

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS DA LIGA DE ALUMÍNIO AA3107 PROCESSADOS ATRAVÉS DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Max Breno Bezerra Muniz, breno.bmuniz@gmail.com¹
Clécio Vicente da Silva, cvslecio@gmail.com¹
Inaldo Amorim da Silva, inaldoamorim@hotmail.com²
Itamar Rodrigues de Lira, itamarrodriguesdelira@gmail.com³
Jonathan Vinícius Moreira Torquato, jonathan.torquato@ufpe.br³
Márcio Rolemberg Freire, rollebergfreire@hotmail.com¹
Oscar Olímpio de Araújo Filho, oscar.oaraujo@ufpe.br³
Rafael Silva de Santana, rafaelsdsantana@gmail.com²
Moisés Euclides da Silva Júnior, juniormoisés7@hotmail.com³

¹Centro Universitário Estácio do Recife, Av. Gen. San Martin, 1449, Jiquiá, Recife – PE, 50761-650,

²Instituto Federal de Pernambuco, Av. Prof. Luís Freire, 500 - Cidade Universitária, Recife - PE, 50740-545,

³Universidade Federal de Pernambuco. Av. Prof. Moraes Rego, 1235, Cidade Universitária, Recife – PE, 50670-901.

Resumo. O presente estudo analisa a produção de pós da liga de alumínio AA3107 através da moagem de alta energia (MAE). Será desenvolvida uma análise da fabricação do pó ligado pela técnica da MAE utilizando como matéria prima os pós elementares dos constituintes da liga supracitada, a fabricação do pó visa o seu futuro uso em processamento via metalurgia do pó (MP). Os elementos de liga foram pesados de acordo com a composição da mesma e então foi empregada a moagem de alta energia por períodos de 30, 60 e 120 minutos para fabricação da liga no estado sólido. A liga fabricada foi caracterizada através das técnicas de análise de tamanho de partícula (ATP), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração de raios-x (DRX). A caracterização do material processado via MAE, confirmou que o aumento do tempo de processamento implica na diminuição do tamanho de partícula, podendo-se chegar a valores muito próximos dos encontrados nos pós de partida. Apenas a amostra fabricada com 120 minutos de moagem de alta energia apresentou na sua caracterização a fase Al₆(Mn,Fe), fase esta característica da liga em estudo.

Palavras-chave: Ligas de Alumínio. Metalurgia do Pó. Pós Metálicos. Moagem de Alta Energia.

Abstract. The present study analyzes the production of powders of aluminum alloy AA3107 through high energy ball milling (HEBM). An analysis of the manufacture of the alloyed powder by the MAE technique using the elemental powders of the constituents of the aforementioned alloy as raw material will be developed, the manufacture of the powder aims at its future use in processing via powder metallurgy (PM). The alloy elements were weighed according to their composition and then high-energy milling was employed for 30, 60 and 120 minute time periods to manufacture the alloy in the solid state. The fabricated alloy was characterized using particle size analysis (PTA), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), and x-ray diffraction (XRD) techniques. The characterization of the material processed via MAE, confirmed that the increase in processing time implies a decrease in particle size, reaching values very close to those found in the starting powders. Only the sample manufactured with 120 minutes of high energy milling presented in its characterization the Al₆(Mn,Fe) phase, a characteristic phase of the alloy under study.

Keywords: Aluminum Alloys, Powder Metallurgy, Metallic Powders, Mechanical Alloying.

1. INTRODUÇÃO

Embora grande parte dos componentes metálicos fabricados sejam produzidos através de ligas ferrosas como os aços e ferros fundidos, materiais estes que abrangem a grande maioria das aplicações comerciais e industriais, as ligas classificadas como não ferrosas obtiveram um crescimento considerável em sua produção e aplicação nas últimas décadas. Dentre essas ligas não-ferrosas, as ligas de alumínio se destacam e vêm sendo aplicadas na indústria aeronáutica

e componentes para fabricação de automóveis. (BARBOSA, 2014)

Dentre as ligas de alumínio nas da série 3XXX predomina como principal elemento de liga o Manganês, com um percentual máximo de 1,5%. A adição do Manganês fornece a liga um aumento na resistência mecânica, boa conformabilidade, resistência à corrosão e bom desempenho em processos de soldagem. Utilizada em placas de veículos, latas de bebidas, tanques na indústria química entre outras aplicações. As Ligas da série 3XXX não são tratáveis termicamente, ou seja, o aumento da resistência mecânica é obtido por meio do trabalho a frio. (BARBOSA, 2014)

Inserida em um contexto altamente competitivo, a indústria automobilística foi uma das principais responsáveis pelo crescimento da utilização de componentes sinterizados, fabricados via metalurgia do pó – MP do inglês Powder Metallurgy – PM.

Patnaik(2002) a descreve como a técnica metalúrgica que transforma pós de metais, ligas metálicas e, às vezes, também, substâncias não metálicas, em peças resistentes, compactadas na forma desejada, recorrendo-se apenas ao emprego de pressão e calor. A Metalurgia do Pó permite a obtenção de peças com ponto de fusão elevado a partir do pó do material e a obtenção de ligas com materiais que não são fáceis de criar por outros processos convencionais.

Do ponto de vista econômico, a metalurgia do pó tem se tornado insubstituível devido a sua alta produtividade, fator este que é fundamental para a definição da escolha do método de fabricação na indústria moderna. (CHIAVERINI, 2001; DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017). Segundo Moro e Auras(2007), a metalurgia do pó é um processo em que a economia de material é levada ao extremo, com mínimas perdas de matéria-prima (as perdas da rota convencional podem chegar a 50%).

O presente trabalho visa à fabricação de um pó ligado com a composição química da liga de alumínio AA3107 a partir de pós comercialmente puros. Para tanto, será usada a técnica de moagem de alta energia (MAE), com o emprego de um moinho vibratório do tipo SPEX, onde os pós serão submetidos a diferentes condições de processamento, e em seguida serão caracterizados por diferentes técnicas buscando avaliar o processo de fabricação e suas propriedades para posterior uso na metalurgia do pó.

2. METODOLOGIA

A metodologia adotada no presente trabalho seguiu o esquema apresentado na Fig. 1, mostrando as etapas de fabricação e caracterização dos pós da liga AA3107.



Figura 1. Fluxograma com as etapas da metodologia adotada. (Os autores, 2023).

A liga de alumínio AA3107 é formada pelo sistema Al-Mn, porém, apesar o Mn ser o elemento de liga majoritário, essa liga possui em sua composição concentrações de outros elementos de liga tais como: silício (Si), ferro (Fe), cobre (Cu), zinco (Zn) e titânio (Ti).

Todos os materiais utilizados no presente trabalho estão descritos na Tab. 1, associados ao seus respectivos fabricantes ou tipo.

As esferas fabricadas em aço SAE 52100 foram aplicadas com BPR de 7:1, nas proporções de 140,000 g de esfera para 20,000 g de pó.

Para atenuar os efeitos de soldabilidade a frio do alumínio durante o processo de moagem de alta energia, utilizou-se como agente controlador de processo “Process Control Agent – PCA” o ácido esteárico C18H36O2 (Puro), que funciona como um lubrificante reduzindo os efeitos das colisões entre os corpos moedores e os pós.

O álcool isopropílico (C3H8O – 99,81% de pureza), foi utilizado para o banho da moagem, ou seja, a moagem é realizada em meio úmido, foram utilizadas aproximadamente 75 ml de álcool isopropílico por moagem, quantidade suficiente para cobrir a massa de pó e das esferas no interior do recipiente de moagem. O álcool isopropílico evita a combustão espontânea do alumínio, após o término da moagem e posterior abertura da jarra de moagem.

Tabela 1. Materiais utilizados no presente trabalho. (Os autores, 2023)

MATERIAL	FABRICAÇÃO/TIPO
Alumínio Puro AA1100 – Pureza 99,00%	Alcoa Alumínio S/A
Manganês (Pó) - Pureza 99,00%	Sigma Aldrich®
Silício (Pó) - Pureza 99,00%	Sigma Aldrich®
Ferro (Pó) - Pureza 99,00%	Casa da Química Ind. E Com. Ltda
Cobre (Pó) - Pureza 99,50%	Dinâmica Química Contemporânea Ltda

Zinco (Pó) - Pureza 99,80%	Dinâmica Química Contemporânea Ltda
Titânio (Pó) - Pureza 99,00%	Dinâmica Química Contemporânea Ltda
Esferas de Aço	SAE 52100
PCA - Ácido Esteárico - C18H36O2 (Puro)	Vetec Química Fina
Álcool Isopropílico (Pureza 99,81%)	Casa do Laboratório

2.1. Pesagem dos elementos químicos

Para realização da pesagem utilizou-se uma balança de precisão semi-analítica com 3 casas decimais, da marca SHIMADZU e modelo UX420H. A Tab. 2 apresenta a composição química em peso para a liga de alumínio AA3107 que apesar de ter como principal elemento o manganês também apresenta teores de Silício, Ferro, Cobre, Zinco e Titânio conforme ASM Handbook (1992).

Tabela 2. Composição química da liga AA3107 (ASM Handbook, 1992)

Classificação AA	Composição, % em peso						
	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Al
AA3107	0,60	0,70	0,15	0,9	0,20	0,10	97,35

A Tabela 3 apresenta as concentrações de massa em (g) de cada um dos elementos químicos que compõem as ligas de alumínio do referente estudo, que serão submetidas à moagem de alta energia. Os percentuais de massa estão de acordo com o ASM Handbook (1992). A massa submetida por moagem foi de 20,000 g, acrescida de 1% do PCA, totalizando 20,200 g.

A partir dos pós comercialmente puros foram pesadas três amostras de 20 gramas para moagem nos três diferentes tempos a serem estudados, na Tab. 3 temos as quantidades dos pós de cada elemento químico pesado por amostra.

Tabela 3. Amostras pesadas para posterior MAE. (Os autores, 2023)

Liga de Alumínio	Tempo de MAE (min)	Composição (g)							
		Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Al(1100)	PCA
AA3107	30	0,120	0,140	0,030	0,180	0,040	0,020	19,470	0,200
	60	0,120	0,140	0,030	0,180	0,040	0,020	19,470	0,200
	120	0,120	0,140	0,030	0,180	0,040	0,020	19,470	0,200

2.2. Moagem de Alta Energia

A moagem de alta energia foi realizada em moinho vibratório do tipo SPEX, com velocidade de 720 rpm. A massa de pó foi colocada dentro do recipiente de moagem (jarra). A jarra é fabricada em aço inoxidável AISI 304L, e como corpos moedores foram utilizadas esferas de aço SAE52100, com diâmetro médio de 6,20 mm e cada esfera pesa aproximadamente 0,960 g. O BPR utilizado foi de 7:1, sendo assim a cada moagem de 20,000 g de pó, foram colocados 140,000 g de esferas. Os pós foram submetidos a três tempos de moagem distintos, 30min, 60 min e 120min.

Além dos pós e esferas, foi incluída na jarra uma fração de álcool isopropílico com quantidade suficiente para cobrir toda a carga no interior na jarra e com função de evitar a autocombustão dos pós no contato com oxigênio ao abrir o recipiente.

Prontamente, após o término das moagens, se fez necessário realizar uma secagem dos pós. Visando acelerar o processo de evaporação do álcool, utilizou-se para secagem dos materiais em uma estufa fabricada pela Nevoni: NSR Indústria Comércio e Representações Ltda., modelo NV 1.2.

2.3. Análise de Tamanho de Partícula

Sabendo que o tamanho de partícula tem influência direta na qualidade dos componentes fabricados por metalurgia do pó, os pós de alumínio puro AA1100, Mn e os pós da liga AA3107 processadas durante os tempos fixados anteriormente, foram submetidos à técnica de difração a laser em meio úmido, o dispersante utilizado foi a água.

O ensaio foi realizado através do equipamento modelo Mastersizer 2000 fabricado pela empresa MALVERN INSTRUMENTS U.K.

2.4. Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise morfológica das partículas e a composição química dos pós de alumínio, manganês e a mistura desses pós por meio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva. As amostras foram

dispostas sobre uma fita adesiva dupla face com um recobrimento de carbono que proporciona a sustentação do material particulado sobre um suporte metálico, que em seguida será submetido ao processo de metalização e seguirá para a análise de MEV e EDS. Foi utilizado um MEV modelo MIRA3, com filamento de FEG, da fabricante TESCAN.

2.5. Difração de Raios-X

A técnica de DRX foi aplicada nos pós com o intuito de identificar e analisar a fabricação da liga propriamente dita, ou seja, a formação das suas respectivas fases e estrutura cristalina.

O difratômetro utilizado neste trabalho foi o modelo XRD-700, com Cu K α ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) fabricado pela SHIMADZU, e as condições de aquisição utilizadas foram: Ângulo de varredura de θ a 2θ , varrendo de 5° a 120° com um passo de $0,02^\circ/s$.

A partir do bloco de pontos obtidos através desta técnica foram plotados os espectros de DRX de cada liga e seu respectivo tempo de moagem utilização através do software OriginPro 8 da OriginLab Corporation, em seguida os picos presentes nos difratogramas foram analisados e indexados por meio de comparação, com as microfichas de difração do International Centre for Diffraction Data (ICDD).

3. RESULTADOS

3.1. Análise do tamanho de partícula dos pós da liga AA3107 fabricados por MAE

Os pós da liga de alumínio AA3107 processados por MAE durante 30, 60 e 120 minutos, foram submetidos a difração de laser, e foram caracterizados de acordo com sua distribuição granulométrica e tamanhos de partícula. As Fig. 2, 3 e 4 ilustram as respectivas distribuições granulométricas de acordo com o tempo de moagem.

Em relação a distribuição granulométrica dos pós da liga de alumínio AA3107 analisados, é possível observar através das Figuras 2, 3 e 4 que o material particulado demonstra uma distribuição unimodal independentemente do tempo de MAE.

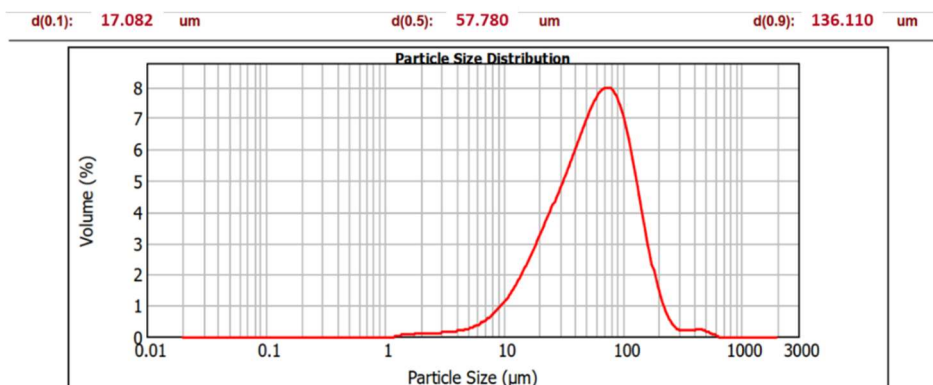


Figura 2. Espectro de difração a laser do pó da liga AA3107 - 30 min. de MAE. (Os autores, 2023).

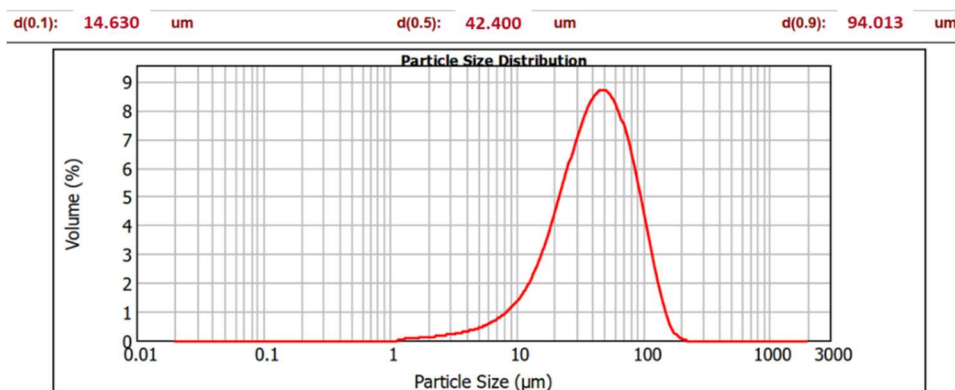


Figura 3. Espectro de difração a laser do pó da liga AA3107 - 60 min. de MAE. (Os autores, 2023).

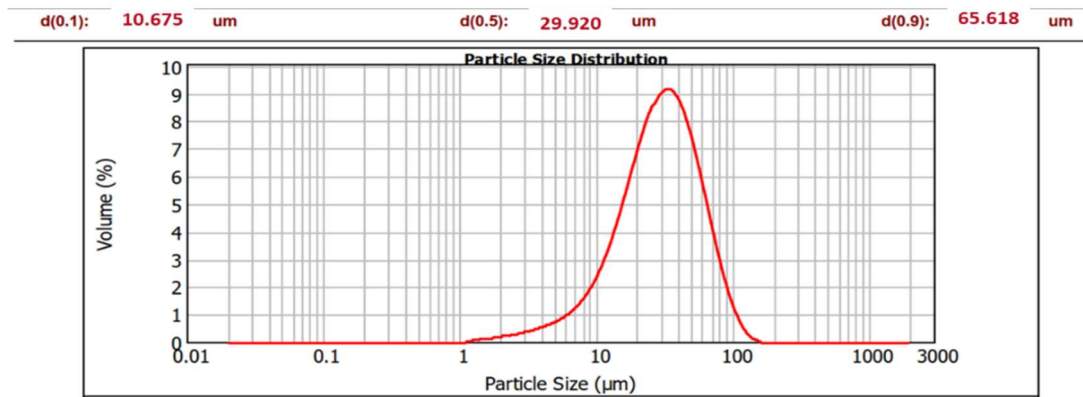


Figura 4. Espectro de difração a laser do pó da liga AA3107 - 120 min. de MAE. (Os autores, 2023).

Os pós da liga de alumínio AA3107, o pó submetido a moagem durante um período de 30 min, apresentou um diâmetro mediano $d(0,5)$ de 57,780 μm , quando comparado com o diâmetro médio do pó de partida da liga de alumínio AA1100, isso sugere que neste tempo de moagem o fenômeno da soldagem a frio era predominante, com o aumento do tempo de moagem para 60 min, o material apresentou partículas com um diâmetro mediano $d(0,5)$ de 42,400 μm , essa redução do tamanho de partícula evidencia que o fenômeno de fratura por fadiga começa a se sobrepôr ao de soldagem a frio. Por fim o material submetido a MAE durante um período de 120 minutos, apesar de expor uma distribuição bimodal, apresentou um diâmetro mediano de $d(0,5)$ de 29,920 μm .

3.2. Microscopia eletrônica de varredura dos pós da liga AA3107 fabricados por MAE

O estudo da morfologia das partículas dos pós submetidos a MAE, foi realizada através do MEV, as Fig. 5, 6 e 7 apresentam micrografias obtidas para a liga AA3107 processada por MAE durante 30, 60 e 120 min respectivamente.

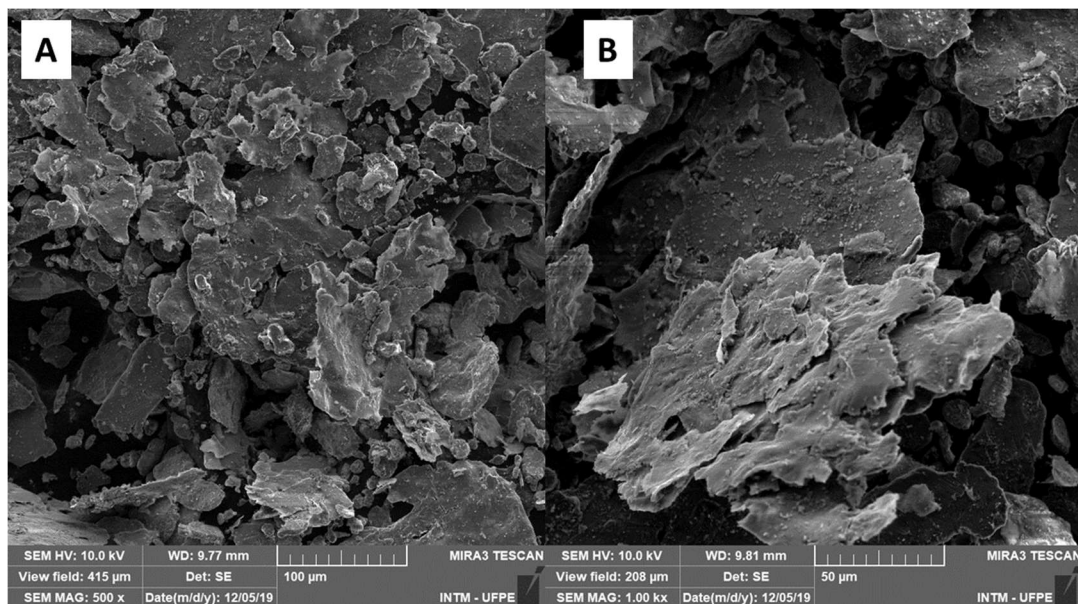


Figura 5. MEV do pó da liga AA3107 processada por 30min de MAE. (a) 500x; (b) 1000x. (Os autores, 2023).

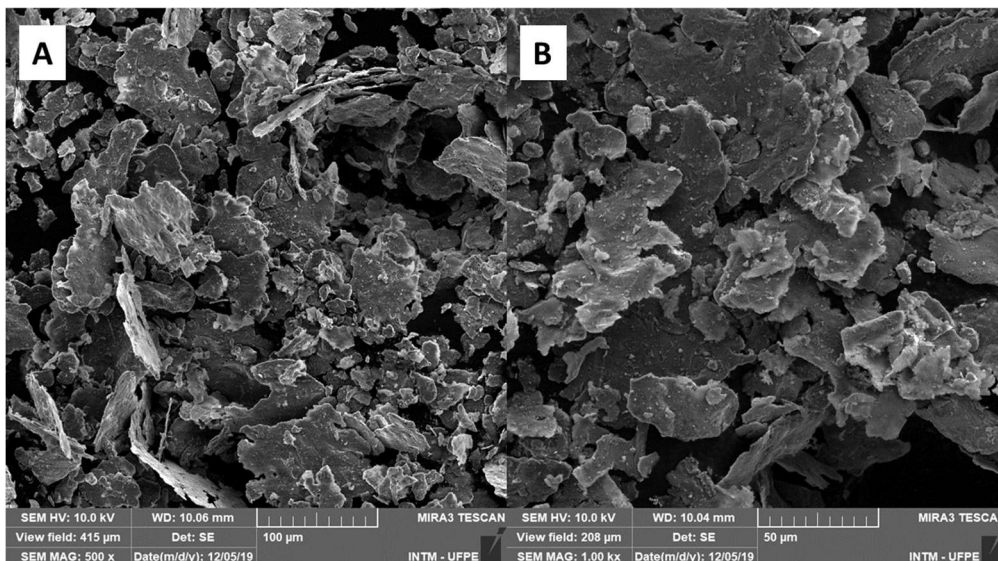


Figura 6. MEV do pó da liga AA3107 processada por 60min de MAE. (a) 500x; (b) 1000x. (Os autores, 2023).

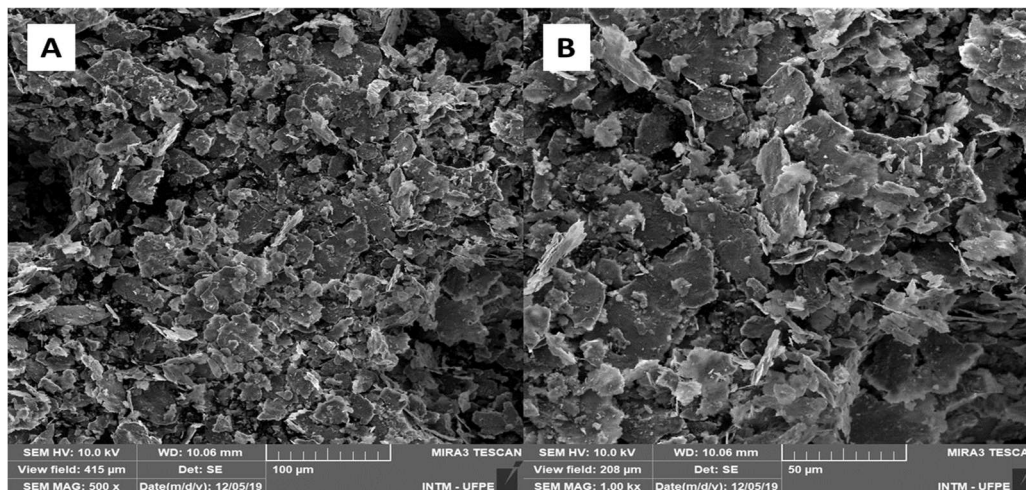


Figura 7. MEV do pó da liga AA3107 processada por 120min de MAE. (a) 500x; (b) 1000x. (Os autores, 2023).

Ao analisar as micrografias das Fig. 7 a 9, é possível observar que as amostras da liga AA3107, apresentaram uma morfologia de partícula irregular e achatada, que segundo Silva (2017) é uma morfologia que está de acordo com materiais obtidos por moagem de alta energia.

As micrografias também evidenciam que o aumento do tempo de moagem contribuiu para a diminuição do tamanho de partícula, produzindo partículas aproximadamente com a mesma forma e tamanhos.

3.3. Espectroscopia de energia dispersiva dos pós da liga AA3107 fabricados por MAE

Paralelamente a análise de MEV, o EDS foi utilizado para uma análise química qualitativa dos pós fabricados. As Fig. 8, 9 e 10 apresentam os resultados obtidos através da técnica de EDS para caracterização das composições químicas da liga de alumínio AA3107 processada durante 30, 60 e 120 minutos de MAE, respectivamente.

Os resultados obtidos através da análise por EDS, para a liga AA3107, evidenciam que independente do tempo de moagem que a mesma foi submetida, a liga em estudo apresentou apenas os elementos químicos constituintes para fabricação desta, conforme ASM Handbook (2001), que são: Al, Zn, Cu, Si, Mn, Ti e Fe.

As imagens das regiões analisadas juntamente com o auxílio da coloração referente a cada elemento químico, tornam evidente e facilitam a constatação, que o aumento do tempo de moagem proporciona uma homogeneidade na distribuição dos elementos de liga. Não foi constatada a presença de nenhum elemento químico que não pertencesse a composição da liga, caracterizando assim que não houve a contaminação do material particulado.

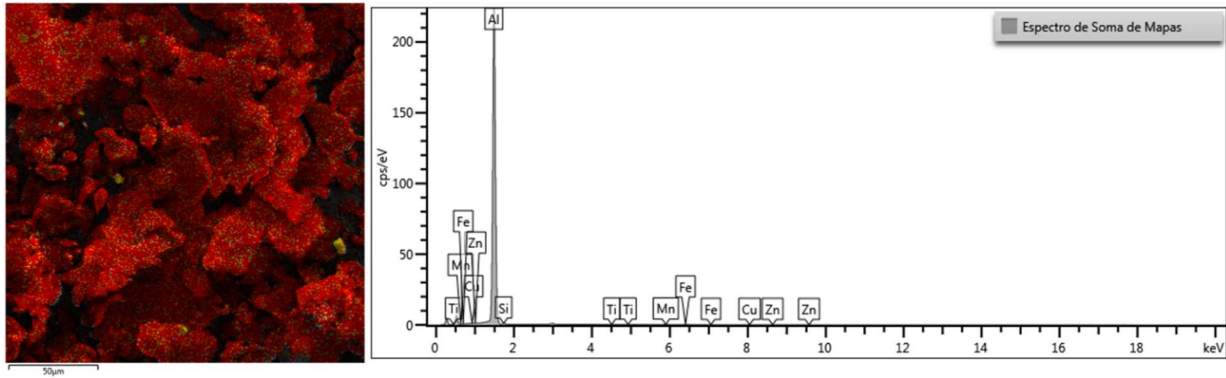


Figura 8. EDS do pó da liga AA3107 processada por 30min de MAE.

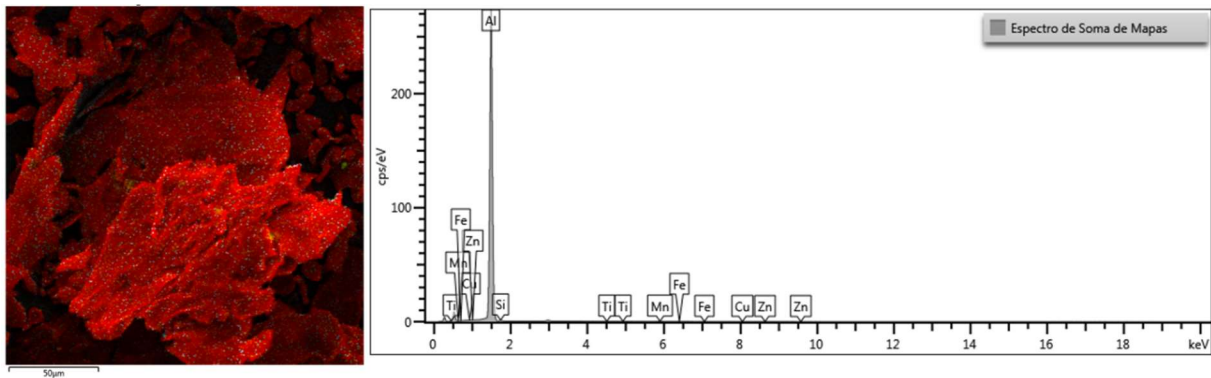


Figura 9. EDS do pó da liga AA3107 processada por 60min de MAE.

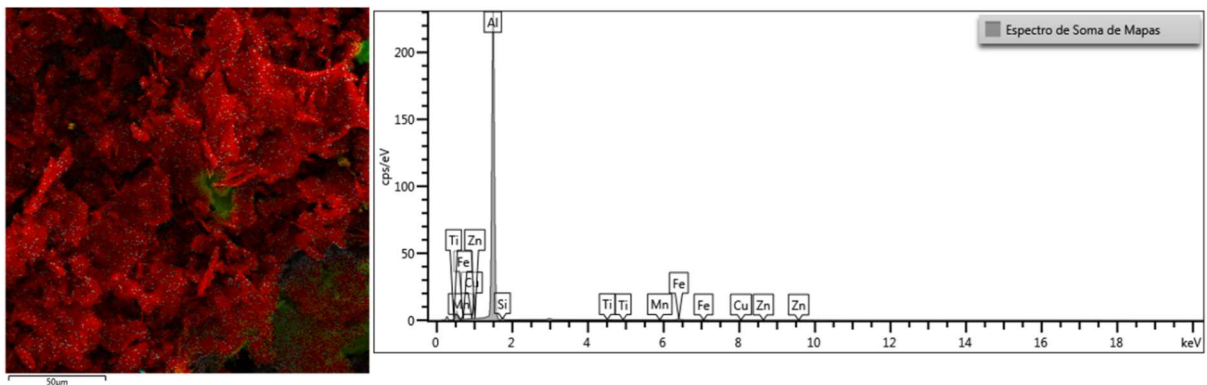


Figura 10. EDS do pó da liga AA3107 processada por 120min de MAE.

3.4. Difração de raios-x dos pós da liga AA3107 fabricados por MAE

Para análise das fases constituintes dos pós fabricados foram obtidos os difratogramas das amostras processadas que estão mostrados na Fig. 11.

As moagens de 30 e 60 minutos, não apresentaram a fase característica das ligas da série AA3XXX que é o $Al_6(Mn,Fe)$. Os pós processados por MAE durante um tempo de 30 minutos, apresentaram apenas as fases Al, Mn e Si, que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869, 01-089-2105 e 01-075-0589, respectivamente. Os pós processados por MAE durante um tempo de 60 minutos, apresentaram apenas as fases Al e Mn, que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 01-089-2105, respectivamente.

O difratograma dos pós processados por MAE durante 120 minutos, apresentou apenas a fase de Al e a fase Al_6Mn , característica das ligas de Al-Mn, essas fases foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 00-006-0665 respectivamente.

A presença da fase Al_6Mn apenas para o tempo de moagem de 120 minutos, comprova que as moagens de 30 e 60 minutos não são suficientes para a fabricação da liga via moagem de alta energia.

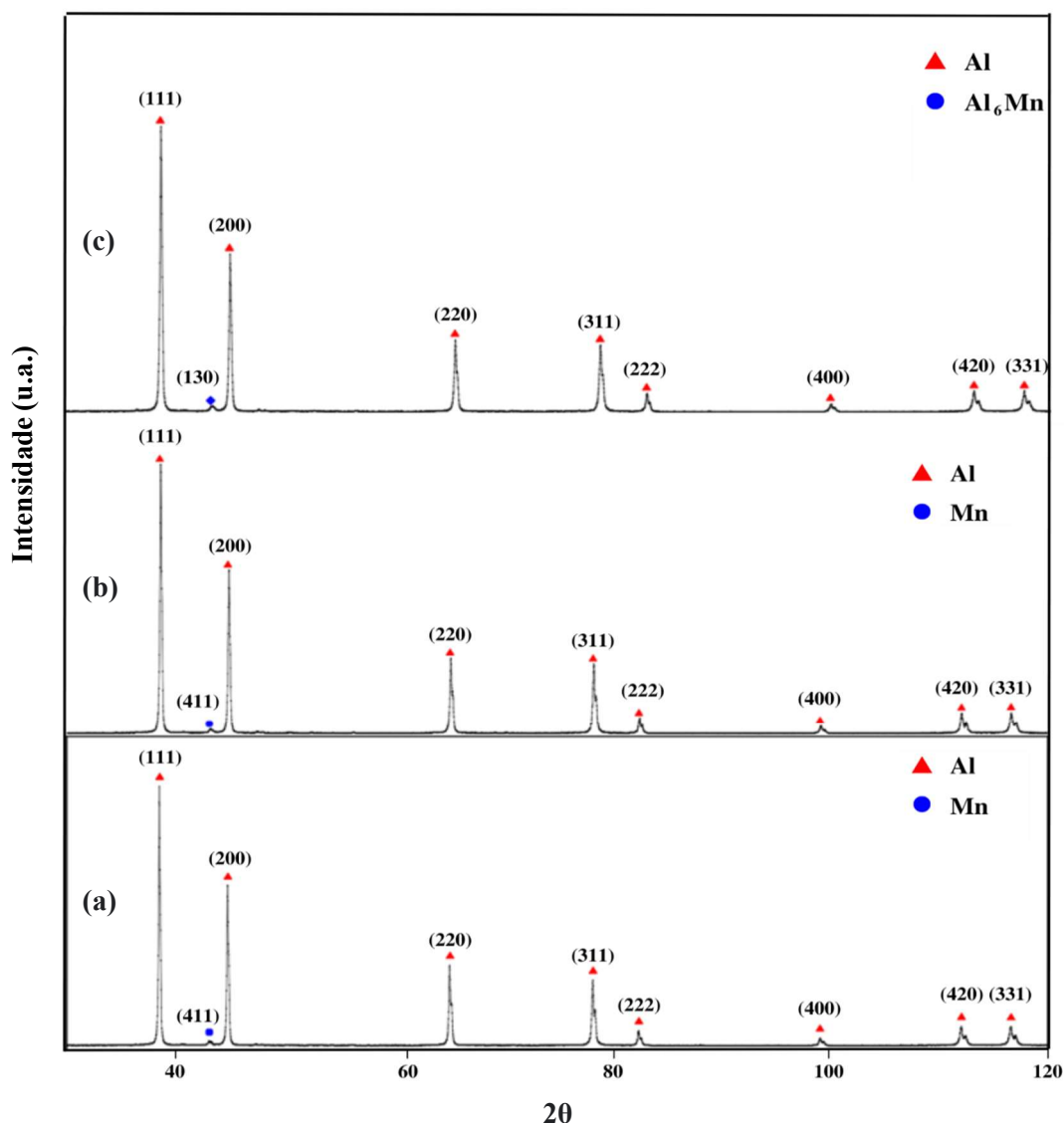


Figura 11. Difratogramas dos pós da liga AA3107. (a) 30min de MAE; (b) 60min de MAE; (c) 120min de MAE. (Os autores, 2023).

4. CONCLUSÃO

O processamento dos pós elementares dos elementos químicos da liga AA3107 realizado via moagem de alta energia foi eficiente em fabricar amostras de pó com distribuição unimodal, e todos os pós fabricados apresentaram morfologia irregular e achatada.

O material submetido a Moagem de Alta energia durante um período de tempo de 120 minutos, apresentou um diâmetro mediano de $d(0,5)$ de 29,920 μm . Ao analisar a evolução do tamanho de partícula, fica evidente que com o aumento do tempo de moagem o tamanho de partícula reduziu. Logo, para a fabricação da liga trabalhada, o tempo 120 minutos de MAE mostrou-se o mais eficiente.

Nas amostras processadas por 30 e 60 minutos de MAE também não foi possível identificar através das análises de DRX a fase Al₆(Mn,Fe) que é característica das ligas da série AA3XXX, sendo o tempo considerando insuficiente para a correta consolidação da liga AA3107.

Somente nas amostras com 120 minutos de moagem foram identificadas com auxílio de difração de raios-X a fase ortorrômbica Al₆(Mn,Fe), fase esta que caracteriza as ligas de alumínio compostas de alumínio e manganês, série AA3XXX.

Concluindo-se que os melhores resultados encontrados no que tange a fabricação de pós da liga AA3107 através da MAE foram encontrados para o tempo de moagem de 120 minutos, este tempo de mostrou efetivo para a identificação de fases características da liga em estudo como também para encontrar tamanhos medianos de partícula da ordem de grandeza esperada.

5. AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação de Amparo à Ciência e Tecnologia de PE (FACEPE) pela concessão da Bolsa de Pesquisa que possibilitou a realização desse estudo. Agradeço, também, à Universidade Federal de Pernambuco - UFPE e ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) pelos recursos infraestruturais, indispensáveis para o desenvolvimento deste trabalho de pesquisa.

6. REFERÊNCIAS

- ASM Handbook. *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992. v. 2. 3470 p.
- BARBOSA, C. Metais não ferrosos e suas ligas: Microestrutura, propriedades e aplicações. E- papers, Rio de Janeiro, BRA, 2014.
- CHIAVERINI, V. *Metalurgia do pó: Técnica e produtos*. Editora ABM, São Paulo, BRA, 3. ed, 1992. DANNINGER, H.; CALDERON, R. O.; GIERL-MAYER, C. Powder Metallurgy and Sintered Materials.
- MORO, N.; AURAS, A. P. *Metalurgia do Pó e o Futuro da Indústria*. Florianópolis: Nobertocefets, 2007.
- PATNAIK, P. *Handbook of inorganic chemicals*. [S.I.]: Mac Graw-Hill, 2002.
- SILVA, T. T. L. *Manufatura e caracterização de Alumínio-Cobre (Duralumínio) fabricadas via técnicas de metalurgia do pó*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2017.
- Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry, [s.l.], p.1-57, 30 nov. 2017. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Disponível em; http://dx.doi.org/10.1002/14356007.a22_105.pub2. Acesso em: 10 de Janeiro de 2023.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.