

EFEITO DA MOAGEM DE ALTA ENERGIA E DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO NA ESTRUTURA E PROPRIEDADES DO COMPÓSITO Al₂O₃-Fe

¹Silva, A.A / ²Costa, F.A/ ³Gomes, U.U / ⁴ Raimundo, R.A/ ⁵ Santos, L.S

^{1,2,5} Departamento de Engenharia Mecânica - DEM/UFRN

^{3,4} Departamento de Física Teórica e Experimental – DFTE/UFRN

RESUMO

Com o avanço dos estudos, foi observado que a sinterização de pós processados pela rota da moagem de alta energia apresentam estruturas mais densas com melhores propriedades mecânicas. Este trabalho tem como objetivo investigar o efeito da moagem de alta energia na dispersão e homogeneização das fases Alumina e Ferro, tanto para os pós como para os sinterizados, como também, analisar a influência da temperatura de sinterização na densificação e microdureza do compósito Al₂O₃-Fe. Pós compósitos de Al₂O₃-Fe na razão de 5% em massa de ferro foram moídos em um moinho planetário de alta energia durante 40 horas. Os pós moídos por 40 horas foram compactados a 100 MPa e em seguida sinterizados a 1400°C e 1550°C por 1 hora de isoterma em um forno resistivo. Os resultados mostram que com o aumento da temperatura houve um aumento na densificação e na microdureza dos corpos sinterizados.

Palavras-chave: moagem de alta energia, compósito Al₂O₃-Fe, densificação, microdureza, sinterização.

1. INTRODUÇÃO

A alumina é um dos materiais cerâmicos mais utilizados na indústria em função das duas propriedades, tais como: baixa densidade, baixa condutividade térmica, elevado módulo de elasticidade (380 GPa), alta resistência a oxidação e à abrasão. Somado a isso exibem excelentes propriedades de isolamento elétrico e a capacidade de suportarem altas temperaturas sem se deformarem. Nas mais variadas áreas industriais, sua utilização é fundamental, dentre elas podemos citar: na indústria química, no uso de catalisadores, na biomédica, no emprego de próteses e implantes dentários, na mecânica, como ferramentas de corte e materiais de fricção: entre outras. Entretanto, algumas propriedades, tais como baixa tenacidade a fratura e alta fragilidade limitam a sua utilização. Então, com o intuito de melhorar a propriedade de tenacidade tem sido muito estudado a inclusão de partículas da alumina com tamanho reduzido em uma fase metálica Fe e seus resultados apontam para uma nova perspectiva na melhoria das propriedades de resistência a flexão, tenacidade à fratura e resistência ao desgaste desses materiais compósitos.

As propriedades físicas e químicas de materiais com partículas de tamanhos reduzidas são de grande interesse e de extrema importância para futuras aplicações tecnológicas. Uma vez que, geralmente exibem propriedades diferenciadas com relação aos demais [2].

Os pós podem ser obtidos por vários, mas dentre eles se destacam a moagem de alta energia, por permitir obter pós manométricos ultrafinos no estado sólido. Nesse tipo de processo envolve-se repetidos ciclos de deformação, soldagem a frio, fragmentação e re-soldagem a frio das partículas dos pós [5,10]. Esses processos de deformação e fratura definem a dispersão dos componentes, a homogeneização e a microestrutura final do pó. A moagem de alta energia possui elevada velocidade e alta frequência de impacto dos corpos de moagem contra as partículas de pó, produzindo assim, deformação da rede cristalina, resultando em pós com pequenos cristalitos e grande área superficial. Além disso, pode ser observado o início de formação sólida e até mesmo ocorrer a amorfização do material [11].

A compactação dá-se através da aplicação de uma pressão externa aplicada ao pó, tendo por finalidade consolidar o pó em formato pré-determinado, conferindo-lhe resistência mecânica e levando a criar ligações intergranulares, além de diminuir

os efeitos de variação dimensional na sinterização e atingir o nível de porosidade desejada [8]. As prensas utilizadas na compactação são hidráulicas, mecânicas ou combinação das duas, elas podem ser classificadas como (1) compactação uniaxial, referente as prensas que consistem na aplicação de uma pressão unidirecional; ou (2) prensas de dupla direção, incluindo punções opostos, dupla ação e múltipla ação [7]. Na compactação por prensagem uniaxial ocorre uma grande geração de atrito entre o pó e as paredes da matriz, dificultando a movimentação do pó e distribuindo de forma irregular a pressão. Este efeito pode fornecer compactos com densidade não uniforme e, como consequência, introduzir defeitos no compactado; a utilização de lubrificantes, como por exemplo, o estearato de zinco, é utilizado na parte interna do molde para reduzir o atrito das partículas de pó com as paredes da matriz e é importante, pois diminui as perdas de energia de compactação e facilita a ejeção do corpo verde [4]. A prensagem uniaxial é mais largamente utilizada devido a sua praticidade, embora a prensagem de dupla direção produza um compacto com uma maior conformidade.

Pode-se definir sinterização como um processo termodinâmico de não-equilíbrio e irreversível, no qual um conjunto de partículas (agregado de pó ou compactado), inicialmente em contato mútuo, vem adquirir uma estrutura sólida. Nessa etapa o corpo sinterizado ganha resistência mecânica e adquire quase todas as propriedades finais, sendo, portanto, considerada como o processo responsável pela densificação (eliminação dos poros) do corpo compactado. Sua força motora e o decréscimo de área superficial livre do conjunto de partículas, resultando na formação de contorno de grãos e crescimento de pescoço de união de interpartículas [1]. A sinterização pode ocorrer com ou sem a presença de fase líquida. O primeiro caso é chamado de sinterização em fase líquida. Na sinterização em estado sólido, a temperatura ideal de sinterização é da ordem de 2/3 a 3/4 da temperatura de fusão do material. Esses dois tipos de sinterização são capazes de densificar total ou parcialmente a estrutura [9].

Este trabalho tem como objetivo investigar o efeito da moagem de alta energia na dispersão e na microestrutura das fases Al_2O_3 e Fe, tanto para os pós como para os sinterizados e analisar o efeito da temperatura de sinterização (1400 °C e 1550 °C) nas propriedades do compósito Al_2O_3 -5%Fe.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir, são apresentadas as etapas empregadas para a preparação dos pós e consolidação das estruturas do compósito Al_2O_3 -5%Fe. Os pós de partida (Al_2O_3 -5%Fe) foram obtidos no Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais da Universidade Federal do Rio Grande do Norte.

2.1 Moagem

Neste processo, pós compósitos de Alumina (95%) e de Ferro (5%) foram moídos utilizando o processo de moagem de alta energia em um moinho planetário Pluverisette 7. Todos os pós foram moídos por 40 horas e para compreender a evolução da moagem, amostras de pós foram coletadas após 2, 10, 15, 20, 30 e 40 horas. Uma carga de pó com 15 g e 100 g de bolas foi usada. Neste caso, a razão em massa de pó para bolas foi de 1:6,6. Todos os experimentos de moagem foram efetuados a úmido utilizando álcool etílico durante 40 horas. A velocidade de moagem utilizada foi de 400 rpm em todo o experimento.

2.2 Compactação

Compactos dos pós moídos por 40 horas foram obtidos utilizando uma matriz de aço inox cilíndrica com 5 mm de diâmetro, através da prensagem uniaxial em uma prensa hidráulica. Uma massa de 0,5 g de pó compósito e uma pressão de 100 MPa foram usadas para obtenção dos compactados. Uma camada fina de estearato de zinco foi utilizado para lubrificar a matriz durante a compactação dos pós compósitos e facilitando a retirada do compactado da matriz.

2.3 Sinterização

Os corpos compactados por 40 horas foram submetidos ao processo de sinterização em um forno resistivo e tubular. As temperaturas utilizadas foram 1400 °C e 1550°C, ambas por uma hora de isoterma sob atmosfera de argônio, sob um fluxo constante de 5 ml/s e uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

2.4 Caracterização

Análise de microscopia de varredura eletrônica (MEV) foi utilizada para analisar a morfologia e distribuição dos pós, assim como as características finais da

microestrutura dos sinterizados, enquanto que a espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi utilizada para detectar a possível presença de contaminantes. A difração de raios-x (DRX) foi utilizada para detectar as fases presentes e observar o efeito da moagem na cristalinidade dos pós moídos.

2.5 Densidade

Para analisar a densificação do material foram efetuadas medidas de densidade das amostras a verde e dos corpos sinterizados usando o método geométrico (massa/volume). Para a obtenção dos resultados da densidade foram realizadas três medidas de cada variável: massa, altura e diâmetro das amostras. A densidade teórica do compósito foi calculada levando em consideração a composição inicial; para o ferro foi utilizada uma densidade de $7,874 \text{ g/cm}^3$ e para alumina uma densidade de $3,986 \text{ g/cm}^3$, obtidos a partir da literatura. A partir do cálculo da densidade teórica foi possível obter os valores das densidades relativas, que é relação entre a densidade real do corpo verde ou sinterizado e a densidade teórica do compósito. Em consequência dos valores da densidade relativa, pode-se obter a densificação do material para cada temperatura de sinterização.

2.6 Microdureza

Medidas de Microdureza Vickers foram realizadas nas amostras sinterizadas, utilizando um microdurômetro digital hvs 1000, no qual foi aplicada uma carga de 300 grama-força com um tempo de endentação de 15 segundos, sendo realizadas dez endentações em cada amostra, como mostrado na Fig. 1.

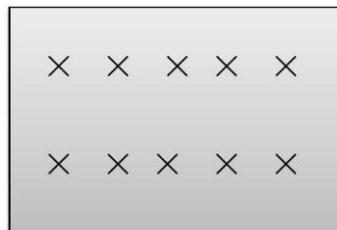


Figura 1. Posicionamento das endentações nas amostras

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 2(a-c) mostra micrografias de MEV das partículas dos pós compósitos de Al_2O_3 -5%Fe moídos por diferentes tempos, as partículas de ferro estão representadas pela coloração mais clara, enquanto que as partículas de alumina

pela coloração mais escura. Como pode ser observado com o aumento do tempo de moagem, as partículas de alumina vão sendo dispersadas na fase mole do ferro, ou seja, a liga esta se tornando cada vez mais homogênea, mas aglomerados formados por ambas as fases ainda podem ser vistos nos pós moídos por 40 horas (Fig. 2(c)). Como pode ser observado nas do MEV (Fig. 2(a-c)) a medida que o tempo de moagem aumenta, as partículas de ferro são deformadas e embebidas pelas partículas de alumina, uma vez que, os pós são prensados, soldados e fraturados repetidas vezes ate que a microestrutura entre em equilíbrio e visando o alcance da homogeneidade, onde as partículas de pó formadas serão compósitos do material desejado.

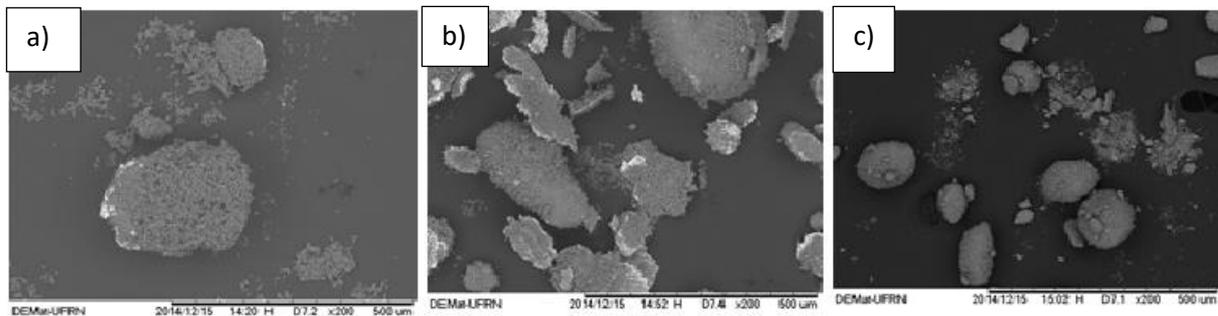


Figura 2: MEV dos pós compósitos Al_2O_3 -5%Fe moídos por 2 (a), 20 (b) e 40 horas [c].

Na Fig. 3(a) são apresentados os difratogramas de raio-x (DRX) dos pós moídos por 2, 10, 20, 30 e 40 horas. Nela é observada uma diminuição na intensidade e alargamentos dos picos de alumina e ferro com o passar do tempo de moagem, porém ambas permanecem cristalinas. Este comportamento sugere que pode estar havendo uma diminuição no tamanho do cristalito e uma deformação na rede cristalina. Além disto, é notado que os picos dispostos são característicos da alumina e do ferro, não havendo a formação de novas fases. Na Fig. 3(b) é representado a ampliação do pico mais intenso da alumina. É notável que o aumento do tempo de moagem provocou, em especial, o aumento da largura à meia altura, com conseqüente diminuição da intensidade e deslocamento do pico para a direita, indicando que pode estar havendo uma solubilidade sólida da fase ferro na fase alumina.

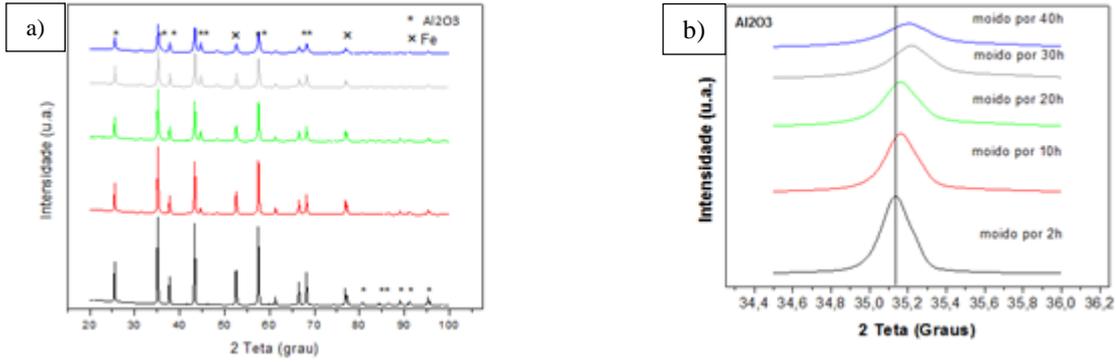


Figura 3: Padrões de DRX dos pós compósitos Al_2O_3 -5%Fe moídos por diferentes tempos (a). Pico de difração da fase alumina mostrando o alargamento e o seu deslocamento (b).

O gráfico de Densidade Relativa x Temperatura de Sinterização na Fig. 4(a), mostra duas curvas, a das densidades dos corpos verdes e dos corpos sinterizados. Na Fig. 4(a) pode-se perceber que a curva dos corpos sinterizados está sempre acima dos corpos verdes, indicando que ocorreu uma densificação do corpo durante o processo de sinterização. Também pode-se perceber que com o aumento da temperatura de sinterização ocorreu um aumento significativo na densidade relativa dos corpos sinterizados. O gráfico Microdureza Vickers x Temperatura de Sinterização na Fig. 4(b), indica que o aumento da temperatura de sinterização provoca um ganho bastante significativo nesta propriedade, como era esperado, já que, a sinterização consiste na eliminação de vazios existentes, resultando em um corpo rígido e parcial ou completamente denso.

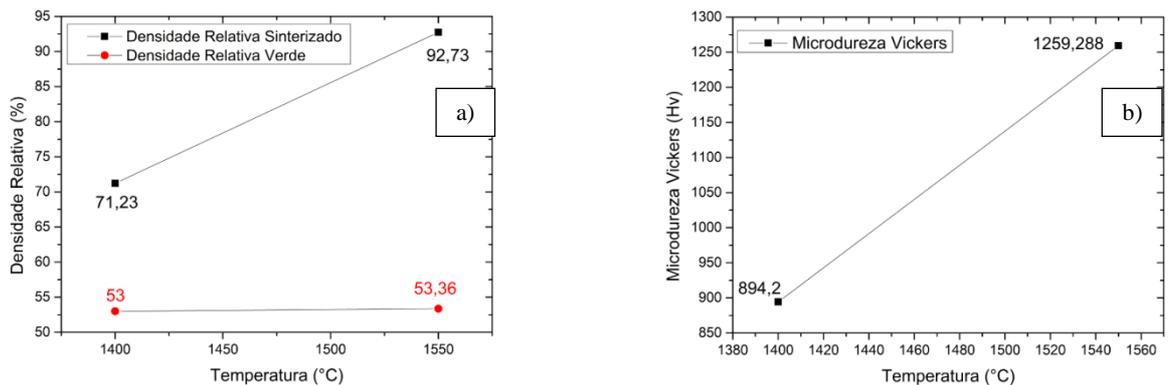


Figura 4. Densidade Relativa x Temperatura Sinterização (a). Microdureza Vickers x Temperatura de Sinterização (b)

Este fenômeno está relacionado aos estágios, que acontecem na sinterização, até a densificação total ou parcial do compactado, no primeiro estágio ocorre o

rearranjo das partículas e o início da formação de pescoços entre os pontos de contatos de cada partícula. O estágio intermediário o tamanho dos pescoços entre as partículas aumenta, há uma certa redução na porosidade e os centros de massa das partículas se aproximam-se, esse estágio continua até que os poros estejam isolados. E o terceiro estágio que é denominado de estágio final envolve a remoção da porosidade final. A porosidade é removida por difusão das vacâncias ao longo dos contornos de grãos e, portanto, os poros podem permanecer próximos aos contornos de grão. Portanto, o aumento da temperatura faz com que esses estágios ocorram com uma maior intensidade, resultando assim em maior densificação e microdureza.

4. CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos e discutidos neste trabalho podemos relacionar as seguintes conclusões:

- É possível obter partículas compósitas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}$ utilizando a moagem de alta energia;
- Através da moagem de alta energia pode-se obter um material com uma microestrutura mais refinada;
- A moagem de alta energia proporcionou uma maior dispersão e homogeneização das partículas dos pós compósitos;
- Os resultados de DRX indicam que pode ser produzida uma solução sólida entre as duas fases do compósito;
- O aumento da temperatura de sinterização gerou um aumento significativo na densidade relativa e na microdureza dos corpos sinterizados, ou seja, uma maior densificação do material;
- Amostras do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-5\%Fe}$ produzidas a 1550 °C por uma hora de isoterma obteve resultados satisfatórios quanto à densidade relativa e a microdureza Vickers.

REFERÊNCIAS

- [1] - AZEVÊDO, H.V.S.B. *Efeito da Adição de WC e Co na Sinterização e Propriedades Mecânicas da Alumina*. 2016. 94. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.
- [2] - BOWEN, P.; CARRY, C. *From powders to sintered pieces: forming, transformations and sintering of nanostructured ceramic oxides*. Powder Technology, v. 128, p. 248-255, 2002.
- [3] - DANTAS, J.C. *Efeito da Moagem de Alta Energia e do Teor de Fe na Estrutura e Densidade do Composito Al₂O₃-Fe*. 2013. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação)- Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Rio Grande do Norte, 2013.
- [4] - FONSECA, S.T. *Processamento e caracterização de pós e de cerâmica de alumina*. 2008. Dissertação (Mestrado) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São Paulo, 2008.
- [5] - GUPTA, P.; KUMAR, D.; PARKASH, O. Sintering and Hardness Behavior of Fe-Al₂O₃ Metal Matrix Nanocomposites Prepared by Powder Metallurgy. *Journal of Composites*, India. v.2014. jul/set. 2014. Disponível em <<http://dx.doi.org/10.1155/2014/145973>>. Acesso em: 27 mar.2015.
- [5] - KOCH, C. C. Mechanical Milling and Alloying. *Materials science and technology: a comprehensive treatment.*, v. 15, n. 5, p. 193–245, 1991.
- [6] - LEITE, D. W. *Obtenção do Cermet Ni-ZrO₂ por Moagem de Alta Energia*. 2010. 59. Dissertação. (Mestrado em Ciência na área de Tecnologia Nuclear)- Autarquia Associada á Universidade de São Paulo, Institutos de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- [7] – Groover, M. P. *Introdução dos Processos de Fabricação* 1. ed. – Rio de Janeiro: LTC, 2014.
- [8] - OLIVEIRA, L. A. *Desenvolvimento e Caracterização de um Compósito de Matriz Metálica (CMM): Aço EUROFER97 reforçado com Carbetto de Tântalo – TaC*. 2013.

154. Tese. (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

[9] - SOUZA, A. M. *Sinterização em duas etapas de Pós Ultra Finos de Alumina*. 2011. 115. Dissertação. (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa.

[10] - SURYANARAYANA, C. Mechanical Alloying. *Powder metal technologies and applications*, v. 7, p. 80–179, 1998.

[11] - TOMASI, R. et al. *Characterization of high-energy milled alumina powders*. Cerâmica vol.44 n.289 São Paulo Sept./Oct. 1998, São Paulo, 1998.

EFFECT OF HIGH ENERGY MILLING AND SINTERING TEMPERATURE ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF COMPOSITE Al_2O_3 -Fe

With the progress of the studies, it was observed that powders sintering processed by high energy milling route have more dense structures with better mechanical properties. This study aims to investigate the effect of high energy milling in the dispersion and homogenization of the phases Alumina and Iron for both powders and for sintered, but also analyze the influence of sintering temperature on the densification and microhardness of composite Al_2O_3 - Fe. Composite Powders of Al_2O_3 - Fe with 5 wt% of iron were milled in a high energy planetary ball milling for 40 hours. The prepared powders were compacted at 100 MPa and then sintered at 1400 °C and 1550 °C for 1 hour isotherm in a resistive furnace. The results show that with increasing temperature an increase in the microhardness and densification of sintered bodies.

Key-words: high energy milling, composite Al_2O_3 - Fe, densification, microhardness, sintering.