

SÍNTESE DO CARBONETO DE NIÓBIO ATRAVÉS DE UMA TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA¹

Rodrigo Tecchio Antonello²
Oscar Olimpio de Araujo Filho³
Cezar Henrique Gonzalez⁴
Severino Leopoldino Urtiga Filho⁵
Francisco Ambrozio Filho⁶

Resumo

O objetivo deste trabalho é obter e caracterizar o carboneto de nióbio (NbC) através de uma técnica de moagem de alta energia que utiliza um tipo de moinho vibratório SPEX, pós elementares de nióbio e de carbono na forma de grafite. Uma vez que, este carboneto é escasso no mercado nacional e é necessário aplicar o NbC como reforço de dois aços rápidos ao molibdênio (AISI M2 e AISI M3:2) objetos de um outro trabalho motivou esta pesquisa. Os pós foram submetidos a um processo de moagem de alta energia com tempos e condições adequados e em seguida, foram caracterizados por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva de raios X (EDS) e Difração de raios X (DRX). O poder de moagem ou relação massa de bola/massa de pós utilizada foi de 10:1. As amostras analisadas mostraram que a moagem de alta energia é uma rota alternativa para a síntese do NbC.

Palavras-chave: Metalurgia do pó; Carboneto de nióbio; Moagem de alta energia.

SYNTHESIS OF NIOBIUM CARBIDE BY A HIGH ENERGY MILLING TECHNIQUE OF POWDER METALLURGY

Abstract

The aim of this work is to obtain and characterize the Niobium Carbide (NbC) by a suitable high energy milling technique using a SPEX Mill vibratory type and niobium and carbon (graphite) powders. Since this carbide is scarced in the national market and it's necessary to apply this NbC as a reinforcement in two molybdenum high speed steels (AISI M2 and AISI M3:2) object of another work motivated this research. The powders were submitted to a high energy milling procedure for suitable times and conditions and then were characterized by means of Scanning Electronic Microscopy (SEM), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (DRX) techniques. The ball-to-powder weight ratio was 10:1. The analysed samples showed that the high-energy milling is an alternative route of the NbC synthesis.

Key words: Powder metallurgy; Niobium carbide; High energy milling.

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

² Eng. mecânico, Mestre em Eng. Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Brasil.

³ Eng. Mecânico, Dr. em Tecnologia Nuclear pelo IPEN-CNEN/SP. Prof. Colaborador da PPGEM do Depto. de Eng. Mecânica da UFPE, Brasil.

⁴ Eng. Mecânico, Prof. Dr. Adjunto 2 do Depto. de Eng. Mecânica da UFPE, Brasil.

⁵ Eng. Mecânico, Prof. Dr. Adjunto 4 do Depto. de Eng. Mecânica da UFPE, Brasil.

⁶ Eng. Metalurgista, Prof. Dr. do IPEN-CNEN, Universidade de São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O processo de moagem de alta energia tem recebido muita atenção como uma poderosa ferramenta para a fabricação de diversos materiais avançados incluindo ligas fora do equilíbrio, materiais amorfos, nanocristais, materiais compósitos, dentre outros. É utilizado também na síntese de ligas que são difíceis ou impossíveis de serem produzidas por processos convencionais. Mecanossíntese, mais comumente conhecido como moagem de alta energia, é uma técnica de processamento de pós elementares na correta proporção/ estequiometria para obtenção de ligas através da alta energia de impacto da bola em uma panela rotativa conhecido como jarra utilizando-se moinhos dos tipos atritores, vibratórios e planetários. Esta técnica foi desenvolvida em torno de 1966 por John Benjamin e seus colaboradores da Inco Paul D. Merica Research Laboratory.^(1,2) A transferência de energia para as partículas de pó nesses moinhos ocorre por uma ação de soldagem/ fratura após colisão entre duas bolas de moagem relativamente massivas, ou entre uma bola de moagem e as paredes internas da jarra. As colisões caóticas resultam na deformação plástica das partículas (produzindo deslocamentos, lacunas e desordem atômica), que introduz tensão no sistema de partículas. As partículas então soldam-se a frio (a união de materiais sem o uso de calor, que desenvolve estruturas lamelares com camadas alternadas de elementos). Com a continuação da moagem, a tensão é aliviada por fratura (ou seja, refinamento de grãos) do pó. Inicialmente, o micro-forjamento achata os pós dúcteis em flocos/ placa como partículas. Como as partículas elementares são repetidamente soldadas a frio e em seguida, fraturadas, a estrutura lamelar é continuamente refinada até que um estado estacionário é estabelecido entre as frequências de soldagem e fratura e as camadas não podem tornar-se mais delgadas o que conduz a um equilíbrio do tamanho das partículas. Nesta fase, a liga começa a apresentar uma diminuição contínua na distância interlamelar de cada partícula com a difusão de um elemento para o outro nos limites da camada concorrendo para formar a liga. Uma consideração básica para a aplicação do elemento de liga nióbio (Nb) nos aços ferramentas é que as formas muito estáveis de carbonetos facilitam o refinamento de grão e endurecimento pela precipitação (dureza secundária) de carbonetos e um aumento dos teores dos elementos de liga na matriz o que contribui para o aumento da dureza do material, com a conseqüente melhora das propriedades mecânicas. O processamento e síntese de novos materiais através da moagem de alta energia tem sido objeto de estudos durante as últimas décadas. A moagem de alta energia foi utilizada para processar os novos materiais, desde o desenvolvimento de óxidos dispersos reforçados (ODS), em ligas de níquel e superligas a base de ferro para aplicações na indústria aeroespacial. Este trabalho de investigação da síntese do carboneto de nióbio foi realizado por uma técnica de mecanossíntese em um moinho vibratório do tipo SPEX. A síntese desse carboneto se faz necessária uma vez que o mesmo não está disponível no nosso mercado e deve ser utilizado como reforço em aços rápidos ao molibdênio AISI M2 e M3:2 objetos de um outro projeto de pesquisa.⁽³⁻⁵⁾

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Pós elementares de nióbio com 99,8% de pureza e de carbono na forma de grafite foram misturados, 50% em massa de cada um em um misturador do tipo turbula durante 10 minutos, em seguida, submetidos a um processo adequado de moagem

de alta energia em um moinho vibratório do tipo SPEX. Os tempos de moagem utilizados foram 5 e 10 horas. O poder de moagem (relação de massa de bola/massa de pó) utilizado foi de 10:1 no procedimento de moagem de alta energia. Esferas de aço SAE 52100 foram utilizados como mídia de moagem. Os pós produzidos por este procedimento experimental foram caracterizados por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) e Difração de Raios X (DRX). As Figuras 1 e 2 apresentam imagens de MEV dos pós elementares de grafite e nióbio, respectivamente.

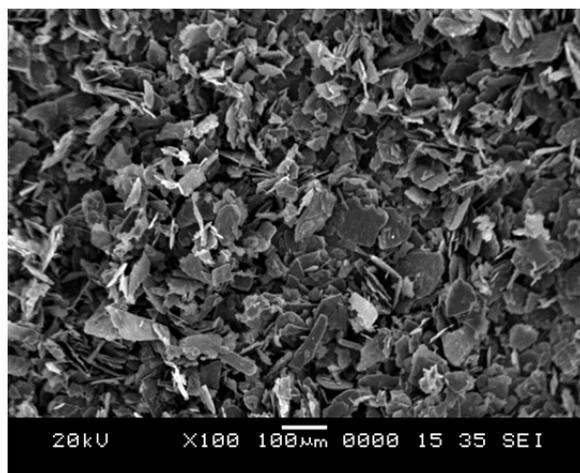


Figura 1. Pó de grafite usado para preparar carboneto de nióbio (NbC). Elétrons secundários.

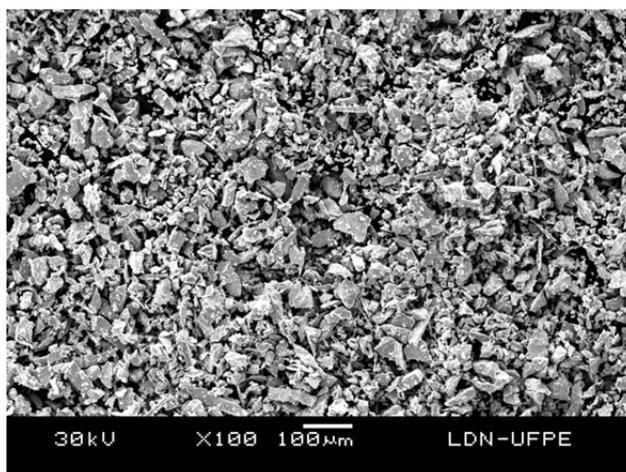


Figura 2. Pó de nióbio usado para preparar carboneto de nióbio (NbC). Elétrons secundários.

O moinho vibratório do tipo SPEX, processa cerca de 10-30 gramas de pó em uma única vez, sendo mais comumente utilizados para investigações laboratoriais e para fins de seleção de ligas. O movimento de vai-e-vem é combinado com movimentos laterais das extremidades da jarra, de modo que a mesma parece estar descrevendo uma figura “8” ou sinal de infinito (∞) que se move.⁽⁶⁾

As Figuras 3 e 4 apresentam imagens do moinho vibratório SPEX e da jarra utilizados na presente investigação.



Figura 3. Moinho SPEX utilizado no processo de moagem de síntese de NbC.



Figura 4. Jarra de INOX utilizado no moinho SPEX no processo de moagem de síntese do NbC.

3 RESULTADOS

As Figuras 5 a 8 e as Figuras 10 a 13 apresentam imagens de MEV, características da composição de cada partícula presente com as microestruturas dos pós produzidos pela moagem de alta energia a partir dos pós elementares de nióbio e de carbono (grafite), enquanto que as Figuras 9 e 14 apresentam microanálises de EDS dos pós processados. Os tempos de moagem utilizados foram de 5 e 10 horas, de maneira respectiva. Pós de NbC processados e obtidos por mecanossíntese, objeto deste trabalho, apresentam morfologia semelhante a do NbC comercial fornecido pela Aldrich (propositadamente não apresentada nesse trabalho). As imagens do MEV apresentam a morfologia dos pós processados durante 5 e 10 horas, com similaridade mostrando a uma ausência de evolução com o tempo de moagem.

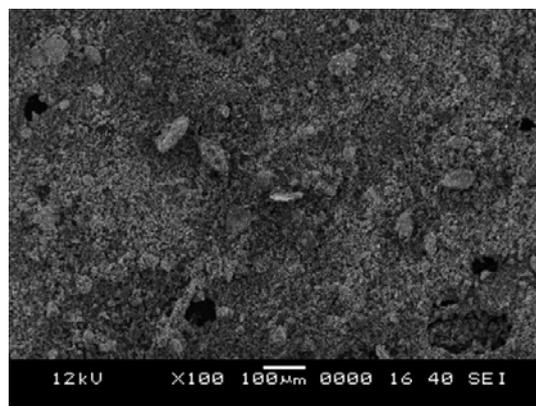


Figura 5. Imagem de MEV do pó processado durante 5 h. Elétrons secundários.

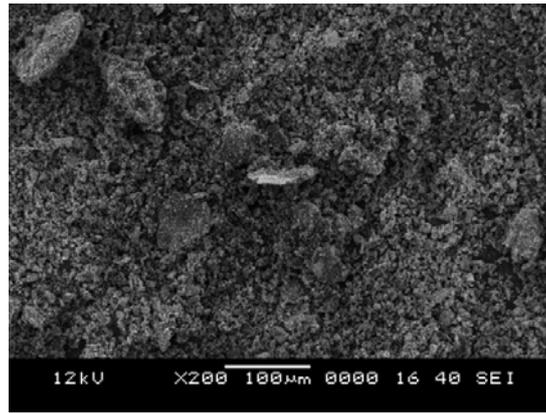


Figura 6. Imagem de MEV do pó processado durante 5 h. Elétrons secundários.

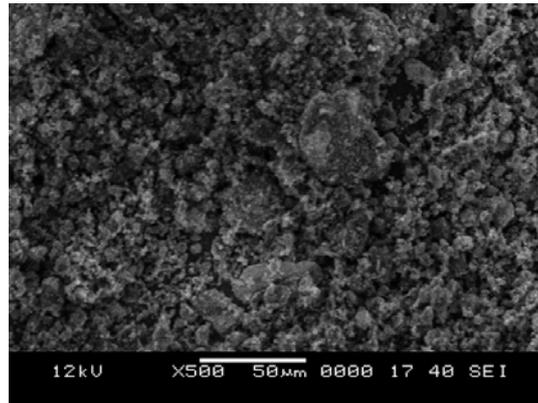


Figura 7. Imagem de MEV do pó processado durante 5 h. Elétrons secundários.

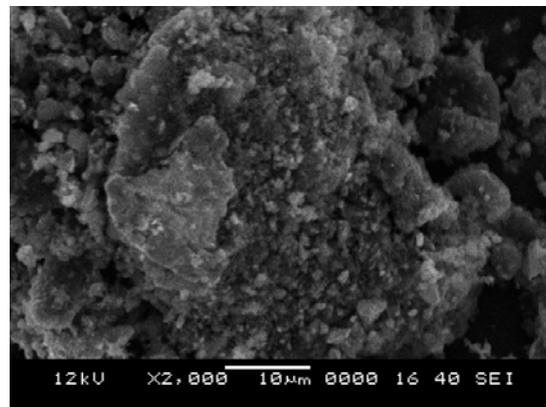


Figura 8. Imagem de MEV do pó processado durante 5 h. Elétrons secundários.

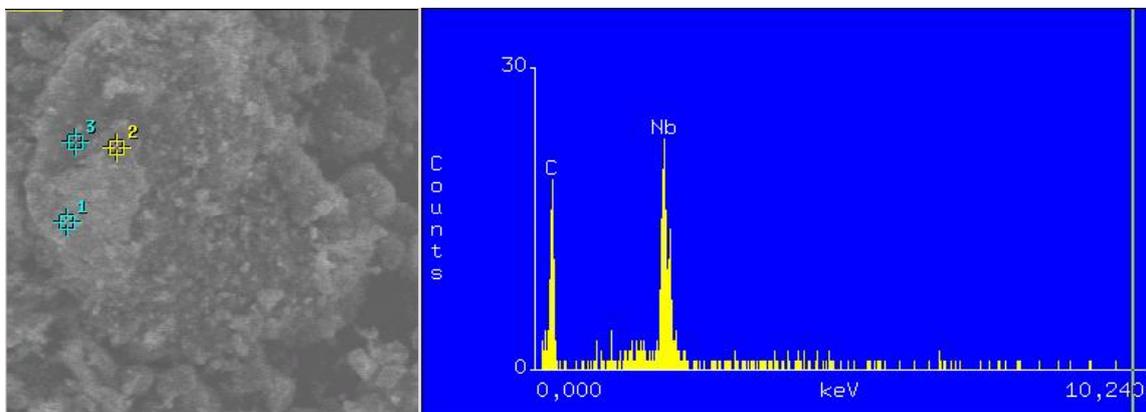


Figura 9. Microanálise de EDS do pó processado durante 5 h.

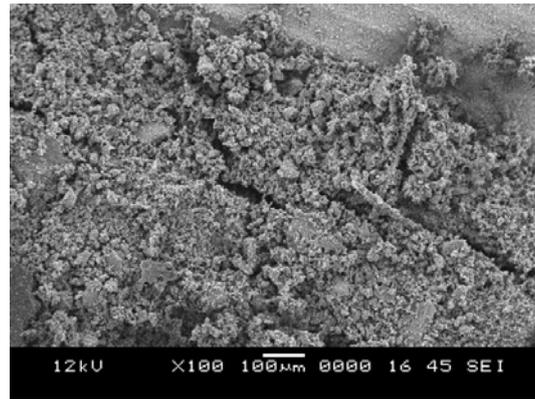


Figura 10. Imagem de MEV do pó processado durante 10 h. Elétrons secundários.

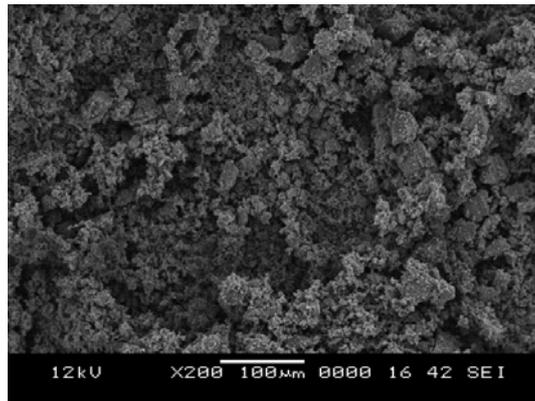


Figura 11. Imagem de MEV do pó processado durante 10 h. Elétrons secundários

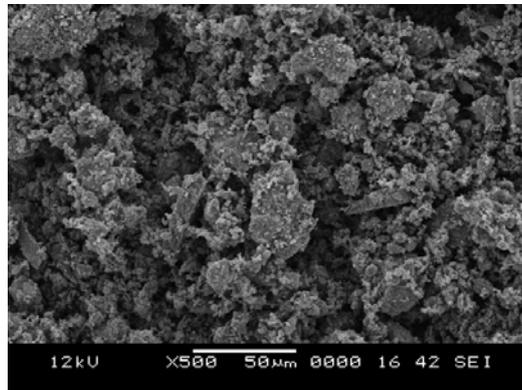


Figura 12. Imagem de MEV do pó processado durante 10 h. Elétrons secundários.

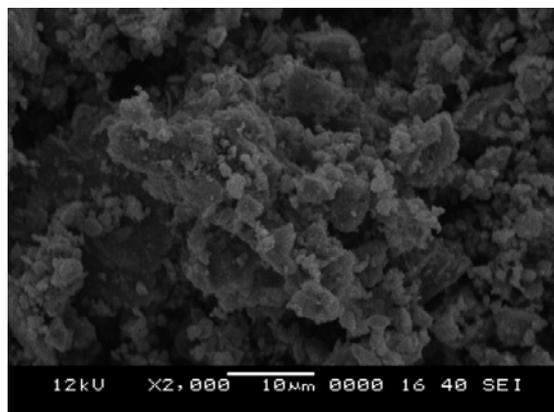


Figura 13. Imagem de MEV do pó processado durante 10 h. Elétrons secundários.

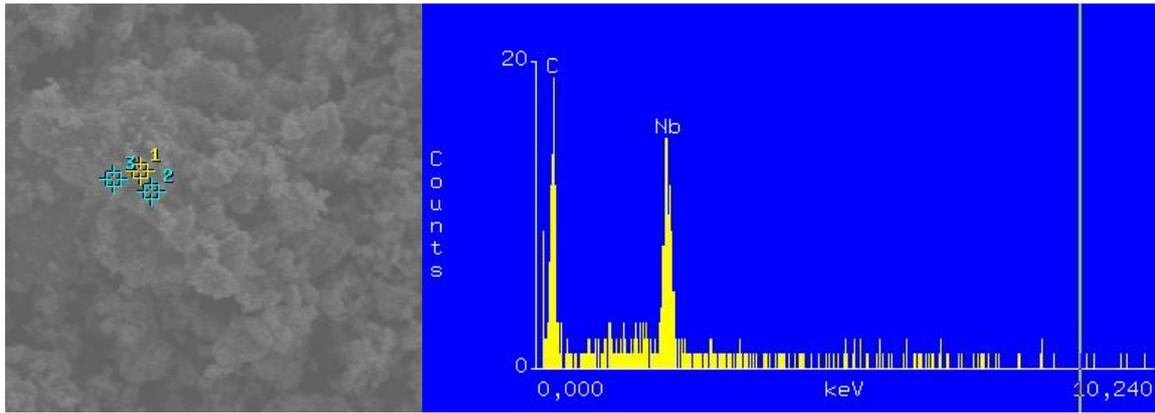


Figura 14. Microanálise de EDS do pó processado durante 10 h.

As Figuras 15 e 16 apresentam os padrões de difrações raios-x dos pós de NbC submetidos a tempos de moagem de 5 e 10 horas, respectivamente.

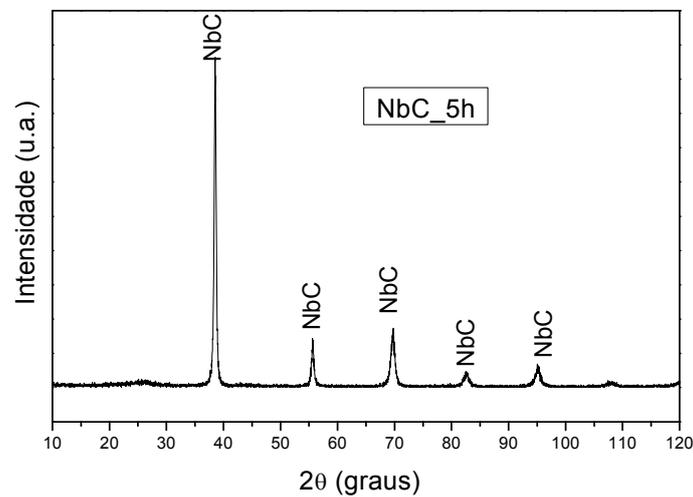


Figura 15. Espectro de DRX de pós de NbC processadas durante 5 horas. Cu- α .

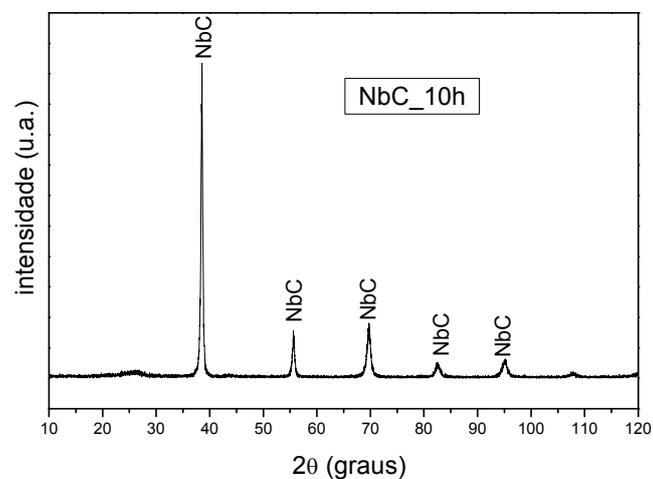


Figura 16. Espectro de DRX de pós de NbC processadas durante 10 horas. Cu- α .

4 DISCUSSÃO

Os pós processados durante 5 e 10 horas, obtidos por moagem de alta energia, apresentam morfologia semelhante a do NbC comercial fornecido pela Aldrich. A observação dos espectros de difração de raios X não apresenta qualquer diferença para os diferentes tempos de moagem de 5 e 10 horas, Figuras 15 e 16 respectivamente. No entanto, as fases características de carboneto de nióbio estão presentes o que corrobora o sucesso do método de síntese através da técnica de metalurgia do pó de moagem de alta energia para a obtenção deste carboneto, objeto deste trabalho de investigação.⁽⁷⁾ Tempos maiores de moagem poderão ser utilizados para avaliar a evolução do tamanho e distribuição de tamanho de partícula.

5 CONCLUSÃO

- Uma técnica adequada de metalurgia do pó de moagem de alta energia foi utilizada com sucesso para sintetizar o carboneto de nióbio (NbC) a partir de pós elementares de nióbio (Nb) e carbono (grafite);
- Os tempos de moagem de 5 e 10 horas não apresentam diferença significativa nos pós de carboneto de nióbio (NbC) produzido pela técnica de Metalurgia do Pó de moagem de alta energia observados através de técnicas de caracterização de MEV, EDS e DRX;
- Portanto, 5 horas de moagem de alta energia foi suficiente para obter-se o NbC a partir dos pós elementares de Nb e carbono na forma de grafite;
- Tempos maiores de moagem devem ser utilizados a fim de investigar a morfologia dos pós de NbC e para promover um refinamento de tamanho de partícula; e
- As amostras analisadas corroboram que a moagem de alta energia é uma rota alternativa de processamento de síntese de NbC.

Agradecimentos

Os autores agradecem as bolsas de Oscar Olimpio de Araujo Filho e Rodrigo Tecchio Antonello e o apoio financeiro a este projeto de pesquisa (APQ-0033-3.03/08) dado por agências brasileiras: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia do Estado de Pernambuco (FACEPE) e, finalmente, João Carlos Cezar de Albuquerque por seu apoio técnico (DF-UFPE).

REFERÊNCIAS

- 1 Suryanarayana, C.: Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, v.46, p. 1-184, 2001.
- 2 El-Eskandarany, M. Sherif: Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials, NOYES PUBLICATIONS - WILLIAM ANDREW PUBLISHING Norwich, New York, U.S.A., 2001.
- 3 Bhadesia, H.K.D.H. – Mechanically Alloyed Metals – Materials Science and Technology, Vol 16, p. 1404-1411, 2000.
- 4 Paula Fernanda da Silva, Alexandre Bellegard Farina e Mário Boccalini Júnior: Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v.4, n.3, p. 43-49, 2008 Ligas “aço matriz + nbc” - caracterização no estado bruto de fundição.

- 5 B. C. de Freitas Guedes, A. de Souza Silva, A. E. Martinelli, R. M. do Nascimento, D. M. de Araújo Melo, U. U. Gomes: 17^o CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.
- 6 P. S. Gilman and J. S. Benjamin: Mechanical Alloying, Ann. Rev. Mater. Sci. 13:279-300, 1983.
- 7 D. G. Simões, C. P. De Lazzari, O. M. Cintho e J. D. T. Capocchi: Moagem de Alta Energia na Síntese de NbC, 17^o CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 15 a 19 de Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, PR, Brasil.