



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

ENÉAS CARLOS DE OLIVEIRA SILVA

**FABRICAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA7009, AA7011 E AA7013 ATRAVÉS
DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ**

Recife
2018

ENÉAS CARLOS DE OLIVEIRA SILVA

**FABRICAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA7009, AA7011 E AA7013 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 a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

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

Recife
2018

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

S586f

Silva, Enéas Carlos de Oliveira.

Fabricação de ligas de alumínio AA7009, AA7011 e AA7013 através de técnicas de metalurgia do pó / Enéas Carlos de Oliveira Silva. - 2018.
118 folhas, il., gráfs., tabs.

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

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2018.
Inclui Referências.

1. Engenharia mecânica. 2. Metalurgia do pó. 3. Moagem de alta energia. 4. Liga AA7009. 5. Liga AA7011; Liga AA7013. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2021-248

ENÉAS CARLOS DE OLIVEIRA SILVA

**FABRICAÇÃO DE LIGAS DE ALUMÍNIO AA7009, AA7011 E AA7013 ATRAVÉS
DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica. Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

Aprovada em: 06 / 09 / 2018.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Oscar Olimpio de Araujo Filho (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Yogendra Prasad Yadava (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Heronilton Mendes de Lira (Examinador Externo)
Companhia Hidrelétrica do São Francisco

Ao meu amado pai, José Nilton de Oliveira Silva (in memoriam), pelo apoio, confiança e carinho a mim depositado.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho não poderia ser concluído sem a cooperação de diversas pessoas, às quais presto meus sinceros agradecimentos:

Aos meus pais, José Nilton (*in memorian*), Maroly Ribeiro e ao meu irmão, Breno Carlos, pelas motivações, amor, incentivo e apoio incondicional.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho, pela orientação, dedicação e paciência no caminho para minha formação e realização do presente trabalho.

À Everthon Rodrigues de Araújo, pelos dias dedicados e experiências compartilhadas.

À minha namorada, Roseli Silva, pelo seu amor a mim concedido, por suas doses diárias de motivação e pelo apoio em todos os momentos para a realização do meu crescimento profissional.

À Universidade Federal de Pernambuco, pela oportunidade da realização do Mestrado.

Ao PPGEM, seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a minha ascensão acadêmica.

A todos os integrantes do COMPOLAB pelo acesso aos laboratórios e equipamentos, especialmente aos professores Severino Urtiga e Maxime Montoya, e aos amigos, Walter Leandro e Ivanilda Melo.

À Felipe Virgolino pelo acesso ao laboratório de materiais inteligentes e utilização do forno.

Meus agradecimentos a todos os amigos da Pós-Graduação, da qual fizeram parte desta jornada de 2 anos e que irão continuar presentes em minha vida, em especial, Rômulo Rocha, Elizeth Alves e Daniel Amaro.

Aos técnicos, Janaína Cirino, Ivaldo Dantas e Rubens Andrade pela ajuda concedida na elaboração do meu trabalho e acesso ao laboratório de Metalografia e Microscopia.

Aos familiares e amigos que sempre estiveram dispostos a sempre contribuir para minha formação pessoal e profissional, que me permitiu hoje a chegar ao final desse ciclo de maneira satisfatória.

A todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação.

“Descobrir consiste em olhar para o que todo mundo está vendo e pensar em uma coisa diferente” (VON OECH, Roger).

RESUMO

O alumínio e suas ligas constituem como um dos materiais metálicos mais utilizados em diversos segmentos e aplicações na indústria, devido especialmente às suas propriedades físicas e mecânicas. Entre as diversas ligas, destaca-se as da série 7XXX, aplicada principalmente em componentes estruturais de aeronaves, pois apresentam níveis mais elevados de resistência e dureza. Assim este trabalho consistiu na fabricação e estudo de três ligas de alumínio, AA7009, AA7011 e AA7013, através de técnicas de metalurgia do pó. Ao total foram preparadas nove amostras (três para cada liga), adicionando como reforço os elementos; Silício (Si), Ferro (Fe), Cobre (Cu), Manganês (Mn), Cromo (Cr), Níquel (Ni), Zinco (Zn) e Titânio (Ti), ambos utilizando a moagem de alta energia (MAE). Os pós foram processados em um moinho vibratório do tipo SPEX durante 0,5; 1,0; 2,0 horas. Os pós foram compactados uniaxialmente a frio a uma carga de 40 ton e sinterizados em um forno tipo mufla a temperatura de 500° C durante 5,0 horas. A caracterização dos pós se deu por Difração de Raios-x (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva de raios-x (EDS) para análise da inclusão dos reforços de elementos de liga e planos cristalográficos. As amostras foram submetidas ao ensaio de Microdureza Vickers, obtendo como resultado na liga de Al AA7013 (seção superficial) processada durante 2,0h, teve uma média de 151,8 HV, obtendo assim um aumento de 381,39% em relação ao Alumínio AA1100 (comercialmente puro), da qual teve um resultado médio de 31,95 HV.

Palavras-chave: Metalurgia do pó. Moagem de alta energia. Liga AA7009. Liga AA7011. Liga AA7013.

ABSTRACT

Aluminum and its alloys are one of the most widely used metal materials in various industry segments and applications, due in particular to their physical and mechanical properties. Among the various alloys, we highlight the 7XXX series, mainly applied in structural components of aircraft, as they have higher levels of strength and hardness. Thus this work consisted of the manufacture and study of three aluminum alloys, AA7009, AA7011 and AA7013, through powder metallurgy techniques. In total, nine samples were prepared (three for each alloy), adding as reinforcement the elements; (Zn) and Titanium (Ti), both using the high energy grinding (MOE) and the high-temperature grinding (MOE). The powders were processed in a SPEX type vibrating mill for 0.5; 1.0; 2.0 hours. The powders were then compacted uniaxially cold in a hydraulic press at a pressure of 40 ton and sintered in a muffle furnace at a temperature of 500 ° C for 5.0 hours, the characterization of the powders was by X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-ray Dispersive Low Energy Spectroscopy (EDS) for the analysis of the inclusion of alloying element reinforcements and crystallographic planes. The samples were submitted to the Vickers Microhardness test, obtaining as result, the Al AA7013 (surface section) alloy processed for 2 hours had an average of 151.8 HV, thus obtaining an increase of 381,39% in relation to Aluminum AA1100 (commercially pure), of which it had an average result of 31.95 HV.

Keywords: Powder metallurgy. Mechanical alloying. AA7009 alloy. AA 7011 alloy. AA 7013 alloy.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Reservas Mundiais de Bauxita.....	23
Figura 2 - Consumo <i>per capita</i> dos principais consumidores de alumínio no ano de 2015.	24
Figura 3 - Pilar de ferro em Delhi.	29
Figura 4 - Etapas da técnica de metalurgia do pó.	32
Figura 5 - Representação esquemática de possíveis métodos de atomização.....	34
Figura 6 - Representação dos elementos dispersos em uma partícula de pó, onde A são os grãos, B são as partículas de pó e C são os aglomerados.....	36
Figura 7 - Representação de algumas distribuições de tamanho de partícula.	38
Figura 8 - Jarra e esferas de moinho.	39
Figura 9 - Representação esquemática da colisão do material com as esferas.	40
Figura 10 - Representação esquemática das diferentes formas de impacto durante a moagem de alta energia (a) impacto sobre cabeça, (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos.....	40
Figura 11 - Evolução da morfologia esférica para morfologia equiaxial de uma partícula submetida ao processo de Moagem de Alta Energia.	41
Figura 12 - Moinho tipo Spex.	42
Figura 13 - Moinho tipo Planetário Fritsh.	43
Figura 14 - Diagrama esquemático do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem.	43
Figura 15 - Moinho Atritor.....	45
Figura 16 - Diagrama esquemático do arranjo interno de um moinho atritor.....	45
Figura 17 - Exemplo esquemático de compactação de pós metálicos.....	49
Figura 18 - Representação esquemática das várias etapas de compactação do pó (simples ação).	50
Figura 19 - Representação esquemática das várias etapas de compactação do pó (dupla ação).	51
Figura 20 - Etapas de sinterização por fase sólida.....	52
Figura 21 - Ácido esteárico.....	54
Figura 22 - Diferença entre MAE sem e com PCA.....	55
Figura 23 - Balança analítica.....	56
Figura 24 - Moinho tipo Spex utilizado para processamento dos pós.	57

Figura 25 - Matriz de compactação uniaxial.....	58
Figura 26 - Prensa hidráulica usada para compactação.	58
Figura 27 - Amostras de compactado verde.....	59
Figura 28 - Forno tipo Mufla utilizado no trabalho.	59
Figura 29 - Difratômetro pertencente ao COMPOLAB.	60
Figura 30 - Máquina de corte, modelo COR 80.....	61
Figura 31 - Prensa embutidora, Arotec – PRE 40Mi.....	61
Figura 32 - Politriz para polimento, Arotec – Aropol 2V.....	63
Figura 33 - Microscópio Ótico Olympus – BX51M.....	63
Figura 34 - MEV modelo TM 3000 HITACHI.	64
Figura 35 - Microdurômetro utilizado no trabalho.	65
Figura 36 - Espectro de DRX para o Al AA 1100.	66
Figura 37 - Espectros de DRX para a liga AA 7009 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h.	67
Figura 38 - Espectros de DRX para a liga AA 7011 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h.	68
Figura 39 - Espectros de DRX para a liga AA 7013 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h.	69
Figura 40 - Imagem de Mev – Al AA 1100. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x.....	70
Figura 41 - EDS do Al AA 1100. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.	71
Figura 42 - Imagem de MEV da liga AA 7009_0,5h. (a) Aumento de 200x; (a) aumento de 500x.....	72
Figura 43 - Imagem de MEV da liga AA 7009_1,0h. (a) aumento de 500x; (a) aumento de 1000x.....	72
Figura 44 - Imagem de MEV da liga AA 7009_2,0h. a) aumento de 500x; (b) aumento de 2000x.....	72
Figura 45 - Imagem de MEV da liga AA 7011_0,5h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 500x.....	73
Figura 46 - Imagem de MEV da liga AA 7011_1,0h. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x.....	73
Figura 47 - Imagem de MEV da liga AA 7011_2,0h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 2000x.....	74

Figura 48 - Imagem de MEV da liga AA 7013_0,5h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 500x.....	74
Figura 49 - Imagem de MEV da liga AA 7013_1,0h. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x.....	75
Figura 50 - Imagem de MEV da liga AA 7013_2,0h (a) aumento de 500x; (b) aumento de 2000x.....	75
Figura 51 - EDS do pó de AA 7009_0,5h. (a) Região analisada; b) Espectro de EDS.	76
Figura 52 - EDS do pó de AA 7009_1,0h. a) Região analisada b) Espectro de EDS.	76
Figura 53 - EDS do pó de AA 7009_2,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.	77
Figura 54 - EDS do pó de AA 7011_0,5h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.	78
Figura 55 - EDS do pó de AA 7011_1,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.	79
Figura 56 - EDS do pó de AA 7011_2,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.	80
Figura 57 - EDS do pó de AA 7013_0,5h. (a) Região analisada; (b)Espectro de EDS.	81
Figura 58 - EDS do pó de AA 7013_1,0h. (a) Região analisada; (b)Espectro de EDS.	82
Figura 59 - EDS do pó de AA 7013_2,0h. (a) Região analisada; (b)Espectro de EDS.	83
Figura 60 - Imagem de MEV da amostra sinterizada Al AA 1100. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.	84
Figura 61 - EDS da amostra sinterizada Al AA 1100. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	84
Figura 62 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	85
Figura 63 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	86

Figura 64 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	86
Figura 65 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	87
Figura 66 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; Aumento de 2000x.....	87
Figura 67 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	87
Figura 68 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	88
Figura 69 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	88
Figura 70 - Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x.....	89
Figura 71 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_0,5h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	90
Figura 72 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_1,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	91
Figura 73 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	92
Figura 74 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_0,5h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	93
Figura 75 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_1,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	94
Figura 76 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	95
Figura 77 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_0,5h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	96
Figura 78 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_1,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	97
Figura 79 - EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS.....	98
Figura 80 - Imagens de MO da liga AA 1100 – seção superficial: (a) 500x; (b)1000x.....	99

Figura 81 - Imagens de MO da liga AA 7009_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	100
Figura 82 - Imagens de MO da liga AA 7009_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	101
Figura 83 - Imagens de MO da liga AA 7009_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	102
Figura 84 - Imagens de MO da liga AA 7011_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	103
Figura 85 - Imagens de MO da liga AA 7011_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	104
Figura 86 - Imagens de MO da liga AA 7011_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	105
Figura 87 - Imagens de MO da liga AA 7013_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	106
Figura 88 - Imagens de MO da liga AA 7013_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	107
Figura 89 - Imagens de MO da liga AA 7013_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x.	108
Figura 90 - Evolução média da microdureza Vickers (HV), utilizando tempo de moagem de 0,5h; 1,0h e 2,0h (seção transversal).	110
Figura 91 - Evolução média da microdureza Vickers (HV) utilizando tempo de moagem de 0,5h; 1,0h e 2,0h (seção superficial).....	111

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química de algumas ligas da série 7XXX (% em massa). ...	28
Tabela 2 - Propriedades mecânicas de algumas ligas da série 7XXX.	28
Tabela 3 - Sistema de caracterização de forma de partículas.....	37
Tabela 4 - Características das etapas de sinterização.....	53
Tabela 5 - Composição química do alumínio AA1100.....	54
Tabela 6 - Composição química das ligas de alumínio AA 7009, AA 7011 e AA 7013..	55
Tabela 7 - Parâmetros de moagem utilizados no trabalho.....	56
Tabela 8 - Parametros de medição DRX (DRX SHIMADZU - XRD-7000).	61
Tabela 9 - Resultado de Microdureza Vickers – HV - Transversal.....	109
Tabela 10 - Resultado de Microdureza Vickers – Superficial - HV – Superficial.....	109

LISTA DE ABREVIATURAS DE SIGLAS

AA	Aluminum Association
ABAL	Associação Brasileira de Alumínio Parâmetros de rede
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASM	American Society for Metals
BPR	Ball-to-power Weight ratio
COMPOLAB	Laboratório de Materiais Compósitos
CFC	Cúbica de Face Centrada
DEMEC	Departamento de Mecânica
DRX	Difração de raios-X
EDS	Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva
HF	Ácido Fluorídrico
HV	Hardness Vickers
IAI	International Aluminium Institute
INCO	The International Nickel Company Quilograma força
MAE	Moagem de Alta Energia
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura Magnésio
MPa	Mega Pascal
MO	Microscopia Óptica
MP	Metalurgia do Pó
NBR	Norma Brasileira
PCA	Process Control Agent
Rpm	Rotações por minuto
Ton	Tonelada
u.m.a	Unidade de massa atômica
UFPE	Universidade Federal de Pernambuco

LISTA DE SÍMBOLOS

°C/min	Graus Celsius por minuto
°C	Graus Celsius
µm	Micrometro
λ	Comprimento de onda
θ	Ângulo de Bragg
A	Área
Al ₂ O ₃	Alumina
C ₃ H ₇ OH	Álcool Isopropílico
CFC	Cúbica de Face Centrada
cm	Centímetro
Co	Cobalto
Cr	Cromo
Cu	Cobre
Fe	Ferro
g	Gramas
g/cm	Gramas por centímetro
(h,k,l)	Índices de Miller
HF	Ácido Fluorídrico
HV	<i>Hardness Vickers</i>
Kg	Quilo
kWh	Quilowatt-hora
kgf/cm ²	Quilograma força por centímetro quadrado
kgf/mm ²	Quilograma força por milímetro quadrado
mm	Milímetro
m/s	Metro por segundo
mÅ	mili-ampère
Mg	Magnésio
MPa	Mega Pascal
Mn	Manganês
Ni	Níquel

s	Segundos
Si	Silício
Ti	Titânio
Ton	Tonelada
ton/cm ²	Tonelada por centímetro quadrado
Zn	Zinco

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
1.1	OBJETIVOS	20
1.1.1	Objetivo Geral	20
1.1.2	Objetivos Específicos	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1	ALUMÍNIO	22
2.2	LIGAS DE ALUMÍNIO	24
2.2.1	Ligas de alumínio da série 7xxx	26
2.3	METALURGIA DO PÓ	28
2.4	PRODUÇÃO DOS PÓS METÁLICOS	33
2.5	CARACTERÍSTICAS DOS PÓS METÁLICOS	34
2.5.1	Tamanho e forma de partícula	36
2.6	MOAGEM DE ALTA ENERGIA	38
2.6.1	Variáveis do processo de MAE	41
2.6.2	Tipos de moinho	41
2.6.2.1	Moinho Vibratório tipo Spex (Spex Shaker Mills)	42
2.6.2.2	Moinho planetário (Pulverisette)	42
2.6.2.3	Moinho Atritor	44
2.6.2.4	Recipiente de moagem	45
2.6.3	Velocidade de Moagem	46
2.6.4	Tempo de Moagem	46
2.6.5	Tipo, tamanho e distribuição de tamanho do meio de moagem	46
2.6.6	Relação entre a razão da massa das esferas e massa do pó	47
2.6.7	Volume ocupado pelo recipiente de moagem	47
2.6.8	Atmosfera de moagem	47
2.6.9	Agentes de controle de processo	48
2.6.10	Temperatura de Moagem	48
2.7	COMPACTAÇÃO	48
2.8	SINTERIZAÇÃO	51
2.8.1	Sinterização por fase sólida	52
3	MATERIAIS E MÉTODOS	53

3.1	MATERIAIS	54
3.2	MÉTODOS	55
3.2.1	Pesagem dos Pós	55
3.2.2	Moagem de alta energia dos pós	56
3.2.3	Compactação	57
3.2.4	Sinterização	59
3.2.5	Difração de Raios-X (DRX)	60
3.2.6	Microscopia Ótica	59
3.2.7	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	64
3.2.8	Microdureza Vickers	64
4	RESULTADOS e DISCUSSÕES	65
4.1	DIFRAÇÕES DE RAIOS-X	65
4.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA DE BAIXA ENERGIA DISPERSIVA	69
4.2.1	Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva das amostras de pós	69
4.3	MICROSCOPIA ÓTICA	98
4.4	MICRODUREZA VICKERS	108
5	CONCLUSÕES	112
6	TRABALHOS FUTUROS	114
	REFERÊNCIAS	115

1 INTRODUÇÃO

O aumento no consumo de alumínio é a prova de que este metal significa na indústria moderna. O alumínio segue o ferro/aço entre os metais de maior consumo anual, sendo o mais importante dos metais não ferrosos. Dentre as características físico-químicas, destaca-se o seu baixo peso específico, comparado com outros metais de grande consumo, resistência à corrosão e alta condutibilidade elétrica/térmica (ABAL, 2007).

Um dos motivos que torna o alumínio tão atrativo, é o fato de poder combinar-se com a maioria dos metais de engenharia, formando ligas a partir destas combinações para obtenção de características tecnológicas. Dentre essas, destacam-se as ligas da série 7XXX (Al, Zn), utilizada principalmente na indústria aeronáutica (fuselagem de aeronaves), pois oferece uma maior resistência mecânica.

O alumínio e suas ligas atualmente são processados por técnicas de metalurgia com aplicações no setor industrial em grande escala (BARBOSA, 2014; CHIAVERINI, 2001). A metalurgia do pó é um processo de fabricação que consiste na manufatura de peças a partir da consolidação de pós-metálicos, possui baixo custo econômico, utiliza o aproveitamento máximo da matéria-prima (acima de 95%) e obtenção de peças com formas complexas. Tornando-se assim muitas vezes mais competitivo do que outros processos de fabricação.

O presente trabalho consiste em fabricar ligas de alumínio AA7009, AA7011 e AA7013, utilizando o processo de fabricação por metalurgia do pó. Os pós foram misturados e homogeneizados através de técnicas de moagem de alta energia, submetidos a uma compactação uniaxial, obtendo forma e dimensionamento, e por fim sinterizados, promovendo uma maior rigidez, dureza e resistência mecânica dos materiais processados.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo principal obter e estudar as ligas de Alumínio das séries AA 7009, AA7011 e AA7013, fabricada por técnicas de metalurgia do pó.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Verificar a homogeneidade dos reforços nas ligas obtidas após o tempo de processamento no moinho de alta energia e percentual de Zn (variação em massa), comparar com o alumínio AA1100;
- Analisar, por meio do ensaio de dureza Vickers, a influência na variação do aumento de dureza das ligas fabricadas de acordo com o tempo de processamento no moinho de alta energia;
- Verificar o efeito da moagem de alta energia na morfologia das ligas processadas no tempo de 0,5; 1,0 e 2,0 h;
- Caracterizar as amostras de pós por DRX, MEV e EDS no que concerne a microestrutura e a estrutura.;
- Caracterizar as amostras sinterizadas por MO, MEV e EDS no que concerne a microestrutura e a estrutura.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO

O alumínio é o metal não ferroso mais produzido e atualmente o segundo mais consumido, estando apenas atrás do aço. É um dos metais mais abundantes (terceiro), com representação de 8% da crosta terrestre, depois do oxigênio e silício, possui número atômico 13 (treze prótons e treze elétrons), é identificado pelo símbolo Al, massa atômica 27 u.m.a. e massa específica 2,70 g/cm³.

Dentre algumas características, o alumínio apresenta uma longa lista de propriedades intrínsecas: é leve, resistente à corrosão, altamente condutor e reflexivo, atóxico, durável e reciclável. Por meio de diferentes métodos de processamento e uso de ligas o alumínio assume a forma, resistência e densidade desejadas. A variedade do uso de alumínio está relacionada com suas características físico-químicas, tendo como destaque o seu baixo peso específico (ABAL, 2017; ABAL, 2007).

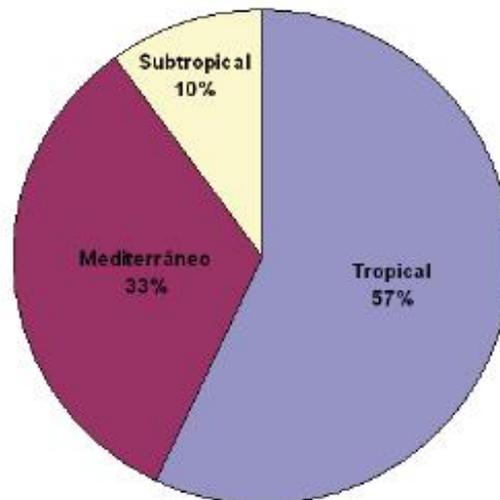
O alumínio foi descoberto por Sir Humphrey Davy em 1809, tendo sido isolado pela primeira vez em 1825 por H. C. Oersted, mas apenas em 1886 foi desenvolvido um processo industrial econômico de redução. Neste ano, dois cientistas trabalhando independentemente, Charles Martin Hall, nos Estados Unidos, e Paul Louis Héroult, na França, inventaram o mesmo procedimento eletrolítico para reduzir a alumina em alumínio (ABAL, 2007).

O procedimento de Hall-Héroult é atualmente usado, consumindo cerca de 14,8 kWh de acordo com a média brasileira de produção de alumínio primário (1Kg). A partir da obtenção do alumínio por eletrólise, foi possível a produção em escala comercial, com isso permitindo redução de grande significância com relação ao custo de fabricação e tendo como resultado o aumento na utilização deste metal (BARBOSA, 2014; ABAL, 2007).

O Alumínio é um metal extraído da bauxita na forma de óxido de alumínio (Al₂O₃). O minério industrial mais importante é a bauxita, a partir da qual se obtém o alumínio. Para que a produção de alumínio seja viável, a bauxita deve possuir um teor de óxido de alumínio variando entre 35% a 45%. Em geral são necessários 5 a 7 toneladas de bauxita para produzir 2 toneladas de alumina, que por sua vez converte-se em 1 tonelada de alumínio. Aproximadamente 92% da produção mundial de bauxita é utilizada na produção de alumina (ABAL, 2017; ABAL, 2007).

Grande parte das reservas mundiais encontra-se localizada principalmente em regiões tropicais e subtropicais. A bauxita ocorre em três principais tipos de climas (Figura 1):

Figura 1 - Reservas Mundiais de Bauxita



Fonte: International Aluminium Institute (2007).

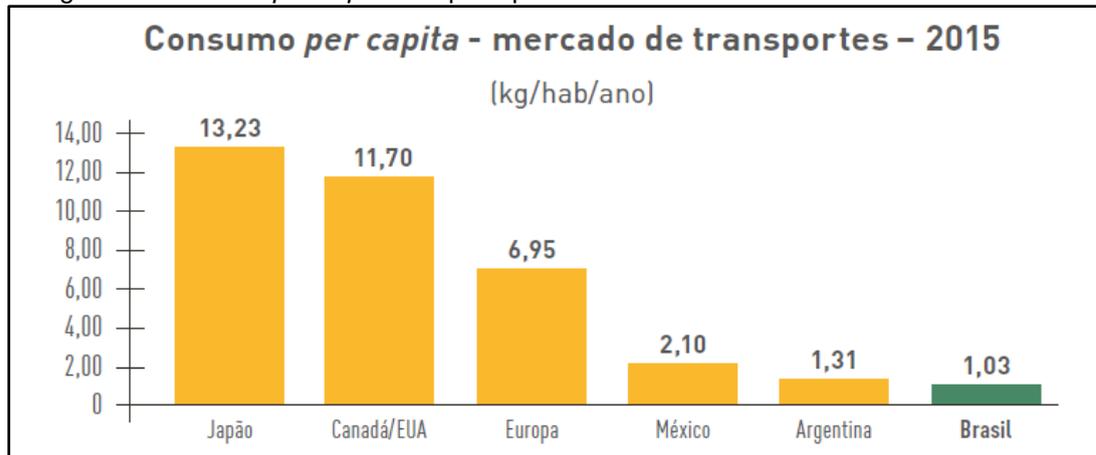
Dentre as mais variadas aplicações, o alumínio é utilizado para a fabricação de itens nobres, como moldura de espelhos, números de casas e bandejas. Utensílios de culinárias, como panelas e assadeiras também foram um grande mercado inicial. Em tempo, o alumínio cresceu em diversidade de aplicações ao ponto que virtualmente qualquer aspecto da vida moderna possa ser direto ou indiretamente afetado pelo seu uso (BRAGA, 2011).

Além disso, na indústria automobilística, os componentes de alumínio representam, em média, 8,6% do peso total dos veículos, tem cerca de de 1/3 do peso do aço, o que significa que as peças podem ser resistentes e ao mesmo tempo reduzir os pesos dos veículos, melhorando a eficiência no consumo de combustíveis, reduzindo custos operacionais e emissões de gases do efeito estufa, além de sua excelente resistência e capacidade de absorção de energia durante uma colisão. Na indústria aeronáutica, cerca de 70% da estrutura dos aviões é composta de alumínio (fuselagem, motores, acessórios, tanques para combustível líquido e oxidantes), é usado em praticamente todos os segmentos da indústria de aeronaves (ABAL, 2017; BRAGA, 2011; ASM,1990).

No Brasil, o setor de transportes é bastante favorável, demandou cerca de 216 mil toneladas no ano de 2015. O que é representado por cerca de 26% do total de alumínio consumido no mundo, enquanto no Brasil é responsável por 16% do

consumo doméstico. A Figura 2 mostra o consumo *per capita* do Brasil comparado a outros países com renda *per capita* similar, como é o caso do México e Argentina (ABAL, 2017).

Figura 2. Consumo *per capita* dos principais consumidores de alumínio no ano de 2015



Fonte: ABAL (2017).

2.2 LIGAS DE ALUMÍNIO

É conveniente dividir as ligas de alumínio em duas categorias principais: fundidas e forjadas. Uma diferenciação adicional para cada categoria é baseada no mecanismo primário de desenvolvimento da propriedade. (ASM, 1990).

O sistema da *Aluminium Association* (AA) adotou a classificação para as ligas de alumínio “*The Aluminium Association Alloy and Temper Designation System*”, sendo esse sistema o mais aceito internacionalmente e o adotado como referência no Brasil, através da norma NBR 6834/2000. Esse sistema de identificação de ligas emprega nomenclaturas diferentes para ligas forjadas (ligas trabalháveis) e fundidas. Para ambos os tipos são especificadas por um número com quatro dígitos, que indica as principais impurezas presentes e, em alguns casos, o nível de pureza (CALLISTER, 2013; LAGO, 2010).

Esse sistema é descrito logo abaixo:

- **Série 1XXX** - Alumínio comercialmente puro, usado principalmente nas indústrias elétricas e química, possui boa resistência à corrosão.
- **Série 2XXX** - Ligas nas quais o cobre é o principal elemento ligante, além de outros elementos, como o magnésio, principalmente. As ligas da série 2XXX são bastante usadas na aeronáutica. Possuem elevada resistência mecânica, alta ductilidade e boa usinabilidade.

- **Série 3XXX** - Ligas nas quais o manganês é o principal elemento ligante. Usada como ligas de uso geral para aplicações arquitetônicas e vários produtos. Tem uma boa resistência mecânica e boa conformabilidade.
- **Série 4XXX** - Ligas nas quais o silício é o principal elemento ligante. Usado em varetas de solda e folha de brasagem.
- **Série 5XXX** - Ligas nas quais o magnésio é o principal elemento ligante. Alta resistência à corrosão em ambientes marinhos é usada em cascos de barcos, pranchas e outros produtos expostos a ambientes marítimos.
- **Série 6XXX** - Ligas nas quais o magnésio e o silício são os principais elementos ligantes. Geralmente usadas para extrusão.
- **Série 7XXX** – Ligas nas quais o zinco é o principal elemento ligante, mas outros elementos como cobre, magnésio, cromo e zircônio podem ser especificados. Usado em estruturas aeronáuticas e outras aplicações de alta resistência. Possuem alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e boa conformabilidade.
- **Série 8XXX** – Ligas que incluem algumas composições com estanho, lítio, caracterizando composições diversas.
- **Série 9XXX** – Reservado para uso futuro (LACERDA JÚNIOR, 2017; ABNT, 2000; ASM,1990).

Na sua grande maioria, a adição de metais ao alumínio, visa a aumentar a resistência à tração, a tensão de cedência e a sua dureza, correspondendo também a uma redução do alongamento e, em alguns casos, a uma melhoria das propriedades anticorrosivas. Nas fundições de alumínio alguns dos elementos de liga visam também facilitar a moldação (PEREIRA, 2010).

Nas ligas trabalháveis, o primeiro dígito é referente ao elemento de liga em maior quantidade, o segundo mostra alteração da liga de alumínio. Os dois últimos dígitos possuem significado apenas para as ligas da família 1XXX. Tomando como exemplo, a liga AA1050, os dígitos 50 indicam que o alumínio possui pureza de 99,50% (SOUZA, 2018).

Algumas ligas, podem ainda apresentar aumento de resistência através de tratamento térmico baseados em solubilidades de fases. Esses tratamentos incluem solubilização, têmpera (resfriamento rápido), precipitação ou envelhecimento. Essas ligas são denominadas ligas de alumínio tratáveis termicamente, tanto que hoje

algumas ligas de alumínio podem ter resistência à tração de aproximadamente 700 Mpa (SOUSA, 2012; BRAGA, 2011).

O alumínio e suas ligas perdem parte de sua resistência a elevadas temperaturas. Embora algumas ligas conservem boa resistência entre 200 a 260°C. Em temperaturas abaixo de zero, entretanto, sua resistência aumenta sem perder a ductilidade, tanto que o alumínio é um metal particularmente utilizado em aplicações a baixas temperaturas (SOUSA, 2012).

Ligas de alumínio não tratáveis termicamente são endurecidas por trabalho a frio, mas não por tratamento térmico. A resistência inicial dessas ligas, geralmente nas séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX, é gerada pelo efeito endurecedor dos seus elementos de liga (Braga, 2011).

2.2.1 Ligas de alumínio da série 7xxx

Nas ligas da série 7XXX (Al-Zn) destacam-se os subgrupos Al-Zn-Mg e Al-Zn-Mg-Cu. Esse sistema oferece o maior potencial de endurecimento por precipitação (tratamentos térmicos) das ligas de alumínio, sua principal aplicação é na indústria aeronáutica, componentes estruturais de aeronaves e outras aplicações que necessitam de elevados requisitos de resistência. Estas ligas possuem a maior resistência mecânica encontrada. Outros elementos, como cobre e cromo, também podem ser adicionados em pequenas quantidades. As ligas mais conhecidas são as 7050 e 7075.

O zinco é altamente solúvel no alumínio e não exerce influência apreciável na microestrutura de uma liga simples como a 7072. Entretanto, o tipo de liga Al-Zn mais frequentemente usado contém também magnésio e cobre, assim como elementos adicionais como cromo, manganês e zircônio, além do ferro e do silício normalmente presentes mesmo como impurezas. Nesse tipo de liga as fases em equilíbrio com a matriz rica em alumínio são a fase heta, também chamada M ($MgZn_2$), T ($Al_2Mg_3Zn_3$) e a fase beta (Al_3Mg_5). Esta última somente aparece quando o teor de magnésio é muito mais alto que o teor de alumínio (BARBOSA, 2014).

O alumínio combinado com magnésio e zinco fornece uma classe de ligas tratáveis pelo calor, algumas das quais que desenvolvem as maiores forças atualmente conhecido por ligas comerciais à base de alumínio. Este é o resultado de uma combinação de elementos que têm uma alta solubilidade mútua sólida em alumínio e desenvolver excepcionalmente alta precipitação endurecimento

características. Adições complementares incluem cromo, cobre e manganês (REDDY, 2008).

A combinação de Mg e Zn em Al gerou o sistema ternário (AlZnMg), que em associação com Cr, Cu e Mn possibilitou o surgimento de uma nova classe de ligas tratáveis termicamente, algumas das quais desenvolvendo as mais altas resistências entre todas as ligas de alumínio. Esta resistência, resulta de uma combinação de elementos que apresentam uma elevada solubilidade sólida no alumínio e uma característica de proporcionar endurecimento por precipitação. A interação preferencial entre pequenos átomos de Zn e grandes átomos de Mg, envolvendo alguns agrupamentos atômicos (clustering) e redução de energia de deformação da rede, joga um importante papel no processo de decomposição e precipitação durante envelhecimento, elevando assim a dureza da liga (LAGO, 2010).

O sistema quaternário (AlZnMgCu), assim chamado devido a associação de Zn, Mg e Cu com o Al, o zinco é o principal elemento de liga, sendo que o teor de magnésio é mais elevado que o do cobre cujas ligas apresentam alta relação resistência/peso e alta resistência mecânica combinada com alta ductilidade. As ligas que formar são utilizadas em estruturas que operam em condições de carregamento severo e devam apresentar alta margem de segurança, como na fabricação de aviões e foguetes espaciais, embora possam ser susceptíveis à fratura por corrosão sob tensão, principalmente quando elementos de liga como cromo, manganês e zircônio estiverem presentes na composição da liga. Tratamento térmico de envelhecimento por tempos prolongados, aumenta a resistência e reduz a possibilidade de trincamento por corrosão sob tensão (LAGO, 2010, REDDY, 2008).

Segundo Barbosa (2014), “nos últimos anos as ligas Al-Zn-Mg têm recebido muita atenção. Essas ligas contêm teores reduzidos de zinco e magnésio com pequenas adições de manganês, cromo, titânio e zircônio. O cobre é eliminado ou limitado a teores muito baixos. Esse controle de composição química reflete-se na completa solubilização dos elementos de liga em temperaturas de tratamento térmico em contraste com as ligas de uso aeronáutico e alta resistência mecânica. Os níveis de resistência mecânica ótimos são atingidos mesmo com taxas de resfriamento lentas. A menor sensibilidade ao resfriamento destas ligas permite que, quando usadas na fabricação de peças espessas sejam reduzidas as distorções e as tensões residuais. Isso é possível quando apenas zircônio é adicionado para controlar o crescimento de grão”.

Nas Tabelas 1 e 2 são mostradas a composição química e propriedades mecânicas de algumas ligas do sistema Al-Zn-Mg:

Tabela 1 - Composição química de algumas ligas da série 7XXX (% em massa)

Liga	Zn	Mg	Cu	Mn	Cr	Zr	Ti	Al
7001	7,4	3,0	2,1	-	0,26	-	-	Bal.
7005	4,5	1,4	-	0,45	0,13	0,14	0,03	Bal.
7016	4,5	1,1	0,8	-	-	-	-	Bal.
7021	5,5	1,5	-	-	-	0,13	-	Bal.
7029	4,7	1,6	0,7	-	-	-	-	Bal.
7049	5,6	2,5	1,6	-	0,16	-	-	Bal.
7050	6,2	2,2	2,3	-	-	0,12	-	Bal.
7150	6,4	2,4	2,2	-	-	-	-	Bal.
7075	5,6	2,5	1,6	-	0,23	-	-	Bal.
7475	5,7	2,2	1,6	-	0,22	-	-	Bal.
7076	7,5	1,6	0,6	0,50	-	-	-	Bal.
7178	6,8	2,7	2,0	-	0,23	-	-	Bal.

Fonte: Adaptado de Barbosa (2014).

Tabela 2. Propriedades mecânicas de algumas ligas da série 7XXX

Liga	Têmpera	Limite de resistência mecânica (MPa)	Limite de resistência ao escoamento (MPa)	Alongamento % (em 50 mm)	Dureza Brinell	Limite de resistência à fadiga (MPa)
7001	T6	675	625	9	160	150
7005	T5	360	315	15	96	-
7021	T62	420	380	13	-	138
7029	T5	430	380	15	-	-
7049	T73	540	475	10	146	-
7050	T74	510	450	13	142	-
7075	T6, T73	505	435	13	-	150
7475	T7351	505	435	14	-	-
7076	T61	510	470	14	150	-
7178	T6, T651	605	540	10	160	150

Fonte: Adaptado de Barbosa (2014).

2.3 METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó (MP) é uma técnica de processamento metalúrgico de fabricação de peças a partir de pós metálicos (manufatura técnica de metais em pó) incluindo também pós não-metálicos como matérias-primas. Combina as características da tecnologia de modelagem para compactação de pó com o desenvolvimento do material final e propriedades de projeto (físicas e mecânicas) durante a densificação subsequente, aquecendo a uma temperatura abaixo do ponto de fusão (sinterização) (CHIAVERINI, 2001; ASM, 1998).

A tecnologia de prensagem de pós metálicos em uma forma específica não é nova, na antiguidade, os artigos de metais eram feitos, às vezes por forjamento a quente de uma massa sinterizada; civilizações mais antigas praticavam a arte em tempos pré-históricos, como testemunham pilar de ferro em Delhi (Figura 3), certos instrumentos egípcios e artigos de preciosos metais feitos pelos Incas. Tecnologia moderna de metalurgia do pó (MP) começou na década de 1920 com a produção de carbonetos de tungstênio e produção em massa de buchas de bronze poroso para rolamentos. Durante a segunda Guerra Mundial, o desenvolvimento posterior ocorreu na fabricação de uma grande variedade de materiais ferrosos e não ferrosos, incluindo muitos compósitos e um período de crescimento constante desenvolvido durante os anos pós-guerra até o início da década de 1960 (desde então, o crescimento da metalurgia do pó foi cada vez mais expansivo) (UPADHYAYA, 2002).

Figura 3. Pilar de ferro em Delhi



Fonte: Skotnecová et al. (2014).

Para Skotnecová et al. (2014), “os produtos de metalurgia do pó têm sido utilizados acima de tudo na indústria automotiva, indústria aeronáutica, medicina,

indústria petrolífera, etc. Na prática, a tecnologia de MP pode ser aplicada com sucesso a uma manufatura de componentes de todos os materiais metálicos típicos. Isso também permite fazer componentes de formas complexas, próxima das dimensões e forma definitiva, dentro da tolerância especificada, muitas vezes sem necessidade de usinagem final (ou de acabamento), que traz material considerável, bem como economia de energia”. É um importante método de produção, devido à obtenção de produtos ou peças em grande volume, tornando-se assim um processo altamente competitivo em relação aos processos convencionais. Em muitos casos, propriedades de um material fabricado utilizando a tecnologia MP supera um material adequado feito com o uso de uma tecnologia diferente (CHIAVERINI, 1986).

A MP é a escolha quando requisitos para resistência mecânica, resistência ao desgaste ou altas temperaturas de operação exceder as capacidades das ligas de fundição sob pressão, oferecer maior precisão, eliminar a maioria ou todas as operações de acabamento necessárias para fundidos. Evita defeitos de fundição, como porosidades, encolhimento e inclusões. Moldagem por injeção de pó está saindo como um grande desafio para carcaça de investimento. A MP é altamente competitiva com materiais de “*fine blanking*”, funciona em um ciclo mais lento do que a estampagem convencional e equipamentos superiores de alto custo. Máquinas de parafuso usam estoque de barras como metal bruto e o processo é caracterizado por muito pouca utilização de material, às vezes menos de 50%. Contudo processo de metalurgia do pó é econômico somente quando as taxas de produção são maiores, e onde o custo de ferramental é menor (TSUKERMAN, 1965).

O controle exato da composição química desejada do produto final, a redução ou eliminação das operações de usinagem, o bom acabamento de superfície, a pureza dos produtos obtidos e a facilidade de automação do processo produtivo são alguns dos motivos que tornam a metalurgia do pó uma fonte produtora de peças para praticamente todos os ramos da indústria, como o automobilístico, de informática, aeroespacial, de material eletroeletrônico, de equipamentos e implementos agrícolas, têxtil e tantos outros.

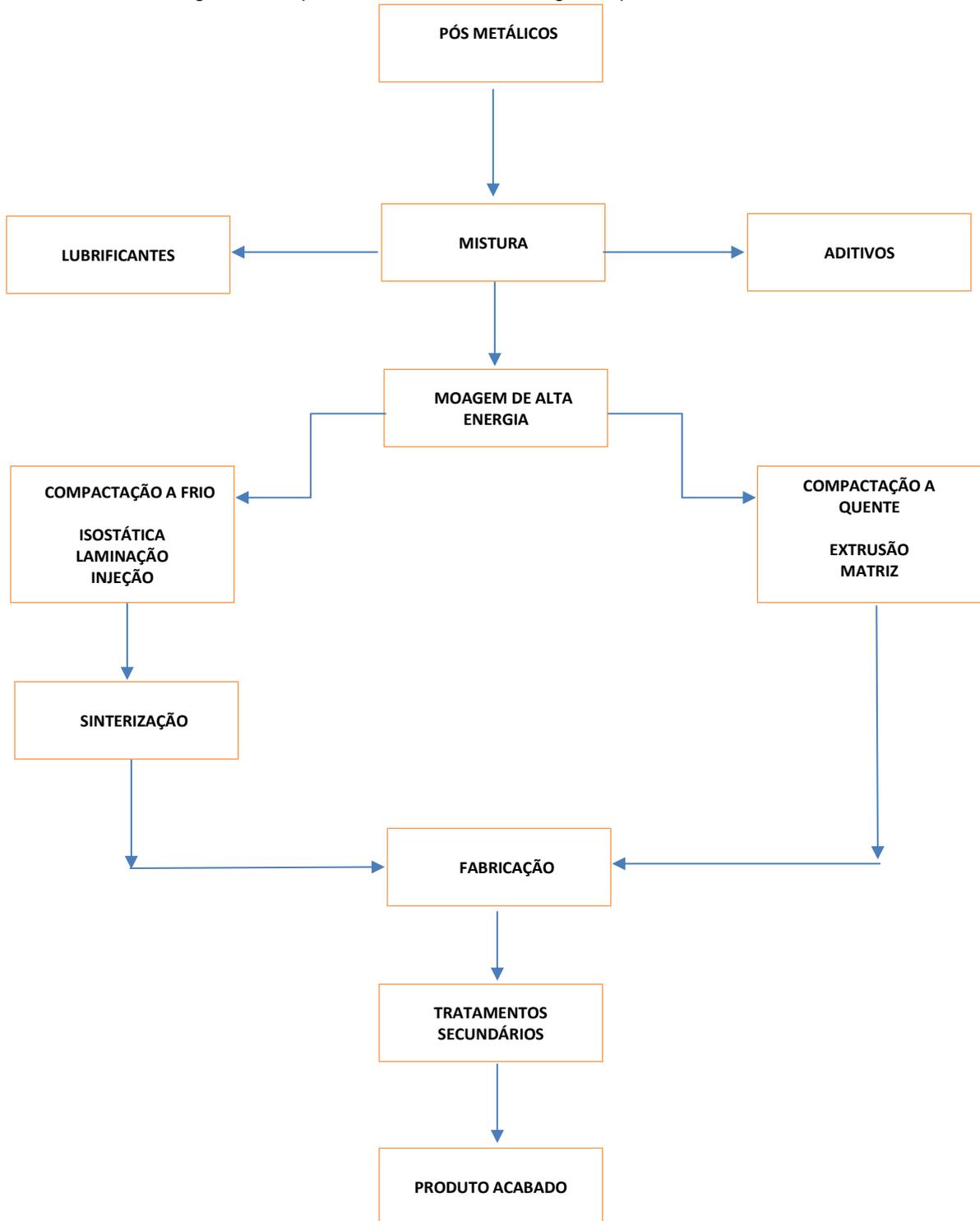
Durante a última década, houve avanços significativos nas técnicas de fabricação dos pós, ou seja, da compactação e da sinterização, da aplicação de técnicas de infiltração metálica e de outras técnicas de conformação, como forjamento-sinterização. A fabricação de pós em peças de engenharia precisas que têm propriedades comparáveis com os de forjados convencionais. Novos tipos de pós

com propriedades superiores permitiram a produção de materiais com maior resistência.

O controle da estrutura das partículas de pó originais tornou possível a manipulação mais inteligente da estrutura dos materiais finais sinterizados. Materiais de difícil processamento, onde o alto desempenho totalmente denso ligas com microestruturas uniforme, agora podem ser processadas. Compósitos multifásicos com uma ampla combinação de propriedades podem economicamente ser produzidos pela técnica de MP (UPADHYAYA, 2002; CHIAVERINI, 2001).

A Figura 4 mostra as várias etapas da técnica de metalurgia do pó.

Figura 4. Etapas da técnica de metalurgia do pó



Fonte: Adaptado de Upadhyaya (2002).

2.4 PRODUÇÃO DOS PÓS METÁLICOS

Segundo Skotnocová et al. (2014), um método de produção de materiais em pó afeta consideravelmente suas propriedades físicas e tecnológicas. Praticamente quase todos os materiais podem ser fabricados em forma de pó, mas a escolha da tecnologia de fabricação depende das propriedades específicas do material e estrutura do produto final, com isso a qualidade do pó metálico é função do processo de fabricação, tendo em vista que um mesmo pó pode ser obtido por mais de um método. Os métodos de fabricação significativos podem ser classificados da seguinte forma: mecânico, físico-mecânico, químico, físico-químico.

Dentre os métodos citados acima, destaca-se o processo mecânico. Neste método de fabricação de metais em pó e ligas, incluem, sobretudo, a pulverização ou atomização de fundidos. Este processo consiste em pulverizar um líquido metálico em partículas finas, geralmente inferior a 150 microns, tem-se na aplicação da pressão de um gás, um jato de água ou forças centrífugas no metal fundido (Figura 5). As gotas formadas solidificam imediatamente devido a ação combinada do jato e do rápido resfriamento no meio de pulverização (SKOTNOCOVÁ et al., 2014) (CHIAVERINI, 2001).

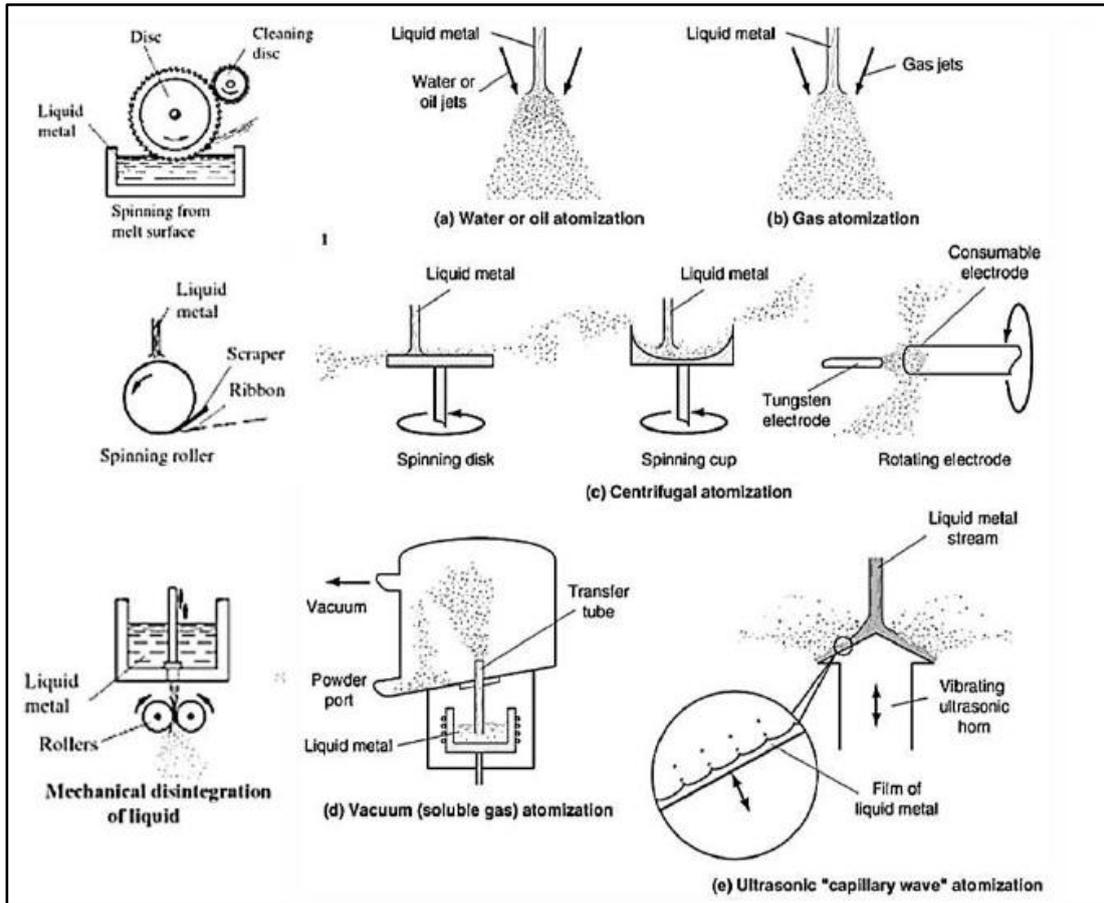
As propriedades das partículas obtidas (tamanho, forma, morfologia, estrutura, etc) são determinadas por vários fatores e suas combinações mútuas, sendo elas: temperatura de fusão, viscosidade do derretimento e o stress superficial, condições de refrigeração e condições de atomização.

Ainda de acordo com Upadhyaya (2002), processos mecânicos não são muito usados como métodos primários para a produção de pós metálicos. A cominuição mecânica é possível por métodos como impacto, atrito, cisalhamento e compressão.

A formação de pós metálicos por métodos mecânicos depende de várias combinações destes quatro básicos mecanismos. Tais métodos têm sido usados como o processo primário para os casos seguintes:

- materiais relativamente fáceis de fraturar, como o antimônio puro e bismuto, ligas metálicas relativamente duras e quebradiças e cerâmicas;
- materiais reativos, como berílio e hidretos metálicos;
- Metais comuns, como alumínio e ferro, que são necessários às vezes na forma de flocos em pó.

Figura 5. Representação esquemática de possíveis métodos de atomização



Fonte: Upadhyaya (2002).

2.5 CARACTERÍSTICAS DOS PÓS METÁLICOS

É bastante importante conhecer e determinar as características dos pós metálicos de modo a poder empregar essa matéria prima de modo correto. As propriedades dos pós de partida determinam em grande parte as propriedades dos produtos finais da metalurgia do pó. Portanto, é essencial ter uma compreensão adequada do papel das propriedades do pó na metalurgia do pó, processamento e aplicação dos métodos adequados para uma caracterização quantitativa, pelo menos das propriedades de pó mais importantes (THUMMLER e OBERACKER, 1993).

O sucesso da obtenção dos pós depende em grande parte da caracterização e controle dos pós metálicos. Através da amostragem, onde irá agir diretamente na qualidade dos valores obtidos. O método de produção de pó influencia a química e a estrutura das partículas, além da natureza precisa da distribuição do tamanho das partículas. É necessário o conhecimento prévio da composição química ou pureza (apresenta pureza acima de 99,0 ou 99,5%), pois consiste em determinar impurezas

(metálicas ou não metálicas) presentes, visto que essas impurezas também influenciam o comportamento do pó durante a compactação e sinterização, e a composição, estrutura e propriedades do material sinterizado (UPADHYAYA, 2002; CHIAVERINI, 2001).

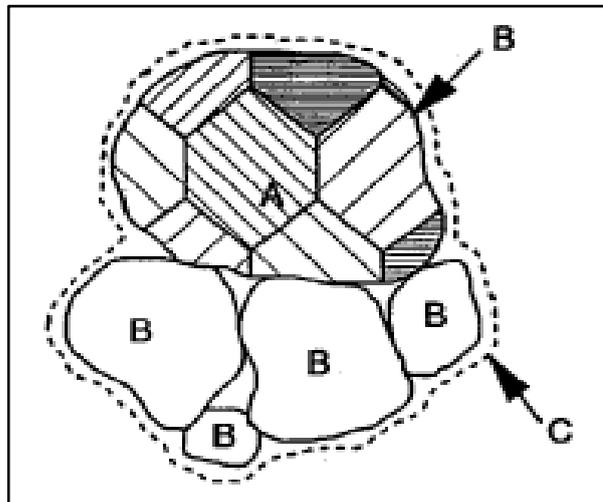
Os principais envolvidos na caracterização dos pós metálicos são descritos logo abaixo:

- Pureza e composição química;
- Microestrutura da partícula;
- Forma da partícula (interna e externa);
- Densidade aparente;
- Velocidade de escoamento;
- Área específica da superfície;
- Compressibilidade;
- Resistência verde;
- Qualidade da mistura (segregação).

Em pós metálicos ou cerâmicos, uma variedade de elementos dispersos ou partículas podem aparecer. A terminologia comum da metalurgia do pó para a descrição de estes elementos é estabelecida na Figura 6. O termo partículas de pó é sempre referente a partículas primárias, que não se desenvolvem por aglomeração de outras partículas, mas são formados diretamente como partículas individuais durante o processo de produção. Estes partículas de pó podem ser amorfas ou cristalinas. Partículas cristalinas são cristais simples ou consistem em vários cristais ou grãos (policristalinos).

Os pós policristalinos podem ser monofásicos ou multifásicos. As partículas de pó podem formar partículas secundárias ou aglomerados, como mostrado na figura abaixo. No pó processado por metalurgia, a aglomeração geralmente ocorre de forma não intencional, mas também pode ser produzido intencionalmente por etapas controladas. Aglomerados são definidos como sólidos. Partículas que são compostas de outras partículas. Esta definição é independente da natureza das forças de atração que causam as partículas primárias para formar o aglomerado. Às vezes, o termo aglomerado é restrito a ligações fracas entre as partículas primárias. Aglomerados duros com forte ligação são então chamados de agregados (THUMMLER e OBERACKER, 1993).

Figura 6. Representação dos elementos dispersos em uma partícula de pó, onde A são os grãos, B são as partículas de pó e C são os aglomerados



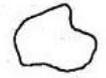
Fonte: Upadhyaya (2002).

2.5.1 Tamanho e forma de partícula

Esses dois características estão relacionados e são os mais importantes nos pós metálicos. A forma do pó é caracterizada pela dimensionalidade da partícula e sua superfície de contorno. Um sistema está representado esquematicamente na Tabela 3, juntamente com as principais técnicas de processo de fabricação do pó.

A maioria das partículas de pó são de natureza tridimensional e podem ser consideradas um pouco equiaxiais. As partículas esféricas representam o exemplo mais simples e ideal dessa forma. Partículas porosas diferem das irregulares devido a presença de porosidade, que pode ser muito irregular em tamanho e forma. Uma grande quantidade de porosidade faz com que qualquer forma de caracterização seja muito difícil.

Tabela 3. Sistema de caracterização de forma de partículas

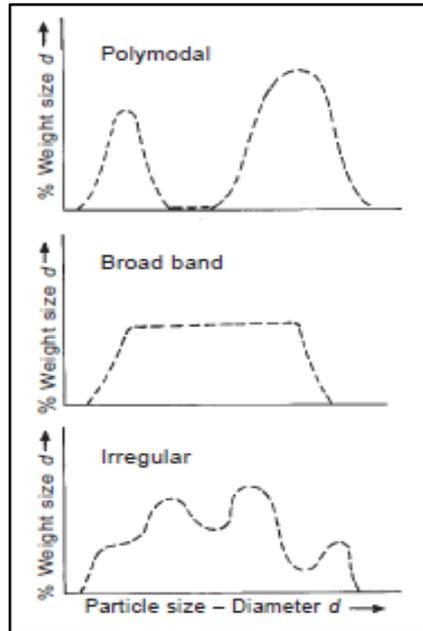
Tipo	Processo de obtenção	Forma
Acicular	Obtido por Decomposição química	
Irregular	Obtido por moagem ou pulverização	
Dendrítico	Obtido por eletrólise	
Escamoso	Obtido por moagem ou pulverização	
Esférico	Obtido por processo carbonila	
Arredondado	Obtido por atomização e decomposição química	
Irregular	Obtido por atomização e decomposição química	
Poroso	Obtenção por redução de óxidos	
Angular	Obtenção por desintegração mecânica	

Fonte: Adaptado de Chiaverini (2001).

Em uma massa real de pó, tudo preparado da mesma maneira, as partículas não terão o mesmo tamanho. Consequentemente devemos lidar com a distribuição de tamanho quando descrevemos com precisão os pós. As curvas de distribuição de tamanho de partícula relacionam tamanho da partícula a fração do pó com este tamanho.

A Figura 7 ilustra vários tamanhos de distribuições.

Figura 7. Representação de algumas distribuições de tamanho de partícula



Fonte: Upadhyaya (2002).

Na distribuição unimodal, há um ponto alto ou máxima quantidade de um certo tamanho crítico. A distribuição polimodal consiste de duas ou mais bandas estreitas de tamanhos de partículas, cada uma com um praticamente sem partículas entre essas bandas. A distribuição de banda larga simplesmente corresponde a uma concentração uniforme de tamanhos de partículas intervalo de tamanho bastante amplo com praticamente nenhuma partícula tendo tamanhos fora esse intervalo. A distribuição irregular representa uma variação contínua e finito do tamanho das partículas dentro de uma faixa relativamente ampla. Pode ser assim concluiu que a distribuição de tamanho de partícula é necessária para uma caracterização completa em vez de um valor médio ou mesmo valores máximos ou mínimos de tamanho (UPADHYAYA, 2002).

2.6 MOAGEM DE ALTA ENERGIA

Dois termos diferentes são comumente usados para descrever o processamento de partículas de pós em moinhos de alta energia. A concepção mecânica de ligas (*mechanical alloying*) e moagem mecânica (*mechanical milling*). Este último utilizado na moagem de pós de composição uniforme, tais como pós de metais puros, de intermetálicos ou pré-ligados (SURYANARAYANA, 2001).

A Moagem de Alta Energia (MAE) é uma técnica de processamento do pó totalmente em estado sólido que envolve soldagem, fraturas e ressoldas, permite a

produção de materiais homogêneos através da mistura de pós elementares em um moinho de bolas de alta energia. Foi desenvolvida na década de 1960 por John Benjamin e seus amigos no *Paul D. Merica Research Laboratory*, da qual pertencente a empresa *The International Nickel Company (INCO)*, da qual tinham como meta a produção de superligas à base de níquel visando obter uma combinação de uma resistência a alta temperatura, resistência à corrosão e resistência para aplicação em turbinas a gás. O tamanho das partículas em moagem de alta energia é variável, entre 1 e 200 μm . Este tamanho diminui exponencialmente com tempo de moagem. (SURYANARAYANA, 2001).

A moagem de alta energia começa com a mistura na proporção adequada dos pós de partida, em seguida a mistura é carregada em um recipiente (jarra) de moagem e nela é adicionada esferas de aço (Figura 8) e um agente controlador do processo, numa correta relação de proporção em massa de esferas e da amostra do pó. Em seguida a jarra é fechada e acoplada ao moinho de alta energia, dando início ao processo de moagem. No final da moagem o agente controlador não estará mais presente, devido ao aquecimento e evaporação na abertura da jarra (MOURA, 2013; SURYANARAYANA, 2001).

Figura 8. Jarra e esferas de moinho



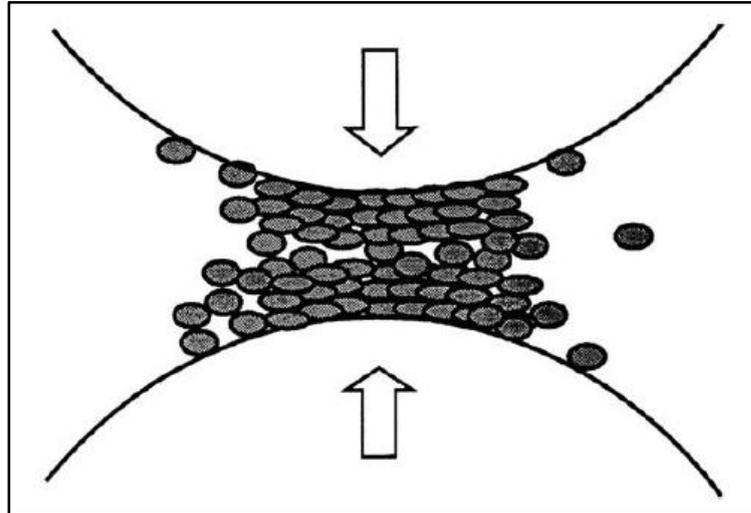
Fonte: Alves (2011).

No decorrer do sistema de MAE, os movimentos das esferas gerarão colisões em alta velocidade entre elas e os pós (conforme Figuras 9 e 10), formando, assim, compactos de pós. À medida que o tempo de moagem aumenta, há o aumento desses compactos, ou seja, a soldagem das partículas dos pós. Simultaneamente a soldagem, e devido à repetição dos impactos, ocorre deformação plástica nos compactos, com o passar do tempo esses se tornam encruados, dessa forma, são levados ao fenômeno de fratura frágil ou falha por fadiga.

Os fragmentos gerados por estes mecanismos continuam a ter suas dimensões reduzidas, chegando a um tamanho intermediário, entre as partículas refinadas e os

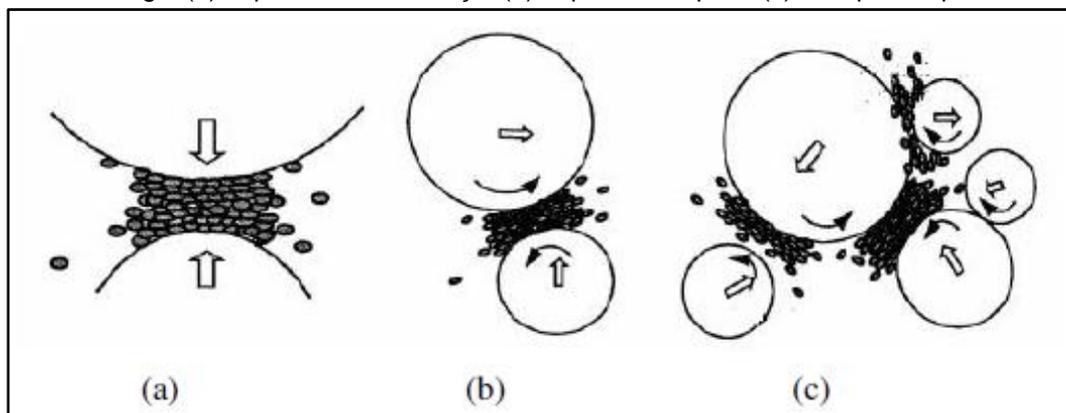
compactos. Com o aumento do tempo de moagem, é atingido o equilíbrio de forma-estado, quando é alcançado um balanço na taxa de soldagem e de fragmentação (Zhang, 2004), ou até que seja atingido um tamanho muito reduzido, da qual não possibilite mais a nucleação e propagação da trinca. Com isso, pode-se dizer que o equilíbrio entre a soldagem e a fratura foi alcançado e que dependendo do tempo de moagem, as partículas podem estar bem reduzidas (ZHANG et al., 2003).

Figura 9. Representação esquemática da colisão do material com as esferas



Fonte: Zhang (2004).

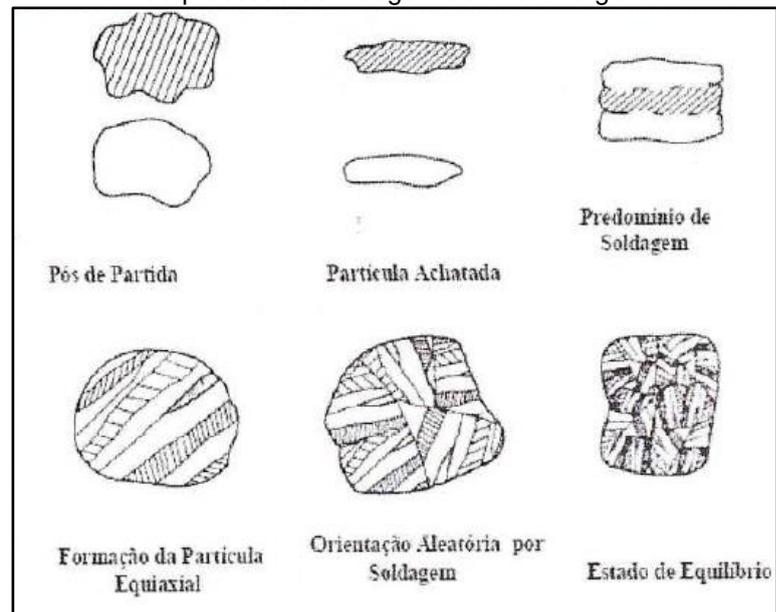
Figura 10. Representação esquemática das diferentes formas de impacto durante a moagem de alta energia (a) impacto sobre cabeça, (b) impacto oblíquo e (c) múltiplos impactos



Fonte: Zhang (2004).

Na Figura 11 observa-se que devido ao impacto continuado das bolas de moagem, a estrutura das partículas é constantemente refinada, sendo uma parte da energia perdida sob a forma de calor e outra quantidade pequena é utilizada na deformação elástica e plástica (SURYANARAYANA, 1987).

Figura 11. Evolução da morfologia esférica para morfologia equiaxial de uma partícula submetida ao processo de Moagem de Alta Energia



Fonte: Benjamin (1970).

2.6.1 Variáveis do processo de MAE

A Moagem de Alta Energia é um sistema complexo, e envolve a aprimoração de um número de variáveis para conseguir a fase e a microestrutura desejada do produto final (SURYANARAYANA, 2001).

Alguns dos parâmetros importantes que tem efeito direto na constituição dos pós são:

- Tipo de moinho;
- Recipiente de moagem;
- Velocidade de moagem;
- Tempo de moagem;
- Tipo, tamanho e distribuição de tamanho do meio de moagem;
- Relação entre a razão da massa das esferas e massa do pó;
- Volume ocupado pelo recipiente de moagem;
- Atmosfera de moagem;
- Agentes de controle de processo;
- Temperatura de moagem.

2.6.2 Tipos de moinho

Diversos tipos de moinho de alta energia são usados para produção de pós. Eles apresentam diferentes capacidades de moagem. Podem ser adaptados com resfriamento e aquecimento dependendo da necessidade e do processo.

2.6.2.1 Moinho Vibratório tipo Spex (Spex Shaker Mills)

Moinho Vibratório tipo *Spex* (Figura 12) é amplamente utilizado no processamento de moagem de materiais das áreas de metalurgia, materiais de construção, produtos químicos, mineração, entre outros (SOUSA, 2012).

Segue abaixo as principais características:

- Capacidade = 10 a 20 gramas;
- Fins = pesquisa;
- Possui uma jarra contendo amostra e bolas oscilando energicamente para frente e para trás, repetidas vezes por minuto;
- Alta velocidade de esferas, cerca de 5 m/s;
- Força de impacto da bola é de alta energia.

Figura 12. Moinho tipo Spex

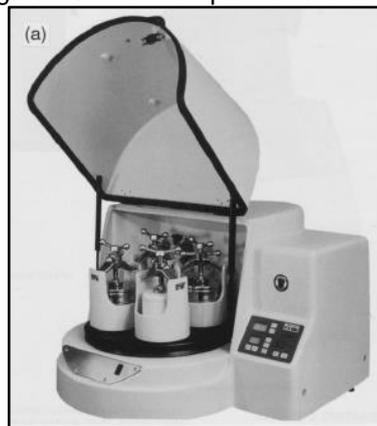


Fonte: Suryanarayana (2001).

2.6.2.2 Moinho planetário (Pulverisette)

O moinho planetário (Figura 13) é um modelo que é muito utilizado para moagem de alta energia, tem capacidade de moer pequenas quantidades de pós a cada moagem (PINTO, 2008).

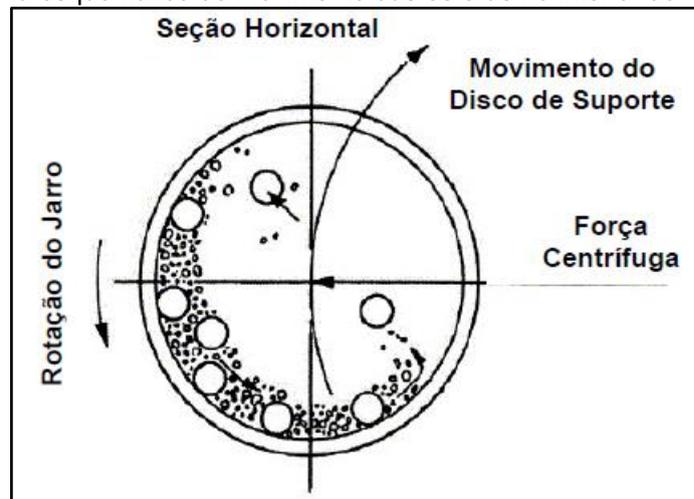
Figura 13. Moinho tipo Planetário Fritsh



Fonte: Suryanarayana (2001).

O moinho planetário possui este nome devido ao movimento imposto ao jarro de moagem, similar ao movimento dos planetas com rotação e translação (TAKIMI, 2004), como na Figura 14.

Figura 14. Diagrama esquemático do movimento das esferas no interior do recipiente de moagem



Fonte: Suryanarayana (2001).

A força centrífuga produzida pelo movimento de rotação em torno de seu próprio eixo e translação em torno do eixo do moinho do jarro provoca a interação dos corpos moedores entre si com as paredes do jarro. É ideal para moagem de ativação mecânica e ligas. A principal aplicação é no campo de investigação de materiais, para trituração rápida e fina, até nível coloidal, de amostras de laboratório secas ou em suspensão, misturas e homogeneização de emulsões e pastas (BEZERRA, 2013; TAKIMI, 2004).

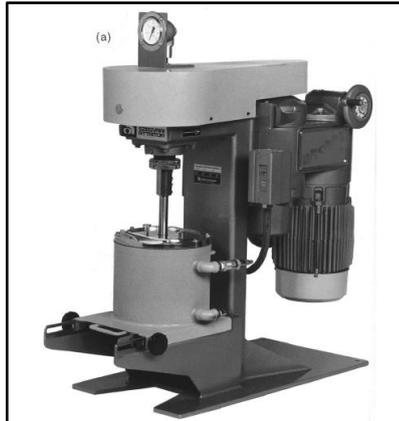
São várias as condições de moagem. Alguns moinhos permitem controlar a velocidade de rotação e translação do disco suporte e do recipiente sobre si mesmo de forma independente, aumentando a eficiência deste tipo de moinho (BEZERRA, 2013; TAKIMI, 2004).

São fabricados com Ágata (SiO_2); Nitrato de Silício "Syalon" (Si_3N_4), Corindo sintetizado - 1 (99.7% Al_2O_3), Corindo sintetizado - 2 (85% Al_2O_3), Metal duro Carboneto de Tungstênio (WC + CO), Aço - Cromo temperado (12%Cr + 2%C), Aço inoxidável Cromo - Níquel (18%Cr + 8%Ni) e Óxido de Zircônio (97% ZrO_2) (BEZERRA, 2013).

2.6.2.3 Moinho Atritor

Este tipo de moinho foi desenvolvido por Andrew Szegvari no ano de 1922, com o propósito inicial de moer rapidamente enxofre para adicionar a uma formulação de borracha líquida. Consiste em um tambor vertical com um eixo central que possui uma série de hastes horizontais ao longo do comprimento do eixo central (Figura 15). Nestes podem ser processadas grandes quantidades de pó (0,5~40kg) de cada vez. A velocidade da mídia de moagem (~0,5 m/s) é bem inferior à do agitador e à do planetário e, conseqüentemente, a energia dos atritores é menor (LINS, 2016; TAKIMI, 2004).

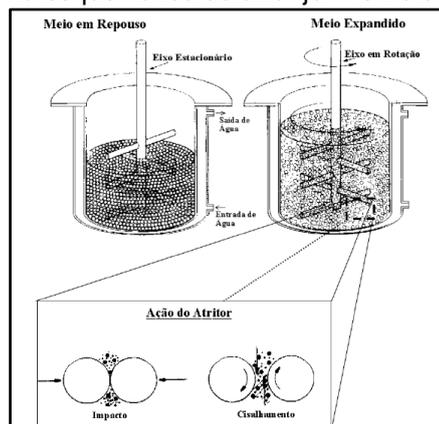
Figura 15. Moinho Atritor



Fonte: Suryanarayana (2001).

O funcionamento de um moinho atritor não é complexo. O pó a ser moído é depositado num tanque estacionário com a mídia de moagem acionamento do moinho faz o eixo central e as hastes horizontais girarem a altas velocidades (~250 rpm), o que provoca a movimentação dos corpos moedores, promovendo a interação entre esses, exercendo forças de cisalhamento e impacto, como pode ser visto esquematicamente na Figura 16 (LINS, 2016; TAKIMI, 2004).

Figura 16. Diagrama esquemático do arranjo interno de um moinho atritor



Fonte: Lins (2016).

2.6.2.4 Recipiente de moagem

O material usado na jarra (recipiente de moagem) é importante, pois devido ao impacto da mídia de moagem nas paredes internas do recipiente, algum material será desalojado e ser incorporado no pó. Isso pode contaminar ou alterar a composição química do pó. Existe a possibilidade de o material da composição do recipiente de moagem for diferente da composição pó, resultará também na contaminação do material. (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.3 Velocidade de Moagem

Quanto mais rápido a velocidade do moinho, maior será a energia aplicada na moagem do pó, no entanto existe uma limitação de velocidade que pode ser empregada, ou seja, ultrapassando a velocidade crítica, as bolas serão fixadas às paredes internas da jarra e não exercerão qualquer força de impacto entre elas e os pós. Assim sendo, a velocidade máxima deve ser logo abaixo deste valor crítico para que as bolas exerçam o máximo de energia de colisão.

Outra limitação para a velocidade máxima é que devido às altas velocidades (ou intensidade de moagem), a temperatura do frasco pode atingir um valor elevado. Isso pode ser vantajoso em alguns casos em que a difusão é necessária para promover homogeneização e / ou liga nos pós. Mas, em alguns casos pode ser uma desvantagem, porque o aumento da temperatura acelera o processo de transformação e resulta na decomposição de soluções sólidas supersaturadas ou outras fases metaestáveis formadas durante a moagem. Além disso, as altas temperaturas geradas também podem contaminar pós (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.4 Tempo de Moagem

Este é o parâmetro mais importante. Normalmente o tempo é designado para atingir um estado estável entre a fratura e a soldagem a frio das partículas de pó. Os tempos requeridos dependem do tipo de moinho a ser usado, intensidade da moagem, relação massa-pó e a temperatura da moagem. Estes tempos são definidos para cada combinação de parâmetros e para cada sistema de pó em particular (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.5 Tipo, tamanho e distribuição de tamanho do meio de moagem

Os tipos comuns de materiais usados para as esferas de moagem são o aço inoxidável, temperado, ferramenta e carbetos (WC-Co). No entanto, é desejável, sempre que possível, ter a jarra de moagem e as esferas feitas do mesmo material do pó a ser moído para evitar devidas contaminações (SURYANARAYANA, 2001).

Com relação ao tamanho das esferas, ela pode influenciar na eficiência da moagem. Um tamanho maior de esferas e com alta densidade é útil, pois com o maior

peso das esferas terá uma transferência de mais energia de impacto para as partículas de pó (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.6 Relação entre a razão da massa das esferas e massa do pó

A razão entre a massa das esferas e a do pó, mais conhecida pela sigla BPR – *Ball-to-powder weight ratio*, é considerada uma variável importante no processo de moagem. Os valores usados podem variar de 1:1 até 220:1. O valor de 10:1 é mais utilizado num moinho de menor capacidade, como do tipo *Spex*, mas quando o processo de moagem é realizado em um moinho de maior capacidade, o valor é de 50:1 ou 100:1. O BPR tem um efeito importante sobre o tempo necessário para atingir uma determinada fase do pó a ser processado, pois quanto maior o BPR, menor será o tempo (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.7 Volume ocupado pelo recipiente de moagem

Durante a interação entre as partículas de pó e as esferas, é impreterível que haja espaço suficiente para se movimentarem livremente na jarra. A extensão do volume do frasco com o pó e as bolas é importante. Se a quantidade das bolas e do pó é muito pequeno, então a taxa de produção é muito baixa. Por outro lado, se a quantidade for grande, então não haverá espaço suficiente para o movimento das esferas e assim a energia do impacto será menor. Com isso, tem que ter o cuidado para não sobrecarregar o frasco. É recomendado cerca de 50% do espaço do recipiente seja deixado vazio (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.8 Atmosfera de moagem

O primordial efeito da atmosfera de moagem é a contaminação do pó. Devido a isso, os pós devem ser moídos em recipientes que tenha sido realizado vácuo prévio ou preenchido com um gás inerte, como argônio ou hélio (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.9 Agentes de controle de processo

Durante o processo de moagem, as partículas de pó são soldadas a frio umas às outras, particularmente se forem de um material dúctil, ocorrendo à aglomeração dos pós. Com isso, é usado um agente controlador para reduzir a superfície de contato (SURYANARAYANA, 2001).

O Agente de Controle de Processo (PCA) (também conhecido como lubrificante) é adicionado à mistura do pó durante a moagem para reduzir o efeito da soldagem a frio. Os PCAs podem ser sólidos, líquidos ou gasosos. Eles atuam como agentes na superfície das partículas do pó minimizando a soldagem a frio e inibindo a aglomeração (SURYANARAYANA, 2001).

2.6.10 Temperatura de Moagem

A temperatura de moagem é outro fator importante na decisão da constituição do produto final (pó moído). Como o processo de difusão está diretamente envolvido na formação de fases da liga, independentemente de a fase final do produto ser um sólido solução, intermetálica, nanoestrutura ou fase amorfa, espera-se que a temperatura de moagem terá um efeito significativo em qualquer sistema de liga (SURYANARAYANA, 2001).

Parte da alta energia mecânica envolvida nas colisões dos corpos durante a MAE é dissipada na forma de calor, conseqüentemente, a temperatura do meio de moagem aumenta. Este aumento depende dos materiais envolvidos, da energia cinética das esferas de moagem que está fortemente associada ao acionamento mecânico do moinho, bem como o tempo de processamento (LACERDA, 2017).

2.7 COMPACTAÇÃO

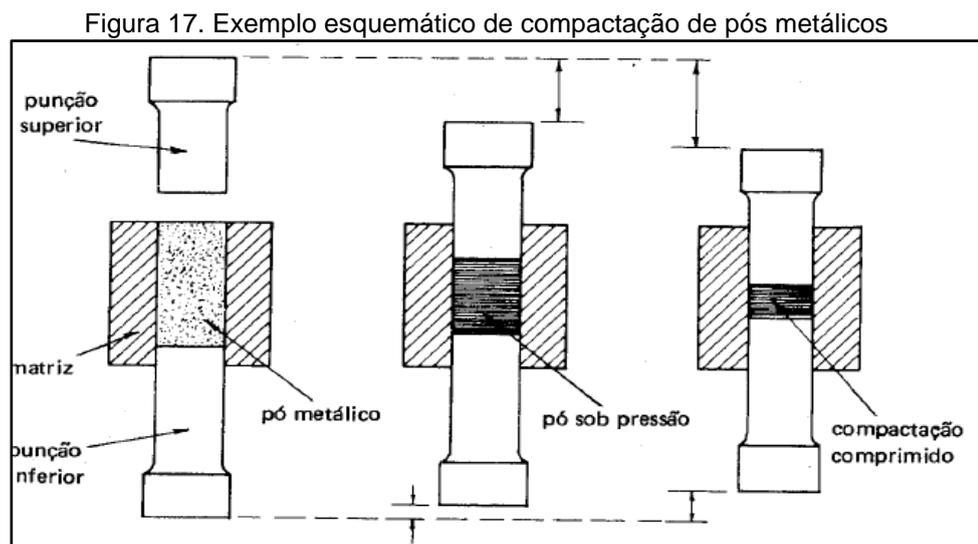
A compactação pode ser considerada a primeira das operações básicas da metalurgia do pó para obtenção dos produtos sinterizados. Seus objetivos são:

- Consolidar o pó na forma desejada;
- Verificar as dimensões finais desejadas, levando em conta as devidas considerações a quaisquer alterações dimensionais resultantes da sinterização;

- Conferir a resistência mecânica para permitir manuseio posterior;
- Conferir o imprescindível contato entre as partículas de pó, para que a operação de sinterização seja efetuada de modo mais eficaz (LIBERATI, 2001).

A compactação é feita colocando-se o pó em cavidades de matrizes montadas em prensas de compressão, particularmente fabricadas para a técnica de metalurgia do pó, da qual é comprimido à determinadas pressões de acordo com o tipo de pó que seja utilizado e com as características finais desejadas nas peças sinterizadas (CHIAVERINI, 1986).

A Figura 17 ilustra o esquema de compactação.



Fonte: Chiaverini (1986).

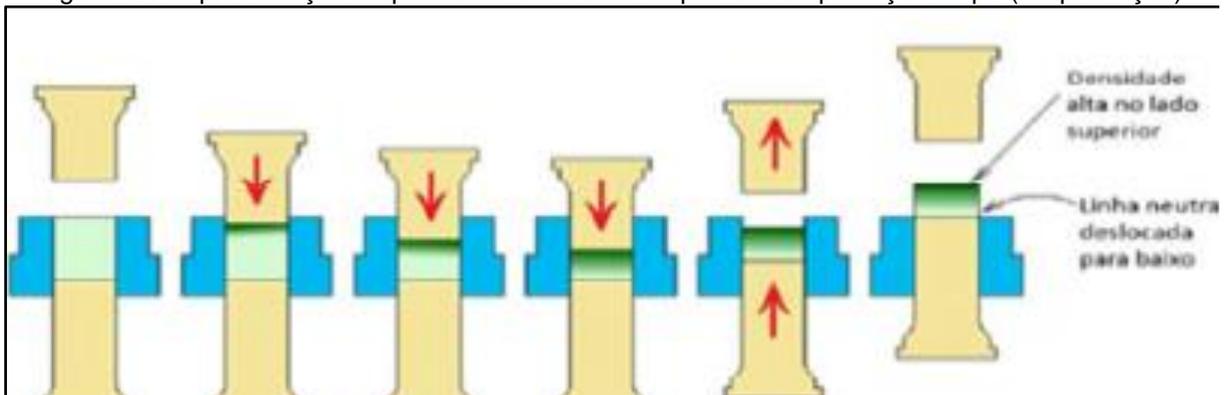
As etapas de compactação podem ser descritas como: enchimento, compressão e extração. Nesta primeira etapa há o enchimento da matriz com o pó por meio de um dispositivo de enchimento acoplado à prensa de compactação. A compressão ocorre pelo abaixamento do punção superior até penetrar na cavidade da matriz e entrar em contato com o pó; essa compressão é feita muitas vezes por ação hidráulica ou principalmente por ação mecânica. As pressões exercidas pelos deslocamentos dos punções (superior e inferior) é simultânea. Nos primeiros movimentos do punção, a compactação causa apenas o adensamento do pó, sem haver, contudo, deformação das partículas, bem como sem produzir adesão entre elas. Com o aumento da pressão, variando entre 1,6 a 9,3 t/cm², ocorre a deformação plástica das partículas, dando origem, assim, a uma espécie de "solda fria". Em

seguida tem-se a subida e retirada do punção superior e subida do punção inferior (MONTEIRO, 2016; CHIAVERINI, 1986).

A compactação gera uma peça com formato final ou aproximado à peça a ser fabricada, chamada de compactado verde. É muito frágil, e o manuseio inadequado pode “esfarelar” a peça. O projeto da peça é muito importante, porque pode acarretar nessa etapa a formação da zona neutra. Esta zona é uma região em que as partículas sofrem menos forças de compactação, que irá gerar uma peça final heterogênea, com zonas de propriedades distintas. Certos tipos de geometria de peça são inviáveis justamente devido à formação de zonas neutras (MONTEIRO, 2016).

Na Figura 18 são apresentadas as etapas de compactação.

Figura 18. Representação esquemática das várias etapas de compactação do pó (simples ação)



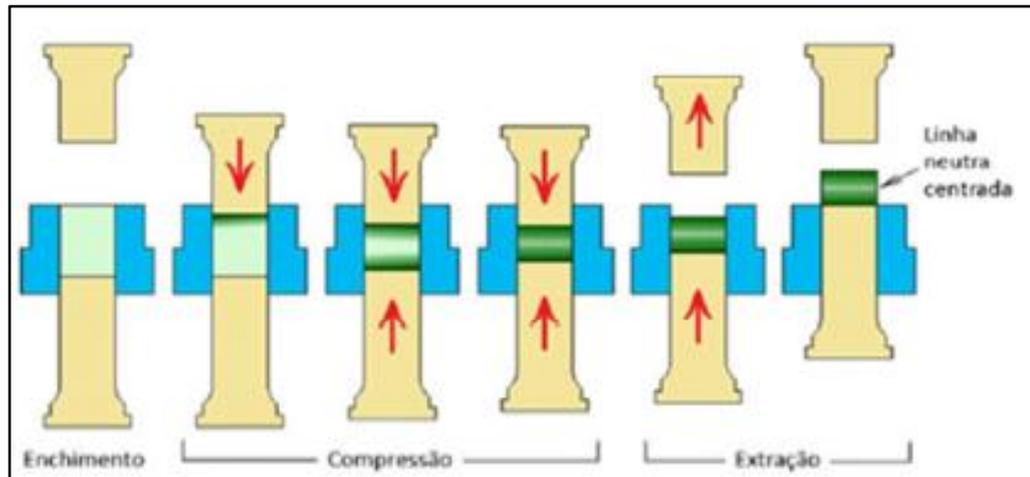
Fonte: Monteiro (2016)

Fonte: Monteiro (2016).

Há a possibilidade da utilização de uma compactação com dupla ação onde a força é exercida pelos dois punções (MONTEIRO, 2016).

A figura 19 ilustra o processo.

Figura 19. Representação esquemática das várias etapas de compactação do pó (dupla ação)



Fonte: Monteiro (2016).

2.8 SINTERIZAÇÃO

Esta etapa é fundamental, pois ela constitui a última fase do ciclo de consolidação dos pós metálicos (CHIAVERINI, 2001). A sinterização é, de fato, uma das tecnologias humanas mais antigas, originária do era pré-histórica com o disparo de cerâmica. A produção de ferramentas de esponja, o ferro também foi possível graças à sinterização. No entanto, foi somente após o ano de 1940 que a sinterização foi estudada fundamentalmente e cientificamente. Desde então, desenvolvimentos notáveis na ciência da sinterização foram feitos. Um dos usos mais importantes e benéficos da sinterização na era moderna é a fabricação de peças de todos os tipos, incluindo as partes metalúrgicas e a granel de componentes cerâmicos (KANG, 2005).

A sinterização é uma técnica de processamento usada para produzir materiais e componentes de pós metálicos e/ou cerâmicos, aplicando energia térmica. Consiste no aquecimento dos compactados verdes, a temperaturas elevadas, porém é geralmente abaixo do ponto de fusão do material (de $2/3$ a $3/4$ da temperatura de fusão da liga), por meio de um rigoroso controle de tempo, temperatura e meio ambiente. Como resultado as partículas que constituem o compactado ligam-se entre si e o material adquire os característicos desejados de densidade, dureza e resistência mecânica. (CHIAVERINI, 2001).

Existem dois tipos básicos de sinterização: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida.

Em um processo de sinterização, os parâmetros mais importantes são: temperatura, tempo e controle da partícula, pressão aplicada, formação de fase líquida, taxa de aquecimento e atmosfera do processo (MARCHI, 1999).

2.8.1 Sinterização por fase sólida

A sinterização na fase sólida ocorre em temperatura onde nenhum dos elementos do sistema atinge o ponto de fusão. Segundo MARCHI (1999), nesta etapa verifica-se a presença de quatro estágios: adesão, inicial, intermediário e final.

A etapa de adesão das partículas ocorre espontaneamente, quando as partículas soltas formam contatos em orientações aleatórias. Depois de ligadas, elas formam um arranjo com alta densidade de empacotamento e uma estrutura com contornos de grão de baixa energia.

A etapa inicial é caracterizada pela formação de contornos de grãos ou, por um crescimento do pescoço que se forma durante o contato estabelecido no processo de compactação. A redução da área superficial é superior a 50% do valor original.

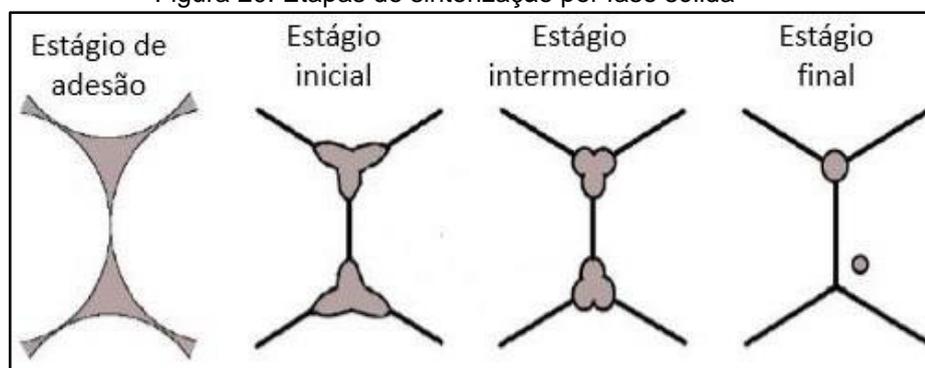
A etapa intermediária é a mais importante para obter taxas elevadas de densificação e identificar as características (propriedades) do compacto sinterizado. A densidade pode variar entre 70% a 92% da densidade teórica.

A diminuição da curvatura e área de superfície específica resultam num processo sinterização lenta, tendo o crescimento de grãos a partir desta etapa.

Na quarta etapa (final) tem como características principais o crescimento de grão, coalescimento de precipitados e o fechamento de poros dispersos na matriz. Nesta etapa, o transporte de material ocorre no estado sólido, por difusão volumétrica e através dos contornos de grão e, conseqüentemente, a taxa de densificação é bem menor que nas outras etapas. A porosidade total é inferior a 8%. A Figura 20 exemplifica todas as etapas citadas.

A Tabela 4 mostra o processo de densificação, diminuição da área superficial, densificação e coalescimento.

Figura 20. Etapas de sinterização por fase sólida



Fonte: Silva (2017).

Tabela 4. Características das etapas de sinterização

Estágios	Processo de Densificação	Perda de área superficial	Densificação	Coalescimento
Adesão	formação de contato	mínima, exceto para altas pressões	-	-
Inicial	crescimento de pescoço	significante >50%	pequena	mínimo
Intermediário	arredondamento dos poros e alongamento	perda da porosidade aberta	significante	aumento do tamanho de grãos e poros
Final	fechamento de poros, densificação final	desprezível	lenta e relativamente mínima	crescimento extensivo de grãos e poros

Fonte: Marchi (1999).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Esta etapa tem como objetivo descrever sucintamente a técnica e o procedimento utilizado no referente trabalho. Neste trabalho foram produzidas ligas de alumínio das séries AA 7XXX – AA 7009, AA 7011 e AA 7013 utilizando as técnicas de Metalurgia do Pó (MP).

Inicialmente para a obtenção das respectivas ligas, os pós foram submetidos à pesagem por meio de uma balança de precisão. Em seguida, procedeu-se o processamento dos pós por meio de moagem de alta energia (MAE) em um moinho do tipo Spex. Para caracterizar a microestrutura e a composição química qualitativa foram utilizados a Microscopia Ótica, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS); a investigação das fases formada, após a moagem de alta energia, foi realizada por Difração de Raios-X (DRX)

O pó processado foi submetido à compactação uniaxial e frio em uma prensa hidráulica obtendo-se uma amostra de compactado verde. Logo após a compactação, as amostras foram submetidas ao processo de aquecimento (sinterização) em um forno tipo mulfla.

Após a sinterização, as amostras foram seccionadas em uma máquina de corte (policorte). Posteriormente com as amostras cortadas, foram embutidas, lixadas e polidas. Para caracterizar a estrutura e a composição química qualitativa das amostras sinterizadas foi utilizado o mesmo Microscópio Ótico, Microscópio Eletrônico de

Varredura (MEV) equipado com Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) utilizada na caracterização dos pós. Por fim, para caracterização mecânica, que consiste na determinação da dureza *Vickers*, utilizou-se um microdurômetro.

3.1 MATERIAIS

Os pós de partidas que foram usados no presente trabalho são de alumínio AA1100 (comercialmente puro), com 99,00% de pureza, nanoparticulado, produzido pela Alcoa Alumínio S/A e o pó de Zn da Dinâmica Química Contemporânea Ltda. Na Tabela 5 é apresentada sua composição.

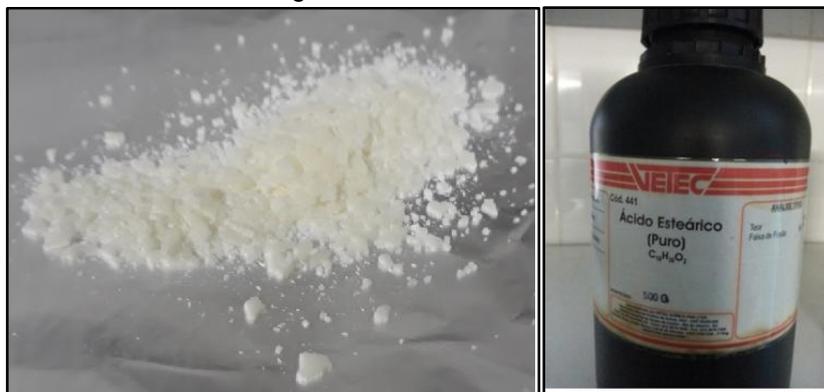
Tabela 5. Composição química do alumínio AA 1100

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Al
Composição %	0,95 (Si+Fe)		0,05-0,2	0,05	0,1	99

Fonte: Adaptado de ASM HandBook (1990).

O ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$) foi utilizado como agente controlador do processo (*PCA – Process Control Agente*), Figura 21. De acordo com SOUSA (2012), este agente controlador reduz o atrito, evitando o excesso de soldagem a frio entre as partículas pó durante a moagem (Figura 22).

Figura 21. Ácido esteárico



Fonte: Lacerda (2017).

Figura 22. Diferença entre MAE sem e com PCA



Fonte: Sousa (2012).

O álcool isopropílico (C_3H_7OH – 99,82% de pureza) é utilizado principalmente para a retirada de impurezas da jarra (lavagem) e para o banho da moagem, sendo o volume suficiente para cobrir as esferas na jarra.

Para a produção das ligas AA 7009, AA 7011 e AA 7013 foram utilizados os seguintes elementos especificados de acordo com suas composições. Em Ligas da série 7XXX, o Zinco é o elemento de destaque com maior composição (Tabela 6).

Tabela 6. Composição química das ligas de alumínio AA 7009, AA 7011 e AA 7013

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Al
AA 7009	0,2	0,6	0,6-1,3	0,1	0,1-0,25	5,5-5,6	0,2	Restante
Comp. % AA 7011	0,15	0,2	0,05	0,1-0,30	0,05-0,2	4,0-5,5	0,05	Restante
AA 7013	0,6	0,7	0,1	1,0-1,5	-	1,5-2,0	-	Restante

Fonte: Adaptado de ASM HandBook (1990).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Pesagem dos Pós

As massas dos pós elementares foram pesadas utilizando-se uma balança analítica (Figura 23) do Laboratório do Departamento de Engenharia Mecânica, com precisão de 4 casas decimais, da marca SHIMADZU ATI224.

Figura 23. Balança analítica



Fonte: O Autor (2018).

A Tabela 7 mostra a quantidade de massa (g) utilizada na moagem de alta energia para a fabricação das ligas de alumínio. A massa total calculada para processamento dos pós é 12g + ácido esteárico (2% da massa total), totalizando 12,24g (pó).

Tabela 7 - Parâmetros de moagem utilizados no trabalho

Amostra	Tempo de Moagem	Al Puro (g)	Si (g)	Fe (g)	Cu (g)	Mn (g)	Zn (g)	Ti (g)	ACP (g)	Massa da Esfera (g)
AA 7009	0,5h	11,0887	0,0241	0,0244	0,1563	0,0121	0,6722	0,0245	0,2439	120
	1,0h	11,0881	0,0243	0,0247	0,1564	0,0126	0,6720	0,0241	0,2415	120
	2,0h	11,0883	0,0243	0,0246	0,1565	0,0125	0,6725	0,0245	0,2406	120
AA 7011	0,5h	11,2522	0,0182	0,0244	0,0068	0,0360	0,6663	0,0065	0,2402	120
	1,0h	11,2510	0,0184	0,0244	0,0062	0,0036	0,6602	0,0064	0,2412	120
	2,0h	11,2520	0,0183	0,0246	0,0062	0,0363	0,6660	0,0061	0,2404	120
AA7013	0,5h	11,6523	0,0723	0,0843	0,0122	0,1816	0,2410	-	0,2412	120
	1,0h	11,6524	0,0725	0,0844	0,0124	0,1841	0,2407	-	0,2437	120
	2,0h	11,6522	0,0724	0,0846	0,0122	0,1805	0,2435	-	0,2414	120

Fonte: O Autor (2018).

3.2.2 Moagem de alta energia dos pós

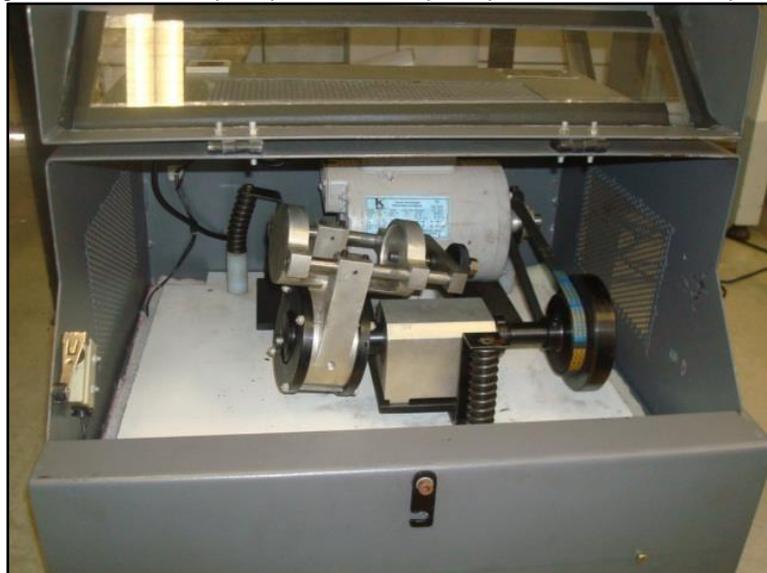
A moagem dos pós foi feita pelo método de moagem de alta energia, para que durante o processamento de misturas haja homogeneização e incorporação dos elementos de liga, principalmente o pó de Zn.

Para este procedimento foi utilizado um moinho vibratório de alta energia do tipo Spex com 720 rpm, pertencente ao Laboratório de Materiais Compósitos (COMPOLAB) que integra parte do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), está representado na Figura 24. Este tipo de moinho apresenta uma característica no processo de moagem. Devido a

movimentação de seu cabeçote, ele faz uma trajetória em formato de infinito (∞), que aliado a sua rotação garante o processo.

Os pós foram colocados na jarra (recipiente de moagem) fabricada em aço inox 304L e como corpo de moagem foi utilizado esferas metálicas. A relação de massa de esfera/massa de pó foi de 10:1; ou seja, para cada 120g de esferas foram utilizadas 12g de massa dos pós. O tempo de moagem dos pós foi estabelecido em 0,5h; 1,0h e 2,0h. No total foram processadas 9 amostras, cada liga foi processada no tempo correspondente.

Figura 24. Moinho tipo Spex utilizado para processamento dos pós



Fonte: Araújo (2011).

3.2.3 Compactação

Após o processamento dos pós no moinho de alta energia, posteriormente foram compactados uniaxialmente a frio em uma matriz metálica de aço 304L, a matriz é do tipo cilíndrico com furo concêntrico dotada de base com ressalto e punção cilíndrico passante. conforme Figura 25. Nessa matriz foi colocada uma quantidade de 5g de pó de cada amostra.

Figura 25. Matriz de compactação uniaxial



Fonte: Lacerda (2017).

A matriz possui um diâmetro interno de 17,00 mm, altura de 56 mm, o diâmetro do punção possui um valor de 16,80 mm e altura de 72,00 mm.

Com a quantidade exata de massa das ligas colocada na matriz, os pós foram compactados uniaxialmente a frio por meio de uma prensa hidráulica com capacidade para 100 ton, obtendo o compactado verde das amostras. Essa prensa (Figura 26) pertence ao Laboratório de Materiais Compósitos (COMPOLAB) do Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da UFPE.

Figura 26. Prensa hidráulica usada para compactação



Fonte: O Autor (2018).

Os pós foram compactados a uma carga de 40 toneladas ($22,70 \text{ ton/cm}^2$) com o tempo de compactação de 10 minutos. Com a compactação dos pós, é obtido o compactado verde, que atingiu uma geometria com 17,00 mm de diâmetro e 9,15 mm de espessura, de acordo com a Figura 27.

Figura 27. Amostras de compactado verde



Fonte: O Autor (2018).

3.2.4 Sinterização

Logo após a compactação, as amostras (compactado verde) foram sinterizadas num forno tipo Mufla da marca W-One da EDG Equipamentos. A Figura 28 mostra o modelo do forno.

Figura 28. Forno tipo Mufla utilizado no trabalho



Fonte: O Autor (2018).

As amostras foram sinterizadas durante 5h a uma temperatura de $500 \text{ }^\circ\text{C}$, com uma taxa de aquecimento de $20 \text{ }^\circ\text{C/min}$. Com o término do aquecimento o forno foi desligado e a temperatura resfriada calmamente dentro do forno até permanecer na temperatura ambiente com uma taxa de resfriamento foi de $0,459 \text{ }^\circ\text{C/min}$.

3.2.5 Difração de Raios-X (DRX)

A Difração de Raio-X é uma ferramenta experimental bastante poderosa, é usada principalmente para medir a estrutura cristalina dos mais diversos materiais. Esta difração é o resultado da radiação espalhada por um conjunto regular de centros de difusão, cujo espaçamento é da mesma ordem de grandeza do comprimento de onda da radiação (SHACKELFORD, 2008).

No presente trabalho foi utilizada a técnica de difração de raios-x denominada método do pó, a fim de avaliar a formação das estruturas cristalinas após o processamento dos pós na moagem de alta energia identificando as fases presentes (SILVA, 2017).

O difratômetro usado neste trabalho (Figura 29) para as medições foi o Shimadzu, modelo XRD-7000, pertencente ao Laboratório de Compósitos (COMPOLAB), da qual integra o Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE.

Figura 29. Difratômetro pertencente ao COMPOLAB



Fonte: O Autor (2018).

As informações do Difratômetro de Raios – X (DRX) sobre as medições estão apresentadas na Tabela 8:

Tabela 8. Parâmetros de medição DRX (DRX SHIMADZU - XRD-7000)

Tipo de medição	Standards
Faixa de medição	5° - 120°
Velocidade de medição	1°/min
Ângulo de varredura	$\theta - 2\theta$
Voltagem	40 kV
Corrente	3mA

Fonte: O Autor (2018).

3.2.6 Microscopia Ótica

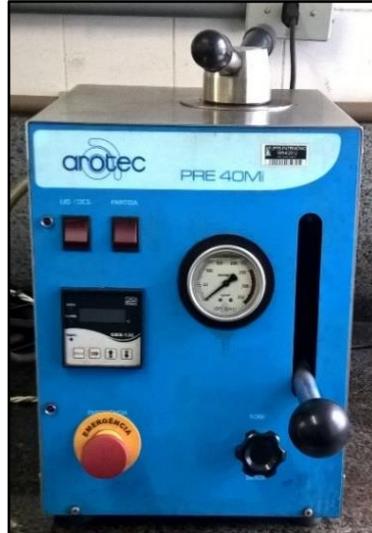
Para a análise no microscópio ótico, foram utilizadas as amostras sinterizadas. Elas foram cortadas (particionadas) em uma “*cut-off*”, foi usado uma máquina de policorte, da marca Arotec, modelo COR 80, Figura 30, pertencendo ao Laboratório de Metalografia do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE, sendo usado como meio cortante um disco de corte abrasivo (óxido de silicato). O principal objetivo do corte foi obter para estudo as secções superficiais e transversais.

Figura 30. Máquina de corte, modelo COR 80



Fonte: Arotec.

Figura 31. Prensa embutidora, Arotec – PRE 40Mi



Fonte: O Autor (2018).

Logo após o processo de corte dos materiais, as amostras foram submetidas ao processo de embutimento a quente, na qual cada amostra particionada foi colocada em uma prensa de embutimento com a face superficial e transversal para baixo em contato com o embolo inferior da prensa, em seguida coloca-se a resina (baquelite), posteriormente, fecha-se o embolo superior, iniciando o processo de embutimento. A pressão aplicada durante o processo é entre 125 e 150 KgF/mm². A prensa utilizada neste trabalho é da marca Arotec, modelo PRE 40Mi, conforme Figura 31.

Com as amostras embutidas, a etapa subsequente é a de lixamento. A técnica utilizada para o lixamento foi a manual, que consiste em lixar a amostra sucessivamente com lixa de granulometria cada vez menor. Para este trabalho foram utilizadas as lixas d'água com granulometrias de 180, 240, 320, 600, 800, 1000, 1200.

Após o lixamento, a próxima etapa é a do polimento, que tem como principal função eliminar os riscos e marcas da superfície. Para o polimento das amostras foi utilizada uma pasta de diamante, dando um melhor acabamento para a amostra, pano de polimento adequado. A politriz usada no polimento é da marca Arotec, modelo Aropol 2V, pertencente ao Laboratório de Metalografia do DEMEC – UFPE (Figura 32).

Figura 32. Politriz para polimento, Arotec – Aropol 2V



Fonte: O Autor (2018).

Para a análise de microscopia ótica as amostras foram submetidas ao ataque químico, cujo propósito deste ataque é revelar os contornos de grãos, a morfologia e as diferentes fases na microestrutura da amostra estudada e eventualmente identificar também as impurezas presentes. O ataque químico das superfícies de cada amostra foi realizado por meio de uma solução aquosa de ácido fluorídrico a 0,5% durante o tempo de 40 segundos. Para este procedimento foi utilizado um Microscópio Ótico da marca Olympus modelo BX51M, mostrado na Figura 33, com imagens sendo capturadas pelo programa AnalySIS. A ampliação das amostras foi de 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x, nas vistas superficiais e transversais.

Figura 33. Microscópio Ótico Olympus – BX51M



Fonte: O Autor (2018).

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

Realizado no Microscópio Eletrônico de Varredura, no Laboratório de Microscopia e Análise Macroestrutural (LAMAM) do DEMEC - UFPE, modelo TM 3000 HITACHI. As amostras foram analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS), conforme o aspecto microestrutural da parte interna do material é possível saber se houve a incorporação do reforço pela matriz, distribuição uniforme, presença de porosidades e interface matriz-reforço consolidada. Na Figura 34 é apresentado o MEV utilizado para análise.

Figura 34. MEV modelo TM 3000 HITACHI



Fonte: O Autor (2018).

3.2.8 Microdureza Vickers

O ensaio de dureza Vickers foi realizado conforme ASTM E-384 (2011) no Microdurômetro Emcotest, modelo Durascan, do Laboratório de Compósitos (COMPOLAB) do DEMEC - UFPE, conforme Figura 35. Neste trabalho foi usado a carga de 200 g com ampliação de 60x durante o tempo de 15s, foram feitas 5 endentações nas faces superficiais e transversais para cada amostra.

Figura 35. Microdurômetro utilizado no trabalho



Fonte: O Autor (2018).

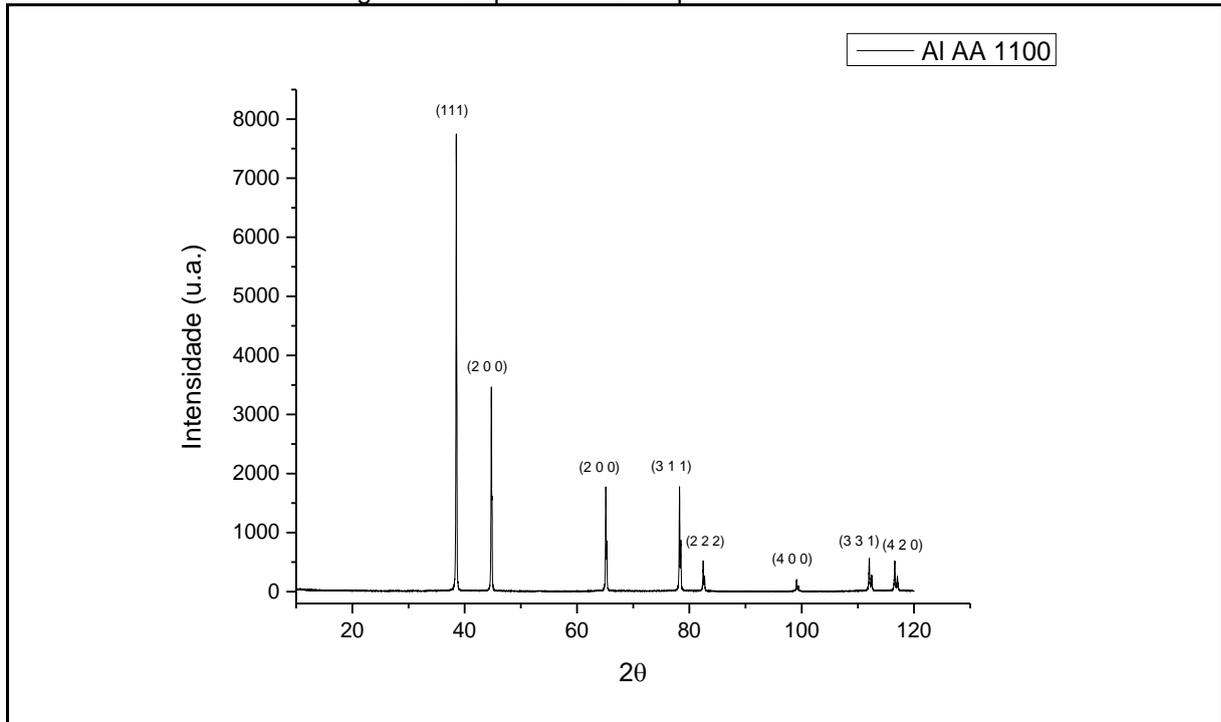
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta fase do trabalho foram apresentados os resultados e discussões pertinentes à pesquisa, direcionados para o alcance dos objetivos e em concordância com o descrito no item Materiais e Métodos. A base de comparações, foi o resultado o alumínio AA 1100. A caracterização dos pós processados por moagem de alta energia foi obtida por difração de raios-X. O MEV demonstrou a evolução das partículas de grãos dos pós processados e sinterizados. O MO contribuiu para identificar a morfologia das amostras sinterizadas. A Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X contribuiu para identificar os elementos de ligas presente nas amostras de pós e nas amostras sinterizadas. A caracterização mecânica foi estabelecida pelo ensaio de microdureza Vickers, mostrando que o aumento de dureza é diretamente proporcional ao tempo de moagem.

4.1 DIFRAÇÕES DE RAIOS-X

A Figura 36 representa o espectro de raios – X para o Al AA 1100. No Difratoograma da Figura 36, o alumínio apresenta estrutura CFC, conforme a literatura este tipo de estrutura deve ter os valores dos índices de Miller (h, k e l) todos os números pares ou ímpares (CALLISTER, 2012).

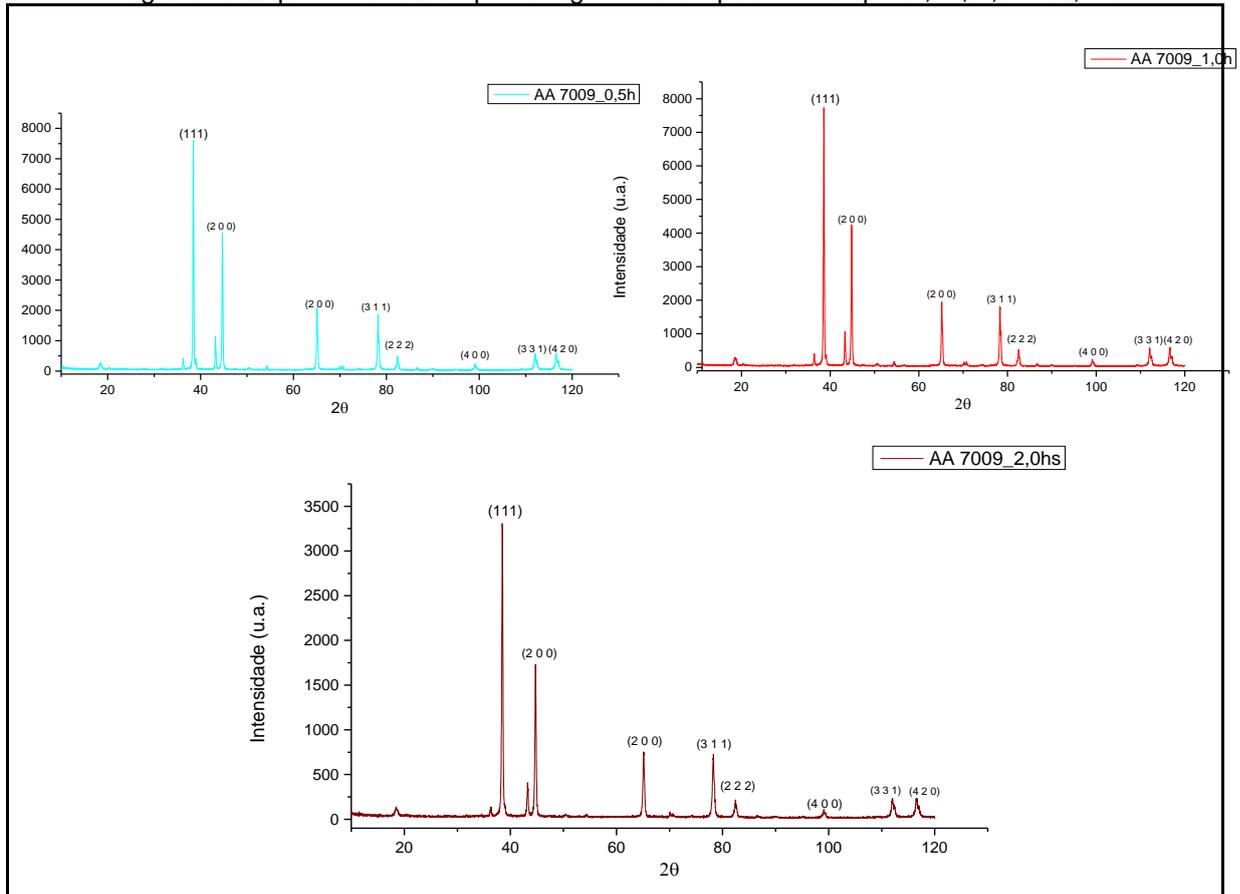
Figura 36. Espectro de DRX para o Al AA 1100



Fonte: O Autor (2018).

Figura 37 são apresentados os difratogramas das amostras de pós da liga de alumínio AA 7009, com o tempo de processamento 0,5h, 1,0h e 2,0h minutos de moagem de alta energia. Observa-se que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tipos de moagem. Nota-se uma variação de intensidade dos picos com relação à liga processada durante 2,0h, apesar da mudança na intensidade dos picos, os valores de ângulos de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA 1100) são os mesmos. Eventualmente outras fases dos elementos de ligas adicionados ao AA 1100 não foram identificados, pois ficou abaixo da resolução do equipamento inferior a 5%.

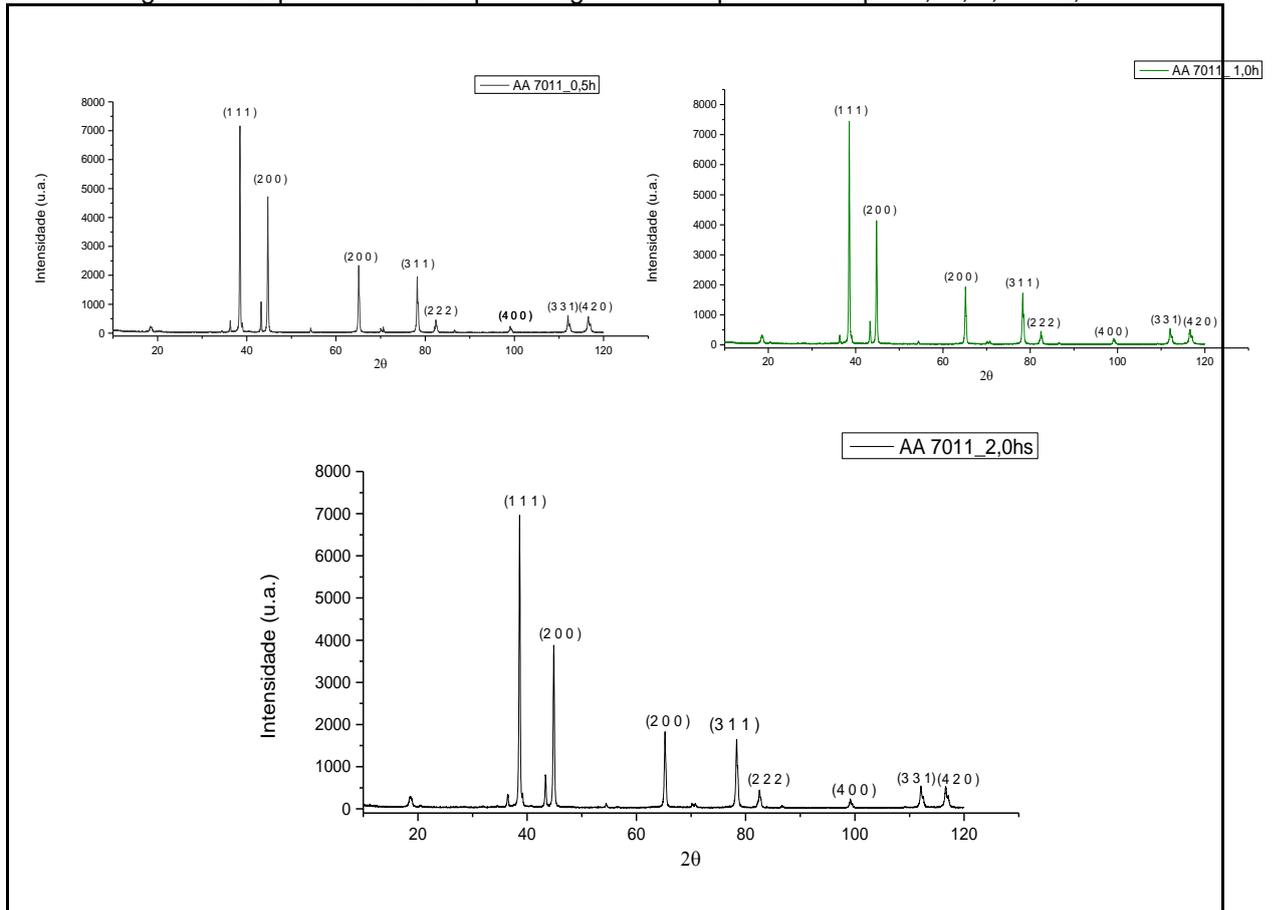
Figura 37. Espectros de DRX para a liga AA 7009 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h



Fonte: O Autor (2018).

Na Figura 38 são apresentados os difratogramas das amostras de pós da liga de alumínio AA 7011, com o tempo de processamento 0,5h, 1,0h e 2,0h de moagem de alta energia. Observa-se que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tipos de moagem, apresentam os mesmos valores de ângulo de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA 1100). Outras fases dos elementos de ligas adicionados ao AA 1100 não foram identificados, pois ficou abaixo da resolução do equipamento inferior a 5%.

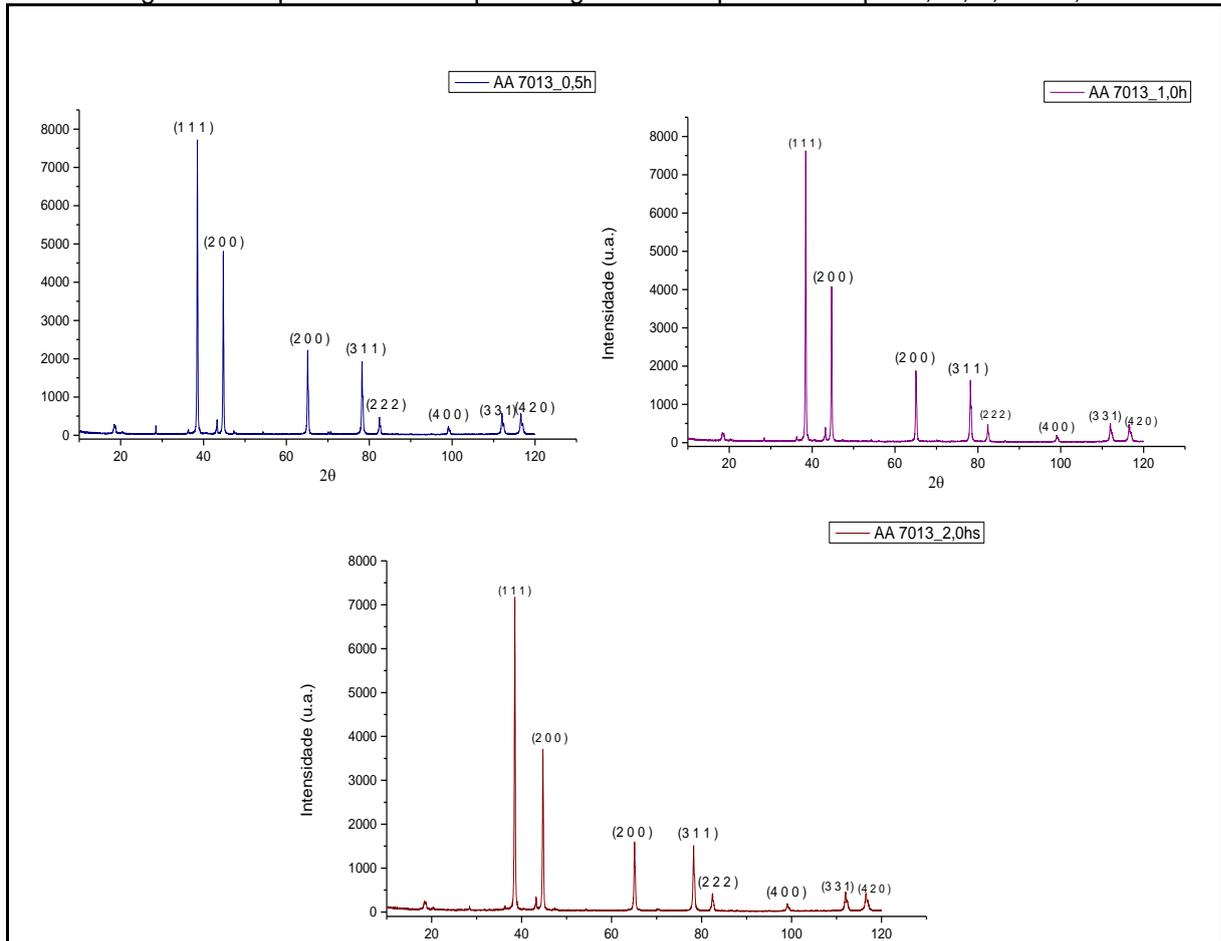
Figura 38. Espectros de DRX para a liga AA 7011 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h



Fonte: O Autor (2018).

Na Figura 39 são apresentados os difratogramas das amostras de pós da liga de alumínio AA 7013, com o tempo de processamento 0,5h, 1,0h e 2,0h de moagem de alta energia. Observa-se que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tipos de moagem, apresentam os mesmos valores de ângulo de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA 1100). A identificação de outras fases de elementos de liga adicionados ao AA 1100 não foram identificados, pois ficou abaixo da resolução do equipamento inferior a 5%.

Figura 39. Espectros de DRX para a liga AA 7013 processada por 0,5h, 1,0h e 2,0h



Fonte: O Autor (2018).

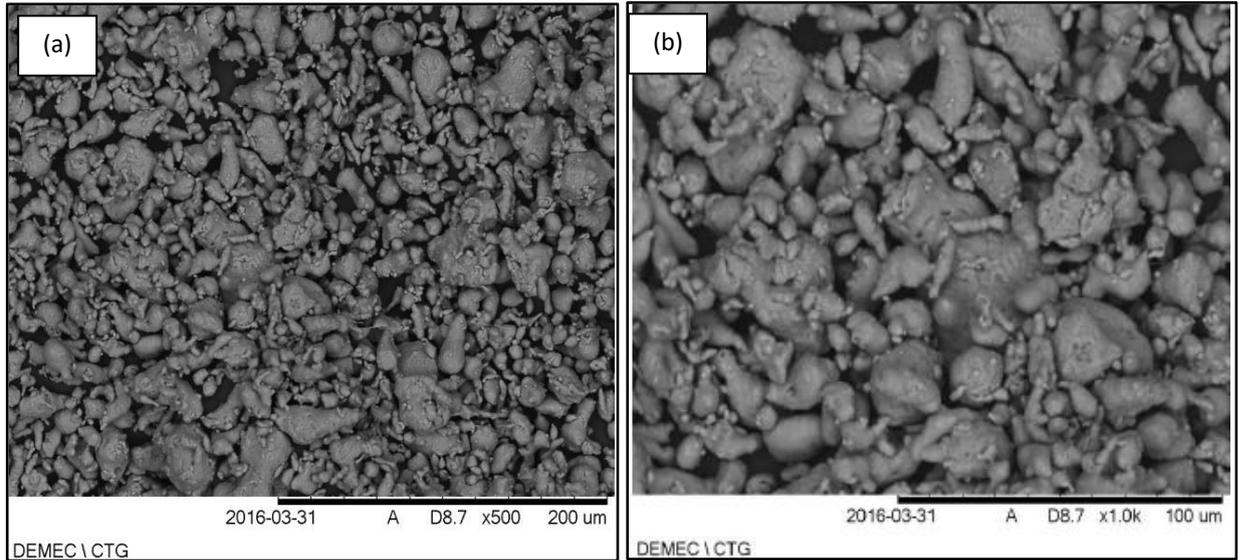
4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA DE BAIXA ENERGIA DISPERSIVA

Este tópico apresenta os resultados das análises de MEV e EDS para as amostras de pós e sinterizadas das ligas processadas Al AA 1100, AA 7009, AA7011 e AA 7013.

4.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva das amostras de pós

A Figura 40 (a, b) apresenta as imagens de MEV do pó de Al AA 1100 (alumínio comercialmente puro), como recebido, utilizado neste trabalho.

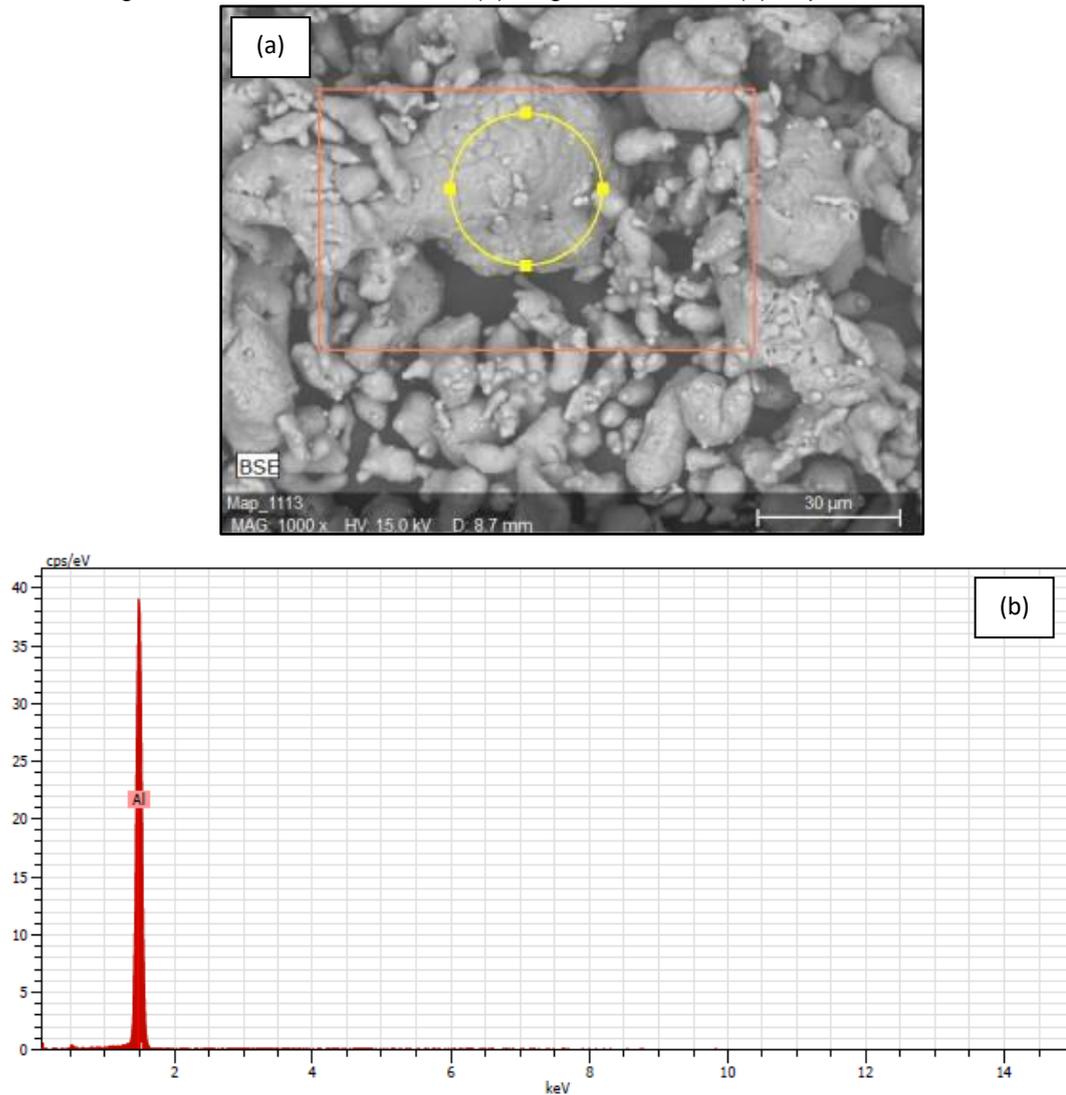
Figura 40. Imagem de Mev – Al AA 1100. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x



A Figura 40 destaca a morfologia original, predominantemente esférica (grãos equiaxiais) do Al AA 1100 recebido para pesquisa, sem reforço e sem sofrer o processo de moagem de alta energia (MAE). Essa morfologia é típica de material dúctil e de pó fabricado pelo método de atomização a ar, que promove a solidificação do metal em partículas finamente divididas.

A Figura 41 (a,b) apresenta o espectro de EDS do pó de Al AA 1100. A análise de EDS do AA 1100 demonstra apenas o espectro de Al na composição. É importante ressaltar que não foi identificada a presença de contaminação neste pó.

Figura 41. EDS do Al AA 1100. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



As Figuras 42 a 44 apresentam as imagens de MEV para a liga processada AA 7009 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h. Para a amostra de pó processada no moinho de alta energia durante 0,5h, a liga de alumínio AA 7009 apresentou uma morfologia relativamente achatada e irregular. Observa-se que com o aumento do tempo de moagem para 1h, as partículas começam a diminuir e ficar menos achatadas e em 2h, a morfologia dos pós vai tendendo para uma forma mais regular.

Figura 42. Imagem de MEV da liga AA 7009_0,5h. (a) Aumento de 200x; (a) aumento de 500x

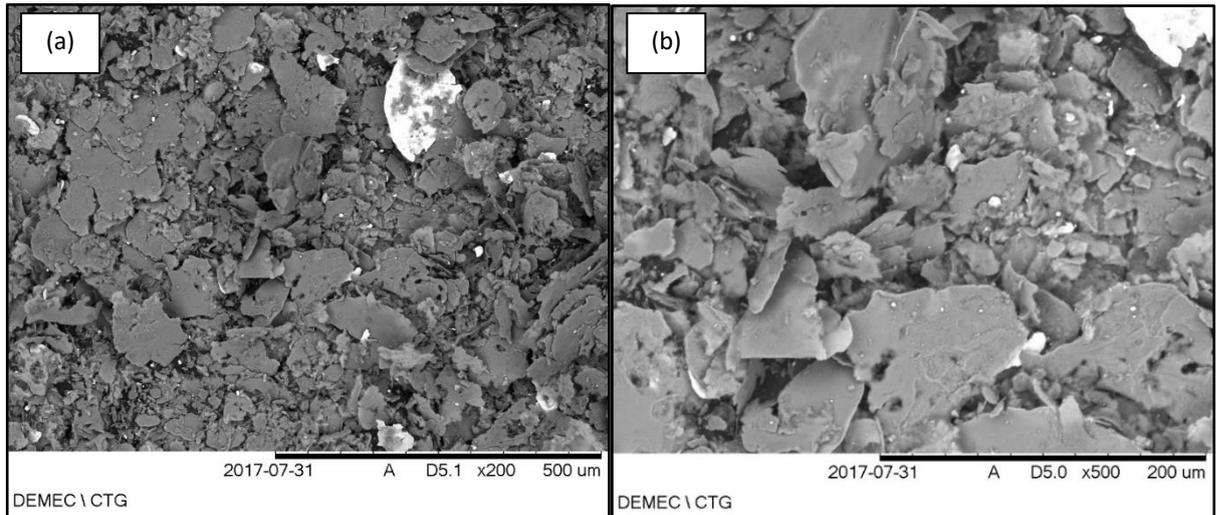


Figura 43. Imagem de MEV da liga AA 7009_1,0h. (a) aumento de 500x; (a) aumento de 1000x

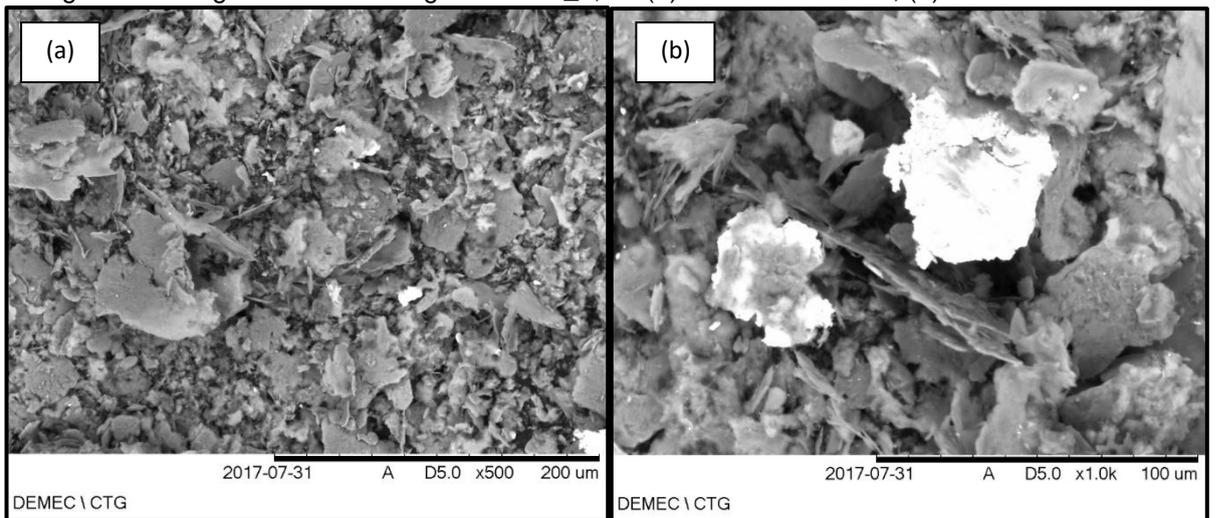
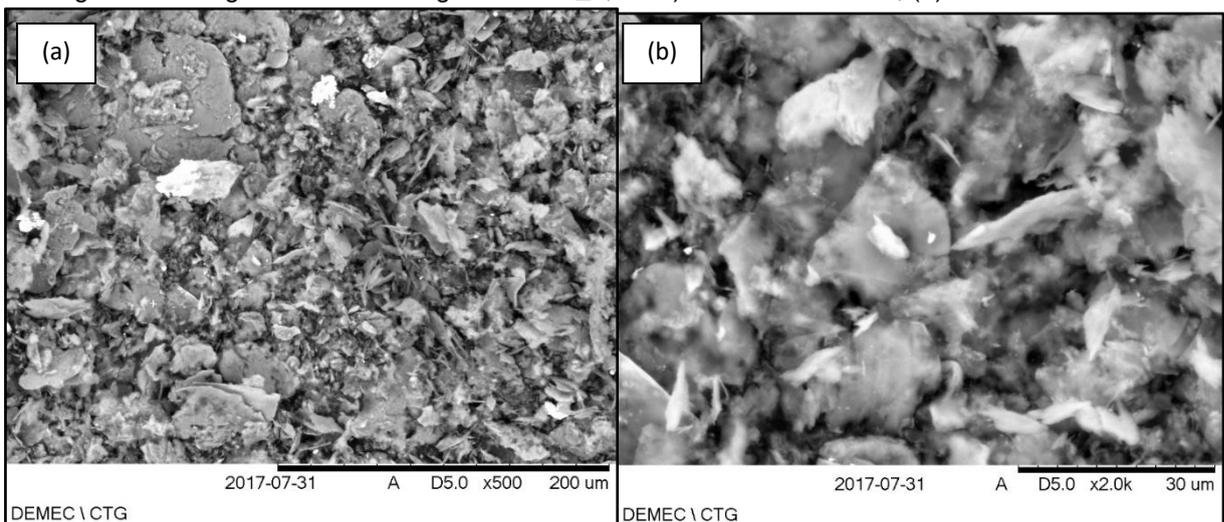


Figura 44. Imagem de MEV da liga AA 7009_2,0h. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 2000x



As Figuras 45 a 47 apresentam as imagens de MEV para a liga processada AA 7011 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

As Figuras 45, 46 e 47 mostram a evolução das partículas da liga de alumínio AA 7011 processadas nos moinho de alta energia durante 0,5h, 1,0h e 2,0h. Nelas pode-se observar a mudança de partículas achatadas, Figura 45(a); para partículas mais uniformes, Figura 46(a); enquanto na moagem de 2,0h, Figura 47(a), as partículas estão mais deformadas e ligeiramente arredondadas.

Figura 45. Imagem de MEV da liga AA 7011_0,5h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 500x

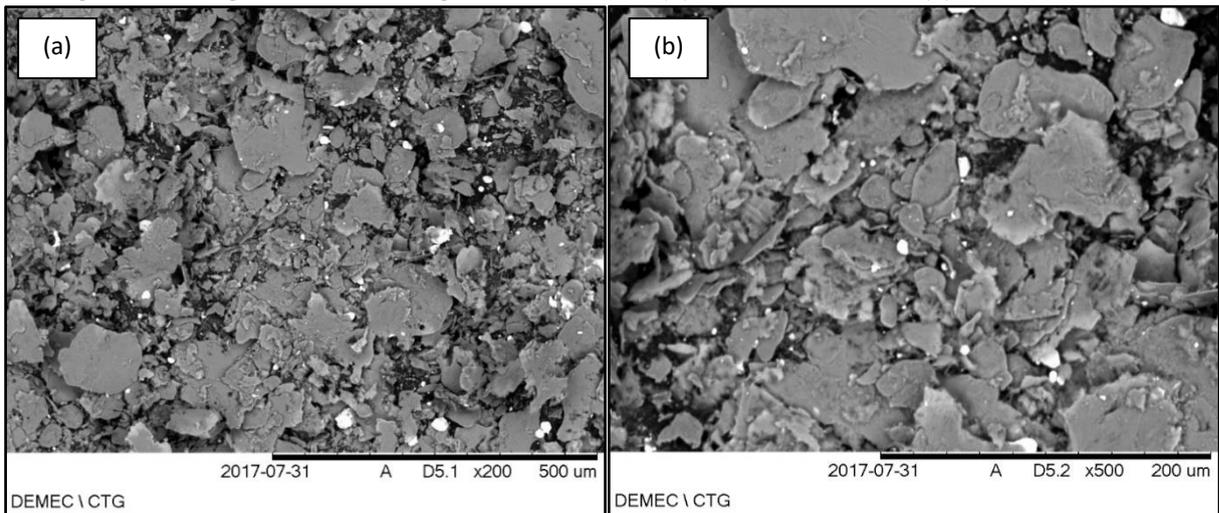


Figura 46. Imagem de MEV da liga AA 7011_1,0h. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x

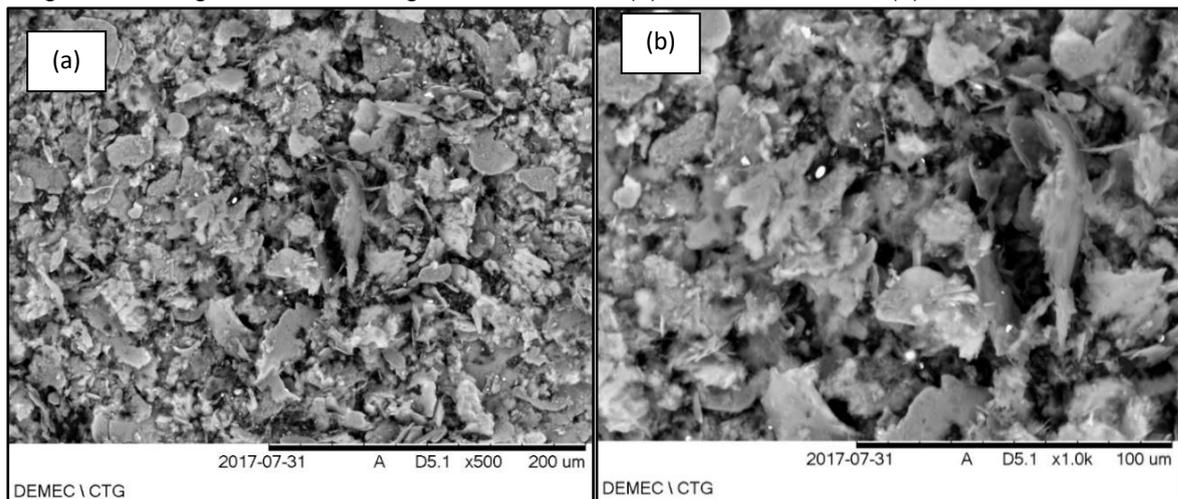
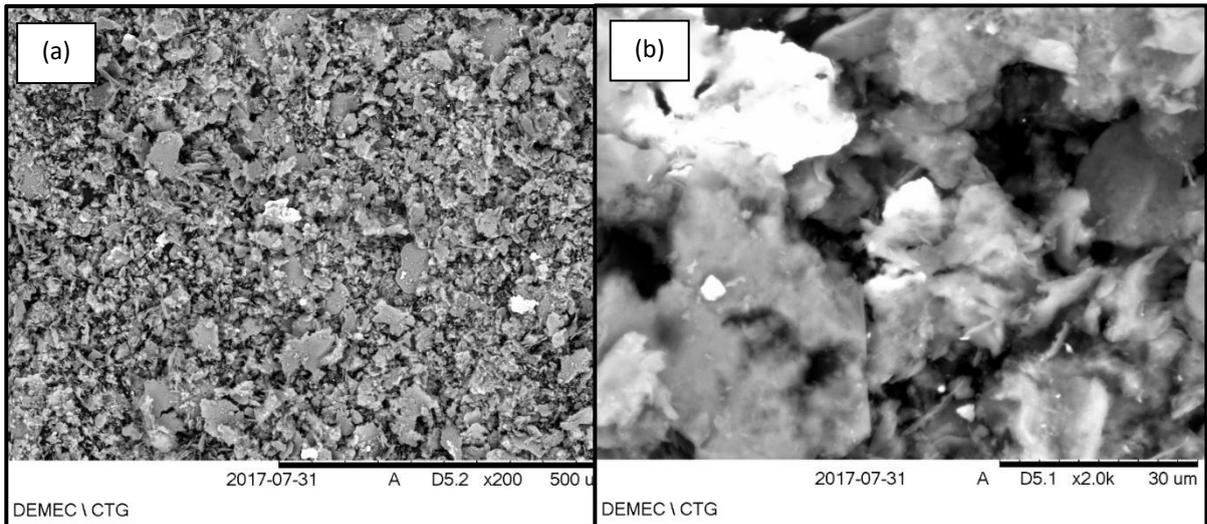


Figura 47. Imagem de MEV da liga AA 7011_2,0h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 2000x



As Figuras 48 a 50 apresentam as imagens de MEV para a liga processada AA 7013 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

Para a liga de alumínio AA 7013 processada durante 0,5h no moinho de alta energia, apresenta uma morfologia similar às das ligas anteriores, irregular e achatada, Figura 48(a). A Figura 49(a) processada durante 1,0h observa-se uma morfologia mais uniforme. Durante o tempo de moagem de 2,0h ficou evidente que as partículas de pós ficam mais finas, deformadas com uma morfologia refinada.

Figura 48. Imagem de MEV da liga AA 7013_0,5h. (a) aumento de 200x; (b) aumento de 500x

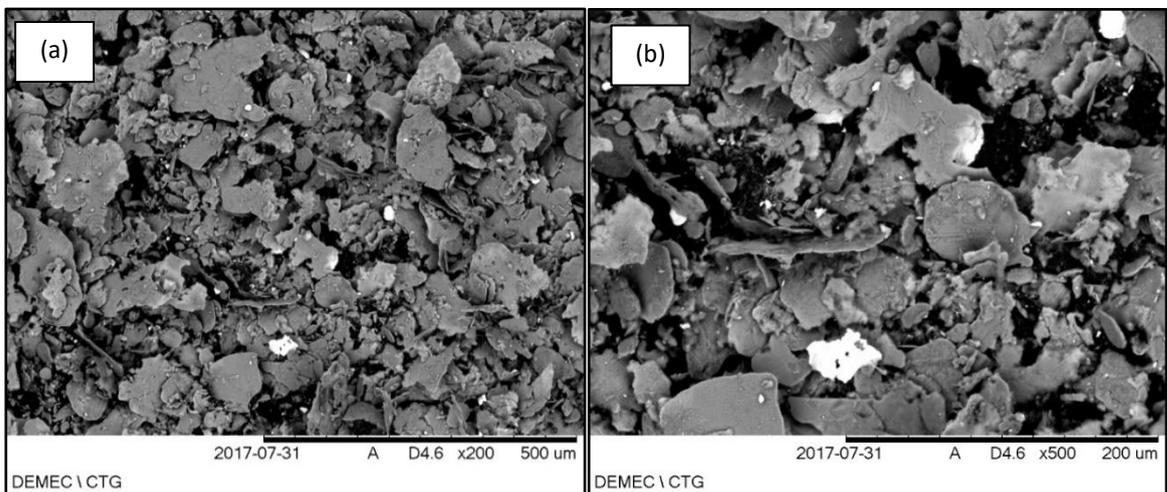


Figura 49. Imagem de MEV da liga AA 7013_1,0h. (a) aumento de 500x; (b) aumento de 1000x

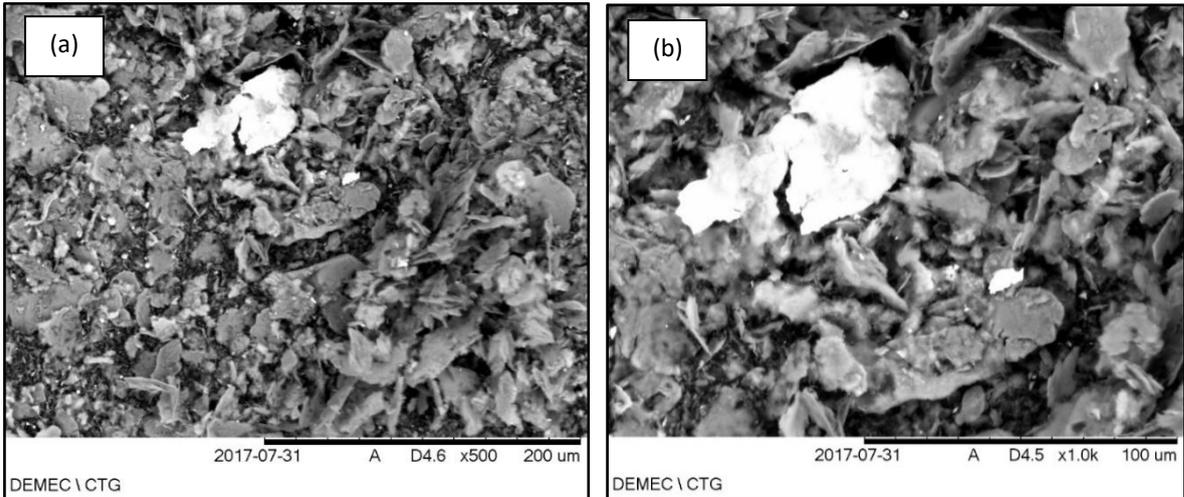
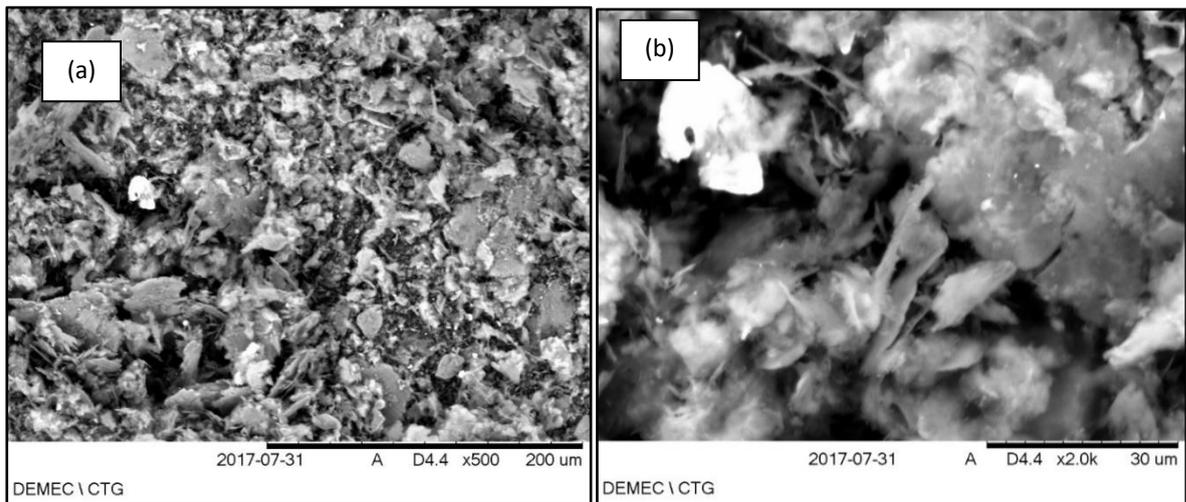


Figura 50. Imagem de MEV da liga AA 7013_2,0h (a) aumento de 500x; (b) aumento de 2000x



As figuras 51 a 59 apresentam os EDS das amostras de pós processados em 0,5h, 1,0h e 2,0h por moagem de alta energia.

A análise por EDS, na Figura 51 da liga de alumínio AA 7009 processada em moinho de alta energia durante 0,5h, mostra os elementos que compõem esta liga, além do alumínio há o Fe, Ni, Cu, Zn, Mn, Ti e Si. A Figura 52, a liga processada durante 1,0h mostra elementos de Zn, Cu e O, a presença de oxigênio indica que houve oxidação durante o processo de moagem de alta energia. Para o tempo de 2,0h, Figura 52, há presença de Al, Zn, Cr, Mn, Ti e O.

Figura 51. EDS do pó de AA 7009_0,5h. (a) Região analisada; b) Espectro de EDS

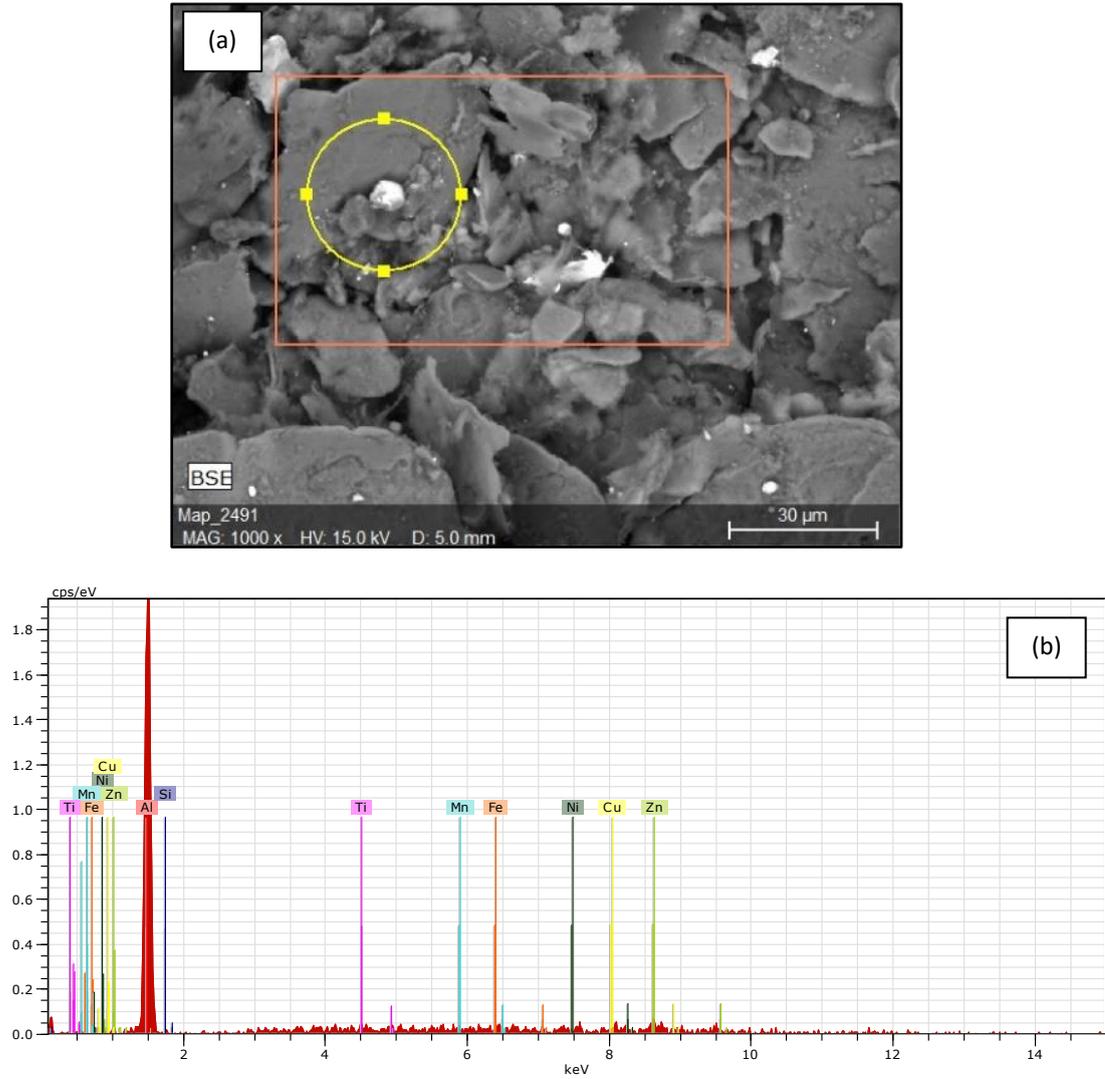


Figura 52. EDS do pó de AA 7009_1,0h. a) Região analisada b) Espectro de EDS



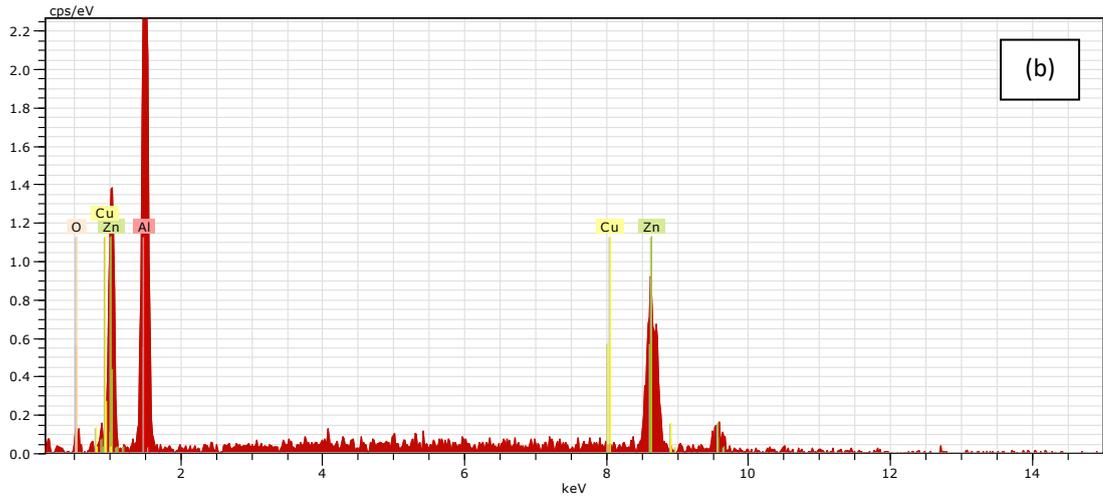


Figura 53. EDS do pó de AA 7009_2,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

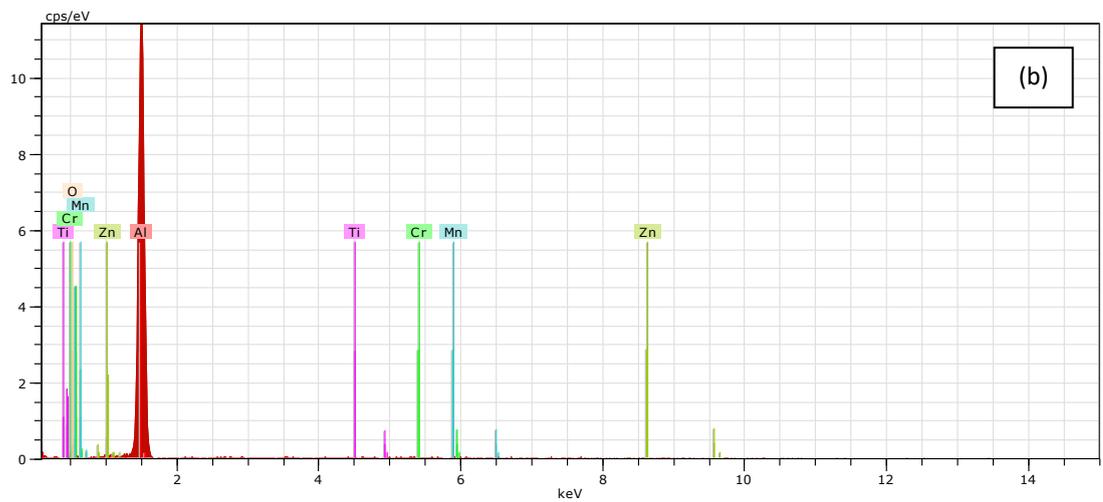
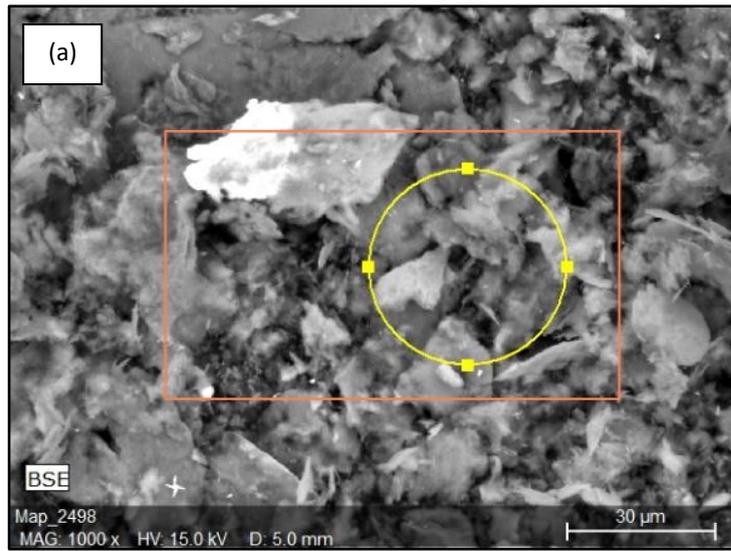
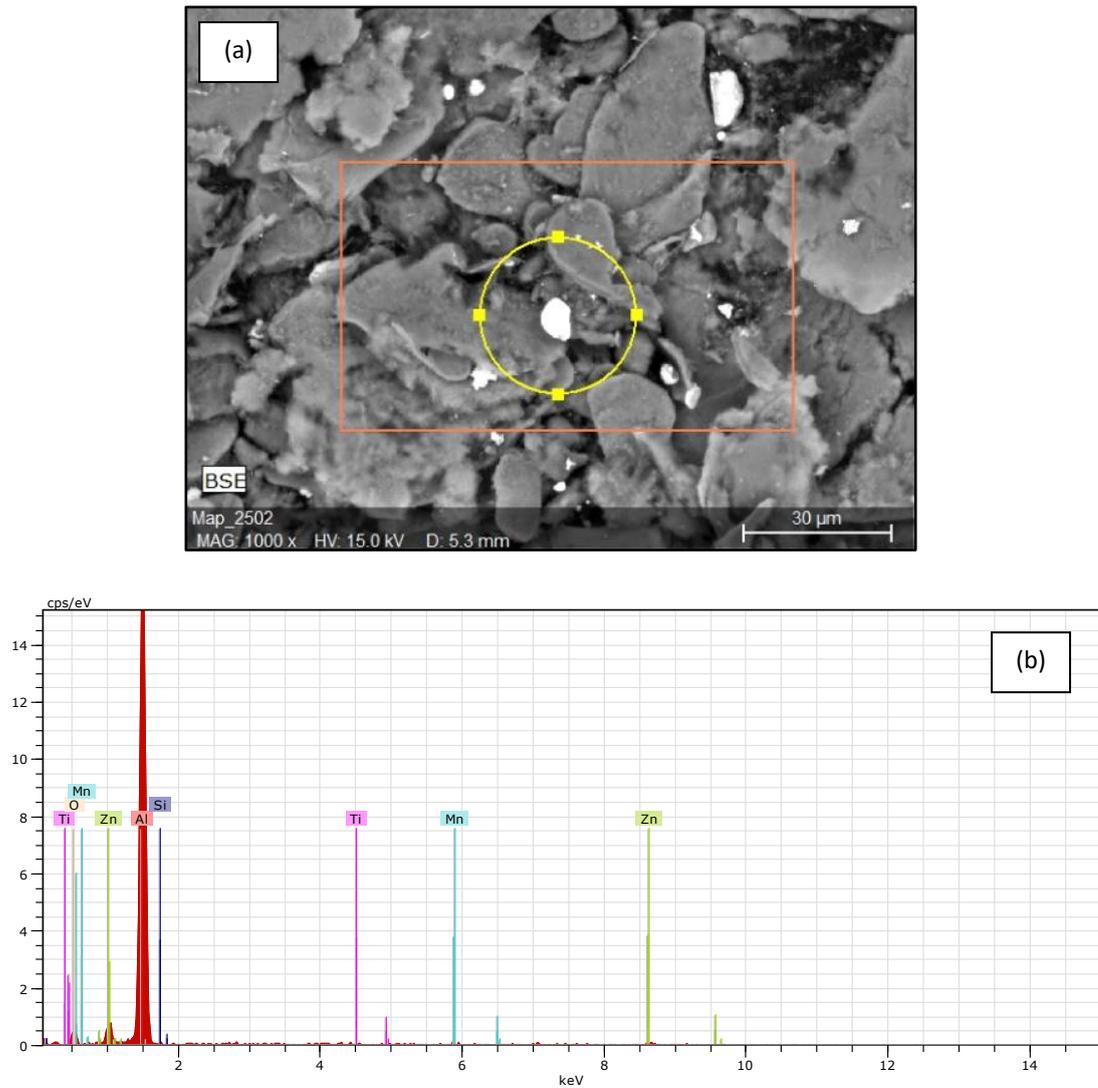


Figura 54. EDS do pó de AA 7011_0,5h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



A análise por EDS, na Figura 54 da liga de alumínio AA 7011 processada em moinho de alta energia durante 0,5h, mostra os elementos que compõem esta liga, Al, Zn, Mn, Ti, Si e O. A Figura 55, a liga processada durante 1,0h mostra elementos de Al, Zn, Ni, Fe, Cr, Mn e O. Para o tempo de 2,0h, Figura 56, há presença de Al, Zn, Cu, Ni, Fe e O.

Figura 55. EDS do pó de AA 7011_1,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

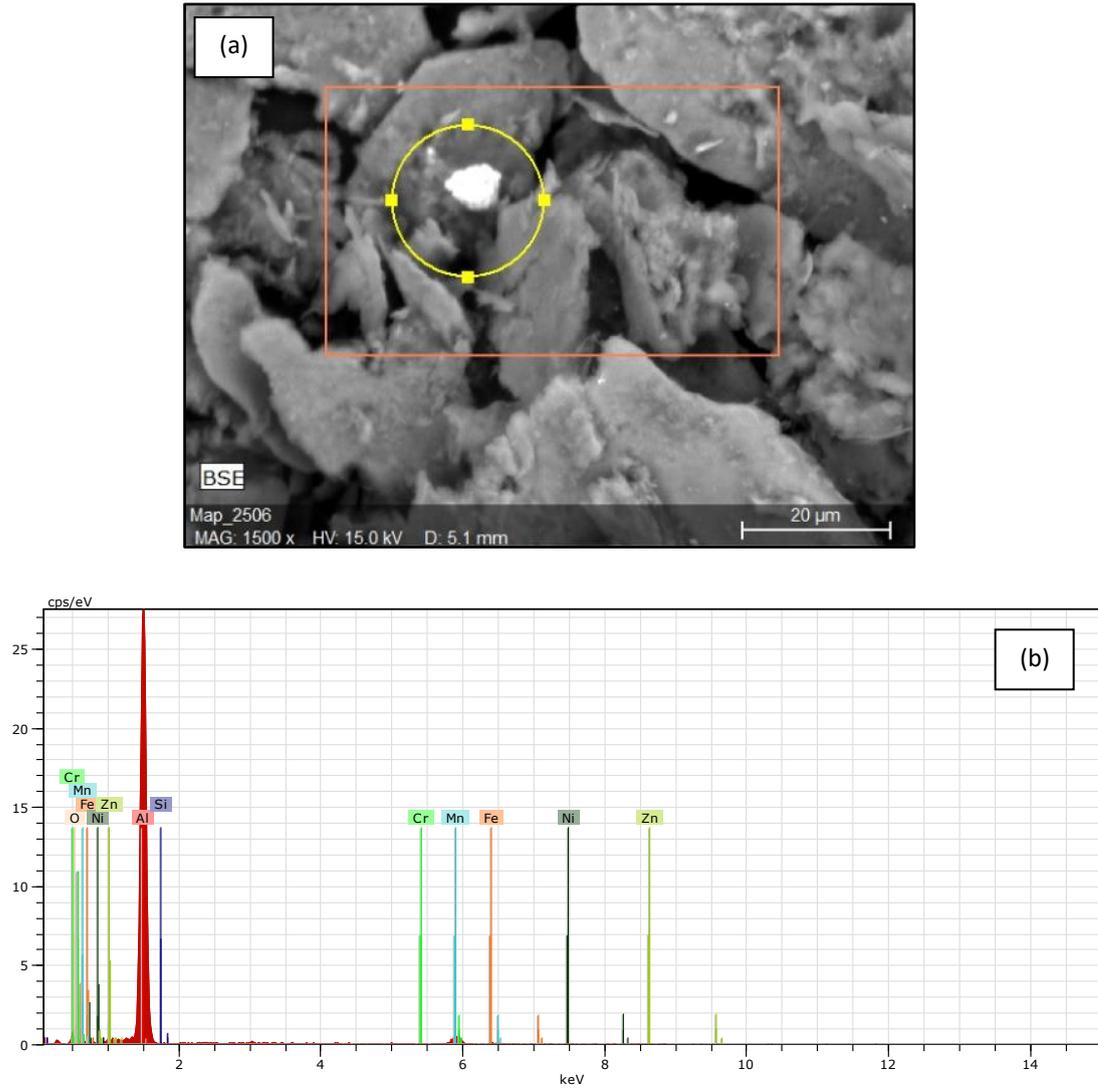


Figura 56. EDS do pó de AA 7011_2,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

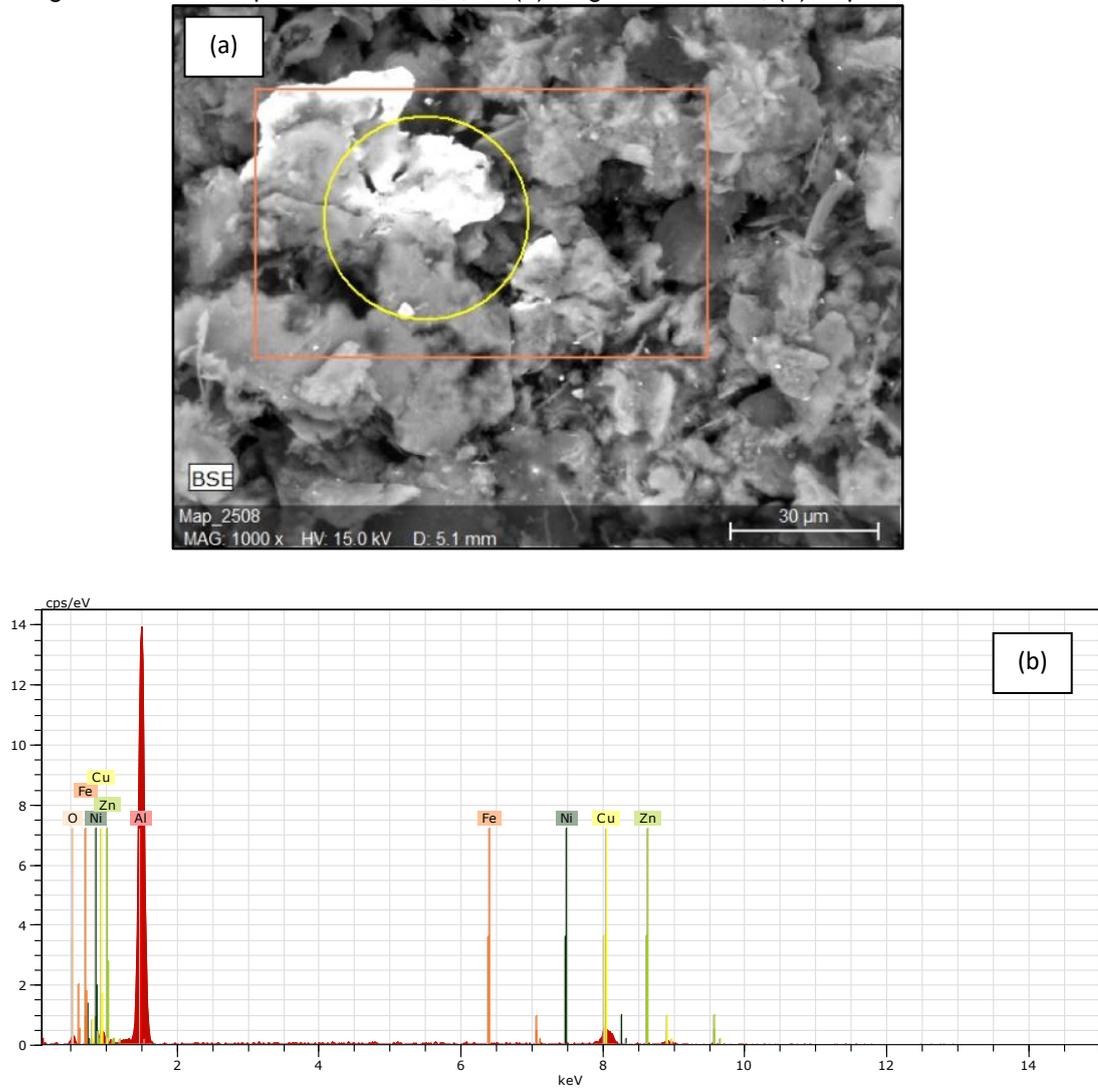
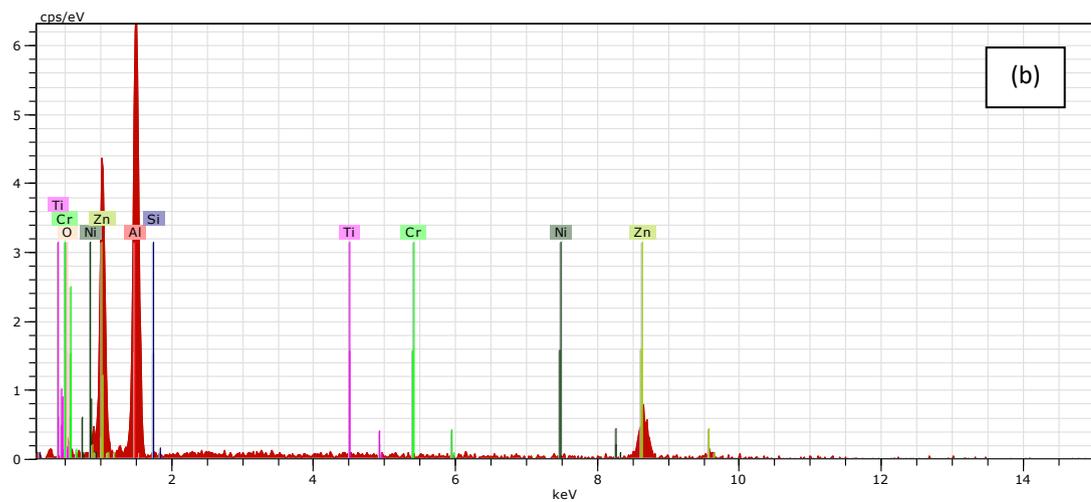
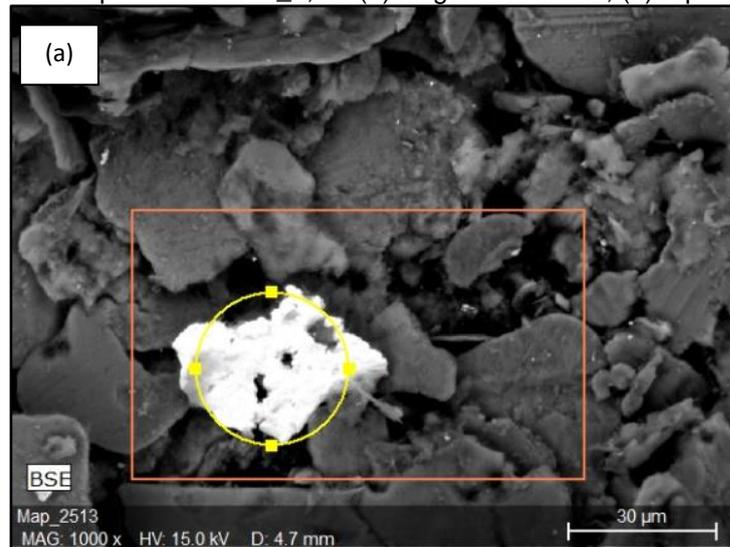


Figura 57. EDS do pó de AA 7013_0,5h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



A análise por EDS, na Figura 57, da liga de alumínio AA 7013 processada em moinho de alta energia durante 0,5h, mostra os elementos que compõem esta liga, há o Al, Ni, Cr, Zn, Mn, Ti, Si e O. A Figura 58, processada durante 1,0h mostra elementos de Al, Zn, Fe, Mn e O; e para o tempo de 2,0h, Figura 59, há presença dos elementos Al, Zn, Cu, Ni, Fe e O.

Figura 58. EDS do pó de AA 7013_1,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

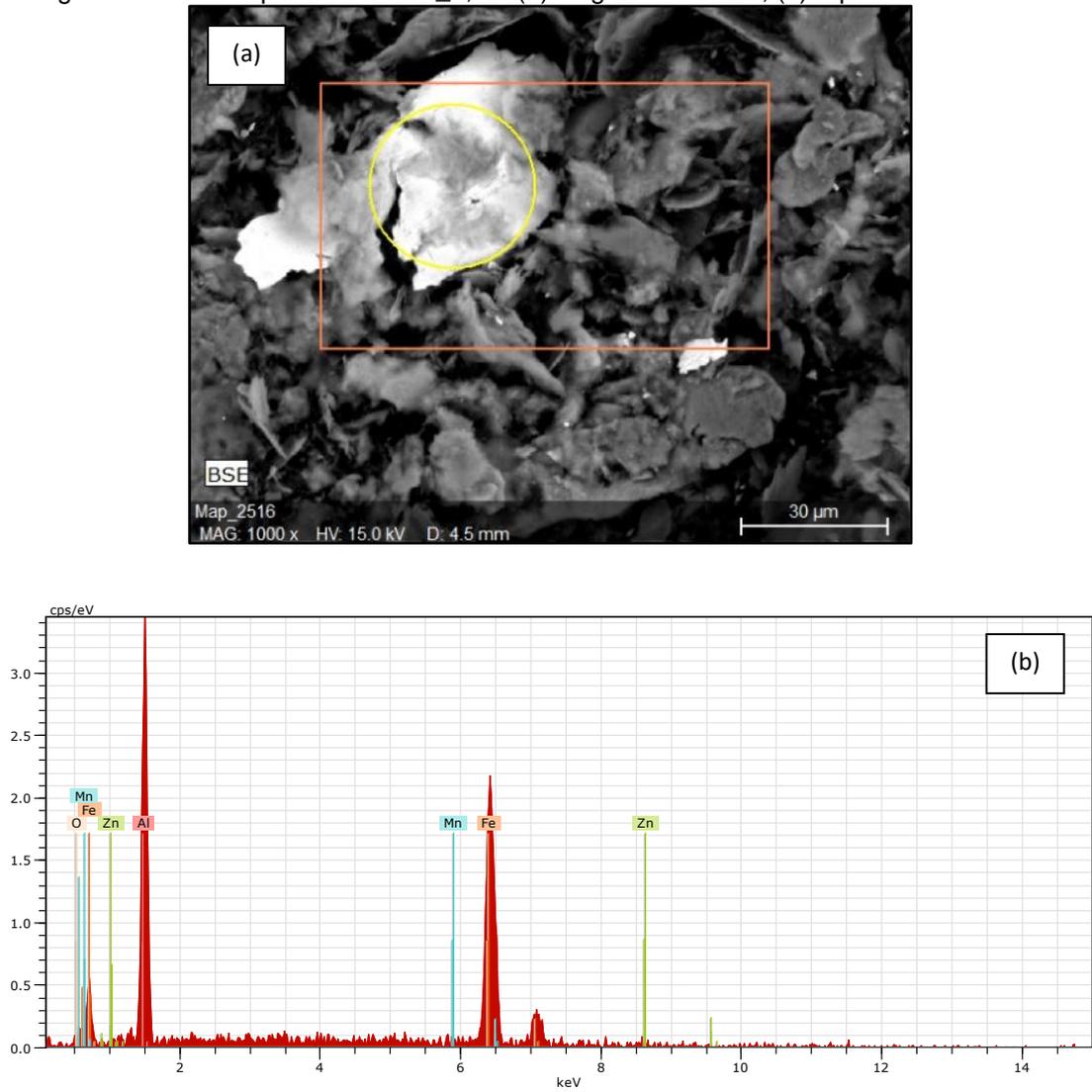
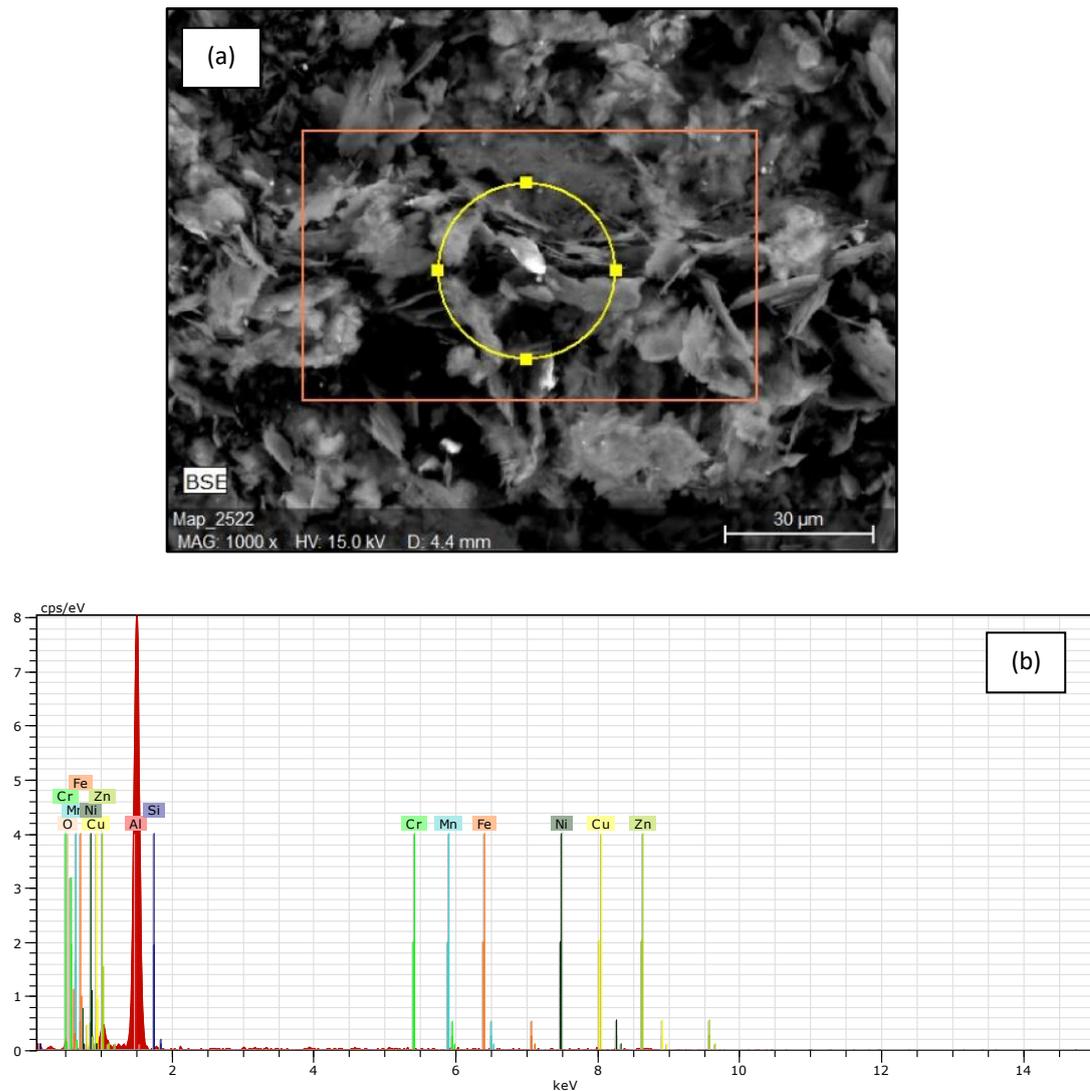


Figura 59. EDS do pó de AA 7013_2,0h. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

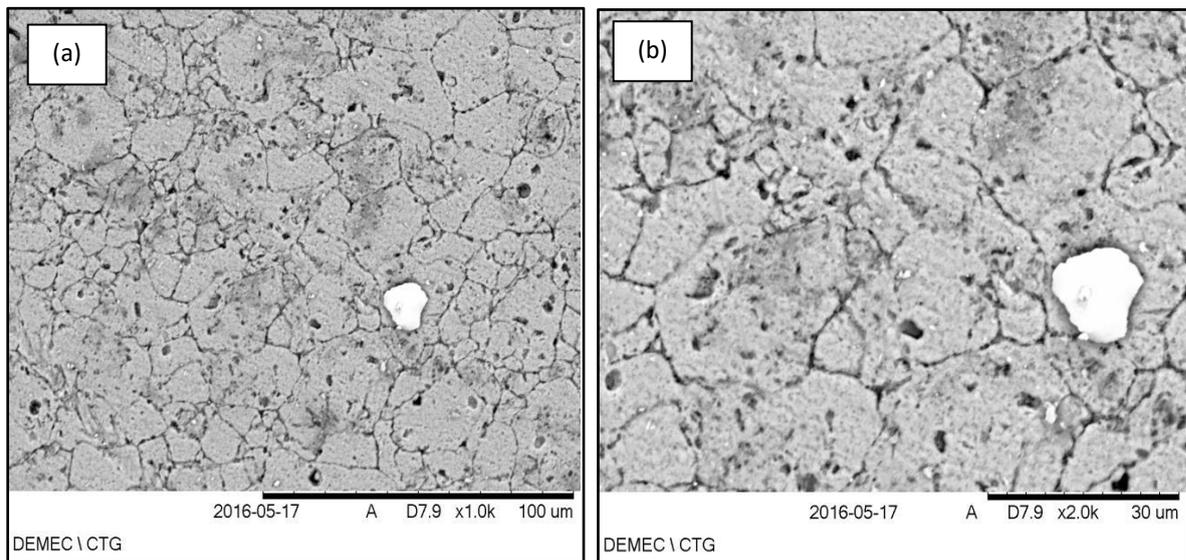


4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia de Baixa Energia Dispersiva das amostras sinterizadas

Nesta secção é apresentada as imagens de MEV e EDS das amostras sinterizadas das ligas de alumínio AA 1100, AA 7009, AA 7011 e AA 7013, sendo estas 3 últimas processadas no moinho de alta energia (SPEX) durante 0,5h, 1,0h e 2,0h.

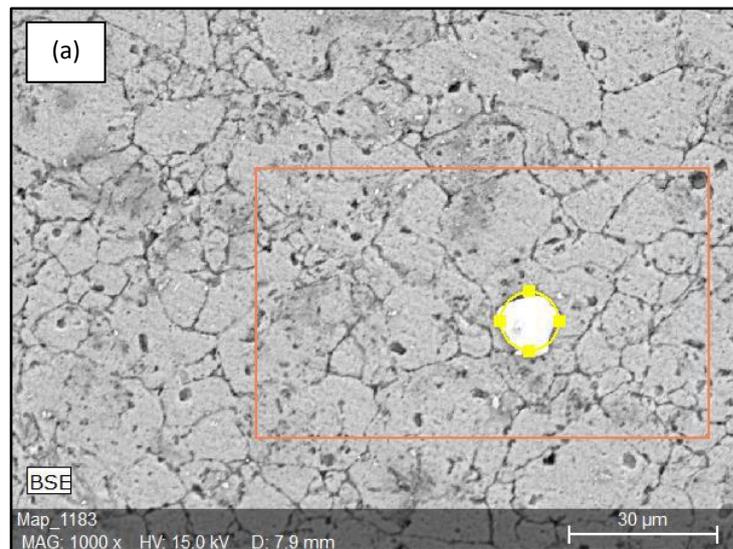
A Figura 60 (a, b) apresentam as imagens de MEV da amostra sinterizada de alumínio AA 1100.

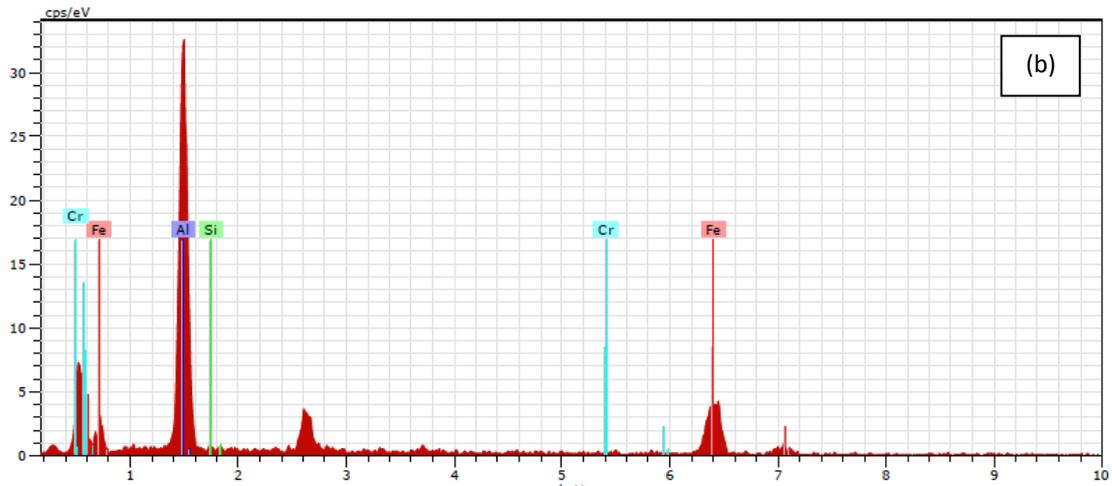
Figura 60. Imagem de MEV da amostra sinterizada Al AA 1100. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x



A amostra apresenta morfologia irregular e possui grãos maiores que 30 μm. A Figura 61 apresenta o EDS da amostra de Al AA 1100.

Figura 61. EDS da amostra sinterizada Al AA 1100. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS





O Grão branco em destaque é identificado pelo EDS como sendo um precipitado contendo picos de Al e impurezas de Fe, além de Cr e Si em menor quantidade.

As Figuras 62 a 64 apresentam as imagens de MEV para as amostras sinterizadas das Seções Superficiais da liga AA 7009 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

Figura 62. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x

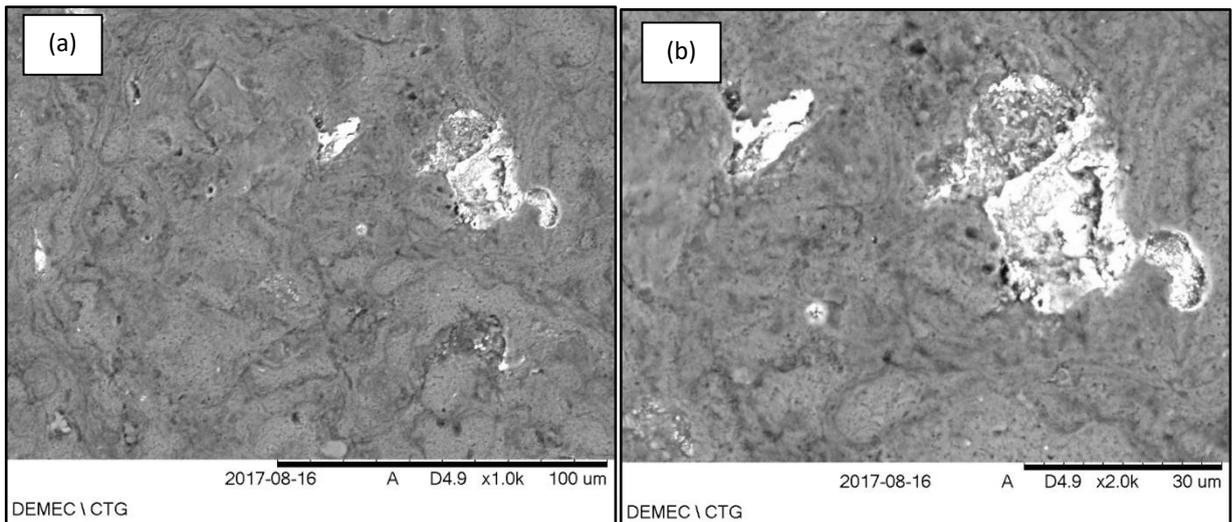


Figura 63. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x

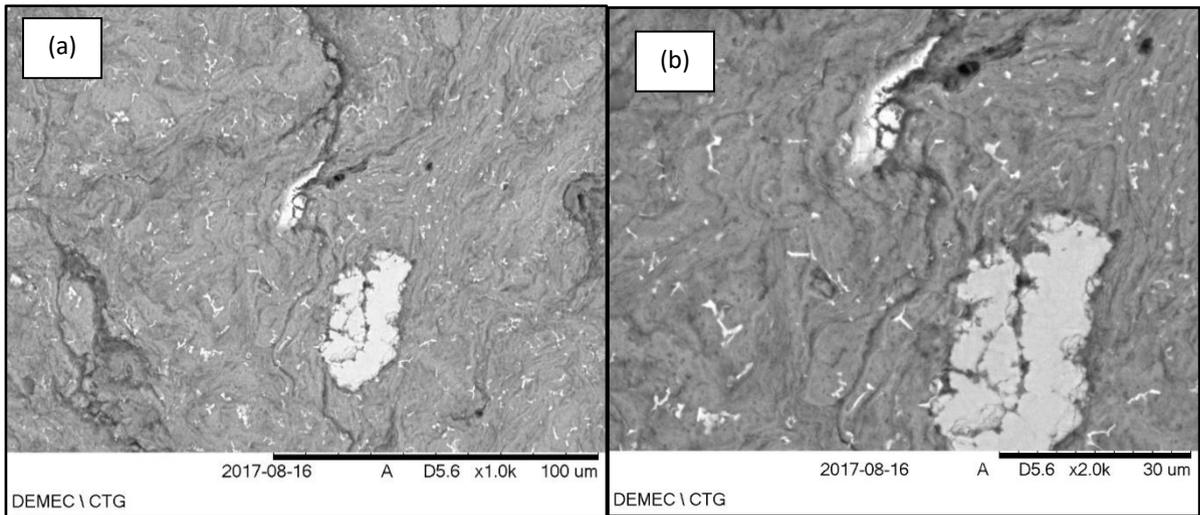
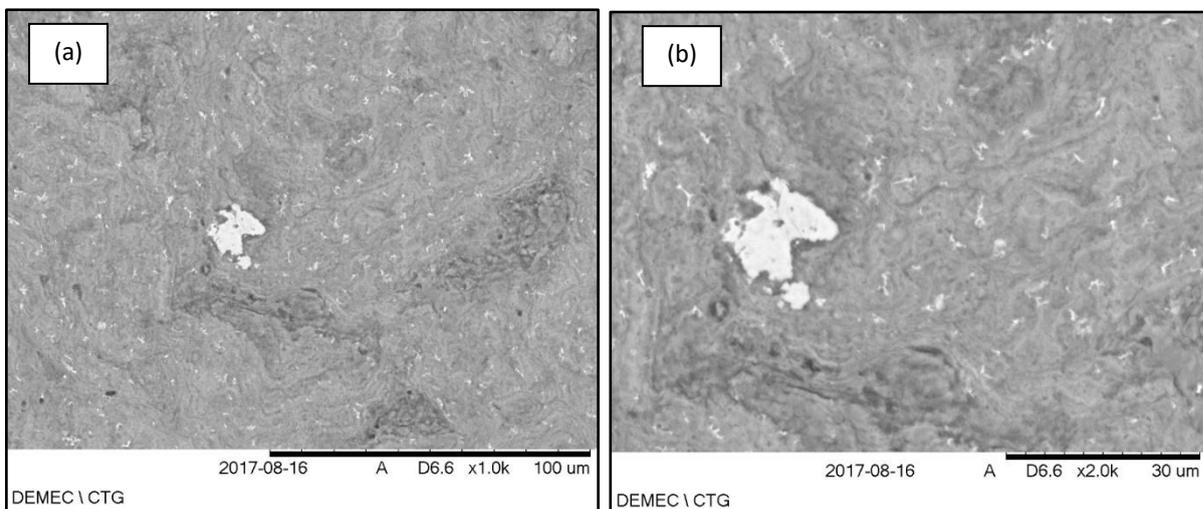


Figura 64. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7009_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x



As figuras 62 a 64 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções superficiais das amostras da liga de alumínio AA 7009, com tempo de processamento em MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com ampliações de 1.000x e 2.000x. Observa-se com o maior tempo de moagem há uma maior incorporação dos elementos de liga na matriz.

As Figuras 65 a 67 apresentam as imagens de MEV para as amostras sinterizadas das Seções Superficiais da liga AA 7011 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

Figura 65. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x

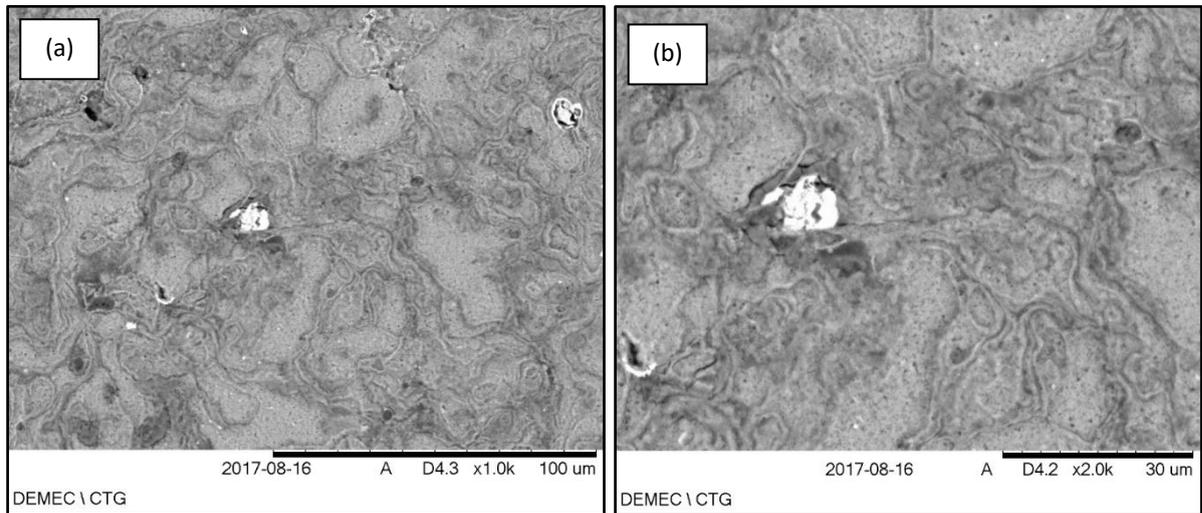


Figura 66. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; Aumento de 2000x

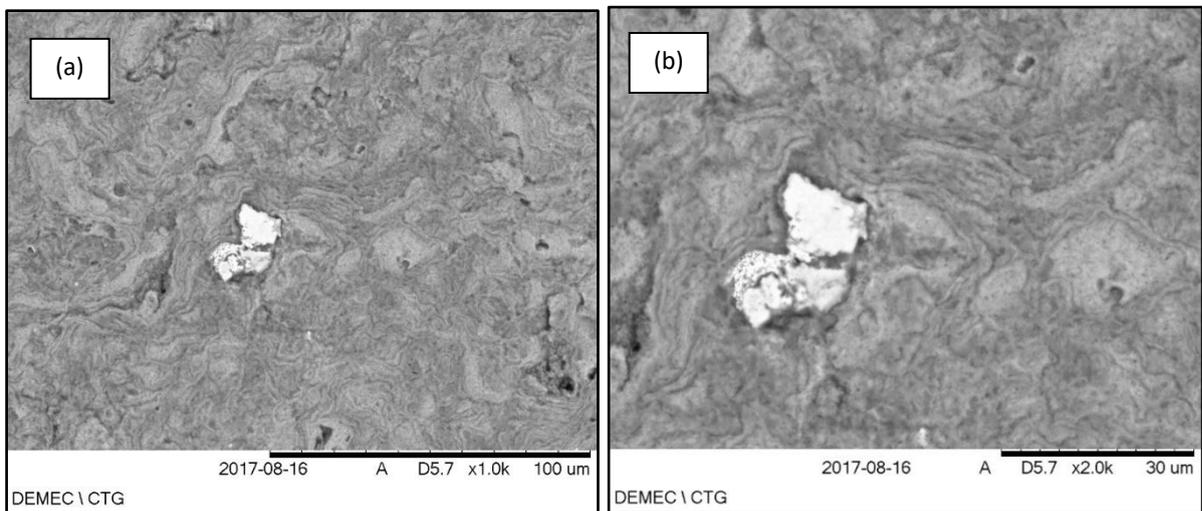
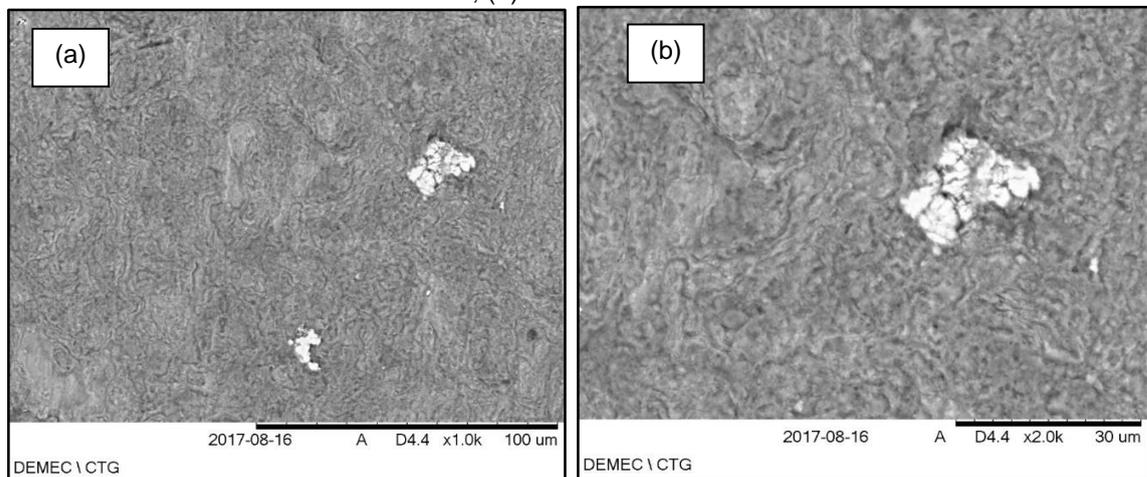


Figura 67. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7011_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x



As figuras 65 a 67 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções superficiais das amostras da liga de alumínio AA 7011, com tempo de processamento em MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com ampliações de 1.000x e 2.000x. Tem-se a formação de grãos irregulares e alongados, contornos de grãos bem definidos. Observa-se com o maior tempo de moagem há uma maior incorporação dos elementos de liga na matriz.

As Figuras 68 a 70 apresentam as imagens de MEV para as amostras sinterizadas das Seções Superficiais da liga AA 7013 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

Figura 68. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_0,5h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x

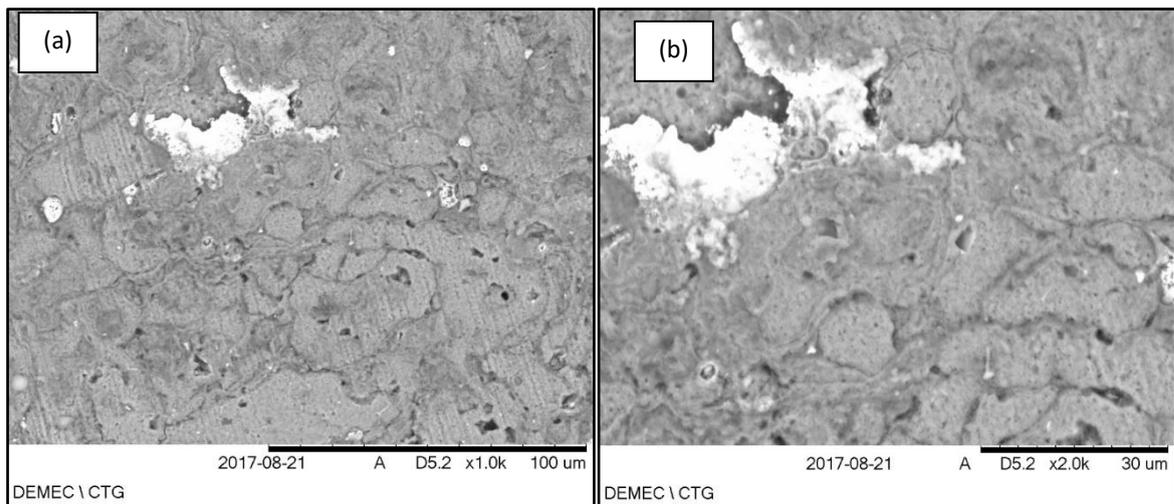


Figura 69. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_1,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x

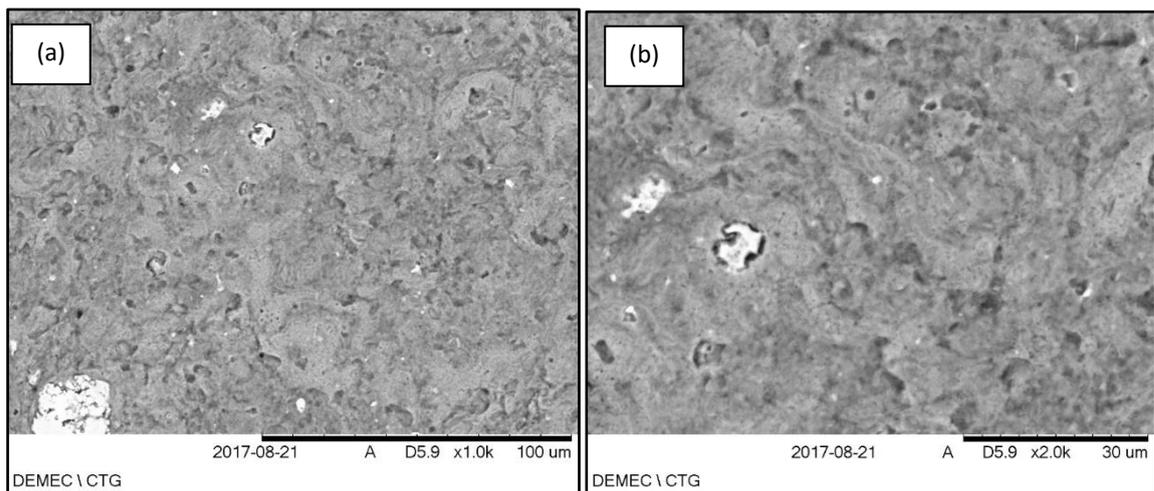
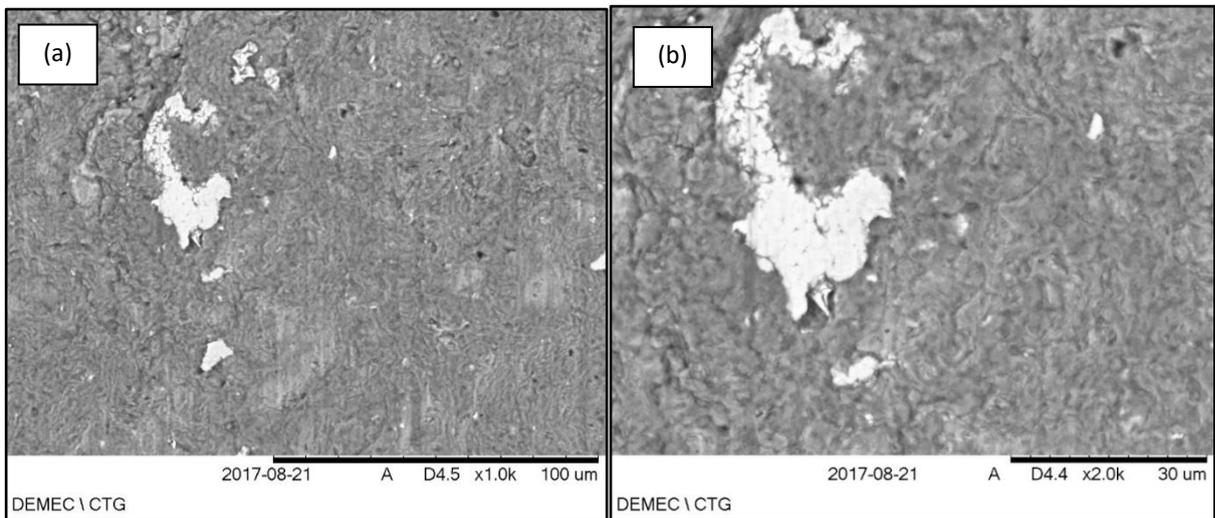


Figura 70. Imagem de MEV da amostra sinterizada AA 7013_2,0h, seção superficial. (a) Aumento de 1000x; (b) Aumento de 2000x



As figuras 68 a 70 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções superficiais das amostras da liga de alumínio AA 7013, com tempo de processamento em MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com ampliações de 1.000x e 2.000x. Pode-se notar a concentração de partículas concentradas nas cavidades (poros), gerando interstícios na formação da liga, tem-se a formação de grãos irregulares e alongados. Observa-se com o maior tempo de moagem há uma maior incorporação dos elementos de liga na matriz.

As figuras 71 a 79 apresentam os EDS das amostras das ligas sinterizadas processadas por moagem de alta energia, AA 7009, AA 7011 e AA 7013 durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h.

É observado na análise superficial por EDS, na Figura 71 da liga do alumínio AA 7009 processada em moinho de alta energia durante 0,5h, os elementos que compõe esta liga, além do alumínio há o Zn, Cu, Ti, Si e O. A Figura 72, a liga processada durante 1,0h mostra elementos de Al, Zn, Cu, Ti, Si, Mn e O. Para o tempo de 2,0h, Figura 73, há a presença de Al, Zn, Cu, Fe, Mn, Cr e O. A presença de oxigênio indica que houve oxidação durante o processo de moagem de alta energia

Figura 71. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_0,5h, visão superficial.(a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

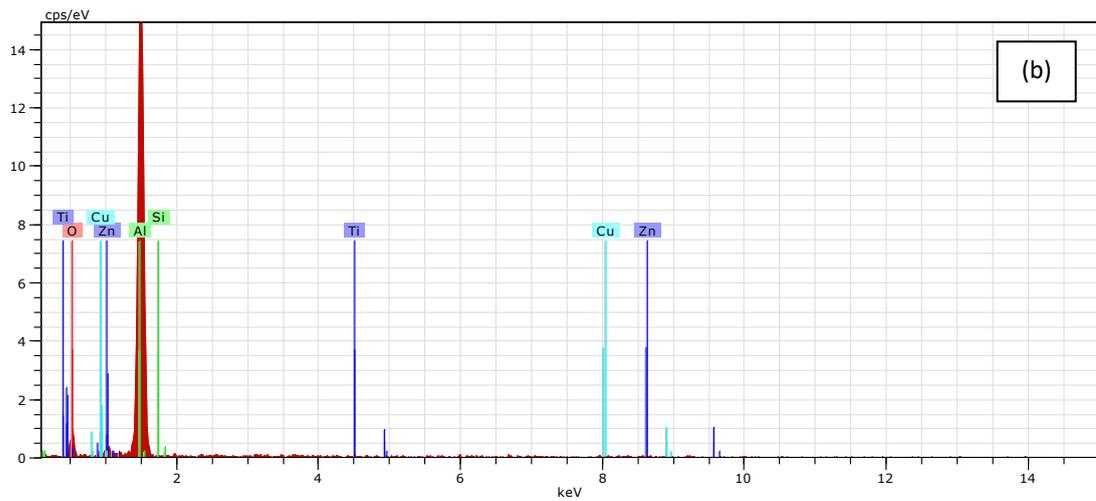
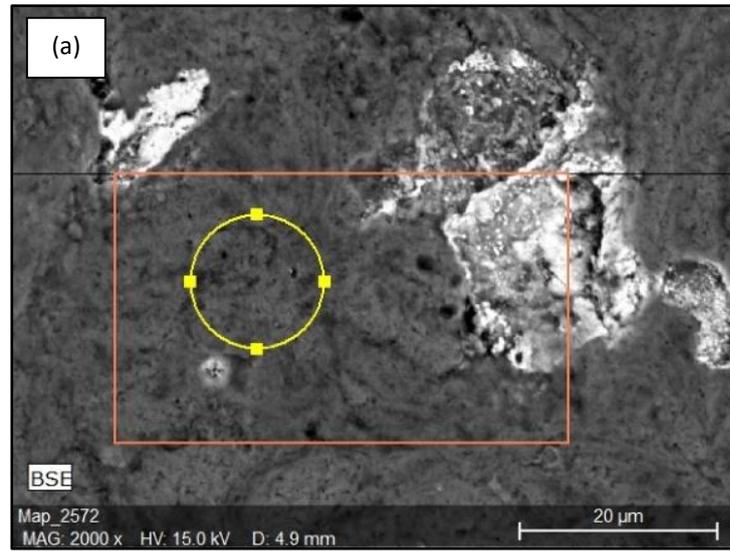


Figura 72. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_1,0h, visão superficial.(a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

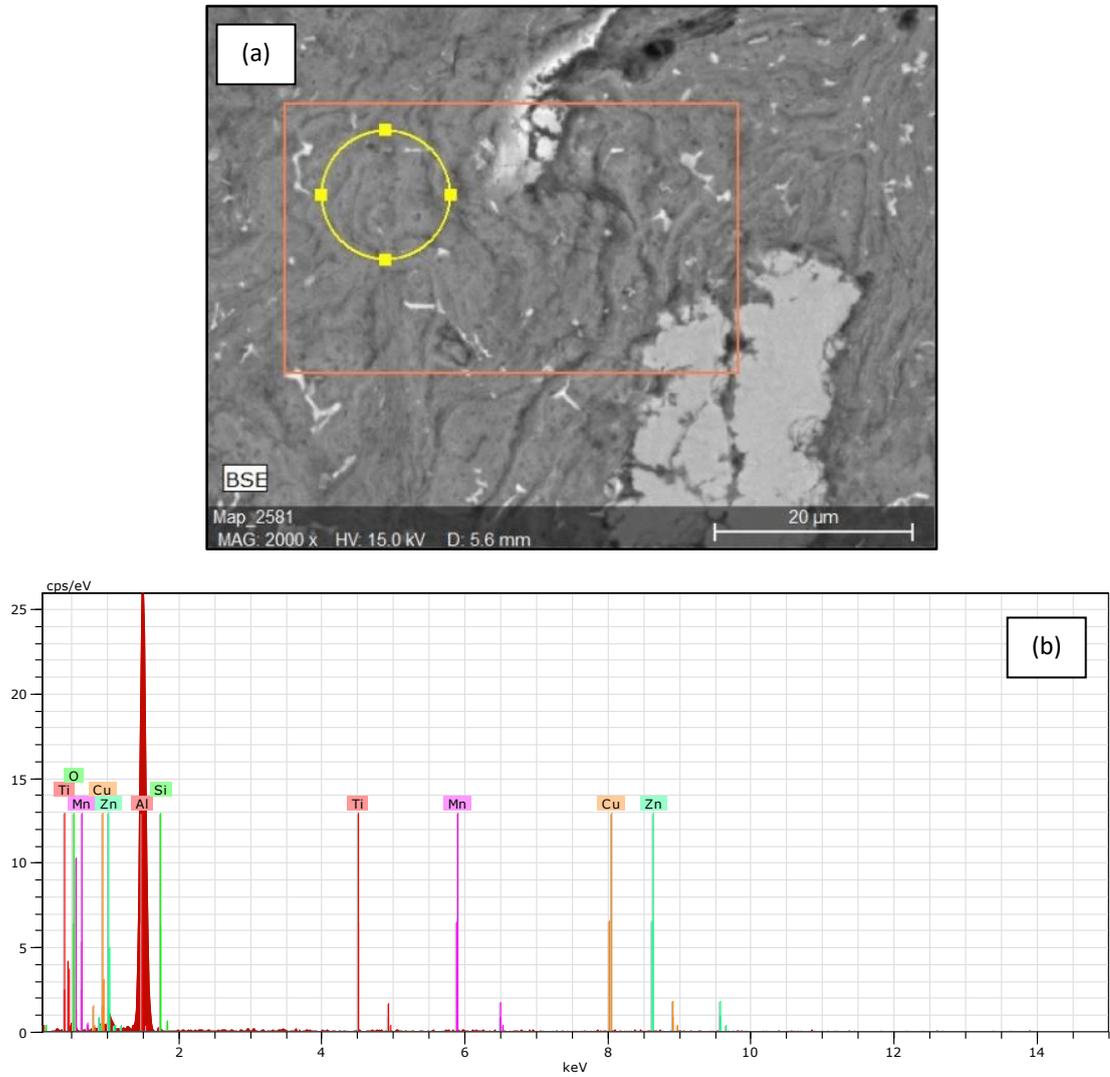
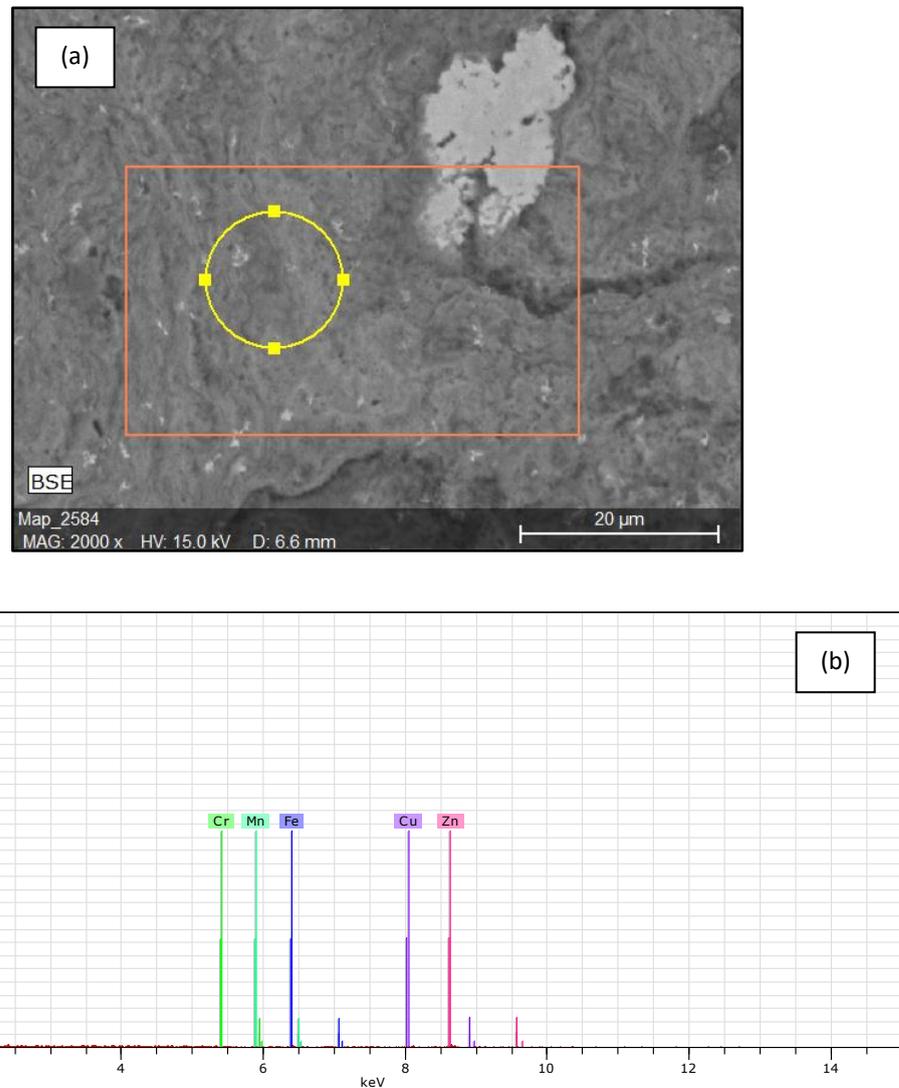


Figura 73. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7009_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



Nas figuras 74 a 76, observa-se as análises superficiais por EDS da liga de alumínio AA 7011 submetida ao tempo de moagem de alta energia durante 0,5h, 1,0h e 2,0h. No tempo de 0,5h (Figura 74), nota-se os seguintes elementos: Al, Zn, Ni, Fe, Cr, Ti, Mn e O. Para o tempo de 1,0h (Figura 75) há a presença dos elementos: Al, Zn, Ni, Cu, Fe, Mn, Cu e O. No tempo de 2,0h (Figura 76), o EDS identificou os elementos: Al, Zn, Cu, Ti, Cr, Si e O.

Figura 74. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_0,5h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

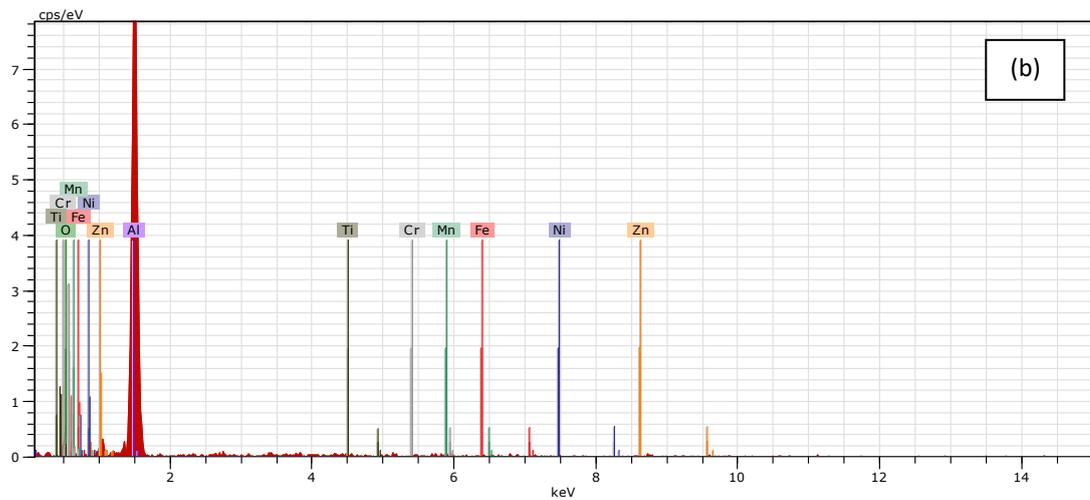
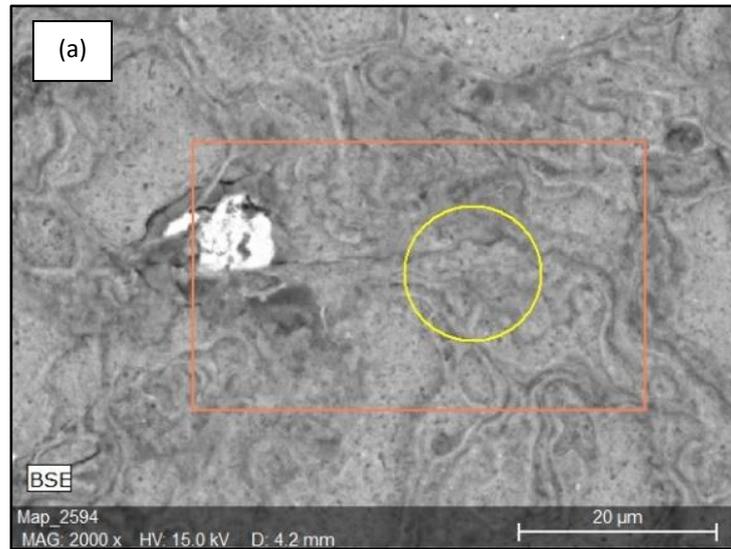


Figura 75. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_1,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

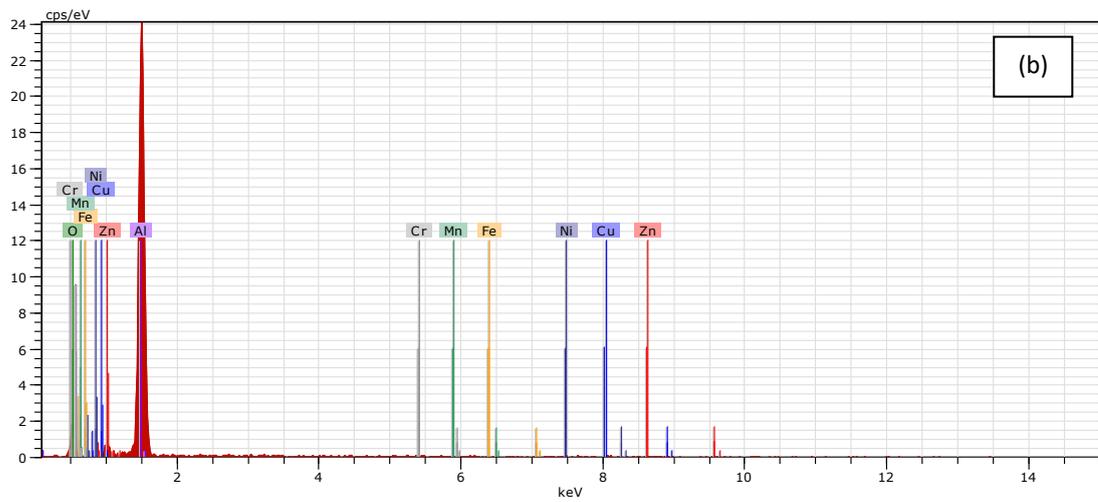
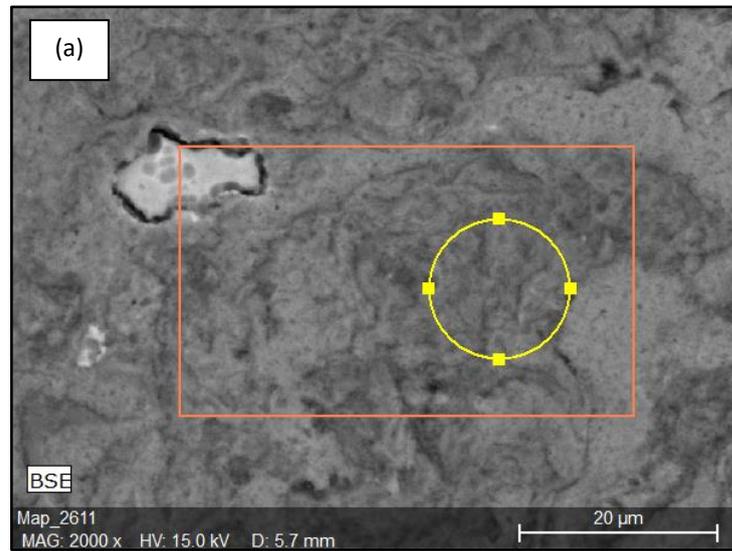
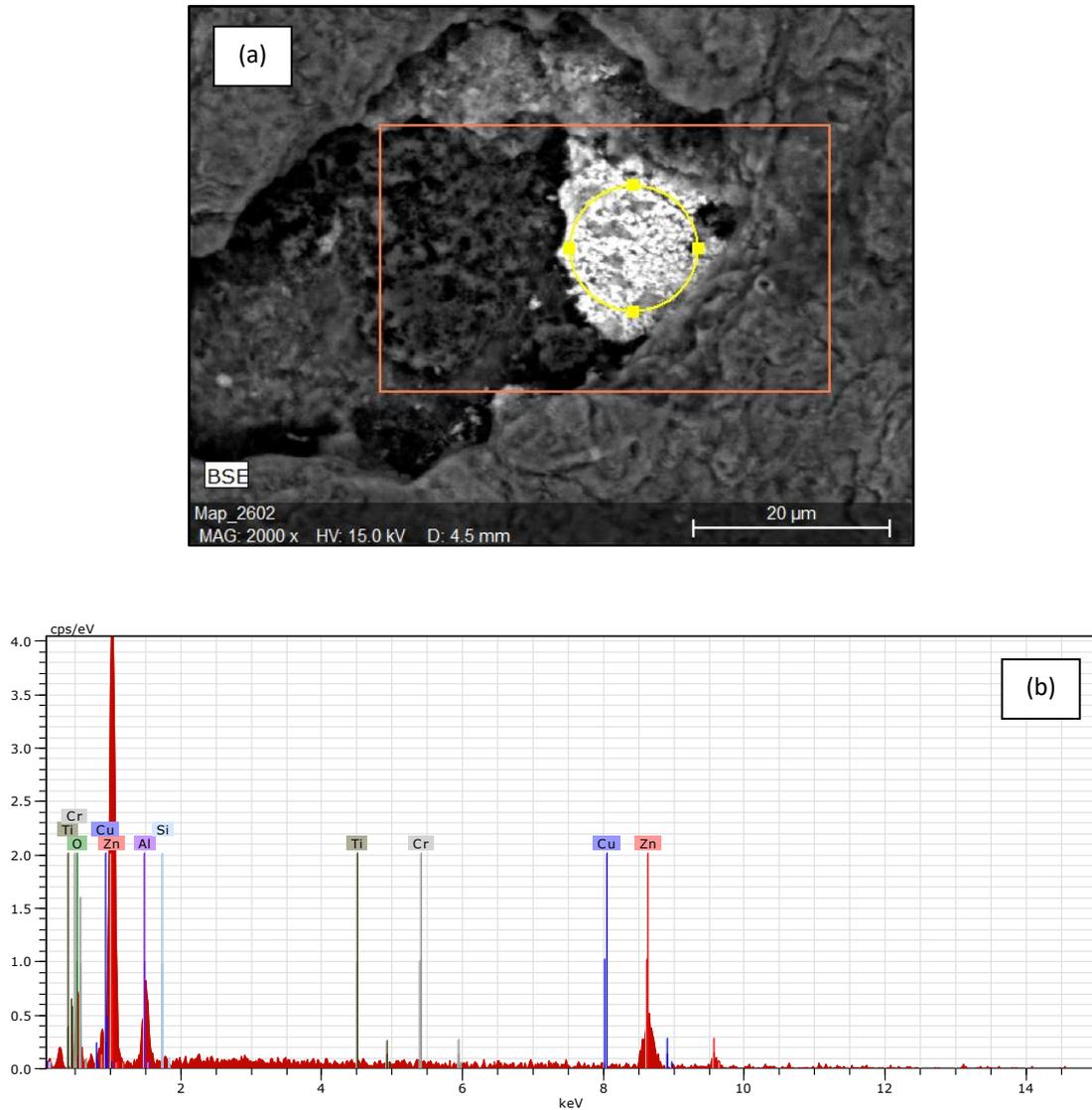


Figura 76. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7011_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



É observado na análise superficial por EDS, na Figura 77 da liga do alumínio AA 7013 processada em moinho de alta energia durante 0,5h, os elementos que compõe esta liga são: Al, Zn, Cu, Ti, Cr Si e O. A liga processada durante 1,0h (Figura 78) nota-se os seguintes elementos: Al, Zn, Ni, Cr, Ti, Si e O. Para o tempo de 2,0h (Figura 79), há presença de Al, Zn, Cu, Ni, Fe, Mn, Cr, Si e O.

Figura 77. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_0,5h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

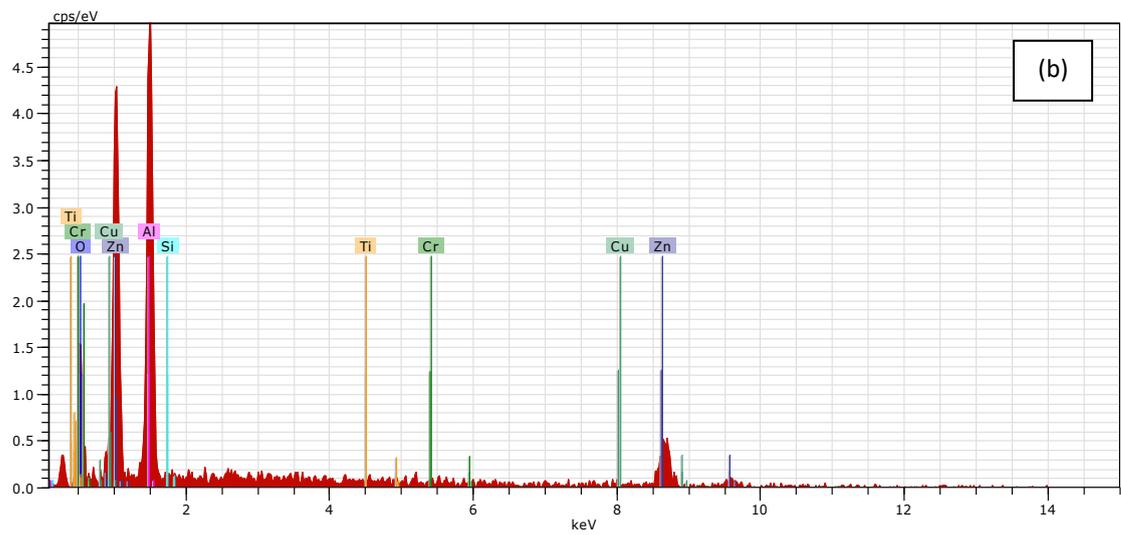
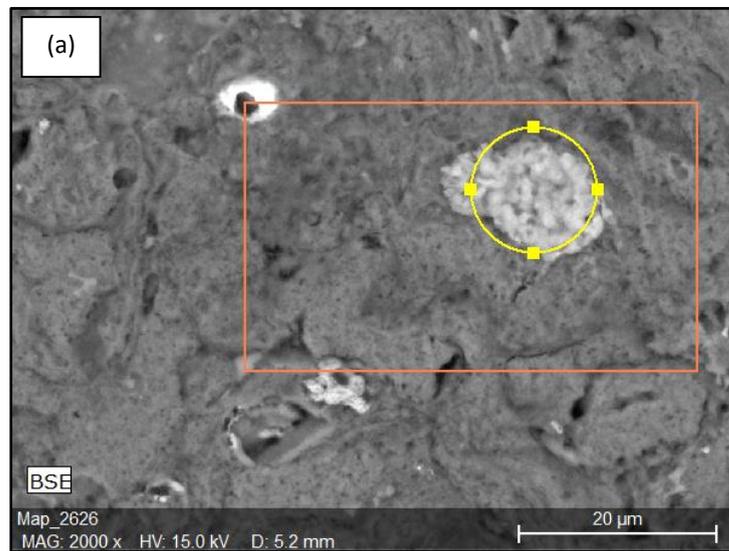


Figura 78. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_1,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS

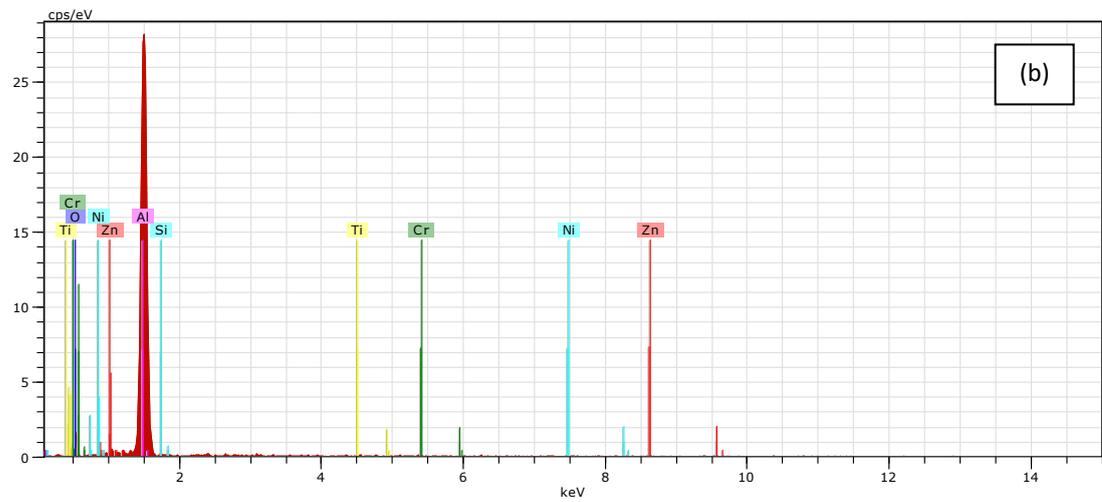
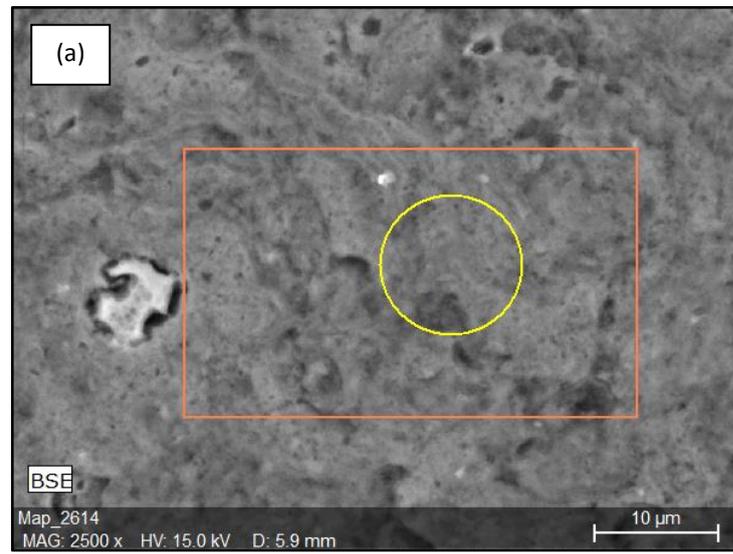
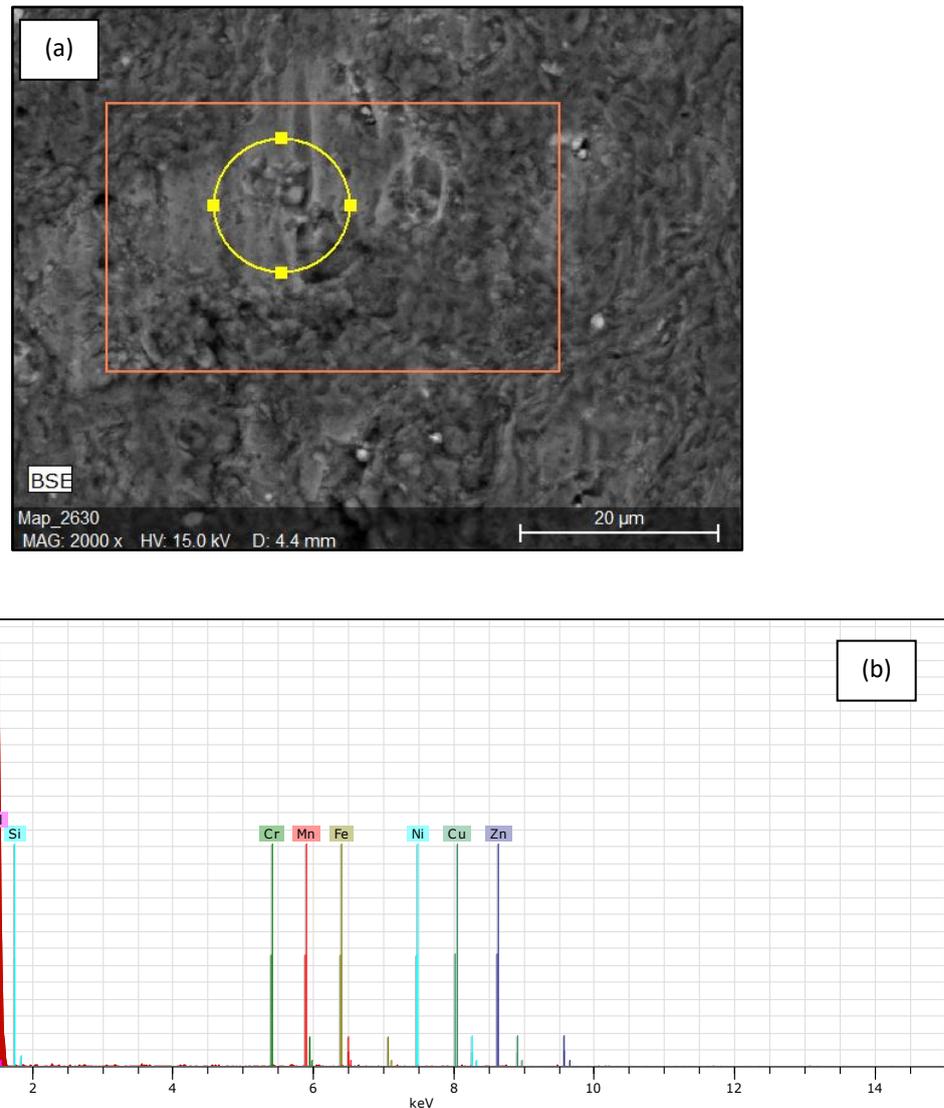


Figura 79. EDS da amostra sinterizada da liga AA 7013_2,0h, visão superficial. (a) Região analisada; (b) Espectro de EDS



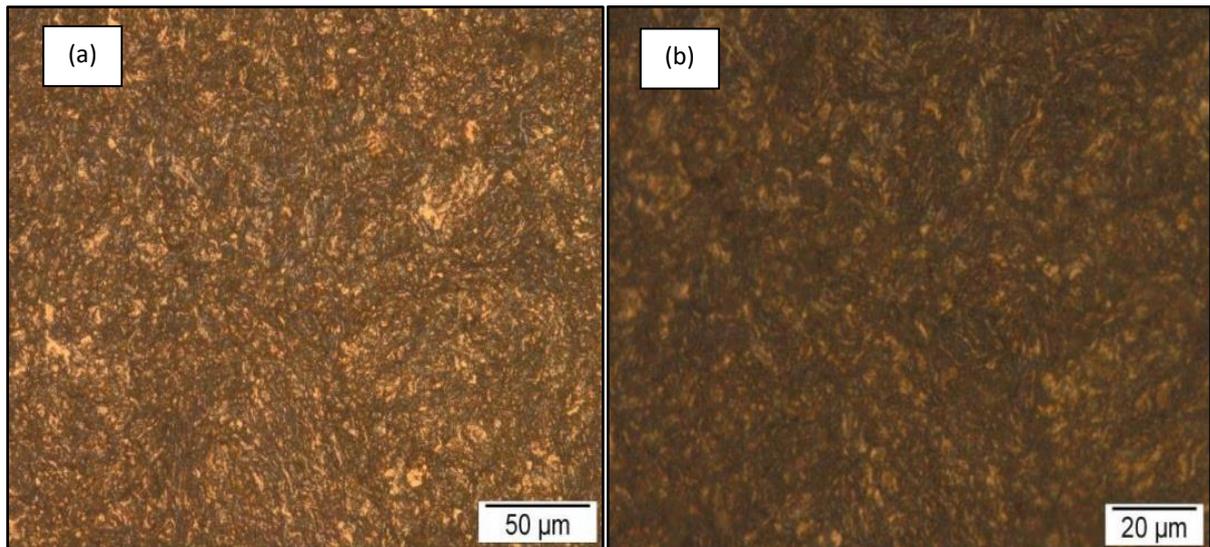
4.3 MICROSCOPIA ÓTICA

Foram submetidas a caracterização via Microscopia Ótica a amostra sinterizada de Al AA 1100 e amostras sinterizadas dos pós processados AA 7009, AA 7011 e AA 7013. Nesta seção apresenta os resultados obtidos e a discussões destes.

As Figuras 80 (a, b) apresentam a amostra de Al AA 1100 sinterizada.

A imagem de MO do Al AA 1100 apresenta contornos de grãos definidos com boa homogeneidade e densificação.

Figura 80. Imagens de MO da liga AA 1100 – seção superficial: (a) 500x; (b)1000x



As Figuras 81 a 83 (a, b, c, d) apresentam a amostra da liga AA 7009 (seções superficial e transversal), sinterizada e processada por moagem de alta energia durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h com ataque HF 0,5% durante 40s.

As Figuras 81 a 83 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de Alumínio AA 7009 das seções superficiais e transversais com tempo de processamento no MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com duas ampliações de 500x e 1000x. Apresenta uma morfologia de grãos irregular e contornos de grãos definidos. Notamos que com o aumento do tempo de moagem houve um aumento no que concerne às deformações das lamelas.

Figura 81. Imagens de MO da liga AA 7009_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

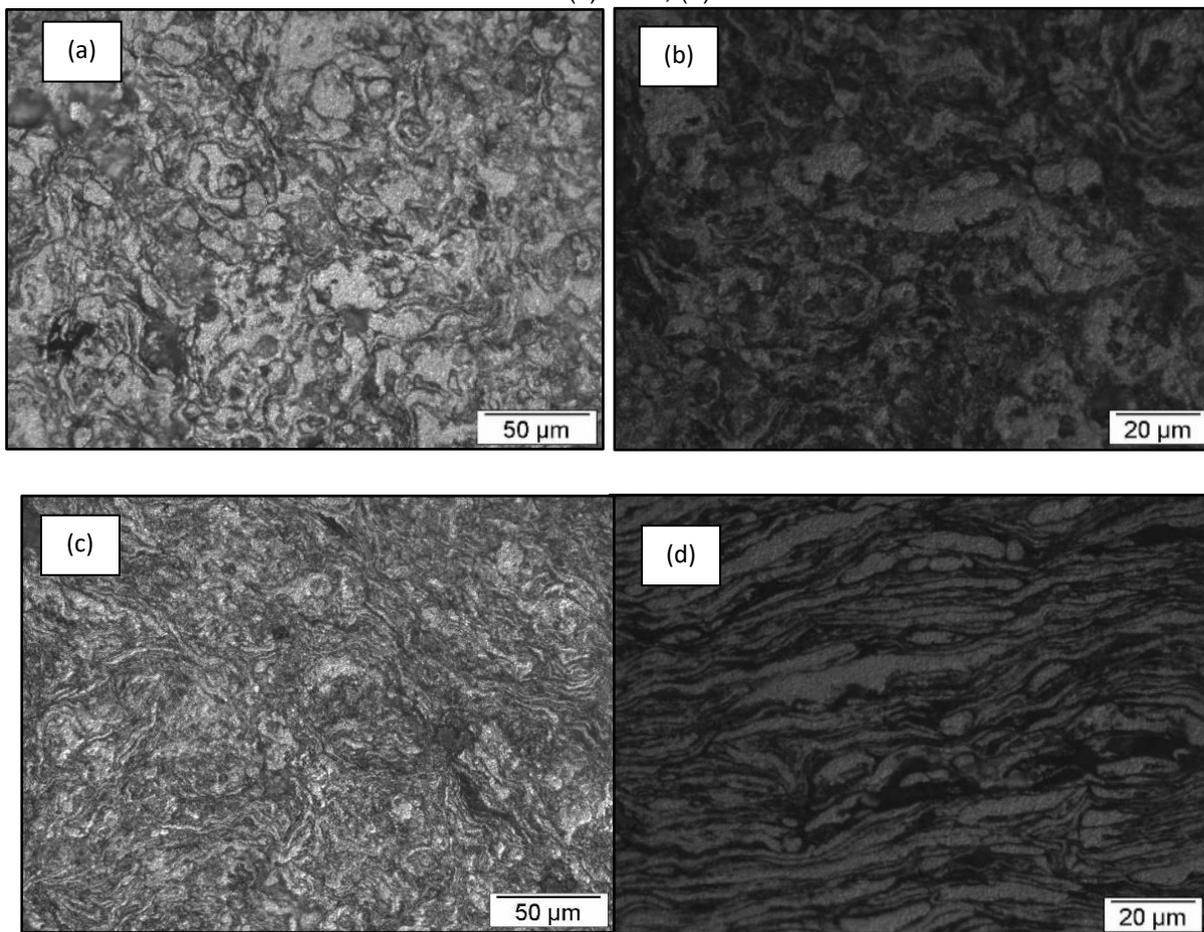


Figura 82. Imagens de MO da liga AA 7009_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

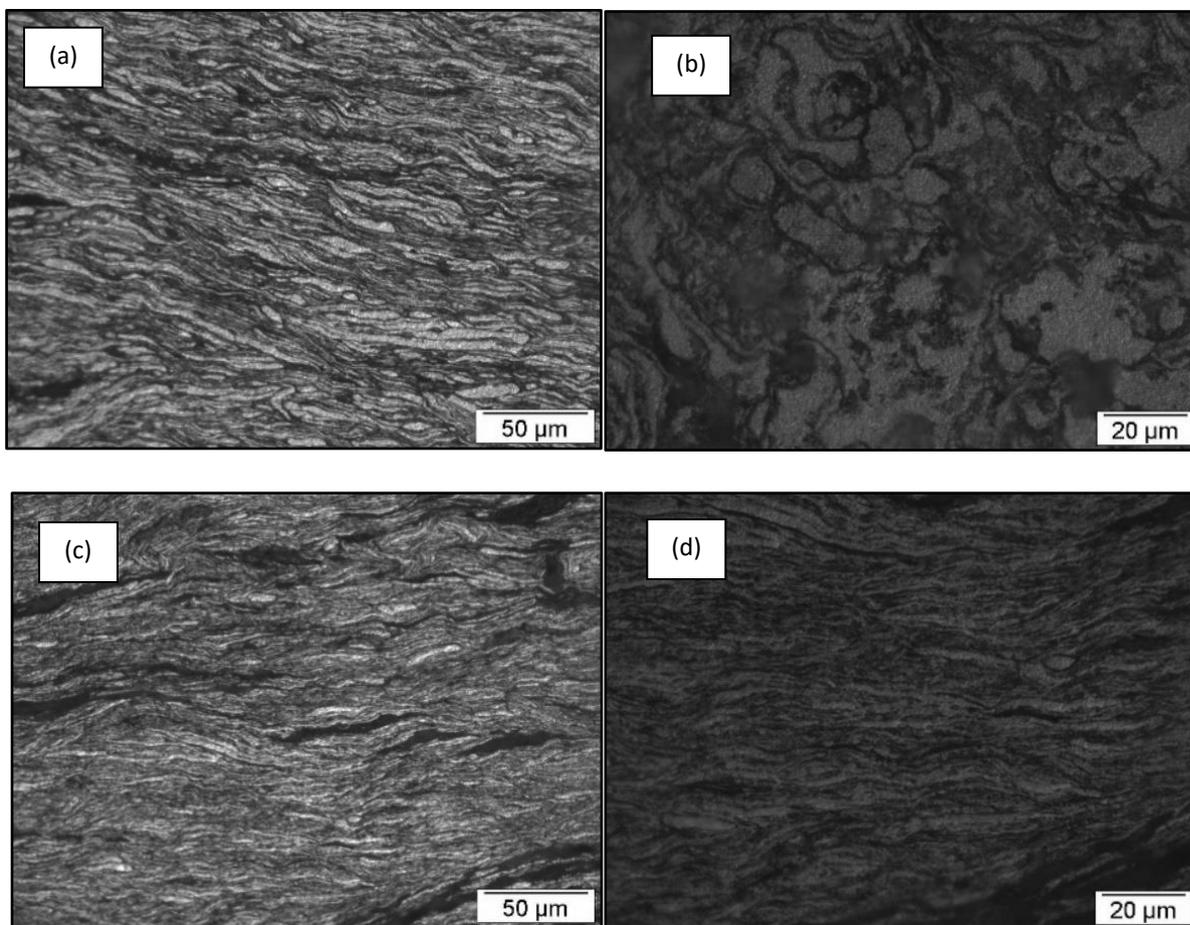
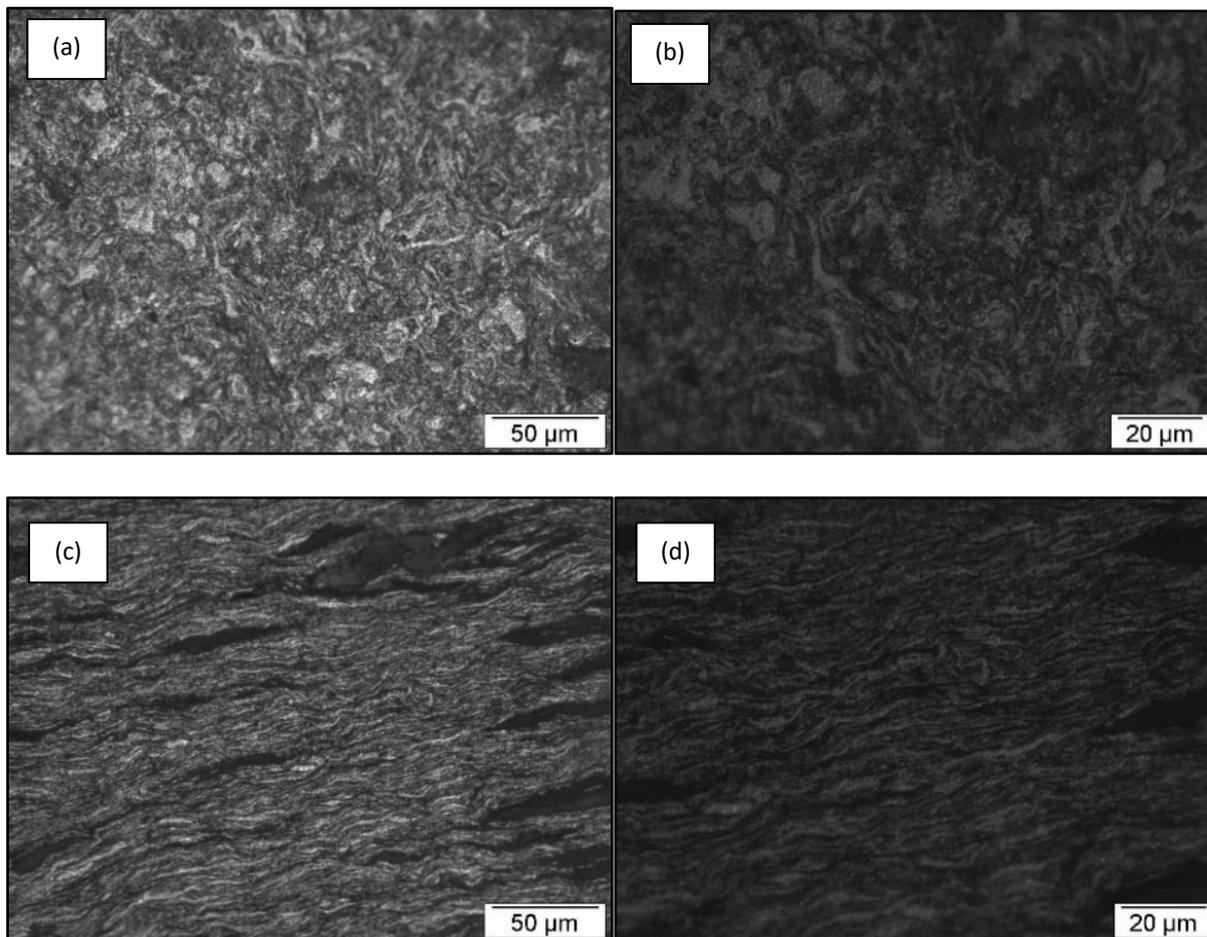


Figura 83. Imagens de MO da liga AA 7009_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x



As figuras 84 a 86 (a, b, c, d) apresentam a amostra da liga AA 7011 (seções superficial e transversal), sinterizada e processada por moagem de alta energia durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h, com ataque HF 0,5% durante 40s.

As Figuras 84 a 86 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de Alumínio AA 7011 das seções superficiais e transversais com tempo de processamento no MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com duas ampliações de 500x e 1000x. Apresenta uma morfologia de grãos irregular e contornos de grãos bem evidenciados e definidos. Notamos que com o aumento do tempo de moagem houve um aumento no que concerne às deformações das lamelas. As imagens de MO também mostram uma boa densificação da liga, contudo nota-se a presença de poros.

Figura 84. Imagens de MO da liga AA 7011_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

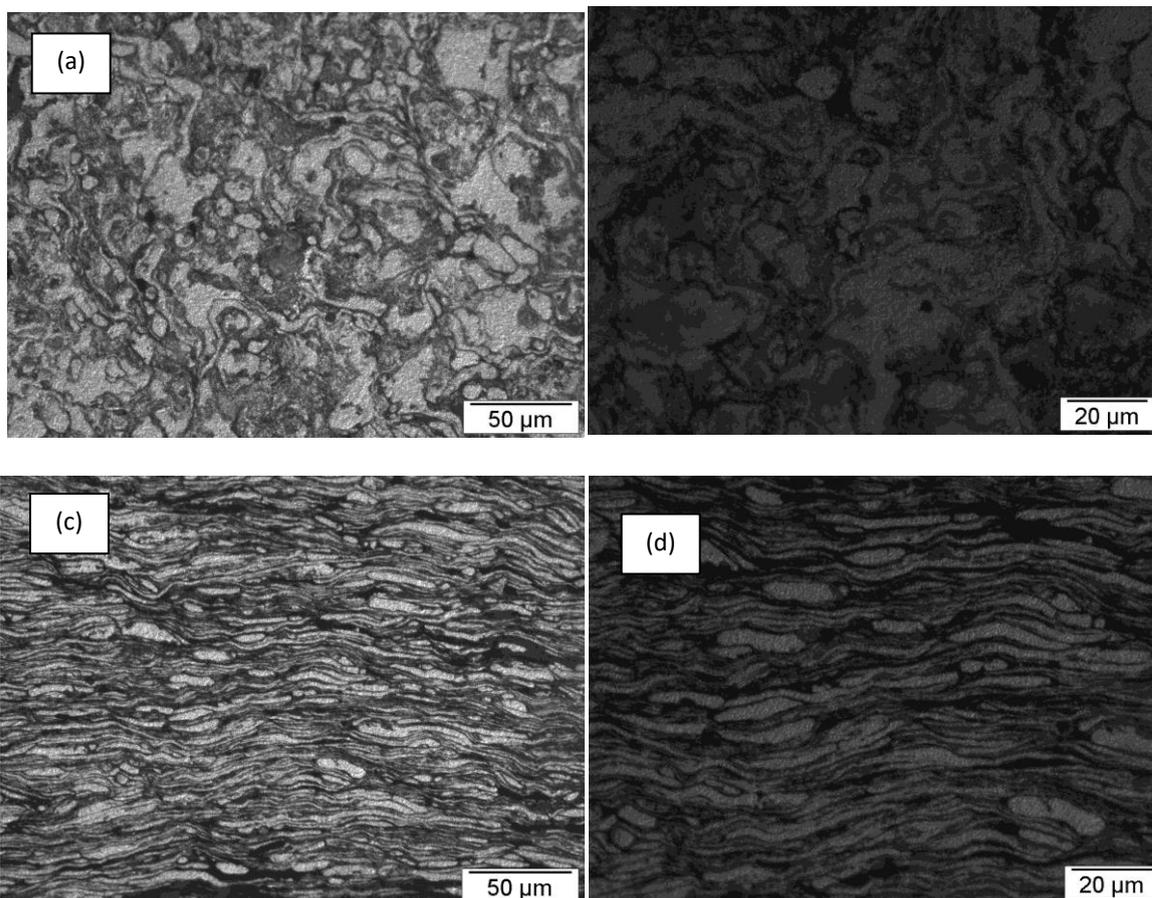


Figura 85. Imagens de MO da liga AA 7011_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

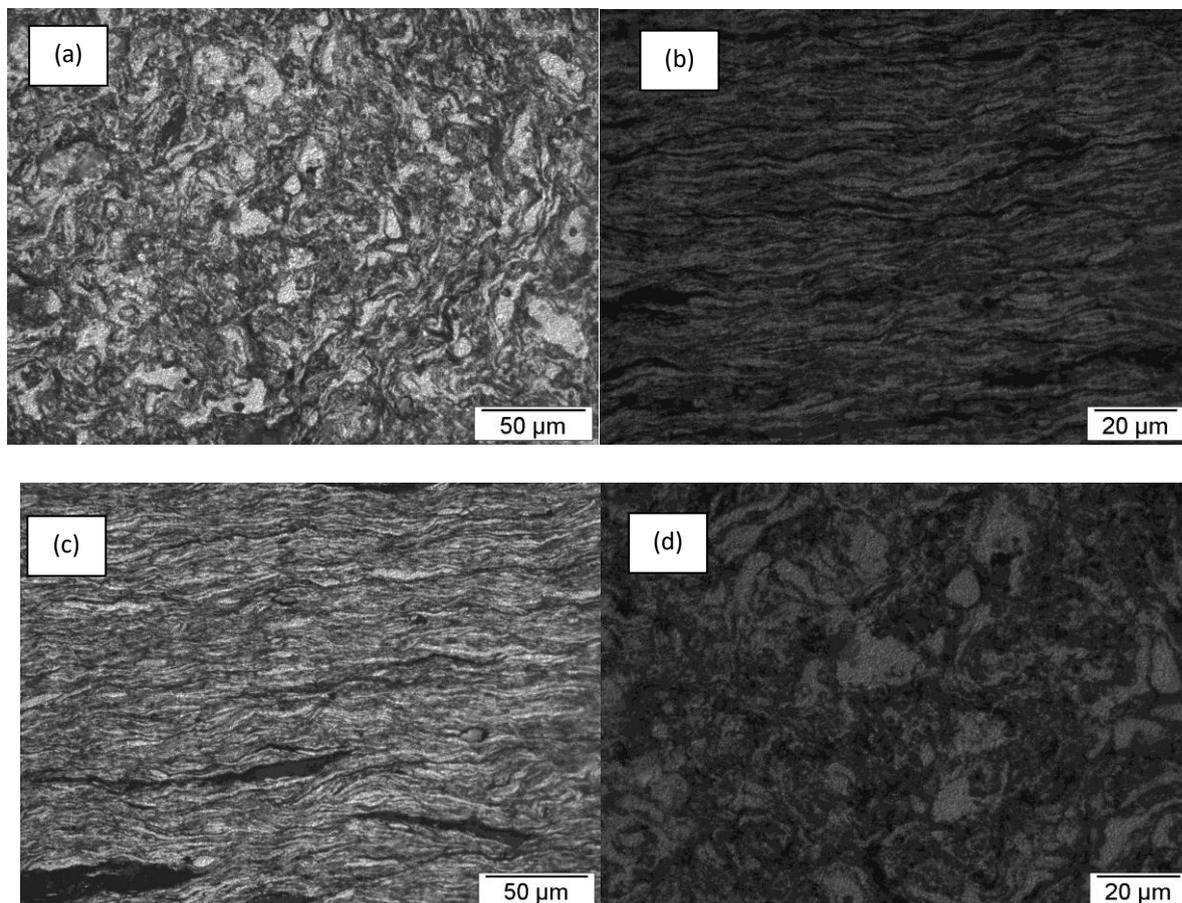
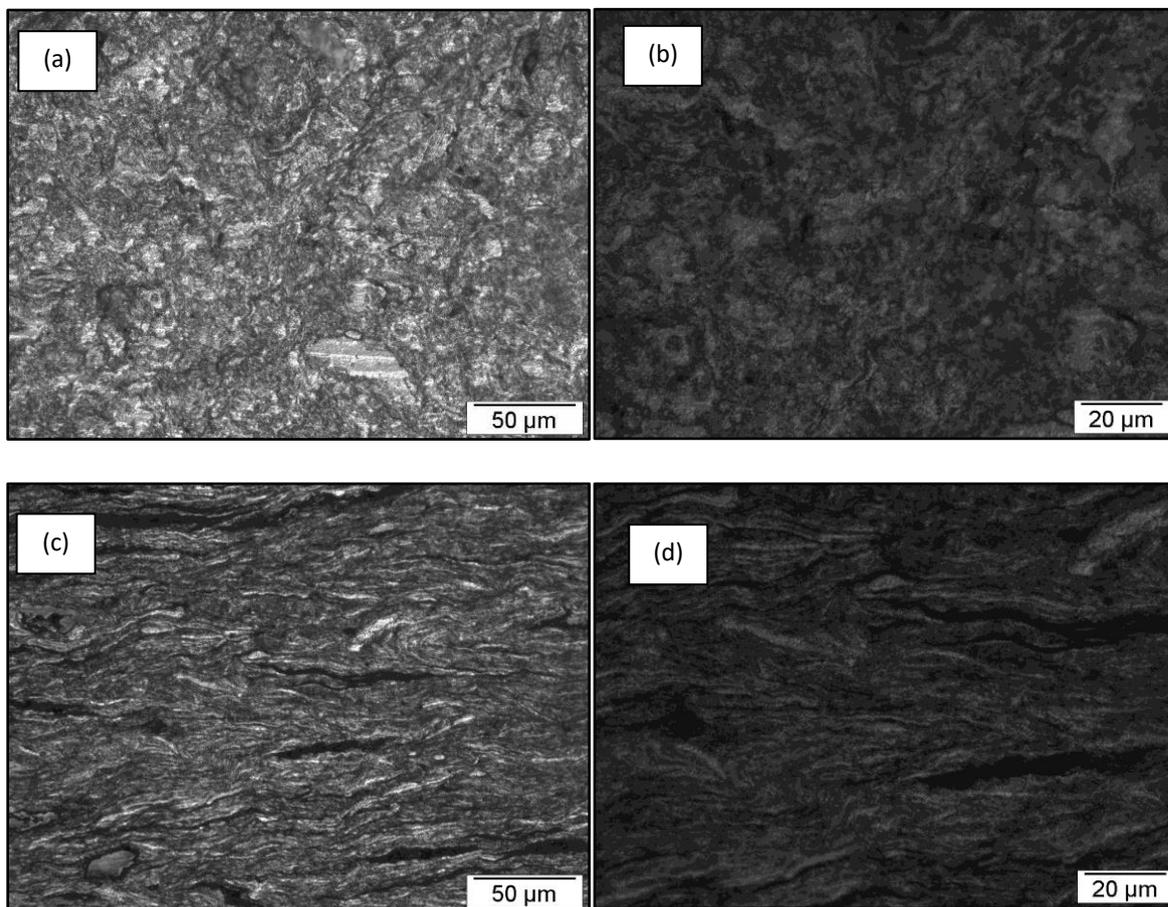


Figura 86. Imagens de MO da liga AA 7011_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x



As figuras 87 a 89 (a, b, c, d) apresentam a amostra da liga AA 7013 (seções superficial e transversal), sinterizada e processada por moagem de alta energia durante o tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h, com ataque HF 0,5% durante 40s.

As Figuras 87 a 89 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de Alumínio AA 7013 das seções superficiais e transversais com tempo de processamento no MAE de 0,5h, 1,0h e 2,0h com duas ampliações de 500x e 1000x. Com nas imagens anteriores, a liga apresenta também uma morfologia de grãos irregular e contornos de grãos bem evidenciados e definidos. Com o aumento do tempo de moagem houve um aumento no que concerne às deformações das lamelas. As imagens de MO também mostram uma boa densificação da liga, contudo nota-se a presença de poros.

Figura 87. Imagens de MO da liga AA 7013_0,5h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

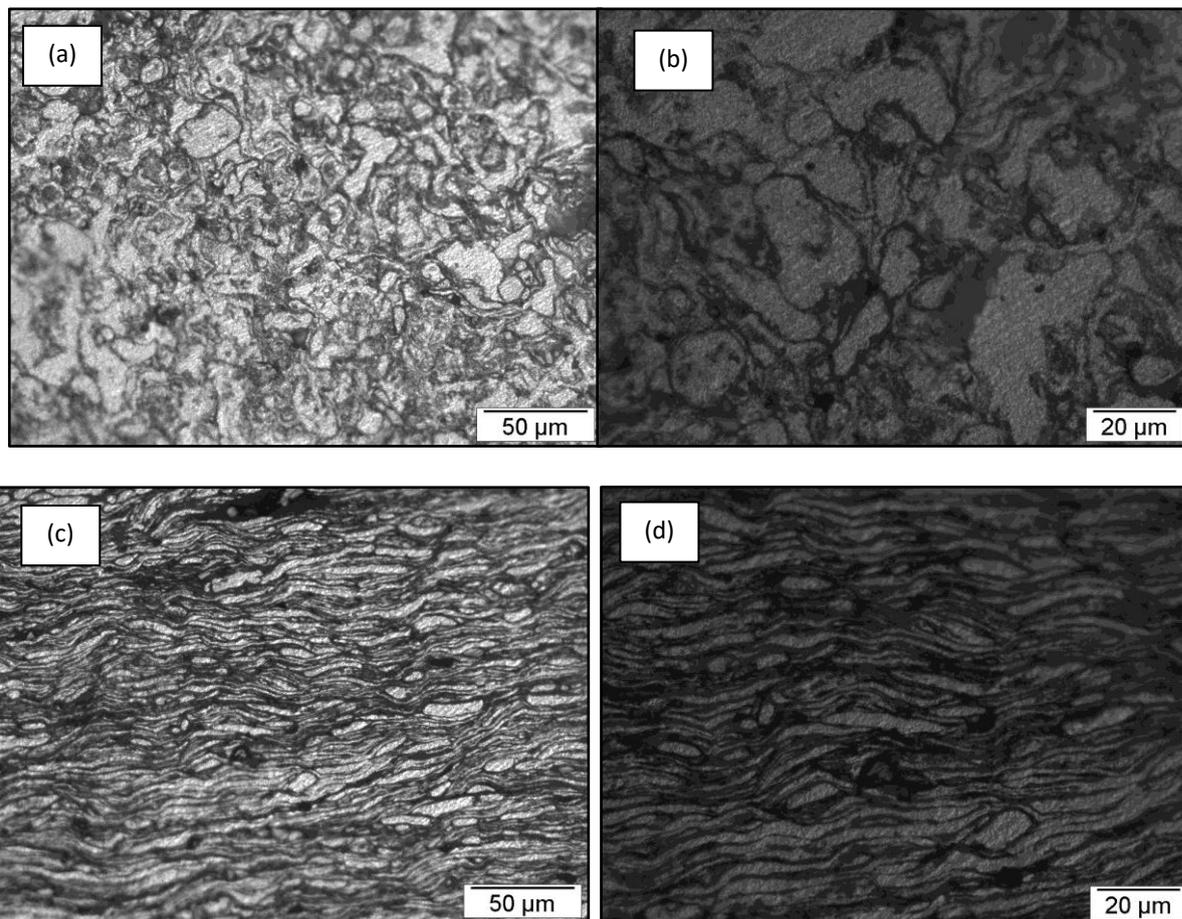


Figura 88. Imagens de MO da liga AA 7013_1,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x

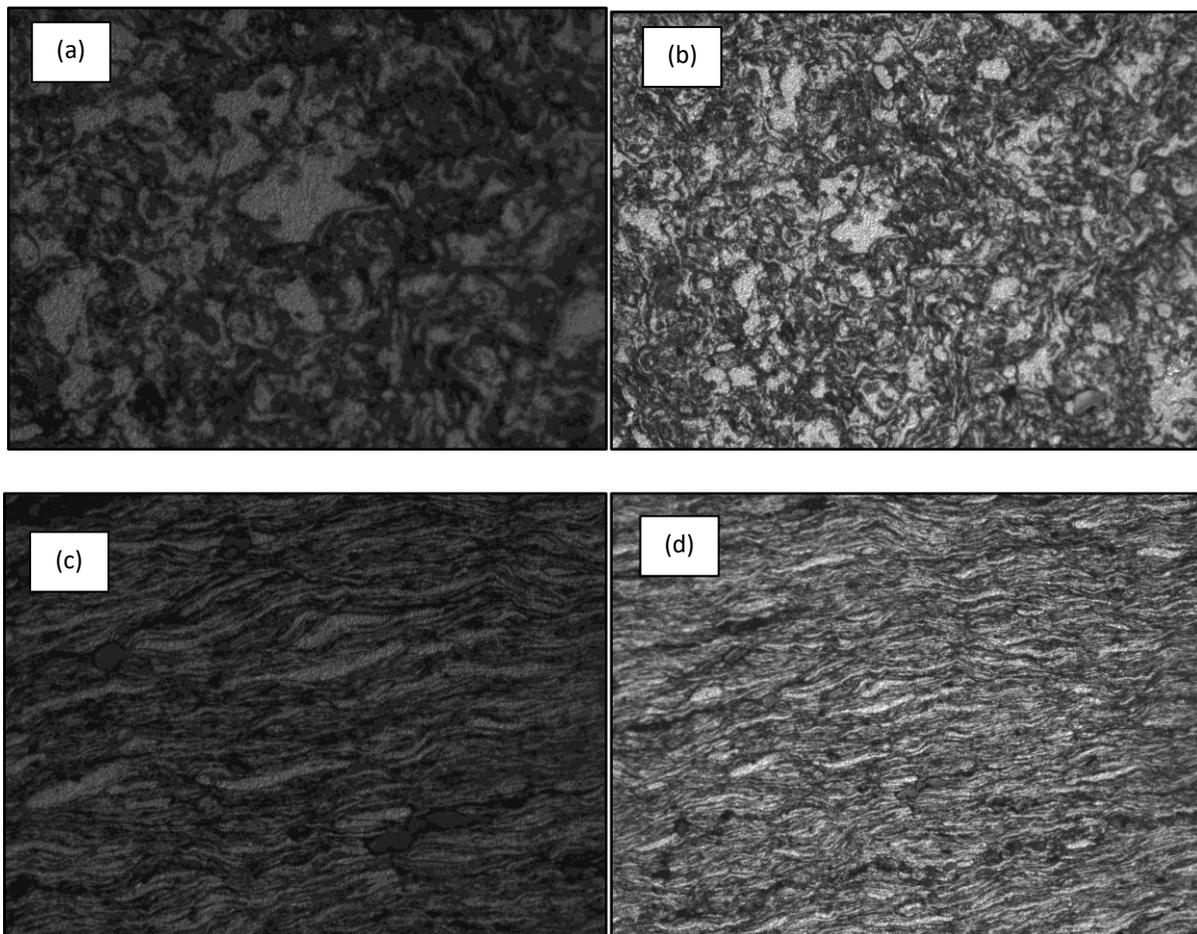
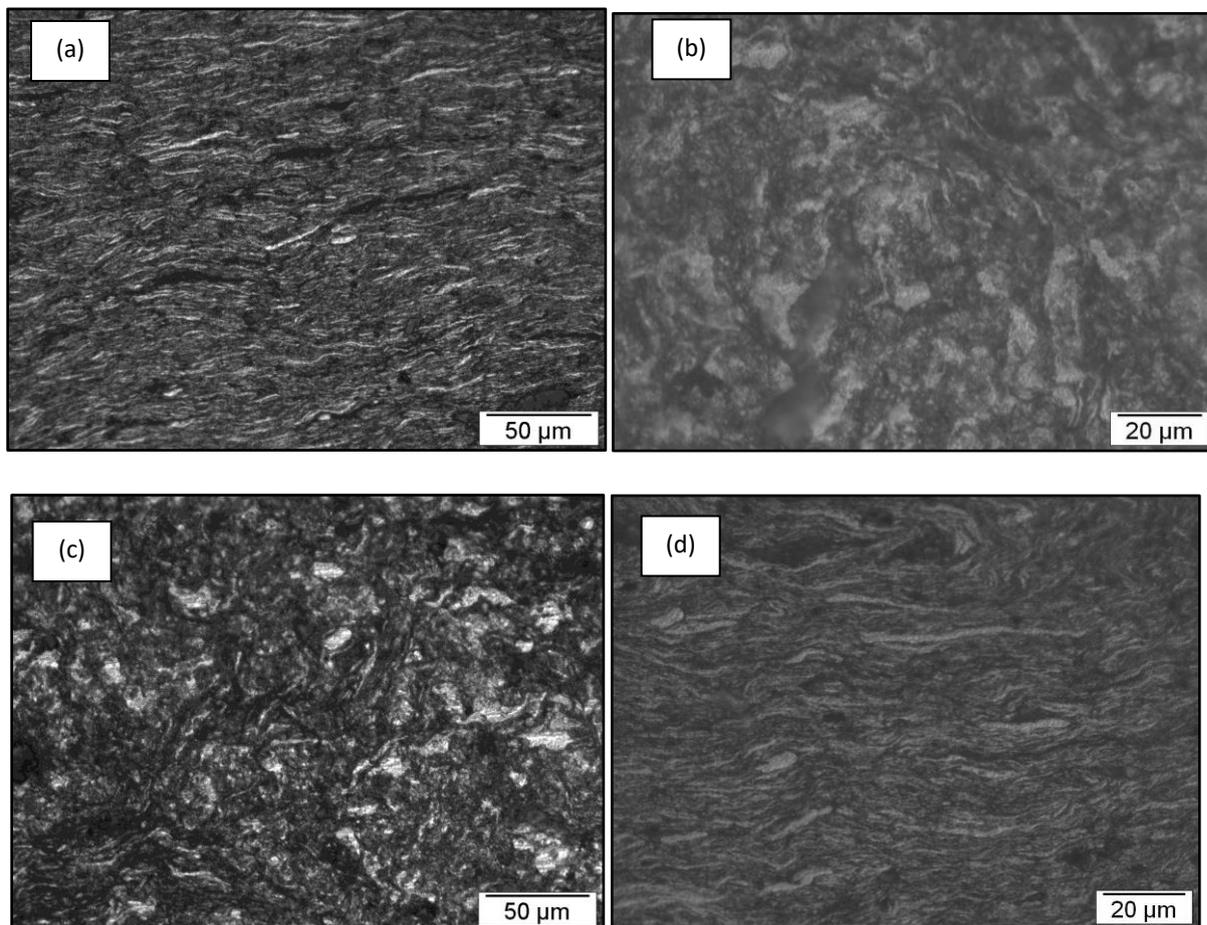


Figura 89. Imagens de MO da liga AA 7013_2,0h – seção superficial: (a) 500x; (b) 1000x; - seção transversal: (c) 500x; (d) 1000x



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

4.4 MICRODUREZA VICKERS

Nesta etapa do trabalho é apresentado os resultados de microdureza Vickers. Foram usadas as amostras das ligas Al AA 1100, AA 7009, AA 7011 e AA7013. Durante o ensaio foi realizado 5 endentações em cada superfície (superficial e transversal), sendo aplicado uma carga de 200 g. As Tabelas 9 e 10 mostram a evolução dos resultados de microdureza Vickers das ligas processadas durante 0,5h;

1,0h e 2,0h comparada ao resultado da amostra da liga de Al AA 1100 (alumínio puro), da qual foi usado como base para otimização da obtenção da liga.

Tabela 9. Resultado de Microdureza Vickers – HV - Transversal

AMOSTRA	AA 1100	AA 7009			AA 7011			AA 7013		
TEMPO	-	0,5h	1,0h	2,0h	0,5h	1,0h	2,0h	0,5h	1,0h	2,0h
1 endentação	33,17	86,4	95,2	99,2	79,6	95,2	98,3	108	101	160
2 endentação	31,22	85,5	98,8	90,1	98,3	105	95,4	93,5	116	106
3 endentação	31,84	88,7	81,7	101	91,9	104	87,9	83,2	120	147
4 endentação	31,02	100	97,3	106	82,1	112	98,1	88,4	114	150
5 endentação	30,42	75,3	88,4	94,3	104	97	117,4	105	122	130
MÉDIA	31,53	87,18	92,28	98,12	91,18	102,64	99,42	95,62	114,6	138,6
DESVIO PADRAO	1,05	8,82	7,13	6,13	10,39	6,75	4,87	10,63	8,23	21,18
DUREZA (%)	0	176,46%	192,64%	211,16%	189,15%	225,49%	201,02%	203,23%	263,42%	339,53%

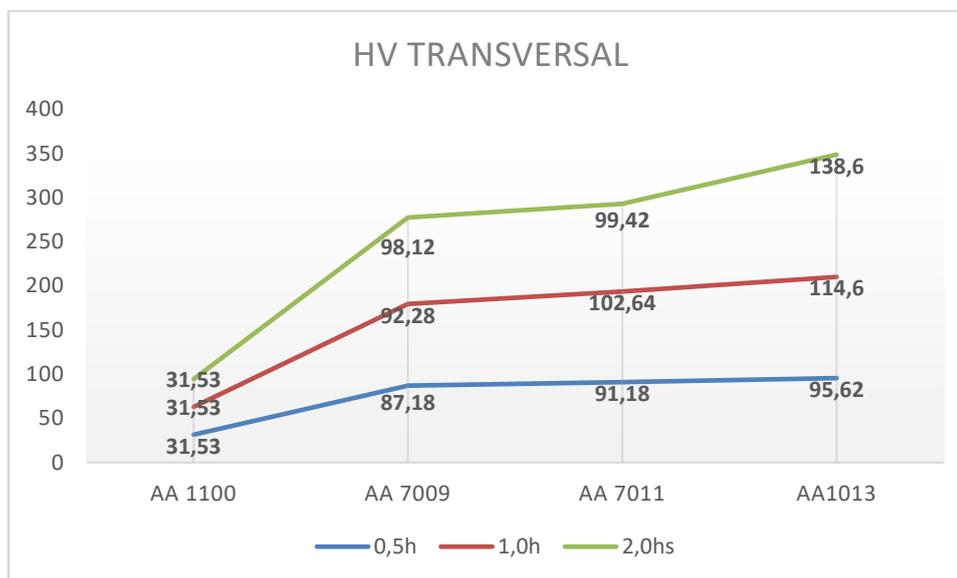
Fonte: O Autor (2018).

Tabela 10. Resultado de Microdureza Vickers – Superficial - HV – Superficial

AMOSTRA	AA 1100	AA 7009			AA 7011			AA 7013		
TEMPO	-	0,5h	1,0h	2,0h	0,5h	1,0h	2,0h	0,5h	1,0h	2,0h
1 endentação	33,17	75,1	66,9	114,3	94,5	117	118	123	88,7	159
2 endentação	31,22	111	120	92	98,2	127	112,8	122	116	166
3 endentação	31,84	74,5	126	97,4	101	111	113	114,9	124	104
4 endentação	31,02	90,1	123	98,6	88,1	93,4	108	106	125	156
5 endentação	30,42	102	110	119	96,4	92,1	98,8	86,5	117,7	174
MÉDIA	31,53	90,54	109,18	104,26	95,64	108,1	110,12	110,48	114,28	151,8
DESVIO PADRAO	1,05	16,17	24,39	11,70	4,85	15,14	7,25	15,03	14,82	27,61
DUREZA (%)	0	187,12%	246,23%	230,63%	203,29%	242,80%	249,21%	250,35%	262,40%	381,39%

Fonte: O Autor (2018).

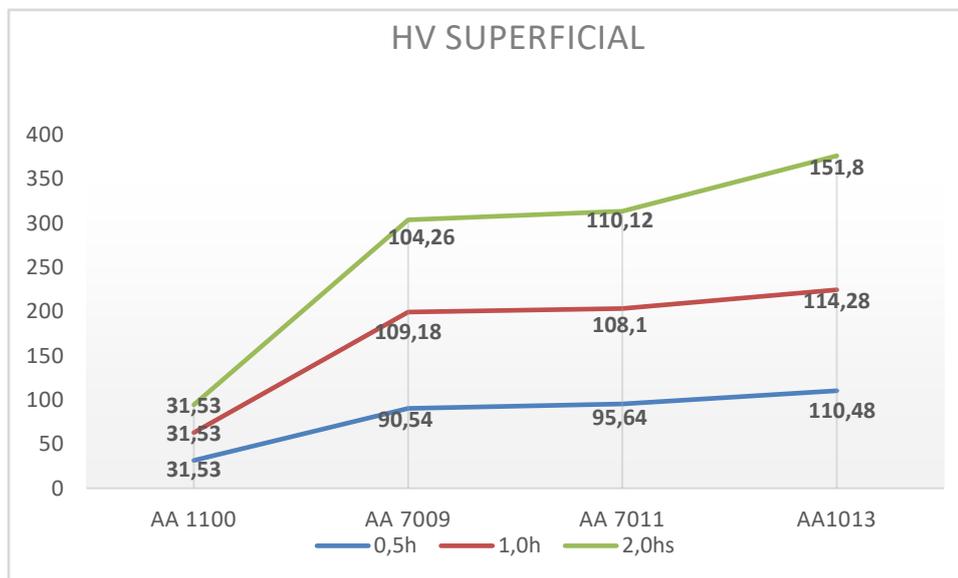
Figura 90. Evolução média da microdureza Vickers (HV), utilizando tempo de moagem de 0,5h; 1,0h e 2,0h (seção transversal)



Fonte: O Autor (2018).

A Figura 90 apresenta a evolução dos valores médios de Microdureza Vickers obtidos para cada amostra da face superficial processada nos tempos especificados (0,5h; 1,0h e 2,0h). Pode-se notar um comportamento bastante crescente da dureza com o aumento do tempo de moagem. O processo de moagem durante 2,0h da liga AA 7009 obteve um aumento percentual de 211,16% em relação a liga Al AA 1100, da qual teve uma dureza média de 31,53 HV e uma evolução de 339,53% comparada ao tempo de 2,0h da liga AA 7013.

Figura 91. Evolução média da microdureza Vickers (HV) utilizando tempo de moagem de 0,5h; 1,0h e 2,0h (seção superficial)



Fonte: O Autor (2018).

Na Figura 91 tem a evolução da média de HV das amostras superficiais processadas no tempo de 0,5h, 1,0h e 2,0h. Nestas amostras pode-se observar também um crescimento bastante efetivo de todas as ligas processadas em comparação com o Al AA 1100. Pode-se destacar o aumento da dureza da AA 7013, obteve uma média de 151,8 HV, sendo seu crescimento percentual de 381,39% em comparação ao alumínio puro.

5 CONCLUSÕES

A fabricação das amostras de ligas de alumínio AA 7009, 7011 e 7013 processadas durante 0,5h, 1,0h e 2,0h, através da técnica de metalurgia do pó, tomando como a base a liga Al AA 1100. Foi executado com relativo sucesso, utilizando-se uma rota de processamento de metalurgia do pó de moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização.

Os espectros de DRX dos pós processados por Moagem de Alta Energia, observou-se picos do alumínio da matriz. Foi observado que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tipos de moagem das ligas processadas nos períodos de tempo, apresentaram os mesmos valores de ângulo de difração (2θ) da matriz em alumínio (AA 1100).

Nas imagens de MEV das amostras dos pós, ficou evidente para todas as ligas alumínio (AA 7009, AA 7011 e AA 7013), que durante o processamento de 0,5h as ligas apresentaram uma morfologia relativamente achatada e irregular, e durante o processamento de 2,0h ficou evidente a diminuição das partículas de pós, tendo uma morfologia mais regular (ligeiramente arredondadas) e fina.

As imagens de EDS dos pós das ligas processadas em moagem de alta energia (MAE) mostraram qualitativamente e semi-quantitativamente a presença de elementos de alumínio, zinco, cobre, níquel, manganês, ferro, titânio, cromo, silício e oxigênio, este último presente devido à oxidação na MAE.

No MEV das amostras de pós sinterizadas ficou evidente para todas as ligas de alumínio (AA 7009, AA 7011 e AA 7013), processadas durante 0,5h, 1,0 h e 2,0h, que houve incorporação dos elementos de ligas, cujo tempo de 2,0h teve uma melhor incorporação. As imagens de EDS confirmaram a presença dos elementos de liga de: zinco, cobre, níquel, manganês, ferro, titânio, cromo, silício e oxigênio.

Nas imagens de MO as ligas apresentaram uma morfologia de grãos irregular e contornos de grãos bem evidenciados e definidos. Com o aumento do tempo de moagem houve um aumento no que concerne às deformações das lamelas (seção transversal). As imagens de MO também mostram uma boa densificação da liga, contudo nota-se a presença de poros.

Os resultados de dureza apresentaram-se linearmente crescente com o aumento do tempo de moagem, destacando o efeito positivo da técnica de Metalurgia do Pó utilizando MAE na produção das ligas alumínio AA 7009, AA 7011 e AA 7013.

Tendo como referência a liga de alumínio AA 1100 sinterizada sem reforço, o valor médio obtido, foi de 31,53 HV, já a liga AA 7013 processada por 2,0 h no moinho de alta energia (SPEX) apresentou o maior valor de dureza, tendo uma média de 138,6 HV (seção transversal), com uma variação de 339,53%, e a seção superficial apresentou uma média de 151,8 HV, obtendo uma variação de 381,39% em relação ao alumínio comercialmente puro (Al AA 1100).

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Fabricar as ligas objeto deste trabalho de pesquisa (AA 7009, AA 7011 e AA 7013) por moagem de alta energia e extrusão a quente, pois promove uma melhor densificação das ligas de alumínio.

Aumentar o tempo de moagem de alta energia das ligas fabricadas.

REFERÊNCIAS

- ALVES, S.J.F.. **Obtenção e caracterização de compósitos de matriz metálica de liga de alumínio AA2124 reforçados com óxido de alumínio e carboneto de silício processados através de técnicas de metalurgia do pó.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2013.
- ARAÚJO, 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 da técnica de metalurgia do pó.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2011.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO – ABAL. **Alumínio Brasileiro: soluções para uma vida sustentável**, p.61, 2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO – ABAL. **Bauxita no Brasil MINERAÇÃO RESPONSÁVEL E COMPETITIVIDADE**, Abril/2017.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Publicação técnica -Fundamentos e aplicações do alumínio**, ABAL, p.22, 2007.
- ASM Handbook. **Aluminium and alloys**. ASM International. V 2, 1993.
- ASM Handbook. **Powder metal technologies and applications**. ASM International. v 7, 1998.
- BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas: microestrutura, propriedades e aplicações**. Ed. E-papers. Rio de Janeiro, 2014.
- BENJAMIN, J. S. **Metall. Trans.**, 1970.
- Bezerra Júnior, Carlos Augusto. **Fabricação de compósitos de Liga de Alumínio AA2124 com reforço de Nitreto de Silício através de técnicas de Metalurgia do Pó.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2013.
- BRAGA, V. P. A. **Análise de ligas de Alumínio Aeronáuticas Conformadas por Jateamento com Granalhas – Caracterização e Deformação.** Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2011.
- CALLISTER W. D. Jr., **Ciência e engenharia dos materiais: uma introdução**. 8ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013.
- CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, São Paulo, 2001.
- CHIAVERINI, V. **Tecnologia mecânica**. 2ª ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986.
- DE SOUZA, SAUL HISSACI. **Cinética de amolecimento da liga de alumínio AA 7075 durante recozimento após laminação a frio.** Dissertação de Mestrado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2018.

KANG, Suk-Joog, L. **Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure**. 1ª ed. Elsevier, 2005.

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

LAGO, M.L. **Liga de Alumínio para Aplicação Aeronáutica Obtida por Conformação por Spray**. Dissertação de Mestrado. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Maranhão. São Luis, 2010.

LIBERATI, J. F.. **Compactação isostática a quente do pó de aço rápido AISI M2**. Dissertação de Mestrado. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 2001.

Lins, André Emanuel Poroca. **Fabricação de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA1100 com reforço cerâmico de Óxido de Zinco através de técnicas de metalurgia do pó**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2016.

MARCHI, L. **Estudo de sinterização de cerâmicas à base de nitreto de silício utilizando-se com os aditivos óxidos de cério e alumínio**. Dissertação de Mestrado. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 1999.

MONTEIRO, Anderson Dias. **OBTENÇÃO DE COMPÓSITO Nb-Cu VIA METALURGIA DO PÓ**. Dissertação de Mestrado. Universidade de Brasília. Faculdade UnB Gama. Brasília, 2016.

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

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

PEREIRA, J. M. M. **Estudo das ligas de alumínio aplicadas em construção naval nomeadamente na resistência à corrosão em estruturas navais soldadas**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, 2010.

PINTO, G. B.. **Análise do efeito do tempo de moagem de alta energia no tamanho de cristalino e microdeformação da rede cristalina do WC-Co**. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Natal, 2008.

REDDY, D. V. R. **Microalloying of Advanced Al-Zn-Mg-Cu Alloy**. Metalworld, 16, September, 2008. Disponível em www.metalworld.co.in/technology0908.pdf. Acessado em 11/04/2018.

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

SKTNOCOVÁ, K.; KURSA, M.; SZURMAN, I. **Powder metallurgy.** Technical University of Ostrva – Faculty of Metallurgy and Materials Engineering. Ostrava, 2014.

SOUSA, Marcio Marcelo Sampaio de. **Estudo do processo de fabricação de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 por metalurgia do pó via moagem de alta energia e sinterização a vácuo.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2012.

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

SURYANARAYANA. **Department of Metallurgical and Materials Engineering.** Colorado School of Mines, Golden, CO 80401-1887, USA.

TAKIMI, A. S.. **Obtenção de superligas NiCrAlY nanoestruturadas por moagem de alta energia e sua aplicação por aspersão térmica hipersônica (HVOF).** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2004.

TSURKMAN, S. A.. **Powder metallurgy.** 1ª ed. Pergamon Press. 1965.

UPADHYAYA, G. S.. **Powder metallurgy technology.** 1ª ed. Cambridge International Science Publishing. England, 2002.

ZHANG, D. L. **Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling,** *Progress in Materials Science*, 49, 537–560, 2004.

ZHANG, F L.; WANG, C. Y.; ZHU, M. Nanostructured WC/Co composite powder prepared by high energy ball milling.