

# SÍNTESE DO COMPÓSITO AL + NbAl<sub>3</sub> OBTIDO POR DE METALURGIA DO PÓ.

## Severino Leopoldino Urtiga Filho

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Acadêmico Helio Ramos S/N – CDU – 50741530 – Recife – PE. Tel. 81 21268230 – E-mail [urtiga@ufpe.br](mailto:urtiga@ufpe.br)

## Paulo Rogério Carvalho.

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Acadêmico Helio Ramos S/N – CDU – 50741530 – Recife – PE

## Danilo Quintela Farah

Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. Acadêmico Helio Ramos S/N – CDU – 50741530 – Recife – PE

**Resumo.** *Este trabalho investiga a produção de compósitos de matriz metálica (CMM) de Al, reforçado com partículas do intermetálico NbAl<sub>3</sub>, obtido por técnica de metalurgia do pó. As partículas usadas como reforço apresentavam tamanho médio de 10 µm (-325mesh, 99,5% pureza), e o material usado como matriz foi pó de alumínio (-40mesh, 99,5% pureza), e foram adquiridos de fornecedor comercial. O pó de alumínio, juntamente com o reforço, na proporção de 5% em volume de reforço, foi processado em um moinho de bola de alta energia, dotado de um vaso de aço inox e esferas de aço inoxidável de 5mm, durante 4 horas, sob fluxo constante de nitrogênio líquido. Após a incorporação, o pó processado foi analisado através de técnica de Difração de Raios-X e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O pó reforçado foi consolidado através de compactação a frio e posteriormente sinterizado em forno a resistência elétrica, sem controle de atmosfera. O compósito consolidado foi analisado através de microscopia ótica e (MEV), ensaio de dureza Vickers, e avaliada sua densidade pelo método de Arquimedes. Os resultados obtidos mostraram que o tempo de processamento adotado foi suficiente para incorporação do reforço ao pó da matriz, com a ausência de interfaces formada entre o pó da matriz e do reforço. Existe uma tendência à deformação extensiva das partículas da matriz, que na presença do nitrogênio líquido poderá levar a expressiva diminuição no tamanho de grão destas partículas. Após a consolidação, o compósito mostrou estrutura coesa, com ausência de interfaces entre a matriz e o reforço, associada a uma boa distribuição das partículas ao longo da matriz; evidencia-se também a presença de grãos refinados.*

**Palavras –chave:** compósitos, reforço intermetálico, mechanical alloying, metalurgia do pó.

## 1. INTRODUCAO

A produção de materiais compósitos com reforço intermetálico tem despertado interesse científico e tecnológico devido, principalmente, à possibilidade de se obter interface matriz reforço uniforme e isenta de defeitos. A característica desta interface tem sido reportada como sendo responsável por melhorar as propriedades mecânicas dos compósitos (Robert et al, 1997).

Nos últimos trinta anos, a produção de materiais compósitos de matriz metálica, com reforço cerâmico, tem sido ampliada devido ao incremento nas técnicas de fabricação e nos processos de incorporação do reforço na matriz. A dissimilaridade entre a matriz e o reforço, responsável por muitos dos problemas apresentados por estes materiais, tem sido amplamente investigada, em vários trabalhos como o de Rohatgi (Rohatgi et al, 1986), onde já se apresentavam resultados destes estudos. As reações excessivas na interface matriz / reforço ou a interação entre os componentes produzindo compostos indesejáveis nesta região, podem resultar em baixas propriedades mecânicas, devido à formação de fases frágeis ou simplesmente ao desprendimento do reforço (Metcalf, 1974). Contudo, Schwartz (Schwartz 1996) reporta parâmetros de processos, referentes à temperatura,

onde reações favoráveis entre reforço e matriz, em sistemas específicos, são obtidas. As reações de interface são mais facilmente controladas quando o reforço faz parte do sistema e são obtidos de modo in situ. Controlando a precipitação de uma fase particular como o intermetálico, as interfaces serão livres dos defeitos comuns aos métodos convencionais de adição de reforço (Chu et al, 1993).

O uso de reações in situ para produção de partículas intermetálicas mostraram-se ser efetiva na produção de materiais compósitos no sistema Alumínio-Nióbio (Robert et al, 1996). Infelizmente esta fase no sistema alumínio é usualmente muito densa e apresenta a tendência a decantar durante o processamento da matriz líquida, comprometendo a distribuição do reforço na matriz, por apresentar forte tendência de concentração do reforço particulado na base do compósito. Algumas técnicas de processamento podem ser adotadas para minorar o efeito da decantação, como a agitação previa do banho antes do vazamento ou até mesmo a adoção de agitação seguida de vazamento pela base do cadinho.

A adoção da técnica de metalurgia do pó na fabricação de materiais compósitos onde o material usado como reforço apresenta densidade elevada, como nos intermetálicos de alumínio, possibilita um melhor controle na distribuição das partículas de reforço (Torralba et al, 2003). A adoção do processo de moagem em moinho planetário de bolas contribui para a efetiva incorporação do reforço na matriz, além de fornecer energia de deformação que favorece ao processo de consolidação do pó (Urtiga et al, 2001).

Neste trabalho, estudam-se os parâmetros de processamento que possibilitem incorporar reforço intermetálico particulado de  $\text{NbAl}_3$ , numa matriz de alumínio adotando-se técnicas de moagem associado com compactação a frio seguida de sinterização em forno de resistência elétrica. Os compósitos produzidos foram caracterizados quanto sua microestrutura, propriedade mecânica, densidade e de resistência ao desgaste.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 2.1 Processamento do compósito.

O compósito  $\text{Al}+5\% \text{ vol NbAl}_3$  foi produzidos à partir do pó de alumínio de pureza comercial, mesh -325, com tamanho médio de  $25\mu\text{m}$ , e pó de  $\text{NbAl}_3$ , -325 mesh, com tamanho médio de  $8\mu\text{m}$ , fabricado pela CERAO Incorporated USA. Inicialmente os pós foram misturados em moinho de baixa energia tipo “V”, e posteriormente processado num moinho planetária de bolas, com esferas de aço inoxidável martensítico. O ácido steric foi usado como agente controlador do processo, para evitar excessiva soldagem do pó de alumínio. Foram adotadas as condições de processamento apresentadas abaixo na Tabela 01:

Tabela 01. Condições de processamento dos pós precursores do compósito.

|                                       |                      |
|---------------------------------------|----------------------|
| Relação em peso esfera material em pó | 16/1                 |
| Diâmetro das esferas                  | 6 mm                 |
| Velocidade de rotação                 | 180 rpm              |
| Tempo de processamento                | 4 horas              |
| Agente controlador                    | 0.5% vol.            |
| Meio de moagem                        | $\text{N}_2$ líquido |

Na consolidação dos compósitos, foi empregada compactação uniaxial a frio com cargas de 60 e 80 KN, em matriz de aço ferramenta, lubrificada com e de etilenoglicol. Foram produzidos compósitos na forma de cilindros com 15mm de diâmetro e 25mm de comprimento. Estes compósitos foram submetidos a tratamento de sinterização em forno de resistência elétrica, sem controle de atmosfera, na temperatura de  $550^\circ\text{C}$ , por 20, 40 e 60 minutos. Depois de compactados e sinterizados, amostras dos compósitos foram submetidas aos ensaios para caracterização, mecânica de dureza, densidade e de resistência ao desgaste abrasivo.

## **2.2 Caracterização Microestrutural.**

Depois de processado, amostras de pó dos compósitos foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a finalidade de se observar a efetiva incorporação das partículas de reforço na matriz, bem como a morfologia das partículas do compósito reforçadas. Nesta mesma direção, amostra do pó do intermetálico foi analisada em MEV, antes de processado, com o objetivo de se caracterizar sua morfologia.

Depois de consolidado, amostras do compósito foram analisadas através de microscopia ótica para caracterização de suas microestruturas. Para tal análise, as amostras foram submetidas a procedimentos tradicionais de preparação metalográfica, tendo sido lixadas com lixas de granulometria variando de #180 a #600, e posteriormente polidas com pasta de diamante de 3 $\mu$ m e de 1 $\mu$ m.

## **2.3 Densidade.**

A densidade das amostras foi determinada pelo método de Arquimedes, com água destilada, empregando-se picnômetro de 50ml, balança analítica com precisão de 0,0001g, na temperatura de 22°C. Foram feitas três medidas para cada condição do compósito produzido.

## **2.4 Caracterização Mecânica.**

A resistência mecânica do compósito investigado foi analisada através de Ensaio de Dureza Vickers, usando um penetrador de diamante na forma de pirâmide de base quadrada com carga de 50N por 30s. Foram feitas quatro medições por amostra analisada.

## **2.5 Ensaio de desgaste.**

O ensaio de desgaste adotado foi o de desgaste abrasivo, utilizando-se de um abrasômetro do tipo pino sobre disco, a dois corpos, onde um pino do compósito com 5mm de diâmetro foi forçado a deslizar sobre uma lixa #320, sob a carga de 340g, num percurso de 120m. para cada condição do ensaio foram ensaiado três corpos de prova.

Os parâmetros adotados na caracterização do Al e dos compósitos, quanto à resistência ao desgaste, foram a variação no comprimento do corpo de prova ( $L$ ) em função da distância percorrida no deslizamento e o volume total de material removido após completado o percurso. Foi definido um índice de desgaste,  $I_d$ , como sendo o volume de material removido por comprimento do percurso.

O volume de material removido durante o ensaio foi estimado com base na redução do peso, e na densidade de cada material ensaiado, sendo esta calculada em função do peso e volume inicial de cada corpo de prova.

## **3. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### **3.1 Microestrutura**

As microestruturas da Figura 01 mostram a morfologia das partículas de NbAl<sub>3</sub>, como fornecidas (a), a morfologia das partículas do compósito após o processamento no moinho de bola (b), e a estrutura do compósito depois de consolidado (c). Em (a), pode-se observar uma certa heterogeneidade no tamanho das partículas, e que as mesmas apresentam uma morfologia tendendo para alongada, com predominância de cantos vivos nas partículas. Tal morfologia pode ser resultante do processo de fabricação deste material, e pode comprometer as propriedades mecânicas de deformação dos compósitos já que as arestas formadas podem se constituírem em ponto de

rasgamento da matriz. Em (b), observa-se que as partículas deformadas apresentam morfologia na forma de “flakes”, alongada e com superfície côncava, que favorece ao processo de consolidação por deformação plástica e temperatura elevada, como o procedimento que foi aplicado neste trabalho; associada à morfologia das partículas, tem-se a elevada energia de deformação presente nas partículas devido ao processamento em moinho de bolas, onde ocorre extensa deformação nas partículas. Nesta fotografia pode-se notar ainda a presença da fase intermetálica que sobressai na superfície da partículas deformadas. A fotografia (c) apresenta a microestrutura do compósito depois de consolidado e nela pode se observar que o processo aplicado resultou numa boa distribuição das partículas do reforço ao longo da matriz, com pequena incidência de aglomeração de partículas e com boa integridade da matriz. Na matriz observou-se ainda a incidência de pequenos poros resultante do processamento do compósito.

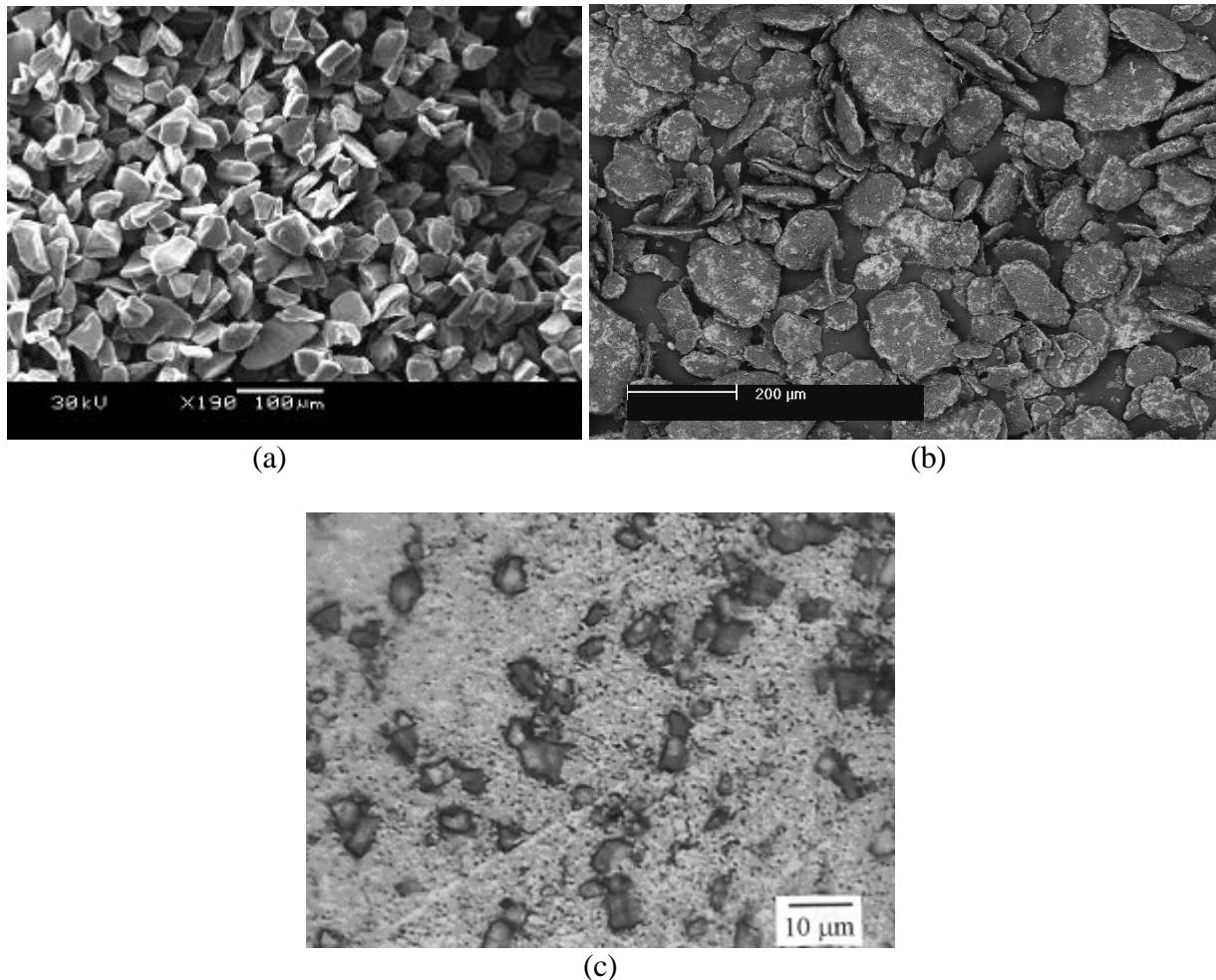


Figura 1. Microestrutura do compósito intermetálico  $\text{NbAl}_3$  (a), do compósito  $\text{Al}+\text{NbAl}_3$  após moagem (b) e após consolidado (c).

### 3.2 Difração de Raio-X

A Figura 2 apresenta o resultado da análise por difração de Raio-X realizado na amostra do pó do compósito depois do seu processamento. Os picos apresentados neste difractograma correspondem a picos característicos da fase  $\alpha\text{-Al}$  e do  $\text{NbAl}_3$ . Não foi detectada a presença de nenhuma outra fase neste difractograma, além da  $\alpha\text{-Al}$  em maior incidência e do intermetálico  $\text{NbAl}_3$  com incidência menor, o que confirma a incorporação deste na matriz de alumínio. Como foi observado na Figura 1 (b), as partículas de  $\text{NbAl}_3$  incorporadas nas partículas da matriz de alumínio, afloram à superfície destas resultando em pequenos picos desta fase presentes neste difractograma.

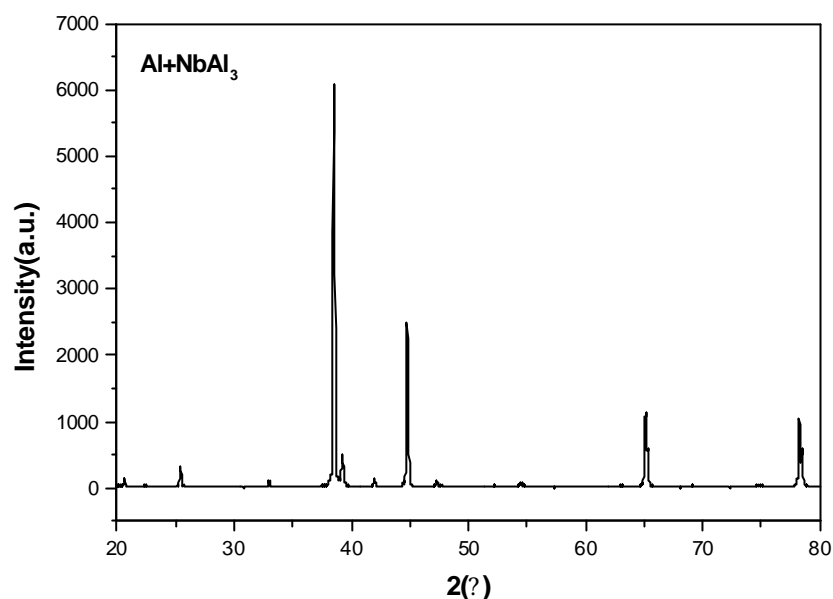


Figura 2. Defractograma de Raios-X do compósito Al+NbAl<sub>3</sub> após moagem.

### 3.3 propriedades do compósito

A tabela dois sintetiza os resultados obtidos nos ensaios de caracterização do compósito Al+NbAl<sub>3</sub>, nas diferentes condições de processamento, em comparação com o material da matriz e apresenta o valor medido destas propriedades para o alumínio de pureza comercial, semelhante ao material usado na matriz, embora obtido por processamento diferente.

Pode-se observar, para todas as propriedades avaliadas, que não existe diferença significativa entre os valores obtidos para o compósito nas diferentes condições de processamento, embora se tenha determinado valores inferiores para o compósito produzido sob compactação na carga de 60N e tempo de sinterização de 20 min.

Tabela 02. Propriedades de Desgaste (Wc), Dureza Vickers (HV) e Densidade do compósito Al+NbAl<sub>3</sub>, nas diferentes condições de processamento, em comparação com o material da matriz.

| Propriedades correspondentes ao do material da matriz | Tempo de sinterização                  | 20min  |        | 40min  |        | 60min  |        |
|---|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
|   | Carga de compactação                   | 60N    | 80N    | 60N    | 80N    | 60N    | 80N    |
| 8,41  | Wc (mm <sup>3</sup> .m <sup>-1</sup> ) | 6,20   | 6,40   | 6,40   | 6,40   | 6,24   | 6,43   |
| 231   | HV (N.mm <sup>-2</sup> )               | 298,32 | 299,04 | 301,12 | 300,53 | 320,72 | 321,15 |
| 2,67  | Densidade (g/cm <sup>3</sup> )         | 2,37   | 2,42   | 2,39   | 2,45   | 2,40   | 2,51   |

Ao se comparar os resultados das propriedades medidas nos compósitos apresentam diferença significativa quando comparado com as propriedades avaliadas no ensaio do alumínio comercial, com corpos de prova retirados de lingotes. Pode-se observar a diminuição no valor da perda de material no desgaste e o aumento no valor da dureza, todos em decorrência da presença do reforço no compósito, que por está dispersa na matriz favorece o aumento no valor das propriedades medidas. Quando se comparam os valores medidos para a densidade, observa-se que existe uma pequena variação deste valor em função da carga de compactação e do tempo de sinterização,

cujos valores apresentam tendência de aumentar com o aumento da valor da carga e do tempo. Contudo, tais valores apresentam-se inferiores ao da densidade medida para o alumínio comercial; isto se deve ao fato de não se ter alcançado o grau de compactação apresentado pelo alumínio na forma de fundido, com a aplicação da carga e da temperatura e do tempo de compactação adotados neste experimento. É muito provável que em se adotando outras condições mais severas de deformação na matriz, durante sua consolidação, como o processo de extrusão a quente diretamente do pó do compósito já reforçado, e com elevada taxa de redução na extrusão, obtenha-se densidades mais próximas daquelas apresentada pelo alumínio na forma de lingote, ou mesmo aproximando-se de sua densidade teórica.

Como consequência do aumento da densidade do compósito por esta via, teríamos também aumento nas demais propriedades deste compósito (Zhou 1999).

#### **4. CONCLUSÕES**

O processo de incorporação de partículas na matriz de alumínio, através de moagem em moinho de bolas seguida de consolidação e sinterização, mostrou-se bastante eficiente na produção de materiais compósitos de matriz metálica com boa distribuição de reforço ao longo da matriz, com baixa incidência de aglomeração e boa integridade da matriz.

As amostras do compósito estudado apresentaram aumento significativo no valor da dureza Vickers quando comparado ao material da matriz, sem, contudo apresentar variações significativas neste valor em função da variação na carga de compressão a frio e no tempo de sinterização.

Comportamento semelhante ao da dureza, foi verificado nos resultados de ensaio de desgaste, onde também não foram observadas variações significativas em relação às condições de processamento do compósito, embora tenham sido verificadas variações destes resultados quando comparados com a resistência ao desgaste do material da matriz.

#### **5. AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem a UFPE, à FINEP/CTPETRO, Projeto nº 2.01.0762.00 – Rede 08, e ao programa PIBIC UFPE/CNPq, o apoio financeiro e concessão de bolsa de Iniciação Científica.

#### **6. BIBLIOGRAFIA**

Chu, M.G. and PREMKUMAR, M.K., 1993, “Mechanism of TiC formation in Al/TiC in situ metal-matrix composites”, Metallurgical Transaction A, 24A, 2803-2805.

Metcalf, A., 1974, “Interface in Metal Matrix Composite”, Academic Press, New York and London, 421 P.

Robert, M.H.; Urtiga Fo, S.L. 1996, “Investigation on the production of Al-NbAl<sub>3</sub> composites”, Materials Science Forum, vol. I, p. 359-364.

Robert, M.H.; Urtiga Fo, S.L., 1997, “Mechanical properties of Al-NbAl<sub>3</sub> in situ composite” Journal of Materials Processing Technology, vol. 64, p. 335-341.

Rohatgi, P. K., ASTHANA, R. and DAS, S., 1986, “Solidification structure and properties of cast metal-matrix composites” International Metals Reviews, 31, 3, 115-139.

Schwartz, M.M., 1996, “Composite Materials – Processing, Fabrication, and Application”, Prentice-Hall PTR, USA, 572 P.

- Torralba, J.M., Costa, C.E. da and Velasco, F., 2003, "P/M aluminum matrix composites: an overview", Journal of Materials Processing Technology, 133, p 203-206.
- Urtiga Filho, S. L., Lavernia H. J., Earthman J.C. and Rodrigues, R., 2003, "Synthesis of Diamond Reinforced Al-Mg Nanocrystalline Composite Powder Using Ball Milling", Materials Science Forum, v.416, n. 8, p 213-218.
- Zhou, J. Druzdzal, A.T. and Duszczak, J., 1999, "The effect of extrusion parameters on the fretting wear resistance of Al-based composite produced via powder metallurgy", Journal of Materials Science, 34, 5089-5097.

## 7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

### Synthesis of AL + NbAl<sub>3</sub> Composite Produced by Powder Metallurgical Route.

#### **Severino Leopoldino Urtiga Filho**

Federal University of Pernambuco – Technological and Geosciences Center - Mechanical Engineering Department – , Av. Acadêmico Helio Ramos S/N – CDU – 50741530 – Recife – PE.  
Phone. 81 21268230 - E-mail [urtiga@ufpe.br](mailto:urtiga@ufpe.br)

#### **Paulo Régério Carvalho.**

Federal University of Pernambuco – Technological and Geosciences Center - Mechanical Engineering Department – Rua Acadêmico Hélio Ramos, s/n – Cidade Universitária – Recife – PE.

#### **Danilo Quintella Farah**

Federal University of Pernambuco – Technological and Geosciences Center - Mechanical Engineering Department – Rua Acadêmico Hélio Ramos, s/n – Cidade Universitária – Recife – PE.

**Abstract.** *Present work investigates the Al metal matrix composite (CMM) reinforced with intermetallic NbAl<sub>3</sub> produced by powder metallurgy. A composite Al+5 vol % NbAl<sub>3</sub> was produced from commerciality pure Al powder, -325 mesh and 99.9% pure NbAl<sub>3</sub> powder, -325 mesh, supplied by CERAO Incorporated USA. Average particle size of aluminum powder was 33µm, and average particles size of NbAl<sub>3</sub> powder was 8µm. They powders were processed by mechanical alloying in a low energy milling under liquid nitrogen, with 5mm diameter stainless steel; the ball powder rate was 15:1, milling time of 4 hours. Processed composite powders were analyzed by X-Ray Diffractometry and Scanning Electronic Microscopy (SEM). The composite powder was consolidated by cold compaction followed by sintering in an electrical resistance furnace without atmosphere. Consolidate composite properties were studied by X-Ray Diffractometry, Optical Microscopy and SEM, Hardness Vickers test, abrasive wear test and density. The results analyze show that the process conditions were effective to promote reinforcement incorporation and distribution. It was observed the tendency to extensive deformation of matrix particles that in contact with liquid nitrogen may improve its grain reduction. After consolidations, the composite presented integrated structure and absence of reaction on the interface between matrix and reinforcement, good particles distribution on whole the matrix and tendency of grain refinement.*

**Keywords:** Composites, intermetallic reinforcement, mechanical alloying, powder metallurgy.