

OBTENÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ DE ALUMÍNIO AA2014 REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE TiO₂ POR METALURGIA DO PÓ¹

*Kamila Kazmierczak²
Flavia Costa da Silva³
Ronan Jacques Antonelli⁴
Marcel Pietsch Mondardo⁵
Cesar Edil da Costa⁶*

Resumo

Neste estudo utilizou-se o processo de metalurgia do pó para a elaboração de compósitos a base de alumínio reforçados com nanopartículas de TiO₂. A obtenção da liga AA2014 foi feita através de moagem de alta energia. A adição do reforço foi realizada por dois métodos diferentes de moagem, a direta e a indireta, ambos por moagem de alta energia. A consolidação dos pós foi feita por compactação uniaxial e sinterização. O material produzido foi estudado microestruturalmente mediante microscopia eletrônica de varredura e análise térmica por dilatométrica. O compósito apresentou boa dispersão das partículas, no entanto a sinterização foi deficiente o que requer um estudo mais aprofundado da incorporação e coesão destas partículas de TiO₂.

Palavras-chave: Compósito de matriz de alumínio; TiO₂; Moagem de alta energia.

OBTAINING OF AA2014 ALUMINUM MATRIX COMPOSITE REINFORCED WITH TiO₂ NANOPARTICLES BY POWDER METALURGY

Abstract

In this work was used the powder metallurgy process for the preparation of aluminum-based composites reinforced with TiO₂ nanoparticles. The achievement of the AA2014 alloy was carried by high energy milling. The addition of the reinforcement was carried out by two different methods of milling, direct and indirect, both by high energy milling. The consolidation of the powders was made by uniaxial compaction and sintering. The material produced was studied microstructurally by scanning electron microscopy and thermal analysis by dilatometry. The composite had good dispersion of the particles, however was poor sintering which requires further study the incorporation and cohesion of these TiO₂ particles.

Keywords: Aluminum matrix composite; TiO₂; High energy milling.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Tecnóloga em Mecânica, Mestranda em Ciência e Eng. de Materiais, Udesc, Joinville, SC, Brasil.*

³ *Engenheira de Materiais, Doutoranda em Ciência e Eng. de Materiais, Udesc, Joinville, SC, Brasil.*

⁴ *Graduando em Engenharia Mecânica, Udesc, Joinville, SC, Brasil.*

⁵ *Bolsista de Iniciação Científica, Udesc, Joinville, SC, Brasil.*

⁶ *Engenheiro Industrial Mecânico, Professor Dr., Udesc, Joinville, SC, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio da série 2XXX têm como elementos principais o alumínio e o cobre, estas ligas tem suas propriedades mecânicas muito influenciadas pelo tratamento térmico de precipitação. O custo e a relação resistência/peso são fatores primordiais que contribuem para que este material seja amplamente utilizado na indústria automobilística e aeronáutica.⁽¹⁾

A utilização destas ligas, a temperaturas acima de 180°C, produz uma queda de propriedades por aglomeração dos precipitados que perdem coerência com a matriz. Sendo necessária a existência de outra fase, mais fina, termodinamicamente estável e distribuída uniformemente na matriz de alumínio para que a resistência se mantenha a temperaturas mais elevadas.^(1,2) Portanto, a adição de nanopartículas de TiO₂ facilitaria a formação destes precipitados, além de atuar como elemento endurecedor.

Em materiais compósitos é de extrema importância que exista coesão entre a matriz e o reforço, sendo um fator preponderante a escolha do reforço, que deve ser compatível com a matriz. Estima-se que não haja reações químicas entre eles. Por este motivo os óxidos são escolhidos, na maioria das vezes, por serem duros e apresentarem estabilidade química e térmica a elevadas temperaturas, garantindo a integridade do material. Outro ponto importante é a distribuição deste reforço. A aglomeração de partículas interfere de forma negativa nas propriedades finais do material, portanto, é importante obter estes compósitos através de um método que distribua de forma homogênea estes reforços.^(3,4)

O objetivo deste trabalho é avaliar o efeito dos diferentes parâmetros utilizados, na técnica de moagem de alta energia, para a fabricação do compósito de matriz de AA2014 reforçado com partículas de TiO₂ nanométricas.

A moagem de alta energia é uma técnica da metalurgia do pó que apresenta vantagens com relação a outras técnicas de produção e em alguns casos torna-se a única rota alternativa para a produção de alguns materiais, ela possibilita a obtenção de estruturas com reforço distribuído homogêneo, requisito básico para um compósito apresentar suas características particulares. Neste caso a moagem é realizada em moinhos de alta energia onde o processamento dos pós é feito no estado sólido e envolve, basicamente, deformação plástica, soldagem, fratura e soldagem novamente, resultando em uma redistribuição fina dos componentes metálicos ou cerâmicos em uma matriz metálica. As partículas formadas apresentam características de material compósito em microescala.⁽⁵⁻⁷⁾

A adição de fases cerâmicas possibilita um incremento na dureza e resistência, bem como a adição de reforço pode facilitar a formação das zonas de Guinier-Preston acelerando o surgimento dos estágios posteriores de formação de fases. Entre os reforços mais utilizados se destacam os óxidos que podem melhorar a resistência mecânica, química, térmica, elétrica, óptica e magnética a altas temperaturas e a ambientes agressivos. Os mais comuns são Al₂O₃, Y₂O₃, TiO₂, ZrO₂, MgO, CuO, Cr₂O₃.^(8,9)

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A fabricação da liga de alumínio AA2014 seguiu os parâmetros de moagem baseados em trabalhos anteriores^(3,10-12) que possibilitam a homogeneização e a moagem adequada dos elementos. O método utilizado foi a moagem de alta

energia, em moinho atritor HD01 – fabricante Union Press, com os seguintes parâmetros:

- tempo de moagem: 10 horas;
- velocidade de rotação: 500 rpm;
- razão bolas/carga: 20:1;
- atmosfera: argônio;
- agente de controle do processo – PCA: Cera C.

Na Tabela 1 está representada a composição da liga em peso dos pós elementares utilizados e as características dos mesmos.

Tabela 1. Dados da composição química do material compósito

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

A obtenção do compósito foi feita por dois processos de moagem diferentes, processo direto e indireto. O processo de moagem direta envolve adicionar o reforço em 5% em peso (TiO_2 de 21 nm) juntamente com os pós elementares formadores da liga e processar durante 10 horas em moinho atritor. No processo indireto é utilizada a liga de alumínio, previamente preparada, e a adição do reforço na liga é feito em moinho planetário Pulverisette 5 – fabricante Fritsch por 30 minutos, razão bolas/carga 6:1 e velocidade de rotação de 100 rpm. Ambos processos foram feitos em atmosfera inerte com o uso de gás argônio.

Após a obtenção dos pós foi analisado a sua morfologia através de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Com o objetivo de estudar a influencia do reforço nas transformações e fenômenos, como difusão no processo de consolidação por sinterização foram realizadas análises dilatométricas. Para isto foram preparados corpos de prova onde os pós foram compactados com uma pressão uniaxial de 250 MPa para a condição de mistura direta e 490 MPa para a condição de mistura indireta. Os parâmetros utilizados para o ensaio de dilatométrica foi de 600°C para a primeira condição com taxa de aquecimento de 10°C/min e 630°C para a segunda condição com taxa de aquecimento de 5°C/min, sendo que ambos foram feitos em atmosfera de argônio e permanecendo na temperatura desejada por 2h.

Para analisar as características do material, segundo sua microestrutura, foi feito a análise via MEV, para tal as amostras utilizadas no ensaio dilatométrico foram preparadas, ambas foram lixadas até a grana de 1200, polidas com solução de alumina e finalmente, atacadas quimicamente com HF (5%).

Com o objetivo de verificar a coesão entre as partículas após sinterização foi analisada a superfície de fratura dos corpos de prova sinterizados, por meio de MEV.

A Tabela 2 demonstra os processos descritos acima.

Tabela 2. Dados demonstrando os processos para a obtenção do compósito

Procedimento	Compósito por mistura direta	Compósito por mistura indireta
Obtenção do pó	AA2014 + 5% TiO ₂ (Moinho Atritor – 10h)	AA2014 (Moinho Atritor – 10h) AA2014 +5%TiO ₂ (Moinho Planetário – 30 min.)
Compactação	Uniaxial - 250 MPa	Uniaxial – 490MPa
Sinterização	600°C/ 2h	630°C/2h

3 RESULTADOS

A partir da análise térmica por dilatométrica obteve-se os gráficos representados nas Figuras 1 e 2. Através das Figuras 1 e 2 pode ser comparado o comportamento durante a sinterização da liga AA2014 sem reforço em relação ao compósito obtido por moagem direta e em relação ao compósito obtido por moagem indireta, respectivamente.

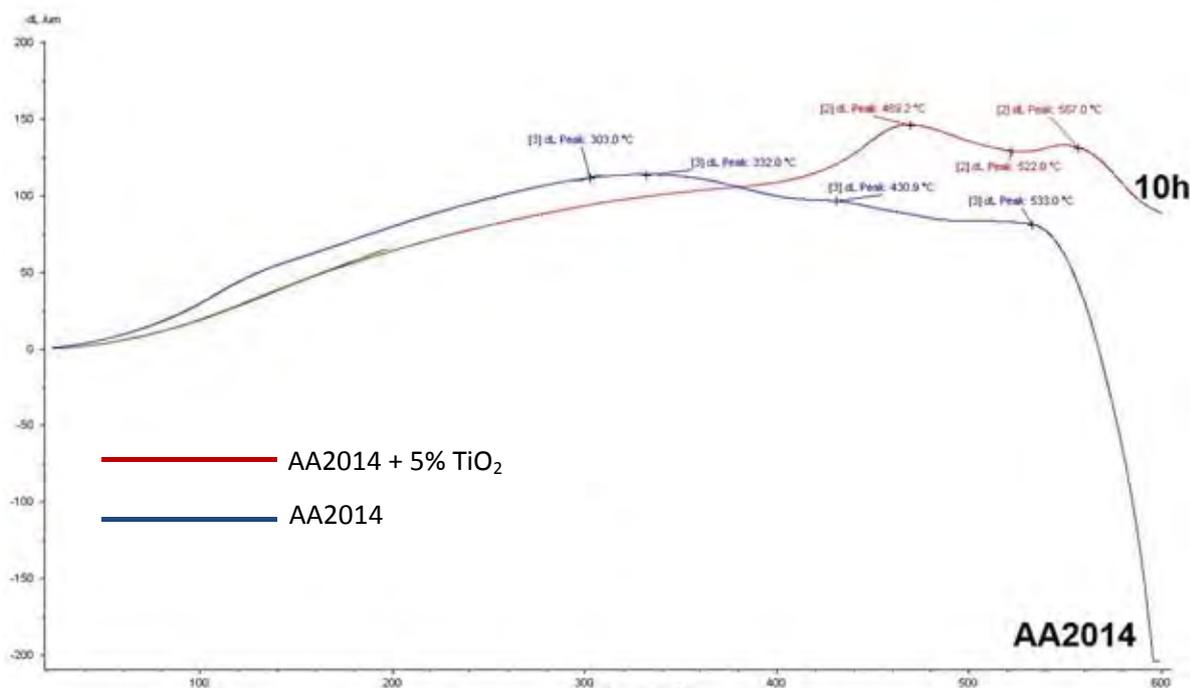


Figura 1. Dilatometria da liga AA2014 e do compósito AA2014+5% TiO₂ preparado por moagem direta.

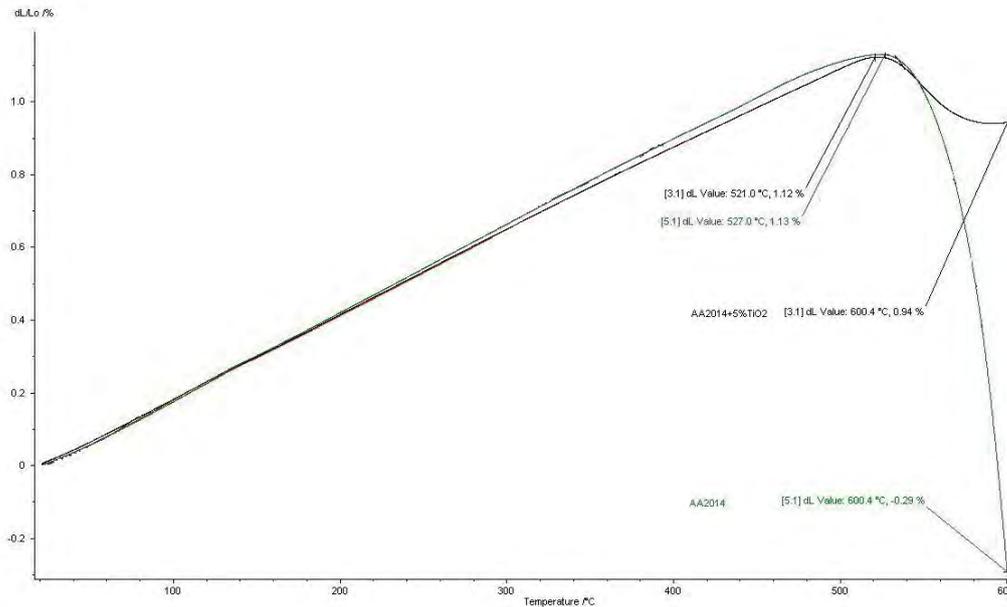


Figura 2. Dilatometria da liga AA2014 e do compósito AA2014+5% TiO₂ preparado por moagem indireta.

Na Figura 3 está representado as micrografias dos seguintes materiais: (a) AA2014; (b) AA2014+5%TiO₂ obtido por moagem direta; e (c) AA2014+5%TiO₂ obtido por moagem indireta. As setas mostram as regiões de contorno entre as partículas.

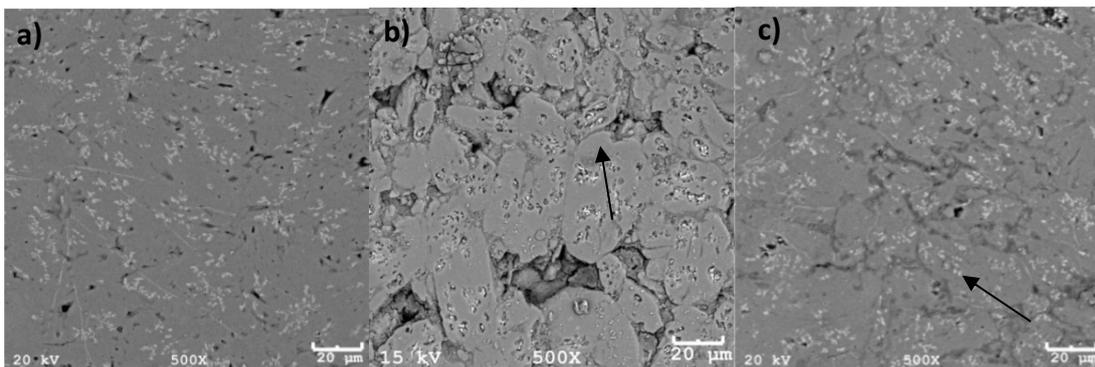


Figura 3. MEV das amostras sinterizadas. (a) AA2014; (b) AA2014 + 5% de TiO₂ com moagem direta e (c) AA2014 + 5%TiO₂ com moagem indireta.

Através da Figura 4 é possível observar as superfícies de fratura dos materiais em estudo.

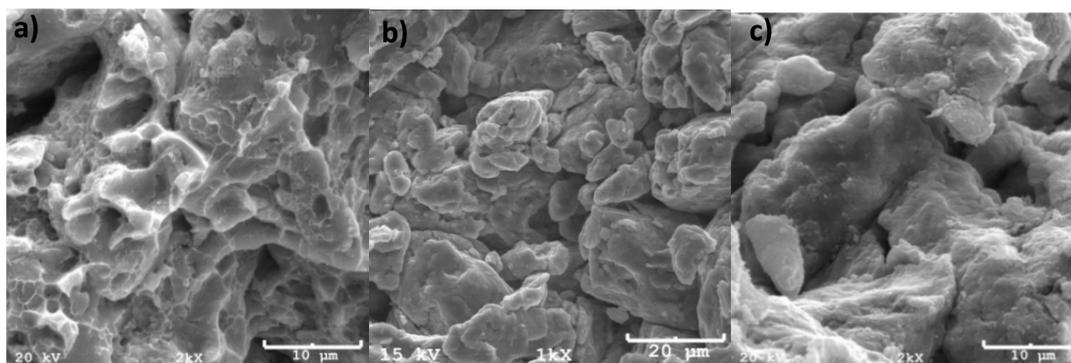


Figura 4. Fractografia das seguintes amostras: (a) AA2014; (b) AA2014 + 5% de TiO_2 com moagem direta e (c) AA2014 + 5% TiO_2 com moagem indireta.

4 DISCUSSÃO

Com base nos resultados obtidos pela análise térmica de dilatométrica, visto nas Figuras 1 e 2, o compósito apresentou o primeiro pico de dilatação em 469°C e 525°C , em ambos observa-se que com a adição de TiO_2 a sinterização é dificultada, representado pela pouca contração do corpo de prova, representado pela pequena queda na curva quando comparado a liga sem reforço, que neste caso houve completa sinterização. Nestes casos o reforço atua como uma barreira física e térmica que dificulta a difusão das partículas, assim, prejudicando a sinterização, portanto as amostras do compósito necessitam de mais tempo para completar a sinterização.

Nas imagens obtidas pela análise do material no MEV comprovou-se que o moinho atritor é conveniente para o processamento da liga de alumínio AA2014, pois há homogeneidade na estrutura e na distribuição dos precipitados (Figura 3^a). Nas Figuras 3b e 3c é possível observar que as partículas estão menos coesas visto pelos contornos entre as partículas, confirmando a hipótese levantada nas Figuras 1 e 2. Outro fator importante é o parâmetro utilizado para a compactação, no caso do compósito com moagem direta, valores maiores de pressão de compactação poderia aumentar a área de contato entre as partículas e facilitar a coesão entre elas.

Quanto a fractografia é possível observar que a liga sem reforço apresentou características evidentes de fratura dúctil, mostrada pela ausência de planos preferenciais, bem como a presença de “alvéolos”, caracterizando uma maior coesão entre as partículas. No entanto, a Figura 4b e 4c, observa-se que há uma pequena coesão entre as partículas, pela pouca formação de “pescoços”, no material que contém TiO_2 .

5 CONCLUSÃO

O processo de moagem de alta energia se mostrou eficiente para a obtenção da liga, e do compósito através da mistura direta.

O TiO_2 pode atuar como uma barreira térmica e física entre as partículas que dificulta a difusão e diminui a coesão entre as partículas durante a sinterização, sendo necessários tempos mais longos na temperatura de sinterização destes materiais.

O compósito apresentou boa dispersão das partículas, no entanto a sinterização foi deficiente.

A adição de nanopartículas de TiO₂ requer um estudo mais detalhado no 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 NAVAS, E. M. et all. One step production of aluminium matrix composite powders by mechanical alloying. *Composites*: v. A 37, p. 2114–2120, 2005.
- 2 AMERICAN SOCIETY OF METALS HANDBOOK. HeatTreatment. Vol.4, 1991.
- 3 SILVA, F. C. Influência da adição de nanopartículas de TiO₂ na obtenção de compósitos a base de liga AA2014 fabricada via metalurgia do pó. 2012. 93 p. Dissertação de Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – Universidade do Estado de Santa Catarina.
- 4 RAMESH, C. S. et all. Prediction of wear coefficient of Al6061 – TiO₂ composites. *Wear*. v. 259, p. 602-608, 2005.
- 5 SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, v. 46, p 1-184, 2001.
- 6 TORRALBA, J. M.; DA COSTA, C. E.; VELASCO, F. P/M aluminummatrixcomposites: an overview. *Journal of Materials Processing Technology*, 133, p.203-206, 2003.
- 7 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.
- 8 POLMEAR, I. J. Light alloys - Metallurgy of the light metals. 3. ed. London: Arnold, 1995. 361 p.
- 9 KLEIN, A. N. Compósitos de matriz metálica reforçados pela dispersão de partículas cerâmicas produzidos por mecanossíntese: uma revisão. São Paulo: Exacta, v.7, p.195-204, 2009.
- 10 MAIA, P. B. S. Elaboração de compósitos a base de alumínio reforçados com intermetálico Ni₃Al 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.
- 11 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.
- 12 ANTONELLI, R. J. Influência da adição de TiO₂na formação de precipitados em ligas de alumínio. 2012. 44 p. Trabalho de Conclusão de Curso – Departamento de Engenharia Mecânica – Universidade do Estado de Santa Catarina.