



ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE PÓ DA LIGA DE ALUMÍNIO AA2017 PRODUZIDO POR ATOMIZAÇÃO A GÁS

Vitor E. Pinotti^{1*} e Piter Gargarella^{1,2}

1 - Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Rodovia Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP 13565-905, SP.

2 - Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Rodovia Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP 13565-905, SP.

vitorpinotti@hotmail.com

RESUMO

A técnica de produção de pós através de atomização a gás, na qual ocorre a desintegração de um fluxo de metal fundido em partículas metálicas, é considerada um processo de rápida solidificação, uma vez que envolve altas taxas de resfriamento que podem variar de 10^3 - 10^6 K/s. Logo, através desta rota de processamento, pode-se aumentar o limite de solubilidade de determinado material, além de causar alterações microestruturais, por exemplo, dificultando a formação de determinada fase (ou intermetálico), podendo causar até mesmo a supressão do mesmo, assim como gerar alteração da morfologia e/ou composição química do componente ali formado; a literatura também destaca a possibilidade do refino da microestrutura através da atomização a gás. Neste trabalho, foram analisados pós da liga de alumínio AA2017 produzidos através de atomização a gás em atmosfera de argônio e utilizando os parâmetros de processo: diâmetro do bocal de atomização (d_0) = 1,5 mm; temperatura de superaquecimento (ΔT) = 150 °C; e pressão de atomização (P_G) = 20 Bar. O material foi avaliado através de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e também com espectroscopia por energia dispersiva (EDS), a qual é uma técnica para análise química semi-quantitativa acoplada ao MEV. Diferentemente do observado para essa liga em condições de equilíbrio, apenas as fases α -Al e o intermetálico Al_2Cu foram identificados nos pós, independente da faixa de tamanho. Além disso, observou-se que mesmo partículas com diâmetros semelhantes podem apresentar diferentes microestruturas, uma vez que não apenas a taxa de resfriamento influencia, mas também as condições locais de solidificação. Por fim, foi observado o refinamento da microestrutura com a redução do diâmetro das partículas, seguindo o comportamento esperado com a redução da taxa de resfriamento.

Palavras-chave: Atomização a Gás; Pó Metálico; Microestrutura; Ligas de Alumínio.

INTRODUÇÃO

O processo de atomização a gás ocorre pela desintegração do fluxo de metal fundido em pequenas gotículas através de gases em alta velocidade, ou seja, pressurizados⁽¹⁾. Estudos da literatura sugerem mecanismos para melhor entendimento da interação entre material líquido e meio atomizador, por exemplo, como ocorre a formação das gotículas, desde a liberação do fluxo de metal líquido para a câmara de atomização até a formação do pó metálico, que pode alcançar taxas de resfriamento elevadas ($\approx 10^3$ - 10^6 K/s)^(1,2). Além do mecanismo predominante durante a atomização a gás, existem parâmetros de processo que também influenciam nas

partículas metálicas produzidas (e.g., pressão de atomização, diâmetro do bocal, temperatura de superaquecimento, razão entre taxa de vazão mássica de gás e metal e design do equipamento)^(1,3,4). Então, após a produção do pó metálico, ele pode ser caracterizado por diferentes técnicas para avaliação da distribuição granulométrica, morfologia, rugosidade, densidade aparente, densidade batida, densidade esquelética, fluidez e microestrutura^(2,3,5-7).

Dentro do contexto de caracterização microestrutural, Bereta et al.⁽⁷⁾ realizaram um estudo com partículas metálicas atomizadas a gás. Os pesquisadores evidenciaram que as fases formadas eram diferentes daquelas previstas por diagramas de equilíbrio, ou seja, as condições cinéticas prevaleceram sobre as termodinâmicas⁽⁷⁾. Também, destacam que o processo de atomização a gás pode causar mudanças nos caminhos de solidificação, devido às taxas de resfriamento impostas e, conseqüentemente, suprimir ou alterar a formação de fases⁽⁷⁾. Ademais, as técnicas de solidificação rápida também são capazes de gerar refino da microestrutura e aumentar o limite solubilidade sólida do material⁽⁸⁾.

Por fim, destaca-se a baixa quantidade de estudos que mostram a microestrutura e formação de fases da liga de alumínio AA2017 em condições de solidificação rápida, especialmente durante atomização a gás. Assim, o presente estudo teve como objetivo realizar uma análise microestrutural e das fases formadas em pós da liga de alumínio AA2017 (Al-Cu-Mg) produzidos por atomização a gás, comparando os resultados de partículas com tamanhos diferentes.

MATERIAIS E MÉTODOS

Produção dos pós da liga de alumínio 2017

A liga de alumínio AA2017 foi produzida seguindo a composição química exposta pela norma B211/B211M⁽⁹⁾. Assim, 3 kg da liga de alumínio AA2017 foi produzida em forno de indução da marca *Power Trak* modelo 50-30R VIP localizado no Laboratório de Fundição do DEMA/UFSCar. Posteriormente, uma amostra do lingote foi levada para aferição da composição química através da técnica S-OES de acordo com a norma⁽¹⁰⁾. A composição química resultante estava dentro dos requisitos propostos pela norma⁽⁹⁾.

Em seguida, o lingote da liga de alumínio AA2017 foi refundido em forno de indução EKOHEAT da marca *Ambrell* e atomizado sob atmosfera de argônio no equipamento Gas Atomiser HERMIGA 75/5VI (EAC) fabricado pela *PSI-Phoenix Scientific Industries Ltd.*, ambos localizados no Laboratório de Atomização e Revestimento do DEMA/UFSCar. A atomização a gás conduzida utilizou: diâmetro do bocal de atomização (d_0) = 1,5 mm; temperatura de superaquecimento (ΔT) = 150 °C; e pressão de atomização (P_G) = 20 Bar.

Caracterização microestrutural das partículas metálicas da liga de alumínio AA2017 atomizadas a gás

Para avaliação da formação de fases no pó da liga de alumínio AA2017 atomizado a gás uma amostra com granulometria 20-75 μm foi submetida a análise de difração de raios-X (DRX). O equipamento era um difratômetro da marca *Bruker* modelo D8 Advance Eco, com radiação $K\alpha$ -Cu operando à 25 mA e 40 kV. O ensaio ocorreu em uma faixa de varredura em 2θ de 10-90°, com um passo de 0,02° e um tempo de varredura de 30 minutos, utilizando equipamento localizado no Laboratório de Caracterização Estrutural do DEMA/UFSCar. Para análise dos resultados, foi realizado refinamento Rietveld utilizando o software *X'Pert HighScore Plus*.

As partículas metálicas atomizadas a gás também foram analisadas com microscópio eletrônico de varredura (MEV) Quanta 400, presente no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM). Para isso, diferentes amostras representando cada faixa granulométrica do

pó metálico, foram embutidas a frio em resina, lixadas (*mesh* 2000 e 5000) e, então polidas com óxido de cromo e pasta de diamante (1 μm), utilizando a infraestrutura do Laboratório de Metalografia do DEMa/UFSCar.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise da formação de fases via DRX

O padrão de difração de raios-X completo obtido para as partículas na faixa granulométrica 20-75 μm da atomização a gás realizada pode ser visto na Figura 1. Analisando o difratograma obtido, percebe-se que os picos mais intensos são pertencentes a solução sólida $\alpha\text{-Al}$, assim como era esperado⁽¹¹⁾. Além disso, vários picos do intermetálico Al_2Cu foram identificados, o que também era previsto, uma vez que este é o principal intermetálico formado nas ligas de alumínio AA2017⁽¹¹⁾.

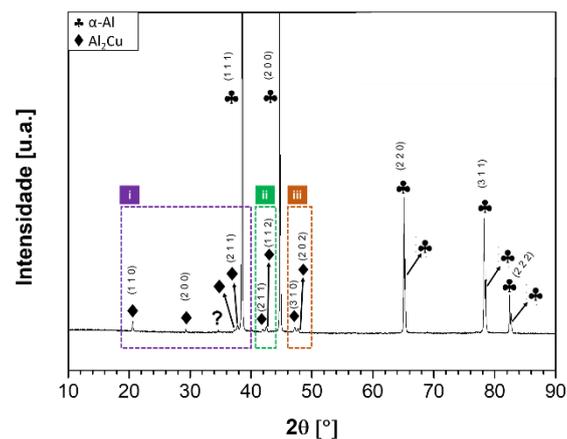


Figura 1: Difratograma de raios-X das partículas metálicas da liga de alumínio AA2017 na faixa granulométrica 20-75 μm .

No entanto, foram identificados alguns picos com menores intensidades. A Figura 2 mostra uma ampliação das regiões demarcadas (i, ii e iii) na Figura 1 para possibilitar melhor análise de tais picos.

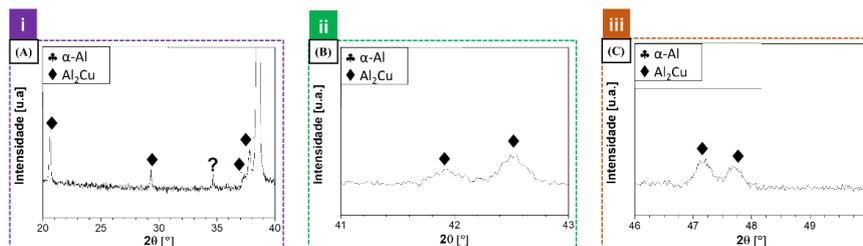


Figura 2: Regiões (A) i; (B) ii; e (C) iii do difratograma de raios-X das partículas metálicas da liga de alumínio AA2017 na faixa granulométrica 20-75 μm .

Analisando conjuntamente a Figura 1 e a Figura 2, sugere-se que os picos identificados são pertencentes à matriz $\alpha\text{-Al}$ e ao intermetálico Al_2Cu . Apenas um pico não foi possível ser identificado ($2\theta = 35^\circ$; indicado com “?”), o qual se aproxima da fase AlCuMgSi (fase Q), porém durante a indexação uma diferença de intensidade foi observada entre ele e o valor exposto na ficha cristalográfica utilizada e, então, não foi possível comprovar que este pico pertencia à fase Q. Através do refinamento Rietveld também foi verificada a formação de 96,2% da fase $\alpha\text{-Al}$ ($Fm\bar{3}m$) com parâmetro de rede $a = 4,0488 \text{ \AA}$ e 3,8% da fase Al_2Cu ($I4/m\bar{c}m$) com parâmetros de rede $a = 6,093 \text{ \AA}$ e $c = 4,888 \text{ \AA}$.

Análise da formação de fases e distribuição dos elementos químicos via MEV

Um mapeamento dos elementos químicos foi feito a partir da técnica de EDS (Figura 3). Para a realização, optou-se pela faixa granulométrica 106-150 μm , uma vez que a microestrutura não era muito refinada, o que possibilitou uma melhor visualização da distribuição dos elementos. Analisando a Figura 3(A), é possível observar que elementos como alumínio, manganês e ferro ficaram homogêaneamente distribuídos na matriz. Todavia, a partir da Figura 3(B) fica nítido que cobre, silício e parte do magnésio ficaram concentrados nos contornos das células formadas. Portanto, a partir destes resultados (Figura 1, Figura 2 e Figura 3), sugere-se que a fase presente nos referidos contornos é Al_2Cu e as células/dendritas são compostas por $\alpha\text{-Al}$.

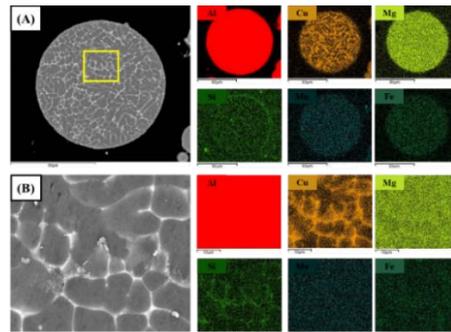


Figura 3: Mapeamento dos principais elementos químicos presentes na partícula da liga de alumínio AA2017: (A) menor magnificação; e (B) maior magnificação. O quadrado em amarelo em (A) refere-se a região ampliada em (B).

Análise microestrutural via MEV

Partículas metálicas com diâmetro menor que 20 μm estão demonstradas na Figura 4, de modo que uma estrutura celular/dendrítica pôde ser identificada, mas com diferentes tipos de distribuição das fases na matriz $\alpha\text{-Al}$, ou seja, as Figuras 4(A) e 4(C) apresentam microestruturas mais heterogêneas, enquanto que na Figura 4(B) percebe-se maior homogeneidade microestrutural.

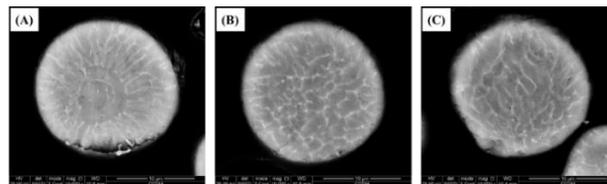


Figura 4: Partículas pertencentes a faixa granulométrica $< 20 \mu\text{m}$, demonstrando diferentes microestruturas formadas devido às condições de solidificação impostas durante o processo de atomização a gás.

Foi sugerido que a formação de fases e a microestrutura do material são estritamente relacionadas com taxa de resfriamento e respectivas condições locais de solidificação⁽¹²⁾. Por exemplo, é ressaltado que partículas menores tendem a resfriar mais rapidamente, ou seja, são submetidas à maiores taxas de resfriamento⁽¹²⁾. No entanto, partículas com tamanhos e morfologias similares podem ser submetidas à diferentes condições de solidificação e, conseqüentemente, diferentes microestruturas são formadas, assim como observado na Figura 4⁽¹²⁾.

Por fim, considerando diferentes faixas granulométricas, foi realizada uma análise em relação ao refinamento microestrutural em função do tamanho da partícula. A Figura 5 expõe um conjunto de imagens com microestruturas semelhantes em relação à distribuição de fases, as

quais apresentam diferentes refinamentos microestruturais conforme o diâmetro da partícula metálica analisada varia. Ainda na Figura 5, ao lado de cada uma das micrografias, está a quantidade de intercepções por unidade de comprimento. Assim, quanto mais intercepções por unidade de medida, mais refinada a microestrutura. Logo, comparando as micrografias da Figura 5, é possível determinar que a partícula com diâmetro menor que 20 μm foi a que apresentou o refinamento celular mais acentuado, o que é condizente com a literatura, ou seja, quanto menor a partícula, maiores as taxas de resfriamento envolvidas, causando o refinamento microestrutural⁽¹²⁾.

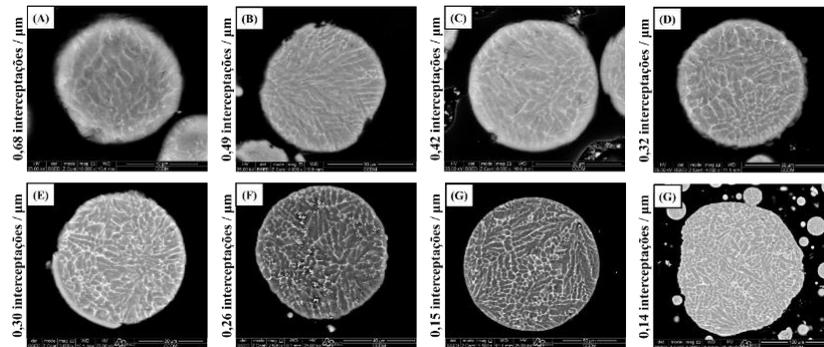


Figura 5: Imagens de MEV da seção transversal das partículas de diferentes faixas granulométricas para análise do refinamento microestrutural: (A) < 20 μm ; (B) 20-32 μm ; (C) 32-45 μm ; (D) 45-53 μm ; (E) 53-75 μm ; (F) 75-106 μm ; (G) 106-150 μm ; (H) > 150 μm .

CONCLUSÕES

Através das análises microestruturais realizadas ao longo deste trabalho, foi possível identificar as principais fases formadas no pó da liga AA2017, ou seja, identificou-se a formação de uma matriz celular/dendrítica de $\alpha\text{-Al}$, com a fase Al_2Cu no contorno de grão, assim como é conhecido na literatura científica⁽¹¹⁾. Como era esperado, o caminho de solidificação foi diferente daquele observado em condições de equilíbrio, pois o processo de atomização a gás envolve taxas de resfriamento elevadas ($\approx 10^3\text{--}10^6$ K/s) e, conseqüentemente, gerando a supressão de algumas fases, como AlCuMgSi e Mg_2Si ^(2,11).

Em relação a configuração microestrutural formada, ou seja, a morfologia das fases formadas, percebeu-se que este aspecto variou mesmo para partículas de mesmo diâmetro, o que pode ser explicado através das condições locais de solidificação, que nem sempre serão as mesmas para cada partícula. Ademais, foi identificado um refinamento na microestrutura em função do diâmetro da partícula, ou seja, menores partículas são submetidas a maiores taxas de resfriamento e, então, ficam com microestrutura mais refinada.

AGRADECIMENTOS

Ao Projeto Jovem Pesquisador FAPESP (processo n° 2017/27031-4). Também, a FAPESP por financiar este trabalho (processo n° 2020/08145-1) acoplada ao projeto Jovem Pesquisador FAPESP citado anteriormente.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

REFERÊNCIAS

- [1] ÚNAL, R. The influence of the pressure formation at the tip of the melt delivery tube on tin powder size and gas/melt ratio in gas atomization method. *Journal of Materials Processing Technology*, 180, 291–295, 2006.
- [2] CAVA, R.D. et al. Spray forming of Cu-11.85Al-3.2Ni-3Mn (wt%) shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 615, S1, S602–S606, 2014.
- [3] DIETRICH, S. et al. A New Approach for a Flexible Powder Production for Additive Manufacturing. *Procedia Manufacturing*, 6, 88–95, 2016.
- [4] LI, X. gang et al. Fine spherical powder production during gas atomization of pressurized melts through melt nozzles with a small inner diameter. *Powder Technology*, 356, 759–768, 2019.
- [5] STRONDL, A. et al. Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing. *JOM*, 67, 3, 549–554, 2015.
- [6] SUTTON, A.T. et al. Powder characterisation techniques and effects of powder characteristics on part properties in powder-bed fusion processes. *Virtual and Physical Prototyping*, 12, 1, 3–29, 2017.
- [7] BERETA, L.A. et al. Microstructural characterization of gas atomized Al-10%Si-4%Fe alloy powder. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 22, 115–119, 2004.
- [8] SRIVASTAVA, A.K. et al. Effect of thermal conditions on microstructural features during spray forming. *Materials Science and Engineering A*, 304, 306, 587–591, 2001.
- [9] ASTM B211 / B211M-19 - Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Rolled or Cold Finished Bar, Rod, and Wire, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2019, www.astm.org
- [10] ASTM E1251-17 - Standard Test Method for Analysis of Aluminum and Aluminum Alloys by Spark Atomic Emission Spectrometry, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, www.astm.org
- [11] KWOLEK, P.; MRÓWKA-NOWOTNIK, G.; WYTRWAL-SARNA, M. Corrosion of structural constituents of 2017 aluminium alloy in acidic solutions containing inhibitors. *Materials and Corrosion*, September, 2020.
- [12] DE ARAÚJO, A. et al. Morphological and microstructural characterization of Al95Fe2Cr2Ti1 powders produced by two different gas atomizers. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, 18, 2021.

MICROSTRUCTURAL ANALYZIS OF GAS ATOMIZED ALUMINUM ALLOY AA2017 POWDERS

ABSTRACT

The technique to produce powder through gas atomization, which causes the disintegration of a molten metal flow in metallic particles, is considered a rapid solidification process, once high cooling rates in the range of 10^3 - 10^6 K/s are involved. Thus, through this process route, it is possible to increase the solid solubility limits and influence the microstructure, for example, hindering the formation of some phase (or intermetallic), may even cause the completely deletion, as well as changes the morphology and/or chemical composition of some structure that are formed there; it is possible to finding studies that showing the possibility to reach a refinement of the microstructure through gas atomization. In this work, it was analyzed gas atomized powder of aluminum alloy AA2017, which was produced in argon atmosphere and with the following process parameter: nozzle diameter (d_0) = 1.5mm; superheating temperature (ΔT) = 150 °C; and atomization pressure (P_G) = 20 Bar. In sequence, the material was evaluated using x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM) and also energy dispersive spectroscopy (EDS), which is a semi-quantitative technique to obtain chemical composition and is used together with SEM. Differently from what was observed in this alloy under equilibrium conditions, only the α -Al matrix and the intermetallic Al_2Cu were identified in the powder, regardless of the size range. Furthermore, it was observed that even particles with the same diameter could present different microstructure, once not just cooling rate influence, but also locally solidification conditions. Finally, it was observed a refinement of the microstructure in function of particle diameter, which followed the expected behavior of reducing the cooling rate.

Keywords: Gas atomization; Metallic Powder; Microstructure; Aluminum Alloy.