrado na Figura 2. Na adição de 20% de reforço, são observados aglomerados de ambos os reforços, distribuídos de forma aleatória na matriz.

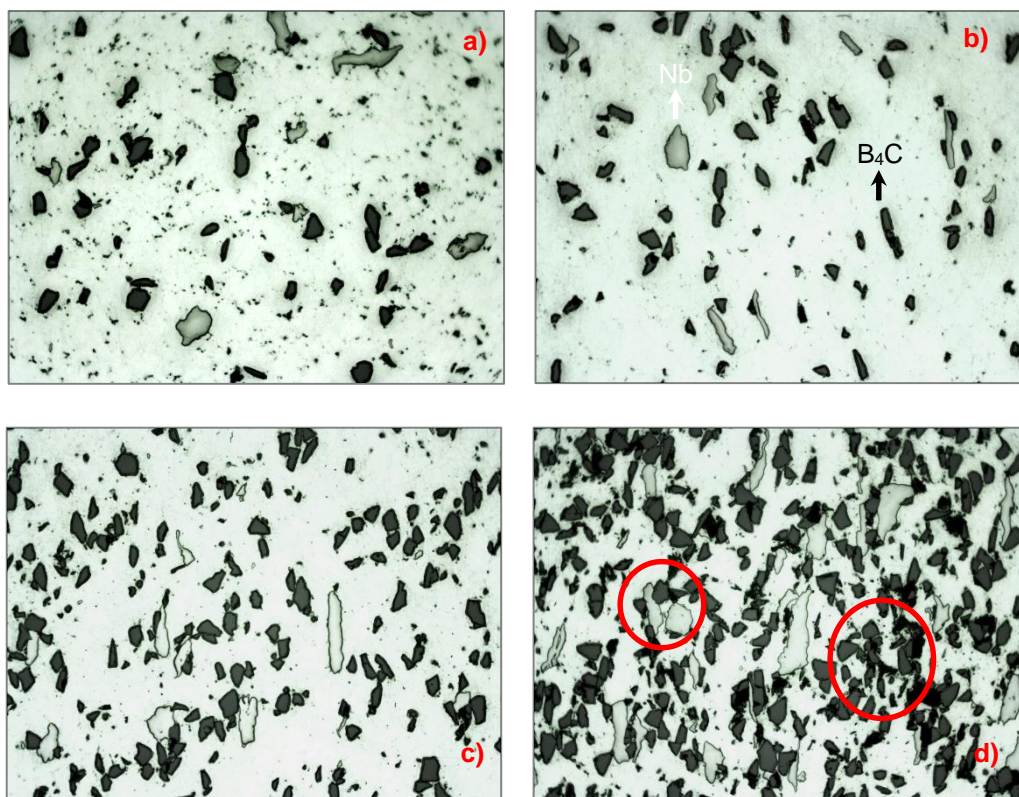


Figura 2. Matriz MA2024 com adição de reforço a) 2,5 %; b) 5 %; c) 10%; d) 20%. Aumento 200x, sem ataque, sem tratamento térmico.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

Após o tratamento térmico houve intensa interação do Nb, enquanto que o B₄C mantém sua integridade. A interação ocorreu apenas nas adições de 2,5 e 5%, conforme Figura 3.

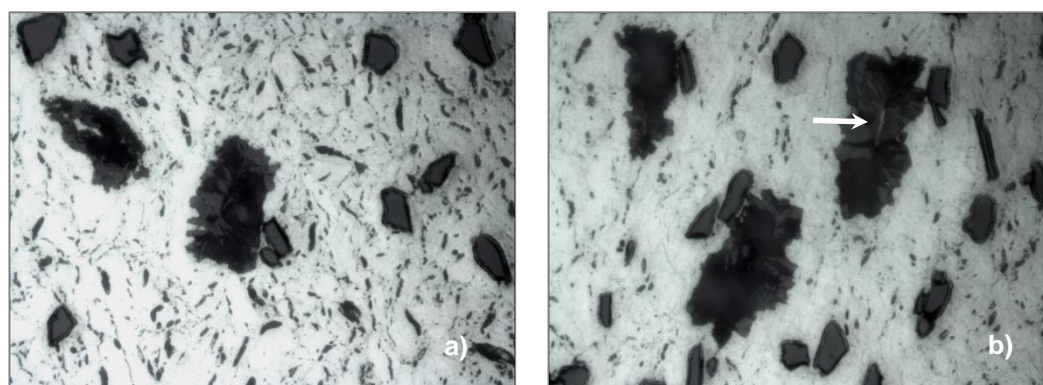


Figura 3. Matriz MA2024 com adição de reforço a) 2,5 %; b) 5 %. Aumento 400x, sem ataque, com tratamento térmico.

Conforme o tamanho e morfologia da partícula de Nb, a reação foi parcial devido possivelmente ao tempo insuficiente de solubilização. Pelas imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura, esta reação é percebida na direção da interface para o núcleo, Figura 4.

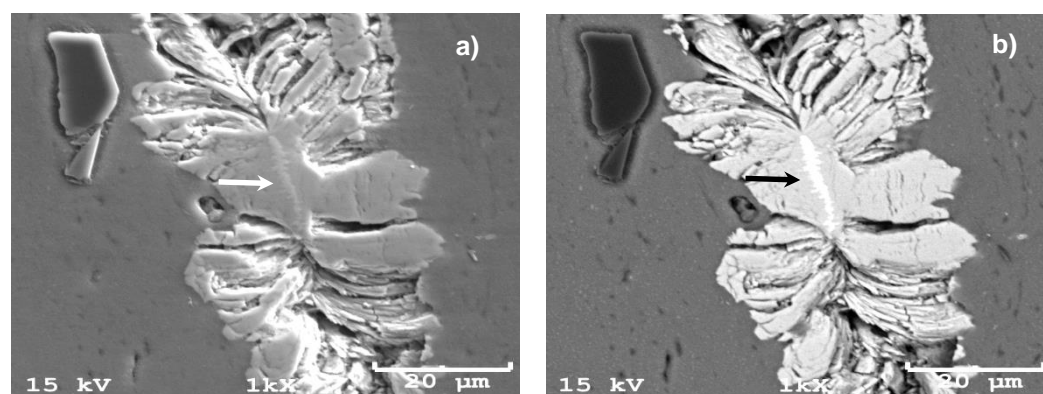


Figura 4. Matriz MA2024 com adição 5% de reforço. a) imagem formada por elétrons secundários; b) imagem formada por elétrons retroespalhados. Aumento 1000x sem ataque, com tratamento térmico.

A formação de intermetálicos em uma condição metaestável é relatada em diferentes trabalhos [6,7]. No trabalho de Mostaan [8] foi relatado uma sensível redução na temperatura de reação entre Al e Nb₂O₅, de 910°C para 492°C após 2 horas de moagem destes materiais em dimensões submicrométricas. Já o trabalho de Shen [9] relatou uma forte coesão entre B₄C e uma matriz de Al-7075, sendo este compósito formado por moagem de alta energia.

3.2 Microdureza

Os valores de microdureza seguem uma tendência de crescimento proporcional à adição de reforço, como pode ser visto na Figura 5.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.

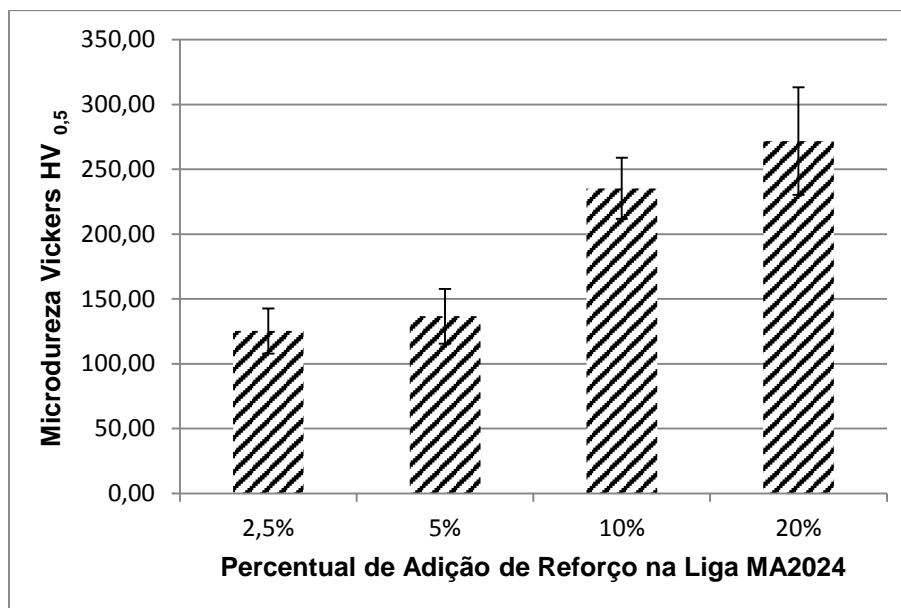


Figura 5. Valores de microdureza para adições de reforço **sem** tratamento térmico.

Para as amostras com tratamento térmico, os valores decaem para todas as composições em relação às amostras sem tratamento térmico. O decréscimo relativo entre as composições com 2,5 e 5% pode ser devido ao limite de solubilidade do Al no Nb, conforme relatado por Filho [10]. E o decréscimo relativo entre as composições entre 10 e 20% pode ser atribuído ao decréscimo da interação entre as partículas de B₄C e a matriz devido ao tratamento térmico.

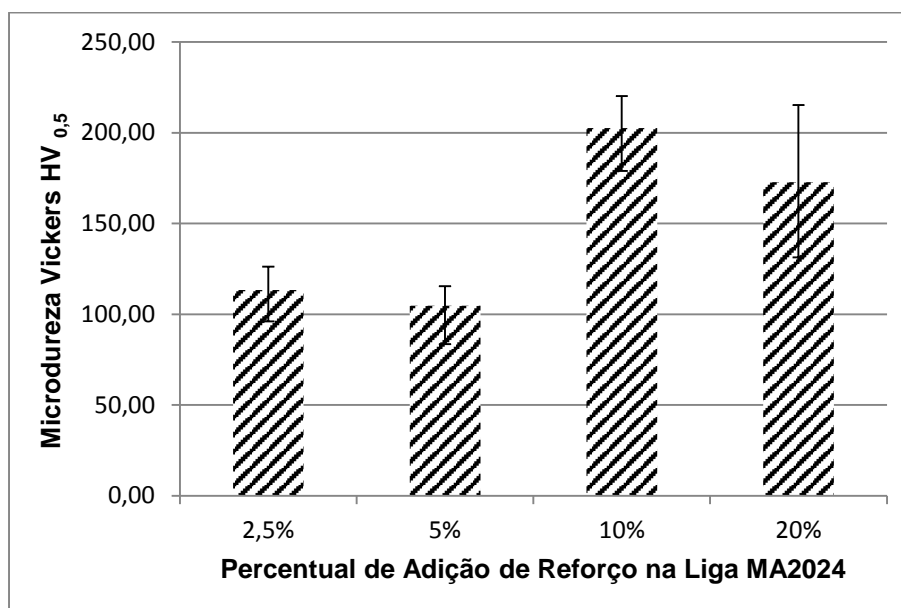


Figura 6. Valores de microdureza para adições de reforço **com** tratamento térmico.

4 CONCLUSÃO

- A moagem de alta energia seguida da conformação de precisão é uma rota viável na consolidação da liga MA2024 com reforço particulado;
- O reforço B₄C mantém sua integridade química com a consolidação e após o T6;

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.



- O reforço Nb reage com a matriz com a aplicação do T6 e somente nas adições de 2,5 e 5%;
- Adições crescentes de reforço aumentam a dureza em relação à liga base MA2024, embora os maiores valores são para a condição sem tratamento.

Agradecimentos

Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração referente ao fornecimento de Nb metálico.

REFERÊNCIAS

- 1 Arik H. Production and characterization of an in situ Al_4C_3 reinforced aluminum-based composite produced by mechanical alloying technique. *Materials and Design*. 2004;25:31-40.
- 2 Lai J, Zhang Z, Chen X-G. Precipitation strengthening of Al- B_4C metal matrix composites alloyed with Sc and Zr. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013;552:227-235.
- 3 Abdollahi A, Alizadeh A, Baharvandi H R. Dry sliding tribological behavior and mechanical properties of Al2024-5wt.% B_4C nanocomposite produced by mechanical milling and hot extrusion. *Materials and Design*. 2014;55:471-481.
- 4 Alizadeh A, Taheri-Nassaj E, Wear behavior of nanostructured Al and Al- B_4C nanocomposites produced by mechanical milling and hot extrusion. *Tribol Lett*. 2011;44:59-66.
- 5 Plano Nacional de Mineração 2030. Ministério de Minas e Energia; 2011. Disponível em: http://www.mme.gov.br/mme/galerias/arquivos/noticias/2011/PNM_2030.pdf.
- 6 Castagnet M. Avaliação da compressibilidade de misturas de pós de nióbio e alumínio ativadas mecanicamente [Dissertação]. São Paulo: IPEN; 2008.
- 7 Suryanarayana C, Al-Aqeeli N. Mechanically alloyed nanocomposites. *Progress in Materials Science*. 2013;58:383-502.
- 8 Mostaan H, Abbasi M H, Karimzadeh F. Mechanochemical assisted synthesis of Al_2O_3/Nb nanocomposite by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*. 2010;493:609–612.
- 9 Shen Q. Microstructure and mechanical properties of Al-7075/ B_4C composites fabricated by plasma activated sintering. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014;588:265–270.
- 10 Almeida AF. Elaboração e estudos de recristalização de ligas alumínio-magnésio-tório e alumínio-magnésio [Tese]. São Paulo: IPEN; 2005.

* Contribuição técnica ao 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil.