

Tema: Fundição

ESTUDO DA INOCULAÇÃO DE ALUMÍNIO POR TiB₂, PROCESSADO POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA*

Cristiano da Silva¹
Oswaldo Mitsuyuki Cintho²
Kamila Kazmierczak³

Resumo

Este trabalho avalia o processamento por moagem de alta energia bola em TiB₂ no efeito da inoculação de alumínio puro. O pó TiB₂ comercial foi processado no moinho de alta energia do tipo SPEX e misturado com alumínio em pó de alta pureza. A mistura foi conformada em pastilhas e sinterizadas em atmosfera inerte. As pastilhas foram introduzidas em alumínio puro fundido em teores de 0,15 e 0,30% em peso de TiB₂ e solidificado por resfriamento natural. A análise macrográfica mostrou um grande aumento no refino de grão por inoculação com TiB₂ processado do que em comparação com o material como recebido.

Palavras-chave: Moagem de alta energia, Diboreto de titânio, Agente nucleante.

THE EFFECT OF THE HIGH ENERGY BALL MILLING OF TiB₂ ON INOCULATION OF PURE ALUMINUM

Abstract

This work evaluates the high energy ball milling process on TiB₂ in inoculation effect of pure aluminum. The commercial TiB₂ powder was processed on SPEX type high energy ball mil and mixed with high purity aluminum powder. The mixture was formed in pastilles and sintered on inert atmosphere. The pastilles was introduced on melted pure aluminum in 0.15 and 0.30 wt% content and solidified by natural cooling. The macrography analysis shows a great improvement of grain refining by inoculation of milling processed TiB₂ than compared by as received material.

Keywords: High energy milling, Titanium diboride, Nucleating agent.

¹ Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais, Departamento de Tecnologia Industrial, Universidade do Estado de Santa Catarina (UDESC), São Bento do Sul, SC, Brasil.

² Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor Adjunto, Departamento de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), PR, Brasil.

³ Técnica Mecânica, Universidade do Estado de Santa Catarina, Joinville, SC, 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

A moagem de alta energia é um processo bem estabelecido para a produção de soluções sólidas supersaturadas, fases cristalinas metaestáveis e quasicristalinos, nanoestruturas, e ligas amorfas [1]. Esta técnica foi inicialmente desenvolvida por Benjamim e colaboradores, a fim de produzir ligas de níquel reforçadas pela dispersão de óxidos [2] e, depois do que foi utilizado para uma grande variedade de materiais de pesquisa.

Uma técnica tradicional usada para refino de grão em ligas de alumínio é a utilização de inoculantes, como o TiB_2 , por exemplo [3]. O TiB_2 pertence a uma família de boretos do tipo MB_2 (onde M é um metal) [4], é um composto cerâmico de alta dureza [5-6], e possui boa estabilidade térmica e química [7]., que vem sendo utilizado em ligas comerciais de alumínio.

As pesquisas como as de Easton e St.John [8] indicam uma redução significativa no tamanho dos grãos pelo uso de TiB_2 em ligas de alumínio fundidas. Suas pesquisas serviram de base para os parâmetros utilizados neste trabalho.

Muitas teorias foram desenvolvidas para tentar explicar o efeito de agentes nucleantes no refinamento de grão, utilizando como base a Teoria Clássica Nucleação. Estas teorias sugere que a nucleação pode ser classificada em: nucleação homogênea e nucleação heterogênea. Quando a nova fase sólida é formada no interior do metal, sem a assistência de um estimulante externo, diz-se que a nucleação é homogênea, ou seja, o núcleo deve ter a mesma constituição química e estrutural do metal na sua fase inicial [9]. Quando a formação de novos núcleos ocorre devido a presença de outros substratos, como partículas sólidas em suspensão no líquido, os óxidos de superfície do molde sobre a superfície dos elementos líquidos ou outros inseridos no banho, como agentes de nucleação, a nucleação é chamado nucleação heterogênea [9].

Apesar da técnica de inoculação ser bastante tradicional e basear-se na teoria clássica da nucleação, não há unanimidade na literatura para a explicação dos fenômenos envolvidos no processo de refino de grãos gerados por inoculantes. Várias teorias têm sido propostos por pesquisadores, como a teoria de partículas de nucleação [10], a teoria do soluto [11], o envelope peritético [12], entre outros.

O presente trabalho une o processamento de materiais por moagem de alta energia com a técnica de inoculação de banhos metálicos, com o emprego de partículas do diboreto de titânio - TiB_2 , a fim de avaliar a influência do tamanho das partículas e morfologia em processo de solidificação.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os seguintes materiais de partida foram utilizados no experimento : lingote de alumínio comercialmente puro, de acordo com a composição apresentada na Tabela 01, pós elementares de alumínio de alta pureza (ALCOA) e diboreto de titânio comercial (TiB_2) em pó e ácido esteárico comercial. A moagem foi realizada no moinho de alta energia do tipo SPEX, em jarros de aço ferramenta e esferas de aço SAE 52100.

O diboreto de titânio foi processado durante 8 horas com a relação entre bolas e pó de 4:1 e 3% de ácido esteárico como um agente de controle de processo (ACP). O pó de alumínio foi adicionado ao produto da moagem na proporção de 20% TiB_2 e 80% de alumínio. Após as etapas de moagem, os pós foram compactados em uma

* 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.

matriz cilíndrica para a formação de pastilhas com 5 mm de diâmetro. As pastilhas foram sinterizadas à 600 °C durante 30 minutos sob atmosfera de argônio.

Tabela 1 - Composição química de alumínio (% em peso)

Al	99,21
Cu	0,02
Si	0,15
Zn	0,07
Fe	0,45
Mn	0,01
Ni	0,01
Ti	0,01
Cr	0,01

As fundições foram realizadas em fornos do tipo Mufla, em cadinhos de grafite. Primeiramente uma massa de cerca de 200 g de lingote de alumínio, foi adicionada ao cadinho e aquecido até 800°C.

Todas as corridas seguiram o mesmo procedimento, ou seja, após a homogeneização da temperatura do forno Mufla, uma massa de aproximadamente 200 g do lingote de alumínio comercialmente puro foi introduzido no cadinho, onde permaneceu até que todo o metal se encontra no estado líquido, logo após foi introduzida ao banho a massa das pastilhas sinterizadas de TiB₂, de modo a obter uma proporção de massa de 0,15% e 0,30% de TiB₂ no banho e homogeneizou-se mecanicamente. O produto derretido era despejado em copos para análise térmica comercial (Ø25mm x 50mm) com um termopar tipo K posicionado no centro para registro das evoluções térmicas ao longo do processo de solidificação. Os dados da evolução térmica foi registrado usando um sistema de dataloggers Minipa, modelo ET 1615, com os 5 pontos por segundo taxa de aquisição. Para avaliar a influência de TiB₂ e a influência de moagem, foram realizadas corridas em alumínio puro, alumínio comercialmente puro e pastilhas de TiB₂ moídas e sinterizadas e também de alumínio comercialmente puro e TiB₂ sem moagem.

Após a solidificação, a amostra passou por processos convencionais de seccionamento, lixamento, polimento e ataque químico (reagente de Keller) para o exame macrográfico.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1, mostra o aspecto inicial do pó de TiB₂ comercial. Esta imagem mostra uma grande distribuição de tamanho de partículas com superfícies de clivagem, típicas do processo de moagem convencional.

* 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.

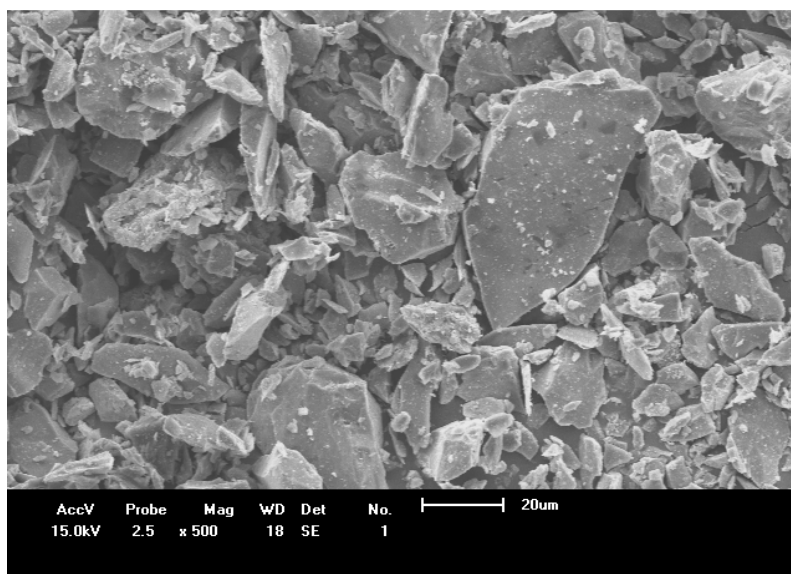
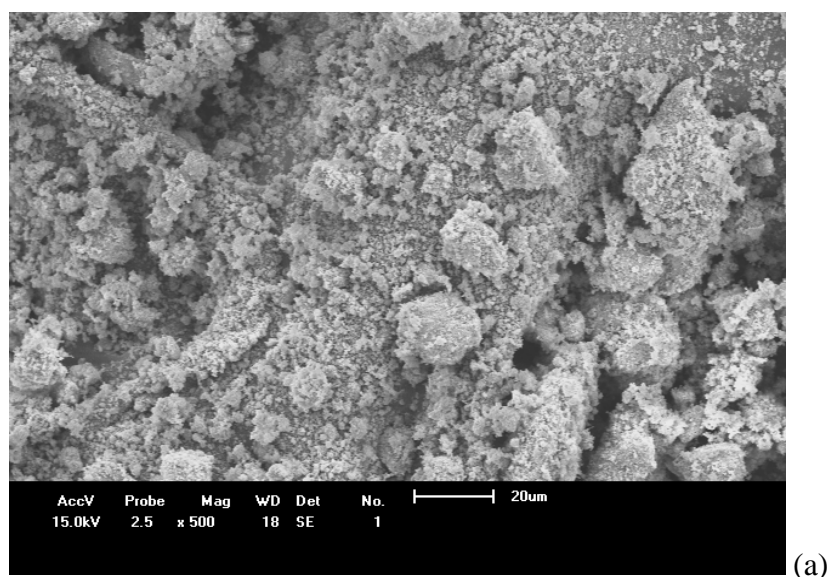
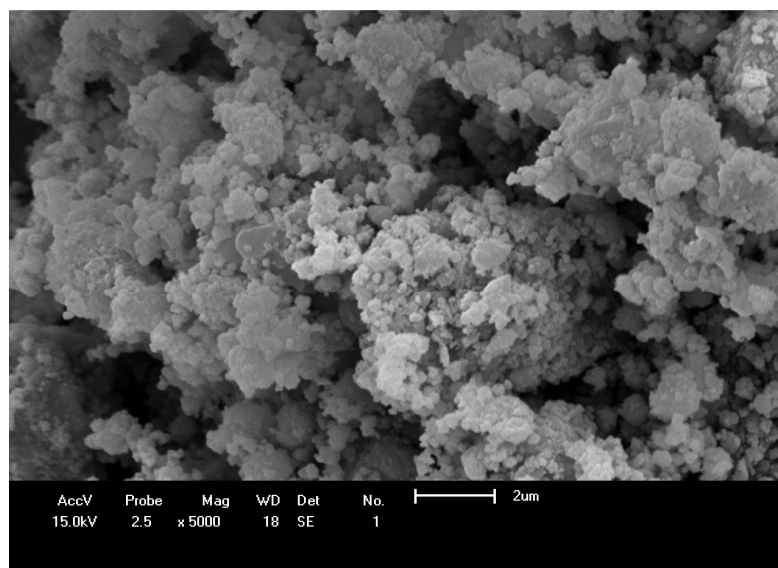


Figure 1 – Micrografia do aspecto inicial do pó de TiB_2 utilizado nas moagens, por Microscopia Eletrônica de Varredura.

A figura 2(a) revela as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, do pó de TiB_2 após o processamento por moagem de alta energia. Quando comparadas as partículas iniciais, pode-se perceber a redução do tamanho quando submetidas à moagem de alta energia. A figura 2(b) exibe finos aglomerados de partículas, com uma área superficial elevada como resultado da repetição das etapas de soldagem a frio e fratura, típicas da moagem de alta energia. Como consequência destas etapas de fratura e soldagem, temos o aumento considerável da área superficial do pó.



(a)



(b)

Figura 2: partículas de TiB₂ resultantes do processo de moagem de alta energia no moinho SPEX por 8 horas. (a) mesma ampliação da figura 1 (b) detalhes da morfologia das partículas.

A Figura 3 mostra a curva de resfriamento típica registrada pelo sistema datalogger durante o processo de solidificação. Em todos os ensaios do presente trabalho, o efeito de recalescência não foi detectado. Curvas de resfriamento publicados por Arnberg e colaboradores [46] figura 4, obtidas em testes com alumínio de pureza de 99,7%, suportam uma sequência de eventos de nucleação e crescimento. Quando não há o emprego de uma liga mãe, um subresfriamento de 1 a 2°C seguida de uma nítida recalescência é observada, gerando ao término grãos grosseiros. Quando é introduzida uma liga mãe que contém Al₃Ti, este subresfriamento desaparece.

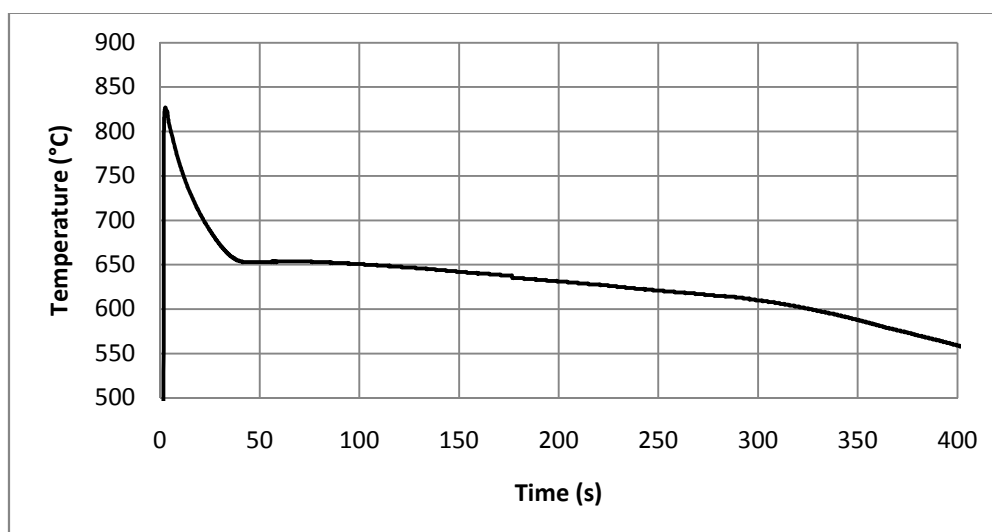


Figura 3 – Típica curva de resfriamento registrada por datalogger durante as corridas.

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

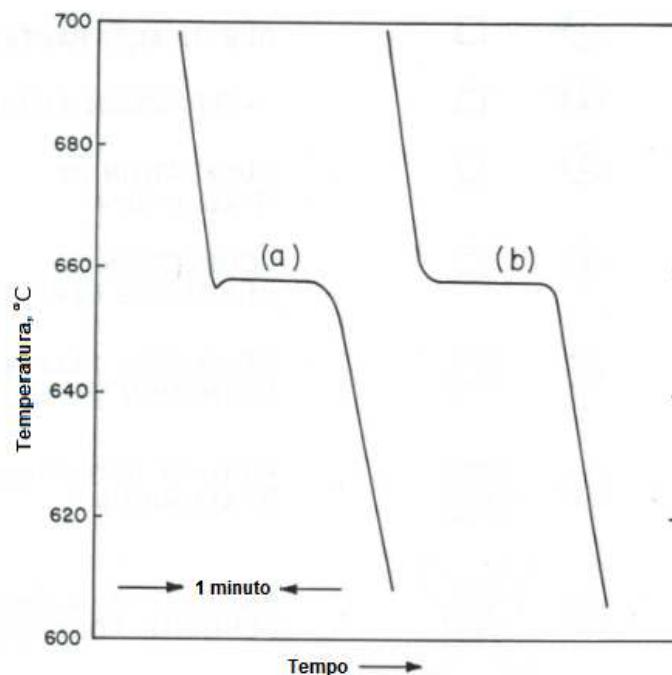


Figura 4 – Curvas de resfriamento obtidos numa liga de alumínio com 99,7% de pureza. (a) amostras com grãos grosseiros, (b) amostras com grãos finos.

A Figura 5 mostra a seção transversal obtida após metalografia da amostra solidificada de alumínio puro. Como pode ser observado, a morfologia típica de metais puros, grãos colunares e grosseiros estão presentes.

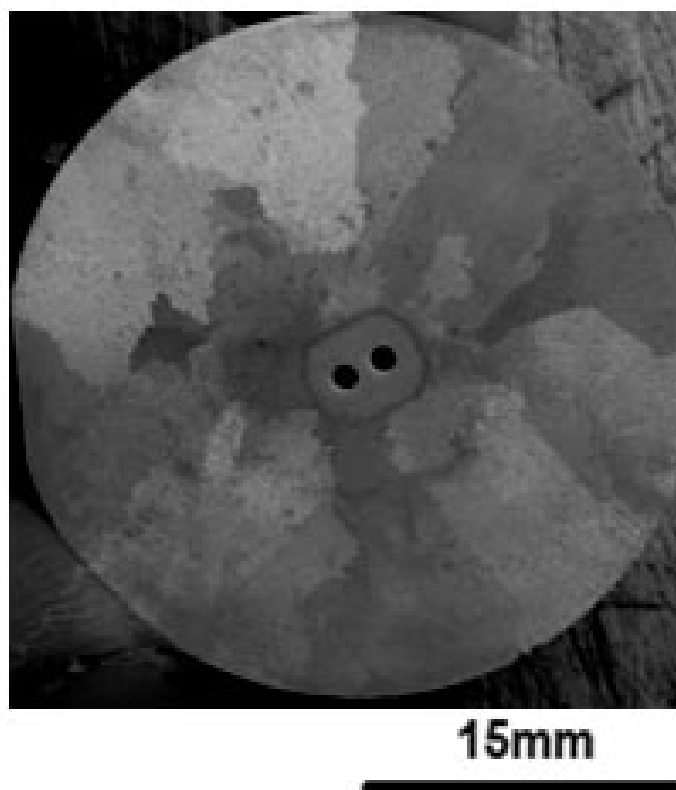


Figura 5 – Macrografia do alumínio puro após a solidificação.

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

O efeito na inoculação do alumínio pelas pastilhas de TiB₂ sem moagem pode ser observado através da figura 6, onde os grãos apresentam um efeito de refino, quando comparado aos grãos do alumínio puro, bem como percebe-se a formação de grãos com estrutura equiaxial, concordando com o resultado apresentado na literatura por Easton e St. John [8] o TiB₂ contribui para reduzir o tamanho de grão durante a solidificação das ligas de alumínio.

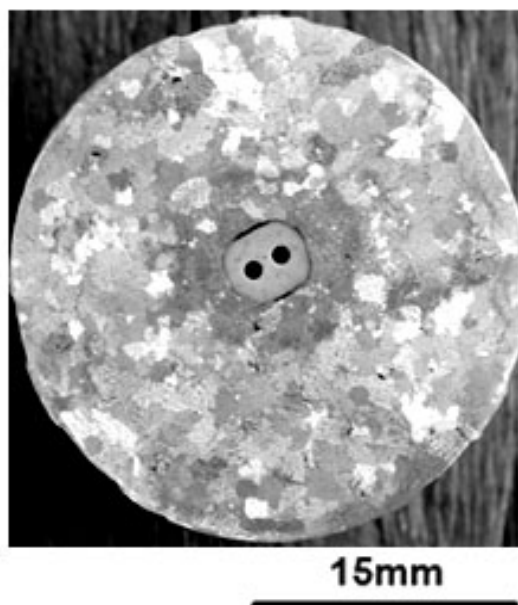


Figure 6 – Macrografia da liga de alumínio inoculada por pastilhas sinterizadas de TiB₂, sem moagem.

Através da figura 7 pode-se observar as macrografias das amostras de alumínio inoculados por pastilhas moídas e sinterizadas de TiB₂. Utilizou-se nos banhos os teores de 0,15 e 0,30 % de TiB₂, em peso, (figura 7(a) e 7(b)) respectivamente.

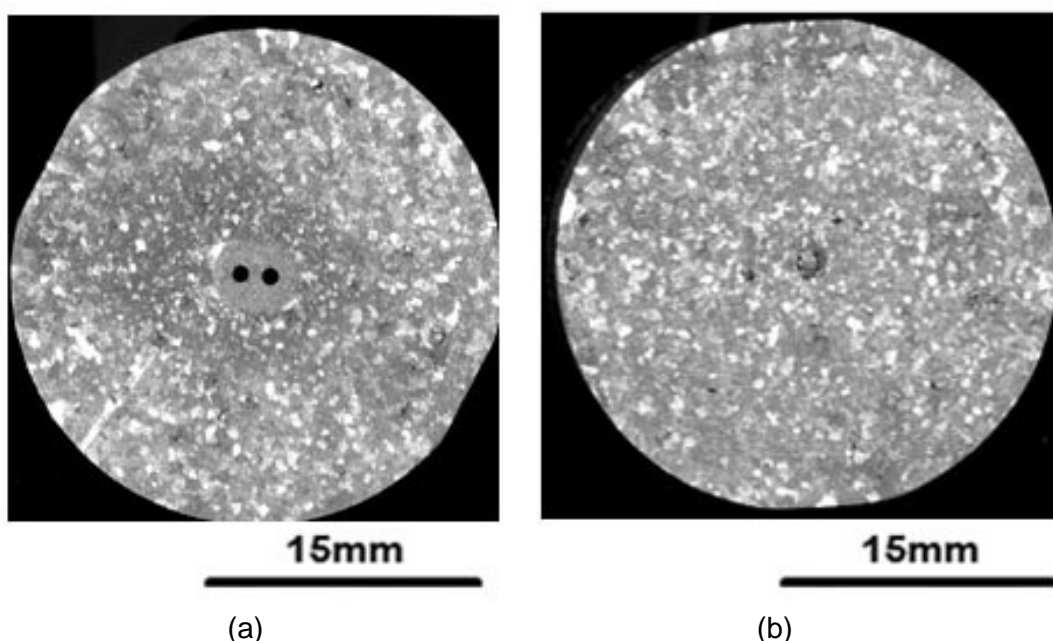


Figure 7 – Macrografia do alumínio inoculado por pastilhas moídas por 08 horas e sinterizadas. (a) amostra inoculada com teor de 0,15% de TiB₂, (b) amostra inoculada com teor de 0,30% de TiB₂.

* 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.

Como pode ser observado o processo de moagem de alta energia proporciona uma melhoria significativa na inoculação da liga de alumínio, obteve-se grãos bem refinados, quando comparado as amostras anteriores. Esta melhoria pode ser relacionada com o menor tamanho médio de partícula de TiB₂ obtida após o processo de moagem, e também pela elevada área superficial obtida. Já o aumento no teor de 0,15 para 0,30% não apresentou resultados significativos.

4 CONCLUSÃO

- A moagem de alta energia resulta em grandes mudanças nas partículas de TiB₂, entre elas pode-se citar a redução do tamanho de partícula e o aumento significativo na área superficial das mesmas;
- A inoculação de ligas de alumínio pelo TiB₂ processado por moagem de alta energia promove um grande efeito de refino de grão, quando comparado à inoculação com o material sem moagem;
- a variação dos teores de TiB₂ no banho (0,15 e 0,30%) não influenciou significativamente no refino de grão.

Agradecimentos

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo apoio financeiro através do projeto PROCAD - 123/2007.

REFERÊNCIAS

- 1 Suryanarayana C. Mechanical alloying and milling. Progress in Material Science, 2001; 46: 1-184, 2001.
- 2 Benjamin JS. Mechanical alloying. Scientific American, 1976; 234: 40-48.
- 3 McCartney DG. Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants. Int. Mater. Rev., 1989; 34: 247-60.
- 4 Cutler RA. Engineering Properties of Borides. In: Engineered Materials Handbook, v. 4. Ceramics and Glasses. Ohio, ASM International. Metals Park, 1991: 787-803.
- 5 Itoh H, Sugiura K, Iwahara H. Preparation of TiB₂-B₄C composites by high pressure sintering. Journal of Alloys and Compounds, Lausanne, 1996; 232: 186-191.
- 6 Yang B, Wang YQ, Zhou BL. The mechanism of formation of TiB₂ particulates prepared by in situ reaction in molten aluminum. Metallurgical and Materials Transactions B-Process Metallurgy and Materials Processing Science, 1998; 29(3): 635-640.
- 7 Easton M, Stjohn D. Grain refinement of aluminum alloys: Part II. Confirmation of, and a mechanism for, the solute paradigm Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science, 1999; 30(6): 1625-1633.
- 8 Kurz W, Fisher DJ. Fundamentals of Solidification. Trans Tech Pub., Switzerland, 1989.
- 9 Cibula A. The mechanism of grain refinement of sand castings in aluminium alloys. Journal of the Institute of Metals, 1949; 76(4): 321-360.
- 10 Johnsson M. A critical survey of the grain refining mechanisms of aluminium. Tese de Doutorado Estocolmo: Universidade de Estocolmo, 1993.
- 11 Vader M, Noordegraaf J. Light Metals , P.G. Campbell, ed., TMS, Warrendale, PA, p. 937-941, 1989.
- 12 Vader M, Noordegraaf J. Light Metals, C.M. Bickert, ed., TMS Warrendale, PA, p. 851-857, 1991.

* 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.