

# NOVAS LIGAS DE ALUMÍNIO DE ELEVADA RESISTÊNCIA MECÂNICA

Walter José Botta Filho <sup>(1)</sup>

João Batista Fogagnolo <sup>(1)</sup>

César Augusto Duarte Rodrigues <sup>(1)</sup>

Claudemiro Bolfarini <sup>(1)</sup>

Claudio Shyinti Kiminami <sup>(1)</sup>

## Resumo

Ligas nano-estruturadas de alumínio podem apresentar valores de resistência mecânica equivalentes aos dos aços de alta resistência. Diversas microestruturas podem ser responsáveis por tais propriedades, como por exemplo, uma dispersão de fases nanocristalinas em uma matriz amorfa ou uma mistura de fases nanocristalinas com fases quasicristalinas. A meta da nossa pesquisa é produzir corpos com microestruturas deste tipo em dimensões úteis para aplicações mecânicas. Para tanto estamos utilizando moagem de alta energia e atomização a gás para produção de precursores nano-estruturados em diversas ligas a base de alumínio. Estes precursores são consolidados através de dois processos; extrusão a quente e deformação plástica severa. Tanto os precursores como as ligas consolidadas são caracterizadas por DRX, DSC, MEV e MET e as propriedades mecânicas são avaliadas através de ensaios de dureza e de compressão. Os excelentes resultados em termos de propriedades mecânicas, como por exemplo, tensão de escoamento na faixa de 780 MPa, obtidos para os sistemas AlFeZr e AlNiYCo, são associados às características microestruturais decorrentes de cada um dos processamentos utilizados.

**Palavras-chave:** ligas de alumínio, moagem de alta energia, extrusão a quente, deformação plástica

## New Aluminium Alloys of High Mechanical Strength

### Abstract

Aluminium-based nanostructured alloys can present values of mechanical strength that are equivalent to the ones observed for high-strength steels. Several microstructures can be responsible for such properties, for example, a dispersion of nanocrystalline phases in an amorphous matrix or a mixture of nanocrystalline and quasicrystalline phases. The objective of our research is to produce microstructures of such types in useful thickness for mechanical applications. In our work we have used mechanical alloying and gas atomisation to produce nanostructure precursors in Al-based alloys. These precursors are then consolidated by two processes: hot extrusion and severe plastic deformation. Both, the precursors and the consolidated alloys have been characterised by XRD, DSC, SEM and TEM; mechanical evaluation was carried out by hardness and compression tests. Excellent results in terms of mechanical properties, as for example, yield stress in the range of 700MPa, which were obtained for the systems AlFeZr and AlNiYCo, have been associated with the microstructural characteristics associated with each of the process we have used.

**Key-words:** aluminium alloys, milling, hot extrusion, plastic deformation

## I. INTRODUÇÃO

Diversos materiais de engenharia com estrutura nanocristalina - ou nano-estruturados - apresentam propriedades superiores aos materiais policristalinos convencionais, como elevados valores de resistência mecânica, dureza, tenacidade, alta difusividade e excelentes propriedades magnéticas moles.<sup>(1, 2)</sup>

Para a produção de materiais nano-estruturados as seguintes rotas de processamento não convencionais são normalmente utilizadas: moagem de alta energia,<sup>(3-7)</sup> solidificação rápida,<sup>(8)</sup> condensação de gás<sup>(9)</sup> e deformação plástica severa (DPS).<sup>(10-12)</sup>

No caso específico de ligas nano-estruturadas a base de alumínio, os valores de resistência mecânica podem ser equivalentes aos dos aços de alta resistência, sendo que as principais microestruturas responsáveis por tais propriedades são formadas por uma dispersão de fases nanocristalinas em uma matriz amorfa ou uma mistura de fases nanocristalinas com fases quasicristalinas.<sup>(13)</sup>

<sup>(1)</sup> Engenheiro de Materiais, Mestre, Dr. Membro da ABM, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, SP, Brasil

Entretanto, apesar das excelentes propriedades reportadas na literatura, a principal limitação para uso tecnológico destas ligas está associada às pequenas dimensões que normalmente podem ser obtidas pelos métodos de processamento “fora do equilíbrio” acima mencionados. Portanto, o grande desafio para o desenvolvimento desta classe de materiais metálicos é a utilização de técnicas de consolidação de pós amorfos ou nano-estruturados (obtidos por moagem ou atomização), sem que sejam perdidas as características nano-estruturais responsáveis pelas propriedades.

Neste trabalho, relatamos o uso de moagem de alta energia e atomização a gás para produção de precursores nano-estruturados em diversas ligas a base de Al, que são consolidadas através de dois processos; extrusão a quente e deformação plástica severa.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A moagem de alta energia foi realizada sob atmosfera de Ar, em um moinho SPEX 8000 *shaker/mill* utilizando-se recipiente e bolas de aço endurecido. A relação massa das bolas / massa do material (chamada de poder de micro-forjamento) foi sempre mantida em 10:1.

Atomização a gás do compósito foi realizada utilizando nitrogênio e uma razão entre fluxo volumétrico de gás e fluxo mássico de metal de 8,1 m<sup>3</sup>/kg. As partículas de reforço foram adicionadas no fluxo de gás, com taxa de 0,2kg/min. Maiores detalhes foram reportados em trabalho anterior.<sup>(14)</sup>

Extrusão a quente foi realizada a 450 °C, em amostras encapsuladas em cilindros de Al, utilizando-se uma relação de extrusão de 9:1, resultando em amostras de 5mm de diâmetro. A técnica de deformação plástica severa em torção (DPST) foi também utilizada para consolidação de discos de 7 mm de diâmetro e 0.5 mm de espessura, com pressão da ordem de 5 GPa e velocidade rotacional do punção superior de 3 RPM.

As seguintes ligas foram processadas: Al<sub>90</sub>Fe<sub>7</sub>Zr<sub>3</sub> obtida por moagem de alta energia, Al<sub>90</sub>Fe<sub>5</sub>Nd<sub>5</sub><sup>(15)</sup> e Al<sub>64</sub>Y<sub>3</sub>Ni<sub>8</sub>Co<sub>4</sub>Zr<sub>1</sub> reforçada com 3% em volume de carboneto de silício (SiC), obtidas por atomização. Os materiais, em todas as etapas de processamento, foram analisados por difração de raios-X (DRX), e microscopia eletrônica de transmissão (MET) e de varredura (MEV); as transformações de fase foram examinadas através de calorimetria diferencial de varredura (DSC) e as propriedades mecânicas foram avaliadas por meio de ensaios de compressão e de dureza.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Extrusão a quente

A Figura 1 mostra os difratogramas de DRX para mistura de pós Al-Fe-Zr após moagem por 5, 20, 30, 60 e 100 horas, conforme indicado na figura. Máximo alargamento de picos e,

portanto, menor tamanho de partículas, além de indicações de ocorrência de fase amorfa, é observado após 60 h de moagem.

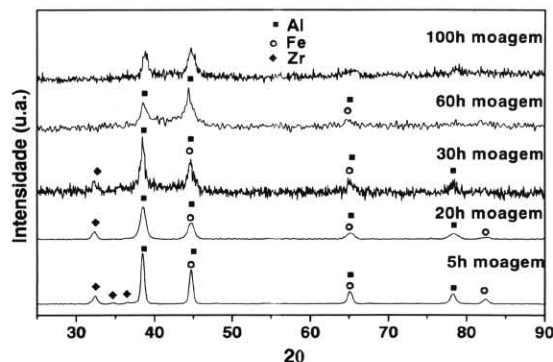


Figura 1. Difrátogramas de DRX para a mistura de pós Al-Fe-Zr após moagem por 5, 20, 30, 60 e 100 horas.

A Figura 2 mostra as curvas de DSC correspondentes à mistura de pós moída por 30, 60 e 100h. Para tempos de moagem superiores à 30h, 3 a 4 picos exotérmicos são observados. A partir dos resultados de DRX e DSC (Fig. 1 e 2), foi então determinado o tempo de moagem de 60 horas utilizado para os precursores a serem consolidados.

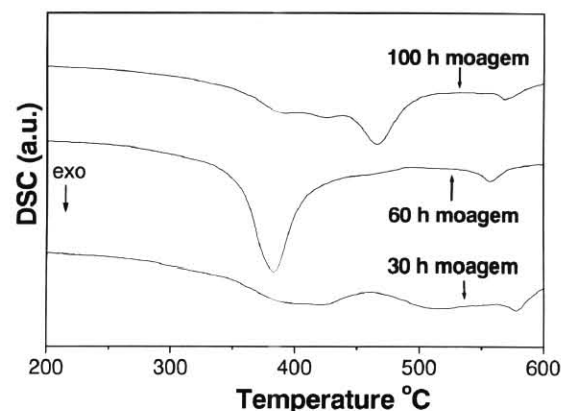


Figura 2. Curvas de DSC correspondendo à mistura de pós Al-Fe-Zr moída por 30, 60 e 100h.

A Figura 3 mostra os difratogramas de DRX da mistura de pós moída por 60h e tratada termicamente a 435 °C (após a primeira reação exotérmica) e a 600 °C (após todas as reações).

Os difratogramas indicam que o primeiro pico é devido à cristalização da fase amorfa, formando a fase AL- $\alpha$ . A microestrutura final é formada pela fase AL- $\alpha$  e pelas fases intermetálicas Al<sub>3</sub>Zr e Al<sub>13</sub>Fe<sub>4</sub>.

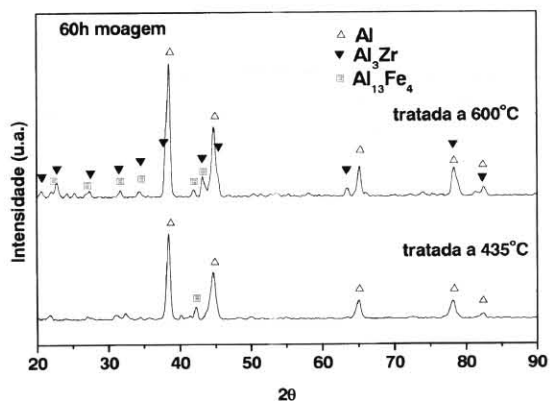


Figura 3. Difratomogramas de DRX para a mistura moída por 60h e tratada em diferentes temperaturas.

A Figura 4 mostra uma micrografia de MET, em campo escuro, e o correspondente padrão de difração de área selecionada (SAEDP) da mistura moída por 60 h. Os anéis que aparecem no SAEDP correspondem à fase AL- $\alpha$ .

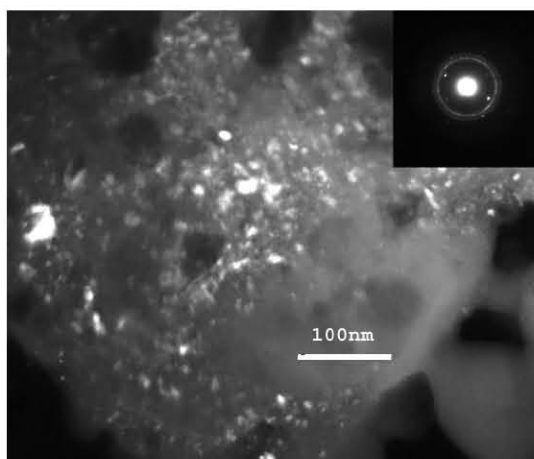


Figura 4. Micrografia de MET, em campo escuro, e o correspondente padrão de difração de área selecionada (SAEDP) da mistura moída por 60 h.

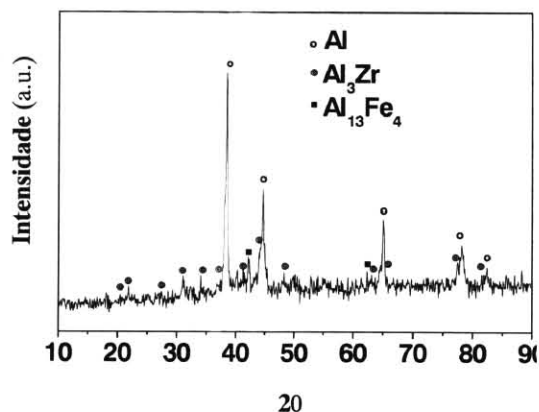


Figura 5. DRX da liga extrudada  $Al_{90}Fe_7Zr_3$ .

A extrusão a quente a 450 °C da mistura moída por 60h resultou em transformações de fases para formar os compostos intermetálicos  $Al_3Zr$  e  $Al_{13}Fe_4$ ; a Figura 5 mostra o padrão de DRX do centro da barra extrudada, com picos correspondentes a estas fases intermetálicas e também ao AL- $\alpha$ .

A Figura 6 (a) mostra uma micrografia de MEV da seção transversal da barra  $Al_{90}Fe_7Zr_3$  consolidada. As fases intermetálicas são de dimensões da ordem de 500nm, e estão uniformemente distribuídas na matriz. As Figuras 6(b) e (c) mostram micrografias em campo claro e campo escuro, da mesma amostra consolidada e o correspondente SAEDP. Pode-se observar que a matriz é composta de nanocristais tanto de AL- $\alpha$ , como de fases intermetálicas, identificadas através de imagens em campo escuro utilizando reflexões selecionadas de cada fase.

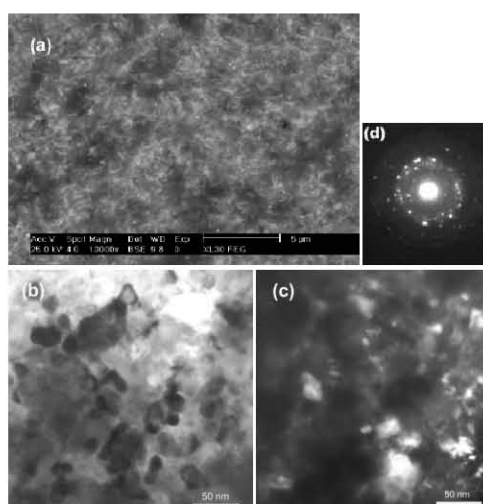


Figura 6. Micrografia de MEV da seção transversal da liga  $Al_{90}Fe_7Zr_3$  consolidada (a); micrografias de MET em campo claro (b) e campo escuro (c) e em (d) o correspondente SAEDP.

Testes de compressão na liga  $Al_{90}Fe_7Zr_3$  extrudada foram realizados a temperatura ambiente com taxa de deformação de  $1.4 \times 10^{-3} s^{-1}$  resultando em valores de tensão de escoamento na faixa de 780 MPa e deformação até a fratura superior a 10%.

### 3.2 Deformação plástica severa

A Figura 7 mostra resultados obtidos (seção transversal dos discos, observados por MEV) com a consolidação por DPST da liga  $Al_{90}Fe_5Nd_5$ . Observa-se na Figura 7(a) que a amostra não foi bem consolidada. A tensão de compressão a que o pó foi submetido causou considerável adensamento do material, porém é necessário que haja deformação por cisalhamento para produzir a consolidação. A amostra da Figura 7(b), obtida com o aumento do número de rotações do punção superior, apresenta-se melhor consolidada e pode ser observado que os intermetálicos foram quebrados pela deformação de cisalhamento.

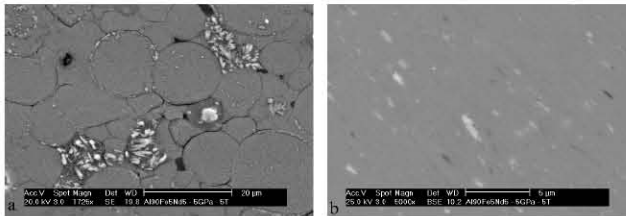


Figura 7. Micrografias de MEV da seção transversal dos discos obtidos com a consolidação do pó da liga  $Al_{90}Fe_5Nd_5$  por DPST.

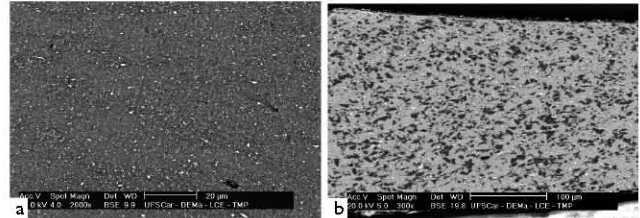


Figura 8. Micrografias de MEV da seção transversal dos discos obtidos com a consolidação dos pós das ligas  $Al_{90}Fe_5Nd_5$  (a) e  $Al_{84}Y_3Ni_8Co_4Zr_1$  (b) por DPST.

A Figura 8 apresenta as seções transversais dos discos consolidados por DPST, nos quais se utilizaram os pós das ligas  $Al_{90}Fe_5Zr_3$  (a) e  $Al_{84}Y_3Ni_8Co_4Zr_1$  (b). Como pode ser observado, ambos discos estão totalmente densificados. Elevados valores de dureza Vickers,  $358 HV_{0,3}$ , foram medidos na amostra da liga ternária, processada por DPST, enquanto que o mesmo pó consolidado por extrusão a quente apresentou uma menor dureza Vickers,  $165 HV_{0,3}$ . No caso da DPST de compósitos, a presença de uma fase cerâmica mais dura (reforço) aumenta a deformação imposta na matriz metálica. O mesmo material consolidado por deposição por spray alcança uma dureza Vickers de  $358 HV_{0,3}$ , enquanto o material consolidado por DPST alcança uma dureza Vickers de  $460 HV_{0,3}$ . Este resultado comprova a capacidade do processo de DPST de produzir materiais mais resistentes. Este aumento significativo na dureza se deve a estrutura extremamente refinada, na ordem de poucas centenas de nanômetros.

A matriz do disco consolidado por DPST da liga  $Al_{84}Y_3Ni_8Co_4Zr_1$  apresenta estrutura parcialmente amorfa. A alta deformação cisalhante imposta ao material cria condições para a cristalização de parte da fase amorfa presente. A Figura 9 mostra o DSC desta liga na forma de pó atomizado e após consolidação por DPST. A curva referente ao material em pó apresenta picos exotérmicos à  $240^\circ C$ ,  $350^\circ C$  e  $420^\circ C$ , relacionados a fenômenos de cristalização de fases amorfas. A fração volumétrica da fase

amorfa foi estimada em cerca de 23% [14]. A curva referente ao material após consolidação apresenta apenas o pico exotérmico a  $350^\circ C$ , com uma significativa redução de sua intensidade; os outros dois picos estão ausentes. A diminuição de intensidade de um dos picos e a ausência dos outros dois indicam que o processo de deformação induziu a cristalização de grande parte da fase amorfa.

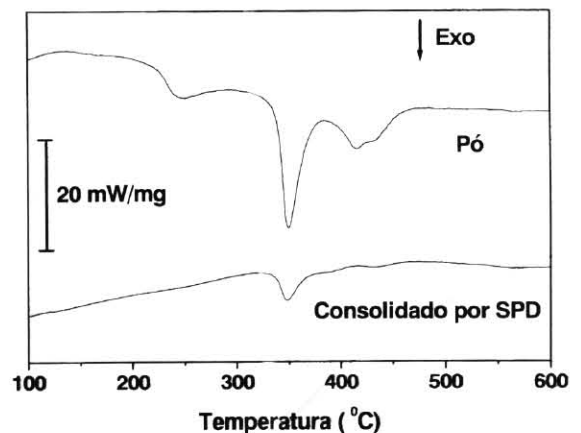


Figura 9. Curvas de DSC da liga  $Al_{84}Y_3Ni_8Co_4Zr_1$  na forma de pó atomizado e após consolidação por DPST.

#### 4. CONCLUSÕES

Elevados valores de resistência mecânica foram obtidos em novas ligas a base de alumínio, processadas por extrusão a quente ou por deformação plástica severa, a partir de pós precursores amorfos e / ou nano-estruturados.

Os excelentes resultados em termos de propriedades mecânicas, medidas através de testes de compressão ou medidas de dureza, nos sistemas  $AlFeZr$  e  $AlNiYCo$ , foram associados às características microestruturais refinadas decorrentes dos processos utilizados.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPESP (Projeto Temático) e ao CNPq (PRONEX) pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. GLEITER, H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure. **Acta Materialia**, New York, v. 48, n. 1, p. 1-29, Jan. 2000.
2. LU, K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties. **Materials Science Engineering R**, New York, v. 16, n.4, p. 161-221, Apr. 1996.
3. SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, New York, v. 46, n. 1-2, p. 1-184, Jan. 2001.
4. KOCH, C.C. Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: problems and opportunities. **Nanostructured Materials**, v. 9, n. 1-8, p. 13-22, 1997.
5. LISBOA, R.D.S.; PERDIGAO, M.N.R.V.; KIMINAMI, C.S.; BOTTA FILHO, W.J. Phase evolution and microstructural characterisation of high-energy ball milled Al-Si-Fe-Ni alloys. **Materials Science Forum**, Zurich, v. 386, p. 59-64, 2002.
6. FOGAGNOLO, J.B.; RUIZ-NAVAS, E.M.; ROBERT, M.H.; TORRALBA, J.M. 6061 Al reinforced with silicon nitride particles processed by mechanical milling, **Scripta Materialia**, New York, v. 47, p. 243-248, 2002.
7. FOGAGNOLO, J.B.; VELASCO, F.; ROBERT, M.H.; TORRALBA, J.M. Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, **Materials Science and Engineering A**, New York, v. 342, p. 131-143, 2003.
8. YAVARI, A.R.; BOTTA FILHO, W.J.; RODRIGUES, C.A.D.; GREER, A. L.; URIARTE, J. L.; UENEN, G.; VAUGHAN, G.; INOUE, A. FeNiB-based metallic glasses with fcc crystallisation products. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 304, n-1-3, p. 44-50, Jun. 2002.
9. HORST, H. Gas phase synthesis of nanocrystalline materials. **Nanostructured Materials**, v. 9, n. 1-8, p.3-12, 1997.
10. VALIEV, R.Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. **Progress in Materials Science**, New York, v. 45, n.2, p. 103-189, Mar. 2000.
11. YAVARI, A.R.; BOTTA FILHO, W.J.; RODRIGUES, C.A.D.; CARDOSO, C.; VALIEV, R.Z. Nanostructured bulk  $Al_{90}Fe_5Nd_5$  prepared by cold consolidation of gas atomised powder using severe plastic deformation. **Scripta Materialia**, New York, v. 46, n. 10, p. 711-716, May 2002.
12. BOTTA FILHO, W.J.; FOGAGNOLO, J.B.; RODRIGUES, C.A.D.; KIMINAMI, C.S.; BOLFARINI, C.; YAVARI, A.R. Consolidation of partially amorphous aluminium-alloy powders by severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**, New York, v. 375-377, p. 936-941, 2004.
13. INOUE, A. Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems. **Progress in Materials Science**, New York, v. 43, n.5, p.365, Dec. 1998.
14. AFONSO, C.R.M.; KIMINAMI, C.S.; BOLFARINI, C.; KAUFMAN, M.J. Microstructural characterization of spray deposited Al-Y-Ni-Co-Zr alloy and Al-Y-Ni-Co-Zr + SiCp metal matrix composite. **Materials Science Forum**, Zurich, v.403, p.95-100, 2002.
15. CARDOSO, K.R. **Ligas nanocristalinas a base de alumínio do alumínio do sistema Al-Fe-Nd**. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 1999.