

Propiedades microestructuras de la refinación de la aleación amorfa $Al_{54}Nb_{45}B_5$ mediante aleación mecánica

Propriedade microestrutural do refinamento da liga amorfa $Al_{54}Nb_{45}B_5$ por moagem mecânica

Dr. Luciano Nascimento^I, MSc. Anastasiia Melnyk^{II}

luciano.ufpe@gmail.com

^I Centro de Tecnologia e Geociências-CTG/UFPE, Cidade Universitária, Recife, Brasil, ^{II} Centro de Ciências, Letras e Artes-CLA/UFPB, Cidade Universitária, Brasil

Recibido: 17 de febrero de 2016

Aprobado: 22 de noviembre de 2016

Resumen

La aleación amorfa $Al_{54}Nb_{45}B_5$ tiene un costo extremadamente bajo y se puede aplicar en muchos sectores de la industria química y petroquímica porque su deformación mecánica es alta debido a la presencia de (Nb o B), el aluminio que actúa principalmente como refinadores de grano para mejorar sus propiedades mecánicas y térmicas mediante el uso de molienda de alta energía. El uso combinado de niobio y boro (fases intermetálicas se forman mediante la adición de polvos de Nb y Al) en lugar de niobio o de boro, de forma individual, es una forma muy eficaz para refinar el tamaño de grano de la aleación Al-Nb-B en su microestructura, sin proporcionar un gran número de defectos e imperfecciones en sus estructuras cristalinas. En el presente trabajo se compara el efecto del tamaño de partícula provocado por la adición de niobio y boro en $Al_{54}Nb_{45}B_5$, obtenido en molino de alta energía bajo atmósfera de argón y caracterizado por Difracción de Rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Barrido y Energía Dispersiva (MEB/EDS).

Palabras clave: aleación amorfa, refinamiento microestructural, molino de alta energía.

Resumo

A liga amorfa $Al_{54}Nb_{45}B_5$ tem um custo extremamente baixo e pode ser aplicada em muitos setores da indústria química e petroquímica porque sua deformação mecânica é alta devido à presença de (Nb ou B), pois a sua deformação mecânica é alta devido à presença de (Nb ou B) no alumínio atuando, principalmente, como refinadores de grão para melhorar suas propriedades mecânicas e térmicas usando a moagem de alta energia. O emprego combinado de nióbio e boro (fases intermetálicas são formadas por meio de adição de pós de Al e Nb), em vez de nióbio ou de boro, individualmente, é uma forma altamente eficaz para refinar o tamanho do grão de liga de Al-Nb-B na sua microestrutura, sem apresentarem um grande número de defeitos e imperfeições em suas estruturas cristalinas. Com esse intuito o presente trabalho comparou o efeito do refino do grão promovido pela adição de nióbio e pela adição do boro na $Al_{54}Nb_{45}B_5$ obtidas por moinho de alta energia sob atmosfera de argônio e analisadas por Difratomia de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura e Energia Dispersiva (MEV/EDS).

Palavras chave: liga amorfa, refinamento microestrutural, moagem de alta energia.

Introdução

O alumínio é um metal leve ($\rho = 2,70 \text{ g/cm}^3$), resistente à corrosão, bom condutor de calor e eletricidade, possui brilho e tem um baixo ponto de fusão – $658 \text{ }^\circ\text{C}$, por suas excelentes propriedades físico-químicas; entre as quais se destacam o baixo peso específico, a resistência à corrosão, a alta condutibilidade térmica e elétrica, possui baixa resistência à tração (σ_T), cerca de 90 MPa, podendo alcançar 180 Mpa.

Diversos compostos de íons Al^{3+} apresentam relevância industrial no mundo atual, como, por exemplo: $\text{Al}(\text{OH})_3$, Al_2O_3 , $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ e haletos de alumínio, dos quais os dois primeiros, usados para a produção do metal, são os de maior importância econômica. Dentre as principais aplicações dos compostos de alumínio, destacam-se o tratamento para obtenção de água potável, o tingimento de tecidos, a manufatura de produtos de higiene, medicamentos, refratários e catalisadores. O alumínio não ocorre na forma elementar na natureza. Devido à alta afinidade pelo oxigênio, ele é encontrado como íon Al^{3+} , na forma combinada, em rochas e minerais. Embora constitua apenas cerca de 1 % da massa da Terra, é o primeiro metal e o terceiro elemento químico (O = 45,5 %; Si = 25,7 %; Al = 8,3 %; Fe = 6,2 %; Ca 4,6 %; outros = 9,7 % em massa) mais abundante da crosta, ou seja, da superfície que pode ser economicamente explorada pelo homem.

O alumínio é encontrado em rochas ígneas, como os feldspatos (aluminossilicatos tridimensionais) e as micas (silicatos lamelares); em minerais como a criolita ($\text{Na}_3[\text{AlF}_6]$), o espinélio (MgAl_2O_4), a granada ($[\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3]$) e o berilo ($\text{Be}_3\text{Al}_2[\text{Si}_6\text{O}_{18}]$); e no coríndon (Al_2O_3) que é o mineral que apresenta o maior teor de Al (52,9 %). Muitas pedras preciosas contêm alumínio e algumas são formadas pelo próprio óxido (coríndon) – rubi e safira, por exemplo, são formas impuras de Al_2O_3 contendo os íons Cr^{3+} e Fe^{3+} , que conferem às gemas as cores vermelha e amarela, respectivamente.

Muitas das propriedades físicas do alumínio estão relacionadas a sua estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC). Dentre as principais propriedades do alumínio destaca-se sua densidade, que é cerca de um terço da densidade do ferro; a condutividade elétrica do alumínio é relativamente alta, sendo cada vez mais empregado para cabos de transmissão devido ao custo mais baixo (a condutividade elétrica do alumínio de alta pureza é cerca de 65 % em relação ao cobre e a do alumínio com pureza comercial é cerca de 60 % da condutividade elétrica do cobre) e a condutividade térmica do

alumínio é cerca da metade da condutividade do cobre e três vezes maior que a do ferro, tornando-o um material adequado para trocadores de calor.

Apesar de ser o metal mais abundante na crosta terrestre, ele não se encontra naturalmente na forma de metal, mas na forma de óxido (Al_2O_3) no minério da bauxita. O Al_2O_3 propicia uma resistente película protetora que impede a continuação da oxidação. A película formada à temperatura ambiente geralmente tem espessura entre 25 Å e 50 Å e é suficiente para resistir à corrosão. A estabilidade dessa película também está relacionada à alta temperatura de fusão do Al_2O_3 , que é superior a 2 000°C.

Ligas amorfas base de alumínio, estão sendo investigadas intensivamente devido às suas propriedades mecânicas, físicas e químicas. Geralmente, ligas amorfas ricas em Al são submetidas a um processo de cristalização em duas fases mediante aquecimento [1]. A primeira transformação envolve cristalização primária de fases Al-fcc dentro da matriz amorfa. A segunda transformação envolve desvitrificação residual da matriz amorfa em vários compostos intermetálicos. Observou-se que a cristalização preliminar da fase Al-fcc ocorre em resfriamento rápido em ligas de Al-Ni-Ce (-Cu) e em vidros metálicos do tipo Al-Ni-La levando particionamento do soluto [2]. A diminuição da solubilidade do soluto dos átomos no cristal induz em regiões de soluto enriquecida em torno do cristal. Isto influencia a cinética do crescimento dos cristais de Al-fcc no interior da matriz amorfa. Em algumas ligas amorfas ricas em Al, podem formar fases metaestáveis.

A existência de fases metaestáveis em ligas de Al-Ni-Re depende do raio atômico da terra rara. Quanto menor for o raio atômico do elemento de terras raras, maior é a probabilidade da formação destas fases metaestáveis. No sistema de Al-Ni-La, uma fase metaestável do tipo bcc dependendo da concentração de Ni e La, isto pode ocorrer [3]. Diversos estudos mostram que, dependendo da taxa de resfriamento, podem ser obtidas estruturas mistas em escala manométrica composto por partículas de Al-fcc e por uma matriz amorfa [4]. O tamanho e a variação da fração volumétrica das nanopartículas de Al-fcc também são influenciados pela taxa de resfriamento. Este processo conduz a um aumento na resistência à tração, com tensão máxima de 1 560 MPa em aproximadamente 25 % de deformação para um tamanho médio de grão entre 3 e 5 nm. Estas ligas fundidas são materiais comuns usados para fabricar componentes de engenharia para os setores de transporte, especialmente o automotivo, devido à facilidade de sua formação por meio de processos de fundição ea redução intrínseca do peso dos componentes estruturais que envolvem o seu emprego [5]. Além disso, o

requisito estrito para a redução do consumo de combustível e, performances mecânicas, portanto, a poluição esgotado gás, bem como a concepção de componentes estruturais com menor peso e avançados estão empurrando a indústria automotiva para o emprego de uma maior quantidade de metais leves, e Al vai definitivamente ter um papel importante [6]. As ligas amorfas formam um grupo de materiais metálicos não-cristalinos caracterizados por não possuírem longa distância, uma estrutura atômica ordenada, como na maioria dos cristais [7]. O princípio básico de obtenção destes materiais é por solidificação rápida de metais a partir de seu estado fundido. Nestes processos, as taxas de resfriamento devem ser elevadas, suficiente para que a solidificação ocorra sem haver a cristalização. As ligas nanocristalinas, por sua vez, são obtidas a partir das ligas amorfas, e receberam a denominação nanocristalina devido à sua estrutura de grãos da fase Co-Nb-Si em escala nanométrica, na ordem de 1 a 100 nm. É bem conhecido que uma maneira para melhorar as propriedades mecânicas estáticas e dinâmicas de metais é conseguindo estruturas de grão fino [8]. Os compostos intermetálicos amorfos formados a partir da reação de nióbio (Nb) presente no refinador do grão e do Al da liga Al-Nb-B, formam soluções supersólidas com várias fases que são de interesse em nível termodinâmicos e em processos catalíticos, sendo pouco estudados vários investigadores [9]. Conseqüentemente, Nb-B inoculação não deve apresentar nenhum efeito de envenenamento. Suas propriedades mecânicas das ligas Al-Si devem ser melhoradas, pois o alongamento é significativamente melhor em ligas Al-Si com adição Nb-B formando regiões de fases intermetálicas. Partículas intermetálicas são menores em amostras com adição de Nb-B, formando regiões amorfizáveis. Macroporosidade reduzido é perceptível em ligas com a adição de Nb-B [10]. Esta porosidade reduzida poderia ser reduzida usando o KBF_4 adição de sal; no entanto com a utilização de Al-Nb-B liga principal da fração de porosidade é ainda menor, também a porosidade encolhimento é minimizado. O fenômeno de macrosegregação de soluto está relacionado com diferenças na composição química em ordem macroscópica em amostras de Al-Nb-B, o qual pode apresentar diferenças significantes entre regiões internas e externas.

Segregação positiva e negativa são desvios na média da composição, onde a segregação positiva significa mais alto conteúdo de soluto na liga e a negativa significa menor concentração, em relação à composição nominal rica em composto intermetálicos de Nb-B e Al-Nb [11]. Em condições de crescimento dendrítico, os canais interdendríticos contêm líquido rico em soluto devido à difusão lateral de soluto de suas fases.

Associado à contração, o líquido rico em soluto é solidificado em direção à interface livre da base do braço dendrítico, produzindo alta concentração de soluto nas regiões mais externas. Ligas de Al-Nb-B tipicamente apresentam esse comportamento, o qual é conhecido como segregação inversa. As morfologias macro e microestruturais apresentam forte influência na resistência à corrosão e também de microestruturas de ligas de alumínio [12-13]. Geralmente, o processo de resistência à corrosão depende da taxa de resfriamento imposta durante a solidificação, que afeta no tamanho dos braços dendríticos, na redistribuição de soluto, e no comportamento eletroquímico do soluto e solvente dependendo de como são distribuídos. Vale ressaltar que Nb é um dos elementos com a restrição de maior fator de crescimento, que desempenha um papel importante no refinamento de Al por meio de nucleação heterogênea [14].

O mecanismo por trás do refinamento de grão de Al tem sido um tema de debate e foram propostas várias teorias: diagrama de fases / teoria peritética, teoria da hipernucleação e do soluto. Resumindo, o emprego comercial da liga Al-Nb-B, é com base em pesquisa científica, pois B reage com o Nb e Al, formando AlB₂ e Nb₃B ricas em fases intermetálicas. Portanto, o objetivo deste trabalho é apresentar e discutir o desenvolvimento de Al-Nb-B ligas principais com foco na caracterização dos fenômenos que ocorrem durante a sua produção, onde as ligas de Al-Nb-B são usadas para introduzir inoculantes Nb-B em diferentes materiais baseados em Al e Si, a fim de avaliar a sua potência de refinamento do grão e de sua microestrutura. As propriedades mecânicas das ligas de alumínio são fortemente dependentes do efeito macrosegregação dendrítica. Esta liga é extremamente de custo relativamente baixo, porém com aplicações em muitos setores da indústria química e petroquímica. O intensivo estudo de ligas amorfas à base de alumínio nas últimas décadas continua a busca de composições adequadas e o desenvolvimento de processos para a produção de peças amorfas volumosas, fator esse que abre o caminho para estudos de consolidação de fitas ou pós-amorfos em temperaturas dentro do intervalo ΔT_x com o intuito de se obter peças com estruturas especiais e de alta resistência mecânica.

O processo de consolidação por extrusão a quente apresenta um grande potencial para a consolidação de fitas ou de pós-provenientes de compósitos de estrutura parte amorfas e parte cristalina, desde que se consiga manter um rigoroso controle dos parâmetros de processo, tais como a temperatura e a taxa de deformação.

Materiais e métodos

Os pós dos elementos alumínio, nióbio e boro, conforme a sua granulometria (peneira de 100 mesh), tendo uma pureza de 99,9 % cada um dos elementos, provenientes da Aldrich Chemical, foram pesados nas proporções adequadas à composição ($\text{Al}_{54}\text{Nb}_{45}\text{B}_5$). Os pós foram pesados em uma balança analítica, com resolução de 10^{-4} g, para obter a respectiva composição nominal da liga de $\text{Al}_{54}\text{Nb}_{45}\text{B}_5$. O processo de moagem de alta energia foi realizado a seco em um moinho de bolas planetário Fritsch P-5 sob atmosfera de argônio, usando esferas (19 mm de diâmetro) e vaso (225 mL) de aço inoxidável, velocidade de 300 RPM e uma relação de massas esferas/pós de 10:1. Este procedimento foi realizado por 3 h. Diante da ocorrência de mecanismos de soldagem a frio excessiva durante o processo de moagem de alta energia de partículas dúcteis sobre as superfícies do vaso e das esferas, optou-se pela continuação da moagem em meio líquido (álcool isopropílico) por mais 1h, para a recuperação dos pós previamente soldados. Para a identificação das fases da liga amorfa ($\text{Al}_{54}\text{Nb}_{45}\text{B}_5$), foi usado um difratômetro Shimadzu XRD 6000, utilizando radiação de CuK_α com comprimento de onda ($\lambda=1,5406 \text{ \AA}$).

As medidas foram tomadas para uma ampla gama de ângulos de difração (2θ) que variam de 20° a 120° com passo angular de $0,05^\circ$ e com tempo de contagem por ponto igual a 2,4 s. A microscopia de varredura eletrônica (MEV) foi obtida utilizando um microscópio FEI-COMPANY modelo QUANTA 500 com tensão de 30 kV. Para melhorar a condutividade das amostras, estas foram recobertas com fina camada de ouro. A análise química foi realizada através por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS). A evolução microestrutural do pó durante a moagem foi investigada via Difração de Raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A difração de raios x foi utilizada para identificar as fases presentes dos pós-obtidos por moinho de alta energia com e sem tratamento térmico.

Resultados e discussão

Morfologia da Partícula

Na figura 1 a morfologia das partículas foi investigada pela microscopia eletrônica de varredura (MEV), em todos os tempos de moagem, e foi possível verificar que apesar da irregularidade e a variação do tamanho das partículas do pó, o resultado final não foi influenciado.

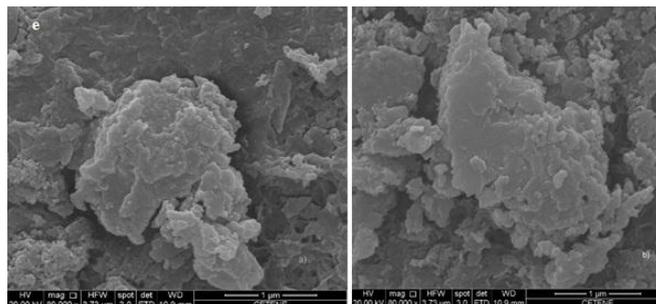


Fig. 1. Morfología das partículas do pó da liga de Al₅₄Nb₄₅B₅ em a) 5h e b)15h.

Essa variação no tamanho das partículas é inerente à moagem que decorre entre o processo de deformação seguido de soldagem e quebra das partículas. É observado um empilhamento, em camadas, de partículas que foram deformadas e soldadas uma sobre outra no processo da Moagem de Alta Energia para melhor refinamento do grão e da sua microestrutura. O aumento no tempo de moagem facilita o refinamento dos grãos, isto é, no tempo de moagem com 5 h e 15 h conforme a moagem, no MEV da figura 1, ocorre um aumento de 10^4 vezes de um aglomerado denso de partículas irregulares e muito finas em relação ao início da moagem. Apesar de um refino tão acentuado o processo ainda continua com o empilhamento de partículas deformadas e soldadas de forma sobreposta.

Evolução microestrutural

O difratograma de raios x na figura 2 apresenta as fases em soluções sólidas S e com compostos metálicos de alumínio (Al) (nas posições 2θ de 43° e 67° de estrutura tetragonal), ϵ -NbB₂ (nas posições 2θ de 32° e 42° de estrutura hexagonal) do binário ϕ -Nb₅B₂. E do binário ω -Al₂Nb₃ a fase existente é o δ -AlB₂ de estrutura hexagonal na posição 2θ de 45° sobreposto ao pico do Al [15]. As fases presentes são na sua maioria intermetálicos dos binários Nb-B e Al-B, e a solução sólida do alumínio no nióbio. Com o tratamento térmico as fases da solução sólida e do alumínio puro tendem a se transformar em fases intermetálicas estáveis, com a evolução do tempo de moagem. O processo de difusão com que os átomos de boro, amorfiza a estrutura para elétrons que migre com maior facilidade para as redes cristalinas do nióbio e do alumínio deformando a rede e formando as fases intermetálicas dos binários AlB e NbB ,pois o aumento do tempo de moagem refina a microestrutura da liga Al₅₄Nb₄₅B₅.

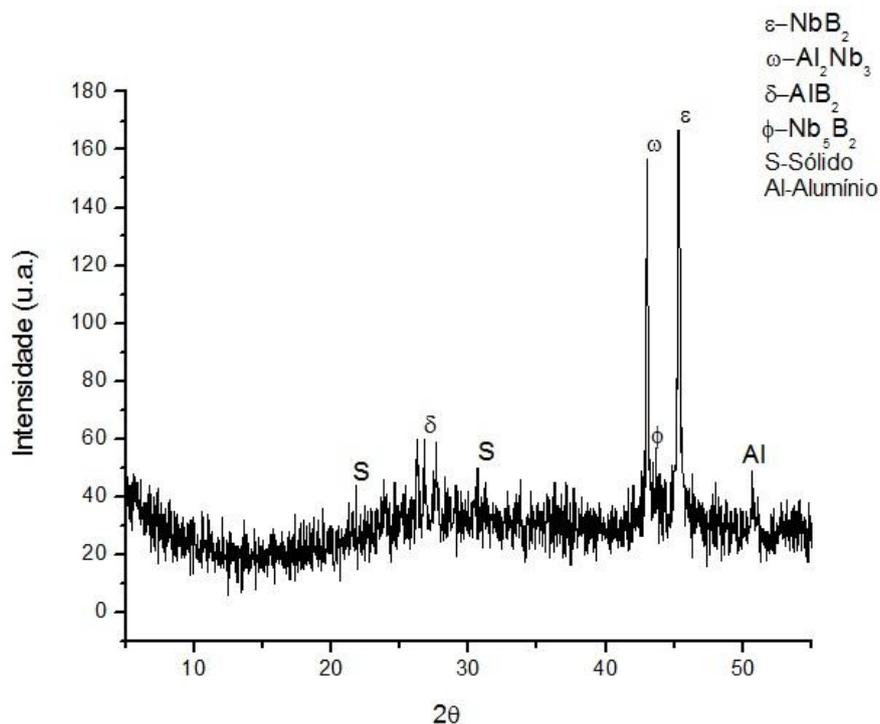


Fig. 2. Difratoograma de Raios X da evolução da liga amorfa $Al_{54}Nb_{45}B_5$.

Essa solução sólida do alumínio no nióbio é comprovada pelo aumento do parâmetro de rede do nióbio. Na figura 3 pode-se observar a variação do parâmetro de rede do Nb com o tempo de moagem.

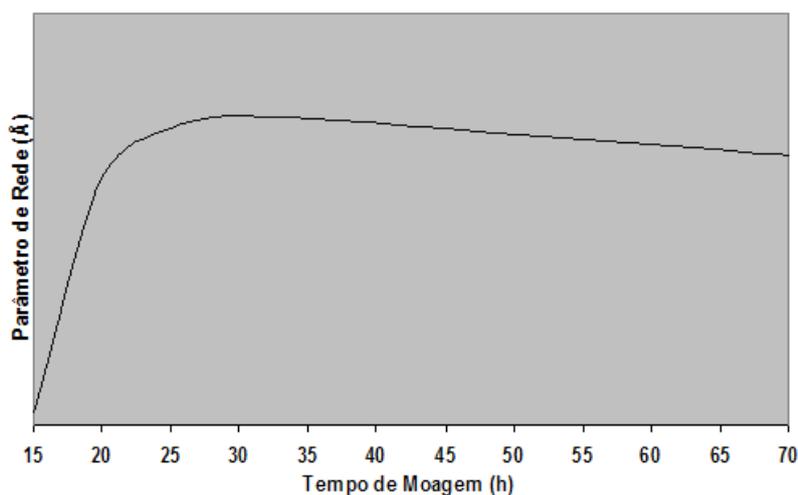


Fig. 3. Evolução do parâmetro de rede do Al e Nb da liga $Al_{54}Nb_{45}B_5$.

Os átomos de alumínio são introduzidos na rede cristalina do nióbio alongando seu parâmetro de rede até um determinado tempo, que ainda permanece cúbica, e em

seguida tem uma leve diminuída pela continuação do processo da moagem, conforme a figura 3. A formação de uma solução sólida indica que a liga esta atingindo um maior grau de homogeneização. O EDS da figura 4 mostra uma região amostra rica em Al e Nb com presença do B amorfizando a liga Al₅₄Nb₄₅B₅ de maiores concentração de alumínio, e nióbio se complexando com Oxigênio e B onde existem regiões ricas em nióbio com presença de intermetálicos. A presença da fase amorfa na amostra devido à pequena porcentagem de fase amorfa presente, sendo que a intensidade dos picos de Al-fcc e Nb-fcc são muito superiores quando comparados aos correspondentes à fase amorfa, isto por que a composição da fase amorfa é induzida pelo o B que amorfiza o sistema e forma intermetálicos junto com o Nb, alterando a difusão de Al da fase amorfa para a fase cristalina na Al₅₄Nb₄₅B₅ pelas maiores concentrações vista no EDS.

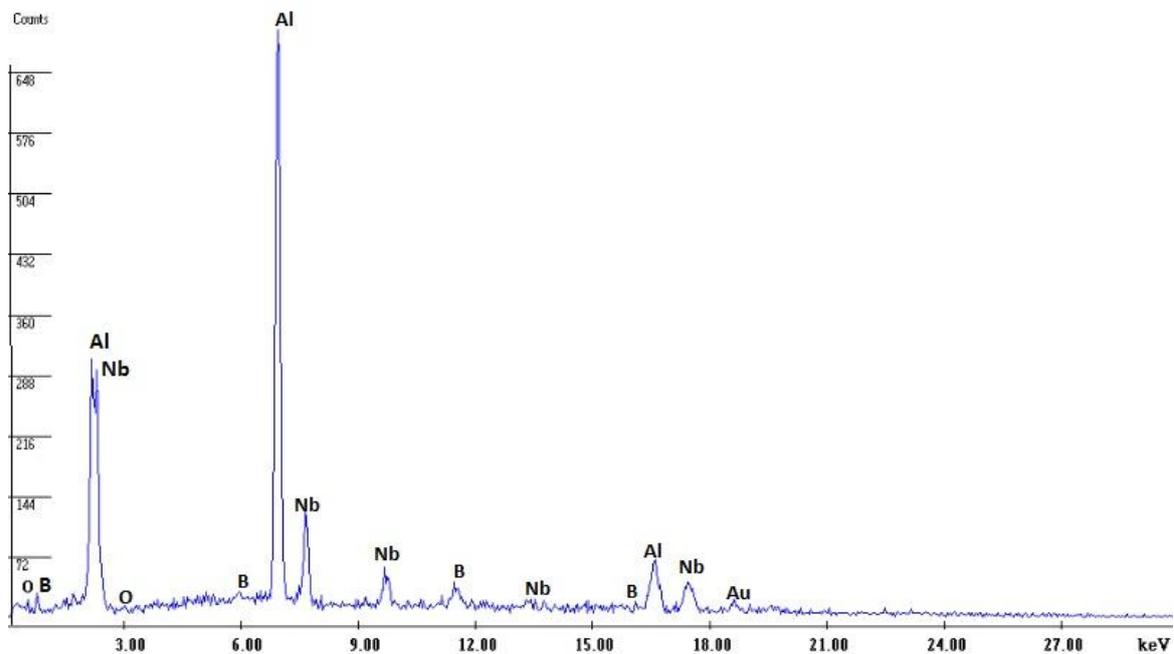


Fig. 4. EDS da amostra rica em Al e Nb com presença do B amorfizando a liga Al₅₄Nb₄₅B₅.

Conclusão

O processo por moinho de alta energia com os parâmetros utilizados mostrou-se eficiente na obtenção da liga Al-Nb-B coma amorfização da mesma como foi observado no difratograma de raios-x com fases intermetálicas;

A partir de 5 h e 15 h de moagem há formação de uma fase desconhecida rica em nióbio que foi caracterizada como uma solução sólida do alumínio no nióbio, se

complexando com o boro constatando a solubilidade do nióbio na liga. Essa fase ainda permanece com estrutura cúbica original do nióbio, porém com seu parâmetro de rede alongado pela introdução do alumínio na rede;

A moagem proporcionou, além da formação de liga, uma morfologia com partículas refinadas com formatos irregulares. Esse refino é observado não apenas em proporções macro, mas também microestrutural, indicando uma distribuição homogênea de partículas de segunda fase que permitiram um refinamento nos grãos de alumínio. O processamento de refinamento e parâmetros utilizados é suficientemente bom para fabricar a liga Al-Nb-B, porque o nióbio é completamente dissolvido (solução de fases termodinâmicas), juntamente com o boro que amorfiza as regiões junto com o alumínio, criando regiões de fases intermetálicas e amorfas. No entanto, a otimização da adição de pó de Nb para prevenir a sua oxidação, melhor B, tendo maior resistência à corrosão; Este trabalho também demonstra que a adição destas ligas mestre Al-Nb-B para alumínio e suas ligas introduz potentes inoculantes Nb-B, que promovem o refinamento da estrutura de grãos via nucleação heterogênea. Nb-B é eficaz na inoculação diferente de Al-Si fundido em ligas solidificou-se sob várias temperaturas e em condições de resfriamento.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao PRH 28 / MCT / ANP pelo o apoio financeiro deste trabalho e ao Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos-MMM do Departamento de Física do Centro de Ciências Exatas e da Natureza da UFPE, e ao CETENE.

Referências

1. INOUE, A. "Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems". *Progress in Materials Science*. 1998, **43**, 365-520.
2. HONO, K.; Y. ZHANG, Y.; TSAI, A.; INOUE, A.; SAKURAI, T. "Solute partitioning in partially crystallized Al-Ni-Ce(-Cu) metallic glass". *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1995, **32**, 191-1965.
3. BAREKAR, N. *Effect of melt-spinning process parameters on the microstructure of Al-Ni-La alloys*. Master thesis, Indian Institute of Technology, 2006.

4. SAHOO, K. L.; WOLLGARTEN, M.; KIM, K. B.; BANHART, J. “Crystallization behavior and microhardness evolution in Al_{92-x}Ni₈La_x amorphous alloys”. *Journal of Materials Research*. 2005, **20**, 2927-2933.
5. NOWAK, M.; YEOH, W. K.; BOLZONI, L.; BABU, N. H. “Development of Al–Nb–B master alloys using Nb and KBF₄ Powders”. *Materials and Desig.* 2015, **75**, 40–46.
6. NOWAK, M.; BOLZONI, L.; BABU, N. H. “Grain refinement of Al–Si alloys by Nb–B inoculation. Part I: Concept development and effect on binary alloys”. *Materials and Design*. 2015, **66**, 366–375.
7. NASCIMENTO, L. *Estudo das Ligas Amorfas na Reação de Oxidação com Aplicabilidade na síntese do Metanol e Produção de Olefinas*. Projeto de Tese de Doutorado (Doutorado em Engenharia Química), Universidade Federal de Pernambuco, Recife-PE, 2013.
8. MCCARTNEY, D. G. “Grain refining of aluminium and its alloys using inoculants”. *Int. Mater. Ver.* 1980, **34**, 247–260.
9. BOLZONI, L.; NOWAK, M.; BABU, N. H. “Assessment of the influence of Al–2Nb–2B master alloy on the grain refinement and properties of LM 6 (A413) alloy”. *Materials Science & Engineering A*. 2015, **628**, 230–237.
10. SIGWORTH, G. K. “The grain refining of aluminum and phase relationships in the Al–Ti–B system”. *Metall. Trans. A*. 1984, **15**, 277–82.
11. AL-ZAIN, Y.; KIM, Y. H.; MIYAZAKI, S. “Effect of B addition on the microstructure and superelastic properties of aTi-26Nb alloy”. *Materials Science & Engineering A*. 2015, **644**, 85–89.
12. JIA, M. T.; ZHANG, D. L.; GABBITAS, B.; LIANG, J. M.; KONG, C. “A novel Ti–6Al–4V alloy microstructure with very high strength and good ductility”. *Scripta Materialia*. 2015, **107**, 10–13.

13. CAI, B.; ZHENG, Z. Q.; HE, D. Q.; LI, S. C.; LI, H. P. "Friction stir weld of 2060 Al-Cu-Li alloy: Microstructure and mechanical properties". *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, **649**, 19-27.

14. LI, Y. L.; FENG, H. K.; CAO, F. R.; CHENA, Y. B.; GONG, L. Y. "Effect of high density ultrasonic on the microstructure and refining property of Al-5Ti-0.25C grain refiner alloy". *Materials Science and Engineering A*. 2008, **487**, 518-523.

15. JUNG, H.; MANGELINCK NOËL, N.; BERGMAN, C.; BILLIA, B. "Determination of the average nucleation undercooling of primary Al-phase on refining particles from Al-5.0 wt % Ti-1.0 wt % B in Al-based alloys using DSC". *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, **477**, 622-627.