



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

MOISÉS EUCLIDES DA SILVA JUNIOR

FABRICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA3003 E AA3303 A PARTIR DOS PÓS  
ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E DE MANGANÊS ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE  
METALURGIA DO PÓ

Recife  
2020

MOISÉS EUCLIDES DA SILVA JUNIOR

FABRICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA3003 E AA3303 A PARTIR DOS PÓS  
ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E DE MANGANÊS ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE  
METALURGIA DO PÓ

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

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

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

Recife

2020

Catálogo na fonte  
Biblioteca Margareth Malta, CRB-4 / 1198

S586f Silva Junior, Moisés Euclides da.  
Fabricação das ligas de alumínio AA3003 e AA3303 a partir dos pós elementares de alumínio e de manganês através de técnicas de metalurgia do pó / Moisés Euclides da Silva Junior. - 2020.  
128 folhas, il., gráfs., tabs.

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

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2020.  
Inclui Referências.

1. Engenharia mecânica. 2. Ligas de alumínio AA3003 e AA3303. 3. Metalurgia do pó. 4. Moagem de alta energia. 5. AA3XXX. 6. Caracterização. I. Araujo Filho, Oscar Olimpio de (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2020-133

MOISÉS EUCLIDES DA SILVA JUNIOR

FABRICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA3003 E AA3303 A PARTIR DOS PÓS  
ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E DE MANGANÊS ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE  
METALURGIA DO PÓ

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

Aprovada em: 31/01/2020.

**BANCA EXAMINADORA**

---

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

Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof. Dr. Cezar Henrique Gonzalez (Examinador Interno)

Universidade Federal de Pernambuco

---

Prof. Dr. Adalberto Nunes de Siqueira (Examinador externo)

Centro Universitário Estácio do Recife

A Deus, pois sempre esteve comigo, me ajudando a superar os obstáculos durante essa jornada que se finda de forma vitoriosa.

## AGRADE CIMENTOS

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

À minha esposa Lenizane Cavalcante e filhos Marina e Josué, pela espera e paciência nos momentos de minha ausência e motivação a mim concedida.

Aos meus pais Moisés Euclides e Ednéia Francisca pela educação, formação e conselhos de incentivo.

Ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho, por ter me aceitado como orientando e por ter proporcionado as condições necessárias para realização e conclusão deste projeto de pesquisa.

A todos os amigos que fiz durante todo curso de mestrado e estiveram presentes em todos os momentos. Em especial aos irmãos que a vida me deu, parceiros de laboratório Diogo Monteiro, José Endreo e Max Breno, que tanto me ajudaram com as dificuldades ao longo do curso e compartilharam juntos comigo os momentos de frustrações e sucessos.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq, pelo apoio financeiro.

À UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, ao DEMEC – Departamento de Engenharia Mecânica, ao PPGEM – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, e a todos os professores do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE pelo período de convívio e aprendizado.

À equipe de técnicos de laboratório do DEMEC/INTM da UFPE, Janaina Cirino, Ivaldo França, Rubens de Andrade e Walter Junior.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimentos de materiais (INTM).

Ao professor Pedro Luiz Guzzo e o técnico de laboratório Marcelo Francisco do departamento de Engenharia de Minas da UFPE, pela contribuição.

Por fim, agradeço a todos que contribuíram direta e indiretamente para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho.

## RESUMO

Este trabalho tem como principal objetivo a fabricação das ligas de alumínio pertencentes a série AA3XXX, composta pelo sistema Al-Mn, AA3003 e AA3303, via metalurgia do pó (MP). Os pós elementares foram pesados e posteriormente processados por moagem de alta energia (MAE) durante os tempos de 30, 60 e 120 minutos em um moinho vibratório do tipo SPEX. Os pós processados por MAE foram caracterizados através das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), difração de raios-X (DRX) e por fim análise de tamanho de partícula (ATP) por difração a *laser*. Logo após a caracterização dos materiais particulados, os mesmos foram submetidos a uma compactação uniaxial a frio (de simples ação), o compactado verde, foi submetido a duas rotas de consolidação distintas, compactação e sinterização ou pré-compactação e extrusão a quente. Por fim, para caracterização microestrutural do material consolidado, foram utilizadas as técnicas de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), para a análise da composição química foi aplicada a técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e por fim as amostras foram avaliadas em relação a propriedade mecânica através do ensaio de microdureza *Vickers*. A caracterização dos pós submetidos a MAE comprovou que com o aumento do tempo de moagem o tamanho mediano de partícula diminuiu, alcançando valores muito próximos do encontrado no alumínio AA100 comercial. Os materiais consolidados por extrusão a quente apresentaram uma microestrutura mais homogênea e quase isenta de porosidade, resultando assim em valores de dureza bem superiores aos obtidos nas amostras sinterizadas e evidenciando a superioridade mecânica dos corpos de prova consolidados por extrusão a quente.

Palavras-chave: Ligas de alumínio AA3003 e AA3303. Metalurgia do pó. Moagem de alta energia. AA3XXX. Caracterização.

## ABSTRACT

The main objective of this work is to manufacture aluminum alloys belonging to the AA3XXX series, composed by the system Al-Mn, AA3003 and AA3303, via powder metallurgy (PM). The elemental powders were weighed and subsequently processed by high energy ball milling (HEBM) during the 30, 60 and 120 minutes times in a SPEX type vibrating mill. The powders processed by HEBM were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy X-ray (EDS), X-ray diffraction (XRD) and finally particle size analysis (laser diffraction granulometry). Shortly after the characterization of the particulate materials, they were subjected to cold uniaxial compaction (action single), the green compaction was submitted to two distinct consolidation routes, compaction and sintering or pre-compaction and hot extrusion. Finally, for microstructural characterization of the consolidated material, the optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) techniques were used, for the chemical composition analysis the energy dispersive spectroscopy X-ray (EDS) technique and finally the samples were evaluated for mechanical property by the Vickers microhardness test (HV). He characterization of the powders submitted to HEBM showed that with increasing grinding time the median particle size decreased, reaching values very close to those found in commercial AA100 aluminum. The materials consolidated by hot extrusion showed a more homogeneous microstructure and almost free of porosity, thus resulting in hardness values well above those obtained in the sintered samples and showing the mechanical superiority of the samples consolidated by hot extrusion.

Keywords: Aluminum Alloys AA3003 e AA3303. Powder Metallurgy high energy ball milling (HEBM). AA3XXX. Characterization.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases do sistema Al-Mn .....	30
Figura 2 - Fluxograma de produção via metalurgia do pó .....	33
Figura 3 - Ilustração esquemática de algumas distribuições reais de tamanho de partícula.....	38
Figura 4 - Compactação uniaxial com ação simples.....	40
Figura 5 - Compactação uniaxial com ação dupla .....	41
Figura 6 - Três principais métodos de extrusão de pós; (a) Extrusão para pós grosseiros; (b) Extrusão para pós de fácil compactação; (c) Extrusão para pós com encapsulamento .....	43
Figura 7 - Representação esquemática dos estágios de sinterização por fase sólida .....	45
Figura 8 - Esquema das etapas do processo de MAE de pós dúcteis.....	47
Figura 9 - Representação esquemática dos principais fatores que influenciam MAE.....	49
Figura 10 - Moinho vibratório do tipo SPEX (a); Acessórios de moagem: Jarra, tampa, esferas e anel de vedação (b); Trajetória descrita pela jarra durante a moagem (c).....	51
Figura 11 - Moinho planetário (a); Trajetória descrita pela jarra durante a moagem (b) .....	52
Figura 12 - Moinho atritor ( <i>Szegvari</i> ) .....	53
Figura 13 - Diagrama esquemático do arranjo interno do moinho atritor ( <i>Szegvari</i> ).....	54
Figura 14 - Moinho atritor <i>simoloyer</i> (a); Movimento das esferas durante a moagem (b)....	54
Figura 15 - Moinho convencional - <i>drum ball mill</i> (a); Movimento das esferas durante a moagem (b) .....	55
Figura 16 - Desenho esquemático dos componentes básicos do MEV.....	61
Figura 17 - Radiações provenientes da interação entre o feixe de elétrons com a amostra ...	62
Figura 18 - Esquema do penetrador e da impressão do ensaio <i>Vickers</i> .....	65
Figura 19 - Fluxograma do processo experimental para produção das amostras .....	68
Figura 20 - Balança de precisão semi-analítica .....	70
Figura 21 - Moinho de bolas vibratório (SPEX).....	71
Figura 22 - Recipiente de moagem - jarra (a); Corpos moedores - esferas 3(b).....	72
Figura 23 - Analisador de tamanho de partícula por difração a <i>laser</i> - <i>Mastersizer 2000</i> .....	73
Figura 24 - Difrátômetro SHIMADZO, XRD-700 - INTM - UFPE .....	74
Figura 25 - Microscópio eletrônico de varredura - INTM - UFPE.....	74
Figura 26 - Compactado verde.....	75

Figura 27 - Matriz de compactação uniaxial (simples ação) .....	75
Figura 28 - Esquema de separação dos compactados verdes.....	76
Figura 29 - Prensa hidráulica vertical .....	76
Figura 30 - Matriz de extrusão .....	77
Figura 31 - Amostras extrudada.....	77
Figura 32 - Forno a vácuo .....	78
Figura 33 - Ciclo de sinterização .....	78
Figura 34 - <i>Cutt-off - Isomet</i> .....	79
Figura 35 - Plano de corte amostras sinterizadas .....	79
Figura 36 - Plano de corte amostras extrudadas .....	80
Figura 37 - Embutimento amostra sinterizada (a); Embutimento amostra extrudada (b).....	80
Figura 38 - Microscópio ótico <i>Zeiss Axiolab</i> .....	81
Figura 39 - Microdurômetro <i>Emco-test</i> .....	82
Figura 40 - (a) MEV pó de Al - AA1100 - 1000x; (b) MEV pó de Al - AA1100 - 2000x ...	84
Figura 41 - (a) MEV pó de Mn 1000x; (b) MEV pó de Mn 2000x .....	84
Figura 42 - EDS do Al AA1100; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	85
Figura 43 - EDS do Mn; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	85
Figura 44 - Espectro de difração de raios-X do alumínio AA1100 .....	86
Figura 45 - Espectro de difração de raios-X do manganês .....	86
Figura 46 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó alumínio AA1100 .....	87
Figura 47 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó de manganês .....	88
Figura 48 - Imagem de MEV da liga AA3003 – 30 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	89
Figura 49 - Micrografia de MEV da liga AA3003 – 60 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	89
Figura 50 - Micrografia de MEV da liga AA3003 – 120 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	89
Figura 51 - EDS da liga AA3003 - 30 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS .....	90
Figura 52 - EDS da liga AA3003 - 60 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS .....	90
Figura 53 - EDS da liga AA3003 - 120 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS .....	91
Figura 54 - Difratoograma do pó da liga AA3003, com moagem de 30, 60 e 120 minutos....	92

Figura 55 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3003 - 30 min. de MAE .....	93
Figura 56 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3003 - 60 min. de MAE .....	93
Figura 57 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3003 - 120 min. de MAE .....	93
Figura 58 - Micrografia de MEV da liga AA3303 - 30 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	95
Figura 59 - Micrografia de MEV da liga AA3303 – 60 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	95
Figura 60 - Micrografia de MEV da liga AA3303 – 120 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x.....	95
Figura 61 - EDS mapa do pó da liga AA3303 – 30 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	96
Figura 62 - EDS mapa do pó da liga AA3303 – 60 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	96
Figura 63 - EDS mapa do pó da liga AA3303 – 120 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	97
Figura 64 - Difratograma do pó da liga AA3303, com moagem de 30, 60 e 120 minutos....	98
Figura 65 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3303 - 30 min. de MAE .....	99
Figura 66 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3303 - 60 min. de MAE .....	99
Figura 67 - Espectro de difração a <i>laser</i> do pó da liga AA3303 - 120 min. de MAE .....	99
Figura 68 - Imagens de MO do sinterizado da liga AA3003 - 120min. MAE - seção transversal: 500x (a), 1000x(b) - seção longitudinal: 500x(c), 1000x(d).....	101
Figura 69 - Imagens de MO do sinterizado da liga AA3303 – 120 min. MAE - seção transversal: 500x (a), 1000x(b) - seção longitudinal: 500x(c), 1000x(d).....	102
Figura 70 - Imagens de MO do extrudado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 200x (a), 500x(b) - seção longitudinal: 200x(c), 500x(d).....	103
Figura 71 - Imagens de MO do extrudado da liga AA3303 – 120 min. MAE - seção transversal: 200x (a), 500x(b) - seção longitudinal: 200x(c), 500x(d).....	103
Figura 72 - Micrografia de MEV do sinterizado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d). .....	105
Figura 73 - Espectro de EDS pontual do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal.....	106
Figura 74 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	106

Figura 75 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal.....	107
Figura 76 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	107
Figura 77 - Micrografia de MEV do sinterizado da liga AA3303 - 120min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d). ....	108
Figura 78 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal.....	109
Figura 79 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	109
Figura 80 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal.....	110
Figura 81 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	110
Figura 82 - Micrografia de MEV do extrudado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d). ....	112
Figura 83 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal.....	112
Figura 84 - EDS mapa do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	113
Figura 85 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal.....	113
Figura 86 - EDS mapa do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	114
Figura 87 - Micrografia de MEV do extrudado da liga da liga AA3303 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d).....	115
Figura 88 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal.....	115
Figura 89 - EDS mapa do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	116

Figura 90 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal.....	116
Figura 91 - EDS mapa do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	117
Figura 92 - Microdureza <i>Vickers</i> dos Sinterizados e Extrudados .....	119

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Sistema de classificação da <i>The Aluminum Association Inc.</i> .....	23
Quadro 2 - Especificação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio.....	28
Quadro 3 - Sistema de caracterização de forma de partículas .....	37
Quadro 4 - Operações complementares e suas finalidades.....	45
Quadro 5 - Tipos de moinhos utilizados na moagem de alta energia.....	50
Quadro 6 - Materiais utilizados no estudo.....	69

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Propriedades do alumínio puro .....	20
Tabela 2 -	Composição percentual das ligas de alumínio em estudo .....	70
Tabela 3 -	Composição da massa de pó e PCA por moagem .....	71
Tabela 4 -	Microdureza <i>Vickers</i> média - Sinterizados e Extrudados.....	118

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>18</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>19</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	19
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>20</b>
3.1	ALUMÍNIO .....	20
3.2	LIGAS DE ALUMÍNIO .....	22
<b>3.2.1</b>	<b>Classificação das Ligas de Alumínio</b> .....	<b>22</b>
3.2.1.1	Classificação das Ligas de Alumínio Quanto ao Processo de Fabricação.....	22
3.2.1.2	Classificação das Ligas de Alumínio Quanto a Composição Química, Principais Elementos de Liga .....	23
3.2.1.3	Classificação das Ligas de Alumínio Quanto ao Tratamento Térmico .....	26
3.3	LIGAS DE ALUMÍNIO SÉRIE 3XXX .....	29
3.4	METALURGIA DO PÓ .....	31
<b>3.4.1</b>	<b>Obtenção dos Pós</b> .....	<b>34</b>
<b>3.4.2</b>	<b>Características dos Pós</b> .....	<b>36</b>
<b>3.4.3</b>	<b>Homogeneização dos Pós</b> .....	<b>39</b>
<b>3.4.4</b>	<b>Compactação dos Pós</b> .....	<b>39</b>
3.4.4.1	Compactação Uniaxial a Frio .....	40
3.4.4.2	Compactação Isostática a Frio e a Quente .....	41
3.4.4.3	Compactação por Laminação de Pós.....	42
3.4.4.4	Extrusão de Pós.....	42
<b>3.4.5</b>	<b>Sinterização</b> .....	<b>43</b>
3.4.5.1	Sinterização por Fase Sólida.....	44
<b>3.4.6</b>	<b>Operações Complementares</b> .....	<b>45</b>
3.5	MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE) .....	46
<b>3.5.1</b>	<b>Variáveis do Processo de Moagem de Alta Energia</b> .....	<b>48</b>
3.5.1.1	Tipos de Moinhos de Bolas .....	49
3.5.1.1.1	<i>Moinho Vibratório (Shaker Mill – SPEX)</i> .....	50
3.5.1.1.2	<i>Moinho Planetário (Planetary Ball Mill)</i> .....	52
3.5.1.1.3	<i>Moinho Attritor (Attritor Mill)</i> .....	53
3.5.1.1.4	<i>Moinho de Tambor / Moinho Convencional (Drum Ball Mill)</i> .....	55

3.5.1.2	Tipos de Recipiente de Moagem .....	55
3.5.1.3	Velocidade de Moagem .....	56
3.5.1.4	Tempo de Moagem .....	56
3.5.1.5	Tipo, Tamanho e Distribuição da Mídia de Moagem (Esferas) .....	57
3.5.1.6	Razão Massa de Bola Massa de Pó ( <i>Ball-to-Powder-Ratio</i> – BPR) .....	57
3.5.1.7	Volume Ocupado do Recipiente de Moagem.....	57
3.5.1.8	Atmosfera de Moagem .....	58
3.5.1.9	Agente Controlador do Processo (ACP).....	58
3.5.1.10	Temperatura de Moagem.....	59
3.6	MICROSCOPIA ÓTICA (MO).....	59
3.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) .....	60
3.8	DIFRAÇÃO DE RX (DRX).....	63
3.9	DUREZA DE UM MATERIAL.....	64
<b>3.9.1</b>	<b>Ensaio de Dureza e Microdureza <i>Vickers</i></b> .....	<b>65</b>
<b>4</b>	<b>PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>67</b>
4.1	MATERIAIS.....	69
4.2	MÉTODOS .....	70
<b>4.2.1</b>	<b>Pesagem dos Pós</b> .....	<b>70</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Moagem de Alta Energia (MAE) dos Pós</b> .....	<b>71</b>
<b>4.2.3</b>	<b>Caracterização dos pós</b> .....	<b>72</b>
4.2.3.1	Análise Granulométrica dos Pós.....	73
4.2.3.2	Difração de Raios-X dos Pós.....	73
4.2.3.3	Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) dos Pós.....	74
<b>4.2.4</b>	<b>Compactação e Extrusão dos Pós</b> .....	<b>75</b>
<b>4.2.5</b>	<b>Sinterização</b> .....	<b>77</b>
<b>4.2.6</b>	<b>Preparação Metalográfica</b> .....	<b>78</b>
<b>4.2.7</b>	<b>Caracterização do Material Consolidado</b> .....	<b>81</b>
4.2.7.1	Microscopia Ótica.....	81
4.2.7.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) dos Materiais Consolidados.....	82
4.2.7.3	Ensaio de Microdureza <i>Vickers</i> .....	82
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>83</b>
5.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	83

<b>5.1.1</b>	<b>Pós de Partida .....</b>	<b>83</b>
5.1.1.1	Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva....	83
5.1.1.2	Difração de Raios-X .....	85
5.1.1.3	Análise Granulométrica .....	87
<b>5.1.2</b>	<b>Liga de Alumínio AA3003 Fabricada por MAE, Durante os Tempos de 30, 60 e 120 Minutos .....</b>	<b>88</b>
5.1.2.1	Análise Morfológica e Química das Partículas de Pó .....	88
5.1.2.2	Análise de Difração de Raios-X do pó da Liga AA3003 - MAE de 30, 60 e 120 Minutos .....	91
5.1.2.3	Análise Granulométrica .....	92
<b>5.1.3</b>	<b>Liga de Alumínio AA3303 Fabricada por MAE, Durante os Tempos de 30, 60 e 120 Minutos .....</b>	<b>94</b>
5.1.3.1	Análise Morfológica e Química das Partículas de Pó .....	94
5.1.3.2	Análise de Difração de Raios-X da Liga AA3303 - MAE de 30, 60 e 120 Minutos .....	97
5.1.3.3	Análise Granulométrica .....	98
<b>5.2</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL CONSOLIDADO.....</b>	<b>100</b>
<b>5.2.1</b>	<b>Microscopia Ótica (MO) .....</b>	<b>100</b>
<b>5.2.2</b>	<b>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....</b>	<b>104</b>
5.2.2.1	MEV e EDS do Material Consolidado por Sinterização .....	104
5.2.2.2	Material Consolidado por Extrusão a Quente.....	111
<b>5.2.3</b>	<b>Ensaio de Microdureza <i>Vickers</i> dos Sinterizados e Extrudados .....</b>	<b>117</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>120</b>
<b>7</b>	<b>RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>121</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>122</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Embora a grande parte dos componentes metálicos fabricados sejam produzidos através de ligas ferrosas como os aços e ferros fundidos, materiais estes que abrangem a grande maioria das aplicações comerciais e industriais, as ligas classificadas como não ferrosas obtiveram um crescimento considerável em sua produção e aplicação nas últimas décadas. Dentre essas ligas não ferrosas, as ligas de alumínio se destacam e vêm sendo cada vez mais aplicadas na indústria aeronáutica e componentes para fabricação de automóveis. (BARBOSA, 2014)

O alumínio é um dos materiais mais utilizados no mundo, tendo considerável aplicação em diversos setores, e isso se dá devido as suas características. A fabricação de produtos acabados, tais como: folhas, chapas, fundidos de alumínio, perfis fundidos e forjados, fornecem cada dia mais soluções eficazes para sua aplicação no ramo industrial. A associação de elementos de ligas, tais como: magnésio, silício, cobre, manganês, ferro e zinco, proporciona modificações nas características do alumínio, possibilitando assim a sua aplicação em diversos seguimentos, tais como: bens e consumo, automotivo e transportes, construção civil, embalagens, máquinas e equipamentos, dentre esses setores o ramo automotivo e transportes é o maior consumidor de alumínio do mundo. (ABAL, 2019; CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

Inserida em um contexto altamente competitivo, a indústria automobilística foi uma das principais responsáveis pelo crescimento da utilização de componentes sinterizados, fabricados via metalurgia do pó – MP do inglês *powder metallurgy* – PM. A metalurgia do pó é uma técnica de fabricação de componentes através de pós, é um processo que pode produzir um grande volume de componentes de alumínio, com formas complexas e sem a necessidade de operações de acabamento posteriores. Do ponto de vista econômico, a metalurgia do pó tem se tornado insubstituível devido a sua alta produtividade, fator este que é fundamental para a definição da escolha do método de fabricação na indústria moderna. (CHIAVERINI, 2001; DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017)

Neste contexto, o referido trabalho discute acerca da fabricação das ligas de alumínio da série AA3XXX (AA3003 e AA3303), fabricadas via metalurgia do pó, através da moagem de alta energia e consolidadas por duas rotas distintas, compactação e sinterização ou pré-compactação e extrusão a quente.

## 2 OBJETIVOS

Neste capítulo serão explanados os objetivos: geral e específicos deste trabalho.

### 2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo principal deste trabalho é a fabricação e o estudo das ligas da série AA3XXX formadas pelo sistema Al-Mn, AA3003 e AA3303, fabricadas através dos pós elementares via metalurgia do pó, utilizando duas rotas distintas para consolidação dos pós, compactação e sinterização por fase sólida ou pré-compactação e extrusão a quente.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar os pós elementares e as misturas submetidas a moagem de alta energia através das técnicas de: Análise do tamanho de partícula (ATP), Difração de Raios-X (DRX), microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS);
- Caracterização microestrutural através das técnicas de microscopia ótica (MO) e Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) e caracterização mecânica através do ensaio de microdureza *Vickers*, tanto das amostras sinterizadas quanto as extrudadas a quente;
- Verificar a influência do tempo de moagem nas características de tamanho, distribuição granulométrica, forma, composição química e estrutura cristalina das partículas dos pós das ligas: AA3003 e AA3303;
- Comparar as características e propriedades obtidas dos materiais sinterizados e extrudados;
- Promover ao discente o contato inicial com a pesquisa.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresentará todo o conhecimento teórico necessário para o desenvolvimento e conclusão deste trabalho.

#### 3.1 ALUMÍNIO

O alumínio é um dos três elementos mais abundantes na crosta terrestre, ficando atrás apenas do oxigênio e do silício, mesmo assim, quando se fala de produção em escala industrial ele ainda é o metal de utilização mais recente. O alumínio só foi descoberto e isolado nas primeiras décadas do século XIX, ainda assim sua utilização como metal atualmente só é menor que a do aço, o mesmo se apresenta diretamente na crosta terrestre em forma de óxido e raramente em seu estado metálico. A Tabela 1, apresenta as principais propriedades do alumínio puro. (ABAL, 2019; BARBOSA, 2014)

Propriedades	Valores de Referência
Ponto de Fusão	660°C
Peso específico	2,7g/cm <sup>3</sup>
Condutividade elétrica	62% IACS
Condutividade térmica a 25°C	0,53 Cal/cm.°C
Módulo de elasticidade	70.000MPa
Limite de resistência a tração	48MPa
Dureza	14 a 20 HB

Fonte: Adaptado de ABAL, 2019.

A obtenção do alumínio metálico se dá através da mineração e beneficiamento da bauxita, para que esse processo seja considerado economicamente viável, é necessário que a bauxita tenha no mínimo 30% de óxido de alumínio também conhecido como alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) aproveitável. As reservas brasileiras de bauxita, além da sua ótima qualidade apresentada, destacam-se pelo seu grande volume, pois, encontram-se entre as maiores reservas do mundo. (ABAL, 2019)

O processo de obtenção do alumínio metálico se dá basicamente através da união de dois processos, que são: o processo *Bayer* e o processo de *Hall-Heroult*. (BARBOSA, 2014). Estes dois processos têm finalidades distintas, o processo *Bayer* é a rota mais utilizada para a obtenção da alumina, e o processo *Hall-Heroult* é utilizado para produção do alumínio a partir da alumina. (ABAL, 2019)

O processo *Bayer* foi desenvolvido e patenteado pelo químico austríaco Karl Josef Bayer em 1888, e consiste na dissolução da bauxita moída no hidróxido de sódio (NaOH) em condições moderadas de temperatura e pressão, produzindo assim a alumina e a sílica. Em seguida a alumina é separada dos sólidos, diluída e resfriada, ao cristalizar é formado o óxido de alumínio hidratado ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ). (ABAL, 2019; CONSTANTINO et al., 2002)

O processo *Hall-Heroult* recebeu este nome devido ao fato de ter sido desenvolvido e patenteado quase que simultaneamente por dois pesquisadores, os responsáveis por sua criação são o engenheiro norte-americano Charles Martin Hall e o cientista francês Paul Louis Toussaint Héroult. Esse processo baseia-se basicamente na redução eletrolítica da alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) em um banho fundido de criolita, e resulta em um produto denominado de “alumínio primário”, para a produção de 1 tonelada de alumínio primário são necessárias duas toneladas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). (ABAL, 2019)

A união desses dois processos viabilizou a produção de alumínio em escala industrial, possibilitando uma baixa significativa nos custos de fabricação, e com isso um aumento na utilização deste metal não ferroso. (BARBOSA, 2014)

Uma característica muito importante do alumínio é a sua reciclabilidade sem que haja perdas em suas propriedades físicas e químicas, isto o torna um dos materiais mais aplicados na fabricação de embalagens de bebidas carbonatadas (refrigerantes, cervejas etc.). O processo de reciclagem do alumínio através da refusão da sucata, além de contribuir com o meio ambiente, proporciona uma elevada economia de energia elétrica, tendo em vista que esse utiliza apenas 5% da energia necessária para produzir o alumínio a partir do minério. Esse alumínio gerado a partir da reciclagem é denominado de “alumínio secundário”. (ABAL, 2019; BARBOSA, 2014)

Desde 2001 o Brasil lidera o *ranking* mundial dos países com os maiores índices de reciclagem de latas de alumínio, no ano 2017 houve uma reciclagem de 97,3%. (ABAL, 2018)

## 3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO

Segundo Callister e Rethwisch (2016), existem duas maneiras de se melhorar a resistência mecânica do alumínio, por trabalho mecânico a frio (encruamento) ou por adição de elementos de liga, porém, ambas tendem a diminuir a resistência à corrosão. Os principais elementos de liga utilizados nas ligas de alumínio são: cobre, magnésio, silício, manganês e zinco.

As ligas de alumínio possuem uma alta ductilidade, devido ao fato de as mesmas possuírem uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), essa alta ductilidade se mantém mesmo em gradientes de temperatura muito baixos. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

### 3.2.1 Classificação das Ligas de Alumínio

O sistema de classificação das ligas de alumínio denominado de “*The Aluminum Association Alloy and Temper Designation System*”, *Aluminum Association, Inc. (AA)*, descrito na norma ANSI H35.1/H35.1M, é amplamente utilizado nos Estados Unidos da América. Esse sistema de classificação também é adotado no Brasil através da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT, estando descrito na norma NBR ISO 209:2010 - Alumínio e suas ligas – Composição química. O alumínio e suas ligas são classificados pela *Aluminum Association* segundo dois critérios, que são: processo de fabricação e composição química. (ASM *HANDBOOK*, 1992; ABNT NBR ISO 209, 2010)

#### 3.2.1.1 Classificação das Ligas de Alumínio Quanto ao Processo de Fabricação

Segundo o *ASM Handbook* (1992), é apropriada a divisão das ligas de alumínio em duas categorias primárias, que são:

- a) Ligas Trabalháveis Mecanicamente (*wrought alloys*)
- b) Ligas Fundidas (*cast alloy*)

Segundo Davis (2001), a diferenciação dessas categorias se dá com base no mecanismo primário de obtenção das propriedades mecânicas, sendo assim o que diferencia esses dois grupos é basicamente que as ligas trabalháveis mecanicamente obtêm suas propriedades mecânicas através da variação do processo de trabalho mecânico (a quente ou a

frio), já as ligas fundidas são as que obtêm suas características através do processo de fundição as vezes se faz necessária a associação de um tratamento térmico.

### 3.2.1.2 Classificação das Ligas de Alumínio Quanto a Composição Química, Principais Elementos de Liga

Segundo Hatch (1984), tanto para classe das ligas trabalháveis mecanicamente quanto para as fundidas, as mesmas podem ser subdivididas em séries, que são nomeadas por 4 dígitos, XXXX (ligas trabalháveis mecanicamente) e XXX.X (ligas fundidas). Para ambas as classes, o primeiro dígito tem correlação com o principal elemento de liga utilizado pela série, conforme ilustrado no Quadro 1.

Quadro 1 - Sistema de classificação da *The Aluminum Association Inc.*

<b>Ligas Trabalháveis Mecanicamente</b>		<b>Ligas Fundidas</b>	
<b>(AA) Séries da Liga</b>	<b>Elemento (s) de liga Majoritário (s)</b>	<b>(AA) Séries da Liga</b>	<b>Elemento (s) de liga Majoritário (s)</b>
<b>1XXX</b>	Al comercialmente puro (≥ 99% de Al)	<b>1XX.X</b>	Al comercialmente puro (≥ 99% de Al)
<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 (Sn, Li, Fe, Cu)	<b>8XX.X</b>	Sn
<b>9XXX</b>	Reservada para utilização futura	<b>9XX.X</b>	Outros elementos

Fonte: Adaptado de *ASM Handbook*, 1992.

- 1XXX / 1XX.X (série 1000) – Alumínio comercialmente puro (Al), composição a partir de 99,00% de alumínio. As ligas pertencentes a esta série têm como características principais, elevada condutividade térmica e elétrica, porém elas possuem uma baixa resistência mecânica. Essas ligas não são tratáveis termicamente, ou seja, não são endurecíveis por precipitação. São comumente utilizadas em condutores elétricos, utensílios domésticos, além de outras aplicações que necessitam

de uma alta conformabilidade sem necessidade de uma alta resistência mecânica. (DAVIS, 2001)

- 2XXX / 2XX.X (série 2000) – Ligas de Alumínio-Cobre (Al-Cu), são ligas que possuem como o principal elemento de liga o cobre (Cu), porém em alguns casos também podem conter em sua composição quantidades significativas de magnésio (Mg), elas são tratáveis termicamente. As ligas desta série, não possuem uma resistência a corrosão tão boa quanto as demais, outro ponto importante desta série é que com exceção da liga 2219, as demais têm uma soldabilidade limitada, porém algumas ligas desta classe possuem uma usinabilidade superior. As ligas desta série são adequadas para fabricação de peças que precisam de altas relações entre resistência e peso, são muito aplicadas na fabricação de rodas de caminhões e de aeronaves, peças de suspensão de caminhões, fuselagem de aeronaves etc. (DAVIS, 2001)
- 3XXX / 3XX.X (série 3000) – Ligas de Alumínio-Manganês (Al-Mn), o manganês (Mn) é o principal elemento de liga das ligas desta série, (cerca de 1,5%), e geralmente não são tratáveis termicamente, porém possuem aproximadamente 20% a mais de resistência que as ligas da série 1XXX / 1XX.X. Essas ligas são empregadas amplamente como ligas de uso geral, em aplicações que exigem uma força moderada e uma boa trabalhabilidade, são utilizadas na fabricação de latas de bebidas, utensílios de cozinha, trocadores de calor, tanques de armazenamento, toldos, móveis, sinalizações de rodovias, coberturas, revestimentos e outras aplicações arquitetônicas etc. (DAVIS, 2001)
- 4XXX / 4XX.X (série 4000) – Ligas de Alumínio-Silício (Al-Si), elas têm como elemento de liga principal o silício (Si) em quantidades até 12%, possuem propriedades semelhantes as ligas da série 3XXX / 3XX.X, e são mais utilizadas para fundições em moldes. A maioria das ligas desta série não é tratável termicamente. As ligas que têm um percentual considerável de silício (Si) têm aplicações arquitetônicas devido a sua coloração cinza escuro ao carvão, já a liga 4032 possui um baixo coeficiente de expansão térmica e uma alta resistência ao desgaste, sendo assim muito adequada para produção de pistões de motores forjados. (DAVIS, 2001)
- 5XXX / 5XX.X (série 5000) – Ligas de Alumínio-Magnésio (Al-Mg), tem o magnésio (Mg) como principal elemento de liga, elemento esse que proporciona um aumento considerável nas propriedades mecânicas do alumínio. As ligas desta série

não são tratáveis termicamente, as mesmas são aplicadas em acabamentos arquitetônicos, latas, eletrodomésticos, barcos e navio, tanques criogênicos, etc. (DAVIS, 2001; HATCH, 1984)

- 6XXX / 6XX.X (série 6000) – Silício (Si) e magnésio (Mg) são os principais elementos de liga, assim é formado um composto intermetálico  $Mg_2Si$  (Siliceto de magnésio) que é o responsável pelo seu endurecimento. Essas ligas possuem boa conformabilidade, soldabilidade, usinabilidade e resistência a corrosão, já a sua resistência mecânica é razoável. São amplamente utilizadas quando o processo de fabricação é a extrusão, aplicadas em quadros de bicicletas, equipamentos de transporte, trilhos de pontes e outras estruturas soldadas. São ligas tratáveis termicamente. (DAVIS, 2001; HATCH, 1984)
- 7XXX / 7XX.X (série 7000) – Ligas de Alumínio-Zinco (Al-Zn), o zinco (Zn) é o principal elemento de liga, ainda pode conter quantidades significativas de zircônio (Zr), Cobre (Cu), magnésio (Mg) e cromo (Cr), essas ligas são tratáveis termicamente, possuem uma moderada resistência a corrosão e uma boa conformabilidade. São comumente aplicadas em estruturas de fuselagem, equipamentos, móveis e outras peças que sofrem altas solicitações. (DAVIS, 2001; HATCH, 1984)
- 8XXX / 8XX.X (série 8000) – Ligas de Alumínio com a adição de elementos, tais como, silício (Si), ferro (Fe), manganês (Mn), estanho (Sn) nas conformáveis ou o lítio (Li) nas fundidas. Podem ser ou não tratáveis termicamente, são amplamente utilizadas em aplicações aeronáuticas. (DAVIS, 2001; HATCH, 1984)
- 9XXX / 9XX.X (série 9000) – Reservada para utilização futura. (ASM *HANDBOOK*, 1992).

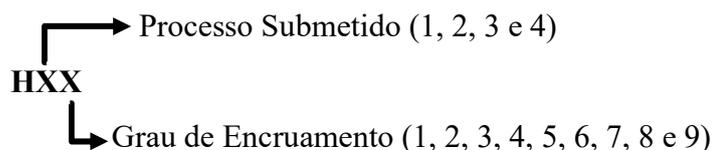
Segundo Hatch (1984), o segundo dígito é concernente com as modificações realizadas no limite de impurezas da liga, caso o segundo dígito seja 0 (zero), isto significa que o alumínio possui os limites convencionais de impurezas, as ligas que sofrem alguma alteração são enumeradas de 1 a 9.

Os dois últimos dígitos da série 1xxx têm relação com a pureza acima de 99% de alumínio da liga, por exemplo, a liga 1000 possui uma pureza de 99,00% de alumínio já a liga 1099 possui a pureza de 99,99% de alumínio, já para as demais séries 2xxx à 8xxx os dois números tem pouco significado, servem para identificar apenas as diversas ligas das séries. (HATCH, 1984; CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

### 3.2.1.3 Classificação das Ligas de Alumínio Quanto ao Tratamento Térmico

O último dígito de cada série das ligas de alumínio é sucedido por um hífen seguido de uma letra, e um número com até três dígitos, que indicam o trabalho mecânico e/ou tratamento térmico ao qual a liga foi submetida. A *Aluminum Association* apresenta a seguinte classificação segundo os tipos de tratamentos. (BARBOSA, 2014)

- F – (Como fabricada): Aplicada a produtos obtidos através de algum processo de conformação mecânica, tais como (laminação, extrusão entre outros), aos quais não são aplicados nenhum controle específico nos parâmetros de condições térmicas ou de encruamento. (BARBOSA, 2014; ABNT NBR ISO 2107, 2008; PATROCINIO, 2011)
- O – (Recozida): Aplica-se em produtos fabricados nas ligas de alumínio trabalháveis mecanicamente (*wrought alloys*), com o intuito de uma redução na resistência mecânica, e aos produtos de ligas fundidas (*cast alloys*), visando a obtenção de uma melhor ductilidade e estabilidade dimensional. No caso de um recozimento com condições e características especiais, a letra “O” é seguida dos números (1, 2 ou 3). O1 indica que o material foi submetido a um recozimento em temperatura elevada e seu resfriamento foi lento, O2 indica que o material foi submetido a um processo termomecânico e o O3 que o material foi homogeneizado. (BARBOSA, 2014; ABNT NBR ISO 2107, 2008)
- H – (Encruada): Aplicada a produtos que foram submetidos a trabalho mecânico a frio (encruamento), e é geralmente utilizado para as ligas de alumínio que não são tratáveis termicamente (séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX). A letra H pode ser sucedida por dois ou mais dígitos, os quais possibilitam a identificação de qual processo o produto foi submetido e em seguida o grau de encruamento. (ABNT NBR ISO 2107, 2008; PATROCINIO, 2011)



Os processos pelos quais as ligas de alumínio podem ser submetidas representados pelo primeiro dígito após a letra H são: (H1X – Material apenas encruado; H2X – Material encruado e parcialmente recozido; H3X – Material

encruado e estabilizado; H4X – Material encruado e pintado/envernizado). (ABNT NBR ISO 2107, 2008; PATROCINIO, 2011)

O segundo dígito após a letra H, têm relação com a redução de espessura sofrida pelo produto e assim conseqüentemente com sua dureza, e é reconhecido pelo limite de resistência à tração. (ABNT NBR ISO 2107, 2008; PATROCIO, 2011)

Em alguns casos é utilizado o terceiro dígito na classificação H, quando utilizado esse dígito indica uma condição intermediária, ou seja, é um valor diferente da classificação com dois dígitos, porém próximo ou quando outra característica é afetada de forma significativa. (ABNT NBR ISO 2107, 2008)

Segundo a ABNT NBR ISO 2107 (2008), as classificações H com três dígitos são:

HX11 – Aplicada a produtos que podem ser submetidos a encruamento suficiente após o recozimento final, de forma que não se enquadram como recozidos, porém também não podem ser classificados como HX1.

H112 – Aplicada aos produtos que podem adquirir encruamento devido a conformação a elevadas temperaturas ou por intermédio de uma quantidade restrita de trabalho a frio, porém, para tais existem limites para as propriedades mecânicas.

H116 – Aplicado a produtos das ligas 5XXX com percentuais de magnésio maior ou igual a 3%. Estes produtos são encruados na operação final, visando a obtenção de limites de resistência a tração estáveis, e alcançar níveis especificados nos ensaios de corrosão acelerados. Esta têmpera é apropriada para serviços contínuos em temperaturas superiores a 65°C.

H321 – Aplicada a produtos das ligas 5XXX com percentuais de magnésio maior ou igual a 3%. Estes produtos são estabilizados termicamente na operação final, visando a obtenção de limites de resistência a tração estáveis, e o alcance de níveis especificados nos ensaios de corrosão acelerados. Esta têmpera é apropriada para serviços contínuos em temperaturas superiores a 65°C.

HXX4 – Aplicada a chapas lavradas ou gravadas, fabricadas a partir da têmpera HXX correspondente. As propriedades mecânicas destas chapas são diferentes da têmpera original.

HXX5 – Aplicado a tubos soldados. A depender da liga e da forma geométrica do tubo, os limites de propriedades mecânicas podem se diferenciar daqueles da têmpera HXX correspondente para chapas.

- W – (Solubilizado): Aplicada apenas em algumas ligas que sofrem envelhecimento espontâneo a temperatura ambiente (envelhecimento natural), após o tratamento térmico de solubilização. A utilização desta classificação esta restrita aos casos onde se é indicado o período de envelhecimento natural, como por exemplo: W ½ h. (ABNT NBR ISO 2107, 2008; BARBOSA, 2014)
- T – (Tratada termicamente): Aplicada apenas nos produtos das séries de ligas de alumínio tratáveis termicamente (série 2XXX, 6XXX, 7XXX e algumas da série 8XXX) com ou sem encruamento suplementar. Esta têmpera propicia propriedades físicas estáveis e diferentemente das proporcionadas por “F”, “O” e “H”. (ABNT NBR ISO 2107, 2008; BARBOSA, 2014)

A letra T pode ser sucedida por um ou mais números que podem variar de 1 a 10, e especificam tratamentos térmicos básicos conforme indicados no Quadro 2, para as ligas que sofrem envelhecimento natural, essa designação sofre o acréscimo da designação W. (ABNT NBR ISO 2107, 2008; LIRA, 2016)

Quadro 2 - Especificação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio

Tipo	Especificação do 1º Dígito
T1	Solubilização parcial e envelhecimento natural
T2	Recozimento
T3	Solubilização total e deformação a frio
T4	Solubilização total e envelhecimento natural
T5	Apenas envelhecimento artificial
T6	Solubilização total e envelhecimento artificial
T7	Solubilização e estabilização
T8	Solubilização, deformação a frio e envelhecimento artificial
T9	Solubilização, envelhecimento artificial e deformação a frio
T10	Envelhecimento artificial e deformação a frio

Fonte: Adaptado de ABNT NBR ISO 2107, 2008.

Segundo ABNT NBR ISO 2107 (2008), as classificações seguintes, envolvem dígitos adicionais nas têmperas T, e são utilizadas em materiais submetidos a tratamentos de alívio de tensão, esse alívio de tensão pode ser obtido através dos mecanismos de estiramento (T51,

T510 e T511), compressão (T52), pela combinação de estiramento e compressão (T54) ou por meio da aplicação de tratamento térmico (T42, T62 e T7X2).

### 3.3 LIGAS DE ALUMÍNIO SÉRIE 3XXX

As ligas da série 3XXX são formadas pelo sistema (Al-Mn), e pertencem a um grupo de ligas que não podem ser endurecidas por precipitação, sendo assim, elas não obtêm nenhum aumento de dureza quando submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento, o aumento de dureza nessas ligas se dá através de encruamento (trabalho mecânico a frio). As ligas desta série têm como principais aplicações a fabricação de latas de bebidas e painéis. (BARBOSA, 2014)

A principal característica das ligas da série 3XXX é sua baixa suscetibilidade a corrosão sob tensão. Estas ligas também possuem uma aceitável resistência mecânica e conformabilidade. (ASM *HANDBOOK*, 1992).

Nas ligas do sistema Al-Mn a reação eutética acontece a uma temperatura de 660 °C a uma concentração de 1,9% Mn, nesta temperatura a solubilidade máxima do manganês no alumínio é de 1,8%. Estas ligas possuem uma fase intermetálica de composição química correspondente a fórmula  $Al_6Mn$  em equilíbrio com a solução sólida de alumínio. Esta fase isola-se da fase líquida que contém 1,9 a 4,1 % de manganês. Caso as soluções sólidas possuam percentuais maiores, ela é originada por intermédio da reação peritética entre a fase intermetálica  $Al_4Mn$  e a fase líquida a 710 °C. (HATCH 1984; BARBOSA, 2014)

O sistema Al-Mn, possui apenas uma fase metaestável, que tem a composição química  $Al_{12}Mn$  com 14,5% de Mn. Concentrações de Fe e Si superiores a 0,2%, eliminam o aparecimento da fase  $Al_{12}Mn$ , em contrapartida a presença do Cr estabiliza essa fase. (HATCH 1984; BARBOSA, 2014)

As fases predominantes nas ligas do sistema Al-Mn são  $Al_6(Mn,Fe)$  e  $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$ , a fase  $Al_6(Mn,Fe)$  é preponderante durante a solidificação, entretanto um posterior aquecimento levará o surgimento da fase  $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$ . Algumas ligas do sistema Al-Mn também possuem percentuais de magnésio, elemento este que em virtude da sua grande compatibilidade com o silício tende a ser favorável a formação da fase  $Al_6(Mn,Fe)$ . (BARBOSA, 2014)



### 3.4 METALURGIA DO PÓ

Segundo Chiaverini (2001), a metalurgia do pó (MP), do inglês é uma técnica de manufatura metalúrgica não convencional, esta técnica diverge dos processos convencionais de fabricação em metalurgia, pelos seguintes pontos:

- a) Aplicação de pós metálicos e ou não metálicos como matéria prima;
- b) Durante o processo de fabricação não existe fase líquida ou em alguns casos existe uma presença parcial;
- c) Fabricação de peças que apresentam forma final (*Net-Shape*) ou forma praticamente final (*Near Net-Shape*);
- d) Produz componentes com características estruturais e físicas, que através de outros processos metalúrgicos não seria possível a obtenção;
- e) Processo altamente produtivo quando se fala de fabricação de produtos em série.

A metalurgia do pó pode ser definida de forma clássica como, uma técnica de fabricação metalúrgica onde um determinado metal, liga metálica ou cerâmica em seu estado sólido na forma de partículas secas (pó) comumente com diâmetro máximo de 150µm, são transformados em um elemento de engenharia, conferindo forma e acabamento finais ou próximos dos finais e propriedades que tornam possíveis a sua utilização sem que hajam posteriores operações de acabamento. (THÜMMLER; OBERACKER, 1993)

Segundo Iwata (1989), quando comparada com outro processo convencional de fabricação metalúrgica, a técnica de metalurgia do pó se sobressai por conta das etapas reduzidas e por evitar algum inconveniente, tais como, segregações e defeitos internos (vazios) comumente encontrados em componentes fabricados por fundição.

Segundo Morais (2012), a metalurgia do pó é uma técnica de fabricação composta por diversas etapas, pode comportar desde a fabricação dos pós até o processamento do componente. De forma simplificada o processo é composto pelas seguintes etapas: obtenção do pó, processamento do pó, compactação do pó e sinterização. Algumas técnicas mais sofisticadas de compactação e sinterização foram desenvolvidas e deixam o processo mais competitivo quando comparado com os processos convencionais de fabricação.

Segundo ASM *Handbook* (1998) as técnicas de fabricação por metalurgia do pó, podem ser classificadas em dois grupos, que são:

- a) Processo convencional de compactação e sinterização – Este processo alcança densidades que podem variar de 80 a 90%.

- b) Processos de densidade total – Esta classificação visa a obtenção de produtos o mais próximo possível da densidade total. São processos considerados de densidade total: Moldagem por Injeção de Metal (*Metal Injection Molding – MIM*), Compactação Isostática a Quente (*Hot Isostatic Pressing – HIP*), Compactação de Rolos (Laminação), Compactação a Quente e Extrusão.

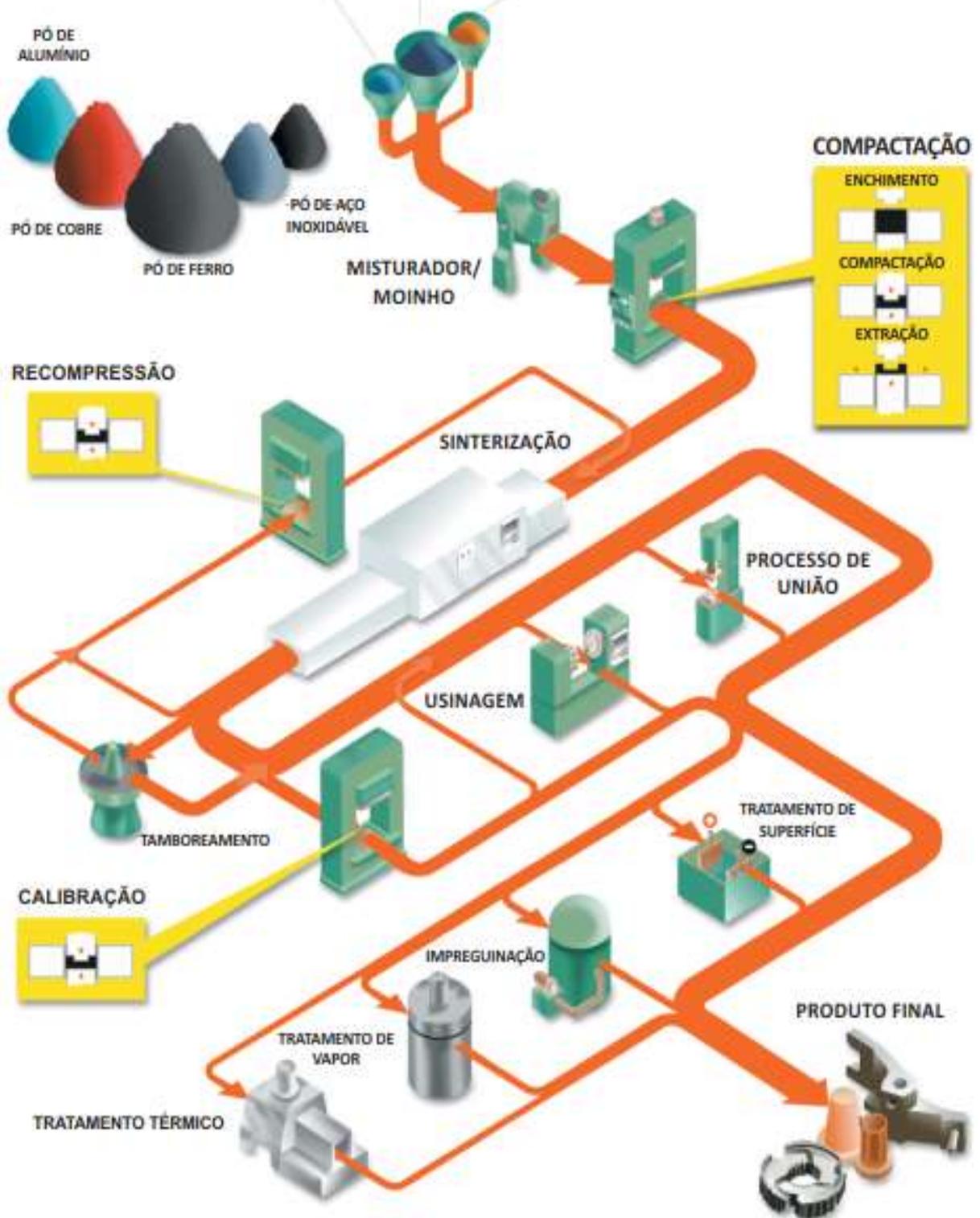
Inúmeros fatores favorecem a expansão da aplicação da técnica de fabricação por metalurgia do pó. A metalurgia do pó é um processo ambientalmente vantajoso, tendo em vista que há um aproveitamento maior que 95% da matéria prima, não é um processo poluente e necessita de baixa energia. Esses fatores tornam o produto fabricado por MP, mais vantajoso economicamente quando comparado com os produtos obtidos por outros processos de fabricação. Além dos benefícios supracitados, a metalurgia do pó possibilita a obtenção de um grande volume de peças, as quais podem possuir geometrias complexas, além de ótima tolerância dimensional e um perfeito acabamento superficial. (GROSSI, 2016)

Uma das principais desvantagens do processo de MP, é o alto custo com o ferramental para iniciar o processo, este só se justifica se existir uma grande produção de peças em série, onde sejam diluídos os custos das matrizes. (ODANI, 1994)

Outras desvantagens técnicas deste processo são: limitações relacionadas às dimensões das peças a serem produzidas, pois a necessidade de compactação inviabiliza a fabricação de peças muito grandes e com cantos vivos através da técnica de metalurgia do pó, e desvantagem na soldabilidade entre componentes fabricados por MP, a soldagem alteraria características físicas e químicas, devido a porosidade. (CHIAVERINI, 2001; ZILNYK; CINTHO, 2008)

A Figura 2, ilustra de forma esquemática as etapas de produção comumente seguidas na fabricação de elementos via metalurgia do pó.

Figura 2 - Fluxograma de produção via metalurgia do pó  
ELEMENTOS DE LIGA PÓ BASE LUBRIFICANTES



Fonte: EPMA, 2008.

### 3.4.1 Obtenção dos Pós

A qualidade e as características dos pós metálicos estão relacionadas diretamente com o processo de fabricação através do qual os mesmos foram obtidos, sendo assim, o processo de obtenção deve ser selecionado a partir das propriedades desejadas. (CHIAVERINI, 2001)

Algumas características dos pós como: pureza, tamanho de partícula, morfologia da partícula e textura superficial, devem ser consideradas quando os pós forem aplicados a técnica de metalurgia do pó, pois, estas características influenciam diretamente na qualidade final do componente fabricado por MP. (MOURA, 2013)

O método utilizado para a obtenção do pó tem influência direta em algumas características dos pós fabricadas, tais como: composição química, estrutura da partícula e distribuição granulométrica do pó, essas características influenciam de forma direta o comportamento do pó durante as etapas de compactação e sinterização, além da composição estrutural e propriedades do material sinterizado. (IKEGAMI, 2000; GONÇALVES; PURQUEIRO, 1996)

O método de produção de pó influencia a química e a estrutura das partículas, além da natureza precisa da distribuição granulométrica. Essas propriedades também influenciam o comportamento do pó durante a compactação e sinterização, e a composição, estrutura e propriedades do material sinterizado (UPADHYAYA, 2002)

Segundo Upadhyaya (2002), o tema produção de pós metálicos é muito amplo, porém os métodos de fabricação de pós metálicos podem ser classificados em:

- a) Métodos Químicos;
- b) Métodos Físicos;
- c) Métodos Mecânicos.

Através desses métodos de fabricação de pós, é possível produzir pós de praticamente qualquer material. Para a escolha do melhor método, é necessário avaliar algumas características tais como: (tipo de aplicação e as propriedades desejadas). (UPADHYAYA, 2002)

Segundo Upadhyaya (2002), os métodos químicos podem ser divididos basicamente em dois tipos, reduções químicas e decomposição.

**Reduções Químicas:** Envolve um composto químico, comumente um óxido, porém pode envolver um halogeneto ou outro sal do metal. Isso pode ser feito a partir do estado sólido (ex. Óxido de ferro ou óxido de tungstênio com o hidrogênio), do estado gasoso (ex. Redução do vapor do tetracloreto de titânio com magnésio fundido – conhecido como

processo Kroll) ou solução aquosa (ex. Solução de sulfato de cobre com ferro). (CHIAVERINI, 2001; UPADHYAYA, 2002)

**Decomposição Química:** Existem dois métodos muito comuns de decomposição química, que são: Decomposição de hidretos metálicos e decomposição de carbonilas metálicas. O processo de decomposição térmica ou processo carbonila, é realizado a temperaturas elevadas. Inicia-se geralmente a partir de compostos gasosos denominados de (carbonilas), e conseqüentemente obtêm-se partículas sólidas e muito finas. Os principais pós metálicos fabricados por meio deste processo são os pós de ferro e níquel. (CHIAVERINI, 2001; UPADHYAYA, 2002)

Segundo Upadhyaya (2002), quando se fala das técnicas de fabricação de pós metálicos por métodos físicos, destacam-se as técnicas de deposição eletrolítica e atomização.

**Deposição eletrolítica:** É um processo que possibilita a obtenção de uma vasta variedade de pós metálicos, dentre estes os mais comuns são, ferro, cobre e metais preciosos. Na deposição eletrolítica, os metais a serem produzidos partem de uma solução aquosa dos mesmos. Resumidamente, este processo tem algumas restrições econômicas, este método produz um pó de alta pureza com excelentes propriedades para aplicação convencional de MP. (CHIAVERINI, 2001; UPADHYAYA, 2002)

**Atomização de metais fundidos:** É um dos métodos mais utilizados e um dos mais importantes, pois é largamente utilizado na fabricação de pó de ferro, que é o metal de maior aplicação na técnica de MP, além de permitir a fabricação de pós de qualquer metal ou liga metálica, pode ser classificado em três categorias, atomização a água, a gás e centrífuga. De forma resumida, este processo consiste na pulverização de um filete de metal fundido através de um fluxo de gás ou água, e assim obtêm-se partículas muito finas geralmente com dimensões inferiores a 150 microns, essas partículas serão depositadas no fundo da câmara de contenção por gravidade. (CHIAVERINI, 2001; UPADHYAYA, 2002)

Os processos mecânicos para fabricação de pós, não são muito utilizados como métodos primários de produção de pós metálicos. A fragmentação mecânica se torna possível através de impacto, atrito, cisalhamento e compressão, e a fabricação de pós metálicos. Os processos mecânicos na realidade são mais aplicados como complemento à produção de pós, com o objetivo de se obter uma redução no tamanho da partícula, aglomeração de pó, fabricação de novas ligas, alteração de propriedade como, densidade, velocidade de escoamento e etc. Um método muito comum é a utilização de um moinho de bolas, que consiste basicamente em um tambor rotativo, com esferas resistentes ao desgaste. (CHIAVERINI, 2001; UPADHYAYA, 2002)

### 3.4.2 Características dos Pós

As características dos pós metálicos influenciam diretamente em grande parte das propriedades dos componentes fabricados por MP, logo é de suma importância um profundo conhecimento sobre as particularidades dos pós metálico. Visando utilizá-los de maneira correta se faz necessário a caracterização e o entendimento do comportamento do pó em trabalho. (CHIAVERINI, 2001; THUMMLER; OBERACKER, 1993)

Segundo Grossi (2016), para fabricação de componentes através da técnica de metalurgia do pó, principalmente as ligas metálicas, é indispensável a caracterização individual de cada pó elementar (matéria prima) que será utilizado para obtenção da liga ou compósito. Essa caracterização visa o entendimento do comportamento de cada elemento de forma pontual. Ao iniciar um processo de fabricação por metalurgia do pó, inúmeras características e informações referentes aos pós necessitam ser consideradas e estudadas.

Segundo Chiaverini (2001), as principais características dos pós-metálicos são:

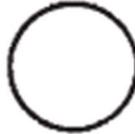
- a) Pureza e composição química;
- b) Microestrutura da partícula;
- c) Tamanho e forma da partícula (interna e externa);
- d) Porosidade da partícula;
- e) Densidade aparente;
- f) Velocidade de escoamento;
- g) Superfície específica;
- h) Compressibilidade;
- i) Resistência verde.

As características de tamanho e forma da partícula estão intrinsecamente relacionadas, e são consideradas as mais importantes na seleção de pós-metálicos. (CHIAVERINI, 2001)

Conhecer sobre as características de tamanho e distribuição do tamanho de partícula é uma exigência prévia de suma importância para diversas operações na produção e no processamento de materiais particulados. Etapas como transporte, compactação, sinterização etc., além da microestrutura, resistência mecânica, densidade, propriedades térmicas e elétricas dos produtos acabados são influenciadas de forma significativa pela distribuição de tamanho de partícula. (DHAMOON et al., 2018; MORAIS, 2012)

O Quadro 3 ilustra o sistema de caracterização de formas, associado as principais técnicas de obtenção de tais formas de partículas de pós.

Quadro 3 - Sistema de caracterização de forma de partículas

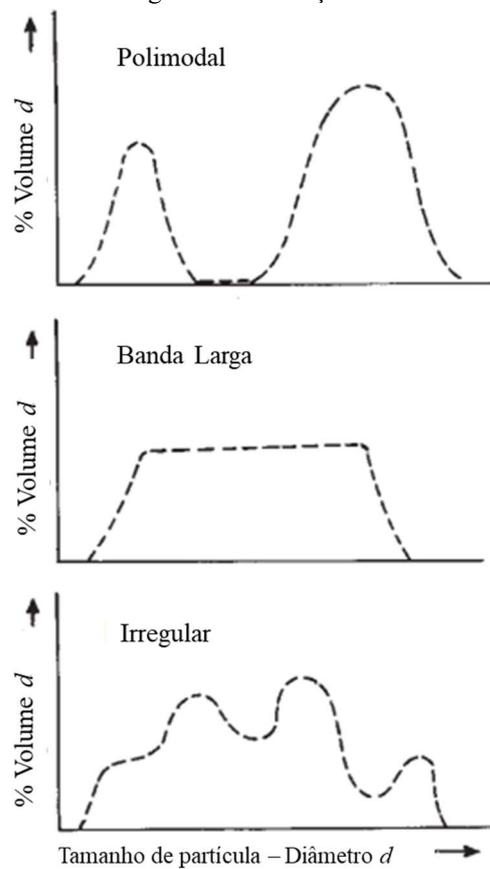
Tipo	Processo de Obtenção	Forma
Acicular	Decomposição Química	
Irregular em forma de bastão	Decomposição Química Moagem	
Dendrítico	Eletrólise	
Floco	Moagem	
Esférico	Atomização Processo Carbonila (Fe)	
Arredondado	Atomização e Decomposição Química	
Irregular	Atomização Decomposição Química	
Poroso	Redução de Óxidos	
Angular	Desintegração Mecânica Processo Carbonila (Ni)	

Fonte: Adaptado de Upadhyaya, 2002.

Ao observar as formas de partículas ilustradas no Quadro 3, é possível perceber que a maioria dos pós exibe uma forma irregular, ainda é possível a observação que, enquanto umas partículas se apresentam em um formato mais aproximado de uma estrutura equiaxial, outras apresentam formas onde existe uma dimensão predominante, é o caso das partículas com formas aciculares ou irregulares. (CHIAVERINI, 2001)

A correspondente fração de pó é relacionada com o tamanho de partícula por intermédio das curvas de distribuição de tamanho de partícula. A Figura 3 ilustra três tipos de distribuição de tamanho de partícula. (UPADHYAYA, 2002)

Figura 3 - Ilustração esquemática de algumas distribuições reais de tamanho de partícula



Fonte: Upadhyaya, 2002.

Diferentemente de uma curva de distribuição unimodal onde existe apenas um ponto máximo de um determinado tamanho crítico, a curva polimodal é constituída por dois ou mais intervalos estreitos de tamanhos de partículas, cada intervalo tem um ponto máximo e praticamente não existe faixas de intervalos intermediários entre eles. A curva de distribuição de banda larga, possui uma uniformidade nos tamanhos de partícula associada a uma faixa de tamanho de partícula consideravelmente ampla, e praticamente não possui tamanhos de partículas fora desse intervalo. Já na distribuição de partícula irregular é possível a observação

de uma variação contínua do tamanho de partícula em uma faixa um tanto ampla. (UPADHYAYA, 2002)

### 3.4.3 Homogeneização dos Pós

Segundo Silva (1996), a etapa de mistura e homogeneização dos pós consiste simplesmente em conceder aos pós, as condições requeridas para que sejam submetidos a um processamento posterior.

Segundo Grossi (2016), uma mistura e homogeneização de pós metálicos para obtenção de uma determinada liga através da técnica de metalurgia do pó, pode ser executado por intermédio de misturadores ou através de moinhos.

Uma mistura de pós geralmente é composta por: pós elementares, ligantes, lubrificantes e o agente controlador de processo (*Process Control Agente*– PCA). Uma mistura pode ser realizada ao ar, em meio líquido ou em uma atmosfera protegida com o intuito de evitar a oxidação. São características de uma mistura: uniformidade, propriedades físicas e mecânicas almejadas e fluidez. (KOCH, 1997; GLEITER, 2000)

Segundo Costa (2004), uma homogeneização visa a mistura dos pós, objetivando uma composição uniforme em toda massa de pó. Este processo almeja propiciar a uma determinada massa de pó certa uniformidade e assim, facilitar a etapa posterior que é a compactação. Sendo assim, as características morfológicas do pó, tais como forma, distribuição granulométrica e tamanho da partícula de pó, devem ser similares, e assim, evitar a segregação do pó.

### 3.4.4 Compactação dos Pós

A compactação dos pós é a primeira etapa de consolidação na metalurgia do pó, e tem por finalidade conferir a forma e dimensões desejadas, sendo essa forma e dimensões finais ou próximas das finais, além disso a compactação confere uma densificação apropriada ao compactado verde, resistência mecânica suficiente (resistência verde) para o manipulação posterior e possibilita o contato necessário entre as partículas de pó, que auxilia a obtenção de uma sinterização eficiente. (CHIAVERINI, 2001; MORAIS, 2012)

Segundo Chiaverini (2001), os métodos de compactação mais importantes são, compactação em matriz rígida (compactação uniaxial com ação simples ou ação dupla), compactação isostática a frio, do inglês (*Cold Isostatic Pressing* – CIP), compactação

isostática a quente, do inglês (*Hot Isostatic Pressing – HIP*), compactação por laminação de pós (aplicado na fabricação de chapas e tiras) e extrusão de pós metálicos.

A etapa de compactação pode ser dividida basicamente em três partes: enchimento, compressão e extração. Inicialmente a compactação gera apenas um adensamento das partículas reduzindo a porosidade, sem que haja a deformação e união entre elas. A aplicação de uma pressão da ordem de 1,6 a 10 t/cm<sup>2</sup> provoca uma deformação plástica e conseqüentemente uma “solda fria” (KNEWITZ, 2009; FOGAGNOLO, 2003).

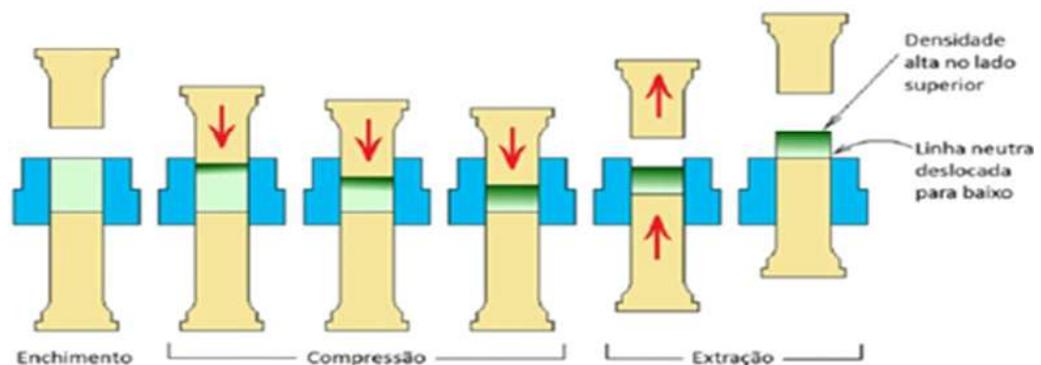
Segundo Arenhardt (2015), elevadas pressões são utilizadas na compactação quando o objetivo é o aumento da densificação do material e conseqüentemente a obtenção de melhores propriedades mecânicas.

#### 3.4.4.1 Compactação Uniaxial a Frio

O método de compactação denominado de compactação uniaxial é o mais utilizado na metalurgia do pó. Para realização deste método se faz necessário uma matriz de compactação que pode ser de simples ou dupla ação, e uma prensa. O material particulado é posto dentro da matriz e o punção é pressionado pela prensa contra o pó, após ser cessada a força a peça é ejetada no formato projetado. (MORAIS, 2012)

A Figura 4 ilustra esquematicamente o processo de compactação uniaxial de simples ação, ou seja, nesse caso a força de compactação é realizada apenas por um dos punções.

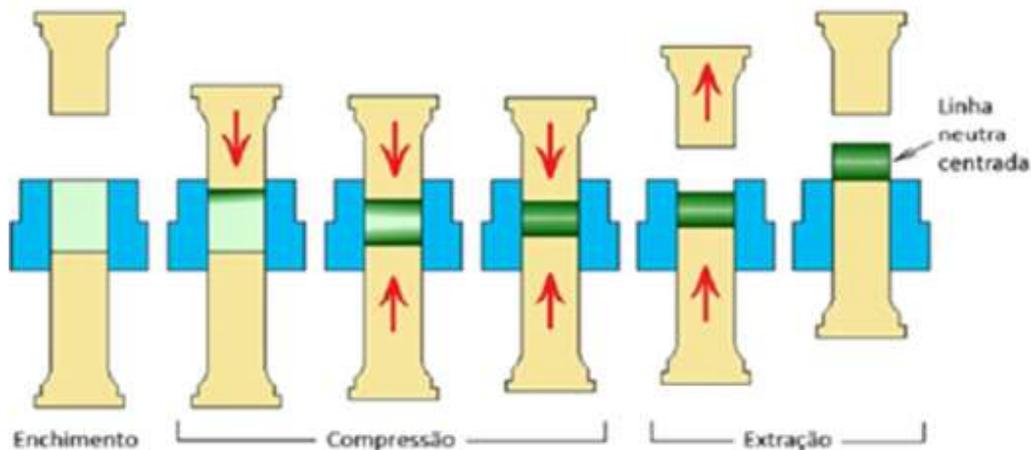
Figura 4 - Compactação uniaxial com ação simples



Fonte: Melchiors, 2011.

A Figura 5 ilustra esquematicamente o processo de compactação uniaxial de dupla ação, ou seja, nesse caso a força de compactação é realizada simultaneamente pelos dois punções.

Figura 5 - Compactação uniaxial com ação dupla



Fonte: Melchior, 2011.

Na aplicação de forças uniaxiais em matrizes com cavidades cilíndricas a relação entre a altura e o diâmetro ( $L/D$ ) influencia diretamente na densificação, de forma empírica tem-se comprovado que para relação de  $L/D \leq 1,5$  obtêm-se uma boa distribuição na densidade dos compactados. (GOMES, 1995)

Segundo Monteiro (2016), a área onde as partículas do compactado receberam uma menor ação das forças de compactação é denominada de zona neutra, nessa região as partículas sofrem uma menor força de compactação, gerando assim, um componente heterogêneo, que apresenta propriedades distintas, a depender da região analisada.

A produção de um componente sinterizado depende da geometria da peça, pois a localização da zona neutra pode não permitir um grau de compactação aceitável e uniforme com as outras áreas do componente.

#### 3.4.4.2 Compactação Isostática a Frio e a Quente

A fabricação de componentes com formas de alta complexidade, pode ser obtida através do processo de compactação isostática a frio (*Cold Isostatic Pressing – CIP*), neste processo o pó é selado no interior de uma forma flexível, e em seguida submerso em um meio líquido ou gasoso a elevada pressão. Nesse método a transmissão de pressão é mais homogênea que na compactação com matriz rígida. (CHIAVERINI, 2001)

O processo de compactação isostática a quente (*Hot Isostatic Pressing – HIP*), é análogo ao método CIP com o acréscimo da sinterização simultânea, e assim, uma vez que a compactação foi concluída, o componente estará sinterizado. (UPADHYAYA, 2002)

#### 3.4.4.3 Compactação por Laminação de Pós

Nesse processo o pó é direcionado ao conjunto de cilindros de laminação, produzindo assim uma chapa laminada contínua (verde – não sinterizada), em seguida será realizada a sinterização e a chapa passará por uma nova laminação, para que alcance melhores propriedades mecânicas. (CHIAVERINI, 2001)

#### 3.4.4.4 Extrusão de Pós

Segundo Roberts e Ferguson (1991), com início nos anos 50, o processo de extrusão de pós é considerado uma técnica relativamente nova, a aplicação inicial desse processo foi na produção de combustíveis nucleares e ligas de alumínio endurecíveis por dispersão. Algumas das principais justificativas para a aplicação do processo de extrusão de pós são: esse processo viabiliza a conformação de materiais que são difíceis ou até mesmo impossíveis de serem conformados por extrusão ou lingotamento contínuo, melhor controle microestrutural e assim obtenção de melhores propriedades mecânicas e conseqüentemente um melhor desempenho, dispersão de um material em outro através da extrusão de misturas de pós, aplicação de pressões de extrusão mais baixas e maior temperatura e velocidade de extrusão quando comparado com lingotes fundidos.

No processo de extrusão de pós, acontece uma deformação plástica a temperatura ambiente ou a elevadas temperaturas, esse processo produz um componente com uma forma alongada que possui alta densidade e integridade estrutural. (DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017)

Segundo Brusethaug e Reiso, (1991), o processo de extrusão a quente é uma combinação de deformação mecânica e simultânea sinterização, utilizando-se de uma prévia compactação a frio e gerando um perfil predeterminado e por fim acontece a extrusão propriamente dita. O processo de extrusão a quente quando aplicado ao alumínio, é possível dispersar em forma de partículas a camada de óxido, e com isto gerar um tipo prévio de reforço para a matriz de alumínio.

Segundo Mourisco (1995), existem 3 principais formas para realizar a extrusão de pós metálicos, conforme ilustrados nas Figura 6 (a) (b) e (c).

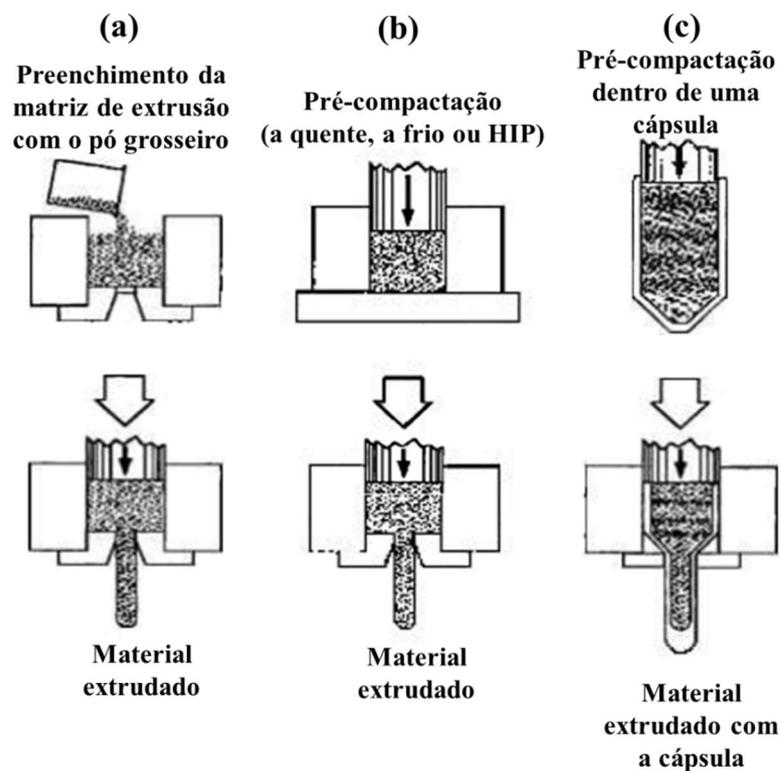
Na extrusão de pós grosseiros, o material é colocado sem pré-aquecimento em um recipiente de extrusão aquecido e é extrudado em seguida, Figura 6 (a). Comumente aplicado

na extrusão de pós de liga de magnésio com partículas com dimensões variando de 70 a 450  $\mu\text{m}$ . (MOURISCO, 1995; CHIAVERINI, 2001)

Na Figura 6 (b), o pó é submetido a uma pré-compactação, que pode ser feita a quente, a frio ou HIP, e em seguida o compactado sofrerá a extrusão. Esse método é aplicado em pós de fácil compactação. (MOURISCO, 1995)

A Figura 6 (c) demonstra um processo onde o pó é compactado dentro de uma cápsula e atinge uma densidade máxima de 70 a 85 %, e em seguida o conjunto cápsula-compactado é extrudado. Esta cápsula deve ser feita de um material de fácil deformação, como um aço de baixo carbono. (MOURISCO, 1995; DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017)

Figura 6 - Três principais métodos de extrusão de pós; (a) Extrusão para pós grosseiros; (b) Extrusão para pós de fácil compactação; (c) Extrusão para pós com encapsulamento



Fonte: Mourisco, 1995.

### 3.4.5 Sinterização

Segundo Chiaverini (2001) a sinterização é uma etapa essencial para a técnica de metalurgia do pó, pois ela finaliza o processo de consolidação dos pós metálicos que foi iniciado com a compactação.

A sinterização pode ser definida como, um processo físico, que é termicamente ativado, e possibilita a um sistema de partículas (agregado de pó ou compactado) que estão

mutuamente em contato, transformar-se em um elemento rígido com uma elevada resistência mecânica. (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009; SILVA; JUNIOR, 1998)

O processo de sinterização é movido pela diminuição da energia livre superficial do conglomerado de partículas, e uma conseqüente diminuição da superfície total do sistema. Diversas vezes isto gera conseqüências como a eliminação de espaços vazios entre as partículas resultando em um elemento rígido e parcial ou totalmente densificado. Com o decorrer do processo há uma redução da taxa de sinterização devido a diminuição ou extinção da força motriz (excesso de energia livre). (CONSENTINO, 2006; MELCHORS, 2011)

Na sinterização o compactado verde é sujeito a altas temperaturas, normalmente da ordem de  $2/3$  a  $3/4$  da temperatura absoluta de fusão do material. O processo de sinterização é praticamente controlado pelo processo de difusão atômica. (MORAIS, 2012)

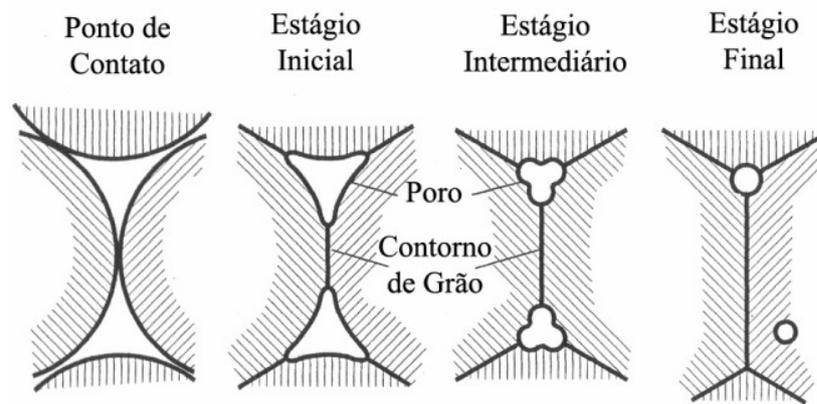
Segundo Consentino (2006), na etapa de sinterização o controle de algumas variáveis são de extrema importância, essas variáveis são: composição química, tamanho de partícula e distribuição granulométrica do pó inicial, atmosfera de sinterização, tempo de sinterização e taxa de aquecimento.

#### 3.4.5.1 Sinterização por Fase Sólida

Consentino (2006) divide o processo de sinterização por fase sólida em três estágios, conforme ilustrado na Figura 7. Esses estágios são denominados de:

- a) Estágio Inicial: Nesta etapa, há o aparecimento das ligações nas regiões de contato entre as partículas e vão aumentando até que entre elas forme o pescoço, com o decorrer do processo há uma diminuição dos poros e por fim os poros estarão abertos e inteiramente conectados, mas sua forma não é suave.
- b) Estágio Intermediário: Há uma suavização na estrutura de poros gerando uma estrutura cilíndrica interconectada. As propriedades dos sinterizados são desenvolvidas durante esta etapa. A completa densificação é alcançada com a minimização dos processos atômicos associados ao crescimento de grão e o favorecimento aqueles associados a densificação.
- c) Estágio Final: Nesta etapa os poros são isolados e fechados, e contraem-se lentamente por intermédio da difusão das lacunas para o contorno de grão.

Figura 7 - Representação esquemática dos estágios de sinterização por fase sólida



Fonte: Consentino, 2006.

### 3.4.6 Operações Complementares

Comumente os componentes fabricados por metalurgia do pó, após serem sinterizados são submetidos a operações complementares, que possibilitam uma melhora significativa nas propriedades mecânicas, tolerâncias dimensionais e aspecto dimensional. De um modo geral, essas operações complementares são classificadas em: recompressão, calibragem, cunhagem, impregnação, infiltração, usinagem, tratamento térmico, tratamento superficial e tamboreamento. (CHIAVERINI, 2001)

O Quadro 4 relaciona as possíveis operações complementares após a sinterização com suas finalidades descritas de forma sucinta.

Quadro 4 - Operações complementares e suas finalidades

Operação Complementar	Finalidade
Recompressão	Seu objetivo principal é elevar a densidade do material, conseqüentemente melhora as propriedades mecânicas e as dimensões do sinterizado.
Calibragem	Aumenta a precisão dimensional do sinterizado.
Cunhagem	Conformar o sinterizado eliminando os cantos vivos.
Impregnação	Preencher os poros de um sinterizado poroso com um fluido lubrificante ou resina.
Infiltração	Consiste na penetração de uma massa metálica que preencha os poros de um sinterizado poroso.
Usinagem	Obter a forma final do componente.
Tratamento Térmico	Aumentar as propriedades mecânicas do componente.
Tratamento a Vapor	Aumenta a resistência ao desgaste e a resistência à corrosão atmosférica.
Tratamento Superficial	Proteção da superfície.
Tamboreamento	Rebarbar ou polir peças sinterizadas

Fonte: Adaptado de Chiaverini, 2001 e Upadhyaya, 2002.

### 3.5 MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE)

Segundo Suryanarayana (2001), duas nomenclaturas são utilizadas de modo habitual na literatura, para nomear a técnica de moagem de alta energia em moinhos de bolas, são elas:

- Elaboração Mecânica de Ligas (*Mechanical Alloying* - MA) – Processamento onde pós de diferentes metais, compostos ou ligas são submetidos a moagem de forma conjunta. Neste tipo de processo, acontece uma transferência de material para que se obtenha um material homogêneo. (SURYANARAYANA, 2001)
- Moagem Mecânica (*Mechanical Milling* - MM) – Neste caso acontece uma moagem de pós de composição uniforme e em alguns casos estequiométrica (metais puros, intermetálicos ou pós pré-ligados), nesses exemplos não se faz necessária a transferência de material, para que haja a homogeneização. (SURYANARAYANA, 2001)

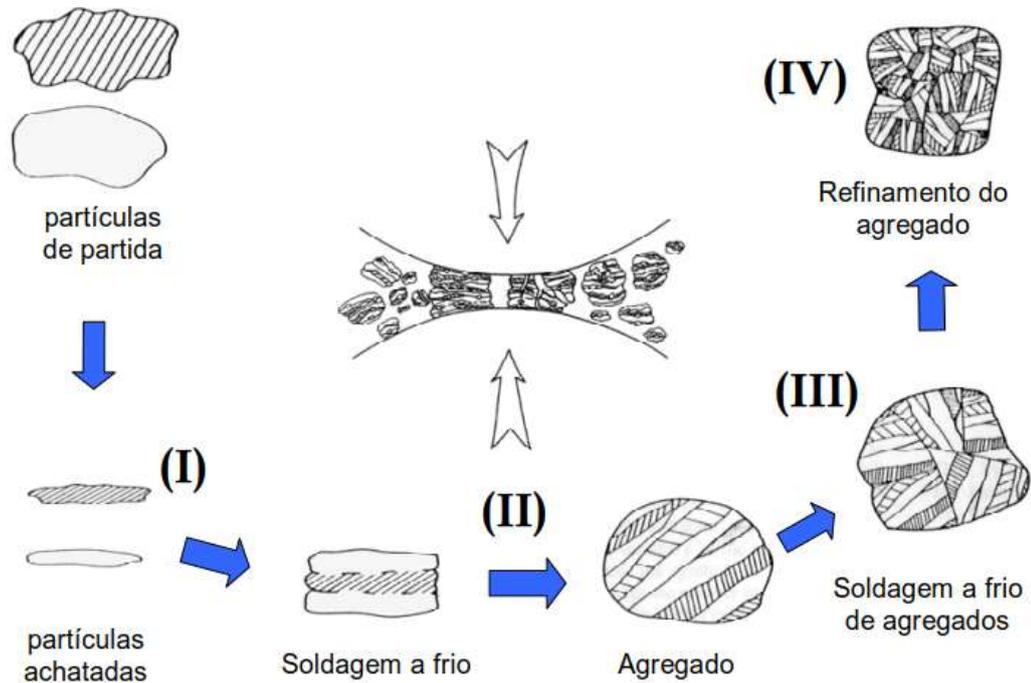
É importante enfatizar que o termo *Mechanical Alloying* é um termo genérico e que alguns pesquisadores o utilizam tanto para a elaboração mecânica de ligas propriamente dita quanto para moagem mecânica, todavia é importante o conhecimento que a diferença entre ambos se dá em termos de transferência ou não de material. (SURYANARAYANA, 2001)

A moagem de alta energia (MAE) do inglês *mechanical alloying* (MA), fundamenta-se em uma técnica de fabricação de pós com controle microestrutural, que se dá através de repetidas soldagens e fraturas a partir da mistura de um material particulado e a utilização de esferas com alta carga energética. A princípio as taxas de soldagens e fraturas são equivalentes, em seguida a taxa de fraturas supera as taxas de soldagens e assim há uma redução no tamanho das partículas do pó. (GILMAN; BENJAMIM, 1983; SURYANARAYANA, 2001)

Esta técnica foi desenvolvida por John Benjamin e seus colaboradores, no evento *Paul D. Merica Research Laboratory* da *The International Nickel Company* (INCO) por volta do ano de 1966 nos Estados Unidos da América, com o intuito de produzir superligas à base de níquel com um reforço de óxidos dispersos, este material tem aplicação em turbinas a gás. O tamanho das partículas utilizadas na moagem de alta energia varia entre 1 e 200  $\mu\text{m}$ , com a evolução do tempo de moagem, esta dimensão das partículas tende a diminuir de forma exponencial. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Benjamin e Volin (1974), existem quatro fases presentes no processo de moagem de alta energia de materiais dúcteis. A Figura 8 ilustra a evolução dessas fases de acordo com o tempo de moagem.

Figura 8 - Esquema das etapas do processo de MAE de pós dúcteis



Fonte: Benjamin; Volin, 1974 apud Castagnet, 2008.

Na fase inicial (I) acontece a deformação plástica das partículas, gerando uma forma achatada, os fatores que influenciam nessa etapa são a ductilidade do material e a energia de impacto das esferas de moagem. A probabilidade de soldagem a frio desse material particulado é maior, com o aumento da área de superfície, e isso acarreta um considerável aumento do tamanho da partícula. BENJAMIN; VOLIN, 1974)

A fase (II) se caracteriza pela predominância do fenômeno de soldagem a frio entre as partículas e assim aparecerão partículas compostas (agregados), essas partículas possuem uma distribuição simples dos materiais presentes na mistura e uma composição química heterogênea. O acúmulo da deformação plástica acarreta o aumento do encruamento e favorece a fratura das partículas de agregado. BENJAMIN; VOLIN, 1974)

Na fase (III) taxas dos fenômenos de soldagem e fratura se equilibram gerando uma modificação na dispersão dos materiais da mistura do agregado e uma homogeneização química. Por fim, a fase (IV) se caracteriza pelo refinamento da microestrutura do agregado. (BENJAMIN; VOLIN, 1974)

Os materiais submetidos a técnica de moagem de alta energia, quando comparados com os processados obtidos através do processo convencional de fabricação em metalurgia, apresentam melhora nas propriedades físicas e mecânicas. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Suryanarayana (2001), algumas características cooperam para que a moagem de alta energia seja considerada um importante processo de fabricação, são elas:

- a) Produção de partículas de segunda fase, com fina dispersão;
- b) Aumento do limite de solubilidade do sólido;
- c) Refinamento do tamanho de grão até a faixa nanométrica;
- d) Síntese de novas fases cristalinas e semicristalinas;
- e) Desenvolvimento de fases amorfas (vítreas);
- f) Desarranjo de intermetálicos ordenados;
- g) Possibilidade de ligação de elementos difíceis de se ligarem;
- h) Indução de reações químicas (deslocamento) a baixas temperaturas;
- i) Processo adaptável.

### 3.5.1 Variáveis do Processo de Moagem de Alta Energia

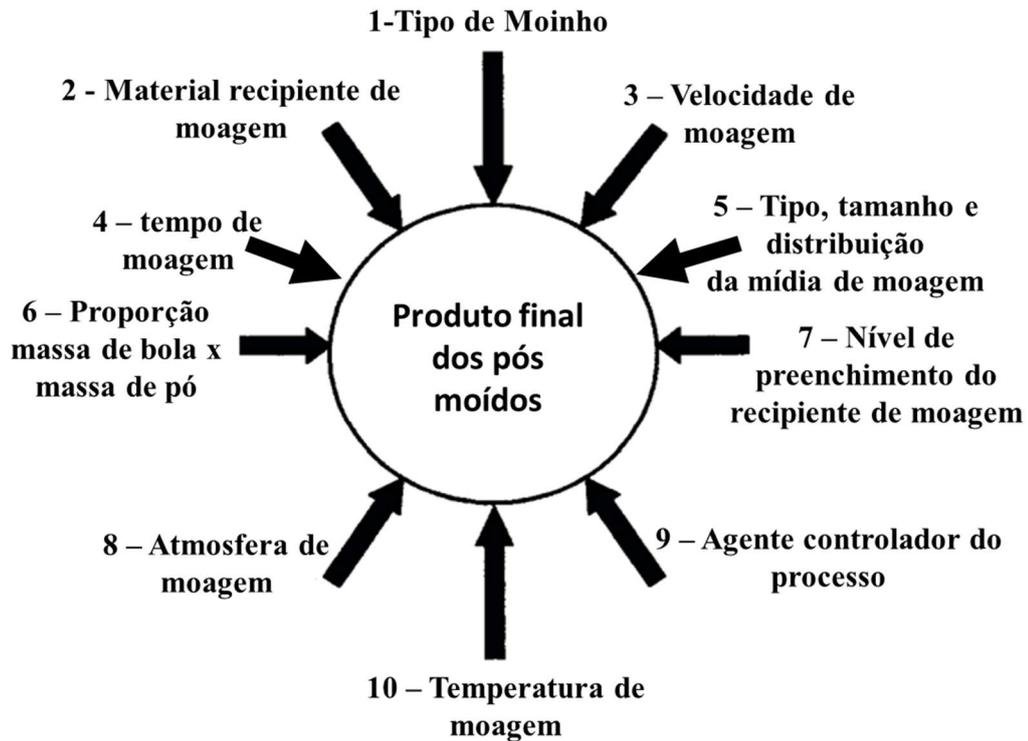
A técnica de moagem de alta energia, pode sofrer influência de diversos fatores que são importantes na fabricação de materiais homogêneos. São características dos pós processados que dependem desses parâmetros: Distribuição e tamanho de partícula, grau de desordem ou amorfização e estequiometria final. (EL-ESKANDARANY, 2001)

Segundo El-Eskandanany (2001), quanto mais completo for o controle das variáveis de moagem, melhor será o produto obtido. Os fatores que influenciam no processo de moagem de alta energia são:

- a) Tipo de moinho (Por exemplo: Moinhos de Alta Energia ou Baixa Energia);
- b) Tipo de recipiente de moagem;
- c) Velocidade de moagem;
- d) Tempo de moagem;
- e) Tipo, tamanho e distribuição da mídia de moagem;
- f) Razão massa de bola e massa de pó (*Ball-to-powder Ratio – BPR*);
- g) Volume ocupado no recipiente de moagem;
- h) Atmosfera de moagem;
- i) Agente Controlador do Processo (PCA);
- j) Temperatura de moagem.

A Figura 9, apresenta um resumo esquemático com os principais fatores que controlam e influenciam a moagem de alta energia. (SURYANARAYANA, 2001)

Figura 9 - Representação esquemática dos principais fatores que influenciam MAE



Fonte: Adaptado de El-Eskandanany, 2001 e Suryanarayana, 2001

### 3.5.1.1 Tipos de Moinhos de Bolas

Segundo Castagnet (2008), na moagem de materiais particulados podem ser utilizados diversos equipamentos que são diferenciados por fatores como: capacidade volumétrica, eficiência de moagem e dispositivos adicionais de aquecimento ou resfriamento. Dentre os diversos tipos de moinhos considerados de alta energia utilizados em laboratório destacam-se os moinhos classificados como: vibratório (*SPEX mixer mill*), planetário (*Planetary ball mill*), atritores (*attritor mills*) e os moinhos convencionais ou moinhos de tambor (*Drum ball mills*).

Segundo Zoz et al., (2000), o Quadro 5 é uma pesquisa comparativa entre as características dos dispositivos mais utilizados na moagem de alta energia em diversas pesquisas anteriores de vários autores.

Quadro 5 - Tipos de moinhos utilizados na moagem de alta energia

Tipo de Moinho	SPEX	Atritor <i>Simoloyer</i>	Planetário	Atritor <i>Szegvari</i>	Tambor
Relação energia de impacto	10	8	5	4	1
Atrito no processo	Baixo	Baixo	Médio	Médio - Alto	Alto
Relação de colisão	Alta	Alta	Média	Baixa - Média	Baixa
Cinética do processo	Muito rápida	Rápida	Média	Média	Baixa
Influência da gravidade	Pouca	Muito pouca	Pouca	Difícil	Necessária
Diâmetro máximo (m)	0.08	0.9	0.2	1	3
Volume máximo total (l)	0.2	400	8	1000	20000
Velocidade relativa máxima (m/s)	19	14	5	4.5 - 5.1	x - 5
Energia específica (kW /l)	--	0.55 (- 3)	--	0.1 (- 0.75)	0.01 - 0.03
Processo contínuo (Enxuto)	Impossível	Semicontínuo	Impossível	Difícil	Impossível
Carga máxima (kg)	0.2	250	2	250	12000
Contaminação	Baixa	Baixa - Alta	Baixa	Baixa - Alta	Baixa
Vácuo	Possível	- 10 <sup>-4</sup> hPa	Possível	Pobre	Pobre
Temperatura de controle	Muito difícil	Possível	Difícil	Possível	Possível
Custo de investimento	Baixo	Muito alto	Baixo	Alto	Baixo
Custo de operação	Muito alto	Alto	Baixo	Alto	Muito baixo

Fonte: Adaptado Zoz et al., 2000.

Segundo Takimi (2004), a escolha do moinho adequado se dá a partir do tipo de material, quantidade, tempo e construção final.

### 3.5.1.1.1 Moinho Vibratório (*Shaker Mill – SPEX*)

Os moinhos vibratórios, do inglês *shaker mill*, são fabricados pela empresa SPEX CertPrep (Metuchen – NJ – EUA), e são largamente conhecidos pelo nome de seu fabricante (Moinhos SPEX). (CASTAGNET, 2008)

Segundo Souza (2012), esse tipo de moinho é comumente empregado no processamento de materiais em diversas áreas de estudo, tais como: metalurgia, materiais de construção, produtos químicos, mineração, entre outras.

Os moinhos vibratórios do tipo SPEX, Figura 10 (a), realizam moagens de uma massa de pó que pode variar entre 10 e 20g, e são comumente utilizados em laboratórios de pesquisa. A Figura 10 (b), ilustra o recipiente de moagem (jarra) juntamente com as esferas, esse recipiente é fixado ao moinho por intermédio de abraçadeiras, e é agitado de maneira

enérgica inúmeras vezes por minuto, combinando movimentos de agitação para frente e para trás, associado aos movimentos laterais das extremidades da jarra, a trajetória realizada pela jarra ao realizar essa combinação de movimentos descreverá um sinal do infinito, conforme ilustrado na Figura 10 (c). (ZOLRIASATEIN et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001)

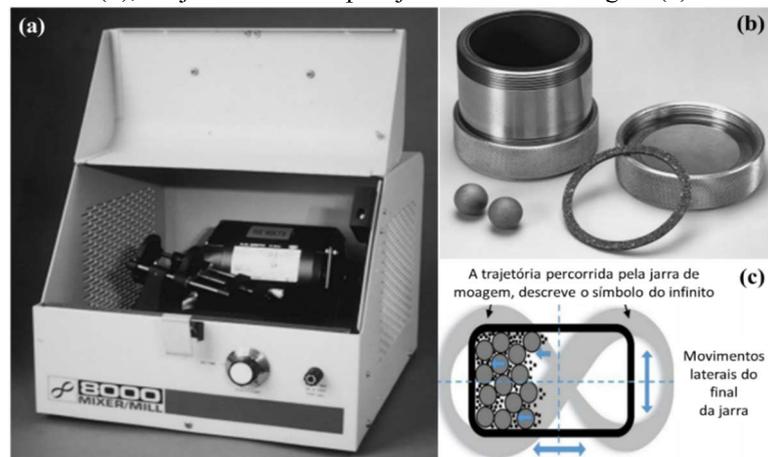
A velocidade das esferas nesse tipo de moinho são consideravelmente altas, aproximadamente 5m/s, em consequência disto as mesmas atingem uma força de impacto muito elevada, essa alta velocidade está relacionada diretamente com a amplitude (cerca de 50mm) e a velocidade (cerca de 1200 rpm) da pinça. Deste modo, esses tipos de moinhos são considerados moinhos de alta energia. (ZOLRIASATEIN et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001; CASTAGNET, 2008)

Segundo Zolriasatein et al. (2018), os moinhos SPEX comumente possuem capacidades de processamento menores que os moinhos do tipo Planetários, porém possuem maior frequência de impacto (em escala laboratorial).

A maioria dos estudos desenvolvidos sobre os aspectos fundamentais da moagem de alta energia, emprega uma versão desse moinho vibratório do tipo SPEX. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Suryanarayana (2001), projetos mais recentes de moinhos vibratórios do tipo SPEX, preveem moinhos que possibilitam a moagem simultânea de dois recipientes de moagem possibilitando assim a moagem de uma carga maior de pó, estes equipamentos mais modernos possuem também um resfriamento forçado o que permite moagens mais prolongadas.

Figura 10 - Moinho vibratório do tipo SPEX (a); Acessórios de moagem: Jarra, tampa, esferas e anel de vedação (b); Trajetória descrita pela jarra durante a moagem (c)



Fonte: Adaptado de Suryanarayana, 2001 e Zolriasatein et al. 2018.

### 3.5.1.1.2 Moinho Planetário (Planetary Ball Mill)

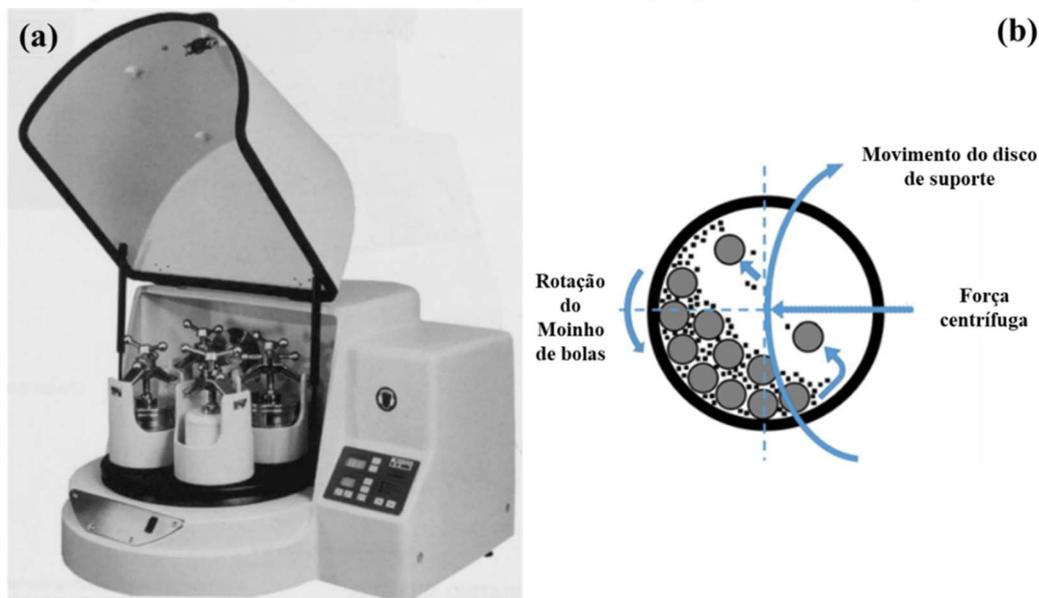
O moinho do tipo planetário Figura 11 (a), também é largamente utilizado em estudos laboratoriais, nele algumas centenas de gramas de pó podem ser moído por vez. Esse moinho recebe este nome devido aos movimentos de translação (em torno do eixo do moinho) e rotação (em torno de seu próprio eixo), descrito pela jarra de moagem Figura 11 (b), esses movimentos são equivalentes aos movimentos realizados pelos planetas. (TAKIMI, 2004; SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Bezerra (2013) e Takimi (2004), a movimentação das jarras de moagem produz uma força centrífuga que gera uma interação entre o pó, as esferas e a parede da jarra de moagem conforme ilustrado na Figura 11 (b).

Em alguns moinhos do tipo planetário mais modernos, é possível o controle independente das velocidades de rotação e translação, porém isso nem sempre é factível, devido ao mecanismo de acionamento mecânico sincronizado, esse sincronismo entre os movimentos de rotação e translação contribuem para o aumento da eficiência do moinho. (TAKIMI, 2004)

Segundo Suryanarayana (2001), quando comparado com o moinho do tipo SPEX, o moinho planetário alcança maiores velocidades lineares, porém frequências de impacto menores, sendo assim, o mesmo possui menor energia de moagem que o moinho do tipo SPEX.

Figura 11 - Moinho planetário (a); Trajetória descrita pela jarra durante a moagem (b)



Fonte: Adaptado de Suryanarayana, 2001 e Zolriasatein et al. 2018.

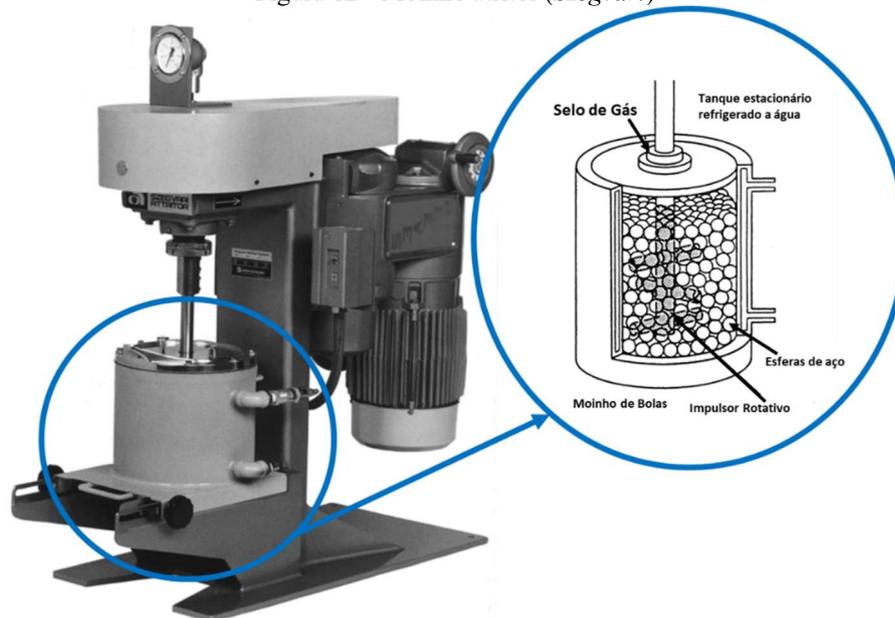
### 3.5.1.1.3 Moinho Atritor (*Attritor Mill*)

Os moinhos classificados como atritores, do inglês (*Attritor Mills*), são equipamentos que possibilitam o processamento de uma grande quantidade de pó por vez, nesses equipamentos a carga de pó pode variar de 0,5 a 40 kg por moagem, sua velocidade de moagem é de aproximadamente 0,5 m/s. Existem moinhos atritores com diversos tamanhos e capacidades disponíveis comercialmente, existem inúmeros meios de moagens tais como: vidro, SiC, WC, Alumina, aço carbono, aço inoxidável, dentre outros. (BEZERRA, 2013)

Takami (2004), cita dois modelos de moinhos do tipo atritor, o moinho *Szegvari* ilustrado na Figura 12, e o moinho *Simoloyer* Figura 13.

O moinho atritor do tipo *Szegvari*, foi desenvolvido por Andrew Szegvari no ano de 1922. Esse equipamento consiste basicamente de um compartimento cilíndrico fixo na vertical com um eixo concêntrico que possui diversas hastes horizontais impulsionadoras (*impellers*) que estão dispostas sucessivamente ao longo do mesmo. (BEZERRA, 2013; TAKIMI, 2004)

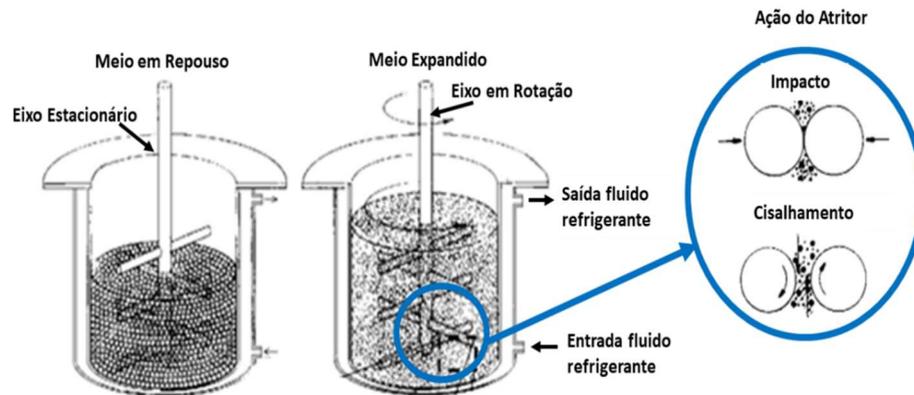
Figura 12 - Moinho atritor (*Szegvari*)



Fonte: Adaptado de Suryanarayana, 2001.

No moinho atritor do tipo *Szegvari* a massa de pó que será moída é depositada no recipiente de moagem juntamente com as esferas, o acionamento do eixo central, provoca o movimento das hastes horizontais e conseqüentemente as esferas são impulsionadas ocasionando a interação entre a massa de pó e as esferas gerando impacto e cisalhamento, conforme ilustrado na Figura 13. (BEZERRA, 2013; TAKIMI, 2004)

Figura 13 - Diagrama esquemático do arranjo interno do moinho atritor (*Szegvari*)

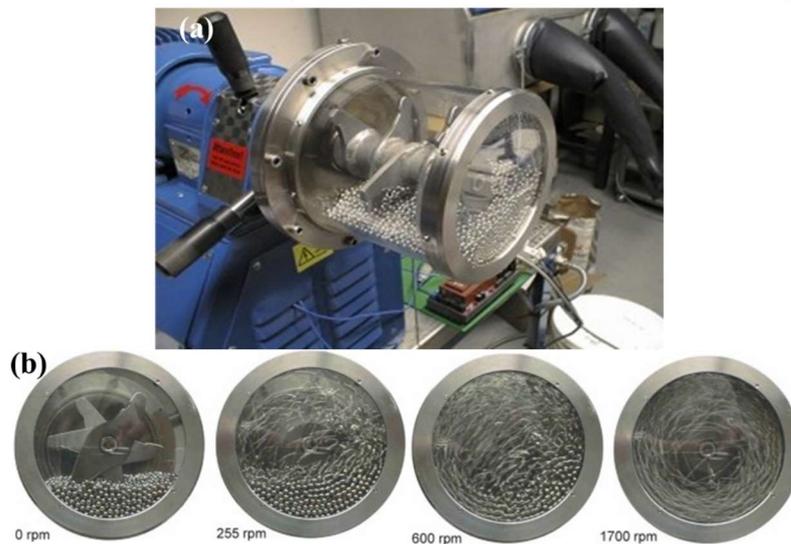


Fonte: Adaptado Santos, 2002.

Takimi (2004) cita o moinho *Simoloyer*, ilustrado na Figura 14 (a), como uma variação do modelo *Szegvari*. Esse tipo de moinho atritor foi criado por Henning Zoz, da empresa ZoZ GmbH, e por isso também é conhecido como moinho ZoZ. Nele o recipiente de moagem está disposto horizontalmente onde um eixo gira em altas velocidades impulsionando os corpos moedores (esferas) Figura 14 (b).

O moinho *Simoloyer* apresenta algumas vantagens quando comparado com o *Szagvari*, a principal vantagem do *Simoloyer* é que ele proporciona uma redução da sedimentação do material a ser moído por conta das altas rotações envolvidas, geralmente 2 a 3 vezes maiores que as do moinho *Szagvari*, como consequência dessas altas rotações, a energia e a frequência dos impactos da mídia de moagem são muito superiores no moinho *Simoloyer*. (TAKIMI, 2004; ZOZ et al., 2000)

Figura 14 - Moinho atritor *simoloyer* (a); Movimento das esferas durante a moagem (b)



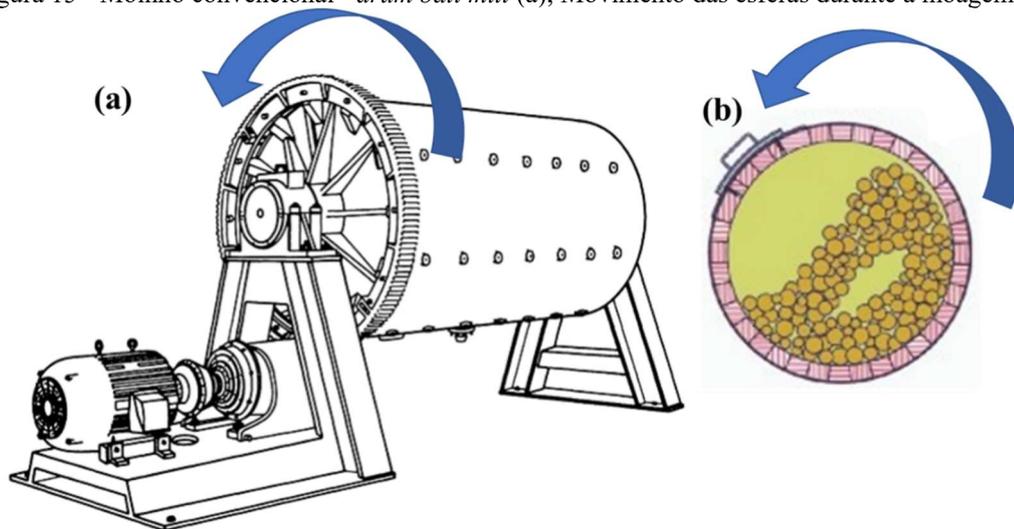
Fonte: Adaptado Zoz et al., 2000.

#### 3.5.1.1.4 Moinho de Tambor / Moinho Convencional (*Drum Ball Mill*)

Um moinho de bolas convencional, também conhecido como tambor de bolas do inglês *drum ball mill* Figura 15 (a), consiste basicamente em um tambor horizontal rotativo semicabeado com pequenas esferas de aço. Conforme o tambor gira as esferas colidem entre si e com o material a ser moído por conta da queda livre que sofrem no interior do tambor Figura 15 (b), à medida que a velocidade aumenta a taxa de moagem também cresce, pois, a velocidade de impacto é maximizada. (CASTAGNET, 2008)

Segundo Castagnet (2008), caso a velocidade de giro do tambor for muito lenta, não haverá impulso suficiente para conduzir as esferas ao topo da jarra, e assim elas poderão rolar de volta para a base, já a velocidade muito alta impedirá que as esferas caiam devido a força centrífuga.

Figura 15 - Moinho convencional - *drum ball mill* (a); Movimento das esferas durante a moagem (b)



Fonte: Adaptado de *ASM Handbook*, 2008 e Zoz et al., 2000.

#### 3.5.1.2 Tipos de Recipiente de Moagem

O material utilizado na fabricação do recipiente de moagem é muito importante, visto que as colisões entre os corpos moedores (esferas) e paredes internas do recipiente de moagem podem fazer com que algum material se desprenda das paredes da jarra e seja incorporado ao material moído. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Suryanarayana (2001), diversos tipos de materiais são empregados na fabricação de recipientes de moagem (aço endurecido, aço ferramenta, aço inoxidável, titânio

etc.). Além do material ao qual o recipiente de moagem é fabricado, a forma e o projeto interno do mesmo também são muito importantes.

### 3.5.1.3 Velocidade de Moagem

Segundo Castagnet (2008), com maiores velocidades de moagem, obtém-se maior energia cinética e com isso há uma diminuição no tempo necessário de moagem, contanto que aconteçam os impactos entre a mídia de moagem e o material particulado.

Porém velocidades superiores à velocidade crítica, podem gerar uma elevação na temperatura de moagem e assim, decompor soluções sólidas supersaturadas além de outras fases metaestáveis ou até possibilitar a contaminação do material. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Zoz et al. (2000), o principal mecanismo de transferência energética na MAE é o impacto das esferas no meio de moagem, sendo assim a MAE é comandada pela energia cinética empregada as esferas.

### 3.5.1.4 Tempo de Moagem

Suryanarayana (2001), considera o tempo de moagem como a variável mais importante do processamento de materiais através da moagem de alta energia, ele é escolhido com o intuito de se obter um equilíbrio entre os fenômenos de soldagem e fratura presentes no processamento de materiais por MAE.

A eficiência do moinho utilizado influencia diretamente no tempo de moagem, ou seja, variáveis como, tipo de moinho utilizado, intensidade de moagem, relação massa de bola massa de pó e temperatura de moagem são fatores que afetam o tempo necessário para moagem. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Suryanarayana (2001) e Takimi (2004), o conjunto de parâmetros supracitados, define o tempo de moagem necessário que é característico de cada tipo de material e sistemas material aditivo. Caso o material seja processado por períodos prolongados o nível de contaminação aumenta e há o surgimento de fases indesejáveis. Sendo assim o ideal é que a moagem seja realizada apenas durante o tempo necessário não mais.

### 3.5.1.5 Tipo, Tamanho e Distribuição da Mídia de Moagem (Esferas)

Segundo Suryanarayana (2001), a eficiência de moagem sofre uma grande influência das dimensões dos corpos moedores, basicamente, quanto maior suas dimensões maior a energia de impacto, corpos moedores com menores dimensões elevam a eficiência de moagem devido ao aumento da frequência de impacto gerado pelo maior número de corpos moedores por unidade de volume, armazenada no interior do recipiente de moagem.

Os materiais mais aplicados na fabricação de esferas de moagem são: Aço inoxidável, aço ferramenta, aço temperado e carbetos. Porém o ideal é que sempre que possível, o recipiente de moagem e os corpos moedores devem ser fabricados do mesmo material do pó a ser moído, evitando assim, futuras contaminações. (SURYANARAYANA, 2001)

### 3.5.1.6 Razão Massa de Bola Massa de Pó (*Ball-to-Powder-Ratio* – BPR)

A relação entre a massa de bola e a massa de pó (*Ball-to-powder Ratio* – BPR), as vezes também chamada de relação de carga é uma variável muito importante no processo de moagem. Em um moinho pequeno como o SPEX são utilizadas relações de 10:1 (10 de esferas para 1 de pó), em moinhos com capacidades maiores como os atritores, pode-se utilizar um BPR mais 50:1 ou até mesmo 100:1. O BPR pode variar desde 1:1 até 220:1 segundo alguns pesquisadores. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Suryanarayana (2001), o BPR tem um consequências no tempo necessário para alcançar uma determinada fase no pó que está sendo moído, quanto maior o BPR, menor o tempo necessário.

Um BPR elevado proporcionará a moagem maiores um maior número de colisões por unidade de tempo e assim mais energia é fornecida para o material particulado e conseqüentemente aumentará a eficiência de moagem, porém mais calor é produzido, ocasionando uma perda de eficiência energética do processo. (TAKIMI, 2004)

### 3.5.1.7 Volume Ocupado do Recipiente de Moagem

Na MAE as forças de impacto e cisalhamento geradas pela mídia de moagem são responsáveis pela moagem das partículas, sendo assim, se faz necessário que haja espaço suficiente para que a mídia de moagem se mova livremente dentro do recipiente de moagem,

logo, o nível de ocupação do recipiente de moagem com a mídia de moagem e o material a ser moído é muito importante. (TAKIMI, 2004)

Segundo Suryanarayana (2001), se a quantidade da mídia de moagem e pó for muito pequena a produtividade será muito pequena, porém se essa quantidade for muito grande não haverá espaço suficiente para movimentação da mídia de moagem se mover livremente e com isso a energia de impacto será reduzida. Comumente cerca de 50% do recipiente de moagem é preenchido.

#### 3.5.1.8 Atmosfera de Moagem

A atmosfera de moagem tem influência direta na contaminação e/ou oxidação dos pós que serão submetidos a moagem. Pós que possuem uma natureza reativa, são processados sob vácuo ou com a utilização de gases inertes, tais como: argônio e hélio. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Takami (2004), têm sido utilizadas a aplicação de algumas atmosferas diferentes para propósitos específicos, por exemplo, tem-se aplicado atmosfera de nitrogênio ( $N_2$ ) ou amônia ( $NH_3$ ) na produção de nitretos. Estudos vem sendo realizados associando uma atmosfera de hidrogênio ( $N_2$ ) a MAE para a produção de hidretos metálicos, com o intuito de desenvolver sistemas de armazenagem de hidrogênio.

#### 3.5.1.9 Agente Controlador do Processo (ACP)

Devido as altas taxas de deformação plástica sofrida pelo material particulado durante o processo de moagem de alta energia, as partículas de pó sofrem uma soldagem a frio, principalmente se esse pó for de um material dúctil, entretanto, uma liga só se formará quando houver o equilíbrio entre as taxas de soldagem e fratura. (SURYANARAYANA, 2001)

Os agentes controladores do processo – ACP do inglês, *Process Control Agent - PCA*, também são conhecidos como lubrificante ou surfactante, esse agente é adicionado a massa de pó que será submetida a MAE, visando minimizar os efeitos da soldagem a frio, esses agentes podem ser líquidos, sólidos ou gasosos. (SURYANARAYANA, 2001)

Segundo Takimi (2004), diversas substâncias são utilizadas como ACP, comumente são empregados (ácido esteárico, hexano, metanol, etanol e  $N_2$  líquido). Frequentemente são aplicados valores que podem variar entre 1% e 5% da carga do pó que será processado. Porém

segundo Wang et al. (1988), a quantidade ótima para o processamento do material seria 1% do ACP em relação ao peso da carga de pó que será submetida a MAE.

Segundo Lira (2016), haverá interação entre a maior parte dos compostos utilizados com ACP e o pó a ser processado, sendo assim, fatores como, natureza e quantidade do ACP utilizado influenciaram diretamente em algumas características do pó processado, como: tamanho, forma e pureza. Como a utilização do ACP depende diretamente da taxa de soldagem a frio do material e algumas interações relativas que possam acontecer, no processamento de materiais frágeis não se faz necessário a utilização de um agente controlador de processo.

#### 3.5.1.10 Temperatura de Moagem

Takimi (2004) considera a temperatura de moagem um parâmetro muito importante para a preparação de materiais através da MAE, principalmente para fabricação de ligas metálicas nanoestruturadas. A temperatura de moagem deve ser considerada pois se espera que ela tenha um efeito significativo na formação de intermetálicos, fases cristalinas, fases amorfas e redução do tamanho de cristalito.

De toda energia mecânica gerada pelo processo de colisões dos corpos moedores no decorrer da MAE, uma parte se perde em forma de calor, com isso a temperatura do recipiente de moagem conseqüentemente aumentará, porém, este aumento de temperatura depende de alguns fatores como: tempo de processamento, materiais envolvidos e a energia cinética das esferas de moagem que tem relação direta com o tipo de moinho. (LACERDA, 2017)

Lu, Lai e Zhang (1997), demonstram com a utilização de modelagem matemática que em materiais processados por moagem de alta energia a difusividade sofre uma grande influência da temperatura de moagem, visto que a energia necessária para que ocorra difusão é menor através das superfícies que pela rede cristalina, a redução do tamanho de cristalitos e a introdução de defeitos cristalinos propicia um aumento da difusividade do material.

### 3.6 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)

A microscopia ótica é uma técnica aplicada no estudo de microestruturas dos materiais, que se baseia na interação entre a luz (principalmente a visível) e o material a ser analisado. Para a aplicação desta técnica para materiais opacos, tais como: todos os metais,

diversos materiais cerâmicos e poliméricos, se faz necessária a utilização do microscópio ótico no modo refletivo. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; COLPAERT, 2008)

Segundo Leal (2000), na microscopia de luz, mais comumente conhecida como microscopia ótica, são utilizadas diversas lentes para que possa obter-se resolução e ampliação através da iluminação do material analisado com fótons.

A resolução adquirida em uma imagem, está sujeita a intensidade do comprimento de onda da radiação utilizada, no caso da utilização de luz visível de cor verde, é possível a obtenção de uma resolução ente 0,22 e 0,25  $\mu\text{m}$  e esta resolução é correspondente à máxima magnificação da ordem de 1400 vezes. Atualmente existem microscópios óticos que proporcionam aumentos superiores a 1400X, porém algumas informações adicionais alcançadas com a ampliação de 1400X são omitidas, esses aumentos são chamados de (vazios). (COLPAERT, 2008)

Uma grande limitação da microscopia ótica é a profundidade de foco, que pode variar entre valores de 200nm até 8  $\mu\text{m}$  e quanto maior a ampliação menor será a profundidade de foco. Sendo assim se faz necessário alguns cuidados especiais na preparação das amostras que serão analisadas em um microscópio ótico. É de suma importância que essas amostras estejam bastante planas além de se evitar um possível abaulamento nas bordas da amostra durante o polimento, também se faz necessário que a amostra esteja disposta de forma perpendicular ao eixo ótico do microscópio, caso contrário, não será possível a obtenção de uma imagem com qualidade. (COLPAERT, 2008)

### 3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

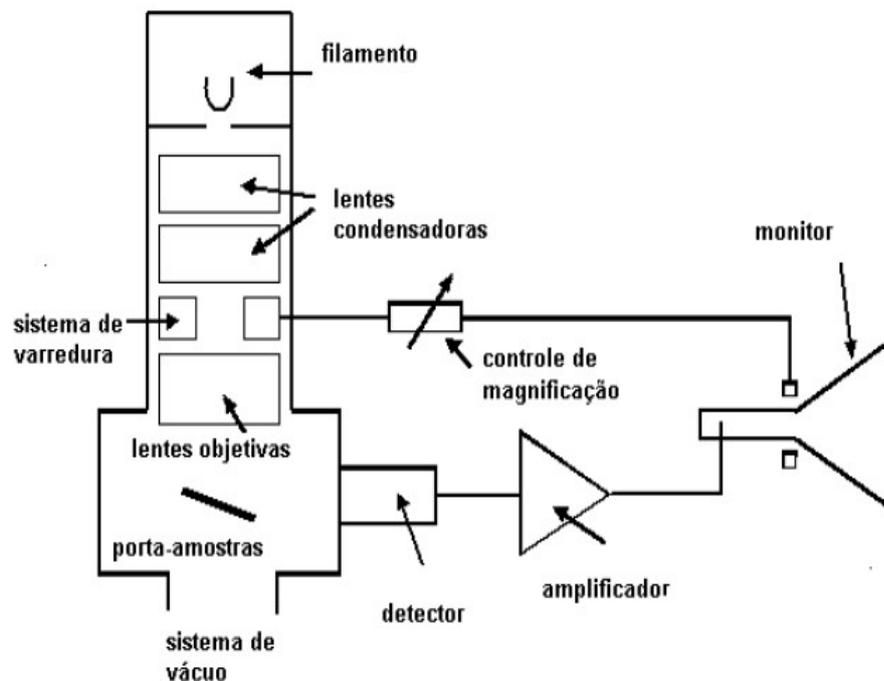
A técnica de microscopia eletrônica de varredura, é uma das técnicas de maior versatilidade, utilizada no estudo, observação e análise microestrutural de materiais sólidos, esta técnica baseia-se nos diversos fenômenos que acontecem durante a interação entre os elétrons e o material analisado, para assim obter as diversas informações relevantes que possibilitem a caracterização do material. (COLPAERT, 2008; DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

O MEV possibilita a obtenção de ampliações e resolução muito maiores que as obtidas em um microscópio ótico, este equipamento permite ampliações maiores que 300.000 vezes e resolução da ordem de 2 a 5 nm, alguns equipamentos voltados para pesquisa podem fornecer resoluções superiores a 1 nm. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

Além de um alto poder de magnificação associada a uma ótima resolução, o MEV possui uma ótima profundidade de foco, e isso lhe possibilita o estudo de superfícies não planas, como é o caso de uma superfície fraturada de um material, e assim a formação de uma imagem com um aspecto tridimensional, o MEV também possibilita uma combinação de análise microestrutural com uma microanálise química, esses fatores corroboram para a ampla utilização desta técnica. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

Um MEV convencional é composto por uma coluna óptico eletrônica associada a uma câmara com porta amostra aterrada, sistema eletrônico, detectores e um sistema de vácuo, conforme ilustrado na Figura 16. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

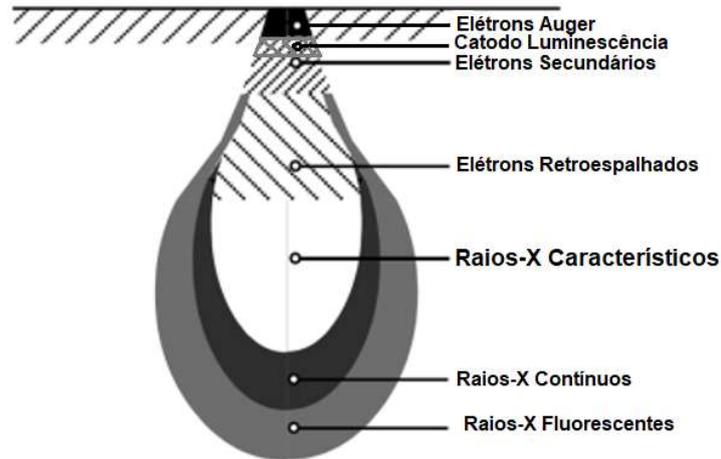
Figura 16 - Desenho esquemático dos componentes básicos do MEV



Fonte: Dedavid, Gomes e Machado, 2007.

O MEV possibilita a observação total do material em estudo, além de revelar sua superfície, um feixe de elétrons é direcionado em um pequeno *spot* sobre a amostra, através das lentes do equipamento, varrendo o material em estudo. A partir do choque entre os elétrons e a amostra há o surgimento de diversos raios refratados conforme ilustrado na Figura 17. Dentre os sinais originados pela interação dos elétrons com o material analisado, os mais utilizados para obtenção das imagens são, elétrons secundários (SE – *Secondary Eletrons*), elétrons retroespalhados (BSE – *Backscattering*). (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007; LEAL, 2000)

Figura 17 - Radiações provenientes da interação entre o feixe de elétrons com a amostra



Fonte: Adaptado de Brandon e Kaplan, 2008.

Os raios-X característicos provenientes da interação entre os elétrons e a amostra analisada, podem ser utilizados para determinar e quantificar elementos químicos presentes na composição do material analisado, através de duas técnicas de microanálise, chamadas de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy*) ou Espectroscopia Dispersiva de Comprimento de Onda (WDS – *Wavelength Dispersive Spectroscopy*). (BRANDON; KAPLAN, 2008; DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

A técnica de EDS está fundamentada no princípio onde a energia de um fóton ( $E$ ) tem relação com a sua frequência eletromagnética ( $\nu$ ) e esta relação é expressa pela equação (1), onde ( $h$ ) representa a constante de Planck. O detector de EDS distingue qualquer espectro de energia por intermédio de um detector de estado sólido de Si (Li) ou Ge. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

$$E=h.\nu \quad (1)$$

Já a técnica de WDS a separação dos raios-X, é realizada por intermédio da difração dos fótons característicos de cada elementos químicos presentes na seção onde o feixe de elétrons incide. Sendo assim, obedece a lei de Bragg, expressa pela equação (2). O detector de WDS distingue os raios-X através de cristais analisadores segundo o comprimento de onda. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007; LEAL, 2000)

$$n\lambda = 2d\text{Sen}\theta \quad (2)$$

$n$ = Número inteiro;  
 $\lambda$ = Comprimento de onda;  
 $d$ = Espaçamento interplanar;  
 $\theta$ = ângulo de Bragg.

Em um MEV é possível determinar os percentuais de cada elemento por meio dos detectores de EDS e WDS, existem diversas maneiras para que esta quantificação seja realizada, quando não se tem os padrões associados ao *software* o equipamento fornecerá uma análise semiquantitativa, ou seja ele indicará os elementos existentes e suas respectivas quantidades, porém essas quantidades não são exatas, no caso da análise quantitativa, são obtidas informações de maior precisão, através da comparação entre padrões e sua associação aos *softwares* utilizados para a análise. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007)

### 3.8 DIFRAÇÃO DE RX (DRX)

A difratometria de raios-X é uma ferramenta muito poderosa na investigação de materiais. Existem diversas maneiras de aplicação desta técnica no estudo de materiais de engenharia, a mesma pode ser utilizada tanto na determinação da estrutura de um novo material quanto na de um material comum. O fenômeno da difração de raios-X é regido pela Lei de Bragg, eq. (2), que relaciona o comprimento de onda dos raios-X e os espaçamentos interatômicos ao ângulo do feixe difratado. (SHACKELFORD, 2008)

Rodrigues (2005), classifica a técnica de difração de raios-X como uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos, e menciona sua importância e aplicação em inúmeras áreas de conhecimento na engenharia. Esta técnica baseia-se no fenômeno de interferência entre ondas.

Uma das principais aplicações da difratometria de raios-X é a determinação de estrutura cristalina de materiais. A dimensão e geometria de uma célula unitária podem ser obtidas através das posições angulares dos picos de difração, já os arranjos atômicos das células unitárias, está relacionado com as intensidades relativas dos picos. Outras aplicações desta técnica são: identificação qualitativa e quantitativa de elementos químicos (identificação de fases), determinação de tensões residuais e dimensões de tamanhos de cristais. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

### 3.9 DUREZA DE UM MATERIAL

A dureza de um material é uma propriedade muito importante na especificação de materiais, e pode ser definida como a medida de resistência de um material à deformação plástica localizada, que pode ser uma pequena impressão ou um risco. Após a realização da endentação, é realizada a medição da profundidade ou tamanho da impressão gerada, quanto maior for a dureza do material menor será a profundidade da impressão. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; SOUZA, 1982)

Segundo Callister e Rethwisch (2016), os ensaios de dureza são os mais utilizados dentre os ensaios mecânicos pelos seguintes motivos:

- I. Simplicidade e baixo custo de execução;
- II. Ensaio não-destrutivo;
- III. Possibilitam que sejam estimadas outras propriedades mecânicas a partir do resultado de dureza obtido no ensaio, tais como: limite de resistência a tração.

Segundo Souza (1982) e Garcia, Spim e Santos (2000), em engenharia, existem alguns métodos padronizados de quantificar a propriedade de dureza, e estão divididos basicamente em três grupos que são diferenciados pelo método de realização do ensaio, que são: Ensaio de dureza por penetração, ensaio de dureza por choque ou rebote e ensaio de dureza por risco.

No ramo da metalurgia os ensaios mais utilizados são os classificados como ensaios de dureza por penetração (Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop e Meyer), e o ensaio de dureza por choque (Shore “escleroscópica”), já os ensaios de dureza por risco dificilmente é aplicado para metais. (SOUZA, 1982)

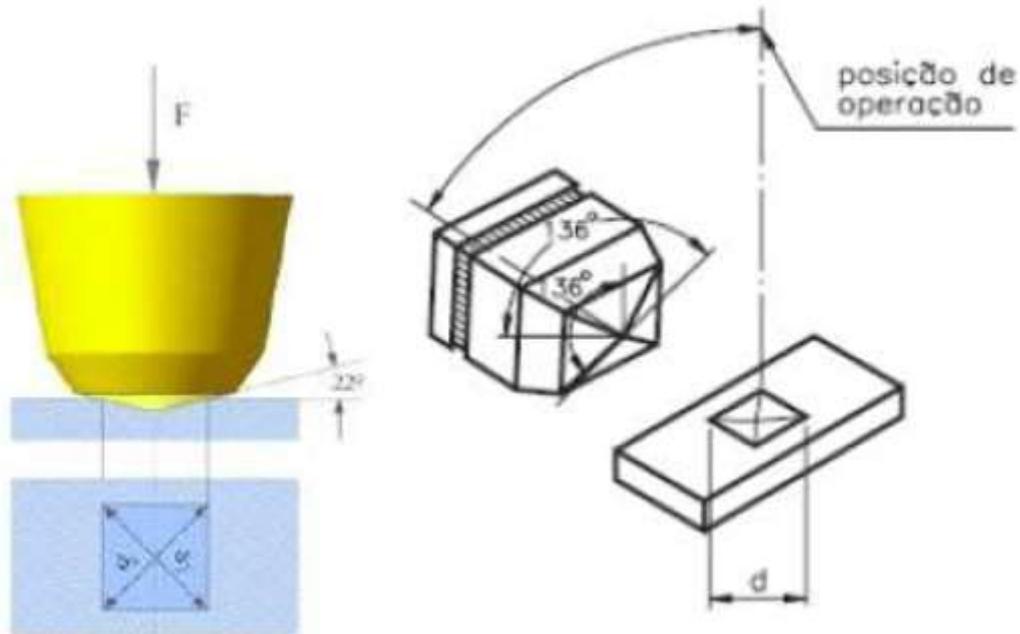
Existem casos práticos tais como: medição de dureza de superfícies cementadas e medição individual da dureza de microconstituintes, determinação de dureza em materiais frágeis etc., aplicações como estas necessitam da determinação da dureza em pequenas áreas do corpo-de-prova, sendo assim, utiliza-se o ensaio de microdureza. Esse ensaio é caracterizado por produzir no corpo de prova uma impressão microscópica, utilizando penetradores de diamante e aplicando cargas de até 1kgf. O ensaio de microdureza pode ser realizado por intermédio de duas técnicas, *Knoop* e *Vickers*. (SOUZA, 1982; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000)

### 3.9.1 Ensaio de Dureza e Microdureza *Vickers*

O ensaio de dureza *Vickers* (*Hardness Vickers* – HV) utiliza um indentedor com ponta de diamante que possui um formato de uma pirâmide de base quadrada e forma ângulos entre as faces opostas de 136° conforme ilustrado na Figura 18. A endentação é realizada no material a partir da aplicação de uma carga, que pode variar entre 1 e 120kgf para medição de dureza, e para medição de microdureza utilizam-se cargas de até 1kgf. (SOUZA, 1982; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2000)

Este ensaio é normatizado pela ASTM – *American Society for Testing and Materials*, através da norma ASTM E-92 - 17 (C).

Figura 18 - Esquema do penetrador e da impressão do ensaio *Vickers*



Fonte: Moura, 2013.

Segundo Souza (1982), o cálculo da dureza *Vickers* é uma divisão direta da carga aplicada (F) pela área da superfície da pirâmide (A) deixada pelo indentedor no corpo de prova, conforme expresso na Equação (3).

$$HV = \frac{F \text{ (kgf)}}{A \text{ (mm)}} \quad (3)$$

A Equação 4, permite o cálculo da área da impressão através das medidas das diagonais do losango deixados no corpo de prova.

$$A = \frac{d^2}{2\sin(136^\circ/2)} \quad (4)$$

Sendo assim, ao substituir a Equação (4) na Equação (3), obtemos a expressão direta para o cálculo da dureza *Vickers*, Equação (5).

$$HV = \frac{1,8544F}{d^2} \quad (5)$$

## 4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo tem o objetivo de descrever de forma clara e sucinta todos os materiais e procedimentos utilizados durante a pesquisa. Neste trabalho foram fabricadas as ligas de alumínio AA3003 e AA3303, pertencentes a série AA3XXX do sistema (Al-Mn), através da moagem de alta energia (MAE).

Inicialmente foi selecionada a composição das ligas a serem fabricadas de acordo com o ASM *Handbook* (1992), de posse dos percentuais referentes a cada elemento das ligas, os pós elementares foram separados e em seguida pesados em uma balança de precisão semi-analítica. Posteriormente esses pós foram submetidos a moagem de alta energia (MAE) através de um moinho de bolas vibratório do tipo SPEX, durante 30, 60 e 120 minutos. Em seguida, tanto o material particulado das ligas AA3003 e AA3303 processadas por MAE, quanto a liga de alumínio puro AA1100, e o pó de Mn sem moagem foram submetidos a uma análise de tamanho e partícula por difração a *laser*.

A caracterização microestrutural e química do material particulado foi realizada através das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS), o estudo e identificação das fases geradas após a MAE foi realizado através de difração de RX.

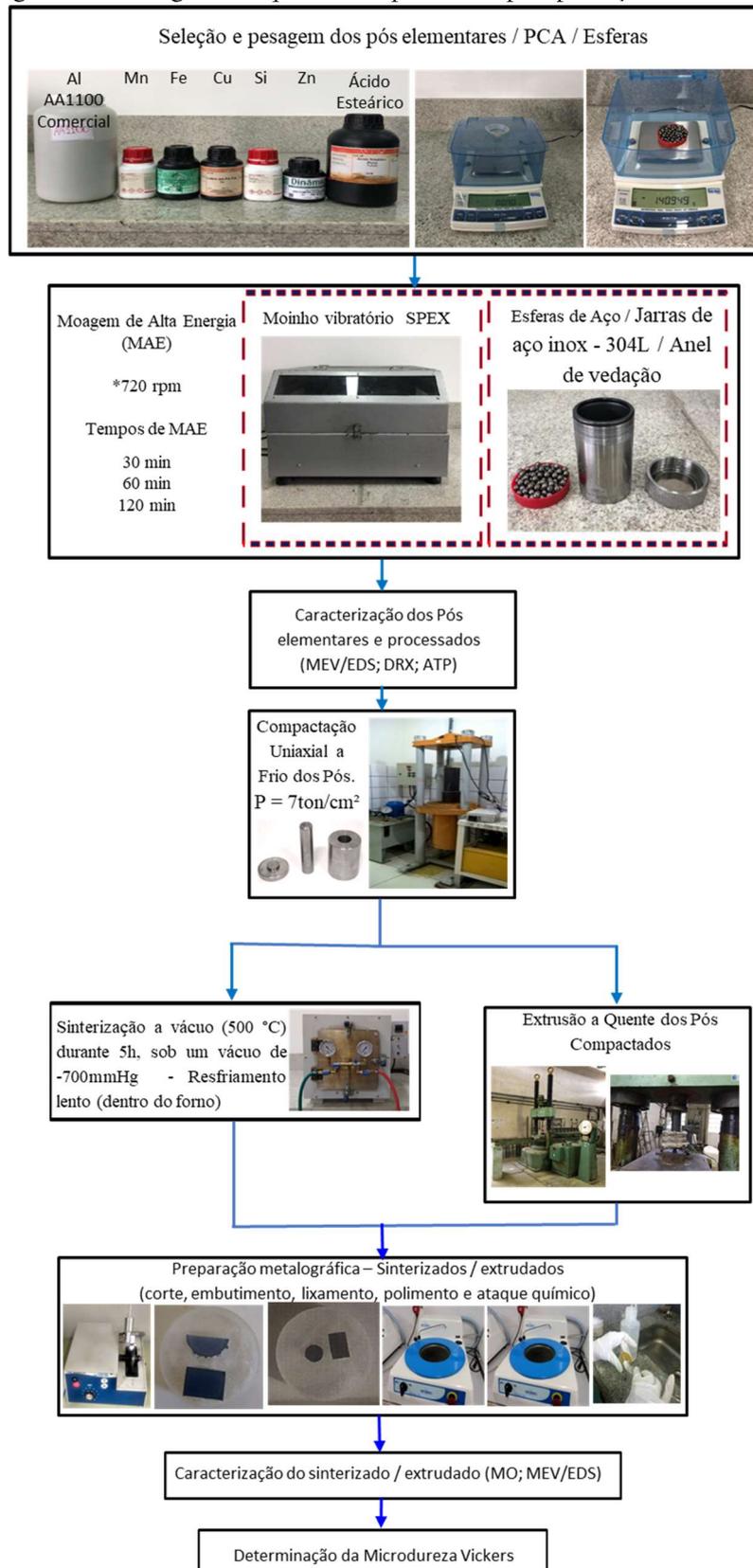
Os pós processados por MAE, foram submetidos a duas rotas de consolidação distintas:

- Rota 1 - Compactação uniaxial a frio e sinterização;
- Rota 2 - Compactação e extrusão a quente.

Para tal estudo foram fabricados três corpos de prova sinterizados e três corpos de prova extrudados para cada liga fabricada, totalizando assim, 12 corpos de prova, em seguida os corpos de prova foram submetidos ao processo de preparação metalográfica (corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico). A caracterização microestrutural e química do material consolidado, foi realizada através das técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada a espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Finalizando o processo de caracterização do material consolidado, os corpos de prova sinterizados e extrudados foram submetidos a um ensaio de microdureza *Vickers*, determinando assim a propriedade de dureza do material estudado.

A Figura 19 ilustra de forma esquemática o fluxo do processo aplicado neste trabalho, apresentando de forma resumida a sequência de trabalho.

Figura 19 - Fluxograma do processo experimental para produção das amostras



Fonte: Adaptado de Lins, 2015.

#### 4.1 MATERIAIS

As ligas de alumínio AA3003 e AA3303 são formadas pelo sistema Al-Mn, porém, apesar o Mn ser o elemento de liga majoritário, essas ligas possuem em sua composição concentrações de outros elementos de liga tais como: silício (Si), ferro (Fe), cobre (Cu) e zinco (Zn).

Todos os materiais utilizados no presente trabalho estão descritos no Quadro 6, associados ao seus respectivos fabricantes ou tipo.

Quadro 6 - Materiais utilizados no estudo

<b>Material</b>	<b>Fabricação / Tipo</b>
Alumínio Puro AA1100 - (Pó) - Pureza 99,00%	Alcoa Alumínio S/A
Manganês (Pó) - Pureza 99,00%	Sigma Aldrich®
Silício (Pó) - Pureza 99,00%	Sigma Aldrich®
Ferro (Pó) - Pureza 99,00%	Casa da Química Ind. E Com. Ltda
Cobre (Pó) - Pureza 99,50%	Dinâmica Química Contemporânea Ltda
Zinco (Pó) - Pureza 99,80%	Dinâmica Química Contemporânea Ltda
Esferas de Aço	SAE 52100
PCA - Ácido Esteárico - C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub> (Puro)	Vetec Química Fina
Álcool Isopropílico (Pureza 99,81%)	Casa do Laboratório

Fonte: O Autor, 2020.

As esferas fabricadas em aço SAE 52100 foram aplicadas com BPR de 7:1, nas proporções de 140,000 g de esfera para 20,000 g de pó

Para atenuar os efeitos de soldabilidade a frio do alumínio durante o processo de moagem de alta energia, utilizou-se como agente controlador de processo “*Process Control Agent – PCA*” o ácido esteárico C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub> (Puro), que funciona como um lubrificante reduzindo os efeitos das colisões entre os corpos moedores e os pós.

O álcool isopropílico (C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O – 99,81% de pureza), foi utilizado para o banho da moagem, ou seja, a moagem é realizada em meio úmido, foram utilizadas aproximadamente 75 ml de álcool isopropílico por moagem, quantidade suficiente para cobrir a massa de pó e das esferas no interior do recipiente de moagem. O álcool isopropílico evita a combustão espontânea do alumínio, após o término da moagem e posterior abertura da jarra de moagem.

## 4.2 MÉTODOS

Nesta seção serão apresentados todos os métodos utilizados no desenvolvimento deste projeto de pesquisa.

### 4.2.1 Pesagem dos Pós

A pesagem dos pós elementares foi realizada no laboratório de metalurgia do pó da Universidade Federal de Pernambuco – UFPE, que é vinculado ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimentos de materiais (INTM). Para realização da pesagem utilizou-se uma balança de precisão semi-analítica com 3 casas decimais, da marca SHIMADZU e modelo UX420H, Figura 20.

Figura 20 - Balança de precisão semi-analítica



Fonte: O Autor, 2020.

A Tabela 2, expressa as composições percentuais em peso para as ligas de alumínio do presente estudo, conforme *ASM Handbook* (1992).

Tabela 2 - Composição percentual das ligas de alumínio em estudo

<i>Alumium Association</i>	<b>Composição, % em peso</b>					
	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Zn</b>	<b>Alumínio</b>
AA3003	0,60	0,70	0,20	1,50	0,10	96,9
AA3303	0,60	0,70	0,20	1,50	0,30	96,7

Fonte: Adaptado de *ASM Handbook*, 1992.

A Tabela 3 apresenta as concentrações de massa em (g), de cada um dos elementos químicos que compõem as ligas de alumínio do referente estudo, que serão submetidas à moagem de alta energia. Os percentuais de massa estão de acordo com o *ASM Handbook* (1992). A massa submetida por moagem foi de 20,000 (g), acrescida de 1% do PCA, totalizando 20,200 (g).

Tabela 3 - Composição da massa de pó e PCA por moagem

Liga de Alumínio	Tempo de MAE (min)	Composição, (g)						
		Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Al (1100)	PCA
AA3003	30	0,120	0,140	0,040	0,300	0,020	19,380	0,200
	60	0,120	0,140	0,040	0,300	0,020	19,380	0,200
	120	0,120	0,140	0,040	0,300	0,020	19,380	0,200
AA3303	30	0,120	0,140	0,040	0,300	0,060	19,340	0,200
	60	0,120	0,140	0,040	0,300	0,060	19,340	0,200
	120	0,120	0,140	0,040	0,300	0,060	19,340	0,200

Fonte: O Autor, 2020.

#### 4.2.2 Moagem de Alta Energia (MAE) dos Pós

Os pós foram processados por moagem de alta energia (MAE), visando uma perfeita homogeneização e a fabricação da liga propriamente dita, fazendo com que os elementos de liga sejam incorporados a matriz formando as fases presentes nas ligas estudadas.

A MAE foi realizada através de um moinho de bolas vibratório do tipo SPEX com velocidade de 720 rpm Figura 21, pertencente laboratório de metalurgia do pó da UFPE. O referido moinho foi fabricado pela empresa Trinfo Máquinas Gráficas.

Figura 21 - Moinho de bolas vibratório (SPEX)



Fonte: O Autor, 2020.

A massa de pó foi colocada dentro do recipiente de moagem (jarra), essa jarra é fabricada em aço inoxidável AISI 304L Figura 22 (a), como corpos moedores foram utilizadas esferas de aço SAE52100, Figura 22 (b), o diâmetro médio dessas esferas é de 6,20 mm e cada esfera pesa aproximadamente 0,960 g. O BPR utilizado foi de 7:1, sendo assim a cada moagem de 20,000 g de pó, foram colocados 140,000 g de esferas. Os pós foram submetidos a três tempos de moagem distintos, 30min, 60 min e 120min. Para cada tempo de moagem foram realizadas duas moagens, com uma carga de 20,000 g por moagem, totalizando assim 18 moagens.

Figura 22 - Recipiente de moagem - jarra (a); Corpos moedores - esferas 3(b)



Fonte: O Autor, 2020.

Conforme citado anteriormente, as moagens foram realizadas em meio úmido, através da adição do álcool isopropílico, sendo assim, após o término das mesmas, se faz necessário que seja realizada uma secagem dos pós. Visando acelerar o processo de evaporação do álcool, utilizou-se para secagem dos pós uma estufa fabricada pela Nevoni: NSR Industria Comércio e Representações Ltda., modelo NV 1.2, pertencente laboratório de metalurgia do pó da UFPE.

#### 4.2.3 Caracterização dos pós

Após a realização das moagens de todas as ligas, os pós das ligas AA3003 e AA3303 processados por MAE, o pó do alumínio puro AA1100 e o pó de manganês, foram caracterizados pelas seguintes técnicas: Análise de tamanho de partícula por difração a *laser*, difração de raio X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

#### 4.2.3.1 Análise Granulométrica dos Pós

Sabendo que o tamanho de partícula tem influência direta na qualidade dos componentes fabricados por metalurgia do pó, os pós de alumínio puro AA1100, Mn e os pós das ligas processadas durante os tempos fixados anteriormente, foram submetidos à técnica de difração a laser em meio úmido, o dispersante utilizado foi a água. Este ensaio foi realizado no Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Pernambuco (DEMINAS-UFPE), através do equipamento modelo *Mastersizer 2000* fabricado pela empresa MALVERN INSTRUMENTS U.K. Figura 23.

Figura 23 - Analisador de tamanho de partícula por difração a laser - *Mastersizer 2000*



Fonte: O Autor, 2020.

#### 4.2.3.2 Difração de Raios-X dos Pós

A técnica de DRX foi aplicada nos pós com o intuito de identificar e analisar a fabricação da liga propriamente dita, ou seja, a formação das suas respectivas fases e estrutura cristalina.

A difração de raios X foi realizada no laboratório do INTM-UFPE, o difratômetro utilizado neste trabalho foi o modelo XRD-700, com Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ) fabricado pela SHIMADZU Figura 24, e as condições de aquisição utilizadas foram: Ângulo de varredura de  $\theta$  a  $2\theta$ , varrendo de  $5^\circ$  a  $120^\circ$  com um passo de  $0,02^\circ/\text{s}$ . A partir do bloco de pontos obtidos através desta técnica foram plotados os espectros de DRX de cada liga e seu respectivo tempo de moagem utilização através do *software OriginPro 8* da *OriginLab Corporation*, em seguida os picos presentes nos difratogramas foram analisados e indexados por meio de

comparação, com as microfichas de difração do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).

Figura 24 - Difratorômetro SHIMADZO, XRD-700 - INTM - UFPE



Fonte: O Autor, 2020.

#### 4.2.3.3 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) dos Pós

A análise morfológica das partículas e a composição química dos pós de alumínio, manganês e a mistura dos mesmos processados através da moagem de alta energia durante os tempos fixados anteriormente, foi realizada através das técnicas de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva. As amostras foram dispostas sobre uma fita adesiva dupla face com um recobrimento de carbono que proporciona a sustentação do material particulado sobre um suporte metálico, que em seguida será submetido ao processo de metalização e seguirá para a análise de MEV e EDS.

Foi utilizado um MEV modelo MIRA3 Figura 25, com filamento de FEG, da fabricante *TESCAN* e sensor de EDS da fabricante *Oxford* acoplado, pertencente ao laboratório do INTM-UFPE, as imagens foram formadas por elétrons secundários e retroespalhados.

Figura 25 - Microscópio eletrônico de varredura - INTM - UFPE



Fonte: O Autor, 2020.

#### 4.2.4 Compactação e Extrusão dos Pós

Após a caracterização das amostras do material particulado, apenas os pós submetidos a moagem de alta energia durante um período de 120 minutos, foram direcionados ao processo de compactação uniaxial a frio de simples ação, devido apresentarem uma morfologia favorável à consolidação do material. Para compactações foi utilizada uma pressão de  $7,0 \text{ ton/cm}^2$  durante um período de 10 minutos, obtendo-se assim os compactados verdes. Para cada liga estudada, foram fabricados 4 compactados verdes com aproximadamente 10,000 g de pó cada, totalizando assim 8 corpos de prova com perfil e dimensões conforme ilustrados na Figura 26.



Fonte: O Autor, 2020.

Para realização desta compactação foi utilizada uma prensa hidráulica automática de ação simples, com autonomia de carga de 100 toneladas, pertencente ao COMPOLAB – Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural da UFPE.

A matriz de compactação utilizada, Figura 27, é fabricada em aço VC 131 (AISI D6), a matriz tem o perfil cilíndrico com um furo passante, e é composta por uma base móvel e um punção, cada compactação.



Fonte: O Autor, 2020.

Os compactados verdes foram divididos em dois grupos que posteriormente foram submetidos a processos distintos (sinterização ou extrusão a quente), finalizando assim a etapa de consolidação dos corpos de prova. A divisão dos grupos foi feita da seguinte forma, de um total de quatro corpos de prova fabricados para cada liga, 3 foram separados para sinterização e um foi encaminhado para extrusão a quente, conforme ilustrado na Figura 28.

Figura 28 - Esquema de separação dos compactados verdes



Fonte: O Autor, 2020.

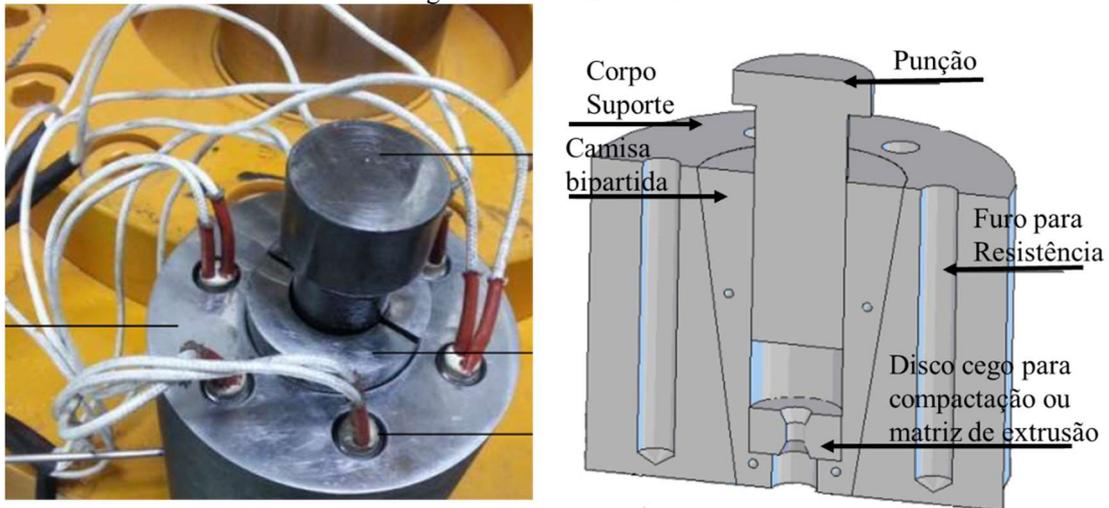
Para extrusão dos pós pré-compactado foi utilizada uma prensa hidráulica vertical, Figura 29, com capacidade de 300 toneladas, pertencente ao Departamento de Engenharia Civil da UFPE, a extrusão foi realizada através de uma matriz de extrusão, fabricada em aço AISI H13 temperado e revenido, a Figura 30 ilustra os detalhes internos da matriz utilizada.

Figura 29 - Prensa hidráulica vertical



Fonte: O Autor, 2020.

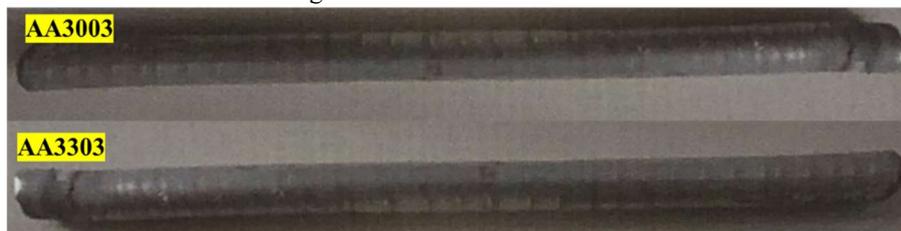
Figura 30 - Matriz de extrusão



Fonte: Adaptado de Lira, 2016.

A extrusão ocorreu a uma temperatura de 450 °C, e a uma velocidade de 1mm/s, a Figura 31 apresenta uma amostra extrudada. Cada pastilha pré-compactada com 10,000 g de pó, gera um extrudado de aproximadamente 120 mm de comprimento e 8mm de diâmetro.

Figura 31 - Amostras extrudada



Fonte: O Autor, 2020.

A partir dos tarugos extrudados das ligas em estudo, foram fabricados três corpos de prova de cada. (AA3003-1, 2 e 3 e AA3303-1,2 e 3)

#### 4.2.5 Sinterização

O processo de sinterização ocorreu no laboratório de metalurgia do pó da UFPE, localizado no INTM-UFPE. Utilizou-se um forno a vácuo, da fabricante Innovatec, modelo IN R7 P7 ilustrado na Figura 32, com capacidade máxima de aquecimento de 1200° C. A sinterização ocorreu durante um período de 5 horas, sob um vácuo de -700mmHg, a taxa de aquecimento utilizada foi de 20° C/min., com o término do tempo de 5 horas de sinterização o forno foi desligado e as amostras foram resfriadas dentro do mesmo.

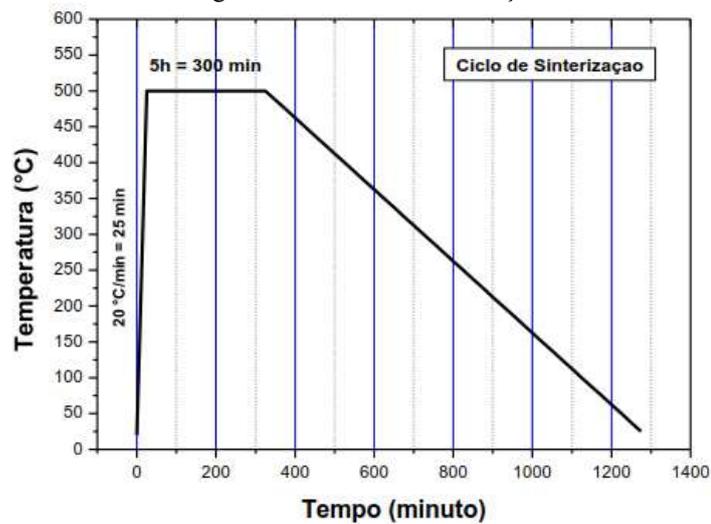
A Figura 33, ilustra o ciclo de sinterização, aplicado neste trabalho.

Figura 32 - Forno a vácuo



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 33 - Ciclo de sinterização



Fonte: Araujo, 2011.

#### 4.2.6 Preparação Metalográfica

Com o término das etapas finais de consolidação dos pós compactados, (sinterização ou extrusão), iniciou-se o processo de preparação metalográfica.

A etapa de preparação metalográfica iniciou-se com o seccionamento das amostras consolidadas, os cortes necessários foram realizados através de uma máquina de corte *cut-off* de baixa velocidade e precisão modelo *IsoMet* da fabricante *BÜEHLER*, Figura 34,

pertencente ao laboratório de materiais inteligentes do departamento de engenharia mecânica da UFPE - DEMEC-UFPE.

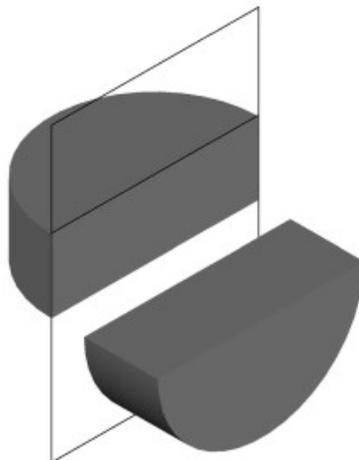
Figura 34 - *Cutt-off - Isomet*



Fonte: O Autor, 2020.

Inicialmente as seis amostras sinterizadas foram seccionadas axialmente, Figura 35, para possibilitar uma posterior análise das seções transversais e longitudinais.

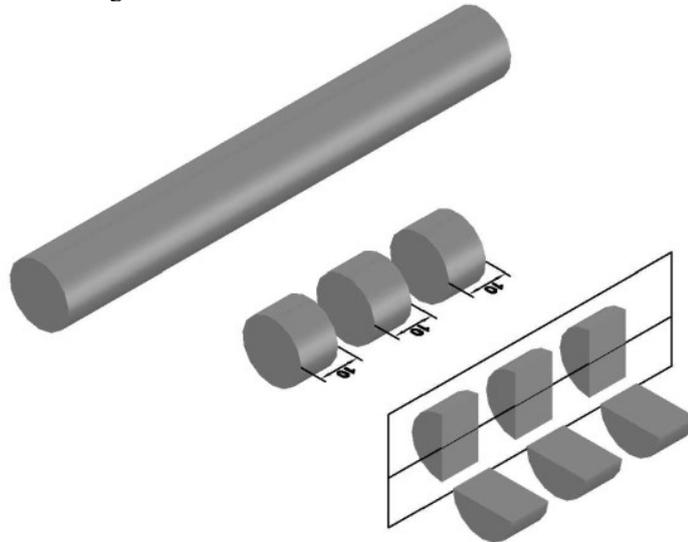
Figura 35 - Plano de corte amostras sinterizadas



Fonte: O Autor, 2020.

Em sequência os tarugos das ligas obtidos através da extrusão foram seccionados transversalmente, produzindo assim três corpos de prova para cada liga extrudada, logo em seguida os corpos de prova foram seccionados longitudinalmente, possibilitando um posterior estudo das seções transversais e longitudinais. A Figura 36, ilustra esquematicamente os planos de corte realizados nos materiais extrudados.

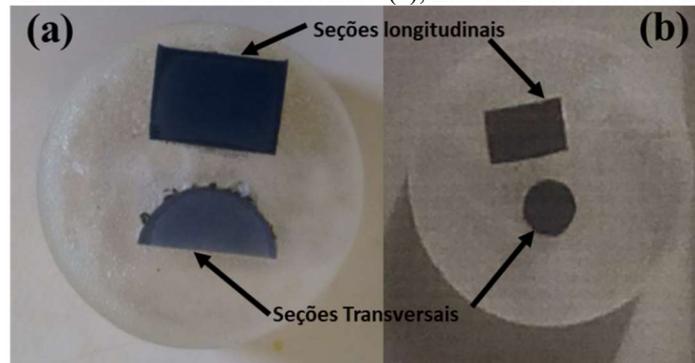
Figura 36 - Plano de corte amostras extrudadas



Fonte: O Autor, 2020.

Após a realização dos seccionamentos necessários para o estudo, as amostras foram embutidas a frio, com a utilização de uma resina acrílica autopolimerizável em pó, as respectivas seções transversal e longitudinal de cada corpo de prova seccionado foram dispostas no embutimento conforme a Figura 37.

Figura 37 - Embutimento amostra sinterizada (a); Embutimento amostra extrudada (b)



Fonte: O Autor, 2020.

Após o prazo de 24h, tempo de cura indicado pelo fabricante da resina autopolimerizante, visando a obtenção de uma superfície sem riscos ou marcas mais profundas proporcionadas pelo processo de seccionamento das seções, os corpos de prova foram submetidos a etapa de lixamento manual. Para realização deste processo utilizou-se uma poltriz metalográfica modelo Aropol 2V com velocidade de 300 e 600rpm, fabricada pela Arotec Indústria e Comércio, pertencente ao laboratório de metalografia do departamento

de engenharia mecânica da UFPE – DEMEC-UFPE. Foram utilizadas lixas metalográficas de SiC e granulometria de 180#, 220#, 300#, 400#, 600# e 1000#.

Em seguida as amostras foram submetidas ao processo de polimento mecânico na mesma politriz utilizada para o lixamento, para realização desta etapa utilizou-se um pano de polimento de acabamento e alumina em suspensão de 1  $\mu\text{m}$ . Por fim, com o intuito de revelar os contrastes das fases, as amostras foram submetidas ao ataque químico, através de uma solução aquosa de ácido fluorídrico a 0,5% durante um tempo de 15 segundos, através do método de esfregação, posteriormente as amostras foram lavadas com água corrente, etanol e em seguida secadas por um jato de ar quente paralelamente a superfície atacada.

#### 4.2.7 Caracterização do Material Consolidado

Os corpos de prova dos materiais consolidados foram submetidos a caracterização microestrutural, através das técnicas de microscopia ótica (MO), e microscopia eletrônica de varredura (MEV), a análise de composição química pontual foi realizada através do sensor de EDS acoplado ao MEV utilizado. Por fim as amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza *Vickers*.

##### 4.2.7.1 Microscopia Ótica

As amostras consolidadas foram analisadas em um microscópio ótico da marca *Zeiss*, modelo *Axiolab A.1*, equipado com lente ocular com aumento de 10x, e lentes objetivas com aumentos de 5x, 10x, 20x, 50x e 100x, possibilitando ao equipamento alcançar as magnificações de 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x, Figura 38. Este equipamento pertence ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais – INTM – UFPE.

Figura 38 - Microscópio ótico *Zeiss Axiolab*



Fonte: O Autor, 2020.

#### 4.2.7.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) dos Materiais Consolidados

As caracterizações de microestrutura e a análise química pontual dos corpos de prova consolidados (sinterizados ou extrudados), foram realizadas através do MEV com sensor de EDS acoplado, pertencente ao INTM-UFPE, descrito no subtópico 4.1.4.3.

#### 4.2.7.3 Ensaio de Microdureza *Vickers*

Por fim, foi realizado o ensaio de microdureza *Vickers*, quantificando assim a dureza das amostras analisadas, esse ensaio foi realizado através do microdurômetro Emco-test Durascan, modelo G5 ilustrado na Figura 39, pertencente ao INTM-UFPE. Foi utilizada uma carga de 0,2 kgf (200 g), o tempo de carga foi 15s e a distância entre as endentações foi de 1,00 mm.

Para cada amostra, foram feitas 5 impressões na seção transversal, e 5 impressões na seção longitudinal.

Figura 39 - Microdurômetro Emco-test



Fonte: O Autor, 2020.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos durante o desenvolvimento do referente trabalho.

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

O que diz respeito a caracterização dos pós será discutido a seguir. Serão caracterizados os pós de partida (Al e Mn), e os pós das ligas AA3003 e AA3303, submetidos a moagem de alta energia durante os tempos de 30, 60 e 120min.

#### 5.1.1 Pós de Partida

Neste tópico serão apresentados os resultados das análises de MEV, EDS, DRX e ATP dos pós de partida (Al e Mn).

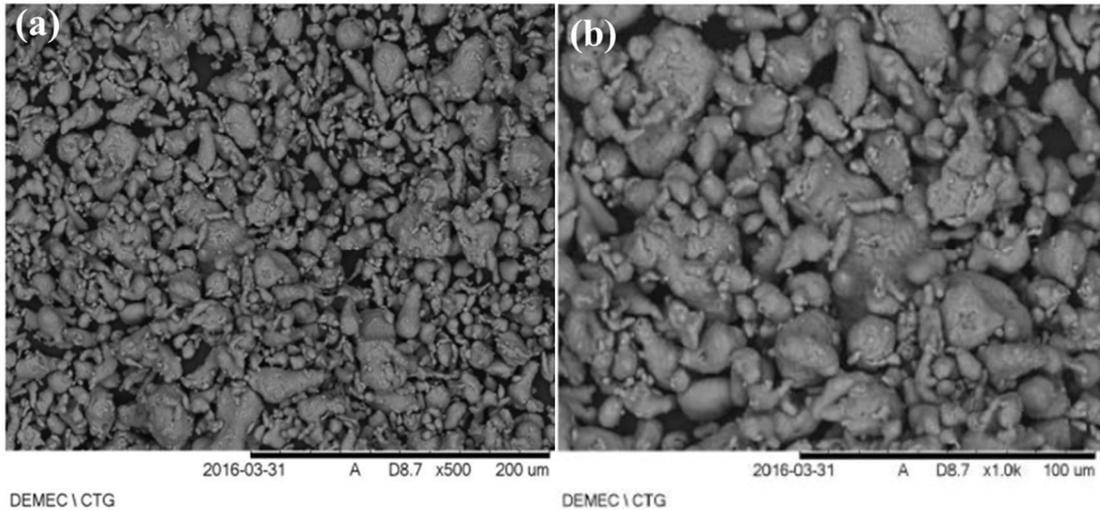
##### 5.1.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Energia Dispersiva

As Figuras 40 (a) e 40 (b), são micrografias de MEV referente ao pó de alumínio da liga AA1100 conforme recebido, obtidas por Silva (2017). Ao analisar essas imagens é possível identificar uma certa homogeneidade das partículas, essas micrografias também possibilitam a constatação que o pó possui partículas consideravelmente pequenas e uma morfologia predominantemente esférica com grãos com dimensões aproximadamente equiaxiais, evidenciando assim, que o material foi obtido através do processo de atomização a gás conforme informado pelo fabricante.

As Figuras 41 (a) e 41 (b), são micrografias de MEV referente ao pó de manganês conforme recebido. Diferentemente do que se observou nas micrografias do pó de alumínio AA1100, as micrografias do pó de manganês evidenciam uma morfologia não homogênea e bastante irregular, formada por grãos achatados com dimensões não equiaxiais, e com um tamanho de partícula próximo do que foi observado nas micrografias do alumínio.

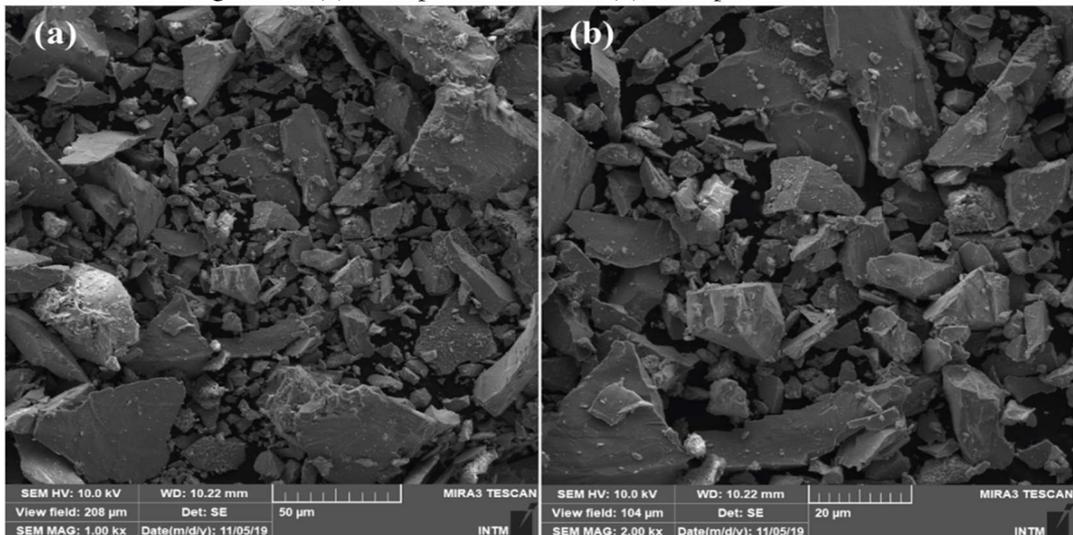
As micrografias de MEV dos pós de alumínio e manganês tornam evidente os aspectos normais e coerentes no que se refere a morfologia e granulometria destes materiais.

Figura 40 - (a) MEV pó de Al - AA1100 - 1000x; (b) MEV pó de Al - AA1100 - 2000x



Fonte: Silva, 2017

Figura 41 - (a) MEV pó de Mn 1000x; (b) MEV pó de Mn 2000x

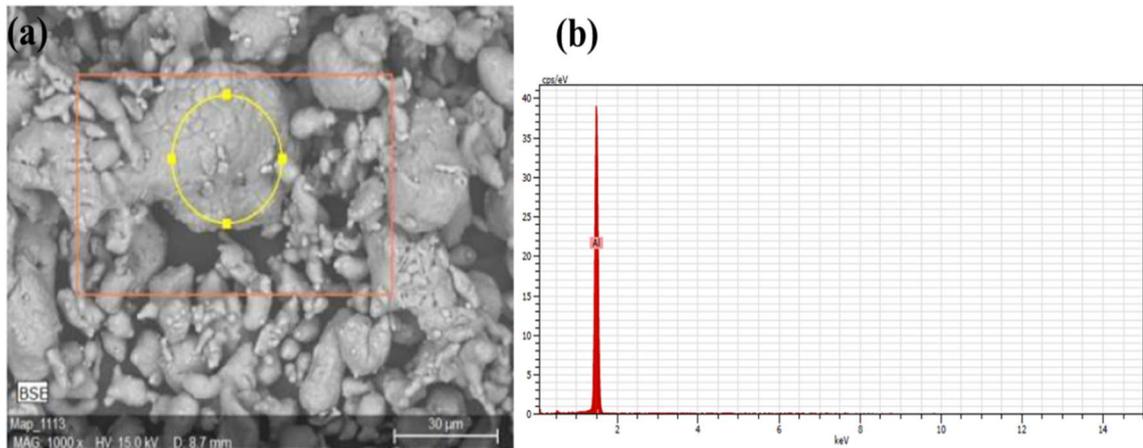


Fonte: O Autor, 2020.

As Figuras 42 (a) e 42 (b), foram obtidas por Silva (2017) e são respectivamente a região analisada e o espectro de EDS, referentes ao pó de alumínio AA1100 como recebido. Embora a o equipamento utilizado forneça apenas uma análise semi-quantitativa ou qualitativa, o espectro de EDS obtido se destaca por apresentar apenas o pico de alumínio, indicando que não houve contaminação no pó analisado.

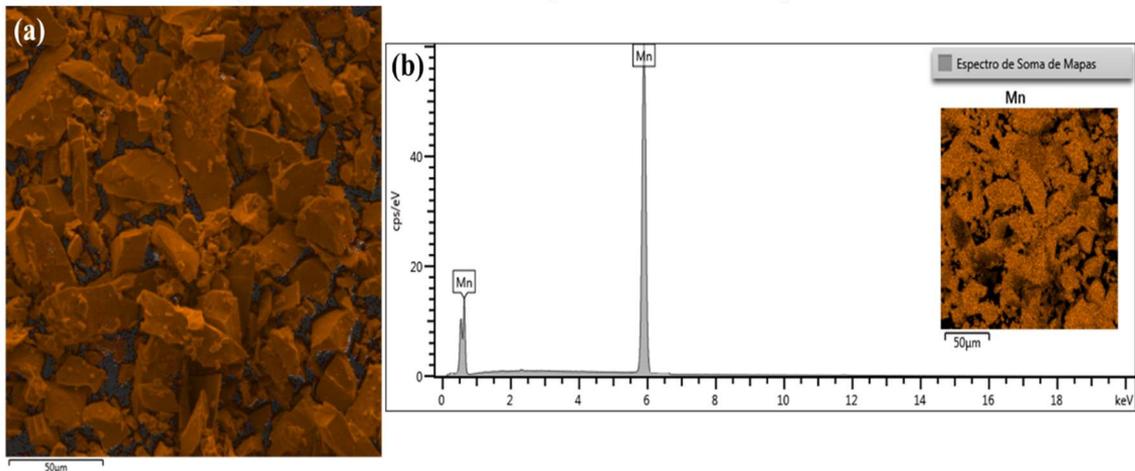
As Figuras 43 (a) e 43 (b), são respectivamente a região analisada e o espectro de EDS referente ao pó de manganês conforme recebido. O equipamento utilizado também fornece uma análise apenas semi-quantitativa, porém a análise destaca-se indicando apenas a presença do manganês, comprovando assim que não houve contaminação do material.

Figura 42 - EDS do Al AA1100; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: Silva, 2017

Figura 43 - EDS do Mn; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

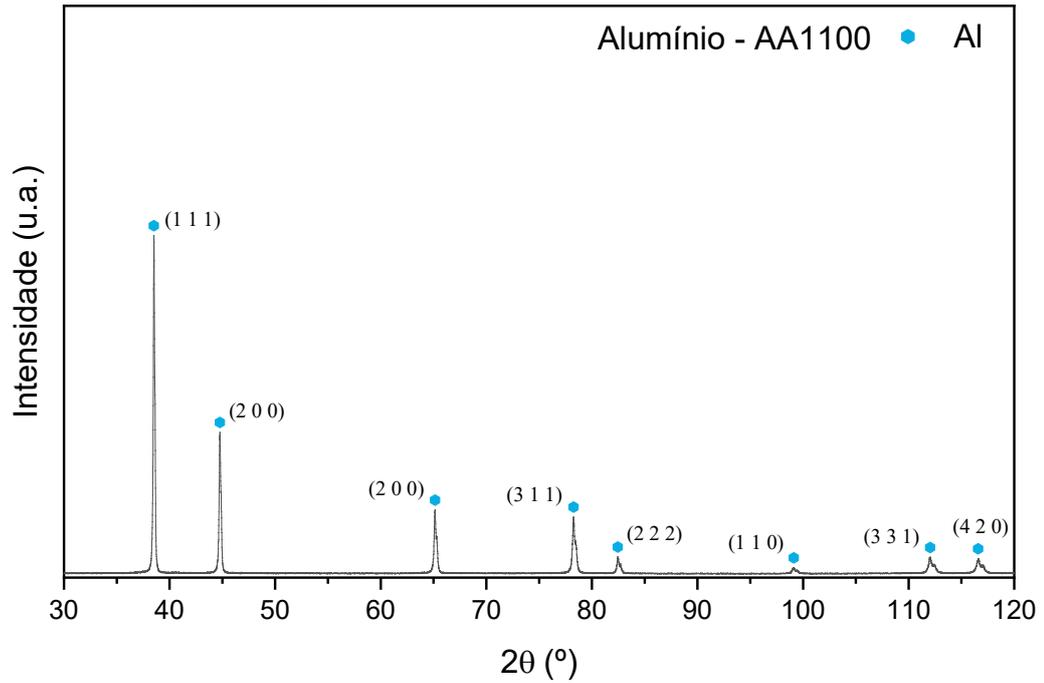
### 5.1.1.2 Difração de Raios-X

A Figura 44, ilustra o espectro de difração de raios-X, obtido através do pó alumínio AA1100 conforme recebido, o mesmo apresentou apenas os picos característicos do alumínio que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869. Ao analisá-lo, o mesmo evidencia a presença de apenas uma fase cristalina pertencente ao alumínio, que é a fase cúbica de face centrada (CFC). De acordo com Callister e Rethwisch (2016), para este tipo de estrutura (CFC), os índices de Miller ( $h, k, l$ ) devem ser todos números pares ou todos números ímpares, conforme evidenciado no difratograma ilustrado na Figura 44.

A Figura 45, ilustra o espectro de difração de raios-X, obtido através do manganês, o mesmo apresentou apenas os picos característicos do manganês que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 01-071-0399. O difratograma ilustrado na Figura 45

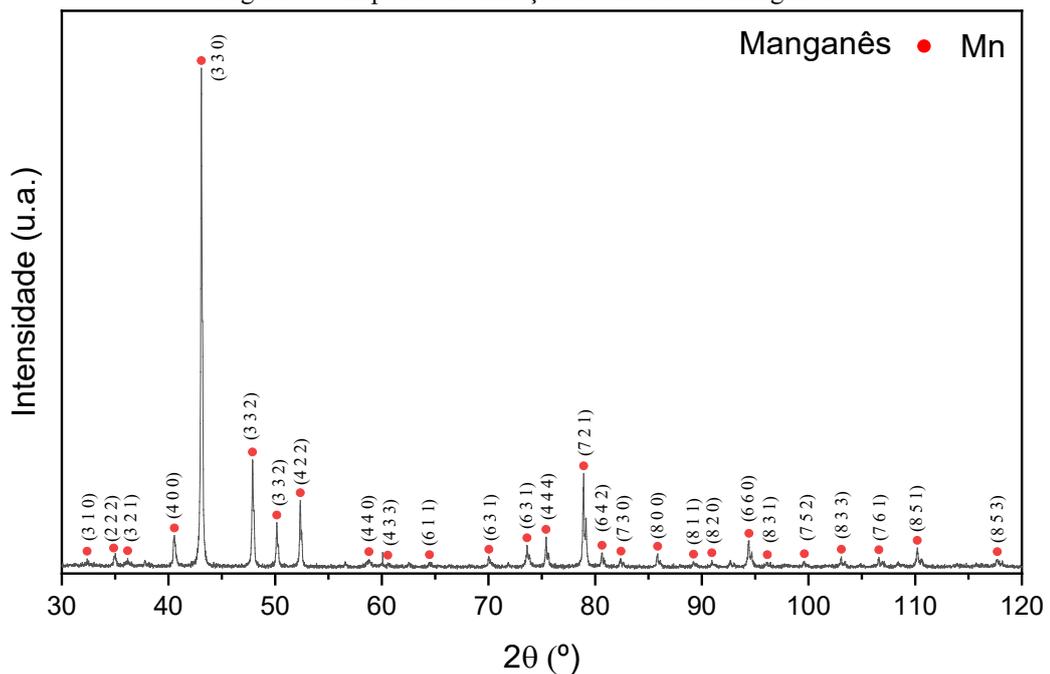
evidencia a presença de apenas uma fase cristalina pertencente ao manganês, que é a fase cúbica de corpo centrado (CCC). De acordo com Callister e Rethwisch (2016), para este tipo de estrutura (CCC), a soma dos índices de Miller ( $h + k + l$ ) deverá ser um número par, conforme evidenciado no difratograma ilustrado na Figura 45.

Figura 44 - Espectro de difração de raios-X do alumínio AA1100



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 45 - Espectro de difração de raios-X do manganês



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.1.1.3 Análise Granulométrica

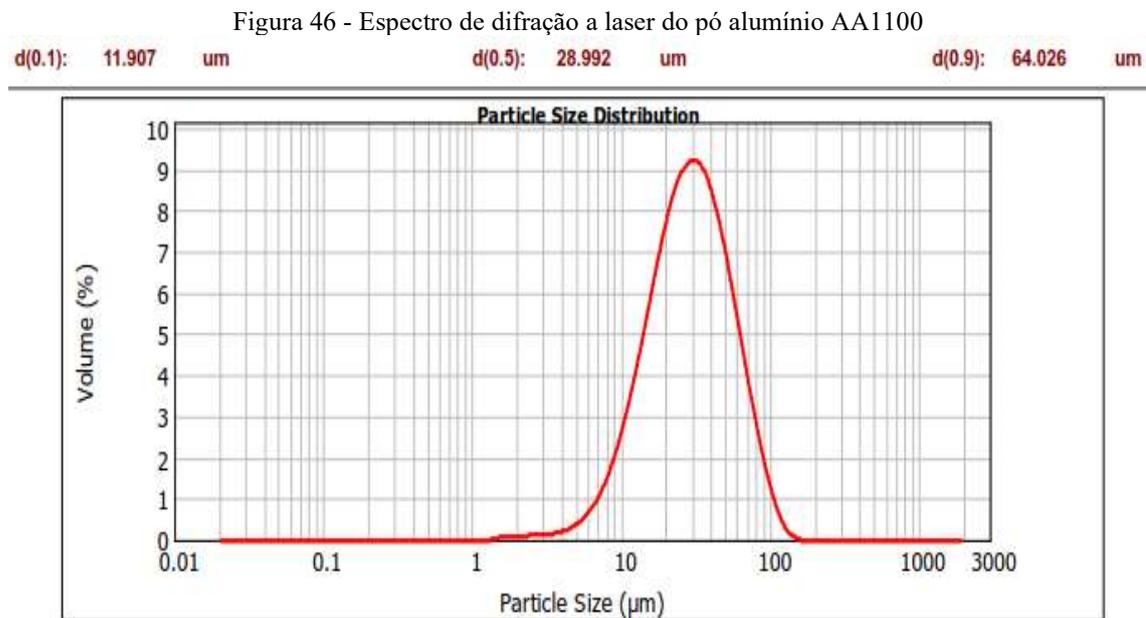
Os pós elementares, alumínio e manganês, foram caracterizados tanto quanto ao tipo de distribuição granulométrica quanto a tamanho médio das partículas através da difração de laser.

O espectro de difração a laser ilustrado na Figura 46, refere-se a análise granulométrica do pó de alumínio AA1100 conforme recebido, o mesmo evidencia uma distribuição unimodal, apresentando apenas um pico na representação gráfica, ou seja, o percentual volumétrico encontra-se em apenas uma faixa de valores.

Para o pó de alumínio AA1100 como recebido, os resultados da análise granulométrica evidenciaram, no que diz respeito ao diâmetro médio das partículas, que 10% d(0,1) delas estão abaixo de 11,907  $\mu\text{m}$ , 50% d(0,5) delas estão abaixo de 28,992  $\mu\text{m}$  e que 90% d(0,9) delas estão abaixo de 64,026  $\mu\text{m}$ .

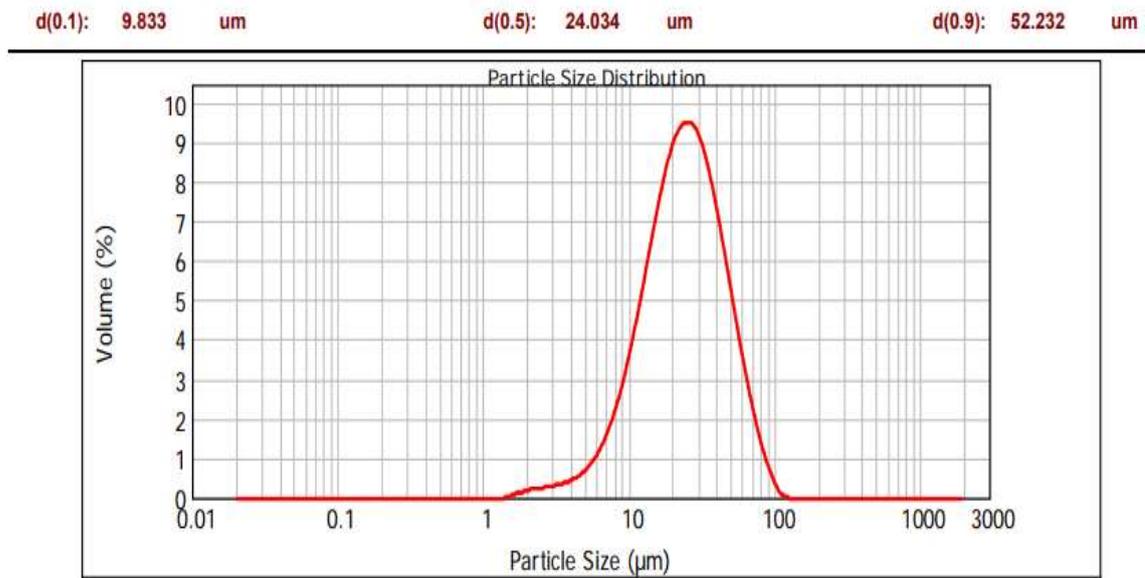
O espectro de difração a laser ilustrado na Figura 47, refere-se a análise granulométrica do pó de manganês conforme recebido, o mesmo evidencia uma distribuição unimodal, apresentando apenas um pico na representação gráfica, ou seja, o percentual volumétrico encontra-se em apenas uma faixa de valores.

Para o pó de manganês como recebido, os resultados da análise granulométrica evidenciaram que no que diz respeito ao diâmetro médio das partículas d médio, 10% d(0,1) delas estão abaixo de 9,833  $\mu\text{m}$ , 50% d(0,5) delas estão abaixo de 24,034  $\mu\text{m}$  e que 90% d(0,9) delas estão abaixo de 52,232  $\mu\text{m}$ .



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 47 - Espectro de difração a laser do pó de manganês



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.1.2 Liga de Alumínio AA3003 Fabricada por MAE, Durante os Tempos de 30, 60 e 120 Minutos

Neste tópico serão apresentados os resultados das análises de MEV, EDS, DRX e ATP dos pós da liga de alumínio AA3003 fabricada por moagem de alta energia durante os tempos de 30, 60 e 120min.

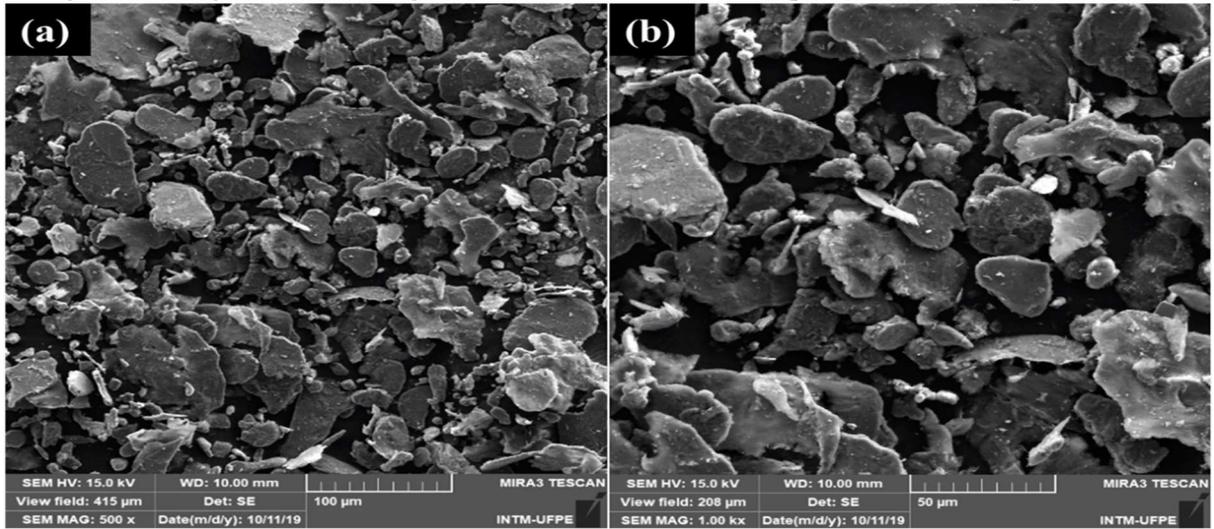
#### 5.1.2.1 Análise Morfológica e Química das Partículas de Pó

A verificação da morfologia das partículas dos pós submetidos a MAE, foi realizada através do microscópio eletrônico de varredura especificado no subtópico 4.1.4.3. As Figuras 48, 49 e 50 são micrografias de MEV referentes a liga AA3003, processadas por moagem de alta energia por durante 30, 60 e 120min respectivamente.

Ao analisar as micrografias das Figuras 48 a 50, é possível observar que as amostras da liga AA3003, apresentaram uma morfologia de partícula irregular e achatada, que segundo Silva (2017) é uma morfologia que está de acordo com materiais obtidos por moagem de alta energia.

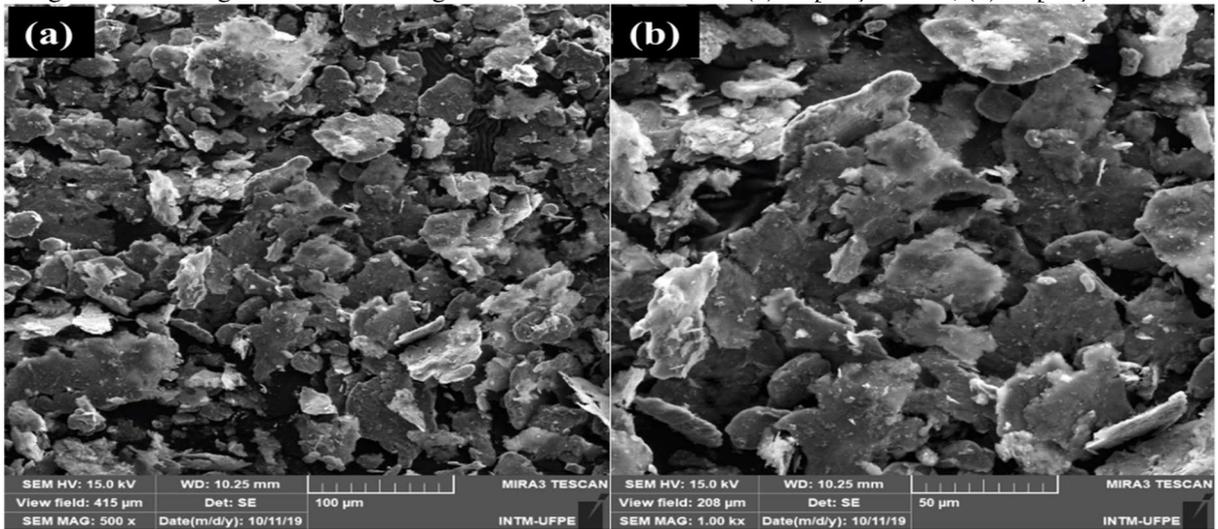
As micrografias também evidenciam que o aumento do tempo de moagem contribuiu para a diminuição do tamanho de partícula, produzindo partículas aproximadamente com a mesma forma e tamanhos.

Figura 48 - Imagem de MEV da liga AA3003 – 30 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



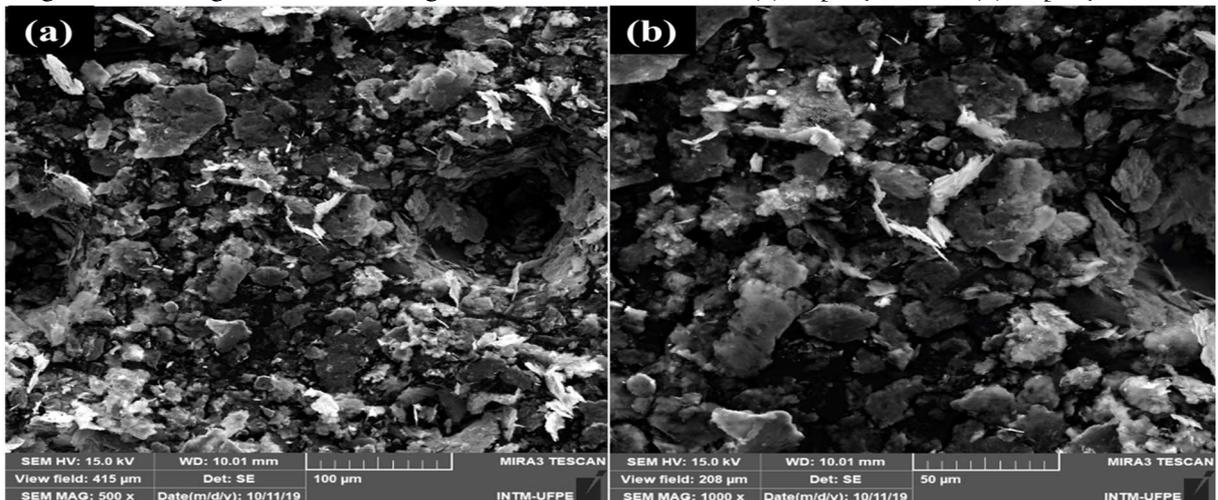
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 49 - Micrografia de MEV da liga AA3003 – 60 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 50 - Micrografia de MEV da liga AA3003 – 120 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



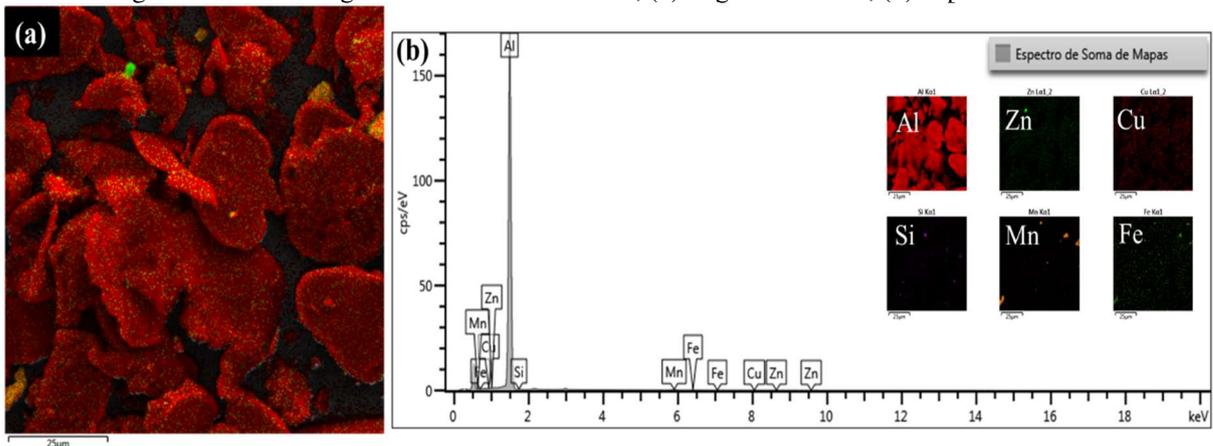
Fonte: O Autor, 2020.

As Figuras 51, 52 e 53 apresentam o resultado obtido através da técnica de espectroscopia de energia dispersiva, para caracterização das composições químicas da liga de alumínio AA3003 processada durante 30, 60 e 120 minutos através de moagem de alta energia.

Os resultados obtidos através da análise por EDS, para a liga AA3003, evidenciam que independente do tempo de moagem que a mesma foi submetida, a liga em estudo apresentou apenas os elementos químicos constituintes para fabricação desta, conforme *ASM Handbook* (2001), que são: Al, Zn, Cu, Si, Mn e Fe.

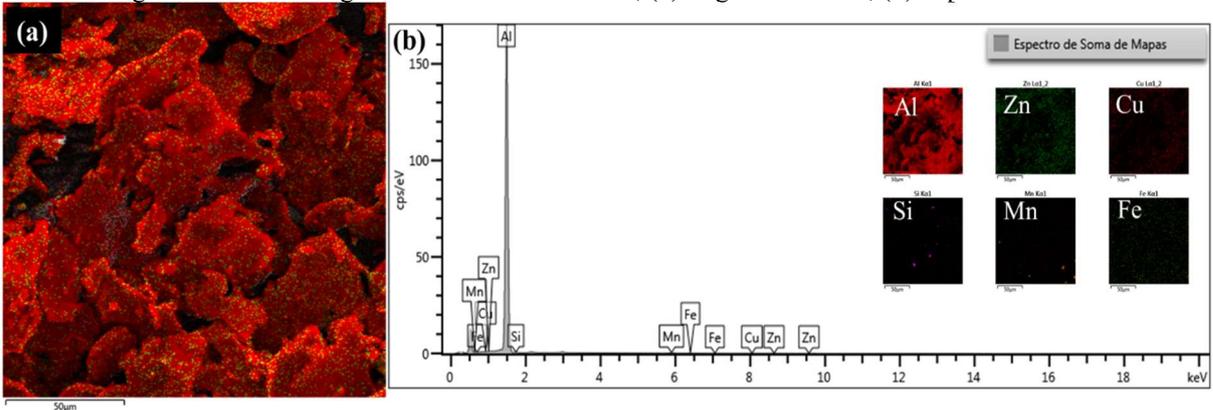
As imagens das regiões analisadas juntamente com o auxílio da coloração referente a cada elemento químico, tornam evidente e facilitam a constatação, que o aumento do tempo de moagem proporciona uma homogeneidade na distribuição dos elementos de liga. Não foi constatada a presença de nenhum elemento químico que não pertencesse a composição da liga, caracterizando assim que não houve a contaminação do material particulado.

Figura 51 - EDS da liga AA3003 - 30 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



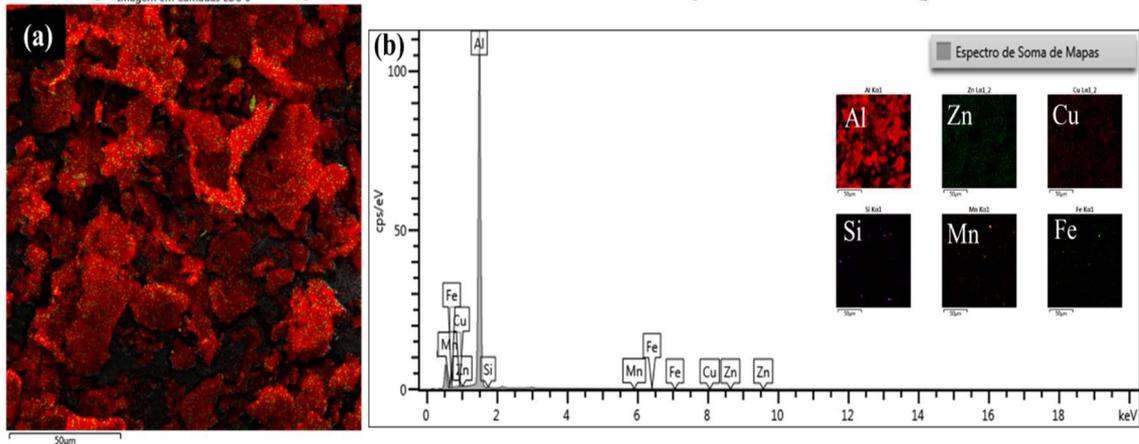
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 52 - EDS da liga AA3003 - 60 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 53 - EDS da liga AA3003 - 120 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.1.2.2 Análise de Difração de Raios-X do pó da Liga AA3003 - MAE de 30, 60 e 120 Minutos

Os pós da liga de alumínio AA3003 se comportaram de maneira análoga aos pós da liga AA3003 em relação a influencia do tempo de moagem na formação da fase  $Al_6(Mn,Fe)$ .

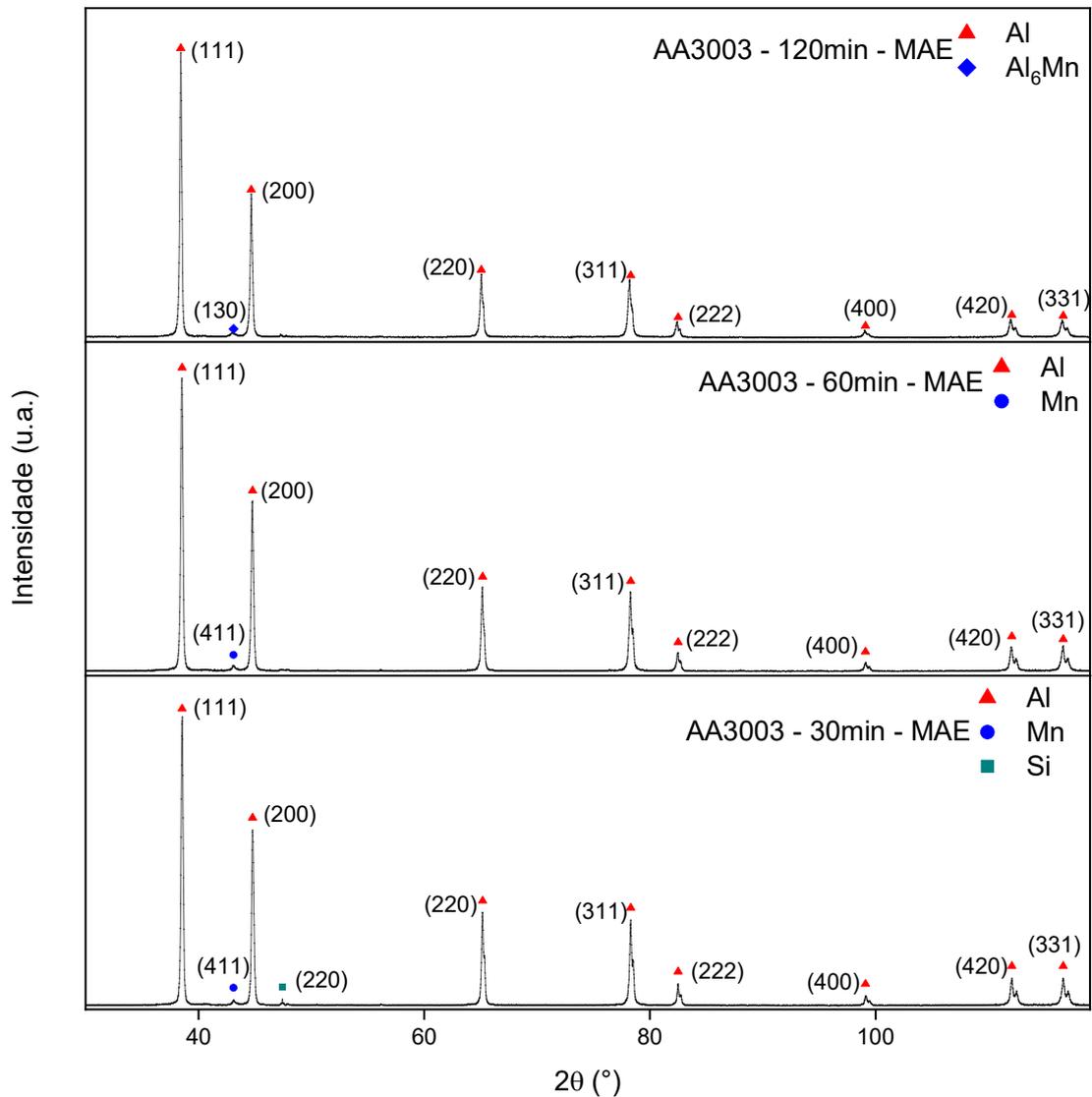
A Figura 54 apresenta os difratogramas dos pós da liga AA3003, submetidos a MAE pelos períodos de 30, 60 e 120 minutos respectivamente.

As moagens de 30 e 60 minutos, não apresentaram a fase característica das ligas da série AA3XXX que é o  $Al_6(Mn,Fe)$ . Os pós processados por MAE durante um tempo de 30 minutos, apresentaram apenas as fases Al, Mn e Si, que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869, 01-089-2105 e 01-075-0589, respectivamente. Os pós processados por MAE durante um tempo de 60 minutos, apresentaram apenas as fases Al e Mn, que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 01-089-2105, respectivamente.

O difratograma dos pós processados por MAE durante 120 minutos, apresentou apenas a fase de Al e a fase  $Al_6Mn$ , característica das ligas de Al-Mn, essas fases foram identificada pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 00-006-0665 respectivamente.

A presença da fase  $Al_6Mn$  apenas para o tempo de moagem de 120 minutos, comprova que as moagens de 30 e 60 minutos não são suficientes para a fabricação da liga via moagem de alta energia.

Figura 54 - Difratoograma do pó da liga AA3003, com moagem de 30, 60 e 120 minutos



Fonte: O Autor, 2020.

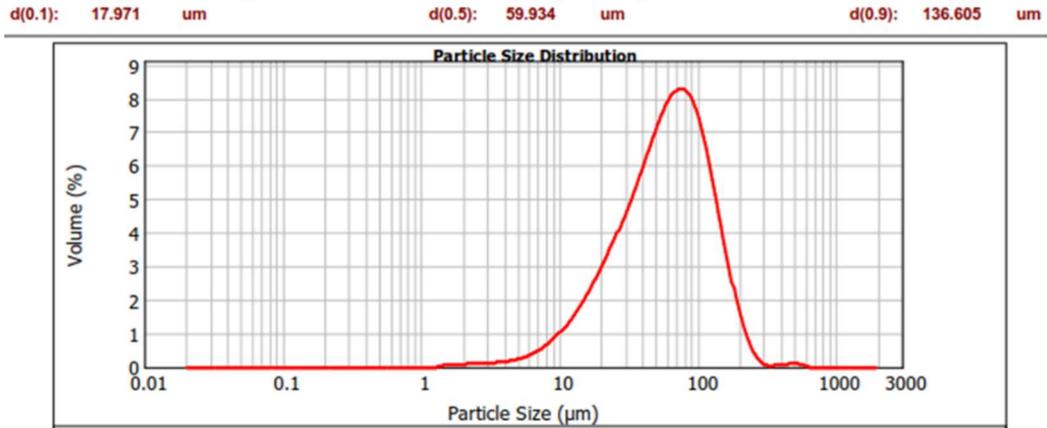
### 5.1.2.3 Análise Granulométrica

Os pós da liga de alumínio AA3003 processados por MAE durante 30, 60 e 120 minutos, foram submetidos a difração de laser, e foram caracterizados de acordo com sua distribuição granulométrica e tamanhos de partícula. As Figuras 55, 56 e 57 ilustram as respectivas distribuições granulométricas de acordo com o tempo de moagem.

Em relação a distribuição granulométrica dos pós analisados, é possível observar que na Figura 55 referente ao pó submetido a 30 minutos de MAE e na Figura 56 pó submetido a 60 minutos de MAE, o material particulado demonstra uma distribuição unimodal, porém, na Figura 57 referente ao pó submetido a 120 minutos de MAE, é possível a observação de uma pequena fração de partículas apresentando um intervalo diferente da curva principal,

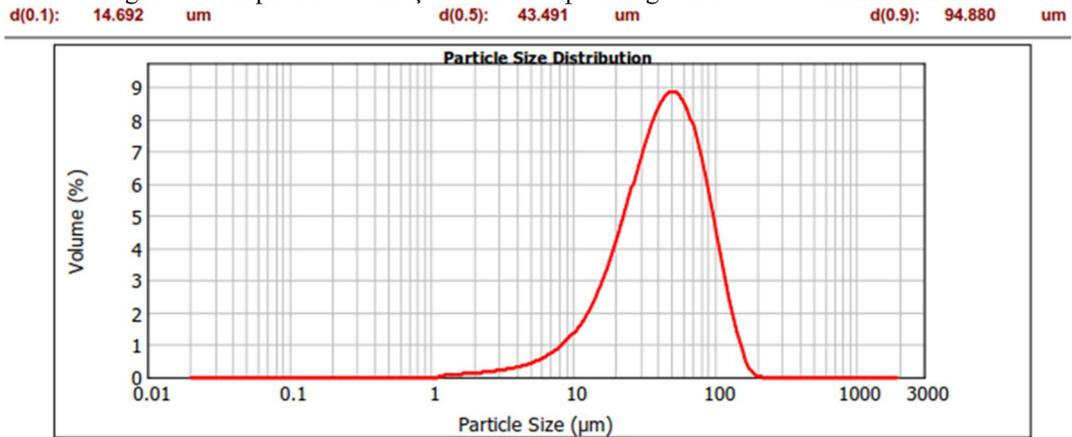
caracterizando assim uma distribuição bimodal. Isso sugere que a soldagem a frio e fratura das partículas durante o processo de moagem não havia atingido o ponto de equilíbrio.

Figura 55 - Espectro de difração a laser do pó da liga AA3003 - 30 min. de MAE



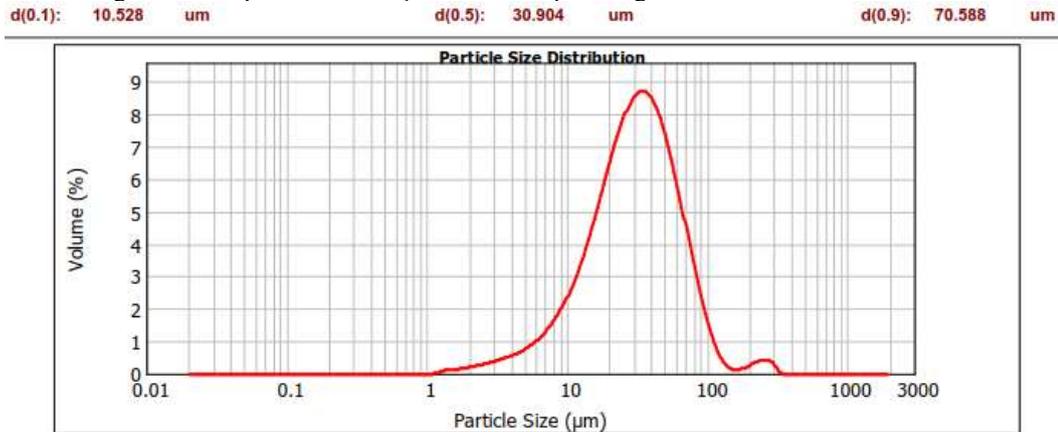
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 56 - Espectro de difração a laser do pó da liga AA3003 - 60 min. de MAE



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 57 - Espectro de difração a laser do pó da liga AA3003 - 120 min. de MAE



Fonte: O Autor, 2020.

Para a liga de alumínio AA3003, o pó submetido a moagem durante um período de 30 min, apresentou um diâmetro mediano  $d(0,5)$  de 50,934  $\mu\text{m}$ , quando comparado com o diâmetro médio do pó de partida da liga de alumínio AA1100, isso sugere que neste tempo de moagem o fenômeno da soldagem a frio era predominante, com o aumento do tempo de moagem para 60 min, o material apresentou partículas com um diâmetro mediano  $d(0,5)$  de 43,491  $\mu\text{m}$ , essa redução do tamanho de partícula evidencia que o fenômeno de fratura por fadiga começa a se sobrepor ao de soldagem a frio. Por fim o material submetido a MAE durante um período de 120 minutos, apesar de expor uma distribuição bimodal, apresentou um diâmetro mediano de  $d(0,5)$  de 30,904  $\mu\text{m}$ .

Ao analisar a evolução do tamanho de partícula, fica evidente que com o aumento do tempo de moagem o tamanho de partícula reduziu, obtendo assim com a MAE durante um período de 120min, um valor muito próximo do diâmetro médio do pó de partida da liga de alumínio AA1100 que é  $d(0,5) = 28,992 \mu\text{m}$ .

### **5.1.3 Liga de Alumínio AA3303 Fabricada por MAE, Durante os Tempos de 30, 60 e 120 Minutos**

Neste tópico serão apresentados os resultados das análises de MEV, EDS, DRX e ATP dos pós da liga de alumínio AA3303 fabricada por moagem de alta energia durante os tempos de 30, 60 e 120min.

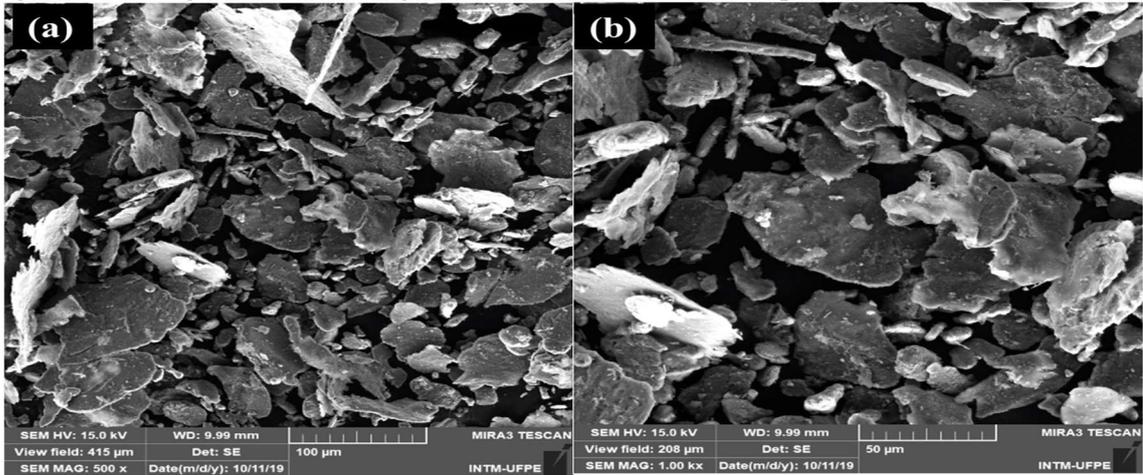
#### **5.1.3.1 Análise Morfológica e Química das Partículas de Pó**

As Figuras 58, 59 e 60 são micrografias de MEV referentes a liga de alumínio AA3303, processadas por moagem de alta energia durante 30, 60 e 120min respectivamente.

Assim como pode ser observado nas micrografias de MEV dos pós da liga AA3003 processados por MAE, é possível observar que as amostras da liga AA3303, também apresentaram uma morfologia de partícula irregular e achatada, que segundo Silva (2017) é uma morfologia que está de acordo com materiais obtidos por moagem de alta energia.

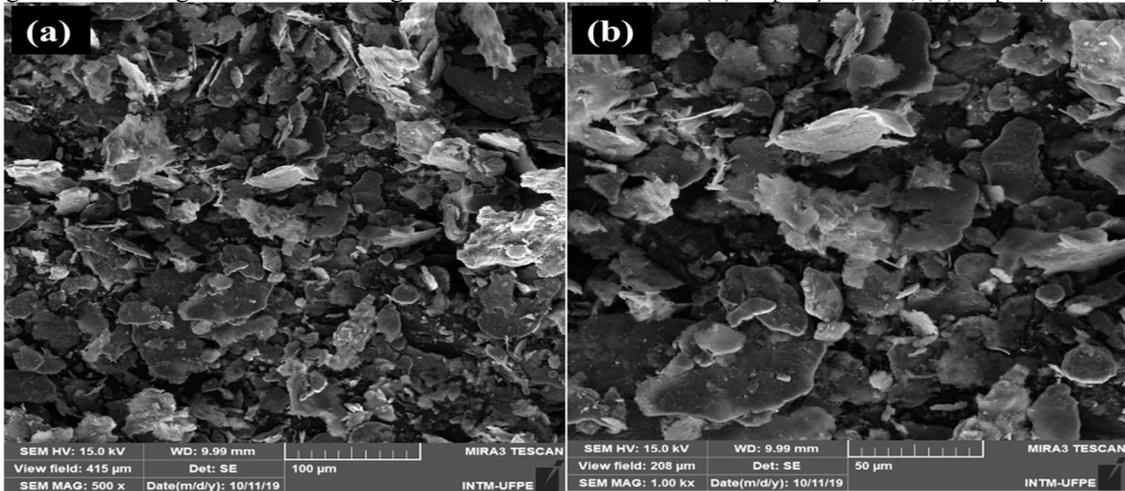
As micrografias da liga de alumínio AA3303, também evidenciam que o aumento do tempo de moagem contribuiu para a diminuição do tamanho de partícula, produzindo partículas aproximadamente com a mesma forma e tamanhos.

Figura 58 - Micrografia de MEV da liga AA3303 – 30 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



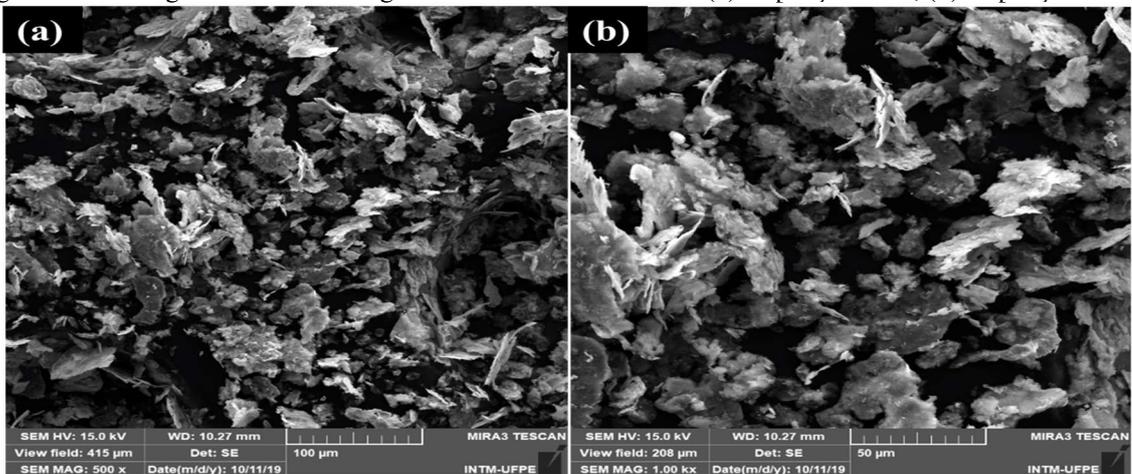
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 59 - Micrografia de MEV da liga AA3303 – 60 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 60 - Micrografia de MEV da liga AA3303 – 120 min. MAE. (a) ampliação 500x; (b) ampliação 1000x



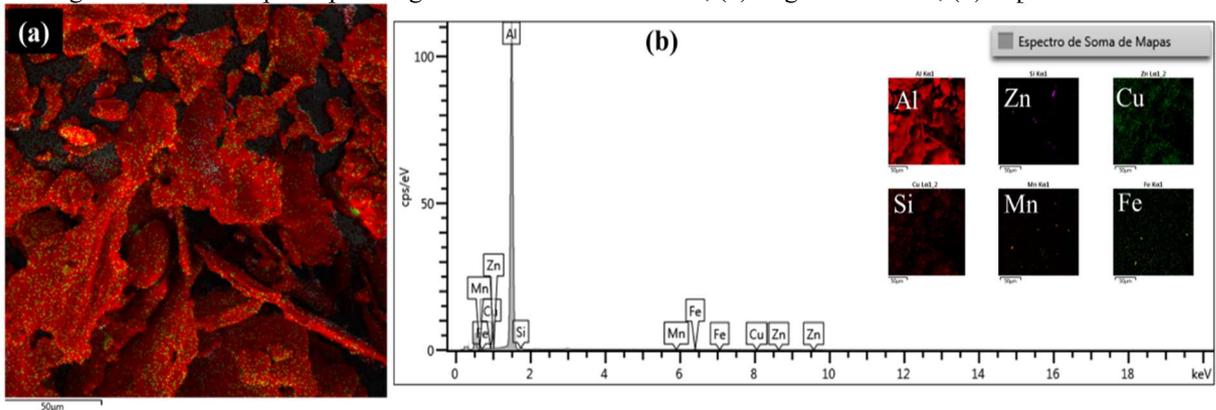
Fonte: O Autor, 2020.

As Figuras 61, 62 e 63 apresentam o resultado obtido através da técnica de espectroscopia de energia dispersiva, para caracterização das composições químicas da liga de alumínio AA3303 processada durante 30, 60 e 120 minutos através de moagem de alta energia.

Os resultados obtidos através da análise por EDS, para a liga AA3303, evidenciam que independente do tempo de moagem que a mesma foi submetida, a liga em estudo apresentou apenas os elementos químicos constituintes para fabricação desta, conforme *ASM Handbook* (2001), que são: Al, Zn, Cu, Si, Mn e Fe.

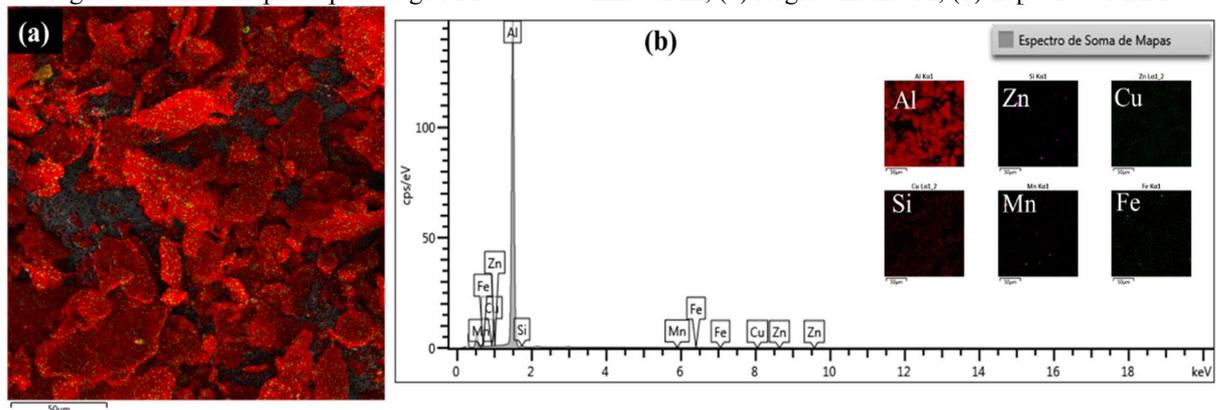
As imagens das regiões analisadas juntamente com o auxílio da coloração referente a cada elemento químico, tornam evidente e facilitam a constatação, que o aumento do tempo de moagem proporciona uma homogeneidade na distribuição dos elementos de liga. Não foi constatada a presença de nenhum elemento químico que não pertencesse a composição da liga, caracterizando assim que não houve a contaminação do material particulado.

Figura 61 - EDS mapa do pó da liga AA3303 - 30 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



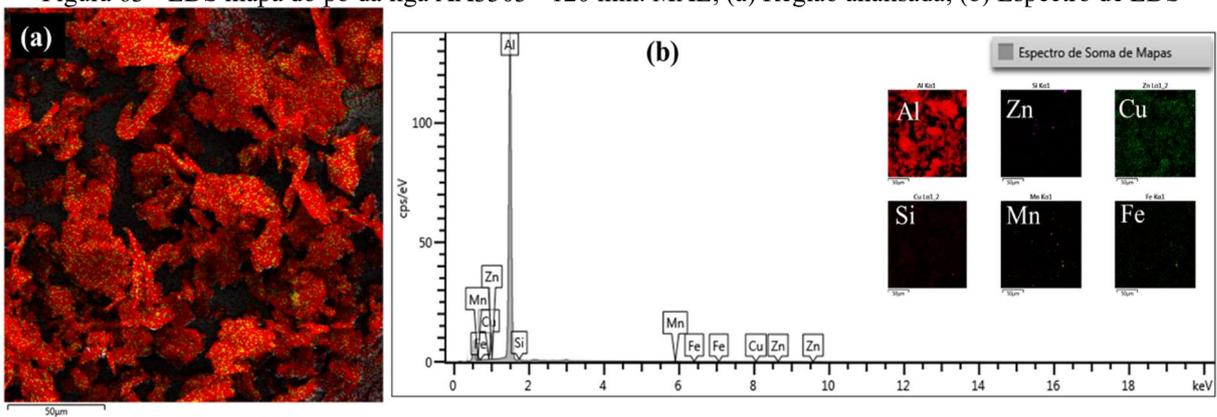
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 62 - EDS mapa do pó da liga AA3303 - 60 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 63 - EDS mapa do pó da liga AA3303 - 120 min. MAE; (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.1.3.2 Análise de Difração de Raios-X da Liga AA3303 - MAE de 30, 60 e 120 Minutos

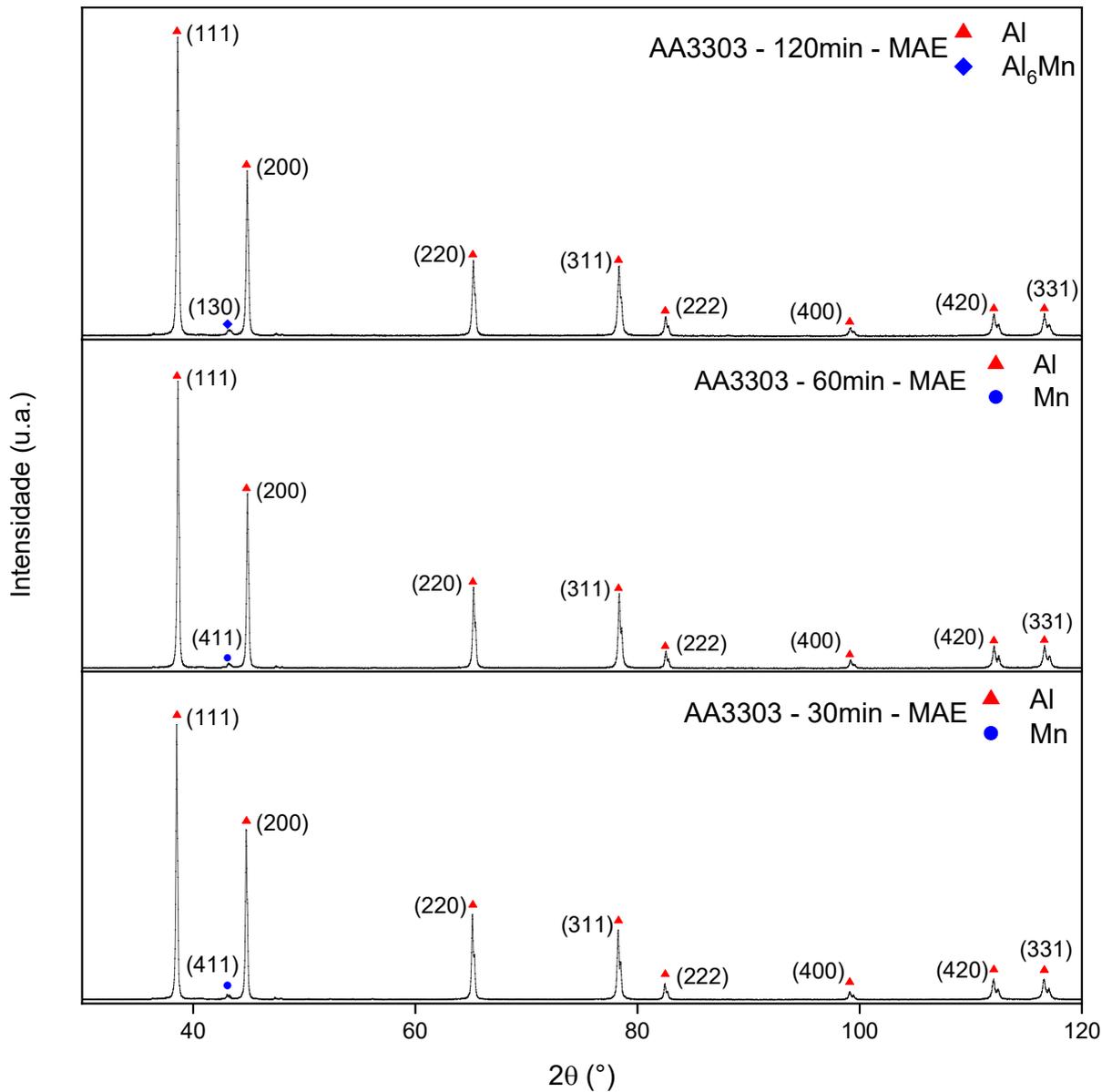
A Figura 64 apresenta os difratogramas dos pós da liga AA3303, submetidos a MAE pelos períodos de 30, 60 e 120 minutos respectivamente.

As moagens de 30 e 60 minutos, não apresentaram a fase característica das ligas da série AA3XXX que é o  $Al_6(Mn,Fe)$ . Os pós processados por MAE durante um tempo de 30 minutos, apresentaram apenas as fases Al e Mn, que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 01-089-2105, respectivamente. Os pós processados por MAE durante um tempo de 60 minutos, apresentaram apenas as fases Al e Mn que foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 01-089-2105, respectivamente.

O difratograma dos pós processados por MAE durante 120 minutos, apresentou apenas a fase de Al e a fase  $Al_6Mn$ , característica das ligas de Al-Mn, essas fases foram identificadas pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 e 00-006-0665 respectivamente.

A presença da fase  $Al_6Mn$  apenas para o tempo de moagem de 120 minutos, comprova que as moagens de 30 e 60 minutos não são suficientes para a fabricação da liga via moagem de alta energia.

Figura 64 - Difratoograma do pó da liga AA3303, com moagem de 30, 60 e 120 minutos



Fonte: O Autor, 2020.

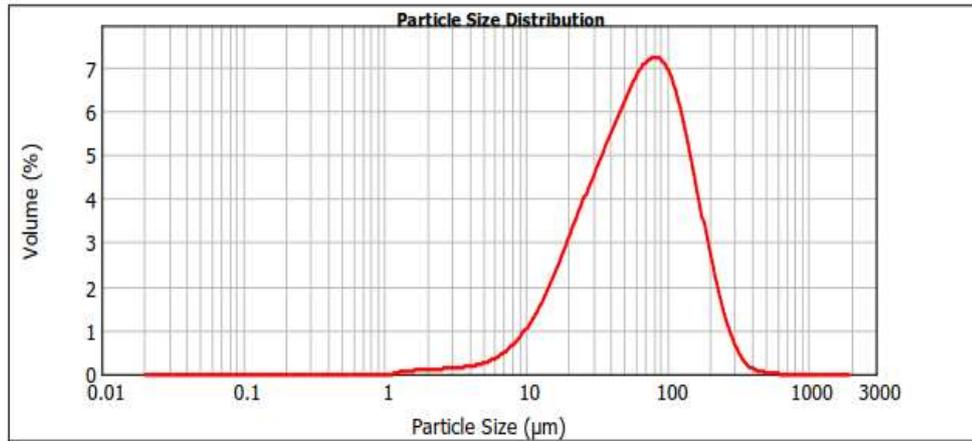
### 5.1.3.3 Análise Granulométrica

Os pós da liga de alumínio AA3303 processados por MAE durante 30, 60 e 120 minutos, foram submetidos a difração de *laser*, e foram caracterizados de acordo com sua distribuição granulométrica e tamanhos de partícula. As Figuras 65, 66 e 77 ilustram as respectivas distribuições granulométricas de acordo com o tempo de moagem.

Em relação a distribuição granulométrica dos pós da liga de alumínio AA3303 analisados, é possível observar através das Figuras 65, 66 e 67 que o material particulado demonstra uma distribuição unimodal independentemente do tempo de MAE.

Figura 65 - Espectro de difração a *laser* do pó da liga AA3303 - 30 min. de MAE

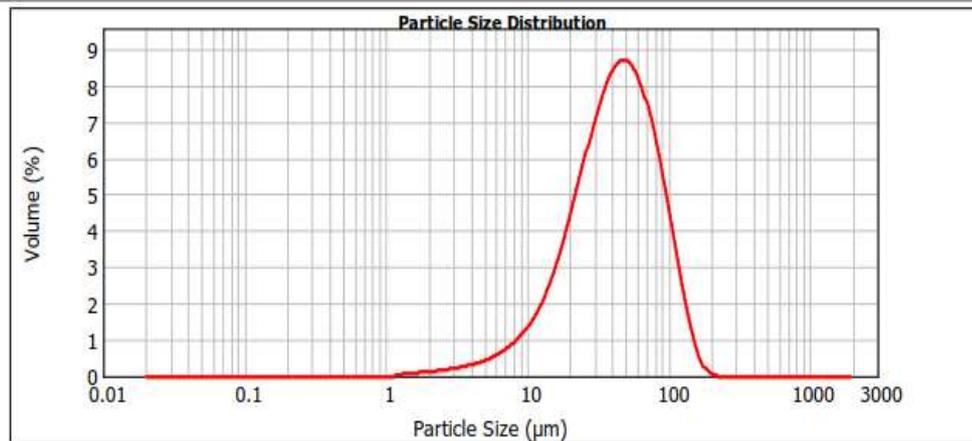
d(0.1): 17.616  $\mu\text{m}$                       d(0.5): 62.592  $\mu\text{m}$                       d(0.9): 160.983  $\mu\text{m}$



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 66 - Espectro de difração a *laser* do pó da liga AA3303 - 60 min. de MAE

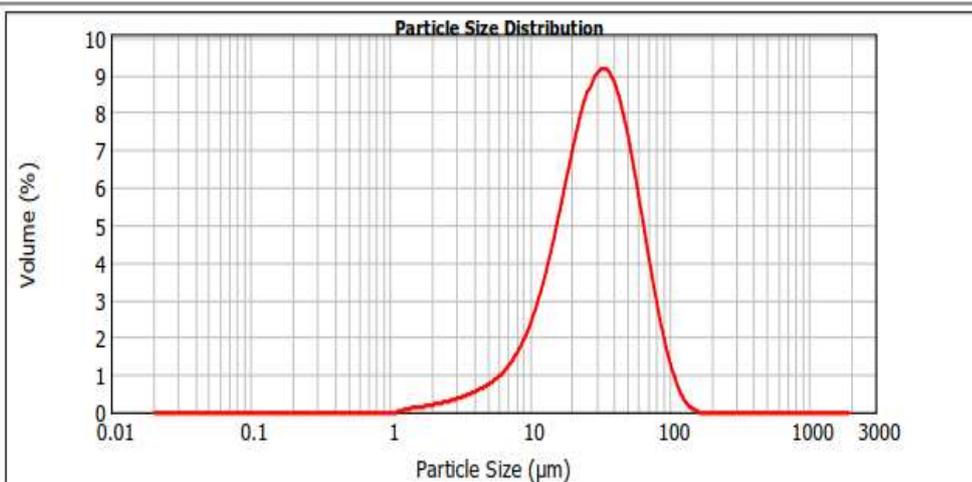
d(0.1): 14.620  $\mu\text{m}$                       d(0.5): 42.328  $\mu\text{m}$                       d(0.9): 94.023  $\mu\text{m}$



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 67 - Espectro de difração a *laser* do pó da liga AA3303 - 120 min. de MAE

d(0.1): 10.690  $\mu\text{m}$                       d(0.5): 29.910  $\mu\text{m}$                       d(0.9): 65.103  $\mu\text{m}$



Fonte: O Autor, 2020.

Para a liga de alumínio AA3303, o pó submetido a moagem durante um período de 30 min, apresentou um diâmetro mediano  $d(0,5)$  de 62,592  $\mu\text{m}$ , quando comparado com o diâmetro médio do pó de partida da liga de alumínio AA1100, isso sugere que neste tempo de moagem o fenômeno da soldagem a frio era predominante, com o aumento do tempo de moagem para 60 min, o material apresentou partículas com um diâmetro mediano  $d(0,5)$  de 42,328  $\mu\text{m}$ , essa redução do tamanho de partícula evidencia que o fenômeno de fratura por fadiga começa a se sobrepor ao de soldagem a frio. Por fim o material submetido a MAE durante um período de 120 minutos, apesar de expor uma distribuição bimodal, apresentou um diâmetro mediano de  $d(0,5)$  de 29,910  $\mu\text{m}$ .

Ao analisar a evolução do tamanho de partícula, fica evidente que com o aumento do tempo de moagem o tamanho de partícula reduziu, obtendo assim com a MAE durante um período de 120min, um valor muito próximo do diâmetro médio do pó de partida da liga de alumínio AA1100 que é  $d(0,5) = 28,992 \mu\text{m}$ .

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL CONSOLIDADO

Após caracterização dos pós processados por moagem de alta energia durante 30, 60 e 120 minutos, seguindo a rota de fabricação por metalurgia do pó o material particulado foi direcionado a etapa de consolidação. Foram consolidados apenas os pós das amostras processadas por MAE durante 120 minutos, devido apresentarem um menor tamanho de partícula. Após a etapa de consolidação do material particulado, os corpos de prova obtidos foram submetidos ao processo de preparação metalográfica conforme explicitado anteriormente no subtópico 4.1.5, e posterior caracterização.

O que diz respeito a caracterização dos corpos de prova das ligas AA3003 e AA3303 consolidados por compactação e sinterização ou por extrusão a quente, será discutido a seguir.

As amostras consolidadas serão caracterizadas por MO, MEV/EDS, DRX e microdureza *Vickers*.

### 5.2.1 Microscopia Ótica (MO)

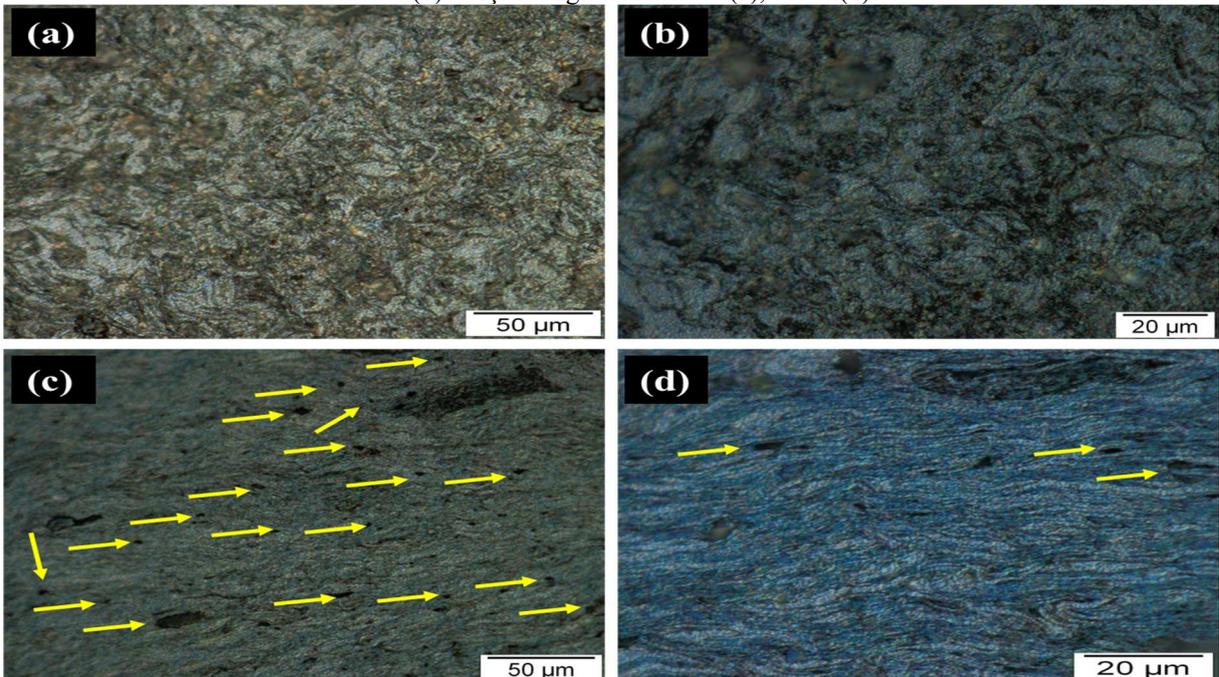
A análise microestrutural foi realizada através da técnica de microscopia ótica, onde através das micrografias geradas, foi possível analisar o comportamento microestrutural das seções transversais e longitudinais das amostras fabricadas das ligas AA3003 e AA3303 por metalurgia do pó consolidadas por compactação ou extrusão a quente.

As Figuras 68 (a, b, c e d) apresentam micrografias, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra sinterizada da liga AA3003, com as ampliações de 500x e 1000x, as Figuras 69 (a, b, c e d) apresentam micrografias, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra sinterizada da liga AA3303, com as ampliações de 500x e 1000x.

As micrografias das seções transversais das ligas AA3003 ilustradas nas Figuras 68 (a) e (b) e AA3303 ilustradas nas Figuras 69 (a) e (b), apresentam uma microestrutura de morfologia não homogênea, irregular e com contornos de grãos praticamente ausente ou pouco definidos, segundo Souza (2012), isso se justifica devido as sucessivas fraturas e soldagens provenientes da moagem de alta energia.

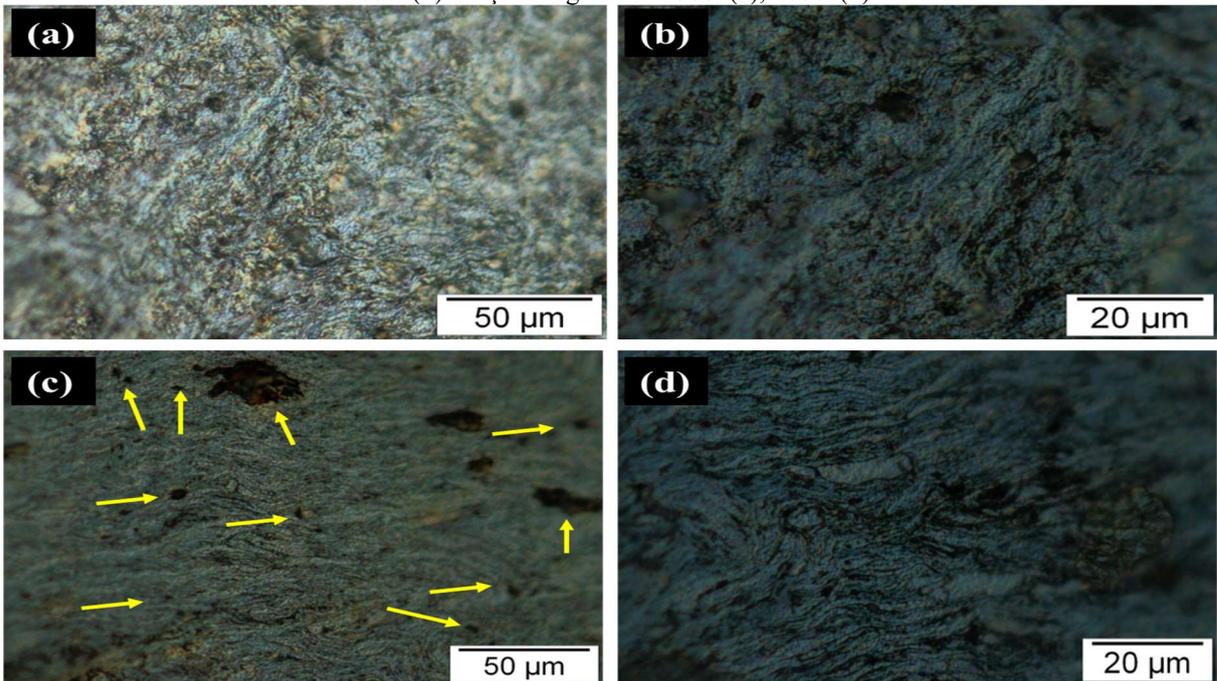
Ao observar as micrografias das seções longitudinais das ligas AA3003 ilustradas nas Figuras 68 (c) e (d) e AA3303 ilustradas nas Figuras 69 (c) e (d), foi possível a observação de que ambas apresentam uma morfologia lamelar, que se forma perpendicular ao sentido de compactação, que segundo Santos (2017), são provenientes da soldagem em camadas. Assim como pode ser observado nas seções transversais, também é perceptível a presença de poros nas seções longitudinais (indicados pelas setas amarelas).

Figura 68 - Imagens de MO do sinterizado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 500x (a), 1000x(b) - seção longitudinal: 500x(c), 1000x(d).



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 69 - Imagens de MO do sinterizado da liga AA3303 – 120 min. MAE - seção transversal: 500x (a), 1000x(b) - seção longitudinal: 500x(c), 1000x(d).



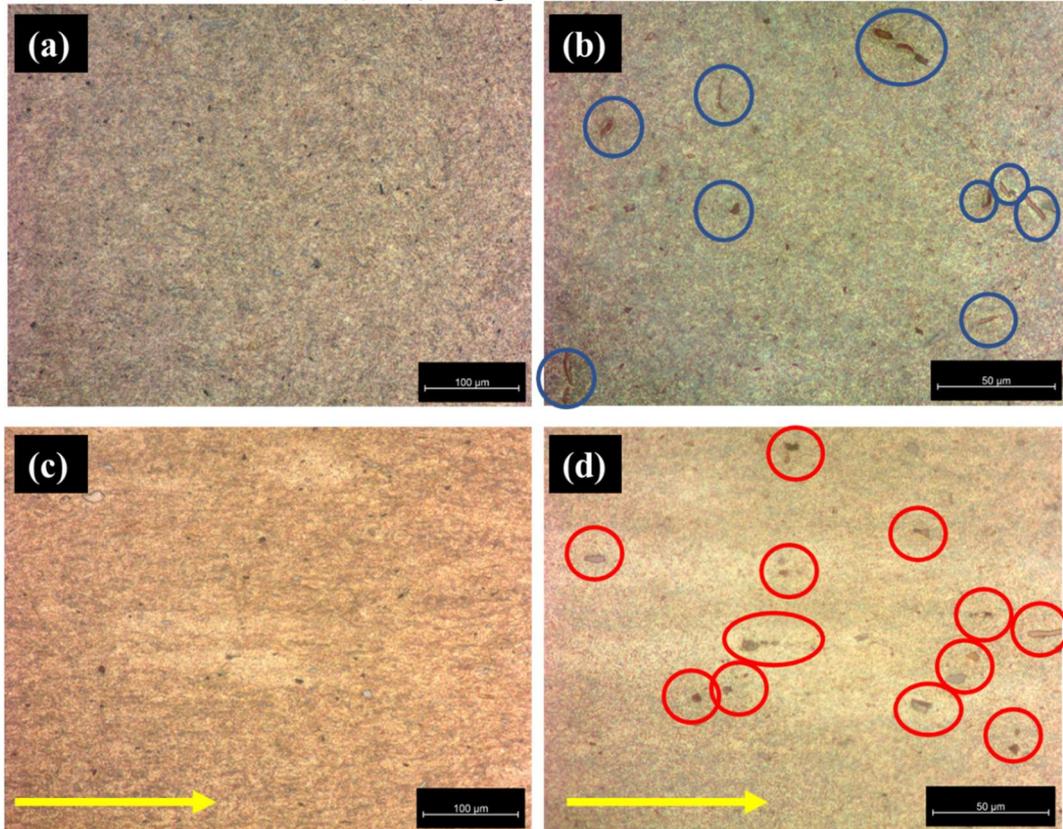
Fonte: O Autor, 2020.

As Figuras 70 (a, b, c e d) apresentam micrografias, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra extrudada a quente da liga AA3003, com as ampliações de 500x e 1000x, as Figuras 71 (a, b, c e d) apresentam micrografias, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra extrudada a quente da liga AA3303, com as ampliações de 500x e 1000x.

As micrografias das seções transversais das ligas AA3003 ilustradas nas Figuras 70 (a) e (b) e AA3303 ilustradas nas Figuras 71 (a) e (b), diferentemente da amostra obtida por sinterização, apresentaram uma microestrutura homogênea, refinada e praticamente isenta de porosidade, características essas que segundo Amigó et al. (2000), são provenientes do processo de extrusão, porém as micrografias evidenciam a presença de alguns precipitados de tamanhos diferentes, distribuídos de forma dispersa e irregular na matriz (indicados pelos círculos azuis).

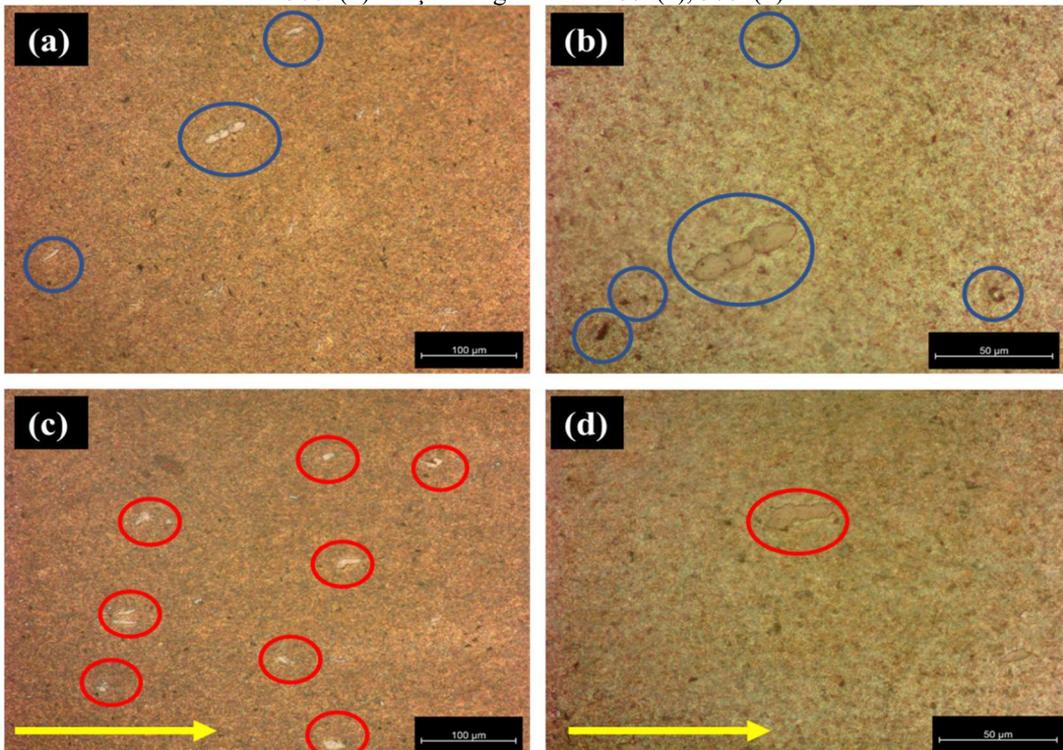
Ao observar as micrografias da seção longitudinais das ligas AA3003 ilustradas nas Figuras 70 (c) e (d) e AA3303 ilustradas nas Figuras 71 (c) e (d), foi possível visualizar que a microestrutura possui grãos deformados e orientados segundo a direção de extrusão (indicada pela seta amarela). Também é notória a presença de alguns precipitados de tamanhos diferentes, paralelos a direção de extrusão (indicados pelos círculos vermelhos).

Figura 70 - Imagens de MO do extrudado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 200x (a), 500x(b) - seção longitudinal: 200x(c), 500x(d).



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 71 - Imagens de MO do extrudado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 200x (a), 500x(b) - seção longitudinal: 200x(c), 500x(d).



Fonte: O Autor, 2020.

## 5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Visando a comprovação de algumas constatações obtidas através da microscopia ótica, e confirmar a composição química do material em estudo, foram aplicadas as técnicas de MEV e EDS respectivamente.

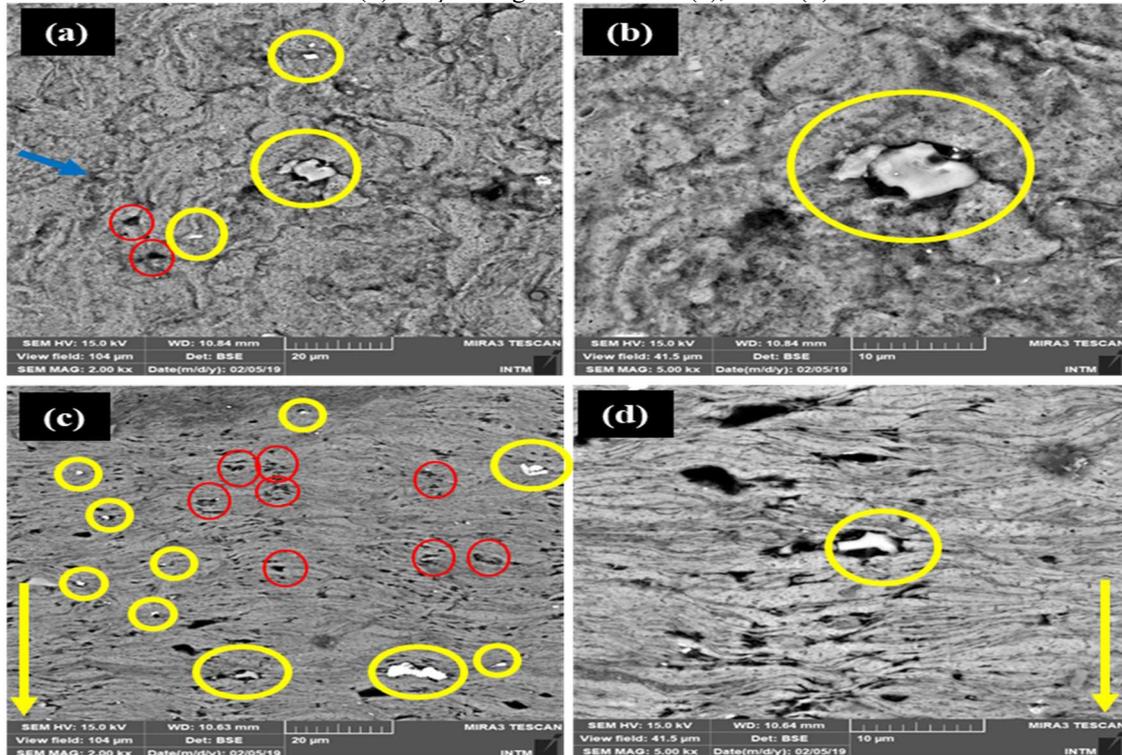
### 5.2.2.1 MEV e EDS do Material Consolidado por Sinterização

As Figuras 72 (a, b, c e d) e 77 (a, b, c e d), apresentam micrografias de MEV, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra sinterizadas das ligas AA3003 e AA3303, com as ampliações de 2000x e 5000x.

Assim como foi constatado através da microscopia ótica, as Figuras 72 (a, b, c e d) e 77 (a, b, c e d), confirmam que o material sinterizado apresenta uma morfologia heterogênea, onde os contornos de grão são indefinidos ou quase inexistentes, também é perceptível uma presença considerável de porosidade principalmente na seção transversal (indicados pelos círculos vermelhos). A Figura 73 apresenta o resultado de EDS pontual da amostra sinterizada da liga AA3003, o espectro 7 desta figura, apresenta 100% de Al, comprovando a real presença da porosidade.

Nas micrografias apresentadas nas Figura 72 (a, b, c e d) também é possível a observação da presença de um precipitado de cor mais clara, (indicados pelos círculos amarelos), a análise de EDS pontual indica no espectro 5 da Figura 73 que esses precipitados são de uma fase composta por Al e Si. Através da análise de EDS pontual também foi possível identificar na seção transversal a fase de Al-Mn (indicada pela seta azul), apresentada no espectro 6 da Figura 73, os percentuais de Al e Mn identificados pelo EDS, sugerem que este precipitado seja da fase ortorrômbica  $Al_6(Mn,Fe)$ , segundo Martins (2005) a fase  $Al_6(Mn,Fe)$ , nada mais é do que um composto intermetálico de  $Al_6Mn$ . O espectro 9 da Figura 73, apresenta percentuais de Al, Mn, Fe, Si e Zn. A seta amarela, indica o sentido de compactação.

Figura 72 - Micrografia de MEV do sinterizado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d).

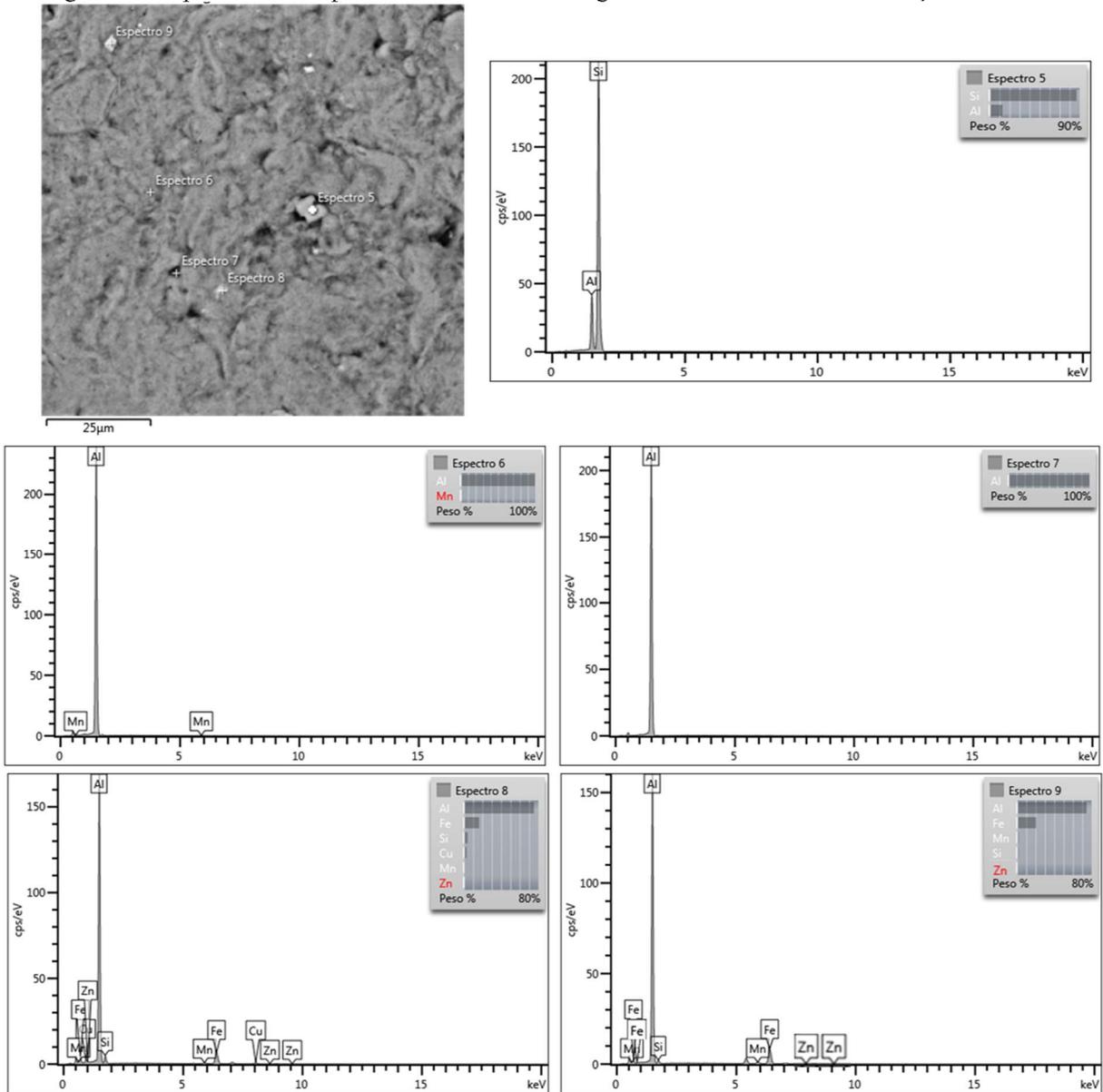


Fonte: O Autor, 2020.

A Figura 74 ilustra o mapeamento realizado por EDS, da amostra sinterizada da liga AA3003.

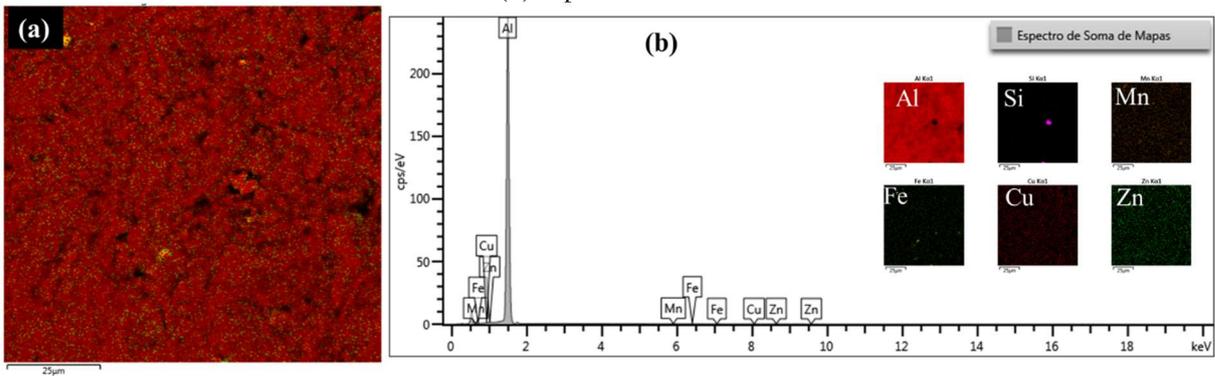
Para o corpo de prova sinterizado da liga AA3003, tanto para micro análise de EDS pontual Figura 73, quanto para o mapa de EDS Figura 74, não foi detectada a presença de nenhum elemento químico que não pertença a composição química da liga em estudo de acordo com *ASM Handbook* (1992), comprovando assim que não houve contaminação durante a fabricação do material e aferindo a metodologia utilizada.

Figura 73 - Espectro de EDS pontual do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 74 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

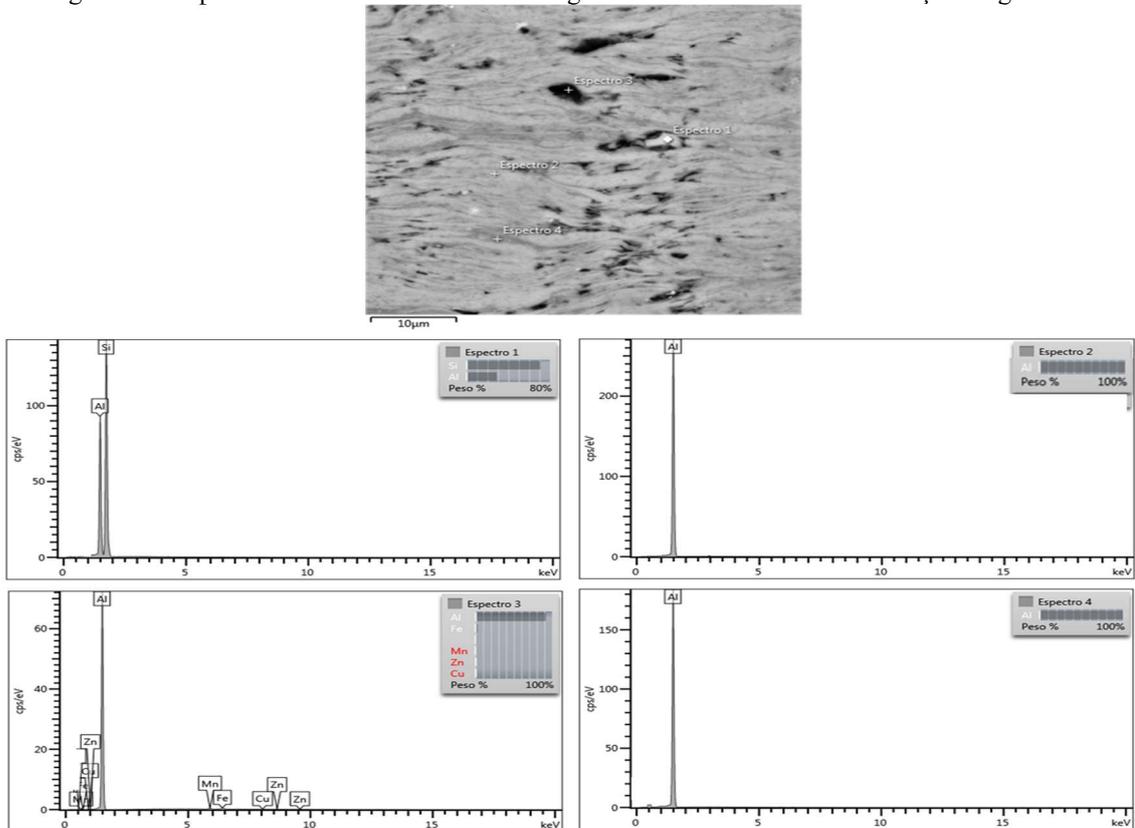


Fonte: O Autor, 2020.

A Figura 75, ilustra a análise de EDS pontual na seção transversal do sinterizado da liga AA3003, os espectros 2 e 4 da Figura 75, apresentam 100% de Al, confirmando a porosidade acentuada do corpo de prova, principalmente na seção transversal.

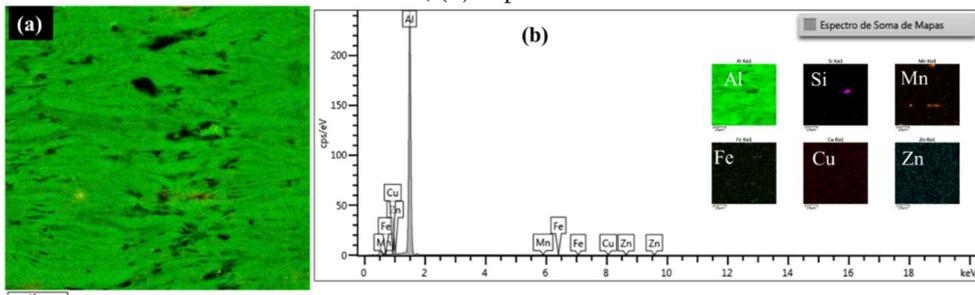
A Figura 76 lustra o resultado do mapa de EDS da seção longitudinal. Tanto na microanálise de EDS pontual, Figura 75, quanto para o mapa de EDS, Figura 76, não foi detectada a presença de nenhum elemento químico que não pertença a composição química da liga em estudo, comprovando mais uma vez que não houve contaminação durante a fabricação do material.

Figura 75 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 76 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

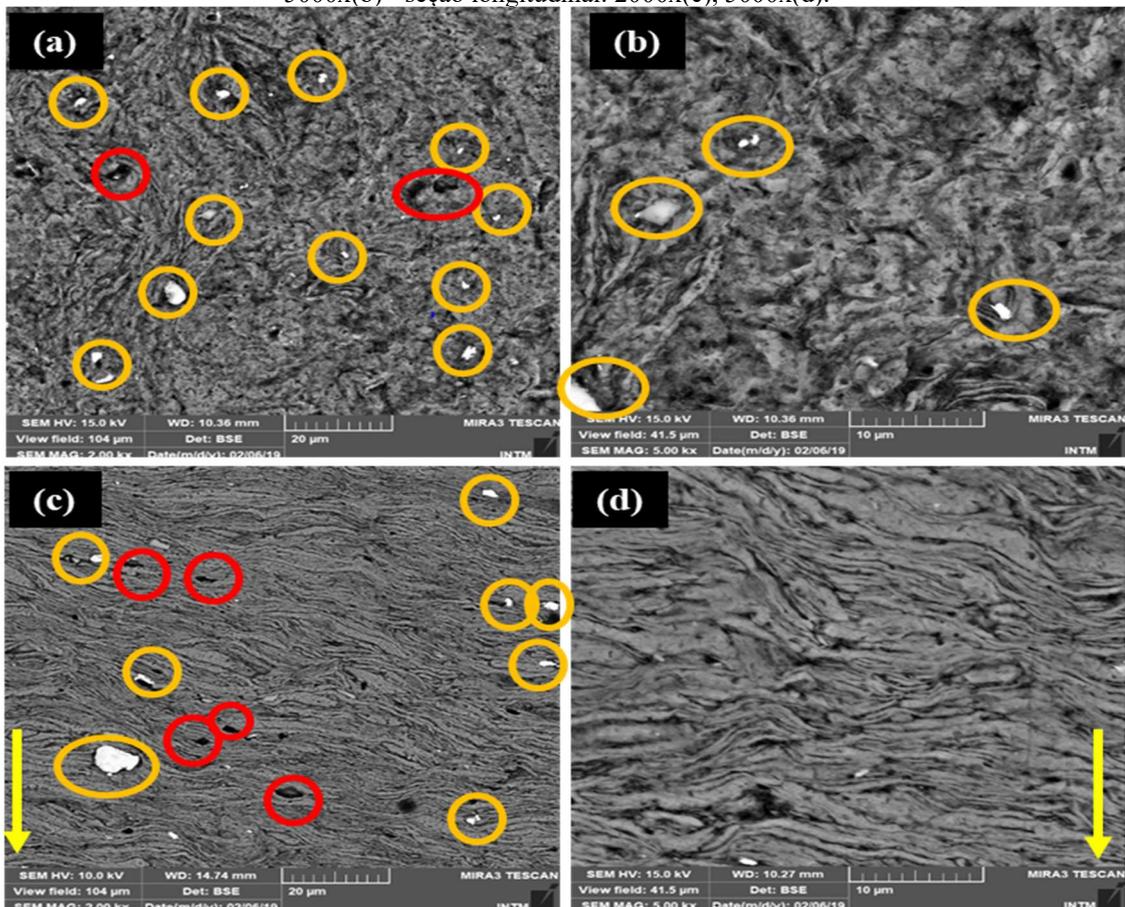


Fonte: O Autor, 2020.

As micrografias de MEV da amostra da liga AA3303 sinterizada ilustradas nas Figuras 77 (a, b, c e d) comprovam que, a mesma possui uma morfologia semelhante a encontrada na amostra sinterizada da liga AA3003 ilustrada na Figura 72, apresentando precipitados de tamanhos diversos ( indicados pelos círculos laranja) e a presença de porosidade ( indicados pelos círculos vermelhos). A seta amarela, indica o sentido de compactação.

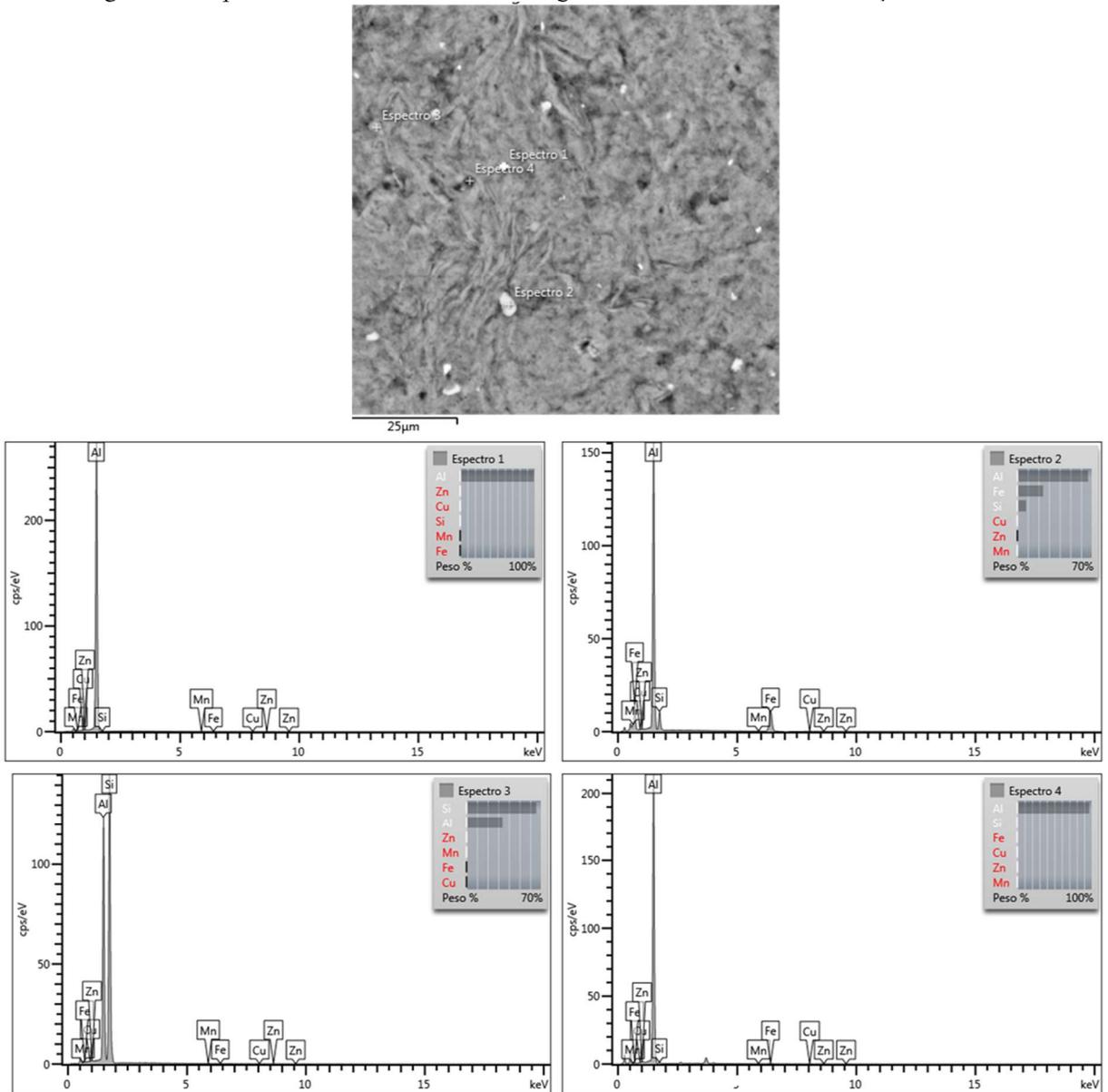
As áreas onde foi realizada a microanálise de EDS na seção transversal da amostra sinterizada da liga AA3303, Figura 78, não apresentaram precipitados das fases  $Al_6(Mn, Fe)$ . Na seção longitudinal a microanálise de EDS pontual, identificou no espectro 3 ilustrado na Figura 80 um precipitado composto por AL e Mn, e sugere que este precipitado seja da fase ortorrômbica  $Al_6(Mn,Fe)$ , assim como no sinterizado da liga AA3003, no corpo de prova sinterizado da liga AA3303 também foi identificado através do EDS precipitados de Al e Si, identificado no espectro 2 da Figura 80. Tanto para o EDS pontual Figura 78, quanto para o mapa de EDS Figura 79, não foi identificada a presença de elementos químicos não pertencentes a composição da liga.

Figura 77 - Micrografia de MEV do sinterizado da liga AA3303 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d).



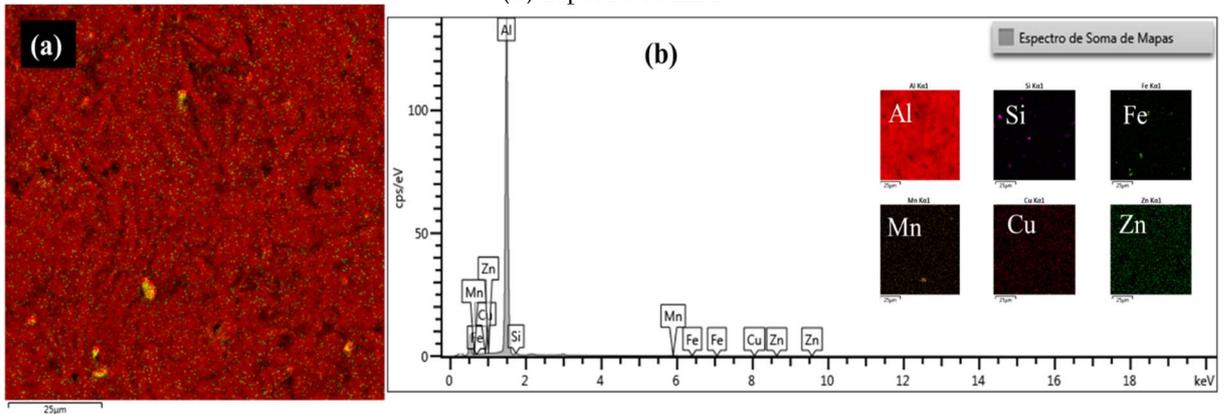
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 78 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal



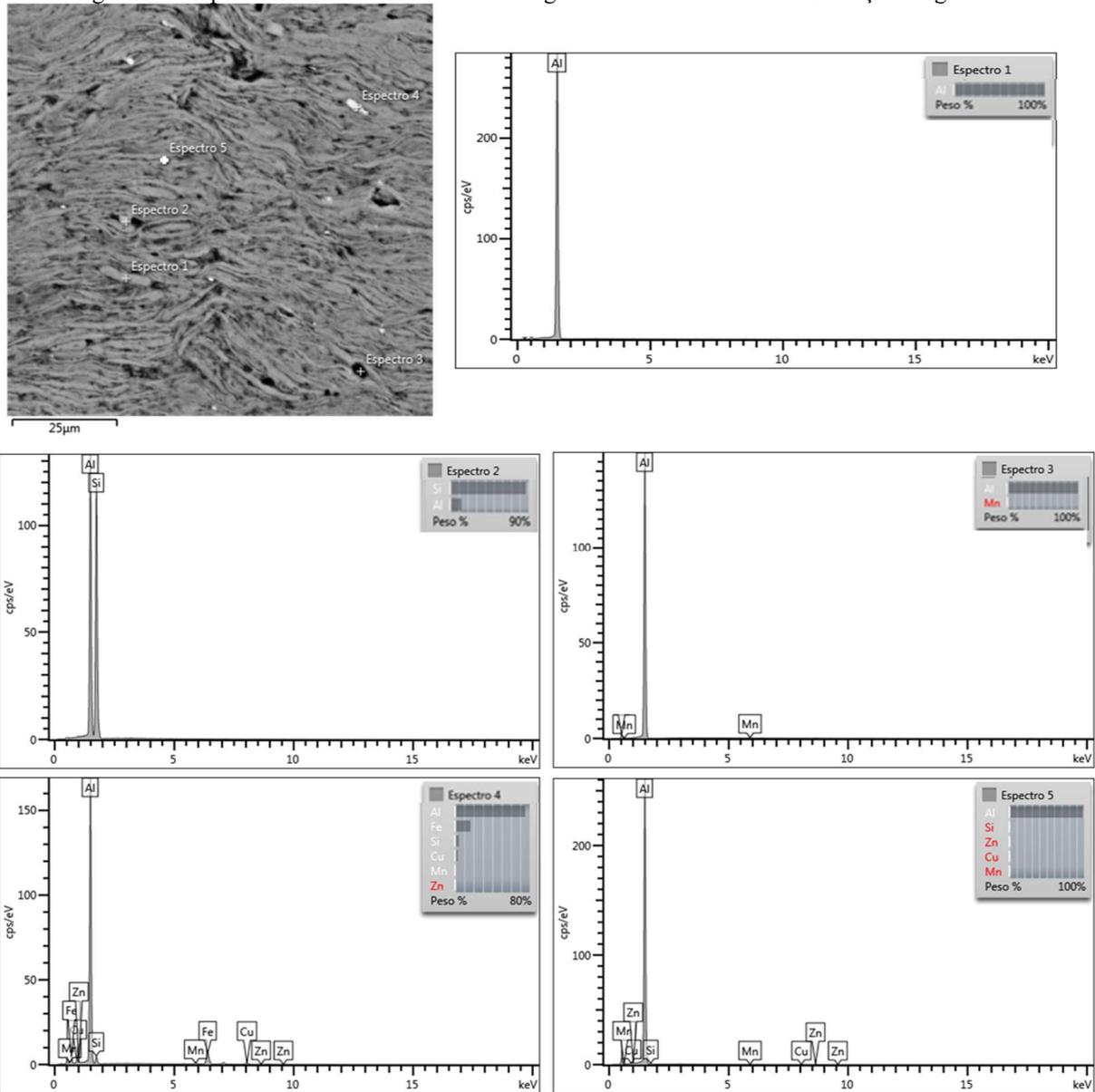
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 79 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



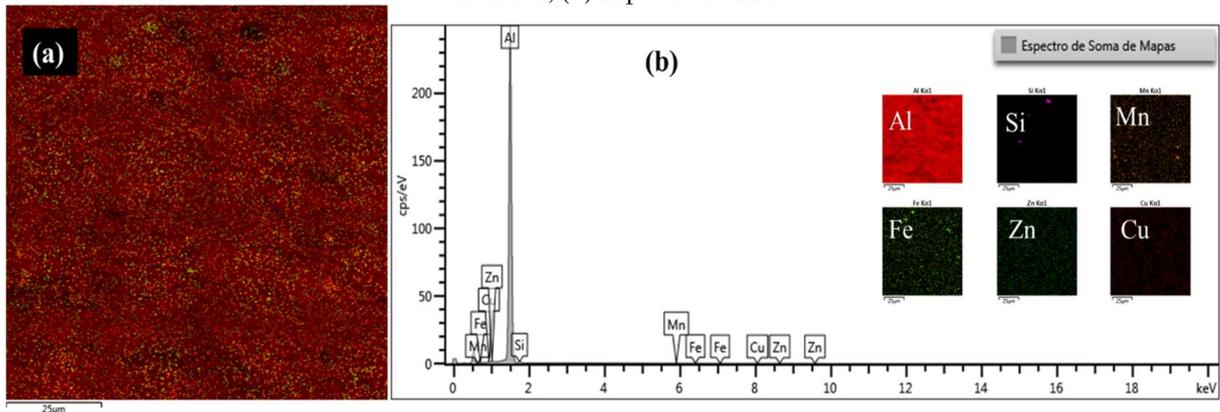
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 80 - Espectro de EDS do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 81 - EDS mapa do sinterizado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.2.2.2 Material Consolidado por Extrusão a Quente

As Figuras 82 (a, b, c e d) e 87 (a, b, c e d), apresentam micrografias de MEV, referente as seções transversal e longitudinal, da amostra extrudadas a quente das ligas AA3003 e AA3303, com as ampliações de 2000x e 5000x.

As micrografias ilustradas nas Figuras 82 (a, b, c e d) e 87 (a, b, c e d), apresentam uma microestrutura mais homogênea e com pouca porosidade.

A Figura 83 e 85, apresentam as microanálises de EDS pontuais da seção transversal e longitudinal da amostra extrudada da liga AA3003.

Os precipitados de cor cinza claro (indicados pelos círculos amarelos) nas Figuras 82 (a, b, c e d), foram identificados no espectro 1 da Figura 83 e no espectro 12 da Figura 85, como um composto de Al e Si.

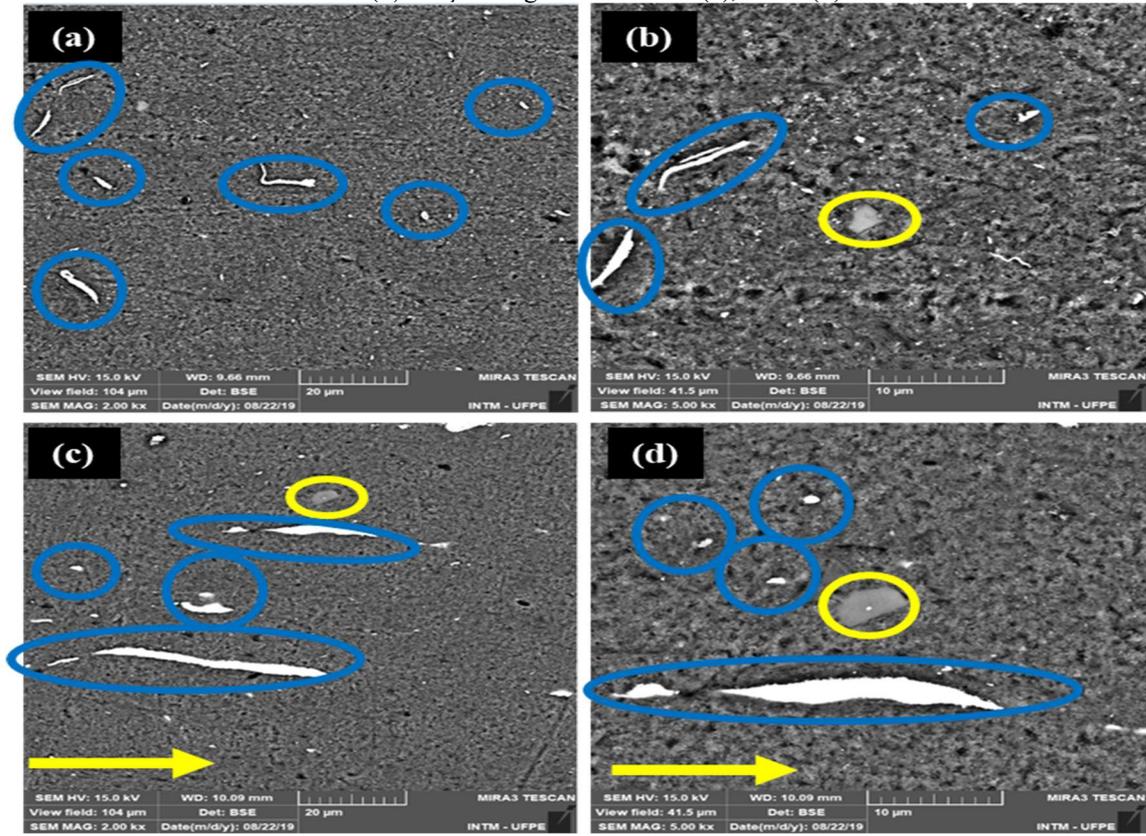
Os precipitados de cor clara (indicados pelos círculos azuis) foram identificados no espectro 2 da Figura 83 e no espectro 13 da Figura 85, como um composto de Al, Cu, Fe, Mn e Zn. Esses precipitados apresentam tamanhos diversos e em sua maioria uma forma alongada, principalmente na seção longitudinal, onde encontram-se paralelos a direção de extrusão indicada pelas setas amarelas.

Na área analisada por EDS não foi identificado nenhum precipitado da fase ortorrômbica  $Al_6(Mn,Fe)$ .

As Figuras 84 e 86 apresentam respectivamente os mapas das análises de EDS das seções transversal e longitudinal da amostra da liga AA3003 extrudada.

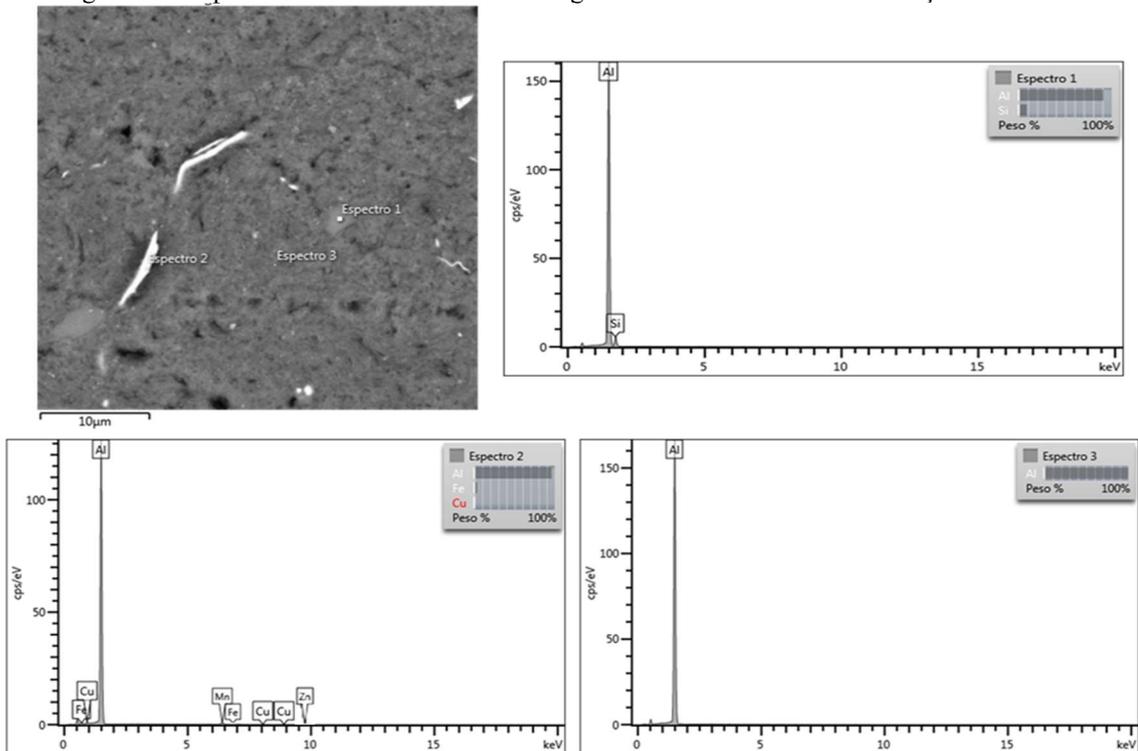
As análises de EDS realizadas nas seções transversal e longitudinal da amostra extrudada da liga AA3003 identificaram apenas os elementos químicos constituintes da liga, não foi identificada nenhuma contaminação.

Figura 82 - Micrografia de MEV do extrudado da liga AA3003 – 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d).



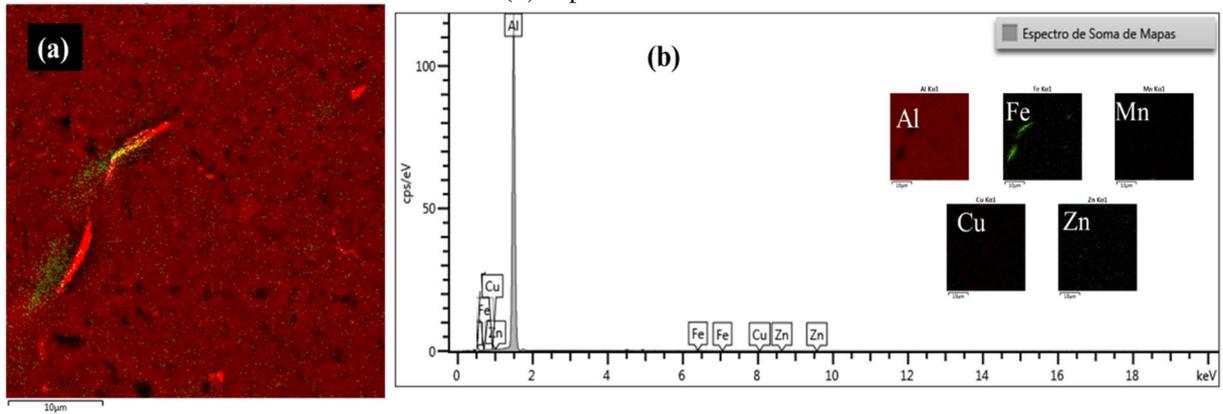
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 83 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal



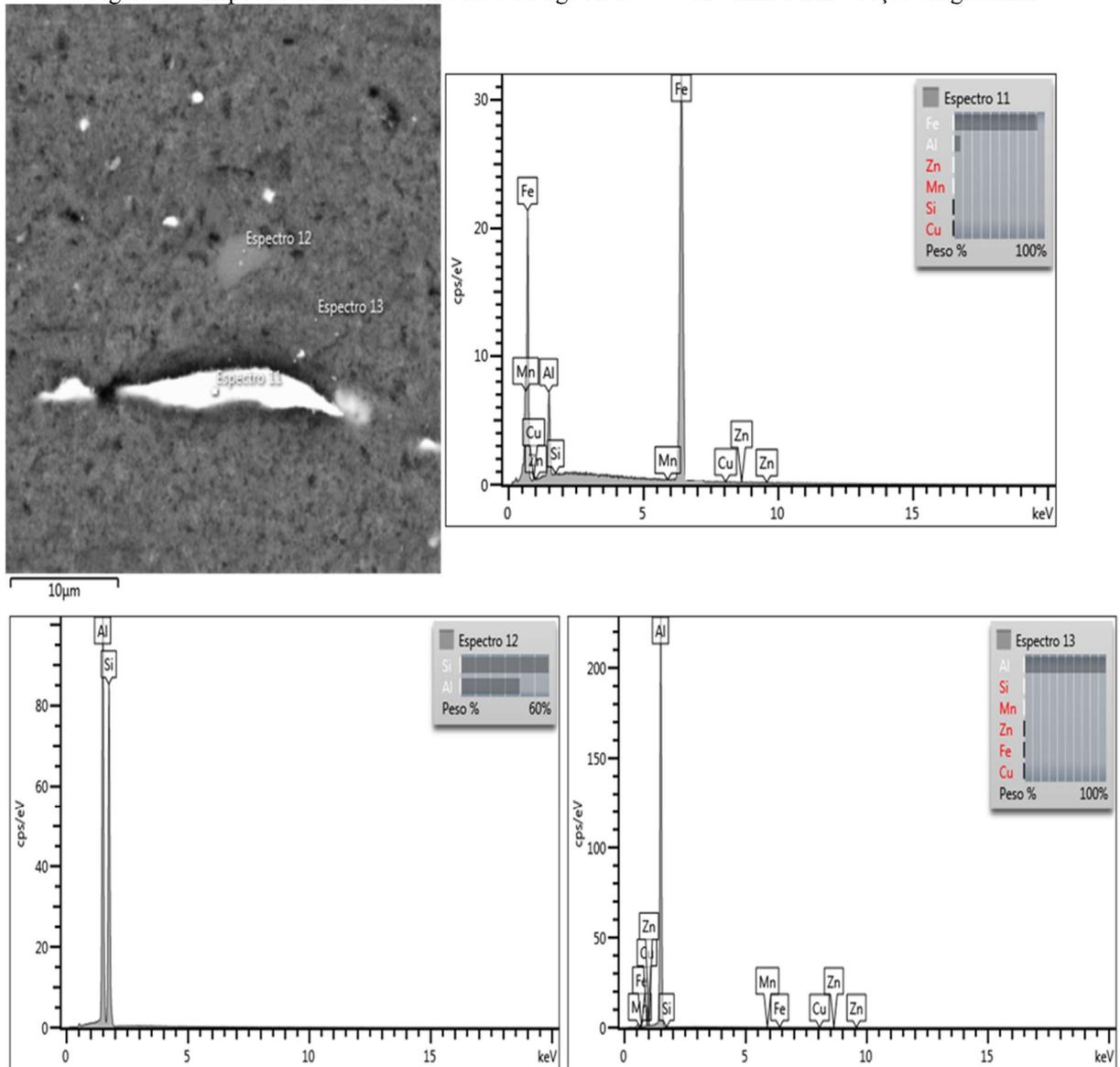
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 84 - EDS mapa do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção transversal. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



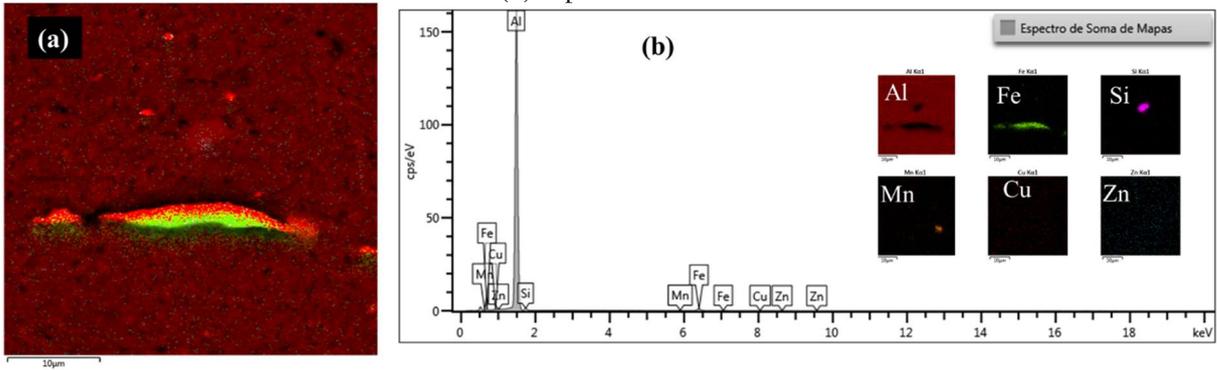
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 85 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 86 - EDS mapa do extrudado da liga AA3003 - 120 min. MAE - seção longitudinal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

A Figura 88 e 90, apresentam as microanálises de EDS pontuais da seção transversal e longitudinal da amostra extrudada da liga AA3303.

Os precipitados de cor cinza claro (indicados pelos círculos amarelos) nas Figuras 87 (a, b, c e d), foram identificados no espectro 7 da Figura 88 e no espectro 17 da Figura 90, como um composto de Al e Si.

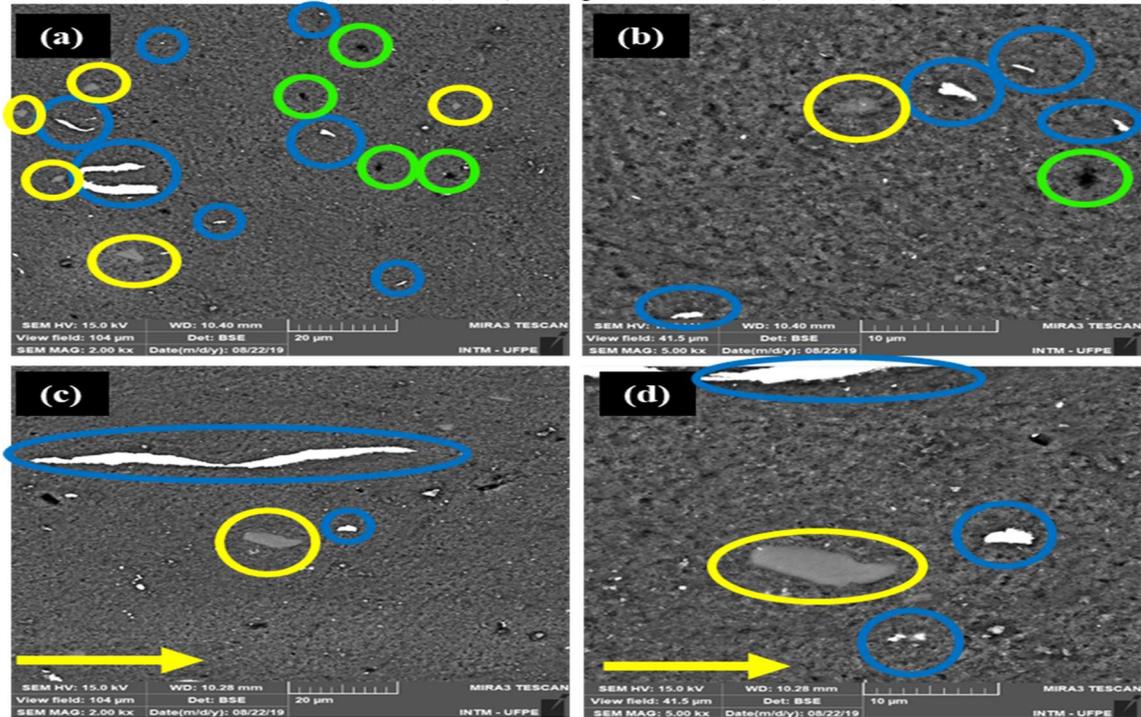
Os precipitados de cor clara (indicados pelos círculos azuis) foram identificados no espectro 8 e 9 da Figura 88 e no espectro 18 e 19 da Figura 90, como um composto de Al, Cu, Fe, Mn e Zn. Esses precipitados apresentam tamanhos diversos em sua maioria uma forma alongada, principalmente na seção longitudinal, onde encontram-se paralelos a direção de extrusão indicada pelas setas amarelas.

O espectro de EDS 10 da Figura 88, identifica um precipitado de cor escura (indicados pelos círculos verdes), como um composto de Al e Mn os percentuais dos elementos sugerem que este precipitado seja da fase ortorrômbica  $Al_6Mn$ .

As Figuras 89 e 91 apresentam respectivamente os mapas das análises de EDS das seções transversal e longitudinal da amostra da liga AA3003 extrudada.

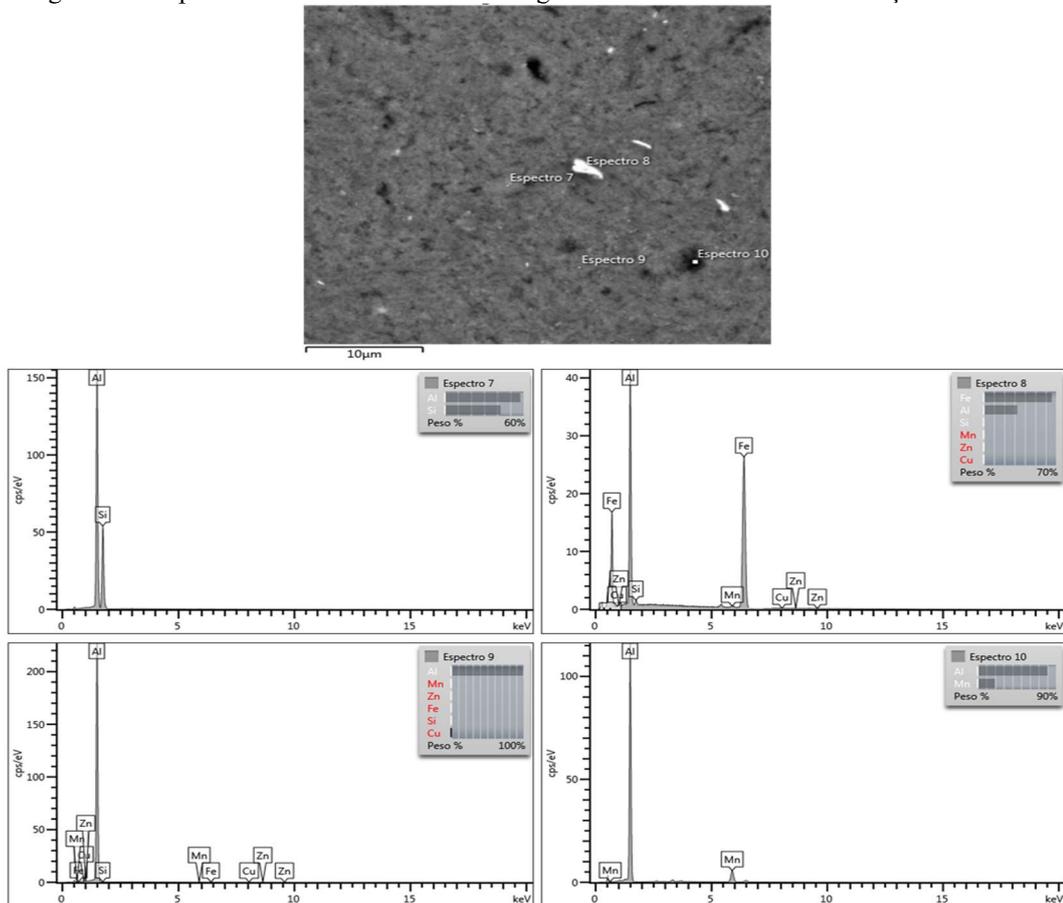
As análises de EDS realizadas nas seções transversal e longitudinal da amostra extrudada da liga AA3303 identificaram apenas os elementos químicos constituintes da liga, não foi identificada nenhuma contaminação.

Figura 87 - Micrografia de MEV do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal: 2000x (a), 5000x(b) - seção longitudinal: 2000x(c), 5000x(d).



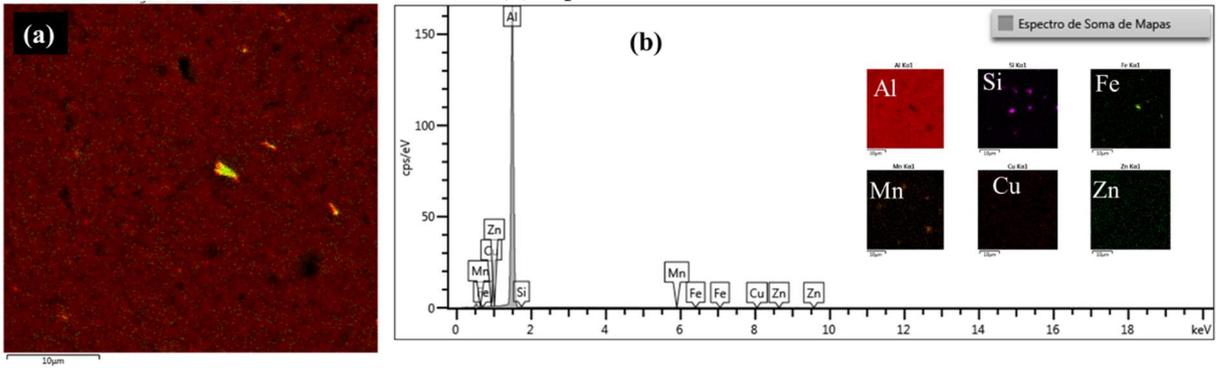
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 88 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal



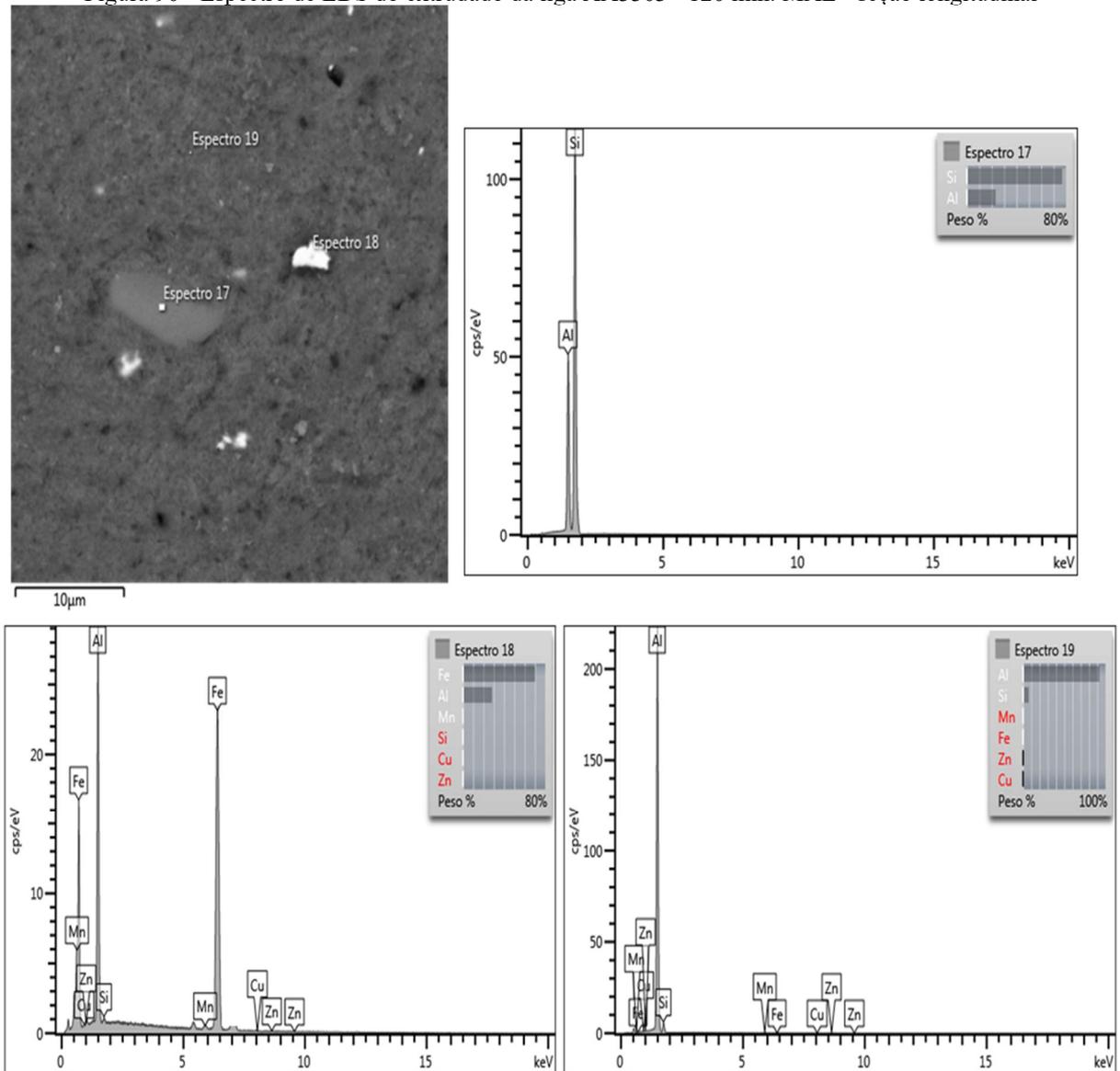
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 89 - EDS mapa do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção transversal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



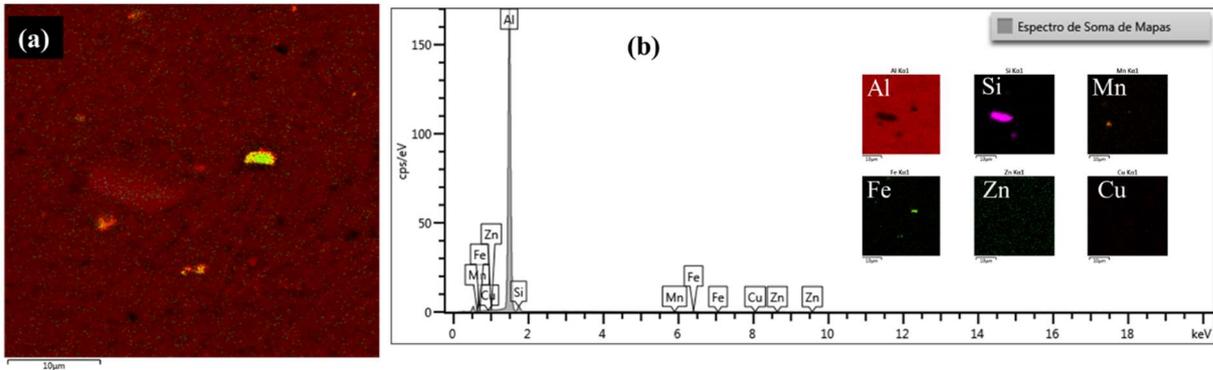
Fonte: O Autor, 2020.

Figura 90 - Espectro de EDS do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal



Fonte: O Autor, 2020.

Figura 91 - EDS mapa do extrudado da liga AA3303 - 120 min. MAE - seção longitudinal (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Fonte: O Autor, 2020.

### 5.2.3 Ensaio de Microdureza *Vickers* dos Sinterizados e Extrudados

Neste tópico serão apresentados e discutidos os resultados de microdureza *Vickers* das ligas AA3003 e AA3303, consolidadas através de compactação e sinterizada e extrudada a quente, através do pó submetido a moagem de alta energia durante 120 min.

Para cada uma das duas ligas em estudo AA3003 e AA3303, foram fabricados três corpos de prova sinterizados e três corpos de prova extrudados, totalizando assim 12 amostras. Com intuito de aferir a capacidade de repetibilidade do processo de fabricação das ligas fabricadas através da técnica de metalurgia do pó, todas as 12 amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza *Vickers*, utilizou-se uma carga de 0,2 kgf ( $HV_{0,2}$ ). A Tabelas 4, apresenta os resultados das durezas médias obtidas das amostras sinterizadas e extrudadas respectivamente.

Ao analisar a Tabela 4, observa-se que para os corpos de prova sinterizados nas seções longitudinais são obtidos valores de dureza superiores aos encontrados nas seções transversais.

Martins e Padilha (2006) caracterizaram a liga comercial de alumínio 3003 produzida por fundição contínua de chapas (*twin roll caster*), e obtiveram os seguintes valores de dureza: bruta de fundição 54 HV e 39,4 HV para a amostra homogeneizada.

Embora dos valores de dureza obtidos através dos ensaios dos corpos de prova sinterizados descritos na Tabela 4, revelarem um desvio padrão associado consideravelmente alto, justificado devido a porosidade do material sinterizado, quando comparado os valores do sinterizado da liga AA3003, com os valores de dureza encontrados por Martins e Padilha

(2006) da liga fabricada por fundição contínua, os corpos de prova sinterizados obtiveram uma dureza superior.

Não foi encontrado estudo de caracterização da liga AA3303, porém é esperado que mesma se comporte de maneira análoga a liga AA3003, pois os percentuais dos elementos de liga (Si, Cu, Fe e Mn) são idênticos, variando apenas o percentual de Zn, que é de 0,10% para a liga AA3003 e de 0,30% para liga AA3303, conforme *ASM Handbook* (1992).

A Tabela 4 também apresenta dos valores de microdureza obtidos nas amostras extrudadas.

Quando comparadas com as amostras sinterizadas é notória a superioridade mecânica dos corpos de prova submetidos a extrusão, pois obtiveram um aumento considerável de dureza e menores valores de desvio padrão, esse aumento de dureza associado à menores valores de desvio padrão se justificam pela maior densificação do material proporcionada pelo processo de extrusão a quente, que segundo Fogagnolo (2000), nos pós de alumínio proporciona uma quebra da camada de óxido que cobrem as partículas, gerando assim uma maior união entre as mesmas, e eliminando a porosidade típica do material sinterizado. Segundo Costa (1998), o produto extrudado possui ligações fortes entre as partículas que produzem uma estrutura final equivalente à de um produto forjado.

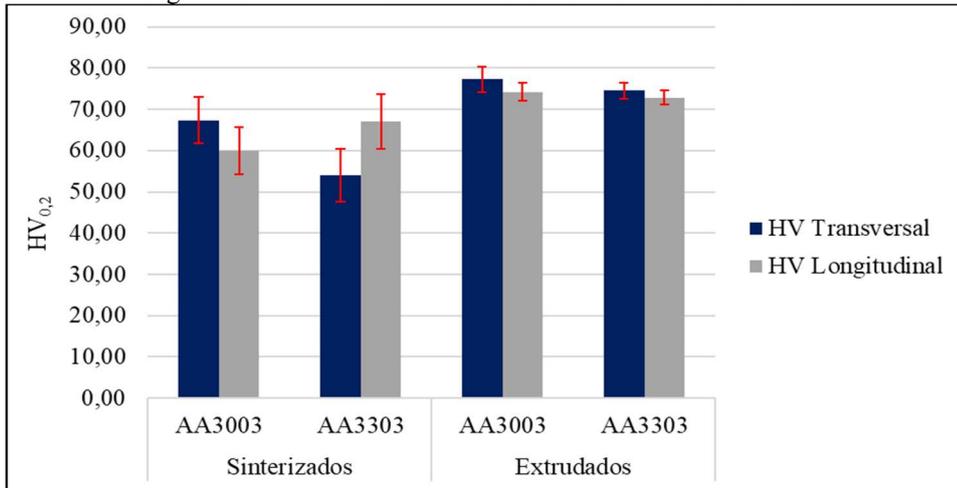
Tabela 4 - Microdureza *Vickers* média - Sinterizados e Extrudados

Amostra	Sinterizados				Extrudados			
	AA3003		AA3303		AA3003		AA3303	
	Transv.	Longit.	Transv.	Longit.	Transv.	Longit.	Transv.	Longit.
Dureza média	56,87	69,19	54,07	67,05	77,33	74,25	74,51	72,89
Desvio padrão médio	3,21	5,41	6,39	6,66	3,10	2,20	1,93	1,80

Fonte: O Autor, 2020.

Analisando os valores de dureza descritos na Tabela 4, observa-se que na seção transversal da liga AA3003 extrudada, obteve-se um acréscimo de dureza de 36% quando comparado com a mesma seção da amostra sinterizada, já na seção longitudinal houve um acréscimo de dureza de 7% em relação a amostra sinterizada. Para a liga AA3303 extrudada observou-se um acréscimo de dureza de 38% em relação a mesma seção da amostra sinterizada, já na seção longitudinal houve um acréscimo de dureza de 9% em relação a amostra sinterizada.

A Figura 92, ilustra de forma gráfica os resultados de dureza obtidos através dos ensaios nas seções transversais e longitudinais dos materiais sinterizados e extrudados, conforme descritos na Tabela 4.

Figura 92 - Microdureza *Vickers* dos Sinterizados e Extrudados

Fonte: O Autor, 2020.

## 6 CONCLUSÕES

1. A técnica de metalurgia do pó foi eficaz na fabricação das ligas de AA3003 e AA3303, e produziu amostras com ótimas características;
2. Os resultados de ATP evidenciaram a influência do tempo de moagem na diminuição do tamanho de partícula.
3. Os tempos de moagem de alta energia de 30 e 60 minutos não foram suficientes para fabricação de ambas as ligas (AA3003 e AA3303), pois produziram tamanhos de partículas muito superiores aos pós de partida, e não foram suficientes para a formação da fase  $Al_6(Mn,Fe)$ .
4. Para ambas as ligas (AA3003 e AA3303), as moagens de 120 minutos foram consideradas efetivas, pois produziram tamanhos medianos de partículas muito próximos dos encontrados nos pós de partida Al e Mn.
5. Para ambas as ligas fabricadas (AA3003 e AA3303), apenas nos pós submetidos a moagem de alta energia durante 120 minutos foram identificadas através de difração de raios-X a fase ortorrômbica  $Al_6(Mn,Fe)$ , característica das ligas de alumínio compostas pelo sistema Al-Mn, caracterizando assim a incorporação dos elementos de liga na matriz e a formação da liga propriamente dita.
6. Os resultados de MEV das amostras consolidadas por sinterização apresentaram uma morfologia muito irregular e com elevada porosidade.
7. Os resultados de MEV das amostras consolidadas por extrusão a quente apresentaram uma morfologia homogênea, com pouca ou quase nenhuma porosidade, resultado este característico do processo de extrusão a quente.
8. Para ambas as ligas, os resultados de EDS, indicaram apenas a presença dos elementos químicos que as compõem e a presença de um precipitado composto por Al e Mn, com percentuais que correspondem a fase ortorrômbica  $Al_6(Mn,Fe)$ , constatando que não houve contaminação durante o processo de fabricação.
9. Os resultados de microdureza *Vickers* das amostras extrudadas a quente, evidenciam valores de dureza bem superiores associadas a um desvio padrão muito baixo, quando comparadas com as amostras sinterizadas. Isso se dá devido o processo de extrusão a quente proporcionar uma deformação plástica nas partículas de pó, gerando assim um acréscimo de dureza ao material.

## 7 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Processar os pós elementares das ligas AA3003 e AA3303 no moinho SPEX, durante 4h, 6h.
2. Submeter as amostras fabricadas das ligas AA3003 e AA3303 ao processo *equal-channel angular extrusion* – ECAE.
3. Realizar ensaio de desgaste por abrasão do tipo pino sobre disco.

## REFERÊNCIAS

- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Brasil reciclou quase 300 mil toneladas de latas de alumínio**. 2018. Disponível em: <http://abal.org.br/noticia/brasil-reciclou-quase-300-mil-toneladas-de-latas-de-aluminio/>. Acesso em: 01 ago. 2019.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Cadeia Primária**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/cadeia-primaria/>. Acesso em: 01 ago. 2019.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Características Químicas e Físicas**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/caracteristicas-quimicas-e-fisicas/>. Acesso em: 31 out. 2019.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **História do Alumínio**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/historia-do-aluminio/>. Acesso em: 01 ago. 2019
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E-92 – 11e1**. Standard Test Methods for Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. New York: ASTM International, 2017.
- AMIGÓ, V; ORTIZ, J.I; SALVADOR, M.d. Microstructure and mechanical behavior of 6061Al reinforced with silicon nitride particles, processed by powder metallurgy. *Scripta Materialia*, [s.l.], v. 42, n. 4, p.383-388, jan. 2000. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s1359-6462\(99\)00356-5](http://dx.doi.org/10.1016/s1359-6462(99)00356-5). Reinforced with Silicon Nitride Particles, Processed by Powder Metallurgy. *Scripta Materialia*, v. 42, p.383-388, 2000.
- 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. 145 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.
- ARENHARDT, S.L., SILVA, M.M., GARCIA, G.S., MARTINS, V., ROCHA, A.S. (2015) **Estudo do comportamento do alumínio (Al) com adição de 1% cobre (Cu) obtido pela metalurgia do pó convencional**. *Ciências & Engenharia (Science & Engineering Journal)* ISSN 1983-4071. Porto Alegre, RS.
- ASM Handbook. **Alloy Phase Diagrams**, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992. v. 3. 1741 p.
- ASM Handbook. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992. v. 2. 3470 p.
- ASM Handbook. **Powder Metal Technologies and Applications**, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1998. v. 7. 2762 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 209: Alumínio e suas ligas - Composição química**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2010. 8 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 2107: Alumínio e suas ligas - Produtos trabalháveis - Designação das têmperas**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008. 13 p.

BARBOSA, C. Metais não ferrosos e suas ligas: **microestrutura, propriedades e aplicações**. Rio de Janeiro: E-papers, 2014. 532 p.

BENJAMIN, J. S.; VOLIN, T.E. *Mechanisms of mechanical alloying*. Metal Trans., v.5, p. 1929-1934, 1974.

BEZERRA JÚNIOR, C. A. **Fabricação de compósitos de Liga de Alumínio AA2124 com reforço de Nitreto de Silício através de técnicas de Metalurgia do Pó**. 2013. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.

BRANDON, D.; KAPLAN, W. D. **Microstructural Characterization of Materials**. 2. ed. Wiltshire: John Wiley & Sons, Ltd, 2008.

BRUSETHAUG, S., REISO, O. **Extrusion of SiC reinforced al-alloys. Metal Matrix Composites: Processing, Microstructure and Properties**. Ed. N. Hansen et al. Roskilde, p.247-255,1991.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016. 912 p.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó**. São Paulo: ABM, 2001. 334 p.

COSTA, C. E. **Obtención de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio Reforzados on Intermetálicos via Pulvimetalúrgica**. Estudio y Optimización de la Aleación Base y los Intermetálicos obtenidos por Aleación Mecánica. Tese de doutorado apresentada à Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Universidad Politécnica de Madrid, 1998.

DAVIS, Jr. **Alloying: Understanding the Basics**. Ohio: Asm International, 2001. 633 p.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: Edpucrs, 2007. 60 p.

COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4. ed. Rio de Janeiro: Blucher, 2008. 672 p.

CONSTANTINO, V. R. L.; ARAKI, K.; SILVA, D. O.; OLIVEIRA, W. Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático. **Química Nova**, [s.l.], p.490-498, jun. 2002. Bimestral.

COSENTINO, P. A. S. L. **Efeito de carbeto metálicos na sinterização do carbo de boro por prensagem a quente**. 2006. 165 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006

COSTA, F.A.; AMBROZIO, F. F.; SILVA, A. G. P., Sintering behavior in solid state of aW-25%wtCu composite powder prepared by mechanical alloying. *In: POWDER*

METALLURGY WORLD CONGRESS, October 17-21, 2004, Vienna. **Proceedings** [...]. Vienna: EPMA 2004.

DANNINGER, H.; CALDERON, R. O.; GIERL-MAYER, C. Powder Metallurgy and Sintered Materials. **Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry**, [s.l.], p.1-57, 30 nov. 2017. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Disponível em; [http://dx.doi.org/10.1002/14356007.a22\\_105.pub2](http://dx.doi.org/10.1002/14356007.a22_105.pub2). Acesso em: 01 out. 2019.

DHAMOON, R. K., et al. Particle Size Characterization- Techniques, Factors and Quality-by-design Approach. **International Journal Of Drug Delivery**, [s.l.], v. 10, n. 1, p.01-11, jan. 2018.

EL-ESKANDARANY, M. S. **Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials**. New York: Noyes Publications, 2001. 254 p.

EPMA, European Powder Metallurgy Association. **Powder Metallurgy Components - Production Cycle Poster**. 2008. Disponível em: Powder Metallurgy Components - Production Cycle Poster. Acesso em: 01 out. 2019.

FLORES, A.; TORRES, J.; OCHOA, R. Elaboration of Al-Mn Alloys by Aluminothermic Reduction of Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Aluminium Alloys - New Trends In Fabrication And Applications, [s.l.], p.301-322, 5 dez. 2012. **InTech**. <http://dx.doi.org/10.5772/50682>.

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

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaaios Mecânicos de Materiais**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2000. 246 p.

GILMAN P.S, BENJAMIN J.S. Mechanical Alloying. **Annual Review Mater. Sci.**, v.13, p. 279-300, 1983.

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

GOMES, M. R.; BRESCIANI FILHO, E. **Propriedades e Usos de Metais Não-Ferrosos**. São Paulo: ABM, 1987.

GOMES, U. U. **Tecnologia dos Pós: fundamentos e aplicações**. Natal: Editora Universitária da UFRN,1995.

GONÇALVES, A. C.; PURQUEIRO, B. M. Injeção de pós Metálicos. **Metalurgia e Materiais**, v. 52, n.449, p.30-37, jan. 1996.

GROSSI, J. L. (2016). **Estudo da influência do tempo de moagem na obtenção da liga Cu-13Al-4Ni via metalurgia do pó**. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Publicação ENM.DM- 247/2016 Departamento de Engenharia Mecânica. Universidade de Brasília. Brasília DF, 90p.

HATCH, J. E. **Aluminum Properties and Physical Metallurgy**. Ohio: Asm International, 1984. 424 p.

IKEGAMI, R. A. **Conformação de Pó de Aço Inoxidável Através do Processo de Injeção à Baixa Pressão**. 2000. 76 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

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

KNEWITZ, F. L. **Estudo comparativo de amostras de NiTi produzidas por metalurgia do pó**. Porto Alegre: UFRGS. 2009.

KOCH C.C. Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: problems and opportunities. **Nanostructured materials**, v. 9, n.1-8, p. 13-22, 1997.

LACERDA JÚNIOR, E. E. **Fabricação e caracterização de compósito de matriz metálica da liga de alumínio AA7075 com reforço particulado de carvão de titânio através de técnica de metalurgia do pó**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2017.

LEAL, L. H. M. **Fundamentos de Microscopia**. Rio de Janeiro: Eduerj, 2000. 128 p.

LINS, A. E. P. **Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA1100 com Reforço Cerâmico de Óxido de Zinco Através de Técnicas de Metalurgia do Pó**. 2015. 114 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2015.

LIRA, Heronilton Mendes de. **Desenvolvimento de compósitos nanoestruturados AA7075 - SiC AA7075 - TiN E AA 7075 - ZnO através de técnicas de moagem de alta energia e extrusão a quente**. 2016. 137 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.

LU, L.; LAI, M.O.; ZHANG, S. Diffusion in mechanical alloying. **Journal Of Materials Processing Technology**, [s.l.], v. 67, p.100-104, 1997.

MARTINS, J. P. **Evolução da microestrutura e da textura durante o processamento de chapas da liga Al-Mn-Fe-Si (3003) produzidas por lingotamento contínuo: um estudo comparativo com o processo semi-contínuo**. 2005. 203 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2005.

MARTINS, J. P.; PADILHA, A. F. Caracterização da liga comercial de alumínio 3003 produzida por fundição contínua de chapas (*twin roll caster*) - microestrutura. **Metalurgia & Materiais**, Ouro Preto, v. 59, n. 4, p.427-431, dez. 2006.

MELCHIORS, G. **Caracterização de compósitos Nb-20%Cu obtidos por moagem de alta energia e sinterizados por fase líquida**. 2011. 81 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2011.

MONTEIRO, A. D. **Obtenção de compósito Nb-Cu via metalurgia do pó**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Brasília, 2016.

MORAIS, G. A. **Desenvolvimento da Metalurgia do Pó**. Natal: Edufrn, 2012. 278 p.

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

MOURISCO, Aroldo José. **Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó.** 1995. 101 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Tecnologia Nuclear, Tecnologia Nuclear, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1995.

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

PATROCINIO, P. R. G. **Caracterização da textura e do orelhamento (“earing”) da liga AA3104 após a redução a frio.** 2011. 117 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, Lorena, 2011

ROBERTS, P. R., FERGUSON, B. L. Extrusion of Metal Powders. **International Materials Reviews**, v. 36, n. 2, p.62-79, 1991.

RODRIGUES J. A. **Raios X: difração e espectroscopia.** 51p. (Série apontamentos). ISBN 85-7600-061-X. São Carlos: EdUFSCar, 2005.

SANTOS, E. N. **Fabricação e caracterização da liga de alumínio AA4XXX a partir dos pós elementares de alumínio e silício via MP.** 2017. 136 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2017.

SANTOS, L. P. S. **Caracterização Óptica e Estrutural de PbTiO<sub>3</sub> Nanoestruturado Obtido por Moagem Mecânica de Alta Energia.** 2002. 57 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciencia e Engenharia de Materiais, Ciencia e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais.** 6. ed. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008. 560 p.

SILVA, A. G. P. **Study on sintering and grain growth of WC-based hardmetals.** 1996 Tese (Doutorado) - Faculdade de Química, Universidade Técnica de Viena, Viena, 1996.

SILVA, A. G.; JÚNIOR, C. A. **Rapid sintering:** its application, analysis and relation with the innovative sintering techniques. *Cerâmica*, p. 17, 1998.

SILVA, T. T. L. **Manufatura e caracterização de Alumínio-Cobre (Duralumínio) fabricadas via técnicas de metalurgia do pó.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2017.

SOUZA, S. A. **Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos:** Fundamentos teóricos e práticos. 5. ed. São Paulo: Blucher, 1982. 304 p.

SOUZA, M. M. S. **Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA6061 por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia e Sinterização a Vácuo.** 2012. 129 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2012.

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

TAKIMI, A. S. **Obtenção de superligas *nicrally* nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF)**. 2004. 91 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2004.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to powder metallurgy**. Londres, Editora Universitária, 1993.

UPADHYAYA, G. S. **Powder metallurgy technology**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2002. 170 p.

METALLUM EVENTOS TÉCNICOS E CIENTÍFICOS. **A Metalurgia do Pó: alternativas econômicas com menor impacto ambiental**. 1ª ed, 2009.

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

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

ZOZ, H., REN, H., REICHARDT, R., BENZ, H. U. High Energy Milling / Mechanical Alloying / Reactive milling. **Zoz GmbH**, v. II, p. 4-5, Wenden, 2000.