

OBTENÇÃO DA LIGA FeSi ATRAVÉS DO PROCESSO MECHANICAL ALLOYING

Silvana GARCIA VIANA (1); Severino J. GUEDES DE LIMA (2); Maria das Dores BANDEIRA BARROSOS (3); Rosa Maria MEDEIROS MARINHO (4)

(1) FAPESB/CEFET-BA/UE VITÓRIA DA CONQUISTA, Rua Iolanda Henrique Cavalcante, 64, Bessa, CEP: 58037-120, João Pessoa-PB, telefone: 83-9992-9420, e-mail: vianaw@gmail.com

(2) UFPB/Campus I, e-mail: Jackson@lsr.ct.ufpb.br

(3) CENTEC/CE, e-mail: dorybb@bol.com.br

(4) URCA/CE, e-mail: rosa-medeiros@hotmail.com

RESUMO

Neste trabalho estuda-se o processo Mecanosíntese (Mechanical Alloying – MA) para a elaboração do composto FeSi a partir dos pós elementares do Fe e Si, produzido na Universidade Federal da Paraíba no Laboratório de Solidificação Rápida. O processo MA é caracterizado como um método eficaz no processamento de ligas em estado sólido conferindo-lhes estruturas que podem ser micro/nanocristalinas, quasicristalinas, cristalinas e amorfas. A MA é definida como um processo de síntese de materiais por moagem, geralmente a seco, de misturas de pós elementares puros ou combinados em um moinho de alta energia. Os pós elementares foram misturados na composição estequiométrica desejada e logo após a mistura foram colocadas numa jarra com bolas. As jarras com a carga foram desgaseificada numa glove Box, onde foi injetado argônio e transportadas ao moinho (moinho de bola planetário) para o processamento da liga. A utilização da técnica de caracterização raios-X nos permitiu acompanhar a formação do composto FeSi por MA.

Palavras-chave: ligas metálicas, mechanical alloying, moagem.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos materiais, para utilização nos mais diversos setores industriais, tem despertado enorme interesse por parte dos pesquisadores. Cada dia que passa surgem novos caminhos, que se apresentam como alternativas ao processo de renovação dos métodos existentes. Nesta corrida tecnológica, avanços significantes têm sido conquistados a custa de muita pesquisa e muita persistência por parte dos pesquisadores. Os novos materiais podem ser obtidos através de diversas técnicas, e dentre elas, se insere o processo Mechanical Alloying (Mecanosíntese), caracterizando como um método eficaz no processamento de ligas em estado-sólido, que confere estruturas que podem ser micro/nanocristalinas, quasicristalinas, cristalinas e amorfas. Além desta vantagem, os produtos obtidos pelos processos se apresentam na forma final para diversas aplicações.

Mecanosíntese um processo de moagem que surgiu nos Estados Unidos em 1970, e teve um desenvolvimento considerável nestes últimos anos à partir da descoberta da amorfização no estado-sólido e também pelo interesse dado aos nanomateriais e aos materiais metaestáveis de maneira geral.

(Benjamin, 1970), o precursor desta nova técnica, descreveu o processo de síntese por moagem como uma sucessão de fenômenos, onde partículas se fraturam e depois se soldam. A repetição desse fenômeno ocorre sob condições, nas quais as taxas de soldagens e fraturas estão em equilíbrio e a média das partículas do pó permanecem relativamente grosseira. No estágio inicial do processo, as partículas são deformadas uma sobre as outras de modo a formar uma estrutura em camadas, onde estas são novamente refinadas durante a moagem. Devido a uma grande deformação plástica, onde a espessura da camada é reduzida, a mistura resultante do pó diminui a distância interdifusão dos elementos constituintes na ordem de micrometros. Esta técnica, que foi iniciada através da Internacional Nickel Company, teve como objetivo o desenvolvimento de uma liga de alta resistência mecânica à temperaturas elevadas, destinada a aeronáutica (Benjamin, 1970) . O processo foi usado em uma primeira etapa para elaborar super-ligas com dispersão de óxidos (Gessinger, 1976), (Kang, 1987), (Erich and Canichie, 1982). Entretanto, (Benjamin, 1970) mostrou que essa técnica poderia ser utilizada para elaborar compósitos e ligas metaestáveis.

Este processo pode ser usado para produzir ligas que são difíceis ou impossíveis de serem obtidas pelos processos convencionais de técnicas de fundição, e encontra sua maior aplicação na produção dos pós-precursores para superligas a base de Al, Ni e Fe, porém tendo sido também usado para produzir pós com aplicações não estruturais, tais como: recobrimentos protetores e metais reativos (Gedwell, Glasgow and Levine, 1982).

A etapa fundamental na Mecanosíntese engloba a repetição de processos, tais como: soldagem, fratura e resoldagem durante a colisão entre a bola e a partícula do pó. A fratura e soldagem da partícula ocorrem sob condições nas quais as taxas de soldagens e fraturas estão em equilíbrio e a média do tamanho das partículas do pó permaneceu relativamente grosseira (Eresnewa, 1995).

Este processo é usado para vários propósitos, a ação fundamental é a ocorrência de uma reação em estado-sólido entre os elementos moídos. A maioria das reações no estado-sólido envolve a formação de uma ou mais fases e a reação é continuamente reduzida à medida que os reagentes tornam-se menos disponíveis para a reação (Schaffer and McCormick, 1992). Este processo é agora aplicado a todos os tipos de materiais: metais, cerâmicos e polímeros e está sendo ativamente aplicado nas indústrias, academias e laboratórios de pesquisas em toda parte do mundo (Suryanarayana, 1998) .

O que distingue a Mecanosíntese dos outros processos de moagem é que neste ocorrem fraturas e soldagens das partículas. A fratura das partículas cria superfícies atômicas limpas que proporcionam as reações químicas. Por esse motivo, o processo requer um ambiente inerte para a preparação das amostras antes da moagem. A soldagem das partículas pode ocorrer, quando estas superfícies se empacotam durante subseqüentes colisões.

A elaboração da liga foi realizada em um moinho de bola planetário sob atmosfera controlada, em diferentes condições de moagens, tais como: tempo de moagem e velocidade rotacional. As técnicas de caracterização que permitiram observar a evolução das diferentes fases presentes na liga, a partir dos pós elementares de Fe e Si, elaborados na proporção de Fe₅₀Si_{50%} at, foram difração de raios-x e espectroscopia de Mössbauer.

2. DESCRIÇÃO DO PROCESSO

Em geral, o processo mecano-síntese, consiste na síntese de mistura de pós elementares puros ou combinados em um moinho de alta energia, por moagem à seco (Benjamin, 1970)[1]. Os elementos são colocados em uma jarra contendo bolas. Através da colisão entre as bolas e o material a ser moído, promove a quebra das partículas e formação do composto devido a energia liberada durante o processo.

3. METODOLOGIA

Para a produção da liga Fe-Si equiatômica, utilizou-se o Fe e o Si em forma de pó com grau de pureza de 99,99% e misturados em proporções de 50% at. Os pós-elementares foram misturados na composição estequiométrica desejada e logo após a mistura, foram colocados numa jarra com bolas revestida de carbeto de tungstênio. Em seguida foram colocadas para desgaseificar na glove Box, onde foi injetada atmosfera de argônio, e só então as jarras foram fechadas e colocadas no moinho para o processo final de fabricação da liga. Foram feitas várias moagens dos elementos com a mesma composição, variando os seguintes parâmetros: tempo de moagem e velocidade de rotação, tabela 3.1. As jarras contém respectivamente 4 bolas de 20mm de diâmetro e 10g em peso de composto.

Tabela 3.1 – Condições de moagens

Rotação (rpm)	Tempo (h)									
	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	9,0	24	40	60	X
120	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	9,0	24	40	60	X
180	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	7,0	20	29	45	90
240	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	5,0	15	X	X	X
300	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	5,0	X	X	X	X

4. Resultados e Discussões

4.1 Evolução dos Espectros Mössbauer dos pós-moídos com o moinho planetário

A figura 1, mostra a evolução dos espectros dos pós moídos para uma composição de 50%Fe e 50%Si at para diferentes tempos de moagem e rotação de 300 rpm. Os espectros dos pós moídos a partir de 0,5 h de moagem, já apresenta além dos seis picos característicos do ferro- α , um doublé no centro do espectro característico de uma fase paramagnética FeSi. Com o aumento do tempo de moagem os picos característicos do ferro- α começa a diminuir de intensidades. Após 3 h de moagem, resta ainda uma fraca contribuição magnética em relação ao espectro total, até o desaparecimento completo do sexteto do ferro puro com a moagem de 5 h, visto no espectro da figura 1.

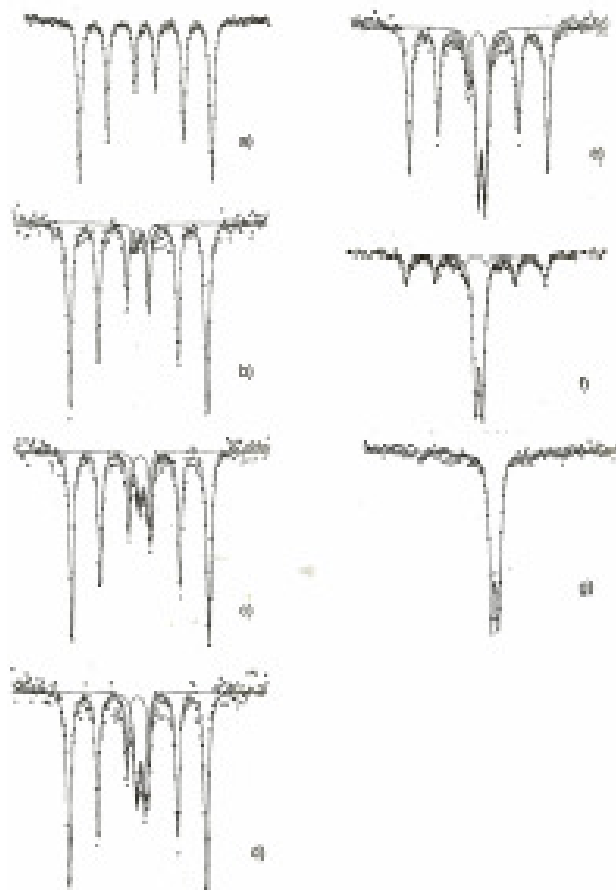


Figura 1 – Espectro Mössbauer para formação da fase FeSi, com rotação de 300 rpm: a) 0 h, b) 0,5 h, c) 1 h, d) 1,5 h, e) 2 h, f) 3 h e g) 5 h.

4.2 Difração de Raios-X

A técnica de difração de raios-x mostrada na figura 2, permitiu observar a evolução das diferentes fases presentes na liga FeSi, elaborada por moagem a partir da mistura de 50%Fe e 50%Si em pó. Verificou-se nos difratogramas concernentes, as fases Fe e/ou Si e/ou FeSi, dependendo do tempo de rotação adotados na moagem, além da pequena fração de carbeto de tungstênio (wc), originária da jarra e das bolas utilizadas no processo, nos casos de tempo longo de moagem. Todos os difratogramas podem ser indexados pelos picos característicos do Fe e/ou Si e/ou solução sólida Fe-Si e/ou do composto FeSi, dependendo da rotação e do tempo de moagem. A partir do surgimento do composto FeSi, quando o tempo de moagem aumenta, verifica-se nos difratogramas um aumento da altura dos picos referentes a esta fase, com uma conseqüente diminuição das alturas dos picos de solução Fe-Si e Si puro. Isto está de acordo com o aumento da proporção do composto FeSi, em detrimento da solução sólida Fe-Si, inicialmente formada e do Si puro. Com o aumento do tempo de moagem e da rotação pode-se notar igualmente o alargamento a meia altura dos picos atribuídos a solução Fe-Si. Este fenômeno provavelmente é devido a deformação da rede e a formação do composto FeSi nanocristalino. A condição ideal para a obtenção da liga FeSi, foi obtida utilizando uma rotação de 300 rpm e um tempo de moagem de 5 h.

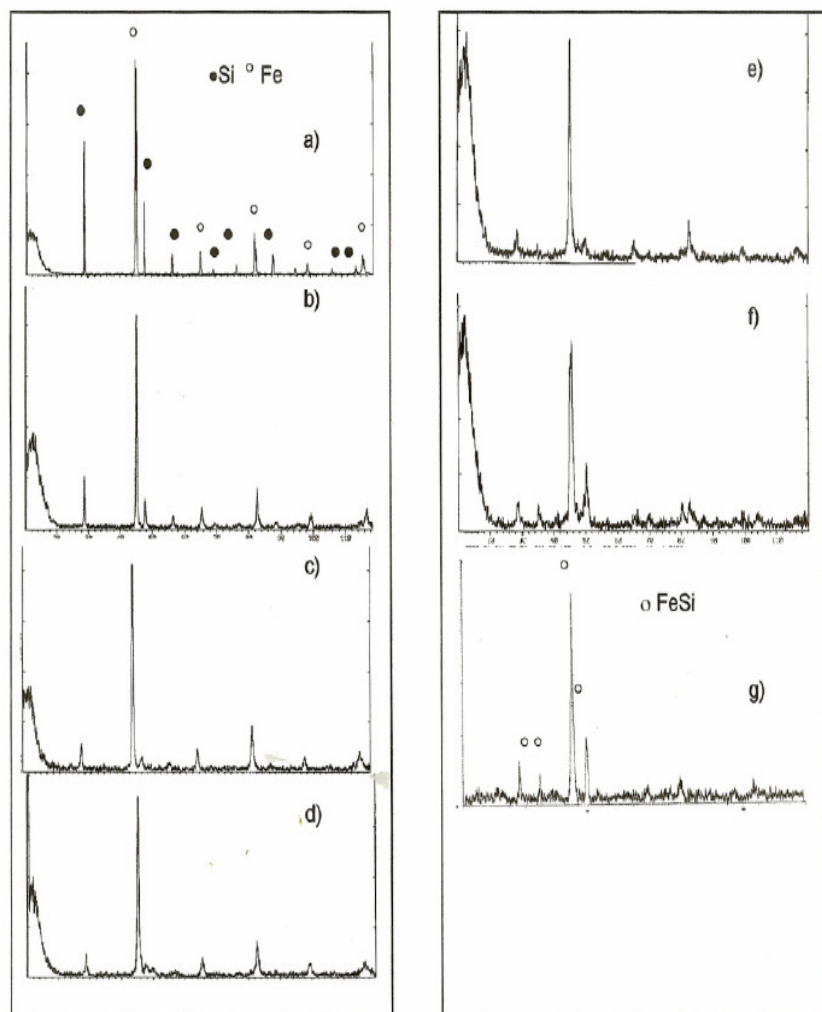


Figura 2 Difratomogramas de raios-x para formação do composto FeSi, com rotação de 300 rpm: a) 0h, b) 0,5h, c) 1h, d) 1,5 h, e) 2h, f)3h e g) 5h..

5. CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos pode-se concluir que:

- 1) Através do processo mecano-síntese obtivemos a liga FeSi;
- 2) Verificamos, que durante todo o processo de formação da liga FeSi esteve presente o ferro e Si puro e de soluções sólidas Fe-Si;
- 3) Os resultados evidenciam uma maior influência da rotação em relação ao tempo de moagem para a obtenção da liga FeSi;
- 4) A condição ideal para a obtenção da liga FeSi, foi obtida utilizando uma rotação de 300 rpm e um tempo de 5 h.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BENJAMIN J. S, Metall. Trans., 1970, 1, 2943-2951.

ERICH D. L., DANICIL S. J., Metal Progr., 1982, 121, 22-25.

Formation of Ni_3 Intermetallic Compound using Mechanical Alloying, Eresnews/Aug95/page 11.

GEDWELL M. A, GLASGOW T. K, AND LEVINE R. S: Metallurgical. Coatings, Elsevier Sequoia, New York, NY, 1982, vol., 1.

GESSINGER G. H, Metall. Trans., 1976, 74, 1203.

KANG S. K., BENN R. C., Metall, Trans., 1987, 18A, 747.

SCHAFFER G. B., and McCORMICK R. G.,: On the Kinetics of Mechanical Alloying, Metallurgical Transactions A, volume 23A. (1992), pp. 1285-1290.