

Estudo Estatístico do Efeito de Variáveis de Processo na Dispersão Mecânica de Compósitos de Matriz Ferrosa¹

Renato Panelli²

Francisco Ambrozio Filho³

Resumo

A etapa de mistura dos componentes na obtenção de compósitos de matriz metálica (CMM) por técnicas de metalurgia do pó é determinante na sua microestrutura e propriedades. O processamento em moinhos de alta energia tem sido utilizado para realizar a mistura. Os compósitos produzidos por esta técnica apresentam uma distribuição mais homogênea da fase de reforço na matriz, o que diminui o potencial para crescimento de grão durante a sinterização.

O objetivo deste trabalho é estudar as variações das taxas de soldagem e fratura em função do tempo de processamento em moinho atritor utilizando a técnica estatística de projeto e análise de experimentos do fatorial completo. As variáveis estudadas foram: rotação da haste do moinho, relação massa de bolas sobre massa de pó, tipo de matriz e suas interações.

Como resposta foi medido o tamanho médio de partícula em função do tempo. Observou-se uma mudança de mecanismo entre 5 e 7,5 h passando de uma predominância da taxa de soldagem para uma predominância da taxa de fratura.

¹Trabalho apresentado no 2º Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais, São Paulo - SP, Outubro de 12 a 16, 1997.

²Engenheiro Metalurgista, Mestrando pelo IPEN (bolsista FAPESP), Membro da ABM.

³Doutor em Engenharia, Pesquisador do IPEN, Membro da ABM.

1- Introdução

Dentre os trabalhos que se utilizam de moinhos de alta energia destacamos aqueles que objetivam a produção de materiais compósitos com fina dispersão de partículas de segunda fase, visando melhorar os mais diversos tipos de propriedades, como resistência ao desgaste por deslizamento [1] e aumento de resistência à oxidação [2].

A dispersão mecânica (“mechanical dispersion”) pode ser descrita [3] como um processo realizado em moinhos de alta energia que envolve a mistura de dois materiais dissimilares (um metal e uma cerâmica) para a obtenção de CMM’s. Os pós são soldados e fraturados sucessivas vezes. As taxas de soldagem e fratura influenciam o encravamento da fase cerâmica na fase metálica, a mudança de morfologia e a redução do tamanho médio de partícula.

Para avaliar as taxas de fratura e soldagem foi realizado um estudo estatístico do efeito das variáveis de dispersão mecânica sobre o tamanho médio das partículas de pó em função do tempo de processamento. Se o efeito das variáveis implicar em aumento do tamanho médio de partícula podemos dizer que a taxa de soldagem é maior que a de fratura, e tanto maior será esta diferença quanto maior for o efeito. E vice-versa se o efeito implicar em diminuição do tamanho médio de partícula.

É preciso ressaltar dois detalhes sobre o estudo: primeiramente que os resultados não devem ser encarados de maneira quantitativa e absoluta, pois são específicos para o sistema estudado, mas não impossibilitam que o mesmo método seja aplicado em outro sistema e em segundo lugar que as variáveis escolhidas para o estudo são no momento as de maior interesse para os autores o que também não implica em que um outro estudo adote outras variáveis. Neste estudo utilizamos como variáveis: a rotação do moinho (rpm), a relação massa de bolas sobre massa de pó e o tipo de matriz do compósito. Poderiam ainda ser estudadas as seguintes variáveis: o tamanho das bolas, densidade das bolas, fração

volumétrica de reforço, o tamanho médio de partícula (reforço e matriz) no início do processo.

2-Materiais e Métodos

Foi realizado um planejamento estatístico do experimento [4] segundo o modelo do fatorial completo, sempre adotando dois níveis para as variáveis: um alto cuja notação será (+) e um baixo cuja notação será (-), como ilustrado nas tabelas 1 e 2.

Os testes foram realizados segundo uma ordem aleatória, em um moinho atritor, modelo molínox PE 075 (Netzsch do Brasil) sob atmosfera protetora de N_2 com uma vazão de 0,3 l/min, as cargas foram projetadas de forma que as partículas de reforço sempre perfizessem 10% do volume do compósito e a massa total da carga (esferas mais compósito) somasse 1000 g. A massa das esferas constituiu-se de esferas de 7,1 mm de diâmetro de aço 52100. Utilizou-se um recipiente de 500 ml.

Efetuuou-se um experimento para cada teste. As amostras de pó foram coletadas em intervalos pré estabelecidos (0,5; 1; 2,5; 5; 7,5; 10; 12,5 h) afim de relacionar o tamanho médio de partícula com o tempo de processamento.

As medidas de tamanho médio de partícula foram efetuadas num microscópio Olympus Vanox AHTM3, acoplado a um analisador de imagens Quantimet 600HR fabricado pela Leica, de acordo com a norma ASTM E20-85 [5].

As matérias primas utilizadas foram: pó de ferro comercial proveniente da Cia. Belgo Brasileira, pó de aço rápido M2 da SCM Metal Products Inc. e pó de carboneto de nióbio fornecido pela CBMM. A composição química e análise granulométrica destes materiais estão apresentados na tabela 3.

Tabela 1 - Níveis das variáveis e sua notação.

	(+)	(-)
Rotação da haste do moinho	1400 rpm	800 rpm
Relação Bola/Pó	5:1	10:1
Matriz do compósito	AISI M2 (NbC)	Fe (NbC)

Tabela 2 - Planificação do fatorial completo (2³).

Nº do teste	rpm	relação B/P	matriz do compósito
1	(-)	(-)	(-)
2	(+)	(-)	(-)
3	(-)	(+)	(-)
4	(+)	(+)	(-)
5	(-)	(-)	(+)
6	(+)	(-)	(+)
7	(-)	(+)	(+)
8	(+)	(+)	(+)

Tabela 3 - Análise química e granulométrica das matérias primas.

Material(%)	C	Cr	Mo	V	W	O	N
M2	0,85	3,95	5,09	1,92	6,50	757ppm	127ppm
	C _t ¹	C _l ²	Nb				
NbC	11,3	0,3	85,7				
	C	S	Si	P	Mn		
Fe ³	0,015	0,020	0,05	0,015	0,15		

¹C_t : carbono total

²C_l : carbono livre

³Perda ao hidrogênio : 0,20%

Distribuição granulométrica do aço AISI M2

	malha ASTM	médio
	+100(%)	1,3
-100	+150(%)	13,9
-150	+200(%)	22,0
-200	+325(%)	29,2
-325	(%)	33,6

Distribuição granulométrica do Fe

	malha ASTM	mínimo	máximo
	+80(%)		2,0
-80	+100(%)	10,0	15,0
-100,0	+140(%)	10,0	30,0
-140	+200(%)	10,0	30,0
-200	+325(%)	20,0	40,0
-325	(%)	10,0	25,0

NbC tamanho médio : 6 µm

Nota: Malha ASTM -80 (< 177 µm)

ASTM -100 (< 149 µm)

ASTM -140 (< 105 μm)

ASTM -200 (< 74 μm)

ASTM -325 (< 44 μm)

3- Resultados e Discussão

A partir das medidas do tamanho médio das partículas (μm) durante o tempo de atrição, tabela 4 e figura 1, é possível calcularmos os efeitos de primeira, segunda e terceira ordem em função do tempo de processamento, que estão apresentados na figura 2. Estes efeitos foram calculados a partir da diferença do tamanho médio de partícula inicial em relação ao tamanho de partícula nos diversos tempos de processamento. Assim, para cada tempo de processamento, obtém-se uma média da diferença entre o tamanho médio de partícula em determinado tempo e o tamanho médio inicial para cada nível das variáveis. O efeito é a diferença entre as médias do nível inferior e superior. O efeito, do modo como está definido, implica que um valor negativo representa um aumento do tamanho médio de partícula, se passarmos do nível inferior para o superior.

Tabela 4- Tamanho médio de partícula (μm) em função do teste e do tempo de processamento.

	0h	0,5h	1h	2,5h	5h	7,5h	10h	12,5h
Teste 1	45	39	38	35	36	39	33	39
Teste 2	45	55	45	53	41	34	18	15
Teste 3	45	47	39	40	41	42	39	32
Teste 4	45	42	37	32	45	41	34	25
Teste 5	42	40	42	42	27	34	41	29
Teste 6	42	40	37	33	32	19	17	14
Teste 7	42	37	34	38	34	35	30	31
Teste 8	42	39	44	39	36	34	29	18

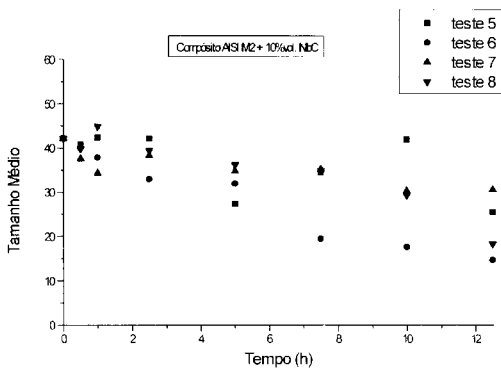
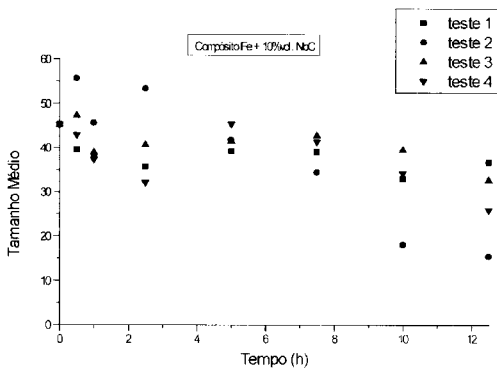
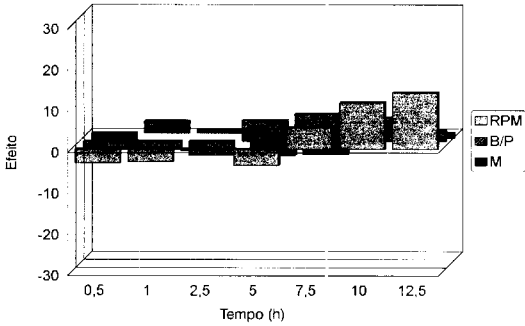
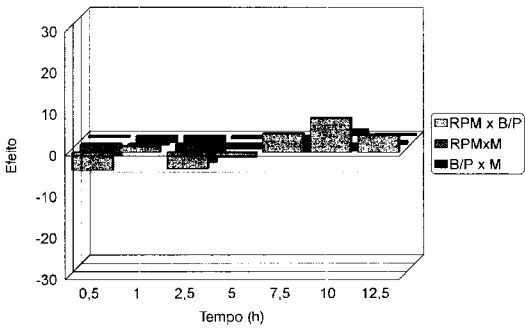


Figura 1 - Tamanho médio de partícula em função do tempo de atrição para os oito testes.

Efeitos Primários



Efeitos Secundários



Efeito Terciário e Soma dos Efeitos

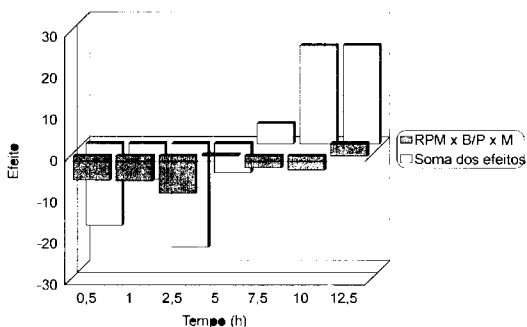


Figura 2 - Gráficos mostrando o efeito das variáveis em função do tempo de atrição. RPM é o efeito da velocidade da haste do moinho, B/P é o efeito da relação bola/pó e M é o efeito da matriz do compósito. Os efeitos combinados das variáveis é dado pela junção das mesma através do símbolo X. Não foi possível repetir o experimento, portanto não há dados suficientes para o cálculo do desvio padrão do efeitos.

Analisando os gráficos da figura 2 notamos que no início todos os efeitos são negativos e possuem a mesma ordem de grandeza, demonstrando que há um domínio da taxa de soldagem sem a influência predominante de um único efeito em relação aos outros. Os efeitos sofrem uma maior ou menor tendência a se tornarem positivos, denotando uma clara inclinação da taxa de fratura aumentar durante o processo, se usarmos as variáveis no nível mais alto. Realçamos o efeito da rotação do moinho que a partir de 5 h de processamento ganha uma forte

Se realizarmos a soma de todos os efeitos para termos ideia da ação conjunta dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordens sobre a resposta, notaremos que esta também a partir de 5 h ganha uma forte inclinação positiva. Isto implica que a variável velocidade da haste do moinho alavanca a taxa de fratura a partir de 5 h de processamento.

Para um tempo entre 5 e 7,5 h a soma dos efeitos se torna positiva, ou seja, a taxa de fratura torna-se maior que a taxa de soldagem.

Outra variável cujo o efeito também se mostra relevante é a relação massa de bolas sobre massa de pó. Já o efeito do tipo de matriz e os efeitos secundários e terciário não influenciam de maneira tão determinante a resposta, tamanho médio de partícula.

Pode-se explicar o maior efeito sobre a resposta das variáveis rotação da haste e da relação massa de bolas sobre massa de pó pelo fato destas duas variáveis alterarem a energia do sistema ou seja, a quantidade de movimento do sistema.

O aumento da rotação da haste do moinho, aumenta a velocidade das esferas de moagem e por consequência aumenta a quantidade de movimento. Já a diminuição da relação massa de bolas sobre massa de pó aumenta o livre caminho médio das esferas de moagem, o que permite que estas tenham maior velocidade no momento do impacto, isto aumenta a quantidade de movimento, apesar de a primeira vista parecer que o aumento do número de bolas é que aumenta a quantidade de movimento. Observa-se, entretanto, que esta variável está sujeita a uma solução de compromisso pois se por um lado a diminuição do número de esferas aumenta o livre caminho médio, por outro lado diminui os sítios onde ocorrem a dispersão mecânica (superfície das esferas).

4- Conclusões

1- A rotação da haste do moinho é a variável de maior relevância dentre as estudadas, e a partir de 5 h de processamento alavanca a taxa de fratura.

2- Num determinado tempo entre 5 e 7,5 h a taxa de fratura suplanta a de soldagem, para o sistema em questão, e ocorre a mudança do estágio de soldagem para o estágio de fratura.

5- Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer o apoio financeiro da Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo, projeto N^o 96/8958-1 e ao colega Edval Gonçalves de Araújo pela ajuda na parte experimental.

6- Referências

- [1] KÖHLER, E.; GUSTFELD, C.; THÜMLER, F. Sintered steels with dispersed oxide phase through mechanical alloying. **Powder Metallurgy International**, v.22, n^o3, p. 11-14, 1990.
- [2] ARAÚJO, E.G.; PILLIS, M.F.; AMBROZIO FILHO, F.; RAMANATHAN, I.V. Influência de parâmetros de processo de mecano-síntese sobre a sinterização do aço AISI 316L contendo óxidos de terras raras. In: 12^o Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. **Proceedings**. Águas de Lindóia, 1996. p. 712-715.
- [3] PANELLI, R.; ARAÚJO, E.G.; AMBROZIO FILHO, F. Estudo do efeito de variáveis de processo na mecano-síntese. In: 51^o Congresso Anual da ABM. **Proceedings**. Porto Alegre, 1996, no prelo.
- [4] BOX, G.E.P.; HUNTER, G.W.; HUNTER, J.S. **Statistics for experimenters**. John Wiley & Sons, New York, 1978.
- [5] **ASTM E 20 - 85**, Standard Practice for particle size in the range of 0.2 to 75 micrometers by optical microscopy.

Statistic Study of Processing Variables Effects in Mechanical Dispersion of Iron Matrix Composites

Renato Panelli

Francisco Ambrozio Filho

Abstract

The mechanical dispersion process has been used to develop iron matrix composites. The composites produced by this technique show a better homogenization of the reinforced phase in the matrix, which decreases the grain growth during sintering.

The aim of this paper is to study the variation of cold-welding and fracture rates during milling time using a completed factorial design at two levels.

The average particle size was measured as a function of milling time as a response of the experiments.