

AVALIAÇÃO DO MÉTODO DE MOAGEM EM DUAS ETAPAS PARA PRODUÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMÍNIO

Luanda Kívia de Oliveira Rodrigues, luandakivia@ifba.edu.br¹

Gilmar Souza Gomes Junior, gilmargomes@ifba.edu.br¹

Francisco Jairan Dionizio Pedro, francisco.jairan@ufba.br²

Raimundo Jorge Santos Paranhos, raimundojsparanhos@hotmail.com¹

José Ubiragi de Lima Mendes, ubiragi@ct.ufrn.br³

¹Instituto Federal da Bahia-Campus Salvador, Departamento Acadêmico de Tecnologia Mecânica, Rua Emídio dos Santos, Barbalho, Salvador-BA.

²Universidade Federal da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial, Rua Prof. Aristides Novis, Federação, Salvador-BA

³Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia Mecânica, Lagoa Nova, Natal-RN

Resumo: Geralmente os nanomateriais são fabricados sob forma de pó seco e um dos processos de fabricação mais conhecidos é a Moagem. Porém um problema comum nesse processo é a re-soldagem que causa o aumento dessas partículas. Para solucionar esse problema pensou-se em dividir o processo de fabricação em duas etapas, com intervalos para dissipação da energia térmica e assim produzir nanopartículas de alumínio. Na primeira etapa o cavaco de alumínio foi colocado em um moinho atritador de alta energia, a uma rotação de 800rpm por 1h com intervalo a cada 30min. Na segunda etapa o material, já no estado de pó, foi colocado em moinho planetário por um tempo de moagem de 6h com intervalo a cada 30min. A caracterização das partículas foram feitas através do MEV para medição do tamanho da partícula. Os resultados mostraram para o tempo e rotação utilizada não se obteve nanopartículas, sendo necessário variar rotação e tempo em busca do resultado satisfatório.

Palavras-chave: Nanopartículas de Alumínio, Moinhos de Alta Energia, Moinho Planetário, Dissipação de energia térmica.

1. INTRODUÇÃO

Uma nanopartícula é classificada em termos de tamanho se o seu diâmetro possuir um intervalo entre 1 e 100 nanômetros de acordo com Pinto (2008). Geralmente os nanomateriais são fabricados sob forma de pó seco e um dos processos de fabricação mais conhecidos é a Moagem. Esse processo de fabricação foi utilizado para obtenção de materiais nanoestruturados por Pinto (2008), Carreño *et al.* (2008), assim como diversos autores encontrados na literatura, onde divergem apenas quanto aos parâmetros de ensaio.

No entanto um dos problemas da utilização desse método é a grande quantidade de energia térmica gerada durante a moagem que resulta no processo de re-soldagem que causa o aumento dessas partículas. Portanto como solução para esse problema propõe-se que a moagem seja realizada em duas etapas, utilizando dois moinhos distintos, com diferentes valores de rotação e tempo de moagem, permitindo um intervalo de parada durante a moagem para dissipação da energia térmica e consequentemente refino do grão.

Sendo assim o objetivo deste trabalho é obter nanopartículas de alumínio produzidas pelo método de moagem caracterizado por duas etapas de trabalho, uma com o moinho atritor e a outra com o moinho planetário. Por consequência analisar a viabilidade de dividir o processo de moagem em duas etapas, assim como, o efeito da dissipação de energia térmica no tamanho do grão.

2. EMBASAMENTO TEÓRICO

Neste tópico será apresentado o embasamento teórico dos dois temas centrais do trabalho: Nanotecnologia e Moagem.

2.1 Nanotecnologia

De acordo com Chaupis *et al.* (2011) a nanotecnologia é a construção de dispositivos e materiais funcionais mediante controle da matéria em escala nanométrica. Pinto (2008) define nanomateriais como aqueles cujas dimensões não ultrapassem 100 nanômetros. Já Pierri *et al.* (2005) delimitou essas dimensões em 150 nanômetros. Ferreira and Rangel (2009) foram mais específicos e disseram que no estudo da nanociência as dimensões não podem ultrapassar 100 nm em pelo menos direção, como os nanotubos ou as nanofibras abordados por eles, onde seus diâmetros possuem escalas nanométricas enquanto que os comprimentos podem variar alguns micros ou milímetros.

Zarbin (2007) diz que as propriedades dos materiais são dependentes das dimensões de suas partículas e que é equivocado determinar uma faixa aceitável de dimensão para definir uma partícula como nanométrica, pois o relevante é que as dimensões se encontrem abaixo do tamanho crítico, definido pelo autor como aquele capaz de alterar suas propriedades.

2.2 Moagem

A Moagem de Alta Energia (MAE) é uma técnica de processamento de pós que permite a produção de materiais homogêneos partindo da mistura de pós elementares. Desenvolvida a partir da década de 1960, é utilizada para obter materiais nano estruturados, reações no estado sólido, materiais amorfos, ligas metaestáveis e soluções sólidas supersaturadas Suryanarayana (2001).

O processo pode ser analisado de acordo com o tempo de moagem. A MAE é caracterizada por ações repetidas de soldagem a frio, fratura e re-soldagem do pó. No início do processo de moagem, as partículas frágeis são fragmentadas e as partículas dúcteis tornam-se planas por um processo de micro forjamento. As partículas planas sofrem soldagem a frio, enquanto as partículas frágeis são distribuídas na superfície do material de menor dureza Nowosielski and Pilarczyk (2005).

Com essa adesão das partículas frágeis endurecidas após soldagem às partículas de dureza menor, há um aumento do tamanho de partícula. Com o passar do tempo novas superfícies do pó são formadas, sendo estas aptas ao processo de soldagem e consequente endurecimento, determinando um segundo estágio onde predomina o mecanismo de soldagem a frio.

Em um terceiro estágio, já com elevado tempo de moagem e após vários ciclos de deformação ocorre uma saturação do encruamento nas partículas, dificultando a soldagem a frio e iniciando o seu refinamento através da predominância do mecanismo de fratura. Na etapa mais prolongada do processamento, há a consolidação das partículas compósitas, atingindo um estado homogêneo em todas as partículas Silva and Brotzen (1991).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

O alumínio é o metal mais abundante, além de ser classificado como condutor, característica que para os sólidos está relacionado com a capacidade de dissipação térmica, portanto o material foi selecionado com base nessa característica visando sua aplicação futura.

O alumínio, fonte de matéria prima para produção das nanopartículas, foi obtido como refugo da indústria metal-mecânica e foi colocado em um moinho do tipo atritor horizontal, com recipiente de aço inoxidável e esferas de aço cromo, a uma rotação de 800rpm por 1h, porém para dissipação da energia térmica após 30min o moinho foi desligado permitindo um resfriamento do material, e após 24h foi moído novamente por 30min a mesma rotação. Posteriormente os pós foram peneirados numa sequência de peneiras até 270mesh para desaglomerar.

Após essa primeira etapa no moinho atritor, o material foi pesado numa balança de precisão, onde a amostra que ficou com 30g foi submetida a uma nova moagem agora em um moinho planetário marca NOAH e modelo NQM-2 Planetary Ball Mill. A rotação do carrossel foi de 159rpm e a do tanque de 318rpm, durante 6h de moagem com intervalos de 15min para resfriamento do material a cada 30min de moagem.

O moinho atritor horizontal está ilustrado na fig.1. (A). A Figura 1 (B) mostra o moinho planetário, ambos do Laboratório de Moagem de Alta Energia do Departamento acadêmico de Tecnologia Mecânica do Instituto Federal da Bahia, Campus Salvador.



Figura 1: Foto dos moinhos utilizados. (A) Moinho Atritor (B) Moinho Plantário.

Além da rotação e tempo de moagem, outro parâmetro relevante é a relação entre a massa das esferas utilizadas e a massa da mostra. Além desse parâmetro a utilização, ou não, de um aditivo dispersante deve ser pontuado. Neste trabalho a relação esfera/amostra utilizada foi de 30/1, e foi utilizado ácido esteárico como aditivo dispersante na razão de 2% em base mássica. Após a moagem, utilizou-se a peneira vibratória circular para promover a separação do material.

4. RESULTADO E DISCUSSÃO

Nos primeiros 30min no moinho atrito, o alumínio que estava na forma de cavaco passou a condição de pó, mas só após a moagem completa de 1h que o material foi submetido à análise de MEV para observar o tamanho das partículas moídas como mostrada na Fig. 2.

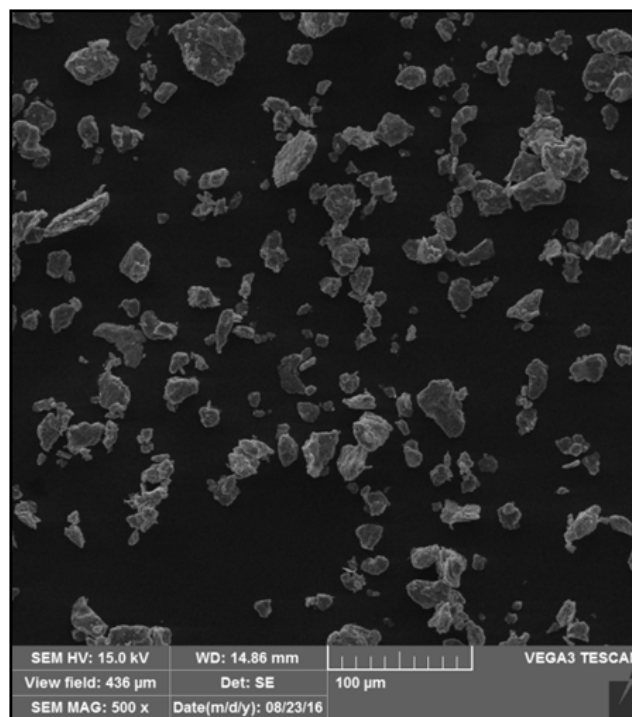


Figura 2: MEV das partículas de Al com ampliação de 50x.

Ao observar a escala na Fig. 2 verifica-se que as partículas apresentam forma irregular e as dimensões não ficaram em escala nanométrica, na verdade os menores grãos estão na faixa de $10\mu m$. Isso é devido aos parâmetros da Moagem de Alta Energia - MAE como: tempo e velocidade de rotação. A MAE é caracterizada pela micro soldagem das partículas,

ou o que Carvalho (2013) chama de soldagem a frio, que resulta no aumento do grão. dos Santos Torres and Schaeffer (2009) também abordaram a discussão da aglomeração dos grãos. Ainda na Fig 2 observa-se que os grãos apresentam forma irregular, com um perfil plano. Após analisar os resultados da primeira etapa, o material que já se encontrava no estado de pó em escala micrométrica, foi moído no planetário. A Figura 3 mostra o resultado após 6h de moagem.

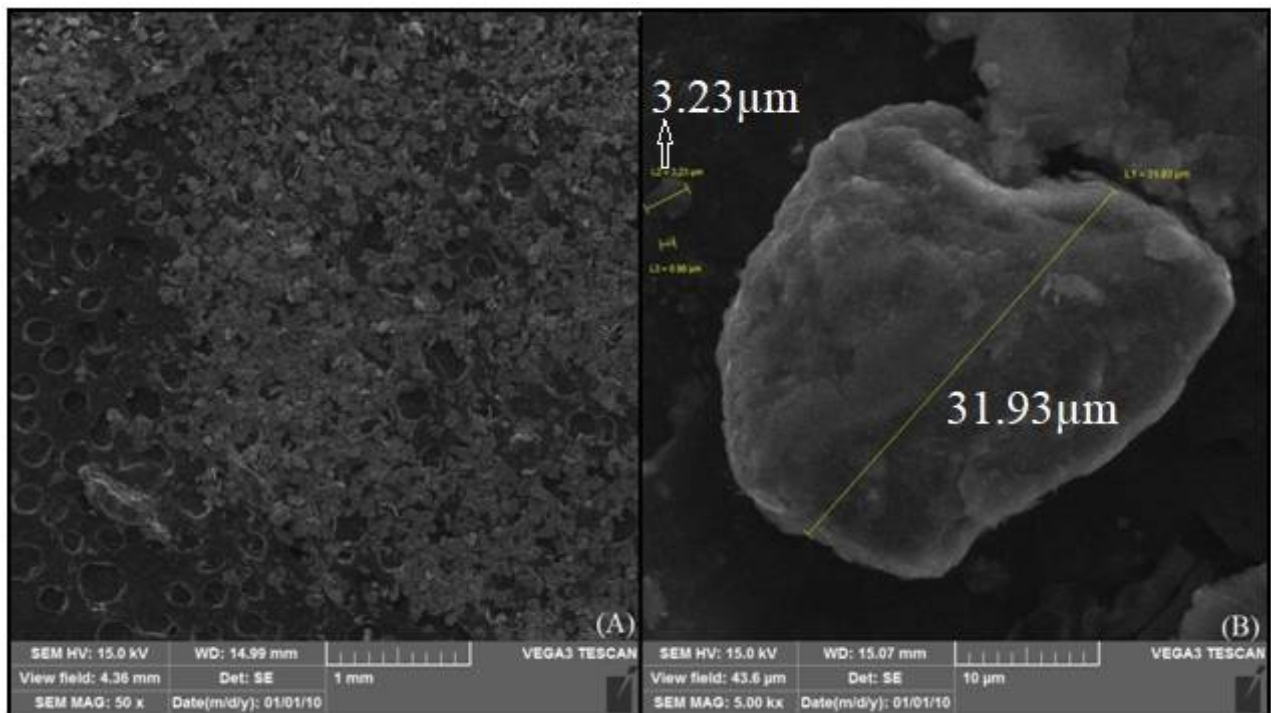


Figura 3: MEV das partículas de Al após 6h de moagem, com ampliação de 50x (a) e 5000x (b)

Através da Microscopia Eletrônica de Varredura apresentado na Fig. 3 (A) percebe-se que se trata de um aglomerado de partículas, o que é uma característica do processo de moagem. A Figura 3. (B) a partícula com dimensões micrométricas ainda, distante da hipótese lançada no início do trabalho. Essas condições de ensaio não garantiram o refino do grão a escalas nanométricas. Sendo assim, o uso do aditivo e o tempo de resfriamento para dissipação da energia térmica não contribuí para um resultado favorável como o resultado apresentado por Brunatto (2017) que obteve partículas nanométricas através de moinho de bola.

Em sua dissertação o autor referido concluiu que quanto menor o tamanho das esferas menor a dimensão da partícula. Entretanto Brunatto (2017) determinou a dimensão da partícula por três métodos onde conclui que o melhor resultado é pelo ensaio de adsorção de nitrogênio pelo método BET. Carreño *et al.* (2008) também apresentou valores nanométricos para o compósito produzido em um moinho atritor, esses valores foram calculados pela equação de Scherrer.

A equação de Scherrer pode ser outro meio de avaliar o tamanho da partícula, uma vez que calcula a distância do cristalito. Mesmo utilizando métodos matemáticos para determinação do tamanho do grão, a Microscopia Eletrônica de Varredura é essencial para analisar o estado que as partículas se encontram, pois sua geometria e a aglomeração das partículas, resultando em grãos que podem chegar até escala micrométrica, limitam as aplicações das nanopartículas.

5. CONCLUSÃO

A associação do moinho atritor com o moinho planetário não apresentou resultados favoráveis, para as configurações de ensaios realizados neste trabalho.

O uso de aditivo para repulsão das partículas, a redução da velocidade e o resfriamento intervalar para dissipação da energia térmica e assim reduzir o processo de re-soldagem, refinou o tamanho do grão, quando comparado com os resultados do moinho atritor, no entanto não foi suficiente para atingir níveis nanométricos.

Sendo assim é necessário avaliar outras configurações de ensaio como: variar o tempo de moagem, tempo de resfriamento, relação massa/esfera e dimensões das esferas. E assim estabelecer a correlação dessas variáveis com o tamanho da partícula e com fator de aglomeração.

6. AGRADECIMENTOS

Ao Instituto Federal da Bahia – Campus Salvador, em especial a equipe dos laboratórios de Moagem de Alta Energia e Caracterização de Materiais, do Departamento Acadêmico de Tecnologia Mecânica, pelo apoio nas atividades desenvolvidas. Agradecer também a FAPESB pela bolsa de iniciação científica para os alunos do curso de Engenharia Mecânica.

7. REFERÊNCIAS

- Brunatto, M.L., 2017. *Eficiência da moagem de pó cerâmico em moinho agitador de esferas*. Master's thesis.
- Carreño, N.L.V., Garcia, I.T.S., Santos, L.P., Fabbro, M.T., Keyson, D., Leite, E.R., Longo, E., Fajardo, H.V. and Fajardo, L.F.D., 2008. "Nanocompósitos cerâmicos a partir do processo de moagem mecânica de alta energia."
- Carvalho, J.F.d., 2013. *Nanopartículas de magnetita com oxacilina obtida por moagem de alta energia para aplicações biomédicas*. Master's thesis, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- Chaupis, J.E.R. *et al.*, 2011. "Simulação numérica de nanofluidos escoando no interior de dutos retos".
- dos Santos Torres, C. and Schaeffer, L., 2009. "7. sinterização do compósito metal duro wc-co". *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, Vol. 4, No. 3.
- Ferreira, H.S. and Rangel, M.d.C., 2009. "Nanotecnologia: aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise".
- Nowosielski, R. and Pilarczyk, W., 2005. "Structure and properties of Fe-6.67% C alloy obtained by mechanical alloying". *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 162, pp. 373–378.
- Pierri, J., Maestrelli, S., Pallone, E. and Tomasi, R., 2005. "Dispersão de nanopartículas de zro". *Cerâmica*, Vol. 51, pp. 08–12.
- Pinto, G.B., 2008. *Análise do efeito do tempo da moagem de alta energia no tamanho de cristalito e microdeformação da rede cristalina do WC-Co*. Master's thesis, Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- Silva, J.R.G. and Brotzen, F.R., 1991. "Elaboração mecânica de ligas". *Metalurgia-ABM*, Vol. 47, No. 396.
- Suryanarayana, C., 2001. "Mechanical alloying and milling". *Progress in materials science*, Vol. 46, No. 1-2, pp. 1–184.
- Zarbin, A.J., 2007. "Química de (nano) materiais". *Química Nova*, Vol. 30, No. 6, p. 1469.

8. RESPONSABILIDADE AUTORAIS

O(s) autor(es) é(são) o(s) único(s) responsável(is) pelo conteúdo deste trabalho.

EVALUATION OF THE TWO-STAGE GRINDING METHOD FOR THE PRODUCTION OF ALUMINUM NANOPARTICLES

Luanda Kívia de Oliveira Rodrigues, luandakivia@ifba.edu.br¹

Gilmar Souza Gomes Junior, gilmargomes@ifba.edu.br¹

Francisco Jairan Dionizio Pedro, francisco.jairan@ufba.br²

Raimundo Jorge Santos Paranhos, raimundojsparanhos@hotmail.com¹

José Ubiragi de Lima Mendes, ubiragi@ct.ufrn.br³

¹Instituto Federal da Bahia-Campus Salvador, Departamento Acadêmico de Tecnologia Mecânica, Rua Emídio dos Santos, Barbalho, Salvador-BA.

²Universidade Federal da Bahia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Industrial, Rua Prof. Aristides Novis, Federação, Salvador-BA

³Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Departamento de Engenharia Mecânica, Lagoa Nova, Natal-RN

Resumo: Generally nanomaterials are manufactured in the form of dry powder and one of the best known manufacturing processes is milling. However a common problem in this process is the re-welding that causes the increase of these particles. To solve this problem it was thought to divide the manufacturing process into two stages, with intervals for dissipation of the thermal energy and thus to produce aluminum nanoparticles. In the first stage the aluminum swarf was placed in a high energy grinding mill at a rotation of 800rpm for 1h with interval every 30min. In the second step the material, already in the powder state, was placed in a planetary mill for a grinding time of 6h with interval every 30min. Particle characterization was done through the MEV to measure the particle size. The results showed with for the time and rotation used no nanoparticles were obtained, being necessary vary rotation and time in search of the satisfactory result.

Palavras-chave: Nanoparticles of Aluminum, High Power Mills, Planetary Mill, Dissipation of thermal energy.