



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO – UFPE
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ANDRÉ EMANOEL POROCA LINS

***Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio
AA1100 com Reforço Cerâmico de Óxido de Zinco através de
Técnicas de Metalurgia do Pó***

Dissertação submetida ao PPGEM
para Obtenção do Grau de Mestre
em Engenharia Mecânica área de
Materiais e Fabricação do
Departamento de Engenharia
Mecânica da UFPE.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho

Recife, janeiro de 2015

ANDRÉ EMANOEL POROCA LINS

**Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio
AA1100 com Reforço Cerâmico de Óxido de Zinco através de
Técnicas de Metalurgia do Pó**

Dissertação submetida ao PPGEM
para Obtenção do Grau de Mestre
em Engenharia Mecânica área de
Materiais e Fabricação do
Departamento de Engenharia
Mecânica da UFPE.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho

Recife, janeiro de 2015

Catálogo na fonte
Bibliotecária Maria Luiza de Moura Ferreira, CRB-4 / 1469

L759f

Lins, André Emanuel Poroca.

Fabricação de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA1100 com reforço cerâmico de Óxido de Zinco através de técnicas de metalurgia do pó / André Emanuel Poroca. - Recife: O Autor, 2016.
94 folhas, il.

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco.
CTG. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica, 2016.
Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Metalurgia do pó (MP). 3. Compósitos de matriz metálica de alumínio (CMM). 4. Óxido de zinco (ZnO). 5. Moagem de alta energia (MAE). I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de (Orientador). II. Título.

621 CDD (22. ed.)

UFPE/BCTG/2016-56

28 de janeiro de 2015

“FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA1100 COM REFORÇO CERÂMICO DO ÓXIDO DE ZINCO ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ”

ANDRÉ EMANOEL POROCA LINS

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENGENHARIA DE MATERIAIS E FABRICAÇÃO

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO
ORIENTADOR/PRESIDENTE

Prof. Dr. JORGE RECARTE HENRÍQUEZ GUERRERO
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO (UFPE)

Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)

Prof. Dr. JOSÉ CARLOS DA SILVA OLIVEIRA (UFPE)

Primeiramente, a Deus e minhas queridas esposa Jaqueline e filha Valentina, pelos momentos de ausência na dedicação à formação acadêmica.

AGRADECIMENTOS

A Deus pela saúde e ter me propiciado condições e sabedoria para a realização deste trabalho.

A minha esposa Maria Jaqueline e filha Maria Valentina, pela espera e paciência nos momentos de minha ausência e motivação a mim concedida.

Aos meus pais Adolfo Lins e Tereza Poroca pela educação, formação e conselhos de incentivo.

Ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho, o qual acreditando em meu potencial, me iniciou o traçou os caminhos para superar os desafios, com apoio e ensinamentos para a realização deste trabalho.

A UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, DEMEC – Departamento de Engenharia Mecânica e PPGEM – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

A meus amigos e companheiros de curso Rogério Pontes, Alexandre Douglas e Carlos Júnior que tanto me ajudaram com as dificuldades ao longo do curso e compartilharam juntos comigo os momentos de frustrações e sucessos.

Ao Laboratório de Dispositivos e Nanoestruturas (LDN) da UFPE, Laboratório de Micrografia do DEMEC, em especial aos técnicos do laboratório de MEV e Microscopia Ótica, que me ajudaram nas análises das amostras.

Aos ex-chefes e amigos Antonio Troque e Pedro Rosas, que acreditaram em mim e prestaram todo apoio no início dessa jornada.

RESUMO

Os materiais com óxido de zinco vêm passando por um rápido desenvolvimento devido as suas potenciais aplicações em uma ampla variedade de áreas tecnológicas, tais como eletrônica, catálise, cerâmica, fotodetectores, sensores, células solares, entre outras. Porém, torna-se fundamental o estudo das propriedades, condições de síntese e aplicações. Um material que vem se destacando devido as suas propriedades mecânicas, elétricas, magnéticas, ópticas e químicas é o óxido de zinco (ZnO). No óxido de zinco tais propriedades dependem principalmente do tamanho e morfologia de suas partículas. O avanço no desenvolvimento de materiais com óxido de zinco vem recebendo bastante destaque no meio científico e se tornando de fundamental importância devido à interdisciplinaridade entre vários campos da ciência, e por permitir a obtenção de novos materiais com melhores propriedades físicas e químicas. O objetivo principal desse trabalho é produzir um compósito de matriz de alumínio AA1100, reforçado com material cerâmico, o óxido de zinco (ZnO), utilizando o processo de metalurgia do pó e técnica de moagem de alta energia. Para tanto, utilizou-se a caracterização por microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX) e difração a laser para avaliar as características do compósito, além de verificar as propriedades mecânicas inerentes e constatar a superioridade em relação a materiais produzidos de forma convencional. No primeiro momento é feita a avaliação da mistura dos pós produzidos, segundo variação percentual do reforço e tempo de processamento, com o objetivo de obter dados iniciais. Em seguida, é feito o processamento das misturas dos pós para compactação e sinterização; visando obter pastilhas do compósito, nas quais serão feitos ensaios e caracterização microestrutural, e por fim avaliação de resultados e conclusões.

Palavras-chaves: metalurgia do pó (MP), compósitos de matriz metálica de alumínio (CMM), óxido de zinco (ZnO), moagem de alta energia (MAE).

ABSTRACT

The zinc oxide composite materials are undergoing rapid development due to their potential applications in a wide variety of technological areas such as electronics, catalysis, ceramics, photodetectors, sensors, solar cells, among others. However, it is fundamental the studies of the properties, synthesis conditions and applications. A material that has been highlighted due to its mechanical, electrical, magnetic, optical and chemical properties is the zinc oxide (ZnO). In zinc oxide such properties mainly depend on the size and morphology of the particles. The technological progress in the development of materials with zinc oxide has been receiving a lot of attention in the scientific community and becoming of paramount importance due to several interdisciplinary fields of science, and for allowing the obtaining of new materials with improved physical and chemical properties. The main objective of this work is to produce matrix composites of aluminum alloy AA1100, reinforced with ceramic material, the zinc oxide (ZnO), the process of using powder metallurgy technique and high energy milling. For this we used the characterization by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD, and laser diffraction to evaluate and compare the features of composite, besides checking the mechanical properties and see the inherent superiority over conventionally produced material. At first assessment is made of the mixture of powders produced according to percentage change in the reinforcement and processing time, in order to obtain initial data. Then the processing is done mixtures of powders for compaction and sintering, to obtain tablets composite in which are made tests and microstructural characterization, and ultimately evaluating the results and conclusions.

Keywords: *powder metallurgy (PM), metal matrix composites of aluminum (CMM), zinc oxide (ZnO), high energy milling (HEM).*

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Justificativa	2
1.2 Objetivos	2
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. Materiais compósitos	4
2.2. Evolução histórica	4
2.3. Materiais de reforço	6
2.4. Classificação dos compósitos	8
2.5. Ligas de alumínio	15
2.6. Óxido de zinco (ZnO)	22
2.7. Dureza vickers	24
2.8. Metalurgia do pó	25
2.9. Moagem de alta energia	39
2.10. Microscopia eletrônica de varredura	43
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS	45
3.1. Pós de partida	46
3.2. Esferas de aço	47
3.3. Agente controlador de processo	47
3.4. Lubrificante	48
3.5. Atmosfera	48
3.6. Pesagem dos pós e dos compósitos	48
3.7. Recipiente de moagem dos pós	49
3.8. Moagem dos pós	49
3.9. Análise da granulometria dos pós	50
3.10. Difração de raios X dos pós	50

3.11. MEV dos pós	51
3.12. Matriz de compactação	52
3.13. Compactação dos pós	53
3.14. Pastilhas do compósito compactadas	54
3.15. Sinterização das pastilhas	54
3.16. Análise das pastilhas do compósitos sinterizadas	55
3.17. Embutimento, lixamento e polimento das seções superficial e transversal das pastilhas	56
3.18. Limpeza das seções embutidas	57
3.19. Ataque químico das seções embutidas	58
3.20. Microscopia ótica das seções das pastilhas	59
3.21. Microdureza Vickers das seções das pastilhas	59
3.22. MEV das seções superficial e transversal	60
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
4.1. Caracterização das pastilhas do compósito	61
4.2. DRX para identificação das fases	70
4.3. Densificação das pastilhas compactadas e sinterizadas	73
4.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	74
4.5. Microscopia ótica das seções transversais e superficiais das pastilhas	78
4.6. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) das seções superficial e transversal das pastilhas	81
4.7. Ensaio mecânicos	85
5. CONCLUSÕES	87
6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	89
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	90

LISTA DE FIGURAS

Número da Figura	Descrição	Página
2.1	Importância relativa das diferentes classes de materiais utilizadas pela humanidade ao longo de sua história.	6
2.2	Tipos de reforços para os compósitos.	9
2.3	Ilustração de compósitos de matriz metálica e tipos de reforços: partículas, whiskers e fibras longas.	11
2.4	Conteúdo de alumínio utilizado em painéis de fechamento (closures) de veículos leves.	16
2.5	Quantidade em massa de componentes automotivos fabricados em alumínio no oeste europeu.	16
2.6	Estrutura cristalina da forma wurtzita do ZnO	23
2.7	Gráfico estatístico de publicações indexadas relacionadas a aplicação de ZnO em nanoestruturas, referentes ao período de 2004 a 2013.	24
2.8	Ilustração e detalhamento do penetrador usado para ensaio de dureza Vickers.	25
2.9	Comparativo entre a técnica MP e outros processos de fabricação: resistência mecânica.	28
2.10	Distribuição de aplicações típicas de peças sinterizadas através da MP.	28
2.11	Evolução de peças sinterizadas em automóveis - (1995) a 2004.	29
2.12	Fluxograma de processamento - metalurgia do pó convencional	30
2.13	Comportamento típico das etapas de peças sinterizadas.	35
2.14	Ilustração do aspecto das partículas na sinterização	35
2.15	MEV de partículas sinterizadas	36
2.16	Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final.	36
2.17	Diversos formatos de partículas de pó	38

2.18	Detalhamento esquemático da moagem de alta energia	40
2.19	Evolução da morfologia das partículas submetida ao processo de moagem de alta energia	41
2.20	Esquema de moinho tipo atritor	43
2.21	MEV em amostras de látex de estireno-butadieno modificado (à direita) e não-modificado (à esquerda)	44
3.1	Fluxo de processo do procedimento de fabricação do compósito de matriz de alumínio AA1100 com reforço de ZnO	45
3.2	Pós de AA1100 com 5% de óxido de zinco por 60 minutos (1) e AA1100 com 10% de óxido de zinco por 30 minutos (2)	47
3.3	Meio de moagem, esferas de aço.	47
3.4	Balança de precisão com quatro casas decimais	49
3.5	Jarra de aço inox 304L, utilizada como recipiente de moagem.	49
3.6	Moinho tipo SPEX. jarra do suporte (1); visualização externa do moinho vibratório (2).	50
3.7	Difratômetro Siemens, detalhe externo (1) e interno (2)	51
3.8	Detalhamento do MEV Laboratório de Física – UFPE (1) ; marca e modelo do equipamento (2)	52
3.9	Detalhamento do MEV do LDN – UFPE (1) ; Marca e modelo do equipamento (2)	52
3.10	Matriz de compactação desmontada (1) e matriz de compactação montada (2).	53
3.11	Interior do forno tipo mufla e matriz de compactação (1); Exterior do forno tipo mufla (2)	53
3.12	Detalhe da prensa hidráulica e da matriz de compactação (1) e (2)	54
3.13	Ciclo de sinterização da liga AA 1100 + ZnO.	55
3.14	Distribuição das pastilhas no forno para sinterização.	55
3.15	Detalhamento da ISOMET “cut off”.	56
3.16	Detalhe da lixadeira	57
3.17	Detalhe da politriz	57
3.18	Detalhe da limpadora por ultrassom	58
3.19	Cortes das seções superficiais e transversais embutidas (1) e	58

	cortes das seções lixadas, polidas, limpas e reveladas (2)	
3.20	Análise por microscopia ótica.	59
3.21	Detalhe do microdurômetro	59
3.22	Preparação das amostras (1); inserção das amostras para análise (2).	60
4.1	Granulometria por difração a laser: AA 1100	61
4.2	Granulometria por difração a laser: ZnO	61
4.3	Gráfico tamanho de partículas do AA 1100 e ZnO	62
4.4	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 30 minutos MAE.	62
4.5	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 60 minutos MAE.	62
4.6	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 120 minutos MAE.	63
4.7	Gráfico excel [5%]: tamanho da partícula X grupos percentuais.	63
4.8	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 30 minutos MAE.	64
4.9	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 60 minutos MAE.	64
4.10	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 120 minutos MAE.	64
4.11	Gráfico excel [10%]: tamanho da partícula X grupos percentuais.	65
4.12	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 30 minutos MAE.	65
4.13	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 60 minutos MAE.	66
4.14	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 120 minutos MAE.	66
4.15	Gráfico excel [15%]: tamanho da partícula X grupos percentuais.	66
4.16	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 30	67

	minutos MAE.	
4.17	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 60 minutos MAE.	67
4.18	Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 120 minutos MAE.	68
4.19	Gráfico excel [20%]: tamanho da partícula X grupos percentuais.	68
4.20	Gráfico excel: fração volumétrica d(0,1) do AA 1100 + ZnO	69
4.21	Gráfico excel: fração volumétrica d(0,5) do AA 1100 + ZnO	69
4.22	Gráfico excel: fração volumétrica d(0,9) do AA 1100 + ZnO	69
4.23	Resultado da difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 5% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.	71
4.24	Resultado da difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 10% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.	71
4.25	Resultado da difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 15% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.	72
4.26	Resultado da difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 20% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.	72
4.27	MEV do AA 1100, 500x (a), 1000x (b) e do ZnO, 15000x (c), 20000x (d).	75
4.28	MEV do AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 30 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	76
4.29	MEV do AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 60 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	77
4.30	MEV de AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 120 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	78
4.31	MO do AA1100 + 5% de ZnO - 120min MAE – seção superficial: 500x (a),1000x (b) - seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	79
4.32	MO do AA1100 + 10% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d)	79
4.33	MO do AA1100 + 15% de ZnO - 120 min MAE – seção	80

	superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	
4.34	MO do AA1100 + 20% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	80
4.35	MEV do AA1100 + 5% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b) – seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)	82
4.36	MEV do AA1100 + 10% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 2000x (a), 3000x (b) – seção transversal: 2000x (c), 3000x (d)	82
4.37	MEV do AA1100 + 15% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b) – seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)	83
4.38	MEV do AA1100 + 20% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b) – seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)	84
4.39	Gráfico da microdureza Vickers - seções superficial e transversal.	85

LISTA DE TABELAS

Número da Tabela	Descrição	Página
2.1	Propriedades de vários compósitos de matriz metálica reforçada com fibras contínuas e alinhadas	12
2.2	Classificação das ligas forjadas e fundidas	20
2.3	Designação básica das ligas de alumínio	21
4.1	Cálculo da densificação das pastilhas	73
4.2	Durezas das seções superficiais e transversais e o incremento na dureza com o aumento de reforço.	85

1. INTRODUÇÃO

Nas indústrias modernas de produção, procura-se ao mesmo tempo aumentar a produtividade e melhorar a qualidade do produto, tudo isso com menores custos possíveis e isto conduz ao uso de materiais cada vez mais avançados. Nos tempos atuais se exige mais de toda tecnologia disponível, vários projetos de engenharia surgem todos os dias, os quais exigem desenvolvimento de novas ligas e materiais, para que estes suportem cargas e esforços os mais diversos, aliados ao baixo peso, com métodos de processamento compatíveis e competitivos em relação a processos e materiais convencionais; tais materiais devem possuir também propriedades mecânicas superiores, estabilidade estrutural, resistências térmica e ao desgaste; além de otimizados, a baixos custos e menos poluentes ao meio ambiente. Diante de tamanhas necessidades, é preciso encontrar possibilidades que atendam essa demanda por tecnologia. A metalurgia do pó tem se mostrado bastante competitiva perante tais requisitos, de importância e aplicação promissora frente ao mercado e tecnologia atual, tornando-se uma das principais fontes de produção massiva de peças e aplicação de novos materiais.

Existem várias formas de se produzir materiais avançados através do controle da sua síntese, visando à obtenção de materiais com estrutura e propriedades adequadas para determinadas aplicações (BLOOR et al, 1994). A estrutura e constituição de novos materiais podem ser controladas com sucesso usando técnicas de processamento de não equilíbrio, assim como a síntese mecano-química por moagem de alta energia (SURYANARAYANA, 1999). A metalurgia do pó consiste na obtenção de peças e materiais a partir de constituintes na forma de pó, obtido por diversos processos (atomização, trituração, usinagem, etc), sendo em seguida devidamente misturados e homogeneizados para que ocorram as reações químicas necessárias à base. Feito isso, segue-se o tratamento mecânico (compactação) e tratamento térmico (sinterização). Por fim temos um material praticamente acabado com tolerâncias próximas das finais (*Near Net Shape*), requerendo-se operações subseqüentes de acabamento e dimensional, quando necessário.

1.1 Justificativa

Os desafios propostos na indústria atual exigem cada vez mais a aplicação de novos materiais fornecidos para fabricação e montagem dos mais diversos componentes, isso faz com que seja ampliada a pesquisa para elaboração de novos compósitos que combinem propriedades que não são encontrados em materiais convencionais e isolados, os quais possam suprir as necessidades mais iminentes do mercado global. O óxido de zinco (ZnO) é bastante atrativo e se destaca dentre outros óxidos devido à sua versatilidade, com variadas morfologias, características elétricas e magnéticas promissoras, além da possibilidade de preparação por métodos relativamente simples e de baixo custo. Essas características tem se mostrado cruciais para o delineamento e aplicação do ZnO em variados segmentos industriais e tecnológicos, entre outros. A fim de se obter características específicas para determinadas aplicações tecnológicas, foi necessário a escolha de uma rota de processamento através de moagem de alta energia, seguida por compactação e sinterização, conforme será apresentado.

1.2 Objetivos

1.2.1. Objetivo Geral

O propósito deste trabalho é a obtenção, fabricação e caracterização do compósito de matriz metálica de alumínio AA 1100 com adição de reforço cerâmico de óxido de zinco (ZnO) em diferentes concentrações e tempos de moagem, através de técnicas de metalurgia do pó (MP), moagem de alta energia (MAE) e compactação uniaxial a frio seguida de sinterização em atmosfera controlada.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Analisar a melhoria das propriedades mecânicas do alumínio AA 1100 com reforço de óxido de zinco (ZnO) em diferentes percentuais de massa e em diferentes tempos de moagem.
- Caracterizar as estruturas por difração de raio-X (DRX), a microestrutura dos pós processados por moagem de alta energia (MAE) por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), as microestruturas dos compósitos sinterizados por Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e a microdureza Vickers (HV) como propriedade mecânica.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Materiais compósitos

O campo dos materiais compósitos é ao mesmo tempo novo e antigo. É antigo na perspectiva de que muitos objetos naturais, incluindo o corpo humano, são compósitos. É novo na perspectiva de que somente a partir da década de 1960 é que foram desenvolvidos materiais compósitos fibrosos artificiais.

Define-se material composto como aquele que possui uma mistura de dois ou mais constituintes, sendo que ambos devem estar presentes em proporções razoáveis, de no mínimo 5%; as fases constituintes possuem propriedades diferentes; e a propriedade do composto é diferente das propriedades dos constituintes. Temos três classificações básicas quanto ao tipo: metais, cerâmicos e polímeros. Um material pode ser classificado ainda em apenas um grupo ou possuir características de um ou mais grupos. As propriedades desses materiais são classificadas em seis: mecânicas, elétricas, óticas, magnéticas, térmicas e deteriorativa. Os compósitos são materiais projetados de modo a conjugar características de outros dois ou mais materiais (SOUSA, 2012). Os Compósitos apresentam no mínimo duas fases distintas e com uma interface de separação entre elas (CHAWLA, 1987). Segundo CLYNE; WITHERS (1993), os constituintes dos compósitos são diferentes no aspecto químico e não são solúveis entre si.

Muitas aplicações tecnológicas exigem materiais com combinações incomuns de propriedades que não podem ser alcançadas por materiais poliméricos, cerâmicos e metálicos. Ao invés de desenvolver um novo material que pode ou não ter as propriedades desejadas para uma determinada aplicação, modifica-se um material já existente, através da incorporação de outro componente.

2.2. Evolução histórica

Historicamente, os materiais compósitos têm uma origem muito antiga, datando dos primórdios da humanidade. Tijolos para a construção civil, constituídos de barro argiloso com ramos secos de capim, provavelmente foram os primeiros tipos de material compósito artificial utilizado pela humanidade. Este tipo de material

foi citado, por exemplo, no livro do Êxodo por volta do ano 1300 antes de Cristo. Obviamente a boa resistência mecânica dos ramos vegetais compensava a baixa resistência do barro dos tijolos, que quando seco e sem o reforço das fibras, seria muito pouco resistente. Ainda hoje, este tipo de associação é utilizada, principalmente em países subdesenvolvidos. Mas a grande expansão no desenvolvimento e no uso dos materiais compósitos teve início na década de 70 (PADILHA, 2000).

A utilização dos materiais compósitos, desde o seu presumível primeiro exemplo, se deu de uma forma mais lenta principalmente em comparação com o desenvolvimento dos metais, ligas metálicas e outros materiais. O surgimento de fibras de vidro se deu no século 18, mas foi apenas em 1939 que fibras de vidro contínuas passaram a ser produzidas comercialmente, visando aplicações elétricas em altas temperaturas. Vinte anos depois, começaram a ser produzidas os reforços de fibras avançadas: fibras de boro (final da década de 1950) e Carbono (final da década de 1960). As fibras de carbono e de vidro são os principais agentes de reforço usados atualmente nos materiais compósitos.

Assim sendo, um grande impulso no desenvolvimento tecnológico dos materiais compósitos somente ocorreu a partir da década de 1960. Foram três fatores os principais responsáveis pelo aumento no desenvolvimento dos compósitos nesta época:

- 1) O grande desenvolvimento dos materiais poliméricos, que atualmente são os principais materiais utilizados como matrizes em compósitos;
- 2) O início da produção de fibras sintéticas (vidro, carbono, aramida, etc.) em larga escala;
- 3) A necessidade de novos materiais para estruturas de alto desempenho a serem utilizadas na corrida espacial e na corrida armamentista originada pela guerra-fria.

O fim da guerra fria, no final da década de 80, trouxe uma redução na pesquisa, desenvolvimento e utilização dos materiais compósitos na área militar. Felizmente, porém, a infraestrutura existente e os esforços de pesquisa

concentrados no setor militar para o desenvolvimento dos materiais compósitos têm-se deslocado para o setor civil. Novas linhas de aeronaves, artigos esportivos e mesmo estruturas de engenharia civil estão atualmente em desenvolvimento e aperfeiçoamento o que aumenta cada vez mais o consumo de materiais compósitos avançados (LIMA et al., 2008).

Esta recente disseminação da utilização dos materiais compósitos pode ser melhor observada no gráfico da Figura 2.1, que mostra a evolução histórica da importância relativa dos materiais para a tecnologia humana (ASHBY, 2005). Pode-se notar, que a importância relativa dos materiais compósitos como materiais de engenharia tende a aumentar e se tornar equivalente a das demais classes de materiais.

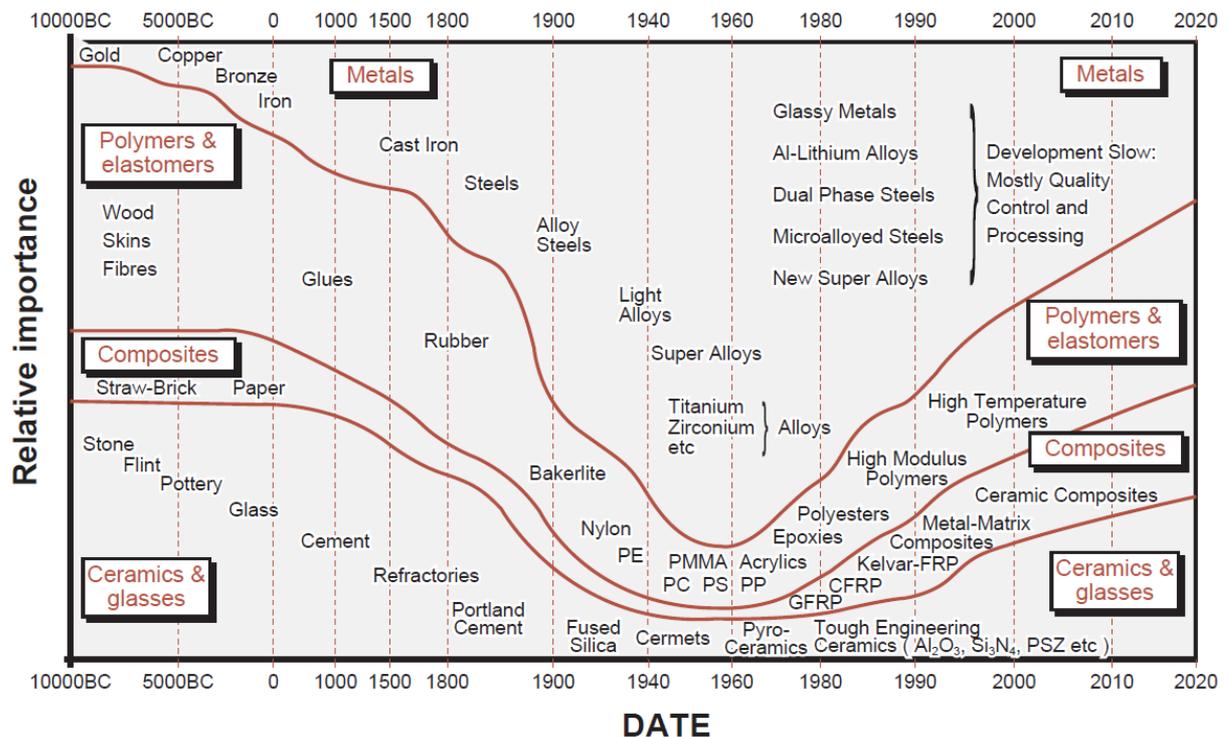


Figura 2.1 – Importância relativa das diferentes classes de materiais utilizadas pela humanidade ao longo de sua história. Fonte: Ashby (2005).

2.3. Materiais de reforço

Uma grande variedade de materiais de reforço e de matrizes está hoje disponível para o uso em materiais compósitos. A seleção de um reforço e de uma matriz a ser usado em um compósito não é arbitrária: as duas, ou mais, fases devem ser escolhidas quanto mais cuidadosamente quanto maior a eficiência desejada para

o material. Considerando, por exemplo, que se deseje um material que tenha que apresentar além de boa resistência mecânica e rigidez, expressa pelo módulo de Young (E), também deva ser utilizado em uma estrutura de baixo peso. A combinação entre uma matriz de baixo peso específico com um reforço de, por exemplo, alta rigidez, pode levar à obtenção de um compósito de elevada relação rigidez/densidade. Como esta característica é cada vez mais procurada atualmente para aplicações estruturais é comum a combinação de matrizes de baixa densidade, ou peso específico, com materiais de reforço de alta resistência mecânica e módulo de elasticidade.

A combinação de, por exemplo, uma matriz polimérica com uma fibra de carbono poderá resultar em um compósito de características intermediárias que apresenta uma rigidez próxima às ligas de titânio, porém com um peso específico muito menor.

Deve-se ressaltar que, matrizes metálicas geralmente não são reforçadas com os mesmos materiais de reforço que os polímeros, exatamente devido à possível perda de propriedades mecânicas numa associação deste tipo. Desta forma, materiais compósitos em matrizes metálicas, por exemplo, em ligas de alumínio, são reforçados com materiais cerâmicos, por exemplo, carbonetos metálicos, que possuem uma maior resistência mecânica do que a matriz metálica. Obviamente existem aspectos de caráter técnico que limitam a utilização de certos tipos de reforços em matrizes metálicas. Sob o ponto de vista de resistência mecânica, as fibras são os principais componentes utilizados para se fazer o reforço nos materiais compósitos, embora outras geometrias de reforços também podem ser utilizadas para este mesmo fim. As principais razões para esta utilização mais disseminada das fibras são três (MATTHEUS; RAWLINGS, 1999):

1. Tamanho do reforço, quanto menor o tamanho de um material menor o número médio de defeitos em sua seção reta e maior a sua probabilidade de suportar carregamentos mecânicos, ou seja, maior a sua resistência;
2. Efeito microestrutural, vez que certos materiais ao serem processados para se tornarem fibras podem ter a sua estrutura cristalina ou molecular orientada no sentido longitudinal (de fiação) aumentando a resistência da fibra obtida. Isto ocorre normalmente nas fibras de carbono e também nas fibras de *kevlar*;

3. Efeito geométrico, vez que a uma fibra possui uma relação área de contato/volume muito alta. Assim sendo, a fibra consegue melhor absorver e suportar os carregamentos impostos na matriz, que é menos resistente. Esta absorção é tanto maior quanto maiores forem, a relação comprimento/diâmetro da fibra e a coesão interfacial entre fibra e matriz.

2.4. Classificação dos compósitos

Materiais compostos possuem duas ou mais fases quimicamente distintas em uma escala microscópica, separadas por uma interface. O constituinte que é contínuo e geralmente está presente em maior quantidade é chamado de matriz. Normalmente, as propriedades da matriz são melhoradas com a incorporação de outro constituinte. Um material composto pode ter uma matriz metálica, cerâmica ou polimérica. O segundo constituinte é chamado de reforço, já que ele reforça ou melhora as propriedades mecânicas da matriz. Na maioria dos casos o reforço é mais duro, mais resistente e mais rígido que a matriz. Porém, existem exceções, como por exemplo, reforço de metal dúctil em matriz de cerâmica e reforço tipo borracha em uma matriz frágil de polímero. Ao menos uma das dimensões do reforço deve ser pequena, menor que 500 μm e algumas vezes da ordem de um micrômetro, podendo o reforço ser fibroso ou particulado.

Compósitos reforçados por partículas contêm a segunda fase como finas partículas aleatoriamente distribuídas na matriz Figura 2.2 (a). Em compostos com fibras, a segunda fase é principalmente unidimensional e pode ser alinhada com a matriz de forma contínua ou descontínua Figura 2.2 (b). Os que possuem camadas ou laminados, a segunda fase e componentes são bidimensionais. Eles podem também ser contínuos ou descontínuos Figura 2.2 (c). Esses tipos diferentes de microestrutura podem ser encontrados em níveis de tamanho nano, micro e macro.

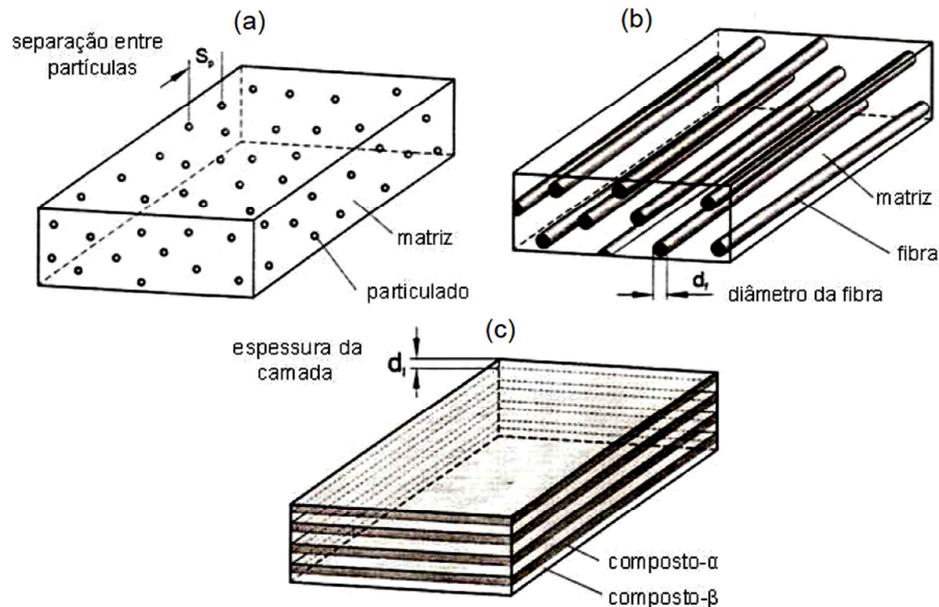


Figura 2.2 – Tipos de reforços para os compósitos. Fonte: Howard et al. (2003).

Podemos classificar os compósitos quanto ao tipo de matriz e quanto ao tipo de reforço. A matriz é a fase mais abundante e dúctil, sendo capaz de absorver impactos com amortecimento. O reforço é a fase em menor quantidade encontrada em um compósito e responde pela promoção de características adicionais a matriz, como o aumento de resistência mecânica ou resistência térmica (MOURA, 2013; YOSHIMURA, 1994).

Na classificação pelo tipo de matriz temos:

- Compósitos de matriz metálica (CMM)
- Compósitos de matriz cerâmica (CMC)
- Compósitos de matriz polimérica (CMP)

Nas décadas de 70 e 80, os compósitos mais estudados foram os de matriz polimérica. Com o tempo esses estudos evoluíram para utilização de matriz metálica e cerâmica. Pesquisas têm aumentado nesta última área.

Os Compósitos de Matriz Metálica (CMM) reforçados por partículas vem sendo estudados nos últimos 10 anos. Produzidos por metalurgia convencional, resultam em materiais com maiores módulos de elasticidade, maiores limites de resistência e melhores resistências à fadiga e ao desgaste. Em certos casos esses

CMM perdem algumas de suas propriedades como tenacidade e resistência a corrosão (RACK, 1990).

As características químicas e de resistência da interface entre o reforço e a matriz são particularmente importantes na determinação das propriedades de um composto. A resistência da interface deve ser suficiente para que o esforço seja transferido da matriz para o reforço. Porém, se a tenacidade for importante, é necessário que a interface não seja tão rígida para que não ocorra falha, como delaminação e descolamento da fibra. Outros parâmetros que podem influenciar significativamente as propriedades dos compostos são a forma, tamanho, orientação e distribuição do reforço e o tamanho do grão em matrizes policristalinas. Esses parâmetros, junto com a fração em volume, constituem o que é chamado de microestrutura do composto.

Porém, deve ser observado que a fração em volume ainda é o principal fator para a determinação das propriedades, sendo o parâmetro mais importante na influência das propriedades do composto. Além disso, é uma variável com a qual as propriedades de um composto podem ser alteradas da maneira que convier a aplicação (McALEVY, 1965).

2.4.1. Compósitos de matriz metálica (CMM)

Compostos de matriz metálica (CMM) foram inicialmente desenvolvidas na década de 1960, quando o boro, a grafita e fibras de aramida foram usadas como reforço. Como compostos de matriz polimérica se tornaram populares na década de 1970, o interesse em CMM diminuiu. Porém, a introdução de novos materiais cerâmicos como reforços encorajou o rápido desenvolvimento de CMM na década de 1990. O impulso por trás do desenvolvimento de CMM está na habilidade de obter interessantes combinações de propriedades e melhorar as propriedades mecânicas quando comparado aos materiais convencionais. CMM oferece maior rigidez, resistência mecânica, inclusive a elevadas temperaturas e uma melhor resistência ao desgaste. Além disso, o coeficiente de expansão térmica é menor e a densidade se mantém praticamente inalterada, desde que a fração em volume do reforço seja relativamente baixa (BATES, 1987).

Existem três grandes classes de composto em matriz metálica, dependendo do tipo de reforço na matriz: particulados, fibras e whiskers. Compostos particulados tendem a ser homogêneos e isotrópicos e podem ser formados usando técnicas de processamento de metais convencionais. Compostos de matriz metálica reforçadas com partículas são, portanto, mais propícios às metodologias de projetos convencionais e são geralmente mais baratos que os CMMs reforçados com fibra ou whiskers. Compostos de matriz de alumínio são caracterizados pela sua elevada razão resistência/peso. A resistência à tração específica do composto de matriz de alumínio pode ser de duas a três vezes maior que a do aço estrutural (BATES, 1987). Desta forma, esse material está sendo muito utilizado nas indústrias automotivas, aeroespacial/defesa, de equipamentos industriais e tecnologia.

A ideia básica dos CMM é combinar a excelente ductilidade e conformabilidade da matriz metálica com a elevada resistência dos materiais de reforço, seja para promover maior dureza às estruturas metálicas, ou para conferir leveza às estruturas utilizadas nas indústrias (MOURA, 2013).

A Figura 2.3 ilustra os três tipos mais comuns de reforços em compósitos de matriz metálica: particuladas, fibras curtas e descontínuas (Whiskers) e fibras longas.

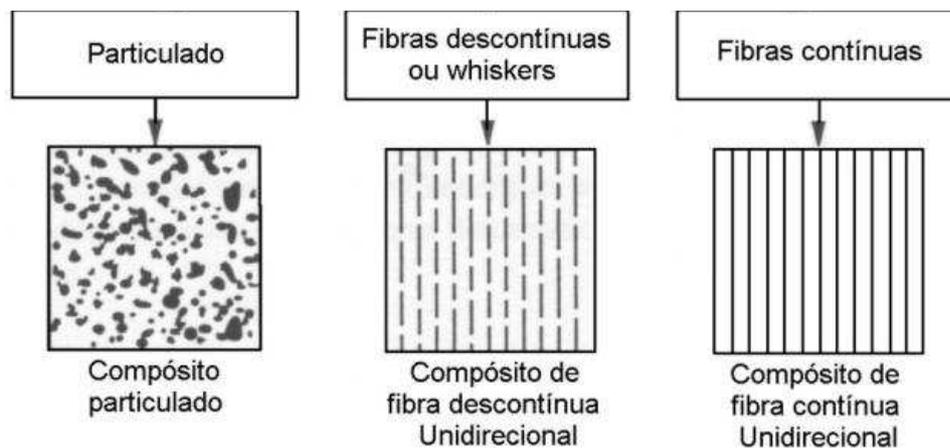


Figura 2.3 – Ilustrações de compósitos de matriz metálica e tipos de reforços: partículas, whiskers e fibras longas.

As superligas, bem como ligas de alumínio, magnésio, titânio e cobre, são empregadas como materiais de matriz. As concentrações do reforço variam normalmente entre 10 e 60% em volume. Incluem materiais de fibras contínuas de carbono, carboneto de silício, boro, óxido de alumínio e os metais refratários. Por

outro lado, os reforços descontínuos consistem essencialmente de carboneto de silício, fibras cortadas de alumínio e óxido de carbono, e as partículas de carboneto de silício e óxido de alumínio. Na Tabela 2.1 são apresentadas as propriedades de algumas matrizes de metal, contínua e alinhado de compósitos reforçados com fibras.

Tabela 2.1 - Propriedades de vários compósitos de matriz metálica reforçada com fibras contínuas e alinhadas

Fibras	Matriz	Concentração da Fibra (vol %)	Densidade (g/cm ³)	Módulo de elasticidade Longitudinal (GPa)	Resistência a Tração Longitudinal (MPa)
Carbono	6061 Al	41	2.44	320	620
Boro	6061 Al	48	-	207	1515
SiC	6061 Al	50	2.93	230	1480
Alumina	380.0 Al	24	-	120	340
Carboneto	AZ31 Mg	38	1.83	300	510
BorSiC	Ti	45	3.68	220	1270

Fonte: adaptado de Weeton et al. (1987). Engineers's Guide to Composite Materials.

Normalmente, o processamento de CMMs envolve pelo menos dois passos: a consolidação (introdução de reforço dentro da matriz), seguido por uma operação de moldagem. Uma série de técnicas de consolidação está disponível, alguns dos quais são relativamente sofisticado; CMMs com reforços de fibras descontínuas são passíveis de modelação pelas operações padrão de formação metal (forjamento, extrusão, laminação e etc.).

Os compósitos de matriz metálica de alumínio apresentam um campo vasto de desafios e oportunidades (MATAIX, 1999).

2.4.2. Compósitos de matriz cerâmica (CMC)

Os compósitos de matriz cerâmica são os mais utilizados pelo homem desde nossos primórdios. Eles são escolhidos por possuírem uma baixa densidade e resistência elevada a altas temperaturas. Os CMC podem operar em atmosferas corrosivas, resistentes à erosão e quimicamente inertes (CHAWLA, 1993), o que conduz, devido a essas características, a sobressaírem-se às cerâmicas comuns.

Os compósitos de matriz cerâmica possuem técnicas de processamento similar as utilizadas na produção de compósito de matriz metálica, com algumas

etapas específicas como impregnação de carbono a alta pressão, pultrusão (fibras são envolvidas por carboneto de silício fundido), oxidação direcionada e infiltração química de vapor.

Os CMC de reforços contínuos são muito utilizados na indústria aeroespacial, automobilísticas e eólicas, como por exemplo, na fabricação de isolamentos. Já os CMC de reforços descontínuos são utilizados em especial em ferramentas de cortes para usinagem e em outros componentes elétricos.

2.4.3. Compósitos de matriz polimérica (CMP)

Os compósitos de matriz polimérica são os que possuem o maior campo de aplicações podendo apresentar uma boa resistência mecânica dependendo do tipo de reforço utilizado (MORO; AURAS, 2007). As matrizes para esse compósitos são classificadas em dois tipos: termoplásticas e termo-endurecíveis. Esse tipo de matriz é a que possui a mais baixa densidade e apresenta a maior facilidade de processamento.

Os reforços mais utilizados nos CMP são:

- Fibra de vidro;
 - Boa relação resistência X preço;
 - Utilizada em cascos de navios; hélices de barcos; componentes para indústria naval; automotiva e aeronáutica; pranchas de surfe.
- Fibras de carbono, para 80 a 95% na concentração de carbono é assim designada; para 99% de carbono é chamada fibra de grafite;
 - Possui propriedades refratárias, boa resistência física e química mesmo em altas temperaturas;
 - Utilizada na indústria aeronáutica, automotiva e aeroespacial.
- Fibras de aramida: produzidas a partir de poliamidas aromáticas;
 - Boa resistência química e mecânica;
 - Boa relação rigidez X peso;
 - Baixo peso específico; designação comercial de kevlar.
- Fibra de boro que são utilizadas em aplicações de alto desempenho da indústria aeronáutica;

- Possui módulo de elasticidade superior à fibra de vidro em cerca de cinco vezes;
 - Possui peso maior;
 - Utilizadas também em matriz metálica e são relativamente caras.
- Fibras de menor exigência de projeto; amianto, sisal, poliamida e poliéster (MORO; AURAS, 2007; MOURA, 2013).

Devido à possibilidade de combinação de características de diferentes materiais, os compósitos têm sido alvo de intensas investigações nos últimos 10 anos, e mais recentemente, os CMM reforçados por partículas, produzidas por metalurgia convencional, com maiores limites de resistência e módulo de elasticidade, melhores resistências a fadiga e desgaste, mesmo perdendo algumas propriedades importantes, como resistência a corrosão e tenacidade (RACK, 1990).

Os compósitos, em sua grande maioria, podem explicar suas propriedades através da lei das misturas ou regra de fases, em função do conteúdo do reforço e das propriedades de ambos os constituintes. Em condições ideais, materiais compósito exigem um limite superior de propriedades mecânicas e físicas definidas pela equação a seguir (FROYEN; VERDLINDEN, 1994).

$$P_c = P_m V_m + P_r V_r$$

Onde:

P = Propriedades

V = Fração de Volume

c, m e r indicam respectivamente compósito, matriz e reforço.

O coeficiente de expansão térmica (CTE ou α_c) pode ser calculado aproximadamente seguindo a regra da mistura abaixo (FROYEN, VERDLINDEN, 1994):

$$\alpha_c = \frac{\alpha_m \cdot V_m \cdot K_m + \alpha_r \cdot V_r \cdot K_r}{V_m \cdot K_m + V_r \cdot K_r}$$

Onde:

K = Condutividade térmica

2.5. Ligas de alumínio

O alumínio vem desempenhando um papel crescente em diversos setores. Tanto suas ligas quanto no estado puro, é apropriado para o uso em vários produtos tanto para o consumidor final como para mercados de bens de capital. Os setores que mais empregam este metal são o de transporte, embalagens, construção, elétrico, consumo durável, maquinário e equipamentos. Num dos maiores mercados de alumínio no mundo, que é o setor de transporte, utiliza-se esse metal na produção de automóveis, ônibus, trailers, navios, vagões de trem e metrô, bem como aplicações no setor aeroespacial. Algumas características como baixa densidade e a possibilidade de reciclagem incentivaram um aumento do seu uso no setor automobilístico, com o objetivo de alcançar melhores resultados na eficiência do consumo médio de combustível.

A aviação também faz grande uso desse metal. A combinação de baixa densidade, resistência e conformabilidade fazem dele um candidato ideal para a fabricação em massa de aviões comerciais. Em algumas aeronaves chega a corresponder a aproximadamente 80% do peso do avião descarregado. O jumbo 747 da Boeing contém em torno de 75.000 kg de alumínio (MAHFOUD; EMADI, 2010).

O alumínio possui número atômico 13 (treze prótons e treze elétrons) com massa atômica 27 uma. Apesar de ser o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre, sendo sólido na temperatura ambiente, é o metal mais jovem usado em escala industrial. Mesmo utilizado milênios antes de Cristo, o alumínio começou a ser produzido comercialmente há cerca de 150 anos. Sua produção atual supera a soma de todos os outros metais não ferrosos.

Hoje, os Estados Unidos e o Canadá são os maiores produtores mundiais de alumínio. Entretanto, nenhum deles possui jazidas de bauxita em seu território, dependendo exclusivamente da importação. O Brasil tem a terceira maior reserva do

minério no mundo, localizada na região amazônica, perdendo apenas para Austrália e Guiné. Além da Amazônia, o alumínio pode ser encontrado no sudeste do Brasil, na região de Poços de Caldas (MG) e Cataguases (MG).

Uma maior demanda de produtos a base de alumínio e a globalização da indústria do alumínio contribuíram de forma significativa para o aumento da utilização da sucata na reciclagem de ligas. No setor automotivo, por exemplo, as oportunidades crescentes para aplicações em motores, transmissão, suspensão e na estrutura, devido à baixa densidade, oferecem uma real possibilidade de crescimento (Figura 2.4). A fabricação da carroceria em alumínio apresenta uma tendência de expansão que vêm se confirmando e já é adotada por fabricantes como Audi e Jaguar, conforme mostrado na Figura 2.5 (MILLER et al., 2000).

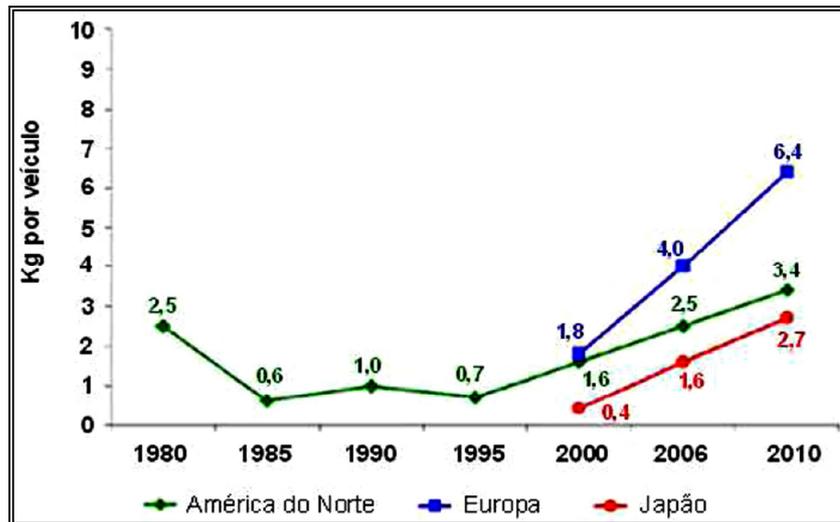


Figura 2.4 – Conteúdo de alumínio utilizado em painéis de fechamento (closures) de veículos leves.

Fonte: Richard (2005).

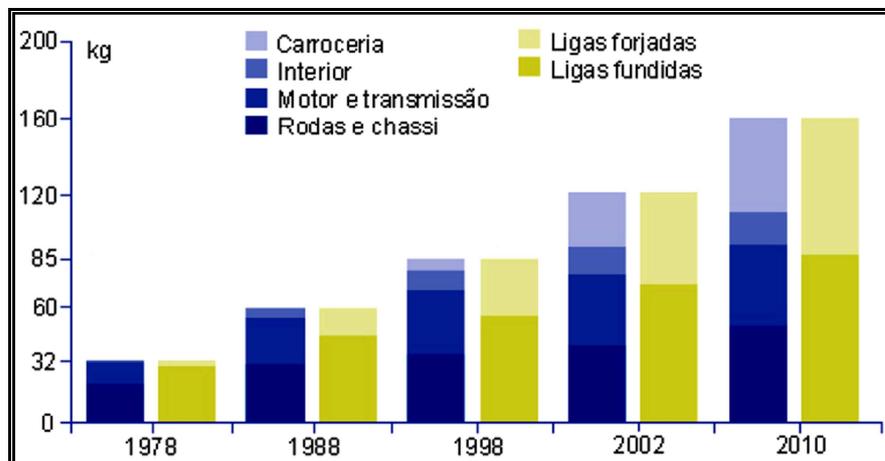


Figura 2.5 – Quantidade em massa de componentes automotivos fabricados em alumínio no oeste europeu. Fonte: Gesing (2003).

A bauxita é o minério mais importante para a produção de alumínio, contendo de 35% a 55% de óxido de alumínio (ABAL, 2013).

Em 1827, o alemão Freidrich Wöhler descreveu o processo de obtenção de alumínio em laboratório, a partir da reação de potássio com cloreto de alumínio anidro. O alumínio impuro constitui cerca de 8% do solo da Terra, e se apresenta na forma da criolita (fluoretos de alumínio de sódio), bauxita (hidróxidos de alumínio com argila) ou ainda, granitos e outros sais silicatados e oxigenados. Praticamente todo o alumínio produzido provém da própria bauxita, pois os outros minérios tornam o processo inviável, seja pela escassez ou pela dificuldade de romper as ligações químicas, exigindo altas temperaturas.

Mesmo sendo a bauxita o minério mais fácil para a obtenção desse metal, o processo de transformação exige muita energia, sendo a proporção 1:14000, ou seja, para cada 1 tonelada de alumínio extraído, necessita-se de 14000 kW/h de energia elétrica. Daí tira-se a necessidade urgente de reciclagem do alumínio já produzido, pois a demanda energética é 95% menor, além de que, para se decompor na natureza, são necessários em torno de 400 anos.

Atualmente, uma grande quantidade de alumínio utilizado em novos produtos vem da reciclagem (MAHFOUD; EMADI, 2010). Questões financeiras e ambientais como o aumento do custo da energia e a preocupação em relação à gestão de resíduos têm impulsionado o aumento das taxas de reciclagem, mas é a economia gerada que têm sustentado o crescimento do mercado de alumínio reciclado.

Os produtos podem ser fabricados a partir da bauxita mineral, chamado de alumínio primário ou de sucata e produtos usados de alumínio, chamado de alumínio secundário. O alumínio reciclado geralmente tem um nível maior de hidrogênio, cálcio e grandes inclusões de óxidos, que se formam durante a exposição a elevadas temperaturas usadas na fundição do alumínio secundário.

A reciclagem do alumínio a partir de sucata coletada necessita de 15 vezes menos energia quando comparado com a produção do alumínio primário, além de o custo da sucata ser marginal. A reciclagem apresenta grandes benefícios econômicos e ambientais, pois além da economia de energia, o aumento do uso de metal reciclado é também muito importante do ponto de vista ecológico, já que produzir alumínio pela reciclagem gera em torno apenas de 4% do gás carbônico gerado pelo alumínio primário. A produção de alumínio primário requer

aproximadamente 45 kWh de energia e emite 12 kg de CO₂ por quilograma, enquanto alumínio secundário produzido a partir de sucata requer aproximadamente 2,8 kWh de energia e emite 0,6 kg de CO₂ para cada quilograma de alumínio recuperado (MAHFOUD; EMADI, 2010).

Visto como um material atrativo para redução do peso de veículos, espera-se que aumente seu uso, principalmente pela pressão em se reduzir as emissões de gases de efeito estufa no transporte rodoviário, ferroviário e marítimo. A tendência mundial aponta que o alumínio será responsável por 200 kg de cada carro em 2015. O Brasil apresenta uma média de 45 kg de alumínio por veículo, número muito inferior ao dos Estados Unidos (128 kg) e à Europa (100 kg).

Um dos aspectos que tornam o alumínio tão atraente é a facilidade de poder se combinar com a maioria dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga, e formar as ligas de alumínio. Com essas combinações, é possível obter características tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final.

Quando o alumínio se resfria e se solidifica, alguns dos constituintes da liga podem ser retidos em solução sólida. Isto faz com que a estrutura atômica do metal se torne mais rígida. Os átomos podem ser visualizados como sendo arranjados em uma rede cristalina regular formando moléculas de tamanhos diferentes daqueles do elemento de liga principal. A principal função das ligas de alumínio é aumentar a resistência mecânica sem prejudicar as outras propriedades. Assim, novas ligas têm sido desenvolvidas combinando as propriedades adequadas as aplicações específicas (ABAL, 2013).

As ligas de alumínio oferece à indústria uma grande variedade de combinações de resistência mecânica, resistência à corrosão e ao ataque de substâncias químicas, condutibilidade elétrica, usinabilidade, ductibilidade e formabilidade. Além desses benefícios, reduz densidade do alumínio e suas ligas, a aproximadamente 35% do aço e cerca de 30% do cobre, com a resistência de algumas de suas ligas sendo superiores à resistência de aços estruturais comuns, que são fatores ímpares para a escolha desse tipo de material.

A função de cada elemento da liga se altera de acordo com a quantidade dos elementos presentes na liga e com a sua interação com outros elementos entre:

- a) Elementos que conferem à liga a sua característica principal (resistência mecânica, resistência à corrosão, fluidez no preenchimento de moldes, etc.);

- b) Elementos que tem função acessória, como o controle de microestrutura, impurezas e traços que prejudicam a fabricação ou a aplicação do produto, os quais devem ser controlados no seu teor máximo.

Segundo Sousa (2012), algumas ligas de alumínio podem apresentar um aumento em sua resistência através de tratamento térmico. Sabe-se de ligas de alumínio que possuem resistência à tração de aproximadamente 700MPa. O alumínio e suas ligas perdem parte de sua resistência quando submetidas a elevadas temperaturas. No entanto, as ligas de alumínio submetidas a temperaturas abaixo de zero, aumentam sua resistência sem perder ductilidade. Exemplo dessa última situação são as aplicações dos alumínios em temperaturas abaixo de zero como em cascos de aeronaves.

A descoberta do “envelhecimento” com magnésio e silício conduziu ao desenvolvimento das principais ligas estruturais utilizadas hoje na engenharia. Este foi um trabalho pioneiro no campo das ligas de alumínio-magnésio, amplamente utilizadas atualmente na indústria naval. Outro importante emprego do alumínio é sua utilização nas ligas de fundição, que permitem um maior aproveitamento das sucatas de aviões (ABAL, 2013).

As ligas de alumínio cujo aumento de resistência mecânica se consegue apenas com deformação plástica a frio são ligas não-tratáveis termicamente. Porém, as ligas tratáveis conseguem um aumento na resistência mecânica através de tratamentos térmicos.

O aumento das propriedades mecânicas é justificado pelo endurecimento por precipitação, com a formação de fases duras como CuAl_2 e AlFeSi .

A composição química do alumínio e suas ligas são expressas em porcentagem, obedecendo a Norma NBR 6834 da ABNT. Esta norma abrange sistemas de classificação das ligas trabalháveis, das ligas para fundição, peças, lingotes e alumínio primário, além de densidade nominal das ligas trabalháveis de alumínio.

Para identificar as ligas de alumínio padrão, é utilizado um sistema de designação numérica de quatro dígitos. O primeiro dígito indica o grupo de ligas da seguinte maneira (ABAL, 2004).

- a) Alumínio não-ligado de no mínimo 99,00% de pureza, 1XXX;

- b) Ligas de alumínio, agrupadas segundo o elemento de liga principal, conforme Tabela 2.2.

As ligas são também classificadas de acordo com o tipo de processo de fabricação empregado, podendo ser forjadas ou fundidas, tratáveis termicamente ou não. Essa classificação pode ser observada na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Classificação das ligas forjadas e fundidas.

Designação de Ligas Forjadas		Designação de Ligas Fundidas	
Série da Liga	Elementos Majoritários na Liga	Série da Liga	Elementos Majoritários na Liga
1xxx	Mais de 99% de Alumínio	1xx.x	Mais de 99% de Alumínio
2xxx	Cobre	2xx.x	Cobre
3xxx	Manganês	3xx.x	Silício e Cobre e/ou Magnésio
4xxx	Silício	4xx.x	Silício
5xxx	Magnésio	5xx.x	Magnésio
6xxx	Magnésio e Silício	6xx.x	Série não Utilizada
7xxx	Zinco	7xx.x	Zinco
8xxx	Outros Elementos	8xx.x	Estanho
9xxx	Série não Utilizada	9xx.x	Outros Elementos

Fonte: *Handbook of Aluminum, v. 1, Physical Metallurgy and Processes, 2003.*

As ligas tratáveis termicamente e de elevada resistência, tem no cobre (série 2XXX) ou zinco (série 7XXX) os principais elementos de liga. São tão resistentes quanto o aço estrutural, mas necessitam de proteção superficial. Estas ligas são utilizadas quando o fator resistência/peso for o principal requisito, como na aviação, peças usinadas e forjadas, transporte, máquinas e equipamentos. (ABAL, 2013).

De um modo geral, as ligas Al-Cu, da família 2XXX, apresentam elevada resistência mecânica após tratamento térmico de endurecimento por precipitação. Entretanto, apesar dessa vantagem, apresentam algumas desvantagens quando comparadas com outros tipos de ligas de alumínio, como por exemplo a resistência à corrosão relativamente baixa, a conformabilidade limitada e a soldabilidade igualmente restrita (em geral são soldadas somente por processos de resistência elétrica) (GOMES; BRESCIANI, 1987). Os valores mais elevados de dureza são obtidos para teores de cobre da ordem de 4 a 6%, dependendo da influência de outros elementos de liga presentes (HATCH, J.E., 1990).

As principais impurezas das ligas de alumínio são:

- Ferro reduz a trabalhabilidade ($AlFe_3$);
- Silício melhora a resistência à tração e resistência a corrosão;
- Cobre melhora a resistência à tração e usinabilidade.

De forma simplificada, os tratamentos térmicos podem ser descritos por ciclos de aquecimento e resfriamento controlados, em material metálico (metal ou liga), que causam modificações na microestrutura do mesmo. Essas modificações têm por consequência alterações nas propriedades mecânicas e no comportamento em serviço (SAIGAL; LEISK, 1992).

Os reforços de materiais cerâmicos são os mais utilizados nos compósitos de matriz metálicos (CMM) por possuírem baixa tenacidade à fratura e alta dureza. A fração volumétrica dos reforços e da matriz metálica influencia diretamente nas características finais dos compósitos.

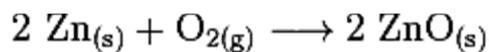
A Tabela 2.3, abaixo, mostra os diversos estados em que uma liga de alumínio tratável termicamente pode ser encontrada.

Tabela 2.3 – Designação básica das ligas de alumínio.

F	Como Fabricado: aplicado a produtos para os quais não há um controle especial após o aquecimento nem condições de endurecimento a frio são aplicados.
O	Recozimento: aplicado a produtos forjados que foram aquecidos para gerar o efeito de recristalização, produzindo uma condição de baixa resistência mecânica; os produtos fundidos são recozidos para melhorar a ductilidade e estabilidade dimensional.
H	Encruamento: aplicado a produtos forjados nos quais a resistência mecânica é aumentada através do encruamento por trabalho a frio. Este processo pode ser seguido de um tratamento térmico, o qual gera certa redução na resistência.
W	Solubilização: aplicável às ligas que envelhecem espontaneamente na temperatura ambiente (envelhecimento natural) após solubilização. Esta designação é especificamente usada quando o período de envelhecimento natural é indicado.
T	Termicamente Tratável: aplicado a produtos que são tratados a quente, algumas vezes com encruamento posterior.

2.6. Óxido de zinco (ZnO)

O óxido de zinco ou "*zincita*" é um composto químico de fórmula ZnO, é pouco solúvel em água, porém muito solúvel em ácidos. É utilizado como inibidor do crescimento de fungos em pinturas e como antisséptico na medicina. Óxido de zinco é o produto de corrosão inicial do zinco em atmosfera relativamente seca e é formado pela reação entre o zinco e o oxigênio presente na atmosfera, conforme a reação:



O óxido de zinco é um material cerâmico versátil, apresenta excelentes propriedades térmicas, eletrônicas, químicas e óticas, possibilitando o uso em diversas aplicações industriais e tecnológicas como: fosfatos de zinco, polímeros, tintas, catalisadores, aditivos em óleos lubrificantes, varistores, materiais luminescentes, sensores de gás, materiais farmacêuticos, etc. (ABRAROV; YULDASHEV, 2004).

Apresenta alto grau de pureza e controle rígido de contaminantes, principalmente metais pesados Pb, Cd e Cu. Trata-se de um pó fino, branco, inodoro, solúvel em ácidos e álcalis e insolúvel em água, álcool e óleo (GONÇALVES, 2002). É um pó fino, amorfo e de coloração branca, resistente a ataques de ácidos e bases, densidade 5,61 g/cm³, ponto de fusão acima de 1800°C e relativamente macio, com dureza aproximada de 4,5 na escala Mohs. Possui estrutura cristalina hexagonal (wurtzita), apresenta parâmetros de rede $a = b = 0,3249 \text{ nm}$ e $c = 0,5206 \text{ nm}$ e é constituída por átomos de zinco e oxigênio, coordenados tetraedricamente e dispostos alternadamente camada por camada ao longo do eixo c, com superfícies polares com cargas iguais e opostas de + (0001) para Zn e -(0001) para O, conforme apresentado na Figura 2.6. (MAYRINCK, et al., 2014).

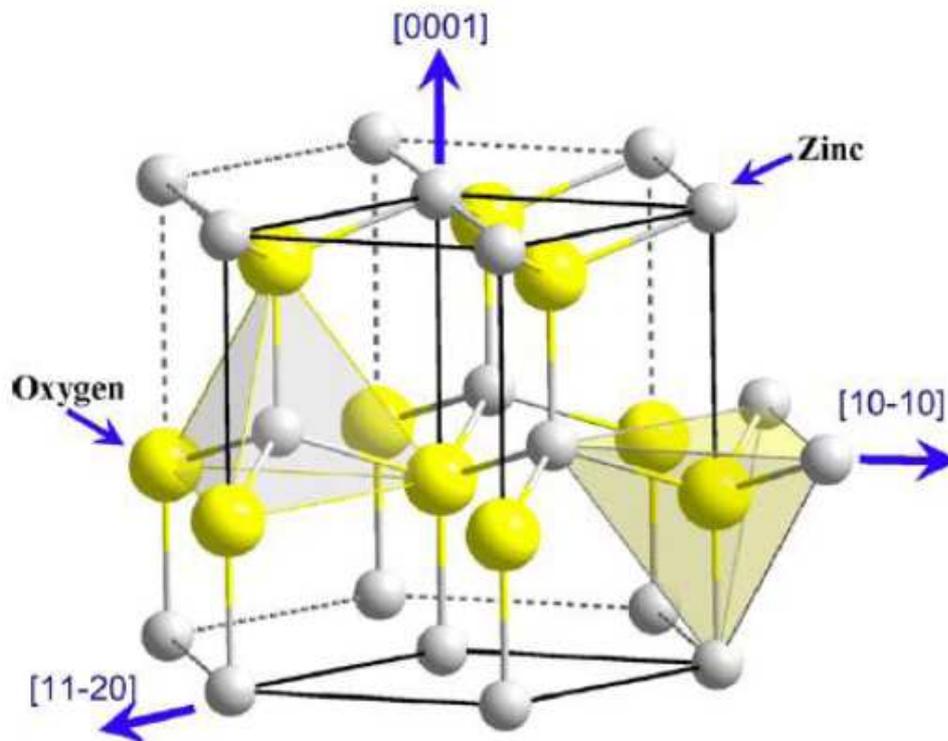


Figura 2.6 – Estrutura cristalina da forma wurtzita do ZnO.

Fonte: *Rev. Virtual Quim.*, 2014, 6 (5), 1185-1204.

Pesquisas sobre ZnO se intensificaram no final da década de 70 e vêm crescendo desde então. A Figura 2.7 mostra a evolução do número de publicações indexadas na base de dados da "web of Science", no período de 2004 a 2013, relacionadas ao ZnO. Observa-se, de modo geral, uma tendência crescente no interesse em todas as diferentes morfologias do ZnO. Somente em 2013 foram publicados mais de 2500 trabalhos sobre ZnO, o que o coloca como um material de altíssimo interesse para as mais diversas aplicações tecnológicas atuais. (MAYRINCK, et al., 2014).

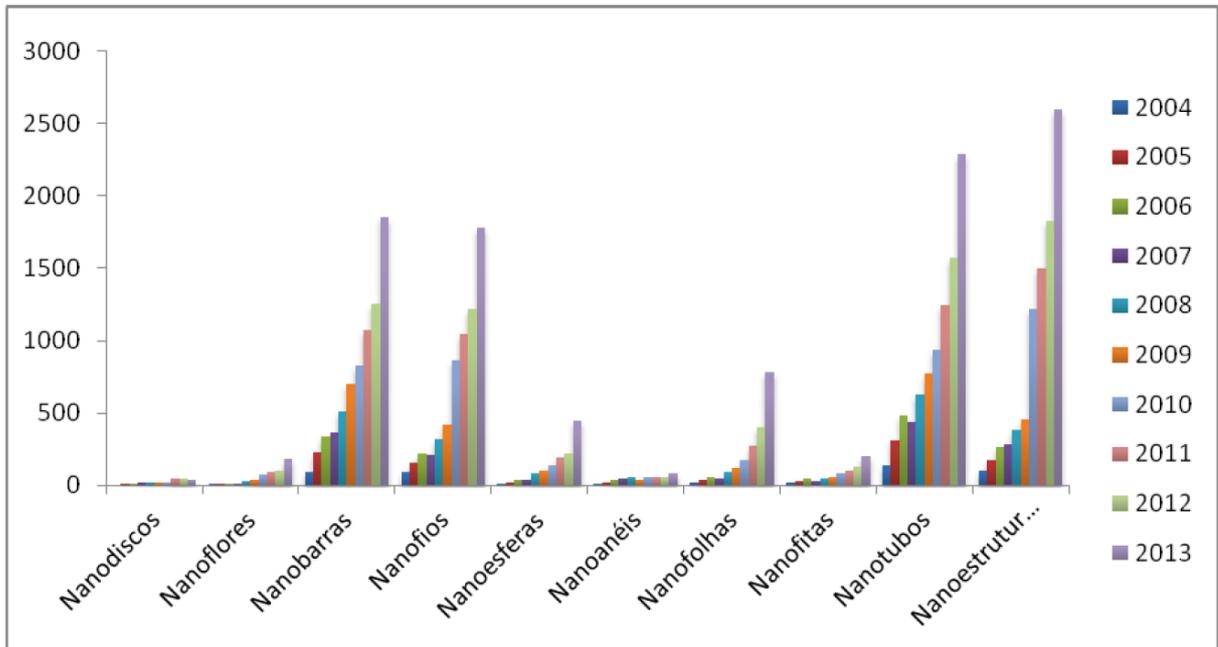


Figura 2.7 – Gráfico estatístico de publicações indexadas relacionadas a aplicação de ZnO em nanoestruturas, referentes ao período de 2004 a 2013.

Fonte: *Rev. Virtual Quim.*, 2014, 6 (5), 1185-1204.

2.7. Dureza Vickers

Consiste num ensaio laboratorial (CHIAVERINI, 1986) que avalia a dureza de um material por meio de um penetrador, sendo este uma pirâmide de diamante e base quadrada com ângulo de diedro de 136° . Esta pirâmide é comprimida contra o material com força (F) dada em kgf deixando uma impressão, de onde serão medidas as diagonais opostas (d_1 e d_2) e inseridas nas seguintes fórmulas:

$$HV \text{ (Hardness Vickers: dureza Vickers)} = F/A$$

$$A = d^2 / 2 \cdot \text{sen} (136^\circ / 2)$$

$$d = (d_1 + d_2) / 2$$

$$HV = 1,8544 \cdot (F / d^2)$$

onde d_1 e d_2 são as medidas das diagonais dadas em mm, figura 2.8 a seguir:

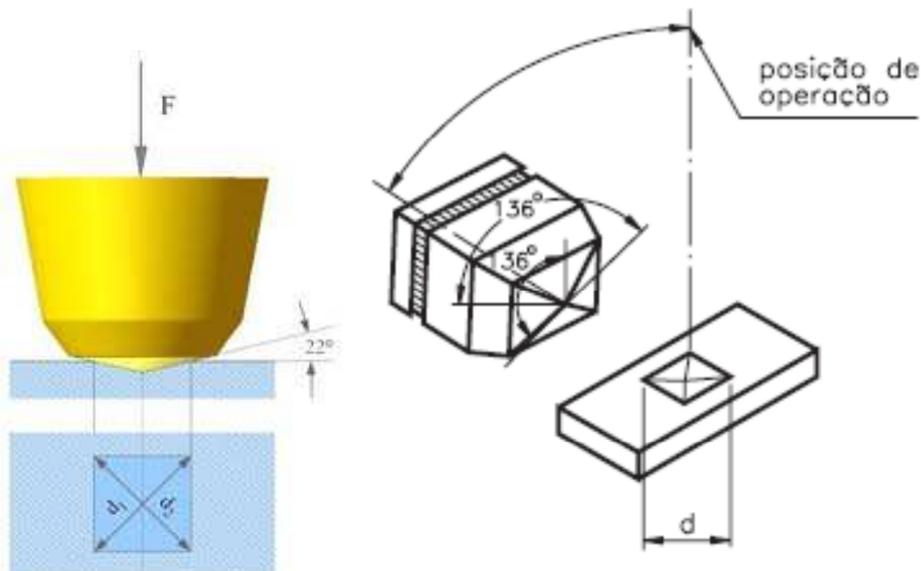


Figura 2.8 – Ilustração e detalhamento do penetrador usado para ensaio de dureza Vickers

Como vantagens, os cálculos de dureza não dependem das dimensões do penetrador, o mesmo penetrador pode ser usado para ensaio de diversos materiais, pode ser usada para todos os metais com grande precisão além de avaliar micro e nano dureza devido as dimensões da impressão. Este ensaio é normatizado pela ASTM E92 (*Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*). Como desvantagem exige preparo da superfície (lixamento, polimento e limpeza) além de utilizar microscópio adequado.

2.8. Metalurgia do pó

Peças de geometria complexa podem ser fabricadas começando com um pó ao invés da utilização de um tarugo ou uma barra (processos convencionais de conformação e usinagem). Este processo é um dos vários meios de se fabricar peças com porosidade controlada. Várias peças são de grande valor na aplicação em filtros de ar e água. De forma alternativa, algumas peças podem ser formadas com alta porosidade e então os poros são preenchidos com outras substâncias, metálicas ou lubrificantes. Finalmente, as peças feitas através dos pós podem ser fabricadas através da combinação de vários materiais, virtualmente impossível utilizando qualquer outro processo convencional.

Metalurgia do pó é a técnica metalúrgica que consiste em transformar pós de metais, ligas metálicas e, às vezes também substâncias não metálicas em peças

resistentes, compactadas na forma desejada, recorrendo-se apenas ao emprego de pressão e calor. O processo inicia com os pós metálicos. Desde que o material fundente não esteja envolvido, não é necessário selecionar o pó base considerando o ponto de fusão. Dessa forma, ligas bastante peculiares podem ser construídas. Além das habituais bases de pó (ferro e cobre), as peças também podem ser fabricadas de aço inoxidável, alumínio, estanho, níquel, titânio, cromo, grafite, silício, óxidos metálicos e carbonetos metálicos. De especial interesse é a facilidade de utilizar refratários, tais como tântalo, tungstênio e molibdênio. Além disso, combinações não usuais de metais e cerâmicas são possíveis com este processo. Permite a obtenção de peças com ponto de fusão alto a partir do pó do material, como por exemplo, o titânio que apresenta ponto de fusão 1668°C, e ainda, permite a obtenção e ligas com materiais que não são fáceis de criar por outros processos convencionais (PATNAIK, 2002).

Esta técnica é um processo de conformação metálica que possui um vasto campo de aplicações que inclui, por exemplo, a fabricação de peças para componentes automotivos, eletrodomésticos, ferramentas de corte, ferramentas elétricas, fabricação de braquetes para aparelhos dentários entre outros (ABAL, 2013).

O processo envolve, em princípio, as seguintes etapas fundamentais (CHIAVERINI, 1986):

1. Mistura de pós;
2. Compressão da mistura resultante com emprego de moldes (matrizes). Essa etapa é chamada de compactação;
3. Aquecimento do compactado resultante, de modo a produzir-se uma ligação entre partículas e conferir resistência mecânica ao compactado, a sinterização.

O processo é iniciado com o preenchimento da cavidade da matriz com o pó de interesse. Então, o punção penetra na cavidade e comprime o pó. O pó é habitualmente comprimido a frio. As pressões típicas estão entre 50 a 100 tons. A peça então é ejetada da cavidade da matriz através do punção inferior. Neste ponto do processo, a peça é muito frágil e denominada de “compactado verde”. O próximo passo é “sinterizar” a peça. Este processo consiste no aquecimento da peça a uma

temperatura em torno de 80% da temperatura de fusão dos constituintes por aproximadamente uma hora, a fim de fundir os materiais juntos. O processo de sinterização aumenta simultaneamente a resistência e a densidade da peça final. O processo de sinterização é normalmente realizado sob uma atmosfera de gás inerte para evitar a oxidação das peças. Também é possível re-comprimir as peças após a sinterização. Este processo, chamado de cunhagem aumentando a densidade final da peça em cerca de 80% (ONWUBOLU; BABU, 2004).

A metalurgia do pó permite a criação de novos materiais ou de novos conceitos em propriedades combinadas dos constituintes do material, no caso do compósito, a combinação de resistência e leveza, por exemplo, (FOGAGNOLO, 2004). Peças como filamentos de tungstênio (fusão a 3422°C) de lâmpadas incandescentes, foram produzidas desde o início do século XX, utilizando-se das técnicas de sinterização de pós (PATNAIK, 2002). A indústria elétrica foi a pioneira na utilização de produtos obtidos pela metalurgia do pó e, logo após, ganhou espaço em outras áreas como aeronáutica e automobilística, por exemplo, (PARK, 1993).

Entre os produtos que são mais eficientes e economicamente fabricados por metalurgia do pó incluem-se os seguintes: peças de forma relativamente complexas e de grande precisão dimensional de ferro e aço, cobre e suas ligas, alumínio e suas ligas e outros metais e ligas, utilizadas em grande escala nos mais variados setores de máquinas, veículos e equipamentos, certos tipos de ímãs permanentes (CHIAVERINI, 1986).

Na metalurgia do pó podemos citar outras vantagens do processo: controle rigoroso da composição do material e eliminação ou redução a um mínimo das impurezas introduzidas pelos processos metalúrgicos convencionais; operação em atmosfera rigorosamente controlada ou em vácuo; redução ou eliminação das perdas de material ou produção de sucata; maior rapidez e maior economia de fabricação (CHIAVERINI, 1986).

Comparando-se com outros processos convencionais de fabricação, a técnica de metalurgia do pó leva vantagem pela redução de etapas evitando certos inconvenientes relativos ao processo, como por exemplo, a segregação e defeitos internos (vazios) muito comuns na fundição (IWATA, 1989).

Uma vantagem muito significativa refere-se ao fato de se utilizar combinação de pós. Deste modo o trabalho de mistura é feito em temperatura ambiente, com

isso a matéria prima está em estado sólido e conseqüentemente o processo não requer cuidados com um controle da atmosfera protetora para evitar reações de oxidação (ZILNYK; CINTHO, 2008).

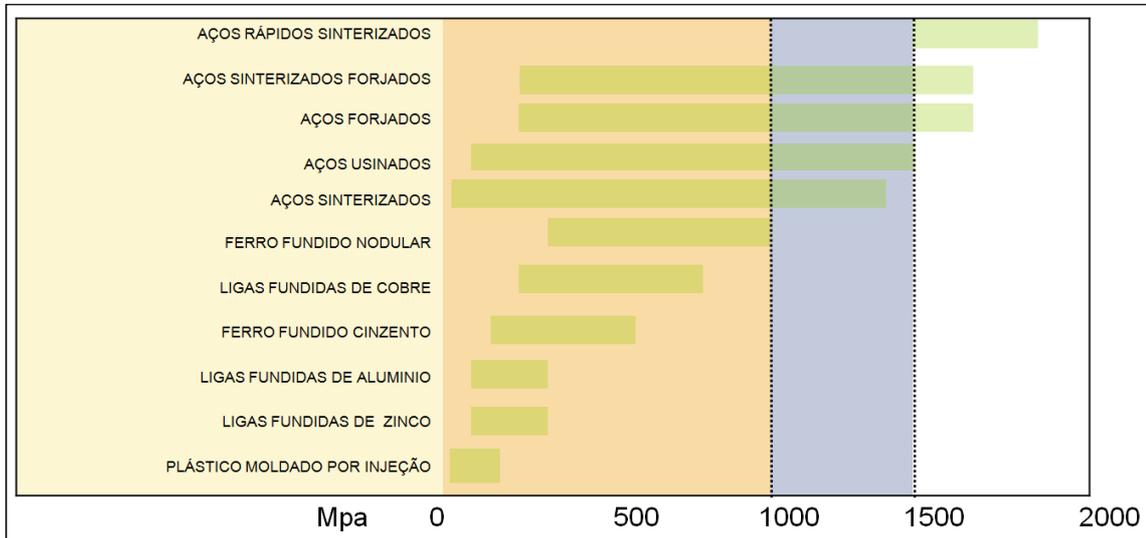


Figura 2.9 – Comparativo entre a técnica MP e outros processos de fabricação: Resistência Mecânica
 Fonte: Abal, 2013.

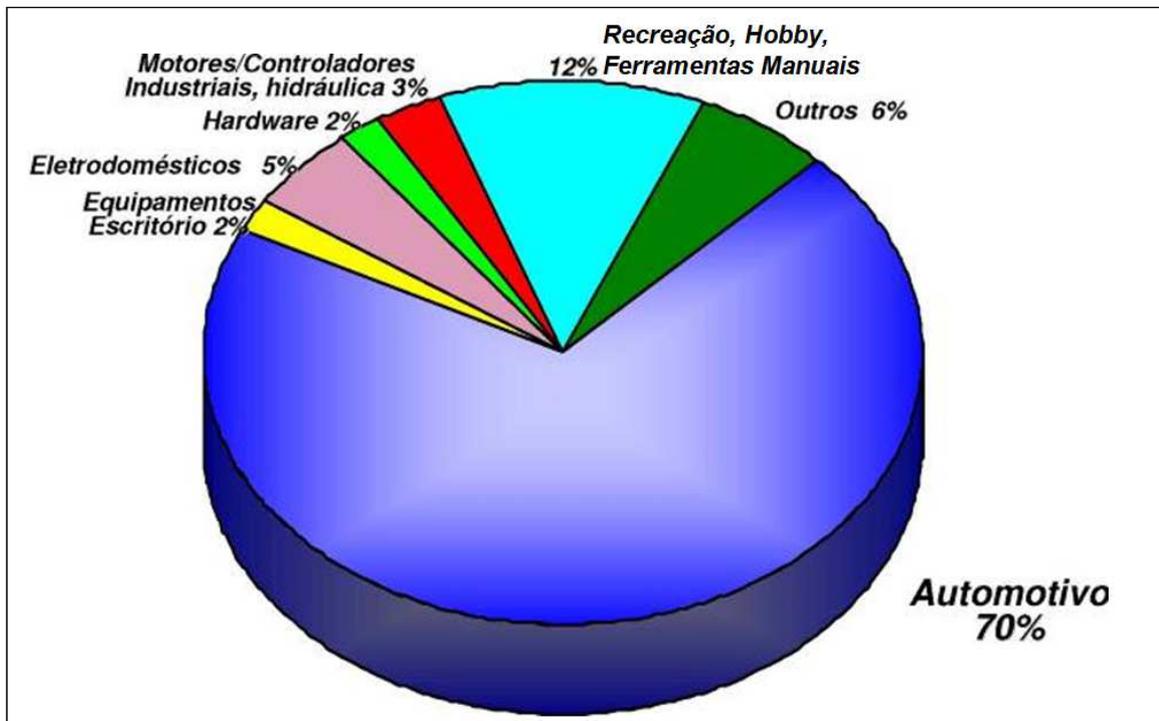


Figura 2.10 – Distribuição de aplicações típicas de peças sinterizadas através da MP.
 Fonte: Abal, 2013.

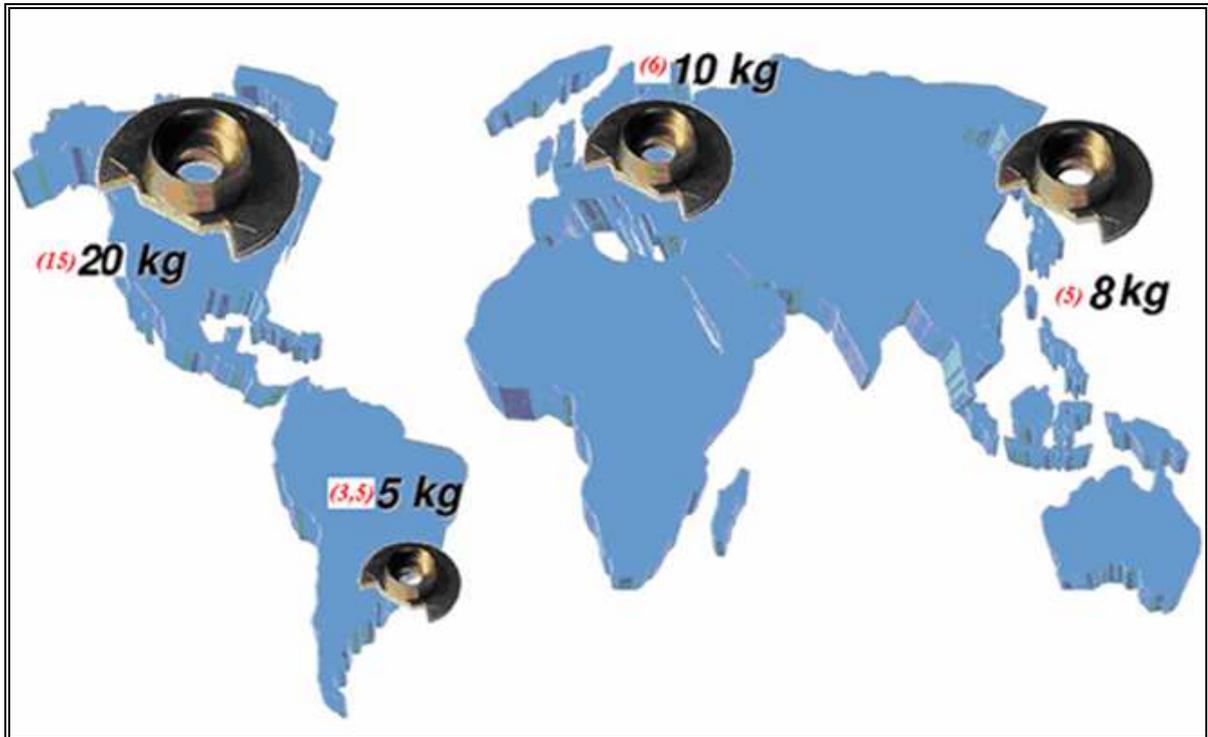


Figura 2.11 – Evolução de peças sinterizadas em automóveis - (1995) a 2004.

Fonte: A Metalurgia do Pó, 1ª Ed. - 2009.

Dentre as principais desvantagens encontra-se o elevado custo inicial do processo que só é justificado se tivermos uma grande produção que possa diluir o valor das matrizes (ODANI, 1994). A desvantagem da técnica é o tamanho das peças fabricadas, limitadas pela capacidade das prensas (CHIAVERINI, 1986). Existe também uma desvantagem crítica em relação a soldabilidade entre peças finalizadas. A soldagem da peça sinterizada não é possível, pois afetaria as características físicas e químicas, motivadas pela porosidade (ZILNYK; CINTHO, 2008).

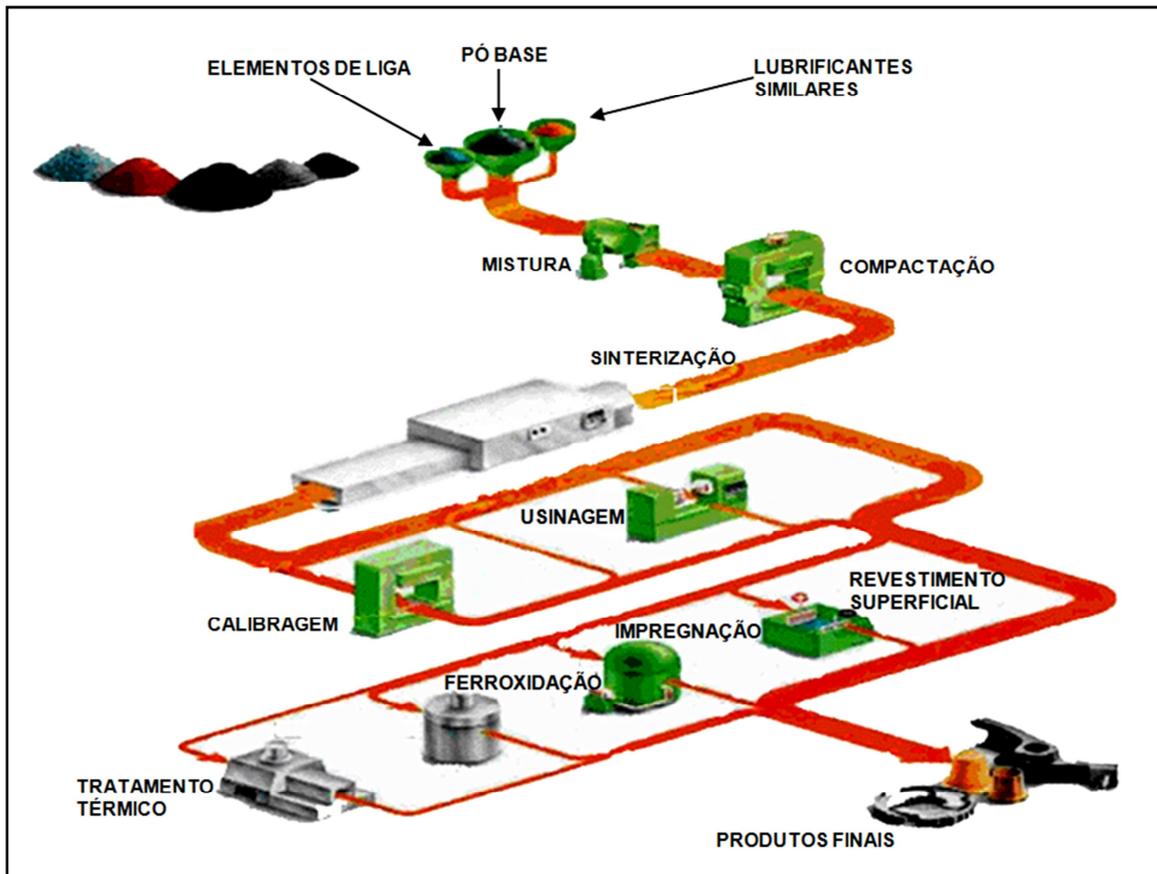


Figura 2.12 – Fluxograma de processamento - Metalurgia do Pó convencional.

Fonte: Mourisco, 1995.

Na compactação de ligas de alumínio há a formação de contatos (metálicos, ou metal-cerâmicos no caso dos compósitos). No aquecimento os contatos metal metal (Al-Al, Al-Cu, etc) dão origem à fase líquida. Durante o aquecimento prévio à sinterização há um período de queima do lubrificante que não deve ser feito a temperaturas altas e ainda com baixa taxa de aquecimento. Após esse período a taxa de aquecimento deve ser alta para minimizar mudanças dimensionais (MOURISCO, 1995).

As etapas da metalurgia do pó para obtenção de compósitos são as seguintes (NUNES, 2003):

- Obtenção do pó;
- Mistura dos pós;
- Compactação da mistura de pós;

- Sinterização;
- Operações de acabamento e ajuste dimensional.

2.8.1. Obtenção do pó

Propriedades dos produtos MP são fortemente dependentes das características dos pós de partida. Algumas importantes propriedades e características:

- Química e pureza;
- Tamanho de partícula;
- Distribuição de tamanho de partícula;
- Forma da partícula;
- Textura superficial;

Para a escolha dos pós para utilização na metalurgia do pó, devemos levar em consideração as características dos pós de partida, como composição química e pureza, tamanho de partícula e distribuição desse tamanho de partícula, forma da partícula e textura superficial. Cada partícula de pó deve apresentar a composição desejada para a liga, isso garantirá o sucesso na obtenção do produto final (POQUILLON, 2002; MOURA, 2013).

Atualmente existem pós comerciais com diversas purezas e composições. Uma forma de obtenção de pós finos é através da técnica de atomização que consiste basicamente em fundir um metal, fazê-lo escoar sob a forma de fio e então pulverizar esse filete de metal, com um fluxo de gás que irá produzir partículas finíssimas e incandescentes que por gravidade irão se depositar no fundo de uma câmara de contenção (MOURA, 2013; LIMA et al., 2008).

Outros processos adicionais para obtenção de pó são utilizadas, tais como:

- “Cold Stream”: que se utiliza do fato de os metais serem frágeis em baixas temperaturas;
- Redução química de compostos particulados: onde os agentes redutores são gases (carbono ou hidrogênio) ou sólidos;

- Deposição eletroquímica: produz grãos dendríticos;
- Pulverização (trituração) e esmerilhamento;
- Condensação de vapor de metal;
- Precipitação de soluções;

A maioria dos metais e ligas pode ser convertida em pó (MURTY; RANGANATHAN, 1998; MORO; AURAS, 2007).

2.8.2. Mistura dos pós

Os componentes de uma mistura de pós são: os pós de interesse; ligantes; lubrificantes; e agentes controladores de processo. Uma mistura deve ter as seguintes características: uniformidade; propriedades físicas e mecânicas desejadas; fluidez proporcionada pela adição de lubrificantes. A mistura pode ocorrer em atmosfera protegida visando evitar oxidação, pode ser feita ao ar ou na presença de líquidos (KOCH, 1997; GLEITER, 2000).

2.8.3. Compactação dos Pós

A compactação do pó é um processo que visa a obtenção do compactado verde, pré-forma do compósito que recebe esse nome por está frágil sem consolidação. A compactação do pó pode ser processada em matrizes de modo uniaxial ou dupla ação. A execução é feita utilizando-se ferramentas rígidas com acionamento mecânico, hidráulico ou pneumático. No princípio, há uma redução de vazios com o adensamento do pó, sem deformação e sem adesão das partículas; logo após, tem-se a deformação plástica devido à pressão aplicada (na ordem de 1,6 a 10 t/cm²) resultando em uma “solda fria” (FOGAGNOLO, 2003). Ao se projetar a forma da peça, deve-se cogitar a possibilidade da formação de zonas neutras, região onde a força de compactação é menor e por esse motivo são formadas propriedades heterogêneas (COELHO; AMBROZIO, 2003; FOGAGNOLO, 2000).

A melhor opção, quando se deseja obter uma forma complexa, é a compactação isostática a frio (*Cold Isostatic Pressing - CIP*), devido o pó ser selado dentro de uma forma flexível e depois imerso em meio líquido ou gasoso, submetido a alta pressão. Um fator a se levar em consideração é o poder abrasivo das

partículas de pó. Esse fator influenciará a vida útil da matriz após ciclos de trabalho (GARCIA, 2001).

Existe um caso onde há uma variação de compactação e sinterização simultânea, que é denominada Compactação Isostática a Quente (Hot Isostatic Pressing – HIP) (TORRALBA; COSTA, 2003).

2.8.4. Sinterização

Operações de sinterização são conduzidas sob três estágios básicos, onde os pós compactados são aquecidos numa atmosfera controlada um pouco abaixo do ponto de fusão, os quais seguem abaixo (GARCIA, 2001; CAMARGO, 1993):

- Purga: queima de qualquer ar e remove lubrificantes ou ligantes que podem interferir numa boa densificação;
- Alta-temperatura: desejada difusão no estado sólido e a união ocorre;
- Período de resfriamento: reduz a temperatura dos produtos numa atmosfera controlada.

A sinterização é um processo natural em que um conjunto de partículas em contato mútuo, sob a ação da temperatura, transformasse em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica, podendo, inclusive, tornar-se totalmente denso. São inúmeros os sistemas que sofrem sinterização, bem como são diversos os processos que levam à sinterização (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009).

Entretanto, ao aquecer-se um conjunto de partículas, elas podem sinterizar. Isto significa que existe um motivo, uma força motora, que impele o sistema à sinterização, embora ela possa ocorrer de formas distintas. A chamada força motora da sinterização é a diminuição da energia que o sistema de partículas tem em excesso. Como a superfície total de um sistema de partículas é a soma da superfície de cada partícula, é possível notar o quanto é possível diminuir a energia do sistema, diminuindo-se sua área superficial. Uma medida da força motora de sinterização seria a razão área superficial/ volume. Quanto maior esta razão, maior será a força motora superficial (SOUZA, 2012).

Para o caso de partículas esféricas, a razão é:

$$\frac{S}{V}$$

Onde:

S: Área superficial

V: Volume da amostra

r: razão

Nesta etapa as peças são aquecidas abaixo do ponto de fusão do metal de base e com controle atmosférico para reações como oxidação, controle da velocidade de aquecimento e resfriamento (MOURA, 2013).

A mudança das dimensões do corpo sinterizante em decorrência da sinterização está ligada ao processo de diminuição da área superficial do sistema, embora esta mudança não seja necessária para se diminuir esta energia. Na prática, a medição das dimensões do corpo é feita de duas formas diferentes: a forma contínua e a forma intermitente. (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009).

Durante a sinterização, a estrutura sofre mudanças significativas, podendo ocorrer formação de novas fases, crescimento de grãos, alargamento de contatos entre partículas, fechamento e mudança na distribuição de tamanho de poros.

As Figuras 2.13, 2.14 e 2.15 exibem as etapas da sinterização, desde o pó de partida até o produto final sinterizado.



Figura 2.13 – Comportamento típico das etapas de peças sinterizadas.
Fonte: Moura, 2013.

Quanto mais alta esta temperatura, em geral, mais sinterizada está a estrutura (MOURA, 2013).

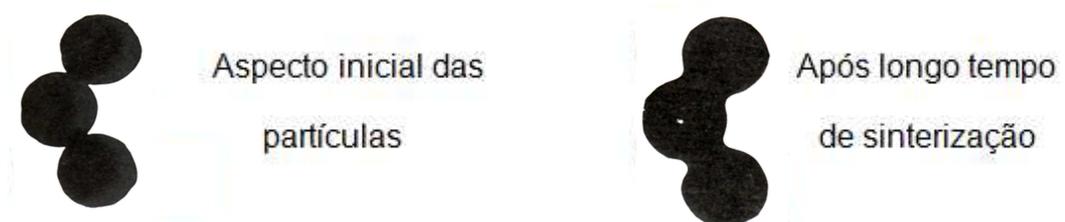


Figura 2.14 – Ilustração do aspecto das partículas na sinterização (MOURA, 2013).
Fonte: Moura, 2013.

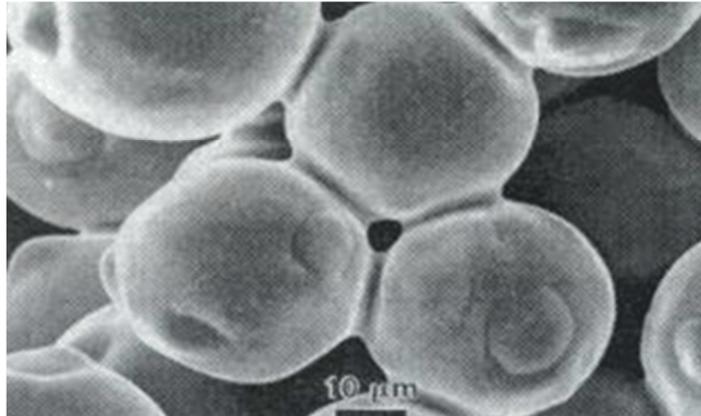


Figura 2.15 – MEV de partículas sinterizadas.

Fonte: Moura, 2013.

No processo de sinterização sólida, conforme mostra a figura 2.16, durante o estágio inicial surgem as ligações entre as partículas nas regiões de contato, aumentando até formar o pescoço entre elas. No estágio intermediário a estrutura dos poros é suavizada formando uma estrutura cilíndrica interconectada. A densidade total ou plena é atingida quando os processos atômicos associados ao crescimento do grão são minimizados e aqueles associados a densificação são favorecidos. O crescimento de grão ocorre a partir do último estágio durante o qual os poros tornam-se esféricos e isolados.

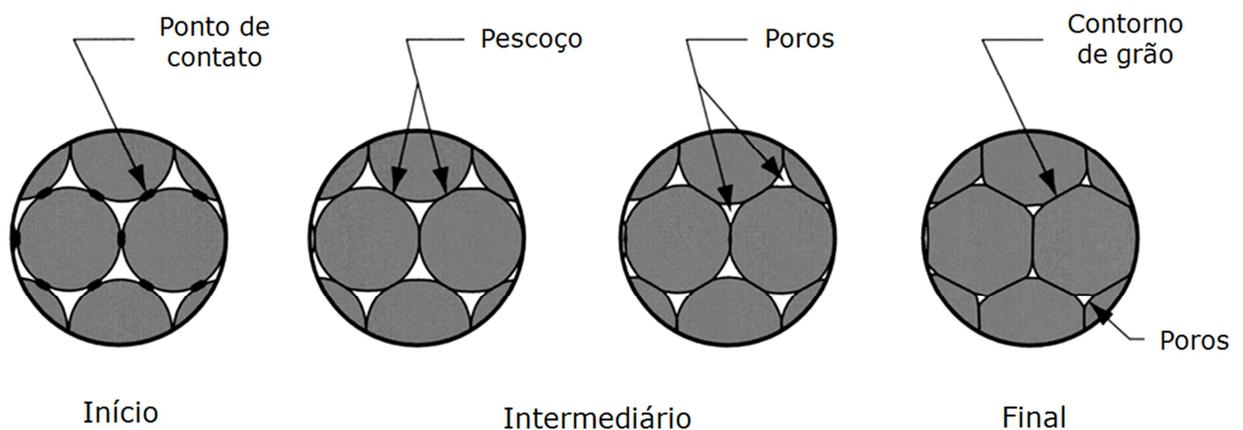


Figura 2.16 – Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final.

Fonte: Cosentino, 2006.

2.8.5. Operações secundárias de acabamento e de ajuste dimensional

Após a sinterização, a extensa maioria dos produtos processados pela metalurgia do pó está pronta para utilização. Em alguns casos serão necessários operações para otimização dimensional, conferência das características especiais e ajuste na resistência do produto. Se vier a ocorrer distorções, faz-se necessário um reprocessamento e redimensionamento (GHAZALI, 2006).

Uma segunda confecção após a sinterização, poderá ser necessário para aumentar a densidade e melhorar as propriedades mecânicas. Esse processo é conhecido como recompressão. O processo de infiltração pode ser utilizado para preenchimento dos poros com outros elementos e conferir ao produto uma funcionalidade. Esse projeto é utilizado em uma matriz de alumínio impregnando-a com cobre vaporizado sob alta pressão para produzir uma peça cuja condutividade elétrica é bastante otimizada (FOGAGNOLO, 2003).

Na metalurgia do pó, os produtos podem ser submetidos as operações de acabamento convencional como tratamentos térmicos, tratamentos superficiais e usinagem (GROSZ et al., 2008).

As propriedades dos produtos de metalurgia do pó dependem de fatores como (MOURA, 2013):

- Tipo e granulometria do pó. Ver figura 2.17;
- Quantidade e tipo de lubrificante;
- Pressão de compactação;
- Tempo e temperatura de sinterização;
- Tratamentos de acabamento.

As propriedades mecânicas dos produtos sinterizados dependem diretamente de sua densidade. Assim os produtos são projetados e os materiais selecionados de modo que as propriedades finais sejam atingidas com a porosidade final (MORO; AURAS, 2007).

Para atingir esses objetivos, é necessária a adoção dos critérios abaixo (DIAS, 2005):

- Formato da peça deve permitir a ejeção da matriz de compactação;
- Pó não deve fluir dentro de cavidades pequenas;
- Formato das peças deve contar com a construção de ferramentas resistentes;
- A espessura da peça deve ser compatível com processo de compactação;
- A peça deve ser projetada para permitir pequenas alterações na espessura tanto quanto for possível;
- Levantar em conta, se há outras possibilidades de processo de produção;
- Projeto deve ser consistente com equipamento disponível;
- Avaliar e mensurar todas as tolerâncias;
- Considerar e compensar alterações dimensionais após a compactação e sinterização.

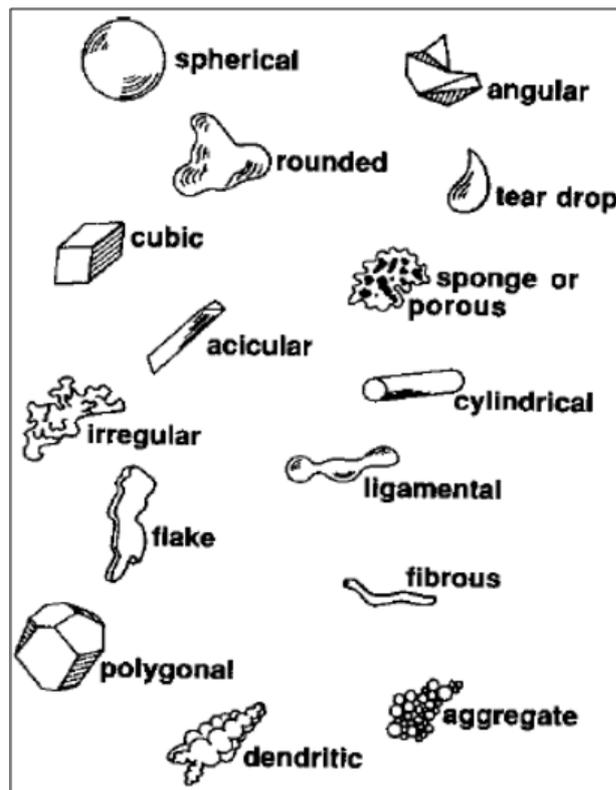


Figura 2.17 – Diversos formatos de partículas de pó.

Fonte: Moura, 2013.

Os produtos obtidos pelas técnicas de metalurgia do pó são classificados e distribuídos em dois grupos (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009):

- Produtos característicos de obtenção por compactação e sinterização de pós, sejam por propriedades finais ou características próprias (metais refratários; metais duros; materiais porosos; materiais de fricção - constituídos por um metal base [Cu ou Fe]; Materiais para contato elétrico; etc.);
- Produtos com metalurgia convencional, porém com produção pela metalurgia do pó mais eficiente (ex.: peças estruturais).

2.9. Moagem de alta energia

A Moagem de Alta Energia (MAE) ou Mechanical Alloying (MA) é uma técnica de processamento de pós que ocorre no estado sólido envolvendo repetidas soldas, fraturas e novamente soldadas, em moinhos de esfera de alta energia, como os moinhos vibratórios, planetários e atritores. Nestes equipamentos, ocorre a transferência de energia cinética das esferas que estão se movendo em altas velocidades, da ordem de 7 m/s, para as partículas de pós através do cisalhamento ou impacto. Esta técnica permite conseguir uma ligação, a nível atômico, dos elementos químicos que constituem os pós de partida, formando uma liga por um processamento realizado totalmente no estado sólido. Além de misturas de pós elementares, pós pré-ligados e cerâmicos, como óxidos, nitretos, etc., podem ser usados também na produção de compósitos.

Desenvolvida por volta de 1966 pelo pesquisador Jonh Benjamim e seus colaboradores no Paul D. Merica Research Laboratory da empresa The International Nickel Company (INCO), nos Estados Unidos, com o objetivo de se produzir superligas à base de níquel reforçadas com dispersão de óxidos para aplicação em turbinas a gás. Essas ligas deveriam apresentar os seguintes requisitos: resistências à alta temperatura, resistência à corrosão e resistência à oxidação. O tamanho das partículas usadas em moagem de alta energia pode variar entre 1 e 200 μm . Este tamanho diminui exponencialmente com o tempo de moagem (SURYANARAYANA, 1998).

A técnica consiste na colocação dos pós numa jarra hermeticamente fechada e nela adiciona-se esferas de aço e um agente controlador de processo. No final da moagem o agente não estará mais presente, devido ao aquecimento característico e evaporação na abertura da jarra. Ao entrarem em contato, as esferas transferem energia cinética fazendo com que o encontro entre duas esferas e certa quantidade

de material entre elas, haverá a colisão em alta velocidade; essa energia é transferida para as partículas do pó, provocando mecanismos de deformação plástica, fratura e soldagem, resultando em camadas de partículas achatadas, conforme mostrado na Figura 2.18 (MOURA, 2013).

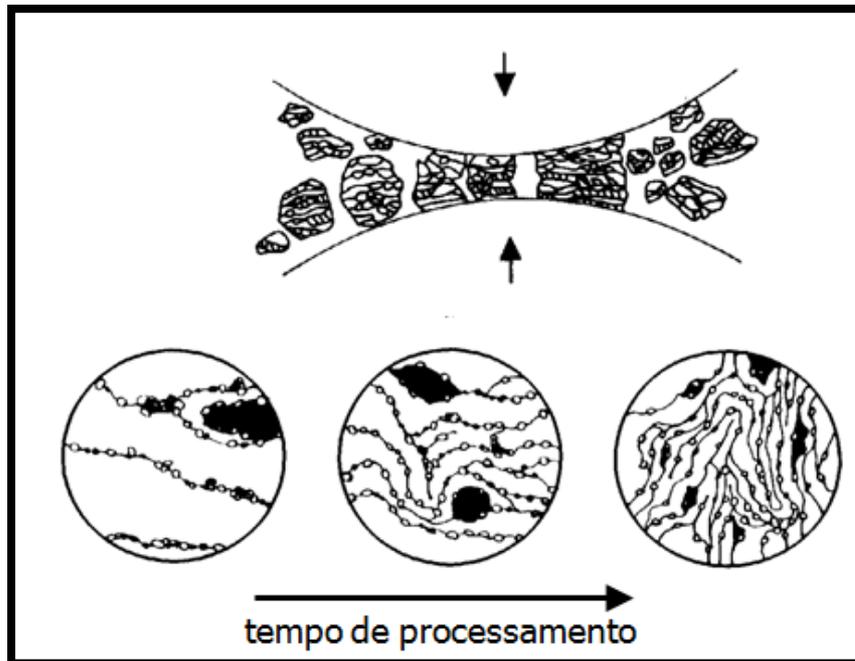


Figura 2.18 – Detalhamento esquemático da moagem de alta energia.

Fonte: Moura, 2013.

As principais variáveis do processo de MAE são: tipo de moinho, recipiente de moagem, velocidade, tempo, tamanho e distribuição das bolas, relação de massa de bola/massa de pó (poder de moagem), tamanho da jarra, atmosfera, agente de controle de processos e temperatura (SOUSA, 2012).

De acordo com a Figura 2.18, podemos observar que devido o impacto continuado das bolas de moagem, a estrutura das partículas é constantemente refinada. Boa parte da energia é perdida na forma de calor e uma pequena quantidade é utilizada na deformação elástica e plástica (SURYANARAYANA, 1998).

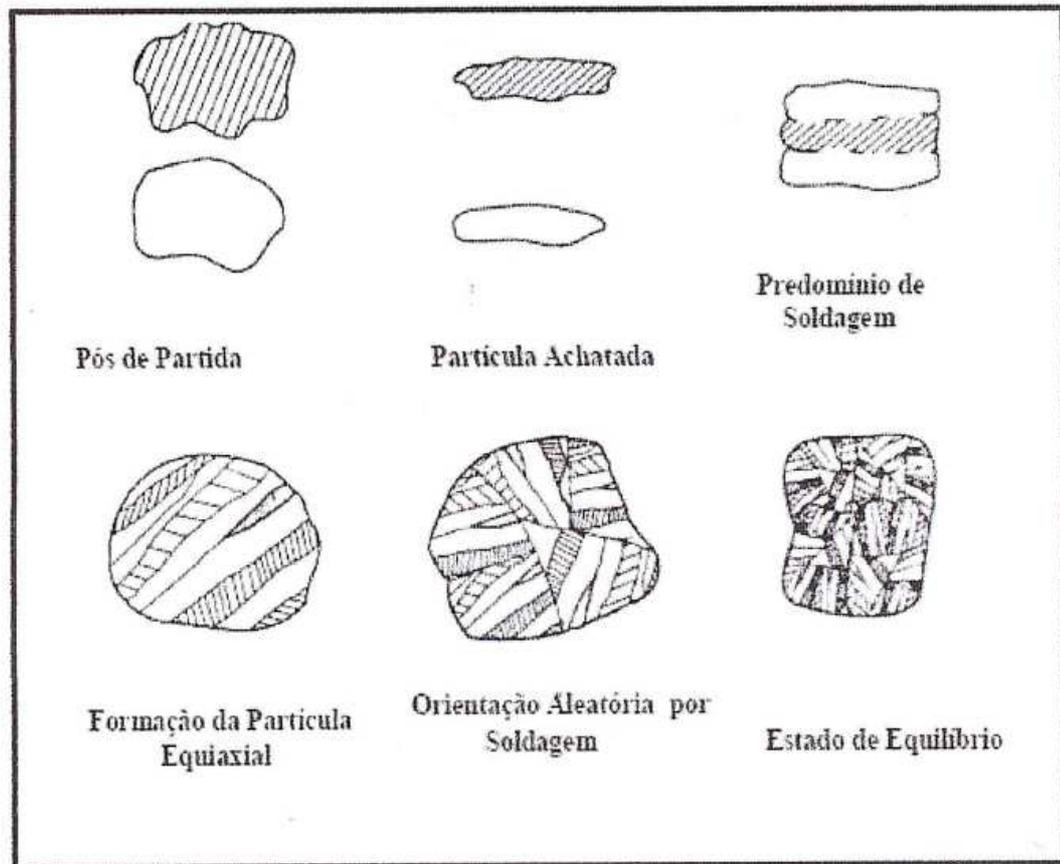


Figura 2.19 – Evolução da morfologia das partículas submetida ao processo de Moagem de Alta Energia. Fonte: Benjamin, 1970.

Existem diferentes tipos de moinhos de alta energia utilizados para produção do pó. Eles apresentam diferentes capacidades de moagem. Podem ser adaptados com resfriamento e aquecimento dependendo da necessidade do processo.

2.9.1. Moinho vibratório tipo Spex

O moinho é amplamente utilizado na fragmentação de materiais das áreas de metalurgia, materiais de construção, produtos químicos, mineração, entre outros. Segue as principais características (SOUSA, 2012):

- Capacidade = 10 a 20 gramas;
- Fins = pesquisa;
- Fabricados por Spex Certprep, Metuchen, NJ;

- Possui uma jarra contendo amostra e bolas oscilando energicamente para frente e para trás, milhares de vezes por minuto;
- Velocidade de esferas alta (aproximadamente 5 m/s);
- Força de impacto da bola é considerada de alta energia;
- Já existem projetos para utilização de 02 frascos aumentando-se a eficiência;

2.9.2. Moinho planetário (Pulverisette)

O moinho planetário é Ideal para moagem de ativação mecânica e ligas. A principal aplicação é no campo de investigação de materiais, para trituração rápida e fina, até nível coloidal, de amostras de laboratório secas ou em suspensão, mistura e homogeneização de emulsões e pastas.

As condições de moagem são variáveis. Em alguns moinhos podem se variar as condições de rotação do disco suporte e do recipiente sobre si mesmo de forma independente.

São fabricados com Ágata (SiO_2); Nitrato de Silício "Syalon" (Si_3N_4), Corindo sintetizado - 1 (99.7% Al_2O_3), Corindo sintetizado - 2 (85% Al_2O_3), Metal duro Carboneto de Tungstênio (WC + CO), Aço - Cromo temperado (12%Cr + 2%C), Aço inoxidável Cromo - Níquel (18%Cr + 8%Ni) e Óxido de Zircônio (97% ZrO_2).

2.9.3. Moinho Atritor

Atritores são moinhos em que podem ser processadas grandes quantidades de pó (0,5~40 kg) de cada vez. A velocidade do meio de moagem (~0,5 m/s) é bem inferior à do agitador e à do planetário e, conseqüentemente, a energia dos atritores é menor. Atritores de diversos tamanhos e capacidades estão disponíveis com uma variedade de meios de moagem (vidro, cerâmica, mulita, carbetto de silício, sialon, alumina, zircônio, aço inoxidável, aço carbono, aço cromo, carbetto de tungstênio e outros).

Um moinho atritor consiste de um tambor fixo vertical, com uma série de impulsadores das bolas em seu interior, dispostos sucessivamente, formando ângulos retos uns com os outros. O funcionamento de um atritor é simples. O pó a

ser moído é depositado num tanque estacionário com a mdia de moagem. A mistura  ento agitada pela hlice com os impulsores, girando a altas velocidades (~250 rpm). Isto faz que o meio de moagem exera foras de cisalhamento e impacto no material. Um atritor de laboratrio trabalha at 10 vezes mais rpido que um moinho convencional. Ver Figura 2.20.

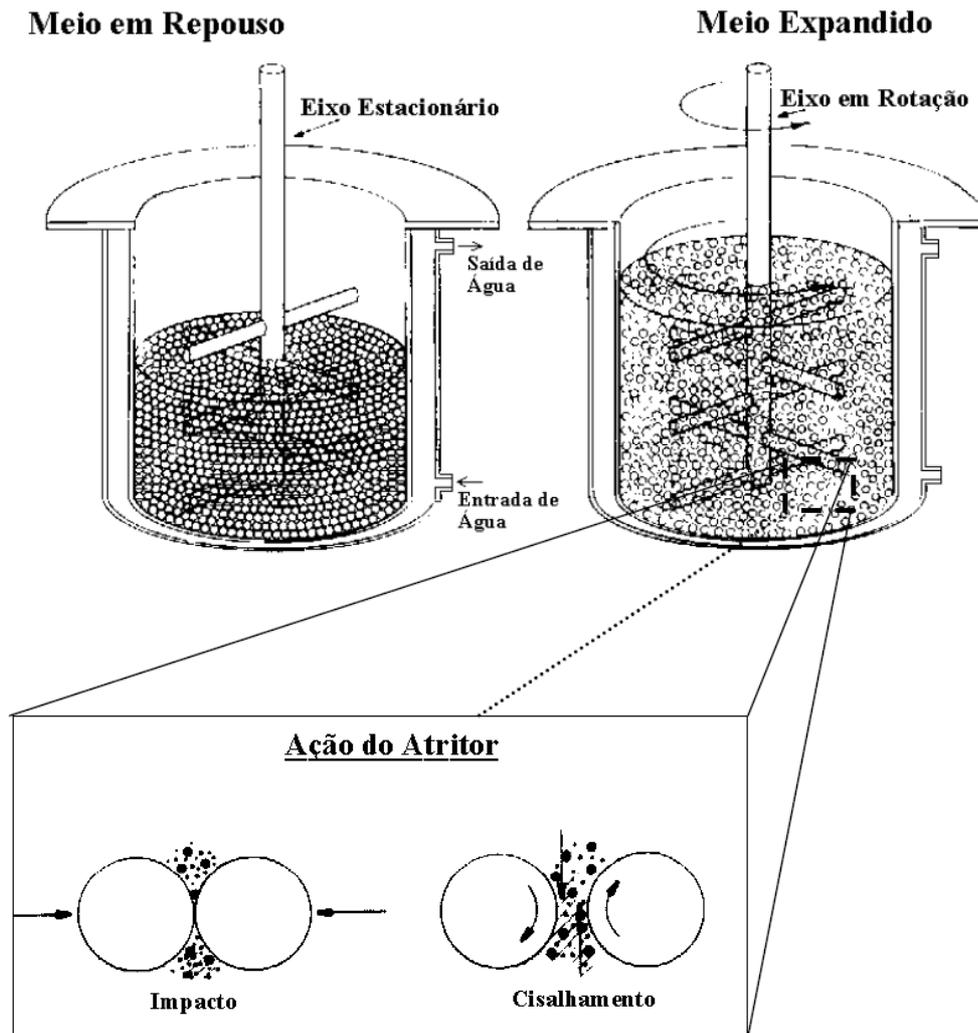


Figura 2.20 – Esquema de moinho tipo Atritor.

Fonte: Moura, 2013.

2.10. Microscopia eletrnica de varredura (MEV)

O microscpio eletrnico de varredura (MEV)  um tipo de microscpio eletrnico capaz de produzir imagens de alta resoluo da superfcie de uma

amostra. Devido a maneira com que as imagens são criadas, imagens de MEV tem uma aparência tridimensional característica e são úteis para avaliar a estrutura superficial de uma dada amostra.

Em um MEV típico, os elétrons são emitidos termionicamente a partir de um cátodo (filamento) de tungstênio ou hexaboreto de lantânio (LaB_6) e acelerados através de um ânodo, sendo também possível obter elétrons por efeito de emissão de campo. O tungstênio é tipicamente usado por ser o metal com mais alto ponto de fusão e mais baixa pressão de vapor, permitindo que seja aquecido para a emissão de elétrons. O feixe de elétrons, o qual normalmente têm uma energia que vai desde as algumas centenas de eV até 100 keV, é focalizado por uma ou duas lentes condensadoras, em um feixe com um ponto focal muito fino, com tamanho variando de 0,4 a 0,5 nm. Este feixe passa através de pares de bobinas de varredura e pares de placas de deflexão na coluna do microscópio.

Tipicamente as lentes objetivas, as quais defletem o feixe horizontal e verticalmente para que ele varra uma área retangular da superfície da amostra.

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação (até 300.000 x) e resolução. Na Figura 2.21 podemos observar um exemplo da eficiência na ampliação da caracterização pelo MEV. As imagens fornecidas pelo MEV possuem um caráter virtual, pois o que é visualizado no monitor do aparelho é a transcodificação da energia emitida pelos elétrons, ao contrário da radiação de luz a qual estamos habitualmente acostumados.

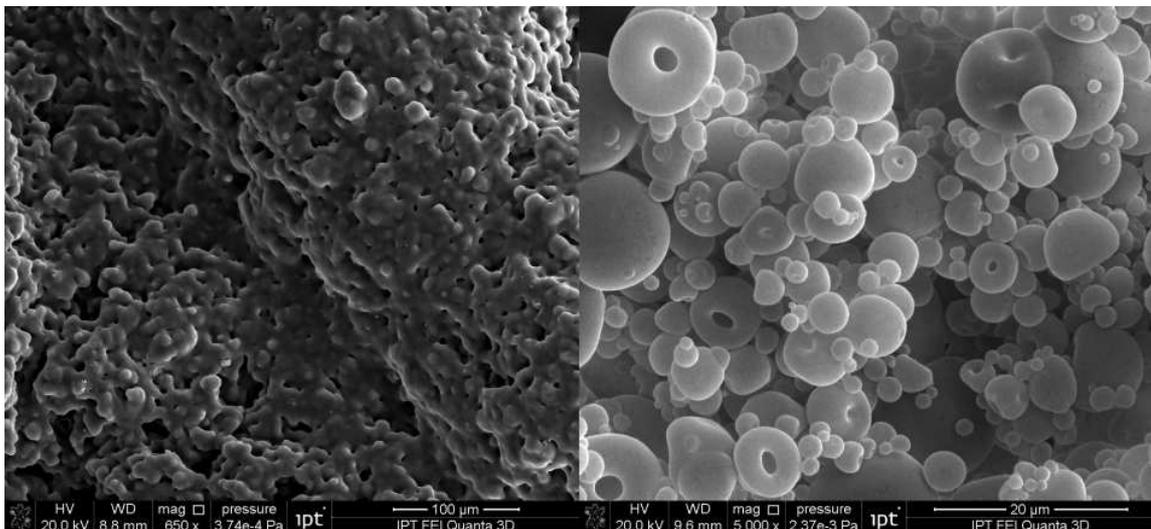


Figura 2.21 – MEV em amostras de látex de estireno-butadieno modificado (à direita) e não-modificado (à esquerda). Fonte: Ipt-SP, 2014.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS

A Figura 3.1 a seguir ilustra resumidamente a sequência deste trabalho:

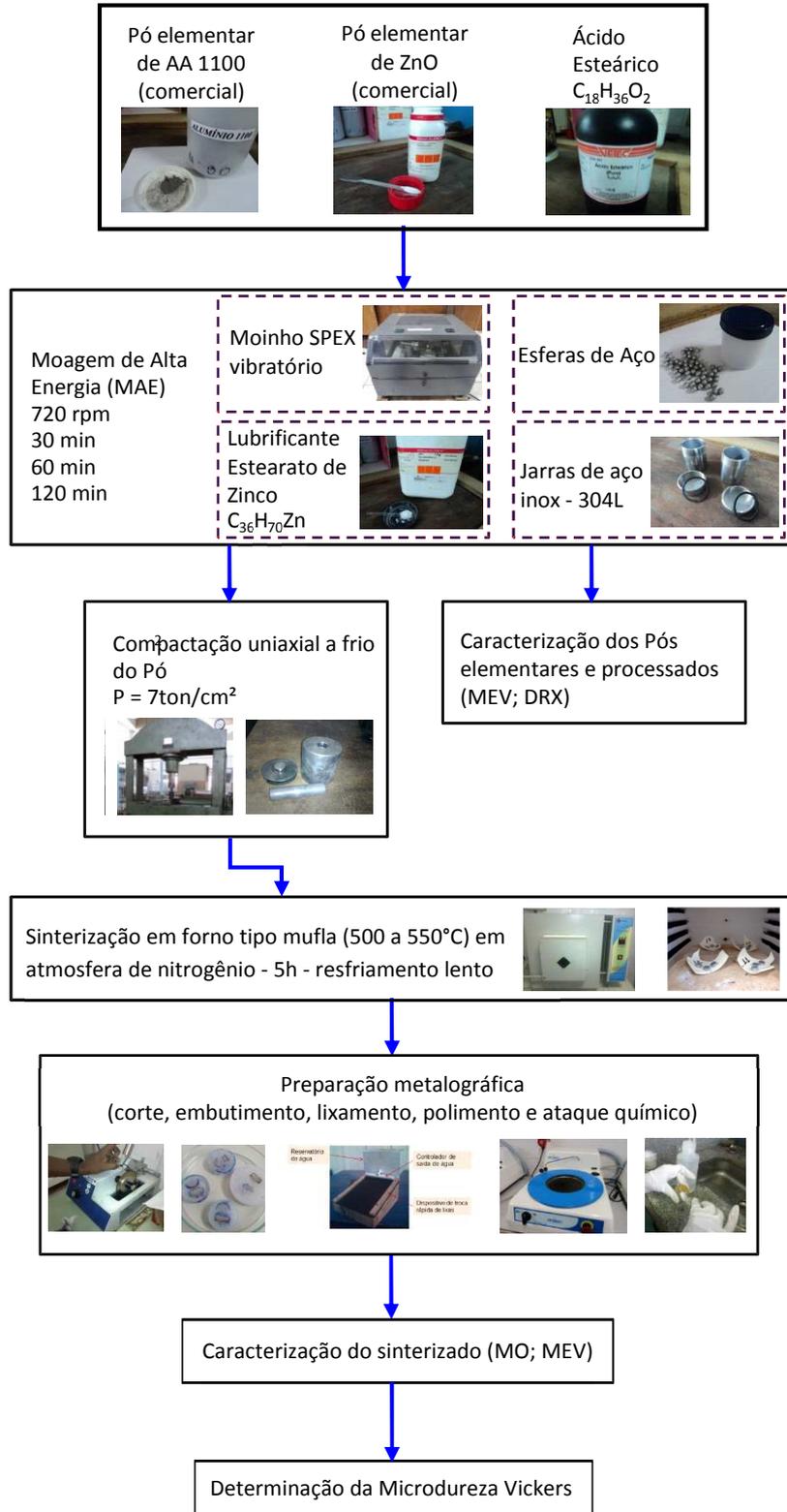


Figura 3.1 – Fluxo de processo do procedimento de fabricação do compósito de matriz de alumínio AA 1100 com reforço de ZnO.

Esta pesquisa iniciou-se com a confecção das amostras. Foram produzidas 3 amostras para cada percentual, 12 amostras de pós com reforço variando-se tempo de moagem e concentração do reforço para caracterização (12 com óxido de zinco, 1 com a matriz de alumínio e 1 com o reforço, totalizando 14) no total. Utilizamos pressão de compactação de $7,0 \text{ ton/cm}^2$ e temperatura de sinterização de 500°C , respectivamente. Para as amostras usadas na caracterização, utilizou-se da produção de 5g, matriz e reforço.

3.1. Pós de partida

Utilizamos pó de alumínio como componente da matriz, com pureza comercial de 99%, segundo classificação da *Aluminum Association* (AA), fabricado pela PECHINEY HERMILLON e reforço de óxido de zinco (ZnO) (100 nm) fabricado pela SIGMA-ALDRICH nas frações do volume de 5%, 10%, 15% e 20%. Para as amostras usadas na caracterização, produzimos 5g de pó (matriz + reforço). A variação em peso da fração do reforço foi estabelecida em 5%, 10%, 15% e 20% em peso do total, assim as unidades ficaram com a composição descrita abaixo:

- 3 unidades AA 1100 + 5% ZnO = $4,750\text{g} + 0,250\text{g} = 5,000\text{g}$ cada.
- 3 unidades AA 1100 + 10% ZnO = $4,500\text{g} + 0,500\text{g} = 5,000\text{g}$ cada.
- 3 unidades AA 1100 + 15% ZnO = $4,250\text{g} + 0,750\text{g} = 5,000\text{g}$ cada.
- 3 unidades AA 1100 + 20% ZnO = $4,000\text{g} + 1,000\text{g} = 5,000\text{g}$ cada.

Para cada conjunto de 3 (três) unidades, foi feita uma variação no tempo de processamento de cada amostra em moinho de esferas, 30, 60 e 120 minutos de MAE (Figura 3.2).



Figura 3.2 – Pós de AA 1100 com 5% de óxido de zinco por 60 minutos (1) e AA 1100 com 10% de óxido de zinco por 30 minutos (2)

3.2. Esferas de aço

Para o processo de moagem foram utilizadas esferas de aço SAE 52100 com diâmetro médio de 0,620 mm e massa média de 0,960g (medição feita em amostra de 40 esferas) e a razão massa de esferas dividida pela massa de mistura de pós foi de 10:1, ou seja, foram utilizadas 50g (em média) de esferas para processar 5,000g de pó para caracterização, compactação e sinterização. A Figura 3.3 apresenta as esferas de aços que foram utilizadas no processo de moagem dos pós.



Figura 3.3 – Meio de moagem, esferas de aço.

3.3. Agente controlador de processo

O alumínio possui boa ductilidade e alta tendência de soldagem a frio, a moagem de alta energia tem como bases a presença de 1 ou mais componentes dúcteis e equilíbrio entre os mecanismos de soldagem e fratura, de modo que se

não houver esse equilíbrio, haverá soldagem total do material nas paredes da jarra e nas mídias de moagem (esferas), ou amorfização do material. Portanto é necessário algum controle sobre a evolução do processo de moagem; isto é feito com o acréscimo do agente controlador de processo (*PCA – Process Control Agent*). Trata-se de uma substância que atuará como lubrificante e irá reduzir a energia superficial do material, evitando a soldagem excessiva. Nesse experimento foi utilizado o ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$) produzido pela VETEC BRASIL na proporção de 2% em peso do total de material processado, assim cada amostra de 5,000g tem a presença de 0,100g de PCA.

3.4. Lubrificante

Durante a etapa de compactação dos pós, é necessária a utilização de lubrificante na matriz e punção, tanto para evitar o atrito excessivo entre matriz e punção, como do pó sendo compactado e a matriz. Com essa finalidade, foi utilizado o Estearato de Zinco ($C_{36}H_{70}O_4Zn$) fabricado pela SIGMA-ALDRICH.

3.5. Atmosfera

Os processos de moagem de alta energia e compactação foram realizadas em atmosfera e temperatura ambiente normal (28,5°C em média e 1 ATM).

3.6. Pesagem dos pós e dos compósitos

As massas de pó, esferas, pastilhas sem e com reforço foram pesadas e a massa obtida em miligramas, utilizando-se de uma balança analítica com precisão de quatro casas decimais, da marca MARCONI modelo 240N. (Figura 3.4).

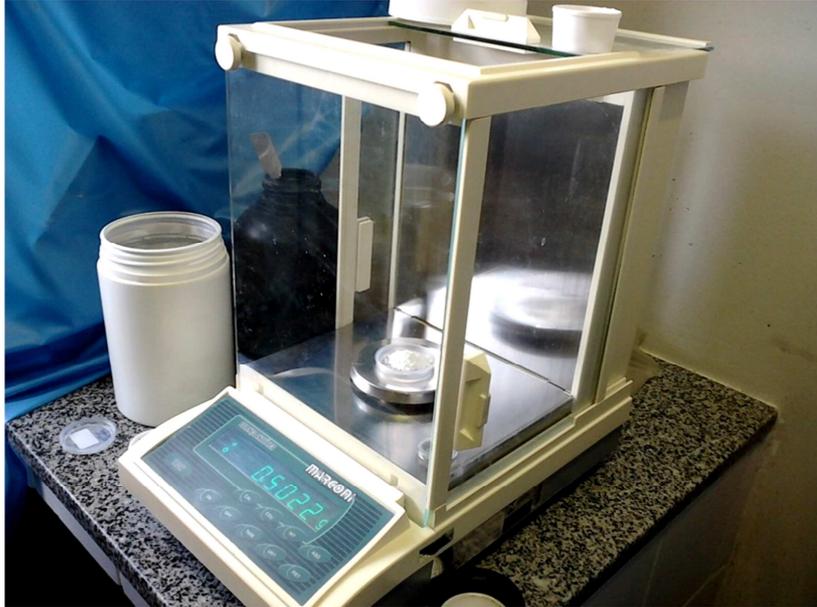


Figura 3.4 – Balança de precisão com quatro casas decimais

3.7. Recipiente de moagem dos pós

A jarra utilizada para o processo de MAE foi fabricada em aço inox AISI 304L de formato cilíndrico com tampa rosqueada e recartilhada externamente, conforme Figura 3.5. A mesma continha anel de vedação tipo O’ring para evitar vazamentos e contaminações. Foi utilizada uma jarra e a cada troca de percentual de reforço o recipiente passava por uma limpeza rigorosa com desengraxante e sabão neutro.



Figura 3.5 – Jarra de aço inox 304L, utilizada como recipiente de moagem.

3.8. Moagem dos pós

Para o processo de moagem dos pós foi utilizado um moinho SPEX tipo vibratório para moagem de alta energia com esferas. Esse tipo de moinho apresenta uma característica no processo de moagem. A movimentação do cabeçote segue uma trajetória em formato de infinito (∞), que aliado a sua alta rotação garante o processo.

A rotação foi fixada em 720 rpm. Os tempos de moagens das bateladas de pó foram estipulados em 30, 60 e 120 minutos para cada porcentagem de reforço. Como descrito o início deste trabalho, 12 amostras foram processadas para caracterização. Na Figura 3.6 observa-se o tipo de moinho utilizado neste trabalho e a fixação da jarra de inox no equipamento.



Figura 3.6 – Moinho tipo SPEX. Jarra do suporte (1); Visualização externa do moinho vibratório (2).

3.9. Análise da granulometria dos pós.

O processo de análise da granulometria dos pós foi realizada no ITEP (Instituto Tecnológico de Pernambuco), por meio da técnica de difração a laser em meio líquido, usando água como dispersante. O equipamento utiliza o software MASTER SIZER 2000 da MALVERN INSTRUMENTS U.K. Os resultados obtidos são baseados numa distribuição normal onde os tamanhos de partículas (em micrometros – μm) são agrupados por volume em porcentagem ou fração volumétrica.

3.10. Difração de raios X dos pós

A análise por difração de raios X foi feita no Laboratório de Física da UFPE (Universidade Federal de Pernambuco) e, o equipamento utilizado foi o difratômetro D6000 da SIEMENS. As condições de aquisição para a análise dos pós foram ângulo de difração 2θ variando de 5° a 120° e passo de $0,02$ graus por segundo. (Figura 3.7).

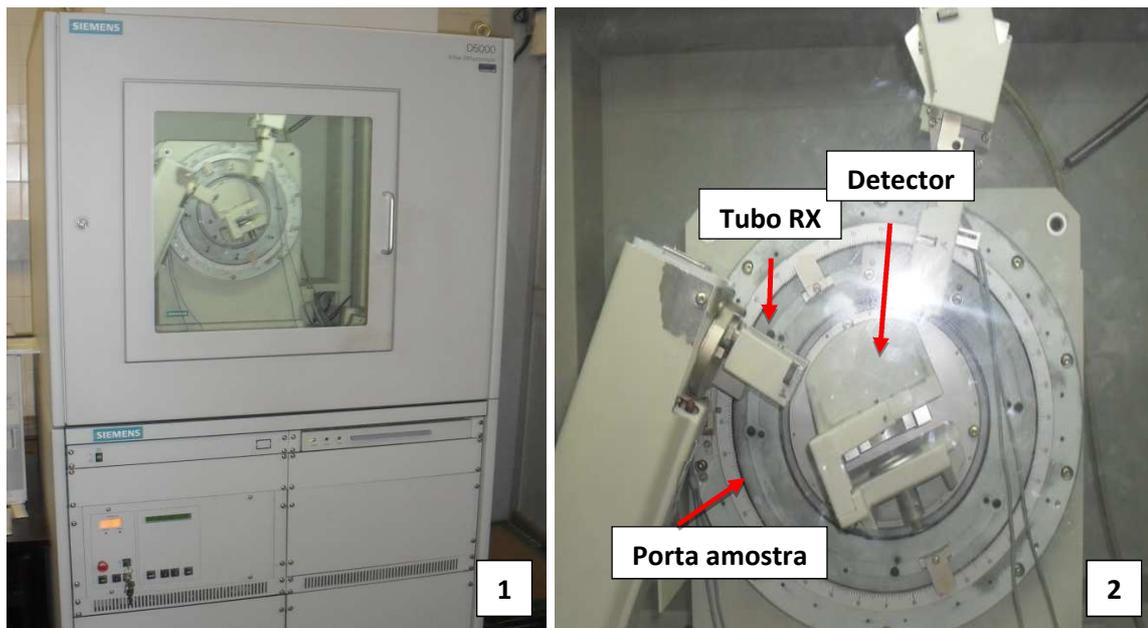


Figura 3.7 – Difratômetro Siemens, detalhe externo (1) e interno (2)

3.11. MEV dos Pós

A caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada no Laboratório de Física da UFPE com equipamento da marca JEOL modelo JSM 5900 (pós da liga com óxido de zinco) e no Laboratório de Dispositivos e Nanoestruturas - LDN da UFPE com equipamento da marca JEOL modelo JSM 6460. (Figuras 3.8 e 3.9).



Figura 3.8 – Detalhamento do MEV Laboratório de Física – UFPE (1) ; Marca e modelo do equipamento (2)

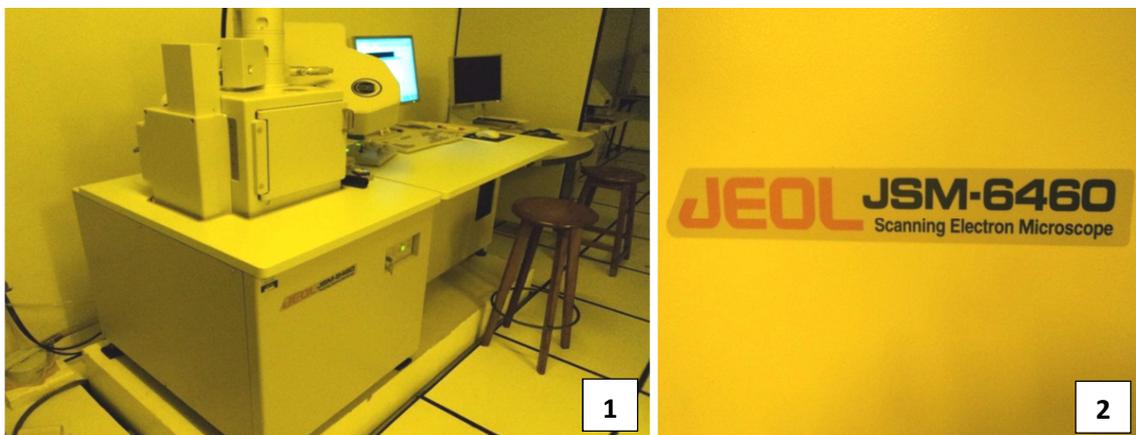


Figura 3.9 – Detalhamento do MEV do LDN – UFPE (1) ; Marca e modelo do equipamento (2)

3.12. Matriz de compactação

Foi utilizada uma matriz fabricada em aço VC 131 (AISI D6) (aço com alta estabilidade dimensional e excelente resistência ao desgaste, especialmente em condições abrasivas, composto de altos teores de carbono e cromo e liga adicional de tungstênio e vanádio), material indicado para matrizes e ferramentas classificado pela Norma AISI D6, ver Figura 3.10. A matriz foi tratada termicamente por têmpera a 950°C por 60 minutos, resfriada em óleo e duplamente revenida a 100°C por duas horas cada revenimento. Este procedimento foi executado para obtenção de dureza 66 HRC.

A matriz é do tipo cilíndrico com furo concêntrico, dotada de base com ressalto e punção, cilíndrica passante. Suas dimensões são: diâmetro externo 56,35

mm; diâmetro interno 11,75mm; altura 65,00 mm; espessura da base 10,00 mm; altura do ressalto da base 5,0 mm; altura do punção 82,00 mm e diâmetro do punção 11,70 mm. Esses valores de medição são a média de 10 medições utilizando-se um paquímetro marca MARBERG com precisão 0,05 mm. (Figura 3.10).



Figura 3.10 – Matriz de compactação desmontada (1) e matriz de compactação montada (2).

O forno utilizado para tratamento térmico da matriz de compactação, foi do tipo MUFLA da marca JUNG, modelo LF 4212, monofásico, 220V, 22 ampéres, capacidade nominal 1200°C. (Figura 3.11).

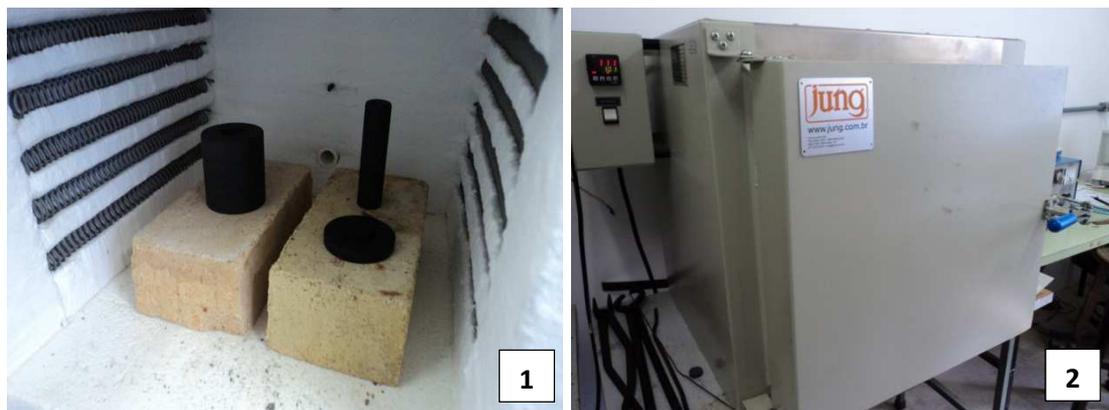


Figura 3.11 – Interior do forno tipo mufla e matriz de compactação (1) ; Exterior do forno tipo mufla (2)

3.13. Compactação dos pós

O processo de compactação dos pós foi feito em uma prensa hidráulica da marca COMPAQ com capacidade nominal de 60 toneladas. A pressão de

compactação utilizada foi de $7,0 \text{ ton/cm}^2$ durante 5 minutos. O tipo de compactação adotado foi uniaxial a frio. (Figura 3.12).

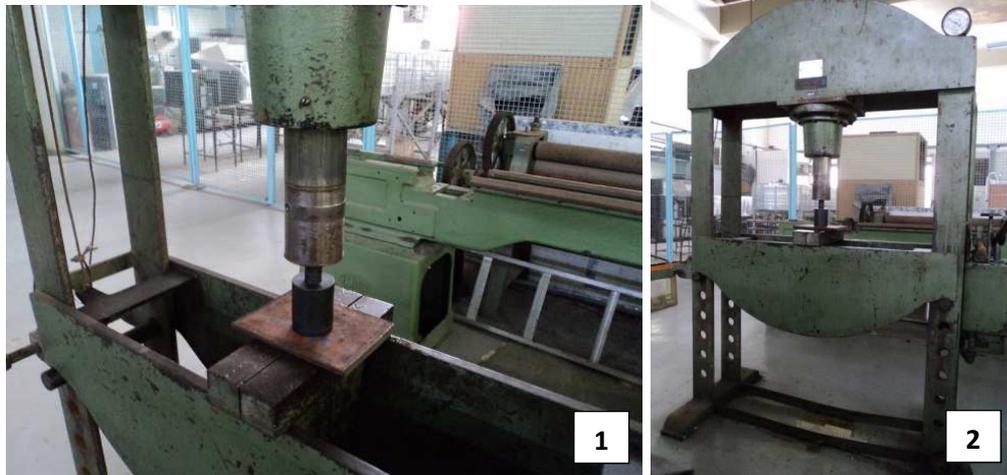


Figura 3.12 – Detalhe da prensa hidráulica e da matriz de compactação (1) e (2)

3.14. Pastilhas do compósito compactadas

Foram confeccionadas pastilhas da liga de pó de alumínio AA 1100 com reforço de óxido de zinco (ZnO) com diferença de percentual e tempo de moagem de 120 minutos, devido que tivemos um menor tamanho de partícula para um maior tempo de moagem, conforme especificado abaixo:

- 3 amostras de AA 1100 com 5% de reforço de ZnO moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 1100 com 10% de reforço de ZnO moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 1100 com 15% de reforço de ZnO moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 1100 com 20% de reforço de ZnO moídos a 120 minutos.

Totalizaram 12 amostras compactadas. As amostras foram sinterizadas a uma temperatura de 500 a 550°C em atmosfera controlada de nitrogênio por 5 horas.

3.15. Sinterização das pastilhas

Os pastilhas de compósitos de liga de alumínio AA 1100 com reforço de óxido de zinco (ZnO) foram sinterizadas no forno tipo mufla com temperatura de 500°C sob atmosfera controlada de nitrogênio durante 5 horas. Consistiu em três etapas, primeiro aquecimento com a temperatura de 450°C para eliminação do lubrificante e ligantes orgânicos (desgaseificação), para evitar a formação de fissuras, após sinterização e resfriamento lento dentro do forno (Figura 3.13). Foi utilizado segmentos de alumina sinterizada como suportes das pastilhas, conforme apresentado na Figura 3.14.

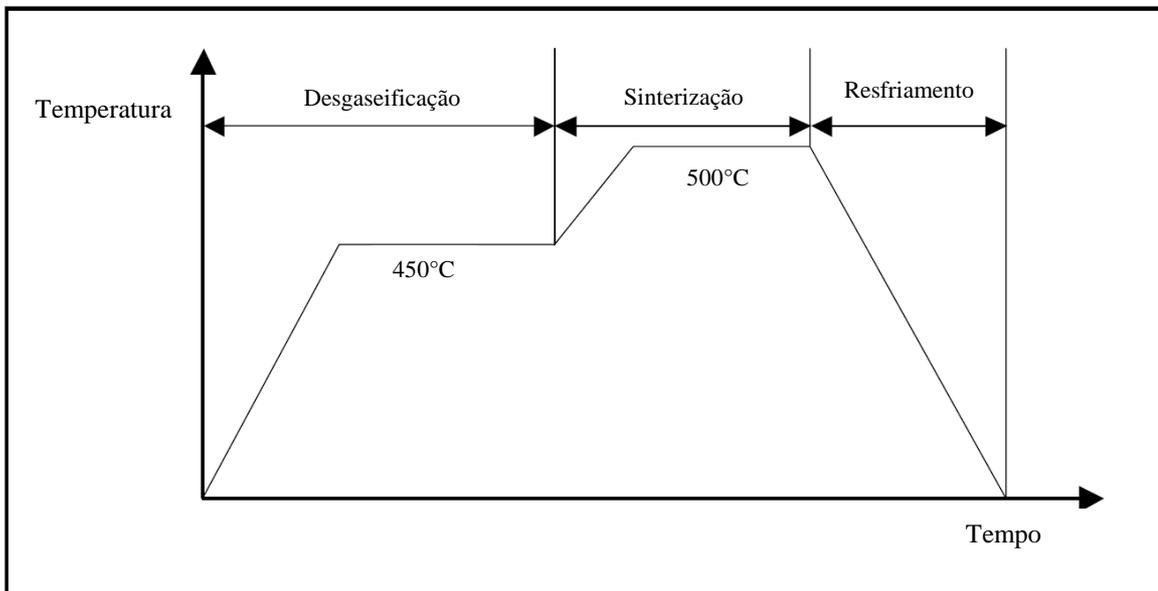


Figura 3.13 – Ciclo de sinterização da liga AA 1100 + ZnO



Figura 3.14 – Distribuição das pastilhas no forno para sinterização.

3.16. Análise das pastilhas do compósito sinterizadas

Preparamos as amostras para obtermos a seção superficial e transversal através de corte nas pastilhas de AA 1100 com reforço de ZnO após sinterização.

Os cortes foram realizados em uma máquina tipo “cut-off” ISOMET marca BUEHLER, com o objetivo de retirar uma seção superficial e outra transversal das pastilhas sinterizadas. A máquina “cut-off”, apresentada na Figura 3.15, possui controle na rotação e sua pressão é controlada por contrapeso. O disco de corte utilizado era diamantado e refrigerado em banho de óleo no recipiente da máquina.



Figura 3.15 – Detalhamento da ISOMET “cut off”.

3.17. Embutimento, lixamento e polimento das seções superficial e transversal das pastilhas

Após a obtenção das seções superficial e transversal das pastilhas, foi efetuado o embutimento a frio, em resina acrílica auto polimerizável, curada por 24 horas conforme procedimento de preparação de amostra para microscopia. Após a cura da resina, procedeu-se o lixamento utilizando-se da seguinte sequência de lixas d’água: 220, 320, 400 e 600. O lixamento foi feito numa lixadeira marca AROTEC, modelo APL 4 com as lixas umedecidas por filete de água; as amostras foram marcadas para que a cada troca de lixa, fosse executado uma rotação de 90° visando a eliminação das marcas da lixa anterior. (Figura 3.16).



Figura 3.16 – Detalhe da lixadeira

O polimento das seções embutidas, foi executado utilizando-se pasta de diamante e lubrificante azul, adicionados ao disco de polimento de feltro. As seções embutidas foram deslocadas realizando uma trajetória em forma de infinito sobre o disco de polimento para retirar quaisquer riscos remanescentes da última lixa. Foi utilizada a politriz marca AROTEC modelo ARAPOL 2V. (Figura 3.17).



Figura 3.17 – Detalhe da politriz

3.18. Limpeza das seções embutidas

Foi executada uma limpeza das seções embutidas, a fim de retirar resíduos das substâncias utilizadas no polimento, dispendo-se de máquina de

limpeza por ultrassom marca BRANSON modelo B12 por 2 minutos no mínimo com mistura de água e acetona na concentração de 50%. (Figura 3.18).



Figura 3.18 – Detalhe da limpadora por ultrassom

3.19. Ataque químico das seções embutidas

O ataque químico tem a finalidade de revelar a seção a ser analisada. Esse processo foi realizado com ácido fluorídrico (HF – concentração de 0,05%) e água, numa mistura de 1:1 num tempo de 8 a 10 segundos. Em seguida lavada com água corrente e acetona, secagem por jato de ar quente paralelo a superfície revelada. (Figura 3.11).

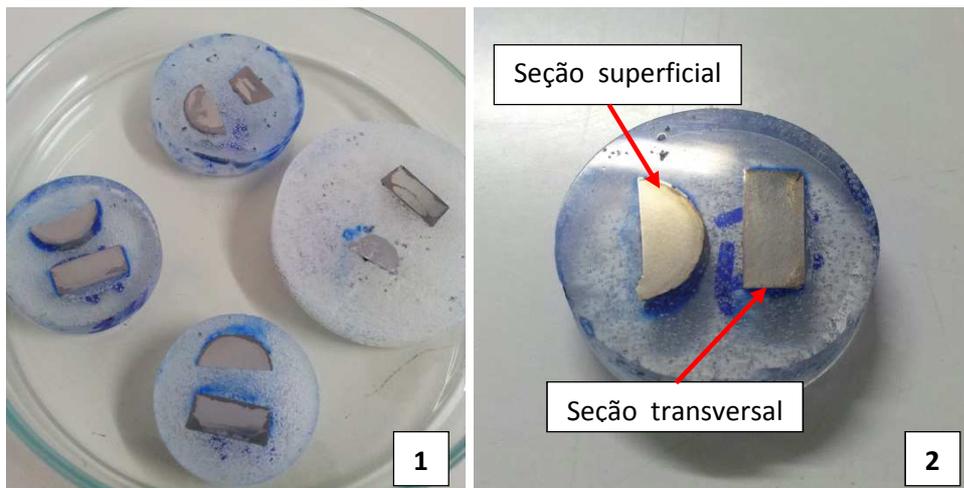


Figura 3.19 – Cortes das seções superficiais e transversais embutidas (1) e cortes das seções lixadas, polidas, limpas e reveladas (2)

3.20. Microscopia ótica das seções das pastilhas

A caracterização através da microscopia ótica foi executada com os aumentos de 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes; realizado com Microscópio Ótico marca OLIMPUS modelo BX51M com câmera de vídeo acoplada, conforme apresentada na Figura 3.20.



Figura 3.20 – Análise por microscopia ótica.

3.21. Microdureza Vickers das seções das pastilhas

A microdureza Vickers das seções superficiais e transversais foi analisada através de um ensaio de dureza vickers feito no Microdurômetro marca INSIZE modelo ISH TDV 1000, com carga aplicada pelo penetrador variando de 0,5 kgf à 1 kgf, conforme apresentado na Figura 3.21.



Figura 3.21 – Detalhe do microdurômetro

3.22. MEV das seções

Realizado no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), no Departamento de Microscopia do DEMEC, modelo TM 3000 HITACHI. As seções transversais e superficiais das pastilhas foram o alvo da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), conforme o aspecto microestrutural da parte interna do material é possível saber se houve a incorporação do reforço pela matriz, distribuição uniforme, presença de porosidades e interface matriz-reforço consolidada. Tivemos que desembutir as amostras para reduzir o tempo de análise. Na Figura 3.22 é apresentado a preparação das amostras antes de caracterizá-las e a inserção delas no MEV.



Figura 3.22 – Preparação das amostras (1); inserção das amostras para análise (2).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização das pastilhas do compósito

4.1.1. Granulometria dos pós por difração a laser

Nas figuras 4.1 e 4.2 apresentam-se os espectros por difração a laser dos pós da matriz de alumínio AA 1100 e seu reforço de óxido de zinco, conforme recebidos; junto com um gráfico do onde estão listados os resultados $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$, para o diâmetro médio das partículas para 10, 50 e 90% dos resultados da distribuição normal. Nota-se que o tamanho das partículas do reforço (ZnO) é bem menor que da matriz (AA1100). Esta diferença de tamanho entre a matriz de alumínio AA1100 e o reforço de óxido de zinco pode ser vista na Figura 4.3 para $d(0,1)$, $d(0,5)$ e $d(0,9)$.

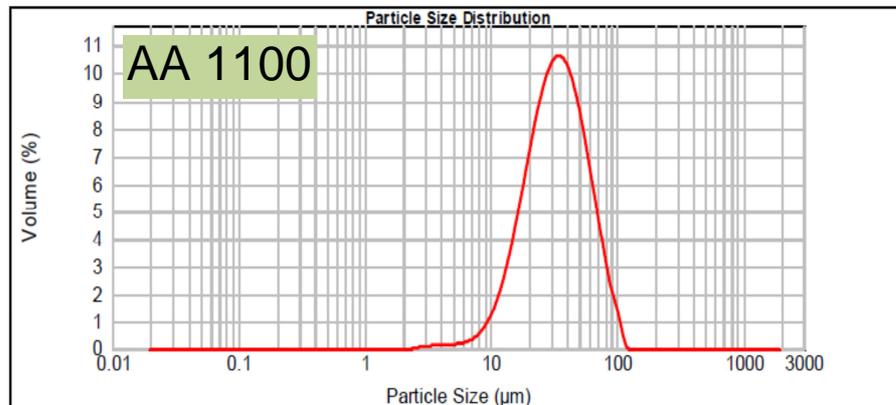


Figura 4.1 – Granulometria por difração a laser: AA 1100

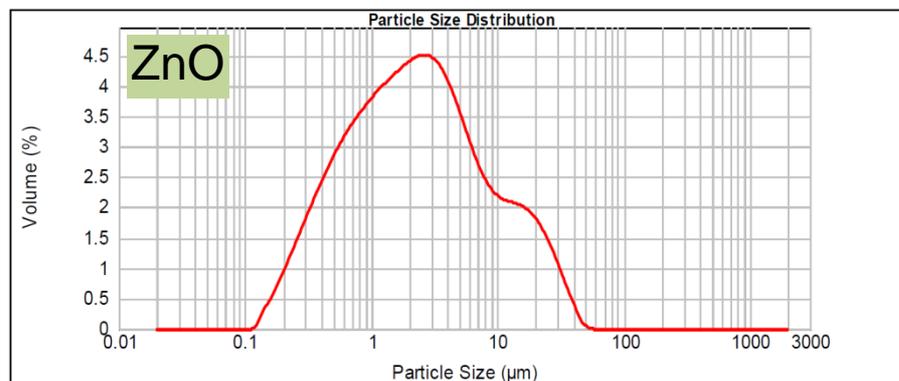


Figura 4.2 – Granulometria por difração a laser: ZnO

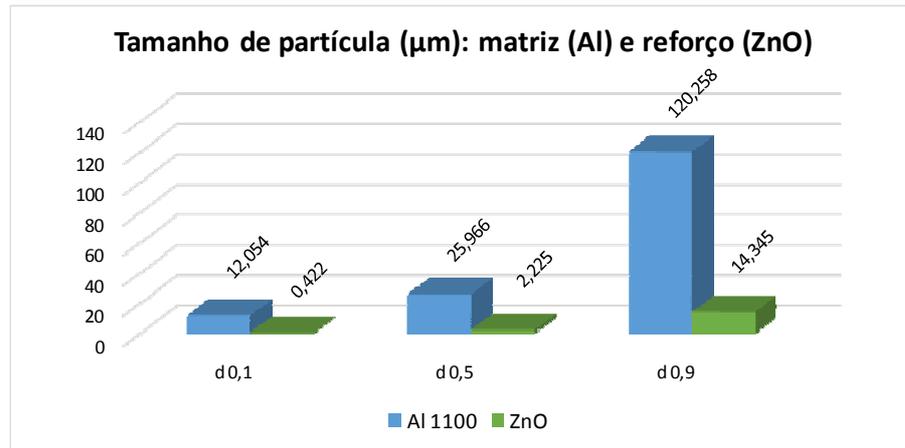


Figura 4.3 – tamanho das partículas do AA 1100 e ZnO

4.1.2. Amostras de AA 1100 reforçada com óxido de zinco a 5% durante 30, 60 e 120 minutos de MAE

As figuras 4.4, 4.5 e 4.6 mostram a distribuição dos tamanhos das partículas em volume da matriz de alumínio reforçada com 5% de ZnO para os tempos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia.

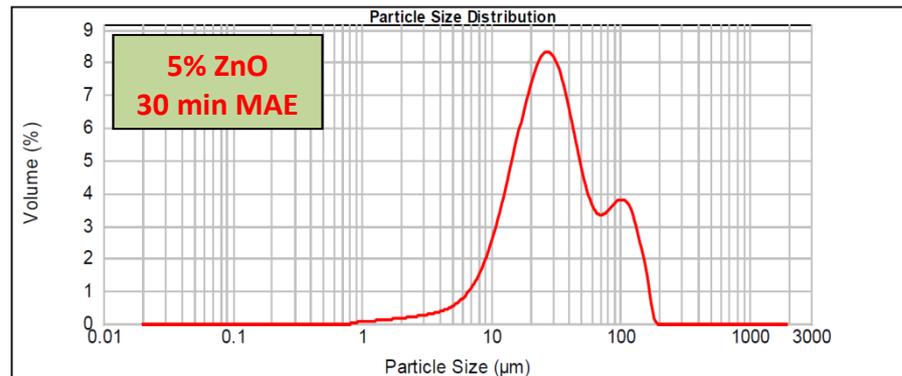


Figura 4.4 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 30 minutos MAE.

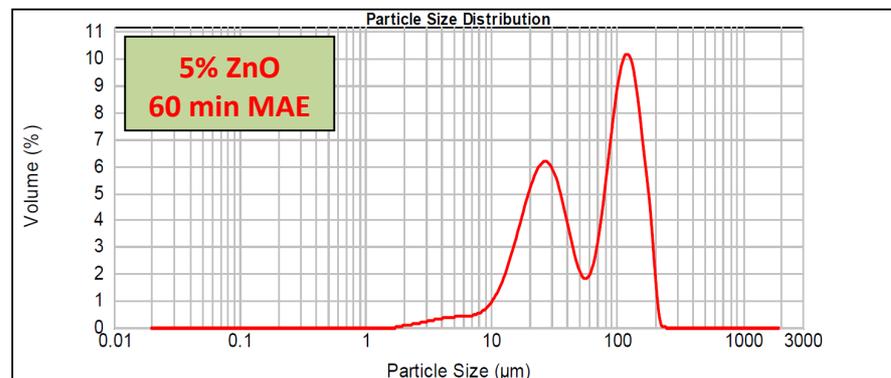


Figura 4.5 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 60 minutos MAE.

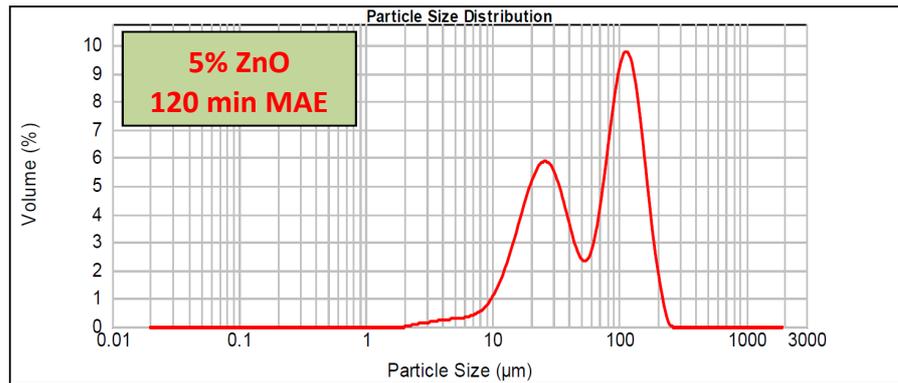


Figura 4.6 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 5% ZnO 120 minutos MAE.

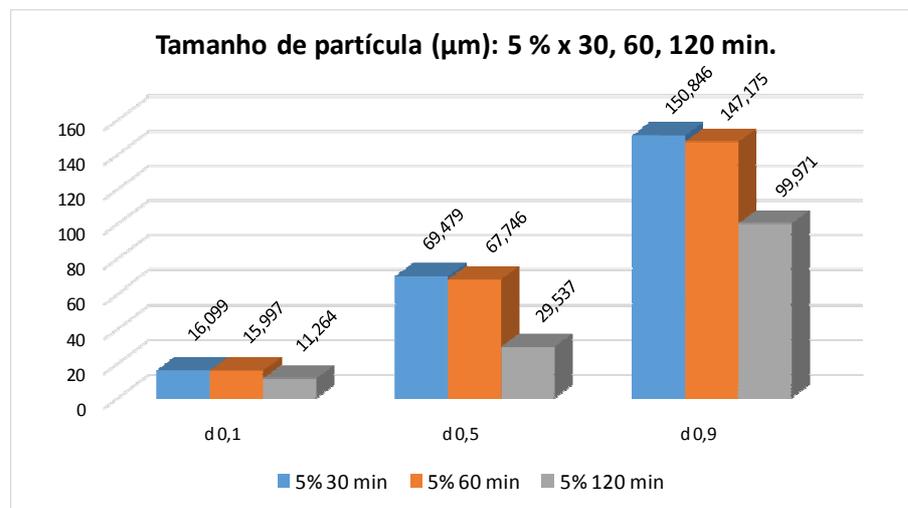


Figura 4.7 – tamanho das partículas (µm).

As figuras 4.4, 4.5 e 4.6 mostram que a moagem em alta energia (MAE) produziu uma soldagem nas partículas em vez de redução de tamanho, quando as amostras de alumínio AA1100 foram reforçadas com óxido de zinco, principalmente entre os tempos de 30 e 60 min. A figura 4.7 mostra claramente os fatos. A soldagem foi mais lenta entre 60 e 120 min.

4.1.3. Amostras de AA 1100 reforçada com óxido de zinco a 10% durante 30, 60 e 120 minutos de MAE

As figuras 4.8, 4.9 e 4.10 mostram a distribuição dos tamanhos das partículas em volume da matriz de alumínio reforçada com 10% de ZnO, para os tempos de 30, 60 e 120 min de moagem de alta energia.

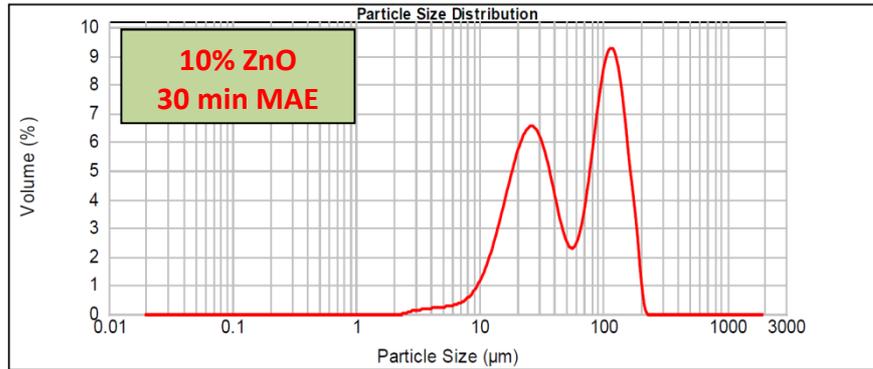


Figura 4.8 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 30 minutos MAE.

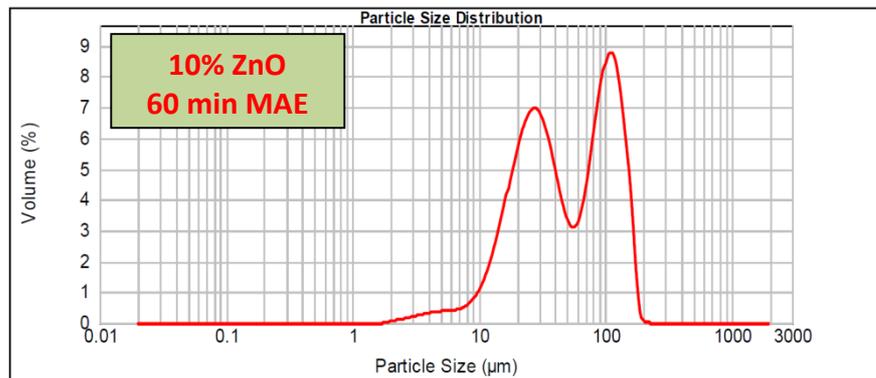


Figura 4.9 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 60 minutos MAE.

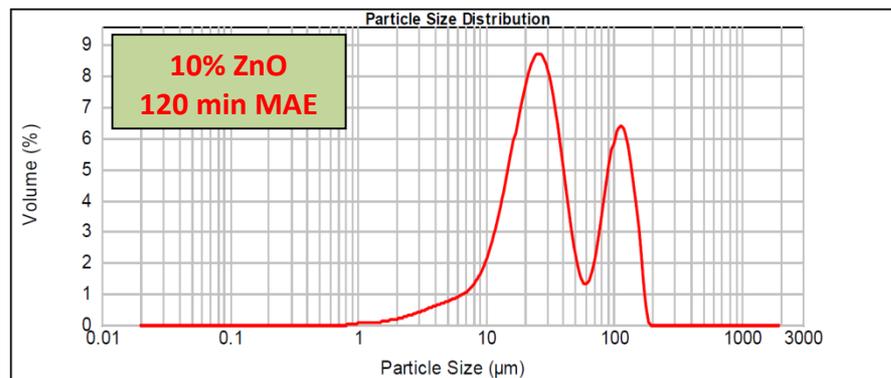


Figura 4.10 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 10% ZnO 120 minutos MAE.

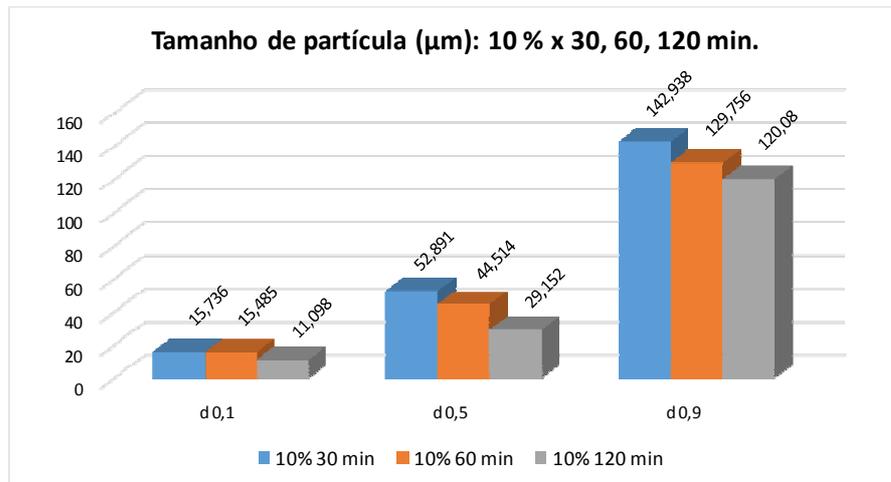


Figura 4.11 – Tamanho das partículas (μm).

A Figura 4.11 mostra que houve soldagem entre as partículas quando a matriz de alumínio é reforçada com 10% de ZnO. No entanto, a soldagem das partículas com tal reforço ocorre em menor escala quando comparada com o reforço de 5% de ZnO.

4.1.4. Amostras de AA 1100 reforçada com Óxido de Zinco a 15% durante 30, 60 e 120 minutos de MAE

As figuras 4.12, 4.13 e 4.14 mostram a distribuição dos tamanhos das partículas em volume da matriz de alumínio reforçado com 15% de ZnO para os tempos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia.

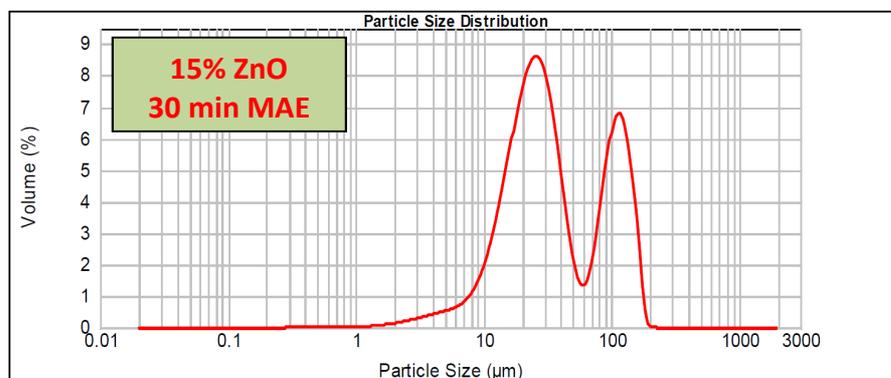


Figura 4.12 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 30 minutos MAE.

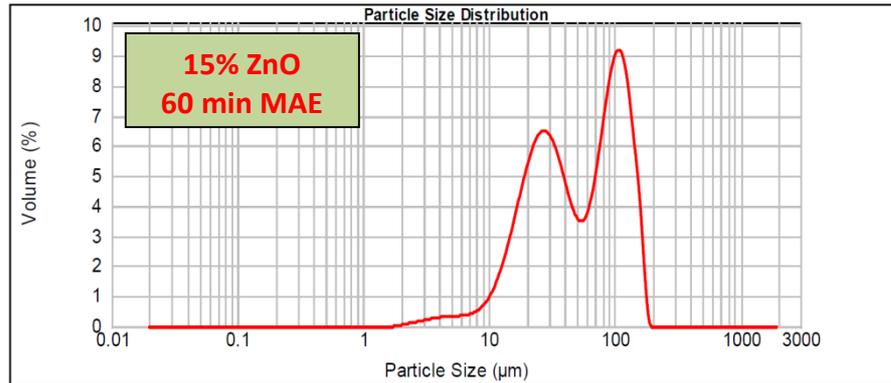


Figura 4.13 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 60 minutos MAE.

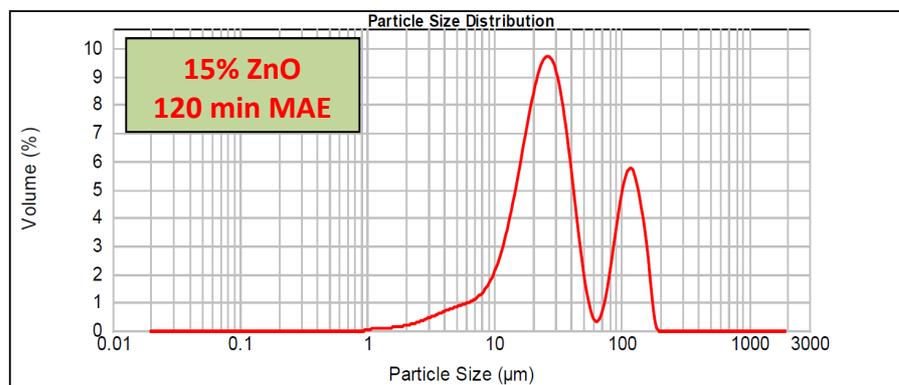


Figura 4.14 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 15% ZnO 120 minutos MAE.

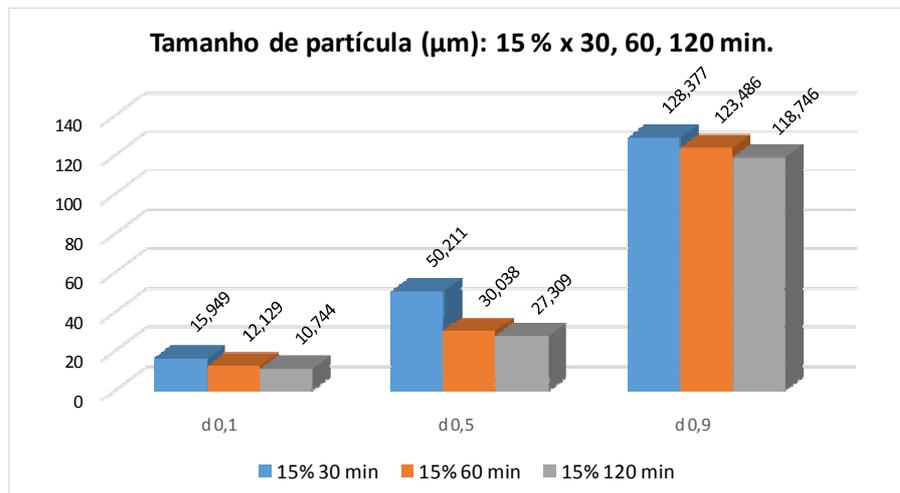


Figura 4.15 – Tamanho das partículas (µm).

A Figura 4.15 mostra que ocorreu soldagem de partículas na matriz de alumínio reforçada, porém numa escala ainda menor quando comparadas com as figuras 4.7 e 4.11.

4.1.5. Amostras de AA 1100 reforçada com óxido de zinco a 20% durante 30, 60 e 120 minutos de MAE

As figuras 4.16, 4.17 e 4.18 mostram a distribuição dos tamanhos das partículas em volume da matriz de alumínio reforçado com 20% de ZnO para os tempos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia.

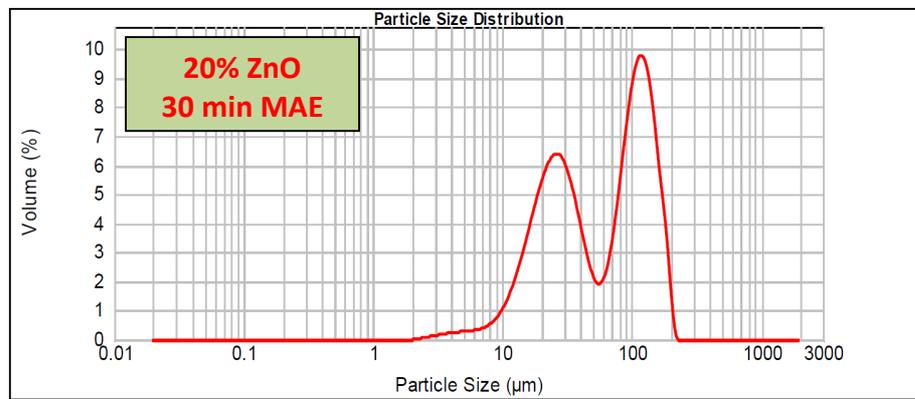


Figura 4.16 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 30 minutos MAE.

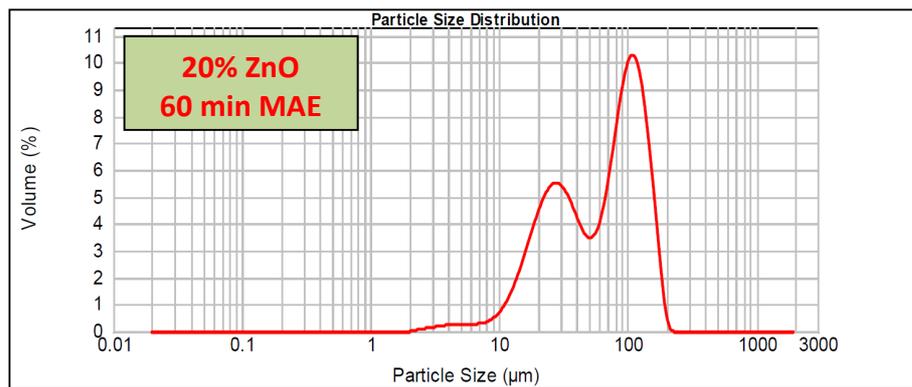


Figura 4.17 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 60 minutos MAE.

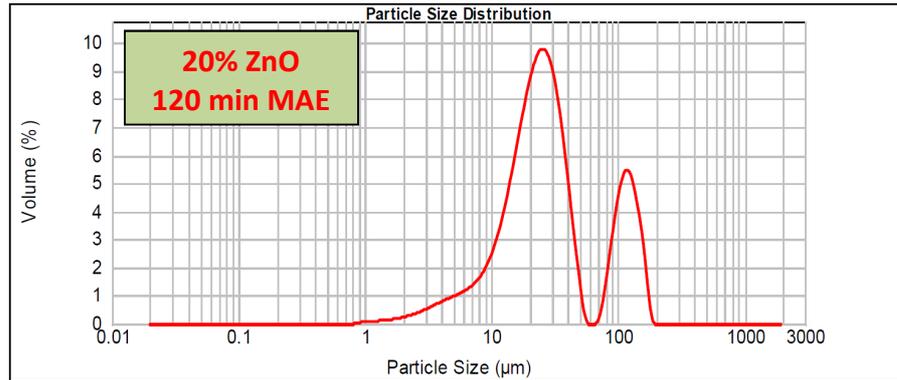


Figura 4.18 – Granulometria por difração a laser: AA 1100 + 20% ZnO 120 minutos MAE.

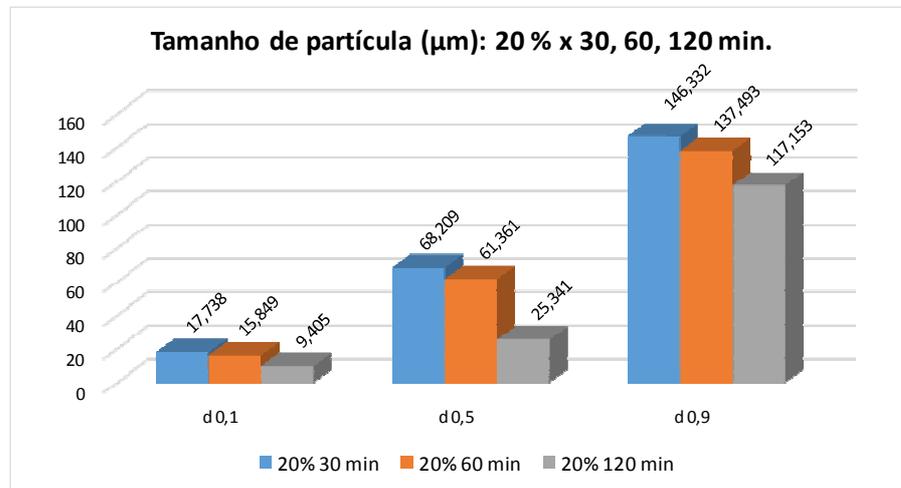


Figura 4.19 – Tamanho das partículas (µm).

4.1.6. Distribuição dos resultados por classe, comparativo tempo de moagem X concentração do reforço.

Com os resultados anteriores, fizemos uma avaliação do tamanho de partícula (em micrometros - µm) agrupada pelas classes de resultados ou fração volumétrica (0,1d; 0,5d e 0,9d), levando-se em consideração o tempo de moagem e a concentração do reforço. Resultados nas figuras 4.20 a 4.22.

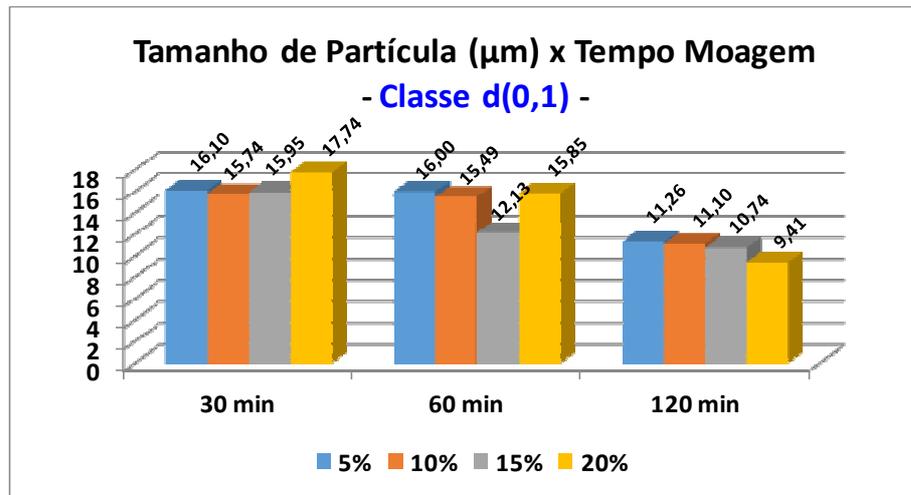


Figura 4.20 – Fração volumétrica d(0,1) do AA 1100 + ZnO

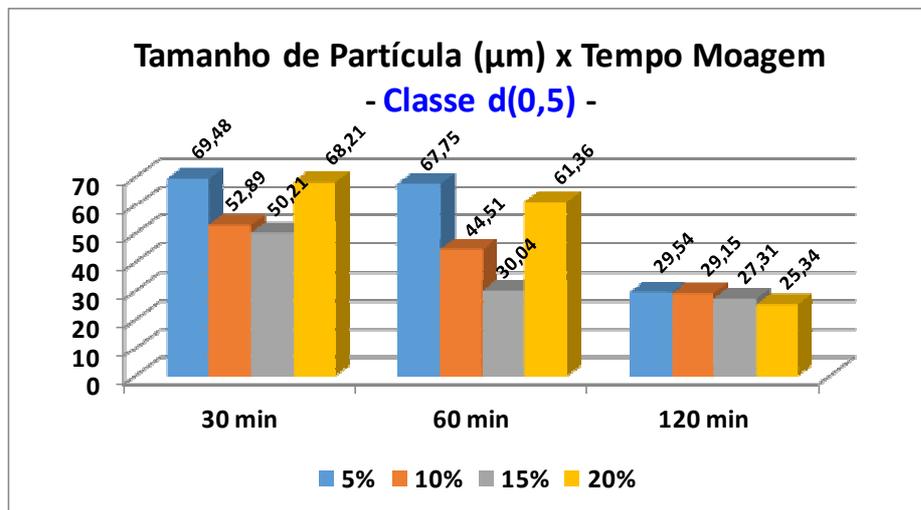


Figura 4.21 – Fração volumétrica d(0,5) do AA 1100 + ZnO

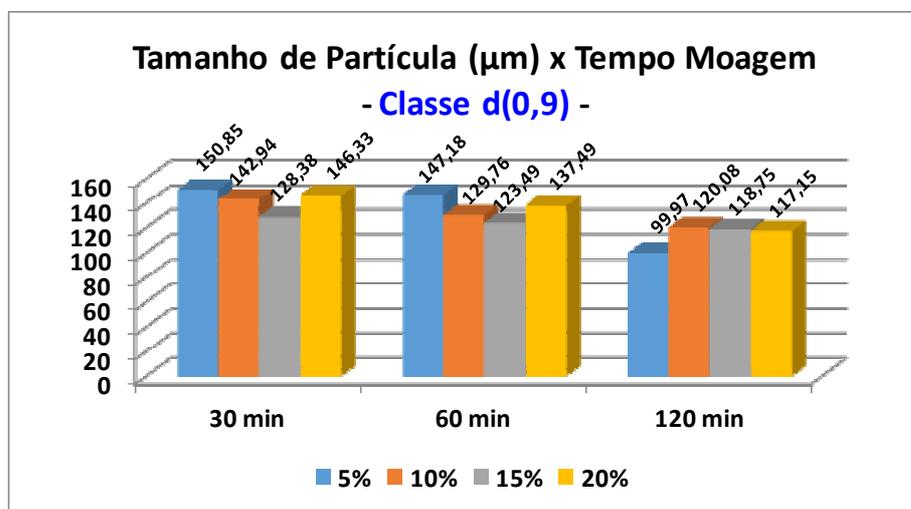


Figura 4.22 – Gráfico Excel: Fração volumétrica d(0,9) do AA 1100 + ZnO

Observando os três gráficos acima, podemos notar uma redução de tamanho de partícula dentro da classe $d(0,9)$ (ou fração volumétrica), quando analisamos os resultados para 20% de reforço nos tempos de moagem descritos, especialmente de 60 para 120 minutos.

4.2. DRX para identificação das fases

Utilizou-se a difração de raios-X (DRX) para identificar os elementos presentes nos pós e seus picos característicos. Utilizou-se a lei de Bragg para encontrar a intensidade e depois a intensidade relativa. Os difratogramas estão agrupados e sobrepostos segundo a variação de tempo de processamento (MAE) para determinada fração de reforço. Os valores de (D) ao lado de cada linha do gráfico indicam o quanto deve ser subtraído do valor da escala de intensidade lida, para se obter o valor real. As condições de aquisição para execução do experimento foram com ângulo de difração (2θ) variando de 5° a 120° e passo de $0,02^\circ/s$. O software utilizado para plotagem dos resultados foi o Origin e a escala do ângulo 2θ está multiplicada por 10.000 (dez mil) para efeito de ampliação e visualização. Com posse destes dados, comparou-se os valores com as fichas cristalográficas dos possíveis materiais existentes, para nos certificarmos da presença real desses elementos químicos e a qual plano o mesmo pertence. As Figuras 4.23 a 4.26 mostram esses gráficos.

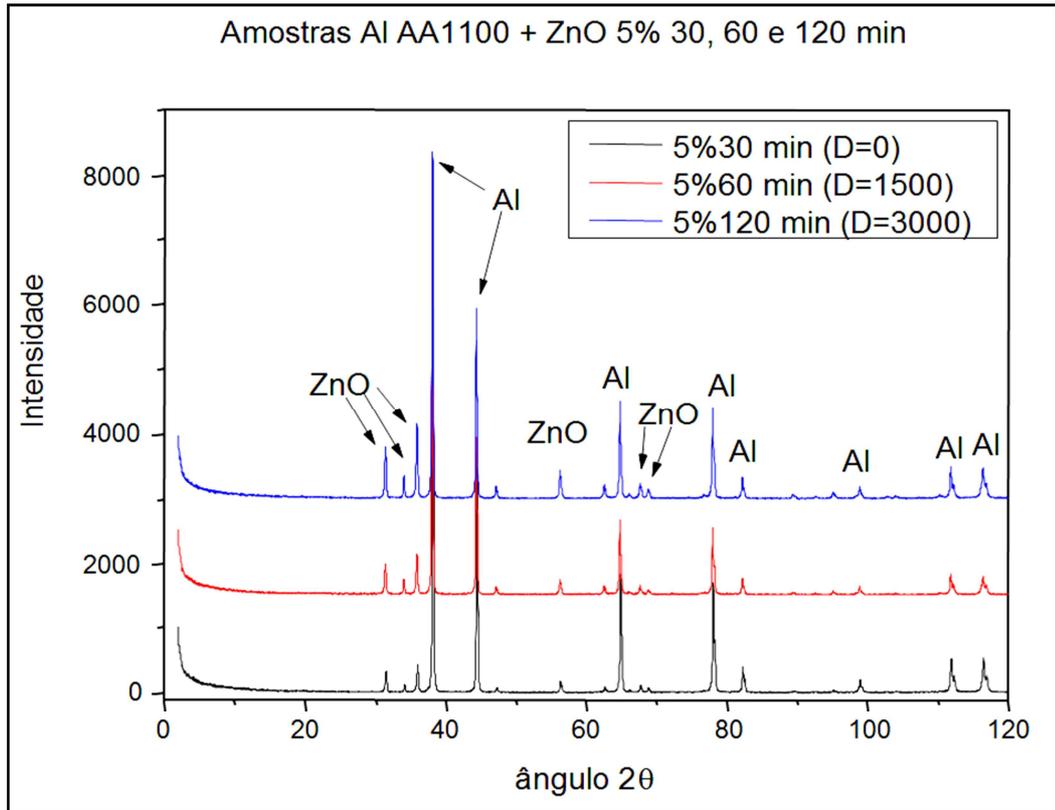


Figura 4.23 – Difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 5% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.

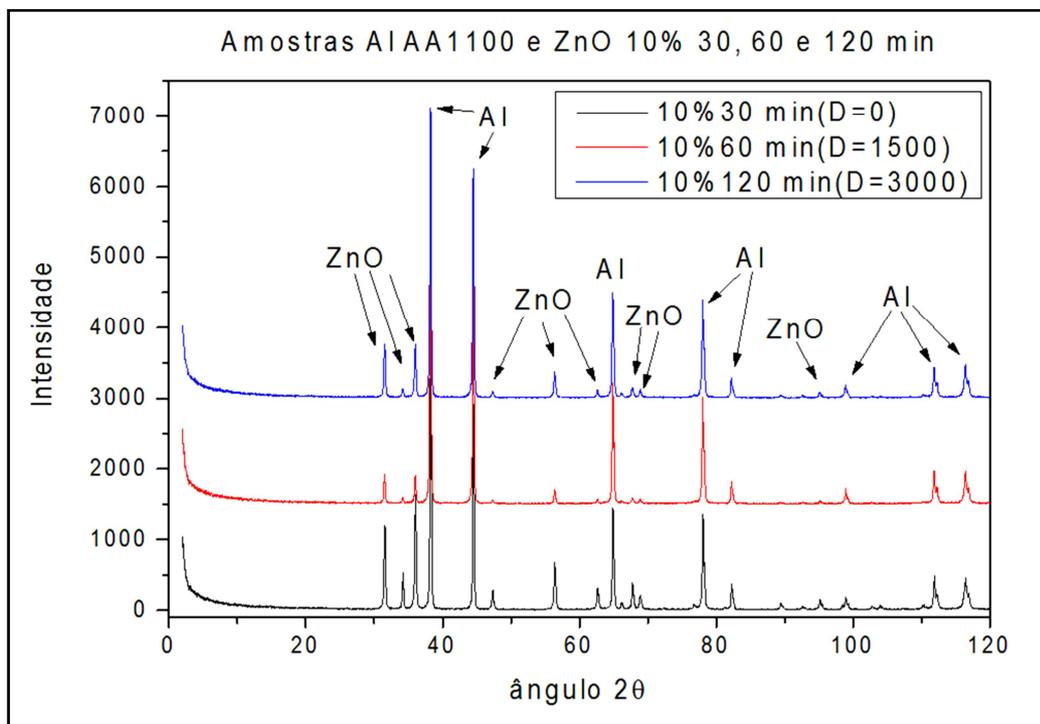


Figura 4.24 – Difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 10% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.

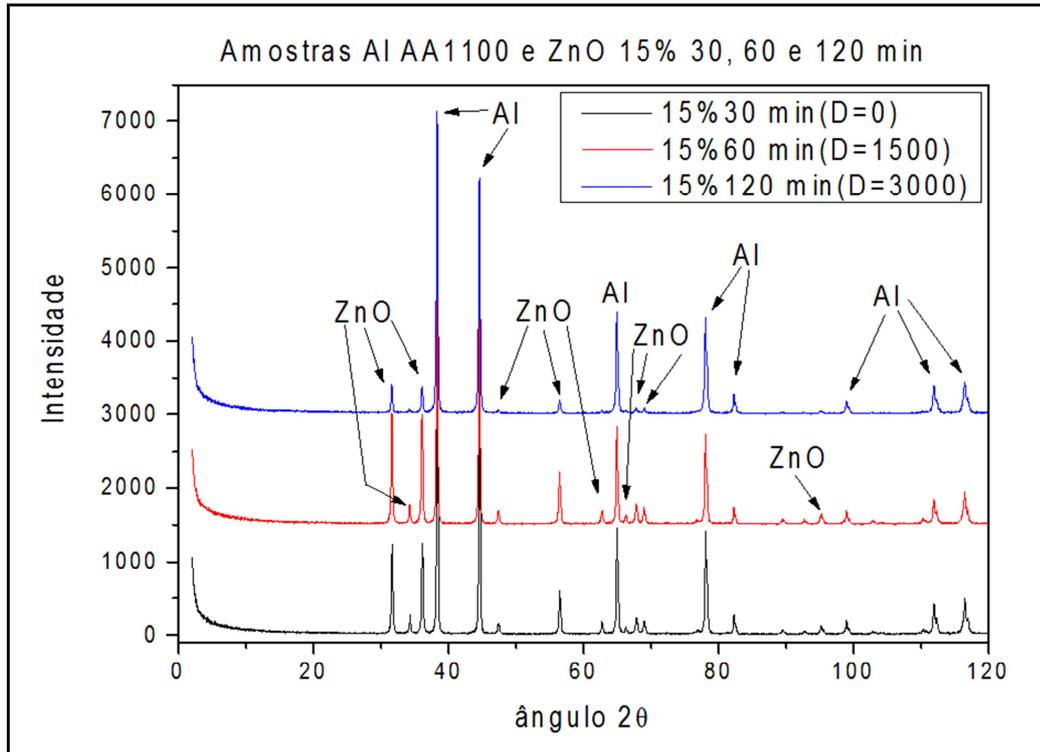


Figura 4.25 – Difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 15% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.

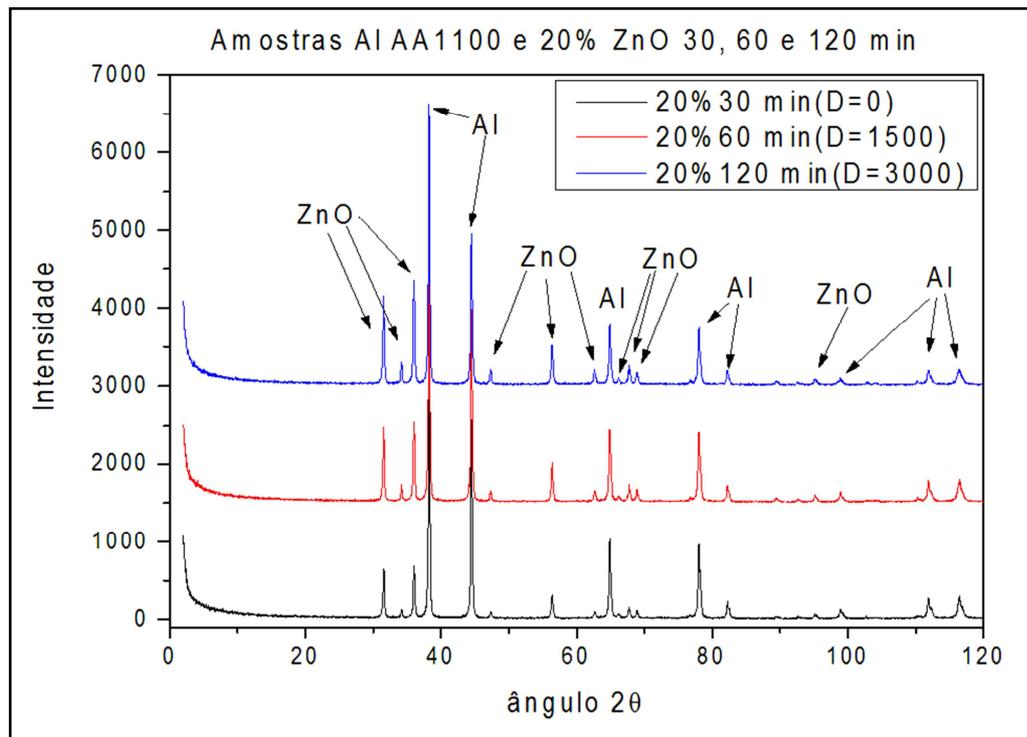


Figura 4.26 – Difração por raios-X (DRX) para o AA 1100 + 20% ZnO – 30, 60, 120 minutos MAE.

As Figuras 4.23 a 4.26, exibem os picos característicos, tanto da matriz metálica de alumínio como do reforço de óxido de zinco; onde podemos verificar que houve coerência nos resultados e como era esperado houve um aumento da

intensidade dos picos característicos do reforço e incremento de sua presença no compósito, conforme aumento do tempo de moagem e concentração de reforço, indicando a boa incorporação deste reforço pela matriz, da mesma forma, tal intensidade está relacionada à orientação dos grãos. Observamos também que nas amostras de 20% os picos estão praticamente semelhantes, significando que a mistura matriz e reforço está tendendo a um estado de saturação e/ou equilíbrio.

4.3. Densificação das pastilhas compactadas e sinterizadas

Para essa etapa, compactamos 12 amostras, conforme Tabela 4.1 abaixo, para a tarefa de avaliação da densificação das pastilhas sinterizadas como forma de comparativo com as densidades padrão do alumínio e do óxido de zinco. Tomamos como referência a densidade para o alumínio de $2,71 \text{ g/cm}^3$ e $5,61 \text{ g/cm}^3$ para o óxido de zinco.

Para todas as amostras utilizamos:

- Pressão de compactação = $7,0 \text{ ton/cm}^2$.
- Tempo (t) = 5 min.

Para sinterização utilizamos:

- Temperatura = 500 a 550°C .
- tempo t = 5h.

Tabela 4.1 – Cálculo da densificação das pastilhas.

Amostras	Volume (cm ³)	Massa (g)	Densidade (g/cm ³)	Densificação (%)
Pastilha 1 - 5% 30 minutos (amostra 3)	0,593744	1,486	2,503	87,66%
Pastilha 2 - 5% 60 minutos (amostra 7)	0,593744	1,489	2,508	87,84%
Pastilha 3 - 5% 120 minutos (amostra 11)	0,593744	1,492	2,513	88,02%
Pastilha 4 - 10% 30 minutos (amostra 4)	0,599398	1,56	2,603	86,75%
Pastilha 5 - 10% 60 minutos (amostra 8)	0,599398	1,575	2,628	87,59%
Pastilha 6 - 10% 120 minutos (amostra 12)	0,599398	1,58	2,636	87,87%
Pastilha 7 - 15% 30 minutos (amostra 5)	0,593744	1,59	2,678	85,15%
Pastilha 8 - 15% 60 minutos (amostra 9)	0,599398	1,62	2,703	85,94%
Pastilha 9 - 15% 120 minutos (amostra 13)	0,593744	1,61	2,712	86,22%
Pastilha 10 - 20% 30 minutos (amostra 6)	0,588089	1,77	3,010	91,48%
Pastilha 11- 20% 60 minutos (amostra 10)	0,593744	1,8	3,032	92,15%
Pastilha 12 - 20% 120 minutos (amostra 14)	0,593744	1,81	3,048	92,66%

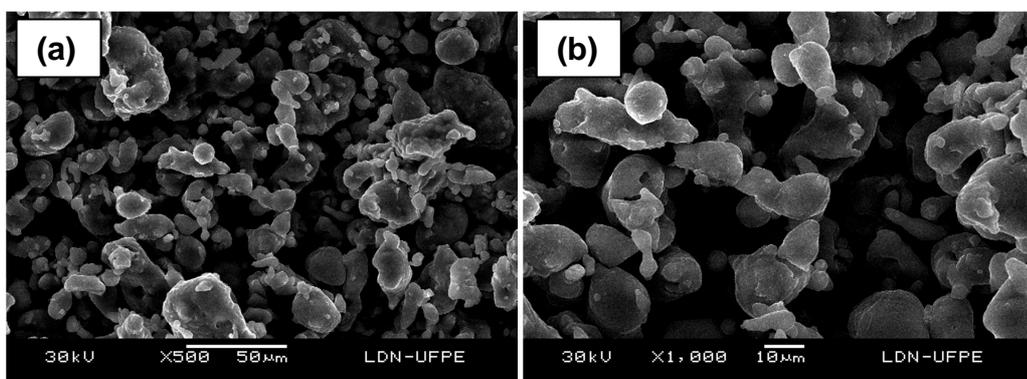
As pastilhas foram analisadas com o reforço nas proporções consideradas. Para os valores da massa, utilizamos uma balança de precisão e para o cálculo do volume consideramos as medidas individuais de cada amostra utilizando um paquímetro calibrado. Posteriormente foi estabelecida a densidade nominal do compósito considerando a densidade padrão do alumínio e óxido de zinco nas proporções de 5, 10, 15 e 20%, em seguida relacionada com a densidade calculada para cada amostra, obtendo os valores finais de densificação.

Mostramos em destaque quais pastilhas prosseguiram no trabalho para análise: 11, 12, 13 e 14 (amostras com maiores densificações e menor granulometria entre cada grupo de percentual de reforço). As amostras revelaram resultados favoráveis de densificação e boa usinabilidade para corte superficial e transversal. Algumas variações dimensionais no aumento de espessura após a sinterização pode ser considerado normal e previsto devido o método de sinterização utilizado.

4.4. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Nesta etapa, mostraremos as imagens de MEV para análise de composição química dos pós de partida.

4.4.1. MEV do pó da matriz de alumínio AA1100 e do reforço (ZnO), como recebidos – aumentos de 500x (a), 1000x (b), 15000x (c) e 20000x (d)



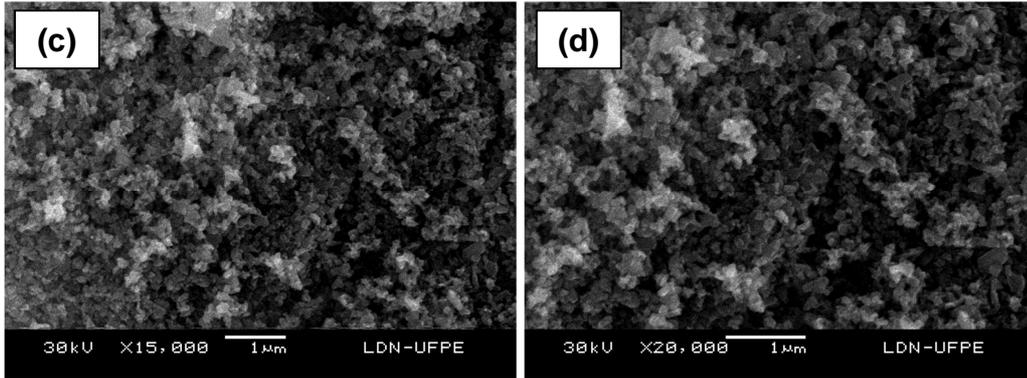


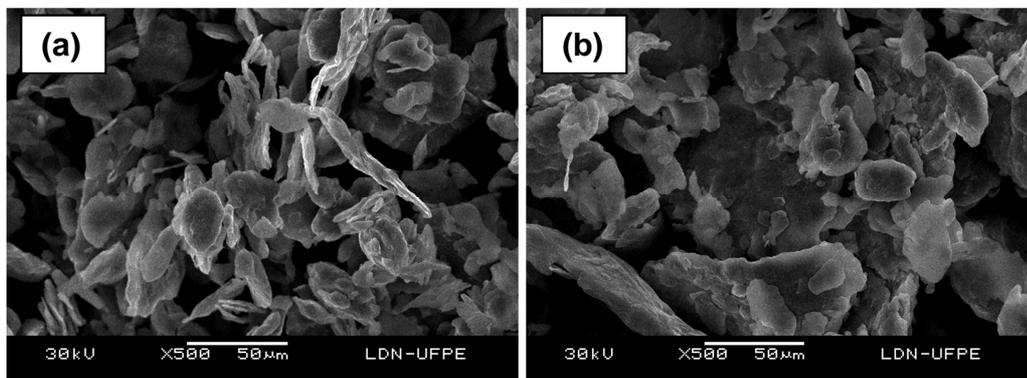
Figura 4.27 – MEV do AA 1100, 500x (a), 1000x (b) e do ZnO, 15000x (c), 20000x (d).

A Figura 4.27, destaca a morfologia original, predominantemente esférica do pó da matriz metálica do AA 1100 recebido para a pesquisa, sem reforço e sem sofrer o processo de moagem de alta energia. Essa morfologia é típica de material dúctil e de pó fabricado pelo método de atomização a ar, que promove a solidificação do metal em partículas finamente divididas.

Segundo Suryanarayana (1998), o processo de MAE modifica a morfologia do AA1100, originalmente esférica, para uma morfologia equiaxial, mais propícia para o processo de conformação, pois evita a formação de propriedades direcionais.

4.4.2. MEV do pó da matriz AA1100 com reforço de 5%, 10%, 15% e 20% de ZnO por 30 minutos em MAE – aumentos de 500x.

A Figura 4.28 apresenta a análise feita através de MEV de uma amostra do alumínio AA 1100 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de ZnO a um tempo de moagem de 30 min (MAE) em ampliação de 500x.



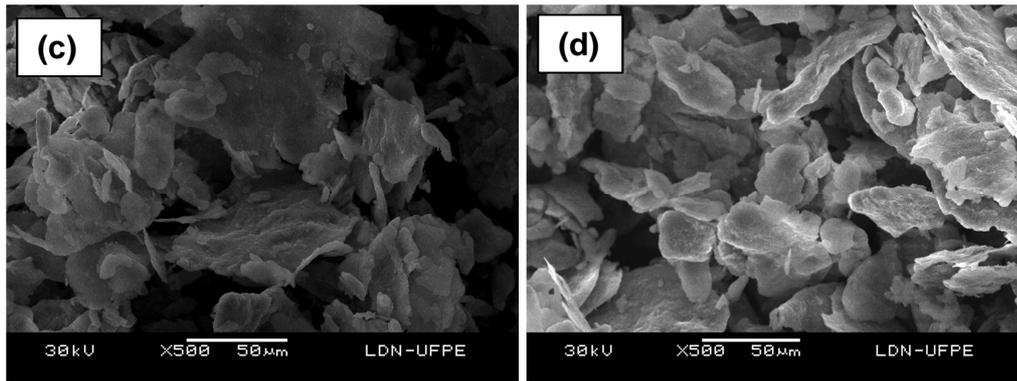


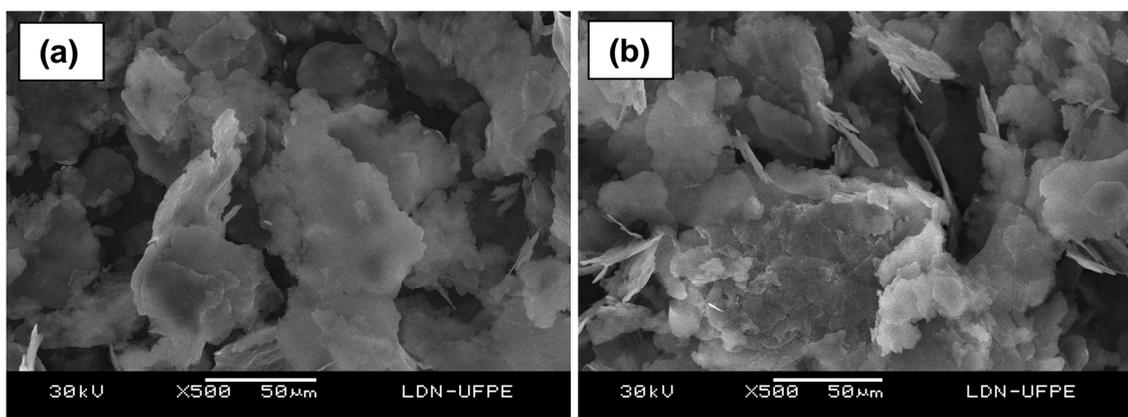
Figura 4.28 – MEV do AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 30 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

Os pós processado durante 30 minutos apresentaram morfologia modificadas originalmente esférica para morfologias deformadas e ligeiramente arredondadas. Observa-se que com a incorporação de 5% de reforço de ZnO, as partículas encontraram-se mais deformadas.

A morfologia inicial dos pós é modificada quando as partículas são submetidas às colisões contínuas das esferas promovendo repetidas soldas, fraturas e ressoldas permitindo melhor controle microestrutural no compósito.

4.4.3. MEV do pó da matriz AA1100 com reforço de 5%, 10%, 15% e 20% de ZnO por 60 minutos em MAE – aumentos de 500x.

A Figura 4.29 apresenta a análise feita através de MEV de uma amostra do alumínio AA 1100 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de ZnO a um tempo de moagem de 60 min (MAE) em ampliação 500x.



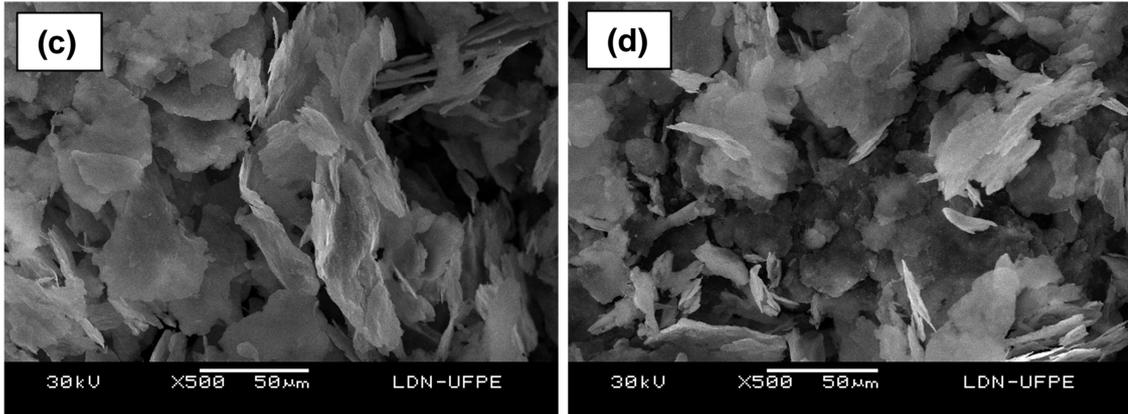
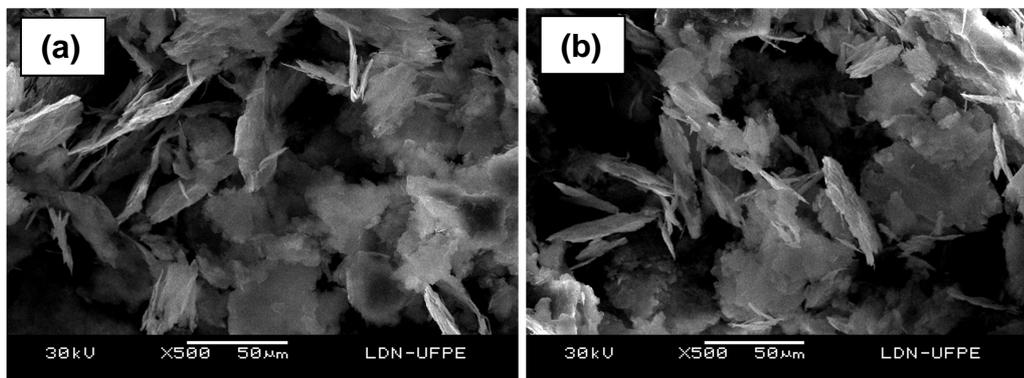


Figura 4.29 – MEV do AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 60 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

A MAE utilizando 60 minutos modificou as morfologias dos pós compósitos processados durante 30 minutos, para morfologias ainda mais deformadas. Observa-se que com a incorporação de 5% de reforço de ZnO, as partículas encontraram-se mais deformadas onde os pós fragilizaram-se e apresentaram fraturas e com o aumento do tempo as partículas ficaram mais deformadas.

4.4.4. MEV do pó da matriz AA 1100 com reforço de 5%, 10%, 15% e 20% de ZnO por 120 minutos em MAE – aumentos de 500x.

A Figura 4.30 apresenta a análise feita através de MEV da amostra de liga de alumínio AA1100 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de ZnO a um tempo de moagem de 120 min (MAE) em ampliação de 500x.



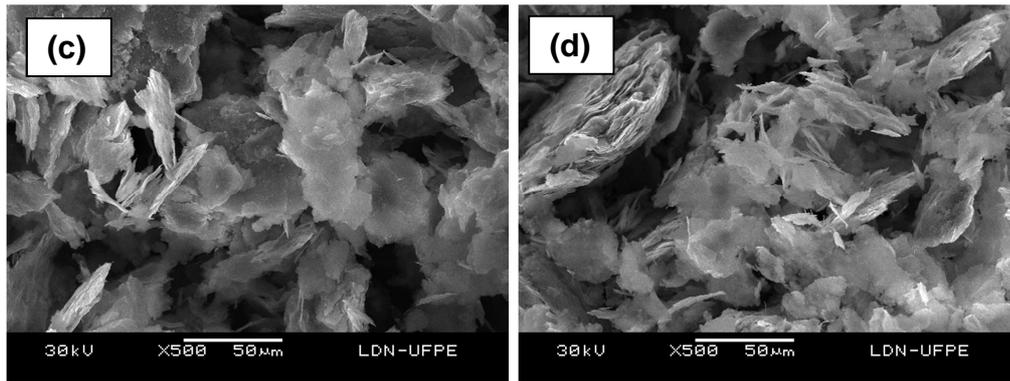


Figura 4.30 – MEV de AA1100 + 5%, 10%, 15%, 20% de ZnO – por 120 min em MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

A MAE utilizando 120 minutos modificou a morfologia do compósito processado com 60 minutos, para uma morfologia ainda achatada, porém mais homogênea.

Os compósitos reforçados com 5% de ZnO e processados em MAE durante o tempo de 30 min revelou uma morfologia mais grosseira, achatada e irregular, enquanto que com aumento do tempo de moagem para 120 minutos, notamos as partículas com uma morfologia mais refinada.

Como mostrado nas figuras de 4.27 a 4.30 obtidas através de MEV, fica perceptível a boa soldabilidade entre matriz e reforço e uma boa distribuição das lamelas de material que foi consolidado pelo processo de moagem de alta energia, onde diversas partículas da matriz e do reforço são comprimidos e soldados. Posteriormente essas lamelas iram se deformar e fraturar formando partículas menores e homogêneas.

Pudemos observar nas figuras citadas que no tempo de moagem de 60 minutos houve uma soldabilidade maior, porém quando aumentamos o tempo as partículas ficaram mais quebradiças conforme esperado.

4.5. Microscopia ótica das seções transversais e superficiais das pastilhas

As pastilhas, foram cortadas, lixadas, polidas atacadas quimicamente e feitas limpezas das seções transversais e superficiais. Para essas amostras foram executadas por Microscopia Ótica (MO) para avaliação.

4.5.1. MO do AA1100 com reforços de 5%, 10%, 15% e 20% de ZnO – 120 minutos MAE – seções superficial e transversal.

a) 5% ZnO - 120 min MAE:

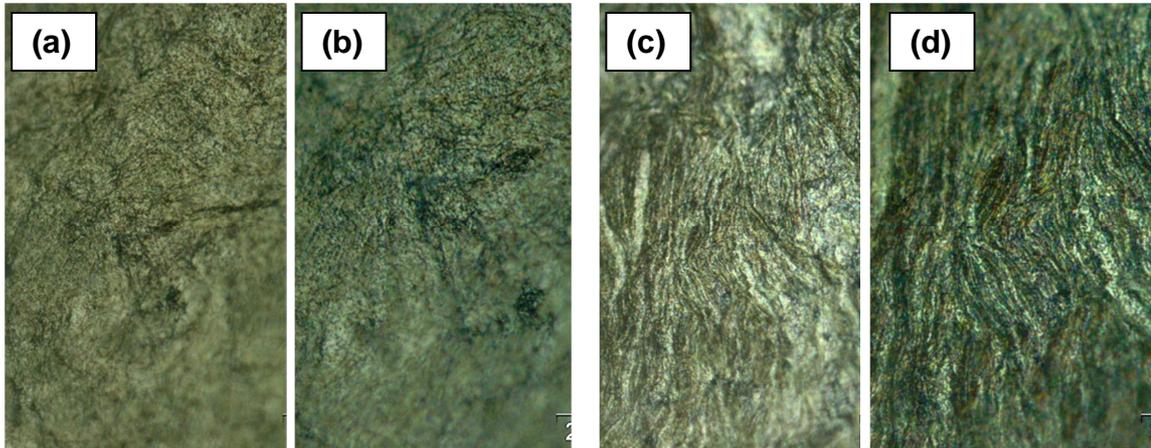


Figura 4.31 – MO do AA1100 + 5% de ZnO - 120min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) - seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

b) 10% ZnO - 120 min MAE:

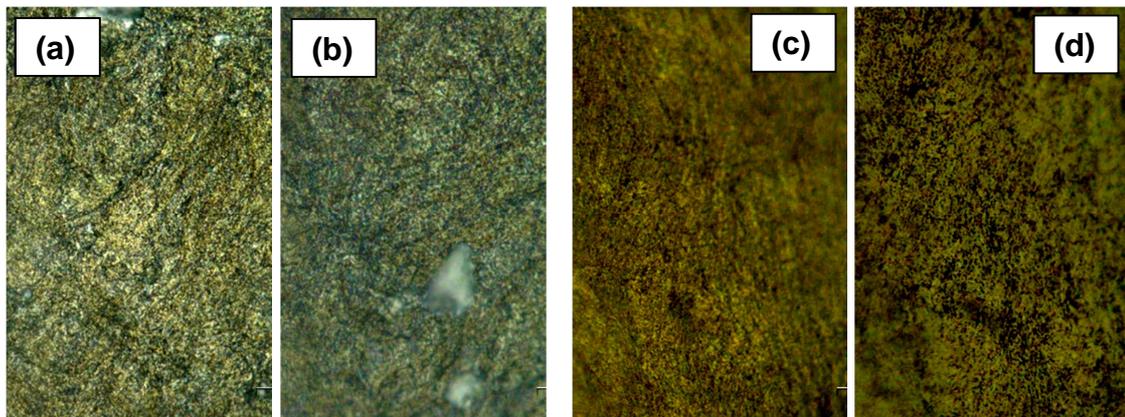


Figura 4.32 – MO do AA1100 + 10% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

c) 15% ZnO - 120 min MAE:

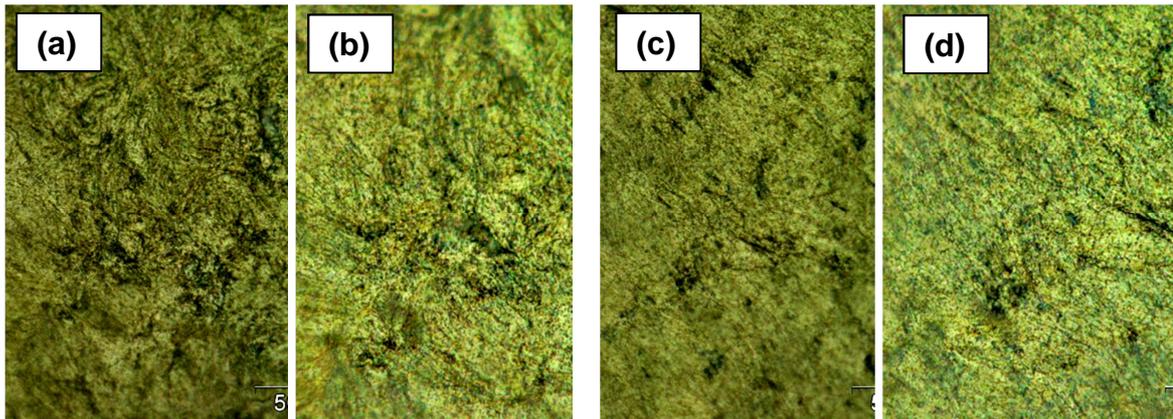


Figura 4.33 – MO do AA1100 + 15% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

d) 20% ZnO - 120 min MAE:

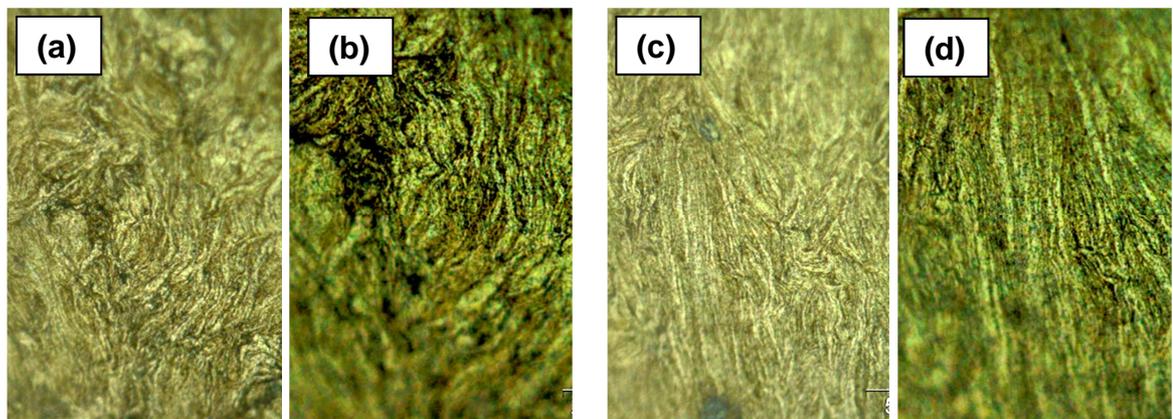


Figura 4.34 – MO do AA1100 + 20% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

As figuras 4.31 a 4.34 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras da liga de alumínio AA1100 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de ZnO das seções superficiais e transversais com tempo de processamento de 120 minutos MAE, com duas ampliações 500x e 1000x. Notamos que com o aumento do reforço houve um incremento nas formações das lamelas, obtendo-se uma estrutura lamelar mais fina e com aspecto marmorizado.

Percebemos uma distribuição bastante equilibrada do reforço na matriz em todas as imagens da microscopia ótica das pastilhas reforçadas, podendo afirmar que a moagem de alta energia (MAE) é um processo eficiente para a diminuição do tamanho de partícula tanto da matriz quanto do reforço e incorporação dessa partícula de reforço na matriz metálica. Isso garante um material com menor porosidade e propriedades mecânicas superiores, coerente com a teoria dos compósitos produzidos via metalurgia do pó (MP).

Na seção transversal, em todos os casos, pode ser visto mais claramente o fenômeno de soldagem em camadas. A inserção do reforço duro na matriz é bastante visível nas micrografias ampliadas 1000x, bem distribuído e disperso, como também podemos ter uma ideia das dimensões e da geometria modular do reforço entre as camadas da matriz.

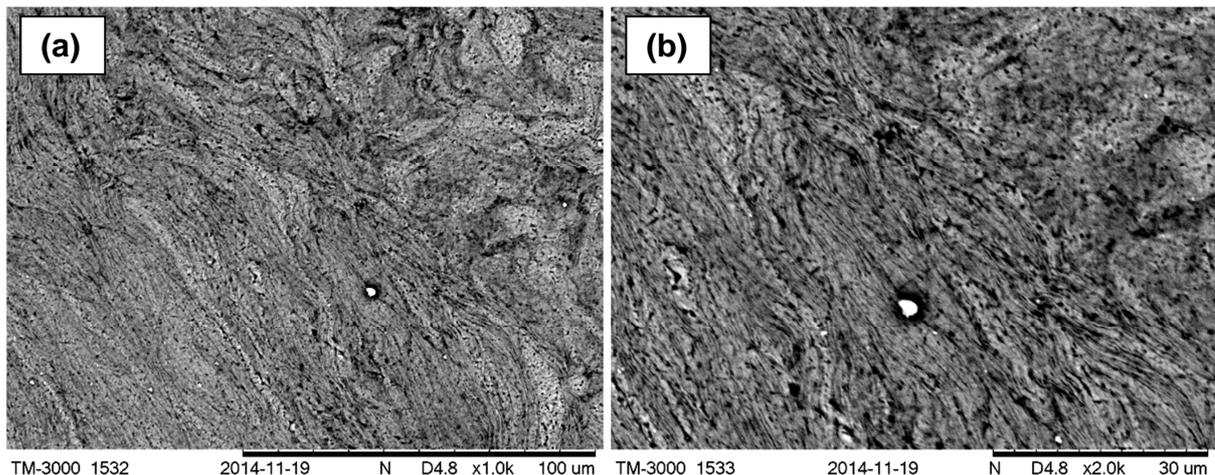
Observamos que o aumento do reforço foi mais significativo no sentido de promover uma maior deformação na estrutura do compósito do que o tempo de moagem, notadamente na fração de reforço de 20%.

4.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das seções superficiais e transversais das pastilhas

Nesta etapa do trabalho mostraremos os resultados e comentários sobre as amostras reforçadas sobre uma visão de MEV.

4.6.1. MEV do AA1100 com reforços de 5%, 10%, 15% e 20% de ZnO – 120 minutos MAE – Seções Superficial e Transversal.

a) 5% ZnO - 120 min MAE:



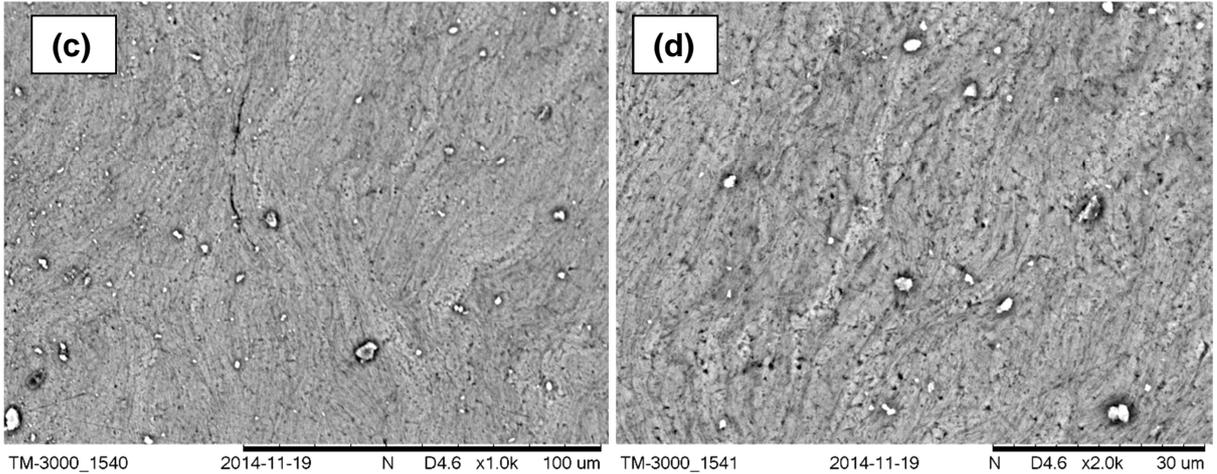


Figura 4.35 – MEV do AA1100 + 5% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b)
– seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)

b) 10% ZnO - 120 min MAE:

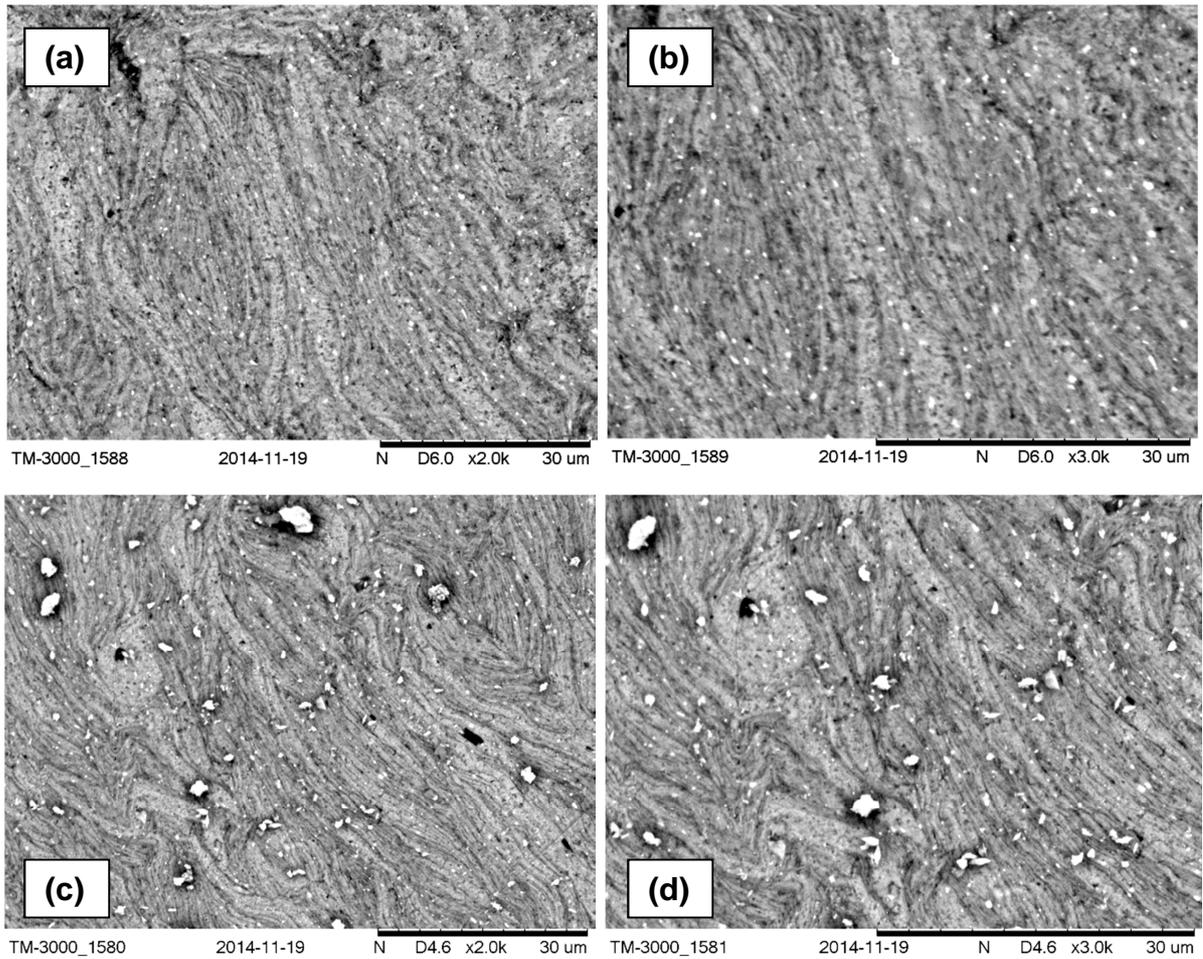


Figura 4.36 – MEV do AA1100 + 10% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 2000x (a), 3000x (b)
– seção transversal: 2000x (c), 3000x (d)

c) 15% ZnO - 120 min MAE:

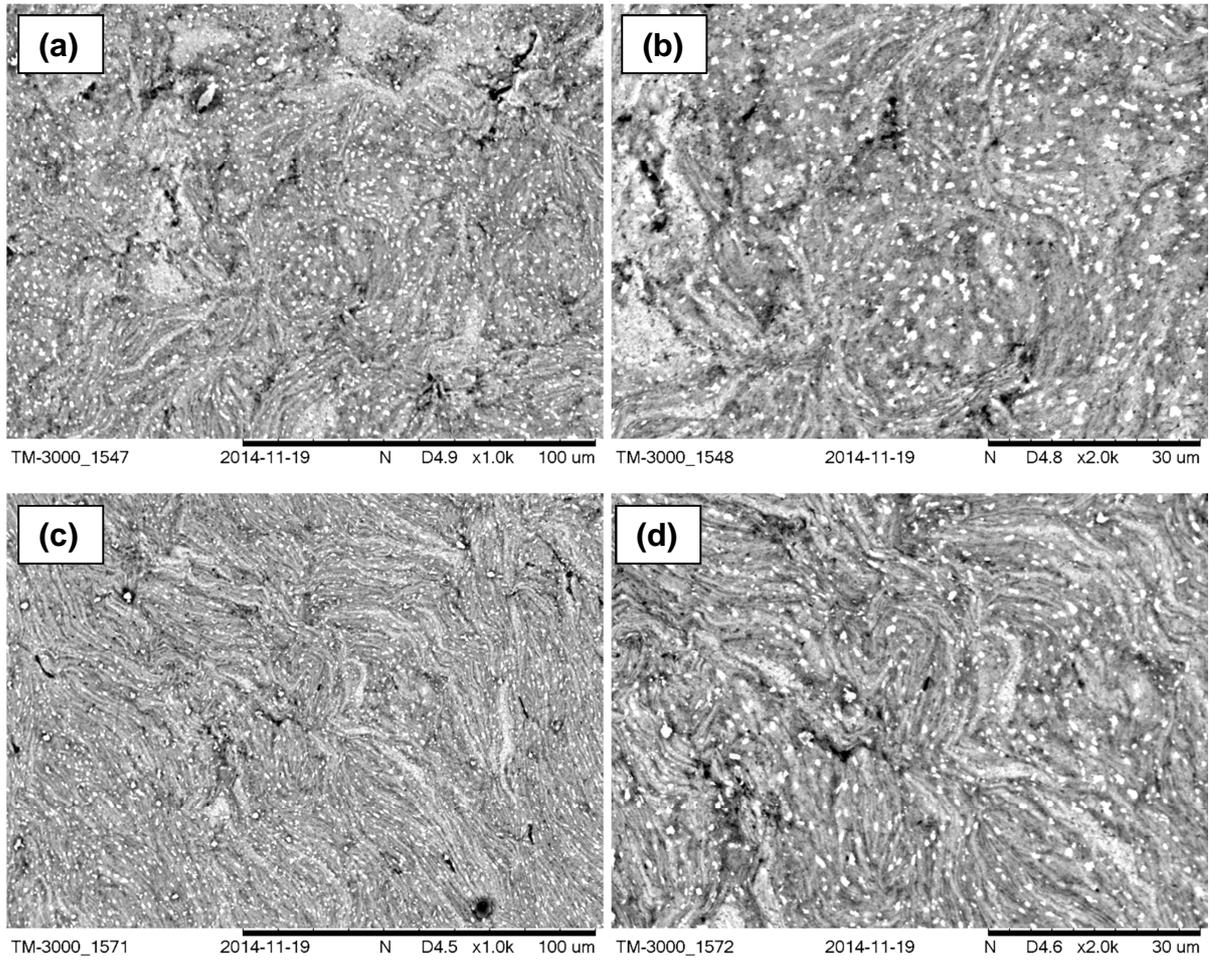
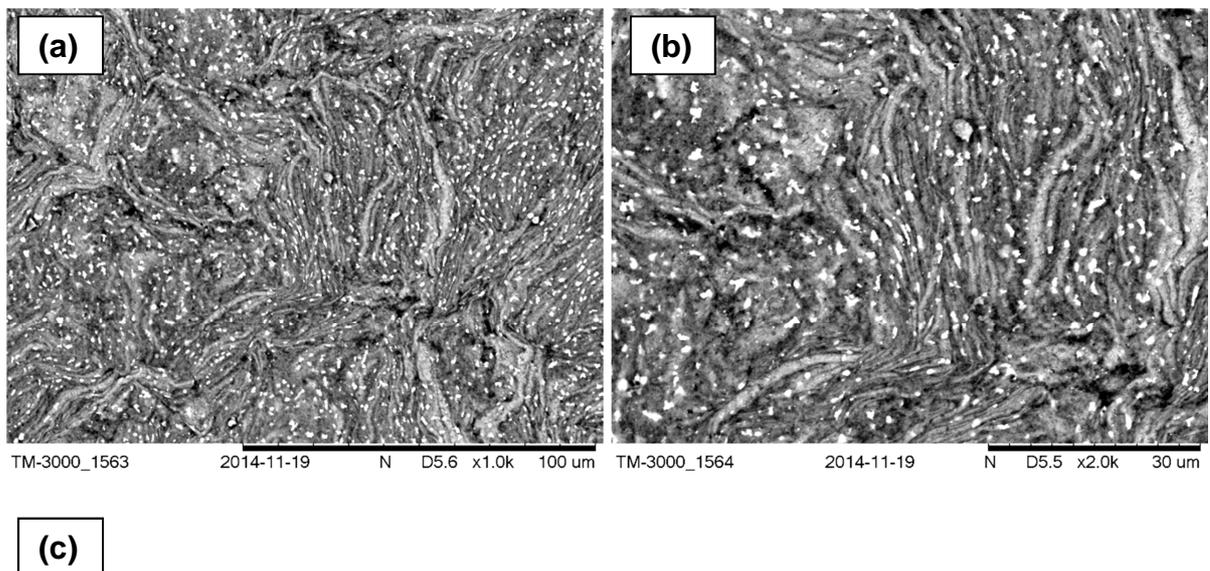


Figura 4.37 – MEV do AA1100 + 15% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b) – seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)

d) 20% ZnO - 120 min MAE:



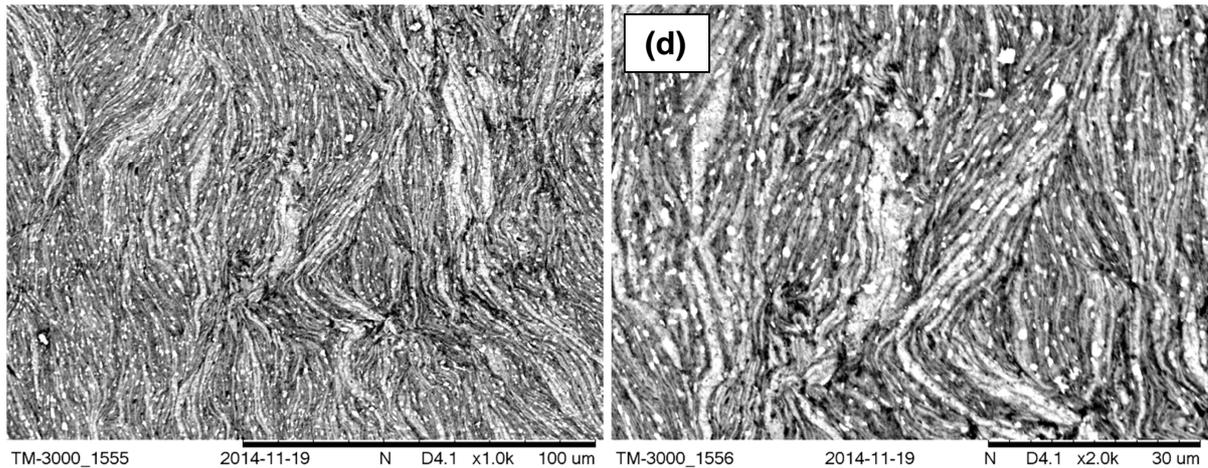


Figura 4.38 – MEV do AA1100 + 20% de ZnO - 120 min MAE – seção superficial: 1000x (a), 2000x (b) – seção transversal: 1000x (c), 2000x (d)

As figuras 4.35 a 4.38 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções superficial e transversal das amostras de alumínio AA1100 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de ZnO com tempo de processamento de 120 minutos de MAE. É notório que com o aumento do reforço houve um incremento nas formações das lamelas. Notamos uma maior deformação nas lamelas com o aumento do tempo de moagem. Esta caracterização apresenta o óxido de zinco evidentemente em menor quantidade e seu aumento nítido. Da mesma forma, pode-se notar nas figuras a pureza da liga e a boa incorporação do reforço na matriz, bem distribuído e disperso. Observa-se também uma estrutura mais deformada com o incremento do reforço.

Nas micrografias transversais principalmente, observa-se que as partículas brilhantes (embranquecidas) nítidas nas figuras, descontínuas do reforço de óxido de zinco, estão aderidas na estrutura lamelar da matriz AA1100 que preenche os espaços do compósito sinterizado. Esta aderência promove a interação entre o reforço e matriz facilitando o incremento das propriedades mecânicas do material fabricado.

As micrografias do MEV revelam também surgimentos de vazios gerando interstícios no compósito. Esta característica indica a formação de uma textura rugosa e com diversos tipos de poros ou cavidades interconectados evidenciados nos aumentos maiores.

4.7. Ensaio Mecânicos

4.7.1. Microdureza Vickers das pastilhas reforçadas

A Tabela 4.2 mostra a microdureza Vickers para as pastilhas reforçadas comparadas com a microdureza da matriz AA 1100. Para tal, utilizamos uma carga de 0,5kgf. Esse ensaio revela a influência do percentual de reforço na matriz.

Os resultados de dureza apresentam-se crescentes com a incorporação do reforço.

Tabela 4.2 – Durezas das seções superficiais e transversais e o incremento na dureza com o aumento de reforço

AMOSTRAS	Seção Superficial (HV)	Seção Transversal (HV)	Incremento na Dureza (%)	
	Média Microdureza	Média Microdureza	Superficial	Transversal
AA 1100 - Sem reforço	23,0	24,4	-	-
AA 1100 + 5% ZnO - 120 min (amostra 11)	70,2	72,4	205,22%	196,72%
AA 1100 + 10% ZnO - 120 min (amostra 12)	81,2	81,0	253,04%	231,97%
AA 1100 + 15% ZnO - 120 min (amostra 13)	82,3	84,5	257,83%	246,31%
AA 1100 + 20% ZnO - 120 min (amostra 14)	84,3	86,4	266,52%	254,10%

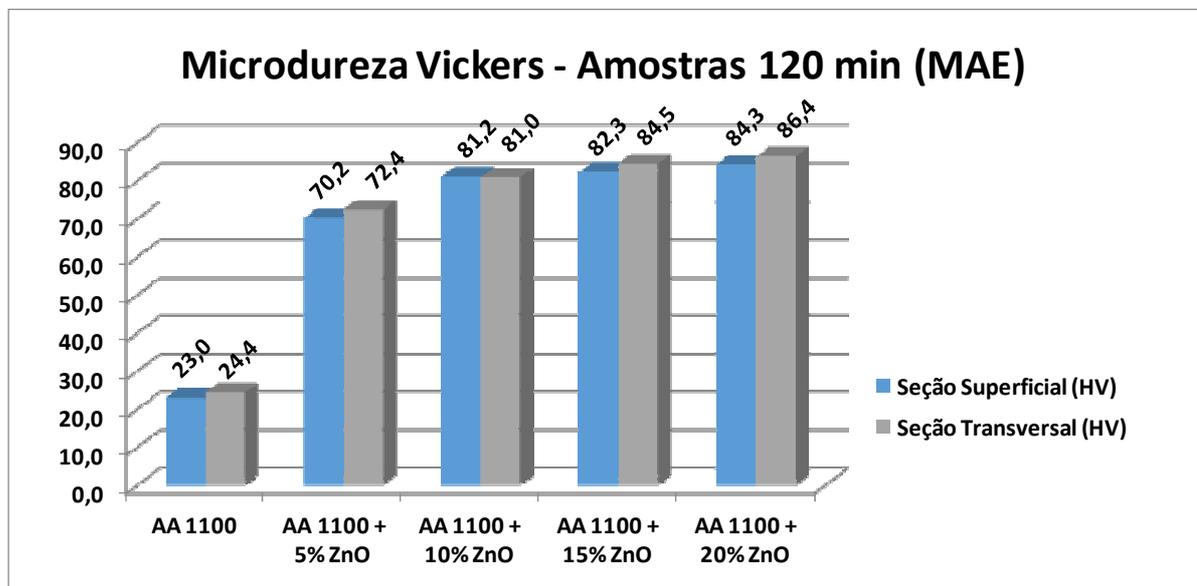


Figura 4.39 – Gráfico da microdureza vickers - seções superficial e transversal.

A tabela 4.2 apresenta os resultados encontrados no ensaio de microdureza das amostras nas seções superficiais e transversais, utilizados para a confecção da

Figura 4.39. Da mesma forma, mostra o ganho na microdureza obtido com o aumento no percentual do reforço de ZnO.

O gráfico mostra os valores de microdureza das amostras para as diferentes concentrações de reforço e o tempo de processamento de 120 min, para as quatro amostras escolhidas. Nota-se um comportamento crescente para a maior concentração do reforço de ZnO.

O gráfico da figura 4.39 evidencia um resultado esperado; o aumento de reforço é diretamente proporcional ao aumento da dureza associada, uma vez que a presença do reforço atua como barreira frente a grande quantidade de discordâncias no material e, segundo os preceitos da ciência e engenharia dos materiais; as discordâncias (ou defeitos) são causadoras de propagação de trincas e fraturas, se estiverem ancoradas irão dificultar a falha do material. Por consequência a resistência mecânica do material aumenta e a dureza segue a mesma tendência.

Em todos os compósitos observou-se o destacamento das partículas de reforço na matriz, em maior ou menor grau. Na interface matriz/reforço em que não há coerência com a matriz pode haver fratura frágil, haja vista que o alongamento diminui com a adição do ZnO facilitando o aparecimento de trincas.

5. CONCLUSÕES

- A fabricação das amostras à base de compósitos sinterizados através da técnica de metalurgia do pó, da liga de alumínio AA1100 com reforço de 5%, 10%, 15% e 20% em massa de óxido de zinco (ZnO) separadamente, foi executada com relativo sucesso, utilizando-se uma rota de processamento de metalurgia do pó de moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização.
- As amostras processadas por moagem de alta energia com 120 minutos foram escolhidas para serem compactadas uniaxialmente a frio e sinterizadas sob atmosfera de nitrogênio, uma vez que maiores tempos de moagem levam a uma melhor condição de equilíbrio nos mecanismos de soldagem, fratura e resoldagem entre matriz e reforço, levando a uma estrutura mais uniforme e equilibrada em termos de composição e menores tamanhos de partículas.
- Após o processamento de moagem de alta energia (Mechanical Alloying – MA) em moinho vibratório tipo SPEX, foi verificada a redução apreciável no tamanho das partículas dos pós e incorporação das partículas duras do reforço pela matriz dúctil.
- As imagens feitas através de MEV e os espectros de DRX dos pós processados por Moagem de Alta Energia, apresentam uma eficiente inserção e distribuição das fases do reforço na matriz, sem aglomeração, indicando boa solubilidade, sendo observado em maior quantidade da fase cerâmica de (ZnO) à medida que aumenta o percentual de reforço no compósito sinterizado. Notamos uma formação de estruturas lamelares com arranjos em sequências regulares, com boa parte dos reforços orientados na mesma direção da matriz.
- Observou-se nas micrografias de MEV dos compósitos sinterizados uma estrutura mais deformada para quantidades crescentes da fase cerâmica de reforço (ZnO).

- Os resultados de dureza apresentaram-se linearmente crescentes com o aumento da fração de reforço na matriz, destacando o efeito positivo da técnica de Metalurgia do Pó utilizando moagem de alta energia (MAE), compactação uniaxial a frio e sinterização sob atmosfera de nitrogênio (N₂) na produção dos compósitos.
- Tomando como base a dureza da matriz AA1100, observamos que os compósitos com adição de 15% e 20% de reforço, apresentaram os maiores valores de dureza evidenciando um ganho de 266% nessa propriedade mecânica.

6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Processar e obter os compósitos da matriz de alumínio AA1100 com reforço de ZnO por extrusão a quente.
2. Fabricar e caracterizar a matriz de alumínio AA1100 com outros reforços cerâmicos, tais como óxido de níquel, óxido de alumínio, carboneto de tungstênio, etc.
3. Avaliar as propriedades mecânicas como resistência à tração e limite de escoamento dos compósitos fabricados com 5, 10, 15 e 20% de ZnO.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Normas citadas:

- AISI D6 – Materiais para matrizes e ferramentas.
- ASTM E92 – Ensaio de Dureza Vickers.
- NBR NM 188-1 – Ensaio de Dureza Vickers.

ABAL – Associação Brasileira de Alumínio. 2004.

ABAL – Associação Brasileira de Alumínio. 2013.

A Metalurgia Do Pó: Alternativa Econômica Com Menor Impacto Ambiental - Vários – editora METALLUM EVENTOS TÉCNICOS E CIENTÍFICOS, 1ª. Edição, 2009.

ABRAROV, S.M.; YULDASHEV, Sh.U.; LEE, S.B.; KANG, T.W. Suppression of the green photoluminescence band in ZnO embedded into porous opal by spray pyrolysis. [Resumo online]. Journal of luminescence; vol. 109, no1, pp 25-29, 2004.

ASHBY M. F., Materials Selection in Mechanical Design, 3th Edition, 2005

BATES, C.E. (1987). Selecting quenchants to maximize tensile properties and minimize distortion in aluminum parts. **Journal of Heat Treating**, v. 5, n. 1, p. 27-40.

BENJAMIN, J. S. Metall.Trans., 1 (1970).

BEZERRA JÚNIOR, Carlos Augusto, Fabricação de Compósitos da Liga de Alumínio AA 2124 com Reforço de Nitreto de Silício através de técnicas de Metalurgia do Pó. Dissertação de Mestrado. UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, 2013.

Bloor, D., Brook, R.J., Flemings, M.C., editors (1994). “The Encyclopedia of advanced materials”. Pergamon Press, Oxford.

CALLISTER W. D. Jr., Ciência e Engenharia dos Materiais, Uma introdução; 7ª ed. Rio de Janeiro 2006.

CAMARGO A.C., Comparação das características de corpos de prova de alumina a verde e após sinterização obtidos por prensagem isostática uniaxial, IPEN, São Paulo, 1993.

CERTEC – Advanced Ceramics. Nitreto de Silício – Si₃N₄.
www.ceramiccertec.com.br/index.php/produtos-e-materiais/nitreto-de-silicio

CHAWLA K.K.; Composite materials science and Engineering, New York, Springer Verlag p 3-5, 1987.

CHAWLA K.K., Ceramic matrix composites, Chapman & Hall, 1993.

CHIAVERINI V. Aços e ferros fundidos.

CHIAVERINI, Vicente. Tecnologia Mecânica. 2 ed. São Paulo, Mc Graw-Hill, 1986.

CLYNE T.W.; WITHERS P.J., An introduction to metal matrix composites, Cambridge University Press. p 1-3 1993.

COELHO R. E. L.; S.J.G. AMBROZIO F., Extrusion of aluminum alloys prepared from mechanical alloying powder, Mat SCI. Fórum Switzerland v. 416-18 p. 176-182. 2003.

COSENTINO, Pedro A. de S. Lopes. O Efeito de Carbetos Metálicos na Sinterização do Carbetto de Boro por Prensagem a Quente. Rio de Janeiro – RJ. COPPE/UFRJ, 2006.

DEMAR – Departamento de Engenharia de Materiais. Notas de aulas. USP, 2012.

DIAS A.M. et al. Injeção de pó de aço Fe-Ni-P obtido por moagem em moinho atritor, Canoas – R.G. do Sul – Brasil, v 6, n 2, pp. 5-16, 2005.

DINIZ, MARCONDES, COPPINI; Tecnologia de usinagem dos materiais, editora artliber, 2ª ed, 2000.

Fecht, H. J., (1995). "Nanostructure formation by mechanical alloying". Nanostructured Materials. Vol. 6, pp. 33-42.

FOGAGNOLO J.B. et al. Extrusion and properties of composites manufactured by mechanical alloying, Romania, pp 21-26, 2000.

FOGAGNOLO, J. B. et al. Al reinforced with silicon nitride particles processed by mechanical milling. Scripta Materialia, 2002.

FOGAGNOLO J.B. et al. The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder, Campinas – São Paulo – Brasil, A 355, p. 50-55, 2003

FOGAGNOLO J.B. et al. Aluminium Matrix composites reinforced with Si_3N_4 , AlN and ZrB_2 produced by powder metallurgy and mechanical alloying, Kona, n 22, 2004.

GARCIA A., Solidificação fundamentos e aplicações, 1ª edição ed. Unicamp, Campinas, Brasil, 2001.

GESING, A.J. et al. (2003). Assuring continued recyclability of automotive aluminum alloys: chemical composition-based sorting of wrought and cast Al shred. TMS 2003 Annual Meeting: Automotive Alloys, p. 3-14.

GHAZALI M.J., Wear characteristic of several commercial wrought alloys against tool steel, Departament of Mechanical and Materials Engineering – University Kebangsaan Malaysia, 2006.

GLEITER H., Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *actamaterialia*, New York, v 48, n 1, p. 1-29, Janeiro 2000.

GROSZ A.D.; DYZIA M.; SLEZIONA J., Structure and technological properties of AlSi12 – (SiC_p + Cg_p) composites, *archives of foundry engineering*, vol 8, p. 43-46, 2008.

GUPTA, A. K.; LLOYD, D. J.; COURT, S. A.; Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si. *Materials Science e Engineering*, February 2001.

GOMES, M.R.; BRESCIANI FILHO, E. (1987). *Propriedades e usos de metais não-ferrosos*. São Paulo : ABM.

GONCALVES, Agnaldo de Souza; LIMA, Sergio Antonio Marques de; Davolos, Marian Rosaly. Óxido de zinco dopado com Gálio Preparado Pelo Método Pechini. *Eclet. Quím.*, São Paulo, v. 27, n. spe, 2002.

HATCH, J.E. (1990). *Aluminum: properties and physical metallurgy*. Metals Park: ASM International. 424 p.

Hellstern, E., Fecht, H. J., Garland, C., Johnson, W. L., (1989). "Multicomponent Ultrafine Microstructures". Pittsburgh: PA, Materials Research Society. Vol. 132, pp. 137-142.

HOWARD, R.; BOGH, N.; MACKENZIE, S. (2003). Heat treating processes and equipment. In: MACKENZIE, S.; TOTTEN, G.E. *Handbook of aluminum, volume 1, Physical metallurgy and processes*. Florida : CRC Press. cap 19, p. 881-970.

IWATA Y. et al. Aluminum alloy having an excellent forgibility, United States Patent [19] p.n. 4889557 Dec 26 1989.

John W. Weeton, Dean M. Peters and Karyn L. Thomas; *Engineers' Guide to Composite Materials*, 1987.

JUSTUS R.; CINTHO et al. *Preparação e caracterização de metal-cerâmica por infiltração de metal fundido em pré-formas a base de quartzito e bentonita UEPG Ponta Grossa-PR*, 2006.

KOCH C.C., *Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: problems and opportunities*. *Nanostructured materials*, v9, n 1-8, p.13-22, 1997.

LIMA, Andreza Menezes; CARVALHO, João Victor Ferreira; GIRÃO, Thiago liberato. *Introdução à compósitos*. Trabalho acadêmico da disciplina Química dos Materiais. Instituto Politécnico de Engenharia Mecânica. UERJ, 2008.

L. FROYEN, University of Leuven; B. VERLINDEN, University of Leuven, Belgium. *Aluminium Matrix Composites Materials*. European Aluminium Association. 1994.

MATAIX, D. B. Investigación de La interacción Matriz-Partícula em Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio Reforzados com Intermetálicos. Influencia em las Características Resistentes. Tesis Doctoral. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidade Politécnica de Valencia, 1999.

Matteazzi, P., Lê Caër, G., Mocellin, A., (1997). "Synthesis of Nanostructured Materials by MA", *Ceramics International*. Vol. 23, pp. 39-44.

MATTHEUS F.L., RAWLINGS R.D. (1999). *Composite materials: engineering and science*. Cambridge : CRC Press.

Mayrinck, C.; Raphael, E.; Ferrari, J. L.; Schiavon, M. A. Síntese, Propriedades e Aplicações de Óxido de Zinco. *Revista Virtual de Química*, 2014.

MAHFOUD, M.; EMADI, D. (2010). Aluminum recycling – challenges and opportunities. *Advanced Materials Research*, v. 83-86, p. 571-578.

McALEVY, R.B. (1965). Interrupted quenching and isothermal treatment of aluminum alloy 2024. 1965. Thesis - Department of Metallurgy, The Pennsylvania State University.

MILLER W.S. et al. (2000). Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering A*, v. 280, n. 1, p. 37-49.

MOURA, Alexandre D. Araújo de. Obtenção e Caracterização de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA 1100 com reforço cerâmico particulado de Carboneto de Silício e Alumina produzidos através da técnicas de Metalurgia do Pó. Dissertação de Mestrado. UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, 2013.

MOURISCO, Aroldo José. Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio AA 1100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó. 1995.

MORO N.; AURAS A.P., Processos de fabricação: metalurgia do pó e o futuro da indústria, CEFET Florianópolis, Santa Catarina, 2007.

MURTY, B.S.; RANGANATHAN S., Novel material synthesis by mechanical alloying / milling *INT. MATER. REV.* v 43, n 3, p 101-41 1998.

NAVAS, Ana Maria; Estúdio de la Influencia Del Tamaño de Partículas de Si em la Aleación AA 2124 Hipersilicada por via Pulvimetalúrgica, Proyecto fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas. Departamento de Ingeniería de Materiales, Febrero, 1997.

NUNES R.A., Metalurgia do pó, DCMM PUC, Rio de Janeiro, 2003.

ODANI Y., Aluminium alloys metal powder report, vol 49, p. 36-40, 1994.

PADILHA, Ângelo Fernando. *Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades*. Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A, Curitiba-PR, 2000.

ONWUBOLU, G. C., and Babu, B V, *New Optimization Techniques in Engineering*, Springer-Verlag, January, 2004

PARK J.J.; A yield function for sintered porous metals, The Korean Society of Mechanical Engineers vol. 17 pp 1115~1122 1993.

PARK J.J.; LEE J.H.; CHUNG H.S., Preform design for forging of a P/M connecting rod, Journal of Korean Powder Metallurgy Institute vol. 2, n 1, pp 19-28 1995.

PATNAIK P., Handbook of inorganic chemicals S.I. Mac Graw-Hill 2002.

POQUILLON D. et al., Cold compaction of iron powders – relations between powder morphology and mechanical properties, vol 126, p. 65-74, 2002.

RACK, H.J. Fabrication of High Performance Powder Metallurgy Aluminum Matrix Composites, in: Metal-Matrix Composites. Vienna, Unido, 1990.

RICHARD A. Schultz, METALLIC MATERIAL TRENDS FOR NORTH AMERICAN LIGHT VEHICLES; Ducker Worldwide, 2005.

SAIGAL, A.; LEISK, G. (1992). Heat treatment optimization of alumina/aluminum metal matrix composites using the Taguchi approach. Scripta Metalurgica et Materialia, v. 26, p. 871-876.

SOUSA, Márcio M. Sampaio. Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos de Matriz Metalúrgica de Liga de Alumínio AA 6061 por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia. Dissertação de Mestrado. UFPE, 2012.

Sun, F., Froes, F. H., (2002). "Synthesis and characterization of mechanical-alloyed Ti-xMg alloys". Journal of alloys and compounds. Vol. 340, pp. 220-225.

SURYANARAYANA. C. In: Powder metal Technologies and applications. ASM Hanbook, vol. 7. Materials park, oh: ASM International, 1998.

SURYANARAYANA, C., editor, (1999). Non-equilibrium processing of materials, Pergamon Press, Oxford. P. 125.

SURYANARAYANA C., Mechanical alloying and milling. Progress in material science, New York, v46, n 1-2, p. 1-184, Janeiro, 2001.

TORRALBA, J. M.; COSTA, C. E. da. Journal of Materials Processing Technology, 2003.

YOSHIMURA H.N., Produção e caracterização de compósitos de matriz metálica de alumínio reforçado com partículas de silício obtidos por extrusão de pó, Dissertação de Mestrado apresentado na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, 1994.

ZILNYK K.; CINTHO O.M., Influência da moagem de alta energia na porosidade de produtos da metalurgia do pó, 4º Encontro de Engenharia e Tecnologia de Campos – São Paulo, 2008.