



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

DIOGO MONTEIRO DO NASCIMENTO

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ  
METÁLICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6061 COM REFORÇO PARTICULADO  
CERÂMICO ATRAVÉS DA TÉCNICA DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA E  
EXTRUSÃO A QUENTE**

Recife

2020

DIOGO MONTEIRO DO NASCIMENTO

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6061 COM REFORÇO PARTICULADO CERÂMICO ATRAVÉS DA TÉCNICA DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA E EXTRUSÃO A QUENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito básico para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica.

**Área de concentração:** Engenharia de Materiais e Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho

Recife

2020

Catálogo na fonte  
Bibliotecário Gabriel Luz, CRB-4 / 2222

N244p Nascimento, Diogo Monteiro do.  
Processamento e caracterização de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 com reforço particulado cerâmico através da técnica de moagem de alta energia e extrusão a quente / Diogo Monteiro do Nascimento – Recife, 2020.  
144 f.: figs., tabs., abrev. e siglas.  
  
Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho.  
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2020.  
Inclui referências.  
  
1. Engenharia Mecânica. 2. Materiais compósitos. 3. Liga de alumínio AA6061. 4. Reforço particulado. 5. Metalurgia do pó. 6. Extrusão a quente. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG / 2020-183

DIOGO MONTEIRO DO NASCIMENTO

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6061 COM REFORÇO PARTICULADO CERÂMICO ATRAVÉS DA TÉCNICA DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA E EXTRUSÃO A QUENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito básico para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 19/02/2020

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho (Orientador)

Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof. Dr. Ricardo Arthur Sanguinetti Ferreira (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Magda Rosângela Santos Vieira (Examinadora Externa)

Universidade Federal de Pernambuco

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus por ter me dado saúde, conhecimento e discernimento para concluir esta etapa da minha vida.

À minha família, meu pai Dimas Monteiro dos Santos, minha mãe Maria do Socorro do Nascimento e meu irmão Dyvson Monteiro do Nascimento, que em todo momento demonstraram carinho, amor e suporte para a continuidade e conclusão do mestrado.

À Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), ao Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC), ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica (PPGEM) e ao Instituto Nacional de União e Revestimento de Materiais (INTM) que foram uma segunda casa neste mestrado e que sempre farão parte da minha história.

Ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho, que me aceitou como orientando e me proporcionou todas as condições favoráveis para realização deste trabalho.

A CAPES, ao CNPq e a FACEPE pela ajuda financeiro em forma da bolsa de estudos.

A Everthon Rodrigues de Araújo, que me passou seus conhecimentos acerca dos processos e procedimentos.

Aos meus amigos, que durante o período do mestrado viraram verdadeiros irmãos e que compartilharam todos os momentos desta fase comigo. Principalmente Moisés Junior e Endreo Baracho, meus parceiros e irmãos de laboratório.

A toda equipe de técnicos do Laboratório de Preparação Metalográfica e Microscopia (DEMEC – UFPE) Janaina Cirino e Ivaldo França, pelos momentos de convivência e pelo apoio e ajuda na realização das tarefas e experimentos deste trabalho.

E a todas as outras pessoas que diretamente ou indiretamente contribuíram para realização e finalização deste trabalho.

## RESUMO

Materiais compósitos com matriz metálica foram produzidas com alumínio AA6061, reforçada com particulado cerâmico de:  $Al_2O_3$ , SiC, AlN e  $Si_3N_4$ , empregando-se a Metalurgia do Pó (MP). As ligas da família 6xxx, como a 6061, são muito utilizadas em aplicações estruturais com grande potencial de aplicação na indústria automotiva e em perfis estruturais. Assim estas ligas podem ser reforçadas para que suas propriedades mecânicas, como dureza, possam ser melhoradas. Assim a liga AA6061 foi reforçada com três diferentes porcentagens de cada reforço: 10%, 15% e 20% em massa. Os pós foram pesados, submetidos a moagem de alta energia (MAE) em um moinho vibratório do tipo SPEX, no tempo de 120 minutos. Em seguida, os pós foram compactados uniaxialmente a frio numa prensa hidráulica e extrudados a quente, numa matriz aquecida por resistência elétrica. A caracterização dos pós ocorreu por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raio-X (DRX) e difração a laser, enquanto a caracterização das amostras extrudadas se utilizou de microscopia ótica (MO), MEV e microdureza Vickers (HV). A caracterização dos pós mostrou que a adição de reforço a matriz contribuiu para obtenção de um menor tamanho de partícula. Enquanto as amostras extrudadas apresentaram uma microdureza mais elevada que a da liga AA6061 sem reforço. Além disso, foi observado que o tempo de moagem e a adição de reforço a matriz contribuem para um aumento na microdureza dos compósitos.

Palavras-chave: Materiais compósitos. Liga de alumínio AA6061. Reforço particulado. Metalurgia do pó. Extrusão a quente.

## ABSTRACT

Metal matrix composites were produced with aluminum AA6061, reinforced with ceramic particulate of:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, AlN e  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , using Powder Metallurgy (PM). The 6xxx alloys, such as the 6061, are widely used in structural applications with great potencial for the automotive industry and structural profiles. Thus these alloys can be reinforced so that their mechanical properties, such as hardness, can be improved. So the AA6061 alloy was reinforced with three diferente percentages for each reinforcement: 10%, 15% e 20% by mass. The powders where weighted, subjected to high energy milling (HEBM) in a SPEX type vibratory mill, 120 minutes of milling time. Thereafter, a cold uniaxial compactation was made in a hydraulic press and then hot extruded in an eletrical resistance heated die. The powders were subjected to characterization using scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy X-ray (EDS), X-ray diffraction (XRD) and laser diffraction, while the extruded samples were subjecte to carактерization by optical microscopy (OM), SEM and Vickers microhardness (HV) test. The characterization of the powders showed that the addition of reinforcement to the matriz contributed to obtain a smaller particle size. As for the extruded samples, they presented a higher microhardness than that of the AA6061 alloy without reinforcement. In addition, it was observed that the grinding time and the addition of reinforcement to the matrix contribute to an increase in the microhardness of the composite.

Keywords: Composite materials. AA6061 aluminum alloy. Particulate reinforcement. Powder metallurgy. Characterization.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Processo Bayer .....	23
Figura 2 – Processo Hall-Hérault .....	24
Figura 3 – Consumo de alumínio por setor - 2017 .....	24
Figura 4 – Digrama de fases da liga Al-Mg-Si.....	28
Figura 5 – Síntese do SiC .....	31
Figura 6 – Esquema de classificação das técnicas de fabricação dos metais .....	33
Figura 7 – Etapas básicas do processo de fabricação por Metalurgia do Pó.....	35
Figura 8 – Geometria de partículas .....	37
Figura 9 – Estágio da MAE de um sistema dúctil-dúctil.....	40
Figura 10 – Estágio da MAE de um sistema dúctil-frágil .....	41
Figura 11 – Compactação uniaxial a frio.....	43
Figura 12 – Compactação a frio: (esquerda) compactação uniaxial; (direita) compactação isostática.....	44
Figura 13 – Etapas da sinterização .....	45
Figura 14 – Processo de extrusão a quente.....	47
Figura 15 – Microdureza Vickers .....	52
Figura 16 – Metodologia experimental .....	54
Figura 17 – Moinho do tipo SPEX usado na moagem dos pós .....	55
Figura 18 – Jarra e esferas usadas na moagem dos pós.....	56
Figura 19 – Prensa usada na compactação dos pós .....	58
Figura 20 – Matriz usada para compactação dos pós .....	58
Figura 21 – Posicionamento da matriz na prensa hidráulica .....	59
Figura 22 – Elementos da matriz de extrusão.....	59
Figura 23 – Compósito antes e depois da extrusão .....	60
Figura 24 – Cortes realizados nos tarugos de compósito .....	61
Figura 25 – Micrografia do pó da liga AA6061 - a) 200x e b) 500x .....	63
Figura 26 – EDS do pó da liga AA6061.....	64
Figura 27 – Micrografia do pó da alumina - a) 500x e b) 1000x .....	64
Figura 28 – EDS do pó da alumina .....	65
Figura 29 – Micrografia do pó do carboneto de silício - a) 200x e b) 500x.....	65
Figura 30 – EDS do pó do carboneto de silício.....	66
Figura 31 – Micrografia do pó do nitreto de alumínio - a) 500x e b) 1000x.....	66

Figura 32 – EDS do pó do nitreto de alumínio.....	67
Figura 33 – Micrografia do pó do nitreto de silício - a) 500x e b) 1000x.....	67
Figura 34 – EDS do pó do nitreto de silício.....	68
Figura 35 – Micrografia do pó da liga AA6061 após 2h de MAE - a) 200x e b) 500x.....	68
Figura 36 – EDS do pó da liga AA6061 após 2h de moagem.....	69
Figura 37 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com alumina - 10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a, b), 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (c, d) e 20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (e, f).....	71
Figura 38 – EDS dos pós compósito reforçados com alumina - 10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a), 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (b) e 20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (c).....	72
Figura 39 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com carboneto de silício - 10SiC (a, b), 15SiC (c, d) e 20SiC (e, f).....	74
Figura 40 – EDS dos pós compósito reforçados com carboneto de silício - 10SiC (a), 15SiC (b) e 20SiC (c).....	75
Figura 41 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com nitreto de alumínio - 10AlN (a, b), 15AlN (c, d) e 20AlN (e, f).....	77
Figura 42 – EDS dos pós compósito reforçados com nitreto de alumínio - 10AlN (a), 15AlN (b) e 20AlN (c).....	78
Figura 43 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com nitreto de silício - 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (a, b), 15Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c, d) e 20Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (e, f).....	80
Figura 44 – EDS dos pós compósito reforçados com nitreto de alumínio - 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (a), 15Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (b) e 20Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c).....	81
Figura 45 – Difratoograma da liga AA6061.....	82
Figura 46 – Difratoogramas dos pós do reforço.....	84
Figura 47 – Difratoogramas dos pós reforçados com alumina.....	86
Figura 48 – Difratoogramas dos pós reforçados com carboneto de silício.....	88
Figura 49 – Difratoogramas dos pós reforçados com nitreto de alumínio.....	90
Figura 50 – Difratoogramas dos pós reforçados com nitreto de silício.....	92
Figura 51 – Distribuição de tamanho de partículas AA6061 sem reforço.....	93
Figura 52 – Distribuição de tamanho de partículas AA6061 com reforço.....	94
Figura 53 – Tamanho médio das partículas dos pós.....	96
Figura 54 – Imagens obtidas por MO da amostra AA0 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d).....	97
Figura 55 – Imagens obtidas por MO da amostra AA2 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 50x (a, c) e 100x (b, d).....	98

Figura 56 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	99
Figura 57 – Imagens obtidas por MO da amostra 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	100
Figura 58 – Imagens obtidas por MO da amostra 20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	100
Figura 59 – Imagens obtidas por MO da amostra 10SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	102
Figura 60 – Imagens obtidas por MO da amostra 15SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	102
Figura 61 – Imagens obtidas por MO da amostra 20SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	103
Figura 62 – Imagens obtidas por MO da amostra 10AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	104
Figura 63 – Imagens obtidas por MO da amostra 15AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	104
Figura 64 – Imagens obtidas por MO da amostra 20AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	105
Figura 65 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	106
Figura 66 – Imagens obtidas por MO da amostra 15Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	106
Figura 67 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d) .....	107
Figura 68 – Imagens obtidas por MEV da amostra AA0 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	108
Figura 69 – Imagens obtidas por MEV da amostra AA2 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	109
Figura 70 – Identificação de impureza na amostra AA2 .....	110
Figura 71 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	112
Figura 72 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	112

Figura 73 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	113
Figura 74 – Distribuição de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> na matriz da liga AA6061: 10Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a), 15Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (b) e 20Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (c).....	113
Figura 75 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	114
Figura 76 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	116
Figura 77 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	116
Figura 78 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	117
Figura 79 – Distribuição de SiC na matriz da liga AA6061: 10SiC (a), 15SiC (b) e 20SiC (c) .....	117
Figura 80 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + SiC.....	118
Figura 81 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	120
Figura 82 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	120
Figura 83 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	121
Figura 84 – Distribuição de AlN na matriz da liga AA6061: 10AlN (a), 15AlN (b) e 20AlN (c) .....	121
Figura 85 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + AlN.....	122
Figura 86 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	124
Figura 87 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	124
Figura 88 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d) .....	125
Figura 89 – Distribuição de Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> na matriz da liga AA6061: 10Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (a), 15Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (b) e 20Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c) .....	125
Figura 90 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	126
Figura 91 – Microdureza das amostras AA0 e AA2 .....	129
Figura 92 – Microdureza das amostras reforçadas com alumina .....	130

Figura 93 – Microdureza das amostras reforçadas com carboneto de silício .....	131
Figura 94 – Microdureza das amostras reforçadas com nitreto de alumínio.....	132
Figura 95 – Microdureza das amostras reforçadas com nitreto de silício .....	134
Figura 96 – Microdureza das amostras consolidadas .....	134

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Nomenclatura das ligas de alumínio.....	26
Tabela 2 – Designação dos tratamentos realizados nas ligas de alumínio .....	27
Tabela 3 – Composição das fases presentes nas ligas da família 6xxx .....	28
Tabela 4 – Composição química da liga AA6061 .....	29
Tabela 5 – Propriedades da liga AA6061 .....	29
Tabela 6 – Propriedades da $Al_2O_3$ .....	30
Tabela 7 – Propriedades do SiC .....	31
Tabela 8 – Propriedades do AlN.....	32
Tabela 9 – Propriedades do $Si_3N_4$ .....	33
Tabela 10 – Propriedades dos pós e as técnicas de análise .....	37
Tabela 11 – Tipos de moinho e suas propriedades dos moinhos.....	41
Tabela 12 – Operações complementares .....	47
Tabela 13 – Amostras .....	53
Tabela 14 – Densidades .....	62
Tabela 15 – Fases da liga AA6061 .....	82
Tabela 16 – Fases da alumina.....	83
Tabela 17 – Fases do carboneto de silício .....	83
Tabela 18 – Fases do nitreto de alumínio .....	83
Tabela 19 – Fases do nitreto de silício .....	84
Tabela 20 – Densificação das amostras consolidadas .....	127

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Aluminum Association
ABAL	Associação Brasileira de Alumínio
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Society for Testing and Materials
AISI	American Iron and Steel Institute
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
CMA	Compósito de Matriz de Alumínio
CMC	Compósito de Matriz Cerâmica
CMM	Compósito de Matriz Metálica
CMP	Compósito de Matriz Polimérica
CNPq	Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico
DRX	Difração de Raio-X
ed.	edição
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
et al.	e outro
FACEPE	Fundação de Amparo a e Tecnologia do Estado de Pernambuco
GP	Guinier-Preston
ICDD	Internacional Centre for Diffraction Data
ISO	International Organization for Standardization
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Ótica
MP	Metalurgia do Pó
SSSS	Solução Sólida Super-saturada

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>19</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
<b>3</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	<b>20</b>
3.1	MATERIAIS COMPÓSITOS .....	20
<b>3.1.1</b>	<b>Compósitos de matriz metálica (CMM)</b> .....	<b>21</b>
<b>3.1.2</b>	<b>Compósitos de matriz polimérica (CMP)</b> .....	<b>22</b>
<b>3.1.3</b>	<b>Compósitos de matriz cerâmica (CMC)</b> .....	<b>22</b>
3.2	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS .....	23
<b>3.2.1</b>	<b>Ligas de alumínio</b> .....	<b>25</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Nomenclatura das ligas</b> .....	<b>25</b>
<b>3.2.3</b>	<b>Liga AA6061</b> .....	<b>27</b>
3.3	ÓXIDO DE ALUMÍNIO ( $Al_2O_3$ ).....	29
3.4	CARBETO DE SILÍCIO (SiC) .....	30
3.5	NITRETO DE ALUMÍNIO (AlN) .....	31
3.6	NITRETO DE SILÍCIO ( $Si_3N_4$ ) .....	32
3.7	METALURGIA DO PÓ .....	33
<b>3.7.1</b>	<b>Obtenção dos pós</b> .....	<b>35</b>
3.7.1.1	Métodos mecânicos.....	35
3.7.1.2	Métodos físicos .....	36
3.7.1.3	Métodos químicos .....	36
<b>3.7.2</b>	<b>Caracterização dos pós</b> .....	<b>36</b>
<b>3.7.3</b>	<b>Mistura x Moagem</b> .....	<b>38</b>
3.7.3.1	Moagem de alta energia (MAE) .....	38
3.7.3.1.1	<i>Pós de partida</i> .....	39
3.7.3.1.2	<i>Tipos de moinho</i> .....	41
3.7.3.1.3	<i>Relação massa de bola e massa de pó</i> .....	42
3.7.3.1.4	<i>Temperatura de moagem</i> .....	42
3.7.3.1.5	<i>Tempo de moagem</i> .....	42
3.7.3.1.6	<i>Aditivos da moagem</i> .....	42
<b>3.7.4</b>	<b>Compactação e consolidação</b> .....	<b>43</b>

3.7.4.1	Compactação a frio .....	43
3.7.4.2	Consolidação a quente .....	46
<b>3.7.5</b>	<b>Operações complementares.....</b>	<b>47</b>
3.8	MICROSCOPIA ÓTICA (MO) .....	48
3.9	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	49
3.10	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX).....	49
3.11	DIFRAÇÃO LASER .....	50
3.12	DENSIFICAÇÃO .....	51
3.13	MICRODUREZA VICKERS (HV).....	52
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>53</b>
4.1	PESAGEM DOS PÓS.....	54
4.2	MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE) DOS PÓS .....	55
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	56
4.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X DOS PÓS .....	57
4.5	DIFRAÇÃO A LASER DOS PÓS .....	57
4.6	COMPACTAÇÃO DOS PÓS.....	57
4.7	EXTRUSÃO DOS COMPACTADOS .....	58
4.8	PREPARAÇÃO METALGRÁFICA DAS AMOSTRAS .....	60
4.9	MICROSCOPIA ÓTICA (MO) DAS AMOSTRAS .....	61
4.10	DESNDIFICAÇÃO DOS CONSOLIDADOS .....	61
4.11	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS (HV).....	62
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>63</b>
5.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	63
<b>5.1.1</b>	<b>Pós de partida .....</b>	<b>63</b>
<b>5.1.2</b>	<b>Efeito da moagem de alta energia no pó da liga AA6061 .....</b>	<b>68</b>
<b>5.1.3</b>	<b>Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> .....</b>	<b>69</b>
<b>5.1.4</b>	<b>Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com SiC.....</b>	<b>73</b>
<b>5.1.5</b>	<b>Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com AlN.....</b>	<b>75</b>
<b>5.1.6</b>	<b>Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.....</b>	<b>79</b>
<b>5.1.7</b>	<b>Difração de raios-X dos pós .....</b>	<b>82</b>
5.1.7.1	Pós de partida.....	82
5.1.7.2	Pós compósitos AA6061 reforçados com Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	85
5.1.7.3	Pós compósitos AA6061 reforçados com SiC .....	87
5.1.7.4	Pós compósitos AA6061 reforçados com AlN .....	89

5.1.7.5	Pós compósitos AA6061 reforçados com $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	91
<b>5.1.8</b>	<b>Granulometria dos pós</b> .....	<b>93</b>
5.1.8.1	Curva de distribuição de tamanho de partículas .....	93
5.1.8.2	Tamanho médio de partícula.....	95
5.2	<b>CARACTERIZAÇÃO DOS CONSOLIDADOS</b> .....	<b>96</b>
<b>5.2.1</b>	<b>Microscopia ótica (MO)</b> .....	<b>96</b>
5.2.1.1	Consolidados da liga AA6061 sem reforço .....	96
5.2.1.2	Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	99
5.2.1.3	Consolidados da liga AA6061 reforçado com SiC .....	101
5.2.1.4	Consolidados da liga AA6061 reforçado com AlN .....	103
5.2.1.5	Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	105
<b>5.2.2</b>	<b>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</b> .....	<b>107</b>
5.2.2.1	Consolidados da liga AA6061 sem reforço .....	107
5.2.2.2	Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Al}_2\text{O}_3$ .....	111
5.2.2.3	Consolidados da liga AA6061 reforçado com SiC .....	115
5.2.2.4	Consolidados da liga AA6061 reforçado com AlN .....	119
5.2.2.5	Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	123
<b>5.2.3</b>	<b>Densificação</b> .....	<b>127</b>
<b>5.2.4</b>	<b>Microdureza Vickers</b> .....	<b>128</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>135</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>137</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>138</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Devido aos avanços tecnológicos no ramo industrial e na ciência dos materiais, os materiais compósitos vem sendo cada vez mais utilizados em diversas atividades (construção civil, indústria aeronáutica, indústria automotiva, entre outros). O foco neste tipo de material é grande, pois os compósitos podem ser fabricados com propriedades específicas e não usuais. Embora seja um material já utilizado pelo homem há muitos anos, os compósitos foram reconhecidos como uma classe distinta de materiais na segunda metade do século XX (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

Devido sua composição apresentar mais de um tipo de material, um dos quais em dispersão, os compósitos também podem ser fabricados por técnicas não convencionais. No início do século XX a metalurgia do pó (MP) moderna era então usada para fabricação de carbetos de tungstênio (usado no filamento das lâmpadas incandescentes). Contudo, durante a Segunda Guerra Mundial houve um aumento na demanda de técnicas para fabricação de materiais compósitos e após esse período a MP foi se desenvolvendo para um processo, que hoje, alia precisão, rapidez e economia (UPADHYAYA, 2002). Neste aspecto, a MP passou a ser mais utilizada para fabricar materiais que são muito difíceis ou quase inviáveis de se produzir pelas técnicas convencionais de conformação, fundição e usinagem, incluindo os compósitos (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

Dentre os metais usados como matriz na composição dos compósitos de matriz metálica (CMM) as ligas de alumínio são bastante utilizadas, ficando atrás apenas do ferro. O grande interesse pelas ligas de alumínio é na indústria devido às suas propriedades, como: baixo peso específico, baixa densidade, ductilidade, boa condutividade térmica e elétrica, resistência à corrosão (KUMAR e KUMARASWAMIDHAS, 2018).

Na formação de compósitos de matriz de alumínio (CMA) destaca-se a liga AA6061, uma vez que apresenta alta resistência e dureza, sendo aplicada em elementos estruturais e também na indústria automotiva (BARBOSA, 2014).

Normalmente os CMMs são reforçados com uma fase cerâmica com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas (dureza, resistência a corrosão, resistência a abrasão) dos materiais das matrizes, dentre elas: o óxido de alumínio ou alumina ( $Al_2O_3$ ), carbetos de silício (SiC), nitreto de alumínio (AlN) e nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ).

A alumina é bastante utilizada por ser um material obtido no processo de produção do alumínio. O custo/benefício deste material é atrativo, aliado as boas propriedades como dureza,

resistência à abrasão e inércia química (CAMPOS, 2016). O carboneto de silício torna-se atrativo devido a sua alta dureza, condutividade térmica, estabilidade química e propriedades semicondutoras (SILVA et al., 2014).

Segundo Kumar e Kumaraswamidhas (2018) o nitreto de alumínio é indicado como reforço em ligas de alumínio devido ao seu bom coeficiente de expansão térmica, boa estabilidade térmica, elevada resistência e boa dispersão na matriz de alumínio. Segundo Baldacim (2000) o nitreto de silício é empregado como reforço devido ao baixo coeficiente de expansão térmica, dureza, resistência mecânica e boa resistência a corrosão em altas temperaturas, sendo bem empregado na indústria aeroespacial.

Tendo em vista que a liga de alumínio 6061 é usada como elemento estrutural e a inserção de particulados cerâmicos em sua composição pode aumentar sua dureza. Foram fabricados compósitos de matriz metálica de alumínio AA6061 reforçados com particulado cerâmico, podendo ser aplicados na indústria civil como perfis extrudados e elementos estruturais de maior resistência, como aplicação em chassis de automóveis.

Diante do exposto, o presente trabalho busca desenvolver e fabricar CMAs da liga AA6061 reforçados com diferentes particulados cerâmicos ( $Al_2O_3$ , SiC, AlN e  $Si_3N_4$ ), visando analisar os efeitos das variáveis de processo de MP, nas propriedades dos compósitos obtidos.

## 2 OBJETIVOS

Neste capítulo estão apresentados os objetivos da pesquisa.

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o efeito da adição de reforços de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), carboneto de silício ( $\text{SiC}$ ), nitreto de alumínio ( $\text{AlN}$ ) e nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) nas propriedades de compósitos de matriz metálica de alumínio AA6061, fabricados através da técnica de moagem de alta energia e extrusão a quente.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Caracterizar os pós do compósito, avaliando os efeitos da moagem de alta energia e da adição de reforço na composição e distribuição de tamanho de partículas;
- b) Validar a eficácia das técnicas de metalurgia do pó na fabricação de compósitos, com base na densificação das amostras obtidas;
- c) Verificar a morfologia dos pós após moagem utilizando a microscopia eletrônica de varredura;
- d) Validar a composição e verificar as fases formadas durante a moagem com o uso da Difração de Raio-X;
- e) Analisar o tamanho médio de partículas e a distribuição do tamanho médio de partículas utilizando o ensaio de difração a laser;
- f) Analisar a microestrutura das amostras extrudadas utilizando a microscopia ótica e eletrônica de varredura;
- g) Avaliar o efeito do percentual de reforço, em todas as suas concentrações propostas (10%, 15% e 20%), na microestrutura e na microdureza das amostras extrudadas.

### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo serão apresentados os conceitos fundamentais usados na formulação da metodologia e que serviram como base para a interpretação e discussão dos resultados.

#### 3.1 MATERIAIS COMPÓSITOS

Com o advento da tecnologia foram sendo criados novos maquinários cada vez mais eficientes e de maior potência. Contudo, para que estas máquinas pudessem ser construídas foi necessário investir na pesquisa de materiais que fossem compatíveis com as exigências do mercado, como por exemplo, baixo peso específico e alta resistência.

Para isso, os engenheiros e pesquisadores começaram a misturar diferentes materiais e verificaram que o material resultante possuía propriedades diferentes dos materiais de origem. Tais propriedades eram uma combinação direta das propriedades dos materiais iniciais, por exemplo: Rao e Rao (2018) fabricaram um compósito de matriz metálica (CMM) da liga AA6061 reforçado com  $TiB_2$ , na qual observaram que a adição do reforço cerâmico aumentava a resistência à abrasão da liga de alumínio.

Assim, um compósito é um material multifásico feito de maneira artificial e que combina as propriedades de dois ou mais materiais. Sendo que esses materiais são quimicamente diferentes, ou seja, um material compósito pode ser feito da mistura de: um metal com outro metal (sistema dúctil-dúctil), um metal com uma cerâmica ou matriz polimérica e com reforço em forma de fibras frágeis (sistema dúctil-frágil), uma cerâmica com outra cerâmica (sistema frágil-frágil) (JIA et al., 2018).

De uma forma geral, muitos dos materiais compósitos são constituídos de duas fases: uma denominada matriz (contínua e envolve a outra fase) e outra fase chamada de fase dispersa ou reforço (CALLISTER e RETHWISCH, 2012). As propriedades finais dependem das propriedades dos materiais de origem, das quantidades misturadas e da morfologia do reforço (SURYANARAYANA, 2011).

Uma vez que os materiais compósitos são formados basicamente de matriz e de reforço é possível classificá-los de duas formas: quanto ao tipo de matriz ou quanto a morfologia do reforço.

Quanto ao tipo de matriz, podem ser classificados como: compósitos de matriz metálica, compósitos de matriz polimérica ou compósitos de matriz cerâmica. Quanto a morfologia do reforço, podem ser classificados como: compósitos reforçados com partículas, compósitos

reforçados com fibras curtas ou compósitos reforçados com fibras contínuas (SURYANARAYANA, 2011).

Os reforços particulados causam um aumento nas propriedades em todas direções, devido a sua dispersão por toda a matriz. Os reforços de fibras causam melhorias uniaxiais, ou seja, o material terá uma resistência melhorada a esforços que estejam alinhados com a direção das fibras, por isso é comum encontrar fibras sendo aplicadas em forma de malhas, para aumentar as propriedades em direções diversas. Os compósitos estruturais são constituídos normalmente tanto por materiais homogêneos quanto por outros tipos de compósitos e suas propriedades dependem não somente das propriedades dos materiais constituintes, mas também do projeto geométrico dos vários elementos estruturais (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

### **3.1.1 Compósitos de matriz metálica (CMM)**

Assim como o nome sugere, são compósitos onde o material usado como matriz, são materiais metálicos dúcteis, nas quais são incorporados reforços à matriz com o objetivo de se melhorar as propriedades mecânicas do material. Por exemplo, adicionar um reforço cerâmico a uma liga de alumínio para melhorar dureza, tensão limite de escoamento e resistência à abrasão. Seu reforço pode ser do tipo: particulado, fibras ou whiskers (fibras descontínuas) (SURYANARAYANA, 2011).

Os CMMs consistem de materiais amplamente usados na indústria automobilística e aeroespacial, pois podem ser usadas em operações a altas temperaturas, possuem baixo peso específico, alta rigidez, boa resistência mecânica e boa resistência ao desgaste.

Os materiais mais utilizados como matriz são as ligas de cobre, alumínio, níquel e ligas a base de ferro, reforçados com material cerâmico (JIA et al., 2018). Köhler et al. (2015) verificaram que ao adicionar um reforço particulado de alumina numa matriz de alumínio observa-se um aumento na dureza do material. Kumar et al. (2018) e Annigeri e Kumar (2019) estudaram a influência do reforço particulado cerâmico nas propriedades mecânicas da liga AA6061, observaram que a adição do reforço aumentava a tensão de escoamento, a dureza e a resistência a abrasão do material. A adição de reforço descontínuo às ligas de alumínio também causa a melhoria de suas propriedades mecânicas. Pakseresht et al. (2019) usaram whiskers de alumina como reforço de revestimentos. A adição dos whiskers à camada do revestimento melhorou as propriedades tribológicas do revestimento, promovendo menor taxa de desgaste.

### 3.1.2 Compósitos de matriz polimérica (CMP)

São os compósitos, cuja matriz é uma resina polimérica que serve como aglomerante para suportar as fibras (reforço). São amplamente utilizadas em trabalhos à temperatura ambiente e são de fácil fabricação e baixo custo (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

A matriz serve principalmente para conferir ductilidade ao material e para proteger as fibras do meio externo. É através da matriz que as tensões são distribuídas para as fibras e também é por meio dela que as fibras se unem. A força suportada pela matriz é função da quantidade de fibras existente no compósito: para uma menor quantidade de fibras a matriz suportará menores taxas de tensões de compressão, já quando há uma maior quantidade de fibras a matriz suporta maiores tensões de compressão, uma vez que a seção transversal da matriz diminui (FANCEY, 2016).

Fancey (2016) verificou que aumentando a quantidade de fibras num compósito de matriz polimérica ocorre o aumento de suas propriedades mecânicas (limite de resistência a tração, módulo de elasticidade) e ainda verificou que o tempo de vida de CMP é função da temperatura a qual está submetido. À temperatura ambiente ( $\sim 20-25^{\circ}\text{C}$ ) pode chegar a um tempo de vida de 20000 anos.

### 3.1.3 Compósitos de matriz cerâmica (CMC)

Estes materiais são importantes para a indústria devido às características refratárias e isolantes das cerâmicas e de sua resistência à abrasão e à corrosão. Contudo, faz-se necessária a inserção de reforços para conferir um caráter dúctil ao material, uma vez que as cerâmicas são frágeis. Um material cerâmico tem elevada resistência à compressão, logo, faz-se necessário a inserção de um material que resista bem à tração para assim suportar esforços de tração (SILVA et al., 2014).

Os campos de maior utilização dos CMCs são: indústria aeroespacial, automobilística e eólica, assim como, em ferramentas de cortes para usinagem e em alguns componentes elétricos (BALDACIM, 2000).

Da Silva et al. (2014) estudou a aplicação de revestimento misto na blindagem de veículos e aeronaves. Campos (2016) desenvolveu um composto de alumina e zircônia estabilizada com céria na produção de cerâmicas para revestimentos de máquinas industriais que suportasse severas solicitações térmicas e mecânicas. Baldacim (2000) estudou os efeitos da inserção de whiskers de SiC numa matriz de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  afim de melhorar suas propriedades

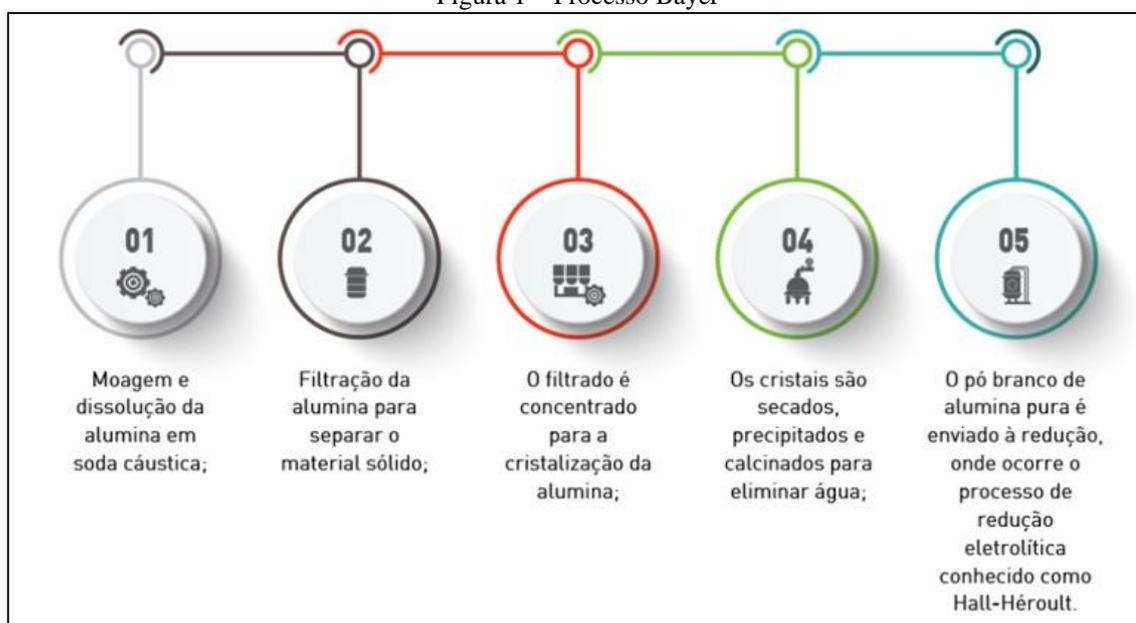
mecânicas, principalmente tenacidade à fratura, para deixar o composto menos frágil e assim este ter uma maior aplicabilidade como material estrutural.

### 3.2 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

O alumínio caracteriza-se por ser o segundo elemento metálico mais abundante na crosta terrestre. Tornando-se um material muito utilizado na engenharia no fim do século 19 (ASM, 1992).

O alumínio é obtido da bauxita e a cadeia pelo qual passa é composta de 3 etapas: mineração de bauxita, refino e redução. As reservas de bauxita do Brasil estão entre as maiores do mundo, além de serem de ótima qualidade (contém no mínimo 30%, em média, de alumina em sua constituição). Após a mineração de bauxita, o minério segue para a fase de refino, onde o processo mais utilizado para a obtenção da alumina ( $Al_2O_3$ ) é o processo Bayer (ABAL, 2019). A cadeia de processos realizados após o refino da bauxita (obtenção da alumina) até sua redução estão resumidos na Figura 1.

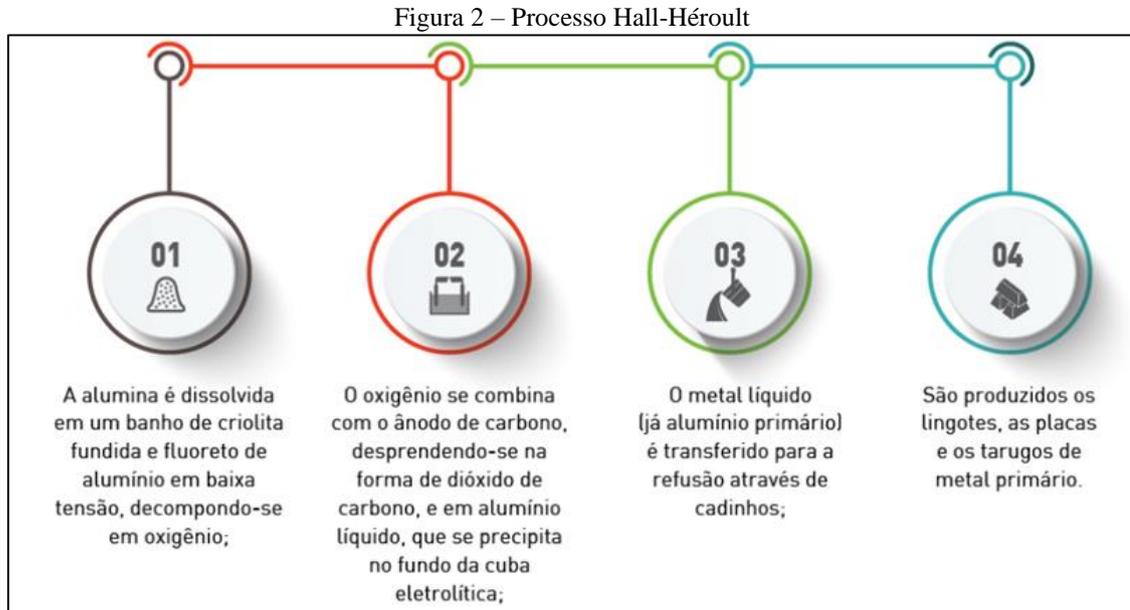
Figura 1 – Processo Bayer



Fonte: ABAL, 2019

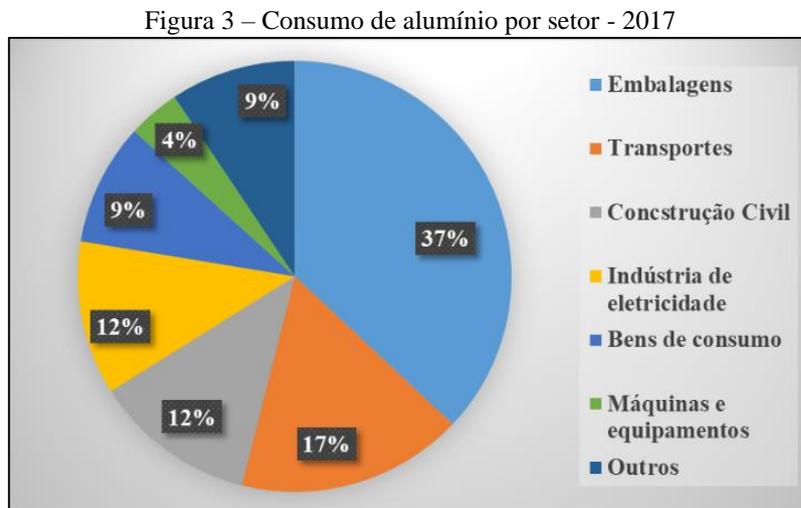
Após o refino da alumina, esta segue para a redução para então ser produzido o alumínio puro. O processo de redução mais usado é o processo Hall-Héroult. A alumina refinada da bauxita é dissolvida em um banho de criolita com a adição de vários sais fluoretos. É então aplicada uma corrente elétrica no banho para causar a eletrólise da alumina dissolvida, ou seja,

o oxigênio presente na alumina combina-se com o anodo de carbono e é liberado na forma de  $\text{CO}_2$ , e o alumínio precipita sendo coletado no catodo. O alumínio é então transformado em lingotes, placas e tarugos (ASM, 1992). A Figura 2 mostra um esquema resumido do processo de redução da alumina.



Fonte: ABAL, 2019

Com o desenvolvimento das técnicas de obtenção do alumínio, como o processo mostrado anteriormente, seu uso foi evoluindo ao longo do tempo. Atualmente, o alumínio é um material muito utilizado em toda a indústria: automobilística, naval, aeronáutica, alimentos, construção civil (BARBOSA, 2014). A Figura 3 mostra o consumo de alumínio nos diversos setores da indústria no Brasil, no ano de 2017.



Fonte: Adaptado de ABAL, 2019

As principais características do alumínio são:

- a) Baixa densidade:  $2,7 \text{ g/cm}^3$ , aproximadamente um terço da densidade do aço ( $7,83 \text{ g/cm}^3$ ) (ASM,1992);
- b) Elevada condutividade térmica e elétrica (de 50 a 60% da condutividade do cobre);
- c) Resistência a corrosão;
- d) Possui elevada ductilidade;
- e) Não é magnético;
- f) Não é tóxico;
- g) A principal limitação do alumínio está na sua baixa temperatura de fusão ( $600^\circ\text{C}$ ), o que restringe a temperatura máxima em que o alumínio pode ser utilizado (ASKELAND e WRIGHT, 2015).

### 3.2.1 Ligas de alumínio

Assim como no ferro, é possível fabricar ligas de alumínio inserindo em sua composição elementos de liga que servem para melhorar as propriedades do metal de base. Os principais elementos de liga utilizados são: cobre (Cu), manganês (Mn), silício (Si), Magnésio (Mg), Ferro (Fe) e Zinco (Zn) (CALLISTER e RETHWISCH, 2012).

As ligas de alumínio são divididas em duas categorias: ligas fundidas (*cast alloys*) e ligas conformadas (*wrought alloys*). A diferença entre elas é devido ao mecanismo de endurecimento usado. Algumas ligas fundidas não são tratadas termicamente, logo são endurecíveis por encruamento. As ligas conformadas, em sua maioria, são tratáveis termicamente. O tratamento térmico mais aplicado às ligas de alumínio é o tratamento de precipitação ou envelhecimento (ASM, 1992).

### 3.2.2 Nomenclatura das ligas

A nomenclatura das ligas de alumínio depende do tipo da liga (conformadas ou fundidas).

As ligas conformadas seguem um sistema com quatro dígitos na qual são separadas em famílias. O primeiro dígito do padrão de nomenclatura refere-se ao principal elemento de liga presente. A família 1xxx representa o alumínio comercialmente puro ( $\text{Al} \geq 99,00\%$ ), o segundo dígito indica se o alumínio terá adição de algum elemento de liga (0 – sem elemento de liga só

impurezas do processo de fabricação; 1 – com algum elemento de liga), os dois últimos dígitos indicam as casas decimais da quantidade mínima de alumínio presente na liga. Por exemplo, a liga 1110 é uma liga onde a quantidade mínima de alumínio é 99,10%. Nas famílias 2xxx a 8xxx indica uma modificação na liga, para as ligas originais o segundo dígito é 0, caso haja alguma modificação o segundo dígito pode variar de 1 a 9. Os dois últimos dígitos só servem para diferenciar uma liga da outra (ASM,1992).

Nas ligas fundidas é usado um sistema de quatro dígitos semelhante ao das ligas conformadas, a diferença é que entre o terceiro e o quarto dígito há a inserção de um ponto. O primeiro dígito representa o principal elemento de liga presente. Em todas as ligas fundidas o último dígito representa a forma do produto final (0 – para fundidos; 1 – para lingotes). Nas ligas da família 1xx.x os dois dígitos antes do ponto representam a pureza da liga, ou seja, as casas decimais da composição mínima de alumínio presente na liga, por exemplo: 110.0 é um fundido com 99,10% de alumínio. Nas famílias 2xx.x a 9xx.x os dois dígitos antes do ponto servem para diferenciar as ligas da mesma família (ASM, 1992).

A Tabela 1 mostra um resumo das famílias das ligas de alumínio conformadas e fundidas.

Tabela 1 – Nomenclatura das ligas de alumínio

<b>Ligas Conformadas (Tratáveis Termicamente)</b>		<b>Ligas Fundidas (Endurecíveis por Deformação)</b>	
<b>Série da Liga</b>	<b>Elemento Predominante</b>	<b>Série da Liga</b>	<b>Elemento Predominante</b>
<b>1xxx</b>	Al $\geq$ 99,00%	<b>1xx.x</b>	Al $\geq$ 99,00%
<b>2xxx</b>	Cu	<b>2xx.x</b>	Cu
<b>3xxx</b>	Mn	<b>3xx.x</b>	Si + (Cu e/ou Mg)
<b>4xxx</b>	Si	<b>4xx.x</b>	Si
<b>5xxx</b>	Mg	<b>5xx.x</b>	Mg
<b>6xxx</b>	Mg + Si	<b>6xx.x</b>	Série não utilizada
<b>7xxx</b>	Zn	<b>7xx.x</b>	Zn
<b>8xxx</b>	Outros Elementos	<b>8xx.x</b>	Ti
<b>9xxx</b>	Série não utilizada	<b>9xx.x</b>	Outros elementos

Fonte: Adaptado de ASM, 1992

O nome da liga pode vir acompanhado pela designação do tratamento térmico realizado no processo de fabricação. A Tabela 2 mostra a designação do tratamentos térmicos.

Tabela 2 – Designação dos tratamentos realizados nas ligas de alumínio

<b>F</b>	Como fabricado: aplicado a produtos para os quais não há um controle especial sobre as condições térmicas ou encruamento aplicado ao material
<b>O</b>	Recozimento: aplicado a produtos forjados que foram aquecidos para gerar o efeito de recristalização, minimizando as tensões residuais; ou produtos fundidos são recozidos para melhorar a ductilidade e estabilidade dimensional
<b>H</b>	Encruamento: aplicado a produtos os quais a resistência mecânica é aumentada através do encruamento. Este processo pode ser seguido de tratamento térmico, o qual gera certa redução na resistência
<b>W</b>	Solubilização: aplicável às ligas que envelhecem espontaneamente na temperatura ambiente (envelhecimento natural) após solubilização. Ou seja, a estabilidade das propriedades mecânicas é atingida após meses ou anos após a solubilização
<b>T</b>	Solubilização: aplicado às ligas que atingem a estabilidade de suas propriedades mecânicas após algumas semanas após a solubilização

Fonte: Adaptado de ASM, 1992

### 3.2.3 Liga AA6061

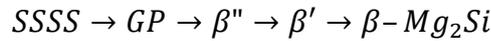
A liga AA6061 faz parte da família 6xxx que, como foi visto, tem como principais elementos de liga o magnésio (Mg) e silício (Si). Nessas ligas esses dois elementos reagem e formam o intermetálico  $Mg_2Si$ . É este composto intermetálico o responsável pelo endurecimento da liga quando a liga não atinge o equilíbrio no superenvelhecimento (BARBOSA, 2014).

Segundo ASM (1992), os tratamentos térmicos mais utilizados na liga AA6061 são:

- a) T4 – Solubilizada e então envelhecida naturalmente até uma condição substancialmente estável. Aplicado a produtos que não são trabalhados a frio após o tratamento térmico e para aqueles produtos cujas propriedades mecânicas estabilizam após envelhecimento natural (à temperaturas ambiente.
- b) T6 – Solubilizada e então envelhecida artificialmente. Aplicado a produtos que não são trabalhados a frio após o tratamento térmico e para aqueles cujas propriedades mecânicas

e/ou estabilidade dimensional é substancialmente melhorada pelo tratamento térmico de precipitação.

Segundo Maisonnette et al. (2011) a sequência de precipitação que ocorre nas ligas da família 6xxx durante o tratamento térmico é:



Onde SSSS representa a solução sólida super-saturada e GP são as zonas de Guinier-Preston. A Tabela 3 tem a composição dos precipitados que ocorrem nas ligas da família 6xxx.

Tabela 3 – Composição das fases presentes nas ligas da família 6xxx

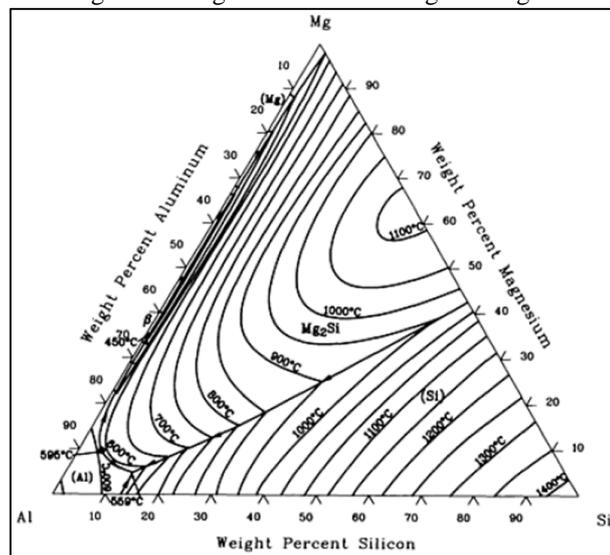
Fase	Composição
Zonas GP	MgSi
$\beta''$	$Mg_5Si_6$
$\beta'$	$Mg_9Si_{15}$
$\beta$	$Mg_2Si$

Fonte: Adaptado de MAISONNETTE et al., 2011

As fases que causam o endurecimento das ligas são as fases  $\beta''$  e  $\beta'$  que são as fases que aparecem fora do equilíbrio. No equilíbrio ou super envelhecimento a liga retorna ao estado de equilíbrio e assim surge a fase  $\beta$ , que não promove aumento de dureza.

Por ser uma liga ternária Al-Mg-Si, as ligas da família 6xxx seguem um diagrama de fase ternário. A Figura 4 mostra o diagrama de fases das ligas desta família.

Figura 4 – Diagrama de fases da liga Al-Mg-Si



Fonte: ASM, 1992

Embora a família 6xxx não tenha uma resistência tão elevada quanto as ligas da família 2xxx e 7xxx, as ligas da família 6xxx tem boa conformabilidade, soldabilidade, usinabilidade e resistência a corrosão aliadas a uma resistência mecânica média (ASM, 1992).

As ligas AA6061 são normalmente usadas em perfis extrudados usados na arquitetura, e em aplicações estruturais (como quadros de bicicletas), equipamentos de transporte, trilhos de pontes, estruturas soldadas e indústria automobilística (BARBOSA, 2014; ASM, 1992).

A Tabela 4 mostra a composição química característica da liga AA6061.

Tabela 4 – Composição química da liga AA6061

%	Elementos										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros cada	Outros total	Al
<b>Mín.</b>	0,4	-	0,15	-	0,8	0,04	-	-	-	-	
<b>Máx.</b>	0,8	0,7	0,4	0,15	1,2	0,35	0,25	0,15	0,05	0,15	Restante

Fonte: Adaptado de ASM, 1992

A Tabela 5 mostra as propriedades mecânicas da liga AA6061-T6, sua forma mais comercial.

Tabela 5 – Propriedades da liga AA6061

<b>Tensão de ruptura</b>	310 MPa
<b>Tensão limite de escoamento (0,2%)</b>	276 MPa
<b>Densidade</b>	2,7 g/cm <sup>3</sup>
<b>Dureza</b>	95 HB
<b>Módulo de elasticidade</b>	68,9 GPa
<b>Temperatura líquidus</b>	652°C
<b>Temperatura solidus</b>	582°C

Fonte: Adaptado de ASM, 2019

### 3.3 ÓXIDO DE ALUMÍNIO (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

A alumina é amplamente utilizada como um material estrutural devido ao seu custo/benefício, em ambientes agressivos devido a sua elevada dureza, resistência à abrasão e inércia química. Podendo ser aplicada na indústria de mineração, de vidros e armaduras balísticas (SILVA et al., 2014).

O óxido de alumínio é encontrado em diversas formas polimórficas metaestáveis:  $\gamma$  (gama –  $\text{AlO}(\text{OH})$ ),  $\theta$  (teta),  $\eta$  (eta),  $\delta$  (delta),  $\chi$  (chi –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),  $\kappa$  (kappa –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),  $\beta$  (beta –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e  $\alpha$  (alfa –  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Sendo esta última a mais estável, tendo assim grande aplicação (SALEM et al., 2014).

A alumina é um subproduto da produção do alumínio puro. Ela é o produto final do processo Bayer, no qual se obtém a alumina a partir da bauxita. Contudo é necessário elevadas temperaturas para se obter a  $\alpha$  –alumina,  $1200^\circ\text{C}$ . Com isso além do processo Bayer se utiliza também o método Pechini para obtenção da alumina. O método Pechini tem como produto final óxidos nanocristalinos por meio da pirólise de complexos poliméricos. Em comparação ao processo Bayer, o método Pechini é mais fácil de ser executado, tem menor custo e é mais rápido, contudo tem limitação quanto a aplicação em grande escala e eliminação dos resíduos orgânicos (SALEM et al., 2014).

A Tabela 6 contém as principais propriedades da alumina.

Tabela 6 – Propriedades da  $\text{Al}_2\text{O}_3$

<b>Densidade relativa (<math>\text{g}/\text{cm}^3</math>)</b>	3,4 – 4,0
<b>Coefficiente de expansão térmica (<math>\times 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}</math>)</b>	7,5 – 8,5
<b>Resistência à compressão (MPa)</b>	1000 – 2800
<b>Resistência à tração (MPa)</b>	140 – 170
<b>Resistência à flexão (MPa)</b>	280 – 420
<b>Tenacidade à fratura (<math>\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}</math>)</b>	3,0 – 4,0
<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>	350 – 400
<b>Módulo de cisalhamento (GPa)</b>	140 – 160
<b>Microdureza (<math>\text{kg}\cdot\text{mm}^{-2}</math>)</b>	1400 – 1800

Fonte: SILVA et al., 2014

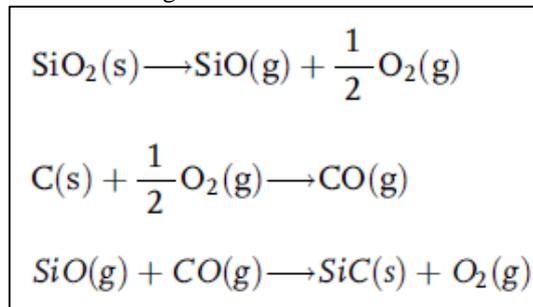
### 3.4 CARBETO DE SILÍCIO ( $\text{SiC}$ )

O carboneto de silício ou carбето de silício é um material muito utilizado na indústria devido a sua alta dureza, condutividade térmica, estabilidade química e propriedades semicondutoras. Foi descoberto devido aos estudos feitos para a síntese do diamante, no ano de 1890. Desde então vem sendo em operações de usinagem, moagem, polimento, jateamento com areia, corte a jato d'água, blindagens e principalmente como material abrasivo (SILVA et al., 2014).

Ao longo dos anos foram desenvolvidos vários métodos para a síntese do SiC, entre eles os mais conhecidos são: deposição química a vapor, crescimento confinado de nanotubos a base de carbono, redução carbotérmica, ablação a laser, crescimento químico a vapor, evaporação térmica e moagem de alta energia (CHIEW e CHEONG, 2012).

A Figura 5 mostra a sequência de reações que ocorrem na síntese do carbetto de silício pelo método crescimento químico em fase vapor. A primeira reação representa a dissociação do SiO<sub>2</sub>, ocorre a temperatura de 1300°C. Em seguida o oxigênio formado reage com o carbono presente no fundo da câmara de reação formando CO<sub>2</sub>. O CO<sub>2</sub> por sua vez reage com o SiO formando SiC e oxigênio (CHIEW e CHEONG, 2012).

Figura 5 – Síntese do SiC



Fonte: CHIEW e CHEONG, 2012

As principais propriedades do carbetto de silício estão expostas na Tabela 7.

Tabela 7 – Propriedades do SiC

<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	2,56 – 3,22
<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>	359 – 453
<b>Resistência a flexão (MPa)</b>	260 – 634
<b>Resistência a fratura (MPa.m<sup>1/2</sup>)</b>	3 – 6,4
<b>Microdureza Vickers (kg.mm<sup>-2</sup>)</b>	2300 – 2800

Fonte: Adaptado de SILVA et al., 2014

### 3.5 NITRETO DE ALUMÍNIO (AlN)

O nitreto de alumínio é um material bastante utilizado principalmente na indústria de eletrônicos e estrutural. Esta aplicação é muito devido a sua combinação de propriedades: elevada condutividade térmica, inércia química, dureza e não é tóxico. Na indústria de eletrônicos é usado como substrato em circuitos complexos devido a sua alta condutividade

térmica. Como elemento estrutural é muito utilizado na indústria militar (DI LELLO e MOURA, 1999).

O AlN foi descoberto em 1862, mas só começou a ser sintetizado em 1876. Sua sintetização é realizada a partir de matérias-primas a base de alumínio e nitrogênio. Os métodos existentes para a síntese do AlN são: deposição química a vapor, plasma, pirólise a partir de compostos a base de alumínio, redução carbotérmica seguida de nitretação e nitretação direta. Sendo os dois últimos os mais usuais na indústria (MOLISANI, 2017).

A Tabela 8 mostra as principais propriedades do nitreto de alumínio.

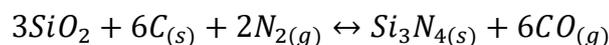
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	3,26
<b>Resistência a flexão (MPa)</b>	400 – 500
<b>Dureza Vickers (GPa)</b>	12,0
<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>	343
<b>Condutividade térmica a 25°C (W/mK)</b>	170 – 220

Fonte: Adaptado de MOLISANI, 2017

### 3.6 NITRETO DE SILÍCIO (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

O nitreto de silício foi descoberto no século XIX. Devido as suas propriedades mecânicas: alta dureza, boa condutividade térmica, baixo coeficiente de expansão térmica e boa resistência a oxidação em altas temperaturas e ao choque térmico, este material é muito empregado na indústria aeronáutica, espacial e é usado também em ferramentas de corte (BALDACIM, 2000).

Assim como o AlN o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> pode ser fabricado por: deposição química a vapor, plasma, pirólise a partir de compostos a base de alumínio, redução carbotérmica seguida de nitretação e nitretação direta. Onde os processos mais usados na indústria são o de redução carbo térmica seguida de nitretação da sílica e nitretação direta. O processo de formação do nitreto de silício pela reação entre silício e carbono num fluxo de nitrogênio é descrito pela reação (LICKO et al, 1992):



As principais propriedades do nitreto de silício estão apresentadas nas Tabela 9.

Tabela 9 – Propriedades do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

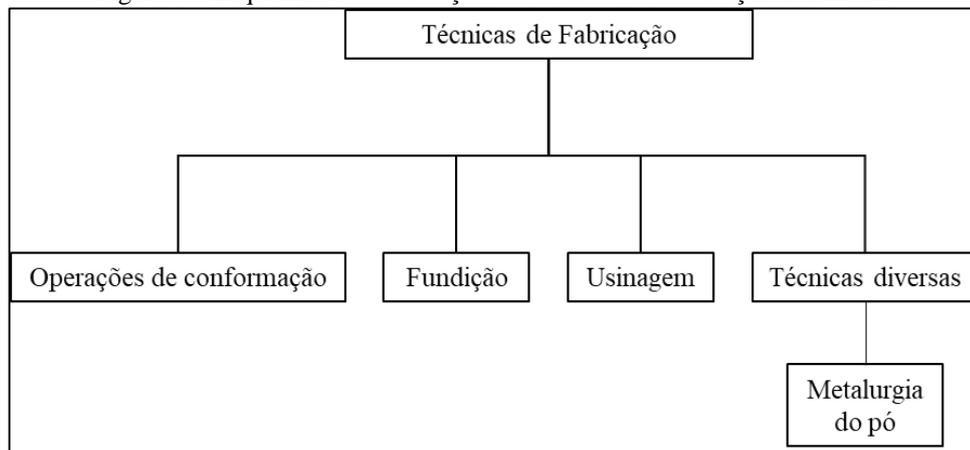
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	3,18 – 3,44
<b>Resistência a flexão (MPa)</b>	250 – 1200
<b>Dureza Vickers (GPa)</b>	8 – 19
<b>Módulo de elasticidade (GPa)</b>	300 – 330
<b>Condutividade térmica a 25°C (W/mK)</b>	15 – 70

Fonte: Adaptado de ASM, 1991

### 3.7 METALURGIA DO PÓ

Genericamente, existem quatro principais técnicas de fabricação dos metais: as operações de conformação, fundição, usinagem e técnicas diversas (CHIAVERINI, 1986). Apesar de diferentes essas técnicas podem ser complementares. A Figura 6 mostra o esquema de classificação das técnicas de fabricação.

Figura 6 – Esquema de classificação das técnicas de fabricação dos metais



Fonte: O autor, 2020

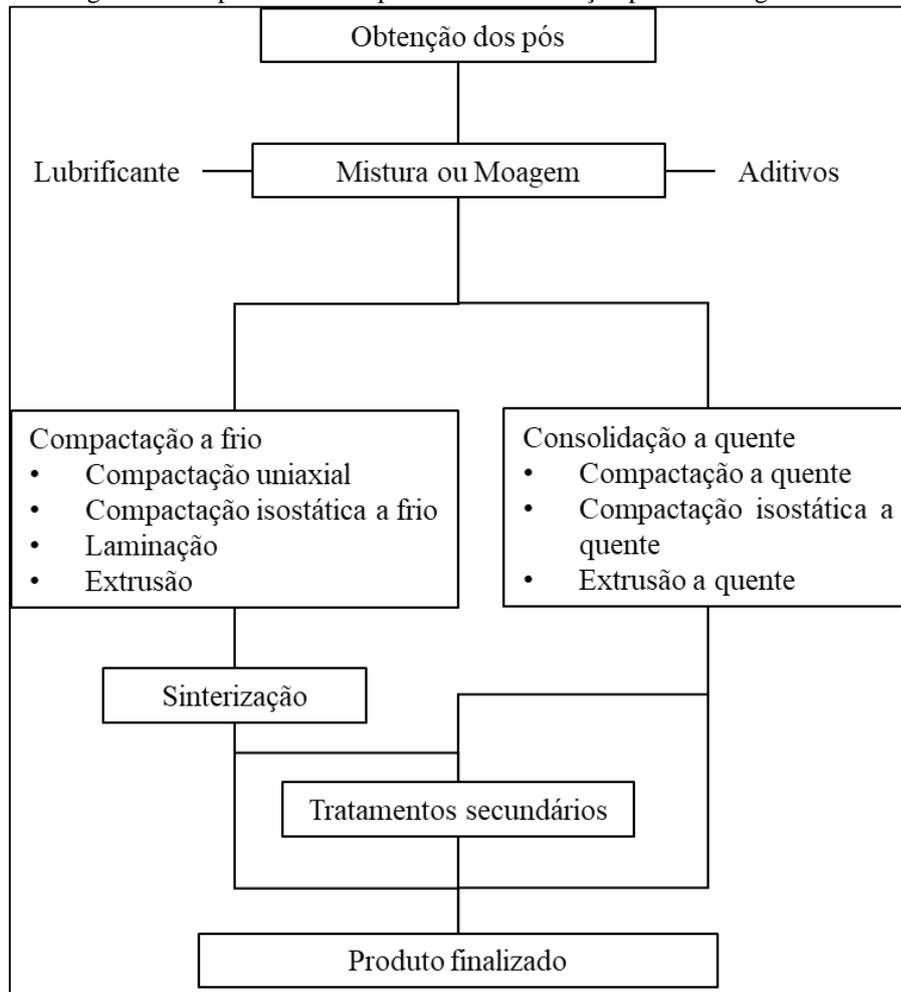
Logo, metalurgia do pó ou do inglês *Powder Metallurgy* ou simplesmente MP é uma técnica de fabricação de peças por meio da compactação de um pó e posterior aquecimento do compactado para produzir uma peça mais densa, daí o nome da técnica. Ela se enquadra nas técnicas diversas pois é adequado para materiais com baixa ductilidade, materiais com elevado ponto de fusão e peças que requerem tolerâncias dimensionais muito restritas. Ou seja, esta técnica destina-se a produção de materiais que são muito difíceis ou quase inviáveis de se

produzir pelas técnicas convencionais de conformação, fundição e usinagem (CHIAVERINI, 1986).

A MP moderna surgiu no início do século XX com a fabricação de carbetos de tungstênio, destinados a fabricação de filamentos de lâmpadas incandescentes. Com a Segunda Guerra Mundial, ocorreram avanços nas técnicas de MP e começaram a ser produzidos materiais compósitos. A partir desses avanços muitos outros materiais passaram a ser fabricados pela MP com uma qualidade igual ou até superior as peças conformadas e fundidas (UPADHYAYA, 2002).

A principal consumidora de produtos provenientes da MP é a indústria automobilística. Ainda há também fornecimento para indústria de *hardware*, ferramentas (pastilhas de metal duro), equipamentos industriais, máquinas industriais, produtos militares e equipamentos esportivos (UPADHYAYA, 2002). O processo da metalurgia do pó está demonstrado esquematicamente na Figura 7.

Figura 7 – Etapas básicas do processo de fabricação por Metalurgia do Pó



Fonte: Adaptado de UPADHYAYA, 2002

### 3.7.1 Obtenção dos pós

Os pós usados na MP podem ser obtidos, basicamente, por três métodos: mecânicos, físicos e químicos (UPADHYAYA, 2002).

#### 3.7.1.1 Métodos mecânicos

Consistem nos princípios de quebra e moagem dos metais a serem transformados em pó. Logo, são mais utilizados em materiais frágeis ou fragilizados. Também usados em materiais reativos e metais comuns produzindo pós com morfologia flocular (UPADHYAYA, 2002).

### 3.7.1.2 Métodos físicos

Dentro os métodos físicos destacam-se o método eletrolítico e a atomização. O método eletrolítico consiste em produzir o pó dos elementos numa célula eletrolítica, onde o pó do elemento desejado se deposita lentamente no catodo. Os pós provenientes deste método tem, normalmente, morfologia dendrítica (UPADHYAYA, 2002).

A atomização é uma forma de obtenção de pós finos, que consiste basicamente em fundir um metal, fazê-lo escoar sob a forma de fio e então pulverizar esse filete de metal, com um fluxo de gás ou água que irá produzir partículas finíssimas que por gravidade irão se depositar no fundo de câmara de contenção (UPADHYAYA, 2002).

### 3.7.1.3 Métodos químicos

Este método pode ser dividido em duas categorias: redução química e decomposição química. A redução química consiste na utilização de agentes redutores, sólidos ou gasoso, para a obtenção do pó metálico. Os agentes mais utilizados são o carbono e o hidrogênio (UPADHYAYA, 2002).

A decomposição química consiste em desidratar o material na mesma temperatura de formação do mesmo. Em seguida, o material desidratado é levado a um moinho e realizada a moagem do mesmo. Após o término da moagem é obtido o pó do elemento desejado. Vale salientar que o procedimento deve ser feito em vácuo ou atmosfera controlada para evitar contaminação da amostra (UPADHYAYA, 2002).

## 3.7.2 Caracterização dos pós

Os pós obtidos por algum dos métodos de fabricação de pós ou os pós após moagem são caracterizados por seu tamanho de partícula, geometria das partículas, constituição química (SURYANARAYANA, 2001). Alguns autores ainda propõem que além dessas três propriedades o estudo da superfície das partículas, toxicidade, densidade das partículas, compressibilidade (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

A Tabela 10 mostra, resumidamente, as três principais propriedades que podem ser avaliadas dos pós e as principais técnicas usadas em cada estudo.

Tabela 10 – Propriedades dos pós e as técnicas de análise

<b>Tamanho e distribuição de partículas</b>	Peneiramento, Permeabilidade, Granulometria por dispersão de luz, Microscopia eletrônica de varredura (MEV) ou eletrônica de transmissão (MET)
<b>Geometria das partículas</b>	MEV, MET, Análise morfológica
<b>Constituição química</b>	MEV, MET, EDS, Difração de Raio-X (DRX)

Fonte: Adaptado de SURYANARAYANA, 2001 e UPADHYAYA, 2002

Uma das propriedades mais importantes é o refino de partícula. Um dos parâmetros analisados é o tamanho e distribuição de partículas. Pós metálicos e cerâmicos tem o tamanho de partícula em escala micrométrica, tendo em alguns casos pós nanoestruturados. O tamanho de partícula afeta diretamente as propriedades mecânicas dos materiais assim como sua rugosidade superficial (THUMMLER e OBERACKER, 1993).

Assim como o tamanho de partícula, a geometria das partículas do pó influenciam diretamente nas propriedades do consolidado, uma vez que dependendo da morfologia o empacotamento das partículas pode ser melhorado ou não (FAGAGNOLO et al., 2003). A Figura 8 mostra as geometrias de partícula mais comuns.

Figura 8 – Geometria de partículas



Fonte: Adaptado de UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993

Quanto a constituição química, é avaliada a composição química do pó para avaliar o nível de pureza dos mesmos. Tendo em vista que a pureza do pó usado na fabricação de um produto afeta diretamente o método de processamento e suas propriedades mecânicas (UPADHYAYA, 2002).

### 3.7.3 Mistura x Moagem

São os processos nos quais os pós de partida são transformados em ligas ou compósitos. A diferença entre mistura e moagem é que na mistura não são adicionados esferas de moagem e na moagem elas são utilizadas.

Existem dois tipos de moagem: baixa e alta energia. Para distinguir a energia de um processo de moagem é preciso averiguar a velocidade com a qual as esferas de moagem se movem no interior da jarra, ou seja, depende do moinho usado. Os sistemas considerados de baixa energia tem uma energia específica de 0,01-0,03 kW/l, sendo os demais considerados de alta energia (ZOZ et al., 1998).

Neste trabalho foi usado um moinho de alta energia, logo só esse tipo será explicado em mais detalhes.

#### 3.7.3.1 Moagem de alta energia (MAE)

A moagem tem como objetivos: redução do tamanho de partícula, mistura dos pós e dar às partículas do pó a geometria desejada. Por isso a moagem pode ser definida como um processo de fabricação de ligas ou compósitos a partir de pós metálicos e não-metálicos com controle da microestrutura. Logo, a moagem tem como produto final um pó onde suas partículas tem a mesma proporção de cada pó de partida (EL-ESKANDARANY, 2001; SURYANARAYANA, 2001). O termo moagem de alta energia é empregado para as moagens onde a energia de moagem é superior a 0,03 kW/l (ZOZ et al., 1998).

A moagem consiste em vários ciclos de soldagem a frio, fratura e soldagem a frio novamente. Jia et al. (2018) dividiram o processo de moagem em 3 estágios:

- a) Com poucas horas de moagem as partículas dos pós de partida serão deformadas plasticamente a frio, ou seja, irão endurecer por encruamento. Também irá ocorrer a soldagem de partículas mais dúcteis. Logo, neste primeiro estágio o tamanho médio de partícula tende a aumentar.
- b) No segundo estágio, devido à continua deformação plástica das partículas, se inicia o processo de quebra. Uma vez que as partículas estão já fragilizadas devido ao aumento da taxa de encruamento aplicada ao material. Com isso o tamanho médio de partícula tende a diminuir, pois a taxa de fratura supera a de soldagem a frio.
- c) O estágio final é o regime estacionário, onde se atinge um equilíbrio entre a taxa de fratura e de soldagem a frio das partículas. Neste estágio já não se observa redução no tamanho

médio de partícula com a continuidade da moagem e cada partícula formada contém a proporção desejada dos pós de partida.

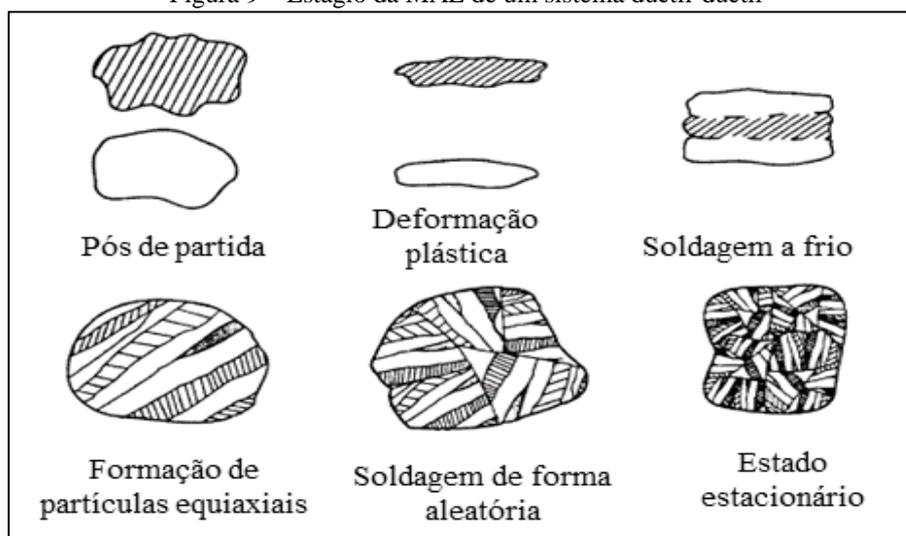
Os estágios de moagem estão muito associados ao tempo de moagem, porém além do tempo de moagem outros fatores influenciam no processo de moagem: pós de partida, tipo de moinho, relação massa de bola e massa de pó, temperatura de moagem.

#### *3.7.3.1.1 Pós de partida*

De acordo com os pós de partida usados é possível se obter três tipos de sistemas diferentes: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil (JIA et al., 2018; FAGAGNOLO et al., 2003; SURYANARAYANA, 2001).

O sistema dúctil-dúctil é caracterizado por ser o sistema encontrado na fabricação de ligas por meio da moagem de alta energia. Neste sistema o estágio inicial da moagem é caracterizado pela deformação plástica das partículas do pó em um formato laminar. Em seguida essas lâminas são soldadas umas às outras quando impactadas pelas esferas de moagem formando aglomerados lamelares. Com o aumento das taxas de encruamento esses aglomerados começam a fraturar e o estado estacionário é atingido quando se chega um formato de partículas equiaxiais (o tamanho de partículas não muda mais) e dureza das partículas do pó também não muda (a taxa de encruamento não aumenta) (JIA et al., 2018; FAGAGNOLO et al., 2003; SURYANARAYANA, 2001). A Figura 9 mostra os estágio da moagem de alta energia de um sistema dúctil-dúctil.

Figura 9 – Estágio da MAE de um sistema dúctil-dúctil

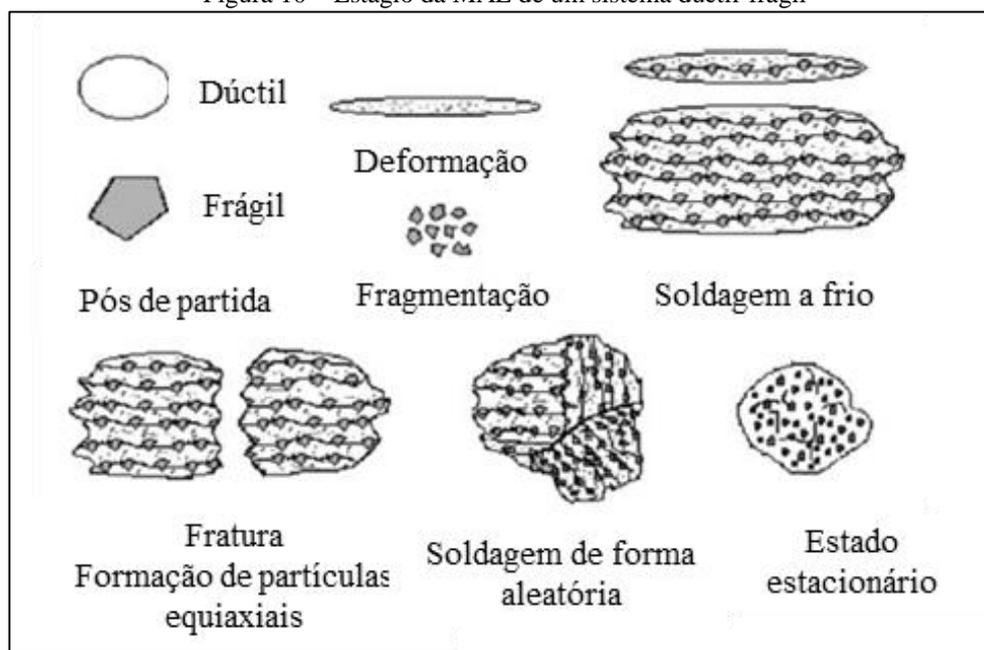


Fonte: FAGAGNOLO et al., 2003

O sistema dúctil-frágil é o mais comumente encontrado em compósitos, onde se tem uma matriz dúctil reforçada com particulados cerâmicos (frágeis). Neste sistema, inicialmente enquanto as partículas do pó matriz (dúctil) estão deformando, as partículas do pó reforço estão fragmentando. Quando as partículas do pó matriz soldam umas às outras, as partículas do reforço são soldadas juntas e se acumulam na interface entre as partículas da matriz. Uma vez que agora se obtém um compósito e a ação do encruamento juntamente com inserção de uma fase frágil fragilizam muito os aglomerados de matriz e reforço, o mecanismo de fragmentação se faz mais presente. Finalmente as taxas de fragmentação e soldagem se igualam alcançando o estado estacionário e formando partículas do pó compósito (JIA et al., 2018; FAGAGNOLO et al., 2003; SURYANARAYANA, 2001). Sendo este o sistema do material usado neste trabalho. A Figura 10 mostra os estágios da moagem de alta energia de um sistema dúctil-frágil.

O mecanismo frágil-frágil ocorre quando se produz um compósito de matriz cerâmica reforçada com outra cerâmica, por exemplo. Como as partículas são frágeis o mecanismo que impera é a fragilização. O mecanismo que causa a união das fases é combinação do aumento local de temperatura, micro-deformações nas regiões de contato entre os pós, deformações na superfície das partículas e estado de tensão hidrostática (JIA et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001).

Figura 10 – Estágio da MAE de um sistema dúctil-frágil



Fonte: FAGAGNOLO et al., 2003

### 3.7.3.1.2 Tipos de moinho

O tipo moinho está diretamente relacionado com o nível de energia empregado na moagem. Maiores velocidades de moagem geram maiores taxas de energia de moagem (JIA et al., 2018). Um moinho de alta energia é mais eficiente que um moinho de baixa energia, uma vez que uma moagem de 20 minutos num moinho de alta energia equivale a uma moagem de 20 horas num moinho de baixa energia (SURYANARAYANA, 2001).

A Tabela 11 mostra os principais moinhos (vibratório, planetário e atritor) e suas principais características.

Tabela 11 – Tipos de moinho e suas propriedades dos moinhos

Propriedades	Moinhos		
	Vibratório	Planetário	Atritor
<b>Velocidade máx. (m/s)</b>	5 - 19	5	0,5 – 5,1
<b>Capacidade (kg)</b>	0,02	0,02/jarra	0,5 – 40
<b>Energia relativa</b>	Alta	Média	Baixa - média

Fonte: Adaptado de ZOZ et al., 1998; SURYANARAYANA, 2001

### *3.7.3.1.3 Relação massa de bola e massa de pó*

A relação entre a massa de esferas de moagem e de pó é muito importante pois é um dos indicadores do tempo de moagem. Quanto maior a quantidade de esferas de moagem presente no sistema, maior será a energia transmitida para as partículas do pó e assim a moagem é acelerada. Ou seja, quanto maior a relação massa de bola e massa de pó menor é o tempo de moagem necessário para se atingir o estado estacionário (JIA et al., 2018; EL-ESKANDARANY, 2001; SURYANARAYANA, 2001).

### *3.7.3.1.4 Temperatura de moagem*

De uma forma geral, o aumento de temperatura na moagem causa aumento do tamanho das partículas. Assim, o aumento da velocidade de moagem (moagens com maiores taxas de energia), aumento da relação massa de bola e massa de pó causam o aumento da produção de calor no interior da jarra. Logo, podem causar o aumento do tamanho das partículas mesmo após atingido o estado estacionário (JIA et al., 2018).

### *3.7.3.1.5 Tempo de moagem*

O tempo de moagem é o fator mais importante do processo de moagem e é afetado pelos outros fatores, tais como: temperatura de moagem, tipo de moinho, relação massa de bola e massa de pó. Normalmente o tempo de moagem é escolhido para que se atinja o estado estacionário da moagem. Vale salientar que tempos de moagem insuficientes não formaram as fases desejadas na liga ou composto e tempos de moagem longos podem aumentar a quantidade de impurezas na amostra (devido ao desgaste da jarra e das esferas de moagem) e ainda pode induzir a formação de fases indesejadas (JIA et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001).

### *3.7.3.1.6 Aditivos da moagem*

Além dos fatores citados, podem ser adicionados à moagem alguns agentes para o controle do processo de moagem.

O álcool é utilizado nas moagens como alternativa para controlar o ambiente de moagem, quando não se pode realizar a moagem sob atmosfera controlada, impedindo a

combustão espontânea do alumínio. Enquanto, o ácido esteárico e estearato de zinco são usados como lubrificantes. Uma vez que o alumínio é dúctil, esses agentes servem para minimizar a soldagem a frio das partículas de alumínio e promover uma moagem em menor tempo (HASSANI et al., 2014; FERNÁNDEZ et al., 2019).

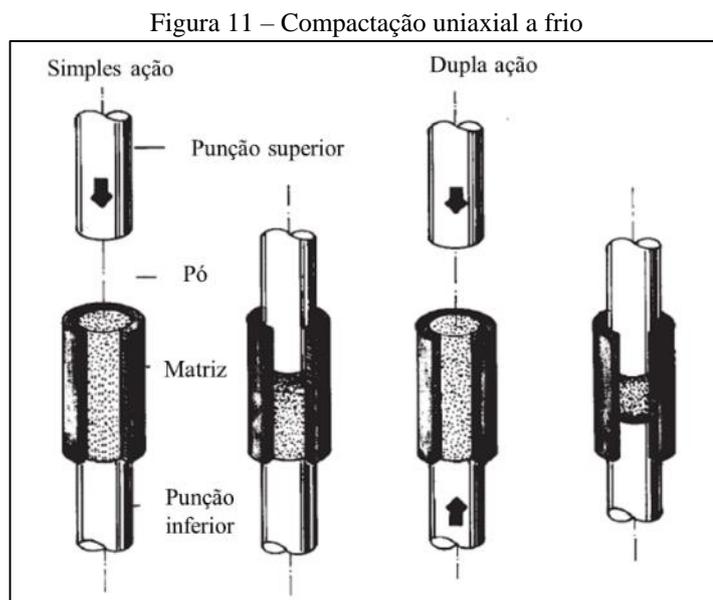
### 3.7.4 Compactação e consolidação

Após finalizada a moagem dos pós, estes são compactados e consolidados para assim adquirirem sua forma e propriedades finais. Existem dois tipos de compactação: a frio e a quente.

#### 3.7.4.1 Compactação a frio

O termo compactação a frio é dado aos processos nos quais a compactação é realizada a temperatura ambiente. Os principais processos de compactação a frio são: compactação uniaxial e compactação isostática a frio (UPADHYAYA, 2002).

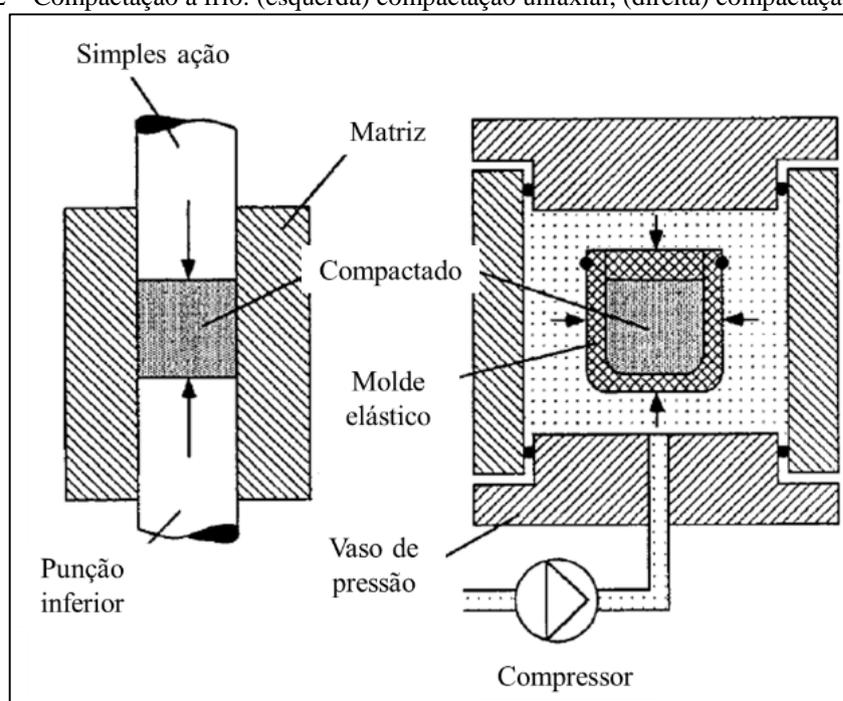
A compactação uniaxial, Figura 11, é caracterizada pela aplicação de uma pressão axial ao pó. A aplicação da pressão é feita pela ação de um ou mais punções. Dependendo da quantidade de punções, a compactação uniaxial pode ser dita de simples ação ou dupla ação (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).



Fonte: Adaptado de UPADHYAYA, 2002

A compactação isostática a frio difere da compactação uniaxial em dois aspectos: a aplicação da pressão é feita de maneira isostática, ou seja, igual em toda a porção de pó compactada (aplicação de pressão em todas as direções); é usado um molde elástico em lugar de uma matriz rígida. Neste procedimento o pó a ser compactado é colocado dentro do molde que é então colocado dentro de uma câmara hidrostática, onde um fluido pressurizado aplica a pressão em todo o molde (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993). A Figura 12 mostra esquematicamente a diferença entre os processos de compactação uniaxial e compactação isostática a frio.

Figura 12 – Compactação a frio: (esquerda) compactação uniaxial; (direita) compactação isostática



Fonte: Adaptado de THUMMLER e OBERACKER, 1993

Com procedimentos de compactação a frio é possível obter uma densificação superior a 90%, após consolidação, da densidade teórica do material. Como foi mostrado anteriormente, após o processo de compactação a frio, se faz necessário realizar a sinterização dos compactados. Esta etapa é muito importante pois após a compactação o produto obtido é chamado de compactado verde. Uma peça que tem a forma final, mas não tem as propriedades mecânicas finais. E só após a sinterização é obtido o consolidado que é a peça final do processo (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

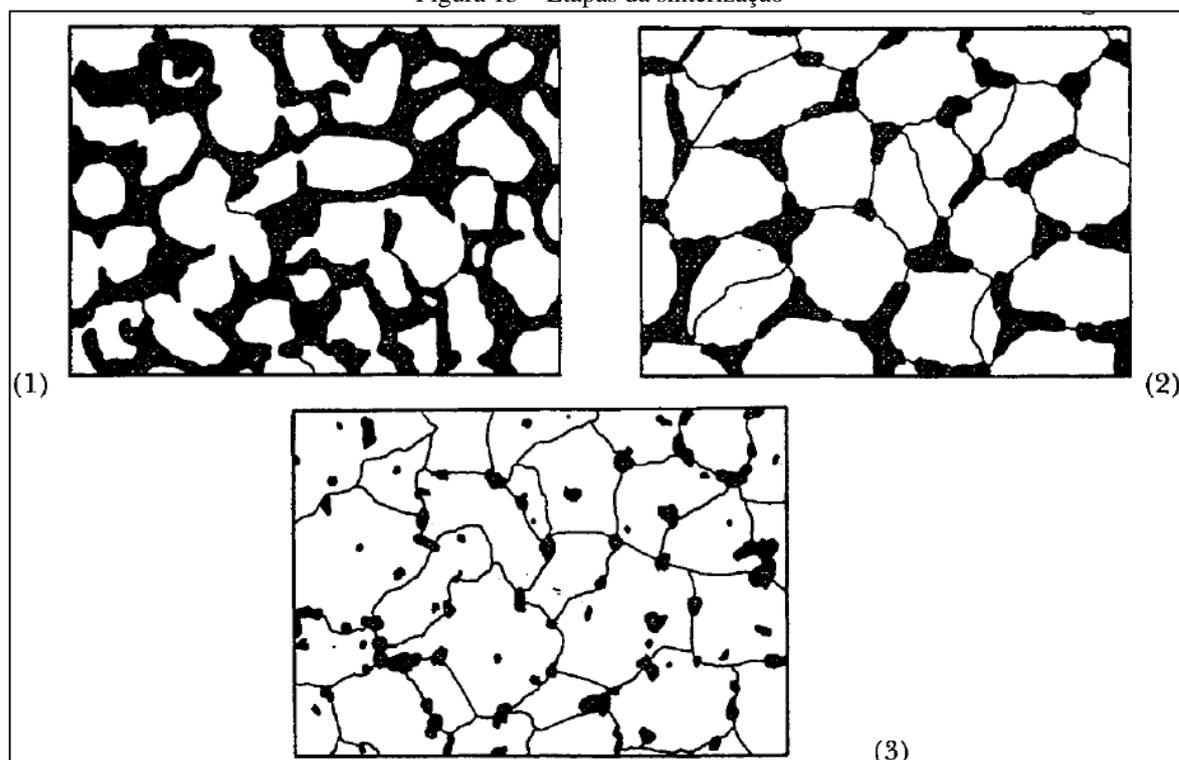
O processo de sinterização tem como principais objetivos: conferir as propriedades finais da peça e eliminar a porosidade remanescente da compactação. Embora ainda mesmo após a sinterização seja identificada alguma porosidade no corpo do consolidado. Sendo assim

a sinterização é um processo que depende muito da temperatura, é realizado em média a 80% da temperatura de fusão no material da matriz. A força motriz do processo de sinterização é a diminuição da energia livre de superfície (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

O processo de sinterização, Figura 13, segue algumas etapas, podendo haver sobreposição entre elas. A sinterização é iniciada com o aumento da região de contato das partículas. Logo nos primeiros momentos esses pontos de ligação são pequenos, então com a continuidade do processo, esses pontos vão aumentando de quantidade e tamanho. Com o tempo as regiões de ligação crescem a um certo ponto que a porosidade existente no corpo do compactado começa a diminuir e ceder espaço as regiões de conexão entre as partículas. Então o consolidado aumenta sua densificação juntamente com a redução da porosidade. Por fim grande parte da porosidade inicial é eliminada e o consolidado atinge o final do processo de sinterização, onde sua densificação é  $> 90\%$ . Ao final da sinterização região de ligação entre as partículas do pé é chamada de contorno de grão (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

Uma vez finalizada a sinterização as peças podem necessitar de algum processo de acabamento ou não.

Figura 13 – Etapas da sinterização



Fonte: THUMMLER e OBERACKER, 1993

### 3.7.4.2 Consolidação a quente

A diferença entre a consolidação a quente da compactação a frio é que o primeiro gera como produto final o consolidado final, ou seja, é um processo no qual ocorre a compactação e a sinterização simultaneamente.

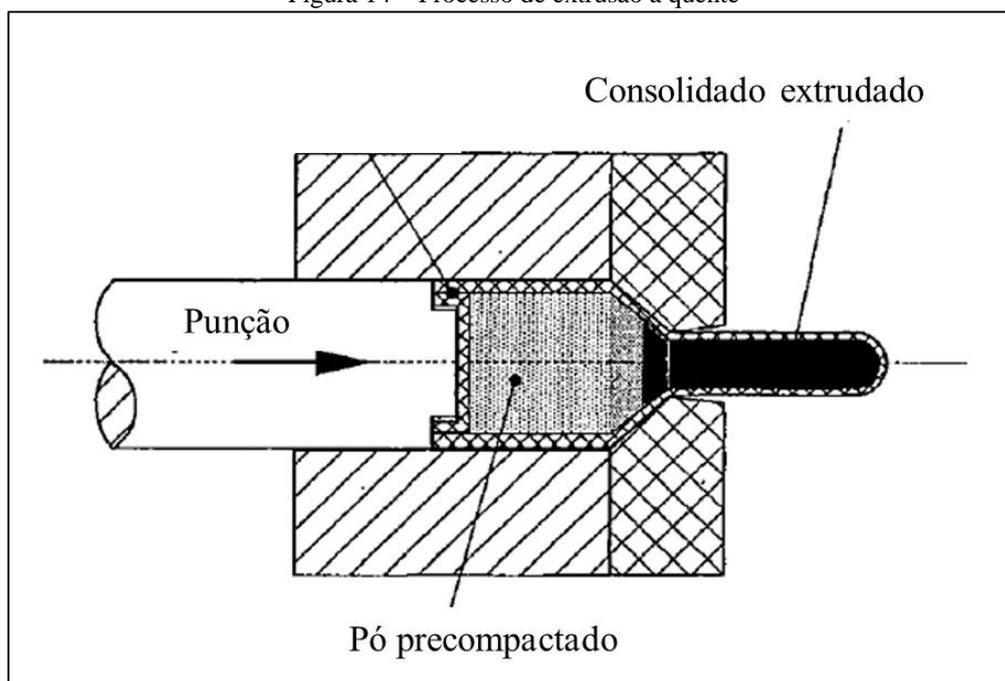
Os principais processos da consolidação a quente são: compactação uniaxial a quente, compactação isostática a quente e compactação a elevadas pressões (JIA et al. 2018).

A compactação uniaxial a quente e a compactação isostática a quente seguem o mesmo princípio dos seus equivalentes a frio, a diferença é que no caso da compactação uniaxial a quente a matriz é aquecida a temperatura de sinterização e no caso da compactação isostática a quente o fluido, usado para aplicar a pressão ao molde, é aquecido a temperatura de sinterização do material a ser compactado (JIA et al. 2018; UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

O processo de compactação a quente a elevadas pressões tem como principal representante o processo de extrusão a quente. O processo de extrusão é feito com um precompactado do pó a ser extrudado. Este precompactado é então aquecido no interior da matriz de extrusão (por resistência elétrica, por exemplo) ao atingir a temperatura de extrusão, que é a mesma aplicada na sinterização, o processo se inicia. Um punção aplica a pressão no precompactado e este é forçado contra a matriz de extrusão, fazendo com que a ação simultânea da elevada pressão aplicada e da elevada temperatura gerem ao fim do processo um consolidado com densificação melhor que nos processos a frio próxima a densidade teórica do material (JIA et al. 2018; THUMMLER e OBERACKER, 1993).

Durante o processo de extrusão ocorre deformação por cisalhamento, fazendo com que além da ação da temperatura, ocorra o encruamento das partículas do pó. Devido a esses esforços ocorre a quebra das camadas mais superficiais das partículas, filmes de óxido e formação de uma estrutura deformada. A microestrutura obtida é uma microestrutura direcional, paralela à direção de extrusão (THUMMLER e OBERACKER, 1993). A Figura 14 mostra esquematicamente o processo de extrusão a quente.

Figura 14 – Processo de extrusão a quente



Fonte: Adaptado de THUMMLER e OBERACKER, 1993

### 3.7.5 Operações complementares

Em sua maioria, os produtos após o processo de sinterização ou compactação a quente, não necessitam de outros processos. Contudo, em alguns casos se faz necessário realizar operações complementares nos consolidados para que estes adquiram forma e propriedades finais especificadas em projeto (UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993). A Tabela 12 apresenta as principais operações complementares realizadas em peças provenientes da MP.

Tabela 12 – Operações complementares

<b>Operação</b>	<b>Finalidade</b>
<b>Calibragem</b>	Melhora precisão dimensional
<b>Cunhagem</b>	Recomprime a peça – redução de porosidade remanescente
<b>Tratamento térmico</b>	Melhora as propriedades mecânicas
<b>Usinagem</b>	Adequação de forma e dimensões
<b>Infiltração</b>	Infiltração de fluidos lubrificantes
<b>Impregnação</b>	Impregnar uma peça com outro metal

Fonte: Adaptado de UPADHYAYA, 2002; THUMMLER e OBERACKER, 1993

### 3.8 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)

Foi a primeira técnica que o homem usou para realizar estudos de materiais utilizando lentes que ampliassem a visão natural dos olhos humanos. Os primeiros estudos sobre lentes de aumento datam do século XIII, com o surgimento dos primeiros óculos na Itália. Desde então a evolução das técnicas de aumento por uso de lente se deu no ramo científico, no século XVII Marcelo Malpighi (1660) e Robert Hooke (1665) publicaram trabalhos usando técnicas de aumento com uso de lentes onde se difundiu mais o conceito de microscopia (LEAL, 2000).

Contudo até então os microscópios produzidos eram ainda bem rústicos, foi no final do século XVIII para o início do século XIX que surgiram microscópios com resolução de  $0,2 \mu\text{m}$  (resolução mínima atingida pelos microscópios óticos). Após esse fato histórico, a evolução dos microscópios vem sendo feitas no ramo da computação com a criação dos microscópios mais modernos onde existe uma interface com computadores (LEAL, 2000).

De uma forma geral, os microscópios óticos mais comuns utilizam duas lentes: as oculares (onde o operador observa as amostras) e as objetivas (que ficam apontadas para as amostras). Cada lente tem seu fator de aumento específico, contudo o fator de aumento do conjunto ocular-objetiva é dado pelo produto dos fatores de aumentos das duas lentes. Por exemplo, um conjunto onde a ocular tem o fator de aumento de 10x e uma objetiva tem fator de aumento de 20x, o aumento total obtido é de 200x.

Os microscópios óticos mais modernos alcançam aumentos de 2000x – 2800x com uma resolução entre  $0,2 \mu\text{m}$  –  $0,5 \mu\text{m}$ . Os maiores fatores de aumento e menores resoluções são atingidos utilizando objetivas imersas em óleo (LEAL, 2000; DEDAVID et al., 2007).

Uma das limitações da microscopia ótica é a falta de profundidade de foco, logo só é possível obter imagens de superfícies planas. Esta técnica é muito utilizada na caracterização de materiais metálicos, cerâmicos e compósitos. E encontra também grande aplicação na biologia.

Existem dois tipos de microscópios óticos: de luz refletida e de luz transmitida. No microscópio de luz refletida a luz incide na amostra por dentro da lente objetiva. Enquanto que no microscópio de luz transmitida a luz passa pela amostra e é transmitida a lente objetiva.

Os microscópios de luz refletida são mais utilizados em amostras opacas (metais, cerâmicas), enquanto que os microscópios de luz transmitidas são mais usados em amostras translúcidas (amostras biológicas).

### 3.9 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura foi desenvolvido por Von Ardenne em 1938 (LEAL, 2000; DEDAVID et al., 2007).

Na microscopia eletrônica um feixe de tungstênio aquecido é utilizado como fonte de emissão de elétrons, este filamento opera com tensões de 1 a 50 kV. Então esse feixe de elétrons emitido é focalizado sobre a amostra por meio de lentes eletromagnéticas. A interação do feixe de elétrons com a amostra gera elétrons que são captados por detectores e assim são convertidos em sinal de vídeo (DEDAVID et al., 2007).

Os dois principais sinais emitidos que são usados para obtenção das imagens são originários dos elétrons secundários e dos elétrons retroespalhados. Os elétrons secundários (do inglês *secondary electron* – SE) são formados na superfície da amostra e tem baixa energia (<50eV) e formam imagens com resolução de 3 a 5 nm, são mais usados para análise da topografia das amostras. Os elétrons retroespalhados (do inglês *backscattering electron* – BSE) são formados nas camadas mais interiores da amostra e tem energia mais elevada (de 50eV até a energia do elétron primário), além de visualizar relevo o BSE é mais usado para análise de composição química da amostra, pois tem contraste em função do número atômico dos elementos presentes na amostra (DEDAVID et al., 2007). Alguns microscópios eletrônicos de varredura podem atingir até 900000x de aumento máximo.

Com o uso do MEV é possível fazer a identificação dos elementos que constituem o material, por meio da análise de raios-X característicos emitidos pela amostra ao ser bombardeada pelo feixe de elétrons. Existem dois detectores usados para captar os raios-X característicos: EDS e WDS. O EDS (*energy dispersive spectroscopy* ou espectroscopia de energia dispersiva) faz a leitura da energia dispersada pela amostra, como cada elemento tem uma faixa de energia específica, então é feita uma comparação com padrões para identificação do elemento. O WDS (*wavelength dispersive spectroscopy* ou espectroscopia de comprimento de onda dispersiva) usa o comprimento de onda dos raios-X característicos, que são captados, para realizar a identificação dos elementos (DEDAVID et al., 2007).

### 3.10 DIFRAÇÃO DE RAIO-X (DRX)

A técnica de difração de raio-X, assim como o EDS, é usada na caracterização do material quando se deseja investigar sua composição química e/ou analisar as fases formadas no material.

Tem como princípio de funcionamento a difração de raios-X que incidem em um material. Analisando a incidência em um único átomo isolado, os elétrons deste átomo ficarão excitados e vibrarão com a mesma frequência do feixe incidente e esses elétrons vibrando emitirão raios-X em certas direções com a mesma frequência do feixe incidente. O átomo pode ser visto como uma fonte de emissão esférica de radiação, e ao se incidir um feixe de raios-X sobre um cristal, onde os átomos estão regularmente espaçados, cada átomo será uma fonte de emissão esférica de radiação. Netas condições, poderá haver interferências construtivas ou destrutivas entre as ondas eletromagnéticas se estiverem em fase entre si ou defasadas, respectivamente. Interferências construtivas aumentam a intensidade da radiação incidente, enquanto interferências destrutivas diminuem a intensidade da radiação e podem caracterizar a maneira com os átomos de um sólido cristalino se encontram no arranjo da célula unitária. Porém, para que isso ocorra, o comprimento de onda da radiação incidente deve ser da mesma ordem de grandeza da distância de ligação entre os átomos (MCLACHLAN, 1957).

É uma técnica regida pela lei de Bragg (Equação 1), que estabelece a relação entre o comprimento de onda e o espaçamento interplanar entre os átomos constituintes do material. Logo, a identificação dos elementos e fases constituintes do material é feita por esta relação. A lei de Bragg é baseada nas interferências construtivas.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

Onde  $n$  é um número inteiro,  $\lambda$  é o comprimento de onda do raio-X,  $d$  é o espaçamento interplanar e  $\theta$  é o ângulo de reflexão do feixe de raio-X incidente.

Assim, o resultado do ensaio de DRX fornece as intensidades e os ângulos nos quais o raio-X reflete e aplicando o valor desses ângulos na lei de Bragg se obtém o espaçamento interplanar e utilizando os padrões dos elementos e fases é possível realizar a identificação dos constituintes do material.

### 3.11 DIFRAÇÃO LASER

É uma das técnicas utilizadas na caracterização de pós quando se objetiva a determinação do tamanho de partículas.

Consiste em um método pelo qual as partículas são dispersas num fluido em movimento causando discontinuidades no fluxo do fluido, que são detectadas por uma luz incidente e correlacionadas com o tamanho de partícula. A maioria dos equipamentos utilizam modelos

ópticos em seus softwares de análise baseados em duas teorias: espalhamento de Mie ou na difração de Fraunhofer (CHRISTOFOLETTI e MORENO, 2017).

Detectores medem a intensidade e o ângulo da luz espalhada, o sinal emitido pelos detectores é então convertido em distribuição de tamanho de partículas através de algoritmos matemáticos. O conceito fundamental da técnica se baseia na teoria de espalhamento Mie que apresenta uma solução matemática para o espalhamento de luz incidente sobre partículas esféricas e pode ser aplicado para partículas com diferentes morfologias. No caso de análise de partículas opacas e maiores que o comprimento de onda da luz, se aplica a teoria da difração de Fraunhofer (PAPINI, 2003; DHAMOON et al., 2018).

Segundo a Malvern Panalytical (2020), empresa fabricante de equipamentos de difração, a técnica de difração a laser é uma técnica bastante aplicada devido a alguns fatores:

- Ampla faixa dinâmica – de submícrons a milímetros de tamanho;
- Medições rápidas – resultados gerados em menos de um minuto;
- Repetibilidade – grande número de partículas amostradas em cada medição;
- Resposta instantânea – monitoramento e controle do processo de dispersão de partículas;
- Alta produtividade de amostras – centenas de medições por dia;
- Calibração desnecessária – facilmente verificada com materiais padrão de referência;
- Técnica bem estabelecida – coberta pela ISO 13320 (2020).

### 3.12 DENSIFICAÇÃO

É um parâmetro de avaliação da qualidade do processo de fabricação que avalia a quantidade de porosidade remanescente no material consolidado. A avaliação da densificação do material é importante, pois suas propriedades mecânicas dependem deste parâmetro.

É calculada pela relação entre a densidade real das amostras e a densidade nominal. A densificação é calculada segundo a Equação 2.

$$densificação = \frac{d_{real}}{d_{nominal}} \quad (2)$$

Onde a densidade real é a densidade do próprio consolidado, calculada pela equação da densidade geométrica (Equação 3).

$$d_{real} = \frac{massa (g)}{volume (cm^3)} \quad (3)$$

A densidade nominal é a densidade teórica do material compósito. É calculada usando as frações mássicas do pó matriz e dos pós dos reforços. A Equação 4 mostra como a densidade nominal dos compósitos são calculadas.

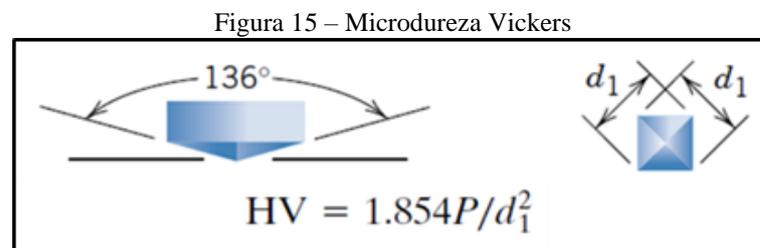
$$d_{nominal} = (fração de AA6061 * desidade da AA6061) + (fração de reforço * densidade do reforço) \quad (4)$$

### 3.13 MICRODUREZA VICKERS (HV)

O ensaio de microdureza foi escolhido pois como se trata de um compósito reforçado com particulados cerâmicos, a análise em microdeformações revela de forma mais confiável o perfil de dureza no corpo da amostra.

O ensaio de microdureza Vickers é padronizado pela norma ASTM E 92-17 (*Standard Test Method for Vickers Herdness of Metalic Materials*) e norma ASTM E 384-17 (*Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*).

Segundo a norma o ensaio de microdureza Vickers se caracteriza pelo identador usado, em forma de pirâmide com base quadrada e de 136° de ângulo entre face. Onde deixa uma impressão em formato quadrado na amostra. A Figura 15 apresenta o formato do identador, da indentação e a equação usada para se realizar os cálculos.



Fonte: Adaptado de CALLISTER E RETHWISCH, 2012

Na equação da dureza P é a carga aplicada em kgf e  $d_1$  é a diagonal média em mm.

As cargas típicas de um ensaio de dureza Vickers são: 1, 2, 3, 4, 5, 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120 kgf. Para um ensaio de microdureza se utiliza cargas de 1 a 1000 g (ASKELAND e WRIGHT, 2015).

#### 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram produzidos e caracterizados compósitos de matriz metálica com reforço particulado. A matriz é a liga de alumínio 6061 e os reforços usados foram: alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), carbetto de silício (SiC), nitreto de alumínio (AlN) e nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Para tal estudo, foram produzidas as amostras expostas na Tabela 13. Foram fabricadas 14 amostras. Dentre as quais existem: duas amostras sem reforço com tempos diferentes de moagem, para avaliar a influência do tempo de moagem na estrutura e propriedade mecânica do material; as demais avaliam a influência do tipo de reforço assim como a influência do percentual de reforço utilizado (10%, 15% e 20%).

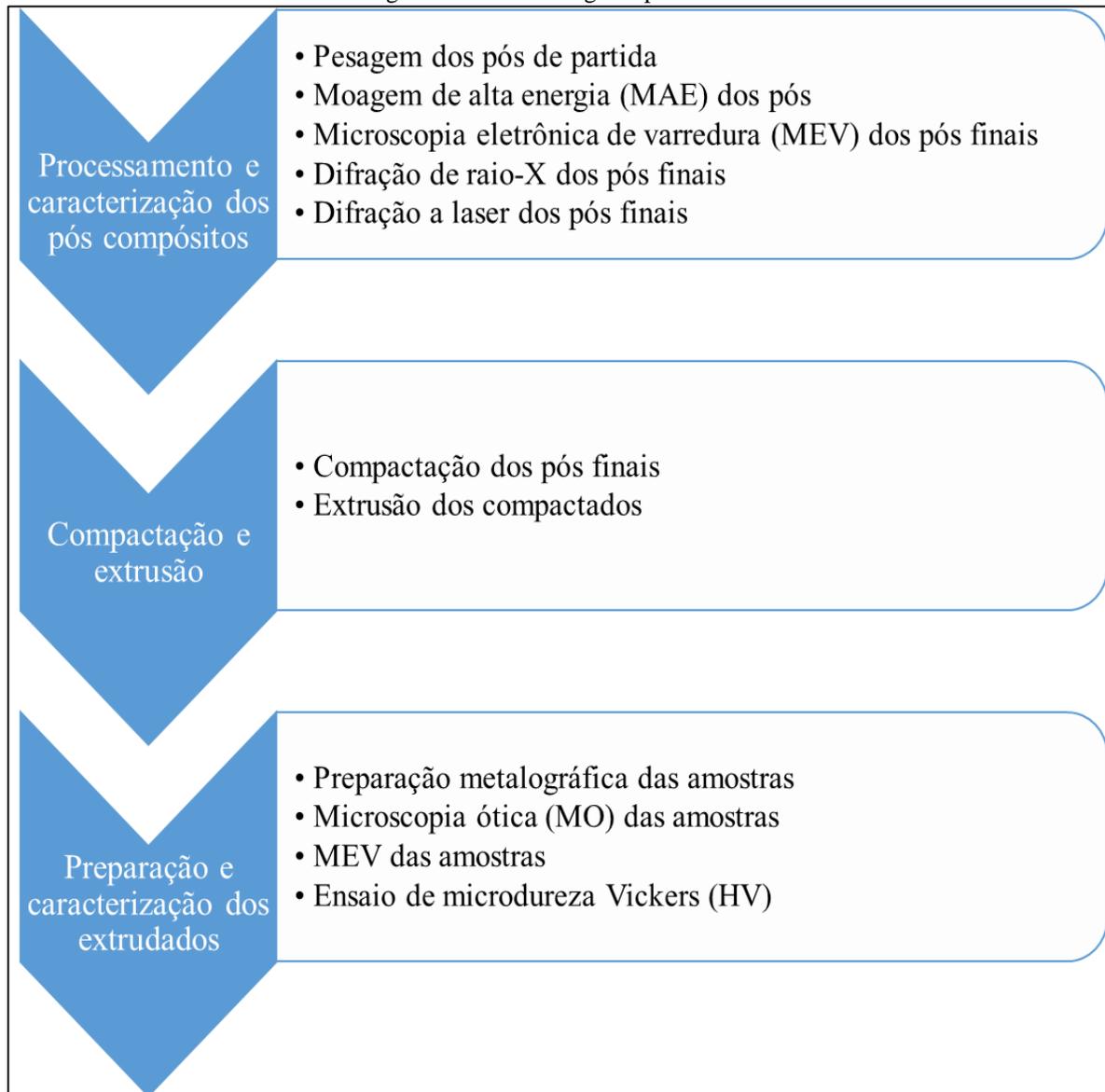
Tabela 13 – Amostras

<b>Amostras</b>	<b>Composição</b>	<b>Tempo de moagem</b>	<b>Nomenclatura</b>
<b>1</b>	AA6061	0 h	AA0
<b>2</b>	AA6061	2 h	AA2
<b>3</b>	AA6061 + 10% $\text{Al}_2\text{O}_3$		10Al2O3
<b>4</b>	AA6061 + 15% $\text{Al}_2\text{O}_3$		15Al2O3
<b>5</b>	AA6061 + 20% $\text{Al}_2\text{O}_3$		20Al2O3
<b>6</b>	AA6061 + 10% SiC		10SiC
<b>7</b>	AA6061 + 15% SiC		15SiC
<b>8</b>	AA6061 + 20% SiC		20SiC
<b>9</b>	AA6061 + 10% AlN		10AlN
<b>10</b>	AA6061 + 15% AlN		15AlN
<b>11</b>	AA6061 + 20% AlN		20AlN
<b>12</b>	AA6061 + 10% $\text{Si}_3\text{N}_4$		10Si3N4
<b>13</b>	AA6061 + 15% $\text{Si}_3\text{N}_4$		15Si3N4
<b>14</b>	AA6061 + 20% $\text{Si}_3\text{N}_4$	20Si3N4	

Fonte: O autor, 2020

A metodologia experimental utilizada foi baseada na metodologia aplicada nos estudos de Araújo (2011) e Lira (2016), e encontra-se apresentada no fluxograma da Figura 16.

Figura 16 – Metodologia experimental



Fonte: O autor, 2020

#### 4.1 PESAGEM DOS PÓS

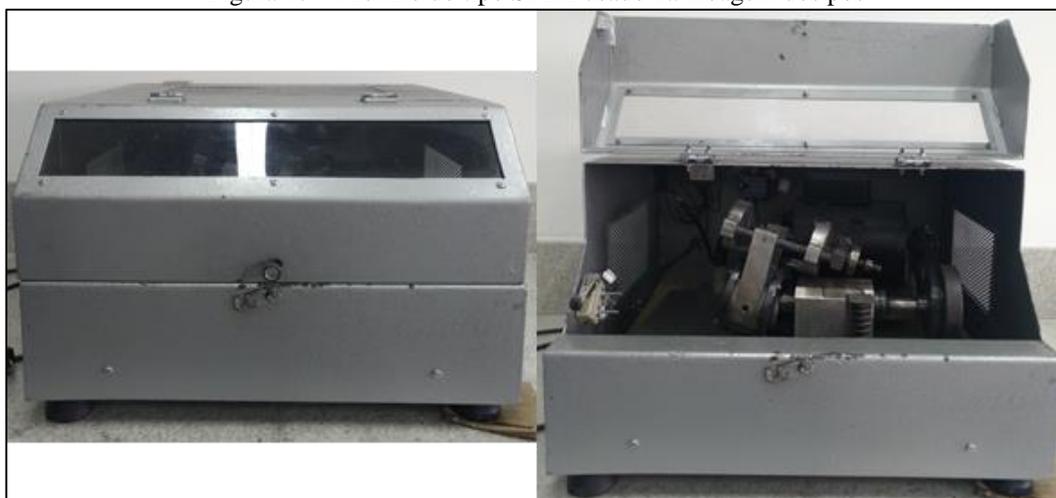
Na composição dos compósitos foram utilizados pós da liga de alumínio 6061 como matriz metálica, fabricado pela ALCOA. Os pós de reforço utilizados foram: alumina ( $Al_2O_3$ ), nitreto de alumínio (AlN) e nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ) fabricados pela SIGMA ALDRICH e carboneto de silício (SiC) fabricação própria. Todos os pós de reforço foram utilizados nas frações mássicas de 10%, 15% e 20%. Ainda foi adicionando à mistura dos pós 2% de ácido esteárico ( $C_{18}H_{36}O_2$ ), produzido pela VETEV BRASIL, como antiaglomerante (lubrificante) para minimizar a soldagem a frio das partículas do pó.

Foram feitas moagens de 20g de pó compósito mais 0,4g de ácido esteárico, totalizando 20,4g de pó para cada amostra. A pesagem foi realizada numa balança semi-analítica SHIMADZU modelo UX420H.

#### 4.2 MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE) DOS PÓS

Após realizar a pesagem dos pós de todas as composições, deu-se prosseguimento a metodologia com a moagem de alta energia dos pós, utilizando-se um moinho vibratório do tipo *Spex*, conforme mostrado na Figura 17.

Figura 17 – Moinho do tipo SPEX usado na moagem dos pós



Fonte: O autor, 2020

Foram realizadas moagens com 2 horas de duração. Apenas a amostra da liga AA6061 sem reforço não foi submetida a moagem, com o objetivo de atuar como amostra padrão para comparação dos resultados.

Para realização do processo de moagem, foram utilizados uma jarra fabricada em aço inox AISI 304L e esferas de moagem fabricadas em aço AISI E 52100 com diâmetro médio de 6,20 mm e massa média de 0,960 g. A razão de massa de esferas pela massa de pó utilizada foi de 10:1, logo, foram necessários 204 g de esferas para realizar a moagem de 20,4 g de pó. Na tampa da jarra foi introduzido um anel de vedação para impedir vazamento. A Figura 18 mostra a jarra, o anel de vedação, devidamente colocado na tampa da jarra, e as esferas utilizadas na moagem dos pós.

Figura 18 – Jarra e esferas usadas na moagem dos pós



Fonte: O autor, 2020

Além da massa de pó e da massa de esferas, também foram adicionados 30 ml de álcool isopropílico a mistura. O álcool entra como agente controlador do processo, uma vez que o alumínio sob alta energia é altamente inflamável e ao realizar a moagem a úmido, o risco do alumínio entrar em combustão é reduzido.

Os parâmetros usados na moagem de alta energia como: percentual de ácido esteárico, volume de álcool, tempo de moagem e razão massa de bola/massa de pó, foram baseados nos estudos de Araújo (2011).

Uma vez finalizada a moagem, o produto da moagem era uma mistura do pó compósito imerso no álcool. Então essa mistura era despejada num prato e colocada dentro de uma estufa, modelo MD 1.1 da marca MEDICATE à 100°C, para que o álcool evaporasse. Uma vez seco o pó resultante era então devidamente armazenado.

#### 4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Os ensaios de microscopia eletrônica de varredura foram realizados no microscópio MIRA3 da TESCAN. A captura de imagem foi realizada com uma tensão de 15 kV, utilizado o sinal dos elétrons retroespalhados (do inglês *backscattering elétron* – BSE) e para análise de composição química foi utilizado a espectroscopia de energia dispersiva (do inglês *energy dispersive spectroscopy*). A análise por MEV foi realizada para verificar a morfologia, o tamanho de partícula e composição dos pós, enquanto que nas amostras consolidadas foi utilizada para verificar microestrutura, composição química e identificação de fases. Na análise dos pós foram feitas imagens com magnificação de 500x e 1000x, já na análise dos consolidados foram utilizadas magnificações de 5000x e 20000x.

#### 4.4 DIFRAÇÃO DE RAIO-X DOS PÓS

O DRX foi feito para constatar a incorporação da fase reforço à matriz e identificar as fases presentes nos pós e seus picos característicos. A identificação dos picos foram feitas usando as microfichas de difração disponibilizadas pelo *International Centre for Diffraction Data* (ICDD). O equipamento usado foi o modelo MAXIMA XRD-7000 da marca SHIMADZU.

O ensaio de difração raio-X foi feito nos seguintes parâmetros:

- a) Ângulo de difração:  $\theta$ - $2\theta$ ;
- b) Intervalo de escaneamento:  $25^\circ$  -  $120^\circ$ ;
- c) Modo de escaneamento: escaneamento contínuo;
- d) Velocidade de escaneamento:  $1^\circ/\text{min}$ ;
- e) Passo:  $0,01^\circ$ ;
- f) Tensão: 40 kV;
- g) Corrente: 30 mA;
- h) Tubo: cobre (Cu).

#### 4.5 DIFRAÇÃO A LASER DOS PÓS

O ensaio de granulometria foi realizado para avaliação da eficiência da moagem e análise o efeito do tempo de moagem e adição do reforço no tamanho de partícula. A análise foi realizada no Departamento de Engenharia de Minas, por meio da técnica de difração a laser em meio líquido, usando água como dispersante. O equipamento utilizado foi o modelo MASTERSIZER 2000 da marca MALVERN INSTRUMENTS U.K. Os resultados obtidos serão baseados numa distribuição normal, na qual os tamanhos de partícula (em micrometros -  $\mu\text{m}$ ) serão agrupados por volume em porcentagem ou fração volumétrica.

#### 4.6 COMPACTAÇÃO DOS PÓS

Na compactação foi utilizada uma prensa hidráulica de capacidade nominal de 100 toneladas, Figura 19. Foi usada uma pressão de compactação  $10 \text{ ton}/\text{cm}^2$  durante 10 minutos. Os pós foram compactados uniaxialmente a frio.

Figura 19 – Prensa usada na compactação dos pós



Fonte: O autor, 2020

As amostras foram compactadas usando uma matriz fabricada em aço VC 131 (AISI D6), um aço com alta resistência a abrasão. A matriz tem um formato cilíndrico e possui um furo central de 25 mm (Figura 20). Foram utilizados 10g de pó para cada compactação.

Figura 20 – Matriz usada para compactação dos pós

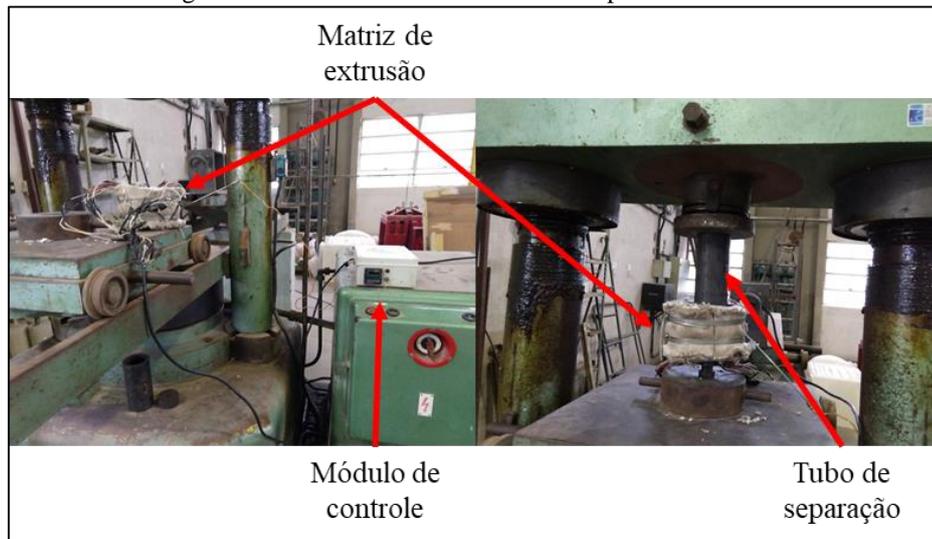


Fonte: O autor, 2020

#### 4.7 EXTRUSÃO DOS COMPACTADOS

As extrusões foram realizadas com o auxílio de uma prensa hidráulica de capacidade nominal de 300 toneladas e com controle de fluxo, visando melhor controle do processo de extrusão. A prensa usada pode ser observada na Figura 21.

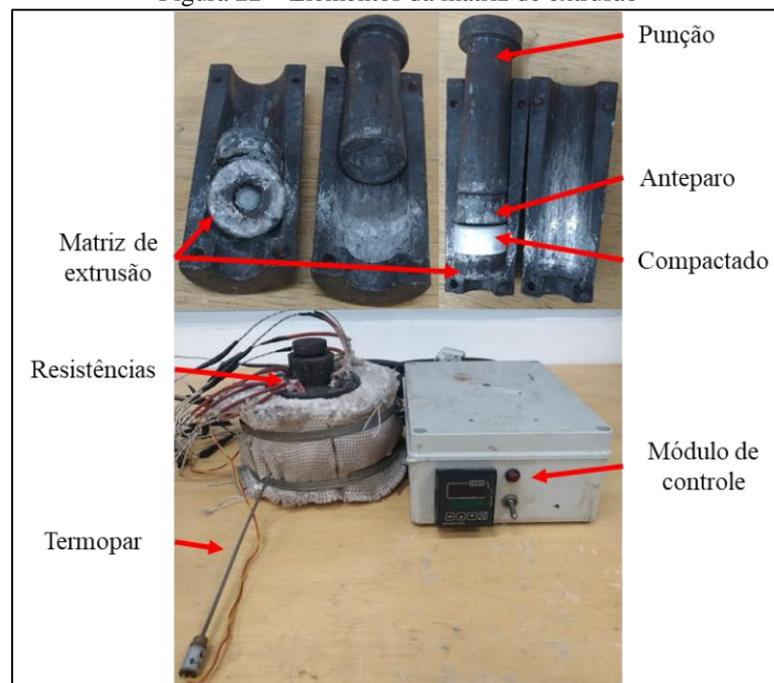
Figura 21 – Posicionamento da matriz na prensa hidráulica



Fonte: O autor, 2020

Foi feita a extrusão dos compactados numa matriz de extrusão com perfil de saída circular, ou seja, os compactados eram colocados na matriz na forma de uma pastilha com o diâmetro de 25 mm e 13 mm de altura e então ao fim do processo do processo tinham a forma de um tarugo com, em média, 7,5 mm de diâmetro e 70 mm de comprimento. Como foi realizada uma extrusão à quente, a matriz de extrusão era aquecida por resistências elétricas. A matriz de extrusão pode ser vista na Figura 22.

Figura 22 – Elementos da matriz de extrusão



Fonte: O autor, 2020

O processo de extrusão iniciava-se com a colocação do compactado no interior da matriz. Em seguida a matriz era posicionada na prensa e então aplicada uma pré-carga de 10 ton. Em seguida, as resistências eram energizadas e iniciava-se o processo de aquecimento da matriz, até uma temperatura de 500°C e o aquecimento, nesta temperatura, permanecia em média 40 minutos. A extrusão foi realizada numa velocidade de avanço controlada a 2 mm/s. Uma vez terminada a extrusão, a prensa era então recuada a sua posição inicial, as resistências desligadas e o tarugo do compósito extraído da matriz. Na Figura 23 são apresentados a pastilha compactada e o produto final da extrusão, correspondente ao tarugo do compósito.

Figura 23 – Compósito antes e depois da extrusão



Fonte: O autor, 2020

Os parâmetros usados na extrusão a quente como: temperatura de extrusão, pressão de pré-compactação e velocidade de extrusão, foram baseados nos estudos de Lira (2016).

#### 4.8 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS

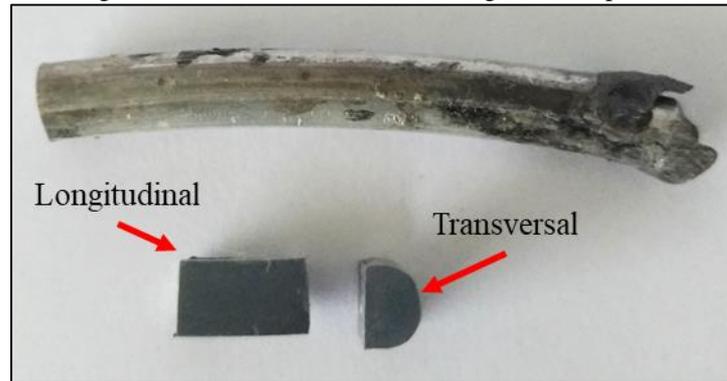
Após a extrusão, os tarugos foram cortados no sentido transversal (perpendicular a direção de extrusão) e no sentido longitudinal (paralela à direção de extrusão). Estes cortes foram feitos para verificar a microestrutura e propriedade mecânica ao longo do tarugo e em diferentes direções.

Os cortes foram feitos numa cortadora de precisão da marca STRUERS e modelo ACCUTOM-100. Os parâmetros de corte usados foram:

- a) Rotação: 3000 rpm;
- b) Velocidade de avanço: 0,2 mm/s;
- c) Comprimento de corte médio: 15 mm.

A Figura 24 mostra o tarugo após os cortes com as seções transversais e longitudinais.

Figura 24 – Cortes realizados nos tarugos de compósito



Fonte: O autor, 2020

Após o corte, as seções transversal e longitudinal das amostras foram embutidas a frio em resina acrílica auto polimerizante, curada por 24 horas. O embutimento foi feito para facilitar a preparação metalográfica.

A preparação metalográfica seguiu com o lixamento das amostras. Foram utilizadas lixas d'água com grana progressiva: 220, 320, 400, 600 e 1200. Água foi usada como umectante.

Em seguida as amostras foram polidas passando as mesmas num pano de feltro contendo pasta diamantada de granulometria 1  $\mu\text{m}$  e lubrificante.

Por fim as amostras foram atacadas quimicamente com uma solução de 0,5% de ácido fluorídrico (HF) durante 10 segundos, pelo método da imersão. Posteriormente, foram limpas num banho de etanol numa máquina de ultrassom, para retirada de impurezas e da solução de ataque.

#### 4.9 MICROSCOPIA ÓTICA (MO) DAS AMOSTRAS

Para realizar a caracterização dos extrudados pela microscopia ótica, foi utilizado um microscópio óptico ZEISS modelo AXIO. Foi observada a microestrutura dos consolidados para verificar a distribuição do reforço na matriz. Foram obtidas imagens com magnificação de 200x e 500x.

#### 4.10 DENSIFICAÇÃO DOS CONSOLIDADOS

Para se realizar o cálculo da densificação foram utilizadas as Equações 2 a 4.

Para o cálculo da densidade real, a massa foi obtida usando uma balança de precisão e o volume corresponde ao volume dos corpos de prova cortados, ou seja, volume de um cilindro (Equação 5).

$$volume = \frac{\pi D^2}{4} * h \quad (5)$$

Onde D é o diâmetro do tarugo e h é a altura do corpo de prova cortado. As medidas de D e h foram obtidas com o auxílio de um paquímetro.

As densidades da liga AA6061 e dos reforços utilizadas para o cálculo da densidade nominal estão expostas na Tabela 14.

Tabela 14 – Densidades

<b>Material</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>
AA6061	2,70
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,00
SiC	3,10
AlN	3,26
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	3,44

Fonte: O autor, 2020

#### 4.11 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS (HV)

Foi utilizada uma carga de 0,2 kgf aplicada durante 15 segundos. O ensaio foi realizado no durômetro DURASCAN 700 da marca EMCOTEST. Foram realizadas 5 identações em cada seção, totalizando 10 identações em cada composição. Após realização das identações foi determinada a dureza média em cada seção, bem como o desvio padrão associado à cada média.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados os resultados e discussão acerca da caracterização dos pós antes e após processamento por moagem de alta energia, assim como os resultados da caracterização das amostras após extrusão.

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

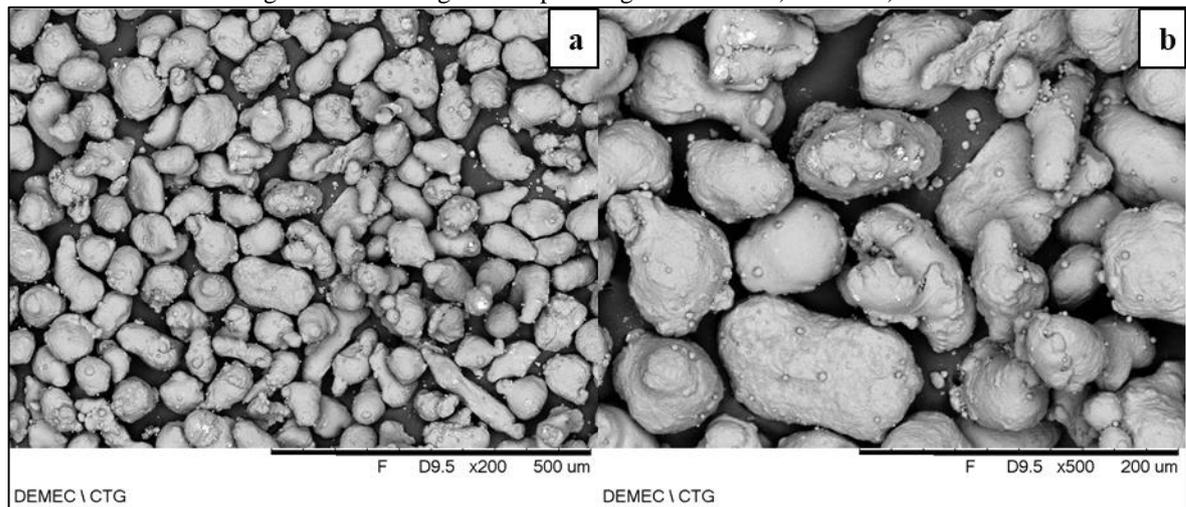
Para a caracterização dos pós foram usados: microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raio-X (DRX) e ensaio de granulometria.

#### 5.1.1 Pós de partida

Inicialmente foram obtidas as imagens por meio do MEV dos pós de partida, ou seja, do pó da liga de alumínio sem moagem e dos pós dos reforços.

Na Figura 25, podem ser observadas as micrografias do pó da liga AA6061. Este pó tem morfologia esférica, característico de um pó fabricado por atomização a ar.

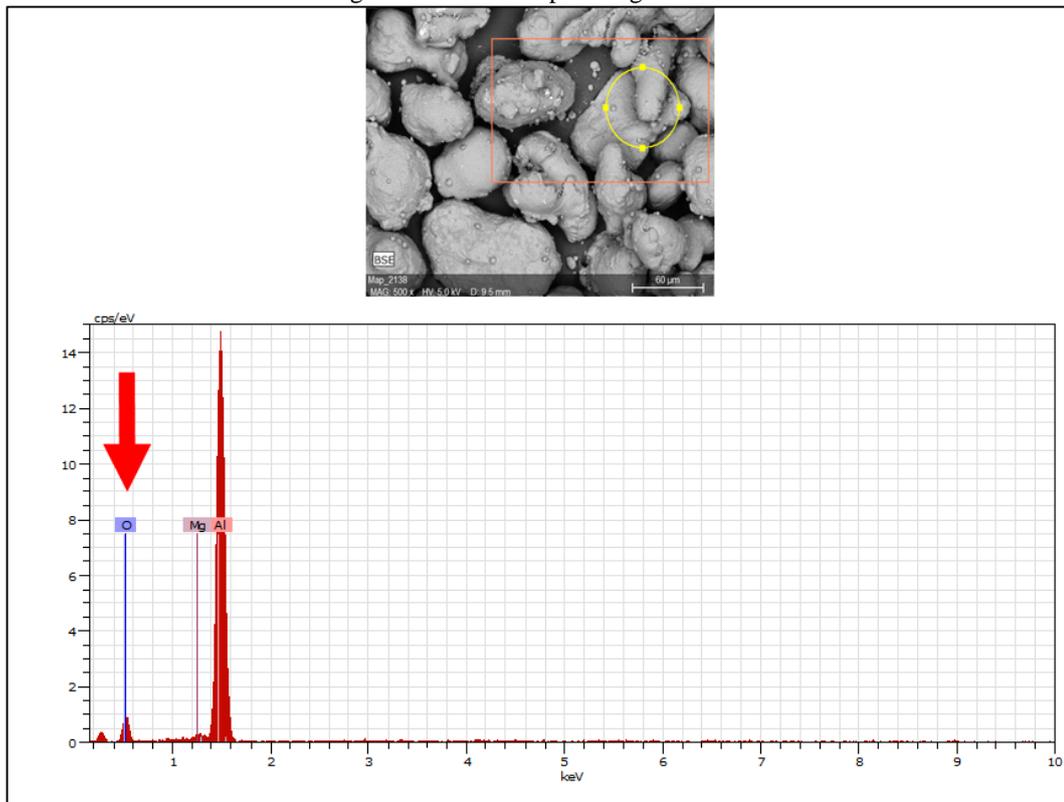
Figura 25 – Micrografia do pó da liga AA6061 - a) 200x e b) 500x



Fonte: O autor, 2020

Ainda caracterizando o pó da liga AA6061, foi obtido o EDS para confirmar sua composição química. Através do resultado obtido por EDS foi possível confirmar a ocorrência de um pico de oxigênio (seta vermelha) devido à camada de óxido de alumínio que se forma na superfície de cada partícula do pó, Figura 26.

Figura 26 – EDS do pó da liga AA6061

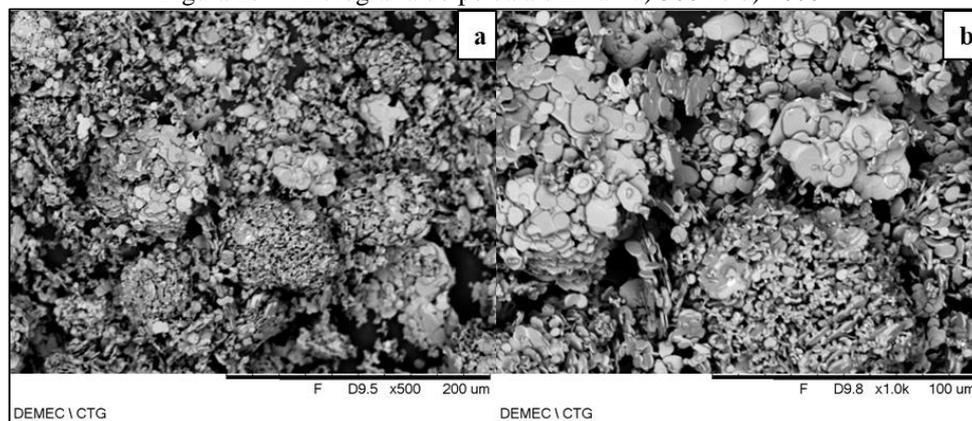


Fonte: O autor, 2020

Em seguida, foi realizada a caracterização dos pós dos reforços cerâmicos utilizados: alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), carboneto de silício ( $\text{SiC}$ ), nitreto de alumínio ( $\text{AlN}$ ) e nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ).

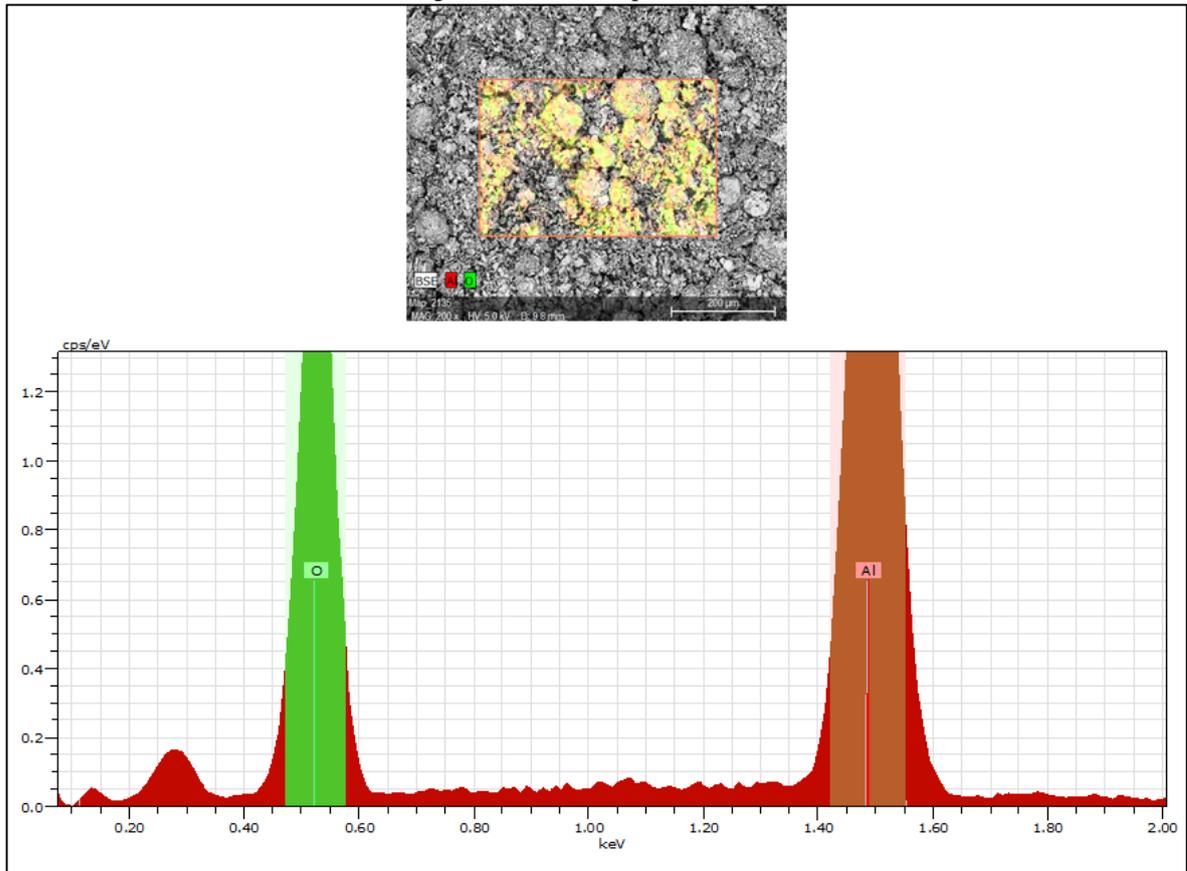
As partículas do pó da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  apresentaram morfologia de flocos, como pode ser observado na Figura 27. Através do resultado obtido por EDS identificou-se a presença de oxigênio e alumínio, Figura 28.

Figura 27 – Micrografia do pó da alumina - a) 500x e b) 1000x



Fonte: O autor, 2020

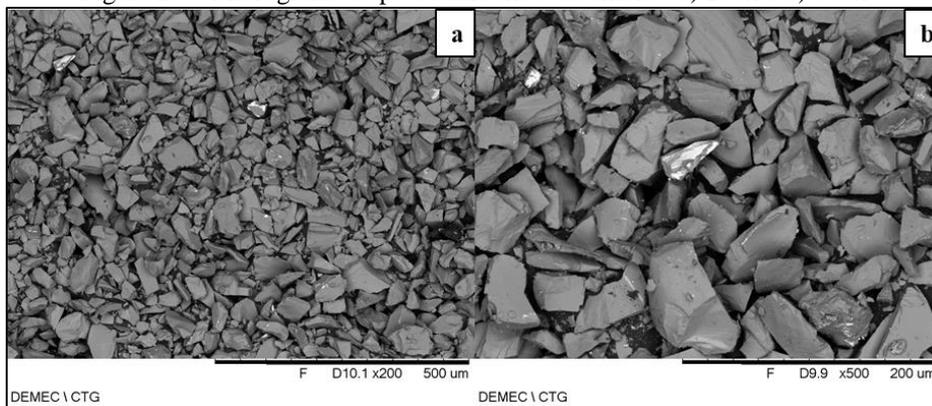
Figura 28 – EDS do pó da alumina



Fonte: O autor, 2020

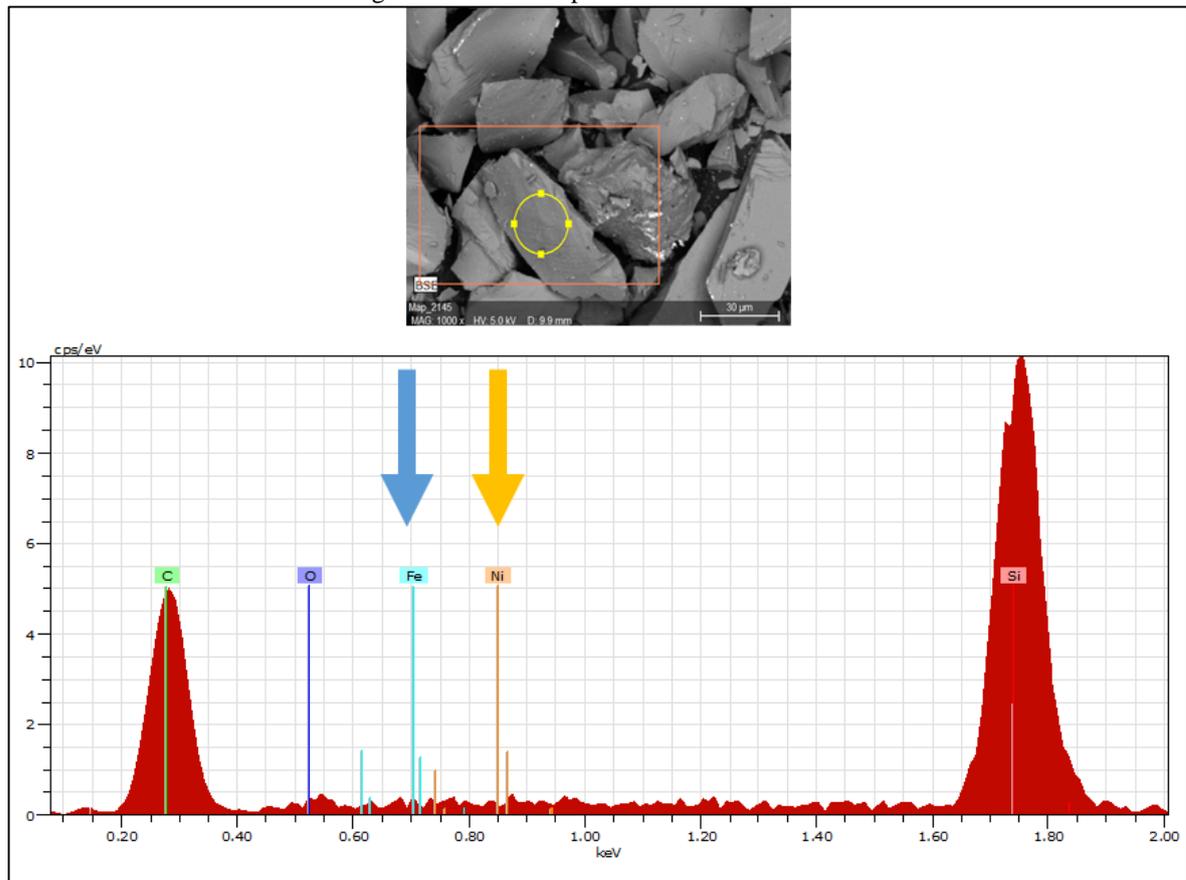
O pó de SiC por sua vez apresentou partículas de tamanho irregular e morfologia angular. Esta morfologia é característica de um pó obtido por moagem de alta energia, Figura 29. O resultado do EDS indica a presença de ferro (seta azul) e níquel (seta amarela) na constituição do SiC, conforme Figura 30. A presença desses elementos pode ser associada à contaminação no processo de moagem.

Figura 29 – Micrografia do pó do carboneto de silício - a) 200x e b) 500x



Fonte: O autor, 2020

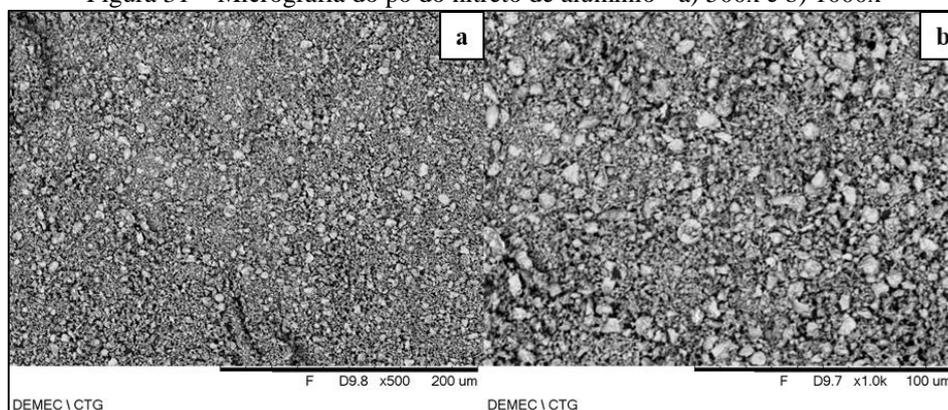
Figura 30 – EDS do pó do carboneto de silício



Fonte: O autor, 2020

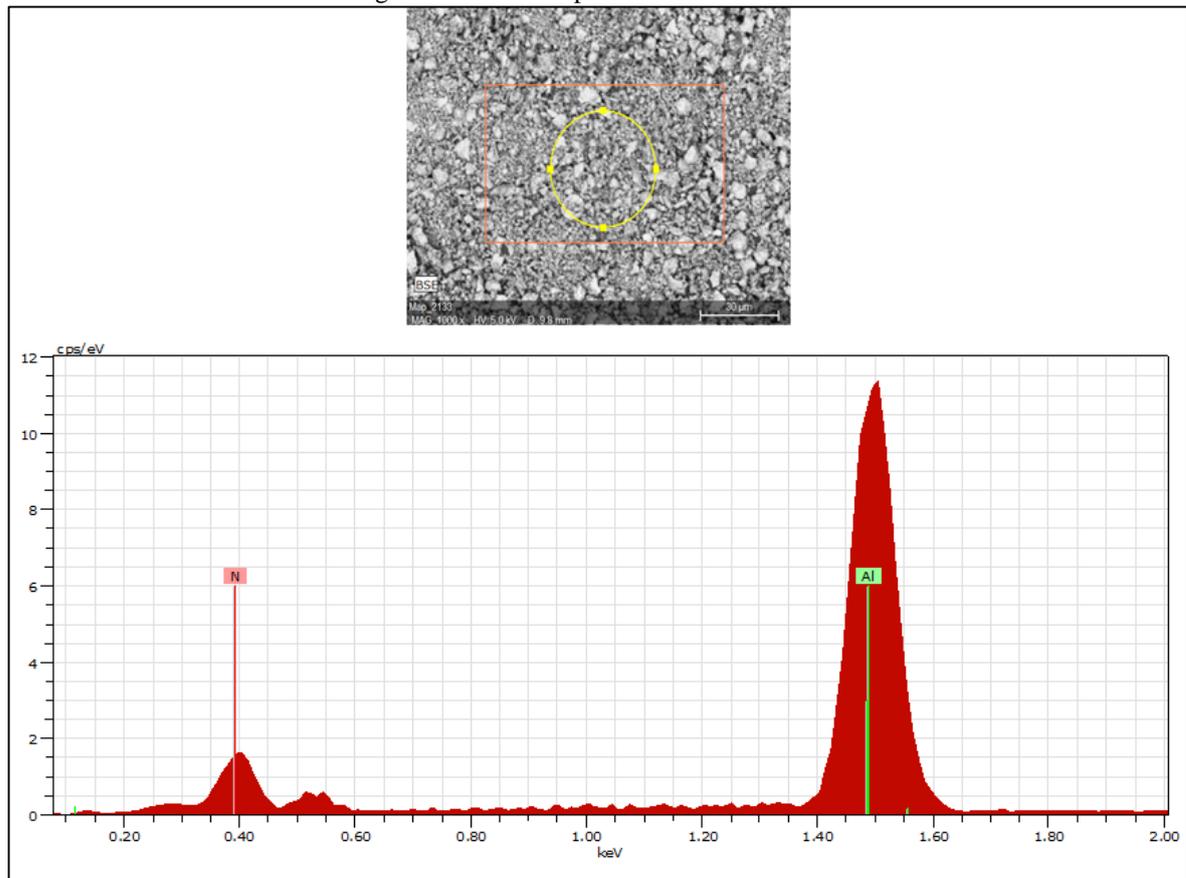
Na Figura 31, são mostradas as imagens do pó do nitreto de alumínio. Observa-se que o pó do AlN apresentou de forma mais refinada e morfologia granular. O resultado do EDS confirmou a composição (nitrogênio – vermelho e alumínio – verde) e pureza do pó utilizado, Figura 32.

Figura 31 – Micrografia do pó do nitreto de alumínio - a) 500x e b) 1000x



Fonte: O autor, 2020

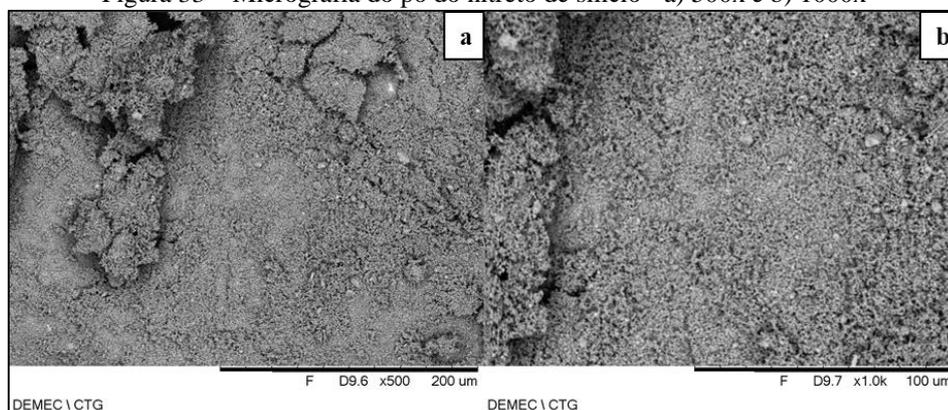
Figura 32 – EDS do pó do nitreto de alumínio



Fonte: O autor, 2020

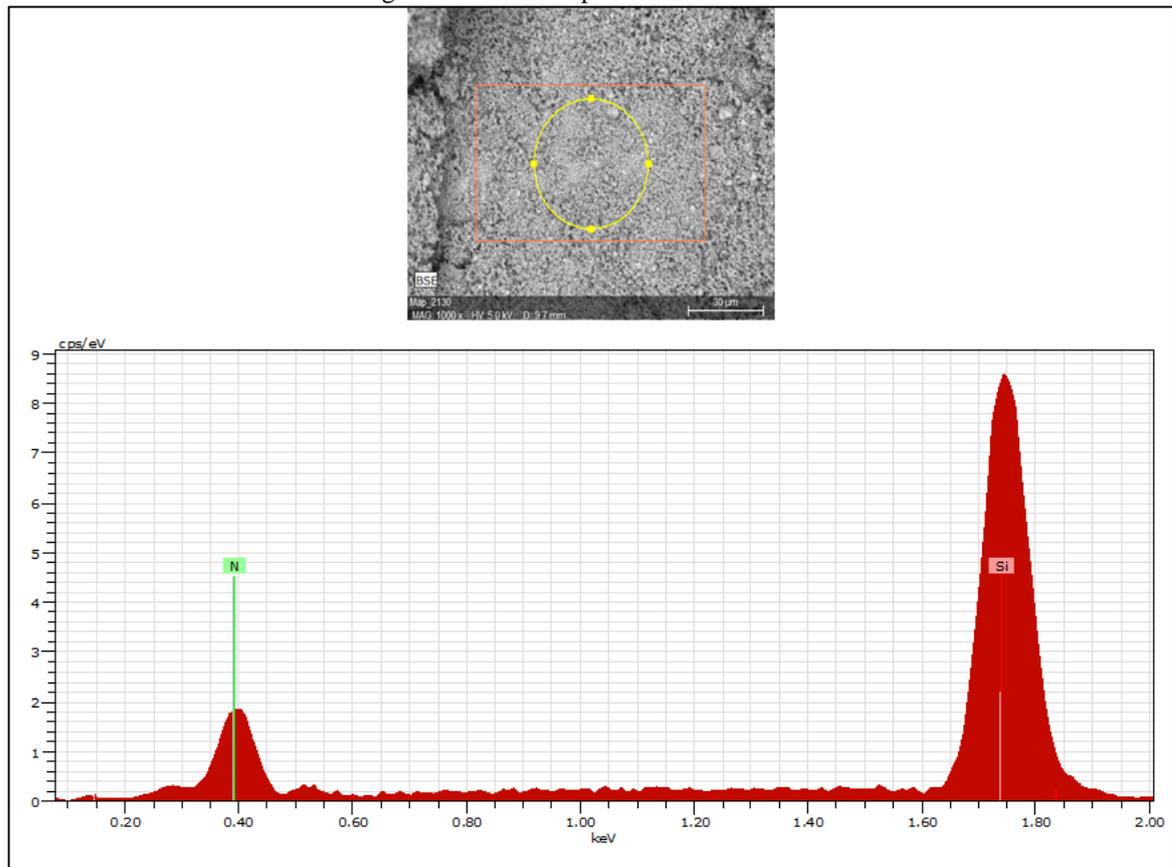
Por sua vez, o pó do nitreto de silício apresentou morfologia esponjosa (porosa) e tamanho de partícula muito refinado, Figura 33. Os resultados do EDS confirmaram a composição do pó, sendo detectado nitrogênio (verde) e silício (vermelho), e não apresentou impurezas, Figura 34.

Figura 33 – Micrografia do pó do nitreto de silício - a) 500x e b) 1000x



Fonte: O autor, 2020

Figura 34 – EDS do pó do nitreto de silício

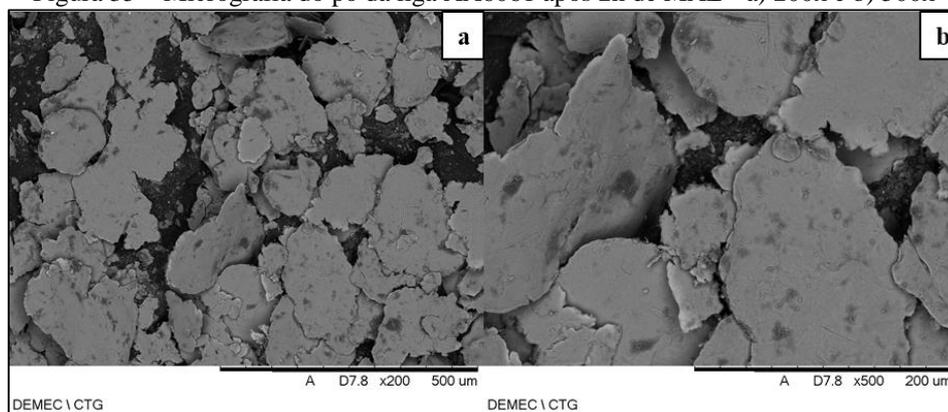


Fonte: O autor, 2020

### 5.1.2 Efeito da moagem de alta energia no pó da liga AA6061

Na Figura 35 foi possível observar o efeito da moagem nas partículas do pó AA2. Antes da moagem as partículas no pó da liga AA6061 apresentavam morfologia esférica (equiaxial) e após a moagem as partículas passaram a ter morfologia laminar.

Figura 35 – Micrografia do pó da liga AA6061 após 2h de MAE - a) 200x e b) 500x

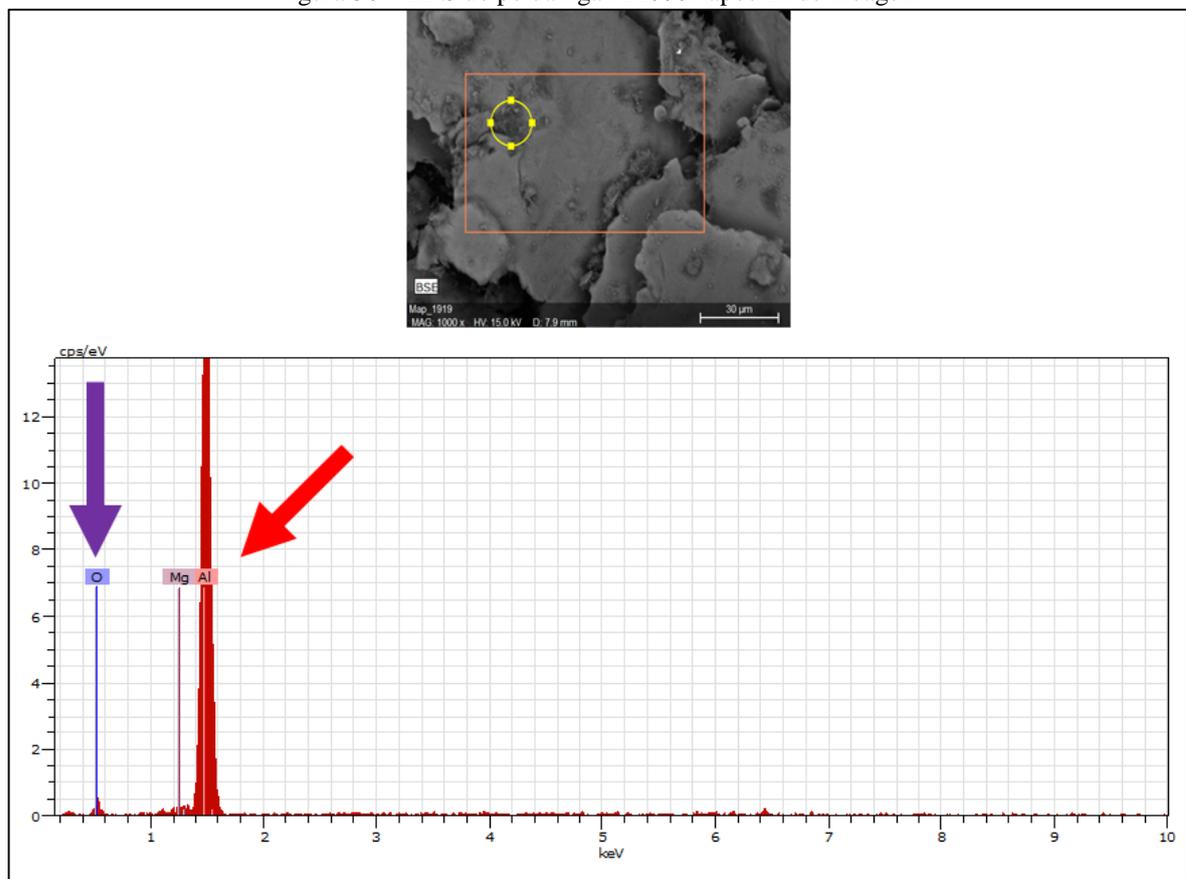


Fonte: O autor, 2020

Segundo El-Eskandarany (2001), uma vez que as partículas de alumínio são dúcteis, inicialmente ocorre mais a deformação plástica das partículas sendo necessário um tempo de moagem maior para se alcançar a fase de refino das partículas. Ou seja, como o pó da liga AA6061 tem partículas dúcteis, para um tempo de moagem de 2 horas, ocorre mais deformação plástica do que quebra das partículas. A fase de maior refino das partículas seria alcançada com maiores tempos de moagem.

O EDS do pó AA2 foi semelhante ao do pó AA0, Figura 36. Foram identificados os picos referentes ao alumínio (seta vermelha) e houve a presença de oxigênio (seta roxa), que foram associados à camada de óxido que reveste as partículas.

Figura 36 – EDS do pó da liga AA6061 após 2h de moagem



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.3 Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com $Al_2O_3$

Assim como ocorreu com o pó da liga AA6061, os pós compósitos também apresentaram mudança em sua morfologia após a moagem de 2 horas, como pode ser visto nas Figuras 37 e 38.

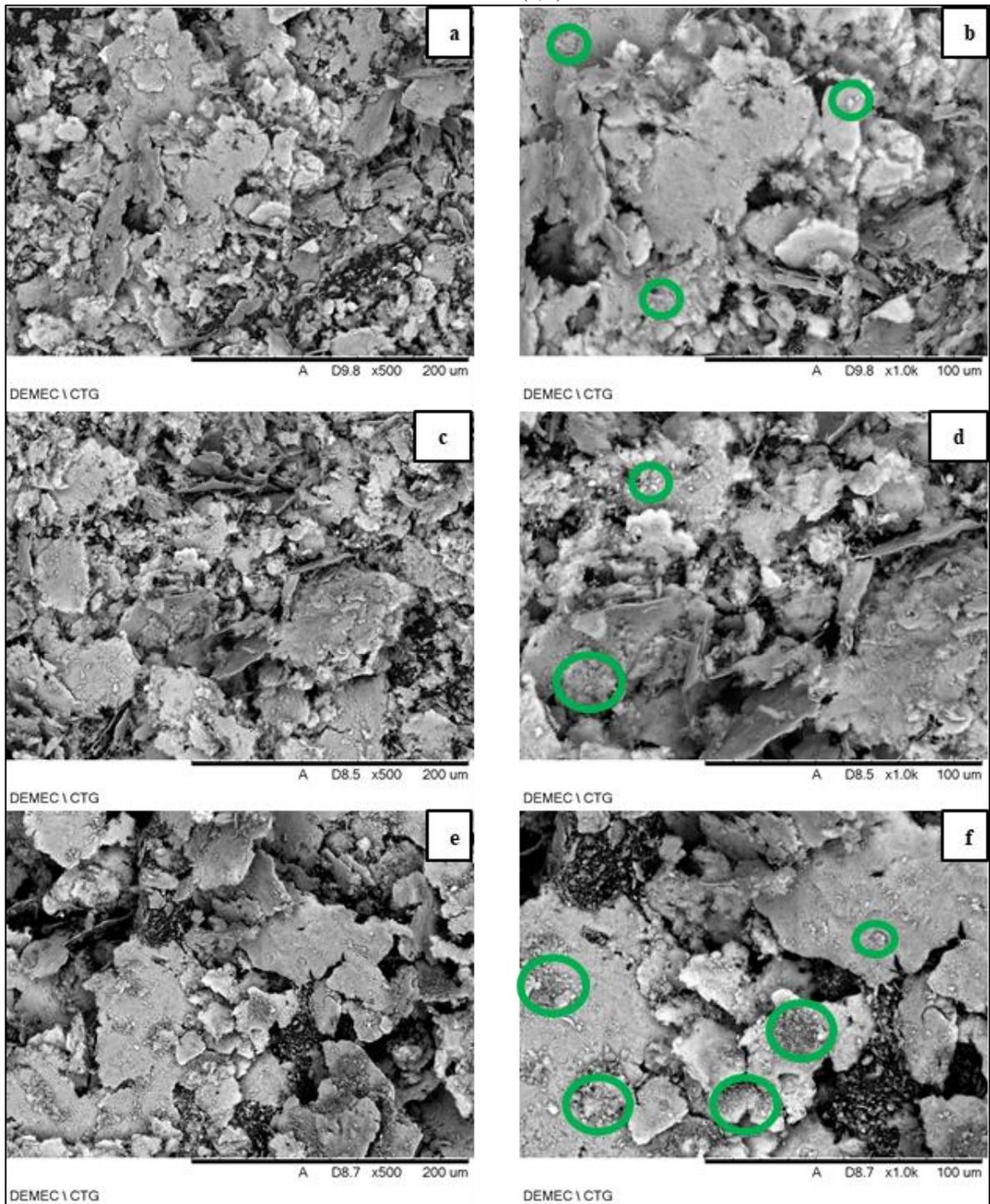
Os pós 10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 20Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentaram morfologia laminar, assim como o pó AA2. Contudo, por haver o reforço no percentual de alumina, ocorreu um maior refino nas partículas dos pós compósitos, com exceção do pó 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Segundo Alizadeh e Aliabadi (2011) o aumento da quantidade de alumina na matriz de alumínio promove uma diminuição no tamanho de partícula do pó. Essa diminuição ocorre principalmente até uma adição de 20% de alumina. Este fenômeno ocorre devido a alumina diminuir a resistência à fratura da matriz de alumínio e aliado com a deformação plástica causada pela moagem, as partículas tornam-se mais frágeis e são mais facilmente quebradas. A evolução da morfologia do compósito reforçado com alumina pode ser vista na Figura 37.

Apesar de haver a redução no tamanho médio de partículas com o aumento do teor de reforço, as partículas do compósito reforçado com alumina ainda tem uma morfologia e tamanho semelhantes ao do pó AA2. Ou seja, mesmo com a adição do reforço à matriz, ainda não foi possível alcançar o regime estacionário da moagem. Como afirma o estudo de Alizadeh e Aliabadi (2011), para tempos de moagem entre 1 – 3 horas não se obtém uma redução considerável no tamanho médio de partícula, sendo necessário tempos de moagem superiores a 4 horas para se obter, tanto uma melhor redução no tamanho de partículas, quanto o equilíbrio entre os fenômenos de soldagem a frio e quebra das partículas.

Também foi possível observar, além da evolução morfológica, a evolução do acúmulo da alumina nas partículas do pó da matriz, os acúmulos de alumina estão marcados por círculos verdes, Figura 37.b, 37.d e 37.f.

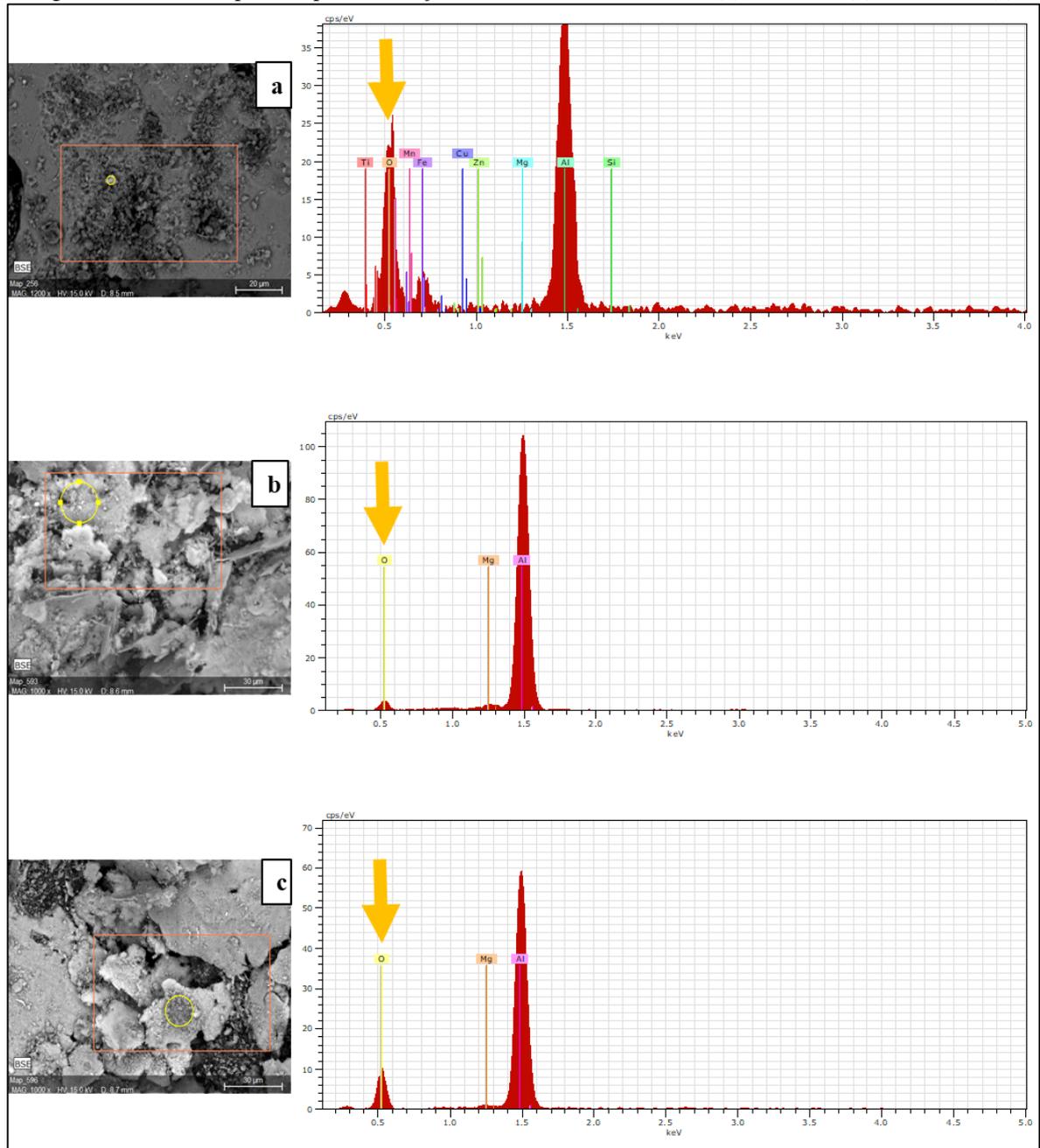
Na Figura 38 estão apresentados os resultados obtidos do EDS dos pós compósitos reforçados com alumina. Nos resultados é possível observar a presença dos principais elementos de liga da liga AA6061 e a presença de picos de energia mais pronunciados de oxigênio. O oxigênio (setas amarelas) aparece devido à camada de óxido que se forma na superfície das partículas do pó.

Figura 37 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com alumina - 10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a, b), 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (c, d) e 20Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (e, f)



Fonte: O autor, 2020

Figura 38 – EDS dos pós compósito reforçados com alumina - 10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a), 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (b) e 20Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (c)



Fonte: O autor, 2020

#### 5.1.4 Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com SiC

A Figura 39 apresenta a evolução da morfologia dos pós compósitos 10SiC, 15SiC e 20SiC.

Assim como no caso dos pós reforçados com alumina, quando foi adicionado o reforço de SiC ocorreu um refino das partículas do pó. Este fato pode ser observado, uma vez que o pó compósito reforçado com carboneto de silício apresentou partículas mais refinadas, se comparadas às partículas apresentadas pelos demais pós. Assim como constatou Hassani et al (2014), verificou-se que aumentando-se a porcentagem de reforço de SiC obtém-se uma redução no tamanho médio de partículas do pó compósito.

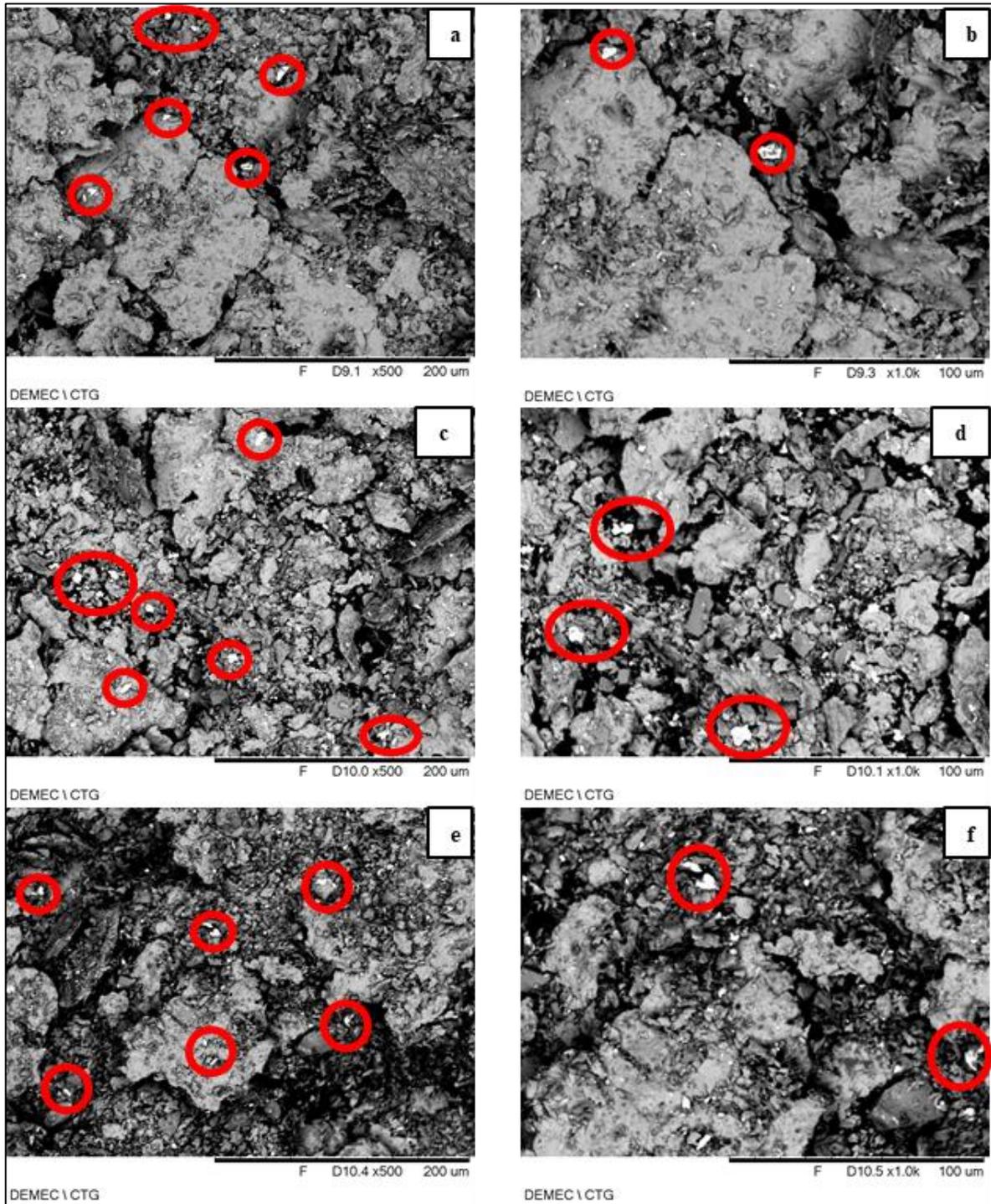
Hassani et al (2014) ainda afirmaram que este fato ocorre pois a adição de partículas duras numa matriz mole induz a geração de defeitos cristalográficos, tais como discordâncias. Com isso a densidade de discordâncias aumenta e assim a dureza das partículas é aumentada, fazendo com que elas se fragilizem e a fase de quebra das partículas ocorra em tempos de moagem menores. Resultando assim, em partículas mais refinadas e equiaxiais.

El-Daly et al (2012) atingiram o regime estacionário de moagem com 4 horas de moagem, ou seja, para se atingir um refino mais adequado do pó faz-se necessário aumentar o tempo de moagem utilizado.

Na Figura 39, foram destacadas as partículas do reforço que foram observadas no microscópio. Foi possível observar que com o aumento da porcentagem de reforço, aumenta a quantidade de partículas. As partículas do reforço também seguem a tendência de refino com o aumento da quantidade de SiC adicionado à matriz.

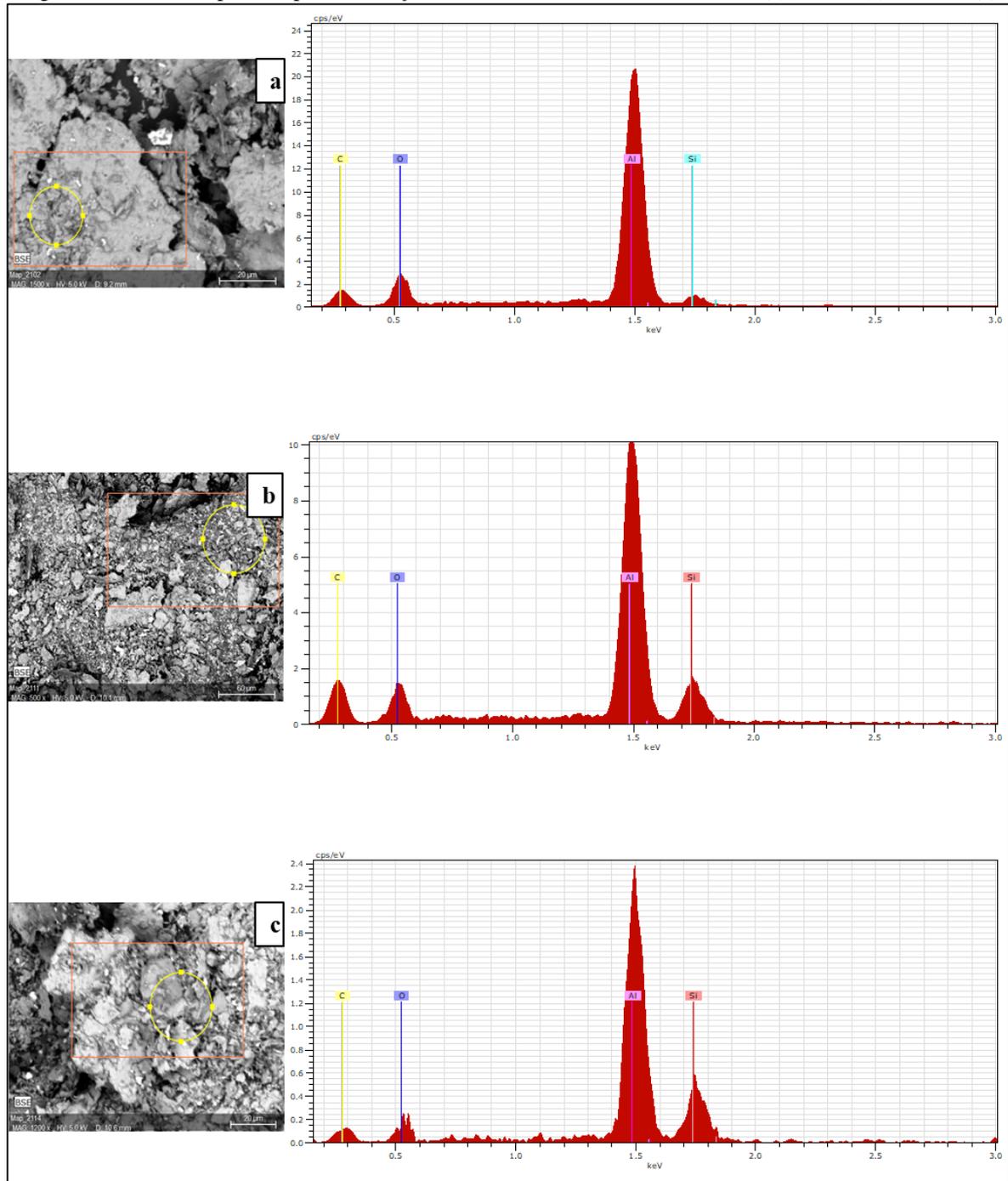
Na Figura 40, estão apresentados os resultados obtidos pelo EDS. Foi evidenciada a boa incorporação do reforço à matriz, uma vez que nos resultados surgem os picos de energia referentes ao alumínio e referentes aos constituintes do carboneto de silício. Carbono indicado pelas marcas em amarelo, alumínio os picos de maior energia, silício indicado pelos picos azul (Figura 40.a) e vermelho (Figuras 40.b e 40.c). O oxigênio (picos indicados pelas marcas roxas) novamente foi associado a camada de óxido formada na superfície do alumínio.

Figura 39 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com carboneto de silício - 10SiC (a, b), 15SiC (c, d) e 20SiC (e, f)



Fonte: O autor, 2020

Figura 40 – EDS dos pós compósito reforçados com carboneto de silício - 10SiC (a), 15SiC (b) e 20SiC (c)



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.5 Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com AlN

A evolução morfológica dos pós compósitos 10AlN, 15AlN e 20AlN esta apresentada na Figura 41.

Foi possível observar que para as amostras 10AlN (Figura 41.a e 41.b) e 15AlN (Figura 41.c e 41.d) houve um certo aumento no tamanho médio das partículas, pois com 2 horas de

moagem prevaleceu a fase de soldagem a frio. Fazendo com que as partículas assumissem uma forma de flocos. Com o aumento da porcentagem de reforço para 20% ocorreu uma modificação na morfologia das amostras (Figura 41.e e 41.f), onde as partículas assumiram formas e tamanhos diferentes, com um maior refino das partículas.

Em 2008, Abdoli et al, observaram, que para um compósito reforçado com 10% de AlN, as partículas assumem formas e tamanhos diferentes após 2,5 horas de moagem de alta energia. Sendo alcançado o regime estacionário para moagens com tempos superiores a 10 horas.

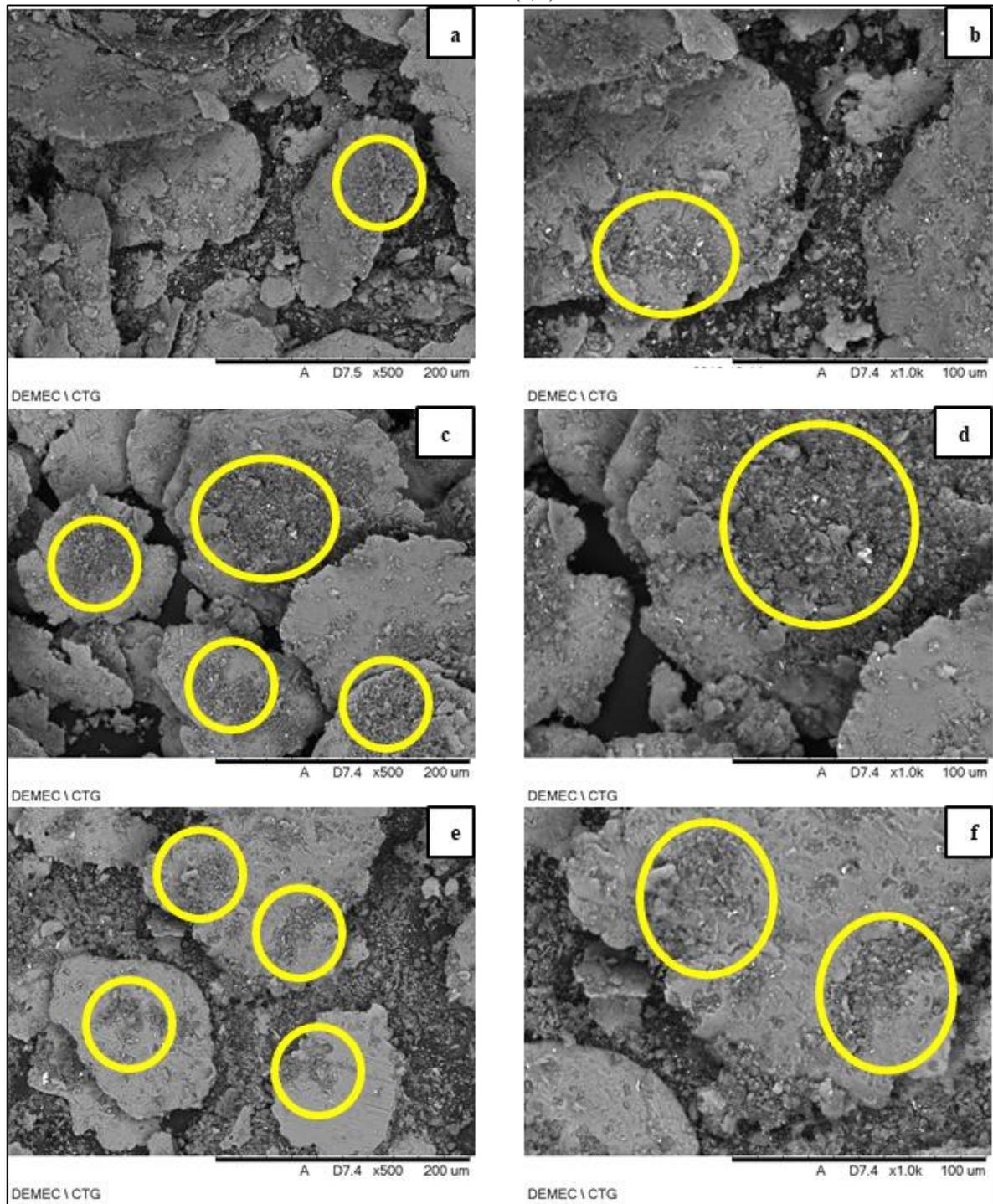
Caballero et al (2017) verificaram que é possível se obter um refino das partículas com 5 horas de moagem para compósitos com mais de 30% de reforço. Sendo alcançado um tamanho médio de partícula inferior a 10  $\mu\text{m}$ .

Foi possível evidenciar que o aumento do teor de reforço de AlN à matriz, acelera a sua moagem e refino de partículas. Contudo, é necessário aumentar o tempo de moagem para se obter melhor refino de partículas.

Ainda na Figura 41, foi possível observar também o aumento do acúmulo do reforço na superfície das partículas do pó matriz, são destacados por círculos amarelos.

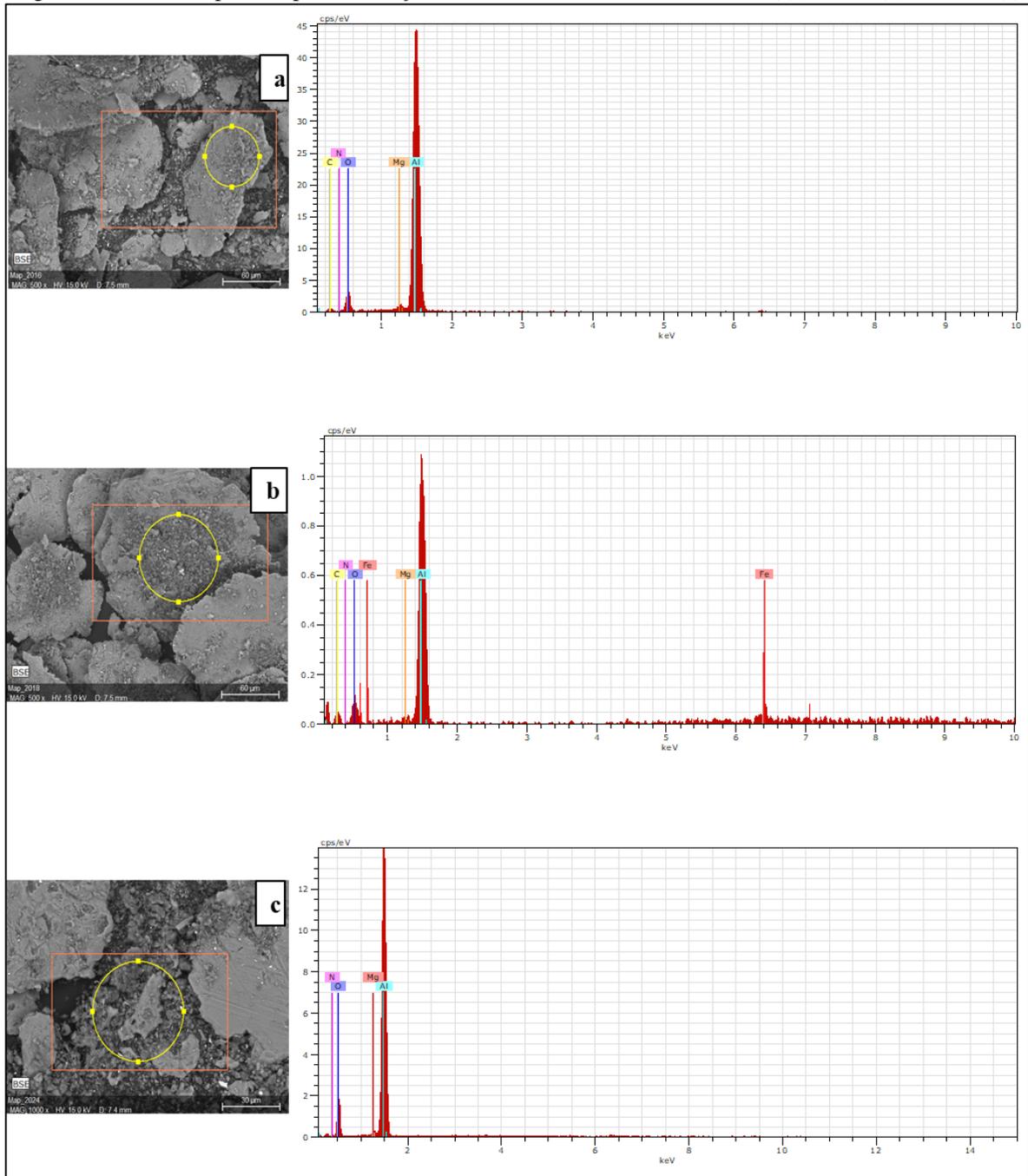
Na Figura 41 estão apresentados os resultados do EDS dos pós 10AlN (Figura 42.a), 15AlN (Figura 42.b) e 20AlN (Figura 42.c). É possível observar a ocorrência de Al e dos principais elementos de liga da liga AA6061, além disso nitrogênio proveniente do AlN. Contudo também foram identificados carbono, oxigênio e ferro. O carbono é proveniente do ácido esteárico usado como agente controlador do processo, o oxigênio é da camada de óxido que se forma na superfície das partículas de alumínio e o ferro além de ser elemento de liga da liga AA6061 também é proveniente de impureza advinda do desgaste da jarra e das esferas usadas na moagem.

Figura 41 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com nitreto de alumínio - 10AlN (a, b), 15AlN (c, d) e 20AlN (e, f)



Fonte: O autor, 2020

Figura 42 – EDS dos pós compósito reforçados com nitreto de alumínio - 10AlN (a), 15AlN (b) e 20AlN (c)



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.6 Efeito da moagem nos pós compósitos reforçados com $\text{Si}_3\text{N}_4$

Na Figura 43 mostra a evolução da morfologia dos pós compósitos reforçados com nitreto de silício.

O pó compósito 10 $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Figura 43.a e 43.b) apresentou uma morfologia laminar com tamanho de partícula irregular. O compósito 15 $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Figura 43.c e 43.d) apresentou também uma morfologia laminar com irregularidade no tamanho das partículas, contudo houve já um aumento no tamanho médio de partículas. A amostra 20 $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Figura 43.e e 43.f) apresentou a morfologia laminar, contudo o tamanho de partícula apresentou uma maior regularidade.

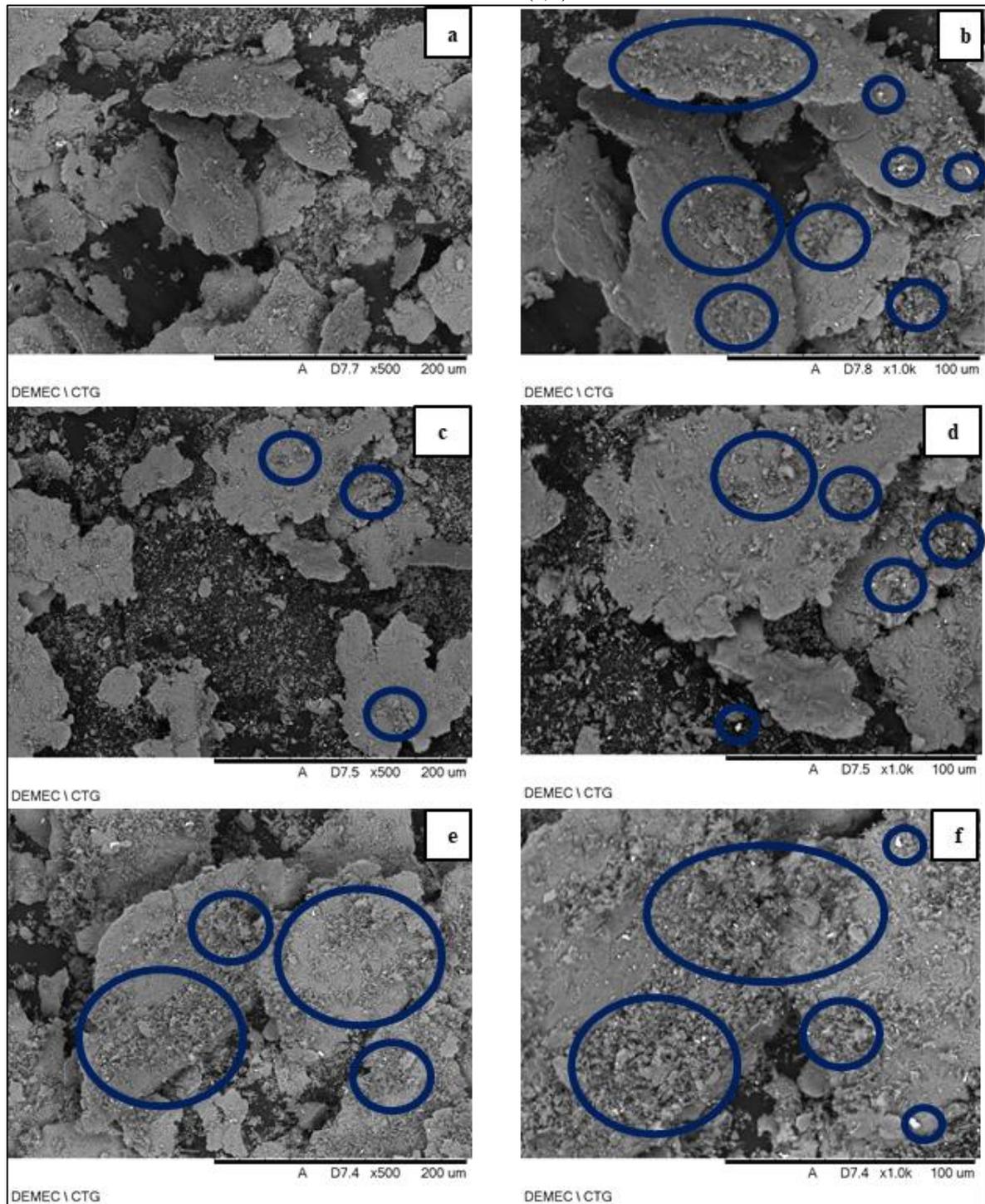
É possível observar ainda que, assim como nos casos anteriores, o aumento do percentual de reforço contribuiu para um maior refino das partículas. Assim como foi observado por Fernández et al. (2019) a presença de uma fase cerâmica, como o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , é efetiva para aumentar a eficácia da moagem.

Contudo Fernández et al. (2019) identificaram uma redução considerável no tamanho médio de partículas após 3 horas de moagem, sendo atingido o regime estacionário após de 15 horas. Assim como foi observado por Fagagnolo et al. (2003), moagens feitas com menos de 3 horas ocorre mais o fenômeno da deformação plástica, onde pode ocorrer o aumento do tamanho médio de partículas. Como foram feitas moagens de 2 horas, o mecanismo predominante na moagem foi a deformação plástica, mas com a adição do reforço ainda ocorreu uma redução do tamanho médio das partículas.

Ainda na Figura 43 foi observado o aumento do acúmulo de nitreto de silício na superfície das partículas do pó da liga AA6061, conforme destaque com círculos azuis.

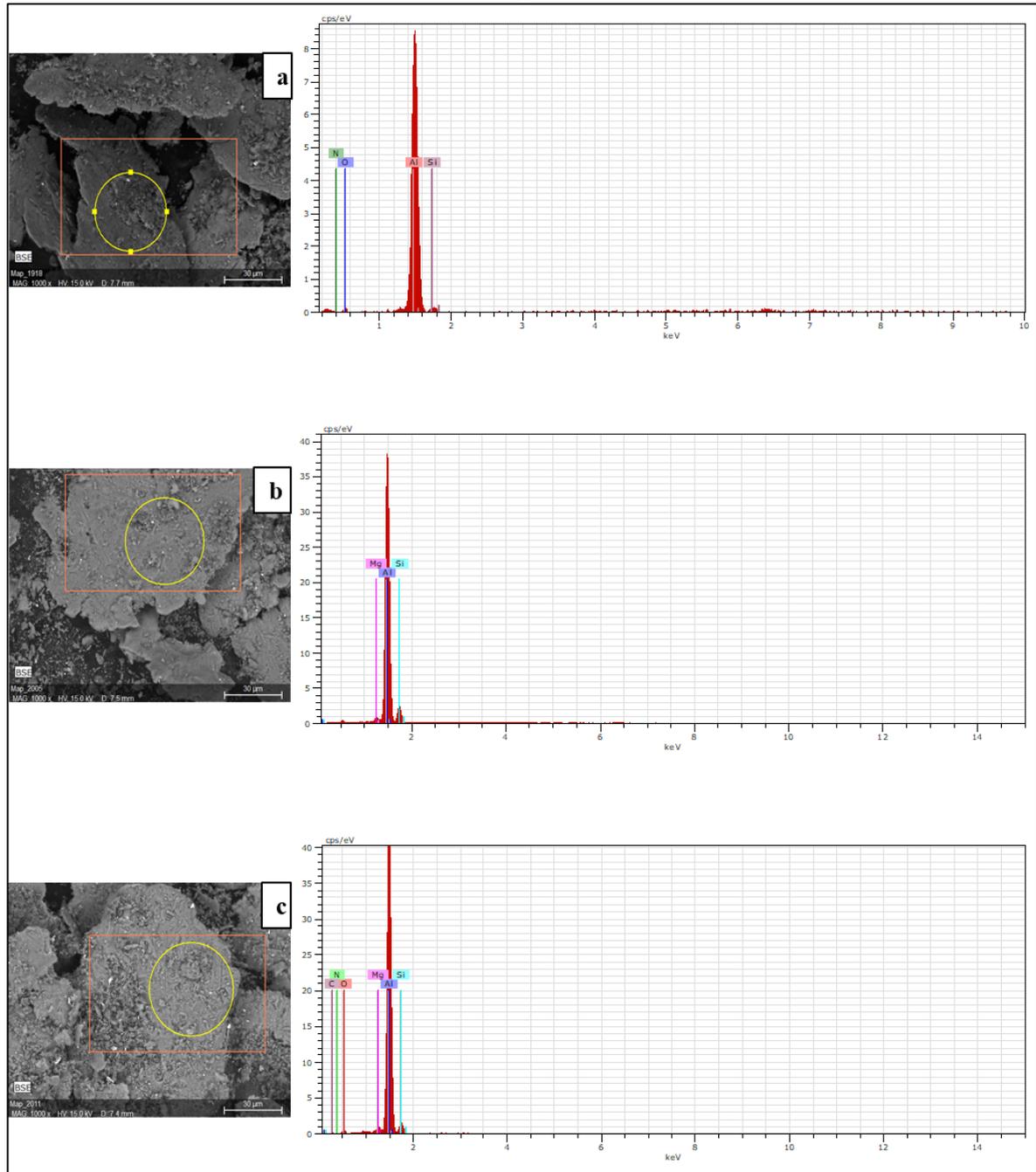
Na Figura 44 estão expostos os resultados do EDS feitos nos pós compósitos 10 $\text{Si}_3\text{N}_4$ , 15 $\text{Si}_3\text{N}_4$  e 20 $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Como pode ser observado, o EDS mostra a identificação do alumínio e dos principais elementos de liga (silício e magnésio), o silício e nitrogênio devido a incorporação do reforço de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  na matriz, oxigênio devido a camada de óxido formada na superfície das partículas e carbono devido ao ácido esteárico usado como agente controlador do processo.

Figura 43 – Imagens obtidas por MEV dos pós reforçados com nitreto de silício - 10Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (a, b), 15Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (c, d) e 20Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (e, f)



Fonte: O autor, 2020

Figura 44 – EDS dos pós compósito reforçados com nitreto de alumínio - 10Si3N4 (a), 15Si3N4 (b) e 20Si3N4 (c)



Fonte: O autor, 2020

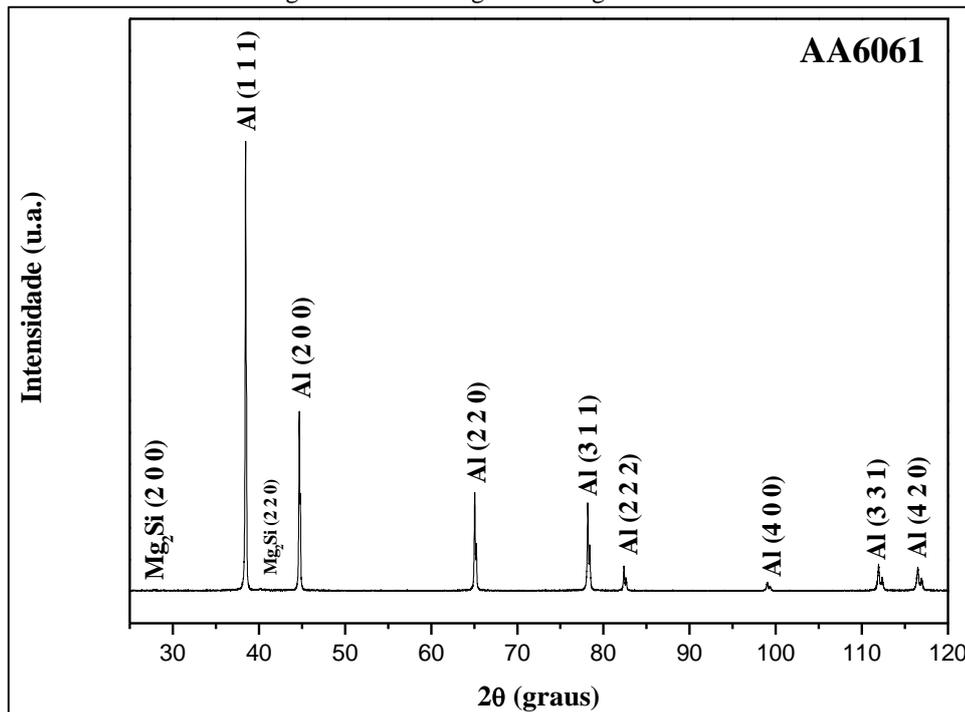
### 5.1.7 Difração de raio-X dos pós

Neste tópico serão apresentados os resultados da difração de raio-X dos pós antes e após processamento por moagem de alta energia.

#### 5.1.7.1 Pós de partida

Como pode ser observado na Figura 45, foi confirmado que o pó da liga de alumínio usado trata-se de um pó de uma liga da família 6xxx. Além dos picos característicos do alumínio, foram identificados os picos da fase  $Mg_2Si$  que se trata da fase formada nas ligas de alumínio dessa família (MAISONNETTE et al., 2011; BARBOSA, 2014). A identificação dos picos foi realizada usando as microfichas apresentadas na Tabela 15.

Figura 45 – Difratoograma da liga AA6061



Fonte: O autor, 2020

Tabela 15 – Fases da liga AA6061

Referência	Composto	Fórmula Química
00-004-0787	Alumínio	Al
03-065-0690		$Mg_2Si$

Fonte: O autor, 2020

O pó de alumina foi analisado por DRX para identificação das fases presentes e as fases identificadas são apresentadas na Tabela 16.

Tabela 16 – Fases da alumina

<b>Referência</b>	<b>Composto</b>	<b>Fórmula Química</b>
01-077-2135	Corundum	$Al_2O_3$
00-004-0880	Alumina	$Al_2O_3$

Fonte: O autor, 2020

O pó do carboneto de silício apresentou fases distintas de moissanita e de carboneto. As fases e as respectivas microfichas estão apresentadas na Tabela 17.

Tabela 17 – Fases do carboneto de silício

<b>Referência</b>	<b>Composto</b>	<b>Fórmula Química</b>
01-072-0018	Moissanite-6\ITH\RG	SiC
00-029-1127	Moissanite-4\ITH\RG	SiC
00-022-1316	Moissanite-33\ITR\RG	SiC
00-029-1128	Moissanite-6\ITH\RG	SiC
03-065-0360	Carboneto de silício	SiC
00-002-1042	Carboneto de silício	SiC
03-065-8103	Carboneto de silício	SiC

Fonte: O autor, 2020

O nitreto de alumínio apresentou duas fases distintas do composto. Estas fases estão apresentadas na Tabela 18.

Tabela 18 – Fases do nitreto de alumínio

<b>Referência</b>	<b>Composto</b>	<b>Fórmula Química</b>
01-076-0702	Nitreto de alumínio	AlN
00-025-1133	Nitreto de alumínio	AlN

Fonte: O autor, 2020

O nitreto de silício apresentou quatro fases distintas do composto, tais fases estão apresentadas na Tabela 19.

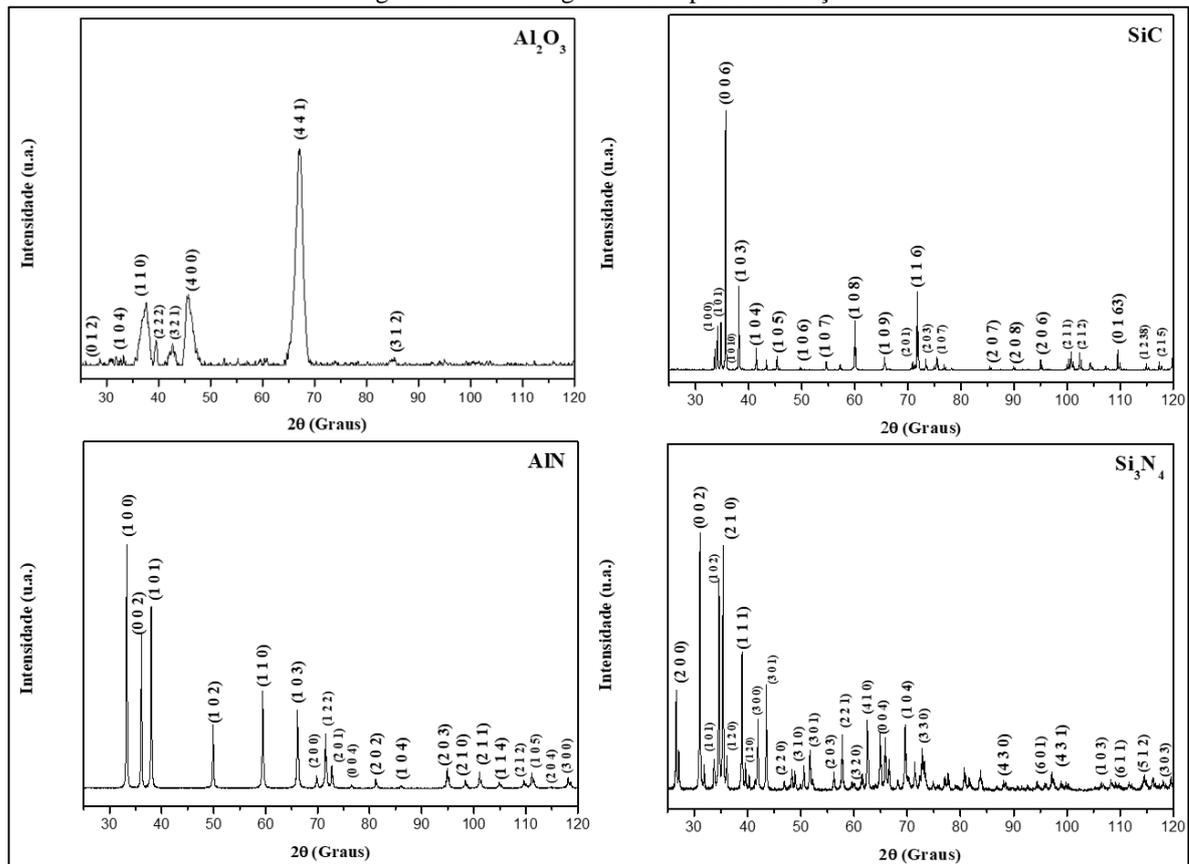
Tabela 19 – Fases do nitreto de silício

Referência	Composto	Fórmula Química
01-082-0698	Nitreto de silício	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
01-082-0699	Nitreto de silício	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
01-082-0701	Nitreto de silício	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
00-029-1132	Nitreto de silício	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>

Fonte: O autor, 2020

Os difratogramas dos pós usados como reforço estão apresentados na Figura 55.

Figura 46 – Difratogramas dos pós do reforço



Fonte: O autor, 2020

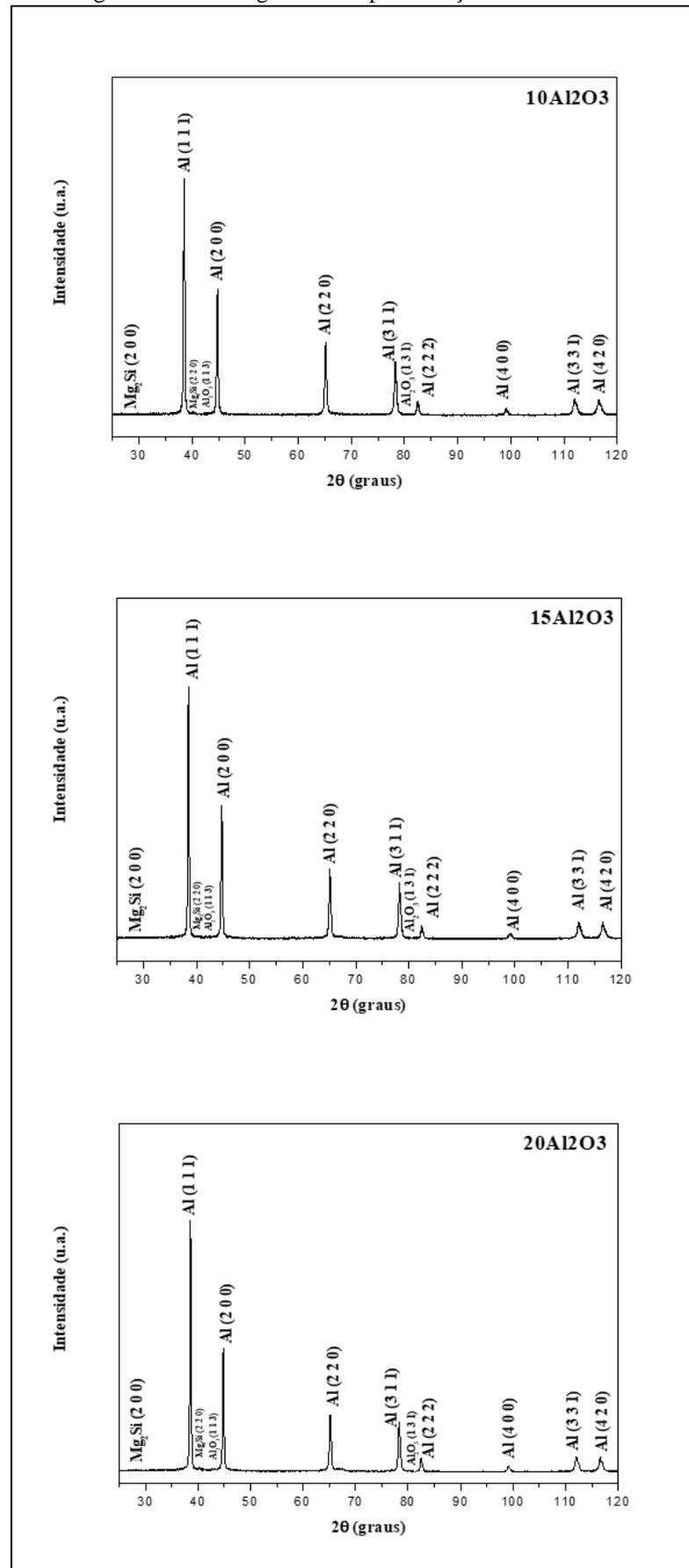
### 5.1.7.2 Pós compósitos AA6061 reforçados com $\text{Al}_2\text{O}_3$

Os difratogramas dos pós reforçados com alumina estão apresentados na Figura 47. Foi possível observar que foram identificados picos característicos de alumínio e da fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , característicos da liga AA6061. Para todas as composições foram identificados dois picos referentes a fase do óxido de alumínio.

O primeiro pico referente ao reforço se apresentou num ângulo  $2\theta$  de  $43,34^\circ$  e o segundo,  $82,104^\circ$ . Foi identificado que ambos os picos correspondem à fase Corundum do óxido de alumínio. Não houve mudança apreciável entre os difratogramas dos pós devido à adição do reforço. Os picos referentes à alumina apresentam-se pequenos em relação aos do alumínio, indicando que a alumina foi bem incorporada a liga AA6061 e também já há a tendência da alumina formar um filme fino na superfície das partículas do pó de alumínio (FAGAGNOLO et al, 2003).

El-Eskandarany (2001) afirmou que a adição dos agentes controladores de processo poderiam induzir a formação de carbonetos. Contudo, uma vez que foi identificada a formação de carbonetos é possível concluir que o ácido esteárico não interferiu na composição dos pós.

Figura 47 – Difratoformas dos pós reforçados com alumina



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.7.3 Pós compósitos AA6061 reforçados com SiC

A Figura 48 apresenta os difratogramas dos pós reforçados com carboneto de silício para as três composições: 10%, 15% e 20%.

Em todas as composições foi possível observar a preservação dos picos referentes a liga AA6061, tanto os picos característicos do alumínio quanto os picos referentes ao  $Mg_2Si$  (BARBOSA, 2014).

Pelos difratogramas foi possível observar a evolução da adição da fase reforço na matriz de alumínio. No pó 10SiC foram observados picos de menor intensidade e em menor quantidade.

Com o aumento da concentração de reforço para 15%, amostra 15SiC, foram observados um aumento na intensidade dos picos correspondentes ao SiC e ainda a aparição de mais picos característicos da fase reforço (EL-DALY et al., 2012).

De forma semelhante à amostra 15SiC, a amostra 20SiC apresentou novos picos referentes ao reforço e aumento na intensidade dos picos já existentes.

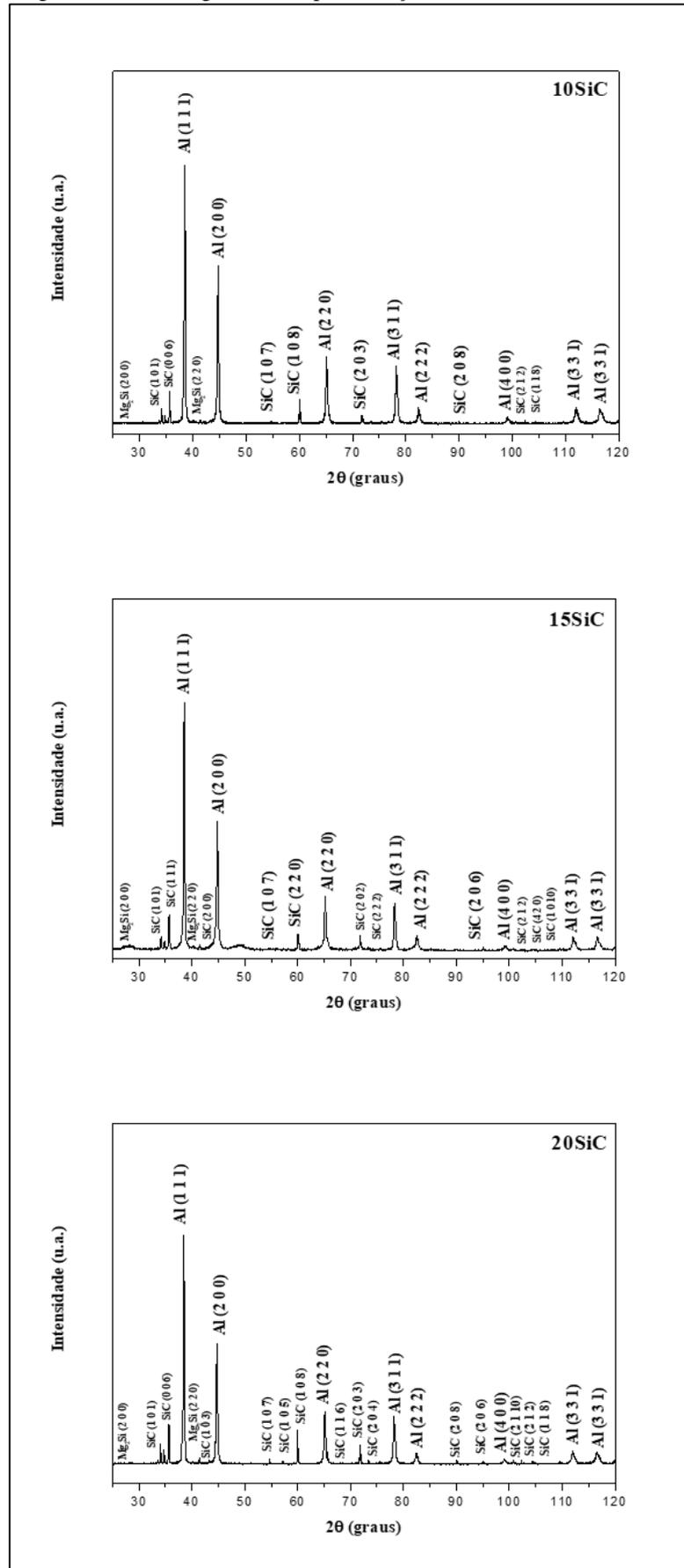
Pelos resultados obtidos foi possível confirmar que a moagem de alta energia foi eficiente no que diz respeito à incorporação do reforço a matriz. Uma vez que os picos referentes à fase reforço apresentaram-se como picos de baixa intensidade, quando comparados aos picos de maior energia referentes ao alumínio (ABDOLI et al., 2008).

Abdoli et al. (2008) ainda afirmam que com o aumento do tempo de moagem a tendência é que os picos referentes à fase reforço desapareçam, pois estes são sobrepostos pelos picos de maior intensidade referentes ao alumínio, indicando incorporação do reforço a matriz.

Assim como no caso dos pós reforçados com alumina, os pós reforçados com o carboneto de silício não apresentaram formação de carbonetos diferentes do reforço. Contudo, o reforço apresentou-se em algumas fases metaestáveis, tais como: moissanita 6, moissanita-4, moissanita-6 e moissanita-33, além da fase de carboneto de silício.

Embora o EDS realizado tenha apresentado a presença de oxigênio nas partículas do pó, o DRX não identificou a presença de óxidos.

Figura 48 – Difratomogramas dos pós reforçados com carboneto de silício



Fonte: O autor, 2020

#### 5.1.7.4 Pós compósitos AA6061 reforçados com AlN

A Figura 49 mostra os difratogramas das amostras reforçadas com nitreto de alumínio: 10AlN, 15AlN e 20AlN.

Assim como nos casos anteriores, foram identificados os picos referentes ao alumínio e ao Mg<sub>2</sub>Si. Contudo, o segundo pico do Mg<sub>2</sub>Si ( $2\theta \sim 40^\circ$ ) teve uma mudança no plano difratado. Na amostra 10AlN, o Mg<sub>2</sub>Si difrata no plano (2 2 0) já nas amostras 15AlN e 20AlN há uma mudança e o Mg<sub>2</sub>Si passa a difratar no plano (4 1 1).

Em relação aos picos referentes ao AlN, o comportamento das amostras reforçadas com nitreto de alumínio é semelhante ao das amostras reforçadas com carboneto de silício. Na amostra 10AlN os picos referentes ao AlN apresentam-se como picos de baixa intensidade e em pequena quantidade. Com o aumento do teor de reforço no compósito há um leve aumento da intensidade de alguns picos e novos picos surgem referentes a fase reforço.

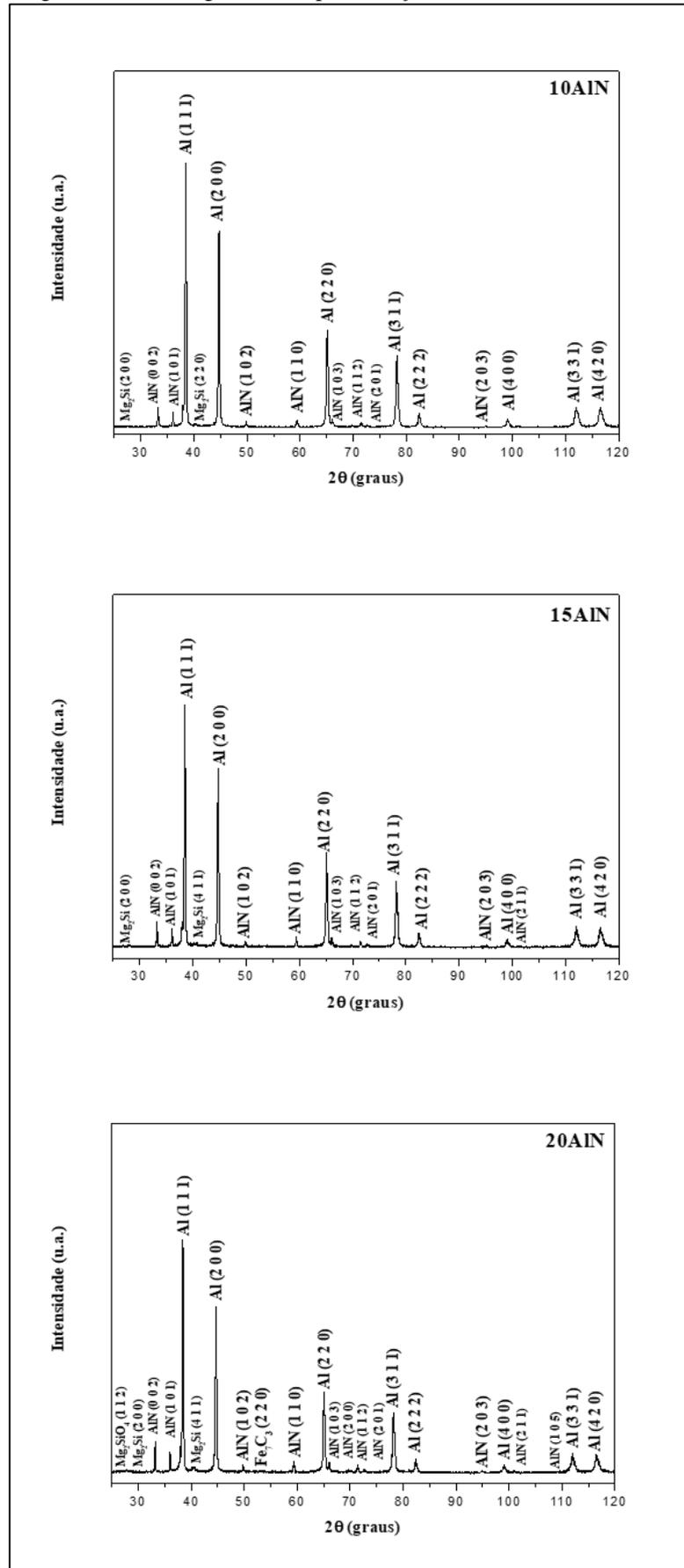
Na amostra 20AlN surgem dois compostos novos em relação às amostras 10AlN e 15AlN. Foi detectada a presença de silicato de magnésio (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>), devido a presença de oxigênio no momento da moagem, fazendo com que houvesse a oxidação do Mg<sub>2</sub>Si. O Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> foi indentificado com o uso da microficha de referência ICDD 01-083-1807.

Além do Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, houve a identificação do carboneto de ferro (Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>), uma vez que não se tem a presença de carbono na composição de nenhum dos principais componentes do compósito, este carboneto foi formado devido a presença do ácido esteárico na moagem dos pós, favorecendo a formação de carbonetos (EL-ESKANDARANY, 2001). O Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub> foi indentificado utilizando a ficha ICDD 00-017-0333.

Apesar da formação de compostos indesejados na amostra 20AlN, ainda foi possível constatar que a moagem de alta energia foi bem sucedida, uma vez que os picos da fase reforço não se apresentam como picos de alta energia.

Na identificação das fases, o nitreto de alumínio se apresentou em duas fases na amostra 10AlN foi indentificado o AlN de referência ICDD 01-076-0702, enquanto que nas demais amostras foi indentificado o AlN de referência ICDD 00-025-1133.

Figura 49 – Difratogramas dos pós reforçados com nitreto de alumínio



Fonte: O autor, 2020

#### 5.1.7.5 Pós compósitos AA6061 reforçados com $\text{Si}_3\text{N}_4$

Os difratogramas das amostras reforçadas com nitreto de silício estão apresentadas na Figura 50.

Pelos difratogramas obtidos, foi possível constatar a formação da fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$  assim como foram identificados os picos de maior energia como sendo os picos referentes ao alumínio, caracterizando a liga AA6061.

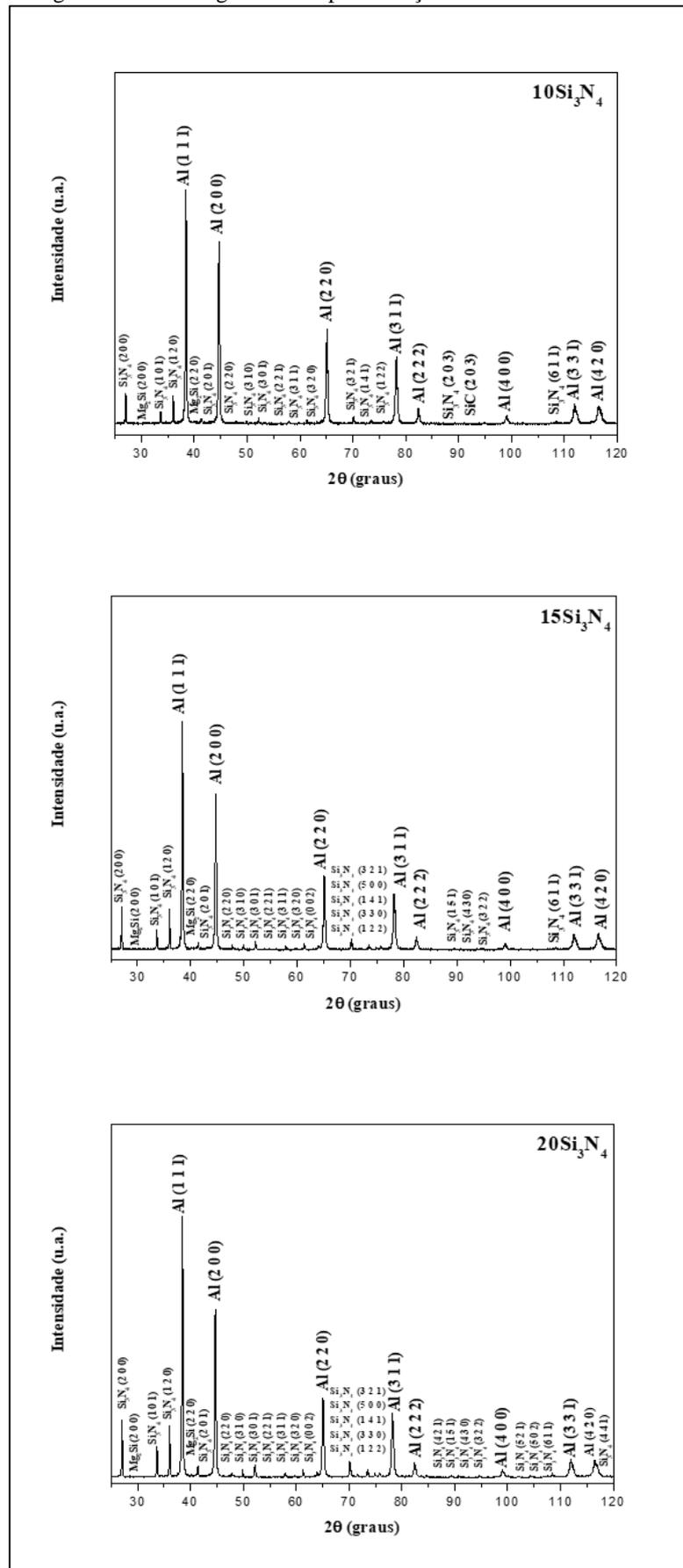
A moagem de alta energia foi realizada com sucesso, uma vez que os picos referentes a fase reforço se mostram como picos de baixa intensidade de energia frente aos picos de maior energia referentes ao alumínio.

Foi ainda possível constatar que com o aumento da concentração de reforço na matriz de alumínio, os picos referentes ao nitreto de silício aumentam levemente sua intensidade e são identificados em maior quantidade.

Na amostra 10 $\text{Si}_3\text{N}_4$  foi identificado um pico de carboneto de silício, apresentado na forma da moissanita-2. A formação do carboneto ocorre pela presença do ácido esteárico no momento da moagem de alta energia. A moissanita-2 foi identificada com a utilização da microficha ICDD 00-029-1126. Nas amostras com 15% e 20% de reforço não foram identificadas a formação de carbonetos.

Nas amostras 15 $\text{Si}_3\text{N}_4$  e 20 $\text{Si}_3\text{N}_4$ , além das fases já presentes no nitreto de silício, foi identificada uma fase referente ao nitreto de silício compactado a quente. Esta fase surge: devido às elevadas energias aplicadas durante a moagem, aos choques entre as ferros que causam a incorporação da fase à matriz e à elevada temperatura atingida pelo material no interior das jarras de moagem (uma vez que a moagem é feita sem resfriamento). Essa nova fase do nitreto de silício foi identificada pela microficha de referência ICDD 00-033-1160.

Figura 50 – Difratomogramas dos pós reforçados com nitreto de silício



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.8 Granulometria dos pós

Foram aferidos dois parâmetros para avaliar o processo de moagem de alta energia: o formato da curva de distribuição de tamanho de partículas e o diâmetro médio de partículas ( $D_{50}$ ).

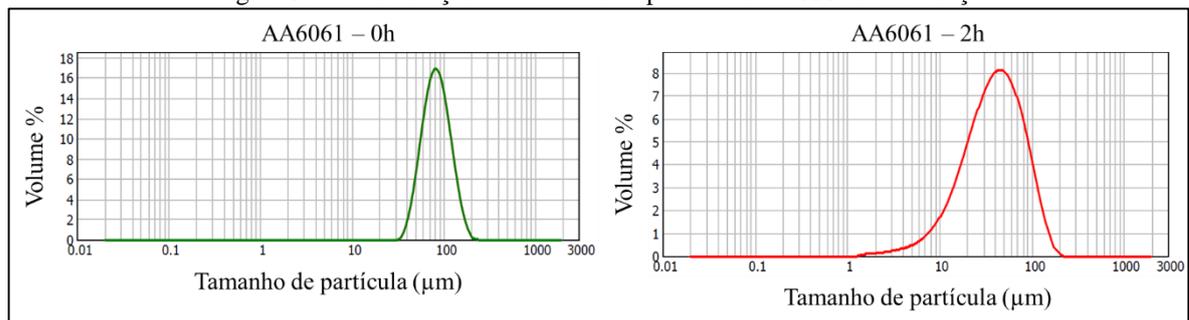
#### 5.1.8.1 Curva de distribuição de tamanho de partículas

Nas Figuras 51 e 52 são apresentadas as curvas de distribuição de partículas dos pós da liga AA6061 sem reforço (Figura 51) e da liga com reforço (Figura 52). Como todas as curvas apresentam-se no formato monomodal, foi possível concluir que a moagem de alta energia ocorreu de forma satisfatória (UPADHYAYA, 2002).

Pelas curvas da liga AA6061 sem reforço foi possível observar que o pó da liga sem moagem (amostra AA0) tem uma curva simétrica. Contudo o pó da liga após 2 horas de moagem (amostra AA2) apresentou um distribuição assimétrica com uma leve tendência para a região de maior tamanho de partícula, este fato ocorre quando se inicia mais fortemente a fase de soldagem a frio das partículas do pó durante a moagem (FAGAGNOLO et al., 2003).

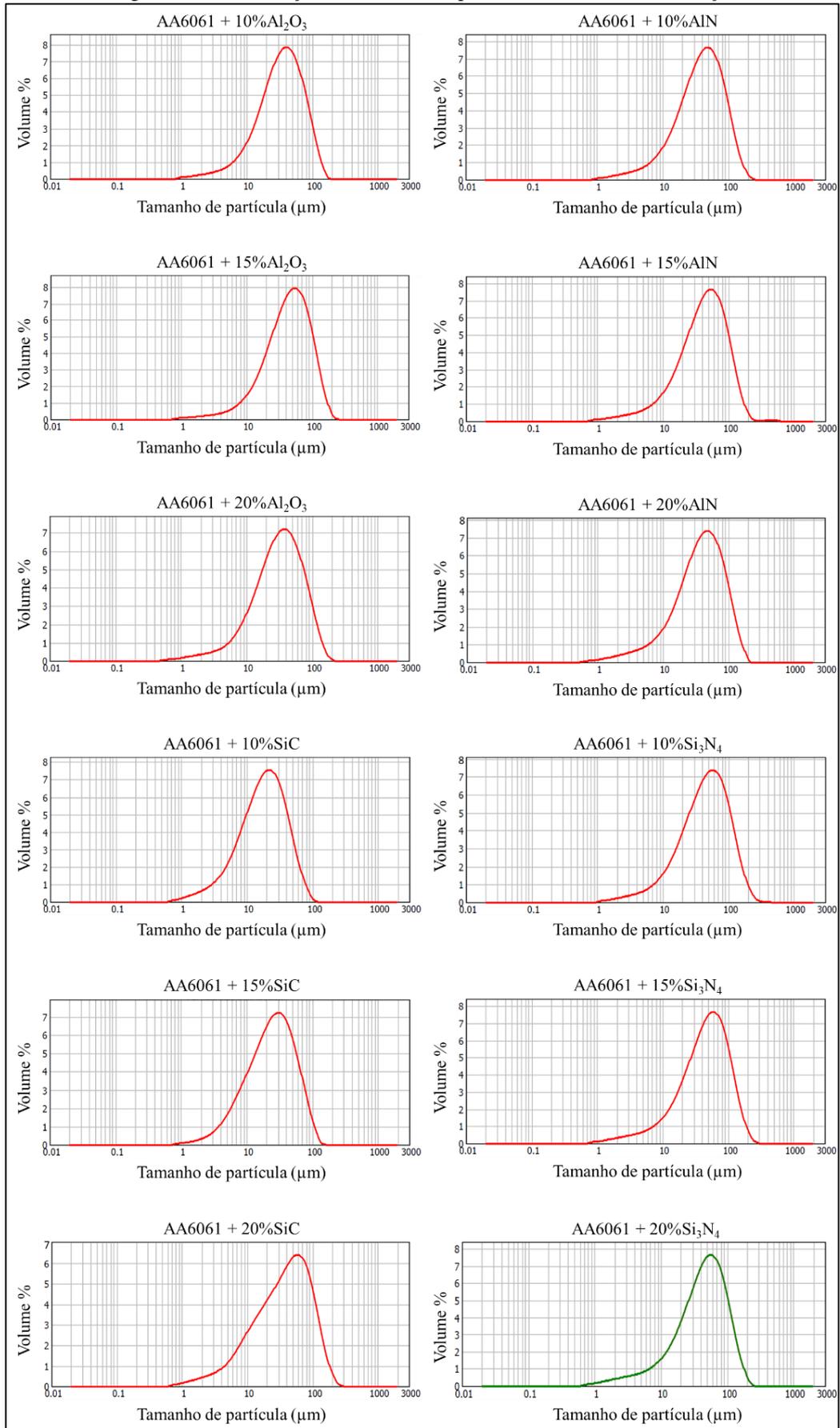
O mesmo ocorre para os pós reforçados. Contudo a amostra que apresentou uma tendência mais forte para a região de maior tamanho de partículas foi a amostra 20SiC, mostrando que a fase de soldagem a frio ocorre em maior intensidade nesta composição.

Figura 51 – Distribuição de tamanho de partículas AA6061 sem reforço



Fonte: O autor, 2020

Figura 52 – Distribuição de tamanho de partículas AA6061 com reforço



Fonte: O autor, 2020

### 5.1.8.2 Tamanho médio de partícula

A Figura 53 apresenta os tamanhos medianos das partículas dos pós. Inicialmente foi possível observar que o pó AA0 (sem moagem) tem um tamanho médio de partícula de 83,17  $\mu\text{m}$  enquanto que o pó AA2 (após 2 horas de moagem) tem tamanho mediano de partícula de 39,80  $\mu\text{m}$ , ou seja, a moagem de alta energia causou uma redução de 52,15% no tamanho médio de partículas da liga AA6061 sem reforço. Confirmando o fato de quando se realiza a moagem dos pós, estes tendem a serem refinados (SURYANARAYANA, 2001).

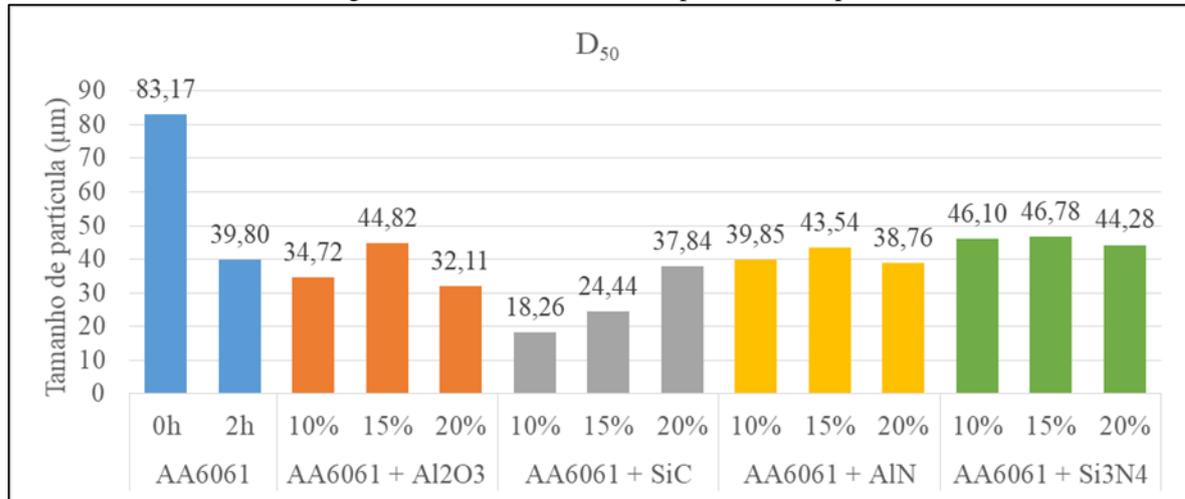
Como foi observado por Alizadeh e Aliabadi (2011), o aumento da quantidade de alumina na matriz de alumínio promove uma diminuição no tamanho de partícula do pó, este fato ocorre principalmente na composição 20Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. O pó 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresenta um aumento no tamanho mediano de partícula, isto evidencia que nesta composição ocorre mais soldagem a frio que nas demais composições.

Nos pós reforçados com carboneto de silício foram atingidas as maiores taxas de refino na composição 10SiC, confirmando o observado por Hassani et al (2014). Contudo à medida que a concentração de reforço na matriz aumentou, foram obtidos maiores tamanhos medianos de partículas, contrariando as observações de Hassani et al (2014), porém confirmando o observado Fagagnolo et al. (2003), que afirmou que a adição de reforço promove um aumento nas taxas de soldagem a frio nos estágios iniciais da moagem.

Os pós reforçados com nitreto de alumínio comportaram-se de forma semelhante aos pós reforçados com alumina. Houve uma redução de tamanho mediano de partícula mais acentuada na composição 20AlN, confirmando as observações de Caballero et al (2017). E também houve um leve aumento de tamanho de partícula na composição 15AlN.

Para os pós reforçados com nitreto de silício não houve uma grande mudança nos tamanhos de partícula para as três composições, mas ainda foi tingido um maior refino na composição 20Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, confirmando as observações de Fernández et al. (2019).

Figura 53 – Tamanho médio das partículas dos pós



Fonte: O autor, 2020

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CONSOLIDADOS

Nesta seção serão apresentados os resultados da caracterização dos compósitos após extrusão. Caracterização realizada por: MO, MEV, densificação e ensaio de microdureza Vickers.

### 5.2.1 Microscopia ótica (MO)

Neste capítulo são apresentadas as micrografias obtidas por MO dos consolidados, bem como as discussões acerca dos resultados obtidos.

#### 5.2.1.1 Consolidados da liga AA6061 sem reforço

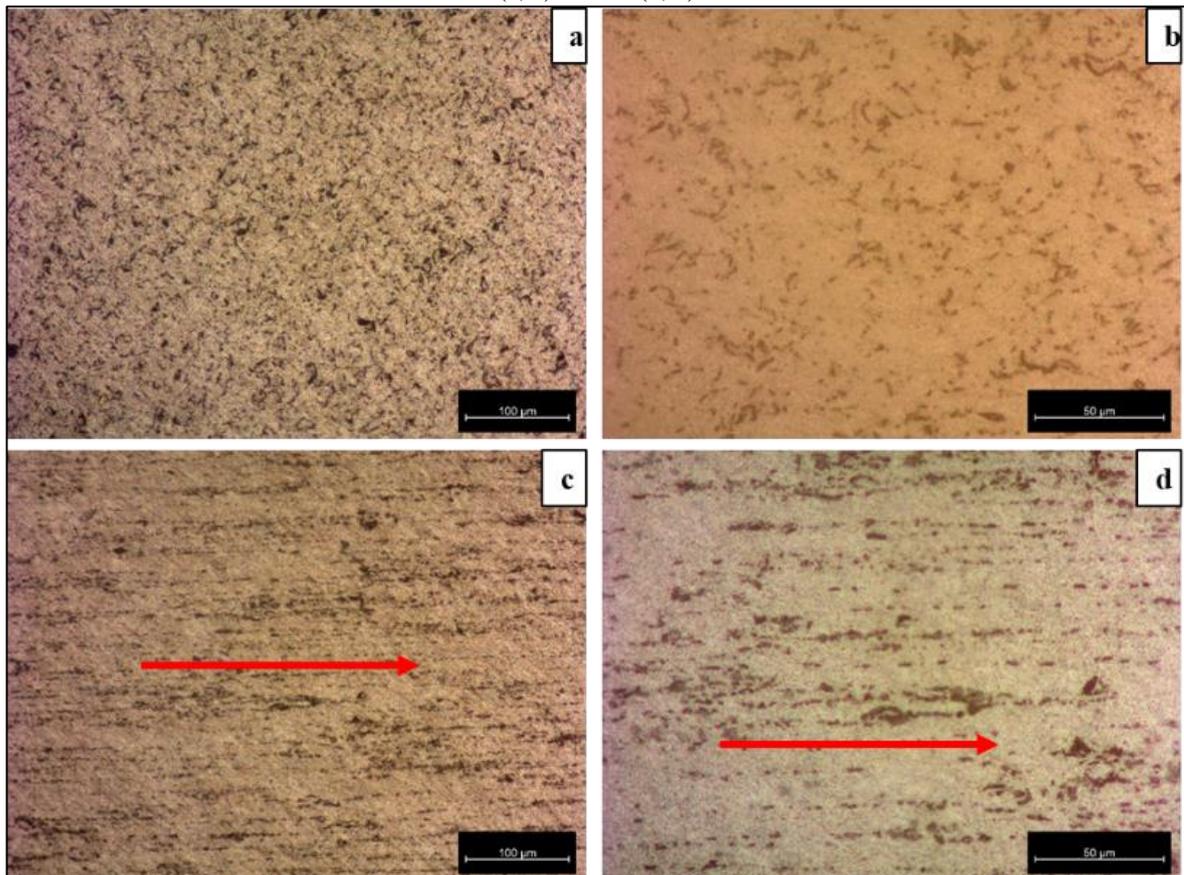
As imagens obtidas por MO da amostra AA0 podem ser vistas na Figura 54. Nela estão apresentadas imagens da seção transversal (perpendicular a direção de extrusão), Figuras 54.a e 54.b, e longitudinal (paralela à direção de extrusão), Figuras 54.c e 54.d.

Foi possível observar que ainda houve a ocorrência de porosidade na amostra AA0. A porosidade teve uma distribuição homogênea na seção transversal, contudo na seção longitudinal houve um alinhamento da porosidade na direção de extrusão. Assim como Jin et al. (2011) constaram que durante a extrusão a quente a fase reforço tende a ficar alinhada com a direção de extrusão. Nas Figuras 54.c e 54.d a seta vermelha indica a direção de extrusão.

A morfologia esférica das partículas do pó da liga AA6061 tem uma bom empacotamento que podem favorecer um aumento na densidade inicial (Fagagnolo et al, 2003). A presença de porosidade na amostra AA0 foi associada à presença da camada de óxido de alumínio na superfície das partículas do pó.

Como durante a extrusão, as partículas unem-se por meio da alta temperatura e pressão do processo, é necessário que no ponto de contato entre as partículas não exista nenhum tipo de substância que possa prejudicar a união em nível atômico das partículas. Contudo, nos pontos de contato entre as partículas ainda vai existir uma fina camada de óxido que prejudica o fenômeno da união das partículas, uma vez que a temperatura de extrusão usada foi de 500°C e a temperatura de fusão da alumina é de 2000°C. Ou seja, em alguns pontos não houve a união das partículas, causando assim a ocorrência de porosidade. Desse modo, o recobrimento de alumina existente na superfície das partículas do pó influenciaram negativamente na consolidação e eliminação da porosidade das amostras (Adamiak et al., 2004).

Figura 54 – Imagens obtidas por MO da amostra AA0 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

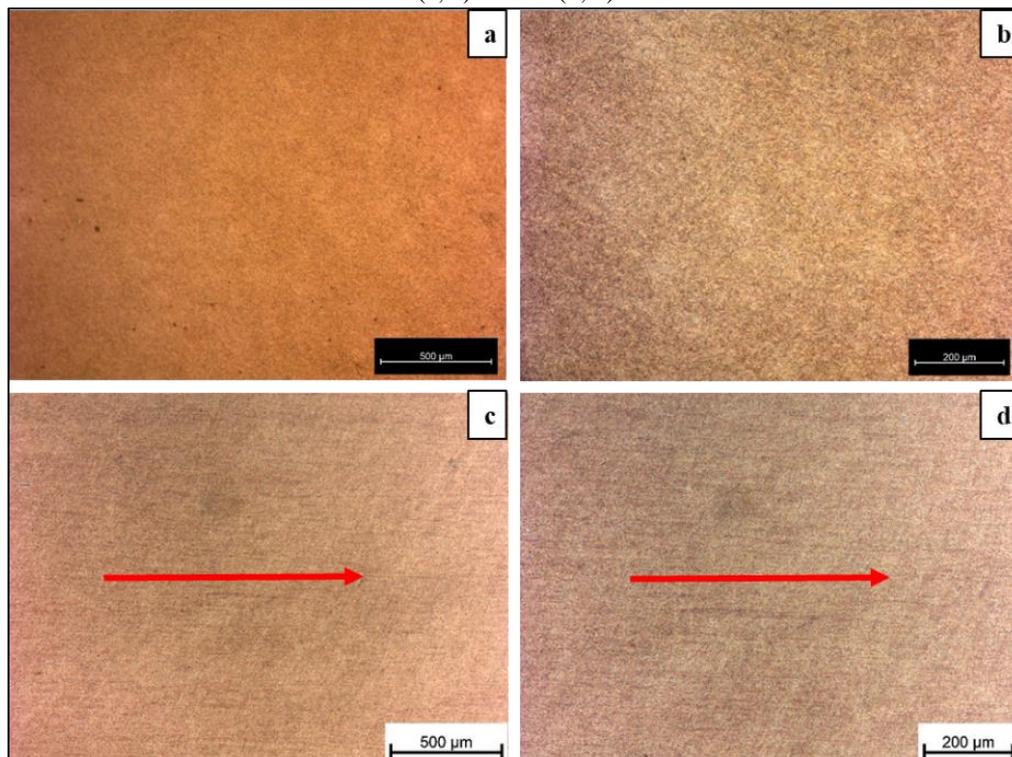
Na Figura 55 estão expostas as micrografias da amostra AA2: sessão transversal (Figura 55.a e 55.b) e sessão longitudinal (Figura 55.c e 55.d).

Foi possível observar a diminuição de porosidade na amostra AA2 em relação a porosidade encontrada na amostra AA0. Embora Faganolo et al. (2003) tenham observado que uma morfologia laminar tenha um empacotamento mais comprometido em relação a morfologia esférica. A amostra AA2 mesmo com partículas de morfologia laminar, apresentou melhor consolidação que a amostra AA0.

Na amostra AA2 ficou mais difícil identificar um alinhamento das partículas com a direção de extrusão, mas mesmo assim foi alcançada uma estrutura em camadas, as quais apresentaram-se direcionada com a extrusão, seta vermelha nas Figuras 55.c e 55.d.

Assim como foi visto, mesmo o pó da amostra AA2 continha pequenas quantidades de óxido de alumínio na superfície das partículas, diferentemente do pó AA0 que tinha uma quantidade maior de óxido na superfície das partículas do pó. Esta redução na quantidade de óxido também favoreceu a redução na porosidade e melhor consolidação do material extrudado.

Figura 55 – Imagens obtidas por MO da amostra AA2 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 50x (a, c) e 100x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

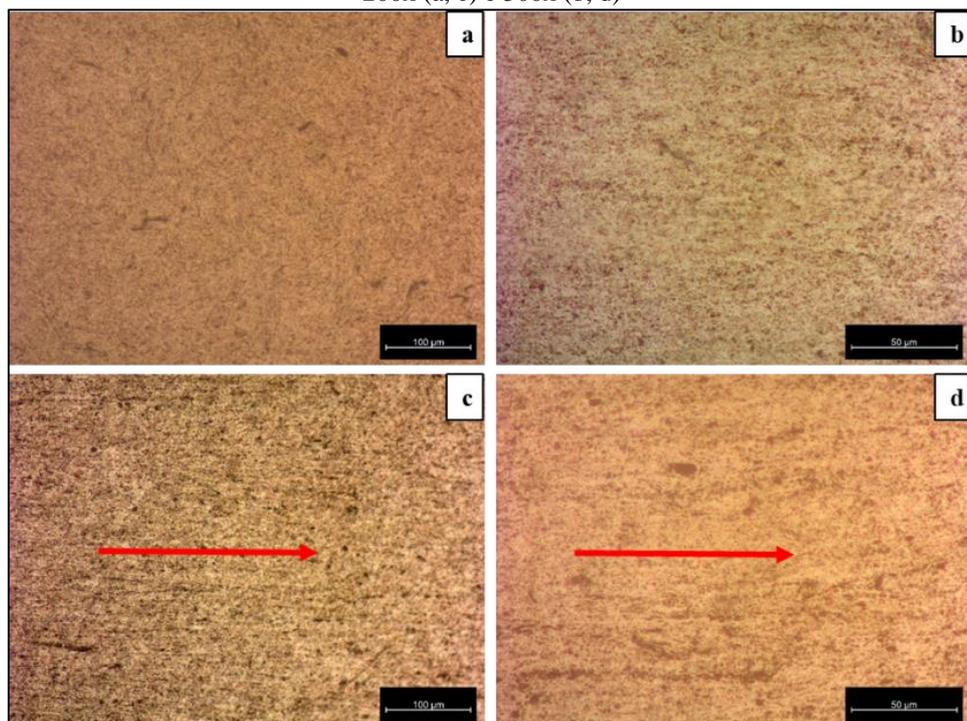
### 5.2.1.2 Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Al}_2\text{O}_3$

As micrografias obtidas por MO dos consolidados reforçados com 10%, 15% e 20% de alumina, estão apresentadas nas Figuras 56 a 58.

Como o pó utilizado na fabricação dessas amostras passou por uma moagem de 2 horas, foi possível observar que as micrografias apresentam semelhança com a micrografia da amostra do consolidado AA2. Ou seja, foi observada uma redução na porosidade da amostra e na sessão longitudinal foi observado o alinhamento do reforço com a direção de extrusão, do mesmo modo que descrito por Jin et al. (2011). As setas vermelhas nas Figuras 56 a 58 indicam a direção de extrusão. Também foi observado na seção longitudinal a estrutura em camadas, assim como na amostra AA2.

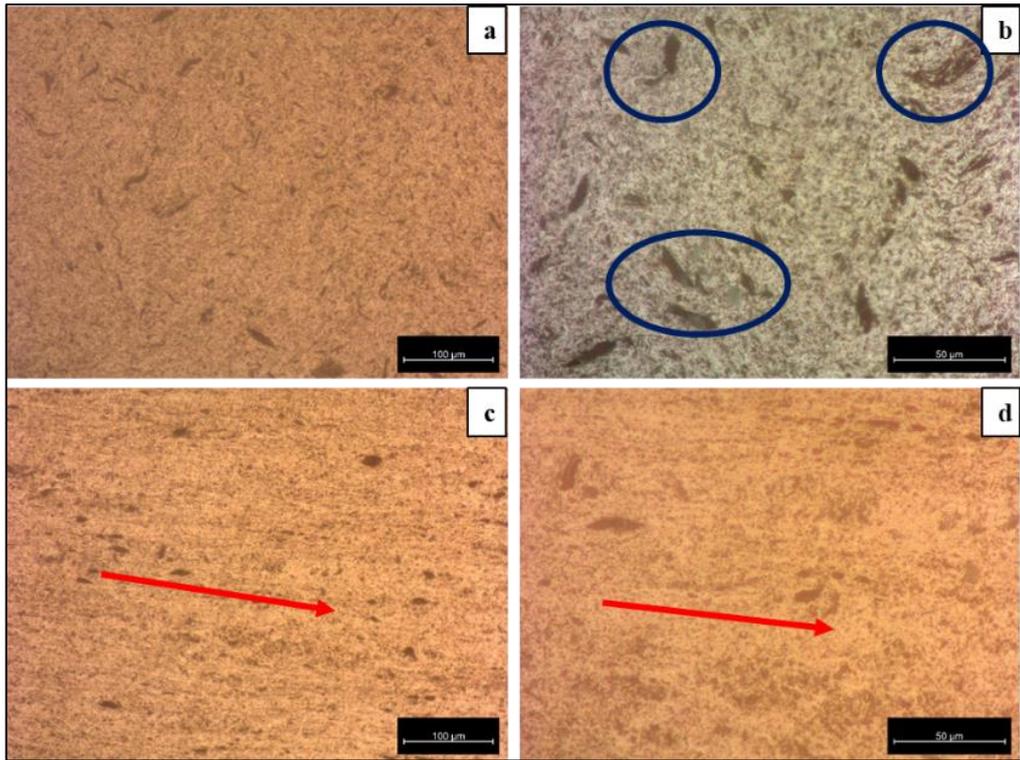
Foi possível observar que a medida que o teor de reforço aumenta, aumenta a distribuição do reforço na matriz. Porém essa distribuição não se dá de forma totalmente uniforme, pois houve formação de aglomerados, indicados pelos círculos azuis. De forma semelhante Reddy et al. (2017), identificaram que um compósito de liga de alumínio reforçado com alumina não apresentou uma distribuição uniforme da fase reforço pois houve formação de alguns aglomerados da fase reforço.

Figura 56 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



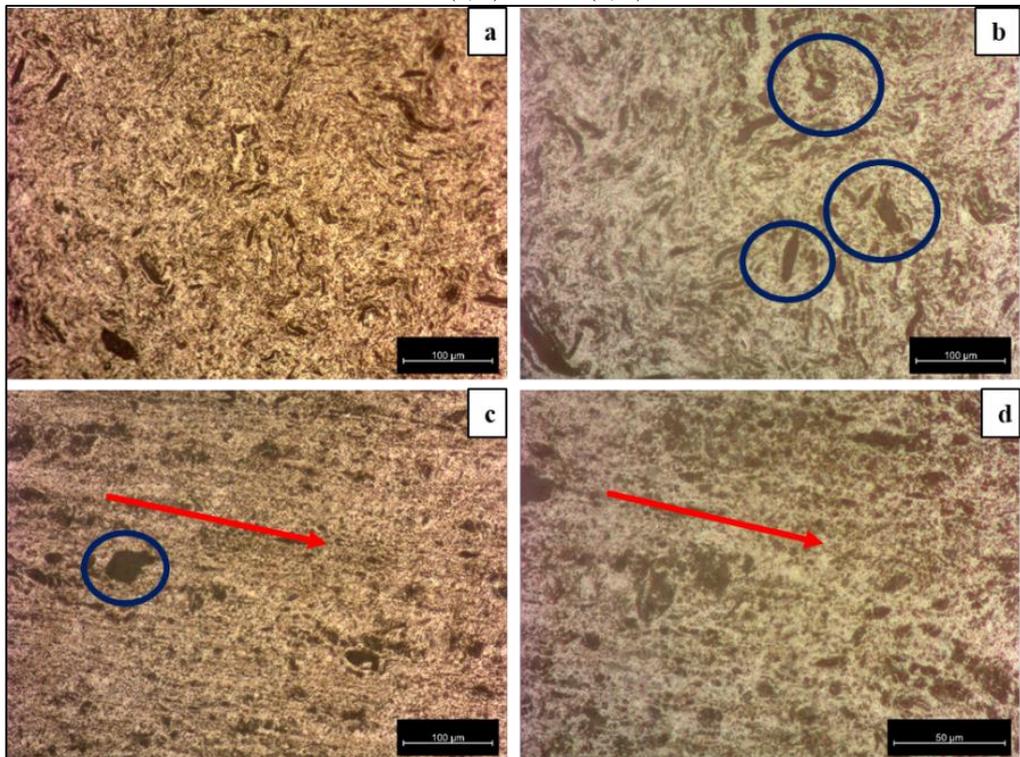
Fonte: O autor, 2020

Figura 57 – Imagens obtidas por MO da amostra 15Al2O3 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

Figura 58 – Imagens obtidas por MO da amostra 20Al2O3 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

### 5.2.1.3 Consolidados da liga AA6061 reforçado com SiC

As Figuras 59 a 61 mostram as micrografias das amostras reforçadas com 10%, 15% e 20% de carboneto de silício, após extrusão.

Inicialmente foi possível observar que em todos os compósitos reforçados com SiC houve o alinhamento das partículas de reforço com a direção de extrusão, conforme indicado pelas setas vermelhas. Jin et al. (2011) observaram que após a extrusão de uma liga de alumínio reforçada com SiC houve a diminuição na porosidade e a tendência de alinhamento das partículas de reforço com a direção de extrusão. De forma semelhante, a amostra AA2, em relação à amostra AA0, apresentou redução da porosidade da amostra.

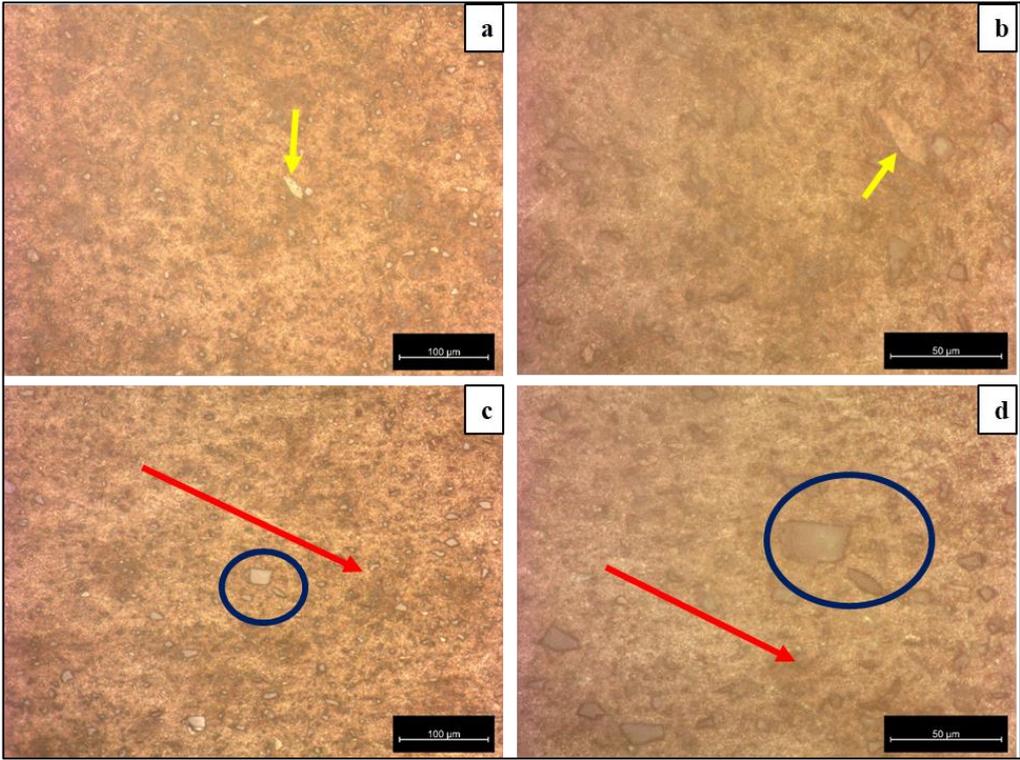
Em relação à dispersão da fase reforço na matriz, as amostras reforçadas com SiC obtiveram uma dispersão mais uniforme que as apresentadas pelas amostras reforçadas com alumina, uma vez que não houve a ocorrência de aglomerados. Araújo (2011) verificou que em amostras sinterizadas da liga AA6061 reforçadas com SiC houve a ocorrência de aglomerados do reforço. Em contra partida Jin et al. (2011) verificaram que a extrusão promove uma distribuição mais homogênea do reforço na matriz. Logo, pode ser comprovada que para compósitos reforçados com carboneto de silício o uso da extrusão a quente é mais eficiente no que diz respeito a distribuição do reforço na matriz.

Sun et al. (2011) verificaram que o tamanho de partícula também influencia na distribuição do reforço na matriz. À medida que o tamanho de partícula da fase reforço aumenta a distribuição de partícula fica mais homogênea.

Como já foi discutido no tópico 5.1, o tempo de moagem usado foi pouco no que se refere ao tamanho de partícula. Contudo, as partículas de reforço de maior tamanho contribuíram para uma dispersão mais uniforme da fase reforço na matriz. Sun et al. (2011) explicaram que esse fato se dá quando a relação entre o tamanho de partícula da fase matriz e da fase reforço se aproxima da unidade. Como as partículas do pó matriz e da fase reforço atingiram tamanhos semelhantes, a distribuição do reforço na matriz foi mais uniforme.

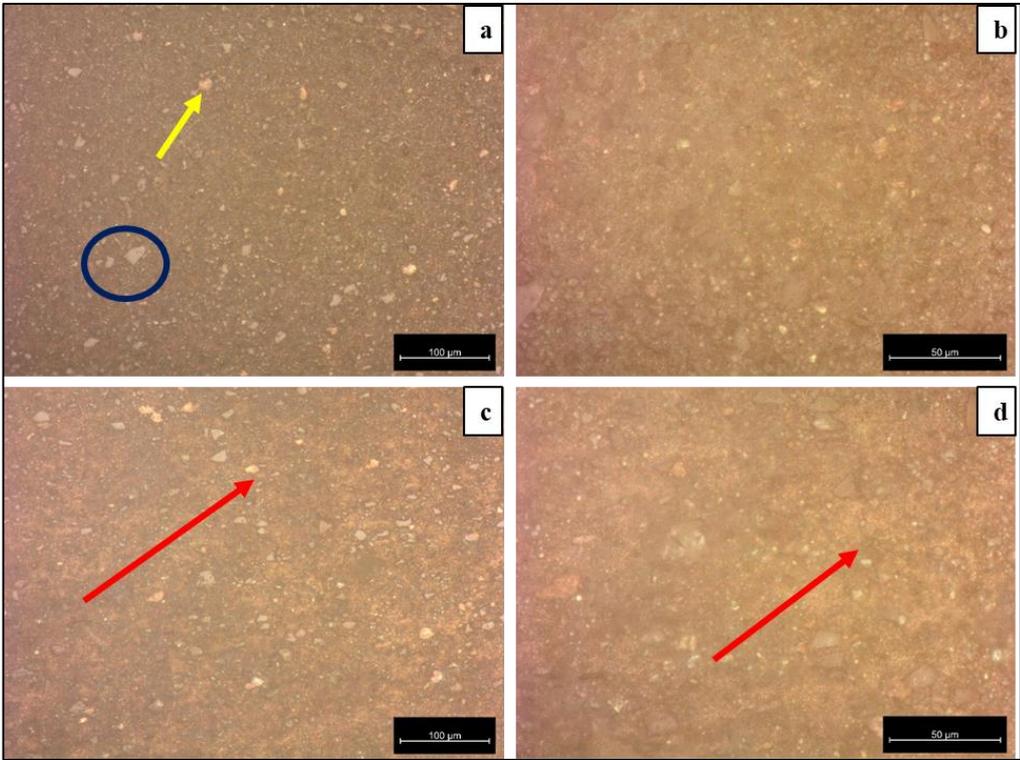
Nas Figuras 59 a 61 as partículas do SiC foram destacadas com um círculo azul, é possível observar que com o aumento do teor de reforço aumenta também a quantidade de partículas presente nas imagens, tanto na seção transversal quanto na seção longitudinal. Ainda foi possível observar a presença de partículas diferentes do SiC (destacadas com as setas amarelas), mais adiante essas partículas serão identificadas com o auxílio do MEV e do EDS.

Figura 59 – Imagens obtidas por MO da amostra 10SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



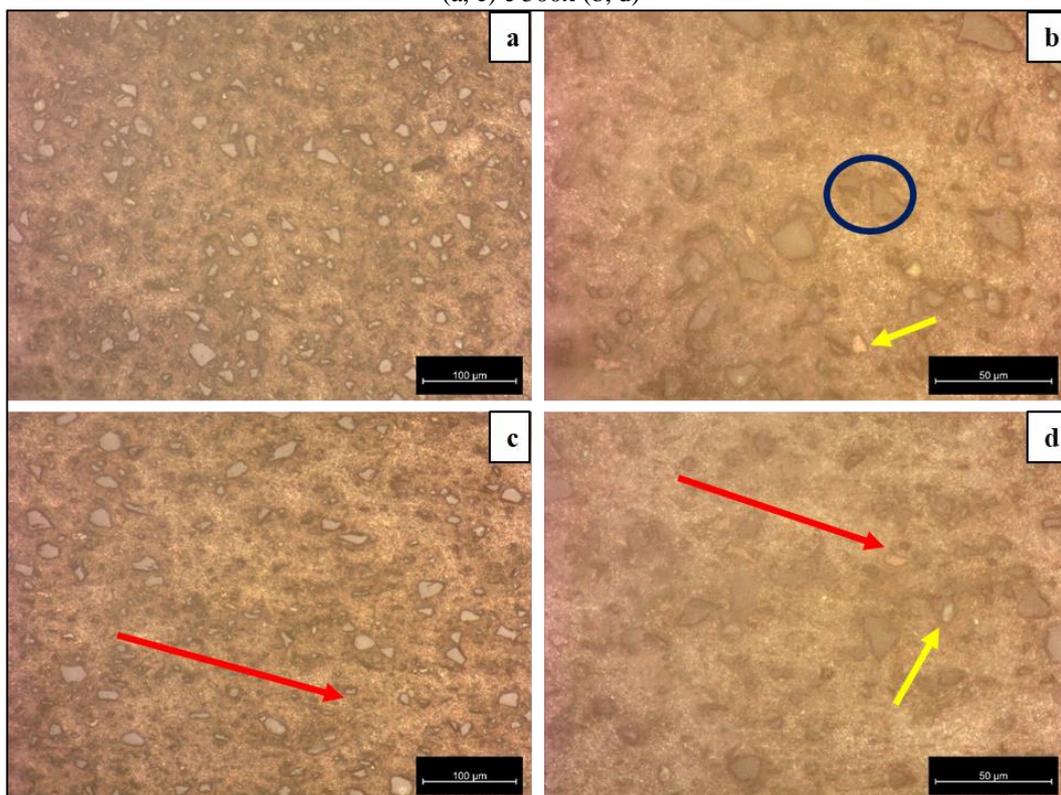
Fonte: O autor, 2020

Figura 60 – Imagens obtidas por MO da amostra 15SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

Figura 61 – Imagens obtidas por MO da amostra 20SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

#### 5.2.1.4 Consolidados da liga AA6061 reforçado com AlN

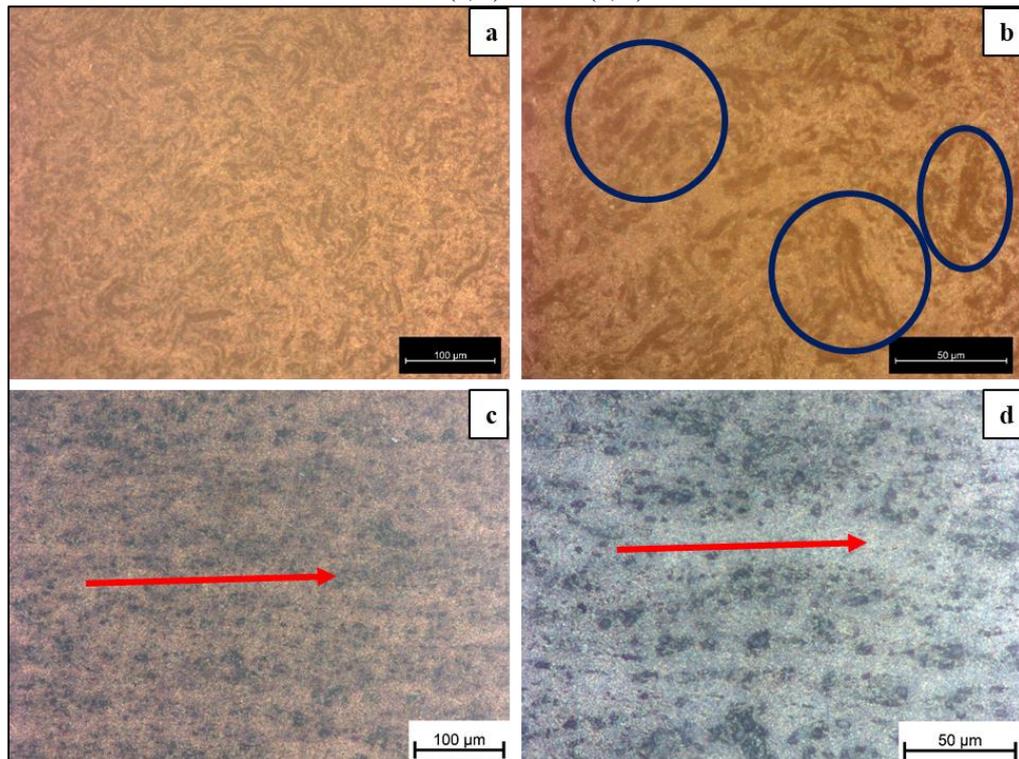
As micrografias dos compósitos de nitreto de alumínio após extrusão, estão apresentadas nas Figuras 62 a 64.

Assim como nos consolidados reforçados com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e SiC, a extrusão fez com que a fase reforço ficasse alinhada com a direção de extrusão, como pode ser observado nas seções longitudinais das amostras (a seta vermelha mostra a direção de extrusão).

Chen et al. (2016) verificaram que após a extrusão ocorre redução no tamanho das partículas do material e a fase reforço tende a se distribuir na região do contorno das partículas, ou seja, na região de junção entre duas partículas do pó. Ainda foi constatado que o reforço se orienta numa direção paralela à direção de extrusão.

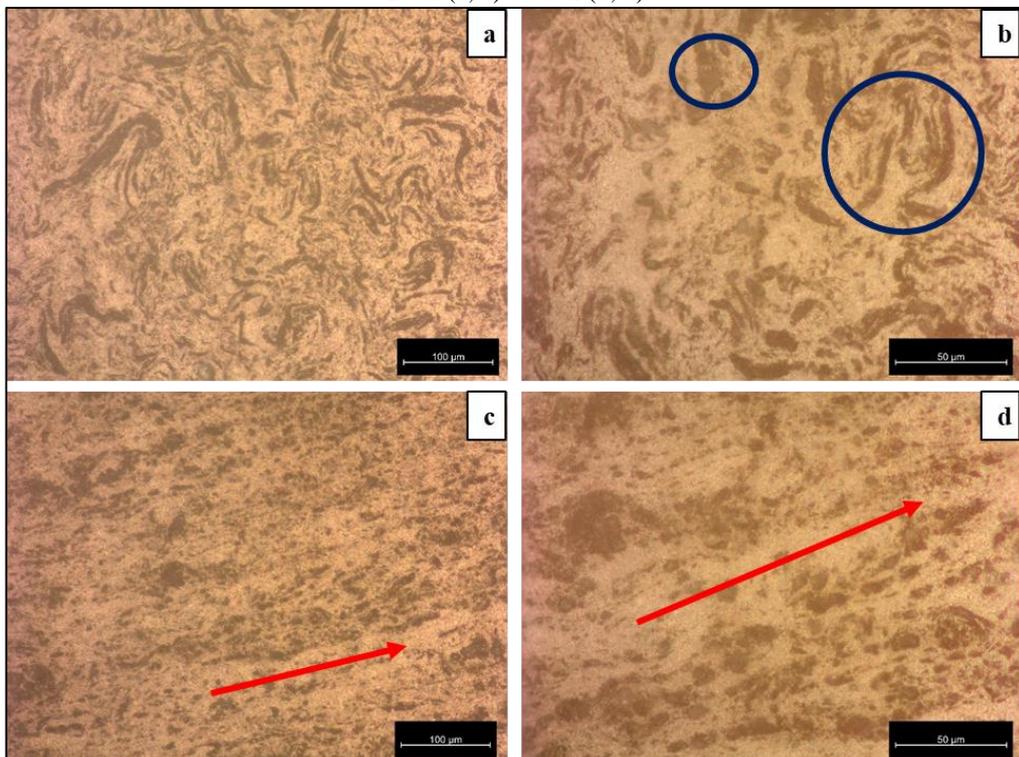
Houve uma distribuição relativamente uniforme, porém com a ocorrência de alguns aglomerados (destacados pelo círculo azul nas Figuras 62 a 64). Segundo Subramanian et al. (2015) o acúmulo de reforço na região de ligação das amostras pode causar degradação das propriedades mecânicas, uma vez que esse acúmulo causa descontinuidade na interface matriz reforço, prejudicando a transferência de tensão da matriz para o reforço.

Figura 62 – Imagens obtidas por MO da amostra 10AIN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



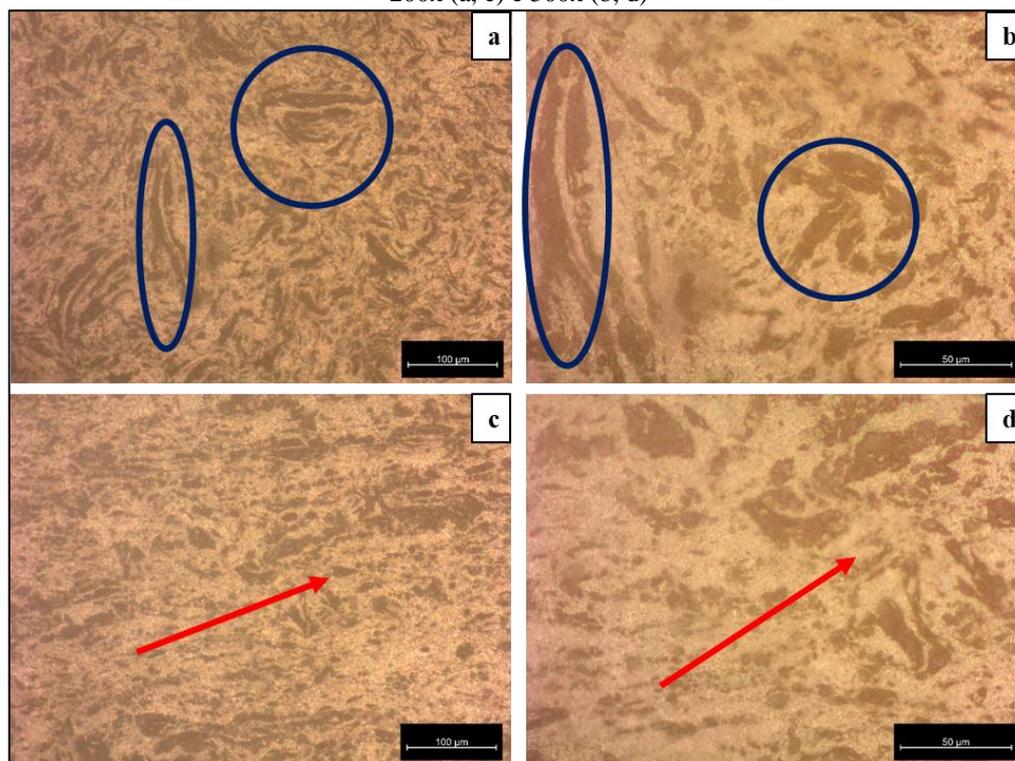
Fonte: O autor, 2020

Figura 63 – Imagens obtidas por MO da amostra 15AIN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

Figura 64 – Imagens obtidas por MO da amostra 20AlN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

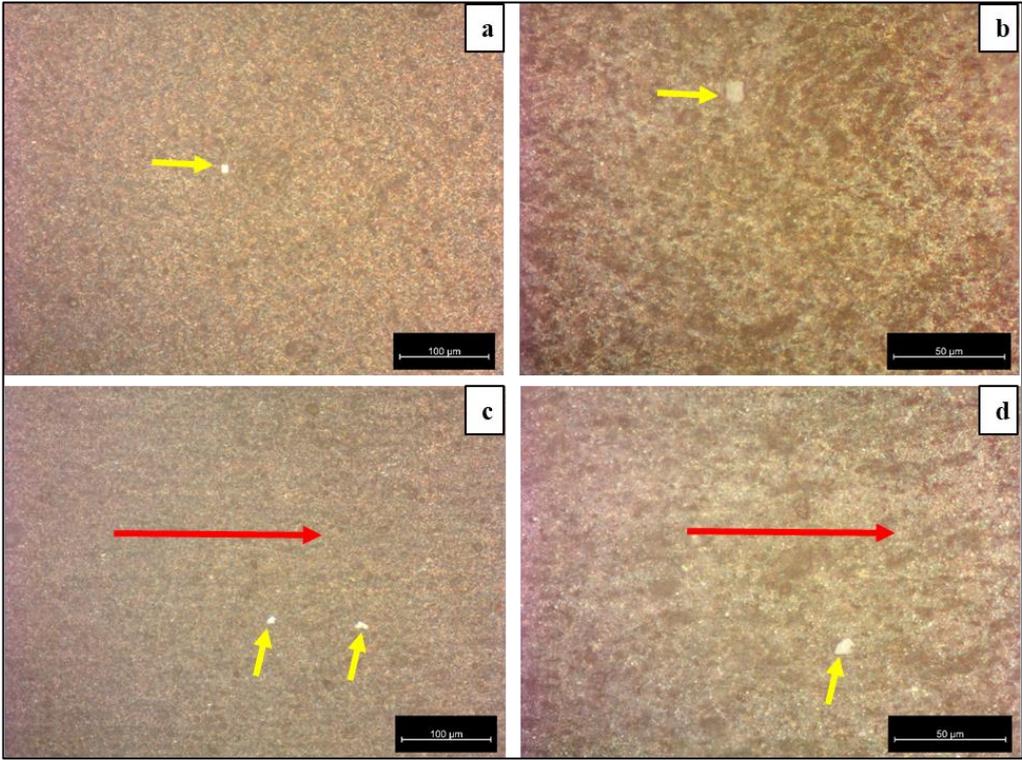
#### 5.2.1.5 Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Si}_3\text{N}_4$

As imagens obtidas por MO das amostras dos consolidados reforçados com 10%, 15% e 20% de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  estão apresentadas nas Figuras 65 a 67.

Assim como nas demais amostras, o reforço de nitreto de silício assumiu uma direção paralela a direção de extrusão, indicada pelas setas vermelhas nas seções longitudinais. Zhang et al. (2019) verificaram que um compósito de alumínio reforçado com whiskers de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , estes foram direcionados numa direção paralela à direção de extrusão. Parveen et al. (2019) verificaram que ao realizar a extrusão nos compósitos de liga de alumínio reforçados com  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ocorreu uma melhor distribuição do reforço na matriz.

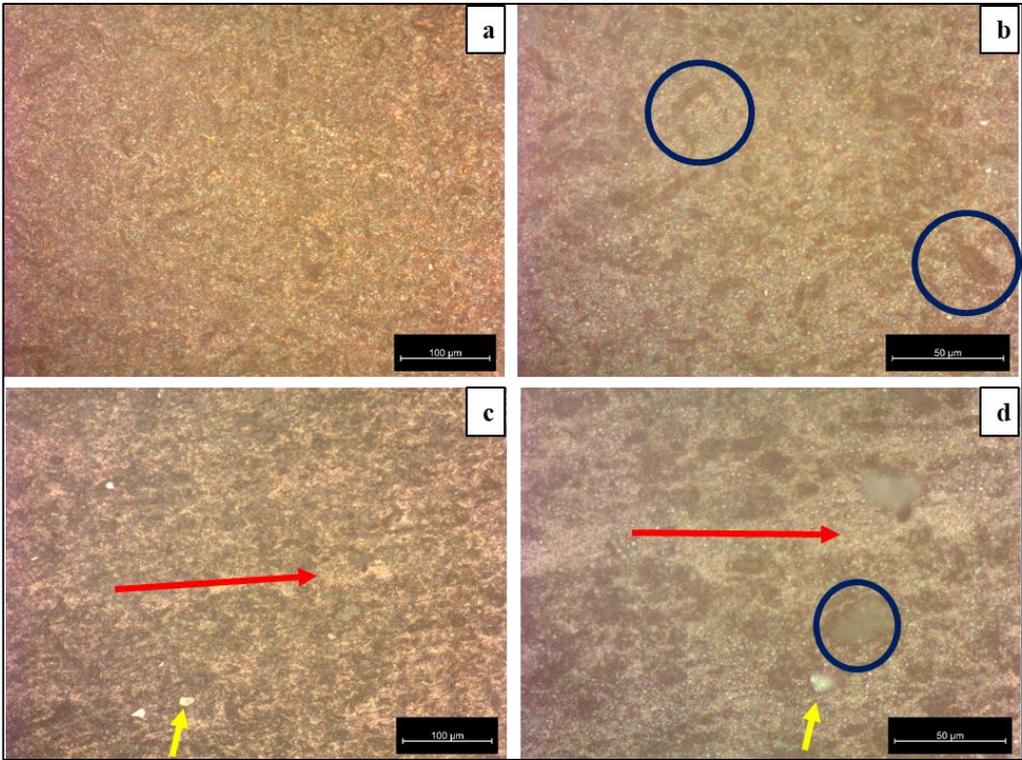
Foi possível observar que o compósito com 10% de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  obteve uma dispersão mais uniforme do reforço na matriz. As amostras com 15% e 20% de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , apesar de apresentarem uma distribuição quase uniforme, ainda apresentaram alguns aglomerados do reforço (destacados com círculos azuis). Parveen et al. (2019) observaram que a adição de 20% de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  pode causar a fragilização da ligação das partículas do pós. Ainda foram identificadas partículas mais claras (indicadas por setas amarelas) que são impurezas provenientes do processo de moagem.

Figura 65 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



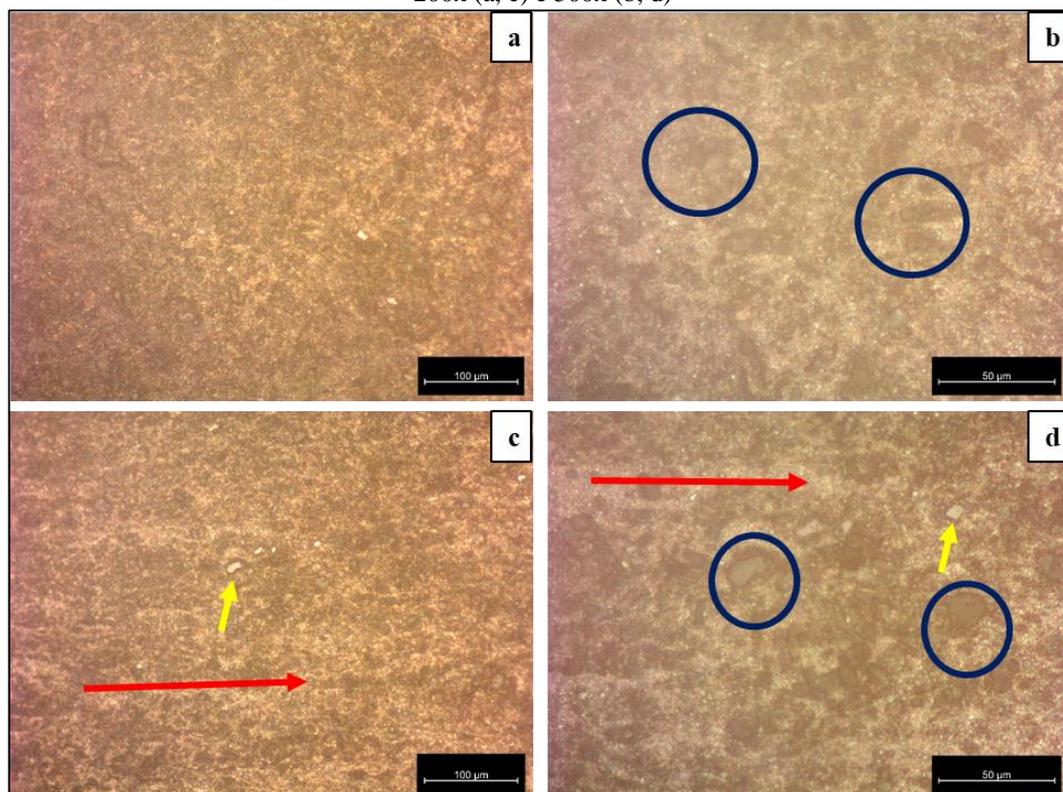
Fonte: O autor, 2020

Figura 66 – Imagens obtidas por MO da amostra 15Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

Figura 67 – Imagens obtidas por MO da amostra 10Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d); 200x (a, c) e 500x (b, d)



Fonte: O autor, 2020

## 5.2.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

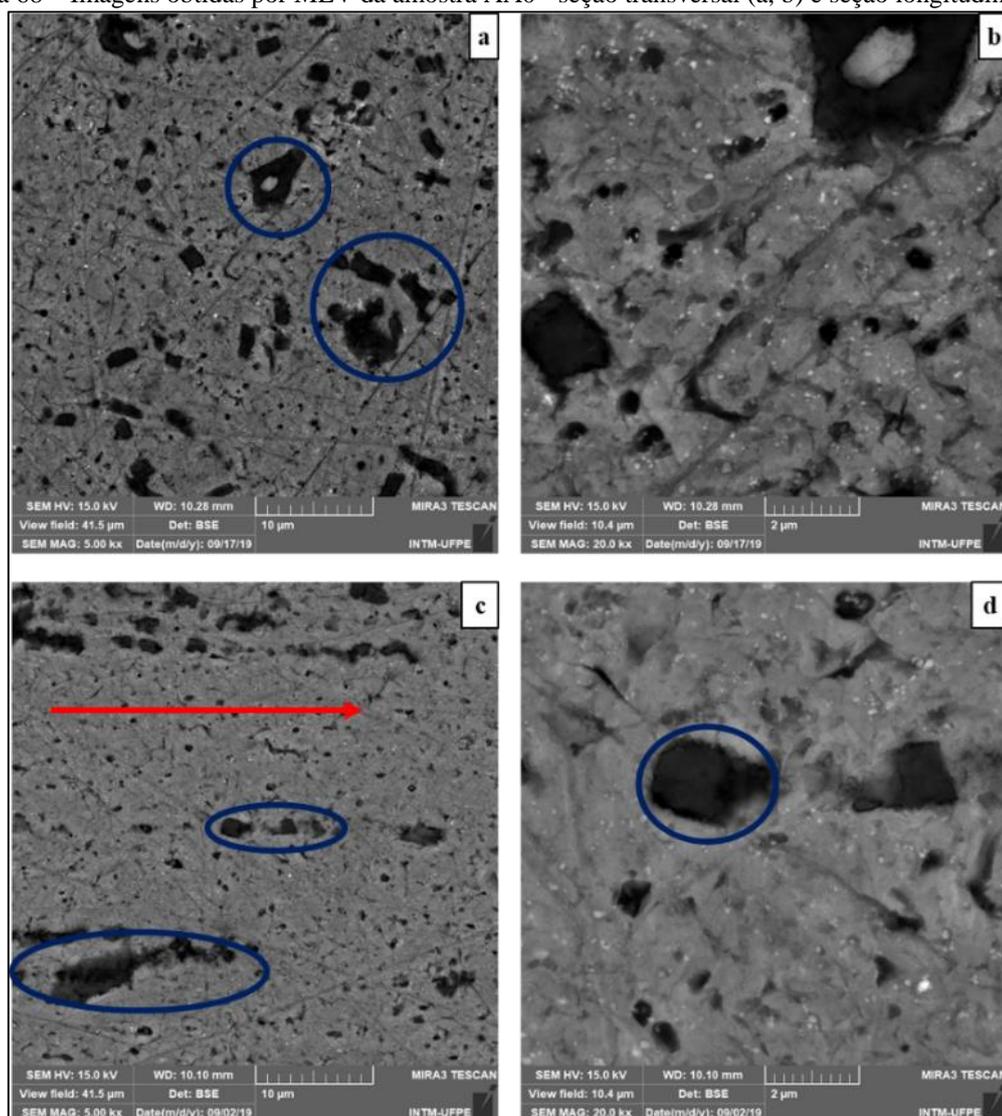
O objetivo de realizar o MEV nas amostras extrudadas foi confirmar as observações feitas com as análises do MO e realizar o EDS afim de confirmar as composições das amostras e analisar a natureza das partículas observadas na microscopia ótica.

### 5.2.2.1 Consolidados da liga AA6061 sem reforço

Na Figura 68 estão apresentadas as imagens obtidas por MEV da amostra AA0. Foi possível confirmar que mesmo após a extrusão a amostra ficou muito porosa (poros destacados com o círculo azul).

Embora Jin et al. (2011) tenham verificado uma redução parcial na porosidade após a extrusão, o pó usado na fabricação da amostra AA0 não passou pela moagem de alta energia e também a camada superficial de óxido dificulta a união das partículas do pó. Por isso a ocorre mais porosidade nesta amostra (círculos azuis).

Figura 68 – Imagens obtidas por MEV da amostra AA0 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



Fonte: O autor, 2020

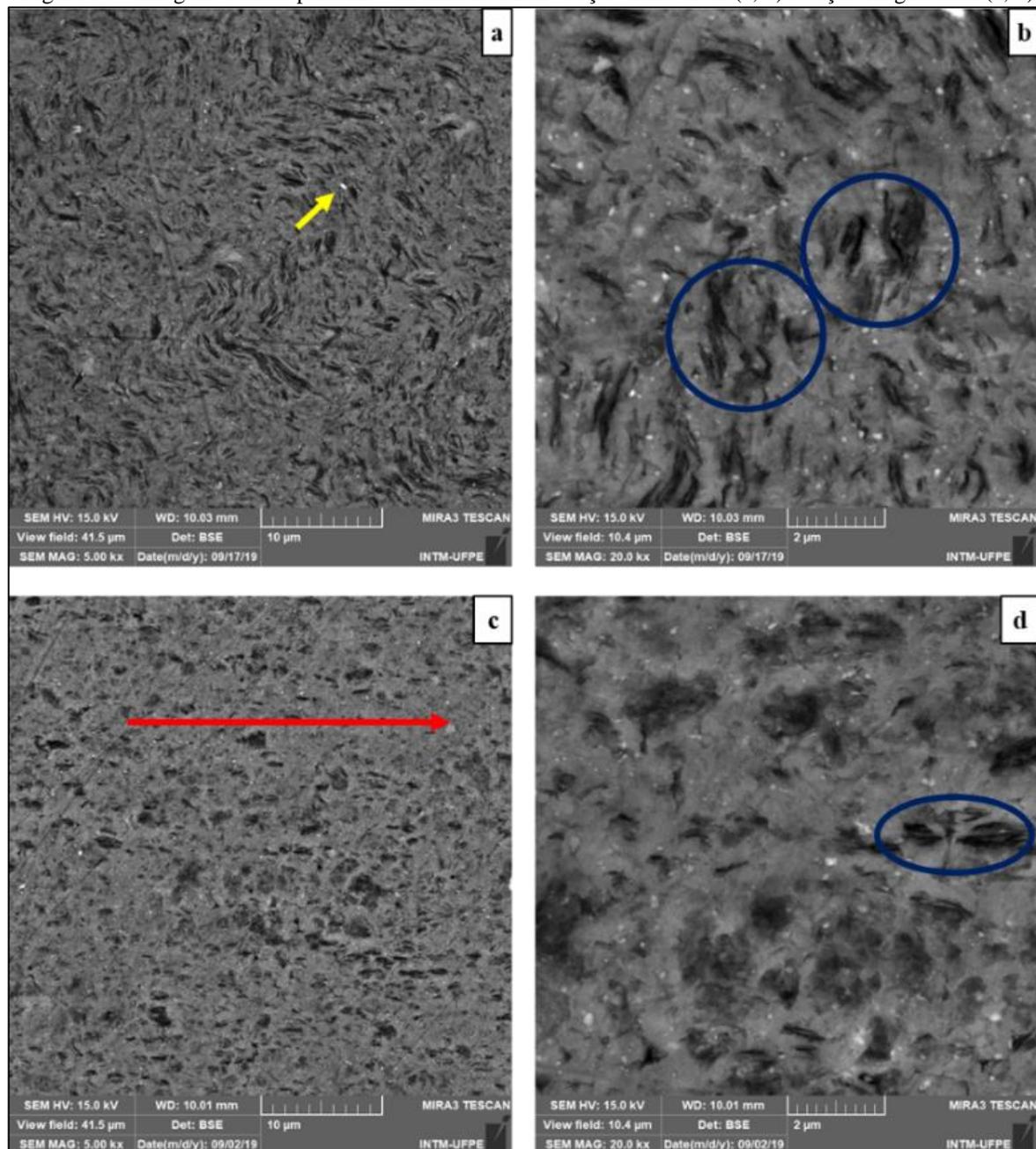
Ainda foi possível confirmar o alinhamento da porosidade, na seção longitudinal, com a direção de extrusão.

Na Figura 69 são apresentadas as micrografias da amostra AA2. Observa-se que a porosidade na amostra diminui em comparação à amostra AA0, contudo ainda existe um pouco de porosidade na amostra. Esta porosidade remanescente é devido à morfologia das partículas do pó usado na fabricação da amostra AA2. Como já foi comentado, um tempo de 2 horas de moagem foi insuficiente, pois não causa um refino no tamanho de partícula e ainda formam partículas laminares, que não tem boa densificação, fazendo com que a estrutura do consolidado fique porosa. Nas Figuras 68 e 69 as setas vermelhas indicam a direção de extrusão.

Também foram observadas pequenas partículas na estrutura do material, indicada pela seta amarela. Foi então feito um EDS pontual para melhor analisar essas partículas. A Figura

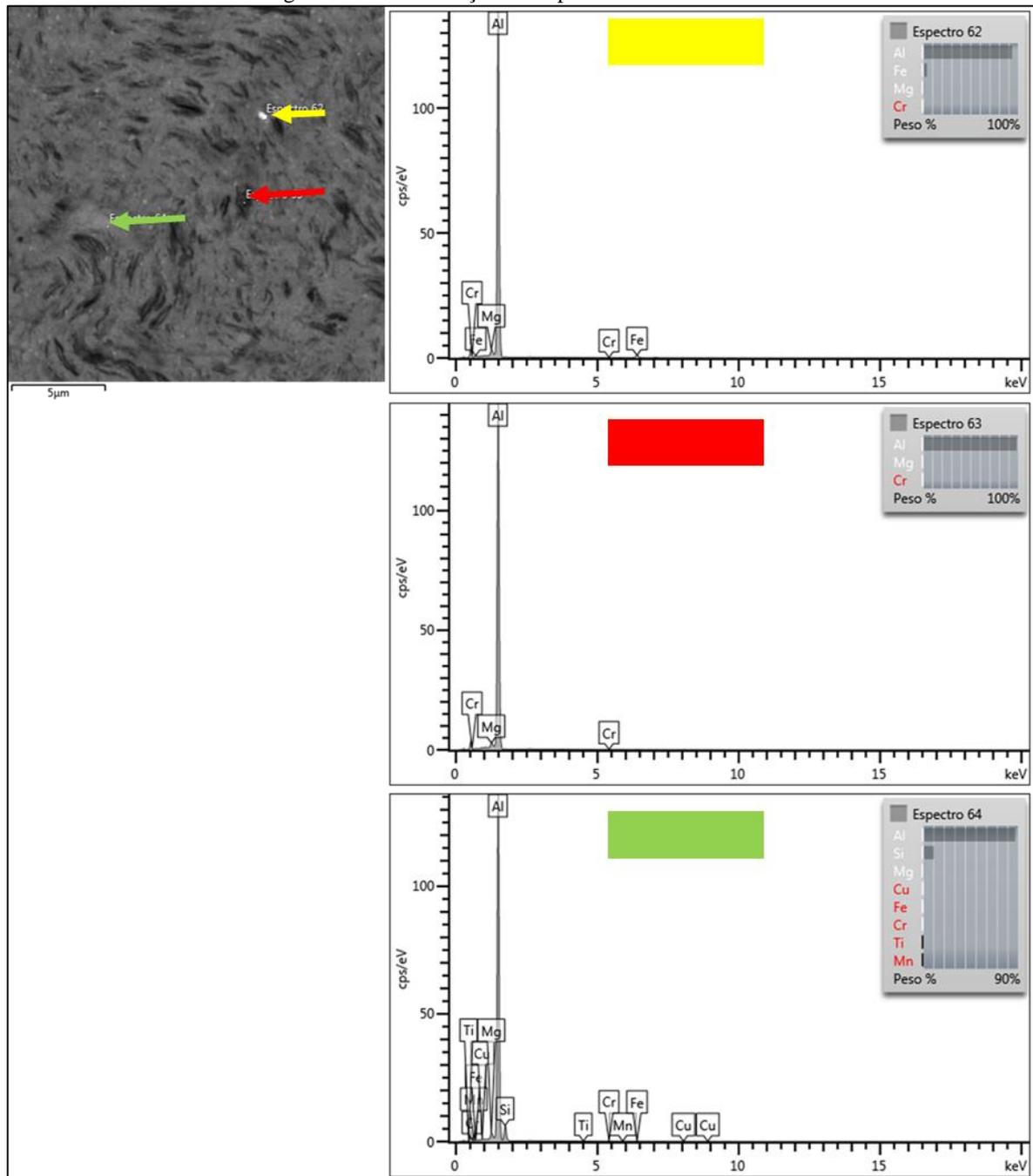
70 mostra o resultado do EDS realizado e foi constatado que essas partículas são impurezas provenientes do processo de moagem, desgaste da jarra e/ou das esferas usadas na moagem, uma vez que são fases ricas em ferro e cromo. A seta vermelha indica uma região que representa uma porosidade na estrutura do extrudado e a seta verde indica a matriz, pois o EDS apresentou o elementos da composição da liga AA6061.

Figura 69 – Imagens obtidas por MEV da amostra AA2 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



Fonte: O autor, 2020

Figura 70 – Identificação de impureza na amostra AA2



Fonte: O autor, 2020

### 5.2.2.2 Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Al}_2\text{O}_3$

Nas Figuras 71 a 73 estão representadas as micrografias obtidas por MEV das amostras reforçadas com 10%, 15% e 20% de alumina.

É possível observar que com o aumento do teor de reforço ocorre o aumento do acúmulo de alumina na estrutura das amostras. Foi confirmado o fato da alumina tender a formar aglomerados na zona de união entre as partículas, podendo causar degradação das propriedades mecânicas do material.

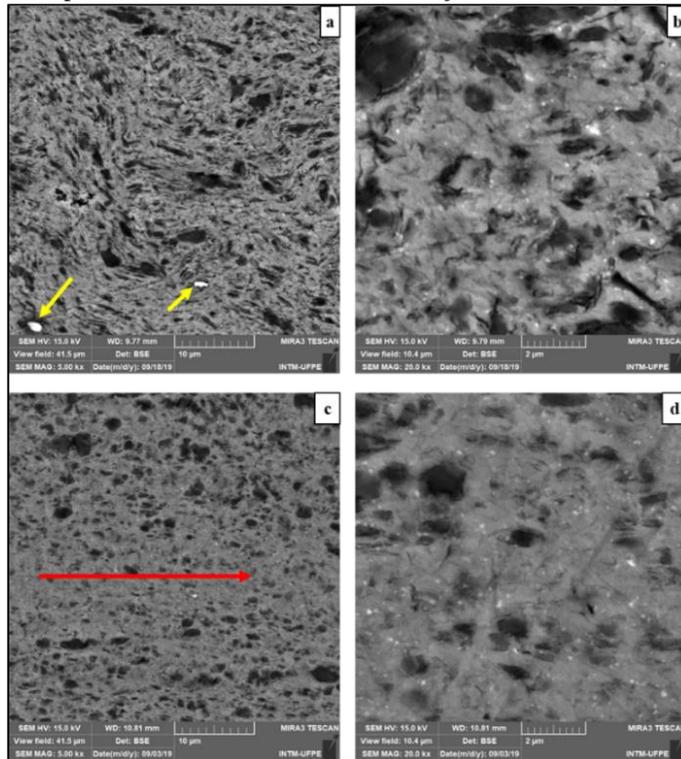
Como o pó das amostras reforçadas com alumina sofreram 2 horas de moagem, a microestrutura se assemelha a da amostra AA2. Ainda com porosidade remanescente, porém com alumina preenchendo a maioria dos poros que existiam, assim como foi verificado por Reddy et al. (2017).

Na seção longitudinal também foi identificado o alinhamento do reforço com a direção de extrusão (direção de extrusão indicada pela seta vermelha). Em algumas micrografias foram identificadas pequenas partículas (indicadas pelas setas amarelas). Foi então realizado o EDS nas amostras para melhor identificação da natureza dos constituintes da micrografia.

Pelas micrografias foi identificado que com o aumento do teor de reforço, a alumina tendeu a se aglomerar e a sua dispersão na matriz se apresentou de maneira menos homogênea. Foi então feito um EDS em mapa das amostras que comprovaram esta observação. Na Figura 74 é possível observar que a amostra  $10\text{Al}_2\text{O}_3$  tem uma boa dispersão do reforço na matriz, contudo as amostras  $15\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $20\text{Al}_2\text{O}_3$  passam a apresentar uma dispersão menos homogênea com a formação de alguns aglomerados em sua estrutura.

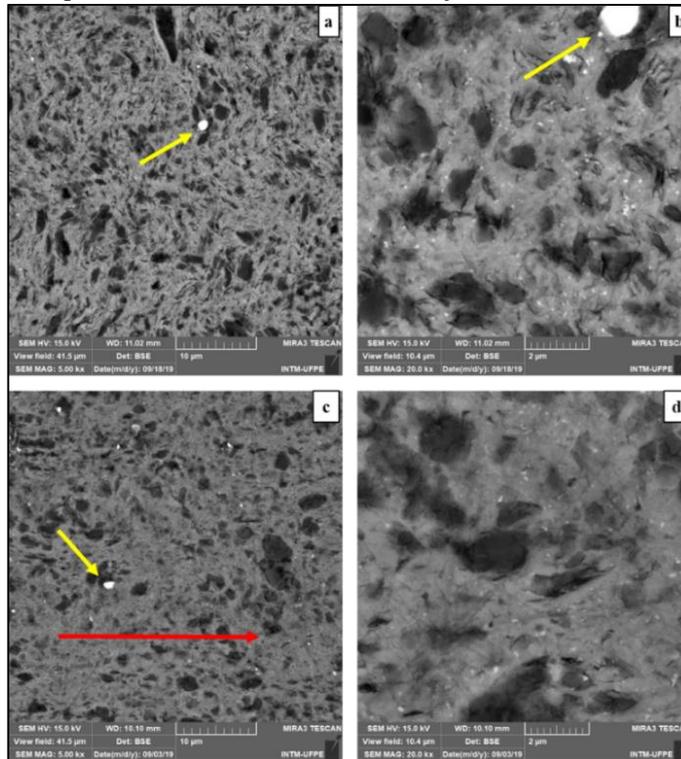
A Figura 75 mostra o resultado do EDS realizado na amostra  $20\text{Al}_2\text{O}_3$ . Onde foi feito o estudo de quatro pontos distintos na amostra. Inicialmente foi realizada a análise do ponto representado pela seta amarela (partícula branca), onde foi encontrada uma partícula rica em Fe, Cr e Ni, ou seja, trata-se de uma impureza proveniente do desgaste da jarra utilizada na moagem. A seta vermelha representa a análise das manchas escuras (pretas) nas imagens, foi encontrada uma concentração grande Al e O nessas áreas da amostra, indicando assim os locais de concentração de alumina. A seta verde por sua vez representa a análise feita na área cinza claro, que foi identificada como sendo a matriz da liga AA6061. Vale salientar que nas amostras  $10\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $15\text{Al}_2\text{O}_3$  as partículas brancas também representam impurezas provenientes da moagem, as áreas escuras são os locais de concentração de alumina e a área cinza claro é a matriz da liga AA6061.

Figura 71 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



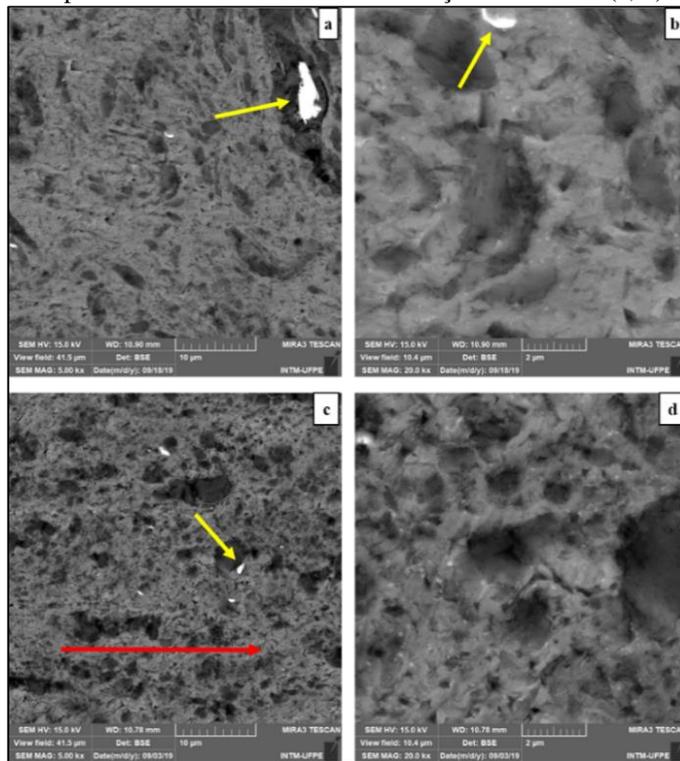
Fonte: O autor, 2020

Figura 72 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



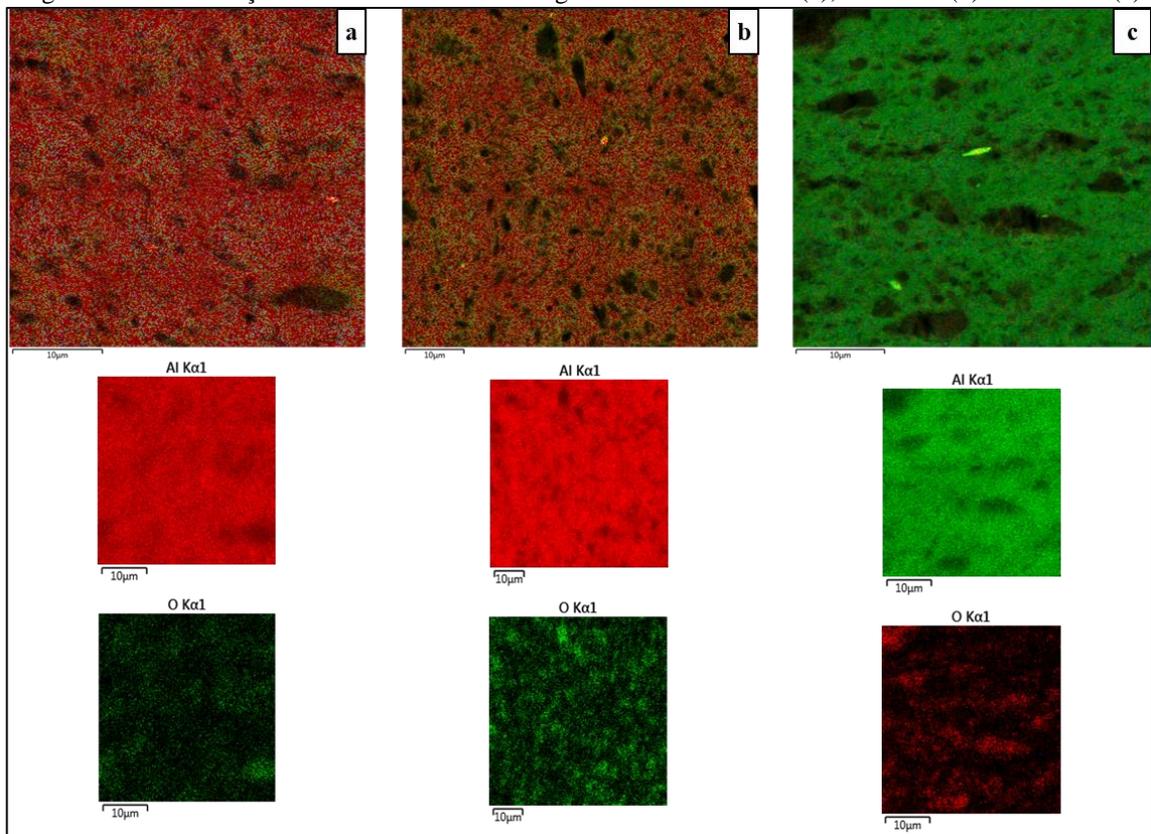
Fonte: O autor, 2020

Figura 73 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20Al2O3 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



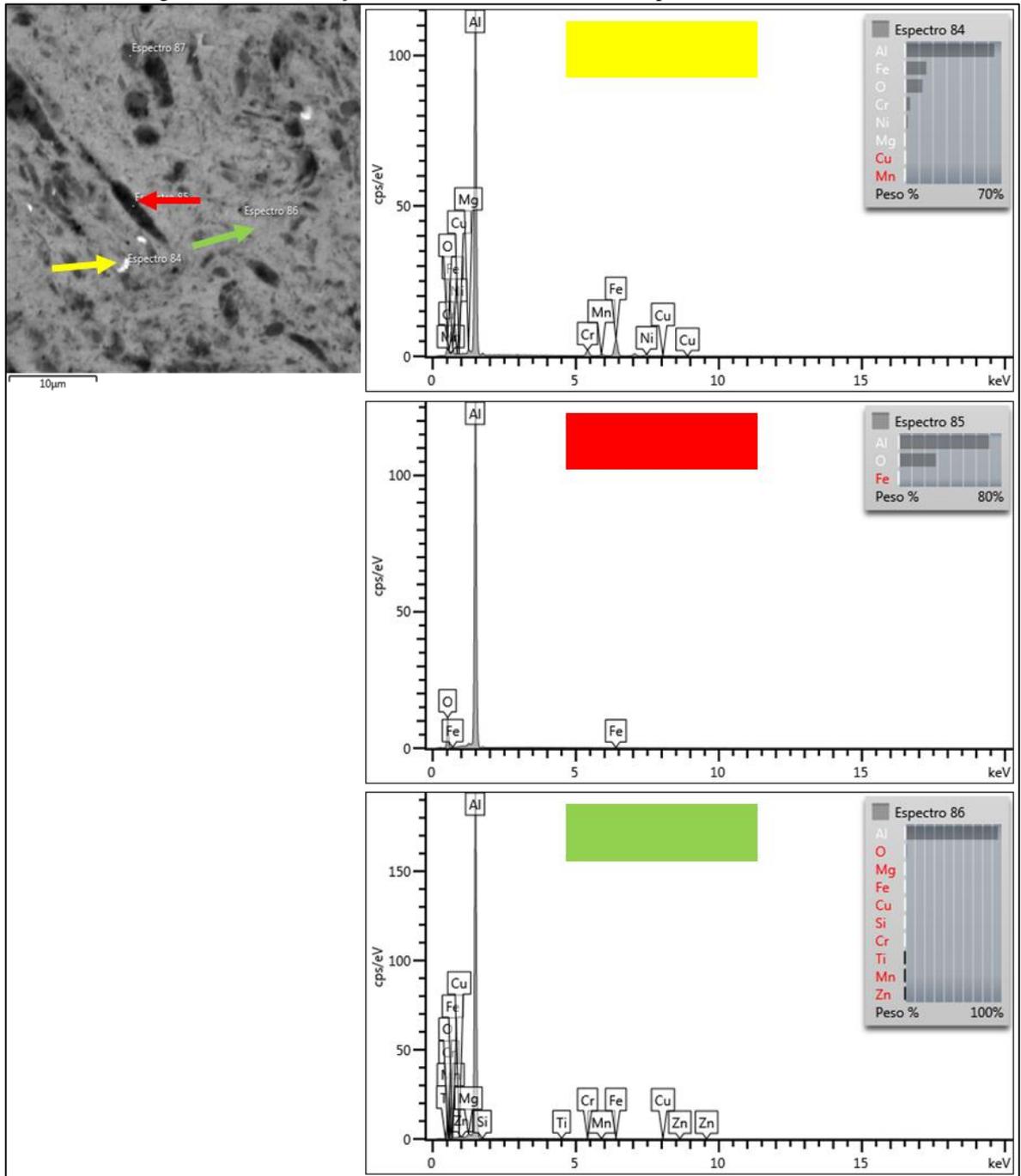
Fonte: O autor, 2020

Figura 74 – Distribuição de Al2O3 na matriz da liga AA6061: 10Al2O3 (a), 15Al2O3 (b) e 20Al2O3 (c)



Fonte: O autor, 2020

Figura 75 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + Al2O3



Fonte: O autor, 2020

### 5.2.2.3 Consolidados da liga AA6061 reforçado com SiC

As Figuras 76 a 78 apresentam as micrografias das amostras reforçadas com 10%, 15% e 20% de carboneto de silício.

Como foi visto na microscopia ótica, a porosidade nas amostras reforçadas com SiC teve uma redução pois, como havia dito Sun et al. (2011), quando a relação entre os tamanhos de partículas do pó da matriz com o reforço se aproxima da unidade ocorre uma melhor dispersão da fase reforço na matriz e o número de poros é reduzido. Contudo ainda existem poros remanescentes na estrutura. Como pode ser visto nas micrografias com maior aumento, os poros coexistem na região de ligação entre a matriz e as partículas de reforço.

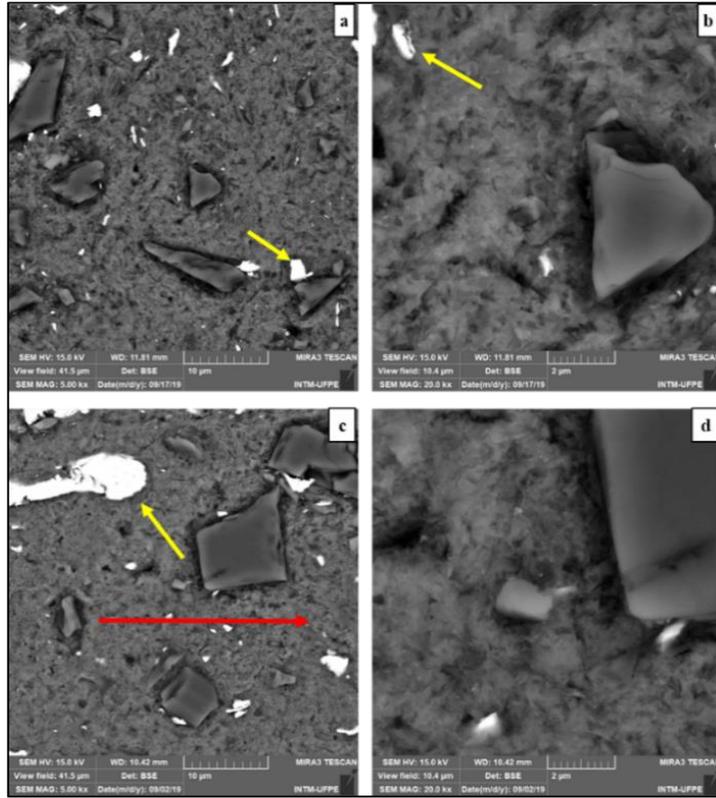
Esses poros fazem com que haja uma descontinuidade na ligação entre as partículas de reforço e a matriz, degradando assim as propriedades mecânicas do material.

Nos compósitos 15SiC e 20SiC foram observados que algumas partículas do reforço fraturaram após a extrusão, isto ocorre devido às elevadas forças de cisalhamento existentes no processo (Jin et al., 2011). São esses mesmos esforços que fazem com que o reforço fique alinhado com a direção de extrusão (indicada pela seta vermelha nas seções longitudinais).

Foi realizado também um EDS em mapa para analisar a homogeneidade da dispersão dos elementos e do reforço na matriz. Os resultados, Figura 79, mostraram que com a adição do SiC o silício presente na liga AA6061 difundiu na fase reforço, deixando a matriz empobrecida deste elemento.

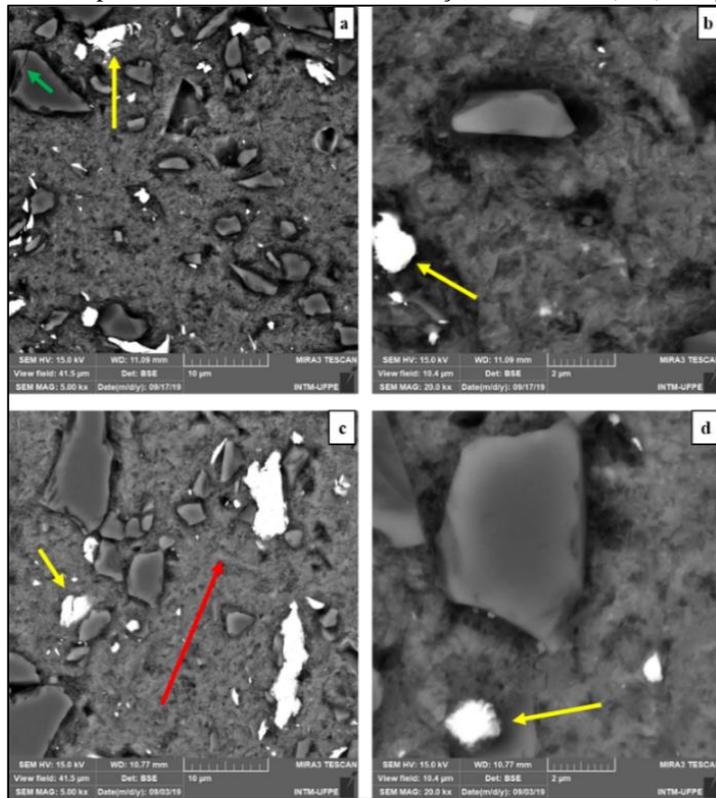
Ainda foram identificadas nas imagens pequenas 3 fases: uma fase numa tonalidade de cinza mais claro, outra fase numa tonalidade de cinza mais escuro e pequenas partículas brancas. Para identificação destas fases foi feito uma análise com auxílio do EDS. O resultado do EDS está exposto na Figura 80. Pelo resultado é possível constatar que: as partículas brancas (seta amarela) eram impurezas provenientes da moagem, as partículas cinza mais escuro (seta vermelha) eram as partículas do SiC, já a seta verde representa a análise realizada na região cinza mais claro que se trata da matriz da liga AA6061.

Figura 76 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



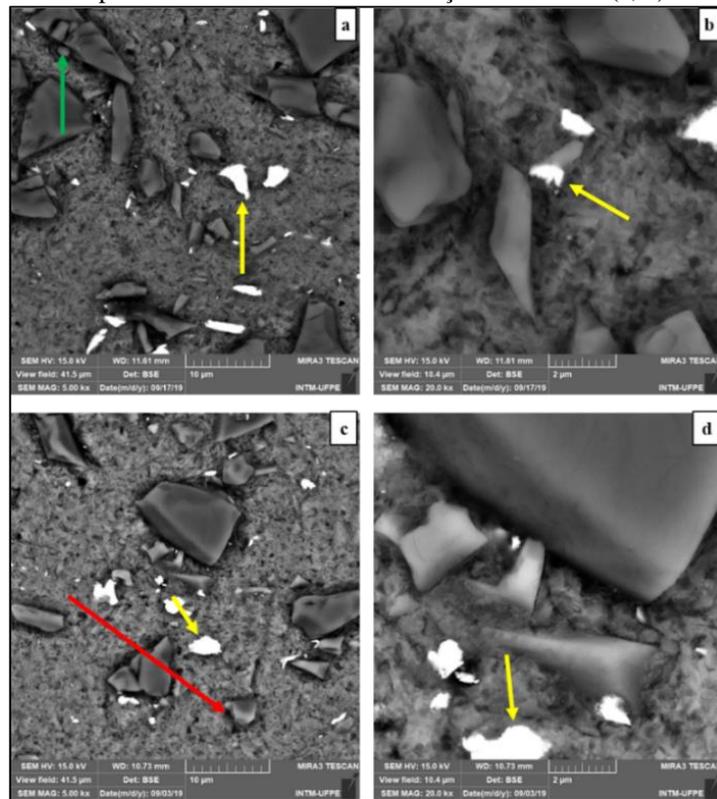
Fonte: O autor, 2020

Figura 77 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



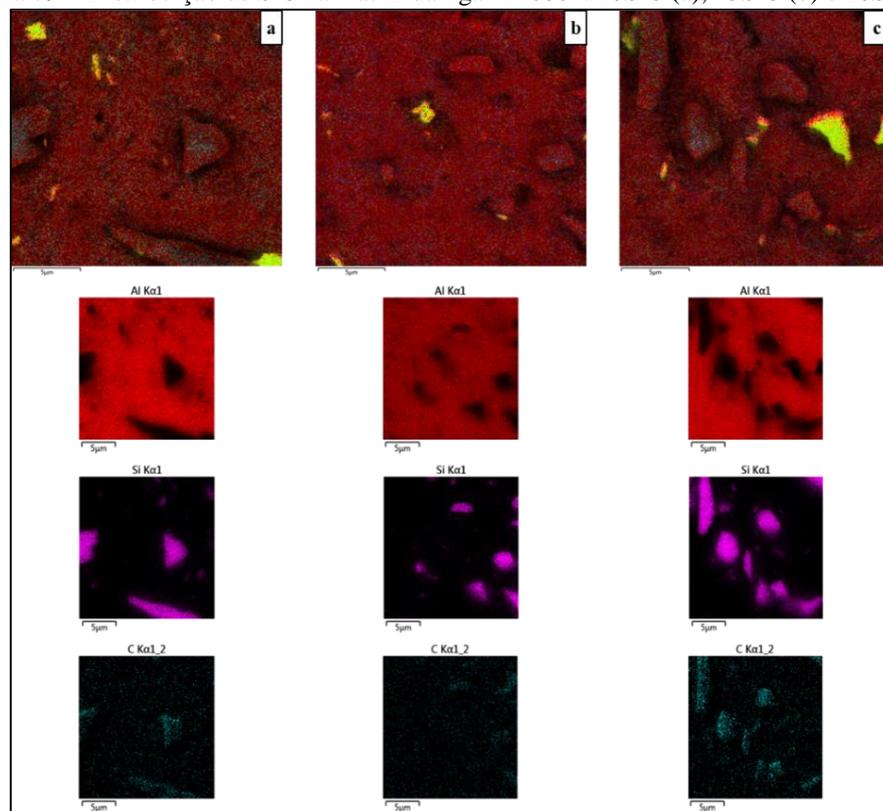
Fonte: O autor, 2020

Figura 78 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20SiC - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



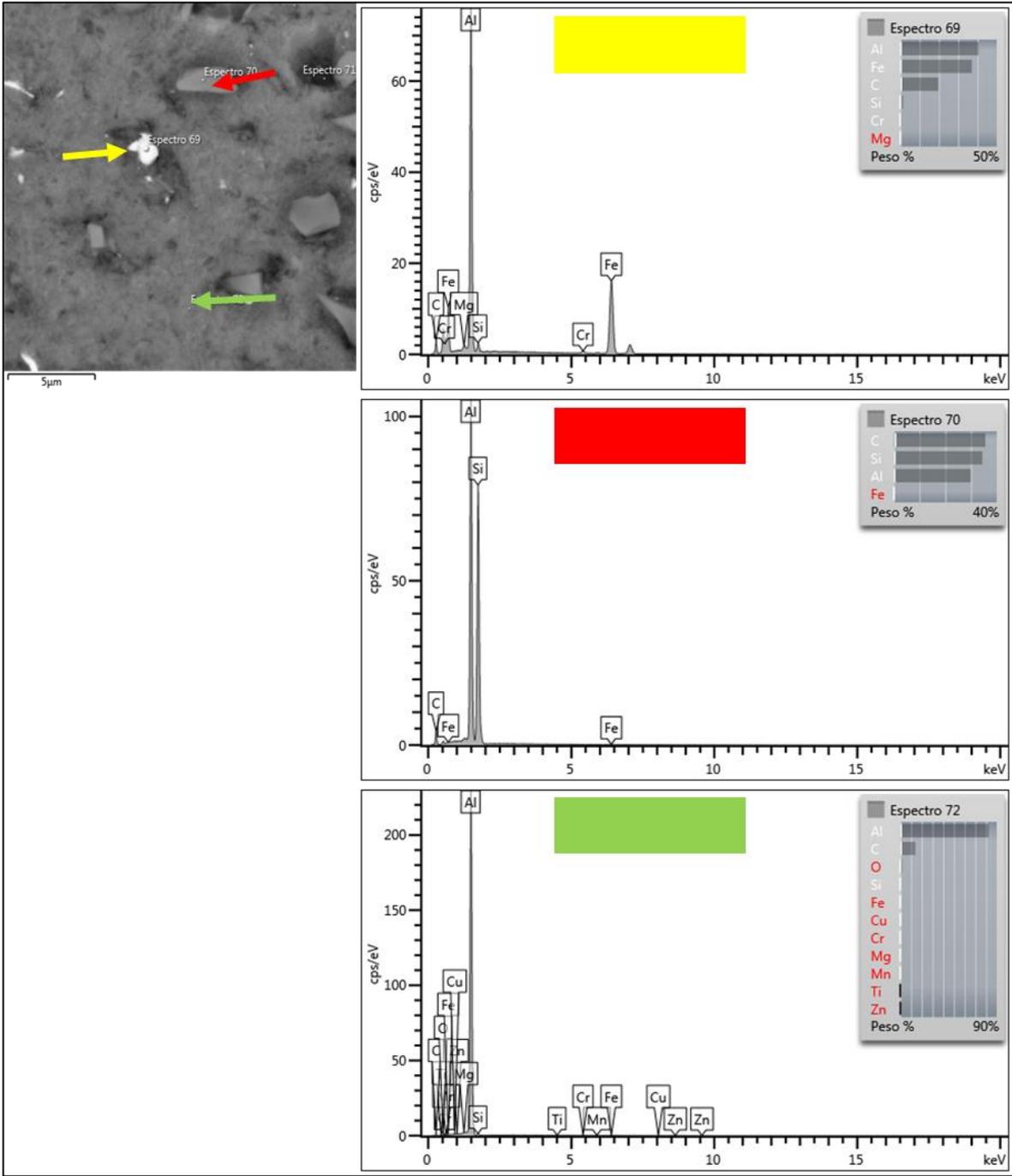
Fonte: O autor, 2020

Figura 79 – Distribuição de SiC na matriz da liga AA6061: 10SiC (a), 15SiC (b) e 20SiC (c)



Fonte: O autor, 2020

Figura 80 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + SiC



Fonte: O autor, 2020

#### 5.2.2.4 Consolidados da liga AA6061 reforçado com AlN

As micrografias obtidas por MEV dos consolidados reforçados com nitreto de alumínio estão apresentadas nas Figuras 81 a 83.

Assim como no caso das amostras reforçadas com alumina, o nitreto de alumínio teve uma tendência de formar aglomerados na região de ligação entre as partículas do pó matriz. Essa tendência causa uma degradação das propriedades mecânicas do material, pois cria zonas com falta de continuidade entre a matriz e o reforço. Foi constatado a presença de pequenas partículas no corpo do consolidado (indicados por setas amarelas)

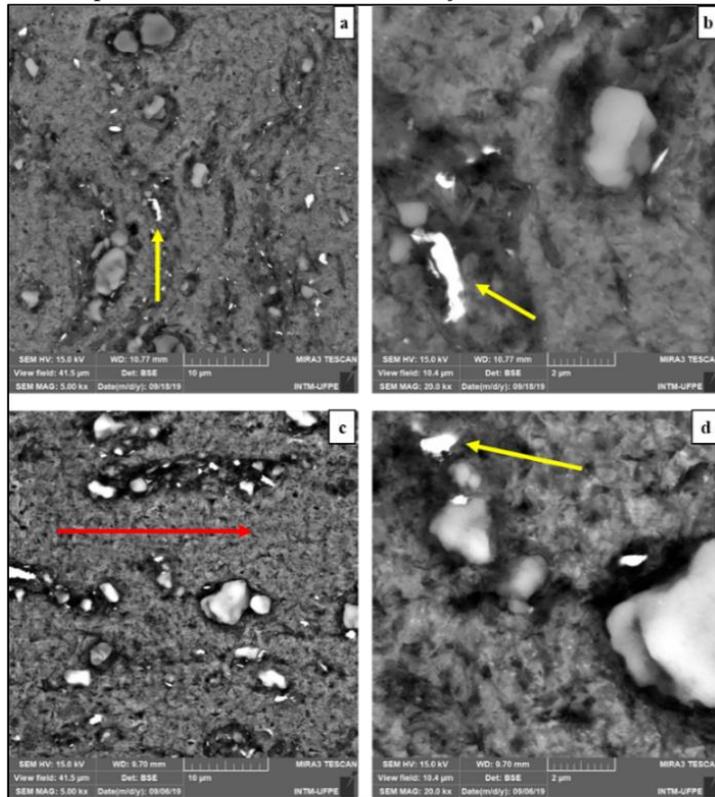
Ficou evidente também que, observando as imagens de maiores aumentos, ainda existe uma grande quantidade de poros na estrutura no consolidado. Isto é devido a relação entre o tamanho de partícula do reforço com o tamanho de partícula do pó matriz. Como foi observado por Sun et al. (2011) quando a relação entre o tamanho de partícula do reforço e da matrizes distancia da unidade, é formada uma estrutura segregada, ou seja, com pouca coesão entre as partículas. Como resultado se obtém uma estrutura mais porosa e menos resistente. Analisando as imagens foi possível observar que a estrutura vai ficando mais porosa e segregada à medida que a quantidade de reforço aumenta na composição do compósito.

Houve também a confirmação do alinhamento do reforço com a direção de extrusão (indicada pelas setas vermelhas).

Foi realizado um EDS em forma de mapa para avaliar a dispersão do reforço na matriz. O resultado do EDS, Figura 84, mostra que de fato o nitreto de alumínio tem um comportamento semelhante ao da alumina. Se acumula na região de ligação entre as partículas do pó matriz formando aglomerados com alguns pontos onde a dispersão se dá de maneira mais distribuída na matriz. Contudo, o aumento do teor de reforço aumente a quantidade de pontos de aglomeração.

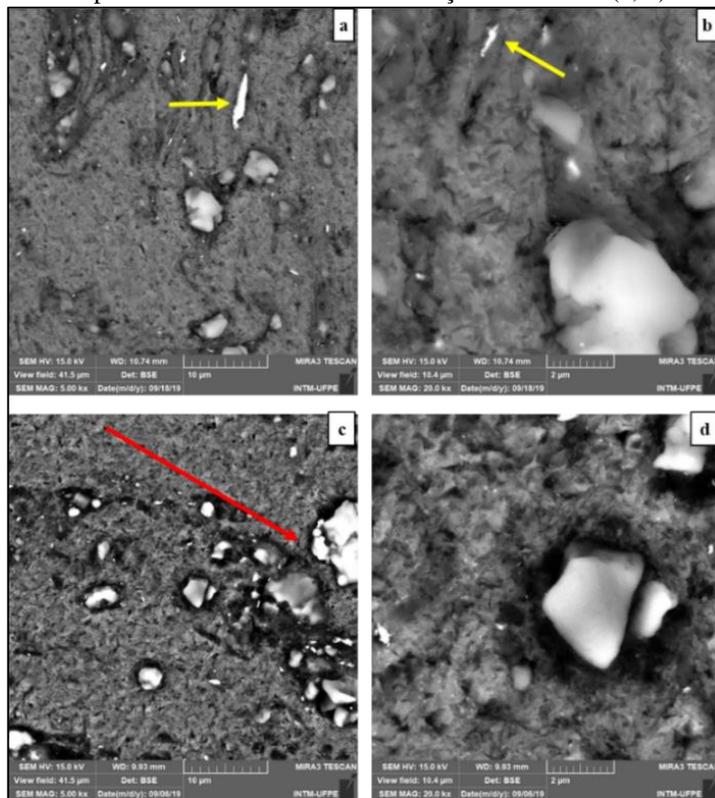
Foi feito o EDS pontual para analisar a natureza das fases presentes na estrutura do extrudado. O resultado do EDS, Figura 85, mostrou que: as pequenas partículas observadas (setas vermelhas) tratam-se de impureza proveniente do processo de moagem; a seta amarela representa as partículas que se tratam de partículas do reforço de AlN; já a matriz do compósito é representada pela seta verde, que mostra a composição da liga AA6061.

Figura 81 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10AIN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



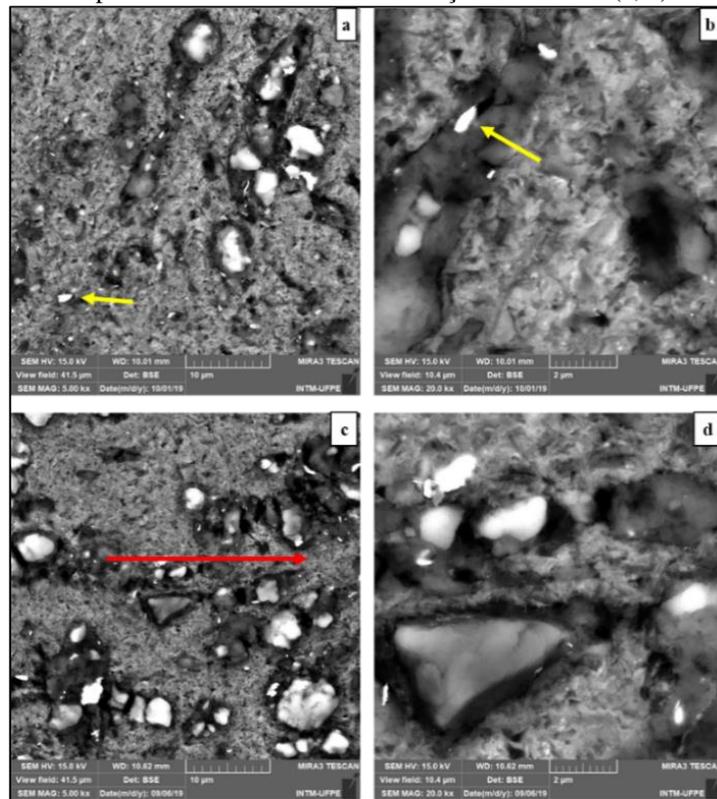
Fonte: O autor, 2020

Figura 82 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15AIN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



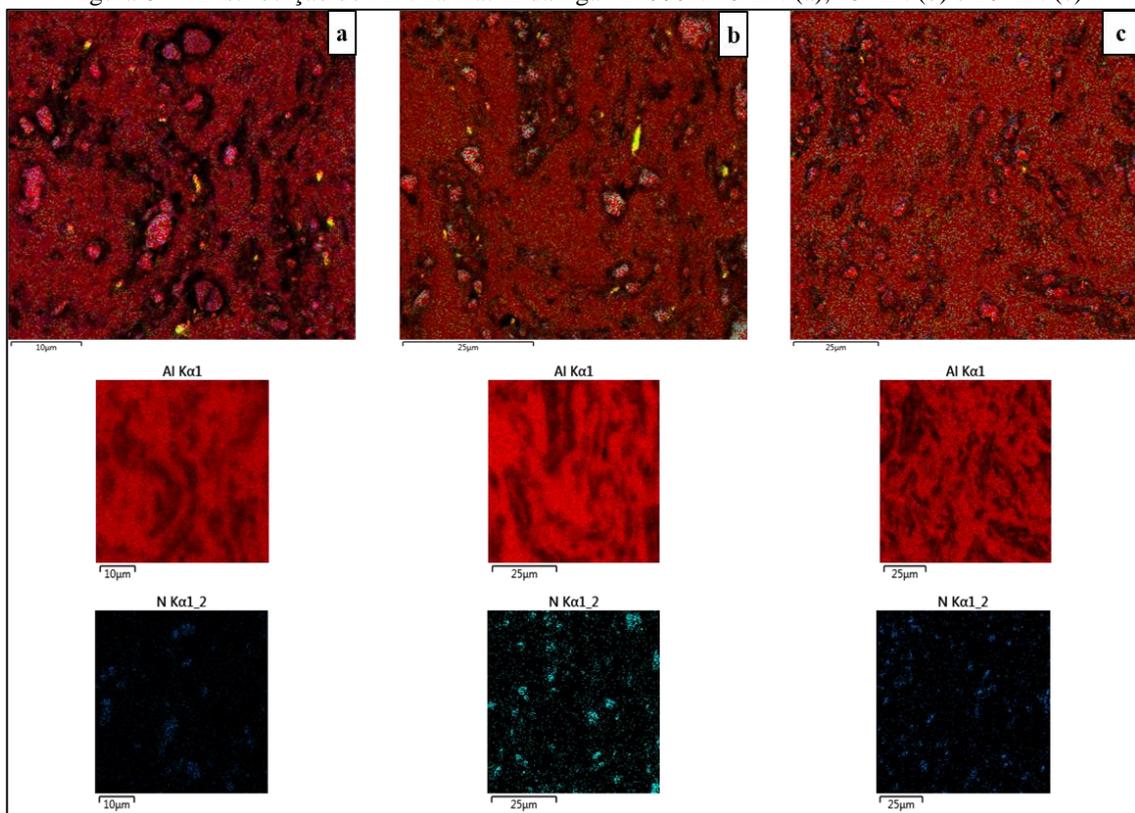
Fonte: O autor, 2020

Figura 83 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20AIN - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



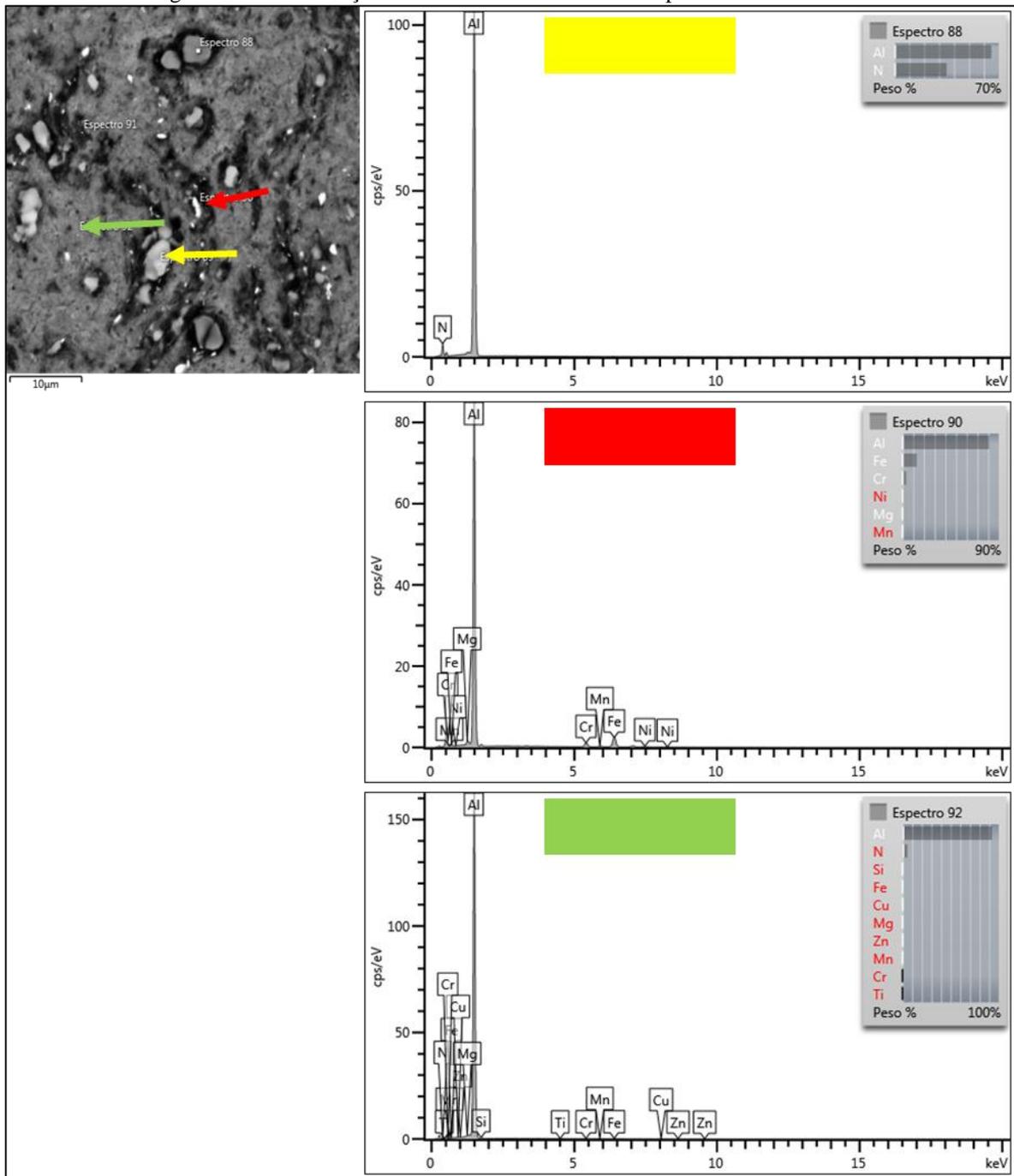
Fonte: O autor, 2020

Figura 84 – Distribuição de AIN na matriz da liga AA6061: 10AIN (a), 15AIN (b) e 20AIN (c)



Fonte: O autor, 2020

Figura 85 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + AlN



Fonte: O autor, 2020

#### 5.2.2.5 Consolidados da liga AA6061 reforçado com $\text{Si}_3\text{N}_4$

As Figuras 86 a 88 mostram as micrografias dos compósitos reforçados com 10%, 15% e 20% de nitreto de silício após extrusão.

Pelas micrografias foi possível observar que novamente a fase reforço teve a tendência de formar aglomerados no corpo do consolidado. Contudo, em comparação com o reforço de AlN, o reforço de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentou melhor dispersão do reforço na matriz. Apesar da extrusão favorecer uma melhor dispersão do reforço na matriz, ainda foram observados aglomerados com o aumento do teor de reforço na composição do compósito.

Uma vez que o reforço está melhor disperso na matriz, a porosidade tende também a diminuir. Embora a porosidade coexista com as partículas de reforço na região de ligação entre reforço e matriz.

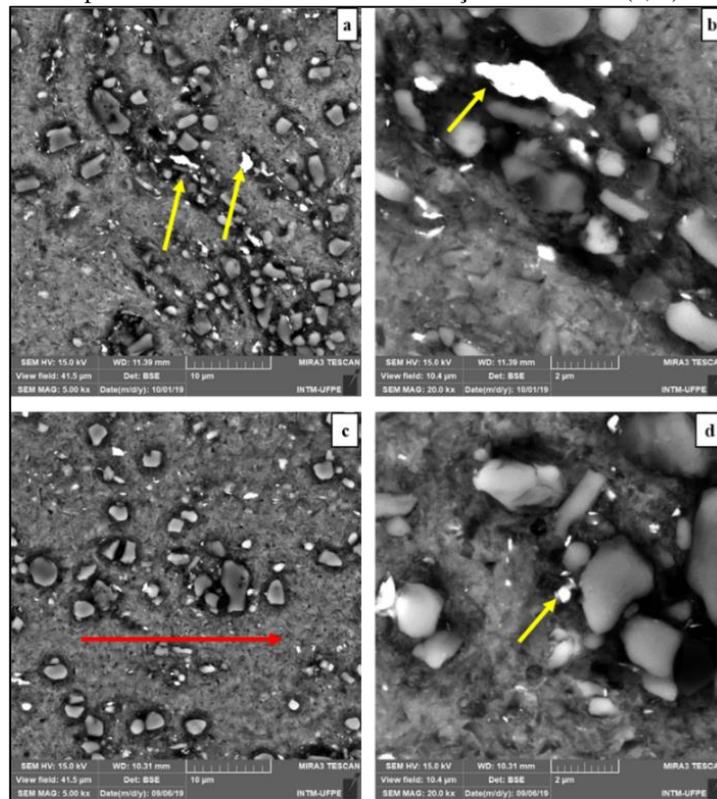
Mais uma vez foram observadas a presença de pequenas partículas brancas nas imagens, juntamente com outras partículas maiores. As partículas de reforço do nitreto de silício apresentaram uma distribuição de tamanho de partícula mais regular que a apresentada pelo carboneto de silício e nitreto de alumínio.

Por se tratarem de partículas de menor tamanho o reforço tende a se depositar na região de ligação das partículas da matriz e ter uma dispersão mais comprometida (formação de aglomerados) (Sun et al., 2011).

Foi realizado um EDS em mapa para averiguar a distribuição do reforço na matriz, Figura 89. Foi possível observar que em todas as composições a distribuição do nitreto de silício se dá de forma quase uniforme, com aparição de alguns aglomerados. Contudo a amostra 20Si3N4 foi a que apresentou melhor distribuição de partículas, porém como foi visto na microscopia ótica, esta amostra também apresenta alguns aglomerados do reforço. E mais uma vez foi observado que o silício presente na liga AA6061 se difundiu nas partículas de reforço, mas na amostra 20Si3N4 ocorra a aparição de silício disperso na matriz.

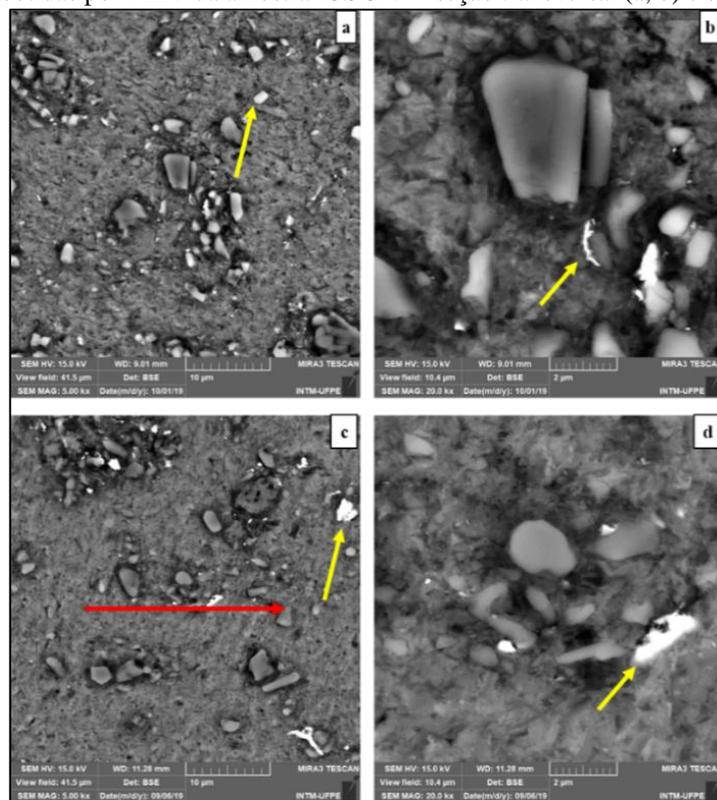
Para se estudar a natureza das fases presentes nas micrografias, foi feito um EDS pontual. O resultado do EDS, Figura 90, mostrou que: as partículas maiores dispersas no compósito são partículas do nitreto de silício (seta amarela); as partículas brancas (seta vermelha) se tratavam das impurezas provenientes da moagem de alta energia; a seta verde representa a análise feita na região da matriz da liga AA6061.

Figura 86 – Imagens obtidas por MEV da amostra 10Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



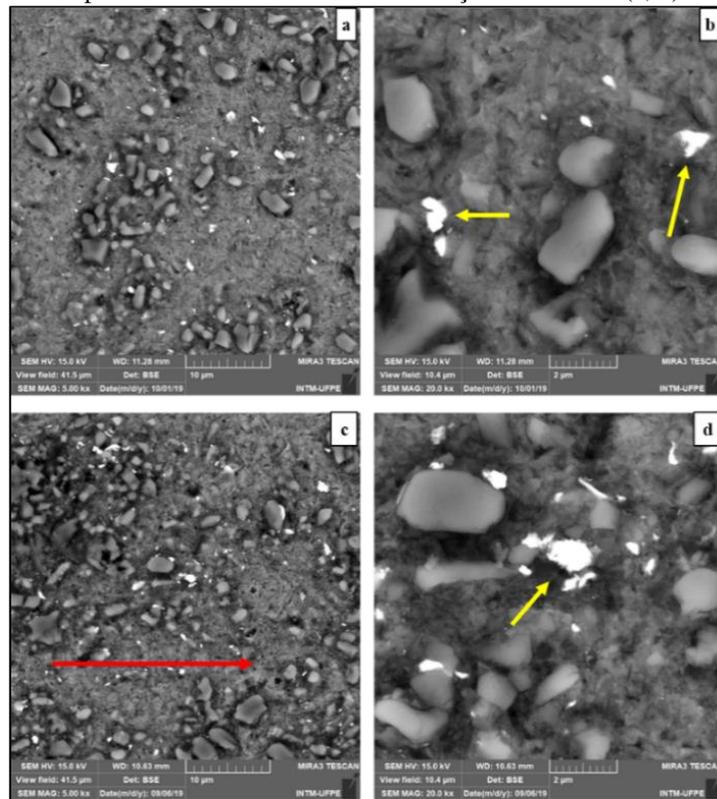
Fonte: O autor, 2020

Figura 87 – Imagens obtidas por MEV da amostra 15Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



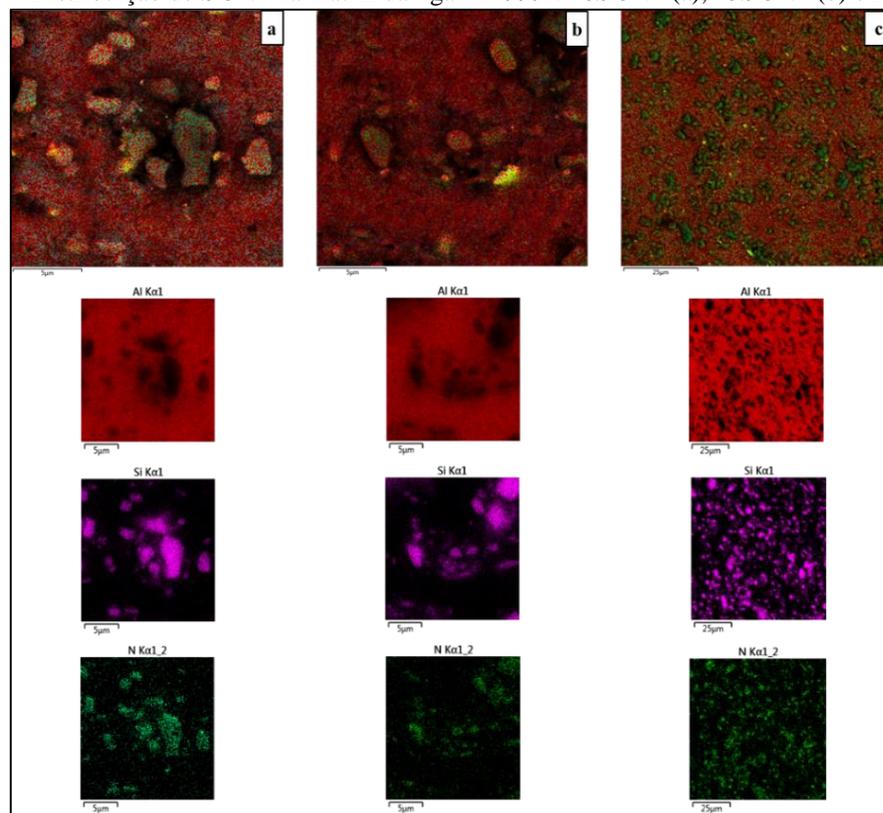
Fonte: O autor, 2020

Figura 88 – Imagens obtidas por MEV da amostra 20Si3N4 - seção transversal (a, b) e seção longitudinal (c, d)



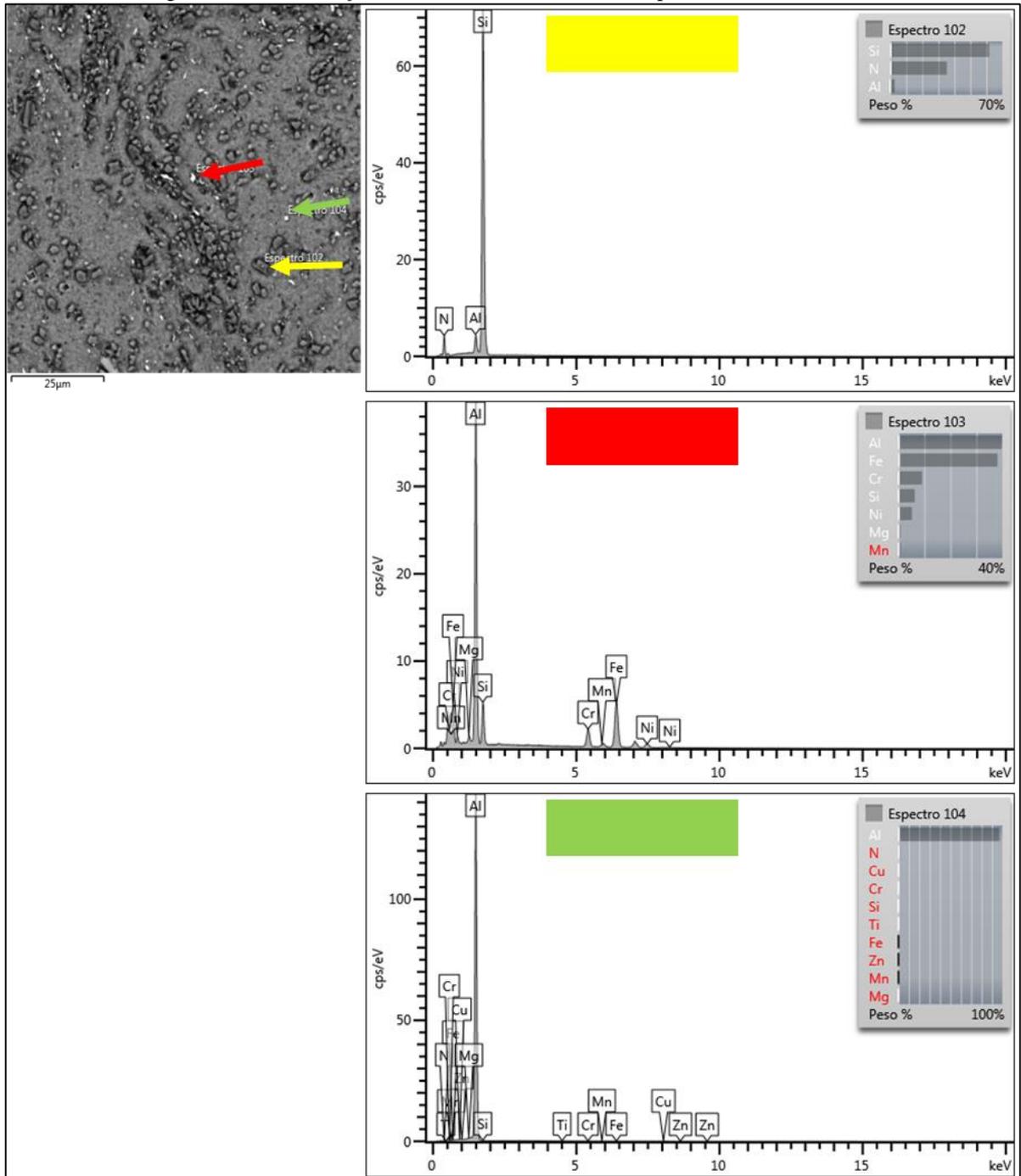
Fonte: O autor, 2020

Figura 89 – Distribuição de Si3N4 na matriz da liga AA6061: 10Si3N4 (a), 15Si3N4 (b) e 20Si3N4 (c)



Fonte: O autor, 2020

Figura 90 – Identificação das fases constituintes do compósito AA6061 + Si3N4



Fonte: O autor, 2020

### 5.2.3 Densificação

Utilizando as Equações 2 a 5, foram calculadas as densidades nominais e reais de todos os consolidados. Os resultados estão expostos na Tabela 20.

Tabela 20 – Densificação das amostras consolidadas

Consolidado	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )		Densificação (%)
	Nominal	Real	
AA0	2,70	2,39	88,63
AA2	2,70	2,27	84,04
10Al2O3	2,83	2,37	83,75
15Al2O3	2,90	2,43	83,97
20Al2O3	2,96	2,46	83,10
10SiC	2,74	2,52	91,95
15SiC	2,76	2,36	85,46
20SiC	2,78	2,65	95,34
10AlN	2,76	2,56	92,94
15AlN	2,78	2,33	83,69
20AlN	2,81	2,20	78,32
10Si3N4	2,77	2,48	89,41
15Si3N4	2,81	2,58	91,90
20Si3N4	2,85	2,59	91,09

Fonte: O autor, 2020

Inicialmente, foi observado que a amostra AA0 teve uma densificação maior que a amostra AA2, 88,63% e 84,04%, respectivamente. Assim como Fagagnolo et al. (2003) observaram que uma morfologia esférica tem um bom empacotamento e pode causar uma maior densificação. Como o pó da amostra AA2 apresentou morfologia laminar, esta amostra apresentou uma densificação menor.

As amostras reforçadas com alumina apresentaram densificação semelhante e houve uma queda na densificação se comparadas com as amostras da liga sem reforço. Assim como Reddy et al. (2017), Chen et al. (2016) e Subramanian et al. (2015) observaram, a alumina tende a se acumular na região de ligação entre as partículas do pó da matriz. Com o aumento do percentual de alumina houve aumento da aglomeração do reforço fazendo com que houvesse

um aumento da porosidade nessas regiões (Sun et al., 2011). A combinação desses fatores contribuíram para a queda na densificação, em relação a liga sem reforço.

As amostras reforçadas com carboneto de silício apresentaram um aumento na densificação, sendo a amostra 20SiC com maior densificação, 95,34%, entre as composições. Contudo a amostra 15SiC apresentou uma queda na densificação. Como foi observado por Sun et al. (2011) a densificação aumenta à medida que a relação entre o tamanho de partícula do reforço com o tamanho de partícula da matriz se aproxima da unidade. Com isso foi possível observar que para a composição com 15% de SiC a relação entre os tamanhos de partículas se distanciou da unidade. Contudo houve a tendência de aumento da densificação com o aumento da porcentagem de reforço.

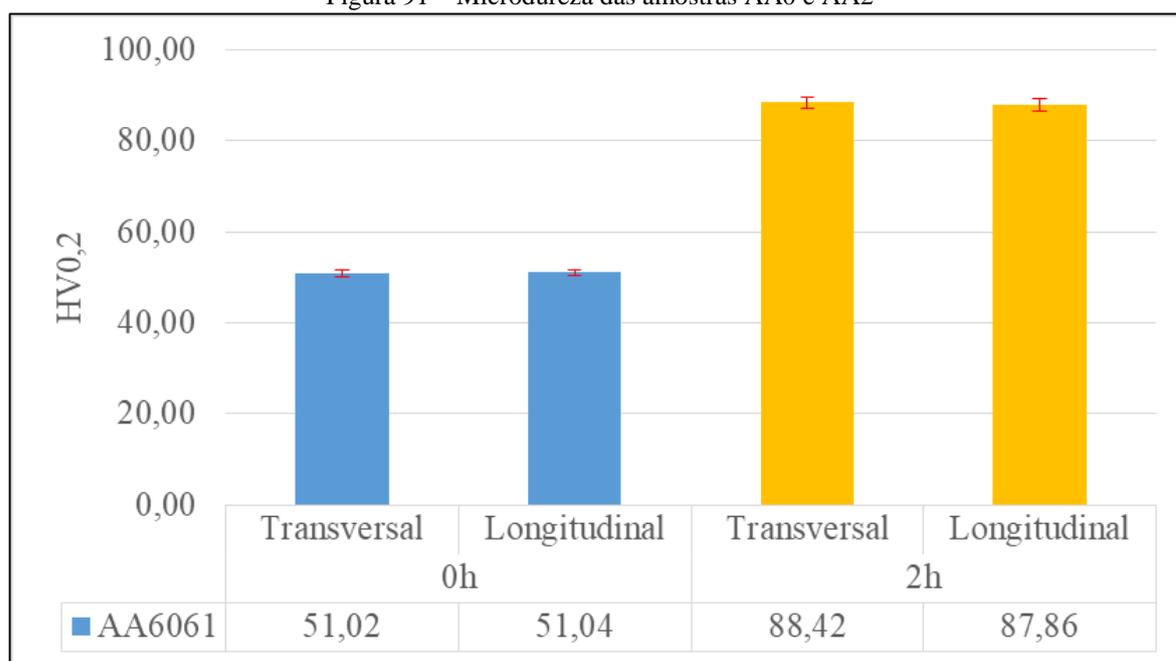
As amostras com reforço de nitreto de alumínio apresentaram uma queda na densificação. Este comportamento pode ser explicado pelo fato do nitreto de silício ter formado aglomerados com o aumento do teor de reforço na composição. Com isso a estrutura ficou mais comprometida e houve queda na densificação devido aos aglomerados formados, onde se aloca também poros.

Assim como as amostras reforçadas com alumina, as amostras reforçadas com nitreto de silício apresentaram densificação semelhantes entre as composições. Como já havia sido observado, os compostos com nitreto de silício apresentaram formação de pequenos aglomerados com uma boa dispersão da fase reforço na matriz, fazendo com que não houvesse uma grande diferença entre as densificações das amostras reforçadas com  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Além disso elas obtiveram uma densificação superior as amostras sem reforço.

#### **5.2.4 Microdureza Vickers**

Inicialmente foi estudado o efeito da moagem de alta energia, ou seja, foi comparada a dureza da amostra AA0 e da amostra AA2. Os resultados estão apresentados na Figura 91. Embora a amostra AA0 tenha tido uma densificação superior à amostra AA2, a microdureza da amostra AA2 foi superior. Este comportamento pode ser explicado pois ao se realizar a moagem de alta energia as partículas do pó são mecanicamente deformadas fazendo com que a densidade de discordância aumente nas partículas do pó após moagem, ou seja, ocorre o mecanismo de endurecimento por deformação a frio (Jin et al, 2011; Adamiak et al., 2004; Sun et al., 2011). Ainda foi possível observar que a microdureza apresentou-se de forma bem homogênea em todo o corpo das amostras AA0 e AA2.

Figura 91 – Microdureza das amostras AA0 e AA2

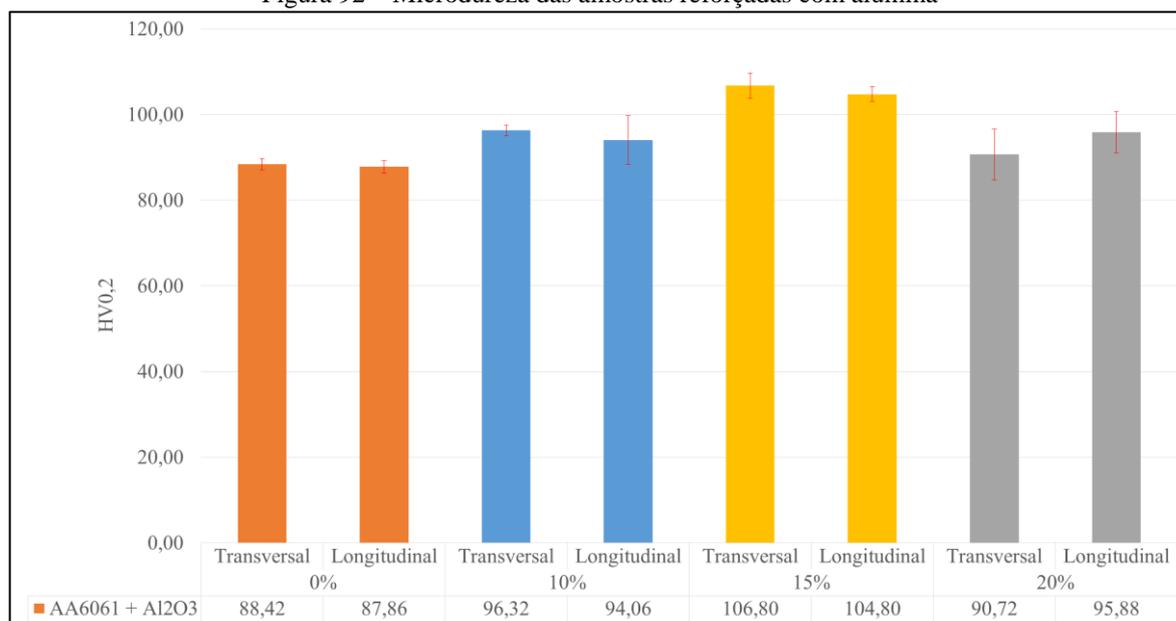


Fonte: O autor, 2020

Ozturk et al. (2010) trabalharam com a liga AA6061 fundida e realizaram o tratamento térmico T6. Foi obtida uma dureza máxima de ~90HV após 200 minutos de envelhecimento artificial. Araújo (2011) trabalhou com a liga AA6061 sinterizada, obtendo uma dureza de ~40HV. Logo, o processamento por moagem de alta energia juntamente com a extrusão a quente se faz um bom meio de fabricação de materiais, uma vez que pode atingir durezas semelhantes às durezas de ligas fundidas tratadas termicamente e tem dureza superior aos materiais fabricados por sinterização.

Em seguida, foram avaliadas as microdurezas das amostras reforçadas com alumina, Figura 92. Pelos resultados foi possível observar que a alumina contribuiu para o aumento da microdureza do compósito, uma vez que a microdureza da liga AA6061 foi melhorada com a inserção do reforço na composição, tendo como microdureza máxima ~105HV em média, no compósito 15Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. No entanto o aumento do teor de alumina nas amostras não apresentou uma contribuição tão grande no aumento da microdureza, o efeito da moagem de alta energia no aumento da microdureza é maior que o efeito da adição de reforço (Fagagnolo et al., 2003). Houve uma redução na microdureza na amostra 20Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pois esta foi a que apresentou maiores aglomerados de reforço na matriz. A aglomeração de alumina na região de ligação das partículas do pó causa a degradação das propriedades mecânicas (Subramanian et al., 2015).

Figura 92 – Microdureza das amostras reforçadas com alumina



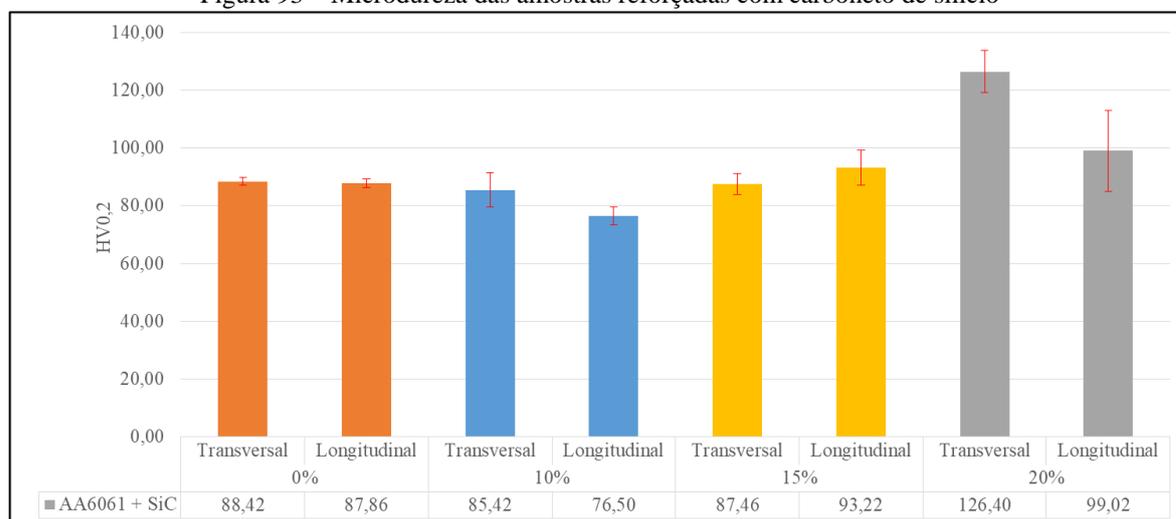
Fonte: O autor, 2020

Em suas pesquisas Araújo (2011) trabalhou com amostras sinterizadas e também constatou que a alumina não causou um aumento muito significativo na microdureza das amostras, alcançando também maior microdureza com 15% de adição de alumina, ~50HV. Singla et al. (2015) trabalharam com ligas fundidas, obtendo uma microdureza de ~100HV com adição de 10% de alumina. Zan et al (2019) conseguiram aumentar o limite de escoamento e tensão última de ruptura com a adição de alumina a matriz de alumínio. Gasem e Ali (2013) verificaram que ao se adicionar alumina ao alumínio, este passa a ter um comportamento mais frágil, com diminuição do limite de resistência a fadiga. Reddy et al. (2017) usando ligas de alumínio extrudadas reforçadas com alumina, verificou que o aumento do teor de alumina na matriz causa um aumento na microdureza, com a maior microdureza sendo no compósito com 15% de adição de alumina. Alizadeh e Aliabadi (2011) trabalharam com ligas de alumínio extrudadas reforçadas com alumina, em seus estudos utilizaram tempos de moagem de 5 horas e alcançaram durezas superiores 130HV para 20% de alumina. Com isso foi observado o quanto o tempo de moagem interfere na dureza final do material.

As microdurezas das amostras reforçadas com carbetos de silício estão apresentadas na Figura 93. Foi observado que a microdureza tende a aumentar com o aumento do teor de reforço na matriz de alumínio. As amostras com 10% e 15% não apresentaram aumento significativo na microdureza, contudo a amostra 20SiC apresentou um aumento considerável na microdureza, sendo o composto de maior microdureza avaliado neste trabalho. Assim como Umasankar et al. (2014), Zhao et al. (1991) e El-Daly et al. (2012) comprovaram que a inserção

de carbeto de silício causa o aumento da dureza e o aumento do teor de reforço promove uma amostra mais dura. Este aumento de microdureza faz com que o compósito se torne mais frágil, diminuindo sua ductilidade (Zhao et al, 1991).

Figura 93 – Microdureza das amostras reforçadas com carboneto de silício



Fonte: O autor, 2020

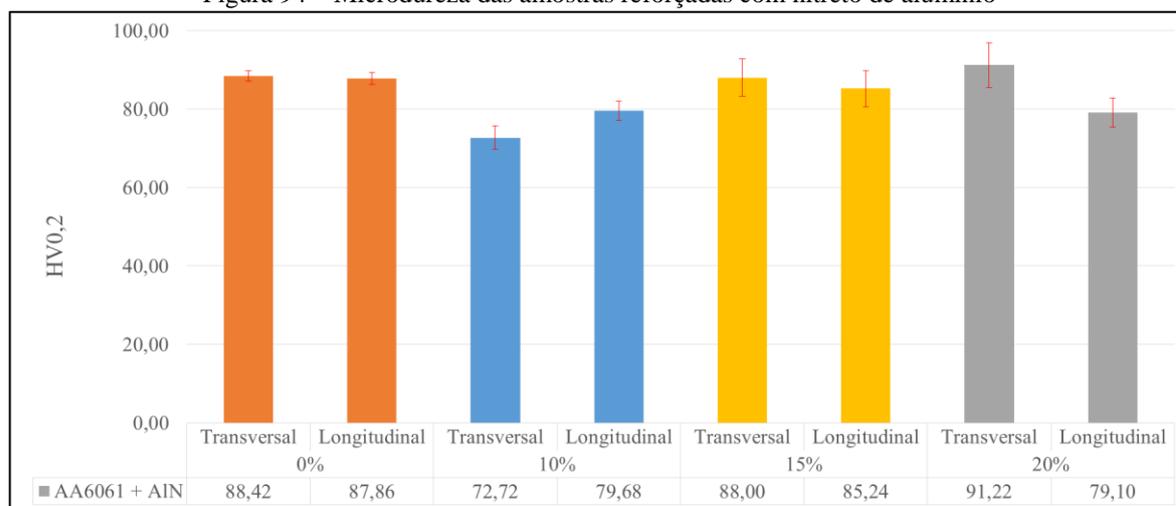
Analisando os resultados foi possível observar que na seção longitudinal da amostra 20SiC o desvio padrão das medições foi mais elevado. Isto foi devido ao alinhamento das partículas de reforço na direção de extrusão. Ou seja, foram criadas zonas ricas de reforço e zonas mais empobrecidas, fazendo com que na seção longitudinal a distribuição de reforço não fosse tão homogênea. Já nas amostras com 10% e 15% de reforço a distribuição se deu de maneira mais homogênea.

Estudos prévios realizados com ligas de alumínio reforçadas com SiC foram feitos e as conclusões obtidas foram semelhantes as obtidas nas análises aqui presentes. Por exemplo – Singla et al. (2015) indicou o aumento progressivo da microdureza com o aumento do teor de SiC na matriz de alumínio, alcançando uma microdureza de ~110HV para um composto reforçado com 10% de SiC; Knowles et al. (2014) verificaram uma microdureza de 88,1HV<sub>0,5</sub> para um compósito com 10% de SiC e uma microdureza de 101,9HV<sub>0,5</sub> para uma composição de 15% de SiC; Sun et al. (2011) verificaram a influência do tamanho de partícula do reforço no aumento da microdureza, esta aumento com a diminuição do tamanho de partículas, ou seja, para maiores tempos de moagem são obtidos pós mais refinados e por conseguinte compósitos de microdureza mais elevada; Araújo (2011) trabalhou com amostras sinterizadas e obteve uma microdureza máxima de ~80HV com 15% de SiC. Com isso foi observado que o processo de extrusão mais uma vez se fez eficiente no que diz respeito ao aumento das propriedades

mecânicas do material, assim como a adição do carbeto de silício foi mais marcante do que a adição de alumina.

Os compósitos reforçados com nitreto de alumínio tiveram suas microdurezas medidas, Figura 94. Pelos resultados foi verificado que com o aumento do teor de reforço a microdureza do compósito tende a aumentar. Contudo para as amostras 10AlN e 15AlN a adição do reforço se mostrou ineficaz, pois estas tiveram uma dureza inferior a microdureza da amostra AA2. A amostra 20AlN foi a única das composições que teve um aumento de microdureza relativo as ligas sem reforço, mesmo que o aumento de microdureza tenha sido pequeno. Para esses compósitos não houve uma melhoria significativas nas propriedades pois houve grande aglomeração do nitreto de alumínio no corpo das amostras, fazendo com que sua propriedade mecânica fosse prejudicada (Subramanian et al., 2015). Chen et al. (2016) também utilizaram AlN como reforço em ligas de alumínio e obtiveram bons resultados de microdureza, pois não houve ocorrência de aglomerados em suas amostras.

Figura 94 – Microdureza das amostras reforçadas com nitreto de alumínio



Fonte: O autor, 2020

Outros autores também estudaram o efeito do nitreto de alumínio como reforço em materiais compósitos. Chen et al. (2016) concluíram que a adição de nitreto de alumínio numa liga de Mg-Al causa o aumento da microdureza da liga assim como aumenta seu módulo de elasticidade. Fagagnolo et al. (2003) verificaram que a adição de nitreto de alumínio contribui para o aumento da microdureza, alcançando valores de 196HV para uma composição com 15% de AlN e um tempo de moagem de 5 horas. Abdoli et al (2008) também avaliaram o efeito do tempo de moagem para um compósito com 10% de AlN, com o aumento do tempo de moagem é obtido um compósito de maior microdureza, devido ao aumento da densidade de

discordâncias nas partículas do pó assim como a morfologia quase esférica e o refino do pó, atingidos após longos tempos de moagem, também contribuem para aumento da microdureza. Caballero et al. (2017) e Kumar et al. (2018) verificaram que o aumento do teor de AlN na matriz metálica de alumínio contribui para o aumento da microdureza em relação a liga sem reforço.

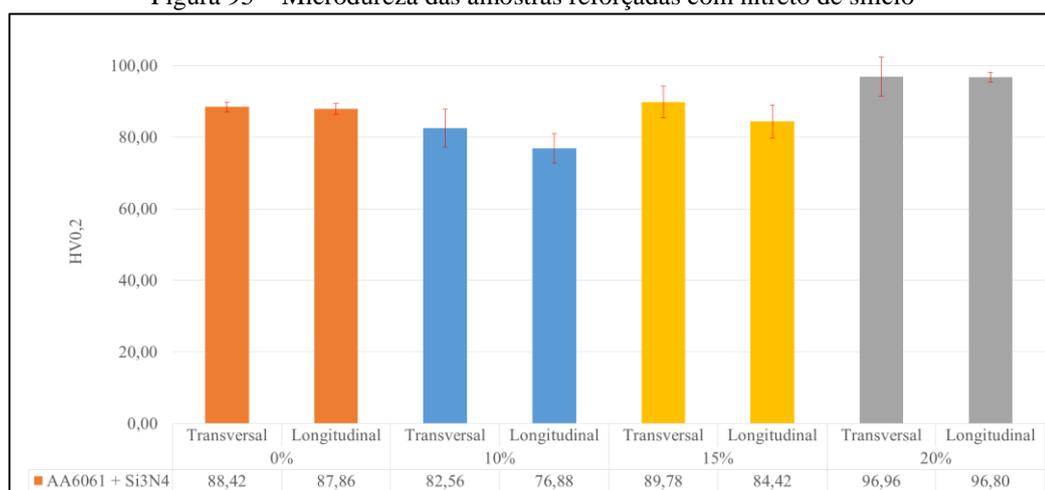
Logo, o reforço de nitreto de alumínio é um bom meio para promover um aumento das propriedades mecânicas das ligas de alumínio. Contudo, neste trabalho, as amostras apresentaram grandes aglomerados de reforço que fizeram com que as propriedades mecânicas dos compósitos fossem altamente debilitadas.

As amostras com reforço de nitreto de silício tiveram suas microdurezas medidas, Figura 95. Os resultados mostraram que o reforço de nitreto de silício obteve uma boa homogeneidade da propriedade de microdureza na amostra, uma vez que as microdurezas das seções transversal e longitudinal são semelhantes, comportamento semelhante as amostras reforçadas com alumina. Isto também é caracterizado pela dispersão quase uniforme do reforço na matriz. Este reforço também apresentou aumento da microdureza à medida que foi aumentada sua quantidade na matriz, sendo a amostra 20Si3N4 o compósito que apresentou maior microdureza dos compósitos reforçados com nitreto de silício.

Outros estudos foram realizados com esse reforço. Ambigai e Prabhu (2017) trabalharam com ligas de alumínio fundidas reforçadas com nitreto de alumínio e obtiveram microdureza média de 78,5HV. Zhang et al. (2019) e Parveen et al. (2019) também observaram que o aumento do teor de reforço na matriz causa aumento da microdureza, assim como aumento do limite de escoamento dos compósitos.

Com isso o nitreto de silício trata-se de um reforço com boa aplicabilidade na melhoria das propriedades mecânicas das ligas de alumínio. Tem boa dispersão de partículas na matriz e tem tendência de forma pequenos aglomerados que não são tão prejudiciais ao material fabricado.

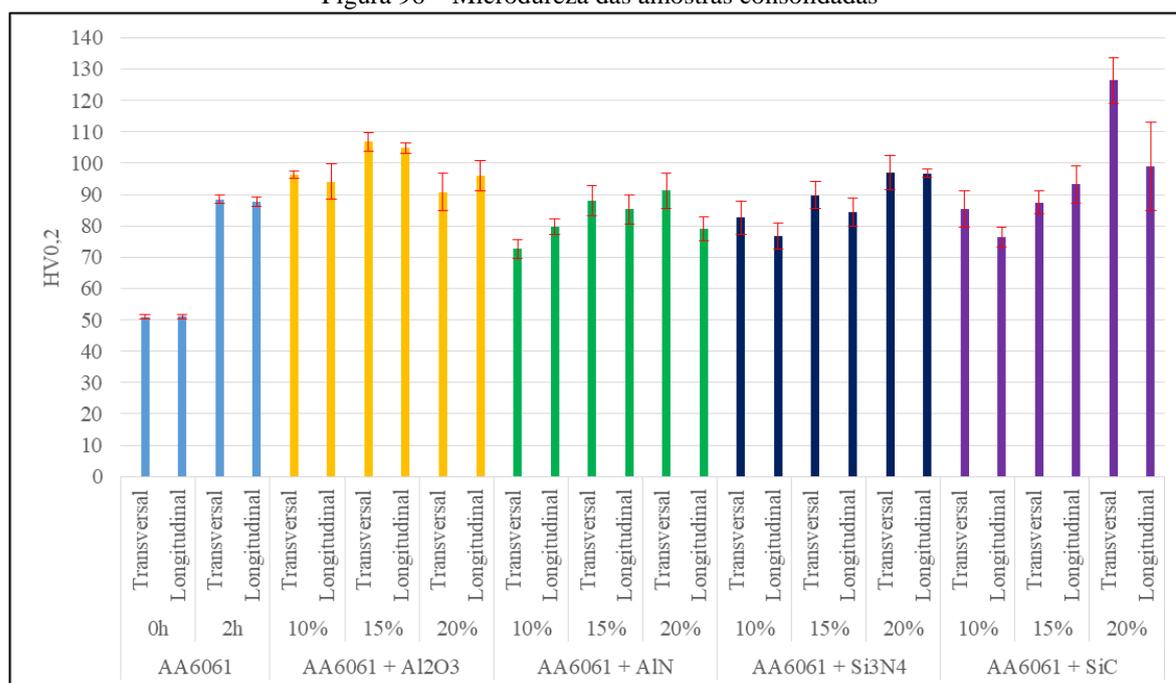
Figura 95 – Microdureza das amostras reforçadas com nitreto de silício



Fonte: O autor, 2020

Por fim, os resultados das medições de microdureza de todas as amostras foram comparados, Figura 96. Onde foi possível observar que, de um forma geral, a microdureza dos compósitos são maiores que as microdurezas das ligas sem reforço e à medida que o teor de reforço aumenta na matriz a microdureza também amenta. O consolidado que apresentou maior microdureza foi o 20SiC, os consolidados reforçados com alumina apresentaram microdureza semelhante e homogênea nas seções. Os consolidados reforçados com nitreto de alumínio e nitreto de silício foram aqueles com menor microdureza dentre os consolidados reforçados.

Figura 96 – Microdureza das amostras consolidadas



Fonte: O autor, 2019

## 6 CONCLUSÕES

Os compósitos de matriz de alumínio AA6061 foram preparados de acordo com as técnicas de metalurgia do pó e extrusão a quente e os resultados obtidos pela caracterização dos mesmos estão apresentados abaixo:

- a) Utilizando a técnica da Metalurgia do Pó (MP): moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e extrusão a quente, os compósitos da liga AA6061 reforçados com  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, AlN e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  foram fabricados com sucesso.
- b) A moagem de alta energia foi efetiva na incorporação do reforço na matriz da liga AA6061.
- c) O tempo de moagem foi considerado insuficiente para atingir o equilíbrio, uma vez que as partículas dos pós apresentaram morfologia laminar e distribuição de tamanho de partícula assimétrica ao final das 2 horas de moagem.
- d) Nos consolidados, a distribuição do reforço se deu de maneira quase homogênea nas seções transversais e apresentaram um paralelismo com a direção de extrusão na seção longitudinal.
- e) Os consolidados da liga AA6061 sem reforço apresentaram boa consolidação e pouca porosidade após extrusão devido a morfologia das partículas dos pós utilizados.
- f) Os consolidados reforçados com alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e nitreto de alumínio (AlN) apresentaram formação de aglomerados. Os aglomerados aumentaram em tamanho e quantidade com o aumento da quantidade de reforço.
- g) Os consolidados reforçados com carboneto de silício (SiC) e nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) apresentaram boa dispersão do reforço na matriz, as partículas do reforço configuraram tamanho irregular devido ao pouco tempo de moagem.
- h) Houve ainda a presença de porosidade remanescente nas amostras, uma vez que a maior densificação alcançada foi de 95,34% para a amostra 20SiC.
- i) A inserção de reforço na matriz fez com que a densificação fosse melhorada, devido ao refino de grão promovido pela adição de reforço cerâmico a matriz metálica, com exceção dos compósitos reforçados com nitreto de alumínio, cuja formação de aglomerados, teve sua densificação prejudicada com o aumento do teor de reforço.
- j) O processo de moagem de alta energia associado a extrusão a quente causa deformação plástica nas partículas do pó fazendo com que a microdureza do material seja aumentada.
- k) Os consolidados reforçados com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tiveram uma microdureza homogênea ao longo de todo o corpo da amostra para todas as composições.

- l) Devido a formação dos aglomerados a microdureza dos compósitos reforçados com AlN apresentaram dureza inferior ao consolidado AA2 (liga AA6061 sem reforço com 2 horas de moagem).
- m) Os compostos reforçados com SiC apresentaram irregularidade na microdureza ao longo do corpo da amostra, pois o reforço, na seção longitudinal, ficou alinhado a direção de extrusão fazendo com que houvessem regiões enriquecidas e outras empobrecidas de reforço.
- n) A inserção de reforço a matriz causa o aumento da microdureza do material, sendo o compósito de maior microdureza o 20SiC.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- a) Processar os pós compósitos com tempos de moagem superiores a 2 horas num moinho SPEX.
- b) Realizar tratamento térmico nos consolidados da liga AA6061 reforçados com  $Al_2O_3$ , SiC, AlN e  $Si_3N_4$ .
- c) Realizar ensaios de desgaste por abrasão do tipo Pino – Disco.
- d) Realizar ensaio de flexão em três pontos.
- e) Avaliar a resistência à corrosão dos compósitos.
- f) Utilizar os pós compósitos como revestimento.

## REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). **Cadeia primária**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/cadeia-primaria/>. Acesso em: 30 out. 2019.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). **Consumo doméstico por setor**. Disponível em: <http://abal.org.br/estatisticas/nacionais/transformados/consumo-domestico-por-setor/>. Acesso em: 30 out. 2019.

ABDOLI, H.; SALAHI, E.; FARNOUSH, H.; POURAZRANG, K. Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 461, n. 1-2, p.166-172, ago. 2008. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.07.054>.

ADAMIAK, M.; FAGAGNOLO, J. B.; RUIZ-NAVAS, E. M.; DOBRZAŃSKI, L. A.; TORRALBA, J. M. Mechanically milled AA6061/(Ti<sub>3</sub>Al)<sub>p</sub> MMC reinforced with intermetallics – the structure and properties. **Journal of Materials Processing Technology**, [s.l.], v. 155-156, p.2002-2006, nov. 2004. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.04.202>.

ALIZADEH, M.; ALIABADI, M. M. Synthesis behavior of nanocrystalline Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite during low time mechanical milling process. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 509, n. 15, p.4978-4986, abr. 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.01.177>.

AMBIGAI, R.; PRABHU, S. Optimization of friction and wear behaviour of Al–Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> nano composite and Al–Gr–Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> hybrid composite under dry sliding conditions. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, [s.l.], v. 27, n. 5, p.986-997, maio 2017. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s1003-6326\(17\)60116-x](http://dx.doi.org/10.1016/s1003-6326(17)60116-x).

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM). **ASM Metals Handbook: Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials**, v. 2. 10 ed. Estados Unidos da América: ASM Internacional, 1992.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM). **Engineered Materials Handbook: Ceramics and glasses**, v. 4. Estados Unidos da América: ASM Internacional, 1991.

ANNIGERI, U. K.; KUMAR, G. B. V. Physical, Mechanical, and Tribological Properties of Al6061-B<sub>4</sub>C Composites. **Journal of Testing and Evaluation**, [s.l.], v. 47, n. 6, p.138-152, 28 fev. 2019. ASTM International. <http://dx.doi.org/10.1520/jte20180138>.

ARAUJO, E. R. **Fabricação e caracterização de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 com reforço particulado de carboneto de silício e alumina através de técnicas de metalurgia do pó**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia e Geociência, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011).

ASKELAND, D. R; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. 7<sup>a</sup> ed. Mason – USA: Cengage Learnig, 2015.

ASTM E92-17. **Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials**. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2017.

ASTM E384-17. **Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials**. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2017.

BALDACIM, S. A. **Desenvolvimento, processamento e caracterização de compósitos cerâmicos Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC<sub>(w)</sub>**. 2000. Tese (Doutorado em Ciência na Área de Tecnologia Nuclear-Materiais – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000).

BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas: Microestrutura, propriedades e aplicações**. 1 ed. Rio de Janeiro: E-papers, 2014.

CABALLERO, E. S.; CINTAS, J.; CUEVAS, F. G.; MONTES, J. M.; TERNERO, F.; REINA, F. J. V. Synthesis and characterization of in situ-reinforced Al–AlN composites produced by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 728, p.640-644, dez. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.09.006>.

CALLISTER, W.D.Jr.; RETHWISCH, D.G. **Ciência e Engenharia dos Materiais: uma introdução**. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CAMPOS, H. G. **Propriedades mecânicas de compósito à base de alumina e zircônia com adição de céria**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalurgia e de Materiais – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016).

CHEN, J.; BAO, C.; CHEN, F. Evolutions of microstructure and mechanical properties for Mg-Al/AlN composites under hot extrusion. **Materials Science And Engineering: A**, [s.l.], v. 667, p.426-434, jun. 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.033>.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica: Processos de Fabricação e Tratamento**, v. 2. 2ª ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.

CHIEW, Y. L.; CHEONG, K. Y. Synthesis of SiC nanostructures through chemical vapor growth route. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, [s.l.], v. 43, n. 5, p.412-415, maio 2012. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.201200974>.

CHRISTOFOLETTI, S. R.; MORENO, M. M. T. Granulometria por difração a laser e sua relação com a faciologia das rochas argilosas da Formação Corumbataí-SP. **Cerâmica**, [s.l.], v. 63, n. 367, p.303-310, set. 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633672096>.

DA SILVA, M. V.; STAINER, D; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. **Cerâmica**, [s.l.], v. 60, n. 355, p.323-331, set. 2014. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000300003>.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia Eletrônica de Varredura: aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

DHAMOON, R. K.; POPLI, H.; AGGARWAL, G.; GUPTA, M. Particle size characterization – techniques, factors and quality – by- design approach. **International Journal of Droug Delivery**, [s.l.], v. 10, n. 1, p. 01-11, 2018. Journals Advanced Research. <http://dx.doi.org/10.5138/09750215.2204>.

DI LELLO, B. C.; MOURA, F. J. Síntese do nitreto de alumínio a partir de reação na fase vapor. **Anais do 43° Congresso Brasileiro de Cerâmica**, ano 43, p. 29201-29212, 1999.

EL-ESKANDARANY, M. S. **Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials**. Nova Iorque: Noyes Publications, 2001.

EL-DALY, A. A.; ABDELHAMEED, M.; HASHISH, M.; EID, A. M. Synthesis of Al/SiC nanocomposite and evaluation of its mechanical properties using pulse echo overlap method. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 542, p.51-58, nov. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.07.102>.

FAGAGNOLO, 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**, [s.l.], v. A342, p.131-143, jul. 2003. Elsevier BV. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00246-0](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00246-0).

FANCEY, K. S. Viscoelastically prestressed polymeric matrix composites: An overview. **Journal of Reinforced Plastics and Composites**, [s.l.], v. 35, n. 17, p.1290-1301, 5 ago. 2016. SAGE Publications. <http://dx.doi.org/10.1177/0731684416649036>.

FERNÁNDEZ, H.; ORDOÑEZ, S.; PESENTI, H.; GONZÁLEZ, R. E.; LEONI, M. Microstructure homogeneity of milled aluminum A356–Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> metal matrix composite powders. **Journal of Materials Research and Technology**, [s.l.], v. 8, n. 3, p.2969-2977, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.05.004>.

GASEM, Z. M.; ALI, S. S. Low-cycle fatigue behavior of powder metallurgy 6061 aluminum alloy reinforced with submicron-scale Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles. **Materials Science and Engineering: A**, [s.l.], v. 562, p.109-117, fev. 2013. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.10.097>.

HASSANI, A.; BAGHERPOUR, E.; QODS, F. Influence of pores on workability of porous Al/SiC composites fabricated through powder metallurgy+mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 591, p.132-142, abr. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.12.205>.  
ISO 13320:2020. **Particle size analysis – Laser diffraction methods**. Geneva: ISO, 2020.

JIA, D.; LIANG, B.; YANG, Z.; ZHOU, Y. Metastable Si-B-C-N ceramics and their matrix composites developed by inorganic route based on mechanical alloying: Fabrication, microstructures, properties and their relevant basic scientific issues. **Progress in Materials Science**, [s.l.], v. 98, p.1-67, out. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.05.006>.

JIN, P.; XIAO, B.; WANG, Q.; MA, Z.; LIU, Y.; LI, S. Effect of hot extrusion on interfacial microstructure and tensile properties of SiC<sub>p</sub>/2009Al composites fabricated at diferente hot

pressing temperatures. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 27(6), p.518-524, jan. 2011. Elsevier BV. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(11\)60101-1](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(11)60101-1).

KNOWLES, A. J.; JIANG, X.; GALANO, M.; AUDEBERT, F. Microstructure and mechanical properties of 6061 Al alloy based composites with SiC nanoparticles. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 615, p.S401-S405, dez. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.134>.

KÖHLER, L.; HOCKAUF, K.; LAMPKE, T. Influence of Particulate Reinforcement and Equal-Channel Angular Pressing on Fatigue Crack Growth of an Aluminum Alloy. **Metals**, [s.l.], v. 5, n. 2, p.790-801, 18 maio 2015. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/met5020790>.

KUMAR, G. B. V.; PRAMOD, R.; GOUDA, P. S. S.; RAO, C. S. P. Effect of Tungsten Carbide Reinforcement on the Aluminum 6061 Alloy. **Journal Of Testing And Evaluation**, [s.l.], v. 47, n. 4, p.545-563, 2 nov. 2018. ASTM International. <http://dx.doi.org/10.1520/jte20170545>.

KUMAR, N. M.; KUMARASWAMIDHAS, L. A. Characterization and tribological analysis on AA 6061 reinforced with AlN and ZrB<sub>2</sub> in situ composites. **Journal Of Materials Research And Technology**, [s.l.], v. 8, n. 1, p.969-980, jul. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.07.008>.

LEAL, L. H. M. **Fundamentos da Microscopia**. Rio de Janeiro: EdUERJ, 2000.

LICKO, T.; FIGUSCH, V.; PÚCHYOVÁ, J. Synthesis of silicone nitride by carbothermal reduction and nitriding of sílica: controlo of kinetics and morphology. **Journal of the European Ceramic Society**, [s.l.], v. 9, p.219-230, 1992. Elsevier BV.

LIRA, H. M. **Desenvolvimento de Compósitos Nanoestruturados AA7075 – SiC, AA7075 – TiN e AA7075 – ZnO Através de Técnicas de Moagem de Alta Energia e Extrusão a Quente**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica – Centro de Tecnologia e Geociência, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016).

MAISONNETTE, D.; SUERY, M.; NELIAS, D.; CHAUDET, P.; EPICIER, T. Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy. **Materials Science and Engineering: A**, [s.l.], v. 528, n. 6, p.2718-2724, mar. 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2010.12.011>.

MALVERN PANALYTICAL. Difração laser. Disponível em: <https://www.malvernpanalytical.com/br/products/technology/light-scattering/laser-diffraction>. Acesso em: 30 jan. 2020.

MACLACHLAND, D. J. **X-ray Crystal Structure**. 1ª ed. New York – USA: MacGraw-Hill, 1957.

MOLISANI, A. L. Processamento, propriedades e aplicações das cerâmicas de nitreto de alumínio. **Cerâmica**, [s.l.], v. 63, n. 368, p.455-469, dez. 2017. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633682147>.

OZTURK, F.; SISMAN, A.; TOROS, S.; KILIC, S.; PICU, R. C. Influence of aging treatment on mechanical properties of 6061 aluminum alloy. **Materials & Design**, [s.l.], v. 31, n. 2, p.972-975, fev. 2010. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2009.08.017>.

PAKSERESHT, A. H.; SAREMI, M.; OMIDVAR, H.; ALIZADEH, M. Micro-structural study and wear resistance of thermal barrier coating reinforced by alumina whisker. **Surface And Coatings Technology**, [s.l.], v. 366, p.338-348, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.03.059>.

PAPINI, C. J. **Estudo comparativo de métodos de determinação do tamanho de partícula**. 2003. Dissertação (Mestrado em Ciência na Área de Tecnologia Nuclear-Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003).

PARVEEN, A.; CHAUHAN, N. R.; SUHAIB, M. Study of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> reinforcement on the morphological and tribo-mechanical behaviour of aluminium matrix composites. **Materials Research Express**, [s.l.], v. 6, n. 4, p.042001-042019, 9 jan. 2019. IOP Publishing. <http://dx.doi.org/10.1088/2053-1591/aaf8d8>.

RAO, Ch. M.; RAO, K. M. Abrasive wear behaviour of TiB<sub>2</sub> fabricated aluminum 6061. **Materials Today: Proceedings**, [s.l.], v. 5, n. 1, p.268-275, 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2017.11.082>.

REDDY, M. P.; UBAID, F.; SHAKOOR, R. A.; PARANDE, G.; MANAKARI, V.;

MOHAMED, A. M. A.; GUPTA, M. Effect of reinforcement concentration on the properties of hot extruded Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites synthesized through microwave sintering process. **Materials Science and Engineering: A**, [s.l.], v. 696, p.60-69, jun. 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.064>.

SALEM, R. E. P.; CHINELATTO, A. S. A.; CHINELATTO, A. L. Síntese de pós de alumina por meio de um método Pechini modificado com adição de sementes em diferentes atmosferas de calcinação. **Cerâmica**, [s.l.], v. 60, n. 353, p.108-116, mar. 2014. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000100016>.

SINGLA, Y. K.; CHHIBBER, R.; BANSAL, H.; KALRA, A. Wear Behavior of Aluminum Alloy 6061-Based Composites Reinforced with SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and Red Mud: A Comparative Study. **Jom**, [s.l.], v. 67, n. 9, p.2160-2169, 17 mar. 2015. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11837-015-1365-0>.

SUBRAMANIAN, J.; SEETHARAMAN, S.; GUPTA, M. Processing and Properties of Aluminum and Magnesium Based Composites Containing Amorphous Reinforcement: A Review. **Metals**, [s.l.], v. 5, n. 2, p.743-762, 11 maio 2015. MDPI AG. <http://dx.doi.org/10.3390/met5020743>.

SUN, C.; SONG, M.; WANG, Z.; HE, Y. Effect of Particle Size on the Microstructures and Mechanical Properties of SiC-Reinforced Pure Aluminum Composites. **Journal of Materials Engineering and Performance**, [s.l.], v. 20, n. 9, p.1606-1612, 18 dez. 2010. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s11665-010-9801-3>.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, [s.l.], v. 46, n. 1-2, p.1-184, jan. 2001. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0079-6425\(99\)00010-9](http://dx.doi.org/10.1016/s0079-6425(99)00010-9).

SURYANARAYANA, C. Synthesis of nanocomposites by mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 509, p.S229-S234, jun. 2011. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.09.063>.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. **An introduction to powder metallurgy**. Londres, Editora Universitária, 1993.

UMASANKAR, V.; XAVIOR, M. A.; KARTHIKEYAN, S. Experimental evaluation of the influence of processing parameters on the mechanical properties of SiC particle reinforced AA6061 aluminium alloy matrix composite by powder processing. **Journal of Alloys and Compounds**, [s.l.], v. 582, p.380-386, jan. 2014. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.07.129>.

UPADHYAYA, G. S. **Powder metallurgy technology**. Cambridge, Cambridge International Science Publishing, 2002.

ZAN, Y. N.; ZHOU, Y. T.; LIU, Z. Y.; MA, G. N.; WANG, D.; WANG, Q. Z.; WANG, W. G.; XIAO, B. L.; MA, Z. Y. Enhancing strength and ductility synergy through heterogeneous structure design in nanoscale Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particulate reinforced Al composites. **Materials and Design**, [s.l.], v. 166, p. 107629-107637, 30 jan. 2019. Elsevier BV. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107629>.

ZHANG, C.; ZENG, Y.; YAO, D.; YIN, J.; ZUO, K.; XIA, Y.; LIANG, H. The improved mechanical properties of Al matrix composites reinforced with oriented  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker. **Journal of Materials Science & Technology**, [s.l.], v. 35, n. 7, p.1345-1353, jul. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmst.2019.02.003>.

ZHAO, Z.; ZHIJIAN, S.; YINGKUN, X. Effect of microstructure on the mechanical properties of na Al alloy 6061-SiC particle composite. **Materials Science and Engineering**, [s.l.], v. A132, p. 83-88, jan. 1991. Elsevier BV. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90364-S](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90364-S).