



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

ELIZETH OLIVEIRA ALVES

**ESTUDO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE REFORÇO DE PÓ DE
ACIARIA ELÉTRICA EM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA**

Recife

2019

ELIZETH OLIVEIRA ALVES

**ESTUDO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE REFORÇO DE PÓ DE
ACIARIA ELÉTRICA EM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor.

Área de concentração: Engenharia de
Materiais e Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves.

Coorientador: Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho.

Recife
2019

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

- A474e Alves, Elizeth Oliveira.
 Estudo do efeito da adição de partículas de reforço de pó de aciaria elétrica em compósito de matriz metálica / Elizeth Oliveira Alves. - 2019.
 104 folhas, il., tabs., abr. e sigl.
 Orientador: Prof. Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves.
 Coorientador: Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho.
 Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2019.
 Inclui Referências e Apêndices.
1. Engenharia Mecânica. 2. Pó de aciaria. 3. Compósito de matriz de alumínio.
4. Metalurgia do pó. 5. Sinterização por plasma pulsado. I. Alves, Kleber Gonçalves Bezerra (Orientador). II. Araujo Filho, Oscar Olimpio de (Coorientador). III. Título.

621 CDD (22. ed.)

UFPE
BCTG/2019-192

ELIZETH OLIVEIRA ALVES

**ESTUDO DO EFEITO DA ADIÇÃO DE PARTÍCULAS DE REFORÇO DE PÓ DE
ACIARIA ELÉTRICA EM COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA**

Dissertação ou Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor.

Aprovada em: 27/02/2019.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves (Orientador)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho (Coorientador)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Flávio José da Silva (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Tiago Felipe de Abreu Santos (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Bruno Alessandro Silva Guedes de Lima (Examinador Externo)

Universidade Federal da Paraíba

Prof. Dr. Marcos Gomes Ghislandi (Examinador Externo)

Universidade Federal Rural de Pernambuco

Ao meu Amor,

Felipe Sérgio Teles Feitoza Camelo (*in memoriam*),

Aonde quer que eu vá, te levo comigo.

RESUMO

O Pó de aciaria elétrica (PAE) é um resíduo sólido gerado nos processos de fabricação do aço. Em virtude da periculosidade do PAE, práticas alternativas, como a reinserção do resíduo no processo produtivo, ou sua incorporação em outros materiais fizeram com que a reciclagem tenha se tornado uma via para este subproduto. Neste estudo, realizou-se a fabricação de compósitos de matriz de alumínio reforçados com partículas de PAE, através da técnica de metalurgia do pó convencional (MP) e Sinterização por plasma pulsado (SPS). Para tal, o resíduo foi caracterizado pelas técnicas de Fluorescência de raios X (FRX), separação granulométrica via peneiramento à úmido, distribuição do tamanho de partículas, Difração de raios X (DRX), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia por energia dispersiva (EDS). Os pós de partidas foram pesados e moídos em moinho de alta energia do tipo SPEX. Os compósitos propostos possuíam adição de PAE nos teores de 5, 10 e 15% em peso, em uma matriz de alumínio AA7075. Os compósitos foram fabricados por Metalurgia do pó (MP) em amostras com 16 mm de diâmetro, sinterizadas durante 5 horas à 500°C. Para a técnica de SPS, os mesmos pós foram sinterizados 400°C, com pressão de 50 MPa durante 5 min, para amostras de 8 mm de diâmetro. Avaliou-se a influência do PAE na dureza do compósito por Microdureza Vickers, Ultramicrodureza, Análise dinâmico-mecânica (DMA). De acordo com os resultados obtidos, a adição de PAE na matriz de alumínio resultou em aumento dos valores de dureza de 46% para a adição de 5%p de resíduo em relação a liga AA7075, contribuindo para o aumento do Módulo de Armazenamento (E') em comparação com o metal base, principalmente para a faixa de temperatura de 150 a 310°C na qual o E' do compósito atinge o valor máximo de 81 GPa. Para os compósitos fabricados por SPS o aumento de dureza foi de 16% para o compósito Al-10%EAFD em relação à liga não reforçada. A adição de 5% para 10% de PAE por essa técnica não resultou em diferenças significativas de aumento nos valores de dureza.

Palavras-chave: Pó de aciaria. Compósito de matriz de alumínio. Metalurgia do pó. Sinterização por plasma pulsado.

ABSTRACT

Electric arc furnace dust (EAFD) is a solid waste generated in steel manufacturing processes. Due to the hazardous nature of the EAFD, alternative practices, as reinsertion of waste into the steelmaking process, or its incorporation into other materials, have led the recycling has become a route for this by-product. In this study, were fabricated aluminum matrix composites reinforced with EAFD particulate, through the conventional powder metallurgy (PM) and Spark plasma sintering (SPS) techniques. To do that EAFD was characterized by X-ray fluorescence (XRF), size separation of particles by wet sieving, X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscope (SEM) plus Energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis techniques. Starting powders weights were measured and milled in a SPEX high energy ball mill. The proposed composite had contents 5, 10 and 15% in weight incorporated in an aluminum AA7075 matrix. Composites were fabricated by Powder metallurgy (PM) in specimens with 16 mm diameter, sintered during 5 hours at 500°C. For the SPS technique, the same powders were consolidated at 400°C, at a stress of 50 MPa during 5 min, to specimens of 8 mm in diameter. It has evaluated the influence of EAFD in hardness of the composite by Vickers Microhardness, Ultramicrohardness, and Dynamic mechanical analysis (DMA). According to the results obtained, the addition of EAFD into aluminum matrix resulted in increased hardness values of 46% to addition of 5%wt. of waste in relation to AA7075 and had significant contribution to improve the Storage modulus (E') compared with the base metal, mainly to the temperature range of 150 to 310°C, for which E' reaches the maximum value of 81 GPa. For the composite fabricated by SPS the increase in hardness was 16% for Al-10%EAFD in relation to alloy not reinforced. Addition of 5 to 10% of EAFD for this technique has not led to significant difference to increase of hardness values.

Keywords: Electric arc furnace dust. Aluminum matrix composite. Powder metallurgy. Sintering spark plasma.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Evolução da produção de aço no mundo	19
Figura 2 –	Fluxograma esquemático do processo de obtenção do aço	19
Figura 3 –	Representação dos mecanismos de formação do PAE	25
Figura 4 –	Morfologia de partículas metálicas	27
Figura 5 –	Possíveis variações de homogeneidade em misturas	29
Figura 6 –	Colisão pó-esferas durante a moagem	32
Figura 7 –	Moinho do tipo SPEX (a); Acessórios de moinho: conjunto de jarro, tampa e esferas (b); Movimento realizado pelas esferas durante a moagem (c)	35
Figura 8 –	Esquema básico do processo de Sinterização a plasma pulsado	36
Figura 9 –	Estágios da Sinterização por plasma pulsado	37
Figura 10 –	Ocorrência da descarga na interface entre o punção e a matriz	38
Figura 11 –	Fluxo dos pulsos de corrente através das partículas do pó	39
Figura 12 –	A spectro interno do moinho SPEX (a); Jarro de moagem de aço e esferas metálicas (b)	52
Figura 13 –	Punção, matriz de compactação e base	53
Figura 14 –	Equipamento de Sinterização por plasma pulsado	54
Figura 15 –	Compósito fabricado por Metalurgia do pó (a); Compósito seccionado (b)	55
Figura 16 –	Compósito fabricado por Sinterização por plasma pulsado (SPS)	56
Figura 17 –	Amostra preparada para o ensaio de flexão em três pontos de DMA	56
Figura 18 –	Resumo da metodologia proposta	58
Figura 19 –	Distribuição do tamanho das partículas de PAE-5	61
Figura 20 –	Distribuição do tamanho das partículas das frações de PAE	62

Figura 21 –	Distribuição do tamanho das partículas da liga AA7075	63
Figura 22 –	Distribuição em peso do Ferro, Zinco e Silício nas frações de PAE	64
Figura 23 –	Imagens de MEV das partículas de PAE (Magnificação 300x)	65
Figura 24 –	Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-2 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x	66
Figura 25 –	Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-3 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x	67
Figura 26 –	Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-4 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x	68
Figura 27 –	Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-5 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x	69
Figura 28 –	Imagens de MEV das partículas de PAE observadas na Fração PAE-5. (A) Magnificação 3.000x e (B) Magnificação 140.000x	70
Figura 29 –	Morfologia para diferentes partículas do PAE	71
Figura 30 –	Difratogramas obtidos para as frações de PAE-2 (A) e PAE-3 (A)	72
Figura 31 –	Difratogramas obtidos para as frações de PAE-4 (A) e PAE-5 (A)	74
Figura 32 –	Distribuição do tamanho das partículas para os pós após MAE	75
Figura 33 –	Imagens de MEV da morfologia do pó de AA7075 (A) Magnificação 300x e (B) Magnificação 1.000x	77
Figura 34 –	Imagens de MEV da morfologia do compósito Al-10/%EAFD (A) Magnificação 300x e (B) Magnificação 2.000x	78

Figura 35 –	Difratograma para a liga AA7075 e Al-n%EAFD (n= 5, 10, e 15%) para 1 hora de moagem de alta energia	79
Figura 36 –	Morfologia do compósito Al-10%EAFD sinterizado fabricado por MP (A) Magnificação 500x, (B) Magnificação 2000x	80
Figura 37 –	Microrregiões para análise química por EDS (A). Percentual dos elementos presentes nas microrregiões analisadas (B)	81
Figura 38 –	Valores de microdureza para as amostras fabricadas por Metalurgia do pó	81
Figura 39 –	Módulo de Armazenamento (GPa) x Temperatura (°C)	84
Figura 40 –	Difratogramas para a liga AA7075 como recebida e para o compósito Al-5%EAFD sinterizado	85
Figura 41 –	Imagens de MEV da liga AA7075 sinterizada por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 500x	86
Figura 42 –	Imagens de MEV do compósito Al-10%EAFD sinterizado por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 2000x	87
Figura 43 –	Imagens de MEV do compósito Al-15%AEFD sinterizado por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 2000x	88
Figura 44 –	Valores de microdureza para as amostras fabricadas por Sinterização por plasma pulsado	89
Figura 45 –	Comparativo do valor de dureza para os compósitos fabricados por MP e SPS	90

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 –	Faixa de elementos presentes na poeira de aço carbono de fornos elétricos	22
Tabela 2 –	Distribuição das fases mineralógicas dos principais elementos presentes no pó de aciaria	23
Tabela 3 –	Características do alumínio e importância relativa para aplicação em diferentes produtos	41
Tabela 4 –	Características do alumínio e importância relativa para aplicação em diferentes produtos	42
Tabela 5 –	Propriedades mecânicas típicas para a liga AA7075-T6	42
Tabela 6 –	CMA reforçados com resíduos	44
Tabela 7 –	Propriedades mecânicas típicas para a liga de alumínio fabricadas por Metalurgia do pó	44
Tabela 8 –	Composição química da liga AA7075	48
Tabela 9 –	Resumo do processo de produção dos pós de partida	51
Tabela 10 –	Composição química do PAE como recebido	59
Tabela 11 –	Massa e faixa granulométrica das frações obtidas através do método de método de peneiramento	60
Tabela 12 –	Evolução da distribuição do tamanho de partículas do PAE	62
Tabela 13 –	Distribuição dos elementos nas frações de PAE	63
Tabela 14 –	Análise semiquantitativa por EDS para as microrregiões identificadas na Figura 29	72
Tabela 15 –	Evolução da distribuição do tamanho de partículas para os pós após MAE	76
Tabela 16 –	Valores do Módulo de elasticidade para uma carga de 100mN	83
Tabela 17 –	Comparativo entre os parâmetros adotados para a fabricação dos compósitos	90

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Aluminum Association
ACP	Agente controlador do processo
CETENE	Centro de Tecnologia Estratégicas do Nordeste
CMA	Compósitos de matriz de alumínio
CMM	Compósitos de matriz metálica
DEMAT	Departamento de Engenharia de Materiais
DEMEC	Departamento de Engenharia Mecânica
DEMINAS	Departamento de Engenharia de Minas
DMA	Dynamic mechanical analysis
DRI	Direct reduced iron
DRX	Difração de raios X
EAFD	Electric arc furnace dust
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
EPO	European Patent Office
FAST	Field assisted sintering technique
FEA	Forno elétrico a arco
FRX	Fluorescência de raios X
INCO	International Nickel Company
INPI	Instituto Nacional de Propriedade Intelectual
IPC	International Patent Classification
HF	Ácido fluorídrico
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MAE	Moagem de alta energia
NBR	Norma Brasileira
NCMM	Nanocompósito de matriz metálica
PAE	Pó de aciaria elétrica
PAS	Plasma Activated Sintering
PECS	Pulsed electric current sintering
SPS	Spark plasma sintering
RDI	Reduction disintegration index

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	JUSTIFICATIVA	16
1.2	OBJETIVO	17
1.2.1	Objetivos Específicos.....	17
2	REFERENCIAL TEÓRICO	18
2.1	HISTÓRICO DA PRODUÇÃO DO AÇO POR PROCESSOS ELÉTRICOS	18
2.2	PRODUÇÃO DE AÇO A PARTIR DE FORNOS ELÉTRICOS A ARCO	19
2.3	PÓ DE ACIARIA ELÉTRICA	21
2.3.1	Mecanismos de formação do pó de aciaria elétrica.....	24
2.4	METALURGIA DO PÓ	26
2.4.1	Características dos pós	27
2.4.2	Mistura dos pós	28
2.4.3	Moagem de alta energia	30
2.4.4	Moinho SPEX	34
2.5	SINTERIZAÇÃO POR PLASMA PULSADO	35
2.5.1	Características dos pós	36
2.6	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS	40
2.6.1	Ligas de alumínio	41
2.7	COMPÓSITOS DE MATRIZ DE ALUMÍNIO	43
2.8	ESTUDOS ENVOLVENDO A UTILIZAÇÃO DE PAE E MATERIAIS COMPÓSITOS DE ALUMÍNIO	45
3	METODOLOGIA	48
3.1	MATERIAIS	48
3.2	MÉTODOS	48
3.2.1	Espectrometria por Fluorescência de raios X (FRX)	48
3.2.2	Análise granulométrica por peneiramento	49
3.2.3	Distribuição do Tamanho de Partículas	49
3.2.4	Difração de raios X (DRX)	50
3.2.5	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de energia dispersiva (EDS)	50

3.2.6	Moagem de alta energia (MAE)	50
3.2.7	Caracterização dos pós de partidas após MAE	52
3.2.8	Fabricação do compósito por Metalurgia do pó	52
3.2.9	Fabricação do compósito por Sinterização por plasma pulsado	53
3.2.10	Difração de raios X dos compósitos sinterizados	54
3.2.11	Preparação metalográfica e Caracterização Microestrutural	55
3.2.12	Propriedades Mecânicas	56
4	RESULTADOS	59
4.1	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX) DO PAE	59
4.2	SEPARAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO	60
4.3	DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS	61
4.4	FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DAS FRAÇÕES	63
4.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	64
4.6	DIFRAÇÃO DE RAIOS X	72
4.7	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA	75
4.8	COMPÓSITOS FABRICADOS POR METALURGIA DO PÓ	79
4.9	COMPÓSITOS FABRICADOS POR SINTERIZAÇÃO POR PLASMA PULSADO	85
4.10	COMPARATIVO ENTRE OS COMPÓSITOS PROPOSTOS PELAS TÉCNICAS DE MP E SPS	89
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	91
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	92
	REFERÊNCIAS	93
	APÊNDICE A – EFEITO DO PAE EM COMPÓSITO METÁLICO	103
	APÊNDICE B – CARACTERIZAÇÃO DO PAE	104

1 INTRODUÇÃO

Os resíduos sólidos industriais têm se tornado objeto de preocupação mundial, tanto em função do aumento do consumo de matérias-primas, como pelos seu crescentes índices de volume de produção. Devido ao maior rigor das leis ambientais vigentes, é de interesse das usinas siderúrgicas a busca por alternativas tecnológicas e economicamente viáveis para a reciclagem dos resíduos gerados durante o processo de fabricação do aço (LEDESMA *et al.*, 2017; BAKKAR, 2014).

As usinas siderúrgicas integradas utilizam principalmente cinco grupos distintos de insumos em seu processo produtivo: matérias-primas sólidas, ar, água, combustível e energia, entretanto, esses insumos também são responsáveis pela geração de diversos tipos resíduos sólidos, os quais são gerados em grandes quantidades. Estima-se que sejam geradas entre 2 a 4 toneladas de resíduos para cada tonelada de aço produzido, entre os quais, podem-se destacar as lamas, pós e escórias (DAS, *et al.*, 2007).

O Pó de aciaria elétrica (PAE) é um dos resíduos sólidos produzidos em Fornos elétricos a arco (FEA) durante a fusão de sucata, adicionada como principal material de carga. Muitos componentes da carga metálica incluem em sua composição zinco e chumbo, os quais são volatilizados. O PAE é formado a partir da conversão dos vapores em pó através da aglomeração de partículas e de transformações químicas e físicas, sendo posteriormente recolhido por um sistema de coleta de gases e materiais particulados, sendo definido, de modo geral, como um material rico em metais ferrosos e não ferrosos, composto por óxidos de ferro, zinco, cálcio, sílica, além de componentes tóxicos como chumbo, cádmio e cromo (OMRAN & FABRITIUS, 2017; BUI *et al.*, 2015; BAKKAR, 2014; GRILLO *et al.*, 2013; ROCHA & CASTRO, 2013).

Os resíduos sólidos gerados no processo produtivo do aço podem ter basicamente três destinos: o descarte, o reaproveitamento interno ou reaproveitamento externo. O descarte puro e simples de resíduos tem sido cada vez mais desestimulado, principalmente devido às normas ambientais mais rígidas, a diminuição de áreas disponíveis para sua deposição, em função do volume gerado e o alto custo desta prática. O reaproveitamento dos resíduos tem sido apontado como uma alternativa interessante para o problema em questão, quer seja pela redução da extração de matérias-primas ou pela redução dos custos globais da cadeia produtiva do aço (BAJAY, 2009; ITO & TAKANO, 2005).

A gestão e o processamento adequado desses resíduos possibilitam a sua inserção na cadeia produtiva como materiais alternativos, tanto reaproveitados internamente, quanto

externamente em outras cadeias, podendo assumir valor econômico importante ao invés do seu descarte, minimizando assim, os possíveis danos causados ao meio ambiente.

A utilização dos subprodutos do processo de fabricação do aço, bem como aqueles oriundos dos processos metalúrgicos, vem sendo amplamente utilizados para aplicações industriais sofisticadas. Esses subprodutos têm sido cada vez mais empregados como alternativa ao desenvolvimento de materiais compósitos que apresentem alta resistência e baixa densidade (ALVES, *et al.*, 2018; PRASAD *et al.*, 2013; SELVAM *et al.*, 2013; FLORES-VÉLEZ, 2001).

As ligas de alumínio reforçadas com partículas são universalmente conhecidas como Compósitos de Matriz de Alumínio (CMA). Os CMA se tornaram materiais estratégicos em virtude de suas propriedades superiores, tais como alta resistência ao desgaste, baixa expansão térmica e alta relação resistência/peso (THIRUMOORTHY *et al.*, 2018). Uma vez que o alumínio puro apresenta baixa resistência mecânica, a inserção de novas partículas resulta em um reforço significativo na matriz em comparação às ligas convencionais, o que tem favorecido progressivamente a aplicação dos CMA nas indústrias automotivas, marítima e nuclear em substituição as ligas de alumínio (DINAHARAN, *et al.*, 2016; ADEOSUN, *et al.*, 2015).

Explorar os benefícios dos CMA e produzi-los, possuindo propriedades superiores a um preço econômico continua sendo uma atividade complexa. Assim, o custo de produção pode ser controlado mediante a utilização de reforços econômicos, quando comparados aos reforços tradicionais, ou através de técnicas que favoreçam a melhoria das propriedades do material fabricado. A sinterização de compósitos reforçados por resíduos ferrosos através da técnica de sinterização a plasma pulsado (SPS – *Spark plasma sintering*) ainda tem sido pouco explorada, pois, grande parte da literatura a respeito deste campo de estudo destina esforços à sinterização de nanocompósitos cerâmicos, ligas de metal duro, vidros metálicos ou revestimentos compósitos bem como pela produção de materiais compósitos pela técnica de metalurgia do pó convencional (CHU *et al.*, 2015; WANG, *et al.*, 2014; SASAKI, *et al.*, 2009; LAURENT *et al.*, 2008). Diante do exposto, propõem-se o estudo do efeito da adição de partículas de PAE em compósitos de matriz de alumínio, a fim de se obter um novo material com propriedades mecânicas superiores ou similares aos compósitos de alumínio com reforços já amplamente aplicados no mercado.

1.1 JUSTIFICATIVA

As usinas siderúrgicas constituem um dos grandes pilares da indústria brasileira, com forte presença tanto no mercado interno quanto nas exportações. Sua elevada importância econômica e seus significativos impactos ambientais, as tornam com frequência, objeto de debates, nos quais políticas públicas são sugeridas no sentido da sua expansão, ao mesmo tempo em que organizações sociais fazem restrições de cunho ambiental às suas atividades (BAJAY, 2009).

A produção de aço bruto atingiu o valor de 1,69 bilhão de toneladas no mundo no ano de 2017, especificamente no Brasil, a produção de aço registrou valor de 34 milhões de toneladas no referido ano (WSA, 2018). Especificamente no processo de produção do aço por forno elétrico a arco estima-se uma geração entre 15 a 25 kg de pó de aciaria por tonelada de aço (HAVLIK *et al.*, 2006).

Órgãos internacionais têm destacado a importância especial da gestão de resíduos, através da sua recuperação e utilização como matéria-prima secundária como alternativa a escassez de recursos naturais (LUNAR *et al.*, 2019). Entre os métodos sugeridos para a reciclagem do PAE, os processos pirometalúrgicos ainda são os únicos amplamente aplicados na indústria. No entanto, cerca de 60% deste resíduo gerado em todo o mundo ainda encontra-se estocado em pátios (DUTRA *et al.*, 2006; SEETHARAMAN, 2014; GUÉZENNEC, *et al.*, 2005). Em função do volume de matéria-prima e outros insumos empregados no processo, a questão deste resíduo não possuir uma destinação ambiental adequada não só é um desperdício de recursos, mas também um custo adicional, e um potencial impacto ambiental adverso (ARAUJO & SCHALCH, 2014).

A utilização do pó de aciaria como reforço em compósitos de matriz de alumínio se apresenta como uma alternativa econômica quando comparado aos reforços tradicionalmente utilizados, tais como o Carbetto de silício (SiC), Óxido de alumínio (Al_2O_3) e o Carbetto de Titânio (TiC), além de influenciar a resistência ao desgaste e dureza quando comparado com as ligas não reforçadas (FLORES-VÉLEZ, *et al.*, 2001; ADEOSUN, *et al.*, 2012).

O uso da técnica de metalurgia do pó permite o reaproveitamento de resíduos metálicos no estado sólido possibilitando sua conversão em produtos em produtos úteis, através da redução simultânea dos óxidos dos pós do resíduo metálico, bem como sua consolidação durante a sinterização. Por sua vez, o processo de Sinterização por Plasma Pulsado (*Spark Plasma Sintering* – SPS) permite a utilização de temperaturas mais baixas e tempos menores, possibilitando a densificação do material com pequeno crescimento de grãos, quando

comparado às técnicas tradicionais de sinterização. Apesar da temática do reaproveitamento dos resíduos sólidos industriais ser amplamente conhecida, a obtenção de materiais compósitos sinterizados por SPS não tem recebido atenção significativa na literatura recente (RANE & DATE, 2015; TROMBINI *et al.*, 2007).

1.2 OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo principal a produção de um compósito de matriz metálica de alumínio AA7075 reforçado com pó de aciaria pelas técnicas de metalurgia do pó convencional e sinterização a plasma pulsado.

1.2.1 Objetivos específicos

- Caracterizar as propriedades do PAE, oriundo do processo de fabricação de aço carbono, através de análises química, cristalográfica e morfológica, através das técnicas de Fluorescência de raios X (FRX), distribuição de tamanho de partícula, Difractometria de raios X (DRX), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectrometria de energia dispersiva de raios-x (EDS);
- Avaliar a influência da inserção de diferentes percentuais de PAE nas propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade dos compósitos metálicos fabricados pelas duas técnicas de processamento;
- Realizar uma análise comparativa dos parâmetros de cada processo produtivo e resultado obtido para cada compósito.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

Esta seção se destina a fornecer uma visão abrangente a cerca das áreas do conhecimento do objeto de estudo deste trabalho.

2.1 HISTÓRICO DA PRODUÇÃO DO AÇO POR PROCESSOS ELÉTRICOS

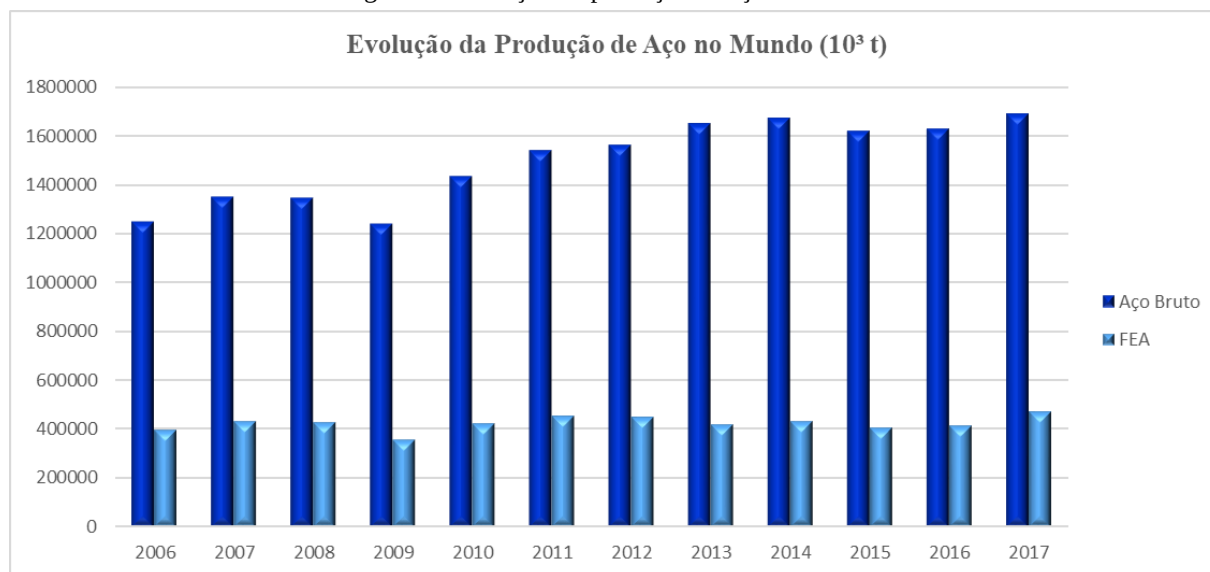
A produção do aço através dos processos elétricos é bastante recente, cerca de 100 anos a partir dos primeiros ensaios de fusão da carga metálica utilizando energia elétrica. Durante esse período, grandes avanços foram alcançados tanto em equipamentos, quanto nas práticas de fusão, matérias-primas e produtos (SEETHARAMAN, 2014).

O Forno Elétrico a Arco (FEA) aplicado na siderurgia foi criado em 1889 por Paul Heróult, passando a ser utilizado no início do século XX quando a geração de energia elétrica começou a se tornar relativamente mais barata. Os fornos desenvolvidos na primeira geração tinham capacidade entre 1 e 15 toneladas, sendo voltados para a produção de aços especiais que exigiam altas temperaturas e longos tempos de refino. O projeto dos fornos elétrico a arco mudou consideravelmente nas últimas décadas. A ênfase tem sido dada ao aumento da capacidade produtiva, aumento das taxas de entrada de energia para o forno, bem como na velocidade dos movimentos do forno de modo a minimizar o tempo de desligamento em suas operações (SEETHARAMAN, 2014; FRUEHAN, 1998).

Nas décadas de 60 e 80, o FEA passou a ocupar outros nichos, tornando-se uma unidade de fusão para as *mini-mills* e fabricação de tarugos para a produção de vergalhões. Posteriormente, em função dos curtos tempos exigidos, o FEA se reinventou como unidade única de fusão, sendo o refino do aço transferido para o forno panela. Com o passar dos anos, a participação do FEA na produção total de aço tem aumentado em detrimento da produção integrada de ferro e aço, tendência essa a qual continuará, principalmente na América do Norte, Europa e Japão (SEETHARAMAN, 2014; XIA & PICKLES, 1999).

A Figura 1 apresenta a evolução da produção no mundo de aço bruto e o aço produzido através do FEA. O aço bruto compreende a todas as qualidades de aço, como aço carbono, aço inoxidável e outras ligas. O uso do forno elétrico na produção mundial de aço aumentou de 14% em 1970 para 34% em 1998, correspondendo 27% do total de aço produzido na última década. A produção de aço no Brasil por meio do forno elétrico a arco nesse mesmo período tem se mantido estável e seguindo a tendência mundial, representando cerca de 28% do total de aço produzido (WSA, 2018).

Figura 1– Evolução da produção de aço no mundo.

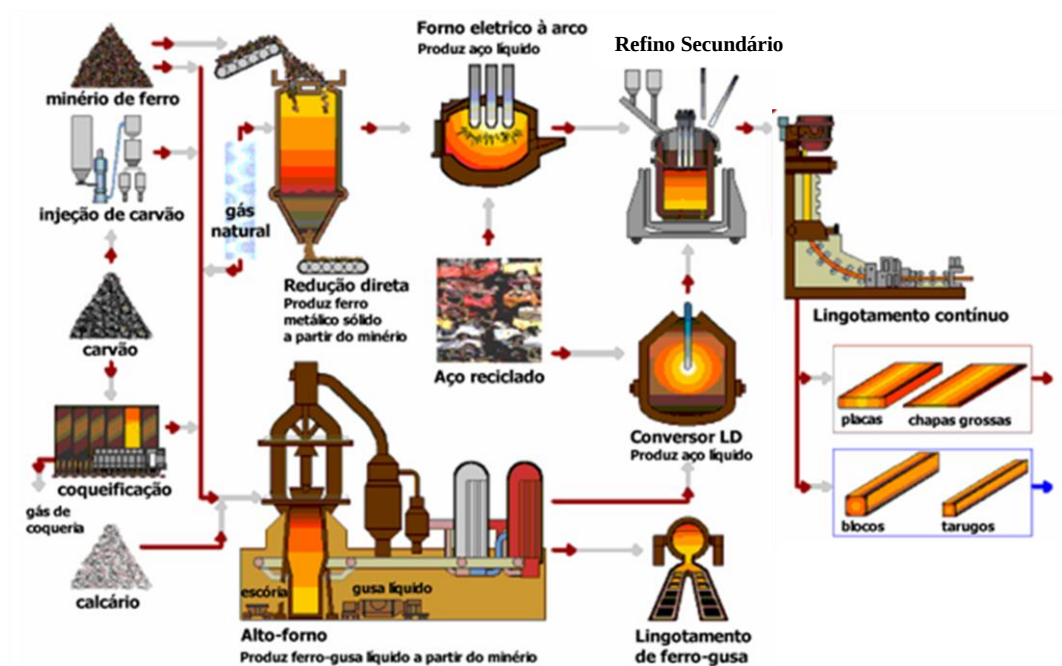


Fonte: adaptado de WSA, 2018.

2.2 PRODUÇÃO DE AÇO A PARTIR DE FORNOS ELÉTRICOS A ARCO

A transformação do gusa líquido ou sólido, bem como da sucata em aço líquido ocorre mediante duas rotas distintas de processamento apresentadas na Figura 2, tal transformação ocorre em aciarias a oxigênio ou em aciarias elétricas.

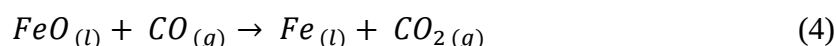
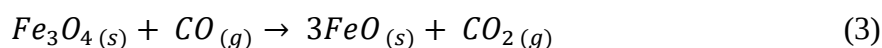
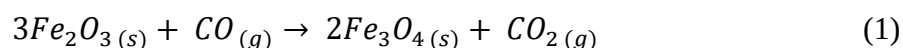
Figura 2 – Fluxograma esquemático do processo de obtenção do aço.



Fonte: adaptado de Seetharaman, 2005.

O ferro gusa é produzido em altos-fornos mediante a redução em altas temperaturas do minério de ferro sinterizado ou granulado por meio do monóxido de carbono (CO) formado pela reação do coque do ar quente soprada no alto-forno.

A redução do óxido de ferro envolve reações com agentes redutores durante as quais o número de átomos de oxigênio pelo número de átomo de ferro sofre alterações significativas enquanto se transformam de óxidos estáveis em ferro puro. A redução sequencial de Hematita (Fe_2O_3) $\rightarrow$ Magnetita (Fe_3O_4) $\rightarrow$ Wustita (FeO) $\rightarrow$ Ferro puro (Fe) pode ocorrer de duas formas, denominadas de redução direta e indireta. Na redução carbotérmica indireta, o monóxido de carbono formado reduz o óxido de ferro, enquanto que na redução direta, o carbono sólido, que pode se encontrar na forma de coque, carvão mineral ou vegetal entra em contato com o óxido de ferro (RANE & DATE, 2015), conforme as Equações 1, 2, 3 e 4 (ROCHA & CASTRO, 2013; MOURÃO, 2007):



A segunda etapa do processo é denominada de Refino, em que o produto gerado – ferro gusa ou ferro esponja (DRI – *direct reduced iron*) – é encaminhado para aciaria e misturado à sucata e demais matérias-primas para serem transformados em aço, sendo a sucata o principal material de carga do FEA (BAKKAR, 2014; SOFILIC, *et al.*, 2004; XIA & PICKLES, 1999).

Diferente de outros países, o Brasil desponta em relação a avanços tecnológicos de operação de FEA com gusa sólido e líquido, chegando a compor cerca de 30% da carga metálica do FEA. Tais avanços foram impulsionados devido ao histórico de carência de sucatas, em função do baixo consumo per capita de aço verificado ao longo de décadas, visto que no Brasil o consumo de aço não alcança 100 kg/por habitante (CHEVRAND, 2016).

A sucata que compõem a carga metálica do FEA pode ser dividida em três classes em virtude de sua origem (SEETHARAMAN, 2014):

- Sucata de obsolescência: origina-se da coleta de produtos colocados em desuso, como máquinas, carros, fogões, etc.;
- Sucata externa ou de processamento: origina-se das atividades industriais, como processamento de chapas e barras;

- Sucata interna ou de retorno: origina-se na usina siderúrgica, durante o processo de fabricação dos mais variados tipos de aço, como por exemplo, cavacos, aparas, aços fora de faixa, etc.

As transformações físicas e químicas que ocorrem durante o processamento da sucata de ferro permitem a obtenção de produtos úteis e com propriedades comparáveis quando fontes originais são utilizadas. Desse modo, mais de 400 milhões de toneladas de sucata metálica são frequentemente recicladas em todo mundo por ano, resultando em grande economia de energia de processamento de material de fontes secundárias .

2.3 PÓ DE ACIARIA ELÉTRICA

O setor industrial produtor de aço é responsável por gerar uma ampla variedade de resíduos, sejam eles sólidos, líquidos e gasosos em suas várias etapas de processamento. Entre eles, os principais poluentes estão associados às emissões atmosféricas, como os pós e óxido de carbono (II), óxidos de nitrogênio e compostos orgânicos voláteis (VIEIRA *et al.*, 2013; SOFILIC *et al.*, 2004).

Existem diferentes tipos de pós oriundos da produção de aço classificados em função de sua unidade de processamento, são eles: pó de aço inoxidável, de aço carbono e de ferro-ligas (OMRAN & FABRITIUS, 2017). O Pó de Aciaria Elétrica (PAE) é um resíduo sólido gerado através do forno elétrico durante o processo de fusão das matérias-primas, em que a sucata metálica corresponde a maior parte do material de carga (ARAÚJO & SCHALCH, 2014; SEETHARAMAN, 2014; XIA & PICKLES, 1999).

A composição do pó produzido é extremamente variável e influenciado principalmente pelo tipo de aço a ser fabricado, pela natureza e quantidade de sucata e adições de liga que constituem parte da carga. Além dos fatores relacionados às matérias-primas, os fatores operacionais também influenciam a composição resíduo gerado, como tipo de forno, ciclo operacional e eficiência do sistema de limpeza de gases (NYIRENDA, 1991).

O PAE é um subproduto de difícil reciclagem, pois a sucata contém não apenas óxidos de ferro em sua composição, ainda estão presentes componentes voláteis, como zinco, chumbo e cádmio, além de menores porcentagens de elementos como manganês, cálcio, sódio, potássio, cromo, níquel, cobre, magnésio, silício, flúor e cloro (Tabela 1). Esta combinação de elementos complica qualquer processo que seja desenvolvido para recuperar qualquer metal de interesse (HAVLIK *et al.*, 2006; GUÉZENNEC *et al.*, 2005; XIA & PICKLES, 1999).

Tabela 1 – Faixa de elementos presentes na poeira de aço carbono de fornos elétricos.

ELEMENTO	PORCENTAGEM (%peso)
Ferro	10,0 - 47,0
Zinco	11,0 - 46,0
Cálcio	1,0 - 10,0
Sódio	0,1 - 2,4
Silício	0,1 - 2,5
Magnésio	0,1 - 3,0
Potássio	0,06 - 1,0
Chumbo	0,5 - 3,8
Alumínio	0,1 - 1,0
Cobre	0,01 - 2,3
Manganês	2,4 - 4,6
Cádmio	0,01 - 0,3
Cromo	0,06 - 0,6
Níquel	0,01 - 0,1

Fonte: Havlik, *et al.*, 2006; Nyirenda, 1991.

O zinco está presente no PAE na forma de franklinita, partículas de ferrita ricas em zinco (espinélio – ZnFe_2O_4), ou ferritas com metais isomorficamente substituídos $(\text{Zn}_x, \text{Me}_y)\text{Fe}_2\text{O}_4$, onde $\text{Me} = \text{Mn}, \text{Co}, \text{Ni}, \text{Cr}, \text{etc.}$, e zincita (ZnO). Com exceção da franklinita, o ferro está presente principalmente na fase magnetita (Fe_3O_4), sendo então, constituído principalmente por óxidos de ferro e zinco. Além dos óxidos apresentados, o PAE possui ainda em sua composição, hematita (Fe_2O_3), carbono (coque), calcita (CaCO_3), sílica (SiO_2) e silicato de alumínio (HAVLIK *et al.*, 2006; XIA & PICKLES, 1999). A Tabela 2 apresenta as principais fases presentes no PAE descritas na literatura.

Consistente com o seu modo de formação numa atmosfera oxidante, aproximadamente 95% da poeira é constituída por espécies óxidas, os 5% restantes são compostos por fluoretos de Na, K, Ca, Mg, silicatos complexos e pequenas quantidades de carbonetos e sulfetos (NYIRENDA, 1999).

Tabela 2 – Distribuição das fases mineralógicas dos principais elementos presentes no pó de aciaria.

ELEMENTOS	FASES QUE CONTÊM OS ELEMENTOS
Fe	Magnetita é a fase predominante, em que os cátions de Fe^{+2} , podem ser substituídos por Zn, Mg, Cu, Cr, Mn, etc. O Fe também pode se encontrar na forma de hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), wustita e na forma metálica.
Zn	50-80% de Zn ocorrem como ZnO. Principalmente associado ao Fe na forma de espinélio, ZnFe_2O_4 . Pequenas quantidades de zinco podem estar ainda na forma de silicatos, sulfatos ou aluminatos.
Cd	Distribuição não muito bem estabelecida, mas possivelmente como o zinco, considerando algumas semelhanças entre os dois elementos.
Pb	Ocorre principalmente como óxido. Também pode ocorrer como PbSO_4 e PbCl_2 .
Cr, Ni, Mn	Substituto do Fe na fase Fe_3O_4 . Algum Cr pode também estar como Cr_2O_3 .
Ca	Ocorre na forma Ca e CaCO_3 , principalmente; e ainda, como fluorita, ferrita ou silicato.

Fonte: Sofilić et al., 2004; Nyirenda, 1999.

O PAE de baixo teor de zinco (menor que 15%) pode ser reciclado como carga de FEA ou de alto-forno. Entretanto, o uso de pós de alto teor de zinco (maior que 15%) como carga do alto-forno, pode originar consequências indesejáveis, como a formação de crostas nas paredes do forno, o que interferiria o funcionamento normal. Além disso, o zinco penetra o revestimento do forno levando ao seu ataque (BAKKAR, 2014). Uma vez que a utilização de sucata de aço galvanizado dos automóveis tem aumentado, logo, a concentração de zinco nos pós também aumentará (XIA & PICKLES, 1999).

Em função de sua composição o PAE é classificado, segundo os critérios estabelecidos pela NBR 10004:2004 (Norma Brasileira), como um resíduo Classe I – Perigoso, de uma fonte específica, de código de identificação K06, para lodos e pós provenientes do sistema de controle emissão de gases empregados na produção de aço primário em fornos elétricos, tendo como característica de periculosidade a toxicidade em função da presença de elementos como Zn, Pb e Cd (ARAÚJO & SCHALCH, 2014; GUÉZENNEC *et al.*, 2005). A periculosidade do resíduo está associada a característica em função de suas propriedades físicas, químicas ou infecto-contagiosas, relacionados tanto à saúde pública, seja pela inalação, ingestão ou absorção cutânea, resultando em efeito adverso, como tóxico, carcinogênico, mutagênico, teratogênico ou ecotoxicológico, quanto os riscos ambientais, quando este não for gerenciado de forma inadequada (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2004). Assim como no Brasil, a

Agência de Proteção Ambiental (*Environmental Protection Agency* – EPA) dos Estados Unidos também classifica o PAE como um resíduo perigoso.

Aproximadamente 60% em peso deste resíduo gerado em todo mundo continua tendo como destino principal a estocagem, entretanto, em função dos elementos tóxicos presentes em sua composição, os quais lixiviam e migram para águas subterrâneas, se torna necessário seu tratamento antes do aterramento ou estocagem em locais apropriados e protegidos da chuva (BAKKAR, 2014).

2.3.1 Mecanismos de formação do pó de aciaria elétrica

O PAE é o produto final de uma série de fenômenos e transformações físico-químicas as quais é submetido no seu processo de formação. A coleta do PEA é realizada pelo sistema de exaustão localizado na abóboda do forno. Durante o processo, os vapores formados são extraídos juntamente com as partículas arrastadas pelo fluxo de gás do sistema de extração de fumos. Posteriormente, é resfriado e recolhido em filtros de manga (GUÉZENNEC *et al.*, 2005).

Estudos sobre a morfologia do resíduo indicaram que seu processo de formação ocorre em duas etapas. A primeira etapa consiste na emissão da parte chamada de pó precursor, identificado como partículas de óxidos de ferro, CaO e ZnO, sendo consequências comuns e naturais do processo, e tendo suas origens na carga metálica e adições de cal no forno e escória, na forma de gotas metálicas, vapores e partículas sólidas no forno. Na segunda etapa, ocorre a conversão destas partículas em pó por aglomeração (SEETHARAMAN, 2014; GUÉZENNEC *et al.*, 2005).

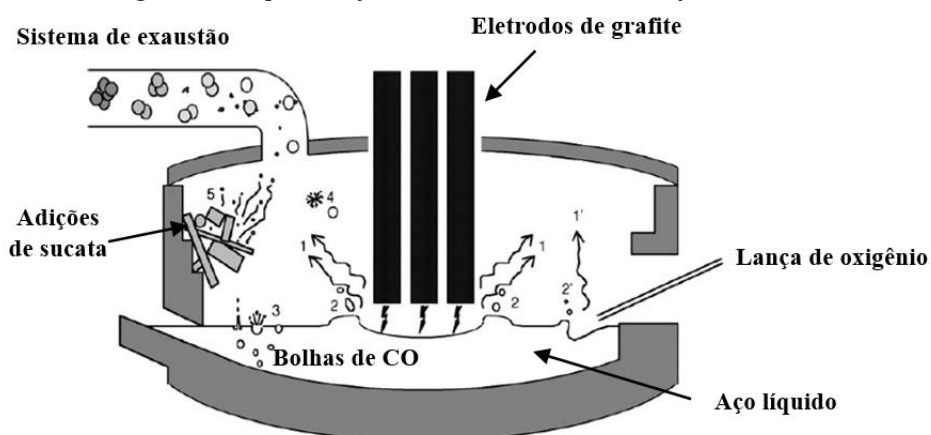
As partículas de resíduo existem como agregados individuais muito finos. O estudo da morfologia das partículas permite distingui-las em duas categorias: partículas grandes, de algumas dezenas de milhares de micrômetros (comumente entre 200 a 20 μm), e partículas mais finas, inferior a 20 μm . A distribuição do tamanho das partículas é heterogênea, com 60% das partículas entre 0,90 μm e 4,30 μm e diâmetro médio de 1,88 μm (ARAUJO & SCHALCH, 2014; GUÉZENNEC *et al.*, 2005; XIA & PICKLES, 1999).

Os diferentes tipos de partículas são formados mediante cinco mecanismos de emissão do pó precursor, apresentados na Figura 3, são eles (PICKLES, 2009; GUÉZENNEC *et al.*, 2005):

- Vaporização dos metais, especialmente localizados nos pontos quentes da zona do arco e na zona da lança de oxigênio, ocorrendo nas bolhas de CO (1);

- Projecção de gotículas de aço líquido nos pontos de impacto do arco e do jato de oxigênio (2);
- Projecção de gotículas finas por ruptura das bolhas de gás de monóxido de carbono proveniente (3);
- Ruptura de gotículas em contato com atmosfera oxidante no interior do forno (4);
- Arraste de partículas sólidas de baixa densidade adicionadas ao forno, tais como sucata, carvão, cal (5).

Figura 3 – Representação dos mecanismos de formação do PAE.

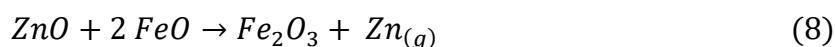
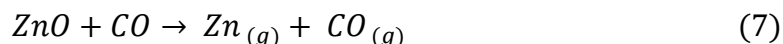
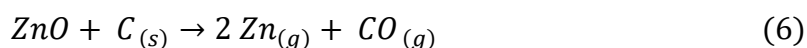
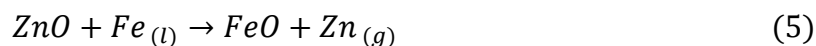


Fonte: adaptado de Guézennec *et al.*, 2005.

As emissões de pós estão associadas a todas as etapas de operação do forno elétrico. A volatilização e a ruptura das bolhas de CO foram indicadas como os mecanismos predominantes de emissão dos pós precursores, correspondendo a 27% e 60% dos pós gerados, respectivamente. Grande parte da projecção de gotículas na área do arco ou do jato de oxigênio não consegue ser capturadas pelo sistema de exaustão, em função do seu tamanho, e caem novamente no banho de aço líquido (GUÉZENNEC *et al.*, 2005).

Durante o processo de fusão da carga no FEA, o zinco é facilmente volatilizado em função do seu baixo ponto de ebulição (907 °C), e deixa o banho metálico juntamente com outras espécies volatilizadas. Posteriormente, quando em contato com FeO ou oxigênio, o zinco é oxidado formando ZnO, o qual passa para a escória. A temperaturas elevadas, quando em contato com Fe₂O₃ ou com Fe₃O₄, o ZnO forma rapidamente uma solução sólida de ZnFe₂O₄ (BAKKAR, 2014; SEETHARAMAN, 2014; LI & TSAI, 1993).

A redução do zinco e formação da franklinita ocorre de acordo com as Equações 5, 6, 7, 8 e 9 (WU *et al.*, 2014; GRILLO *et al.*, 2013; PICKLES, 2009).



2.4 METALURGIA DO PÓ

A Metalurgia do Pó (MP) em sua definição mais simples consiste em uma técnica de processamento pela qual um metal sólido, liga metálica ou cerâmica, na forma de uma massa de partículas secas, normalmente menor que 150 μm , é convertido em um componente de engenharia de forma predeterminada e possuindo propriedades que permitem que ele seja usado na maioria dos casos sem processamento adicional (THÜMMLER & OBERACKER, 1993).

A MP como técnica de processamento permite produzir formas complexas, que em quantidades, e para uma alta taxa de produção, proporcionam baixo custo, sendo um método adequado para aplicações comerciais (BAYAKATAR & KATUNDI, 2010). A produção de componentes fabricados próximos à forma final implica em economia de material, o que pode tornar os processos de MP competitivos em comparação com a rota convencional de fundição, forjamento ou usinagem (SEETHARAMAN, 2005).

Os processos de metalurgia do pó fornecem oportunidades que não estão disponíveis quando se utiliza o material na forma convencional, visto que, a fusão não é necessária para formar componentes complexos e a rápida solidificação típica da produção de pós permite o uso de composições altamente ligadas (AZEVEDO *et al.*, 2018). A MP consiste em quatro etapas (NASSAR & NASSAR, 2017; THÜMMLER & OBERACKER, 1993):

- Produção de pós;
- Mistura dos pós;
- Compactação do pó em uma matriz;
- e Sinterização.

A MP é uma técnica altamente desenvolvida para a fabricação de materiais compósitos (NASSAR & NASSAR, 2017), à medida que fornece uma melhor interligação das partículas através da fabricação de compactos verdes resistentes e densos (RANE & DATE, 2015). Os compostos de MP são usados em diversos segmentos, como energético, automotivo, aeroespacial, médico e para muitas aplicações, como fios de lâmpadas (por exemplo, W),

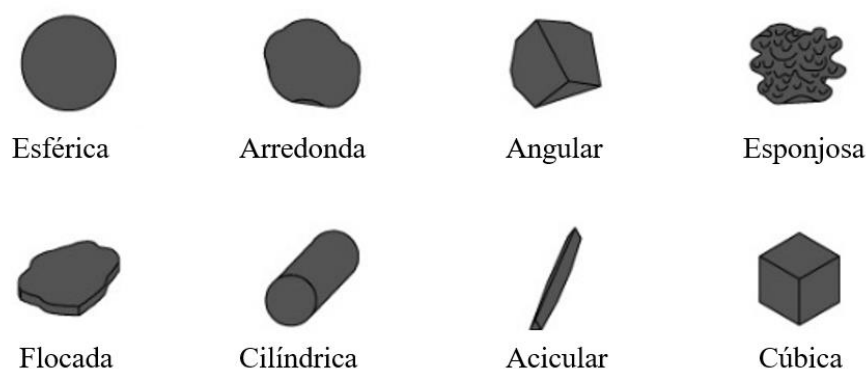
ferramentas (por exemplo, WC-Co), matrizes (por exemplo, aço rápido), rolamentos, engrenagens, freios, moldes de injeção, pás de turbinas a gás e implantes médicos (ligas de titânio por exemplo). Uma ampla gama de materiais pode ser processada por metalurgia do pó, como ligas leves (Al, Mg, Ti), aços inoxidáveis, aços rápidos, superligas à base de níquel e cobalto. Para metais refratários (por exemplo, W, Mo, Ta) a metalurgia do pó é o único meio econômico de produção devido a suas altas temperaturas de fusão. Além disso, os materiais produzidos por essa técnica apresentam uma microestrutura muito mais fina (até escala nano), comparada a metalurgia convencional (SEETHARAMAN, 2005).

2.4.1 Características dos pós

O conceito de pó pode ser definido como uma material sólido em partículas finamente divididas cujas dimensões são extremamente pequenas em comparação ao volume de todo o conglomerado. Dentre as propriedades do pó, características relacionadas a aspectos geométricos, como tamanho, forma da partícula e área superficial; além de aspectos como compressibilidade, porosidade e sinterabilidade são de grande importância na metalurgia do pó, de modo que o seu sucesso está fortemente relacionado as características apresentadas pelos pós (GROOVER, 2014; TSUKERMAN, 1965).

Em geral, as formas dos pós metálicos podem ser descritas como esférica, redonda, cilíndrica, esponjosa, acicular, flocada, cúbica, e angular, apresentadas na Figura 4 (CHIAVERINI, 2001). Havendo uma variação no formato das partículas em um conjunto de pós, assim como o tamanho da partícula nesse conjunto também pode variar (GROOVER, 2014).

Figura 4 – Morfologia de partículas metálicas.



Fonte: adaptado de Chiaverini, 2001.

A produção dos pós metálicos é uma das bases importantes para todo o campo da MP, uma vez que existem leis gerais que regem as relações entre as características do pó, as

condições sob as quais o pó é processado e as propriedades do produto acabado (TSUKERMAN, 1965). Cada método produz pós com propriedades físicas e tecnológicas definidas, podendo ser agrupados nas seguintes classes (CHIAVERINI, 2001):

- Reações químicas e decomposição;
- Atomização de metais fundidos;
- Deposição eletrolítica, e
- Processamento mecânico de materiais sólidos.

O formato desejado da partícula depende do processo utilizado para obter o produto final. Os pós esféricos são empregados em sinterização ou consolidação a quente (por exemplo, extrusão, prensagem isostática), entretanto, pós irregulares são necessários para garantir uma densidade a verde alta o suficiente após a prensagem a frio. Em comparação a outros tipos de pós, os pós atomizados são relativamente mais compactos, com uma elevada densidade de empacotamento e uma área superficial específica baixa, o que induz a boas características de fluxo, boa compressibilidade, porém uma baixa atividade de sinterização (SEETHARAMAN, 2005). Os pós fabricados por processo eletrolítico são normalmente dendríticos ou esponjosos, apresentam alto grau de pureza, boa compressibilidade e sinterabilidade. Em geral, compactações feitas de pós com material particulado dendrítico geralmente têm grande resistência mecânica (TSUKERMAN, 1965).

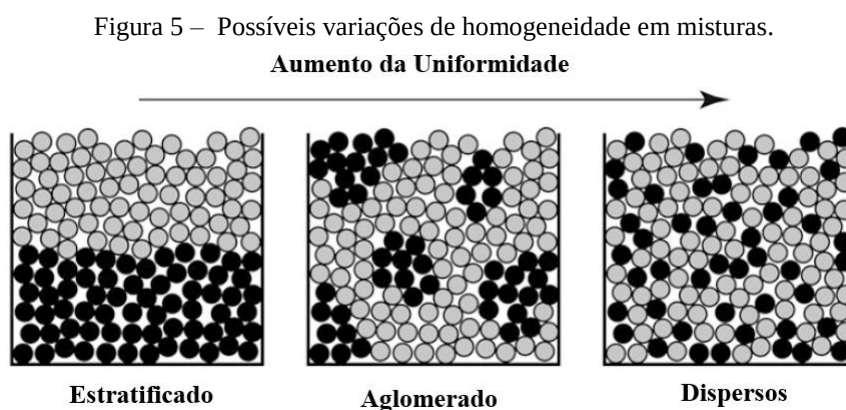
2.4.2 Mistura dos pós

Normalmente, os pós metálicos são fabricados por meio de processos especializados e, raramente são utilizados em seu estado puro, sendo comumente utilizados em misturas com outros pós metálicos e não-metálicos. Por isso, a classificação e misturas do pós é uma etapa de grande importância, pois possibilita características físicas e químicas específicas (TSUKERMAN, 1965).

A mistura consiste na operação em que dois ou mais pós de diferentes composições químicas são intimamente misturados ou dispersos um no outro. Por outro lado, para pós de composição nominal idêntica, esta é denominada de homogeneização. Tanto a homogeneização quanto a mistura têm como objetivo aumentar o contato entre as partículas. Quanto maior a uniformidade do tamanho das partículas do material a ser processado, maior será a possibilidade de se obter resultados mais uniformes (CHIAVERINI, 2001).

A realização da operação de mistura visa, assim, promover a distribuição mais uniforme das partículas dos componentes, uma vez que elas apresentam tendência natural a segregação.

A Figura 5 expõem representações esquemáticas das possíveis variações de uniformidade. A homogeneidade de uma mistura de pós está ligada à aleatoriedade de como os dois ingredientes estão dispersos, devendo apresentar aleatoriedade total e a mesma proporção de ingredientes em todas as regiões, por outro lado, uma mistura não homogênea tem variações de composição entre os pontos. No primeiro caso, os dois pós estão estratificados e apresentam baixa homogeneidade. No segundo, as partículas são agrupadas e não possuem dispersão homogênea, por fim, no terceiro caso, a mistura é homogênea com as partículas dos dois elementos dispersos e distribuídos uniformemente (GERMAN, 2016). Tem-se como exemplo, a mistura de uma carga composta por pós de cobre, estanho, ferro, silício, chumbo, zinco e grafite, em que as partículas pesadas de chumbo tendem a “afundar”, enquanto as partículas leves de grafite “flutuam” (TSUKERMAN, 1965).



Um agente controlador do processo (ACP), também referido como lubrificante ou surfactante, é adicionado aos pós metálicos durante a etapa de mistura ou moagem. O fenômeno de segregação tende a ocorrer naturalmente após a etapa de mistura, de modo que um ACP polimérico pode ser usado para evitar a separação natural das partículas (GERMAN, 2016). Na etapa de moagem, o ACP é utilizado para reduzir o efeito da soldagem a frio, podendo ser sólido, líquido ou gasoso (SURYANARAYANA, 2001).

Os ACP atuam como agentes de superfície ativa e se adsorvem na superfície das partículas do pó minimizando a soldagem a frio entre partículas e, desse modo, inibindo a aglomeração. Uma vasta gama de ACP tem sido utilizada na prática, em níveis de cerca de 1-5% em peso da carga total de pó, sendo os mais utilizados: o ácido esteárico, o hexano, o etanol e o metanol (SURYANARAYANA, 2001).

O processo de mistura pode ser realizado tanto a seco quanto a úmido. Esta última, implica na necessidade de um solvente ou polímero líquido adicionado para revestir as

partículas, reduzindo a soldagem a frio (GERMAN, 2016). Para as misturas úmidas, a fricção entre as partículas é reduzida pela ação do líquido, se obtendo uma distribuição mais uniforme entre os pós do que pelas misturas a seco. O álcool é comumente empregado como ACP líquido para mistura úmida. O uso de outros líquidos tem sido impossibilitado devido à necessidade do processo de secagem exigir uma grande quantidade de tempo e alta temperatura, o que pode resultar na oxidação dos pós. A mistura a úmido, através da moagem dos componentes, é frequentemente aplicada a pós finos de cerâmica ou de metal duro (THÜMMLER & OBERACKER, 1993; TSUKERMAN, 1965).

Além do ACP, as demais etapas requerem a adição de outros aditivos, também adicionados na etapa de mistura, os quais podem estar temporariamente presentes durante algumas etapas do processo, sendo posteriormente removidos, ou ainda, adições de ligas, que permanecem no material durante todo o processo. Os aditivos temporários desempenham o papel de lubrificante, plastificante e ligante. Os lubrificantes e plastificantes facilitam o movimento das partículas quando sob a ação de forças externas, reduzindo o atrito entre as partículas e as paredes da matriz. Os aglutinantes melhoram a resistência dos compactados verdes, os quais devem suficientemente resistentes para suportar as tensões requeridas durante a ejeção da matriz, no caso de uma prensagem uniaxial, ou durante o manuseio (THÜMMLER & OBERACKER, 1993). A quantidade e a natureza dos lubrificantes ou plastificantes variam de acordo com o processo de conformação. Os lubrificantes mais utilizados são o ácido esteárico, esterato de zinco, estereato de lítio e ceras sintéticas, tipicamente variando entre 0,5% a 1,5% em peso. O emprego do lubrificante é sempre necessário, contudo é importante que se conheça os seus efeitos na mistura, sua remoção na fase de sinterização, e sua influência nas propriedades finais do produto (CHIAVERINI, 2001). Os ligantes são necessários quando a adesão interpartículas formadas no compactado verde não são suficientes. Comumente, os aditivos temporários desempenham duas funções, como, por exemplo, plastificantes e ligantes (THÜMMLER & OBERACKER, 1993).

2.4.3 Moagem de alta energia

A moagem de alta energia (MAE) foi desenvolvida no final da década de 1960 por John Benjamin e outros pesquisadores nos laboratórios da *International Nickel Company* (INCO), a princípio para fabricação de superligas a base de níquel para aplicações na indústria aeroespacial (SURYANARAYANA, 1996), e evoluiu para o status comercial com a produção de ligas INCONEL (super ligas de níquel) e INCOLOY (Ni-Fe-Cr) mecanicamente ligadas e

reforçadas por óxidos dispersos (POOLE & FISCHER, 1994). Esse processo foi chamado inicialmente por Benjamin de “moagem/mistura”, entretanto, o advogado de patentes da INCO empregou o termo *Mechanical Alloying* para descrever o processo no pedido de patente, o qual permanece na literatura (SURYANARAYANA, 2001).

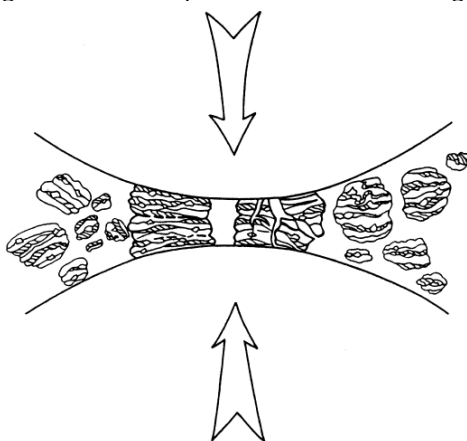
Dois termos são usados na literatura para descrever o processamento de pós em moinhos de bolas de alta energia. O termo *Mechanical Alloying*, pode ser compreendido, em uma tradução livre como Ligação mecânica ou Processo para obtenção de ligas por meios mecânicos, descrevendo o processo quando misturas de pós de diferentes metais ou ligas/compósitos são moídos em conjunto, a fim de se obter uma liga homogênea. Para pós de composição uniforme, como elementos puros, o termo empregado é *Mechanical milling*, ou Moagem mecânica (SURYANARAYANA, 1996).

A moagem de alta energia é uma técnica de processamento mecano-química de pós metálicos e/ou não metálicos, os quais são ativamente deformados repetidamente, envolvendo a soldagem, fratura e ressoldagem das partículas em um moinho de bolas de alta energia com a finalidade de se obter uma liga homogênea. A MAE tem sido usada para melhorar a distribuição de partículas em toda a matriz, além de ser capaz produzir ligas com fases estáveis e metaestáveis, soluções sólidas supersaturadas, fases quase-cristalinas e amorfas (FOGAGNOLO *et al.*, 2003; SURYANARAYANA, 2001; POOLE & FISCHER, 1994), além de ser o método dominante usado para processamento de pós nanocompósitos com partículas de fase rígida em material de matriz relativamente dúctil (ALIYU, *et al.*, 2015). Materiais processados por essa técnica apresentam características físicas e mecânicas melhoradas quando comparados aos materiais processados por solidificação convencional (SURYANARAYANA, 2001). Alguns aspectos que tornam a MAE uma técnica importante (SURYANARAYANA, 2001; POOLE & FISCHER, 1994):

- Produção de partículas de segunda fase de dispersão fina;
- Síntese de novas fases cristalinas e quase-cristalinas;
- Refino do tamanho de grão até a faixa nanométrico;
- Aplicável a sistemas de ligas complexos;
- Possibilidade de ligação de elementos difíceis de se ligarem;
- Extenso limite solubilidade sólida;
- Processo adaptável.

O processo de MAE começa com a mistura dos pós e seu carregamento no moinho juntamente com um meio moagem, geralmente esferas de aço. Durante a moagem de alta energia, as partículas de pó são repetidamente achatadas, soldadas a frio, fraturadas e ressoldadas, sempre que uma quantidade de pó fica presa entre duas esferas de aço que colidem (Figura 6).

Figura 6 – Colisão pó-esferas durante a moagem.



Fonte: Suryanarayana, 2001.

Os fenômenos gerais durante a redução do tamanho no estado sólido são baseados na mecânica da fratura: a nucleação de fissuras, seguida de sua propagação e fraturas, através das quais novas superfícies são formadas, acompanhado por aumentos locais de temperatura locais. As novas superfícies formadas permitem que as partículas se unam, e isso leva a um aumento no tamanho das partículas, uma vez que no estágio inicial de moagem elas são moles (para combinações de sistemas dúcteis-dúcteis ou dúcteis-frágeis). Sua tendência para se soldar e formar partículas grandes é alta, de modo que uma ampla gama de tamanhos de partículas se desenvolve, com algumas partículas atingindo até três vezes o tamanho das partículas iniciais. Com a deformação continuada, as partículas são endurecidas e fraturadas por um mecanismo de falha por fadiga e/ou pela fragmentação de partículas frágeis. Fragmentos gerados por este mecanismo podem continuar a reduzir em tamanho na ausência de forças de aglomeração fortes. Nesta fase, a tendência à fratura predomina sobre a soldagem a frio. Devido ao impacto contínuo das esferas de moagem, a estrutura das partículas é constantemente refinada. A diminuição adicional do tamanho médio das partículas só pode ocorrer quando esses processos citados inicialmente ocorrem. A energia cinética dentro do agregado de moagem é parcialmente transformada em tensões mecânicas no material a ser desintegrado. As forças que atuam nesses processos causam principalmente tensões de compressão e cisalhamento, aplicadas com o impacto ou tensões de ação lenta pelas esferas de moagem durante a rotação ou vibração do

recipiente de moagem, por exemplo (SURYANARAYANA, 2001; THÜMMER & OBERACKER, 1993).

A mistura é então moída, durante o período de tempo desejado até que um estado estacionário seja alcançado, quando a composição de cada partícula possuir a mesma proporção dos elementos na mistura do pó inicial. Assim, ao ligar mecanicamente os pós entre dois ou mais componentes, pode ocorrer a formação de solução sólidas, bem como, espera-se que a solubilidade sólida aumente com o tempo de moagem à medida que a difusão progride e alcance um nível de (super) saturação, além do qual não ocorre extensão adicional da solubilidade (SURYANARAYANA, 1996). O pó moído é então consolidado na forma requerida e tratado termicamente para obter a microestrutura e propriedades desejadas. Embora a MAE tenha provado ser bem sucedida para a preparação de pós, o uso de técnicas de consolidação pode alterar as propriedades do material (ALIYU, *et al.*, 2015).

Por se tratar de um processo complexo, a MAE envolve a otimização de um número de variáveis para alcançar a fase desejada do material e/ou microestrutura. A matéria-prima, o moinho, e as variáveis do processo são componentes importantes. Entre os parâmetros importantes que afetam a constituição final do pó podem-se destacar (SURYANARAYANA, 2001):

- Tipo de moinho;
- Recipiente de moagem;
- Velocidade de moagem;
- Tempo de moagem;
- Tipo, tamanho e distribuição de tamanho do meio de moagem;
- Razão de moagem;
- Atmosfera de moagem,
- Agente de controle de processo, e
- Temperatura de moagem.

O tempo de moagem é o parâmetro mais importante, variando com o tipo de moinho utilizado, intensidade de moagem, razão de moagem (relação massa de esferas-massa de pó), e a temperatura de moagem. Os tempos utilizados devem ser uma combinação dos parâmetros citados e o sistema de pó em questão, o qual deve ser moído apenas durante o tempo necessário, de modo a evitar a contaminação e formação de fases indesejáveis em moagens por períodos mais longos que o necessário. O material usado para o jarro de moagem é importante, visto que devido ao impacto do meio de moagem nas paredes internas do recipiente, algum material pode

ser incorporado ao pó. Por outro lado, na maioria dos casos, há pouca contaminação pelas esferas de aço, uma vez que um revestimento dinâmico se desenvolve, isolando as esferas de aço da carga de pó (SURYANARAYANA, 2001; POOLE & FISCHER, 1994).

2.4.4 Moinho SPEX

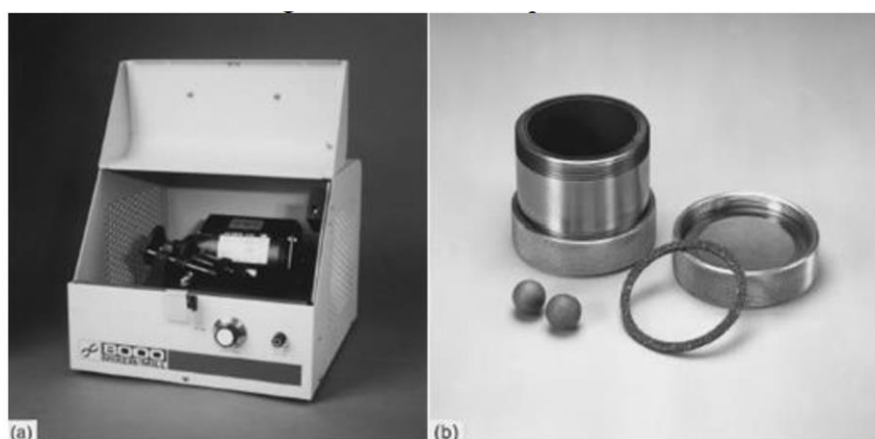
Diferentes tipos de equipamentos de moinhos de alta energia são usados para produzir pós mecanicamente ligados, os quais diferem entre si em relação a sua capacidade, eficiência de moagem, velocidade de operação, arranjos adicionais para resfriamento, aquecimento, etc. O moinho adequado deve ser selecionado levando em consideração o tipo e a quantidade da carga, e da constituição final necessária. Entre os moinhos de alta energia existentes podem-se destacar (SURYANARAYANA, 2001):

- Moinho Vibratório SPEX (*SPEX mixer mill*);
- Moinho de Bolas Planetário (*Planetary ball mill*);
- Moinho Atritor (*Attritor mill*)

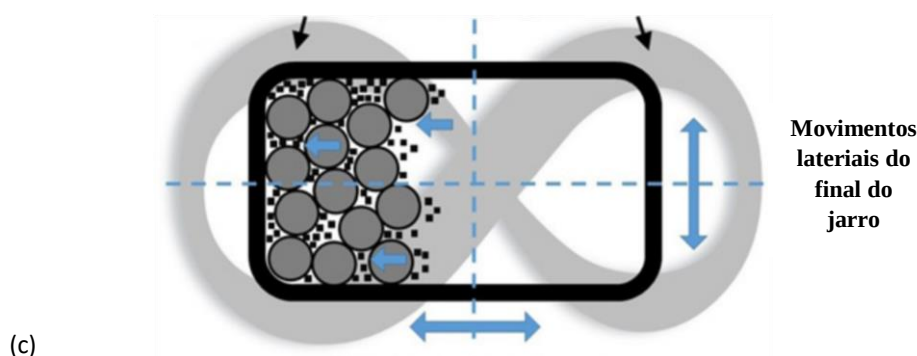
Os moinhos SPEX são mais comumente usados para análises e investigações laboratoriais, uma vez que sua capacidade de moagem é reduzida, moendo cerca de 10-20 g de pó por vez. O jarro contendo a amostra e as esferas é preso em braçadeiras, e agitado num padrão de movimento complexo que mistura oscilações para a frente e para trás com movimentos laterais curtos de milhares de vezes por minuto (Figura 7). Essa oscilação é combinada com movimentos laterais da extremidade do jarro, de modo a descrever um movimento em forma de oito ou em "sinal infinito". Com cada oscilação do jarro, as esferas entram em contato com a amostra e com o fundo do frasco, servindo tanto para moer como para misturar a amostra. As esferas apresentam velocidade e força de impacto em função da amplitude (cerca de 50 mm) e da velocidade (1200 rpm) do movimento (ZOLRIASATEIN *et al.*, 2018; SURYANARAYANA, 2001).

O jarro de moagem possui um design interno terminado de forma arredonda e pode ser fabricado a partir de uma variedade de materiais como aço ferramenta, aço temperado, aço inoxidável, aço cromo, aço-carboneto de tungstênio, aço para rolamentos, entre outros. Os projetos mais recentes dos moinhos SPEX prevêm jarros para moagem simultâneas, a fim de aumentar o rendimento, além da inserção de sistemas de resfriamentos para tempos longos de moagem (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 7 – Moinho do tipo SPEX (a); Acessórios de moinho: conjunto de jarro, tampa e esferas (b); Movimento realizado pelas esferas durante a moagem (c).



O jarro descreve uma figura em oito ou sinal de infinito à medida que se move



Fonte: Suryanarayana, 2001 e Zolriasatein *et al.*, 2018.

2.5 SINTERIZAÇÃO POR PLASMA PULSADO

A Sinterização por plasma pulsado (SPS – *Spark plasma sintering*) é uma técnica de processamento que possibilita a consolidação e sinterização de materiais densos a partir de pós em baixas temperaturas e períodos de tempos curtos, e caracterizada pela aplicação simultânea de pressão uniaxial e corrente contínua pulsada (ALIYU *et al.*, 2015; ZHANG *et al.*, 2014; TOKITA *et al.*, 2000).

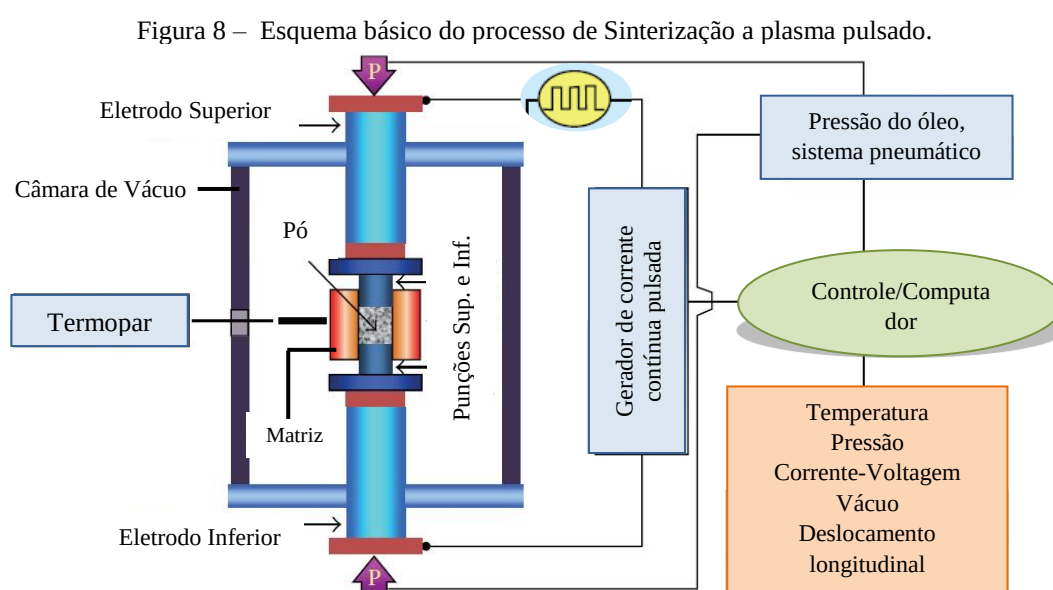
Por razões práticas e econômicas, esforços significativos têm sido direcionados a processos e técnicas que proporcionem materiais com alta densidade, a temperaturas mais baixas ou em tempos mais curtos, uma vez que para fins de engenharia, tempos de processamento mais curtos comumente resultam em ganhos de produtividade, entre essas técnicas, está o uso de corrente elétrica para ativar a sinterização (MUNIR & QUACH, 2011; ORRU *et al.*, 2009). O recente uso difundido dessa forma de ativação tem sido referida de forma variada, sendo também designada por Sinterização por corrente elétrica pulsada (PECS –

Pulsed electric current sintering), Sinterização ativada por plasma (PAS – *Plasma Activated Sintering*), Técnica de sinterização assistida por campo elétrico (FAST – *Field assisted sintering technique*), entretanto, o termo SPS tem sido o termo mais empregado na literatura (ZHANG *et al.*, 2014; MUNIR & QUACH, 2011; ORRU *et al.*, 2009;).

Os processos que utilizam corrente elétrica para sinterização começaram a ser desenvolvidos no final da década de 1930 nos Estados Unidos. No Japão, um processo semelhante baseado no método de sinterização aplicando corrente pulsada foi pesquisado e patenteado nos anos 60, conhecido como SPS, entretanto, não foi amplamente utilizado devido à falta de tecnologia de aplicação (TOKITA *et al.*, 2000). O SPS foi desenvolvido com base na ideia do uso do plasma gerado por descarga elétrica para sinterizar metais e cerâmicas, entretanto poucos equipamentos foram vendidos na América e no Japão. No final da década de 80, quando a patente expirou, diversas empresas começaram a fabricar equipamentos de SPS com base nas técnicas originais (OMORI, 2000).

2.5.1 Equipamento e Fenômenos de SPS

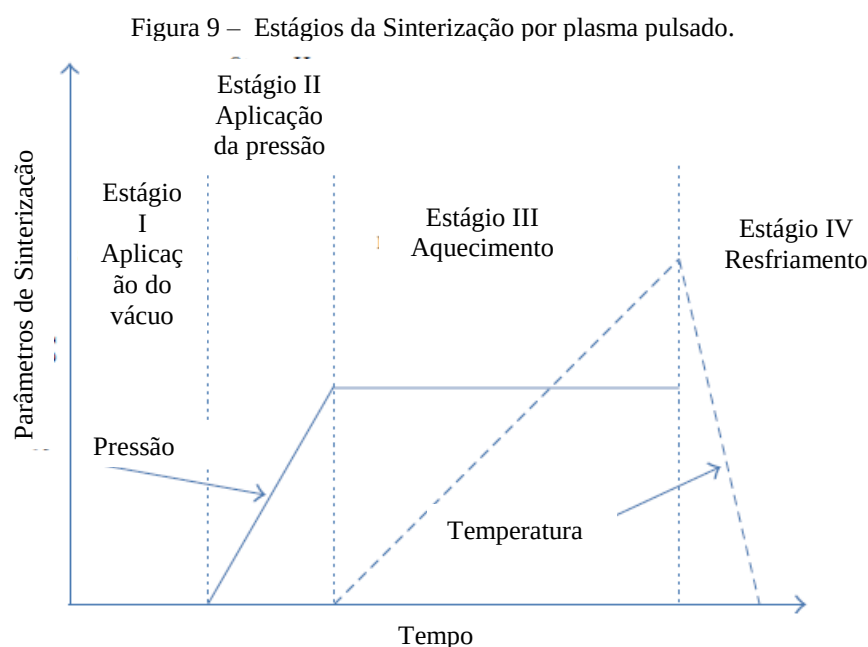
O sistema SPS é composto por dois eletrodos verticais e dois punções de compressão mecânica, matriz de grafite, câmara de vácuo refrigerada à água, mecanismo de controle de atmosfera de gás vácuo/ar/argônio, gerador de corrente contínua pulsada (*on-off*), além de unidades de medição de pressão e temperatura, representado na Figura 8 (SAHEB *et al.*, 2012; OMORI, 2000; TOKITA *et al.*, 2000).



Fonte: adaptado de Saheb *et al.*, 2012.

O pó do material a ser consolidado é condicionado no interior da matriz de grafite, enquanto é conjuntamente aplicado a corrente elétrica e pressão mecânica, de modo a promover a consolidação e sinterização de forma simultânea, a fim de se densificar os produtos com as configurações e densidades desejadas. O calor é fornecido através da passagem da corrente elétrica pela matriz e eletrodos de grafite do sistema, por meio do efeito Joule (ORRU *et al.*, 2009). O aquecimento direto da matriz de sinterização proporciona alta eficiência térmica, consolidando e sinterizando um compacto homogêneo e de alta qualidade devido ao aquecimento uniforme (TOKITA *et al.*, 2000).

Comumente o SPS é realizado em quatro etapas principais, como demonstrado na Figura 9. O primeiro estágio é realizado para a remoção de gases e criação do vácuo. Em seguida, a pressão é aplicada no segundo estágio, seguido do aquecimento dos pós no terceiro estágio e finalmente do resfriamento rápido no último estágio (SAHEB *et al.*, 2012). A utilização de temperaturas de patamares e diferentes taxas de aquecimento, até atingir a temperatura máxima de sinterização, são aplicáveis de acordo com a necessidade da sinterização (ZHANG *et al.*, 2014). O controle da temperatura de sinterização é possível através da configuração do tempo de manutenção, taxa de aquecimento, duração do impulso, e corrente e tensão (SAHEB *et al.*, 2012).



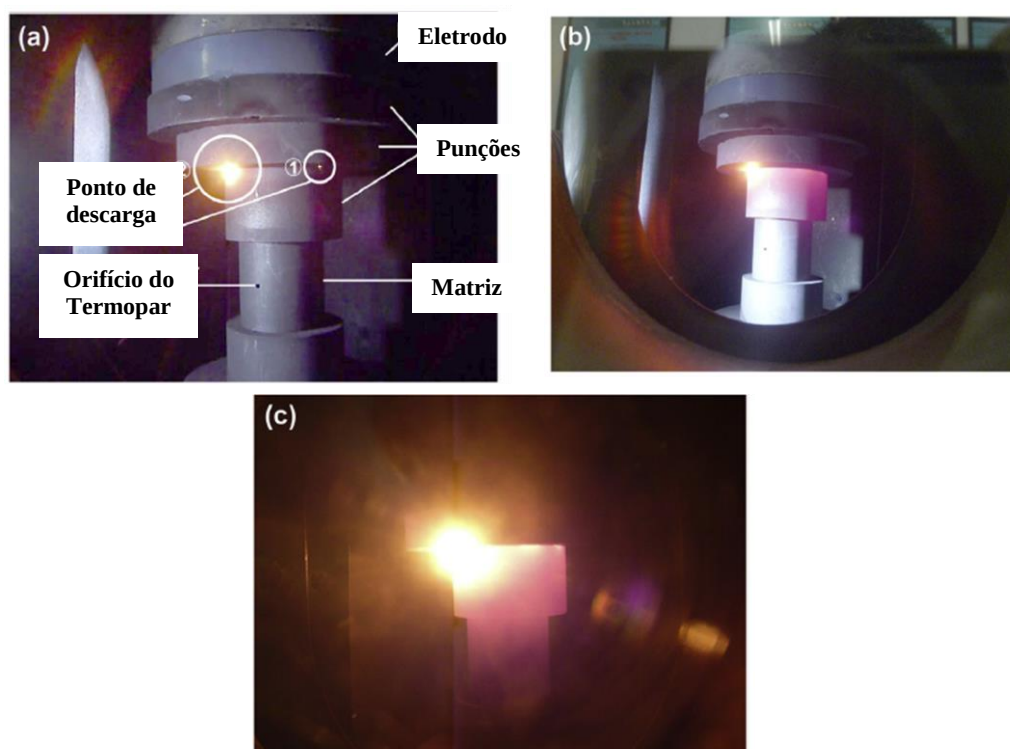
Fonte: adaptado de Saheb *et al.*, 2012.

O SPS é ainda caracterizado pelo plasma de centelha criado pela corrente contínua pulsada aplicada durante o tratamento térmico dos pós. Além do plasma, em virtude do método

de energização também espera-se efeitos a respeito do campo elétrico, efeito da corrente elétrica na difusão, pressão de impacto pelo plasma pulsado e efeito Joule. Os efeitos a respeito do campo elétrico e da corrente elétrica na difusão não foram considerados significativos para sinterização e reações nos pós (TROMBINI, *et al.*, 2007; OMORI, 2000; TOKITA *et al.*, 2000). Além disso, os efeitos de aquecimento Joule e de deformação plástica contribuem para a densificação dos pós (ZHANG *et al.*, 2014).

Existem lacunas entre os dois eletrodos e os punções no sistema SPS, e em virtude da aplicação de uma alta corrente pulsada nos eletrodos (Figura 10), descargas elétricas microscópicas entre as lacunas e as partículas dos pós geram o plasma causando a sinterização (ZHANG *et al.*, 2014; OMORI, 2000).

Figura 10 – Ocorrência da descarga na interface entre o punção e a matriz.



Fonte: adaptado de Zhang *et al.*, 2014.

Embora o termo plasma empregado, a amostra não encontra-se “banhada” em um ambiente de plasma externo, visto que este é gerado entre as partículas (ORRU *et al.*, 2009). Esforço significativos têm sido feito na investigação do SPS e no seu desenvolvimento como técnica promissora de densificação rápida de materiais, entretanto, a natureza exata do mecanismo de SPS, principalmente no que se refere a geração do plasma de centelha e a

mecânica a valores, geralmente abaixo de 100 MPa (ORRU *et al.*, 2009; TOKITA *et al.*, 2000). Além da influência do plasma, outras vantagens óbvias do processo SPS incluem uma velocidade de aquecimento rápida, com taxas de aquecimento relatadas de cerca de 50 a 1000°C min⁻¹, e uma condição de aquecimento mais uniforme (CHEN *et al.*, 2005). As distribuições de temperaturas dentro da amostra são sensíveis à homogeneidade de distribuição de densidade, especialmente no início do fluxo da corrente, podendo resultar no superaquecimento local e fusão material. A maioria das amostras sinterizadas por SPS têm forma cilíndrica ou retangular, de dimensões pequenas e formas simples. Mesmo quando se consolidam peças simples e de espessura uniforme na direção da pressão e da passagem de corrente, a distribuição uniforme de temperatura ainda é um problema a ser superado (ORRU *et al.*, 2009).

2.6 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre e o elemento metálico mais abundante. Na natureza, o alumínio não ocorre em um estado elementar, em vez disso, é sempre combinado em um composto químico, quase sempre na forma de óxido. Sua existência não foi reconhecida até 1808, quando uma forma impura foi identificada por Sir Humphry Davy na Grã-Bretanha (LUMLEY, 2011), e sua utilização industrial tornou-se possível com a criação do processo de refino, desenvolvido por Bayer para obtenção da alumina (Al₂O₃) a partir da bauxita, e posteriormente, pela obtenção do alumínio metálico por eletrólise da alumina, no processo desenvolvido por Hall-Heroult em 1886 (BARBOSA, 2014).

O alumínio tem inúmeras propriedades úteis. É um metal leve, possui 2,7 g/cm³, tendo apenas um terço da densidade do aço, tem alta condutividade térmica e elétrica, excelente resistência à corrosão na maioria dos ambientes e pode ser facilmente fundido ou fabricado para uma ampla gama de bens de consumo. É altamente valorizado pela reciclagem, pois, a refusão de sua sucata requer apenas cinco por cento da energia total necessária para extrair a mesma quantidade de metal primário do minério de bauxita (LUMLEY, 2011). Tais combinações de propriedades fornecidas pelo alumínio e suas ligas fazem do alumínio um dos materiais metálicos mais versáteis, econômicos e atraentes, perdendo apenas para os aços em aplicações estruturais (NEIKOV, 2018).

A atratividade do alumínio ainda está relacionada ao baixo custo em relação ao alto desempenho, e sua durabilidade, apresentando um ciclo de vida relativamente longo para cerca de 75% dos produtos fabricados. Como desvantagens, as ligas de alumínio possuem um baixo módulo de elasticidade, e taxas de reciclagem baixa para algumas aplicações, como no caso das

embalagens, em que esta taxa é de aproximadamente 55% (PRASAD & WANHILL, 2017; LUMLEY, 2011). A Tabela 3 apresenta algumas características importantes do alumínio para determinadas aplicações.

Tabela 3 – Características do alumínio e importância relativa para aplicação em diferentes produtos.

Aplicação	Densidade	Condutividade	Resistência a Corrosão	Decorativo
Transporte	↑ ↑ ↑	↑ ↑	↑ ↑ ↑	↑ ↑ ↑
Máquinas	↑ ↑ ↑	↑ ↑	↑ ↑	↑
Construção	↑ ↑	—	↑	↑ ↑ ↑
Doméstico	↑ ↑	↑ ↑ ↑	↑ ↑ ↑	↑ ↑
Químico e Alimentar	↑ ↑	↑ ↑	↑ ↑ ↑	↑
Embalagem	↑	↑	↑ ↑ ↑	↑ ↑ ↑
Elétrico	↑	↑ ↑ ↑	↑	—

Fonte: Lumley, 2011.

2.6.1 Ligas de alumínio

É conveniente dividir as ligas de alumínio, produzidas por técnicas convencionais, em duas categorias principais: composições trabalhadas e composições fundidas. Uma outra diferenciação para cada categoria é ainda baseada no desenvolvimento do mecanismo primário das propriedades, sendo estas classificadas como termicamente tratáveis e não tratáveis, dependendo se respondem ou não ao endurecimento por precipitação (NEIKOV, 2018; PRASAD & WANHILL, 2017).

O sistema de classificação mais amplamente reconhecido para as ligas de alumínio é realizado pela *Aluminum Association* (AA). As ligas trabalhadas são convenientemente divididas em oito grupos com base em seu principal elemento de liga (Tabela 4), as quais são identificadas por um sistema de quatro dígitos, em que o primeiro dígito identifica o grupo da liga, e os dois últimos dígitos indicam o percentual mínimo de alumínio (NEIKOV, 2018).

Entre as ligas da série 7000 (Al-Zn) destacam-se os subgrupos Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu, as quais são ligas endurecíveis por precipitação, ou seja, mediante tratamento térmico controlado em condições específicas, geralmente de solubilização e envelhecimento, apresentando ganhos significativos de dureza (BARBOSA, 2014). As ligas de alumínio da série 7000 têm aplicações importantes em transportes aéreos comerciais e militares, devido ao seu peso leve associado, alta resistência e boas características de usinabilidade (SENTHIL *et al.*, 2017).

Tabela 4 – Características do alumínio e importância relativa para aplicação em diferentes produtos.

SÉRIE	ELEMENTOS DE LIGA	APLICAÇÕES PRINCIPAIS	PROPRIEDADES FUTURAS
1xxx	Al comercialmente puro	Cabos de alumínio, utensílio domésticos, trocadores de calor	—
2xxx	Al-Cu e Al-Cu-Mg	Indústria aeronáutica	Termicamente tratáveis
3xxx	Al-Mn e Al-Mn-Mg	Latas de bebida, painéis	—
4xxx	Al-Si	Metal de adição para solda, pistões forjados de motores	Termicamente tratáveis
5xxx	Al-Mg	Aplicações náuticas (barcos e navios), tanques para transporte de combustíveis e produtos especiais	—
6xxx	Al-Mg-Si	Perfi arquitetônicos, componentes automotivos	Termicamente tratáveis
7xxx	Al-Zn e Al-Zn-Mg	Indústria aeronáutica	Termicamente tratáveis
8xxx	Outras ligas (Al-Li, Al-Fe)	Laminados finos (folhas) e outras embalagens descartáveis	—

Fonte: Neikov, 2018; Barbosa, 2014.

Especificamente a liga AA7075 é constituída principalmente por Zinco (5,6%), Magnésio (2,2%) e Cobre (1,6%), sendo principalmente aplicadas nas indústrias aeroespacial, automobilística e principalmente na indústria aeronáutica (BARBOSA, 2014). A Tabela 5 exibe algumas propriedades para a liga AA7075.

Tabela 5 – Propriedades mecânicas típicas para a liga AA7075-T6.

Densidade	2,80 g/cm ³
Módulo de Elasticidade	71 GPa
Limite de Escoamento	505 MPa
Limite de Resistência à Tração	550 MPa
Alongamento	11%
Dureza Brinell	150 HB

Fonte: Prasad & Wanhill, 2017.

Entre os elementos de liga, a adição de magnésio às ligas de Al-Zn promove o desenvolvimento da resistência mecânica do sistema, especialmente na faixa de 3-7,5% em peso de Zn. O magnésio e o zinco formam $MgZn_2$, que produz uma resposta muito maior ao tratamento térmico do que ocorre no sistema binário Al-Zn. Por outro lado, o aumento crescentes dos teores desses elementos diminui a resistência geral à corrosão do alumínio, de modo que muitas vezes é necessário um controle rigoroso da microestrutura, tratamento térmico

e composição para manter a resistência adequada à corrosão sob tensão. A adição de cobre ao sistema de Al-Zn-Mg de alumínio, juntamente com pequenas, mas importantes, quantidades de cromo e manganês, resulta nas ligas à base de alumínio de maior resistência comercialmente disponíveis da série 7000. Em geral, o cobre reduz a resistência à corrosão das ligas do sistema, mas aumenta a resistência à corrosão sob tensão. Pequenas adições de ligas de cromo e zircônio, têm um efeito marcante nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão (PRASAD & WANHILL, 2017).

2.7 COMPÓSITOS DE MATRIZ DE ALUMÍNIO

Um compósito consiste na mistura de duas ou mais fases para obter combinações de propriedades que não são possíveis em nenhuma das fases isoladamente, de modo que cada fase permanece distinta na estrutura. Os compósitos particulados fornecem combinações de propriedades e custo não disponíveis em materiais monofásicos tradicionais, em que pelo menos uma fase dos materiais envolvidos começa como um pó (GERMAN, 2016).

Os materiais compósitos ganharam grande importância nos últimos anos devido às propriedades mecânicas aprimoradas obtidas pela combinação de diferentes materiais, como ligas metálicas e cerâmicas, as que podem ser óxidos, boretos, nitretos e nanotubos de carbono (MARTINEZ *et al.*, 2015). A necessidade de materiais metálicos com melhores propriedades físicas e mecânicas para satisfazer as necessidades de aplicações atuais dos mais diversos setores levou ao desenvolvimento dos Compósitos de matriz metálica (CMM). Os CMM possuem excelentes propriedades, como alta resistência à fadiga, elevado módulo de elasticidade, estabilidade em temperaturas elevadas, menor coeficiente de expansão térmica, alta resistência específica e melhor resistência ao desgaste. Os materiais compósitos em que uma das fases constituintes possui dimensão inferior a 100 nm é denominado de Nanocompósito de matriz metálica (NCMM), os quais foram desenvolvidos e apresentaram propriedades superiores aos CMM. Entretanto, ainda existem vários desafios associados ao desenvolvimento do NCMM, como por exemplo, a aglomeração do reforço na matriz, crescimento do matriz, fraca ligação interfacial e alto custo (ALIYU *et al.*, 2015).

O alumínio é um candidato ideal para o desenvolvimento de nanocompósitos em função das propriedades já citadas, e entre os principais reforços particulados adicionados destacam-se o Carbetto de Silício (SiC), Alumina (Al₂O₃), Óxido de Titânio (TiO₂), Óxido de Zircônio (Zr₂O) e Carbetto de Boro (B₄C) (ROJAS *et al.*, 2018; ARAUJO FILHO *et al.*, 2016; MARTINEZ *et al.*, 2015; YAO *et al.*, 2015). Além dos reforços tradicionais, a temática da

fabricação de compósitos com diversos tipos de resíduos têm sido estudo recentemente estudada (Tabela 6).

Tabela 6 – CMA reforçados com resíduos.

Autor	Matriz	Tipo de reforço	Tamanho da partícula (µm)	% de Resíduo Adicionado	Método de Adição
Dinakaran <i>et al.</i> (2016)	AA6061	Cinzas volantes	2 (média)	0, 6, 12,18	Soldagem por fricção
Prasad <i>et al.</i> (2013)	Al puro	Lama vermelha	150 (média)	10, 15, 20 e 30	Fundição
Marin <i>et al.</i> (2012)	Al puro		10 (média)	10 e 20%	Metalurgia do pó
Bayraktar & Katundi (2010)	Al puro	Fe ₃ O ₄	-	2, 4, 6, 9%	Metalurgia do pó e
Flores-Vélez <i>et al.</i> (2001)	Al puro	PAE	-	5, 10 e 20	Metalurgia do pó

Fonte: A autora, 2019.

Os pós de alumínio comumente utilizado para a fabricação de materiais compósitos são altamente compressíveis, fornecendo compactos verdes densos. As propriedades mecânicas típicas para algumas ligas de alumínio produzidas por MP é apresentada na Tabela 7 (NEIKOV, 2018).

Tabela 7 – Propriedades mecânicas típicas para a liga de alumínio fabricadas por Metalurgia do pó.

Liga	Denominação	Tratamento	Limite de Escoamento	Limite de Resistência à Tração	Alongamento (%)	Dureza
2014	AMPAL: AMB2712; ECKA: Alুমix 123	T1	145	169	2	60HRE
		T6	322	323	< 1	85HRE
6061	AMPAL: AMB6711; ECKA: Alুমix 321	T1	48	110	6	55HRE
		T6	176	183	1	70HRE
7075	AMPAL: AMB777X; ECKA: Alুমix 431	T1	221	241	2	55HRE
		T6	463	499	1	87HRE

T1: como sinterizado, naturalmente envelhecido a temperatura ambiente; T6: solubilizado e envelhecido artificialmente.

Fonte: Neikov, 2018.

2.8 ESTUDOS ENVOLVENDO A UTILIZAÇÃO DE PAE E MATERIAIS COMPÓSITOS DE ALUMÍNIO

O Pó de aciaria elétrica tem se tornado objeto de estudo de diversos pesquisadores, levando-os a desenvolver inúmeras abordagens para reciclagem e reutilização deste resíduo, quer seja em função do seu volume de produção ou pela impossibilidade de estocagem de alguns países, aliadas à crescente preocupação com as questões ambientais.

As abordagens propostas se relacionam principalmente aos processos pirometalúrgicos e hidrometalúrgicos, para estabilização ou recuperação de metais de interesse, além de incorporações em produtos cerâmicos. A temática proposta para incorporação do PAE como reforço em matrizes de alumínio ainda tem sido pouco estudada (ADEOSUN *et al.*, 2012; FLORES-VÉLEZ, *et al.*, 2001).

OMRAN & FABRITIUS (2017) realizaram estudos de caracterização química, morfológica e mineralógica de poeiras resultantes de conversor de ferro-cromo, aço inoxidável e aço carbono de forno elétrico gerados em indústrias siderúrgicas na Finlândia, constatando diferenças significativas na concentração e no modo de ocorrência de zinco nos pós, o que por sua vez influencia os métodos de processamentos desses pós. SOFILIC *et al.* (2004) analisaram poeiras geradas em uma indústria siderúrgica da Croácia, coletadas durante o período de um ano. MACHADO *et al.* (2006) desenvolveram estudo semelhante, caracterizando o Pó de aciaria de uma usina siderúrgica localizada na Região Sul do Brasil e produtora de aços de composição variada.

Uma ampla gama de estudos tem sido desenvolvida a respeito da utilização de PAE como aditivos em materiais cerâmicos. LEDESMA, *et al.* (2017) estudaram a máxima quantidade de pó de forno elétrico a ser incorporado em argamassa fluida a base de cimento. Os ensaios realizados possibilitaram estabelecer a razão de 2:1 de massa para a adição de resíduo mantendo uma resistência mecânica estável. Este processo de estabilização mecânica possibilitou reduzir a lixiviação dos metais presentes, embora não tenha sido capaz de reduzir a concentração de Pb abaixo do limite para resíduos perigosos de acordo com o Conselho da União Europeia.

STATHOPOULOS *et al.* (2013) investigaram o potencial de utilização do PAE para a produção de blocos cerâmicos estruturais contendo teores de 2,5%-5% em peso de resíduo, avaliando a qualidade dos blocos fabricados em planta piloto em relação a absorção de água, resistência mecânica e a estabilização de metais pesados, como Zn, Pb e Cd. VIEIRA *et al.*

(2013) desenvolveram temática semelhante a respeito da incorporação de PAE em cerâmica vermelha com adição de teores de até 20% em peso do resíduo.

ALSHEYAB & KHEDAYWI (2013) encontraram resultados promissores em relação à utilização do resíduo como aditivo em misturas de cimento asfáltico. SOUZA *et al.* (2010) investigaram em seus estudos o efeito da adição de teores de 10% a 20% em peso de PAE sobre o desempenho químico e mecânico do concreto de cimento Portland. Os autores constataram similaridade de resistência à compressão radial entre as amostras de concreto com PAE quando comparada com amostras de concreto de referência. Em relação à estabilização dos elementos, testes de lixiviação realizados mostraram que com exceção do alumínio, os elementos analisados não excederam os níveis de toxicidade de acordo com as normas brasileiras. ŠTURM *et al.* (2009) avaliaram o impacto ambiental e os aspectos físico-mecânicos da inserção de 1,5% em peso de PAE em cimento compósito para aplicações na engenharia civil, incluindo aplicações em ambientes externos.

Outra abordagem proposta na literatura para reciclagem do resíduo consiste em sua adição no próprio processo de fabricação do aço. LEMOS *et al.* (2015) analisaram o índice de degradação sob redução (RDI – *Reduction disintegration index*) da carga ferrosa convencional utilizada em altos fornos com o RDI de briquetes autorredutores compactados a frio de geometrias distintas fabricados com poeira de forno elétrico e aglomerantes.

ARAÚJO & SCHALCH (2014) elaboraram estudo a respeito da reciclagem do PAE, aglomerado e pré-moldado com fluorita e coque, para a remoção do zinco. Ensaio de lixiviação realizados nos pré-moldados sinterizados possibilitaram reclassificar o PAE como resíduo não perigoso, Classe II, de acordo com a ABNT NBR 10004: 2004. Como resultado, os pesquisadores obtiveram o pré-moldado aglomerado com teor total de ferro superior a 70% e pó de zinco, contendo mais de 50%. Aproximadamente 90% de chumbo e cádmio contidos na poeira de FEA inicial foram extraídos. Por fim, testes realizados nos pré-moldados em alto-forno não apresentaram anomalias no processo e na composição química do ferro-gusa.

GRILLO *et al.* (2013) avaliaram em seus estudos o comportamento da redução dos óxidos de ferro e zinco em briquetes de PAE, pelo silício presente no banho de ferro gusa líquido. A fim de recuperar o ferro presente no resíduo, além de proporcionar o enriquecimento em zinco da poeira gerada, de modo que os teores deste elemento estejam apropriados para sua utilização nos processos de recuperação. O PAE resultante apresentou aumento de aproximadamente 60% de Zn. MAGDZIARZ *et al.* (2015) e LÓPEZ & DELGADO (2002) realizaram estudo similar, voltado a obtenção de briquetes autorredutores de pó de aciaria ricos em ferro, destinados a aplicação no processo siderúrgico.

A temática da inserção do pó de aciaria para fabricação de compósitos de alumínio tem sido estudada na literatura principalmente com o objetivo de promover melhorias relacionadas resistência mecânica e resistência ao desgaste.

ADEOSUN *et al.* (2012) investigaram o efeito da adição de teores de 2 a 20% peso de pó de aciaria em compósito de matriz de alumínio AA6063, fundido e solidificado em molde de areia. O compósito produzido foi laminado e posteriormente, as propriedades mecânicas foram analisadas sobre diferentes condições de tratamentos térmicos. SARKAR & SINGH (2012) elaboraram um compósito de matriz metálica com adição de óxido de ferro produzido pela técnica de fundição sob agitação, com objetivo de produzir in situ de partículas de alumina.

SASAKI *et al.* (2009) elaboraram compósito a partir de pós nanocristalinos de alumínio com adição de 5% peso de ferro. O pó em questão apresentava faixa granulométrica entre 53-106 μm e sinterizado por plasma pulsado. O compósito desenvolvido apresentou resistência mecânica superior a 1000 MPa a temperatura ambiente e 500 MPa a 350°C. ADEOSUN *et al.* (2015) estudaram a influência de diferentes tamanhos de partículas de aço em compósitos de liga de alumínio AA1200 fabricados por fundição sob agitação, em relação a respostas de resistência à tração e ductilidade. As microestruturas observadas apresentaram as fases intermetálicas Al_3Fe e AlFeSi e influenciaram diretamente as propriedades mecânicas do compósito em questão.

Por se tratar de um resíduo rico em zinco, outras pesquisas realizadas concentram-se nos processos de recuperação deste elemento. XIA & PICKLES (1999) propuseram um processo híbrido de calcinação a baixa temperatura e lixiviação cáustica, seguido de cementação e eletroextração para o tratamento das poeiras de FEA. O processo apresentado permitiu a transformação da ferrita de zinco (ZnFe_2O_4) encontrada na poeira em zincato de sódio (Na_2ZnO_2) e óxido de ferro (Fe_2O_3). Após a calcinação e lixiviação, foi possível a recuperação de zinco em torno de 95%, enquanto a maior parte do óxido de ferro permaneceu no resíduo de lixiviação. Por sua vez, HAVLIK *et al.* (2006) investigaram o comportamento do zinco e do ferro sob influência do ácido sulfúrico como agente de lixiviação. O processo possibilitou a extração de cerca de 75% de zinco, demonstrando que a recuperação hidrometalúrgica do zinco da poeira EAF apresentou-se como uma alternativa viável com rendimento de recuperação relativamente elevado, enquanto o ferro permaneceu na sua maior parte na fase sólida.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo se destina a descrever a metodologia aplicada para a caracterização dos pós utilizados e os parâmetros aplicados para a fabricação dos compósitos obtidos através das técnicas de Metalurgia do pó e Sinterização por plasma pulsado.

3.1 MATERIAIS

Utilizou-se o pó de alumínio da liga AA7075 fabricado pela empresa ALCOA de faixa de composição química apresentada na Tabela 8 cedida pelo fornecedor.

Tabela 8 – Composição química da liga AA7075.

Elemento	Al	Zn	Mg	Cu	Si	Mn
%	Balanço	5,1-6,1	2,1-2,9	1,2-2,0	0,40	0,30

Fonte: ALCOA.

O resíduo de PAE utilizado foi fornecido por uma indústria siderúrgica produtora de aços longos localizada no nordeste do país.

Os compósitos foram fabricados utilizando a fração de PAE de tamanho menor que 53 μm e adicionados os teores de 5, 10% em peso para as amostras fabricadas por MP, e nos teores de 5, 10 e e 15% em peso para as amostras fabricadas por SPS, de acordo com os valores apresentados na literatura para os reforços empregados tradicionalmente em compósitos de matriz de alumínio (GHASALI *et al.*, 2016; YAO *et al.*, 2015; BATHULA *et al.*, 2012; ZHANG *et al.*, 2009).

3.2 MÉTODOS

A seguir são descritos todos os métodos empregados para realização da caracterização dos pós estudados e dos parâmetros das técnicas de fabricação dos compósitos.

3.2.1 Espectrometria por Fluorescência de raios X (FRX)

Aproximadamente 20 gramas da amostra foi secada em estufa a 110°C, e posteriormente uma porção dessa amostra foi prensada em cápsula de alumínio com 30 toneladas durante 10 segundos. A pastilha prensada foi analisada em espectrômetro de fluorescência de raios-X Rigaku modelo ZSX Primus II. As medidas de FRX foram realizadas no laboratório NEG-

LABISE (Núcleo de Estudos Geoquímicos – Laboratório de Isótopos Estáveis) da Universidade Federal de Pernambuco.

3.2.2 Análise granulométrica por peneiramento

Em função de pesquisas realizadas na literatura em relação à composição química do resíduo e do tamanho das partículas que o compõem, optou-se por conduzir o ensaio de análise granulométrica por peneiramento via úmido (DUTRA *et al.*, 2006; GUÉZENNEC *et al.*, 2005; SOFILÍĆ *et al.*, 2004). De acordo com o interesse na aplicação de faixas de tamanho específico do pó de aciaria como partículas de reforço na matriz de alumínio, toda a amostra foi submetida ao peneiramento.

Adicionou-se água ao material a ser peneirado com o propósito de facilitar a passagem dos finos através da tela de peneiramento, e posteriormente, a polpa obtida foi transferida em porções para uma coluna de peneiras em peneirador vibratório, durante aproximadamente 10 minutos por lote de processamento. A sequência de peneiras em série Tyler adotada foi 65, 150, 200, 270 mesh.

Na etapa seguinte, as frações retidas nas peneiras foram acondicionadas em recipientes metálicos, e posteriormente secas em estufas a temperatura de 150°C. O procedimento do ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização Tecnológica de Minérios, pertencente ao Departamento de Engenharia de Minas (DEMINAS – UFPE).

Por fim, foi realizada a pesagem de cada uma das frações obtidas, para fins de cálculo da distribuição granulométrica de acordo com a Equação 10, de acordo com a ABNT/NBR 7181.

$$Q_g = \frac{(M_s - M_i)}{M_s} \times 100 \quad (10)$$

Onde:

Q_g – porcentagem do material passante em cada peneira;

M_s – massa total da amostra seca ;

M_i – massa do material retido acumulado em cada peneira.

3.2.3 Distribuição do Tamanho de Partículas

A distribuição do tamanho das partículas das frações de interesse obtidas no ensaio de granulometria foi verificada utilizando o analisador Malvern, modelo Mastersize Hydro 2000MU com capacidade de medição que varia de 0,020 a 2000 μm .

As amostras foram expostas ao ultrassom durante 8 segundos, a fim de desagregar possíveis flocos presentes na amostra, em 700 ml de água como meio dispersante. O equipamento faz uso da técnica de difração de raio laser para medir o diâmetro médio das partículas e fornecer uma curva de distribuição do tamanho de partículas em função do seu volume, além de apresentar os valores de volume acumulado, indicados como d_{10} , d_{50} e d_{90} , diâmetros nos quais, respectivamente, 10%, 50% e 90% das partículas irão estar abaixo de um determinado tamanho.

3.2.4 Difração de raios X (DRX)

Utilizou-se o DRX para a caracterização mineralógica das fases presentes no resíduo estudado. Para a análise em questão, empregou-se um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advance, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha = 0,1541 \text{ nm}$, do Centro de Tecnologia Estratégicas do Nordeste (CETENE). Os difratogramas foram digitalizados entre o intervalo de medições (2θ) de 10° a 80° , com incremento (*step*) de $0,02^\circ$ e um tempo fixo de 1 segundo para cada passo.

A identificação das fases presentes foi obtida por comparação dos difratogramas, para cada uma das frações do resíduo, com as cartas do banco de dados JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) juntamente com a análise dos difratogramas e identificação das fases realizadas pelo software MATCH!.

3.2.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia de energia dispersiva (EDS)

A caracterização da morfologia das partículas e a análise semi-quantitativa dos elementos presentes na amostra foram realizados pela técnica de MEV por emissão de elétrons retroespalhados, da marca HITACHI modelo TM3000, acoplado com sistema de espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (EDS) para avaliação da composição química pontual de uma determinada partícula analisada, com uma ampliação de de 15x até 30.000x. Para tal, as amostras foram depositadas em fita de carbono dupla face e não foram submetidas a qualquer tipo de ataque químico ou recobrimento.

3.2.6 Moagem de alta energia (MAE)

A metodologia adotada tanto para a etapa de MAE, quanto para a de sinterização segue o exposto nos trabalhos de ARAUJO FILHO *et al.* (2016) e foi realizada no Laboratório de

Metalurgia do Pó do Departamento de Engenharia mecânica (DEMEC/UFPE). Os pós foram pesados em balanças analíticas. Para ambos os processos de fabricação foi utilizado uma razão de moagem de aproximadamente 10:1 (esferas:pó) de acordo com as massas dos pós de partida e dimensões de cada amostra apresentadas na Tabela 9. Para os pós a serem utilizados para fabricação do compósito por MP, optou-se por moer uma quantidade sobressalente, para fins de eventuais adversidades nas etapas posteriores, sendo produzido no total de 3 amostras de 4 gramas para cada teor resíduo proposto. Para os pós utilizados para a fabricação do compósito por SPS processou-se quantidade suficiente para a produção de 10 amostras.

Tabela 9 – Resumo do processo de produção dos pós de partida.

Processo	Amostra	Al(g)	PAE(g)	Ácido Esteárico (g)
Metalurgia do Pó	AA7075	10,0	-	0,2
	Al-5%EAFD	9,5	0,5	0,2
	Al-10%EAFD	9,0	1,0	0,2
Sinterização por plasma pulsado	AA7075	30,0	-	0,6
	Al-5%EAFD	28,5	1,5	0,6
	Al-10%EAFD	27,0	3,0	0,6
	Al-15%EAFD	25,5	4,5	0,6

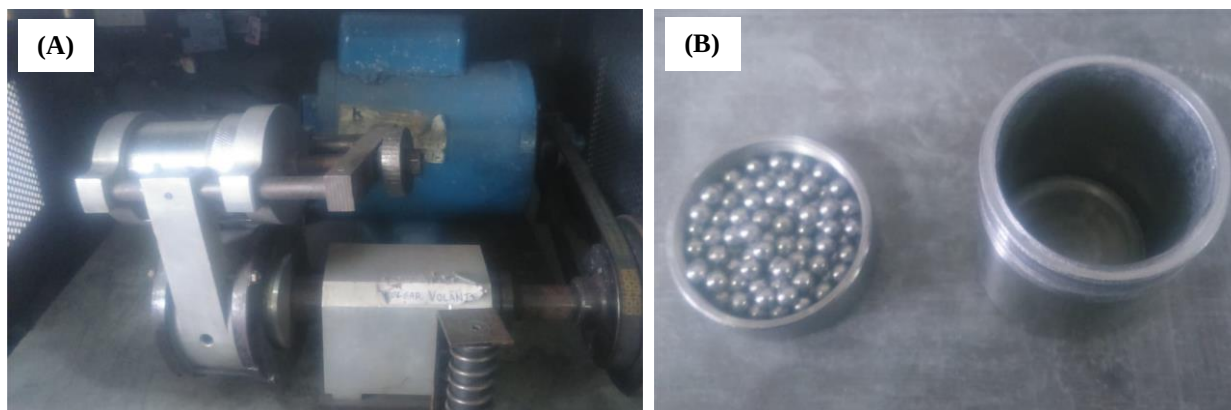
Fonte: A autora, 2019.

Os pós foram processados em moinho de alta energia do tipo SPEX fabricado pela empresa Triunfo Ferramentaria (Figura 12), composto por um motor monofásico de 1/3 CV e 720 rpm. O moinho era composto por um jarro de aço inox 304L e esferas fabricadas em aço SAE 52100 de aproximadamente 6,2 mm de diâmetro (Figura 12-B).

Os pós a serem moídos foram dispostos no interior do jarro, juntamente com as esferas, o ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$), adicionado em relação ao peso total da amostra e que aqui exerce principalmente a função de lubrificante, e álcool isopropílico, o APC, a fim de evitar a adesão das partículas às esferas, reduzir a soldagem a frio, impedir o risco da oxidação dos pós e proporcionar uma mistura eficaz (GÖKÇE *et al.*, 2011).

O processo de MAE foi realizado durante o período de 1 hora de forma ininterrupta. Após o processo, os pós foram secados em estufa à 150°C para remoção do álcool. Posteriormente, os pós foram desagregados com o auxílio do moinho durante o período de 1 minuto, estando assim, aptos para as etapas posteriores propostas neste trabalho.

Figura12 – Aspecto interno do interno SPEX (a); Jarro de moagem de aço e esferas metálicas (b).



Fonte: A autora, 2019.

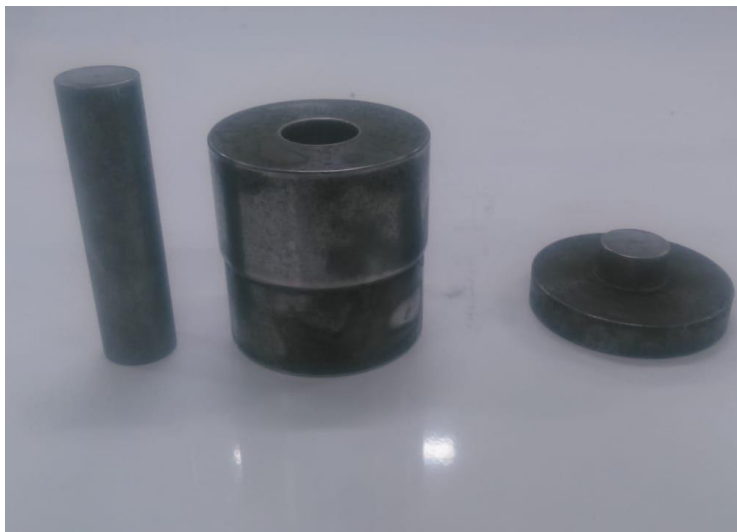
3.2.7 Caracterização dos pós de partidas após MAE

A distribuição do tamanho das partículas dos pós de partida foi determinado utilizando o analisador Malvern, modelo Mastersize Hydro 2000MU seguindo o mesmo procedimento apresentado no item 3.2.3. Para a determinação das fases cristalográficas se utilizou um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advance, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha = 0,1541 \text{ nm}$, para os mesmos parâmetros apresentados no item 3.2.4, e realizado no *Centre de MicroCaractérisation Raimond Castaing*, em Toulouse. Já o aspecto dos pós após o processo de moagem de alta energia foi observado utilizando um microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL modelo 6700F, realizado no mesmo centro.

3.2.8 Fabricação do compósito por Metalurgia do pó

Processados os pós, seguiu-se para a etapa de compactação realizada no Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural (COMPOLAB – DEMEC/UFPE), por meio de uma prensa hidráulica com capacidade máxima de 100 toneladas e uma matriz de aço ferramenta AISI D6 (Figura 13) de 16 mm de diâmetro interno e um punção de 70 mm de comprimento. Pesou-se 4 gramas do pó devidamente moído, os quais foram inseridos na matriz e compactados uniaxialmente a temperatura ambiente com uma carga de 1400 MPa, mantidas durante 10 minutos. Após este período, a carga foi retirada, e obteve-se o compactado verde.

Figura 13 – Punção, matriz de compactação e base.



Fonte: A autora, 2019.

Os parâmetros adotados no procedimento de sinterização do compósito foram apresentados por ARAUJO FILHO *et al.* (2016). As amostras foram sinterizadas no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAT) da Universidade Federal da Paraíba (UFPB) em um forno resistivo da marca Nabertherm, percorrido por uma corrente contínua de gás hélio, a fim de diminuir a oxidação da liga. Aplicou-se taxa de aquecimento de 20°C/min, e temperatura de patamar de 500°C durante 5 horas, seguido de resfriamento natural com atmosfera protetora de argônio.

3.2.9 Fabricação do compósito por Sinterização por plasma pulsado

Os compósitos foram consolidados por SPS no Centro Interuniversitário de Pesquisa e Engenharia de Materiais (*Centre Inter-universitaire de Recherche et d'ingénierie des Matériaux – CIRIMAT*) na *Université Toulouse III Paul – Sabatier*, em Toulouse na França. Para tal, se utilizou uma unidade da SPS Sytex Inc. SPS, modelo Dr. Sinter 2080 (Figura 14), com capacidade máxima de carga de 20 tonf e corrente contínua máxima de 8000A.

Figura 14 – Equipamento de Sinterização por plasma pulsado.



Aproximadamente 3 g de pó foram introduzidas em uma matriz de grafite de 8 mm diâmetro interno, na qual uma folha de grafite foi colocada entre o punção e o pó, e outra folha, entre a matriz e o pó, para fácil remoção da amostra. A execução do SPS foi realizada à vácuo (pressão da célula residual <10 Pa), usando o pulso padrão do equipamento (pulsos de corrente de 12 *on*: 2 *off*). A temperatura foi controlada usando um termopar introduzido em um furo de 5 mm de profundidade, perfurado na superfície externa da matriz. As amostras foram aquecidas a uma taxa de $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$, até 500°C , e mantida por 5 min.

Uma carga uniaxial de 50 MPa foi aplicada à temperatura ambiente e mantida durante os passos de aquecimento e de permanência. O resfriamento natural foi aplicado até a temperatura ambiente enquanto a carga uniaxial foi gradualmente liberada durante o mesmo tempo.

3.2.10 Difração de raios X dos compósitos sinterizados

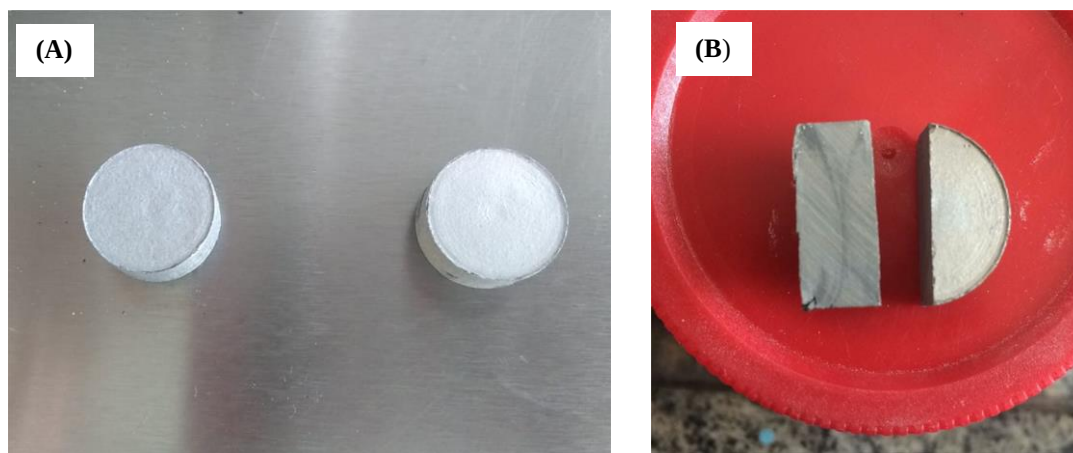
As fases presentes nos compósitos fabricados por MP foram identificadas utilizando um difratômetro de raios X da marca Shimadzu modelo XRD-7000, usando um $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,1541$ nm), entre o intervalo de medições (2θ) de 10° a 80° , com incremento (*step*) de $0,02^{\circ}$ e um tempo fixo de 1s para cada passo, realizado no COMPOLAB (DEMEC/UFPE).

Para os compósitos fabricados por SPS utilizou-se um difratômetro da marca Bruker, modelo D8 Advance, com fonte de radiação $\text{CuK}\alpha = 0,1541$ nm, para os mesmos parâmetros, e realizado no CIRIMAT, em Toulouse.

3.2.11 Preparação metalográfica e Caracterização Microestrutural

Os compósitos fabricados por MP (Figura 15) foram seccionados transversalmente com o auxílio de uma cortadora metalográfica da marca Arotec, modelo COR80 utilizando um disco de SiC.

Figura 15 – Compósito fabricado por Metalurgia do pó (a); Compósito seccionado (b).



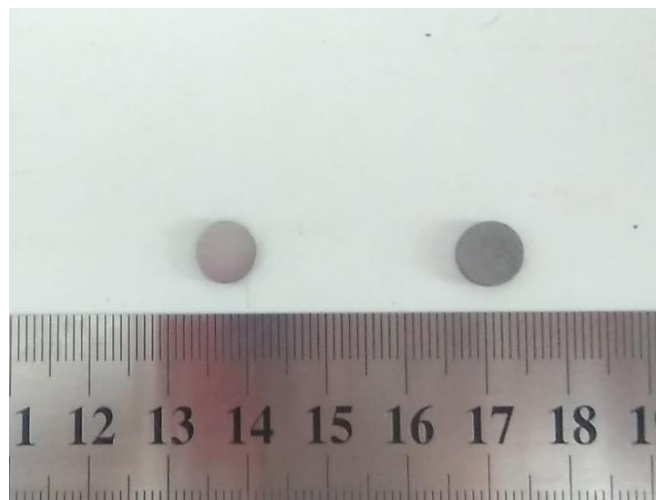
Fonte: A autora, 2019.

Posteriormente, as amostras foram embutidas a quente em uma prensa de embutimento da marca Arotec modelo PRE40Mi utilizando baquelite em pó tipo MP 39, lixadas em e polidas em lixas d'água de SiC de sequência granulométrica de 220, 600 e 800 mesh, e em seguida polidas com pasta de diamante 1 μ m, em lixadeira/politriz metalográfica modelo Aropol 2V da marca Arotec. Após o polimento, as amostras foram quimicamente atacadas com ácido fluorídrico (HF) 0,5% durante aproximadamente 30 segundos.

A superfície do compósito foi analisada com o auxílio do MEV da marca TESCAN modelo MIRA3, realizado no COMPOLAB (DEMEC/UFPE).

O aspecto dos compósitos fabricados por SPS (Figura 16) foram investigadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura da marca JEOL modelo 6700F, realizado no Centro de *MicroCaractizao Raimond Castaing*, em Toulouse.

Figura 16 – Compósito fabricado por Sinterização por plasma pulsado (SPS).

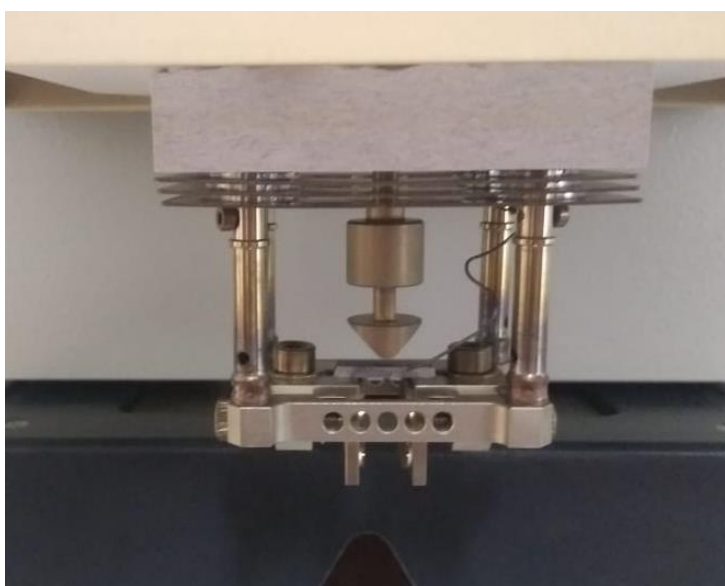


Fonte: A autora, 2019.

3.2.12 Propriedades Mecânicas

As amostras fabricadas por MP foram submetidas aos ensaios de Microdureza Vickers, Análise dinâmico-mecânica (DMA – *Dynamic mechanical analysis*) e Ultramicrodureza, estes dois últimos apenas para a liga AA7075 e o compósito Al-5%EAFD. Os valores de microdureza Vickers foram determinados usando o microdurômetro da Emcotest Durascan G5 sob uma carga de 0,2 kg por 15 s.

Figura 17 – Amostra preparada para o ensaio de flexão em três pontos de DMA.



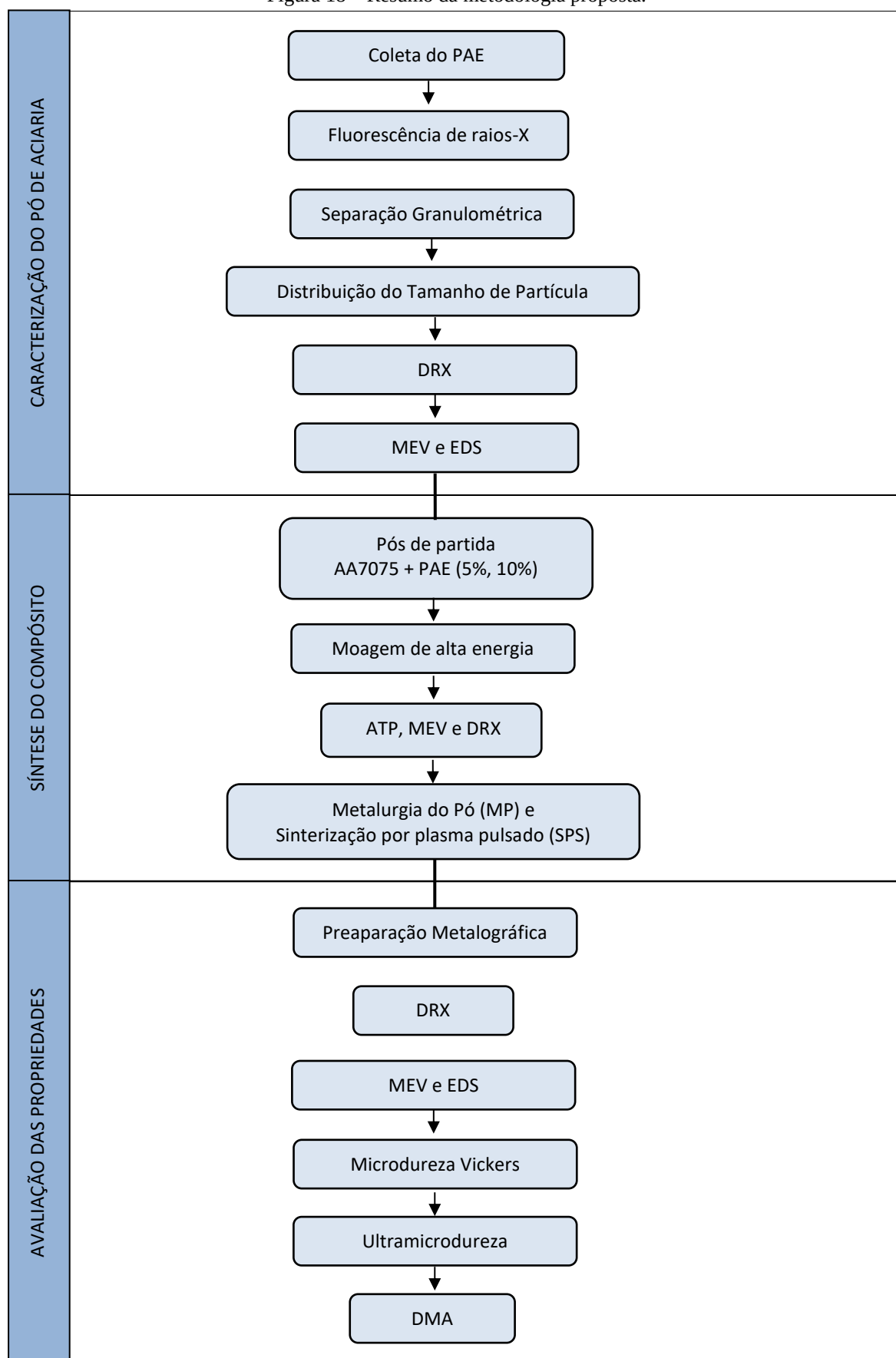
Fonte: A autora, 2019.

Para o ensaio de DMA as amostras, originalmente cilíndricas, foram cortadas em cortadora metalográfica de bancada de serra de diamante em baixa velocidade, em seção retangular de 16x4x2 mm. As amostras foram submetidas a ensaio de flexão em três pontos (Figura 17) em um DMA 242E Artemis, marca Netzsch. Realizados para frequência de 1Hz, e com amplitude máxima de 20 μm , da temperatura ambiente até 390°C, uma taxa de aquecimento 10°C/min e resfriamento ao ar. O ensaio de DMA foi conduzido baseado na metodologia apresentada por ROJAS *et al.* (2018) e YANG *et al.* (2017). Ambos os ensaios foram realizados no Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural (COMPOLAB – DEMEC/UFPE).

O Módulo de elasticidade foi estabelecido utilizando a técnica de Ultramicrodureza por indentação instrumentada, utilizando um ultramicrodurômetro Shimadzu, modelo DUH-W201S, localizado no Laboratório de Solidificação rápida (LSR), no departamento de Engenharia mecânica da UFPB. Foram realizadas 6 microindentações na superfície da amostra devidamente lixada e polida. Para tal, utilizou-se um indentador Vickers, uma carga de 100 mN, com tempo de manutenção de 10 s, e velocidade de carregamento de 13,32 mN/seg.

Para os compósitos fabricados por SPS os valores de microdureza Vickers foram obtidos usando um microdurômetro Mitutoyo modelo HM200, com uma carga de 0,1 kg aplicada por 10 s.

Figura 18 – Resumo da metodologia proposta.



Fonte: A autora, 2019.

4 RESULTADOS

Esta seção discute os resultados obtidos a respeito da caracterização do PAE e das propriedades mecânicas dos compósitos fabricados. Por fim, apresenta um comparativo a cerca do desempenho de cada compósito e seu respectivo processo.

4.1 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X (FRX) DO PAE

A composição do pó de aciaria varia em função do tipo de aço produzido, sendo a composição deste estudo semelhante à de resíduos do processo de fabricação de aços carbono apresentada na Tabela 1. O PAE apresentou majoritariamente a presença de Ferro (35,33%) e Zinco (21,01%) em sua composição, estando dentro da faixa observada na literatura (DUTRA *et al.*, 2006; HAVLÍK *et al.*, 2006). Os teores de ferro e zinco são apresentados como Ferro total e Zinco total em função das fases nas quais esses elementos podem ser encontrados neste tipo de resíduo, descritas na Tabela 2. A Tabela 10 apresenta o percentual dos elementos presentes no resíduo estudado determinada por FRX.

Tabela 10 – Composição química do PAE como recebido.

Parâmetro Analisado (%)	Amostra como recebida
Fe total	35,33
Zn total	21,01
Cálcio1 (Ca)	Q
Sódio (Na)	1,99
Silício (Si)	11,42
Magnésio (Mg)	3,28
Alumínio (Al)	2,92
Potássio (K)	0,35
Fósforo (P)	0,35
Chumbo (Pb)	0,76
Cádmio (Cd)	0,02
Cromo (Cr)	0,38

Fonte: A autora, 2019.

Foi possível a detecção de elementos residuais, como o P, além dos elementos que são volatilizados durante o processo (Zn e Pb), elementos oriundos da adição de escorificantes (Ca), elementos desoxidantes e formadores da escória (Si, Al e Mg) (RIZZO, 2006). As concentrações de elementos, como zinco e de chumbo no poeiras de aciaria estão diretamente

relacionada às características da sucata carregada nos fornos (MENAD et al., 2003). A norma NBR 10004 que classifica o resíduo como Classe I, perigoso, em virtude da toxicidade, não faz menção ao teor dos elementos chumbo e cádmio presentes no resíduo sólido, entretanto, a mesma indica os teores máximos destes elementos nos extratos obtidos por ensaios de solubilização e lixiviação.

4.2 SEPARAÇÃO GRANULOMÉTRICA POR PENEIRAMENTO

O PAE foi submetido ao referido ensaio com a finalidade de separar a amostra em faixas granulométricas de acordo com as peneiras utilizadas, bem como, determinar as porcentagens em massa de cada destas (Tabela 11). Aproximadamente 50% do total da amostra ficou retido na peneira de 65 mesh (tamanho superior a 212 μm), entretanto, foi possível observar que a fração possuía a presença de impurezas (como madeira, vidro e plástico), possivelmente oriundas do processo de estocagem, o que interferiu no seu peso. Não foi realizado nenhuma estimativa da influência dessas impurezas no peso desta fração. A cerca disto, e baseado na literatura apresentada (OUSTADAKIS *et al.*, 2010; HAVLÍK et al., 2006), pode-se apontar a faixa com tamanho de partículas menor que 53 μm como a mais representativa, visto que esta apresentou 28,5% da massa total.

Tabela 11 – Massa e faixa granulométrica das frações obtidas através do método de peneiramento.

Fração	Peneiras (mesh)	Abertura (mm)	Massa retida (g)	% Retida	% Passante
PAE-1	65	0,212	533,08	49,55	50,45
PAE-2	150	0,106	123,84	11,51	38,94
PAE-3	200	0,075	59,01	5,48	33,46
PAE-4	270	0,053	53,33	4,96	28,50
PAE-5	Fundo	0	306,65	28,50	0,00

Fonte: A autora, 2019.

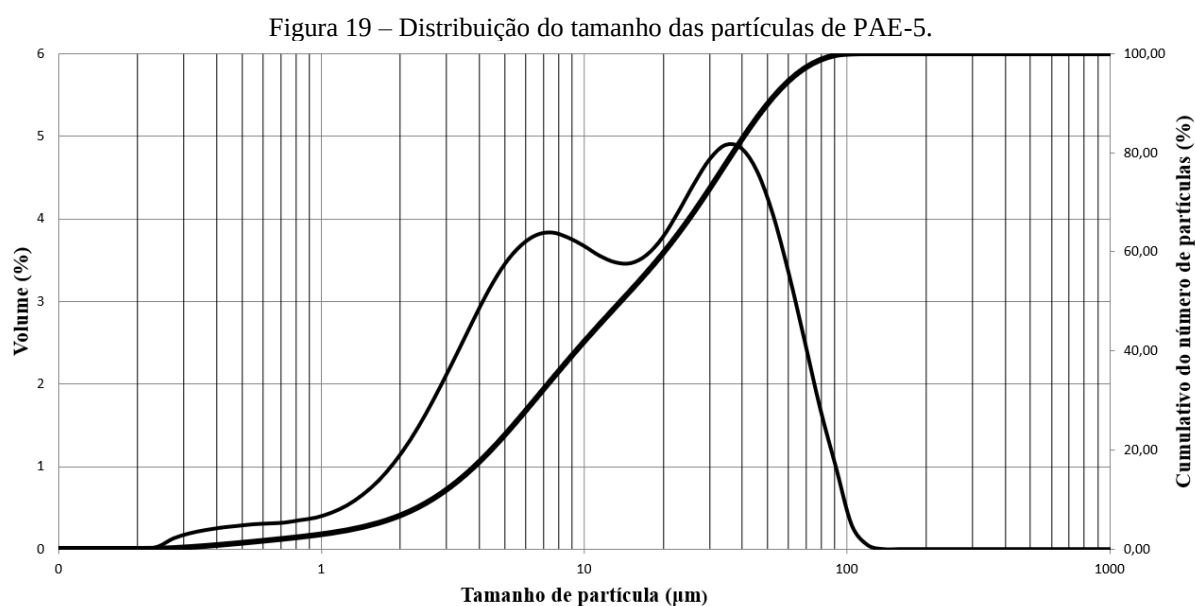
SOFILIĆ *et al.* (2004) caracterizaram 12 amostras de PAE coletadas mensalmente em uma usina siderúrgica da Croácia, e analisadas por peneiramento, constatando que as amostras eram compostas basicamente por duas faixas de tamanho representativas, uma entre 63-90 μm , e outra entre 100-125 μm , enquanto que a faixa granulométrica entre 90-100 μm foi menos representativa.

A inserção de outros tipos de resíduos em matriz de alumínio por metalurgia do pó tem sido estudada, como por exemplo, a grafita e casca de arroz, ambos apresentando tamanho de partícula menor que 50 μm , partículas de alumina variando de 30 μm (ALANEME & SANUSI,

2015) a 100 μm (ARAÚJO FILHO *et al.*, 2016), além das partículas de reforço usualmente aplicadas, como carvão de silício (SiC), de tamanho médio de 50 μm (YAO *et al.*, 2015; ARAÚJO FILHO *et al.*, 2016), o que indica a possibilidade da reutilização de 28 a 39% do PAE.

4.3 DISTRIBUIÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS

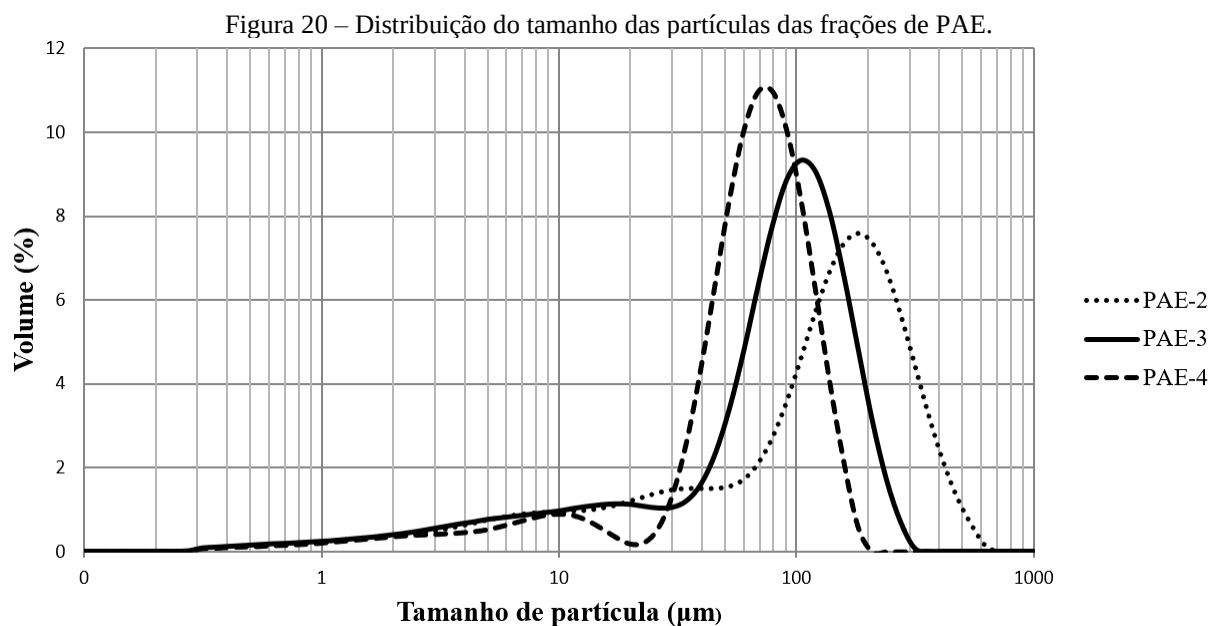
A Figura 19 apresenta os resultados da análise de distribuição granulométrica utilizando difração de laser para a determinação da distribuição do tamanho de partículas do pó de aciaria em relação aos seus diâmetros para a Fração PAE-5.



Fonte: A autora, 2019.

Pode-se observar na fração PAE-5 uma distribuição bimodal, denotando a existência de duas populações de tamanho de partículas centradas em torno de dois pontos distintos. Uma porção constituída por finos formadas por partículas entre 10 μm a 7 μm , e uma porção mais grossa, com partículas entre 7 a 120 μm . Essa distribuição heterogênea do pó de aciaria também foi observada nos resultados obtidos por TANG *et al.* (2017).

A classificação apresentada por GUÉZENNEC *et al.* (2005), permite classificar o resíduo em dois grupos: partículas grandes, entre 200 a 20 μm , e partículas mais finas, inferior a 20 μm . De acordo com a classificação apresentada, essa fração é composta aproximadamente por 60% de partículas finas. Para todas as demais frações o comportamento das partículas foi observado em curvas unimodais, de assimetria negativa, indicando uma população de partículas maiores (Figura 20).



Fonte: A autora, 2019.

Na Fração PAE-2, 10% das partículas apresentaram diâmetro inferior a $8,5 \mu\text{m}$ (d_{10}), já para a Fração PAE-3, este valor foi de $8 \mu\text{m}$, e para a Fração PAE-4, 10% do diâmetro de suas partículas foi inferior a $10,6 \mu\text{m}$. Por sua vez, a Tabela 12 exibe um resumo da distribuição do tamanho de partículas do PAE, e o diâmetro médio de partícula para cada uma das faixas obtidas durante o ensaio.

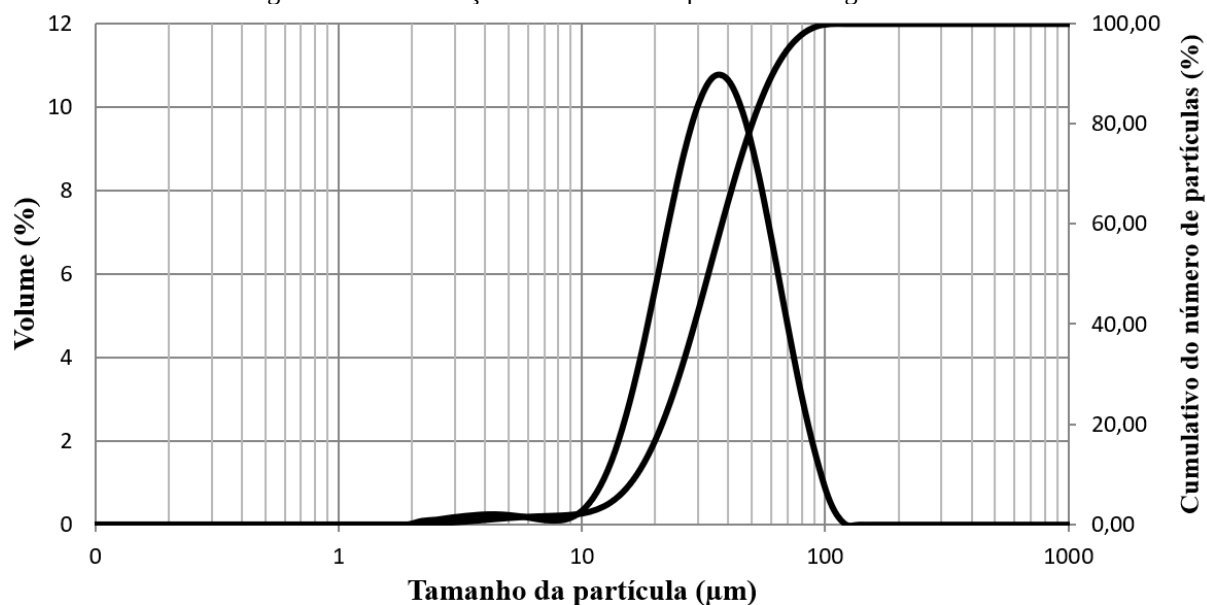
Tabela 12 – Evolução da distribuição do tamanho de partículas do PAE.

	TAMANHO DE PARTÍCULAS (μm)					
	d_{10}	25,0 (%)	d_{50}	75,0 (%)	d_{90}	Média
Fração PAE-2	8,52	53,45	128,33	229,26	289,82	86,00
Fração PAE-3	8,02	35,99	82,63	131,19	160,33	47,00
Fração PAE-4	10,61	30,28	63,06	93,40	111,60	29,00
Fração PAE-5	2,65	6,86	13,87	36,73	50,44	20,00

Fonte: A autora, 2019.

Para o alumínio AA7075 (Figura 21) foi observado um tamanho médio de partícula de aproximadamente $33 \mu\text{m}$, demonstrando também ser um material de granulometria fina, e com tamanho de partículas variando entre 2 a $120 \mu\text{m}$. Os valores verificados para d_{10} , d_{50} e d_{90} foram respectivamente de $16,80 \mu\text{m}$, $33,00 \mu\text{m}$ e $60,70 \mu\text{m}$.

Figura 21 – Distribuição do tamanho das partículas da liga AA7075.



Fonte: A autora, 2019.

4.4 FLUORESCÊNCIA DE RAIOS X DAS FRAÇÕES DE PAE

Em função da utilização de uma faixa granulométrica específica do resíduo, faz-se necessário conhecer o teor individual de cada elemento presente nas frações obtidas pelo ensaio de peneiramento (Tabela 13).

Tabela 13 – Distribuição dos elementos nas frações de PAE.

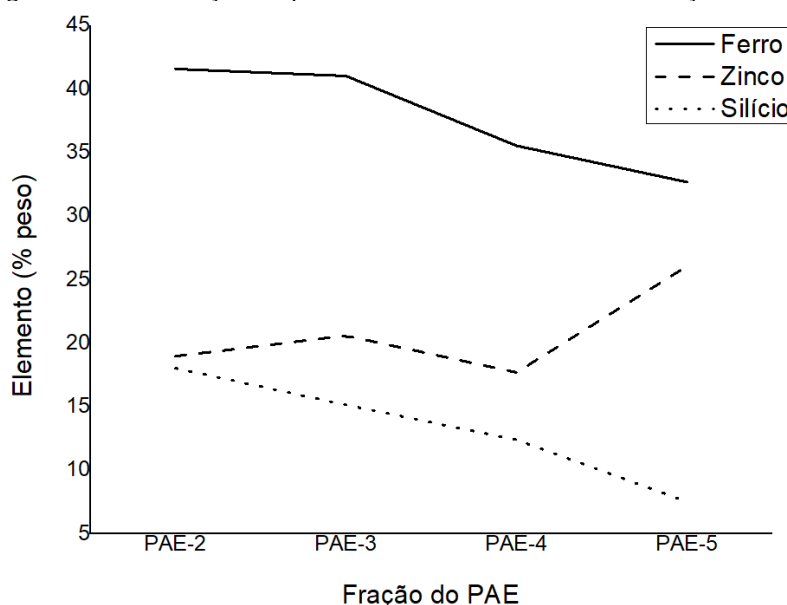
Parâmetro Analisado (%)	PAE-2	PAE-3	PAE-4	PAE-5
Fe total	41,58	41,04	35,34	32,69
Zn total	18,99	20,60	17,70	26,06
Ca	6,18	7,27	6,80	6,26
Na	1,86	1,89	3,26	3,15
Si	18,14	15,16	12,40	7,54
Mg	2,90	3,28	3,23	3,98
Al	3,53	3,78	3,46	2,49
K	0,46	0,46	0,40	0,31
P	0,39	0,37	0,34	0,34
Pb	0,70	0,79	0,66	0,84
Cd	0,01	0,01	0,02	0,02
Cr	0,40	0,40	0,36	0,45

Fonte: A autora, 2019.

Os teores de todos os elementos observados nas frações, assim como na amostra inicial encontravam-se dentro das faixas descritas na Tabela 1. Apesar disto, um alto teor de ferro presente no resíduo indica grande perda do elemento de interesse do processo.

Os teores de zinco aumentam em função da redução do diâmetro das partículas do resíduo, corroborando o exposto no trabalho de GUÉZENNEC *et al.* (2004), que afirmam a predominância do zinco nas partículas consideradas como finas. Em contrapartida, o ferro apresentou comportamento inverso, em que o seu teor diminui conforme a granulometria do resíduo também diminui (Figura 22). Assim como o ferro, o teor de silício apresenta o mesmo comportamento, em que o seu teor diminui conforme o tamanho da partícula também diminui. Os teores de Chumbo e Cádmio, elementos estes de alta periculosidade na composição do resíduo, se mantiveram dentro dos teores mínimos observados na literatura, sugerindo uma boa seleção da sucata utilizada no processo produtivo.

Figura 22 – Distribuição em peso do Ferro, Zinco e Silício nas frações de PAE.



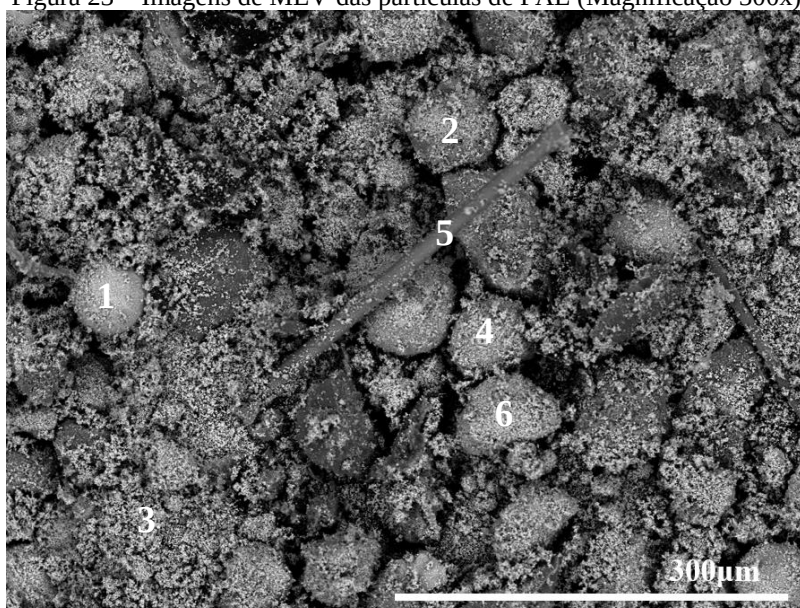
Fonte: A autora, 2019.

4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

A morfologia das frações do resíduo foi analisada por MEV e a análise química das microrregiões foi investigada por meio de EDS. A Figura 23 apresenta um panorama geral das partículas presentes no PAE abaixo de 212 μm . De acordo com a classificação para morfologia das partículas apresentadas por CHIAVERINI (2001) pode-se observar a presença de partículas

esféricas maiores (1), esféricas de diâmetros variados (2), e predominância de partículas esféricas submicrométricas formando aglomerados (3), as quais também recobrem, ou ficam aderidas as partículas (4). Constatou-se ainda a presença de partículas cilíndricas alongadas (5), e partículas arredondada (6). Resultados similares são descritos nos trabalhos apresentados por GUÉZENNEC *et al.* (2005) e DUTRA *et al.* (2006). As partículas esféricas têm origem durante o arraste das partículas sólidas no carregamento das matérias-primas no forno elétrico, bem como, na projeção de gotículas de metal líquido e de escória, sendo esse tipo de partícula frequentemente observado em outros trabalhos descritos na literatura (OMRAN & FABRITIUS, 2017; MANTOVANI *et al.*, 2002; LI & TSAI, 1993).

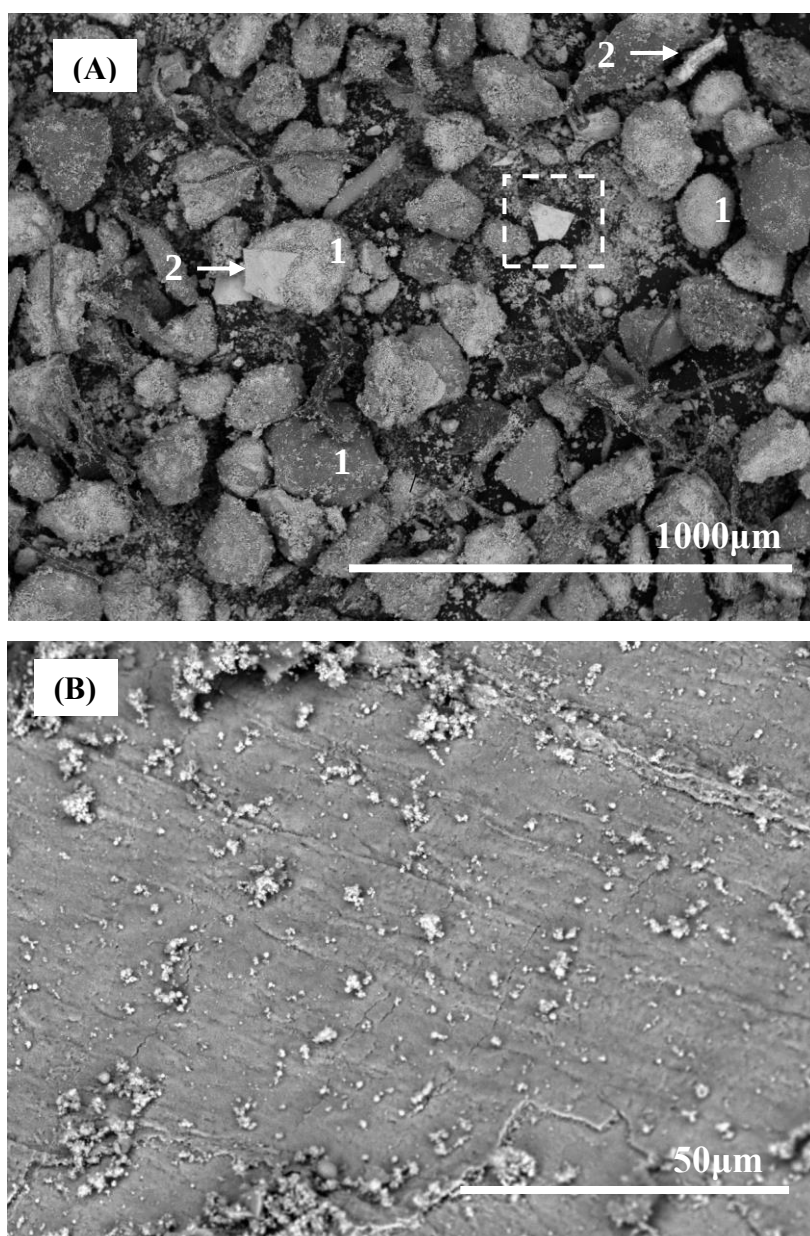
Figura 23 – Imagens de MEV das partículas de PAE (Magnificação 300x).



Fonte: A autora, 2019.

A Figura 24-A apresenta o aspecto geral da morfologia das partículas para a Fração PAE-2. Além da presença de partículas arredondadas (1), denota-se a presença de partículas flocadas (2), descritas como achatadas, de formato irregular, e menor espessura em relação ao comprimento e a largura. Na ampliação (Figura 24-B), destaca-se a existência de partículas submicrométricas aderidas sob a superfície dessa partícula.

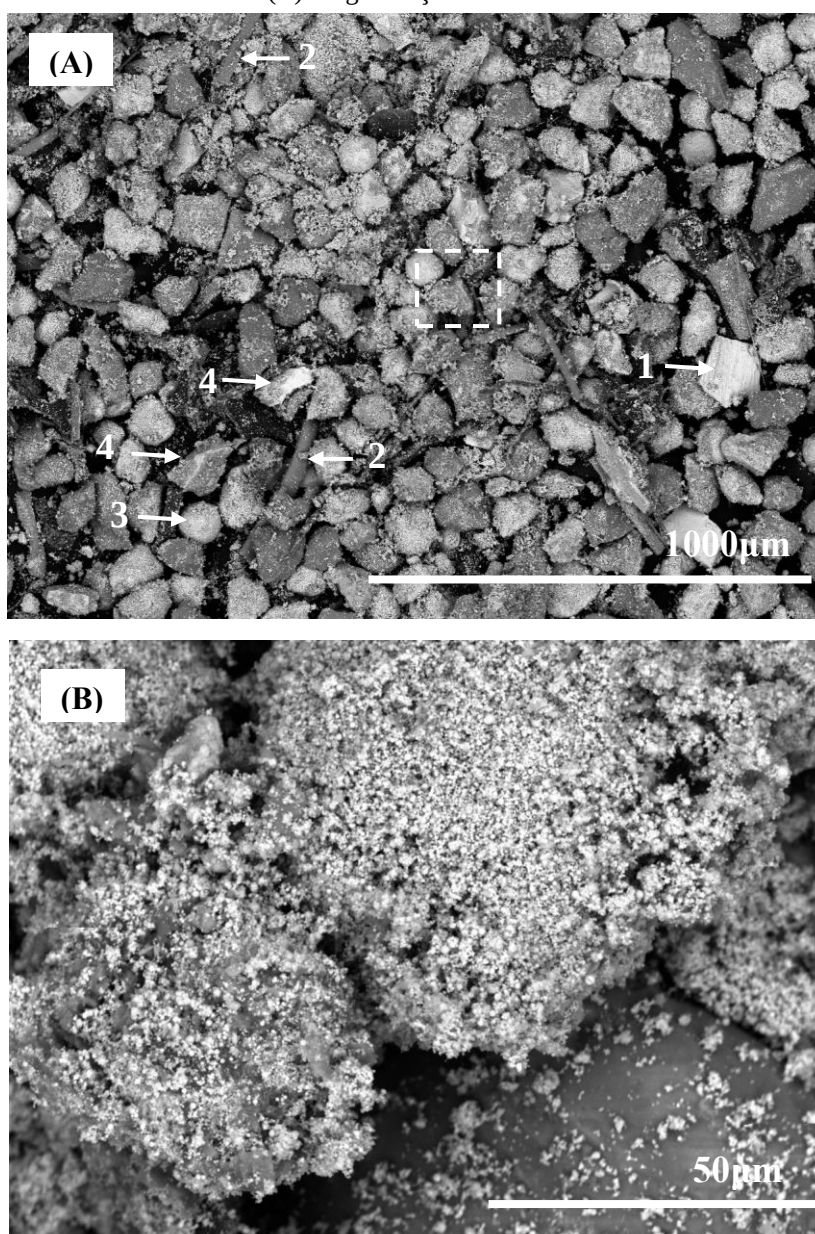
Figura 24 – Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-2 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x.



Fonte: A autora, 2019.

Para a Fração PAE-3, além das morfologias já apresentadas anteriormente na Fração PAE-2, observa-se nesta fração (Figura 25-A) a presença de partículas de morfologia flocada (1) e partículas similares as partículas flocadas, porém de maior comprimento em relação a descrita na fração anterior (2), partículas esféricas (3) e partículas angulares (4). Na ampliação (Figura 25-B) tem-se a aderência de partículas esféricas submicrômicas em partículas arredondadas.

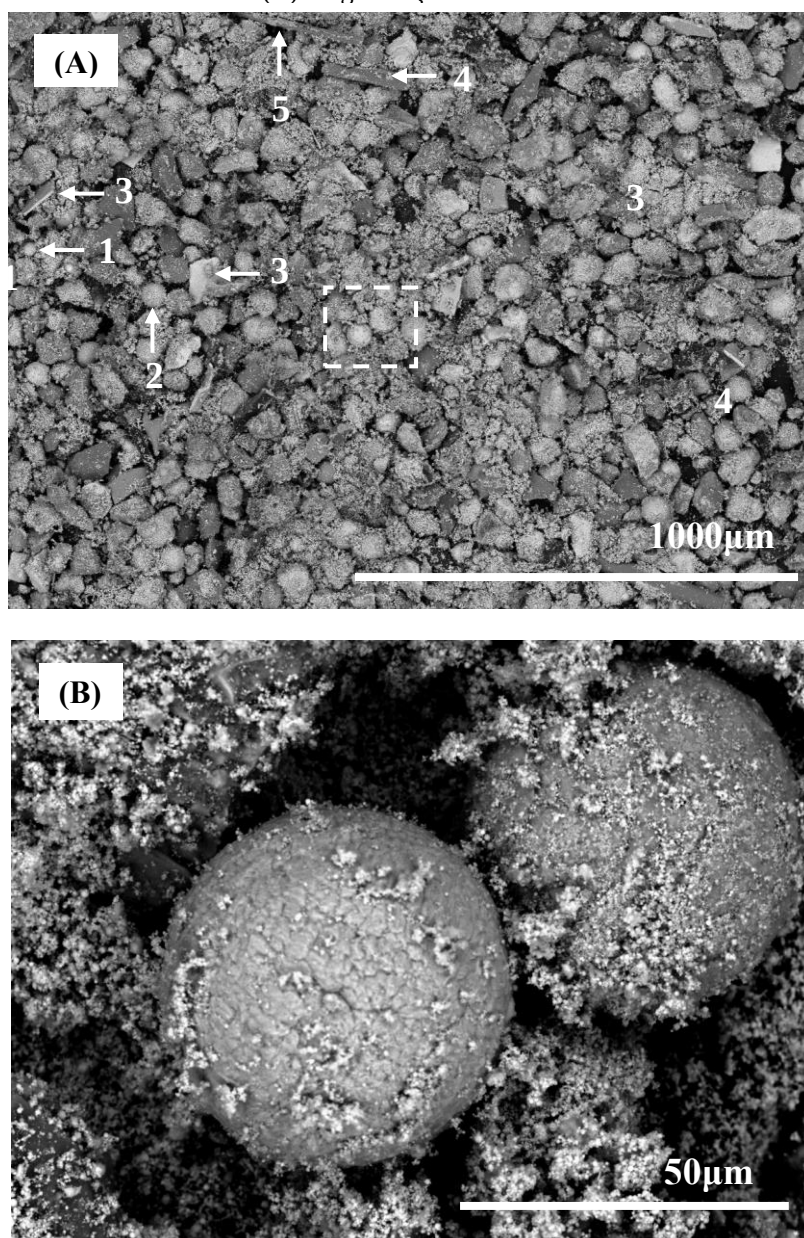
Figura 25 – Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-3 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x.



Fonte: A autora, 2019.

A Fração PAE-4 (Figura 26-A), por sua vez, já exhibe partículas esféricas de aproximadamente de 30 μm (1) e partículas esféricas de tamanho variados (2), entre 50 e 60 μm , além das partículas com morfologia já descritas, como a flocada (3), flocada de comprimento mais alongado (4) e a partícula de morfologia cilíndrica (5). Na ampliação (Figura 26-B), destaca-se o aspecto das partículas esféricas de aproximadamente 50 μm .

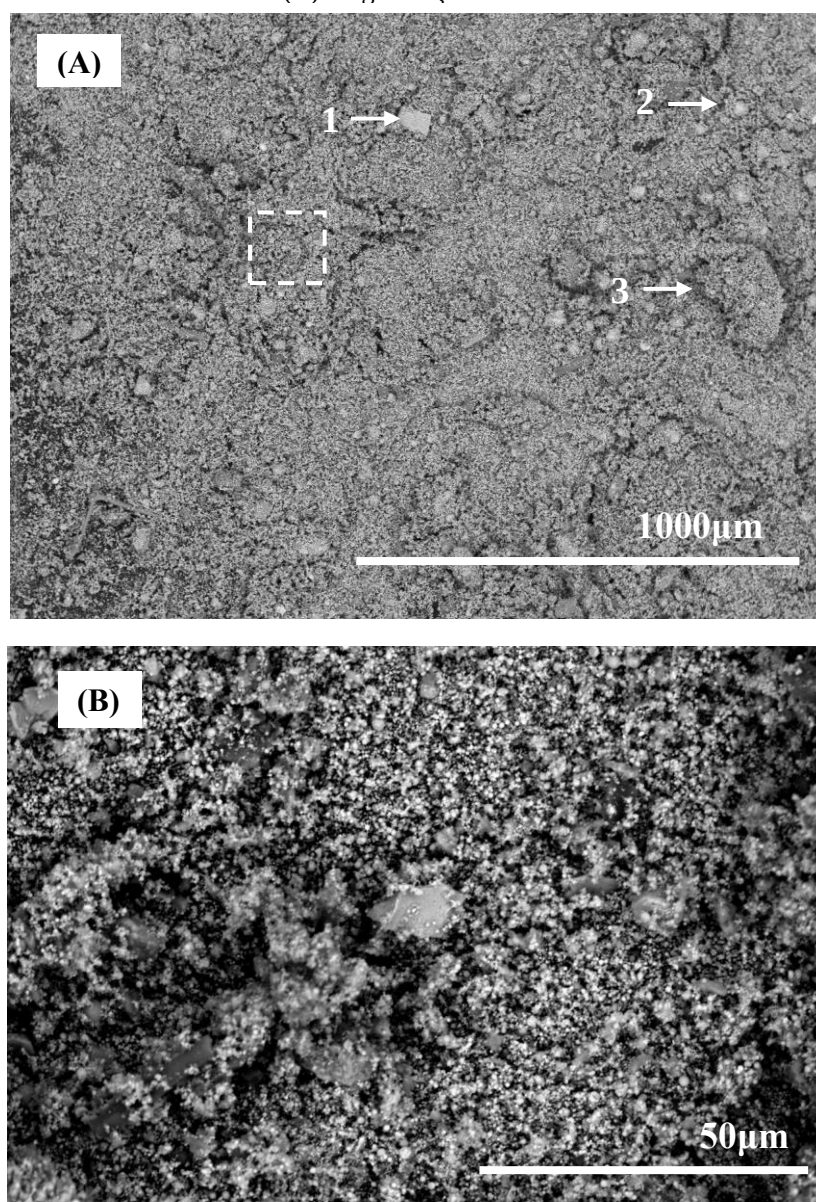
Figura 26 – Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-4 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x.



Fonte: A autora, 2019.

Por fim, para a fração PAE-5 (Figura 27-A) observa-se a presença de partículas flocadas (1) e partículas esféricas (2), ausência de partículas alongadas, e a predominância de partículas esféricas submicrométricas, as quais, por vezes, podem sofrer aglomeração. Denota-se a ocorrência de aglomerados dessas partículas (3) de aproximadamente 110 μm . Alguns aglomerados podem apresentar sinais de sinterização parcial, quando esta ocorre no interior do forno ou no exaustor a alta temperatura (GUÉZENNEC *et al.*, 2004). Na ampliação (Figura 27-B), pode-se constatar a ocorrência de partícula de morfologia angular de aproximadamente 15 μm .

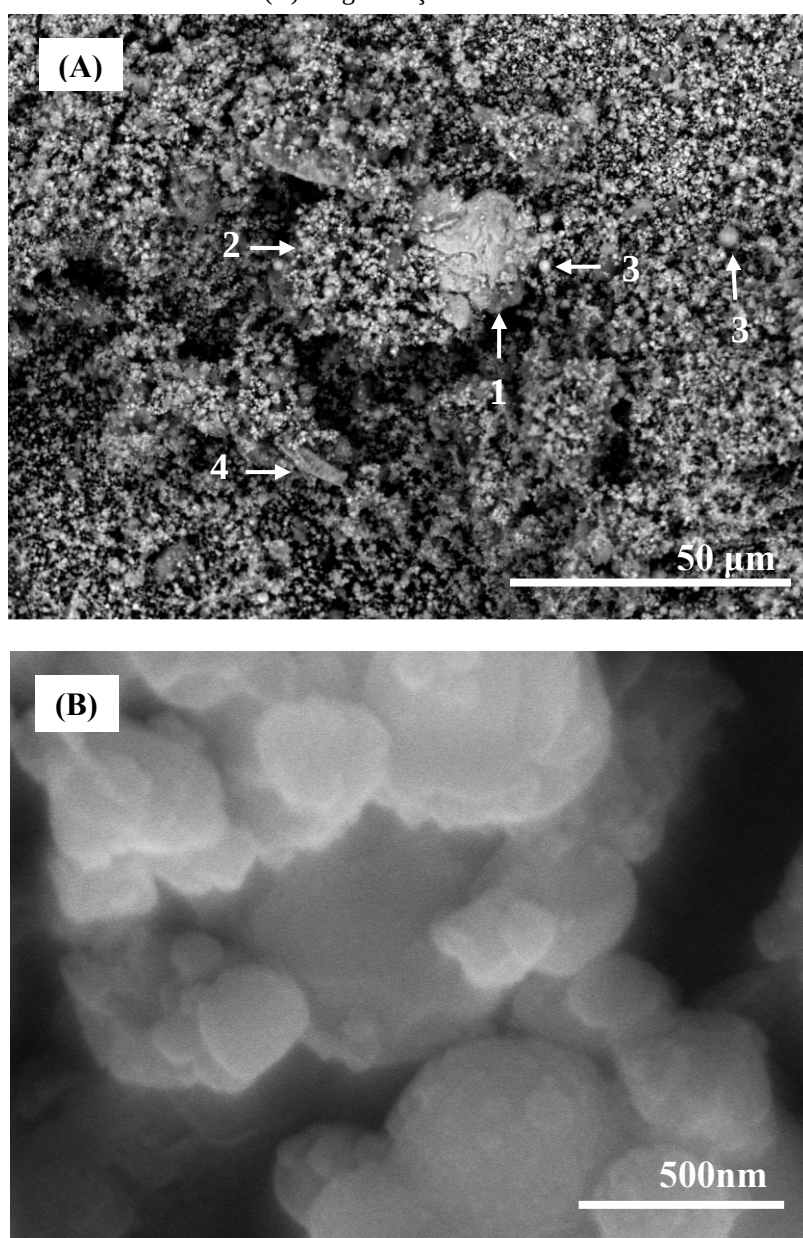
Figura 27 – Imagens de MEV das partículas da Fração PAE-5 do resíduo de PAE. (A) Magnificação de 100x e (B) Magnificação de 1500x.



Fonte: A autora, 2019.

Ainda para a Fração PAE-5 (Figura 28-A) pode-se analisar a presença de uma partícula de morfologia esponjosa irregular (1) ligada a um agregado de partículas finas (2), além de ser possível a ocorrência de partículas esféricas isoladas (3), além de partículas flocadas (4). Na Figura 28-B tem-se a ampliação das partículas esféricas submicrômicas, de diâmetro entre 600 a 20 nm.

Figura 28 – Imagens de MEV das partículas de PAE observadas na Fração PAE-5. (A) Magnificação 3.000x e (B) Magnificação 140.000x.

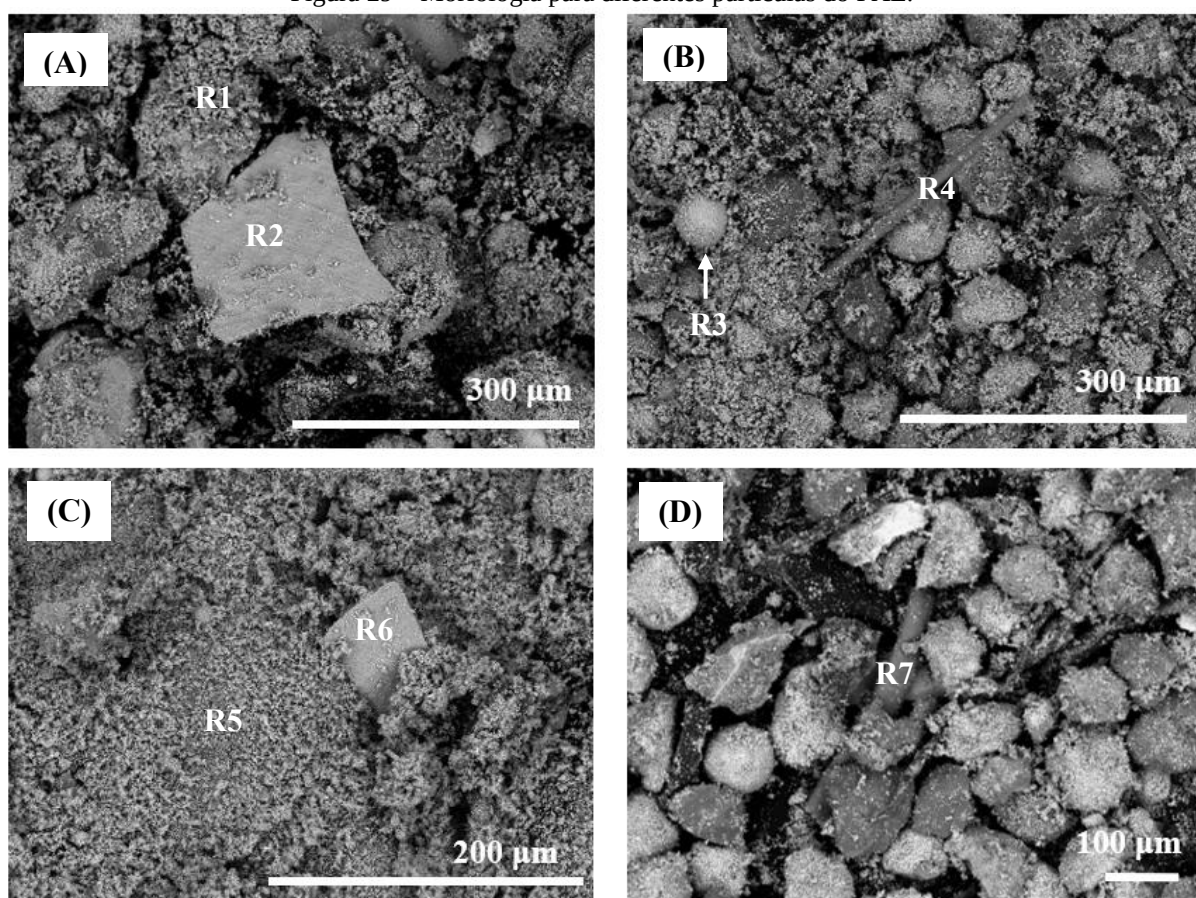


Fonte: A autora, 2019.

Os elementos identificados por EDS, bem como seus percentuais são apresentados na Tabela 14 para as microrregiões analisadas na Figura 29. O ferro foi identificado em todas as regiões analisadas, principalmente associado as partículas identificadas como R2 (Figura 29-A) e R6 (Figura 29-C). De acordo com a classificação apresentada no item 4.3, o ferro é associado a partículas grandes, entre 20 e 500 µm, de formato irregular e oriundo do arraste da sucata (GUÉZENNEC *et al.*, 2004). O zinco, também foi identificado em todas microrregiões, e de forma significativa para as partículas R3 (Figura 29-B), R5 (Figura 29-C) e também para a região R1. Para as regiões R3 e R5, o zinco está associado as partículas submicrométricas,

classificadas como partículas finas, menores que 20 μm , as quais são formadas pela condensação dos vapores contendo zinco no FEA (GUÉZENNEC *et al.*, 2004). Essas regiões podem ser identificadas como sendo compostas possivelmente por zincita e franklinita, em função do percentual dos elementos em questão e pelo tamanho das partículas. Um estudo mais detalhado pode ser observado em OMRAN & FABRITIUS (2017). No caso da partícula R3, têm-se uma estrutura de morfologia esférica heterogênea possivelmente de ferro enriquecida em zinco, possivelmente franklinita.

Figura 29 – Morfologia para diferentes partículas do PAE.



Fonte: A autora, 2019.

Realizou-se ainda EDS nas partículas anteriormente classificadas como esférica e flocada alongada, identificadas nas regiões R4 (Figura 29-B) e R7 (Figura 29-D), respectivamente. A partícula R4 foi identificada como uma partícula de silício, e a partícula R7, por sua vez, está associada aos elementos formadores da escória, resultante do arraste das adições e/ou da projeção de gotículas nos pontos de impacto do arco ou do jato de oxigênio no banho líquido (GUÉZENNEC *et al.*, 2004).

OMRAN & FABRITIUS (2017) indicaram em seu trabalho a presença predominante de partículas esféricas ricas em ferro indicadas como franklinita, partículas esféricas de zincita menores que 1 μm , além da presença de partículas grandes de formato irregular identificada como Si-O-Al. DUTRA *et al.* (2005) apontaram a presença de partículas esféricas lisas, ricas em ferro, oxigênio, alumínio e cálcio, porém pobre em zinco.

Tabela 14 – Análise semiquantitativa por EDS para as microrregiões identificadas na Figura 29.

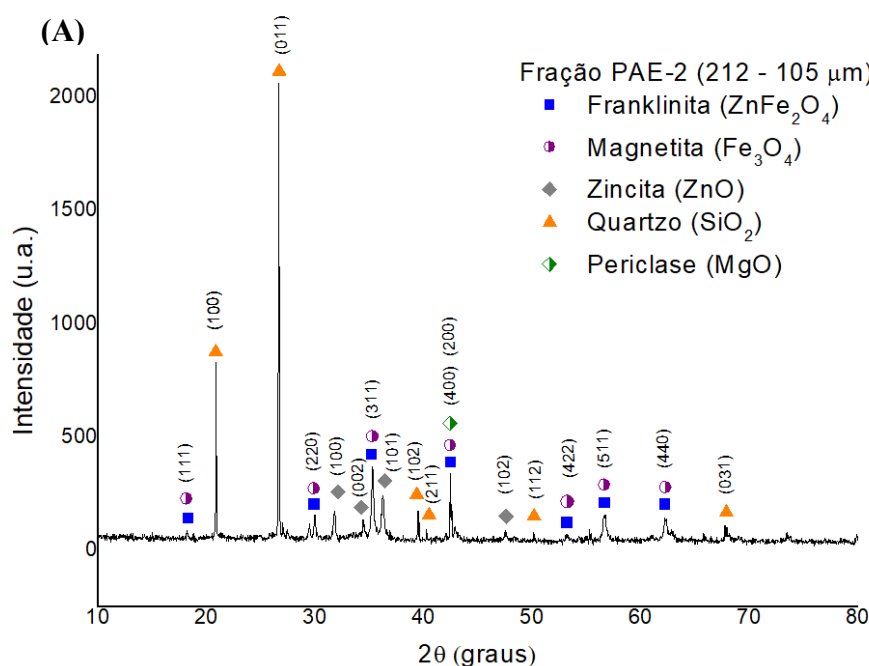
Figura	Região	Fe(%)	Zn(%)	O (%)	Si (%)	Mn(%)	Ca(%)	Mg(%)	Al(%)
A	R1	34,9	29,1	21,2	2,5	3,5	3,7	2,2	2,4
	R2	82,2	6,6	3,8	1,8	2,9	-	-	2,6
B	R3	23,3	35,1	19,7	1,2	3,4	1,6	2,0	-
	R4	7,2	1,7	34,8	21,9	13,7	-	4,6	6,5
C	R5	26,4	38,2	18,9	2,7	3,8	4,9	2,7	1,3
	R6	70,3	20,1	3,9	-	2,2	1,6	1,0	-
D	R7	30,8	23,2	7,2	12,8	1,6	19,6	1,5	2,7

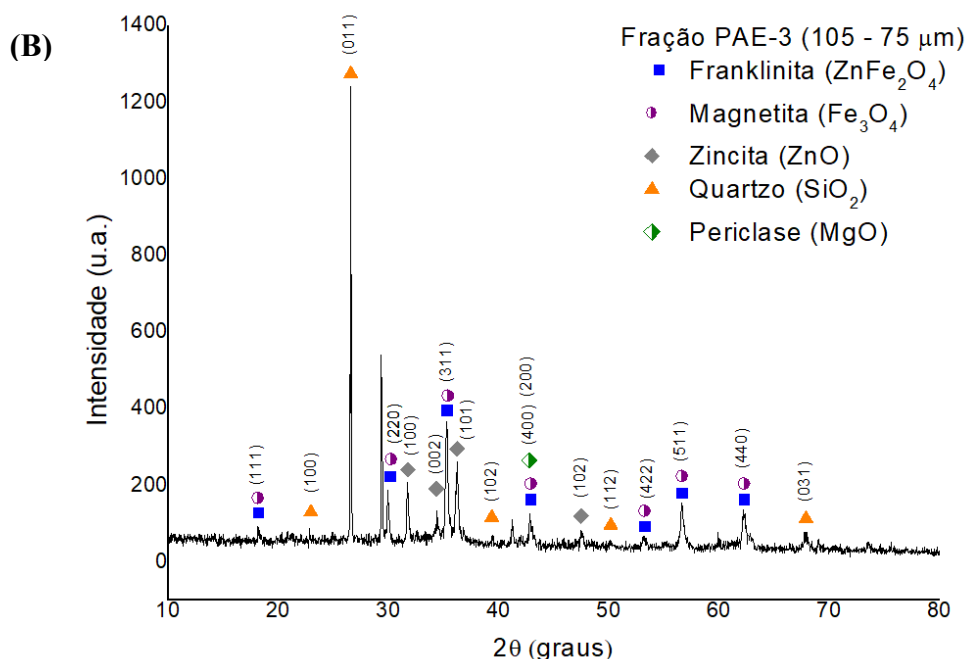
Fonte: A autora, 2019.

4.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A Figura 30 apresenta os resultados das frações do resíduo de pó de aciaria a fim de se analisar as fases cristalográficas presentes, principalmente, as associações do ferro e do zinco, em que a indexações dos picos dessas fases foi realizada por meio das cartas JCPDS.

Figura 30 – Difratomogramas obtidos para as frações de PAE-2 (A) e PAE-3 (A).



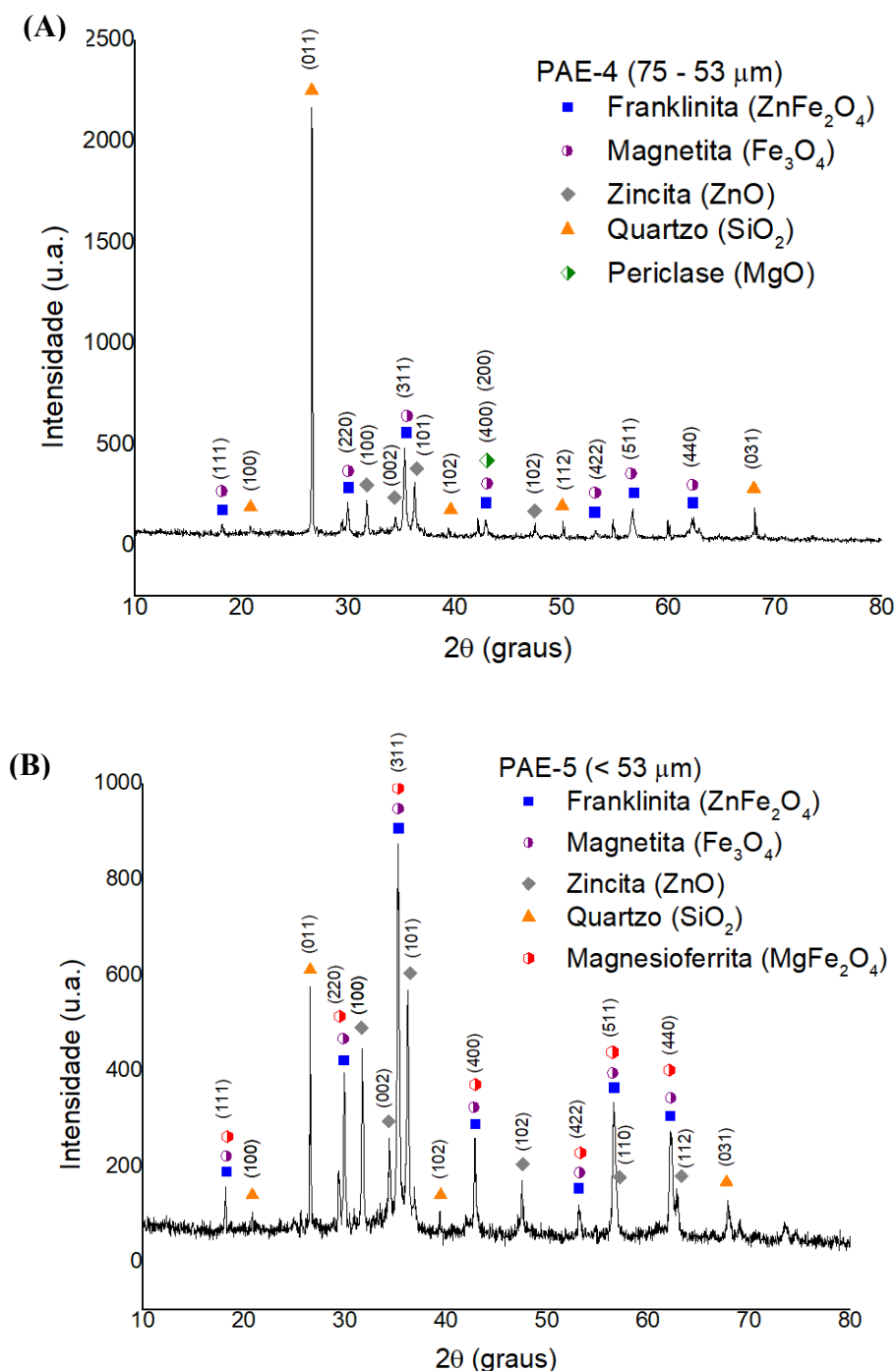


Fonte: A autora, 2019.

Em virtude dos resultados de MEV e EDS discutidos anteriormente, pode-se concluir a partir dos difratogramas (Figura 30-A e B) que os elementos predominantes, ferro e zinco, encontraram-se principalmente associados na forma de óxidos, e óxidos complexos com estrutura de espinélio. O PAE é um resíduo de mineralogia complexa, no qual o zinco foi encontrado nas fases Zincita (ZnO), carta JCPDS (Nº 01-1136) e Franklinita (ZnFe_2O_4), carta JCPDS (Nº 02-1043). O ferro, por sua vez, além de estar associado a franklinita, também pôde ser observado na fase Magnetita (Fe_3O_4), carta JCPDS (Nº 01-1111), identificadas como R2 e R6 nas Figuras 29-A e 29-C. Tanto a franklinita quanto a hematita apresentam os mesmos índices, para a franklinita, os índices (111), (220), (311), (400), (422), (511) e (440), corresponde a sequência de ângulos de difração (2θ): 18,3°; 30,2°; 35,7°; 43,2°; 53,5°; 57,0° e 62,6°. Enquanto que para a magnetita, a sequência de ângulos de difração corresponde aos mesmo índices é: 18,2°; 30,2°; 35,5°; 43,0°; 53,5°; 57,2° e 62,5°.

Além destas fases, ainda se constatou a presença de picos de elementos minoritários formadores de escória, como Quartzo (SiO_2), partícula também identificada como R4 na Figura 29-B e Magnésio (Periclase), carta JCPDS (Nº 01-1235).

Figura 31 – Difratogramas obtidos para as frações de PAE-4 (A) e PAE-5 (A).



Fonte: A autora, 2019.

Para as Frações PAE-4 (Figura 31-A) e PAE-5 (Figura 31-B), além das fases identificadas nas frações anteriores, pode-se constatar a presença da fase Magnesianferite (MgFe_2O_4), carta JCPDS (Nº 01-1114), que também apresenta estrutura do tipo espinélio, e os mesmos índices de Miller, enquanto a sequência de ângulos de difração (2θ) corresponde a: $18,4^\circ$; $30,1^\circ$; $35,5^\circ$; $43,2^\circ$; $53,5^\circ$; $57,3^\circ$ e $62,8^\circ$. HAVLÍK *et al.*, (2006) realizaram estudo similar do PAE, em que o mesmo foi submetido ao ensaio de peneiramento, e argumentaram em seus

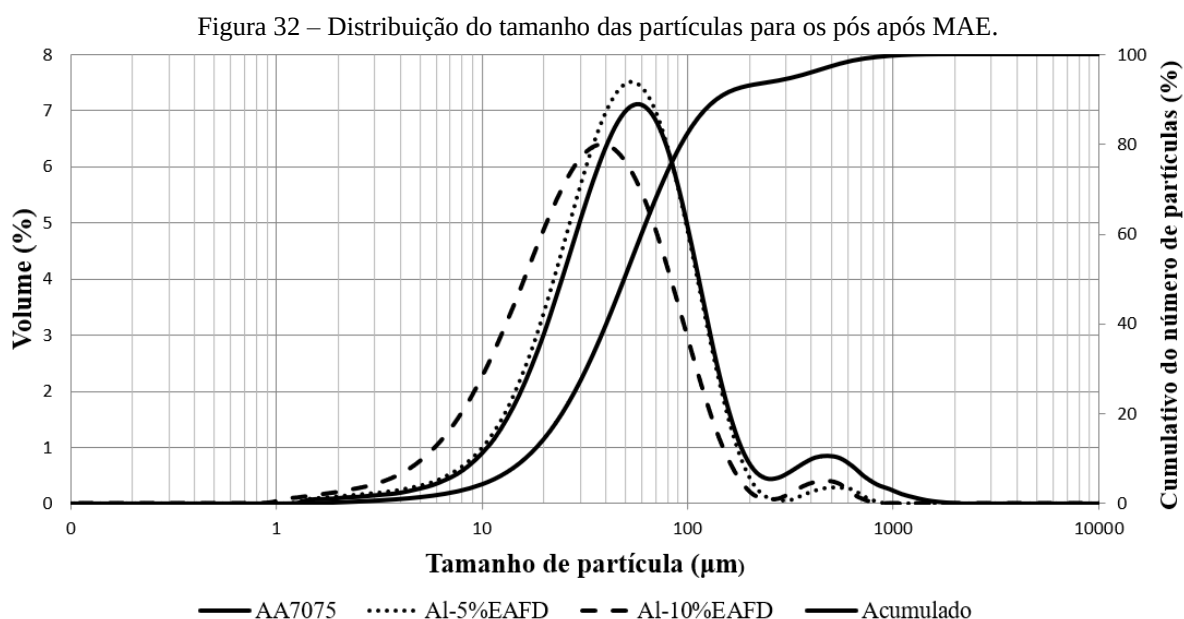
resultados que as observações de algumas fases não foram possíveis para as frações separadas, sendo possível apenas para a média das amostras.

Como relatado em outros trabalhos (OMRAN & FABRITIUS, 2017; GRILLO *et al.*, 2013; MACHADO *et al.*, 2006; HAVLÍK *et al.*, 2006; DUTRA *et al.*, 2006), os picos de todas as fases mencionadas apresentam sobreposição em algum grau. Tais sobreposições podem interferir na identificação destas fases, principalmente das fases magnetita, hematita, e magnesioferrita e cromita, as quais pertencem ao grupo do espinélio e ferrita de cálcio. Apesar disto, a ocorrência da fase magnetita é maior do que a fase hematita.

Por ser descrito como um subproduto de difícil reciclagem devido à diversidade de elementos presentes, sua aplicação em novos produtos ou o desenvolvimento de processos para seu tratamento torna-se complexa. A caracterização de resíduos possibilita identificar a composição do resíduo, bem como suas características, além de fornecer informações para uma avaliação adequada das potencialidades econômicas, tratamento, e destino adequado, auxiliando na determinação da possível aplicabilidade do resíduo.

4.7 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA

A Figura 32 apresenta o comportamento dos pós de partida em relação a distribuição do tamanho de partícula após o processamento de moagem de alta energia durante o período de 1 hora, e a curva cumulativa para a liga AA7075.



Fonte: A autora, 2019.

O MAE resultou em alterações significativas na faixa de distribuição do tamanho de partículas para os pós do compósito em relação a liga AA7075, em que esta apresentava antes do processamento uma faixa de tamanho de partículas de diâmetro entre 2-120 μm , e após a MAE esta faixa passou a ser de 1 a 2000 μm .

A Tabela 15 apresenta a influência do processo de moagem de alta energia no aumento percentual do tamanho médio do diâmetro da partícula para os pós com adição de 5 e 10% de PAE em relação a liga AA7075 não processada.

Tabela 15 – Evolução da distribuição do tamanho de partículas para os pós após MAE.

	TAMANHO DE PARTÍCULAS (μm)				
	d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀	Média	Aumento
AA7075	16,80	33,00	60,70	33,00	-
AA7075 (1H)	18,56	56,34	159,02	303,00	91%
Al-5%EAFD (1H)	14,99	44,26	104,59	148,00	78%
Al-10%EAFD (1H)	10,52	36,78	100,99	126,00	74%

Fonte: A autora, 2019.

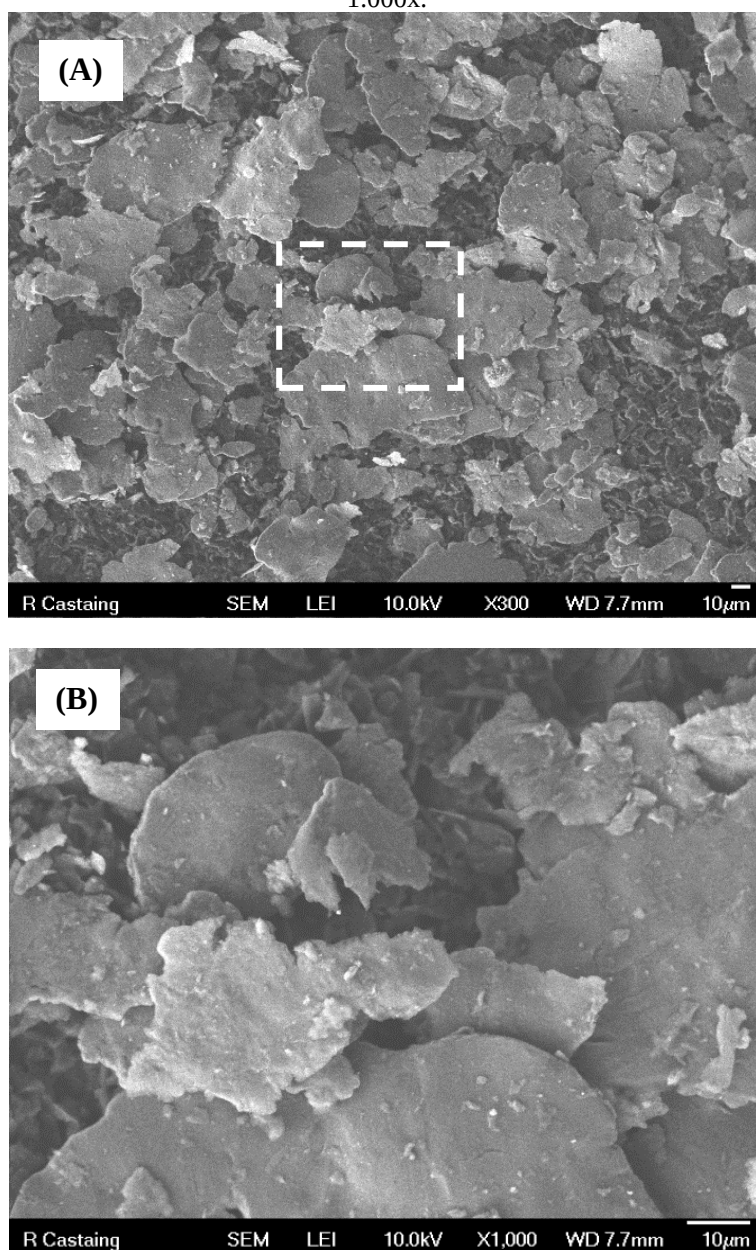
O aumento do tamanho médio é justificado em virtude da soldagem a frio resultante do impacto das esferas, o qual, por sua vez, resulta no encruamento e posterior fratura das partículas do pó, fazendo com que novas superfícies sejam formadas e se soldem, proporcionando o aumento do tamanho de partículas. Para tempos maiores de moagem, as partículas passam a ser endurecidas e fraturada por fadiga, formando fragmentos que na ausência de forças de aglomeração fortes podem continuar a se reduzir em tamanho (SURYANARAYANA, 2001).

Por se tratar de um material composto basicamente por óxidos, a adição do resíduo no alumínio contruibui para o efeito da redução do tamanho da partícula, em virtude do sistema formado pelos materiais, dúctil-frágil, em que as partículas do resíduo se fraturam formando novas superfícies, as quais tem menor propensão a sofrer ressoldagem. O alumínio por sua vez, por se tratar de um material mais dúctil e macio, suas partículas, no processo de moagem apresentam a tendência a se soldarem e formar partículas grandes. RAMEZANI & NEITZERT (2012) em seu estudo apresentaram comportamento semelhante para o alumínio no processo de moagem de alta energia em moinho planetário, no qual houve o aumento do tamanho da partícula para diferentes horas de moagem. ARAUJO FILHO *et al.* (2016) obtiveram

diminuição do tamanho de partículas da liga AA1100 em moinho do tipo SPEX, tanto em função do aumento do tempo de moagem, quanto em função do aumento do reforço utilizado.

O pó de alumínio AA7075 após o período de 1h de moagem de alta energia apresentou partículas com feito de flocos micrométricos, de dimensões laterais com variação entre 10-100 μm e espessura de cerca de 1 μm (Figuras 33-A e 33-B).

Figura 33 – Imagens de MEV da morfologia do pó de AA7075 (A) Magnificação 300x e (B) Magnificação 1.000x.

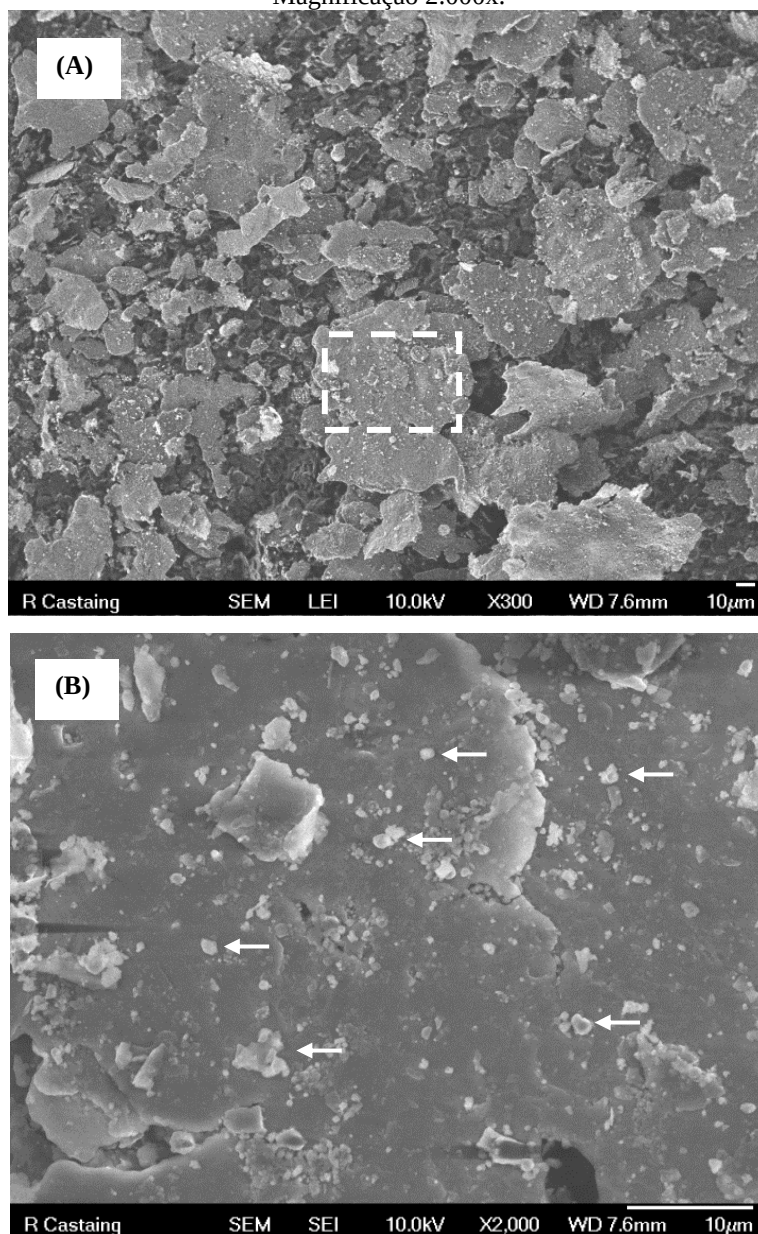


Fonte: A autora, 2019.

Para os pós compósitos, uma imagem típica é mostrada nas Figuras 34-A e 34-B. Os flocos micrométricos da liga AA7075 podem ser observados, assim como as partículas de PAE,

homogeneamente dispersas na superfície das partículas do alumínio, indicadas pelas setas nas imagens. De modo que, não são observados aglomerados micrométricos do resíduo.

Figura 34 – Imagens de MEV da morfologia do compósito Al-10/%EAFD (A) Magnificação 300x e (B) Magnificação 2.000x.

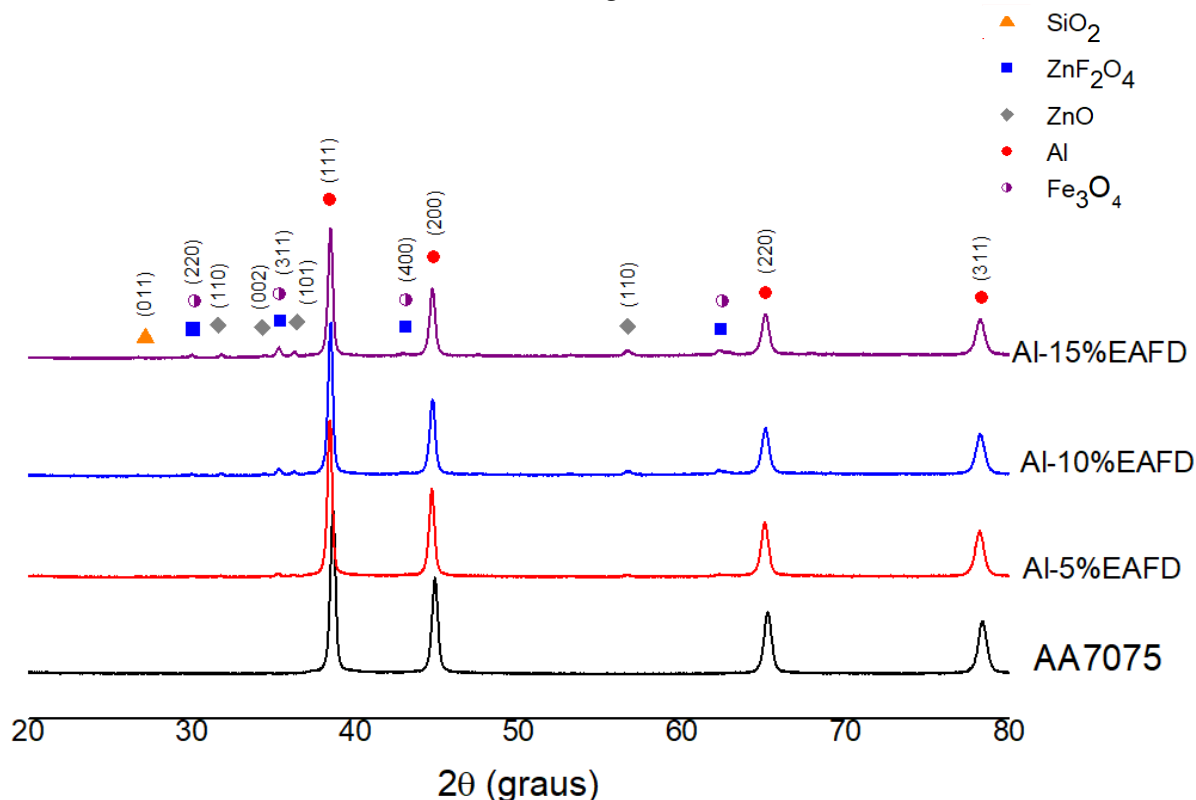


Fonte: A autora, 2019.

A Figura 35 ilustra as análises de DRX obtidas para o pó de alumínio e os devidas adições de PAE, de 5, 10 e 15% após a MAE. Pode-se observar picos intensos de alumínio, em função deste ser à matriz do compósito, e picos de menor intensidade atribuídos aos óxidos presentes no PAE, sendo possível apenas a identificação de alguns picos correspondentes a

zincita, hematita e franklinita, os quais se tornam mais evidenciados à medida que o teor de resíduo no compósito aumenta.

Figura 35 – Difrátograma para a liga AA7075 e Al-n%EAFD (n= 5, 10, e 15%) para 1 hora de moagem de alta energia.

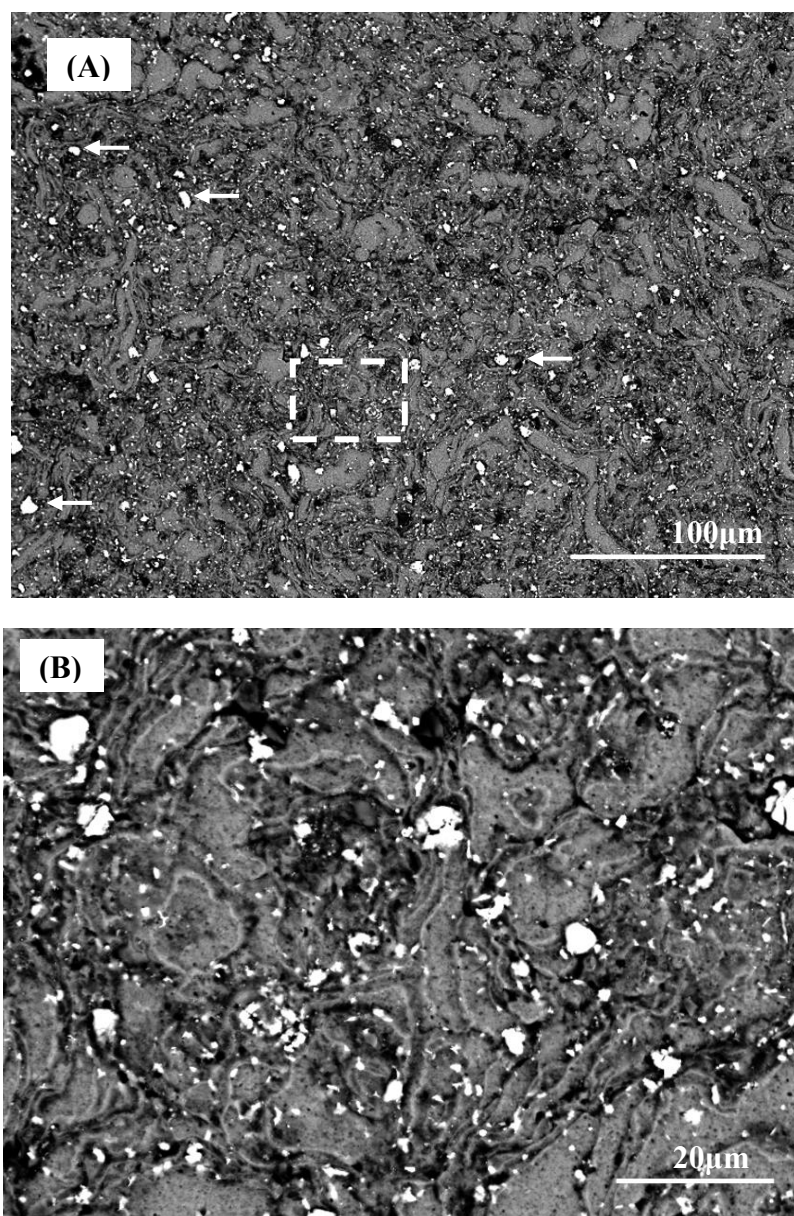


Fonte: A autora, 2019.

4.8 COMPÓSITOS FABRICADOS POR METALURGIA DO PÓ

Micrografias do compósito Al-5% EAFD sinterizado por MP são exibidas na Figura 36. A micrografia com ampliação de 500x (Figura 36-A) possibilita visualizar a matriz do compósito, proporcionando um aspecto geral a respeito da dispersão das partículas de resíduo na matriz, em que foi possível constatar a existência de partículas micrométricas e de morfologia irregular (Figura 36-B).

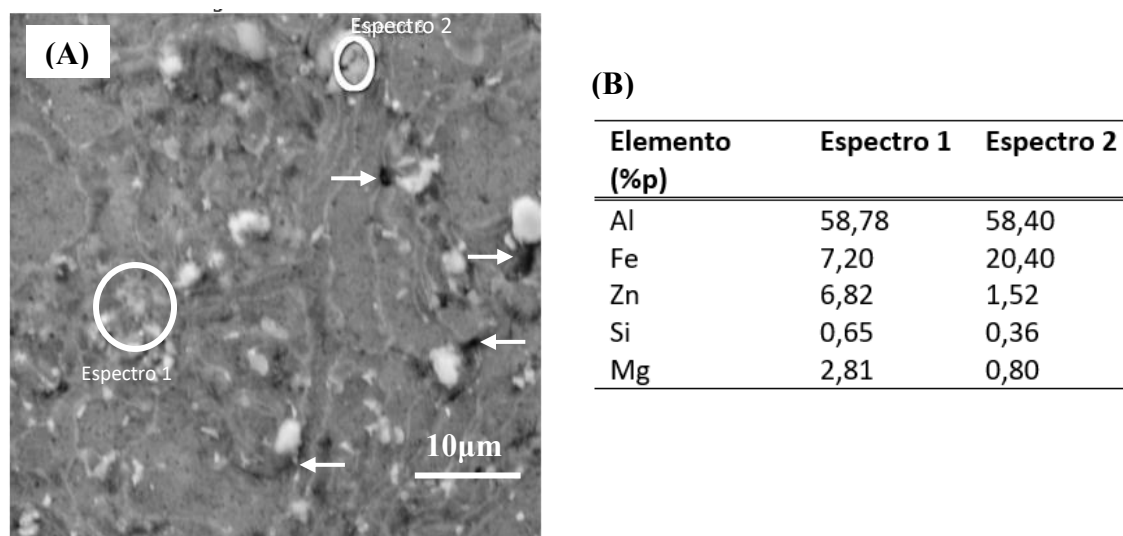
Figura 36 – Morfologia do compósito Al-10%EAFD sinterizado fabricado por MP (A) Magnificação 500x, (B) Magnificação 2000x.



Fonte: A autora, 2019.

Pode-se concluir por meio da análise de EDS que as partículas presentes são compostas principalmente por alumínio, e uma mistura de composição aproximada de ferro e zinco na matriz para o espectro 1, e alumínio e uma grande quantidade de ferro para a partícula analisada no espectro 2 (Figura 37).

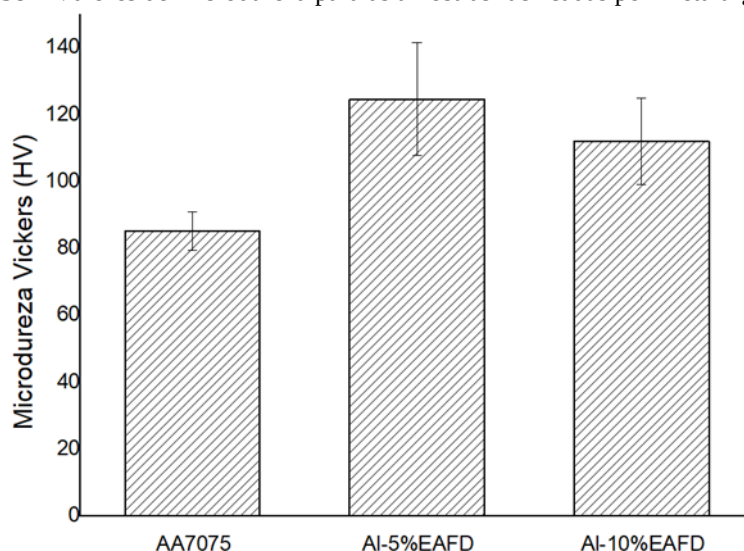
Figura 37 – Microrregiões para análise química por EDS (A). Percentual dos elementos presentes nas microrregiões analisadas (B).



Fonte: A autora, 2019.

Para a obtenção dos resultados de dureza Vickers, cinco indentações foram realizadas na superfície de cada amostra. A adição de 5% em peso de PAE resultou em um aumento significativo no valor de microdureza Vicker (HV) de $85,1 \pm 5,7$ para $124,6 \pm 16,9$, representando um aumento de 46% no valor de dureza em relação a liga AA7075. Já a adição do teor de 10% de PAE resultou em um valor de dureza de $112,0 \pm 12,9$ em relação à liga não reforçada para as condições experimentais executadas (Figura 38).

Figura 38 – Valores de microdureza para as amostras fabricadas por Metalurgia do pó.



Fonte: A autora, 2019.

O aumento inicial do valor da dureza é causado pela presença de ferro e zinco, os quais estão presente na forma de óxidos, e possuem alta dureza. O aumento da adição do resíduo de 5 para 10%, ocasionou uma redução de aproximadamente 10% no valor de dureza. Apesar das partículas de PAE estarem homogeneamente dispersas, tal redução se deve possivelmente em função da baixa aderência da interface partícula-matriz indicadas pelas setas na Figura 36 e 37.

ADEOSUN *et al.* (2012) obtiveram êxito em adições em teores maiores de PAE e estudaram o efeito da adição de 2-20% em peso do resíduo, nas propriedades mecânicas da liga de alumínio AA6063, porém por meio do processo de fundição em areia, em que as amostras fabricadas foram posteriormente laminadas a frio e tratadas termicamente. FLORES-VÉLEZ *et al.* (2001) produziram um compósito de matriz de alumínio baseado na técnica convencional de metalurgia do pó e obtiveram os melhores resultados de resistência à compressão e dureza para amostras fabricados com 10% em peso de PAE, para os quais obtiveram valor de dureza de 70 HV.

SELVAM *et al.* (2013) aplicaram cinzas volantes em compósitos de liga de alumínio AA6061 obtendo valor máximo de 116 HV para 12% em peso do resíduo em questão. Outros resíduos têm sido aplicados como reforço em compósito de alumínio, tais como escória granulada (FLORES-VÉLEZ *et al.*, 2001), lama vermelha (RAJESH, 2013), cinza de casca de arroz e grafite (ALANEME & SANUSI, 2015). Por sua vez, ARAUJO FILHO *et al.* (2016) avaliaram a influência de diferentes percentuais de reforços tradicionais como carbetos de silício (SiC) e alumina (Al_2O_3) na liga AA1100, fabricados em condições similares, porém a uma carga de compactação mais baixa, e para os quais, os mesmos obtiveram valores de dureza Vickers de 169,9 e 202,2 para os compósitos reforçados com 10% em peso de SiC e Al_2O_3 , respectivamente.

O Módulo de Elasticidade (E) foi determinado por meio da técnica de ultramicrodureza por indentação instrumentada, e os valores obtidos a partir do ensaio são apresentados na Tabela 16. Para a liga AA7075 o valor de E foi de $39,7 \pm 5,8$ (GPa) e $73,4 \pm 9,5$ (GPa) para o compósito Al-5%EAFD. O aumento no valor do Módulo de elasticidade está associado a dispersão das partículas de PAE na matriz.

FOUGERE *et al.* (1995) determinaram o valor do Módulo de elasticidade por nanoindentação para o ferro nanocristalino obtido por compactação a quente, e resultando num material com porosidade residual entre 2-30%. Em função disto, os autores identificaram o efeito da porosidade na diminuição do valor de E em comparação ao ferro denso. Os autores ainda apresentam em seu trabalho uma discussão baseada em outros autores, sobre possíveis causas para as reduções significativas observadas nos valores de E para os materiais

nanocristalinos. Entre as possíveis causas podem-se destacar o efeito da densidade e do aumento das distâncias interatômicas médias nas regiões dos contornos de grãos.

Tabela 16 – Valores do Módulo de elasticidade para uma carga de 100mN.

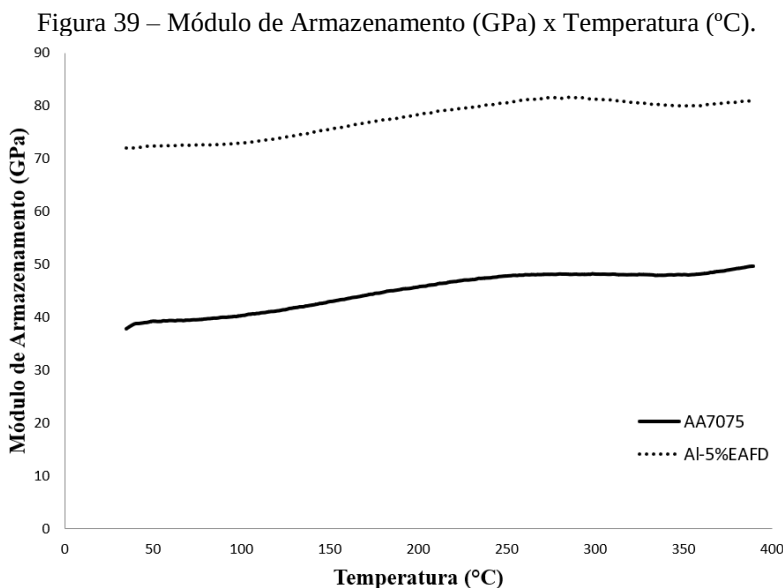
AMOSTRA	MÓDULO DE ELASTICIDADE (GPa)						MÉDIA	DESVIO
AA7075	43,25	39,53	27,41	43,24	40,28	44,78	39,7	5,8
Al-5%EAFD	83,15	74,7	63,78	63,92	66,87	88,08	73,4	9,5

Fonte: A autora, 2019.

Os materiais mecanicamente ligados podem também conter defeitos resultantes do processamento, como por exemplo trincas e poros. A redução do valor do módulo de elasticidade para a liga AA7075 fabricada por MP, em relação aos valores observados na literatura para o alumínio denso (PRASAD & WANHILL, 2017; CALLISTER & RETHWISCH, 2012), pode estar relacionado a defeitos resultantes do processo de fabricação, os quais também são constatados na Figura 37-A. Apesar do baixo valor de resíduo adicionado, um alto valor de E foi obtido.

AL-MOSAWI *et al.* (2017) fabricaram compósitos de alumínio reforçado por diferentes percentuais de alumina pelo processo de prensagem isostática a quente, obtendo valores de Módulo de elasticidade de 19 GPa para o alumínio puro. O valor de E foi aumentado em função do percentual de Al_2O_3 adicionado, até o teor de 10%, para o qual foi obtido um valor igual a 91 GPa. Outros valores de E podem ser observados na literatura para ligas de alumínio fabricadas por outras técnicas (FRANCO JR. *et al.*, 2004; ANTUNES *et al.*, 2002).

O Módulo de armazenamento (E') corresponde ao componente elástico de Módulo de elasticidade, e representa uma medida da energia de deformação armazenada (absorvida) e recuperada pelo material, em cada ciclo de carga ou frequência, em uma mesma amplitude de tensão (ROJAS *et al.*, 2018). A Figura 39 exhibe os dados do Módulo de Armazenamento (GPa) da liga AA7075 e do compósito Al-5%EAFD em função da temperatura a 1 Hz (condição quase-estática). Apesar do baixo teor de resíduo incorporado, os valores de E' do compósito difere daquele observado para a liga de alumínio não reforçada. A adição de 5% de PAE na matriz de alumínio resultou no aumento dos valores do módulo de Armazenamento.



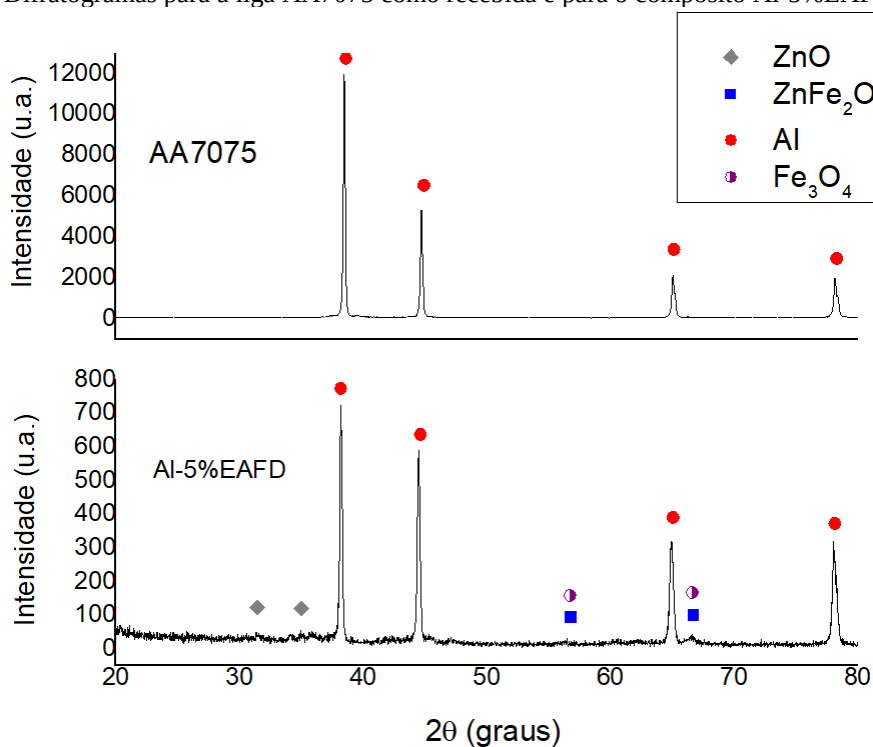
Fonte: A autora, 2019.

A adição de PAE à matriz de alumínio apresentou uma contribuição significativa para melhorar o módulo de armazenamento ao longo de toda a faixa de temperatura analisada, uma vez que as partículas de reforço incorporadas são mais rígidas que a matriz. Aumentando o valor de E' de 38 GPa para 72 GPa a temperatura ambiente. O aumento da temperatura, entre as faixas de 150-310°C, leva a um ligeiro aumento nos valores do módulo, em função do endurecimento por precipitação (ROJAS *et al.*, 2018), o qual, nesta região atinge o valor máximo de 81 GPa, possivelmente pela precipitação da fase $MgZn_2$ (TALEGHANI *et al.*, 2014), os quais também realizaram uma análise de Calorimetria exploratória diferencial (DSC - *Differential scanning calorimetry*) para o pó Alumix 431D (AA7075), observando um pico endotérmico a aproximadamente 475°C, levando a uma formação de fase líquida e possível redução das propriedades mecânicas. O efeito da temperatura e outros reforços são relatados em (ROJAS *et al.*, 2018; CARVALHO *et al.*, 2016; SUDARSHAN *et al.*, 2008).

Os padrões de DRX para o compósito de Al-5% EAFD após 1 hora de moagem de alta energia e sinterizado, e para a liga AA7075 não processada são apresentados na Figura 40. Todos os picos de difração da matriz Al são claramente identificáveis. Os picos referentes a ocorrência das fases presentes no resíduo foram apenas de picos de baixíssima intensidade e de difícil identificação. Uma característica interessante constatada nos difratogramas para o compósito sinterizado diz respeito a diminuição da intensidade dos picos após a moagem em relação a liga não processada, o que pode estar relacionado ao refinamento da estrutura interna. FECHT *et al.* (1990) relataram em seu trabalho que os picos de difração inicialmente estreitos, após a moagem em moinhos de bolas são consideravelmente alargado devido ao refinamento

do tamanho do cristalito e ao aumento das deformações no nível atômico para longos períodos de moagem. Apesar da eficiência da maior eficiência da MAE, em virtude do tempo de moagem proposto, este efeito é não observável para a amostra analisada.

Figura 40 – Difratomogramas para a liga AA7075 como recebida e para o compósito Al-5%EAFD sinterizado.



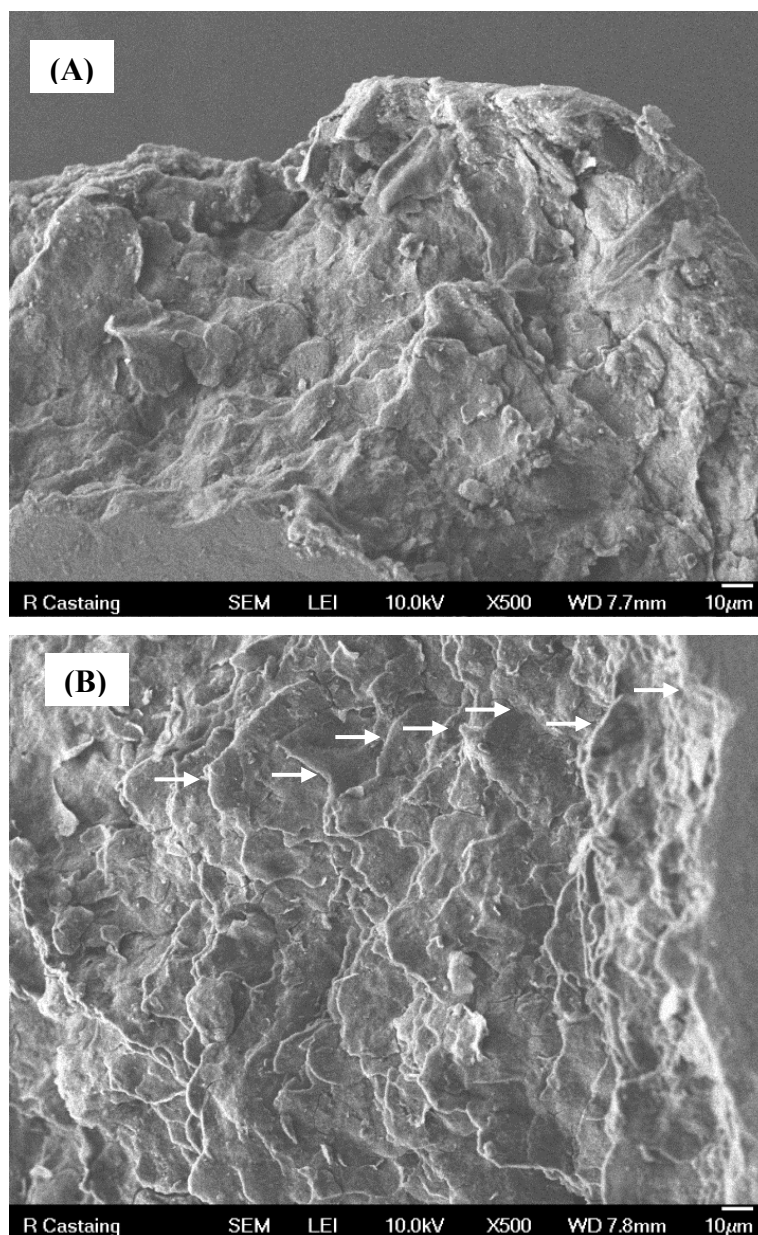
Fonte: A autora, 2019.

Cabe, por fim salientar, que para a técnica em questão, e com os parâmetros de processamentos adotados não foi possível a fabricação de amostras com teores de 15% em peso de PAE, uma vez que as mesmas fraturaram durante o processo de compactação.

4.9 COMPÓSITOS FABRICADOS POR SINTERIZAÇÃO POR PLASMA PULSADO

As micrografias para os compósitos consolidados por SPS são apresentadas nas figuras a seguir. Na Figura 41 pode se observar a morfologia lamelar para a liga AA7075, em um corte transversal da peça, indicada pelas setas (Figura 41-B), resultante do processo de compactação uniaxial durante a consolidação dos pós, em que as partículas de alumínio apresentavam partículas de mesmo aspecto após a MAE.

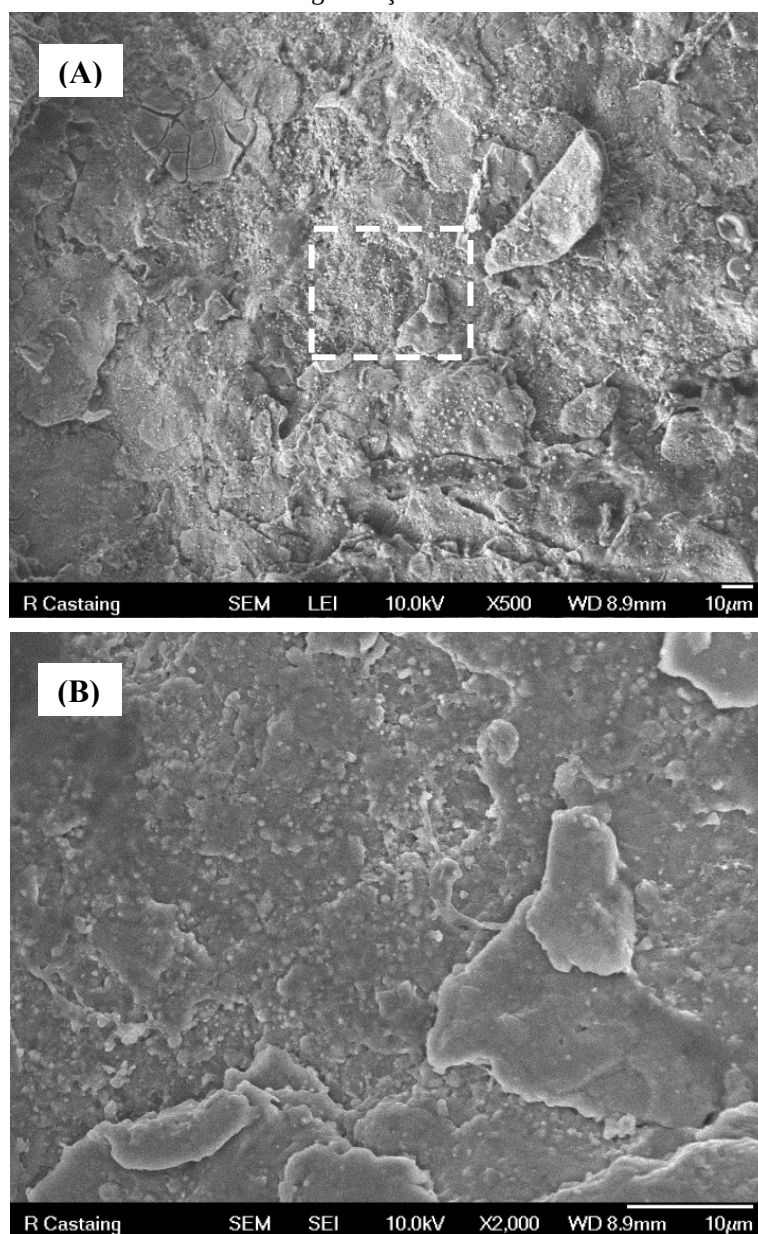
Figura 41 – Imagens de MEV da liga AA7075 sinterizada por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 500x.



Fonte: A autora, 2019.

O compósito Al-10%EAFD (Figura 42-A) também apresenta as partículas da matriz com morfologia lamelar, em que, mesmo para as amostras consolidadas, as partículas submicrométricas de PAE permanecem dispersas sob as do alumínio (Figura 42-B), de modo semelhante ao observado nos pós após o processo de MAE, em que as partículas de PAE se encontravam aderidas nas partículas de alumínio (Figura 34-B).

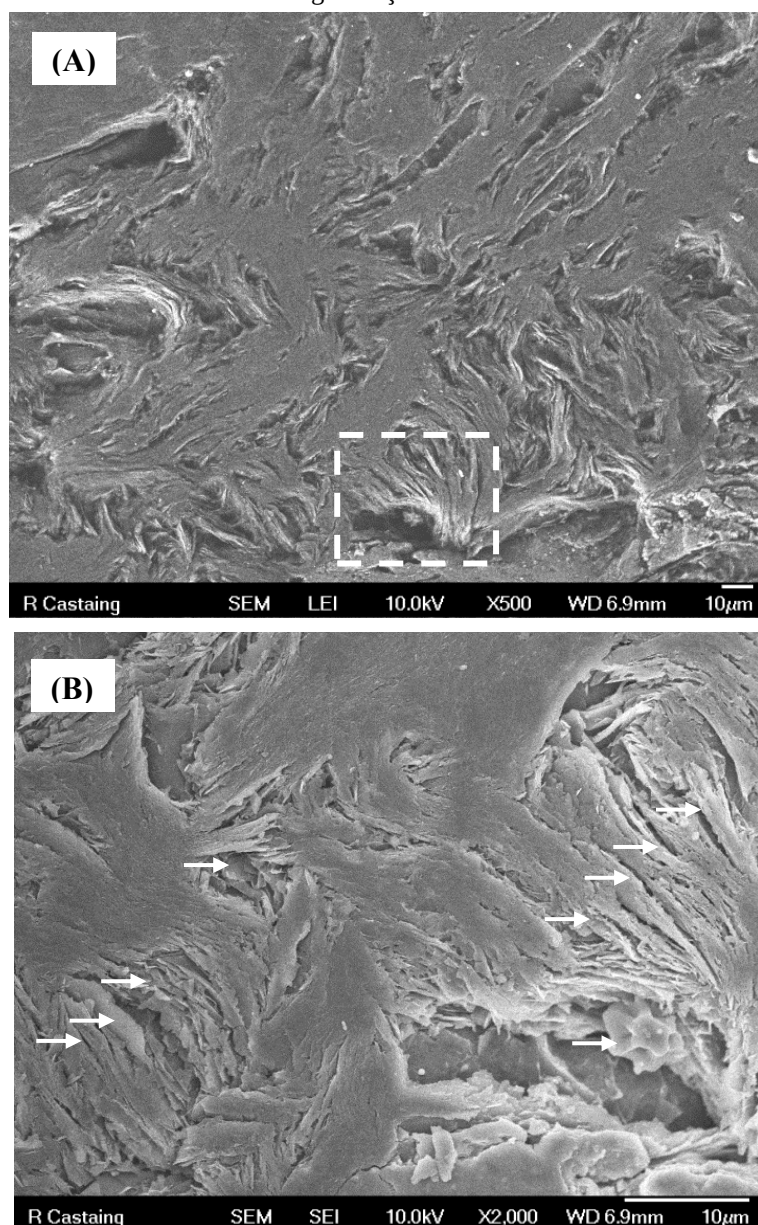
Figura 42 – Imagens de MEV do compósito Al-10%EAFD sinterizado por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 2000x.



Fonte: A autora, 2019.

Para os compósitos com adição de 15% de resíduo, as imagens de MEV demonstram ocorrer baixa aderência entre as partículas de PAE e os flocos de AA7075 (Figura 43-A), resultando em porosidade nas proximidades, e delaminação nas regiões adjacentes (Figura 43-B).

Figura 43 – Imagens de MEV do compósito Al-15%AEFD sinterizado por SPS: (A) Magnificação 500x e (B) Magnificação 2000x.

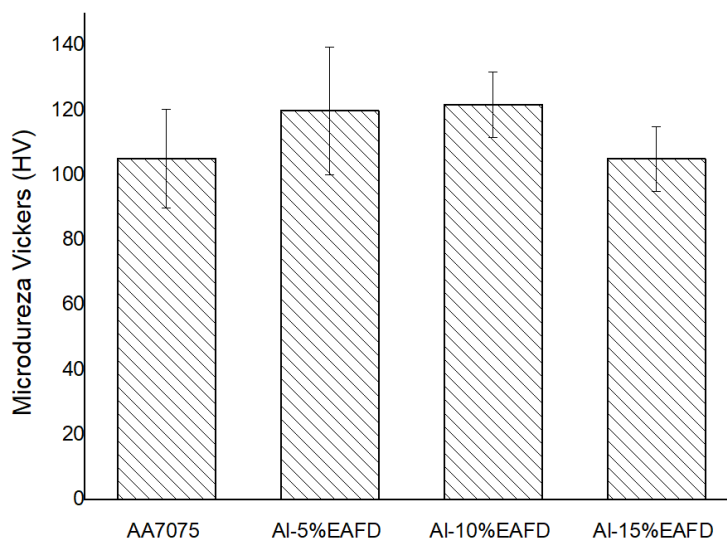


Fonte: A autora, 2019.

Para os compósitos fabricados por SPS o aumento do valor de dureza foi menos acentuado e são apresentados na Figura 44. A microdureza Vickers para a liga AA7075 foi de $105,0 \pm 15,2$ HV, enquanto que para os compósitos foram obtidos valores de $119,8 \pm 19,6$ HV para o Al-5%EAFFD e de $121,7 \pm 10,0$ HV para o Al-10%EAFFD, e para o Al-15%EAFFD este valor foi de $105,0 \pm 9,9$ HV. Para os compósitos com 5 e 10% não houve diferença significativa no valor de dureza, em função do aumento do teor de PAE incorporado. Já a adição do percentual de 15%, resultou em redução de dureza de aproximadamente 14%, em relação ao

maior valor obtido. Tal fenômeno também se deve possivelmente a baixa aderência das partículas para a quantidade de resíduo inserido.

Figura 44 – Valores de microdureza para as amostras fabricadas por Sinterização por plasma pulsado.



Fonte: A autora, 2019.

CHUA *et al.* (2015) avaliaram o efeito da temperatura de sinterização (250-450°C) na dureza da liga AA7075 consolidada por um pressão de 50MPa, e termicamente tratada (T6 = solubilizada a 495°C por 110 min e envelhecida artificialmente a 190°C por 10 horas), obtendo melhores resultados de dureza Vickers de aproximadamente 192 HV para a temperatura de sinterização de 450°C.

O aumento nos valores de dureza, seguido por uma redução em função do aumento do teor de PAE, é consistente com trabalhos descritos anteriormente, mostrando uma melhora máxima das propriedades mecânicas para teores em torno de 10% em peso de PAE (ADEOSUN *et al.*, 2012; FLORES-VÉLEZ, 2001). No presente trabalho foi constatado que a adição de maiores teores pode causar fratura do compósito durante a sinterização.

4.10 COMPARATIVO ENTRE OS COMPÓSITOS PROPOSTOS PELAS TÉCNICAS DE MP E SPS

A Tabela 17 apresenta uma relação dos parâmetros adotados para a fabricação dos compósitos pelas técnicas de Metalurgia do pó e Sinterização por plasma pulsado. As amostras fabricadas por MP possuíam 16 mm de diâmetro e pesavam em média 4 gramas, enquanto as amostras fabricadas por SPS possuíam 8 mm de diâmetro e pesavam em média 3 gramas.

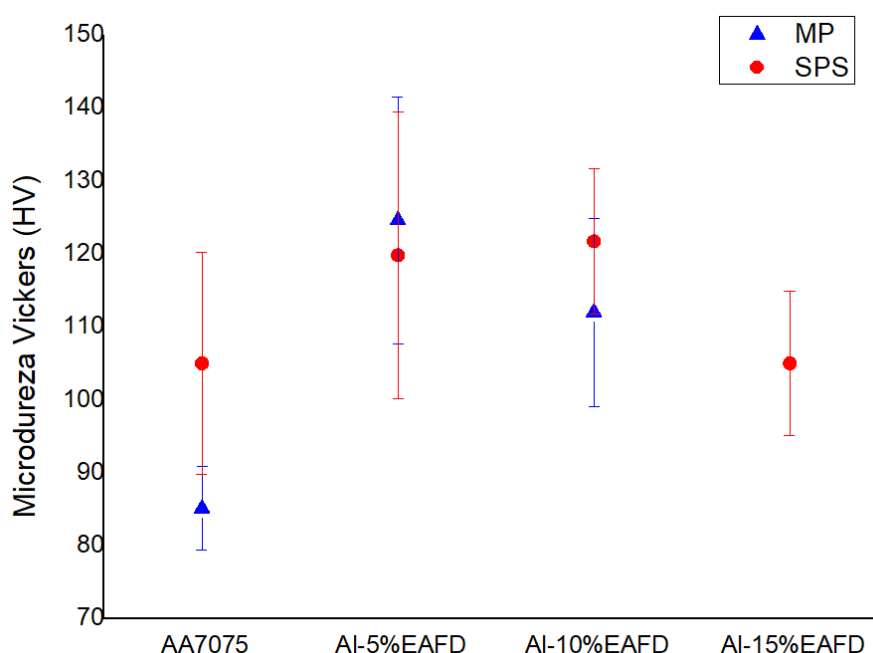
Tabela 17 – Comparativo entre os parâmetros adotados para a fabricação dos compósitos.

PARÂMETRO	MP	SPS
Dimensão (Ø mm)	16	8
Massa (g)	4	3
Carga de compactação (MPa)	1400	50
Temperatura de sinterização (°C)	500	400
Tempo de sinterização (min)	300	5
Teor máximo de PAE incorporado (%peso)	10	15

Fonte: A autora, 2019.

A técnica de SPS possibilitou a fabricação do compósito com maior teor de PAE, 15% em peso (Figura 45), com valores aproximados de dureza para as amostras com 5 e 10% de PAE, sofrendo menor influência em função da adição para de resíduos para esses teores. Por meio da técnica de MP foi possível apenas a fabricação de compósitos com teores de 5 e 10%, em que os melhores resultados de dureza foram obtidos para o compósito Al-5%EAFD. A diferença de dureza entre os compósitos fabricados por meio das duas técnicas foi de aproximadamente 9%

Figura 45 – Comparativo do valor de dureza para os compósitos fabricados por MP e SPS.



Fonte: A autora, 2019.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O pó de aciaria é um resíduo de baixa granulometria, composto majoritariamente por ferro e zinco, nas fases franklinita, magnetita e zincita, com partículas submicrométricas de zincita, em sua maioria de morfologia quase esférica. As partículas de Pó de aciaria de tamanho menor que 53 μm foram adicionadas de forma satisfatória à matriz de alumínio da liga AA7075 em teores de 5% e 10% em peso, tendo sido fabricadas por meio das técnicas de Metalurgia do pó e Sinterização por plasma pulsado. A técnica SPS é descrita como uma técnica de consolidação rápida, na qual as amostras foram sinterizadas em temperaturas mais baixas (400°C), para tempos mais curtos (5 min) e fazendo uso de pressão de compactação mais baixas (50MPa), uma vez que os pós são compactados e sinterizados de forma simultânea. Já para a técnica de MP, por fazer uso da compactação a frio, fez-se necessário a aplicação de uma pressão de compactação mais elevada (1400MPa), bem como, tempos mais longos de sinterização para a consolidação das partículas (5h), em uma temperatura mais elevada (500°C). A adição de PAE resultou em um aumento significativo no valor de dureza de 46% para a adição de 5% para o compósito fabricado por MP, bem como, no aumento do valor do módulo de armazenamento em relação à liga não reforçada. A adição de PAE à matriz de Al contribuiu para a melhoria de E' , mesmo com o aumento da temperatura, em função da ocorrência do endurecimento por precipitação entre 150-310°C. Para os compósitos fabricados por SPS, a adição de 5 para 10% de PAE por essa técnica não resultou em diferenças significativas de aumento para os valores de dureza, enquanto que a adição de 15% apresentou o mesmo valor de dureza que a liga sem o resíduo. A melhoria observada de modo geral para o compósito proposto se deve às partículas de óxido introduzidas e à distribuição de partículas de reforço na matriz de alumínio.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos estudos futuros, indica-se:

- Realização do ensaio porosidade nos compósitos sinterizados;
- Realização do ensaio de DMA para o compósito Al-10%EAFD fabricado por metalurgia do pó;
- Fabricação de compósitos por SPS em dimensões que possibilitem a realização do ensaio de DMA;
- Análise da ocorrência da precipitação de fases para a faixa de temperatura de 150-310°C;
- Avaliação da influência da densificação das duas técnicas de fabricação nas propriedades mecânicas;
- Realização do tratamento térmico T6 nos compósitos propostos.

REFERÊNCIAS

ADEOSUN, S.O.; AKPAN, E.I.; SEKUNOWO, O.I.; AYOOLA, W.A.; BALOGUN, S.A. Mechanical characteristics of 6063 aluminum-steel dust composite. *International Scholarly Research Network*. v. 2012, article ID 461853, 9 páginas, 2012.

ADEOSUN, S.O.; OYETUNJI, A.; AKPAN, E.I. Strength and ductility of forged 1200 aluminum alloy reinforced with steel particles. *Nigerian Journal of Technology*. 34(4): 710-715, outubro, 2015.

ALANEME, K.K.; SANUSI, K.O. Microstructural characteristics, mechanical and wear behavior of aluminium matrix hybrid composites reinforced with alumina, rice husk ash and graphite. *Engineering Science and Technology, an International Journal*. 18: 416-422, 2015.

ALIYU, I.K.; SAHEB, N.; HASSAN, S.F.; AL-AQEELI, N. Microstructure and properties of Spark plasma sintered aluminum containing 1wt.% SiC nanoparticles. *Metals*. 5: 70-83, 2015.

AL-MOSAWI, B.T.; WEXLER, D.; CALKA. Characterization and mechanical properties of α -Al₂O₃ particle reinforced aluminium matrix composites, synthesized via uniball magnetomilling and uniaxial hot pressing. *Advanced Powder Technology*. 28(3): 1054-1064, 2017.

ALSHEYAB, M.A.T.; KHEDAYWI, T.S. Effect of electric arc furnace dust (EAFD) on properties of asphalt cement mixture. *Resources, Conservation and Recycling*. 70: 38-43, 2013.

ALVES, E.O.; AMARO, D.R.A.; SILVA, E.C.de O.; ARAÚJO FILHO, O.O.de; ALVES, K.G.B. Study on effect of eafd particulate reinforcement in aa7075 aluminum matrix composites. *Materials Research*. 21(6): e20170779, 2018.

ANTUNES, J.M.; CAVALEIRO, A.; MENEZES, L.F.; SIMÕES, M.I.; FERNANDES, J.V. Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter. *Surface and Coatings Technology*. 149: 27-35, 2002.

ARAUJO FILHO, O.O.de; MOURA, A.D.A.de; ARAÚJO, E.R.de; SANTOS, M.J.dos; GONZALEZ, C.H.; SILVA, F.J.da. Manufacturing and characterization of AA1100 aluminum alloy metal matrix composites reinforced by silicon carbide and alumina processed by powder metallurgy. *Materials Science Forum*. 869: 447-451, 2016.

ARAUJO, J.A.; SCHALCH, V. Recycling of electric arc furnace (EAF) dust for use in steel making process. *Journals of Materials Research and Technology*. 3(3): 274-279, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 10004: Resíduos sólidos – Classificação*. Rio de Janeiro, 2004.

AZEVEDO, J.M.C.; SERRENHO, A.C.; ALLWOOD, J.M. Energy and material efficiency of steel powder metallurgy. *Powder Technology*. 328: 329-336, 2018.

BAJAY, S.V. *Estudo Prospectivo do Setor Siderúrgico (2025): Eficiência Energética na Siderurgia*. Brasília: Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2009. 32 p.

BAKKAR, A. Recycling of electric arc furnace dust through dissolution in deep eutectic ionic liquids and electrowinning. *Journal of Hazardous Materials*. 280: 191-199, 2014.

BARBOSA, C. *Metais não ferrosos e suas ligas: microestruturas, propriedades e aplicações*. Rio de Janeiro: E-papers, 2014. 534p.

BATHULA, S.; ANANDANI, R.C.; DHAR, A.; SRIVASTAVA, A.K. Microstructural features and mechanical properties of Al 5083/SiCp metal matrix nanocomposites produced by high energy ball milling and spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering A*. 545: 97-102, 2012.

BAYRAKTAR, E.; KATUNDI, D. Development of a new aluminium matrix composite reinforced with iron oxide (Fe_3O_4). *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*. 38(1): 7-14, janeiro, 2010.

BUI, A.; VU, T.; NGUYEN, V. Study on recycling of electric arc furnace dust. *Material Science Forum*. 804: 127-130, 2015.

CALLISTER JR., W.D.; RETHWISCH, D.G. *Ciência e Engenharia de Materiais. Uma Introdução*. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012. 844p.

CARVALHO, O.; MIRANDA, G.; BUCIUMEANU, M.; GASIK, M.; SILVA, F.S.; MADEIRA, S. High temperature damping behavior and dynamic Young's modulus of AlSi–CNT–SiCp hybrid composite. *Composite Structures*. 141: 155-162, 2016.

CHEN, W.; TAMBURINI, U.A.; GARAY, E.; GROZA, J.R.; MUNIR, Z.A. Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process - I. Effect of dc pulsing on reactivity. *Materials Science and Engineering A*. 394: 132-138, 2005.

CHEVRAND, L.J.S. *Aciaria Elétrica – Situação Atual e Tendência 2025*. Disponível em: <http://www.abmbrasil.com.br/epss/arquivos/documentos/2011_4_19_11_23_38_65375.pdf>. Acesso em: 27 de dezembro de 2016.

CHIAVERINI, V. *Metalurgia do pó*. 4 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2001. 330p.

CHUA, A.S.; BROCHU, M.; BISHOP, D.P. Spark plasma sintering of prealloyed aluminium powders. *Powder Metallurgy*. 58(1): 51-60, 2015.

CHU, Z.; YUAN, G.; KATO, H.; XIE, G.; YAN, D. The study on interface and property of TiNb/Zr-based metallic glassy composite fabricated by SPS. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 426: 83-87, 2015.

DAS, B.; PRAKASH, S.; REEDY, P.S.R.; MISRA, V.N. An overview of utilization of slag and sludge from steel industries. *Resources, Conservation and Recycling*. 50: 40-57, 2007.

DELHAES, C.; HAUCK, A.; NEUSCHUTZ D. Mechanism of dust generation in a stainless steelmaking converter. *Steel Research*. 64(1): III-XXXI, 1993.

DINAHARAN, I.; NELSON, R.; VIJAY, S.J.; AKINLABI, E.T. Microstructure and wear characterization of aluminum matrix composites reinforced with industrial waste fly ash particulates synthesized by friction stir processing. *Materials Characterization*. 118: 149-158, 2016.

DUTRA, A.J.B.; PAIVA, P.R.P.; TAVARES, L.M. Alkaline leaching of zinc from electric arc furnace steel dust. *Minerals Engineering*. 19: 478-485, 2006.

FECHT, H.J.; HELLSTERN, E.; FU, Z.; JOHNSON, W.L. Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling. *Metallurgical Transactions A*. 1990; 21A: 2333–2337.

FLORES-VÉLEZ, L.M.; CHÁVEZ, J.; HERNÁNDEZ, L.; DOMÍNGUEZ, O. Characterization and properties of aluminum composite materials prepared by powder metallurgy techniques using ceramic solid wastes. *Materials and Manufacturing Processes*. 16(1): 1-16, 2001.

FLORES-VÉLEZ, L.M.; DOMÍNGUEZ, O. Characterization and properties of portland cement composites incorporating zinc-iron oxide nanoparticles. *Journal of materials science*. 37: 983-988, 2002.

FOGAGNOLO, J.B.; VELASCO, F.; ROBERT, M.H.; TORRALBA, J.M. Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders. *Materials Science and Engineering A*. 342: 131-143, 2003.

FOUGERE, G.E.; RIESTER, L.; FERBER, M.; WEERTMAN, J.R.; SIEGEL, R.W. Young's modulus of nanocrystalline Fe measured by nanoindentation. *Materials Science and Engineering A*. 204: 1-6, 1995.

FRANCO JR., A.R.; PINTAÚDE, G.; SINATORA, A.; PINEDO, C.E.; TSCHIPTSCHINA, A.P. The Use of a Vickers Indenter in Depth Sensing Indentation for Measuring Elastic Modulus and Vickers Hardness. *Materials Research*. 7(3): 483-491, 2004.

FRUEHAN, R.J. (Org.) *The making, shaping and treating of steel: steelmaking and refining* ed. 11. Pittsburgh: AISE Steel Foundation, 1998. 767p.

GERMAN, R.M. *Particulate composites: Fundamentals and applications*. Basel: Springer, 2016. 446p.

GHASALI, E.; NOURANIAN, H.; RAHBARI, A.; MAJIDIAN, H.; ALIZADEH, H.; EBADZADEH, T. Low temperature sintering of aluminum-zircon metal matrix composite prepared by Spark plasma sintering. *Materials Research*. 19(5): 1189-1192, 2016.

GÖKÇE, A.; FINDIK F.; KURT A.O. Microstructural examination and properties of premixed Al–Cu–Mg powder metallurgy alloy. *Materials Characterization*. 62: 730-735, 2011.

GRILLO, F.F.; TENÓRIO, J.A.S.; OLIVEIRA, J.R. de. Caracterização e adição de poeira de aciaria elétrica em ferro-gusa. *Revista Escola de Minas*. 66(3): 301-307, jul-set, 2013.

GROOVER, M.P. *Introdução aos processos de fabricação*. Rio de Janeiro: LTC, 2014.

GUÉZENNEC, A.G.; HUBER, J.C.; PATISSON, F.; SESSIECQ, P.; BIRAT, J.P.; ABLITZER, D. Dust formation in Electric Arc Furnace: Birth of the particles. *Powder Technology*. 157: 2-11, 2005.

HAVLÍK, T.; SOUZA, B.V. e; BERNARDES, A.M.; SCHNEIDER, I.A.H.; MISKUFOVÁ, A. Hydrometallurgical processing of carbon steel EAF dust. *Journal of Hazardous Materials B*. 135: 311-318, 2006.

ITO, R.H.; TAKANO, C. Poeira de aciaria elétrica: Reciclagem via pelotas auto-redutoras com coque de petróleo. In: *Congresso Anual da ABM*, 60º, 2005. Belo Horizonte, 2005.

LAURENT, C.; CHEVALLIER, G.; WEIBEL, A.; PEIGNEY, A.; ESTOURNE`S, C. Spark plasma sintering of double-walled carbon nanotubes. *CARBON*. 46: 1792-1828, 2008.

LEDESMA, E.F.; JIMÉNEZ, J.R.; AYUSO, J.; FERNÁNDEZ, J.M.; BRITO, J. de. Experimental study of the mechanical stabilization of electric arc furnace dust using fluid cement mortars. *Journal of Hazardous Materials*. 326: 26-35, 2017.

LEMOES, L.R.; ROCHA, S.H.F.S. da; CASTRO, L.F.A. de. Reduction disintegration mechanism of cold briquettes from blast furnace dust and sludge. *Journal of Materials Research and Technology*. 4(3): 278-282, 2015.

LI, C.L.; TSAI, M.S. Mechanism of spinel steelmaking ferrite dust formation in electric arc furnace. *ISIJ International*. 33(2): 284-290, 1993.

LÓPEZ, F.A.; DELGADO, A.L. Enhancement of electric arc furnace dust by recycling to electric arc furnace. *Journal of environmental engineering*. 128:1169-1174, 2002.

LUMLEY, R. *Fundamentals of Aluminium Metallurgy - Production, Processing and Applications*. Abington: Woodhead Publishing, 2011. 864p.

LUNAR, A.L.; SILVA, P.R.da; BRITO, J.de; FERNÁNDEZ, J.M.; JIMÉNEZ, J.R. Safe use of electric arc furnace dust as secondary raw material in self-compacting mortars production. *Journal of Cleaner Production*. 211(20):1375-1388, 2019.

MACHADO, J.G.M.S.; BREHM, F.A.; MORAES, C.A.M.; SANTOS, C.A. dos; VILELA, A.C.F.; CUNHA, J.B.M. da. Chemical, physical, structural and morphological characterization of the electric arc furnace dust. *Journal of Hazardous Materials B*. 136: 953-960, 2006.

MAGDZIARZ, A.; KUŹNIA, M.; BEMBENEK, M.; GARA, P.; HRYNIEWICZ, M. Briquetting of eaf dust for its utilisation in metallurgical processes. *Chemical and Process Engineering*. 36(2): 263-271, 2015.

MANTOVANI, M.C.; TAKANO, C.; BÜCHLER, P.M. Electric arc furnace dust-coal composite pellet: effects of pellet size, dust composition, and additives on swelling and zinc removal. *Ironmaking and Steelmaking*. 29(4): 257-265, 2002.

S.E. Hernández-Martínez a,*, J.J. Cruz-Rivera a, C.G. Garay-Reyes b, C.G. Elias-Alfaro a, R. Martínez-Sánchez b, J.L. Hernández-Rivera

MENAD, N.; AYALA, J.N.; CARCEDO, F. G.; AYÚCAR, E. R.; HERNÁNDEZ, A. Study of the presence of fluorine in the recycled fractions during carbothermal treatment of EAF dust. *Waste Management*. 23: 483–491, 2003.

MOURÃO, M.B. (Org.). *Introdução à siderurgia*. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2007. 428p.

MUNIR, Z.A.; QUACH, D.V. Electric current activation of sintering: a review of the pulsed electric current sintering process. *Journal of the American Ceramic Society*. 94:1-19, 2011.

NASSAR, A.E.; NASSAR, E.E. Properties of aluminum matrix Nano composites prepared by powder metallurgy processing. *Journal of King Saud University – Engineering Sciences*. 29: 295-299, 2017.

NEIKOV, O. *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders: technologies and applications*. 2 ed. Amsterdam: Elsevier, 2018. 995p.

NYIRENDA, R.L. The processing of steelmaking flue-dust: a review. *Minerals Engineering*. 4(7-11): 1003-1025, 1991.

OMORI, M. Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS). *Materials Science and Engineering A*. 287: 183-188, 2000.

OMRAN, M.; FABRITIUS, T. Effect of steelmaking dust characteristics on suitable recycling process determining: Ferrochrome converter (CRC) and electric arc furnace (EAF) dusts. *Powder Technology*. 308: 47-60, 2017.

ORRU, R.; LICHERI, R.; LOCCI, A.M.; CINCOTTI, A.; CAO, G. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. *Materials Science and Engineering R*. 63:127-287, 2009.

OUSTADAKIS, P.; TSAKIRIDIS, P.E.; KATSIAP, A.; AGATZINI-LEONARDOU, S. Hydrometallurgical process for zinc recovery from electric arc furnace dust (EAFD). Part I: Characterization and leaching by diluted sulphuric acid. *Journal of Hazardous Materials*. 179: 1–7, 2010.

PICKLES, C.A. Thermodynamic modelling of the multiphase pyrometallurgical processing of electric arc furnace dust. *Minerals Engineering*. 22: 977-985, 2009.

POOLE, J.M.; FISCHER, J.J. Recent Developments in Mechanical Alloying. *Materials Technology*. 9: (1-2) 21-25, 1994.

PRASAD, N.; SUTAR, H.; MISHRA, S.C.; SAHOO, S.K.; ACHARYA, S.K. Dry sliding wear behavior of aluminum matrix composite using red mud an industrial waste. *International Research Journal of Pure & Applied Chemistry*. 3(1): 59-74, 2013.

PRASAD, N.E.; WANHILL, R.J.H. *Aerospace Materials and Material Technologies*. v.1. Springer. 586p.

RAJESH, S.; RAJAKARUNAKARAN, S.; SUTHAKARAPANDIAN, R.; PITCHIPOO, P. MOORA-Based tribological studies on red mud reinforced aluminum metal matrix composites. *Advances in Tribology*. volume 2013, Article ID 213914, 8 pages, 2013.

RAMEZANI, M.; NEITZERT, T. Mechanical milling of aluminum powder using planetary ball milling process. *Journal of achievements in materials and manufacturing engineering*. 55(2): 790-798, 2012.

RANE, K.K.; DATE, P.P. Reduction and densification characteristics of iron oxide metallic waste during solid state recycling. *Advanced Powder Technology*. 26: 126-138, 2015.

RIZZO, E.M. da S. *Introdução aos processos de refino primário dos aços em fornos elétricos a arco*. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2006. 104p.

ROCHA, E.P.da; CASTRO, J.A.de. Characterization and Three-dimensional Reconstruction of pores of self-reducing pellets done by EAF dust. *Materials Research*. 17(1): 47-55, 2013.

ROJAS, J.I.; SIVA, B.V.; SAHOO, K.L.; CRESPO D. Viscoelastic behavior of a novel aluminum metal matrix composite and comparison with pure aluminum, aluminum alloys, and a composite made of Al-Mg-Si alloy reinforced with SiC particles. *Journal of Alloys and Compounds*. 744: 445-452, 2018.

SAHEB, N.; IQBAL, Z.; KHALIL, A.; HAKEEM, A.S.; AL-AQEELI, N.; LAOUI, T.; AL-QUTUB, A.; KIRCHNER, R. Spark plasma sintering of metals and metalmatrix nanocomposites: a review. *Journal of Nanomaterials*. v.2012, article ID 983470, 13 pages, 2012.

SASAKI, T.T.; OHKUBO, T.; HONO, K. Microstructure and mechanical properties of bulk nanocrystalline Al–Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Acta Materialia*. 57: 3529-3538, 2009.

SEETHARAMAN, S. (Org.). *Treatise on processes metallurgy volume 3: Industrial processes, part A*. Kidlington: Elsevier, 2014. 1744p.

SEETHARAMAN, S. (Org.). *Fundamentals of metallurgy*. Abington: Woodhead Publishing, 2005. 576p.

SELVAM, J.D.R.; SMART, D.S.R.; DINAHARAN, I. Microstructure and some mechanical properties of fly ash particulate reinforced AA6061 aluminum alloy composites prepared by compocasting. *Materials and Design*. 49:28-34, 2013.

SENTHIL, K.; IQBAL, M.A.; CHANDEL, P.S.; Gupta, N.K. Study of the constitutive behavior of 7075-T651 aluminum alloy. *International Journal of Impact Engineering*. 108: 171-190, 2017.

SMITH, C.L.; CONVERSION SYSTEMS, INC. *Buffering of cementitious hazardous waste compositions containing electric arc furnace dust*. US 5569152 A. 21 dez. 1994, 29 out. 1996.

SOFILIĆ, T.; RASTOVCAN-MIOC, A.; CERJAN-STEFANOVIC, S.; NOVOSEL-RADOVIC, V.; JENKO, M. Characterization of steel mill electric-arc furnace dust. *Journal of Hazardous Materials B*. 109: 59-70, 2004.

SOUZA, C.A.C. de; MACHADO, A.T.; LIMA, L.R.P. de A.; CARDOSO, R.J.C. Stabilization of Electric-Arc Furnace Dust in Concrete. *Materials Research*. 13(4): 513-519, 2010.

STATHOPOULOS, V.N.; PAPANDREOU, A.; KANELLOPOULOU, D.; STOURNARAS, C.J. Structural ceramics containing electric arc furnace dust. *Journal of Hazardous Materials*. 262: 91-99, 2013.

ŠTURM, T.; MILAČIČ, R.; MURKO, S.; VAHČIČ, M.; MLADENOVIC, A.; ŠUPUT, J.S.; ŠČANČAR, J. The use of EAF dust in cement composites: Assessment of environmental impact. *Journal of Hazardous Materials*. 166: 277-283, 2009.

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

SURYANARAYANA, C. Recent advances in the synthesis of alloy phases by mechanical alloying/milling. *Metals and materials*. 2(4):195-209, 1996.

TALEGHANI, M.A.J.; NAVAS, E.M.R.; TORRALBA, J.M. Microstructural and mechanical characterisation of 7075 aluminium alloy consolidated from a premixed powder by cold compaction and hot extrusion. *Materials and Design*. 55: 674–682, 2014.

TANG, H.; WANG, L.; SUN, W.; HU, Y.; HAN, H.; ZHAI, J. Electric arc furnace dust as magnetic carrier particles for removal of micro-fine particles from suspensions. *Separation and Purification Technology*. 176: 220-230, 2017.

THIRUMOORTHY, A.; ARJUNANB, T.V.; SENTHIL KUMAR, K. L. Latest research development in aluminum matrix with particulate reinforcement composites – a review. *Materials Today: Proceedings*. 5:1657-1665, 2018.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. Introduction to powder metallurgy. Londres: Cambridge University Press, 1993. 384p.

TOKITA, M. Mechanism of spark plasma sintering. In: *Powder Metallurgy World Congress, PM2000*, novembro, 2000. Quioto, Japão. Anais: Proceeding of 2000 Powder Metallurgy World Congress, 2000, p. 729-732.

TROMBINI, V.; PALLONE, E.M.J.A.; MUNIR, Z. A; TOMASI, R. Spark plasma sintering (SPS) de nanocompósitos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. *Cerâmica*. 53: 62-67, 2007.

TSUKERMAN, S.A. *Powder metallurgy*. Oxford: Peragamon press, 1965.

VIEIRA, C.M.F.; SANCHEZ, R.; MONTEIRO, S.N.; LALLA, N.; QUARANTA, N. Recycling of electric arc furnace dust into red ceramic. *Journals of Materials Research and Technology*. 2(2): 88-92, 2013.

WANG, D.; SHEN, L.; RANA, S.; HUANG, Q. Transparent alumina fabricated by SPS sintering with AlF_3 doping. *Scripta Materialia*. 92:31-34, 2014.

WSA – World Steel Association. Disponível em : < <http://www.worldsteel.org/statistics/crude-steel-production.html>>. Acesso em: 12 de dezembro de 2018.

WU, C.C.; CHANG, F.C.; CHEN, W.S.; TSAI, M.S.; WANG, Y.N. Reduction behavior of zinc ferrite in EAF-dust recycling with CO gas as a reducing agent. *Journal of Environmental Management*. 143: 208-213, 2014.

XAVIER, J.da S.; LIMA, E.A. de; DUARTE, D.S. *Processo de fabricação de ladrilho hidráulico piso tátil a partir de pó de aciaria elétrica e produto resultante do mesmo*. BR 10 2015 031484 1 A2. 16 dez. 2015, 20 jun. 2017.

XIA, D.K.; PICKLES, C.A. Caustic roasting and leaching of electric arc furnace dust. *Canadian Metallurgical Quarterly*. 38(3): 175-186, 1999.

YAO, X.; ZHENG, Y.F.; LIANG, J.M.; ZHANG, D.L. Microstructures and tensile mechanical properties of an ultrafine grained AA6063-5vol%SiC metal matrix nano composite synthe sized by powder metallurgy. *Materials Science & Engineering A*. 648: 225-234, 2015.

ZHANG, J.; SHIA, H.; CAI, M.; LIU, L.; ZHAI, P. The dynamic properties of SiCp/Al composites fabricated by spark plasma sintering with powders prepared by mechanical alloying process. *Materials Science and Engineering A*. 527: 218-224, 2009.

ZHANG, Z.; LIU, Z.; LU, J.; SHEN, X.; WANG, F.; WANG, Y. The sintering mechanism in spark plasma sintering – Proof of the occurrence of spark discharge. *Scripta Materialia*. 81: 56-59, 2014.

ZOLRIASATEIN, A.; SHOKUHFAR, A.; SAFARI, F.; ABDI, N. Comparative study of SPEX and planetary milling methods for the fabrication of complex metallic alloy nanoparticles. *Micro & Nano Letters*. 13(4): 448-451, 2018.

Apêndice A – EFEITO DO PAE EM COMPÓSITO METÁLICO

Materials Research. 2018; 21(6): e20170779
DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2017-0779>



Study on Effect of EAFD Particulate Reinforcement in AA7075 Aluminum Matrix Composites

Elizeth Oliveira Alves^a, Daniel Ricardo Araújo Amaro^a, Enéas Carlos de Oliveira Silva^a, Oscar Olimpio de Araújo Filho^a, Kleber Gonçalves Bezerra Alves^{a*}

^aDepartamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Av. da Arquitetura s/n, 50670-901, Recife, PE, Brasil

Received: August 30, 2017; Revised: July 07, 2018; Accepted: August 18, 2018

Electric arc furnace dust is dangerous solid waste that is generated in steel manufacturing processes. The utilization of the dust from these industries avoids disposing it into industrial waste landfills and saves costs. In this study, an attempt has been made to fabricate aluminum matrix composites reinforced with EAFD particulate, through the conventional powder metallurgy technique. Al-5%EAFD proposed was then compared to the AA7075 alloy, manufactured under the same conditions. According to the results obtained, the addition of EAFD into aluminum matrix resulted in increased microhardness values and had significant contribution to improve Storage modulus compared with the base metal. The reinforcement particle was uniformly dispersed into the matrix and intermetallic phases were not observed in the content of waste blended into the composite.

Keywords: EAFD, aluminum composite, powder metallurgy.

1. Introduction

Steel mills utilize primarily five different inputs groups in their manufacturing processes: raw materials, air, water, fuel and power; however, these supplies are responsible for generating large quantities of several types of solid waste. It is estimated that during steel production between 2 and 4 tonnes of waste, as sludge, dust and slag are generated¹.

Electric arc furnace dust (EAFD) is one of by-products of steelmaking industry resulting from the melting of scrap and from steel refining. It is formed through the conversion of vapours into dust, by means of agglomeration, and physical and chemical transformations. The steel dust formed is collected by a system that captures gases and particulate matter. The type of scrap metal melted inside the electric arc furnace (EAF) determines the chemical composition of the dust, which is defined as a rich material in ferrous or nonferrous metal. EAFD is composed of iron and zinc oxide, which is volatilized, and also calcium, chromium, magnesium, silica and, other toxic compounds as lead and cadmium^{2,3,4,5}.

The formation process of EAFD occurs in two stages: first, the emission of dust "precursors", second, the conversion of these precursors into dust by agglomeration and physico-chemical transformations. The different types of particles are formed by five emission mechanisms of dust precursors, mainly projection of fine droplets by bursting of CO bubbles. Studies confirm the existence of two fine particle populations: submicronic particles of zincite coming from the vaporization of the liquid steel, and film drops;

homogeneous and heterogeneous spherical particles, whose composition corresponds either to the slag or to the steel bath with an enrichment in zinc. The size of large particles vary between 20 and 500 μm , with irregular shapes, and come from the direct fly-off of solid particles during the introduction of powder materials into the EAF^{6,7}.

Zinc is generally found as franklinite, ferrite particles rich in zinc (spinel - ZnFe_2O_4), and as calcium ferrite (spinel - CaFe_2O_4), or ferrites with isomorphously replaced metals ($\text{Zn}_x\text{Me}_y\text{Fe}_2\text{O}_4$, where $\text{Me} = \text{Mn, Co, Ni, Cr, etc.}$, and zincite (ZnO). With the exception of franklinite, iron is mostly found in the magnetite phase (Fe_3O_4). In addition to the oxides mentioned, the EAFD includes in its composition: carbon (coke), calcite (CaCO_3), silica (SiO_2), and aluminum silicate. Depending on its composition and combination of elements, EAFD becomes a byproduct that is difficult to recycle, impeding the development of recovery process of the metal of interest^{6,7,8,9}.

In the steelmaking process in electric arc furnaces, dust formation has been estimated to be between 15-25 kg of dust per tonne of steel produced. Among the suggested methods for recycling this solid waste, pyrometallurgical processes, as well as its application in the ceramic materials field, have been widely used in industry. However, about 60% of dust produced all over the world is still being stored in yards^{4,6,10,11,12,13}.

The composition of the EAFD is extremely variable and influenced by type of steel manufactured, nature and quantity of scrap and alloy additions, which make up part of burden. In addition to factors related to raw materials, operational factors also affect its composition, such as the type of furnace, operating cycle, and gas cleaning system efficiency¹⁴.

*e-mail: kleber.gbvalves@ufpe.br

Apêndice B – CARACTERIZAÇÃO DO PAE

REVISTAMATÉRIA

V.00 N.0

ISSN 1517-7076 artigo xxxxx, pp. xxx-xxx, 2013

Estudo e caracterização do pó de aciaria elétrica: novas perspectivas tecnológicas

Electric arc furnace dust furnace study and characterization: new technological perspectives

Elizeth Oliveira Alves¹, Daniel Ricardo de Araújo Amaro¹, Cleiton Rodrigues de Vasconcelos², Kleber Gonçalves Bezerra Alves¹

¹ Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco – PPGEM/UFPE, Avenida Prof. Moraes Rego, 1235, CEP: 50670-901, Recife – PE

e-mail: elizeth_oliveira@yahoo.com.br; danielamaro_17@hotmail.com; klbgoncalves@gmail.com

² Departamento de Engenharia de Produção – DEPRO/UFS, Avenida Marechal Rondon, s/n, CEP: 49100-000, São Cristóvão – SE

e-mail: cleitonrv@ufs.br

RESUMO

Em virtude da periculosidade do Pó de aciaria (PAE), práticas alternativas, como a reinserção do resíduo no processo produtivo, ou sua incorporação em outros materiais fizeram com que a reciclagem tenha se tornado uma via para este subproduto. O presente trabalho tem como objetivo identificar as áreas de desenvolvimento tecnológico de utilização do PAE, avaliar a potencialidade de reaproveitamento e reciclagem do resíduo oriundo do processo de produção do aço carbono, comparando as características obtidas do PAE analisado com os requisitos indicados através da análise de patentes. O PAE produzido na região nordeste do país foi caracterizado pelas técnicas de Fluorescência de raios X (FRX), separação granulométrica via peneiramento, distribuição do tamanho de partículas, Difração de raios X (DRX), Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia por energia dispersiva (EDS). A prospecção tecnológica foi realizada nas bases de patentes europeia EPO e na base nacional de patentes nacional do INPI. As análises realizadas mostraram que o material apresentou aproximadamente 28,5% de suas partículas com granulometria inferior a 53µm, composto em sua maioria por ferro e zinco presentes na forma de óxidos, organizados nas fases franklinita, zircita e magnetita. A baixa granulometria e composição química possibilitam a sua aplicação no campo dos materiais cerâmicos, bem como sua reinserção no processo de fabricação. O resíduo estudado apresentou características similares com os demais resíduos observados nas patentes.

Palavras-chave: resíduo siderúrgico, pó de aciaria, reciclagem, prospecção tecnológica.

ABSTRACT

Due to the hazardousness nature of the electric arc furnace dust (EAFD), alternative practices, as reinsertion of waste into the steelmaking process, or its incorporation into other materials, have led the recycling has become a route for this by-product. The aim of this work was to identify technological development areas of the use of EAFD, evaluate the potential of reuse and recycling of waste arising from production of carbon steel, comparing the characteristics obtained from EAFD examined with requirements indicated by an analysis of patents. EAFD generated in the Northeast region of Brazil was characterized by X-ray fluorescence (XRF), size separation of particles by sieving, X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscope (SEM) plus Energy dispersive spectroscopy (EDS) analysis technique. Technology prospecting was conducted in EPO European international patent databases and INPI national databases. The analysis carried out show that waste had approximately 28,5% of particle size less than 53µm, composed in its majority by iron and zinc in the form of oxides, present as phases franklinite, zircite and magnetite. The small particle size and chemical composition allow its application in the field of ceramic materials, and reinsertion into the steelmaking process. The waste studied had similar characteristics with other wastes observed in patents.

Keywords: steelmaking waste, electric arc furnace dust, recycling, technology prospecting.

Autor Responsável:

Data de envio:

Data de aceite: