

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

EDNALDO EVANGELISTA DE LACERDA JÚNIOR

FABRICAÇÃO E CACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DA
LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 COM REFORÇO PARTICULADO DE CARBETO DE
TITÂNIO ATRAVÉS DE TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ

RECIFE

2017

EDNALDO EVANGELISTA DE LACERDA JÚNIOR

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA DA
LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 COM REFORÇO PARTICULADO DE CARBETO DE
TITÂNIO ATRAVÉS DE TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ

Dissertação submetida ao curso de Pós-Graduação em
ENGENHARIA MECÂNICA da Universidade Federal de
Pernambuco, como parte dos requisitos necessários à
obtenção do grau de Mestre em ENGENHARIA
MECÂNICA.

Área de concentração: ENGENHARIA DE MATERIAIS
E FABRICAÇÃO

Linha de pesquisa: COMPÓSITO DE MATRIZ
METÁLICA DE ALUMÍNIO

Orientador: PROF. DR. OSCAR OLÍMPIO DE ARAUJO
FILHO

RECIFE

2017

Catálogo na fonte
Bibliotecária Valdicéa Alves, CRB-4 / 1260

L131fLacerda Júnior, Ednaldo Evangelista de.

Fabricação e caracterização de compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA7075 com reforço particulado de carvão de titânio através de técnica de metalurgia do pó / Ednaldo Evangelista de Lacerda Júnior - 2017.

99folhas; lls. Abr.; Sigl. e Simb.

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

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2017. Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Compósito de matriz metálica AA7075-TiC.
3. Metalurgia do pó. 4. Moagem de alta energia. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2017 - 371

08 de setembro de 2017

“FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA
DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 COM REFORÇO PARTICULADO DE CARBETO
DE TITÂNIO ATRAVÉS DE TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ”

EDNALDO EVANGELISTA DE LACERDA JÚNIOR

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 ARAUJO FILHO
ORIENTADOR

Prof. Dr. CEZAR HENRIQUE GONZALEZ
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA (UFPE)

Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)

Prof. Dr. JOSÉ EDUARDO FERREIRA DE OLIVEIRA (UFPE)

À minha esposa Renata, meu filho Miguel, meu pai (*in memoriam*) e toda minha família pelo carinho e paciência dispensados durante a longa jornada acadêmica.

AGRADECIMENTOS

- A princípio agradeço a Deus por iluminar o meu caminho, concedendo-me força para seguir em frente e serenidade para orientar o meu espírito nos momentos mais difíceis.
- A meus familiares pelo apoio, dedicação e paciência: Ednaldo Lacerda (*in memoriam*), Rosângela Lacerda, Thayná Lacerda, Renata Patrícia e Miguel Lacerda.
- A Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM) e ao Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) pela oportunidade de desenvolvimento deste trabalho através da disponibilidade de utilização de toda estrutura laboratorial para realização dos experimentos necessários para a conclusão do mesmo;
- Ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho que revelou o caminho certo a ser seguido na escolha do meu tema; e pelo apoio irrestrito, fundamental e necessário para realização do presente trabalho;
- Ao Prof. Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho pelo apoio na utilização das instalações do laboratório de materiais compósitos (COMPOLAB – DEMEC – UFPE);
- Aos professores do Departamento de Engenharia Mecânica (UFPE) da área de materiais e fabricação Prof. Dr. Tiago Rolim, Prof. Dr. Ricardo Sanguinetti; Prof. Carlos Augusto e Prof. Kleber Vieira pela convivência laboratorial e durante as disciplinas cursadas;
- Aos demais professores do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE que direta ou indiretamente tornaram possível a elaboração desse trabalho científico.

- Aos técnicos do laboratório de Preparação Metalográfica e Microscopia Óptica (DEMEC – UFPE) Janaina Cirino e Ivaldo França, pelo total apoio e dedicação durante a realização das análises microscópicas;
- Aos amigos do laboratório de materiais compósitos (COMPOLAB – DEMEC – UFPE) Ivanilda Melo e Walter Leandro Júnior; pelos vários momentos compartilhados e também pelo apoio acadêmico;
- Aos amigos da pós-graduação: Wilton Batista, Everthon Rodrigues de Araújo, Elinaldo Neves dos Santos, Fillipe Souza Virgulino e Genilson Cunha de Oliveira Filho pela ajuda e experiência comum compartilhada durante toda jornada de trabalho.
- Aos amigos que sempre me incentivaram e ajudaram nesta jornada: Bergson José do Nascimento, Romildo de Holanda Morant, Flávia Ataíde Motta e Emmanuelle Maria Gonçalves Lorena.
- A todos que contribuíram direto ou indiretamente para a realização deste trabalho.

RESUMO

Os compósitos de matriz de alumínio são muito utilizados, principalmente nos equipamentos da área de transporte por ter uma excelente relação de resistência mecânica e peso. Assim neste trabalho foram fabricados compósitos de Al-TiC pela metalurgia do pó utilizando a moagem de alta energia (MAE) para moer e misturar a matriz e o reforço particulado. Os pós do compósito foram processados em um moinho vibratório do tipo SPEX durante 30, 60 e 120 minutos e a proporção de 5, 10 e 15% da fração mássica do reforço de carbeto de titânio a matriz de alumínio da liga AA7075, acrescido com o Ácido Esteárico (como agente controlador de processo). Em seguida, os pós foram compactados uniaxialmente a frio em matriz com compressão pelo topo e sinterizado em forno tipo mufla para obtenção de peças consolidadas. Durante esta fabricação, foram caracterizados as matérias primas e os pós do compósito metálico através das técnicas de MEV, EDS e DRX, bem como as amostras sinterizadas pelas técnicas de MO, MEV, EDS, Densidade e Microdureza (HV). Pelos resultados obtidos ficou evidenciado que o aumento da dureza por influência do processo de MAE e pelo incremento do reforço particulado (TiC) na matriz de alumínio (AA7075) chegando ao valor de 173,00 +/- 6,58 HV.

Palavras-chaves: Compósito de matriz metálica AA7075-TiC. Metalurgia do pó. Moagem de alta energia.

ABSTRACT

Aluminum matrix composites are widely used, especially in the transport area equipment because they have an excellent mechanical strength and weight ratio. Thus in this work, Al-TiC composites were produced by powder metallurgy using mechanical alloying (MA) to grind and mix the matrix and the particulate reinforcement. The composite powders were processed in a SPEX type vibrating mill for 30, 60 and 120 minutes and the proportion of 5, 10 and 15% of the titanium carbide reinforcement mass fraction to the aluminum matrix of the AA7075 alloy, plus Stearic Acid (as process controlling agent). After the powders were compacted uniaxially in cold in matrix with compression by the top and sintered in muffle furnace to obtain consolidated pieces. During this work the raw materials and the powders of the metallic composite were characterized by SEM, EDS and XRD techniques, as well as the samples sintered by OM, SEM, EDS, Density and Microhardness (HV). The results obtained the increase of the hardness by influence of the MA process and the increment of the particulate reinforcement (TiC) in the aluminium matrix (AA7075) reaching the value of 173,00 +/- 6,58 HV.

Keywords: Metal Matrix Composite AA7075-TiC. Powder Metallurgy. Mechanical alloying.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Quadro 1. Designação das ligas fundidas do alumínio	22
Quadro 2. Composição química da liga de alumínio AA7075	23
Quadro 3. Características mecânicas do alumínio AA7075	23
Figura 1. Classificação das cerâmicas quanto à aplicação	24
Figura 2. Estrutura Cristalina do TiC	25
Figura 3. Tipos mais comuns de reforços em compósitos de matriz metálica: fibras contínuas, fibras curtas, Whiskers e partículas.	27
Figura 4. Representação esquemática das várias etapas do processo de metalurgia do pó	30
Figura 5. Esquema de atomizadores: em água (a), a gás (b), o vácuo (c), por Ultrassom (d), por centrifugação (e).	31
Figura 6. Esquema do moinho de bolas	32
Figura 7. Estágios da movimentação das partículas na cavidade de uma matriz durante a compactação.	34
Figura 8. Variações na densificação ao comprimir em matriz rígida.	35
Figura 9. Distribuição da densidade verde real (g/cm^3) para níquel puro em prensa de simples ação.	36
Figura 10. Processos de compactação	36
Figura 11. Representação esquemática do processo de compressão isostática – CIP	37
Figura 12. Representação esquemática de um processo de compressão isostática a quente - HIP	38
Figura 13. Representação esquemática de três esferas de sinterização: pontos originais de contato (a), crescimento do pescoço (b), contração dos poros (c) e crescimento dos poros (d).	40
Figura 14. Ilustração de uma colisão esferas e pó durante a moagem de alta energia.	41
Figura 15. Evolução da microestrutura dos pós no processamento por moagem.	42
Quadro 4. Comparação entre moinhos de alta energia	46
Figura 16. Moinho tipo atritor (a) e principais partes do moinho atritor (b).	47

Figura 17. Moinho planetário de bolas (a) e movimento das esferas no interior do recipiente de moagem (b).	47
Figura 18. Mídia de moagem formada pela jarra, esferas, tampa de fechamento e elemento de vedação.	48
Figura 19. Moinho do tipo SPEX utilizado na moagem de alta energia	49
Figura 20. Fluxograma do processo	50
Figura 21. Pó de alumínio AA7075 conforme fabricado.	51
Figura 22. Pó de carbeto de titânio (TiC)	51
Figura 23. Pó de Ácido Esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$)	52
Figura 24. Balança analítica com precisão de três casas decimais utilizada	52
Quadro 5. Condições e parâmetros de moagens utilizadas no trabalho	53
Figura 25. Moinho SPEX utilizado neste trabalho	54
Figura 26. Microscópio eletrônico de varredura utilizado	54
Figura 27. Equipamento de DRX usado no trabalho	55
Figura 28. Matriz de compactação uniaxial utilizada	56
Figura 29. Compactado verde após de compactação uniaxial.	56
Quadro 6. Faixas de pressões recomendadas para alguns produtos da metalurgia do pó	57
Figura 30. Forno de sinterização utilizado (a) e posicionamento das amostras no interior do forno (b)	57
Figura 31. Gráfico indicando o perfil de temperatura utilizado na sinterização.	58
Figura 32. Microscópio ótico integrado com um programa de captura de imagem utilizado nos experimentos.	59
Figura 33. Microdurômetro usado no ensaio.	60
Figura 34. Micrografia eletrônica de varredura do pó do alumínio AA7075	61
Figura 35. Micrografia eletrônica de varredura do pó do carbeto de titânio (TiC)	62
Figura 36. Evolução morfológica do pós de alumínio AA7075 submetido à MAE de processamento nos tempos: 0 min (a), 30 min (b), 60 min (c) e 120 min (d).	63

Figura 37. EDS de amostra em pó de AA7075 com MAE de 30min (a). Espectros de Al, Zn, Mg e Cu (b).	64
Figura 38. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 30 minutos.	65
Figura 39. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 30min (a). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b).	66
Figura 40. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 60 minutos.	67
Figura 41. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 60min (a). Percentual Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (c).	68
Figura 42. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 120 minutos.	69
Figura 43. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 120min (a). Percentual Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (c).	70
Figura 44. Ponto escolhido para EDS e Espectro da microanálise do pó CMM reforçado com TiC na fração em massa de 15% submetido à MAE de processamento durante 120 minutos	71
Figura 45. Difratoograma da matriz de alumínio AA7075	72
Figura 46. Difratoograma do reforço particulado de TiC conforme fabricado.	72
Figura 47. Difratoogramas comparando a matriz de AA7075, o reforço de TiC com os CMM processado por 30 min com particulado 5%, 10% e 15%.	73
Figura 48. Difratoogramas dos CMM com reforço de 5% processado por 30, 60 e 120 min.	74
Figura 49. Difratoogramas dos CMM com reforço de 10% processado por 30, 60 e 120 min.	74
Figura 50. Difratoogramas dos CMM com reforço de 15% processado por 30, 60 e 120 min.	75
Figura 51. Evolução morfológica do pó AA7075 submetido à MAE de processamento durante 0 min (a), 30 min (b), 60 min (c) e 120 min (d) e posterior sinterização sem ataque químico.	76
Figura 52. Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 5% submetido à MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de ácido fluorídrico.	77

Figura 53. Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 10% submetido à MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de ácido fluorídrico.	78
Figura 54. Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de ácido fluorídrico.	79
Figura 55. Evolução morfológica superficial do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 30 minutos.	80
Figura 56. EDS de amostra sinterizada AA7075_30min, seção superficial. (a) área EDS e (b) espectros de Al, C, O, Mg e Zn.	81
Figura 57. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_30min, seção superficial. (a) área EDS e (b) espectros de Al, C, O, Fe, Ti, Mg e Zn.	81
Figura 58. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 60 minutos.	82
Figura 59. EDS de amostra sinterizada CMM Al-5%TiC_60min, seção superficial. (a) área EDS e (b) espectros de Al, Fe, Ti, Mg, Cr e Zn.	83
Figura 60. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_60min, seção superficial. (a) área EDS e (b) espectros de Al, C, Ti, Zn e Mg.	83
Figura 61. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 120 minutos.	84
Figura 62. EDS de amostra sinterizada CMM Al-5%TiC_120min, seção superficial. (A) área EDS e (B) espectros de Al, O, Mg, Zn e Ti.	85
Figura 63. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_120min, seção superficial. (A) área EDS e (B) espectros de Al, C, Fe, Ti, Cr, Zn e Mg.	85
Figura 64. Evolução densidade da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 0, 5, 10 e 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120 min.	86
Fórmula 1 - Desvio padrão da média	87
Fórmula 2 - Incerteza de resolução	88
Fórmula 3 - Graus da liberdade efetiva	88
Figura 65. Comparativo da evolução microdureza em dureza Vickers (HV) nas amostras sinterizadas CMM reforçado com TiC frações em massa de 0, 5, 10 e 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na face transversal (b).	89

Figura 66. Evolução microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 5% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b). 90

Figura 67. Evolução microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 5% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b). 91

Figura 68. Evolução microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 10% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b). 92

Figura 69. Evolução microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b). 93

LISTA DE ABREVIACOES E SIGLAS

ABAL – Associao Brasileira do Alumnio

ABNT – Associao Brasileira de Normas Tcnicas

ASTM – “American Society of Testing and Materials” – Sociedade Americana de Ensaio e Materiais

CFC – Estrutura Cbica de Corpo Centrado

Compolab – Laboratrio de Materiais Compsitos e Integridade Estrutural

CMM – Compsito de Matriz Metlica

EDS – Espectroscopia de Raio-X por Energia Dispersiva

HC – Estrutura Hexagonal Compacta

ISO GUM - Guia para Incerteza de Medidao

MAE – Moagem de Alta Energia

MEV – Microscopia Eletrnica de Varredura

MO – Microscopia ptica

MP – Metalurgia do P

PCA – Agente Controlador de Processo

RPM – Rotaes por Minuto

v/v – volume por volume

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$ – Grau Celsius

T – Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]

g – grama

θ – ângulo de difração

HV – Dureza na escala Vickers

min - minutos

h - horas

U_{95} - Incerteza expandida

k - fator de abrangência

n – número de medições

$S^2(X_i)$ – Variância experimental

$S(X_{med})$ – Desvio padrão da média

q – estímulo causador do desvio

w – Distribuição de probabilidade associada ao desvio

ν – graus de liberdade

u – incerteza de medição tipo B

Sumário

1	INTRODUÇÃO	18
1.1	Justificativa	19
1.2	Objetivos	19
1.2.1	Objetivo Geral	19
1.2.2	Objetivos específicos	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
2.1	Alumínio	21
2.1.1	Liga AA7075	22
2.2	Cerâmica	23
2.2.1	Classificação das Cerâmicas	23
2.2.2	Cerâmicas avançadas	24
2.2.2.1	Carbeto de titânio (TiC)	24
2.3	Compósitos	25
2.3.1	Compósitos de Matriz Metálica (CMM)	27
2.4	Metalurgia do Pó	29
2.4.1	Etapas da técnica de metalurgia do pó	30
2.4.2	Fabricação de Pós Metálicos	31
2.4.3	Mistura dos pós	33
2.4.4	Compactação dos Pós	33
2.4.5	Sinterização	39
2.5	Moagem de alta energia (MAE)	41
2.5.1	Variáveis do processo de moagem de alta energia (MAE)	43
2.5.1.1	Razão Esfera/Pó	43
2.5.1.2	Material e tamanho das Esferas	43
2.5.1.3	Tempo de moagem	44
2.5.1.4	Velocidade de moagem	44
2.5.1.5	Atmosfera de moagem	44
2.5.1.6	Temperatura de Moagem	45
2.5.1.7	Agentes Controlador do Processo (PCA)	45
2.5.1.8	Contaminação dos Pós	45
2.5.2	Tipos de Moinhos	46
2.5.2.1	Moinho Atritor	46
2.5.2.2	Moinho Planetário	47
2.5.2.3	Moinho de vibração (Shaker)	48
3	METODOLOGIA	50
3.1	Preparação e caracterização da matéria prima;	51

3.1.1	Materiais utilizados	51
3.1.2	Pesagem dos materiais utilizados	52
3.2	 Moagem de alta energia dos pós (MAE), variando o tempo	53
3.3	 Caracterização dos pós	54
3.3.1	Caracterização dos pós por MEV e EDS.....	54
3.3.2	Caracterização dos pós por DRX	55
3.4	 Compactação e Sinterização	56
3.4.1	Compactação	56
3.4.2	Sinterização.....	57
3.5	 Caracterização e Propriedades do Material Sinterizado	58
3.5.1	Densidade Aparente.....	59
3.5.2	Avaliação das Características Microestruturais	59
3.5.3	Caracterização das amostras sinterizadas por MEV e EDS.....	60
3.5.4	Microdureza.....	60
4	 RESULTADOS E DISCUSSÕES	61
4.1	 Caracterização dos pós de partida	61
4.2	 Caracterização dos pós misturados	62
4.2.1	Evolução morfológica das partículas de pós dos compósitos	63
4.2.2	Caracterização por Difração de Raio-X.....	72
4.3	 Caracterização e determinação das propriedades do material sinterizado.....	75
4.3.1	Caracterização da Microestrutura (MO)	76
4.3.2	Caracterização por MEV e EDS das amostras sinterizadas.....	80
4.3.4	Densidade aparente	86
4.3.5	Microdureza.....	87
5	 CONCLUSÃO	95
6	 TRABALHOS FUTUROS.....	96
	 REFERÊNCIA	97

1 INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio, principalmente as do sistema Al-Zn-Mg-Cu, têm sido extensivamente usadas como material estrutural nas indústrias: aeronáutica, automotiva, bélica, informática e robótica, devido as suas propriedades como baixa densidade, alta resistência, boa ductilidade e tenacidade e alta resistência à fadiga. Estas ligas são normalmente produzidas por fundição convencional que ainda as impõe uma série de desvantagens como limitada solubilidade, macrosegregação, grãos grossos e fases intermetálicas grosseiras, senão atenuadas por tratamento termomecânico adequado.

Muitas aplicações na área de transporte exigem materiais com combinações de propriedades que não são encontradas em materiais poliméricos, cerâmicos e metálicos. Os compósitos são produzidos por combinação de materiais com diferentes características físico-químicas e mecânicas e pela utilização de diferentes processos de manufatura. Assim os componentes são classificados em dois tipos: matriz e reforço. A matriz dos compósitos preenche os espaços vazios que ficam entre as partículas de reforço e mantendo-os em suas posições relativas, transmitindo os esforços mecânicos aos reforços e contribuindo com um pouco da ductilidade para o compósito. Os materiais de reforço são os que realçam propriedades mecânicas, eletromagnéticas ou químicas do material compósito como um todo, e são os elementos que suportam os esforços no compósito, são em geral de elevadas resistência e rigidez.

A técnica metalurgia do pó possibilita a fabricação de peças metálicas pequenas e de geometria complexa. O processo tem início com um pó metálico muito fino. Esse pó é colocado em um molde e depois prensado, onde é compactado até adquirir uma forma definitiva chamada de compactado verde; sendo submetido à sinterização, em forno apropriado. Um das características da metalurgia do pó reside no fato de que a sinterização é realizada na ausência de fase líquida, ou pelo menos, na presença parcial de fase líquida, redundando em economia de energia e conseqüentemente em redução de custos por peças produzidas. Este processo confere três vantagens básicas: o custo de produção menor para grandes quantidades de peças, a obtenção de materiais e ligas fora do equilíbrio, à

elaboração de componentes novos com melhores propriedades e com menos desperdício.

Assim, a contribuição tecnológica da presente dissertação consiste em produzir compósitos de matriz metálica de alumínio AA7075 com particulado de Carbetto de Titânio (TiC), através da compactação a frio e sinterização após moagem e mistura com um moinho de alta energia. A contribuição científica foi determinada pela influência dos parâmetros de moagem e do particulado, sobre as características dos pós produzidos e seus efeitos sobre as propriedades do material sinterizado.

1.1 Justificativa

No desenvolvimento científico contínuo e tecnológico da humanidade se faz necessário que os materiais acompanhem esse processo evolutivo, de maneira a dispor de características para cumprir os novos requisitos que se impõe. Nesse contexto, a busca de novos materiais e o aperfeiçoamento daqueles já existentes constitui uma área de grande interesse para a sociedade. Os materiais compósitos são uma das alternativas e seu processo de fabricação constitui os pontos fortes para sua otimização.

O alumínio da liga AA7075 apresenta baixa densidade ($2,81 \text{ g/cm}^3$) e resistência mecânica elevada, então fazendo um compósito de matriz de alumínio com um reforço particulado de carbetto de titânio resultara em um aumento substancial das propriedades mecânicas alterando pouco peso específico.

No processamento destes compósitos de matriz metálica utilizou-se a moagem de alta energia para homogeneizar a mistura e elevar as propriedades mecânicas. Bem como a metalurgia do pó para obter materiais de maneira relativamente fácil pelo controle das quantidades de materiais envolvidos na mistura.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo Geral

Obter compósitos AA7075-5%TiC, AA7075-10%TiC e AA7075-15%TiC, por moagem de alta energia e compactação uniaxial a frio, seguida de sinterização para comparar os resultados de dureza com os da liga AA7075.

1.2.2 Objetivos específicos

- Processar em moinho de alta energia do tipo SPEX as partículas de carbeto de titânio em uma matriz de alumínio AA7075 usando um moinho de alta energia.
- Verificar a distribuição das partículas de carbeto de titânio nas proporções mássicas de 5, 10 e 15% em uma matriz de alumínio AA7075 usando um moinho de alta energia com tempos de processamento de 30, 60 e 120 minutos.
- Verificar o efeito da moagem de alta energia na morfologia das partículas de alumínio e carbeto de titânio.
- Processar a compactação uniaxial a frio e sinterização do material estudado.
- Verificar a dispersão do reforço nas amostras compactadas e sinterizadas em função do tempo de processamento da moagem de alta energia e do teor do reforço de carbeto de titânio.
- Avaliar a propriedade mecânica de dureza do compósito em relação ao tempo de moagem de alta energia e da adição de reforço de carbeto de titânio (TiC) em 5, 10 e 15% em massa do CMM.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta uma revisão sobre a obtenção do compósito de matriz metálica (Alumínio – AA7075) com particulado (TiC) pela rota da metalurgia do pó.

2.1 Alumínio

O alumínio é o metal de símbolo Al, de número atômico 13 (treze prótons), com massa atômica 27 u.m.a. e massa específica de 2,70 g/cm³. Apesar de ser o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre é o metal mais jovem usado em escala industrial, começando a ser produzido comercialmente há cerca de 150 anos. Sua produção atual supera a soma de todos os outros metais não ferrosos (ABAL, 2007).

Praticamente, todo o alumínio produzido comercialmente provém da bauxita, pois os outros minérios tornam o processo inviável, seja pela escassez ou pela dificuldade de romper as ligações químicas, exigindo altas temperaturas (ABAL, 2007).

Mesmo sendo a bauxita o minério mais fácil para a obtenção desse metal, o processo de transformação exige muita energia, para cada 1 quilograma de alumínio extraído, necessita-se de 14 KW/h de energia elétrica. Por isto, a reciclagem do alumínio já reduzido e produzido é fundamental, pois a demanda energética é 95% menor, além de que, para se decompor na natureza, são necessários em torno de 400 anos (ABAL, 2007).

O alumínio pode se combinar com a maioria dos metais de engenharia e formar as ligas metálicas, com essas combinações, obtendo características tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final (ABAL, 2007).

As principais vantagens do alumínio são: a baixa densidade, a boa resistência mecânica, a facilidade de moldar, a boa resistência à corrosão, a boa condução do calor, a boa condução da eletricidade, a grande refletividade, a grande possibilidade de reciclagem (ABAL, 2007).

A composição química do alumínio e suas ligas são expressas em porcentagem, obedecendo a Norma NBR 6834:2000 da ABNT. Esta norma

abrange sistemas de classificação das ligas trabalháveis, das ligas para fundição, peças, lingotes e de alumínio primário, além de densidade nominal das ligas trabalháveis de alumínio. As ligas de alumínio são classificadas em forjadas e fundidas. As ligas para forjamento são identificadas por um conjunto de quatro dígitos no qual o primeiro dígito representa elemento principal da liga, o segundo mostra modificações da liga, o terceiro e o quarto mostram a porcentagem ideal da concentração de alumínio (ABNT, 2000).

Para identificar as ligas de alumínio trabalháveis, é utilizado um sistema de designação numérica de quatro dígitos. O primeiro dígito indica o grupo de ligas da conforme apresentado no Quadro 1 (ABNT, 2000).

Quadro 1. – Designação das ligas de alumínio trabalháveis

Designação	Elemento de Liga	Características
1XXX	Pureza de 99%	Excelente resistência à corrosão
2XXX	Cobre	Elevada resistência mecânica, alta ductilidade, media resistência à corrosão e boa usinabilidade
3XXX	Manganês	Boa resistência mecânica, boa conformabilidade e moderada resistência mecânica.
4XXX	Silício	Usadas como varetas de solda
5XXX	Magnésio	Alta resistência à corrosão em ambientes marinhos, dúcteis em estado recozido, mas endurecem rapidamente sob trabalho a frio
6XXX	Magnésio e Silício	Excelente resistência mecânica quando tratáveis termicamente.
7XXX	Zinco	Alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e boa conformabilidade.
8XXX	Outros	

Fonte: Adaptado de ABNT, 2000 / Aluminum Association

2.1.1 Liga AA7075

As ligas de alumínio, principalmente as do sistema AL-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu, são usadas como material estrutural na indústria aeronáutica, automotiva, bélica, informática e robótica, devido as suas propriedades atrativas: como baixa densidade, alta resistência, boa ductilidade e tenacidade e alta resistência à fadiga.

Ligas tratáveis termicamente têm elevada resistência mecânica, com o zinco (série 7XXX) o principal elemento de liga, sendo tão resistente quanto o aço estrutural, mas necessitam de proteção superficial. Esta liga é utilizada quando o fator resistência/peso for o principal requisito sendo endurecíveis por precipitação,

ou seja, mediante tratamento térmico controlado em condições específicas, geralmente de solubilização e envelhecimento, apresentam ganhos significativos de dureza (Barbosa, 2014).

Quadro 2. Composição química da liga de alumínio AA7075

LIGA	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Elementos não especificados		Al, mínimo
									Cada	Total	
AA 7075	0.40	0.50	1.2-2.0	0.30	2.1-2.9	0.18-0.28	5.1-6.1	0.10	0.05	0.15	Balanceado

Fonte: ASM Handbook, 1993

Assim, foi escolhida a liga de alumínio com adição de zinco da série 7XXX em quantidades entre 85, 90 e 95% como matriz metálica do compósito por apresentar densidade 2,81g/cm³ e as seguintes características:

Quadro 3. Características mecânicas do alumínio AA7075

Liga e Têmpera	Resistência à tração	Limite de Escoamento	Dureza
7075-O	230 MPa	105 Mpa	60 HB
7075-T6	570 MPa	505 MPa	150 HB

Fonte: ASM Handbook, 1993

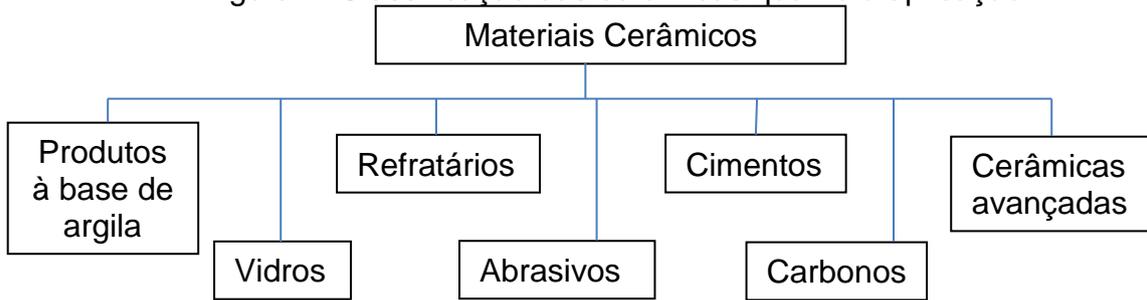
2.2 Cerâmica

A cerâmica é definida como compostos que contém átomos metálicos unidos a não metálicos, comumente oxigênio, nitrogênio ou carbono, cuja estrutura, após a queima em altas temperaturas, apresenta-se inteira ou parcialmente cristalizada. Isto é, os átomos de sua estrutura ficam arranjados de forma simétrica e repetidos de tal modo que parecem pequenos cristais. As fortes ligações iônicas entre os átomos tornam as cerâmicas excelentes isolantes elétricos e resistentes à erosão química (Callister, 2016).

2.2.1 Classificação das Cerâmicas

A maioria dos materiais cerâmicos se enquadra em um esquema de classificação pela aplicação que inclui os seguintes grupos, conforme Callister:

Figura 1. Classificação das cerâmicas quanto à aplicação



Fonte: Adaptado de Callister (2016)

Foi usado, neste trabalho, as cerâmicas avançadas que são materiais especialmente desenvolvidos e usados principalmente para aplicações finais de alto desempenho.

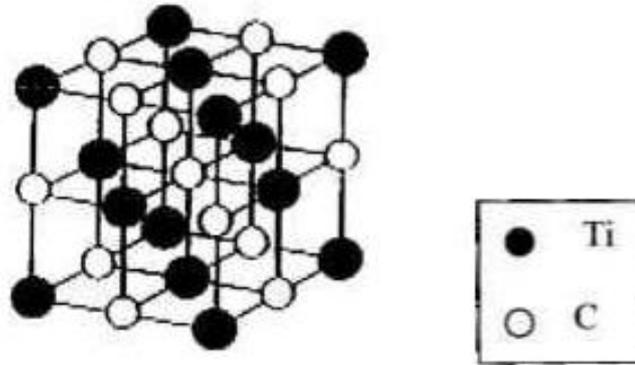
2.2.2 Cerâmicas avançadas

Esses materiais estão em constante desenvolvimento, com destaque ao carbeto de titânio (TiC) por ter a maior de suas aplicações o uso como extremidade de ferramentas de corte e de brocas. Porém, novos avanços aumentaram seu emprego como blindagem, devido a sua densidade relativamente elevada de $4,93\text{g/cm}^3$ e sua dureza de 9 a 9,5 Mohs (Callister, 2016).

2.2.2.1 Carbeto de titânio (TiC)

O carbono forma uma infinidade de compostos binários muito diferentes em relação à estrutura e as propriedades. Estas são resultados do tipo de ligações químicas apresentadas por estes conjuntos – uma mistura de ligações covalentes, iônicas e metálicas simultaneamente. A estrutura cristalina dos carbetos metálicos é governada pela razão do raio atômico do metal e do átomo de carbono. Iniciando com a rede de empacotamento fechada do elemento metálico, a incorporação sucessiva de átomos de carbono nas posições octaédricas resulta na formação de estruturas com várias camadas ocupadas por carbono, conforme a Figura 2.

Figura 2. Estrutura Cristalina do TiC



Fonte: Adaptado de Swan (1996).

A unidade básica dos carbetos consiste de dois átomos de cada espécie. A composição real dos carbetos de metais de transição possuem grandes variações não nas estequiometrias, representadas pela fórmula MC_x , onde x é a razão carbono metal. Com x variando entre 0,5 a 0,97, a estrutura cristalina do carbono não se altera. A deficiência de carbono é devida às vacâncias de átomos de carbono na sub-rede. Uma vez que a redução na estequiometria é relacionada à redução de ligações M-C relativas a $x=1$, a concentração de vacâncias influenciam sistematicamente as propriedades relacionadas à força de ligação, como a energia coesiva, ponto de fusão, constante elástica, dureza e comportamento quanto à deformação plástica em altas temperaturas (Swan, 1996).

Os principais métodos de obtenção de carbetos podem ser divididos em cinco grupos: síntese a partir do elemento; redução dos óxidos do metal por carbono; deposição a partir de fases gasosas; eletrólise de sais fundidos e precipitação química. A produção industrial de carbetos de metal de transição ocorre por redução carbotérmica dos óxidos ou hidróxidos com carbono preto em fornos de indução, com temperaturas entre 1.599 a 2.000°C (ZrC, HfC, VC, NbC, TaC) ou entre 2.000 e 2.200°C (TiC) em vácuo ou atmosfera de hidrogênio (Swan, 1996).

2.3 Compósitos

A definição de material compósito é o material projetado de modo a conjugar características desejáveis de dois ou mais materiais, apresentando no mínimo duas fases distintas, nas quais uma das fases aparece contínua, denominada matriz, e a

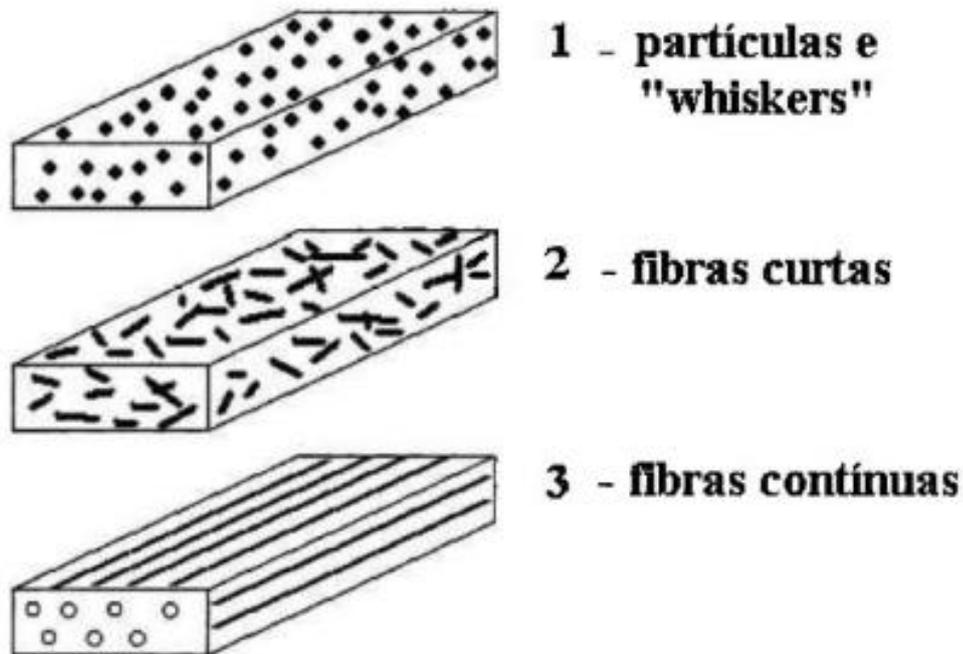
outra comumente chamada de reforço. A interface da matriz com o reforço desempenha um papel importante no comportamento do material compósito, pois nesta região ocorre a transferência de carga e geração de discordâncias durante os processos de deformação plástica e alterações térmicas (Flamínio, 2006).

Desta forma temos: a matriz; podendo ser a fase mais abundante responsável por dar forma ao compósito, além de apresentar certa ductilidade, reter o reforço, absorver e distribuir esforços externos por toda a peça; o reforço; responsável por adicionar resistência (mecânica, térmica ou ambas) à matriz e a interface, região de transição entre reforço e matriz, muito importante para a funcionalidade do compósito. Na interface ocorre o mecanismo de transferência de esforços da fase mais dúctil (matriz) para a fase mais rígida (reforço), logo é imprescindível a perfeita consolidação (união) da matriz-reforço para que não haja propagação de trincas com a conseqüente ruptura do material. Outro aspecto importante é a densificação visto que as porosidades comprometem a integridade do compósito quando submetido a esforços de trabalho. A interface deve ter uma boa resistência mecânica, para transferir a carga da matriz ao reforço, sem fraturar e também ter uma tenacidade moderada, para que a interface atue como um amortecedor mecânico (Flamínio, 2006).

Na interface deve considerar as uniões do tipo mecânicas ou química. O primeiro tipo de união pode existir quando o material de reforço apresente uma superfície rugosa obtendo valores baixos. O tipo de união com molhabilidade e com dissoluções tem lugar nos materiais compósitos reforçados por praticamente todos os elementos, com exceção dos óxidos. A matriz tende a molhar ou dissolver parcialmente os elementos de reforço, sem que se formem compostos entre ambos, existindo interações eletrônicas a curtas distâncias atômicas. As uniões por reações químicas entre matriz/reforço provocam a transferência de átomos, em um ou em ambos os materiais, formando um novo composto químico na interface (Flamínio, 2006).

Boas propriedades mecânicas, resistência à abrasão e baixo coeficiente de expansão térmica possibilitam a conformação mecânica do produto através de processos convencionais, como forjamento, extrusão e laminação. Os reforços podem ser contínuos (fibras longas) e descontínuos (partículas, "*Whiskers*" e fibras curtas), como na Figura 3 (Mortense; Llorca 2010).

Figura 3. Tipos mais comuns de reforços em compósitos de matriz metálica: fibras contínuas, fibras curtas, Whiskers e partículas



Fonte: Adaptado de Mortense e Llorca (2010)

Nos compósitos, as propriedades variam conforme a direção na qual, elas são medidas (anisotropia). O efeito de camadas com várias orientações quer sejam de fibras curtas ou longas, com relação ao comprimento dessas fibras do reforço, eleva a resistência do compósito até um valor crítico, que quando ultrapassado, começa a haver decréscimo da resistência por conta do emaranhamento entre fibras mais longas. Voltando-se a atenção para a matriz pode-se citar: resistência à tração, compressão e impacto; resistência à fadiga; possuir alta temperatura de trabalho; estrutura cristalina; alta temperatura de fusão (Flamínio, 2006).

Costuma-se classificar os compósitos pelo tipo do material da matriz como: compósitos de matriz polimérica (CMP), compósitos de matriz cerâmica (CMC) e compósitos de matriz metálica (CMM) (Callister, 2016).

2.3.1 Compósitos de Matriz Metálica (CMM)

Os compósitos de Matriz Metálica (CMM) podem ser utilizados a temperaturas de serviço mais altas do que os seus homólogos de metais básicos. Além disso, o reforço pode melhorar a rigidez específica, resistência específica, resistência à abrasão, resistência à deformação, a condutividade térmica e

estabilidade dimensional e temperaturas mais elevadas de uso, não inflamabilidade, e maior resistência à degradação pelos fluidos orgânicos. As ligas de alumínio, magnésio, titânio e cobre, são empregadas como materiais de matriz. O reforço pode ter a forma de partículas, tanto fibras contínuas e descontínuas, e Whiskers; concentrações variando até 60 % em volume. Incluem materiais de fibras contínuas de carbono, carboneto de silício, boro, óxido de alumínio, e os metais refratários (Callister, 2016).

Assim a baixa densidade do material é um ganho primordial nas indústrias aeronáuticas, reduzindo o peso das aeronaves, influenciando diretamente no consumo de combustível. A redução no consumo de combustível pode ser sentida também em empresas do ramo automobilísticos com a produção de carros mais leves com motores mais potentes. Aplicações estruturais incluem ligas de alumínio avançadas de compósitos de matrizes metálicas. O elevado preço de produção e técnicas de difícil processamento condiciona a utilização destes compósitos (Callister, 2016).

Reforços de fibras contínuas fornecem alta resistência mecânica, mas são caracteristicamente anisotrópicos, pois o aumento de resistência mecânica segue o alinhamento das fibras, já no sentido perpendicular ao alinhamento é possível a diminuição da resistência. Porém os de fibras descontínuas têm reforço menos eficiente do que compósitos com fibras contínuas; em contrapartida, a fibra descontínua é mais fácil de processar e com custo menor. Contudo, reforços de partículas apresentam dimensões semelhantes em todas as direções, podendo ser de formato regular ou irregular, produzindo um aumento uniforme de resistência mecânica (isotrópico), trata-se de um material bastante pesquisado pela indústria e já faz parte de muitos produtos, devido ao seu custo benefício. Por fim, os reforços de Whiskers referem-se a um monocristal, com diâmetro em torno de um micrometro ou menos e de comprimento de vários micrometros, produzem aumento na resistência mecânica de forma anisotrópica (Callister, 2016).

2.4 Metalurgia do Pó

A tecnologia do pó é uma rota na produção de produtos alternativa ou única. Neste trabalho, a rota utilizada para obtenção do compósito Al-%TiC (matriz de alumínio AA7075) é a metalurgia do pó convencional (Chiaverinni, 2001).

Esta técnica consiste em transformar pós, metálicos ou não, em peças, sem que para isso seja necessária a fusão, somente pelo uso de pressão e calor, tendo como características de processamento: processo rápido e econômico para grande escala de produção, minimiza desperdícios de matéria prima que permite reproduzir um grande número de peças idênticas ou muito próximas da forma para uso final com tolerâncias dimensionais pequenas sem muitas vezes a necessidade de usinagem ou acabamento (Chiaverinni, 2001).

Para se trabalhar com a metalurgia do pó é necessário conhecer detalhadamente a aplicação pretendida (função, tipo de solicitações mecânicas, térmicas e químicas). Isto permite especificação técnica do produto que se deseja produzir. A especificação técnica do produto é fundamental na escolha da matéria prima pela escolha dos pós que possuam as características e as propriedades adequadas. O desenvolvimento da produção de peças complexas pelo processo “*near net shape*” (próximo da forma final) com o mínimo ou sem resíduo é a grande característica para a redução de custo (Chiaverinni, 2001).

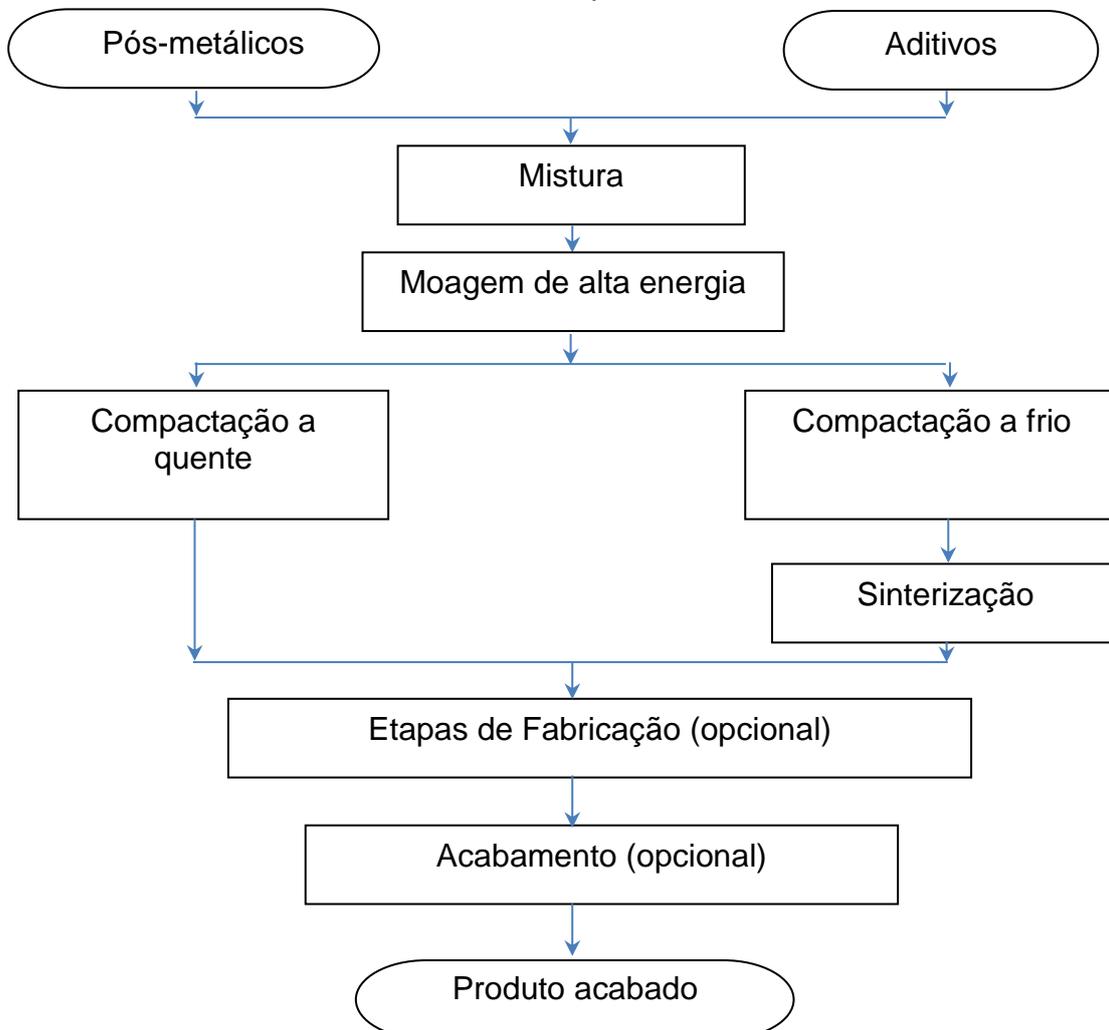
A confecção de peças via metalurgia do pó convencional possui duas operações fundamentais: compactação e sinterização. Contudo além destas, pode necessitar de algumas alterações. Outras operações típicas podem ser realizadas, tais como: calibração após a sinterização, tratamentos térmicos, tratamentos superficiais, usinagem (Chiaverinni, 2001).

A estrutura e composição química da interface, bem como, da região próxima, possuem papel fundamental no resultado das propriedades mecânicas dos compósitos de matriz metálicas reforçados com partículas. Alta resistência mecânica é alcançada quando há uma boa molhabilidade entre as partículas de reforço cerâmico e o metal matriz. Entretanto, a formação de produtos nas reações de interface pode ser obtida pela modificação da composição da matriz, por tratamentos superficiais no reforço, variações nos métodos de fabricação e tratamentos térmicos (Chiaverinni, 2001).

2.4.1 Etapas da técnica de metalurgia do pó

A tecnologia do pó é uma forma alternativa na produção de produtos, podendo ser a única maneira de produção. Nesta rota as propriedades e os parâmetros de compactação e sinterização são decisivas nas definições da microestrutura da peça sinterizada. Sendo que a técnica consiste em transformar pós em peças, sem que para isso seja necessária a fusão da matriz, somente pelo uso de pressão e calor, conforme Figura 4 (Chiaverinni, 2001).

Figura 4 – Representação esquemática das várias etapas do processo de metalurgia do pó

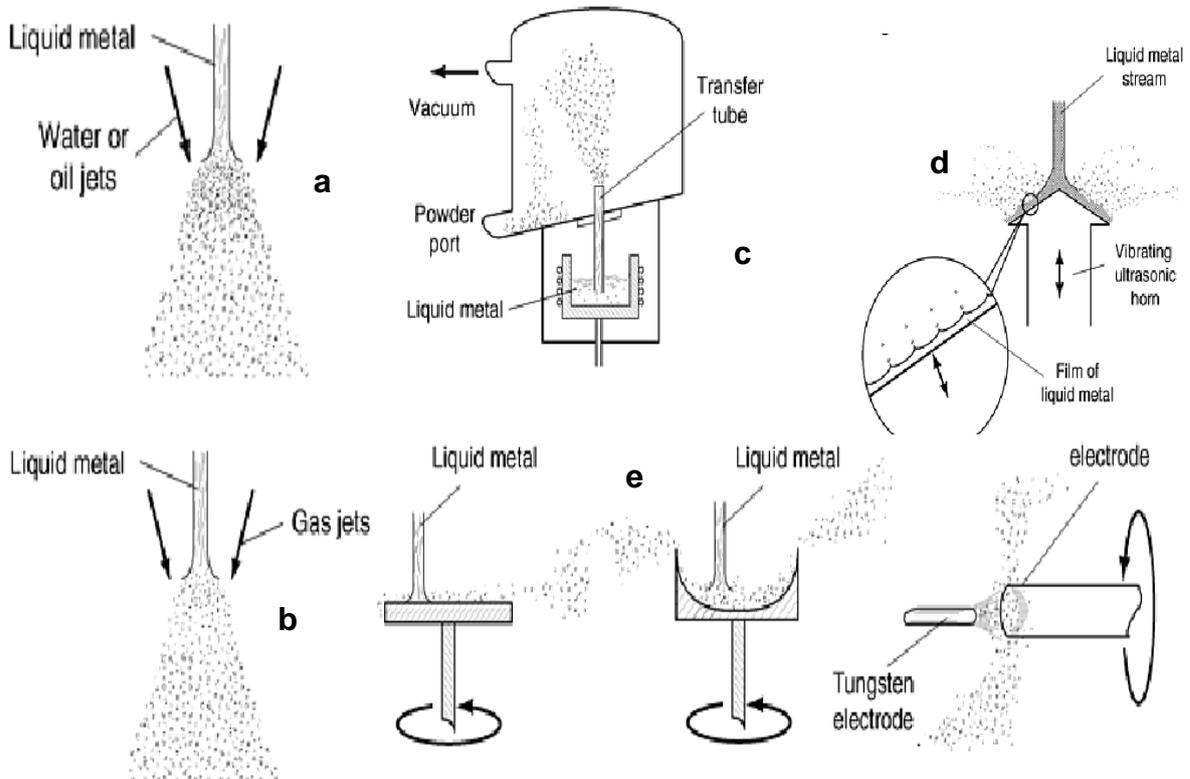


Fonte: Adaptado de Chiaverinni (2001)

2.4.2 Fabricação de Pós Metálicos

A maioria dos metais e ligas podem ser convertidos em pó. Cada partícula de pó deve apresentar a composição desejada para a liga. As características da matéria prima, pó metálico, é função do processo de fabricação aplicado. Por esse motivo, é indispensável um rigoroso controle de todas as suas propriedades. Os processos de fabricação podem ser divididos em mecânicos e químicos. Dentre os processos mecânicos destacam-se a atomização e a moagem, como na Figura 5.e Figura 6 (Chiaverinni, 2001).

Figura 5 - Esquema de atomizadores: em água (a), a gás (b), à vácuo (c), por Ultrassom (d), por centrifugação (e).



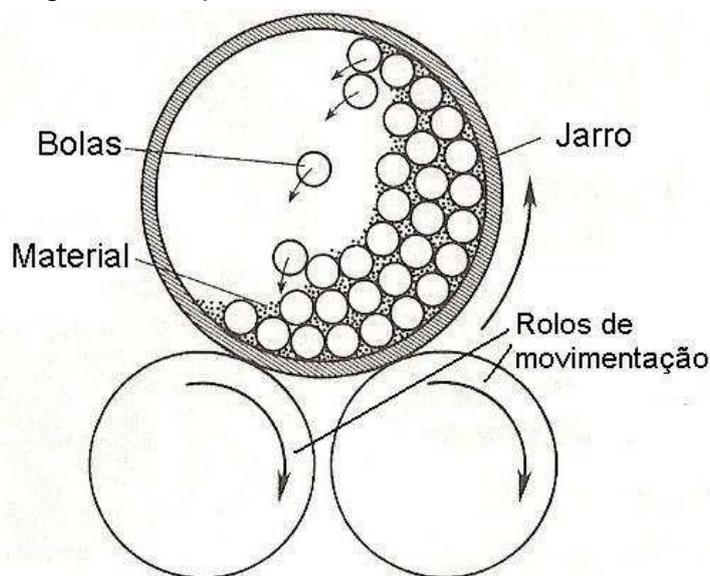
Fonte: Adaptado de ASM (1998).

Na atomização o processo consiste em forçar a passagem de metal líquido por um orifício. Na saída esse metal é desintegrado por um jato de água, ar ou gás. O metal solidifica imediatamente pela ação do jato (água, ar ou gás) e pela expansão ao deixar o orifício, Figura 5 (Chiaverinni, 2001).

Já processo de moagem em moinhos de bolas é um dos processos para a fabricação de pós a partir de materiais frágeis, utilizando-se para isso impacto

mecânico através de bolas. A Figura 6 apresenta um esquema de um jarro carregado com bolas e o material a ser moído. Como o jarro gira em torno do seu eixo, as bolas colidem continuamente com o material, transformando-o em pó. A rotação do jarro é ajustada para uma máxima velocidade de impacto, isto é, rápida o suficiente para conduzir as bolas ao topo do jarro e deixá-las cair sobre o material. Atmosferas protetoras são utilizadas para reduzir a contaminação e auxiliar na moagem. Algumas vezes os moinhos de bolas são utilizados apenas para mistura de pós (German, 1994).

Figura 6. Esquema do moinho de bolas



Fonte: Adaptado de German(1994).

Um composto convencional possui menor dureza em relação ao composto obtido por ligação mecânica e além disso sua dureza diminui significativamente com o aumento da temperatura. A estabilidade dimensional do composto moído é melhor do que a do composto convencional. Tendo os efeitos de segregação e formação de fases intermetálicas serem menores nos compósitos fabricados com fase sólida do que aqueles fabricados por processos no estado líquido. Assim, os processos de fabricação de compósitos no estado sólido são geralmente usados para obter melhores propriedades mecânicas. No entanto, há outros problemas no que diz respeito à distribuição de reforço na matriz, a microestrutura depende fortemente dos parâmetros de moagem, tais como tamanho das bolas, número de bolas e tempo de moagem. Dentro do processo de moagem, existe uma alternativa que possibilita a moagem e homogeneização de partículas dúcteis que é o processo

de moagem em moinhos de alta energia (German, 1994).

Existem outros processos menos usuais para obtenção de pós que são: “cold stream”, que utiliza do fato dos metais serem frágeis em baixas temperaturas; redução química de compostos particulados, onde os agentes redutores são gases (carbono ou hidrogênio) ou sólidos; deposição eletroquímica; pulverização (trituração) e esmerilhamento; condensação de vapor de metal e precipitação de soluções (German, 1994).

2.4.3 Mistura dos pós

A mistura adequada dos componentes, na proporção desejada, é essencial para uma peça finalizada, após a sinterização, obter as propriedades mecânicas desejadas. Esse processamento tem basicamente dois objetivos: dar ao pó as condições ao processamento posterior e produzir boa dispersão dos constituintes (Chiaverinni, 2001).

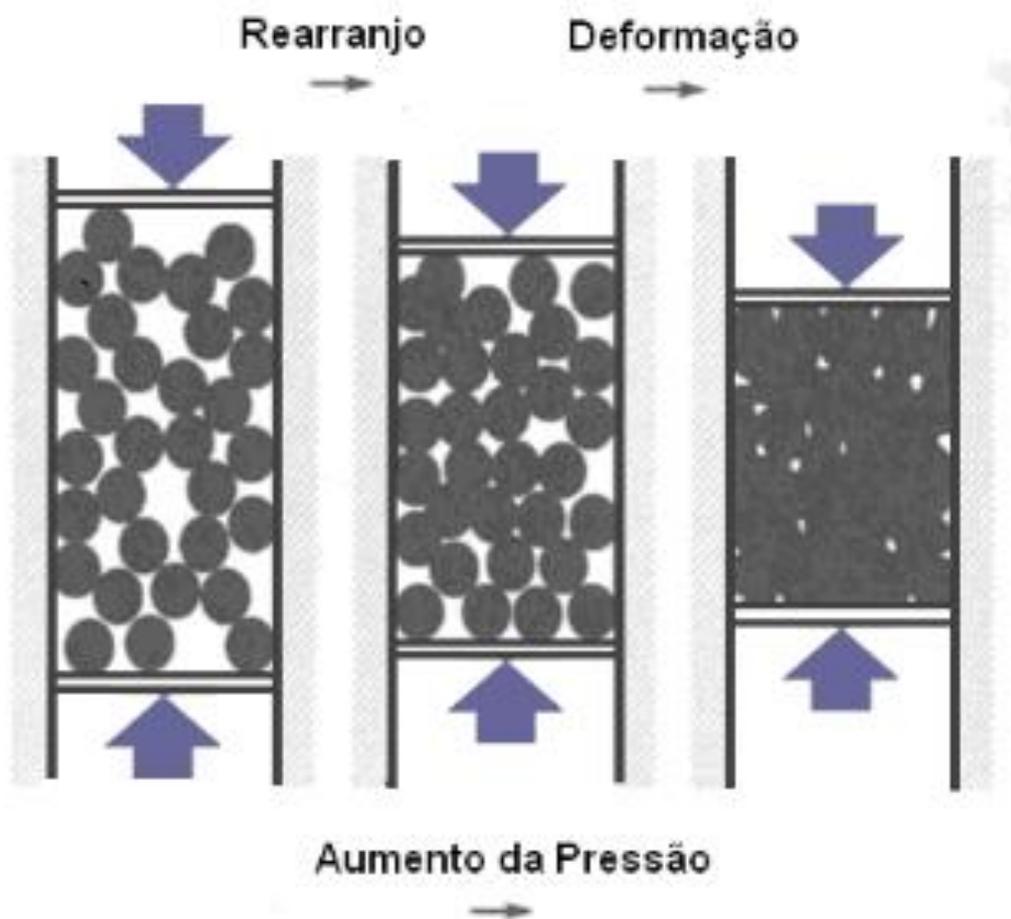
Uma mistura deve ter as seguintes características: uniformidade; propriedades físicas e mecânicas desejadas e fluidez proporcionada pela adição de lubrificante. A mistura pode ocorrer em atmosfera protegida visando evitar oxidação; em contato com o ar ou na presença de líquidos. A mistura uniforme proporciona uma microestrutura homogênea ao final do processo. Para isto é adicionado um lubrificante com a função de reduzir o atrito entre as partículas da mistura e da parede do molde durante a compactação. Os componentes de uma mistura de pós são: os pós de interesse; ligantes; lubrificantes; e agentes controladores de processo. (Chiaverinni, 2001).

2.4.4 Compactação dos Pós

A compactação do pó é um processo que visa à obtenção do compactado verde, pré-forma do compósito que recebe esse nome por estar frágil, sem total consolidação. Sendo a compactação de peças é responsável pela definição da geometria e densificação da mistura de pós. A compactação do pó pode ser processada em matrizes de modo uniaxial ou dupla ação, sendo 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 e tem-se a deformação plástica devido à pressão aplicada resultando em uma “solda fria”. As matrizes empregadas têm o formato do produto final desejado. O tamanho da matriz deve ser superior ao tamanho do produto final para permitir a retração dimensional que ocorre durante a fase final de sinterização (Chiaverinni, 2001).

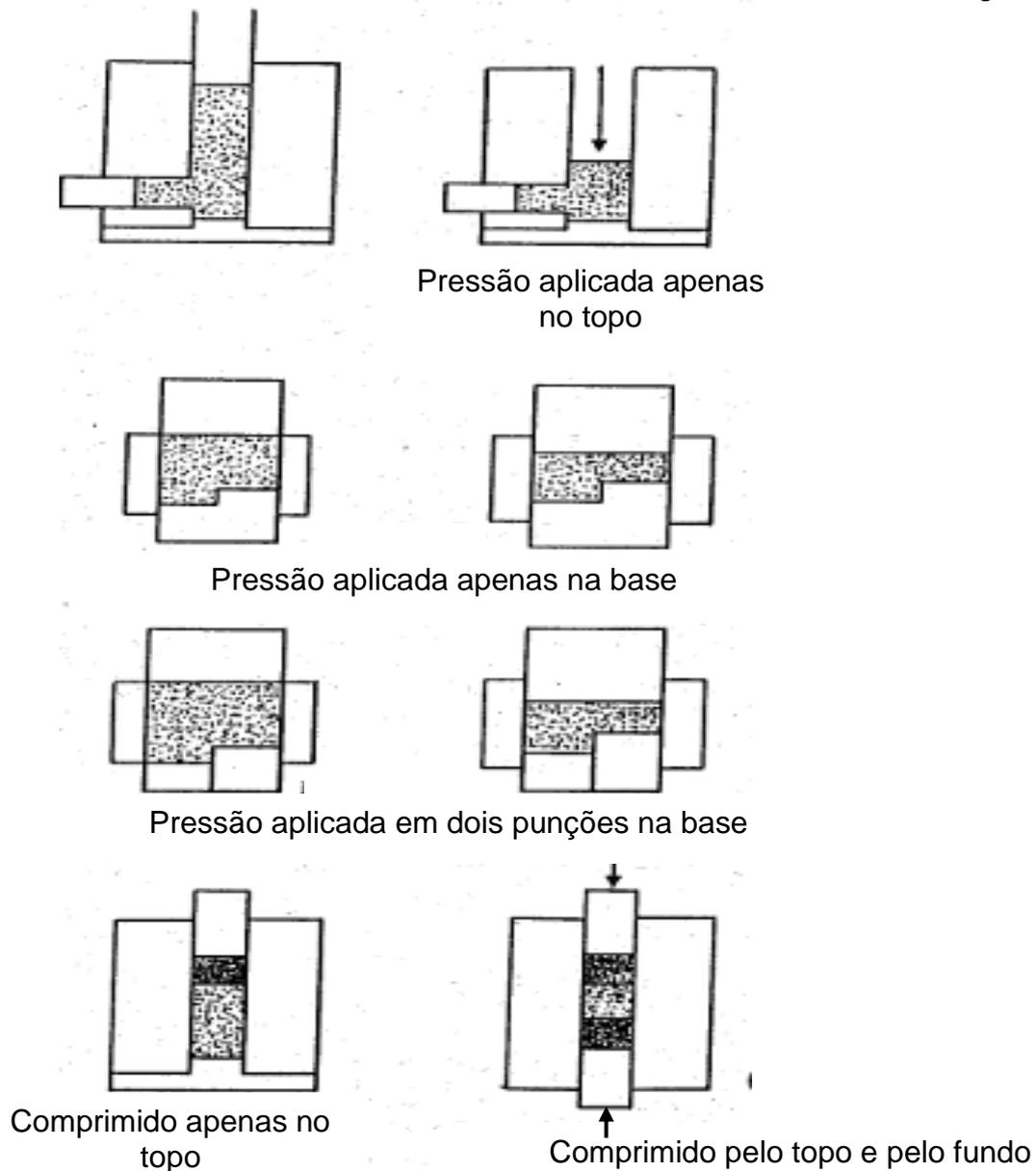
Figura 7. Estágios da movimentação das partículas na cavidade de uma matriz durante a compactação.



Fonte: Adaptado de German (1994)

O comportamento dos pós submetidos à compressão é mostrado na Figura 7. No estágio inicial com introdução da força mecânica, ocorre um rearranjo das partículas soltas para um denso empacotamento. Subsequentemente, os pontos de contato se deformam com o aumento da força mecânica. Finalmente, as partículas sofrem deformação plástica (German, 1994).

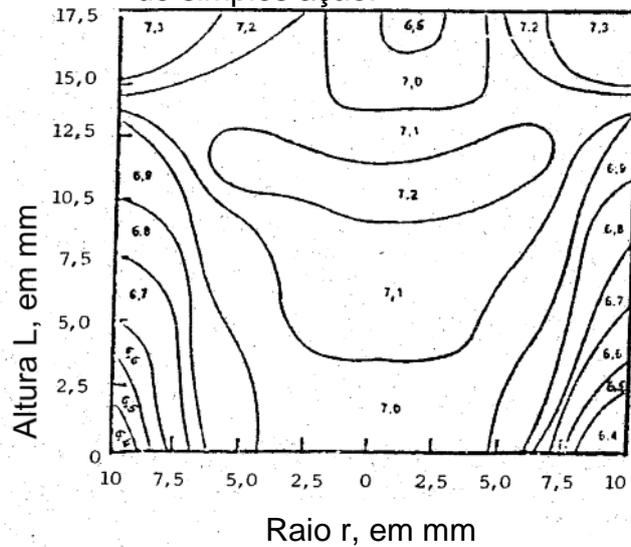
Figura 8 – Variações na densificação ao comprimir em matriz rígida.



Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001)

A principal variável que afeta a compactação é a compressão do pó, que pode ser definida como a extensão segundo a qual uma massa de pó pode ser densificada pela aplicação de pressão. A compressibilidade é uma característica importante, visto que determina a boa seleção de pressão exercida pelo ferramental para se conseguir uma peça coesa, como na Figura 8 (German, 1994). Conforme Chiaverinni a densificação é influenciada pelo tipo e forma de compressão da matriz rígida (Chiaverinni, 2001)

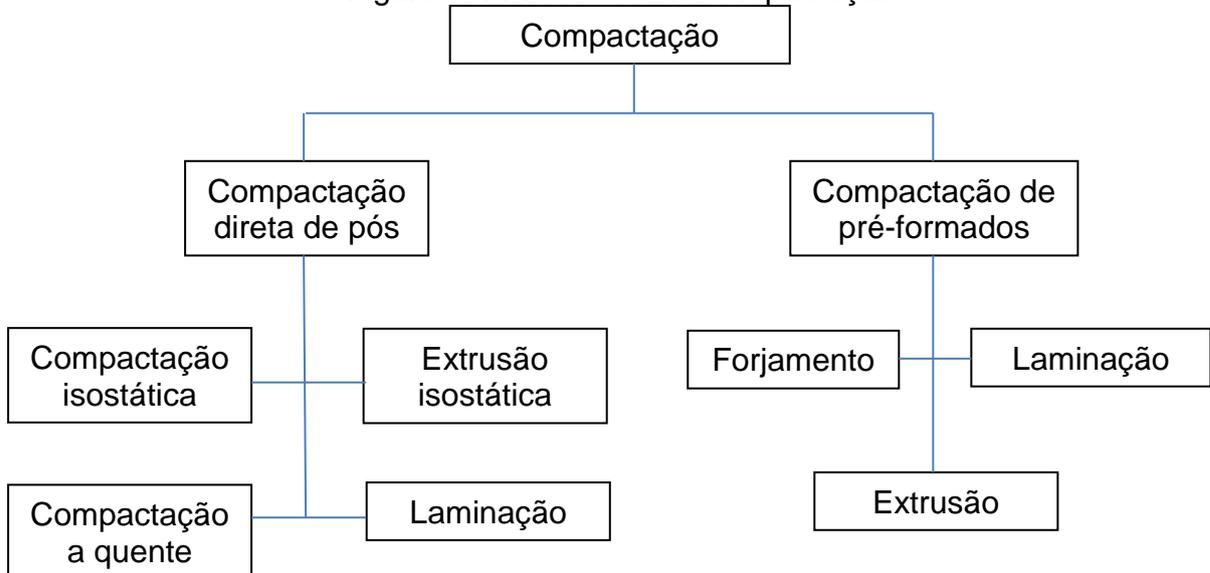
Figura 9. Distribuição da densidade verde real (g/cm³) para níquel puro em prensa de simples ação.



Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001)

A figura 9 mostra a influência direta da pressão de compactação na resistência verde na qual ilustra a distribuição de densidade em compactados de níquel puro de 17,5 mm de altura por 20 mm de diâmetro sob uma pressão de 6,5 tf/cm² (Chiaverini, 2001).

Figura 10. Processos de compactação

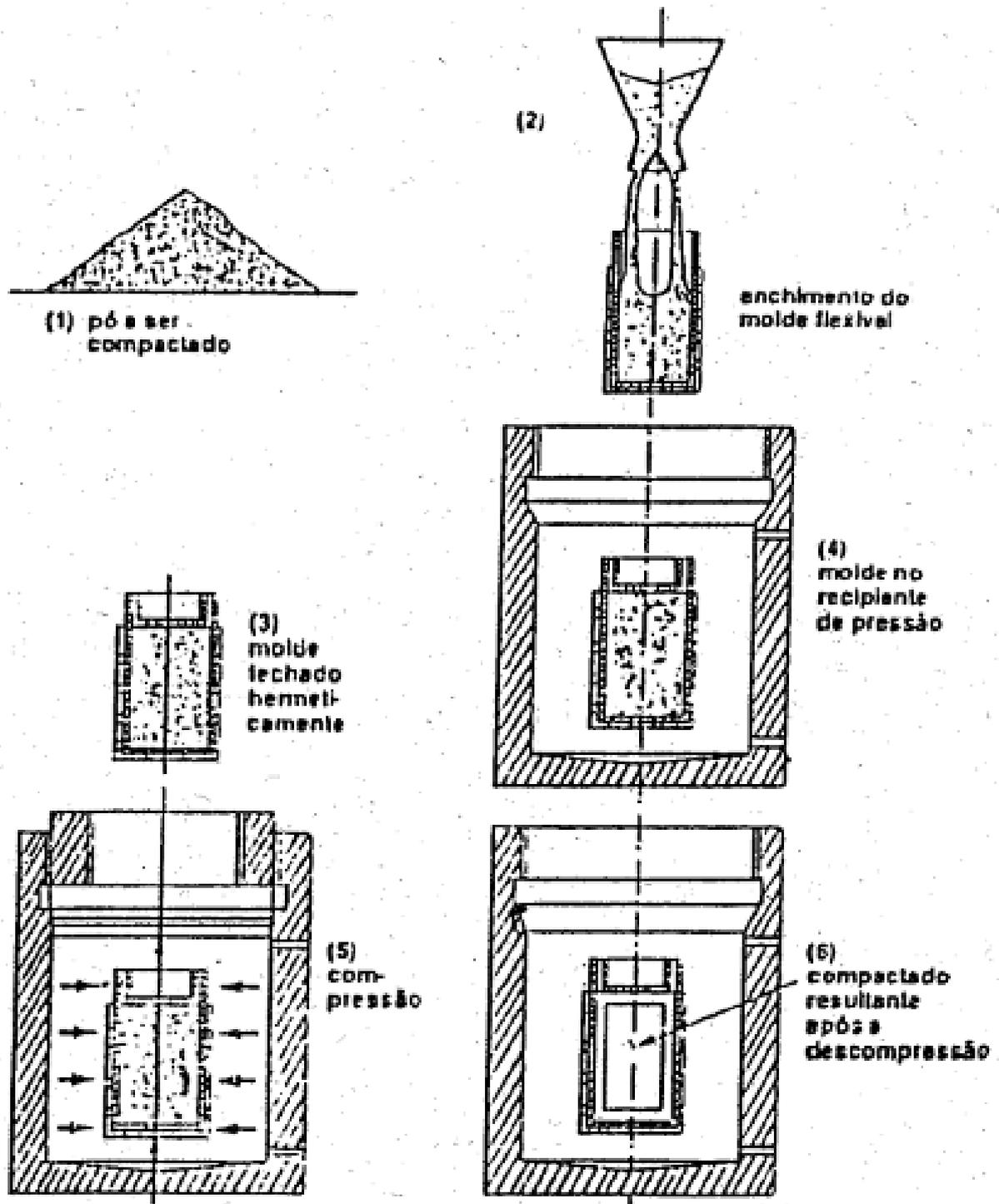


Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001)

Ao se projetar a forma da peça, deve-se cogitar a forma de compactação, conforme a Figura 10, bem como a possibilidade da formação de zonas neutras, região onde a força de compactação é menor e por esse motivo são formadas

propriedades heterogêneas. Quando se deseja obter uma forma complexa, é a Compactação Isostática a Frio, Figura 11 (*"Cold Isostatic Pressing – CIP"*), devido o pó ser selado dentro de uma forma flexível e depois imerso em meio líquido ou gasoso, submetido à alta pressão (Chiaverini, 2001).

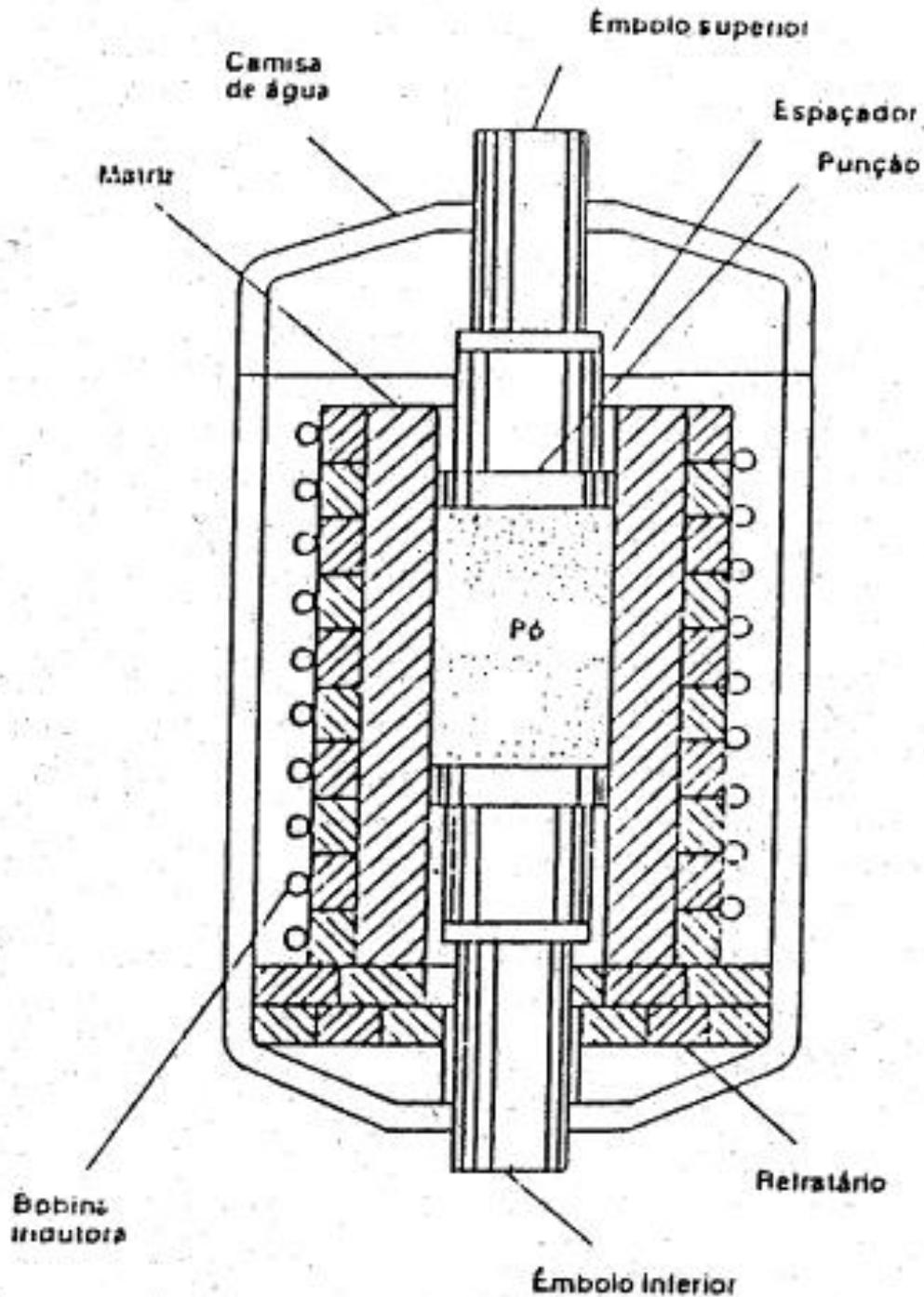
Figura 11. Representação esquemática do processo de compressão isostática - CIP



Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001).

Existe ainda, um caso onde há uma variação de compactação e sinterização simultânea, que é denominada Compactação Isostática a Quente, Figura 12 (“Hot Isostatic Pressing – HIP”) (Chiaverini, 2001).

Figura 12. Representação esquemática de um processo de compressão isostática a quente - HIP



Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001).

2.4.5 Sinterização

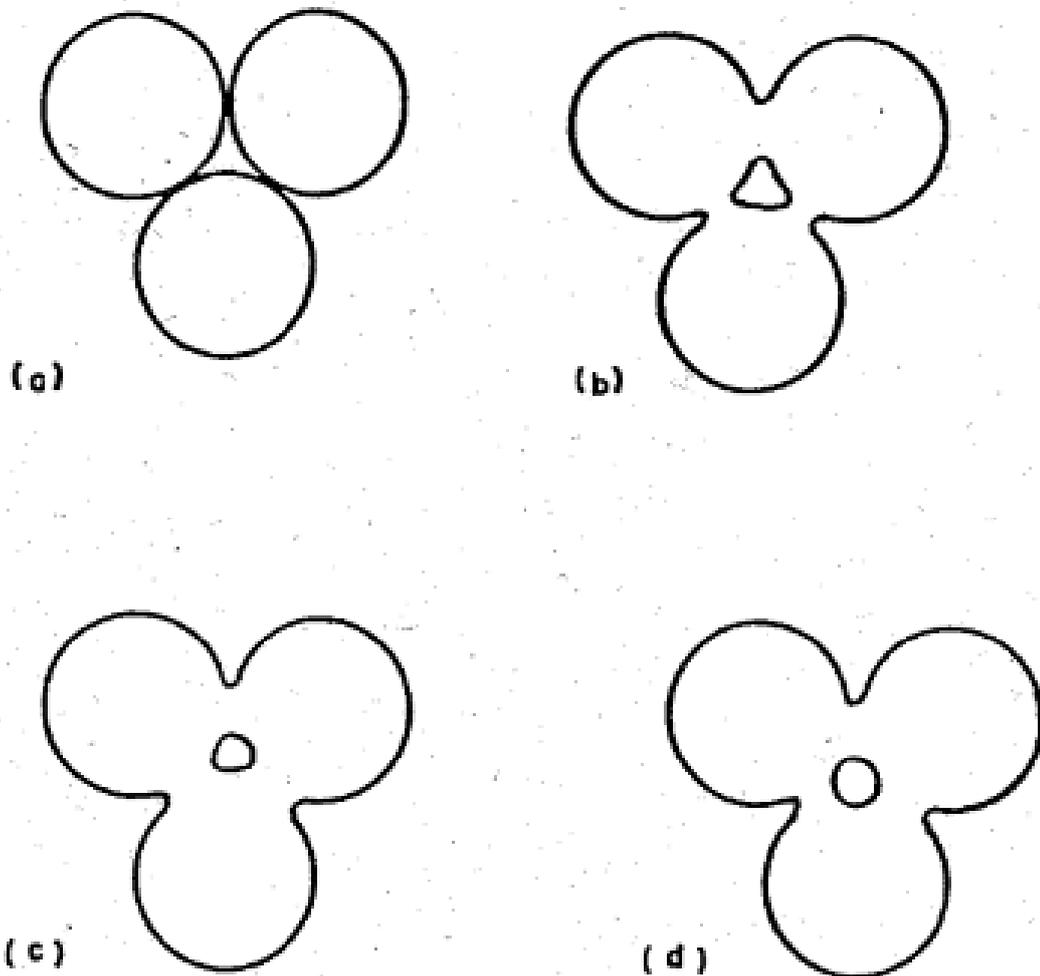
A sinterização é um processo natural em que as partículas em contato mútuo, sob a ação da temperatura, se transforme em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica, podendo tornar-se totalmente denso. Na sinterização, as peças são aquecidas abaixo do ponto de fusão do metal de base e com ou sem o controle atmosférico para reações como oxidação, controle da velocidade de aquecimento e resfriamento. Desta forma, 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 (Chiaverinni, 2001).

Assim ao aquecer-se um conjunto de partículas que tem uma força motora que impele o sistema à sinterização, diminuindo a energia que as partículas têm em excesso. A superfície total é a soma da superfície de cada partícula. É possível notar o quanto é possível diminuir a energia diminuindo sua área superficial. O resultado é a formação de contornos de grãos e crescimento de pescoços, de união interpartículas, levando o sistema a densificação e contração volumétrica (Chiaverinni, 2001).

A sinterização é influenciada por diversos parâmetros que atuam simultaneamente no processo e a diversidade de sistemas impossibilitou até o momento elaborar um modelo único de sinterização que seja capaz de atender aos mais variados e possíveis processos de fabricação. Os tempos e temperaturas de sinterização são escolhidos visando obter um corpo com porosidades, tamanho de grão, resistência mecânica, rigidez entre outras propriedades mecânicas (Chiaverinni, 2001).

Existem dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a por fase líquida. Porém, sua principal diferença consiste na obtenção de uma estrutura com porosidade ou no fechamento destas, respectivamente, graças ao atingir o ponto de fusão do reforço que preenche as cavidades dos poros estando na fase líquida (Chiaverinni, 2001).

Figura 13. Representação esquemática de três esferas de sinterização: pontos originais de contato (a), crescimento do pescoço (b), contração dos poros (c) e crescimento dos poros (d).



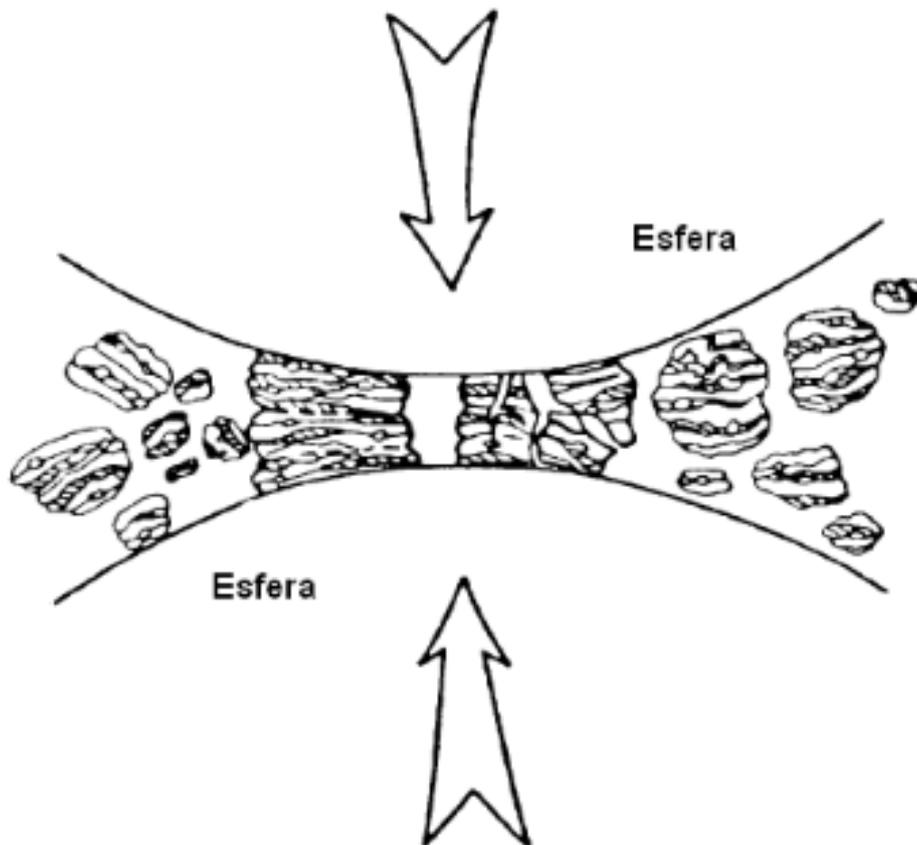
Fonte: Adaptado de Chiaverini (1998).

No processo de sinterização sólida, conforme mostra a figura 13, 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 ao aumento da densidade são favorecidos. O crescimento de grão ocorre a partir do último estágio durante o qual os poros tornam-se esféricos e isolados (Chiaverinni, 2001).

2.5 Moagem de alta energia (MAE)

Moagem de alta energia (MAE) é um processo de moagem que ocorre no estado sólido que envolve repetidas soldas, fraturas e ressoldas de partículas de pó em moinhos de bolas de alta energia. Foi desenvolvido na indústria aeroespacial para produzir superligas à base de níquel e ferro por meio de dispersão de óxidos capaz de produzir uma variedade de ligas a partir de mistura de pós-elementares. As fases de não equilíbrio sinterizados incluem soluções sólidas supersaturadas, fases metaestáveis cristalinas e quase cristalinas, nanoestruturas e ligas amorfas. Atualmente, vem permitindo a obtenção de materiais compósitos, materiais nanoestruturados, compostos intermetálicos e soluções sólidas amorfas, como na Figura 14 (Suryanarayana, 2001).

Figura 14. Ilustração de uma colisão entre esferas e pó durante a moagem de alta energia.



Fonte: Adaptado de Suryanarayana (2001).

A técnica consiste no processamento de material na forma de pós reunidos com esferas de aço ou outro material de alta dureza, inseridos em um vaso de moagem, feito do mesmo material das esferas em movimento energético. Por vibração ou rotação, as esferas choca-se com as paredes do vaso resultando em prensagem do pó a cada impacto. Desta forma, o pó é repetidamente levada à solda, fratura e ressolda num ciclo de transferência de energia, possibilitando a nanoestruturação dos materiais moídos. Esse mecanismo de fratura e solda das partículas está representado na Figura 15 ilustrando as etapas do processo (Suryanarayana, 2001).

Figura 15. Evolução da microestrutura dos pós no processamento por moagem.



Fonte: Adaptado de Suryanarayana (2001).

Assim, na moagem de alta energia, alta deformação é introduzida nas partículas. Isso é manifestado pela presença de vários defeitos cristalinos, tais como discordâncias, vazios, falha de empilhamento e aumento no número de contornos de grão. A presença desses defeitos e do aumento da temperatura durante a moagem refina a microestrutura, pois diminui as distâncias e aumentam a difusão dos elementos solutos na matriz, resultando na produção de pós com alta sinterabilidade em relação à moagem convencional (Suryanarayana, 2001).

O processo de moagem é caracterizado pelas mudanças do estado sólido. Ocorre com o esmagamento dos materiais gerando partículas achatadas com o formato de flocos que favorece a soldagem a frio e um acréscimo do tamanho (estas partículas possuem estrutura em camadas consistindo de várias combinações dos constituintes iniciais). Continuando a moagem, as partículas começam a endurecer e fraturar por fadiga e pela fragmentação frágil. Devido ao impacto continuado de bolas de moagem, a estrutura das partículas é constantemente refinada. Por fim, chega-se ao equilíbrio, onde a dureza e o tamanho da partícula tendem a se estabilizar. No final ocorre a consolidação das partículas compósitas, atingindo um estado homogêneo em todas as partículas (Suryanarayana, 2001).

2.5.1 Variáveis do processo de moagem de alta energia (MAE)

O processo de moagem de alta energia possui muitos parâmetros ajustáveis que influem na qualidade do produto final, através da otimização de um grande número de variáveis para atingir a fase, a dispersão e a microestrutura do produto final. As variáveis do processo são interdependentes, de forma que elas podem atuar simultaneamente e o efeito de cada uma delas durante o processamento é influenciado pelas outras. Os problemas com contaminação do pó processado pelas ferramentas de moagem ou controle têm sido largamente reportados e métodos para eliminar ou reduzir estes efeitos têm sido propostos com base na escolha correta das variáveis do processo (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.1 Razão Esfera/Pó

A razão entre a massa das esferas para a massa de pós (“BPR – Ball-to-power weight ratio”), esta diretamente ligada com o tempo de moagem e a transferência de energia. Quanto maior a “BPR”, menor o tempo de moagem, a razão de transferência de energia é alta e ocorre aquecimento excessivo, podendo ser alterada a constituição dos pós em razão da alta temperatura. Os valores de massa usados variam de 1:1 até 220:1 (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.2 Material e tamanho das Esferas

Os materiais usados para as esferas de moagem são de aço inoxidável, aço ferramenta, alumina, zircônia ou metal duro. Sempre que possível é desejável que o

material do recipiente e dos corpos seja o mesmo dos pós, para evitar contaminações. O tamanho e a densidade das esferas também influenciam na eficiência da moagem, de modo que, quanto maiores forem esses valores, maior será a energia de impacto transferida às partículas de pó (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.3 Tempo de moagem

O tempo de moagem é um dos parâmetros mais importantes do processo e normalmente é definido de modo a alcançar um estado estável entre a fratura e a soldagem a frio das partículas de pó. Tempos de moagem muito longos devem ser evitados, pois desgastam o equipamento e conseqüentemente podem contaminar o material sob moagem. O tempo de moagem é função de uma combinação de parâmetros que dependem das seguintes características: tipo de moinho utilizado; intensidade de moagem; relação bola/massa e temperatura de moagem (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.4 Velocidade de moagem

Quanto maior a velocidade do moinho, maior será a energia aplicada na moagem do pó. Entretanto existe uma velocidade crítica para moagem, em que o movimento adequado das esferas pode não ocorrer. Isto se deve a possibilidade da velocidade ser alta que as esferas não exerçam mais impacto entre elas e o pó, e sim fiquem aderidas na parede do recipiente de moagem (Suryanarayana, 2001).

Outra limitação quanto a velocidade e rotação máxima que um moinho pode atingir é que, em altas velocidades, a temperatura do interior do recipiente pode alcançar um valor muito elevado. As altas temperaturas geradas facilitam a difusão e promove a homologiação e formação de liga entre os pós (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.5 Atmosfera de moagem

O maior efeito da atmosfera de moagem diz respeito à contaminação do material. Para muitos compósitos há a necessidade do controle da atmosfera, pois a presença do ar atmosférico pode ocasionar reações químicas não previstas, como a oxidação de algum dos componentes da amostra (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.6 Temperatura de Moagem

A importância deste parâmetro reside no fato de que a alteração da temperatura do compósito sob moagem pode alterar sua composição, ou interferir no controle do resultado desejado. A temperatura que os pós atingem durante a moagem pode acelerar os mecanismos de difusão e microsoldagem em nível microscópico e estes processos estão envolvidos na formação do produto final, seja este uma solução sólida, um intermetálico, um nanocompósito ou uma fase amorfa.

Parte da alta energia mecânica envolvida nas colisões dos corpos durante a MAE é dissipada na forma de calor, conseqüentemente, a temperatura do meio de moagem aumenta. Este aumento depende dos materiais envolvidos, da energia cinética das esferas de moagem que está fortemente associada ao acionamento mecânico do moinho, bem como o tempo de processamento (Suryanarayana, 2001).

2.5.1.7 Agentes Controlador do Processo (PCA)

Em várias matérias primas utilizadas, principalmente no caso dos materiais muito dúcteis, a solda predomina sobre a fratura, ocorrendo à aglomeração dos pós. Neste caso, pode-se utilizar um agente controlador para diminuir a superfície de contato, diminuindo assim estes efeitos (Suryanarayana, 2001).

Os agentes de controle de processo, conhecidos também como lubrificantes, são adicionados à mistura de pós para diminuir a soldagem a frio durante a moagem. Os lubrificantes são na maioria orgânicos, podendo estar na forma sólida, líquida ou gasosa. Eles atuam na superfície das partículas interferindo na soldagem a frio e diminuindo a tensão superficial do material (Suryanarayana, 2001). Existe uma ampla variedade de lubrificantes utilizada na MAE, porém destacam-se o etanol, o ácido esteárico, metanol e o ácido bórico (Canakci *et al.*, 2013).

2.5.1.8 Contaminação dos Pós

A contaminação dos pós durante a MAE pode ter origem por dois fatores: o primeiro é devido à ação mecânica da moagem em que o conjunto se desgasta durante o processo e contamina o pó com seu material. O segundo se dá por reações químicas do pó com atmosfera ou agentes controladores do processo. A extensão da contaminação é diretamente proporcional à velocidade de moagem, ao poder de microforjamento e ao tempo de moagem (Suryanarayana, 2001).

2.5.2 Tipos de Moinhos

Existem diferentes tipos de equipamentos de moagem que podem ser usados no processamento da MAE. Esses moinhos diferem na capacidade volumétrica, velocidade de operação e na sua capacidade de controlar a operação, variando a temperatura de moagem e minimizando a contaminação da mistura dos pós de partida. Dentre os tipos de moinhos podem citar o moinho Atritor, Planetário, SPEX (Murty; Ranganathan; 1998). Cada um tem capacidade de moagem distinta, conforme apresentado no Quadro 4:

Quadro 4. Comparação entre moinhos de alta energia.

Moinho	Capacidade (g)	Energia do impacto (W/g)	Velocidade das esferas (m/s)	Uso
Planetário	<1000	0 – 1,604	<11,24	Laboratório
Atritor	0,5 – 100.000	<0,001	<0,8	Laboratório / Industrial
Vibratório (SPEX)	<40	0,24	<3,9	Laboratório

Fonte: Adaptado de Murty; Ranganathan (1998)

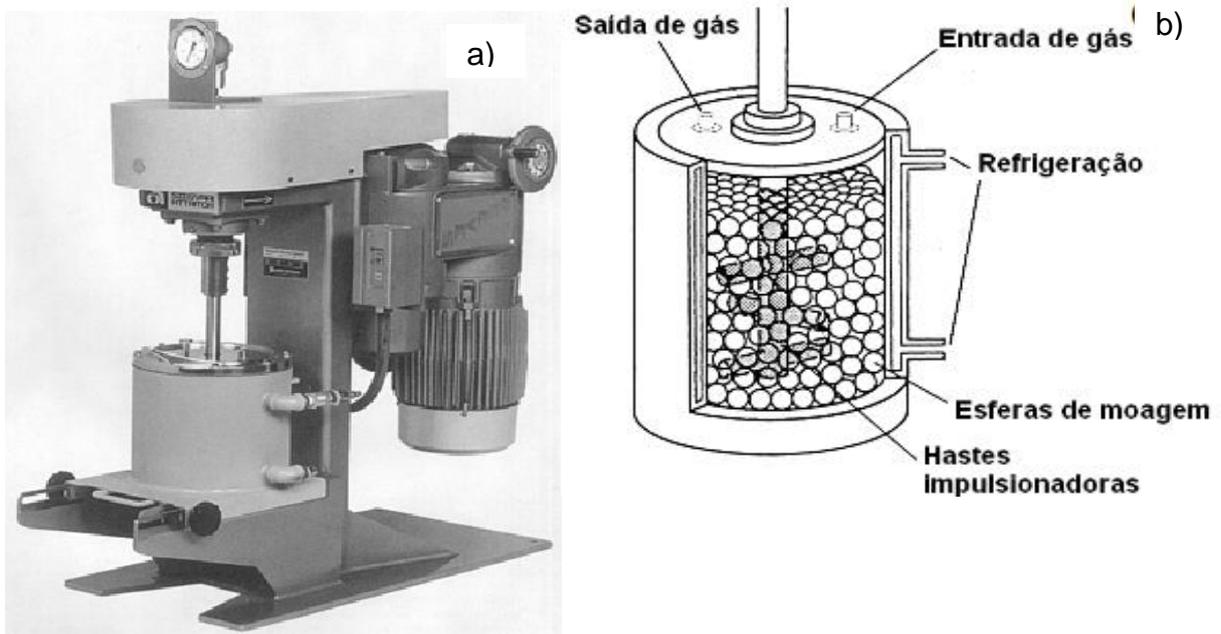
2.5.2.1 Moinho Atritor

O moinho atritor consiste em um tambor rotativo vertical preenchido pela metade com pequenas esferas de aço na qual o pó e as esferas são colocados, como pode ser visto nas Figuras 16. Moinhos atritores são capazes de moer de 0,5 até 100 quilogramas de pó, quantidade muito superior a moinhos do tipo agitadores. O material das paredes, hastes e esferas do moinho deve se de um material resistente ao desgaste (Murty; Ranganathan, 1998).

O recipiente permanece estático durante a moagem, o que movimenta as esferas e o pó durante a moagem é um eixo vertical com várias hastes impulsoras horizontais girando no interior do moinho. As esferas e os pós inseridos no moinho chocam-se entre si, com a parede do tambor e com os impulsadores. Os choques causam a deformação de partículas e esforços cisalhantes, devido ao escorregamento entre as esferas contidas no moinho, auxiliando na redução do tamanho de partícula. A taxa de moagem aumenta com a

velocidade de rotação (Murty; Ranganathan, 1998).

Figura 16. Moinho tipo atritor (a) e principais partes do moinho atritor (b).

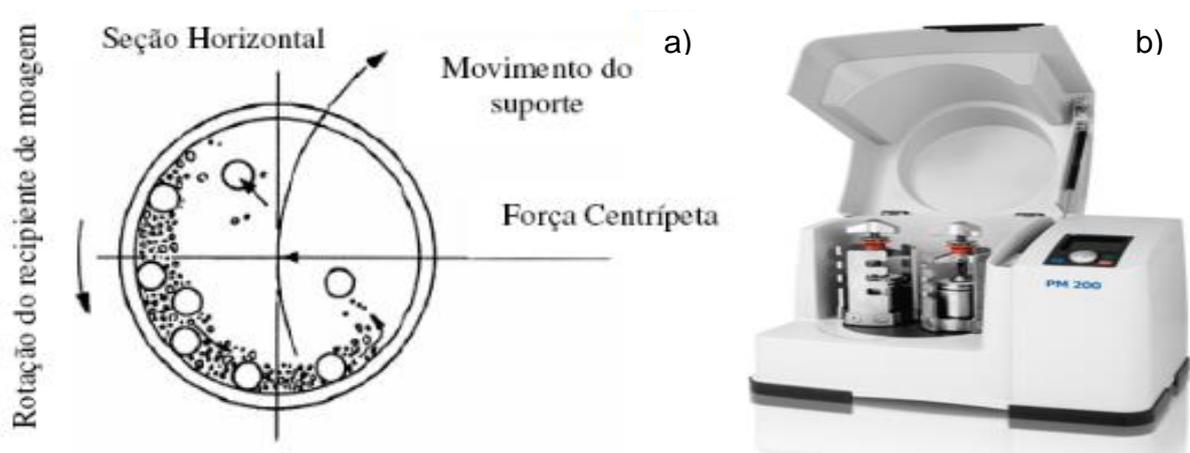


Fonte: Adaptado de ASM, 1998

2.5.2.2 Moinho Planetário

O moinho planetário tem capacidade para processar algumas centenas de gramas do pó em cada moagem, seu nome alude ao movimento dos Planetas (os jarros). Considerado de baixa energia. Este tipo de moinho possui uma plataforma onde estão localizados os suportes dos vasos (Murty; Ranganathan, 1998).

Figura 17. Movimento das esferas no interior do recipiente de moagem (a) e moinho planetário de bolas (b).



Fonte: (a) Adaptado de ASM (1998) e (b) Adaptado de Retsch (2017).

O movimento do suporte faz o vaso girar em torno do seu próprio eixo, é então gerada uma força centrípeta a qual atua nas esferas fazendo com que elas colidam, como na Figura 17(b). Como o vaso e o suporte têm movimentos contrários, a força centrípeta atua da mesma maneira em direções opostas. Este movimento faz com que as esferas permaneçam na parte inferior do vaso, na qual elas movimentam-se provocando choques entre si e com a parede do vaso estes choques promovem a moagem, conforme a Figura 17(a) (Murty; Ranganathan, 1998).

2.5.2.3 Moinho de vibração (Shaker)

O moinho de vibração (SPEX) tem como sua variedade mais comum possuir uma jarra contendo a amostra e bolas oscilando energicamente para trás e frente, milhares de vezes por minuto, como na Figura 18. O moinho de vibração se movimenta nas três direções do espaço com alta frequência, até 100 Hertz, impelindo os corpos de moagem durante a moagem. Esse tipo de moinho envolve principalmente choques de impacto frontal.

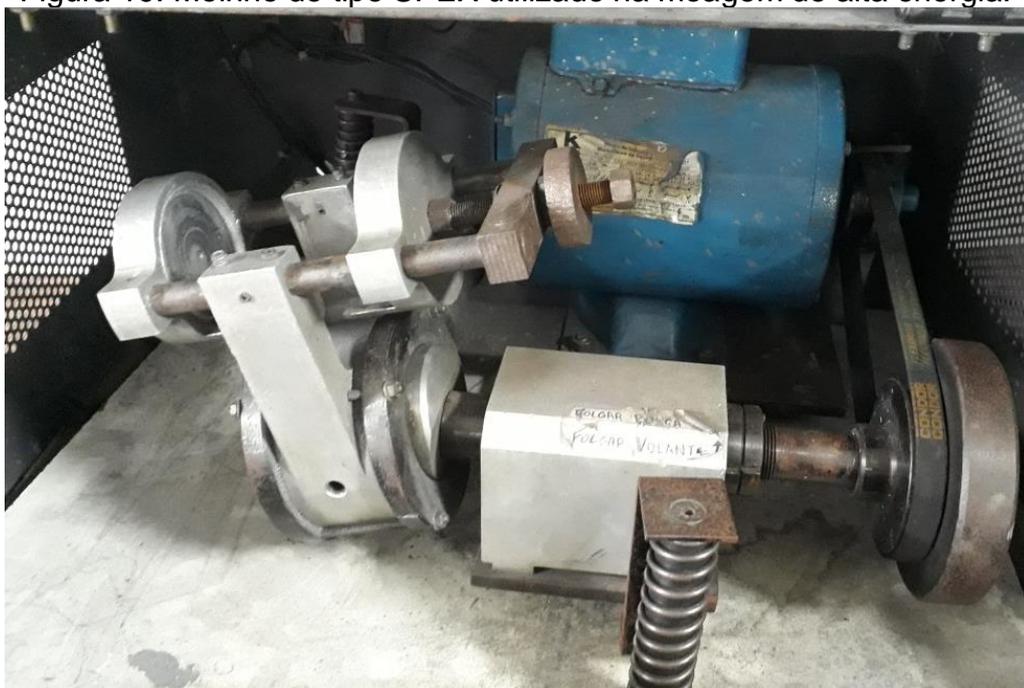
Figura 18. Mídia de moagem formada pelo jarra, esferas, tampa de fechamento e elemento de vedação.



Fonte: Autor

A cada agitação, as esferas colidem com a amostra e as paredes internas do recipiente, misturando e moendo a amostra, como na Figura 19. Devido à amplitude (cerca de 5 cm) e velocidade (cerca de 1740 rpm), as velocidades das esferas são altas (da ordem de 5 m/s) e conseqüentemente, a força do impacto da bola é extraordinariamente grande; portanto, pode ser considerado como de alta energia (Murty; Ranganathan, 1998).

Figura 19. Moinho do tipo SPEX utilizado na moagem de alta energia.



Fonte: Autor

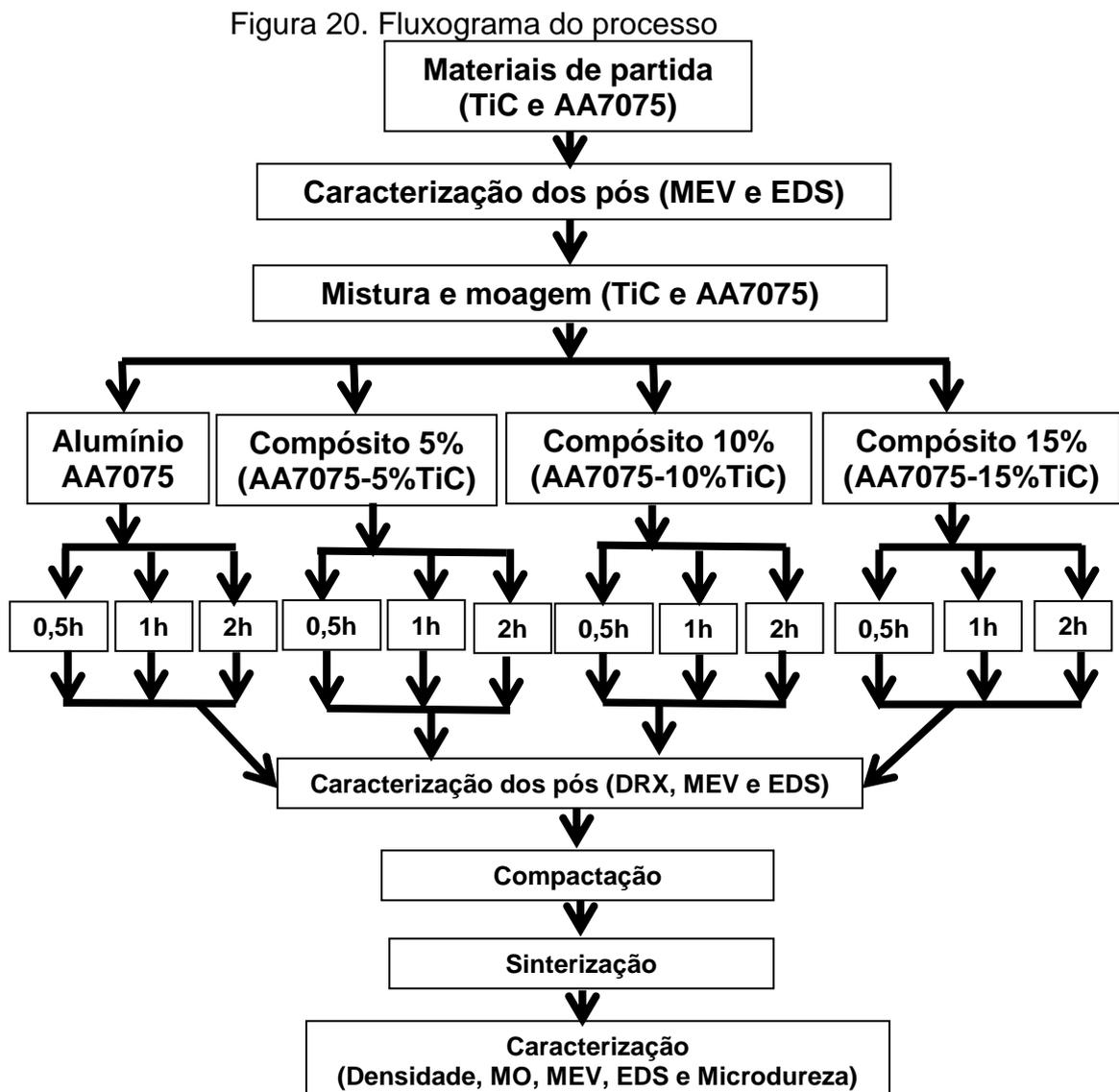
O movimento de vai-e-vem de agitação é combinado com os movimentos laterais das extremidades do tubo, de modo que a jarra parece estar descrevendo o número 8. O projeto mais recente tem previsão para a moagem em dois frascos para aumentar o rendimento, incorporando arrefecimento para permitir longos tempos de moagem. Apesar das velocidades lineares das esferas neste tipo de moinho ser menores que as alcançadas nos moinhos planetários, a frequência de impacto é muito maior (Murty; Ranganathan, 1998).

3 METODOLOGIA

Os procedimentos realizados neste trabalho abrangeram as seguintes etapas:

1. Preparação e caracterização da matéria prima;
2. Moagem de alta energia dos pós (MAE), variando o tempo;
3. Caracterização dos pós moídos e misturados através da MAE;
4. Compactação e sinterização;
5. Caracterização das amostras sinterizadas.

O procedimento experimental relativo à fabricação do composto em estudo, Al-%TiC está ilustrado na Figura 20.



Fonte: Autor

3.1 Preparação e caracterização da matéria prima;

3.1.1 Materiais utilizados

O pó utilizado para matriz dos compósitos foi da liga AA7075, Figura 21, produzido pela Aluminium Powder Corporate de composição conforme já mostrado no Quadro 2:

Figura 21. Pó de alumínio AA7075 conforme fabricado.



Fonte: Autor

O reforço particulado usado é o pó de TiC que foi produzido pela Sigma – Aldrich Corporate, Figura 22.

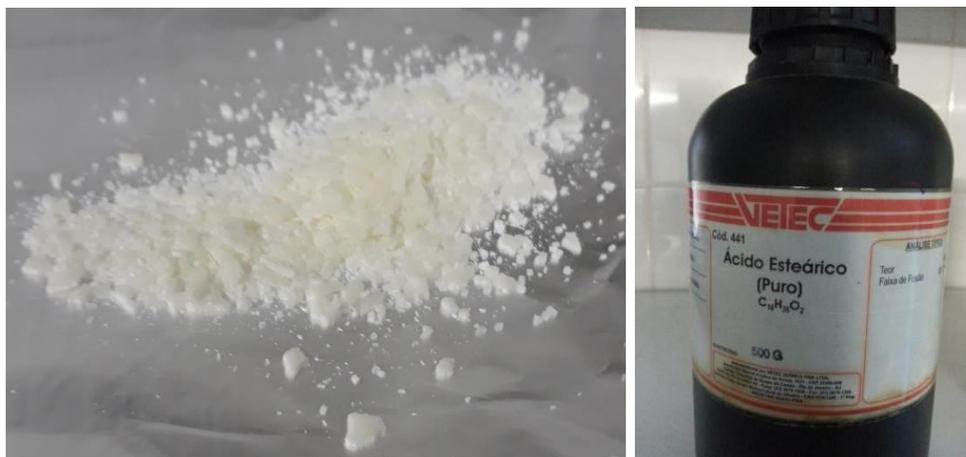
Figura 22. Pó de carbeto de titânio (TiC)



Fonte: Autor

Como agente controlador do processo foi usado 2% de Ácido Esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$), figura 23, e álcool Isopropílico (99,82% de pureza) para o banho da moagem (suficiente para cobrir a carga de pós e bolas da jarra), como adotado por Lira (2016).

Figura 23. Pó de Ácido Esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$)



Fonte: Autor

3.1.2 Pesagem dos materiais utilizados

A balança analítica SHIMADZU ATY224 com precisão de três casas decimais foi utilizada para pesar todos os pós nas devidas frações em massa da fase matriz, do reforço e do agente controlador do processo como mostrado na figura 24.

Figura 24. Balança analítica com precisão de três casas decimais utilizada



Fonte: Autor

A massa de pó total presente na amostras limitada pelo tamanho das jarras e carga de esferas, visto que para acontecer a moagem de alta energia o material no interior deve ocupar metade do seu volume livre. O ácido esteárico foi utilizado como agente controlador do processo (ACP) com o objetivo de evitar o excesso de soldagem a frio entre as partículas de pó durante a moagem, conforme Quadro 5.

Quadro 5. - Condições e parâmetros de moagens utilizadas no trabalho

Composição	Massa de CMM (g)	Massa de TiC (g)	ACP (g)	Massa de 7075 (g)	Massa de esferas (g)	Tempo de moagem (min)
AA7075	20,0000	0,0000	0,0000	20,0000	143,2827	0
AA7075	20,4000	0,0000	0,4000	20,0000	143,2827	30
AA7075	20,4000	0,0000	0,4000	20,0000	143,2827	60
AA7075	20,4000	0,0000	0,4000	20,0000	143,2827	120
AA7075+5% TiC	20,4013	1,0009	0,4000	19,0004	143,2827	30
AA7075+5% TiC	20,4000	0,9999	0,3998	19,0003	143,2827	60
AA7075+5% TiC	20,4016	1,0009	0,4006	19,0001	143,2827	120
AA7075+10% TiC	20,4013	2,0000	0,4009	18,0004	143,2827	30
AA7075+10% TiC	20,4014	2,0004	0,4004	18,0006	143,2827	60
AA7075+10% TiC	20,4013	2,0001	0,4004	18,0008	143,2827	120
AA7075+15% TiC	20,4016	3,0004	0,4005	17,0007	143,2827	30
AA7075+15% TiC	20,4007	3,0006	0,3995	17,0006	143,2827	60
AA7075+15% TiC	20,4012	3,0008	0,4000	17,0004	143,2827	120

Fonte: Autor

3.2 Moagem de alta energia dos pós (MAE), variando o tempo

A moagem de pós do alumínio AA7075 e do carbeto de titânio em moinho de alta energia visam à síntese de pó para os compósitos, através da mistura, da homogenização e da incorporação do reforço cerâmico na matriz metálica. Os pós do compósito foram colocados em uma jarra e corpos de moagem (esferas com 5 mm de diâmetro) utilizados são de aço inox 304 L, com BRP de 7:1.

Figura 25. Moinho SPEX utilizado neste trabalho



Fonte: Autor

Os tempos de moagem foram de 30, 60 e 120 min para cada concentração de reforço 5, 10 e 15% de carvão de titânio de massa de mistura para formação do compósito de matriz metálica, alumínio (AA7075). A Figura 25 mostra o moinho SPEX de 1740 rpm utilizado no processamento de pós.

3.3 Caracterização dos pós

3.3.1 Caracterização dos pós por MEV e EDS

A caracterização dos pós processados foi iniciada com microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS), objetivando verificar alterações microestruturais de forma e composição química de forma qualitativa.

Figura 26. – Microscópio eletrônico de varredura utilizado.



Fonte: Autor

Tais caracterizações foram realizadas no do Laboratório de Análises Microestrutural do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE, através de observação em microscopia eletrônica de varredura (MEV) no equipamento Hitachi TM 3000 operando a 20kV com um aparelho de espectroscopia por energia dispersiva por raio X (EDS) acoplado, Figura 26.

3.3.2 Caracterização dos pós por DRX

Finalizando a caracterização dos pós processados foi realizado a análise por difração de raio X (DRX) objetivando verificar os elementos presentes nas amostras de pós das matérias primas e dos compósitos após a moagem de alta energia.

Figura 27. Equipamento de DRX usado no trabalho.



Fonte: Autor

As medições foram feitas no Difratorômetro Shimadzu XRD-7000 do laboratório de Compósitos da UFPE, conforme Figura 27; utilizando uma faixa de medição do ângulo 2θ de 5° a 120° e varredura com passo de $0,02^\circ/s$, 40kV e 20mA.

3.4 Compactação e Sinterização

3.4.1 Compactação

Após a moagem de alta energia, os pós foram compactados uniaxialmente a frio em matrizes metálicas de aço 304L, figuras 28, para fabricação de amostras de ambos os compósitos de matriz metálica com reforço particulado (AA7075 + TiC) e também, amostras da liga de alumínio sem reforço.

Figura 28. Matriz de compactação uniaxial utilizada.



Fonte: Autor

O diâmetro da amostra ficou delimitado pelo diâmetro da matriz de compactação 17 mm. O compactado verde ficou com geometria de acordo com a Figura 29, apresentando um diâmetro de 17,05 mm e espessura de 12 mm.

Figura 29. Compactado verde após de compactação uniaxial.



Fonte: Autor

A pressão de compactação das amostras foi determinada para ter aplicação de peça de máquina usando 7,0 tf/cm², conforme o Quadro 6.

Quadro 6. Faixas de pressões recomendadas para alguns produtos da metalurgia do pó.

Material	Pressão (tf/cm ²)
Materiais porosos e filtros metálicos	0,4 a 0,7
Metais refratários e carbonetos	0,7 a 2,1
Buchas porosas	1,4 a 3,5
Peças de máquinas	2,8 a 7,0
Peças de ferro e aço de alta densidade	7,0 a 16,9

Fonte: Adaptado de Chiaverini (1998)

Assim foi utilizada uma prensa de compactação hidráulica com a pressão de compactação de 16 MPa.

3.4.2 Sinterização

A sinterização foi executada em forno tipo Mufla, marca Jung. A Figura 30. mostra o forno de sinterização (a) e mostra o posicionamento de cada amostra dentro do forno (b).

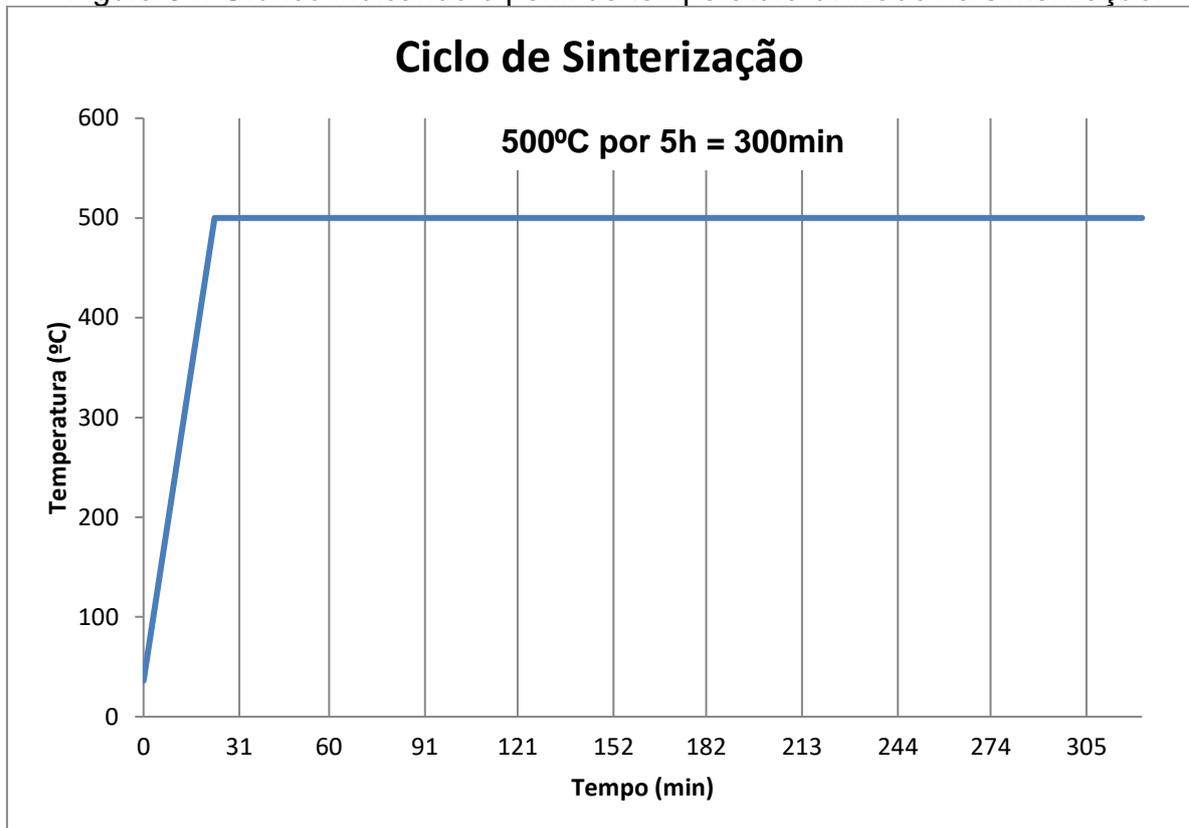
Figura 30. Forno de sinterização utilizado (a). Posicionamento das amostras no interior do forno(b).



Fonte: Autor

As amostras foram sinterizadas a 500°C durante 5 horas, com uma rampa de aquecimento de 20 °C/min e resfriado calmamente dentro do forno até retornar a temperatura ambiente.

Figura 31. Gráfico indicando o perfil de temperatura utilizado na sinterização.



Fonte: Autor

As amostras foram sinterizadas conforme perfil de tempo e temperatura apresentado na Figura 31. As amostras foram resfriadas no forno até sua temperatura atingir a do ambiente.

3.5 Caracterização e Propriedades do Material Sinterizado

A caracterização do material sinterizado foi realizado através da determinação da densidade; da análise da microestrutura por microscopia ótica (MO); da análise da microestrutura por microscopia eletrônicas de varredura (MEV); da análise qualitativa da composição química espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) e do ensaio de dureza Vickers.

3.5.1 Densidade Aparente

A densidade aparente foi determinada pela relação peso do compósito pelo volume. Este usando o método de Arquimedes que se fundamenta no empuxo exercido sobre a amostra durante sua imersão em um recipiente com água, e depois pesado em balança.

3.5.2 Avaliação das Características Microestruturais

Todas as amostras foram preparadas por lixamento e polimento através das lixas 180, 220, 320, 600 e 1200 com subsequente polimento com pasta de diamante de 1 μm e, para a microscopia ótica, as superfícies foram atacadas por 30 segundos com uma solução aquosa de ácido fluorídrico constituído por ácido fluorídrico diluído em água destinada com (Hf 0,5% v/v) .

Figura 32. Microscópio óptico integrado com um programa de captura de imagem utilizado nos experimentos.



Fonte: Autor

Foi utilizado o microscópio óptico Olympus modelo BX51M com captura de imagem pelo programa AnalySIS para obtenção de imagens das amostras com ampliação de 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes das faces superficiais e transversais, como na Figura 32 (a) e (b).

3.5.3 Caracterização das amostras sinterizadas por MEV e EDS

A caracterização dos compósitos sinterizados (Al%-TiC) quanto as alterações microestruturais de forma e composição química de forma qualitativa foi realizada pelo mesmo equipamento que caracterizou os pós por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) do Laboratório de Análises Microestrutural do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE, Hitachi TM 3000.

3.5.4 Microdureza

O ensaio de dureza Vickers foi realizado conforme ASTM E-384 (2011) no Microdurômetro Emcotest, modelo Durascan, do Laboratório de compósitos da UFPE, conforme Figura 33.

Figura 33. Microdurômetro usado no ensaio.



Fonte: Autor

Foi usado a carga de 200 g com ampliação de 60 vezes e tempo de endentação de 15 segundos. Foram realizadas aproximadamente 4 medições nas faces superficiais e transversais de cada uma das amostras.

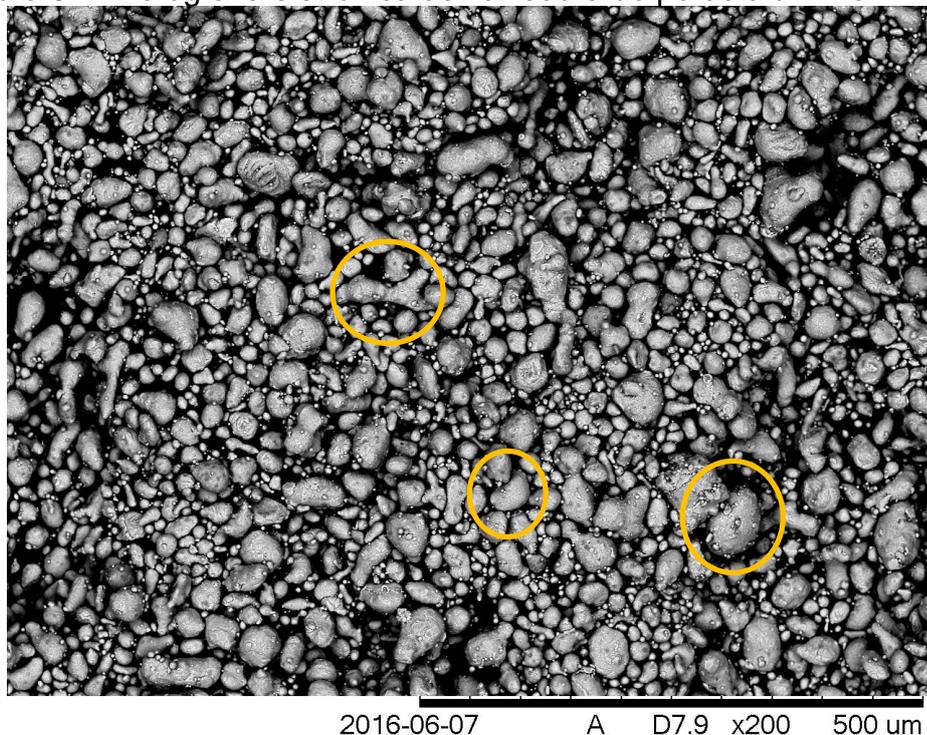
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo é apresentada a caracterização microestrutural dos pós processados por moagem de alta energia utilizando-se a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mais Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS). A caracterização estrutural dos pós processados foi obtida por difração de raios-X (DRX). A caracterização dos sinterizados no que concerne à densidade dos sinterizados e microestrutura, foi obtida por Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), bem como a caracterização mecânica foi procedida por ensaios de dureza Vickers (HV).

4.1 Caracterização dos pós de partida

A Figura 34 mostra a micrografia do pó de alumínio AA7075 obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 vezes, grãos equiaxiais de diversos tamanhos, morfologia esperada de material proveniente de atomização.

Figura 34. Micrografia eletrônica de varredura do pó do alumínio AA7075

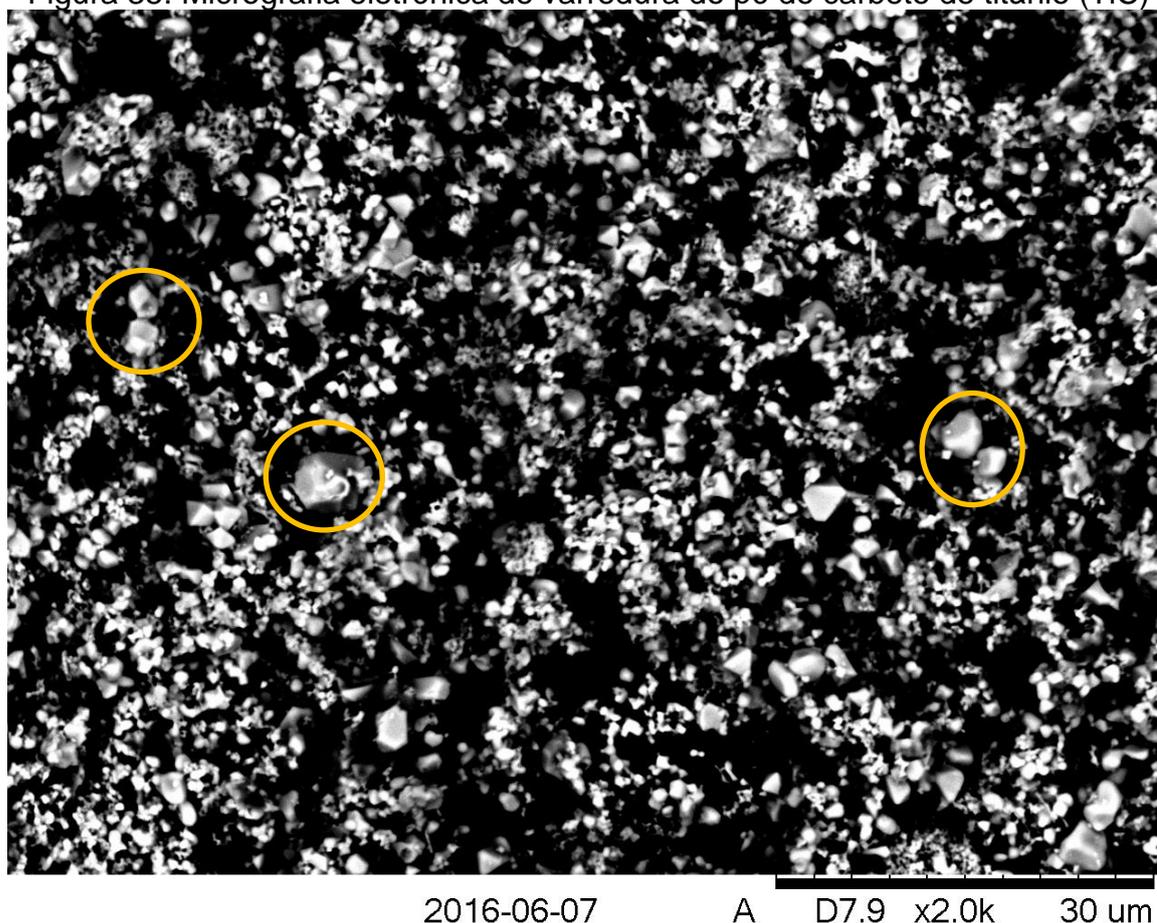


DEMEC \ CTG

Fonte: Autor

A Figura 35 mostra a micrografia do pó de carbeto de titânio TiC obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 vezes. Observa-se uma morfologia completamente irregular com algumas partículas facetadas em meio a outras de tamanhos bem menores.

Figura 35. Micrografia eletrônica de varredura do pó do carbeto de titânio (TiC)



DEMEC \ CTG

Fonte: Autor

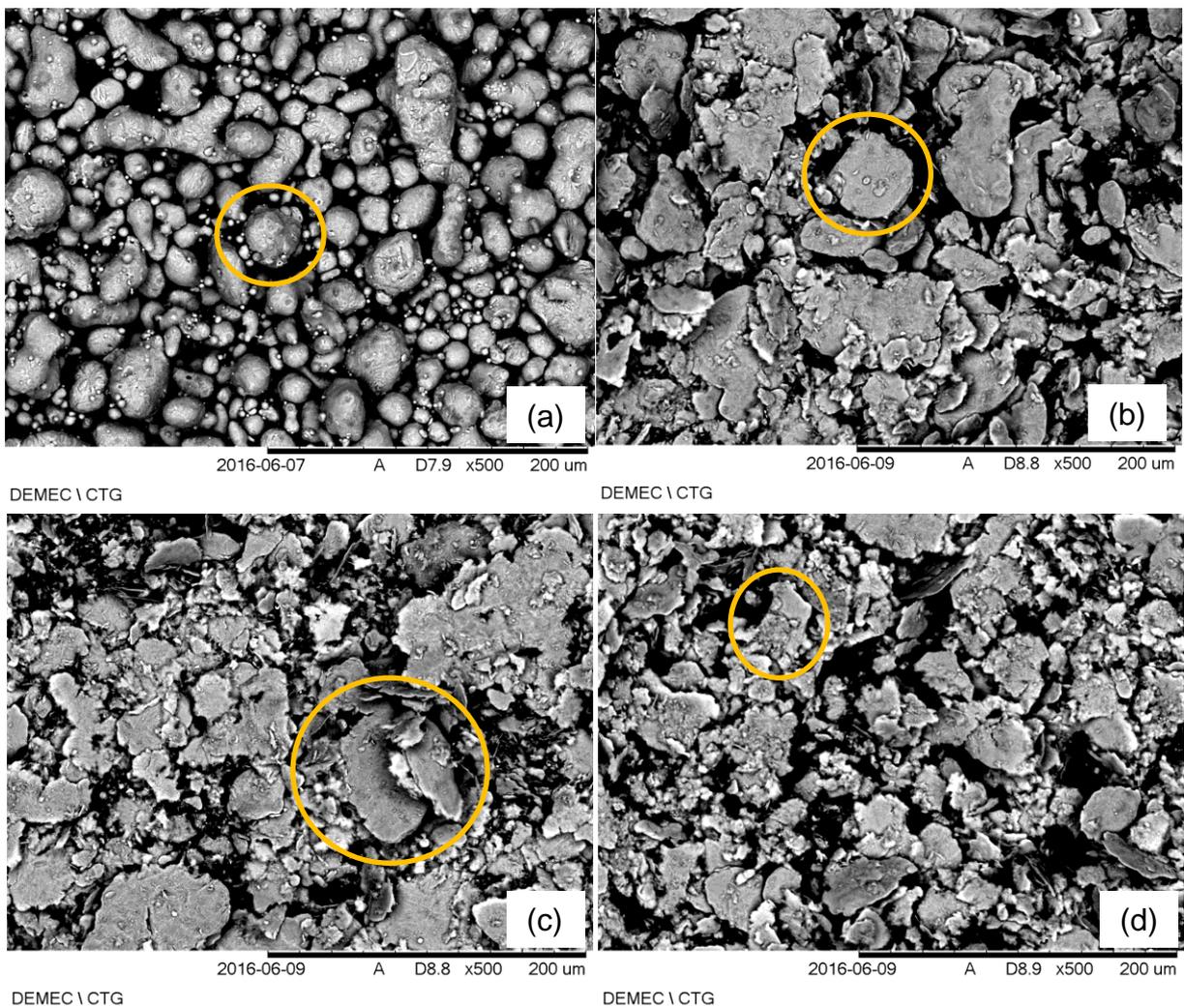
4.2 Caracterização dos pós misturados

Segue os resultados de caracterização dos pós obtidos após o processo de moagem de alta energia por microscopia eletrônicas de varredura (MEV); da análise qualitativa da composição química espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) e da análise por difração de raio X (DRX).

4.2.1 Evolução morfológica das partículas de pós dos compósitos

Durante o processo de moagem de alta energia, os pós são submetidos a colisão de alta energia, o que provoca a deformação plástica através de soldagem a frio, fratura e ressolda das partículas dos pós.

Figura 36. Evolução morfológica dos pós de alumínio AA7075 submetidos à MAE de processamento nos tempos: 0 min (a), 30 min (b), 60 min (c) e 120 min (d).

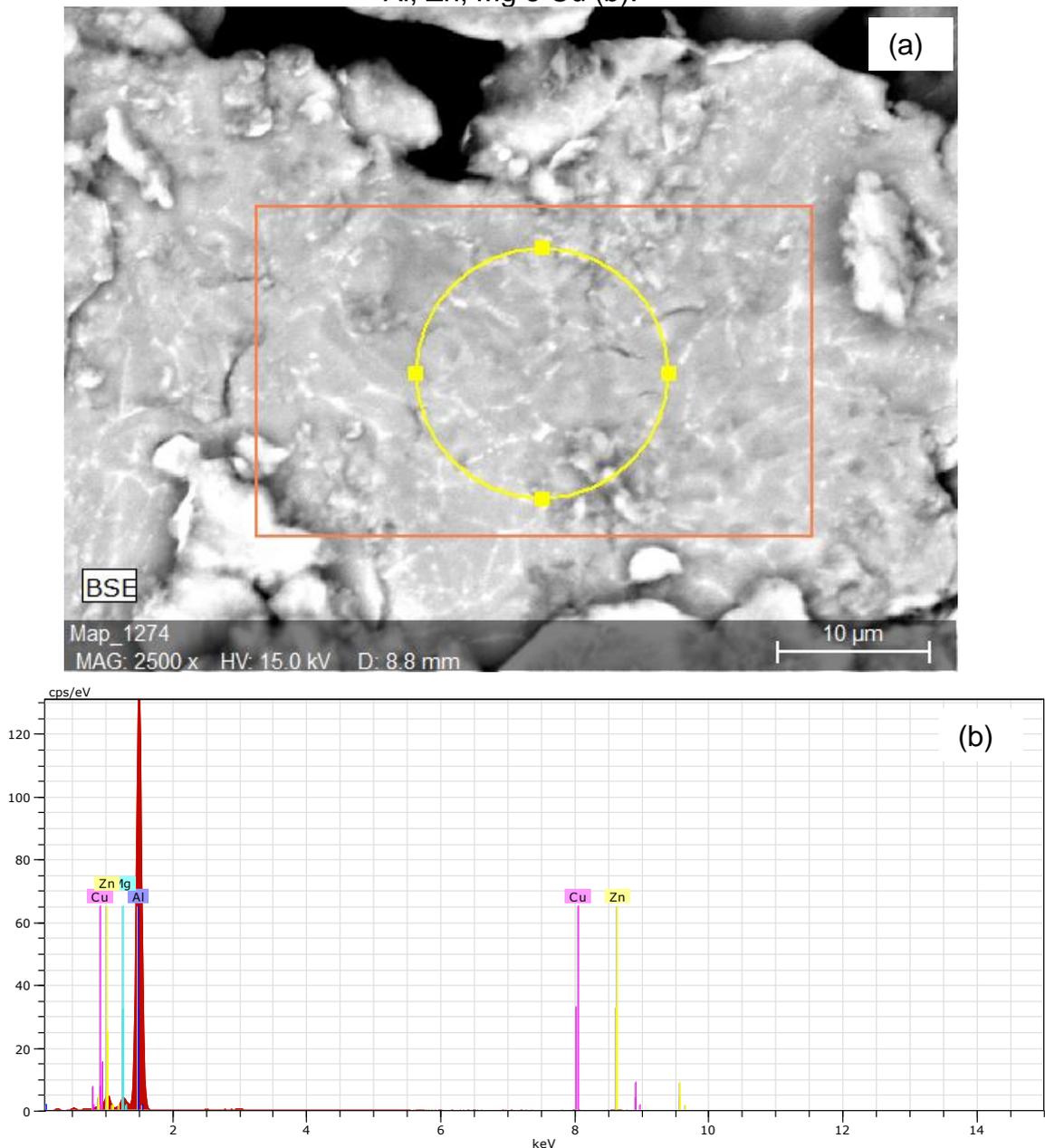


Fonte: Autor

A Figura 36 mostra a micrografia da evolução das partículas da matriz de AA7075 ao longo do tempo de processamento, conforme os respectivos intervalos crescentes de 0, 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia (SPEX) obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500 vezes. Nelas se pode observar a mudança das partículas de circular, Figura 36(a); para partículas

achatadas, Figura 36(b), depois escamas; Figura 36(c), e por último escamas finas e pequenas, Figura 36(d). Este resultado, relativo ao alumínio AA7075, já era esperado pelo princípio de funcionamento do moinho de alta energia no qual foi processado, tornando esses registros como base de comparação do compósito de matriz metálica que foi estudado.

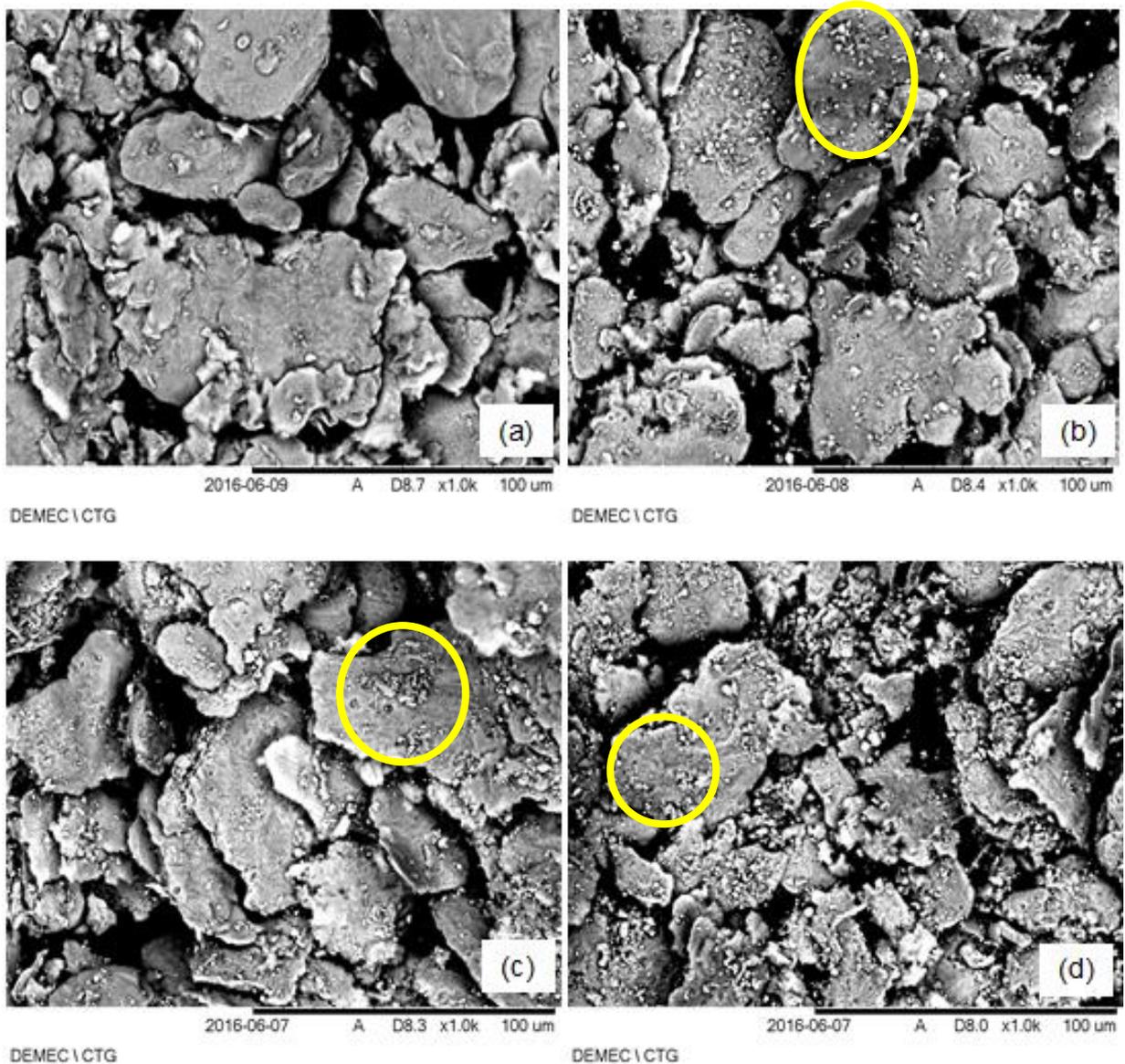
Figura 37. EDS de amostra em pó de AA7075 com MAE de 30min (a). Espectros de Al, Zn, Mg e Cu (b).



Fonte: Autor

A análise por EDS mostra, na Figura 37 do alumínio AA7075 processado no moinho de alta energia (SPEX) por 30 minutos, os elementos que compõe esta liga de base quaternária Al-Zn-Mg-Cu.

Figura 38. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 30 minutos.

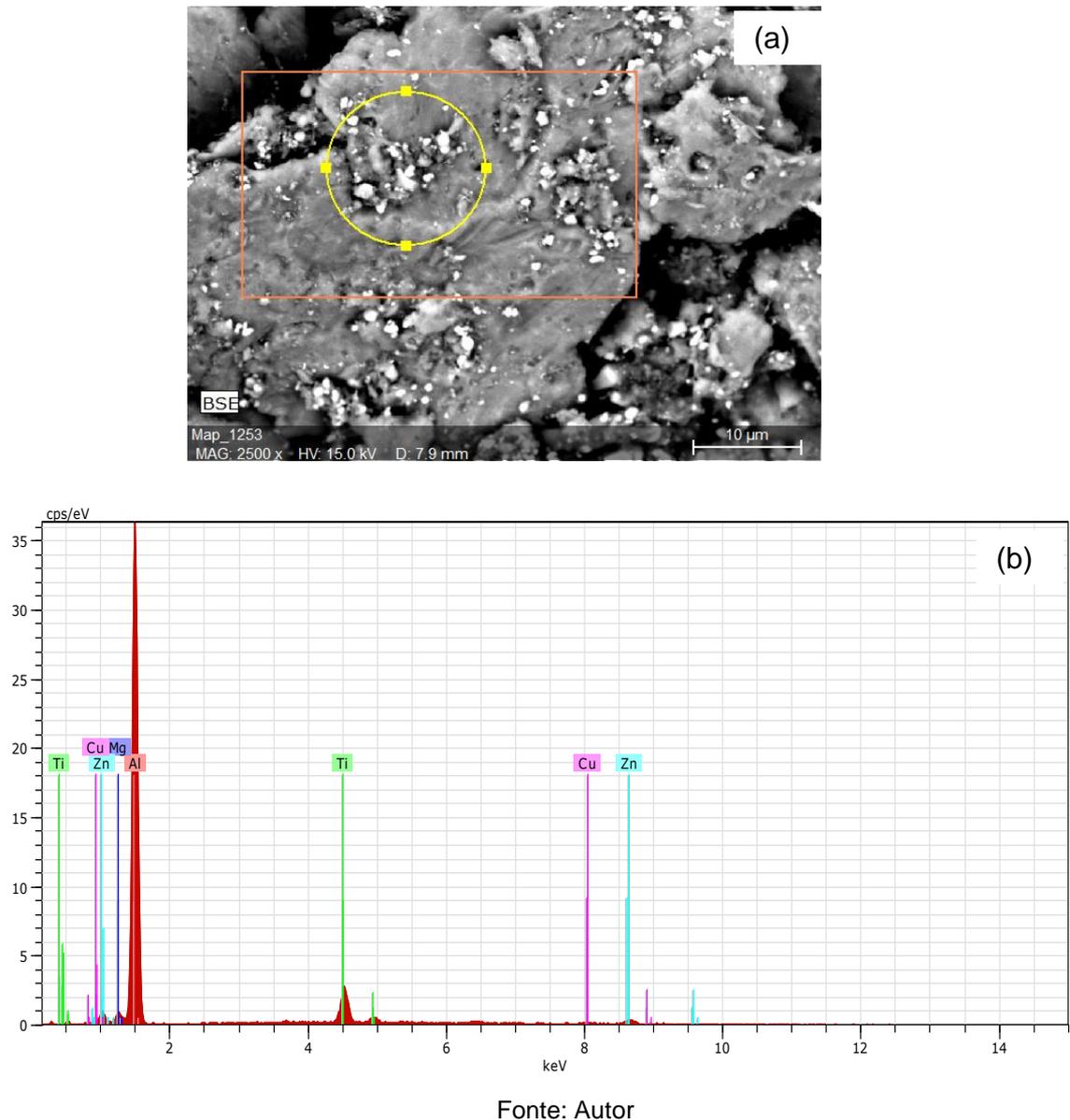


Fonte: Autor

A Figura 38 mostra nas micrografias a evolução das partículas da matriz do compósito de matriz metálica Al-%TiC ao longo do tempo de processamento de 30 minutos conforme os respectivos intervalos de acréscimo do reforço (TiC) crescentes de 0%, 5%, 10% e 15% obtida por microscopia eletrônica de varredura com

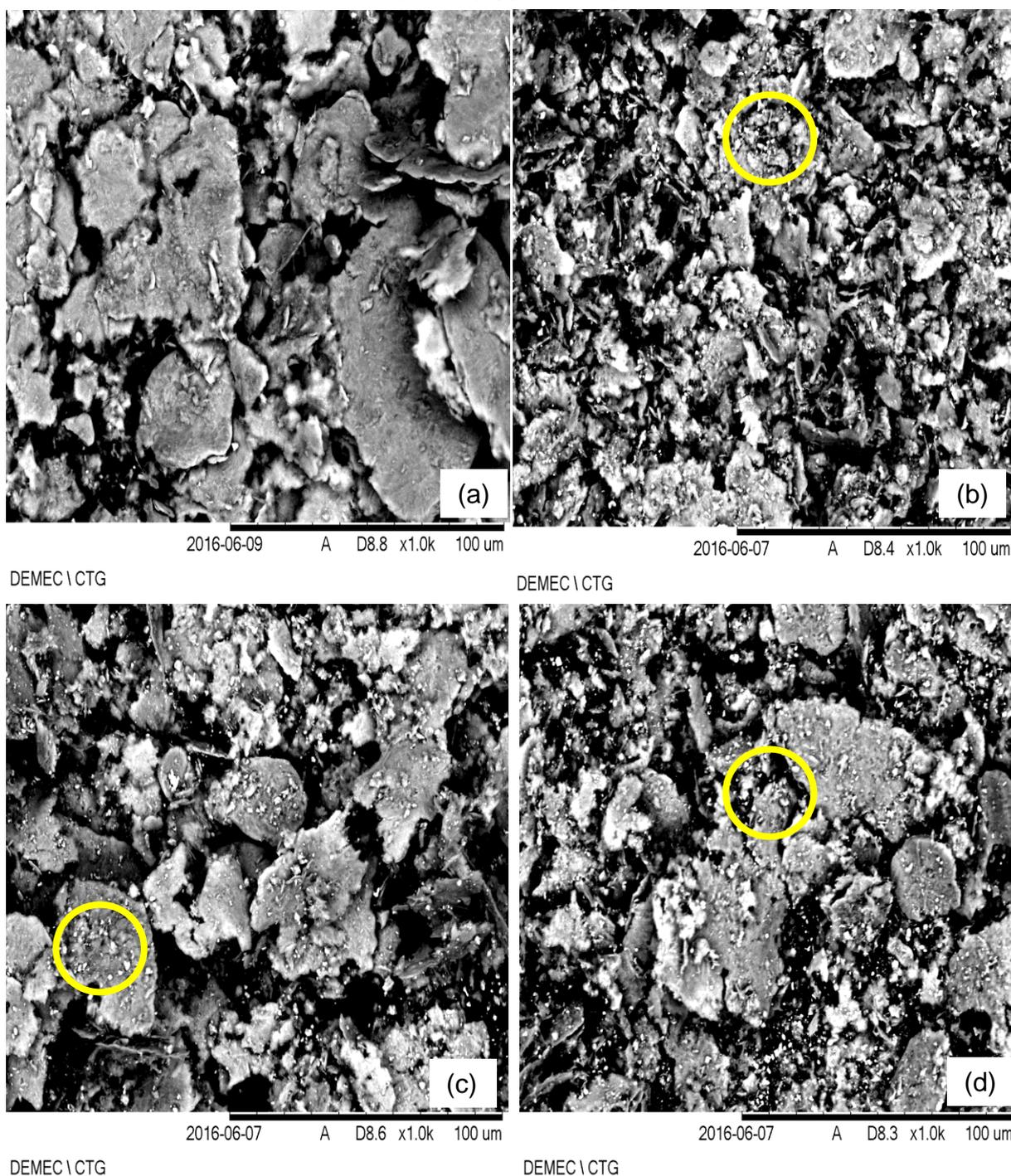
ampliação de 1.000 vezes. Pode-se observar a mudança da quantidade de partículas pequenas distribuídas sobre as escamas da matriz AA7075 com a adição do reforço particulado de carbeto de titânio.

Figura 39. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 30min (a). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b).



A análise por EDS mostra, na Figura 39 do compósito de matriz metálica Al-15%TiC processado no moinho de alta energia (SPEX) por 30 minutos, os elementos que compõem esta liga de base quaternária Al-Zn-Mg-Cu e parte do reforço de TiC com apenas o titânio, visto a dificuldade de identificação de elemento com baixo número atômico do carbono ($Z=6$) por baixa emissividade.

Figura 40. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 60 minutos.

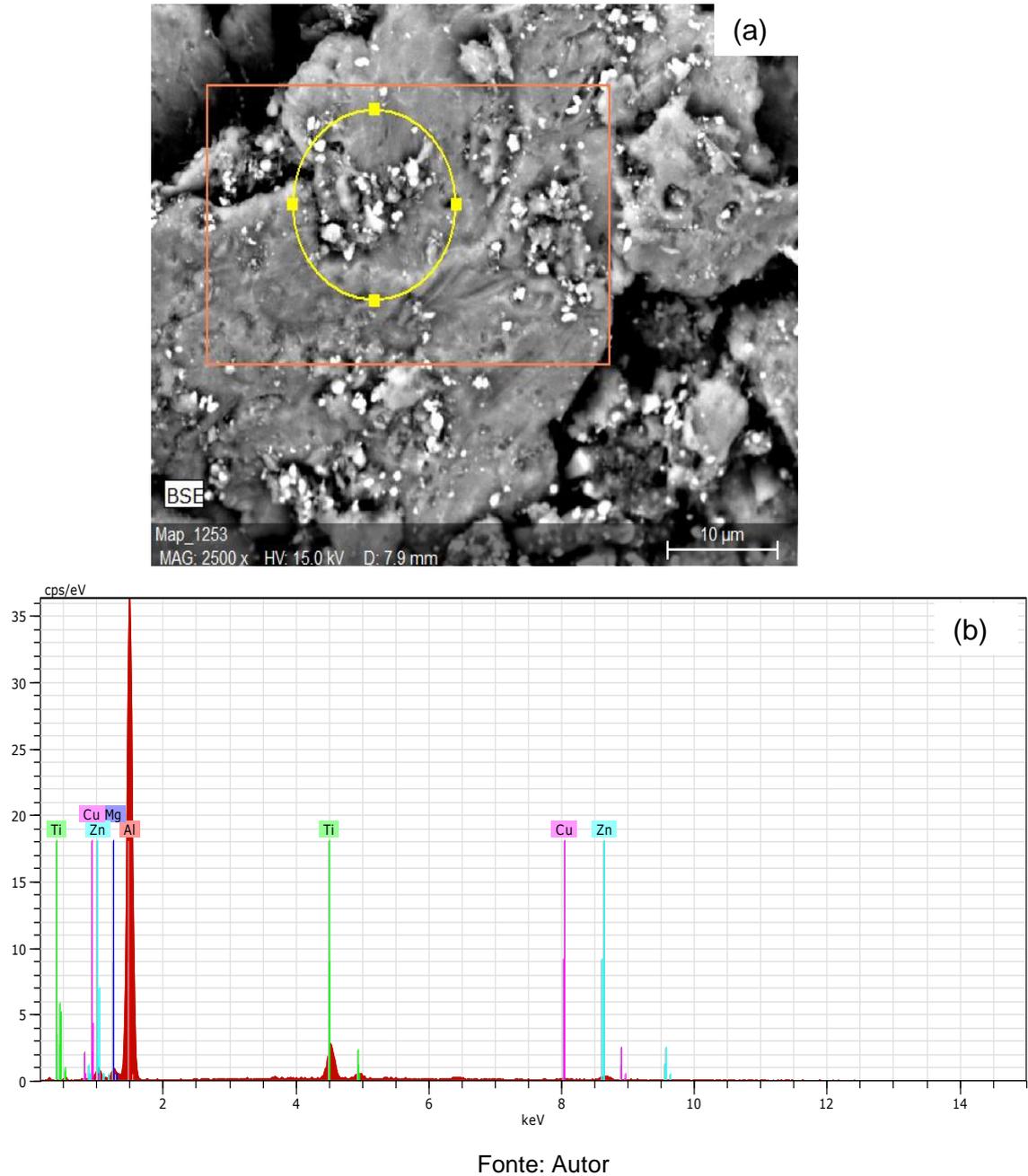


Fonte: Autor

A Figura 40 mostra, nas micrografias a evolução das partículas da matriz do compósito de matriz metálica Al-%TiC ao longo do tempo de processamento de 60 minutos, conforme os respectivos intervalos, acréscimo de reforço (TiC) crescentes de 0%, 5%, 10% e 15% obtida por microscopia eletrônica de varredura com

ampliação de 1.000 vezes. Observa-se a mudança da quantidade de partículas pequenas distribuídas sobre as escamas da matriz AA7075 com a adição do reforço particulado de carbeto de titânio, como também se notou diminuição do tamanho das escamas de alumínio.

Figura 41. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 60min (a). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b).

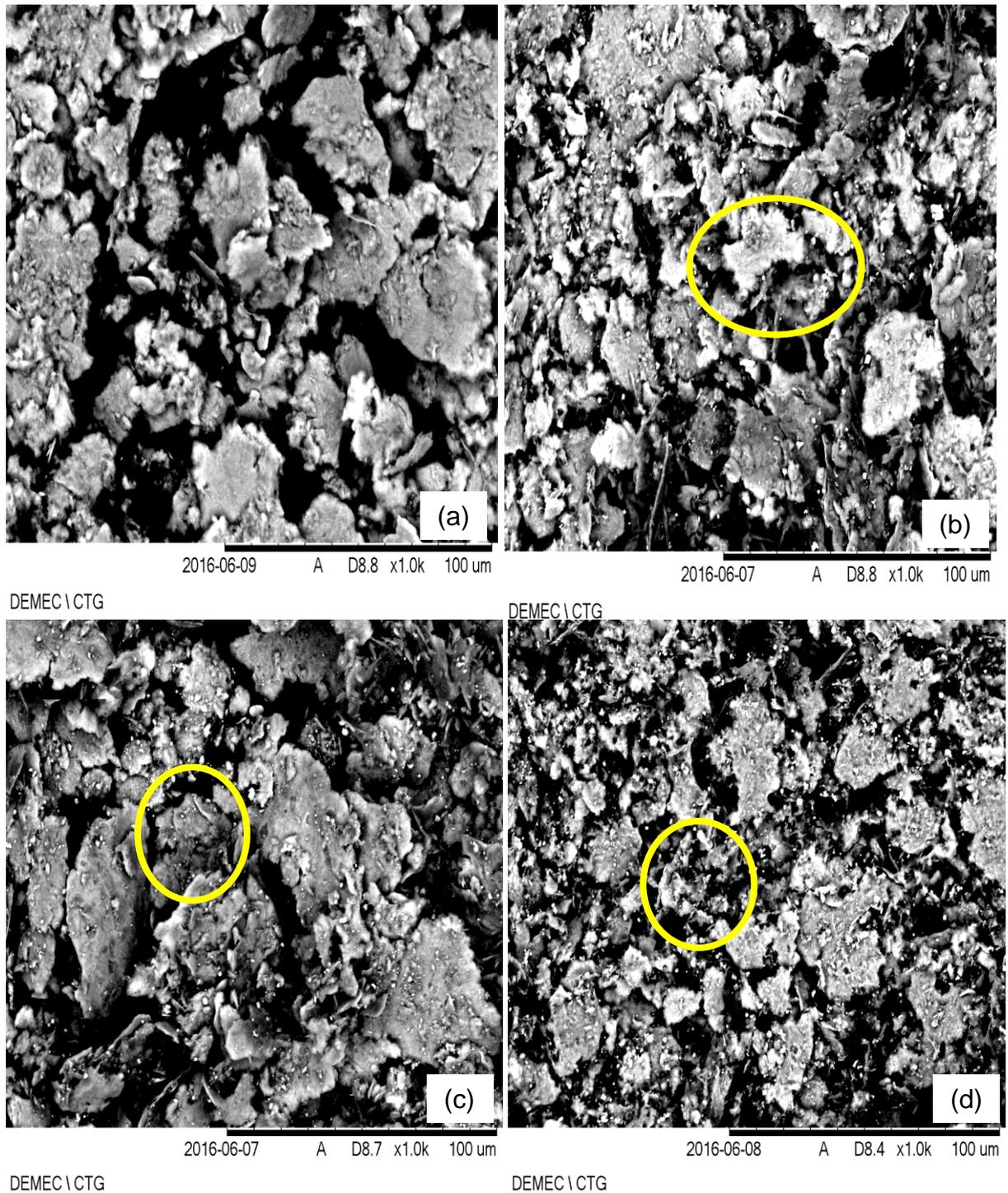


A análise por EDS mostra, na Figura 41 do compósito de matriz metálica Al-15%TiC processado no moinho de alta energia (SPEX) por 60 minutos, os

68

elementos que compõem esta liga de base quaternária Al-Zn-Mg-Cu e parte do reforço de TiC com apenas o titânio, visto a dificuldade de identificação de elemento com baixo número atômico do carbono ($Z=6$) por baixa emissividade.

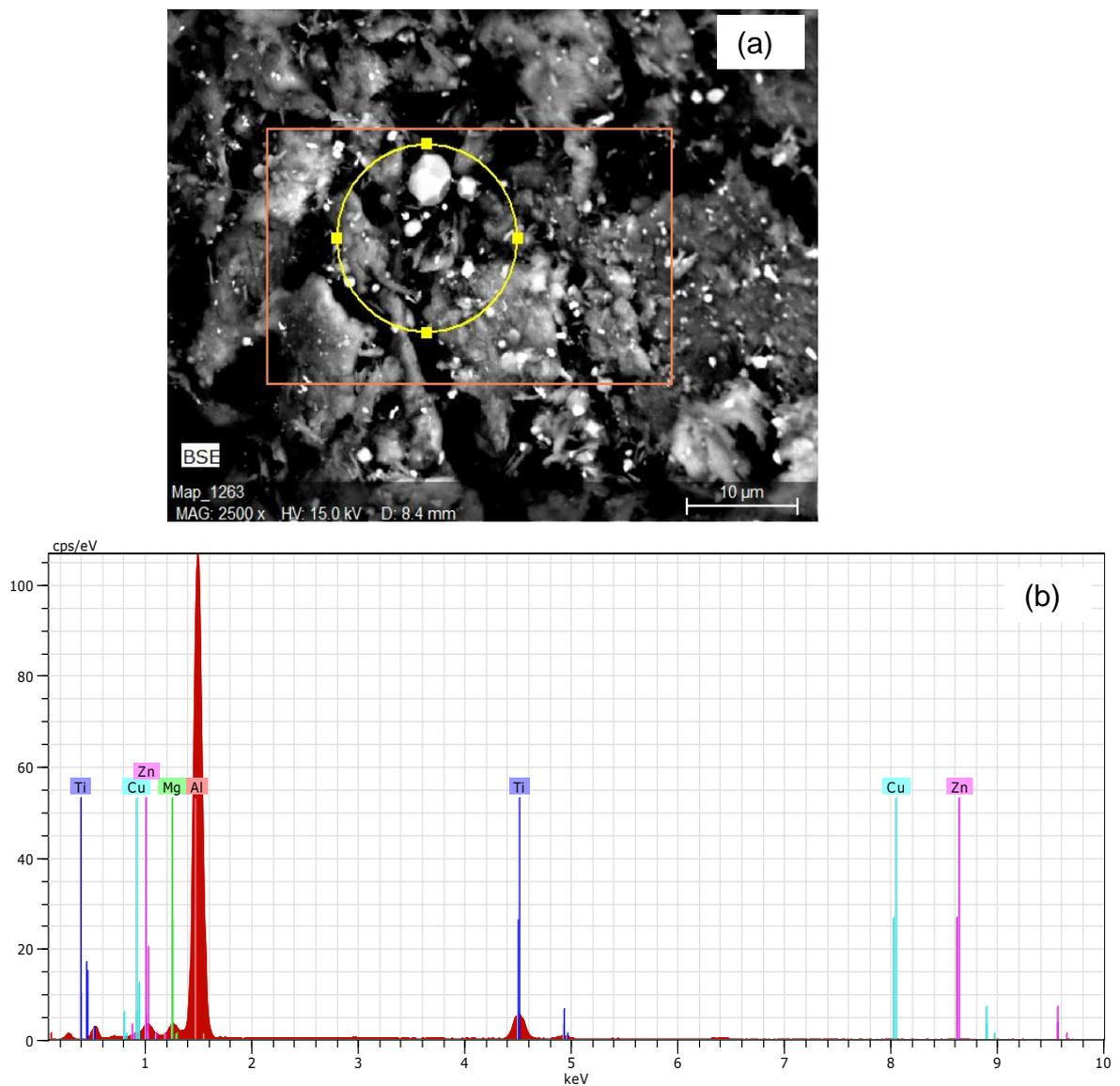
Figura 42. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido a MAE de processamento durante 120 minutos.



Fonte: Autor

A Figura 42 mostra nas micrografias a evolução das partículas da matriz do compósito de matriz metálica Al-%TiC ao longo do tempo de processamento de 120 minutos conforme os respectivos intervalos de acréscimo do reforço (TiC) crescentes de 0%, 5%, 10% e 15% obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 1000 vezes. Observa-se a homogeneização de partículas pequenas distribuídas sobre as escamas da matriz AA7075, de menor tamanho, devido a adição do reforço particulado de carbeto de titânio que aumentou o contato e melhorou as condições para sinterização.

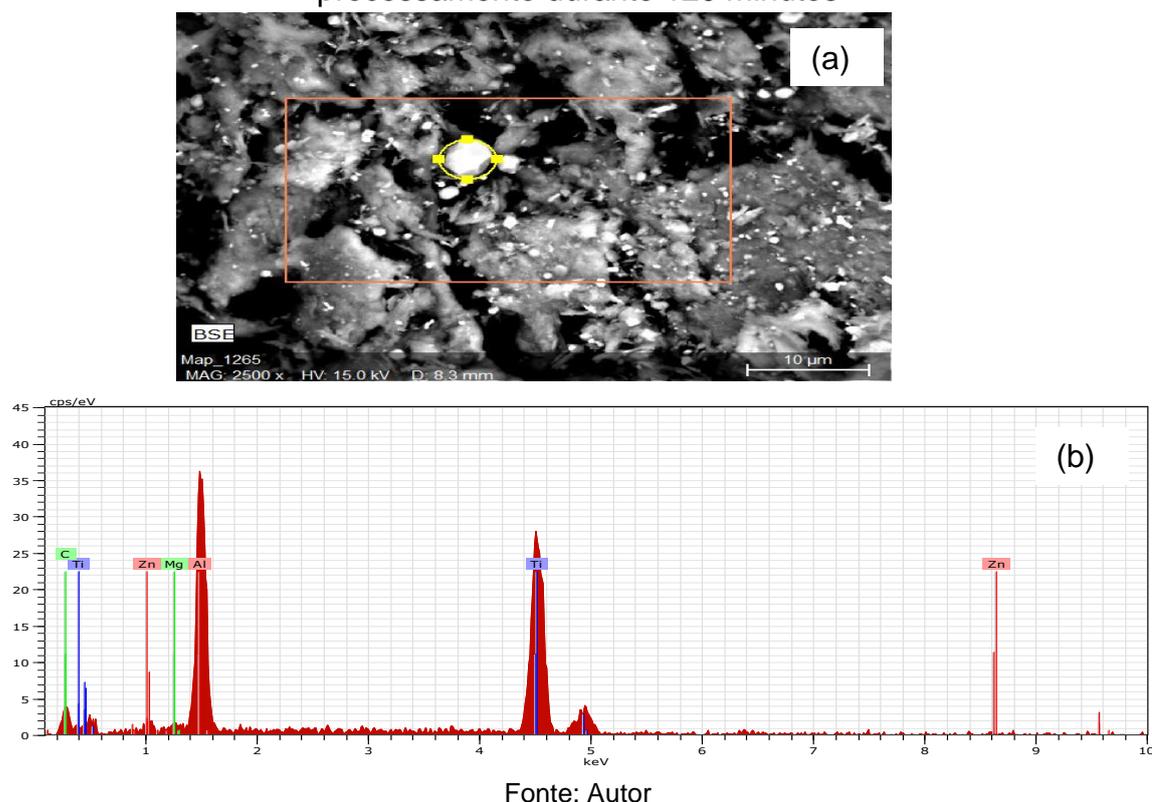
Figura 43. EDS de amostra em pó de Al-15%TiC com MAE de 120min (a). Espectros de Al, Ti, Zn, Mg e Cu (b).



Fonte: Autor

A análise por EDS mostra, na Figura 43 do compósito de matriz metálica Al-15%TiC processado no moinho de alta energia (SPEX) por 120 minutos, os elementos que compõem esta liga de base quaternária Al-Zn-Mg-Cu e parte do reforço de TiC com apenas o titânio, visto a dificuldade de identificação de elemento com baixo número atômico do carbono ($Z=6$) por baixa emissividade.

Figura 44. Ponto escolhido para EDS e Espectro da microanálise do pó CMM reforçado com TiC na fração em massa de 15% submetido à MAE de processamento durante 120 minutos

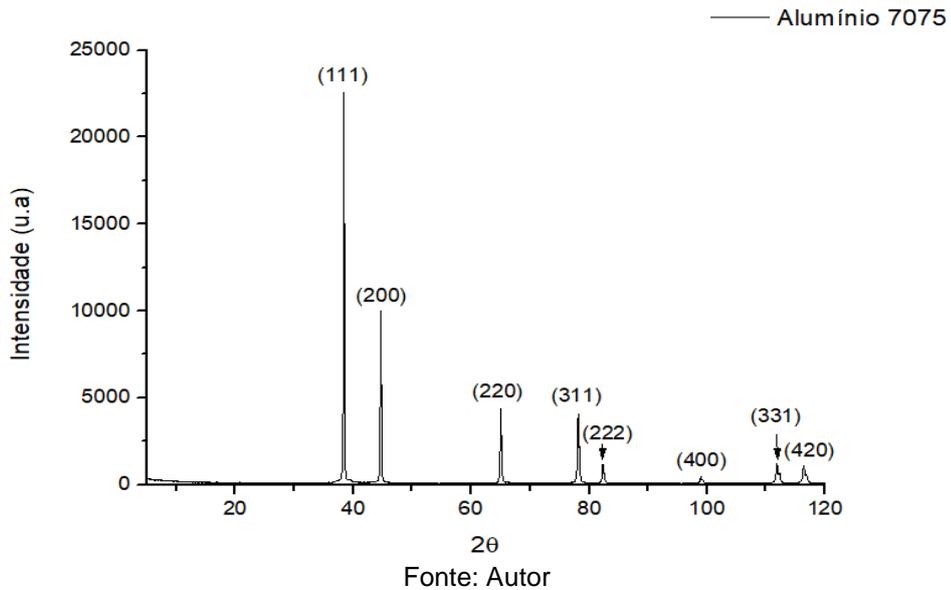


A análise por EDS mostra, na Figura 44 do compósito de matriz metálica Al-15%TiC processado no moinho de alta energia (SPEX) por 120 minutos, uma partícula do reforço de TiC na forma dos elementos de sua constituição de titânio e carbono, além dos elementos que compõem esta liga de base quaternária Al-Zn-Mg-Cu. Neste ponto de análise da amostra, o carbono apresenta dificuldade de identificação, mesmo em quantidade atômica equivalente no carbeto de titânio, por ter baixo número atômico ($Z=6$) e, por consequência, ter menores emissões de fluorescência de raios-X por ionização, além da baixa eficiência em captar estes raios gerados durante o experimento.

4.2.2 Caracterização por Difração de Raio-X

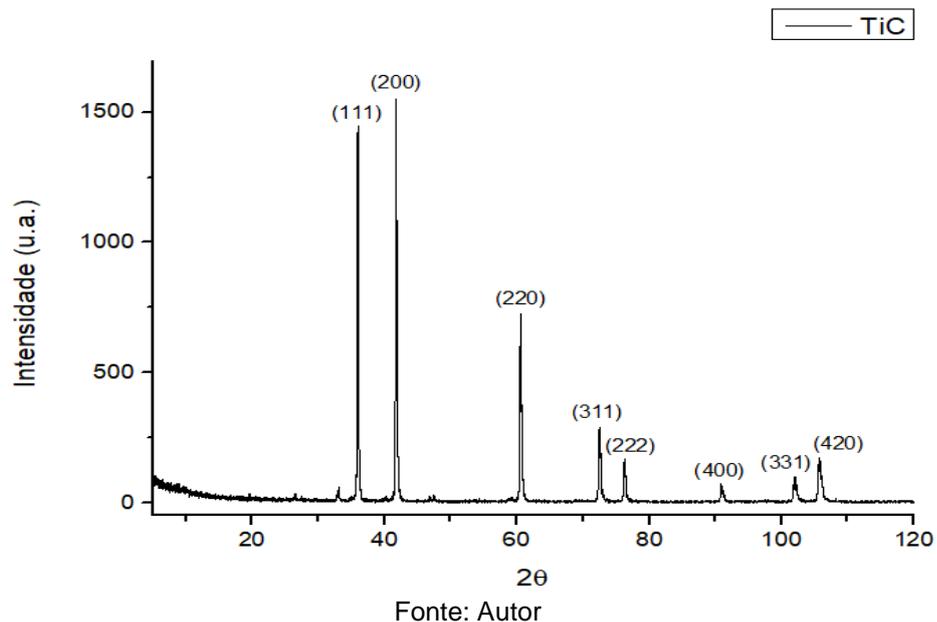
Foi realizado o ensaio de difração de raios-X (DRX) no material da matriz e no reforço antes do processamento no moinho de alta energia como referencia inicial para os compósitos de matriz metálica Al-%TiC.

Figura 45. Difratoograma do alumínio



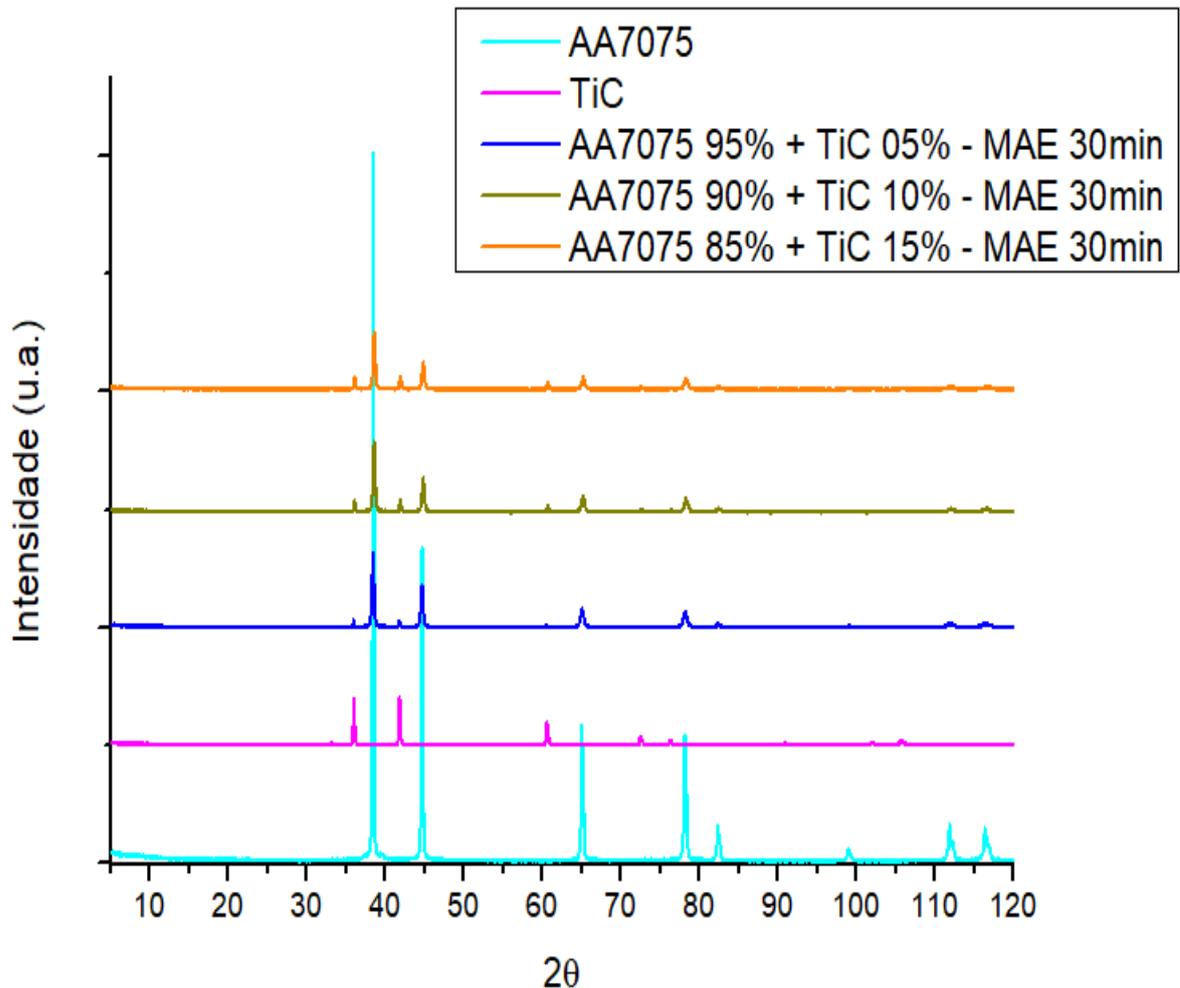
A Figura 45 mostra o difratograma do alumínio AA7075 coincide com o elemento alumínio de ficha JCPDS 04-8787, conforme análise do software do próprio difratômetro usado e pelo método Hanawalt

Figura 46. Difratoograma do carbeto de titânio



Na Figura 46, é mostrado o difratograma do carbeto de titânio de ficha JCPDS 32-1383 conforme análise do software do próprio difratômetro usado e pelo método Hanawalt

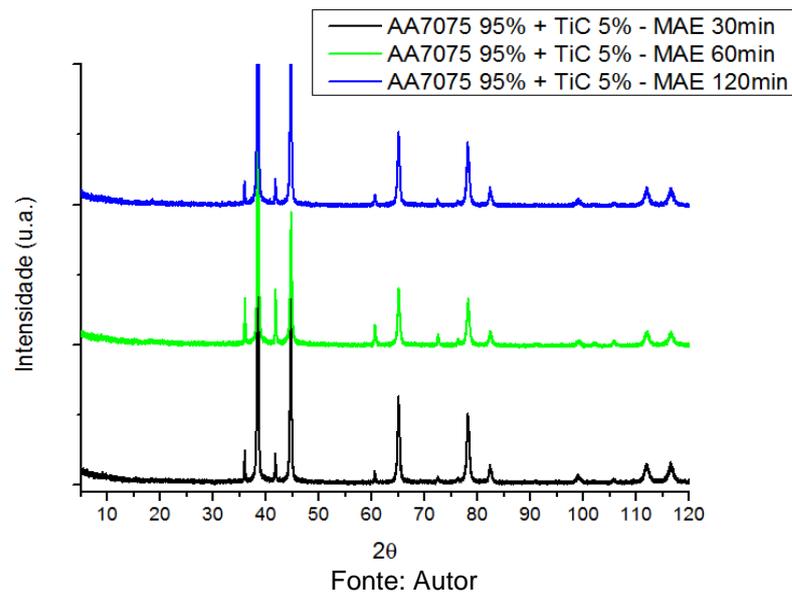
Figura 47. Difratogramas comparando o AA7075, o reforço de TiC com os CMM processado por 30 min com particulado 5%, 10% e 15% de carbeto de titânio.



Fonte: Autor

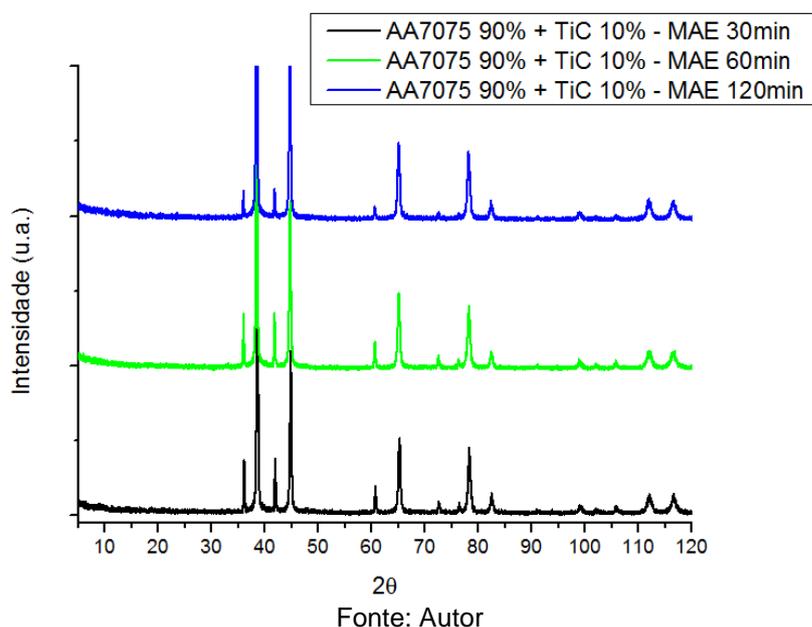
Na Figura 47 foi colocado sobre o mesmo eixo de abcissas 2θ o material da matriz (alumínio AA7075), o reforço (TiC) e os compósitos de matriz metálica processados com 30 minutos no moinho SPEX na sequência de 5, 10 e 15% do reforço. Dessa forma, pode se observar que, apesar das mudanças na intensidade dos picos, os compósitos apresentaram os mesmos valores de ângulo de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA7075) acrescidos aos do reforço do de carbeto de titânio.

Figura 48 – Difratomogramas dos CMM com reforço de 5% processado por 30, 60 e 120 min.



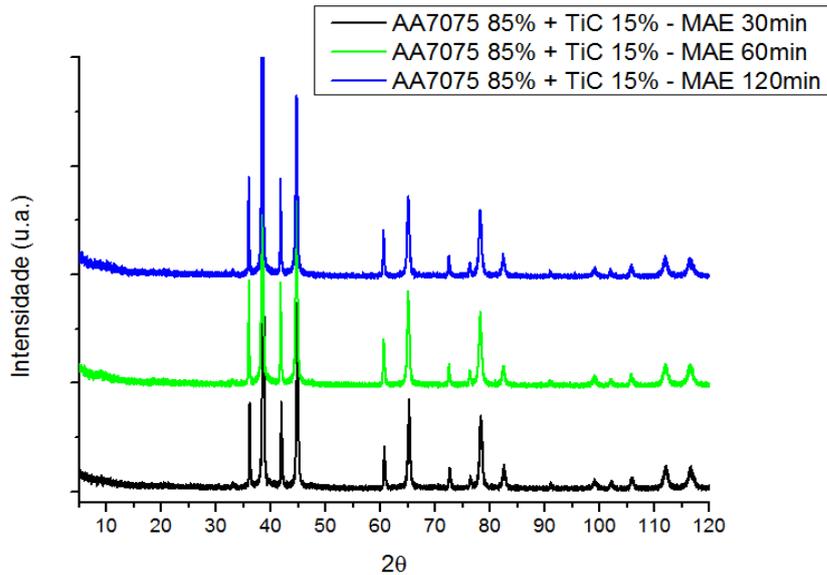
Na Figura 48 foi colocado sobre o mesmo eixo de abcissas 2θ os compósitos de matriz metálica com reforço de 5% de TiC processados com os tempos de 30, 60 e 120 minutos no moinho SPEX. Dessa forma, pode se observar que, apesar das mudanças na intensidade dos picos, os compósitos apresentam os mesmos valores de ângulo de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA7075) acrescidos aos do reforço do de carbeto de titânio.

Figura 49. Difratomogramas dos CMM com reforço de 10% processado por 30, 60 e 120 min.



Na Figura 49 foi colocado sobre o mesmo eixo de abcissas 2θ os compósitos de matriz metálica com reforço de 10% de TiC processados com os tempos de 30, 60 e 120 minutos no moinho SPEX. Assim, pode se observar que, apesar das mudanças na intensidade dos picos os compósitos apresentam os mesmos valores de ângulo de difração (2θ), demonstrando a presença do alumínio AA7075 (matriz) e do carbeto de titânio (reforço).

Figura 50. Difratomogramas dos CMM com reforço de 15% processado por 30, 60 e 120 min.



Na Figura 50 foi colocado sobre o mesmo eixo de abcissas 2θ os compósitos de matriz metálica com reforço de 15% de TiC processados com os tempos de 30, 60 e 120 minutos no moinho SPEX. Assim, observa-se que apesar das mudanças na intensidade dos picos os compósitos apresentam os mesmos valores de ângulo de difração (2θ), demonstrando a presença do alumínio AA7075 (matriz) e do carbeto de titânio (reforço).

4.3 Caracterização e determinação das propriedades do material sinterizado

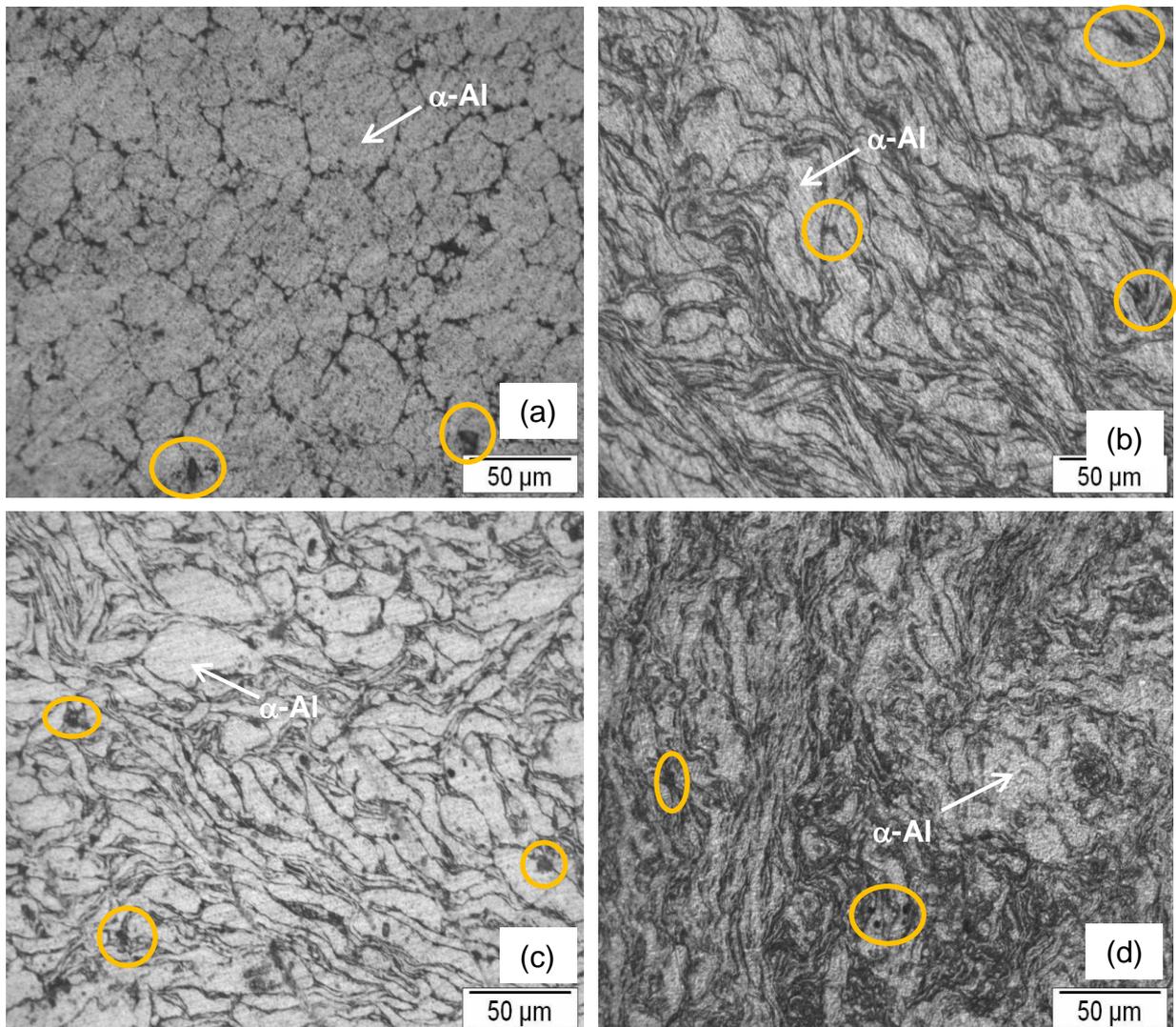
Segue os resultados de caracterização dos pós obtidos após o processo de moagem de alta energia por microscopia ótica (MO); da análise da microestrutura por microscopia eletrônica de varredura (MEV); da análise qualitativa da composição

química espectroscopia por energia dispersiva de raios X (EDS) e do ensaio de dureza Vickers.

4.3.1 Caracterização da Microestrutura (MO)

Com o intuito de analisar e avaliar a influência que o tempo de moagem produz sobre as peças de amostra, empregou-se a técnica de microscopia óptica.

Figura 51 – Evolução morfológica do pó 7075 submetido à MAE de processamento durante 0 min (a), 30 min (b), 60 min (c) e 120 min (d) e posterior sinterização sem ataque químico.

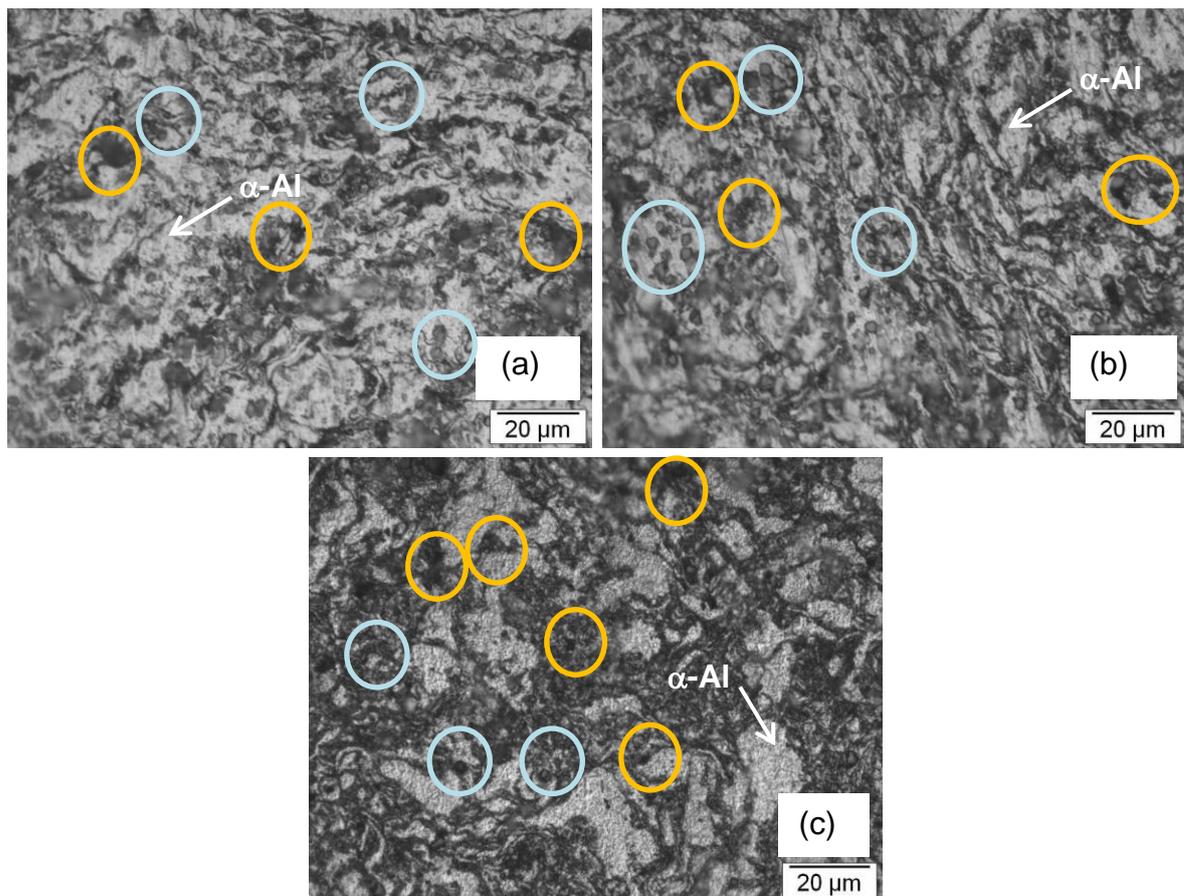


Fonte: Autor

Na Figura 51 o alumínio AA7075 processado em moinho SPEX com os tempos de 0, 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Observa-se a evolução de

grãos globulares até um grande refinamento da estrutura pelo processo de moagem de alta energia. Identifica o α -Alumínio e nas regiões de contorno de grão pode conter as fases $MgZn_2$ e Al_2CuMg . Contudo nota-se a presença de poros, conforme circulado.

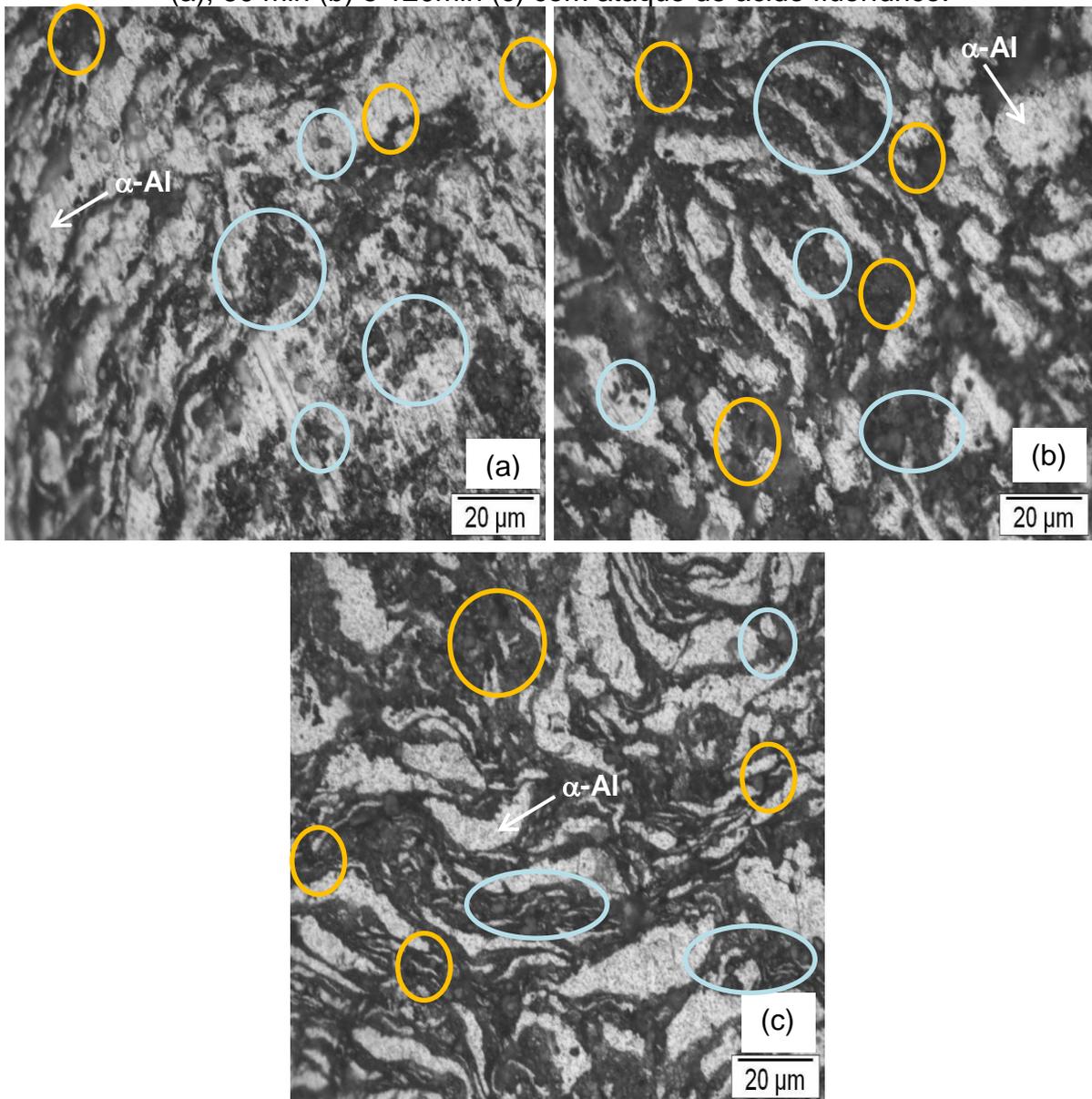
Figura 52. Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 5% submetido a MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de solução aquosa de ácido fluorídrico.



Fonte: Autor

A Figura 52 mostra os compósitos de matriz metálica com 5% de reforço (Al-5%TiC) submetidos aos tempos de moagem de alta energia com 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Nesta nota-se alguns poros como vazios escuros, circutados com a cor laranja, e o reforço como as partículas cinza escuro com contorno preto, circutados em azul. Observa-se também que com o aumento do tempo de moagem (de a até c) o carbeto de titânio sai da superfície e concentra-se nos contornos de grãos e fica mais difícil identificar a sua integridade dimensional (reduz o tamanho da partícula).

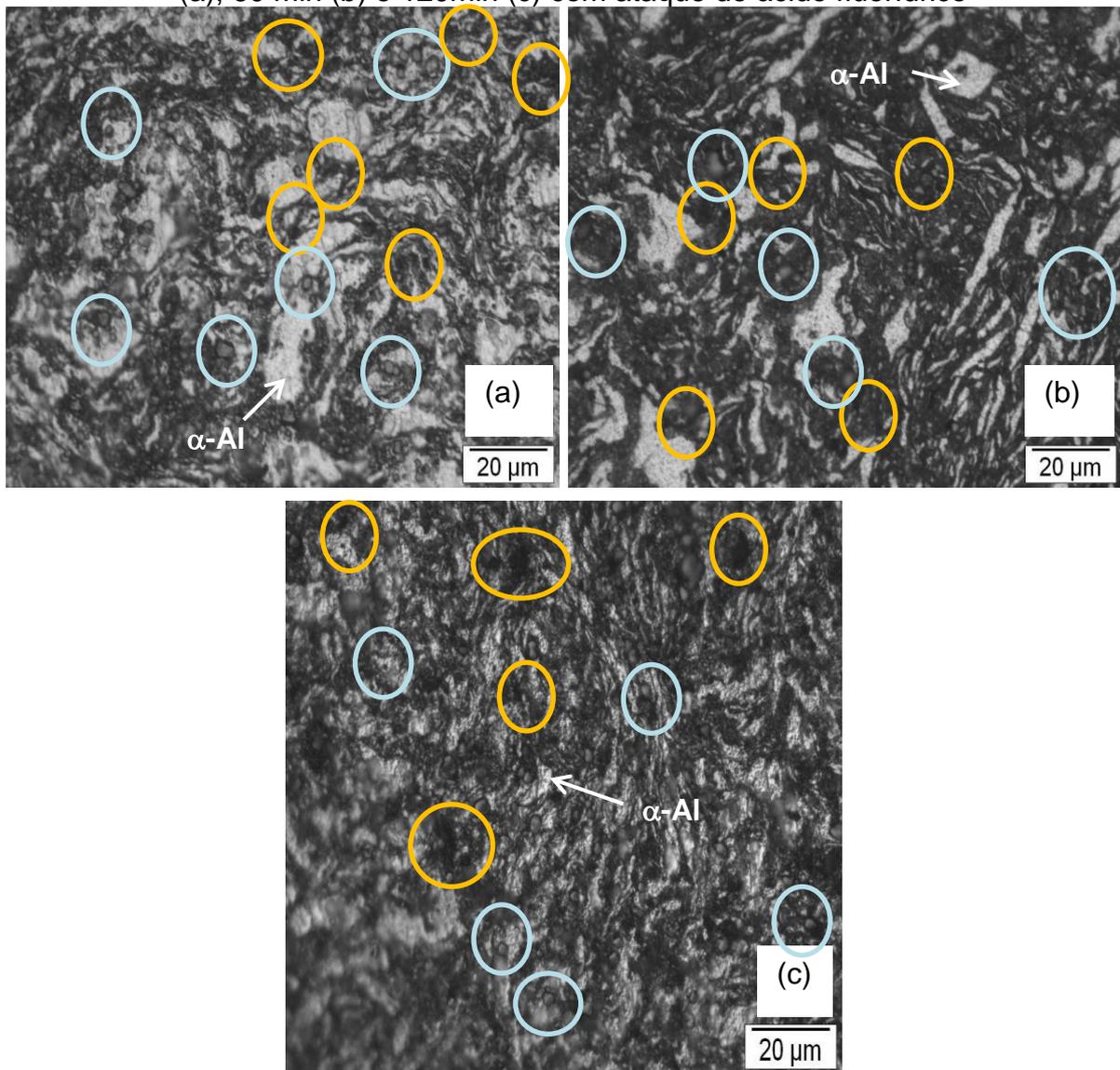
Figura 53 – Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 10% submetido a MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de ácido fluorídrico.



Fonte: Autor

A Figura 53 mostra os compósitos de matriz metálica com 10% de reforço (Al-10%TiC) submetidos aos tempos de moagem de alta energia com 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Nesta, nota-se alguns poros como vazios escuros, circutados com a cor laranja, e o reforço como as partículas cinza escuro com contorno preto, circutados em azul. Observa-se também que com o aumento do tempo moagem o carbeto de titânio que está na superfície da matriz, concentra-se nos contornos de grãos e torna-se mais difícil a sua visibilidade (reduzindo o tamanho da partícula) mesmo com o aumento de concentração.

Figura 54 – Evolução morfológica da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 15% submetido a MAE de processamento durante 30 min (a), 60 min (b) e 120min (c) com ataque de ácido fluorídrico



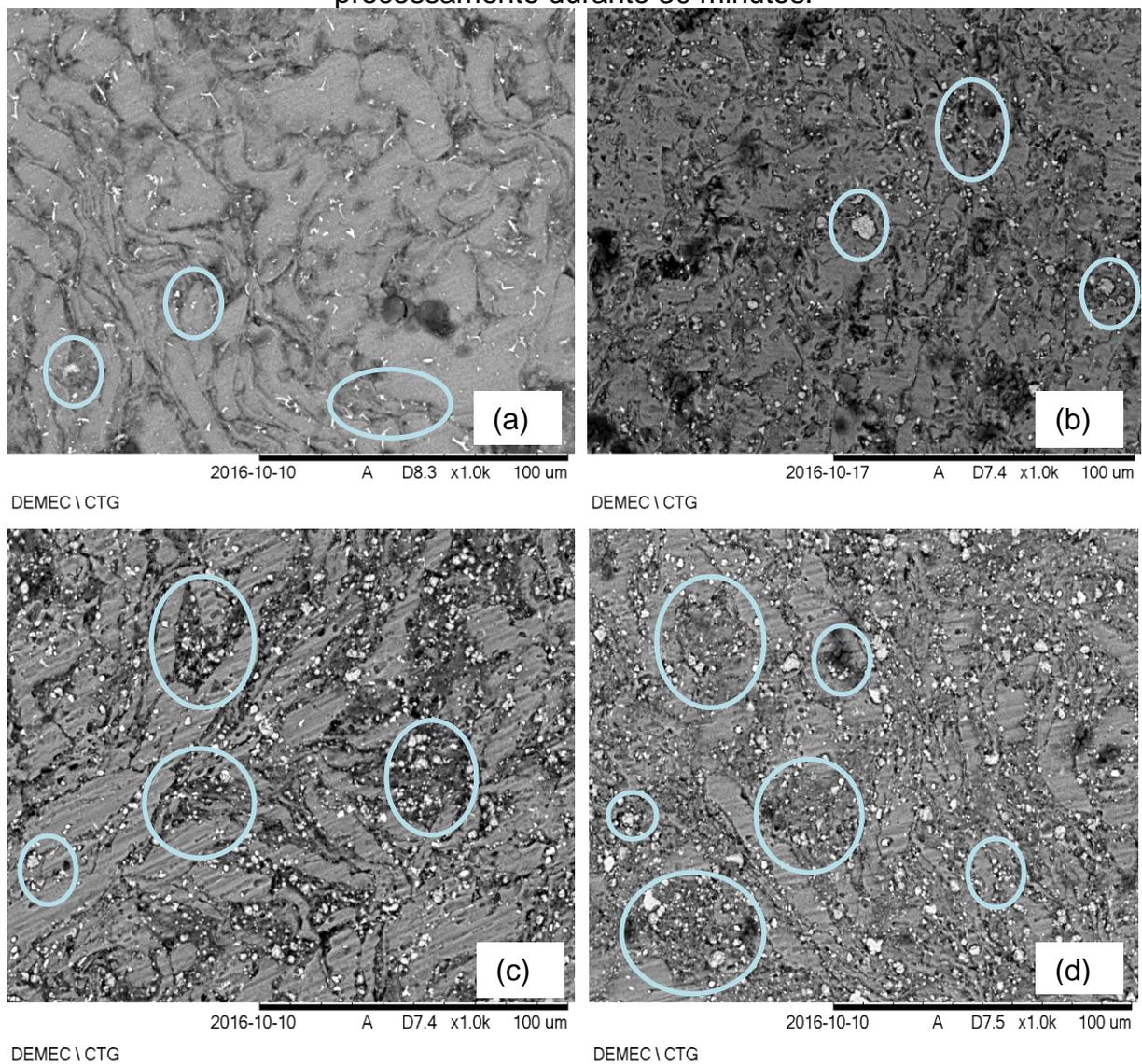
Fonte: Autor

A Figura 53 mostra os compósitos de matriz metálica de alumínio AA7075 com 15% de reforço (Al-15%TiC) submetidos aos tempos de moagem de alta energia com 30, 60 e 120 minutos, respectivamente. Nesta, percebe-se alguns poros como vazios escuros, circulado com a cor laranja, e o reforço como as partículas cinza escuro com contorno preto, circulado em azul. Observa-se também que com o aumento do tempo da moagem de alta energia o carbeta de titânio concentra-se nos contornos de grãos e torna mais difícil a sua visibilidade, pois as lamelas do contorno estão cada vez maiores, visto que está na concentração máxima deste trabalho.

4.3.2 Caracterização por MEV e EDS das amostras sinterizadas

Continuando a análise da influência que o tempo de moagem exerce sobre a microestrutura. Usou-se as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) junto com a de energia dispersiva (EDS) da liga de alumínio AA7075 e dos compósitos CMM Al-%TiC.

Figura 55. Evolução morfológica superficial do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 30 minutos.

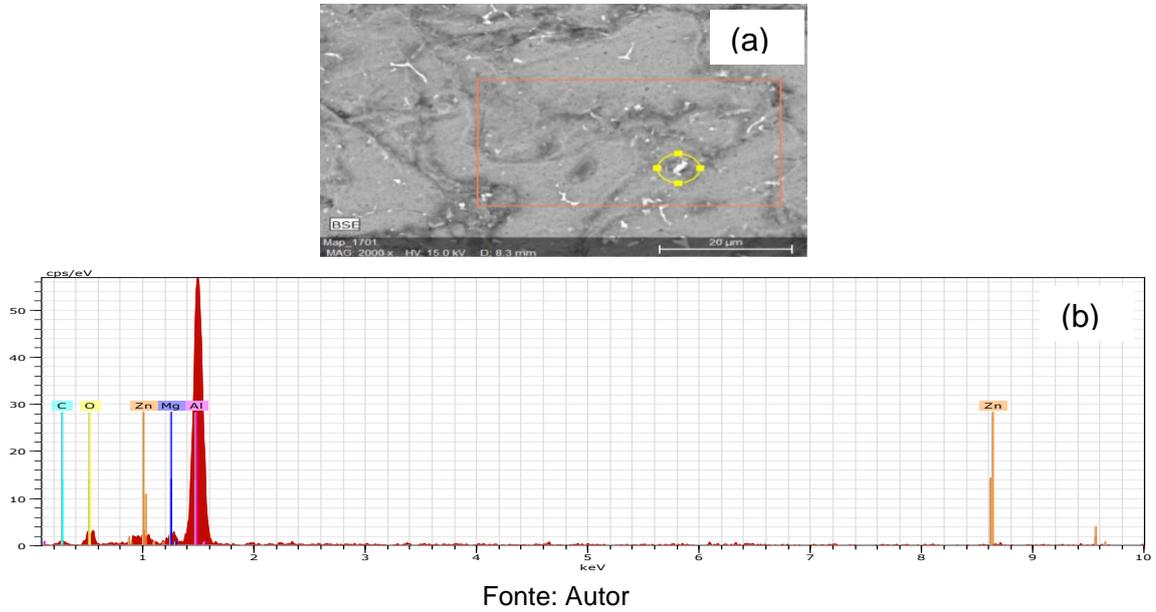


Fonte: Autor

A Figura 55 mostra como as amostras processadas por moagem de alta energia variando entre 0, 5, 10 e 15% de carbeto de titânio. Pode-se ver o resultado

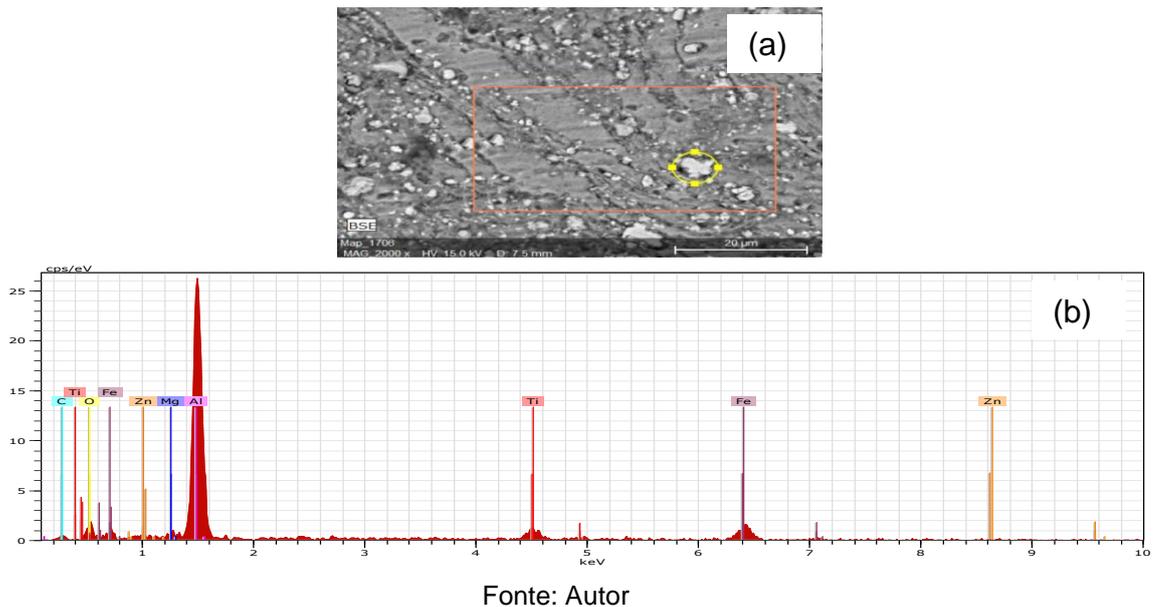
após a sinterização formando grãos alongados e o aumento da concentração das partículas pequenas concentrado nos contornos de grãos com o aumento do reforço.

Figura 56. EDS de amostra sinterizada AA7075_30min, seção superficial área EDS (a). espectros de Al, C, O, Mg e Zn (b).



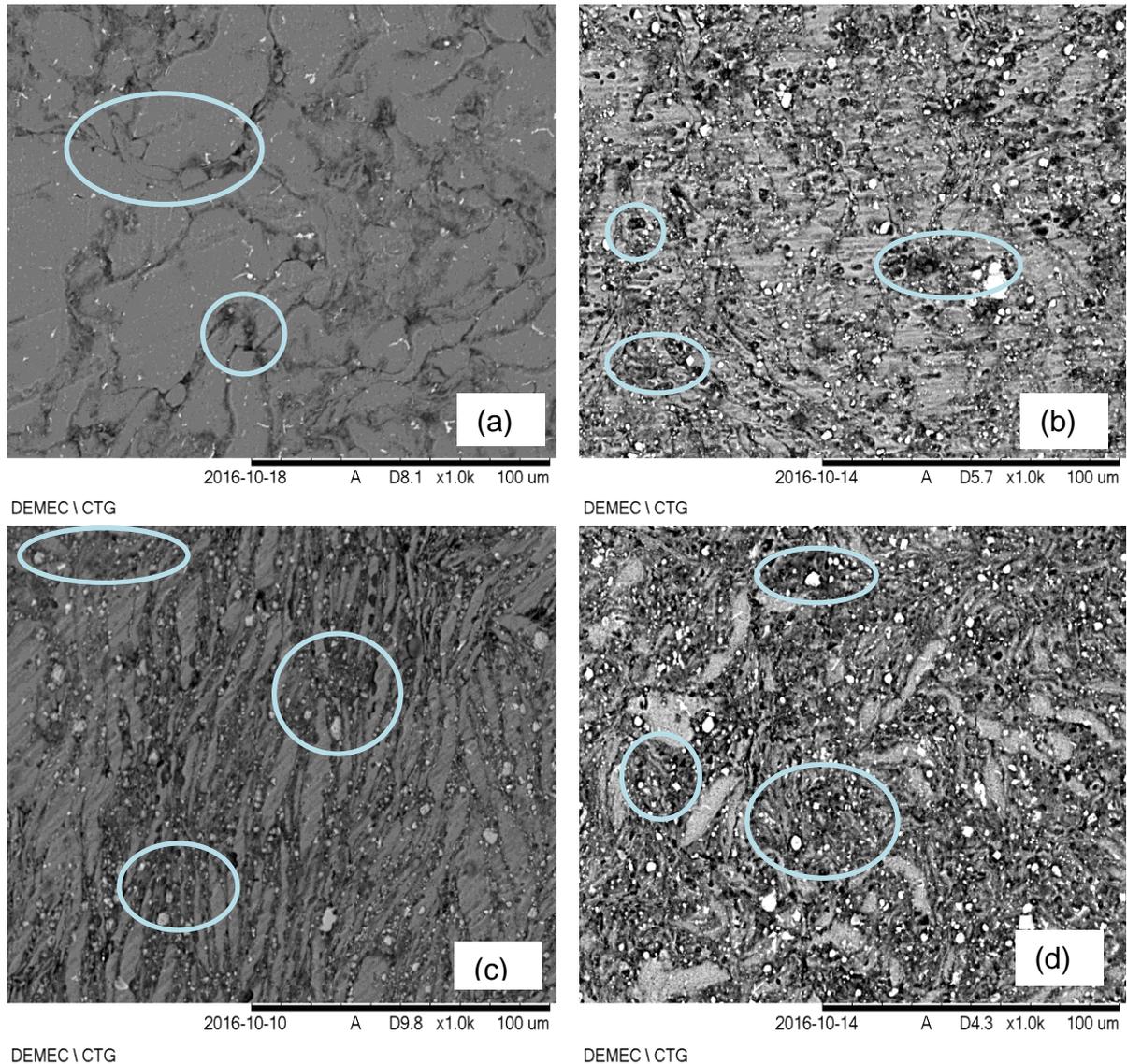
Na Figura 56 observa-se resultado da análise superficial por EDS do alumínio AA7075 submetido a 30 minutos de moagem no qual observa-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, carbono, oxigênio, magnésio e zinco.

Figura 57. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_30min, seção superficial área EDS (a). espectros de Al, C, O, Fe, Ti, Mg e Zn (b).



Na Figura 57 observa-se resultado da análise superficial por EDS do compósito metálico de matriz com alumínio AA7075 e reforço de TiC de 15% submetido a 30 minutos de moagem no qual observa-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, carbono, oxigênio, ferro, titânio, magnésio e zinco.

Figura 58. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido a MAE de processamento durante 60 minutos.

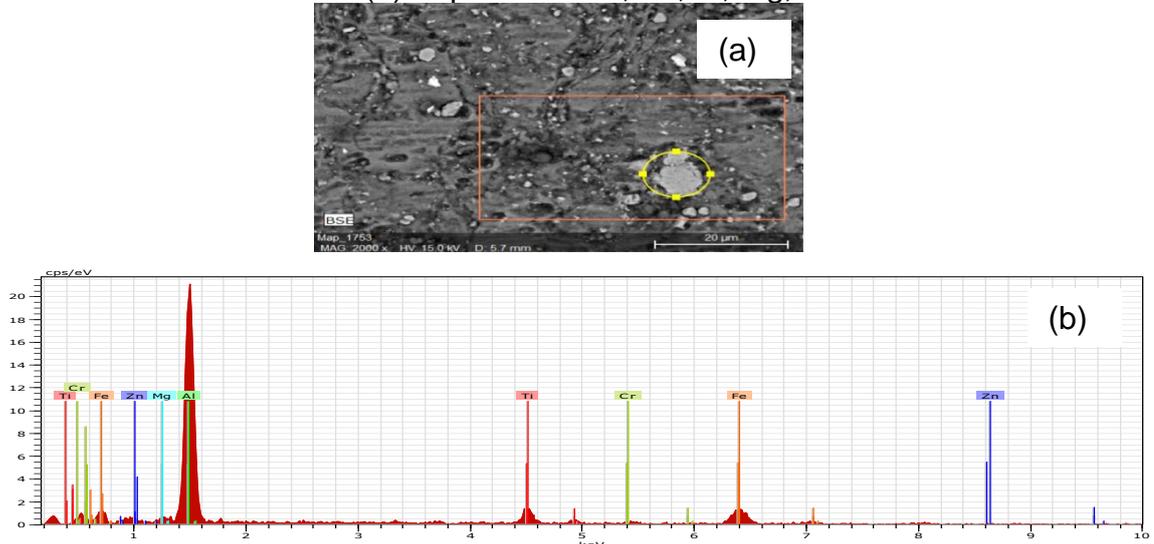


Fonte: Autor

A Figura 58 mostra como as amostras processadas por moagem de alta energia variando entre 0, 5, 10 e 15% de carbeto de titânio. Pode-se ver o resultado após a sinterização, formando grãos menores com o aumento da concentração das

partículas pequenas concentrado nos contornos de grão devido ao aumento do reforço e tempo de moagem.

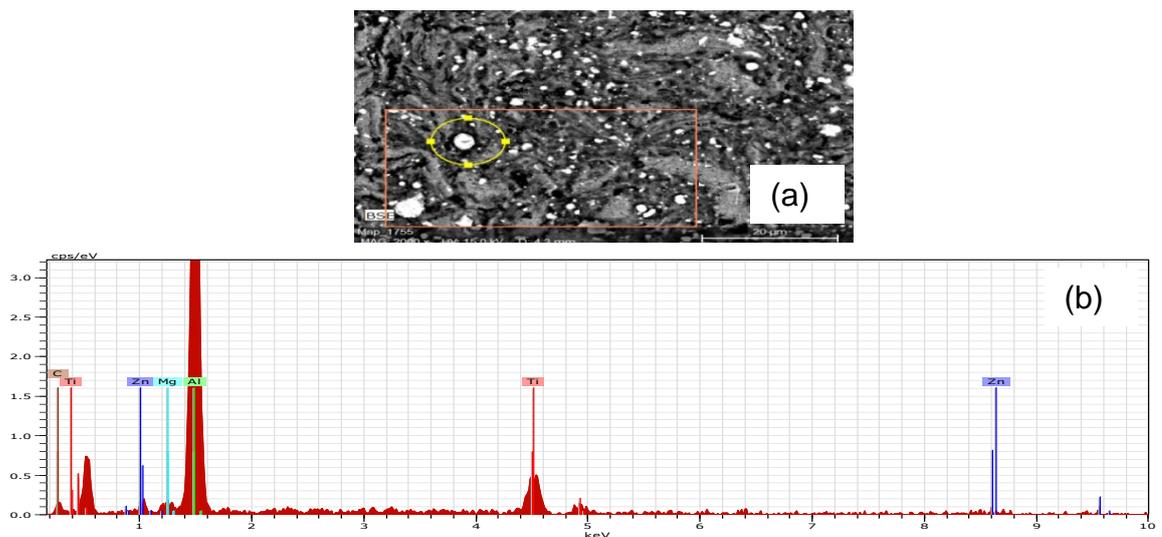
Figura 59. EDS de amostra sinterizada CMM Al-5%TiC_60min, seção superficial. (a) Área EDS. (b) Espectro de Al, Fe, Ti, Mg, Cr e Zn



Fonte: Autor

Na Figura 59 observa-se resultado da análise superficial por EDS do compósito metálico de matriz com alumínio AA7075 e reforço de TiC de 5% submetido a 60 minutos de moagem, no qual observa-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, ferro, titânio, magnésio, cromo e zinco.

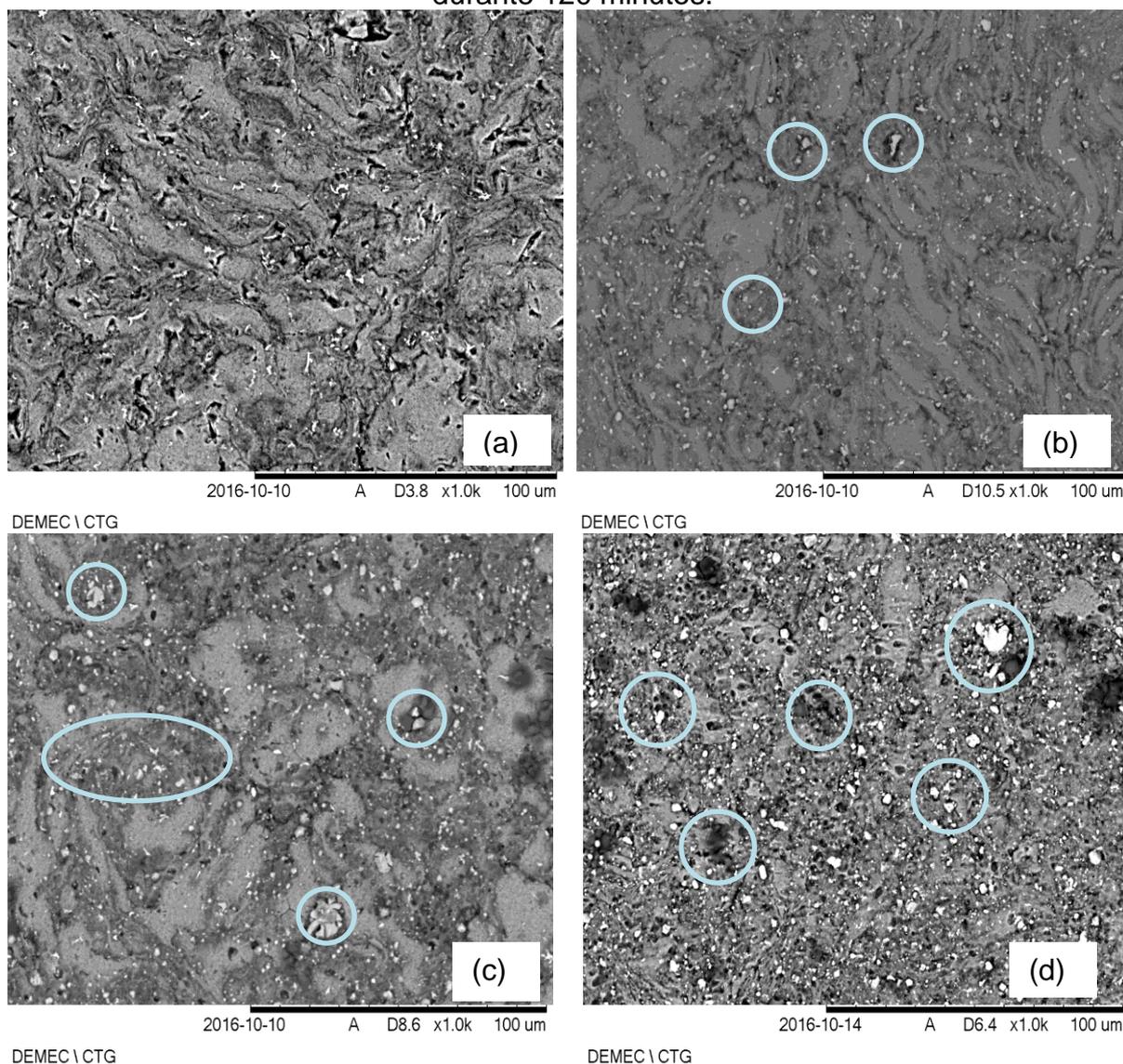
Figura 60. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_60min, seção superficial. (a) área EDS. (b) espectro de Al, C, Ti, Zn e Mg.



Fonte: Autor

Na Figura 60 observa-se o resultado da análise superficial por EDS do compósito metálico de matriz com alumínio AA7075 e reforço de TiC de 15% submetido a 60 minutos de moagem no qual observa-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, carbono, titânio, zinco e magnésio.

Figura 61. Evolução morfológica do pó CMM reforçado com TiC nas frações em massa de 0% (a), 5% (b), 10% (c) e 15% (d) submetido à MAE de processamento durante 120 minutos.

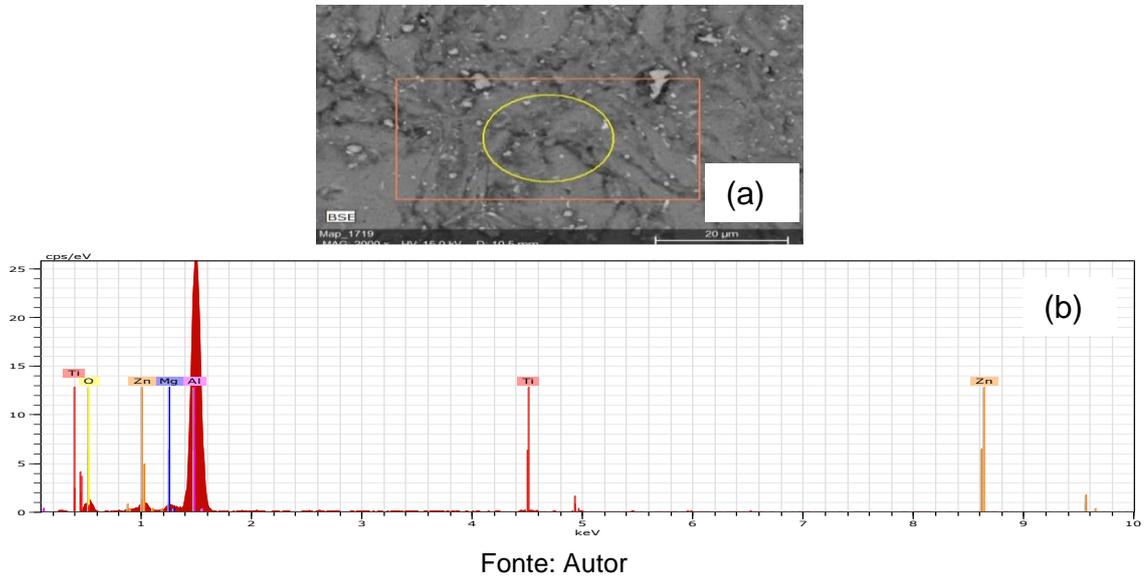


Fonte: Autor

A Figura 61 mostra como as amostras processadas por moagem de alta energia variando entre 0, 5, 10 e 15% de carbeto de titânio. Pode-se ver o resultado após a sinterização formando grãos menores com o aumento da concentração das

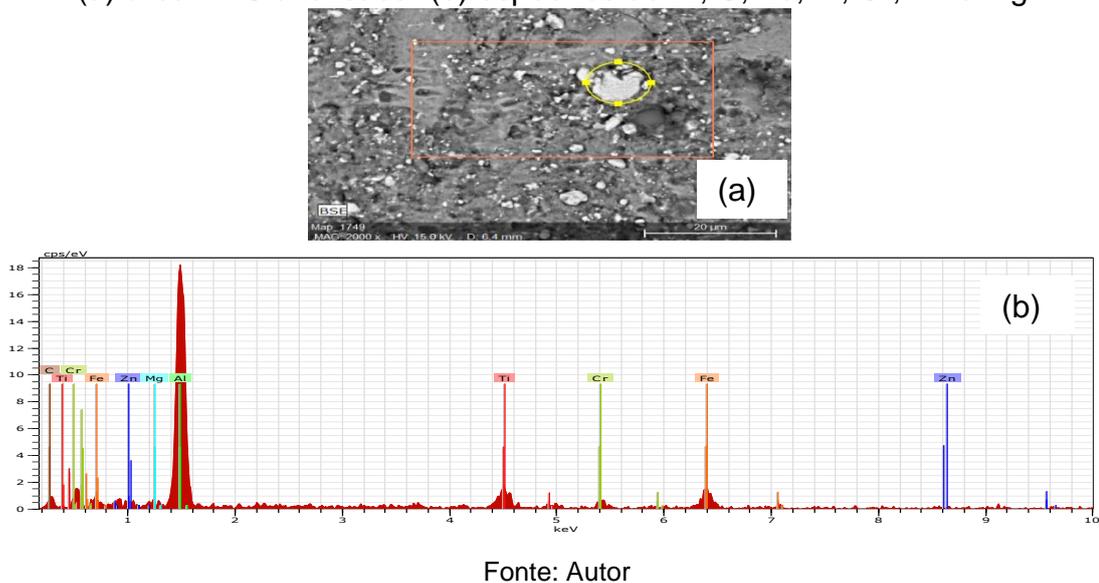
partículas pequenas concentrado nos contornos de grãos pelo o aumento do reforço e tempo de moagem.

Figura 62. EDS de amostra sinterizada CMM Al-5%TiC_120min, seção superficial.
(A) Área EDS. (B) Percentual de Al, O, Mg, Zn e Ti.



Na Figura 62 observa-se o resultado da análise superficial por EDS do compósito metálico de matriz com alumínio AA7075 e reforço de TiC de 5% submetido a 120 minutos de moagem no qual nota-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, oxigênio, magnésio, zinco e titânio,.

Figura 63. EDS de amostra sinterizada CMM Al-15%TiC_120min, seção superficial.
(a) área EDS analisada. (b) espectros de Al, C, Fe, Ti, Cr, Zn e Mg.



Na Figura 63 observa-se o resultado da análise superficial por EDS do compósito metálico de matriz com alumínio AA7075 e reforço de TiC de 15% submetido a 120 minutos de moagem, no qual encontra-se os seguintes elementos nesta ordem: alumínio, carbono, ferro, titânio, cromo, zinco e magnésio.

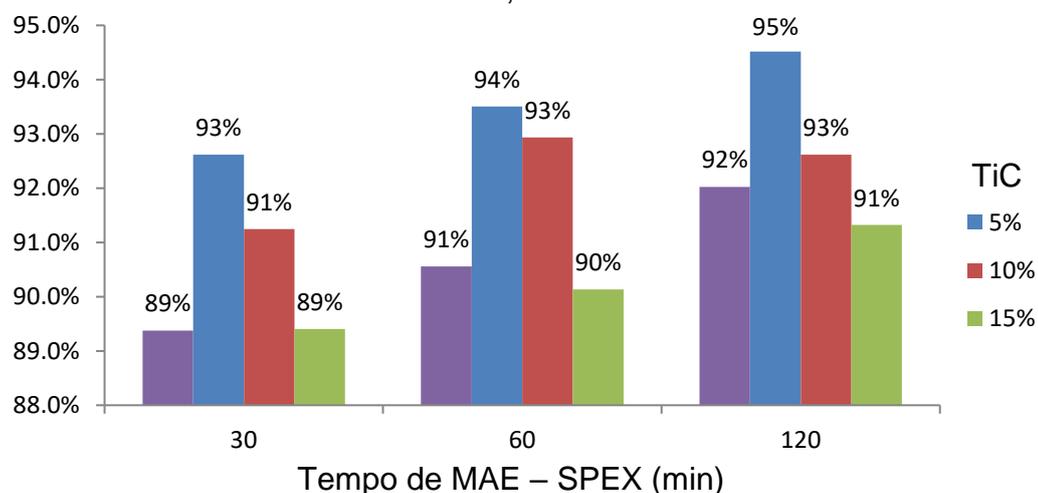
A presença de ferro e cromo na análise por EDS do compósito pode demonstrar contaminação pela mídia (esferas e jarra) feitas de aço inoxidável 304L. Esta aparição só ocorreu nas amostras sinterizadas, e não nos pós, por estes contaminantes ficarem em posição fixa bem definida concentrando-se nos contornos de grãos.

Na análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos compósitos sinterizados se identifica o aumento da quantidade de contornos de grãos e imperfeições que resultam em maior aumento da resistência mecânica pelo aumento de embarreiramentos das discordâncias do compósito.

4.3.4 Densidade aparente

A densidade aparente é utilizada para medir a relação de massa aparente pelo volume deslocado de líquido, ou seja, considerando os grãos utilizados na formação da amostra da metalurgia do pó e os vazios entre eles. A densidade aparente foi obtida com a massa aparente por uma balança analítica e o volume pelo volume deslocado de líquido, sendo usado o método de Arquimedes.

Figura 64. Evolução da densidade nas amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 0, 5, 10 e 15% submetido à moagem de processamento durante 30 min, 60 min e 120 min.



Fonte: Autor

Todas as amostras apresentaram densidade em torno de 89% a 95% da densidade teórica de cada amostra, proporcional a massa do alumínio AA7075 (2,81 g/cm³) e do carbeto de titânio (4,95g/cm³) utilizado em sua composição do compósito de matriz metálica, como na Figura 64. Mesmo com todas as amostras sinterizadas, os valores de densidade obtidos não ultrapassaram 94,6%.

O compósito de matriz metálica com reforço de partícula de TiC (Al-5%TiC) processado MAE-SPEX por 120 minutos obteve o melhor resultado da densidade, com 94,6% da densidade teórica. Como o mecanismo de sinterização de pós metálicos é chamado de empescoamento a partir dos pontos de contatos entre as partículas mais próximas, pelo mecanismo da difusão a partir dos pontos de contato entre as partículas aumentando a difusão de forma mais eficiente, ocasionando uma maior densidade.

Assim, a porosidade é, provavelmente, devido a dois possíveis fatores como: a compressão uniaxial do compósito e a alumina (Al₂O₃) na superfície das partículas da matriz.

4.3.5 Microdureza

Os ensaios de dureza Vickers (HV) foram executados a fim de avaliar o efeito dos reforços de carbeto de Titânio (TiC) na liga de alumínio AA7075 e da moagem de alta energia no sentido de incorporar as partículas do reforço.

Durante o ensaio de dureza foi realizado 4 endentações em cada superfície de todas as amostra e os resultados foram analisados como base nos critérios de Chauvenet, Dixon e Grubbs pelo software Analysis 1.0 e todos os pontos mostraram representatividade estatística (nenhum deles são outliers) (Oliveira, 2008).

A incerteza herdada consiste da influencia que o equipamento tem sobre a leitura da medição sendo retirados do certificado de calibração os seguintes valores: incerteza expandida (U₉₅) de 3 e fator de abrangência (k) de 2.

A incerteza estatística na média dos valores tem como fonte padronizada o desvio padrão dos valores de dureza Vickers nas endentações S(X) como do tipo A com a seguinte fórmula:

$$S(X_{med}) = \sqrt{\frac{S^2(X_i)}{n}} \quad (1)$$

Na equação 1, o desvio padrão experimental $S(X_{med})$ é determinado utilizando-se a raiz quadrada da relação entre a variância experimental $S^2(X_i)$ e o número de medições realizadas.

A outra parte da incerteza, tipo B, foi determinada usando os valores do durômetro que tem como resolução de 0,1 HV aplicando na fórmula:

$$u = \frac{q}{w} \quad (2)$$

Na equação 2, a incerteza do tipo B (u) é determinada pela relação entre o estímulo causador do desvio (q) e o divisor para distribuição de probabilidade associada ao desvio (w). Para o experimento foi considerada a como uma distribuição retangular com seu divisor de 1,7321.

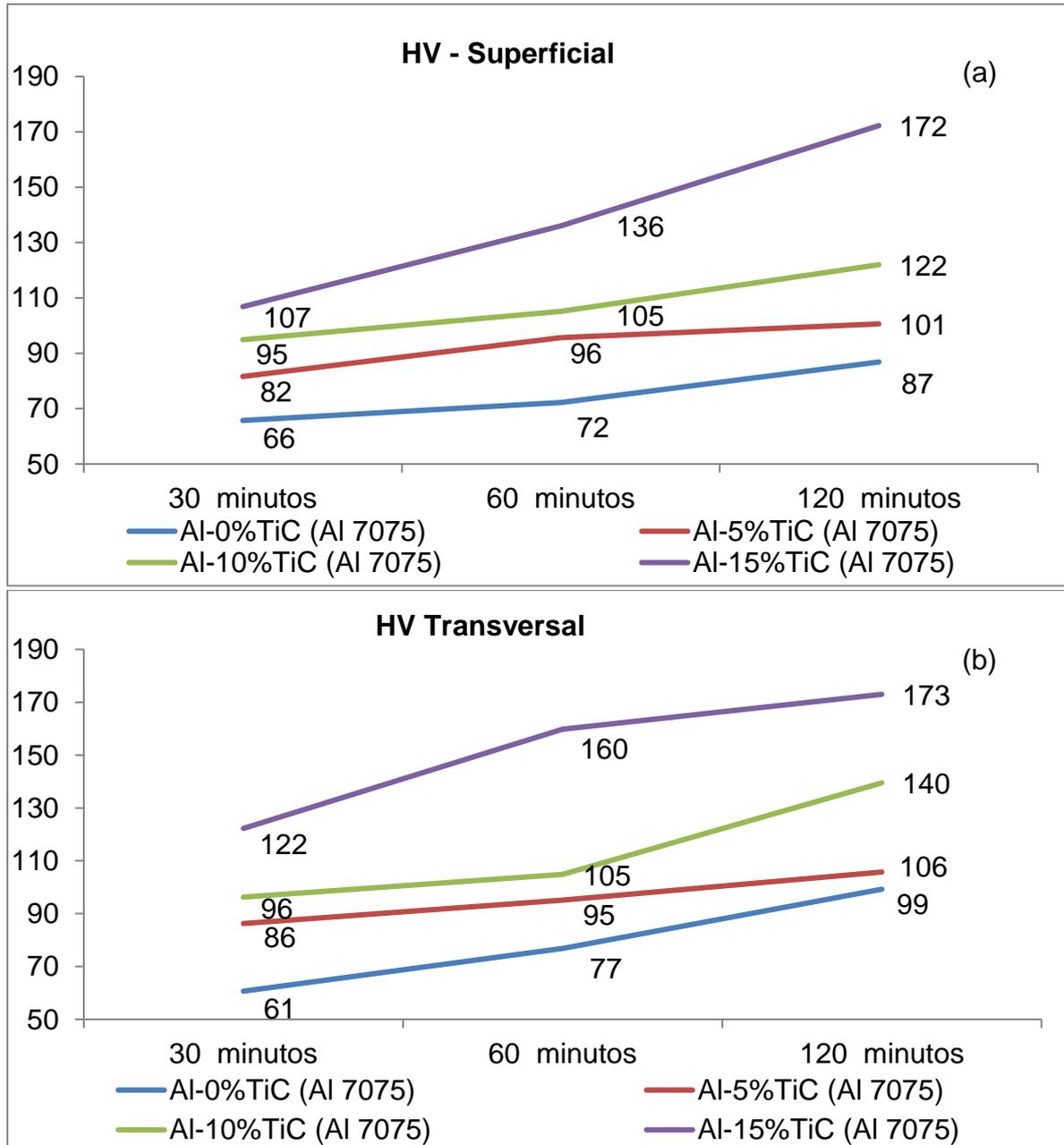
De posse dos três fatores de incerteza calcula-se a incerteza combinada pela raiz quadrada dos quadrados das incertezas herdadas, tipo A e tipo B. em seguida determina-se o fator de abrangência usando colocando os graus de liberdade das medições na curva de distribuição *t-student*. Para determinação dos graus de liberdade usou-se a fórmula:

$$v = \frac{u^4}{\frac{u_1^4}{v_1} + \frac{u_2^4}{v_2} + \frac{u_3^4}{v_3}} \quad (3)$$

Na equação 3 pode ser simplificada pois os graus de liberdade das incertezas v_1 e v_2 tendem a infinito e suas frações tendem a zero. Desta forma o grau de liberdade torna-se o resultado do produto do grau de liberdade da incerteza tipo A vezes a incerteza combinada elevada a quarta potência dividido pela incerteza tipo A elevada a quarta potência.

Com isto obtêm-se os resultados das edições dos experimentos através da média aritmética dos seus valores com a variação da incerteza em quantidade maior e menor (para mais e para menos) igual à incerteza expandida que é o produto da incerteza combinada pelo fator de abrangência.

Figura 65. Comparativo da evolução de microdureza em dureza Vickers (HV) nas amostras sinterizadas CMM reforçado com TiC frações em massa de 0, 5, 10 e 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na face transversal (b).

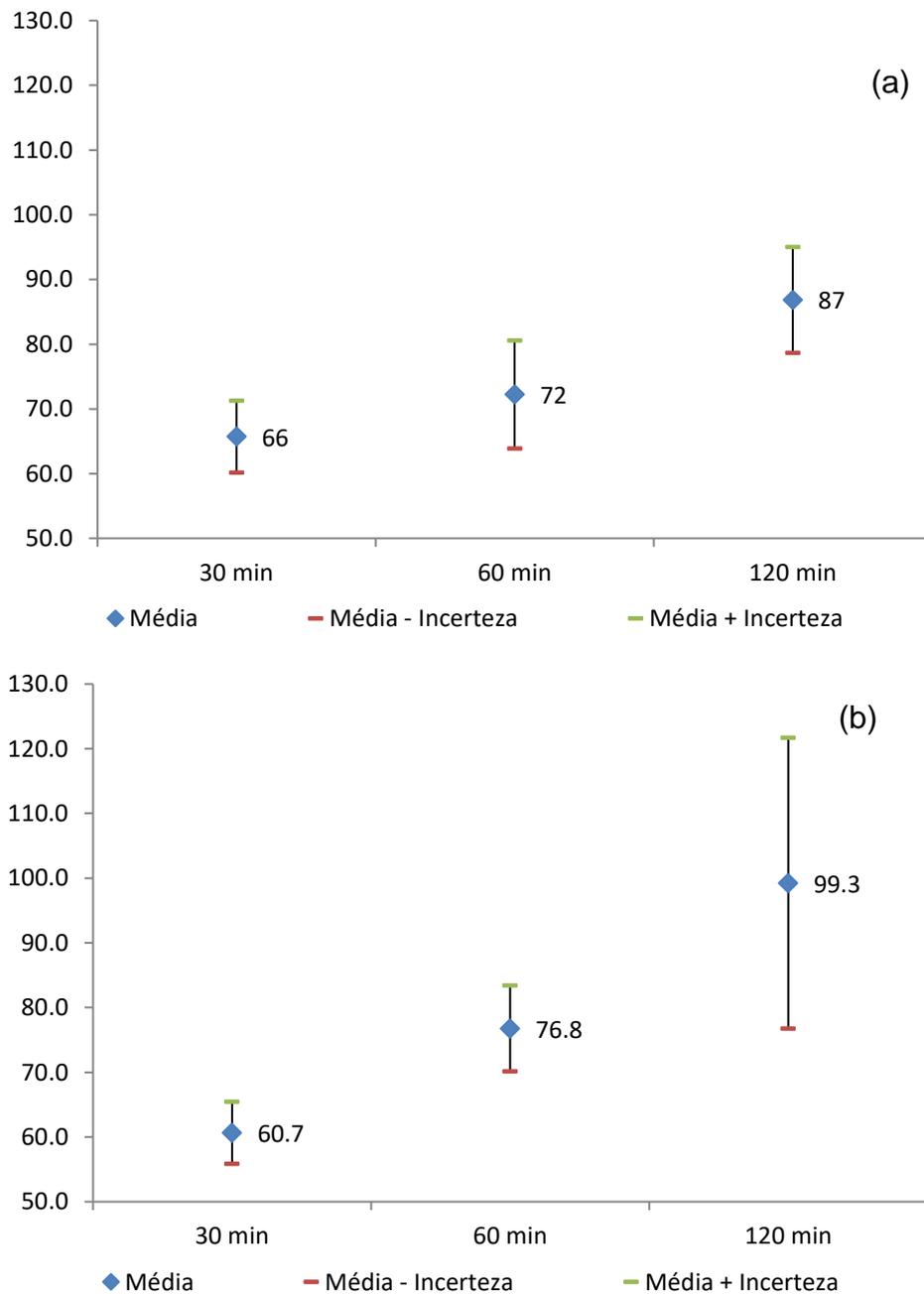


Fonte: Autor

Na Figura 65, vemos a influência nos valores do ensaio de dureza Vickers (HV) no compósito de matriz metálica com alumínio AA7075 em relação à adição de reforço particulado de carbeto de titânio, nas frações mássicas de 0%, 5%, 10% e

15%; bem como a moagem de alta energia com moinho do tipo SPEX nos tempos de processamento de 30, 60 e 120 minutos.

Figura 66. Evolução microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada de alumínio AA7075 submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e transversal (b).

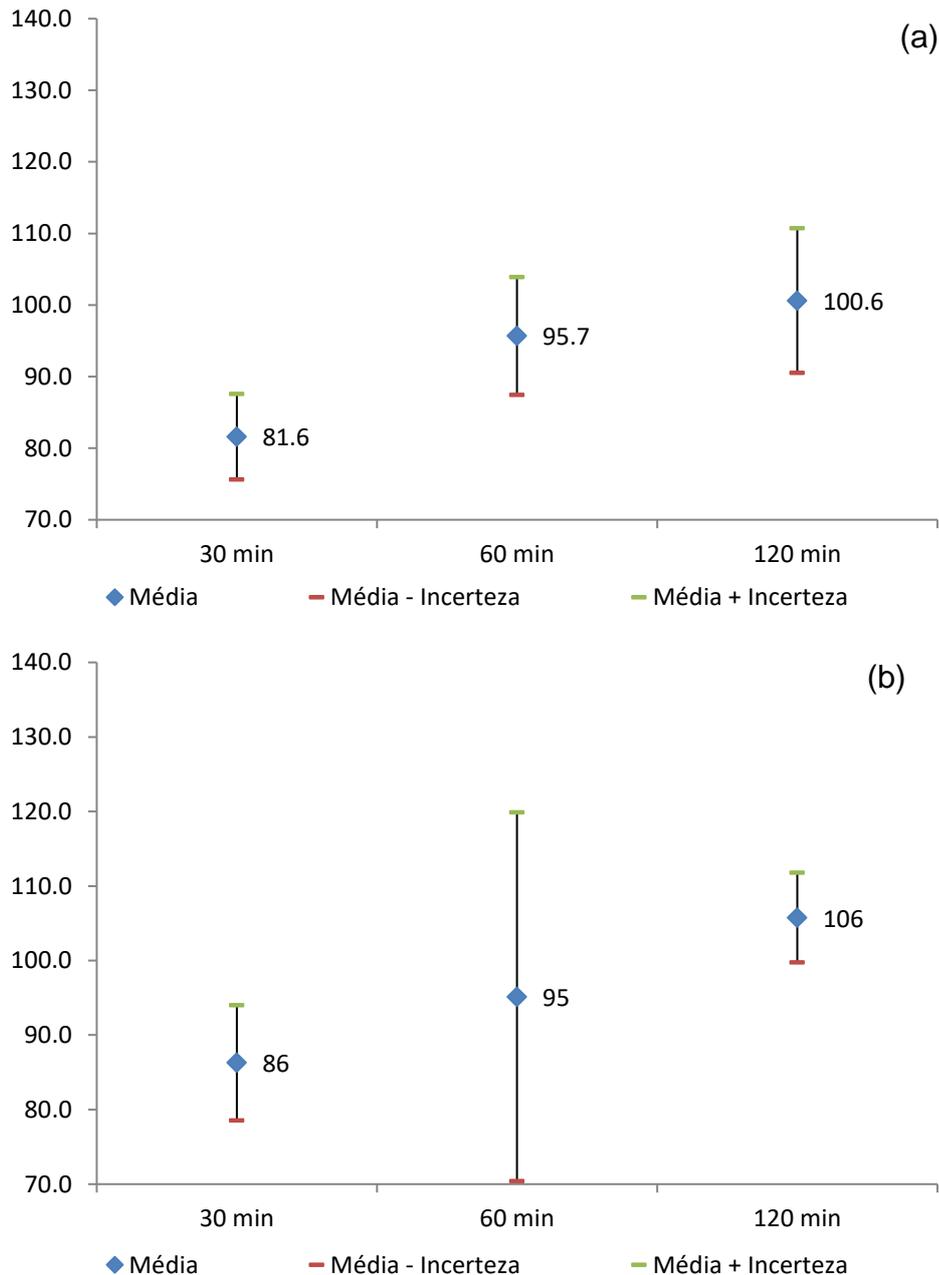


Fonte: Autor

Ao observarmos a dureza Vickers superficial e transversal do alumínio AA7075 submetido à moagem de alta energia tipo SPEX, como na Figura 66. Podemos ver a influencia da moagem de alto rendimento das amostras realizadas

sobre a dureza com incerteza variando de 3,1 a 22,5 HV e fator de abrangência de 3,31 de forma isotrópica.

Figura 67. Evolução da microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 5% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b).

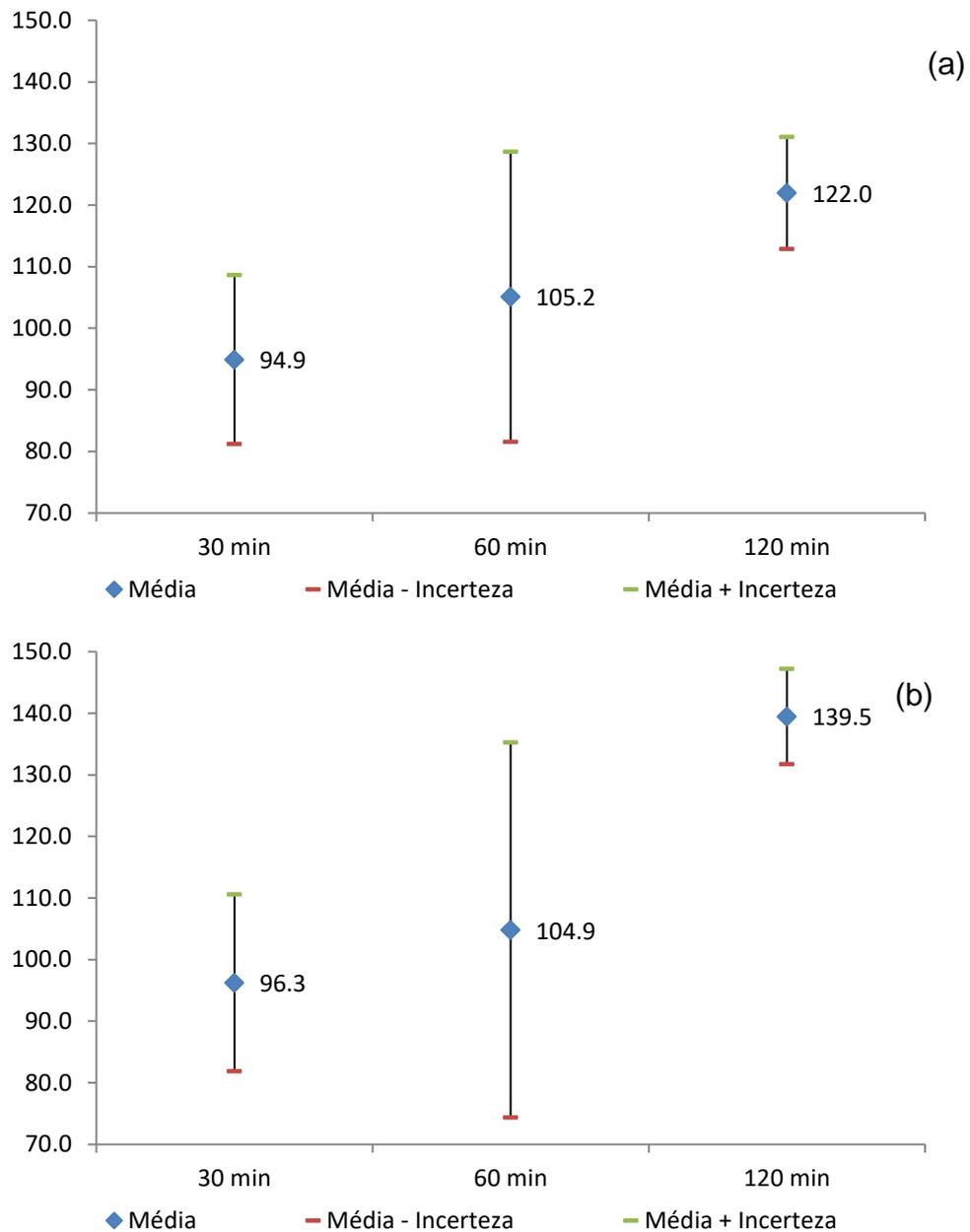


Fonte: Autor

Ao observarmos a dureza Vickers superficial e transversal do compósito de matriz metálica com alumínio AA7075 e reforço com 5% de fração mássica do carbeto de titânio (Al-5%TiC) submetido a moagem de alta energia SPEX, como na

Figura 67. Podemos ver a influencia da moagem de alto rendimento das amostras realizadas sobre a dureza com incerteza variando de 6,0 a 24,7 HV e fator de abrangência de 3,31 de forma isotrópica.

Figura 68. Evolução da microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 10% submetido a MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b).

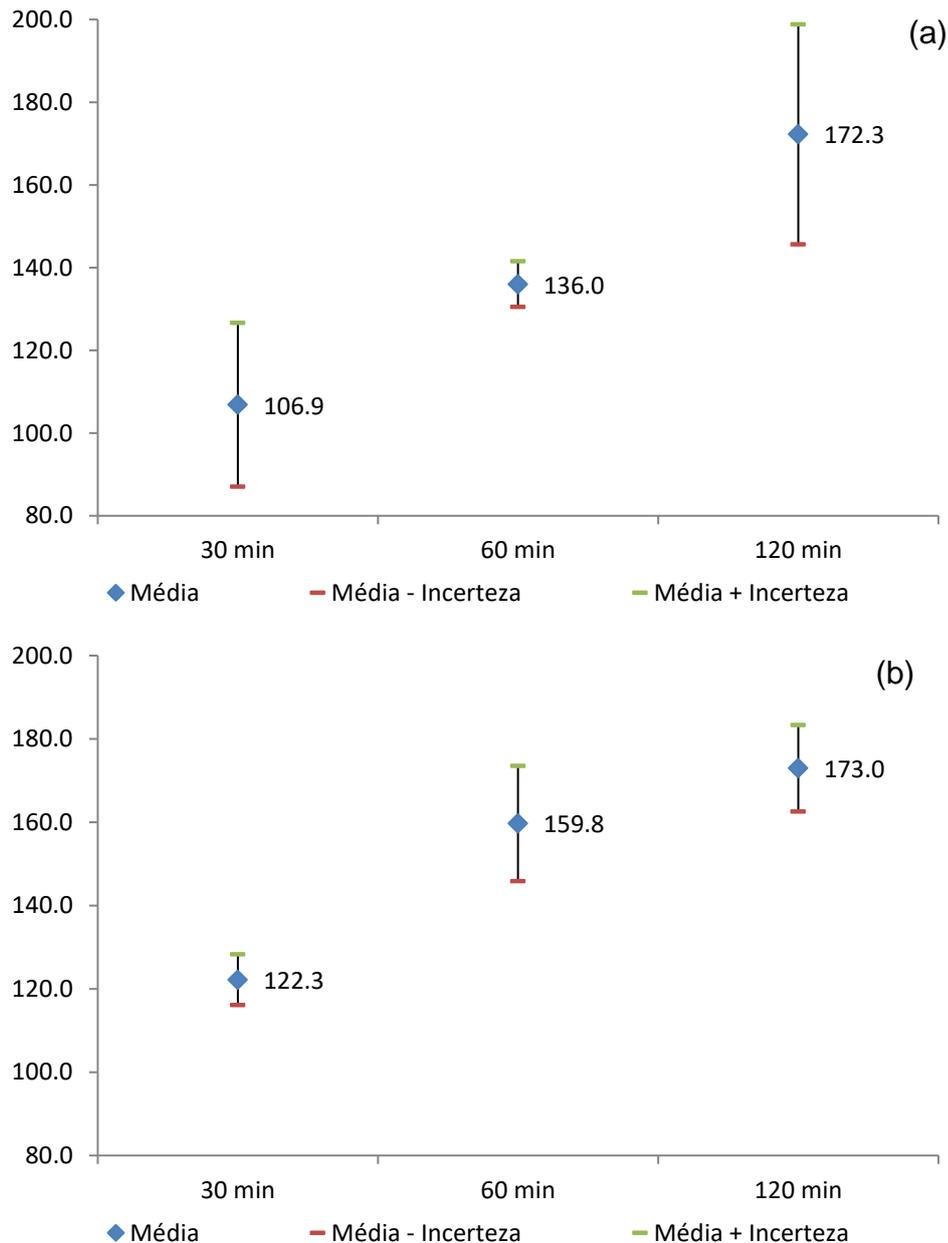


Fonte: Autor

Ao observarmos a dureza Vickers superficial e transversal do compósito de matriz metálica com alumínio AA7075 e reforço com 10% de fração mássica do carbeto de titânio (Al-10%TiC) submetido a moagem de alta energia tipo SPEX,

como na Figura 68. Podemos ver a influencia da moagem de alto rendimento das amostras realizadas sobre a dureza com incerteza variando de 7,7 a 30,5 HV e fator de abrangência de 3,31 de forma isotrópica.

Figura 69. Evolução da microdureza em dureza Vickers (HV) da amostra sinterizada CMM reforçado com TiC fração em massa de 15% submetido à MAE de processamento durante 30 min, 60 min e 120min na face superficial (a) e na transversal (b).



Fonte: Autor

Ao observarmos a dureza Vickers superficial e transversal do compósito de matriz metálica com alumínio AA7075 e reforço com 15% de fração mássica do

carbeto de titânio (Al-15%TiC) submetido a moagem de alta energia tipo SPEX, como na Figura 69. Podemos ver a influencia da moagem de alto rendimento das amostras realizadas sobre a dureza com incerteza variando de 5,5 a 26,6 HV e fator de abrangência de 3,31 de forma isotrópica.

5 CONCLUSÃO

Neste trabalho foi fabricado o compósito de matriz metálica (Al-%TiC) de alumínio AA7075 com adição de reforço de carbeto de titânio (TiC) pelo método da metalurgia do pó usando um moinho de alta energia do tipo SPEX, sendo avaliadas e caracterizadas todas as etapas de processamento; desde a pesagem dos componentes, da mistura em molho de alta energia, da compactação uniaxial e da sinterização das amostras dos CMM. Diante dos resultados obtidos e discutidos, é possível relacionar as seguintes conclusões:

Na análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos pós apresentou mudança morfológica de escamas grandes para pequenas, com muitas partículas pequenas de alumínio e carbeto de titânio; demonstrando a influência do processo de moagem de alta energia na deformação plástica através de soldagem a frio, fratura e ressolda das partículas dos pós e junto com a adição do reforço de TiC, tornado mais homogêneo os compósitos de maior massa de reforço e maior duração da moagem de alta energia. Sendo visível o resultado desta distribuição pelos ensaios de MO e MEV das amostras sinterizadas.

A análise de espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS) dos pós mostrou os componentes da liga de alumínio AA7075; alumínio, zinco, magnésio e cobre; acrescido com o titânio, demonstrando a presença do reforço, mesmo não aparecendo o carbono na proporção do titânio por dificuldade do método ao analisar de baixo número atômico.

Na análise de difração de raios-X dos pós de formação do compósito com picos do alumínio da matriz e do carbeto de titânio do reforço sem evidenciar contaminação.

A densidade aparente das peças compactadas e sinterizadas respondeu bem ao processo de moagem de alta energia (como esperado), mas não teve a mesma resposta quanto à quantidade de reforço aplicado no compósito. Esta característica apresentou valores em torno de 89% a 94,6%.

Por fim a dureza superficial mostrou aumento significativo em função da moagem de alta energia em moinho tipo SPEX e pelo aumento da quantidade de reforço colocado: dureza na face superficial de $172,3 \pm 26,6$ HV e dureza transversal de $173,0 \pm 10,4$ HV.

6 TRABALHOS FUTUROS

Baseado na experiência adquirida ao longo deste trabalho são propostos caminhos para a obtenção dos compósitos de Al-TiC das suas propriedades para a posterior fabricação de ferramentas:

- Misturar e moer através de moinho de alta energia o compósito Al-TiC com atmosfera controlada e analisar as propriedades;
- Sinterizar o compósito Al-TiC em forno com atmosfera controlada e analisar as propriedades dos sinterizados neste forno;
- Realizar sinterizações em diferentes temperaturas e analisar o comportamento dos compósitos de Al-TiC, verificando a influência do patamar e atmosfera de sinterização na densidade e porosidade das peças;
- Analisar por DRX do compósito após a sinterização com intuito de identificar a presença de fases endurecedoras da matriz;
- Determinar percentual máximo de reforço para melhorar propriedade de dureza e determinar a curva de relação;
- Estudar diferentes ligas de alumínio na matriz metálica do sistema Al-TiC e observar o comportamento destas interações para tempos diferentes de moagem.

REFERÊNCIA

AHMAD, K. R.; LEE, W. J.; ZAKI, R. M.; MAZLEE, M. N.; FITRI, M. W. M.; RIZAM, S. S.; SHUMSUL, J. B. **The microstructure and properties of aluminium composite reinforced with 65 µm alumina particles via powder metallurgy**. ICoSM, 2007.

ARAÚJO, E. R. **Fabricação e caracterização de compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 com reforço particulado de carboneto de silício e alumina através da técnica de metalurgia do pó**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2011.

ASM Handbook. **Aluminium and alloys**. ASM International. v 2, 1993.

_____. **Powder technologies and applications**. ASM International. v 7, 1998.

ASTM E-384 – 11e1. Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials American Society for Testing and Materials. ASTM International. United States, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Publicação técnica - Fundamentos e aplicações do alumínio**, ABAL, p.22, 2007.

BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas**: microestrutura, propriedades e aplicações. Ed. E-papers. Rio de Janeiro, 2014.

BENJAMIN, J. S.; VOLIN, T. E. - **The mechanism of mechanical alloying**, Metallurgical transactions, vol. 5, p. 1929-1934, 1974.

BEZERRA JÚNIOR, Carlos Augusto. **Fabricação de compósitos da liga de alumínio AA2124 com reforço de nitreto de silício através de técnicas de metalurgia do pó**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2013.

BÖHM HJ., ECKSCHLAGER A, HAN W. **Multi-inclusion unit cell models for metal matrix composites with randomly oriented discontinuous reinforcements**. Comput. Mater. Sci. 25:42–53, 2002.

CALLISTER W. D. Jr., **Ciência e engenharia dos materiais**. 9ª ed. Rio de Janeiro 2016.

CANAKCI, A., VAROL, T., OZSAHIN, S. Analysis of the effect of a new process control agent technique on the mechanical milling process using a neural network model: measuring and modeling. Measurement, v. 46, p.1818-1827, 2013.

CHIAVERINI V. **Metalurgia do pó**. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 2001.

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

CLAYNE, T. W., WITHERS, P. J. **An introduction to metal matrix composites**, Cambridge University Press, p. 1-10, 1995.

CLYNE, T. W. **Comprehensive composite materials**, Vol. 3: Metal Matrix Composites. Oxford UK: Pergamon. 842 pp, 2000.

CRUZ, S.; REY, P.; CABEZA M.; MERINO P. **Efecto del tamaño de partícula em composites de matriz de alumínio 7075 reforzados com TiC processados por extrusión**. X Congresso Nacional de Materiasles Compuestos, Algeciras, Espanha, 2013.

CRUZ, S.; REY, P.; ROMÁN M.; MERINO P. **Influence of content and particle size on properties of TiC reinforced 7075 aluminum matrix composite**. 15th. European Conference on Composite Materials, Venice, Italy, 2012.

DITER, G. E. **Metalurgia mecânica**. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois. Rio de Janeiro, 1981.

EDWARDS, E. R. **Estudo da formação de interface de boreto para a deposição de diamante CVD sobre carboneto de tungstênio**. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia). INPE, São José dos Campos, 2008.

FLAMÍNIO Levy Neto – **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**- 1. Ed. – São Paulo – Edgard Blucher, 2006.

GERMAN, R. M. **Powder mettalurgy science**. Princeton, NJ, Metal Powder Industries Federation, p.113-144, 1984.

LIRA, H. M. **Desenvolvimento de compósitos nanoestruturados AA7075-SiC, AA7075-TiN e AA7075-ZnO através de técnicas de moagem de alta energia e extrusão a quente**. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2016.

LLORCA J, SEGURADO J. **Three-dimensional multiparticle cell simulations of deformation and damage in sphere-reinforced composites**. Mater. Sci. Eng. A 365:267-74, 2004.

MIRACLE, D.B. **Metal matrix composites** – From science to technological significance. Composites Science and Technology 65 (2005) 2526-2540.

MORTENSEN, A.; LLORCA, J. **Metal matrix composites**. Annu. Ver. Mater. Res.. 40:243-70, 2010.

MURTY, B. S., RANGANATHAN, S. **Novel materials synthesis by mechanical alloying milling**. International Materials Review, Vol. 43, N^o. 3, p. 101-141, 1998.

NBR 6834:2000 **Alumínio e suas ligas** – classificação. Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro, 2000.

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

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

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

PINTO, Gislaine Bezerra. **Análise do Efeito do Tempo de MAE no Tamanho de Cristalito e Microdeformação da rede Cristalina do WC-Co**. Dissertação. Unniversidade federal do Rio Grande do Norte, 2008.

RETSCH Solutions in Milling & Sieving. Trituração e Moinho de Bolas. Disponível em <<http://www.retsch.pt/pt/produtos/trituracao/moinhos-planetarios-e-de-bolas/>>. Acessado em 02/01/2017.

ROHDE, R. A. **Metalografia – Preparação metalografica**, Versão-2.1

SEGURADO J, GONZÁLEZ C, LLORCA J. **A numerical investigation of the effect of particle clustering on the mechanical properties of composites**. Acta Mater. 51:2355–69, 2003.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. 6º Edição, Ed. Pearson Education, 2008.

SOUZA, Márcio Marcelo Sampaio de. **Estudo do processo de fabricação de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 por metalurgia do pó via moagem de alta energia e sinterização a vácuo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2012.

SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling**. Progress in Materials Science, Vol. 46, p. 1-184, 2001.

SWAN, W.V., **Material Science and Techology, vol. 11, Structure and Properties of Ceramics**, Cap.4 – Boride and Carbide Ceramics, ed VCH, USA, 1996.

TORRES, Camila S. **Estudo da moagem de alta energia e sinterização de metal duro WC-Ni**. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2009.

UPADHYAYA, G. S. **Materials Science of cemented carbides – An overview**. Materials and Design, Vol.22, p.483-489, 2001.