



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

MICHELLE MARIA PEREZ LOTT

PROCESSAMENTO DE DURALUMÍNIOS AA 2219 E AA 2021 ATRAVÉS DE
TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE
SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

Recife

2022

MICHELLE MARIA PEREZ LOTT

PROCESSAMENTO DE DURALUMÍNIOS AA 2219 E AA 2021 ATRAVÉS DE
TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE
SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

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

Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

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

Recife

2022

L884p	Lott, Michelle Maria Perez. Processamento de duralumínios AA 2219 e AA 2021 através de técnicas de metalurgia do pó e tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento / Michelle Maria Perez Lott. 2022. 126 f: figs., quads., tabs. Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Recife, 2022. Inclui referências. 1. Engenharia mecânica. 2. Ligas de alumínio AA2219 e AA2021. 3. Metalurgia do pó. 4. Moagem de alta energia. 5. 2XXX. Al₂Cu. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de (Orientador). II. Título.
	UFPE
621 CDD (22. ed.)	BCTG / 2022 - 412

MICHELLE MARIA PEREZ LOTT

PROCESSAMENTO DE DURALUMÍNIOS AA 2219 E AA 2021 ATRAVÉS DE
TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ E TRATAMENTOS TÉRMICOS DE
SOLUBILIZAÇÃO E ENVELHECIMENTO

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

Aprovada em: 26 de agosto de 2022.

BANCA EXAMINADORA

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

Prof. Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Franciné Alves da Costa
Universidade Federal do Rio Grande do Norte

Ao meu pai e minha mãe que sempre me deram apoio para alcançar meus objetivos, me fortalecendo em cada etapa da minha vida e acreditando em mim.

AGRADECIMENTOS

A Deus por não me deixar desistir dos meus objetivos, por me dar saúde e discernimento para fazer as melhores escolhas.

Aos meus pais, Henrique Lott e Jacqueline Lott que nunca duvidaram que eu conseguiria finalizar essa etapa da minha vida por maiores que fossem os desafios. Cuidaram dos meus filhos inúmeras vezes que precisei ir para a UFPE com todo amor e carinho. Estão do meu lado em todos os momentos e acreditam no meu potencial mais até do que eu mesma.

As minhas irmãs, Gabrielle Lott e Danielle Lott, que me ajudaram em todos os momentos que precisei com palavras e atitudes.

À minha família que sempre esteve ao meu lado, meu esposo Ramon Nascimento, meus filhos Henrique Mateus e Rafael Henrique que me fazem ser melhor a cada dia apenas por existirem e estarem ao meu lado.

Ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho, que aceitou um grande desafio tendo que orientar uma aluna formada em engenharia de produção grávida e morando longe de Recife no início da pós-graduação. Foi muito além de orientação da dissertação, sendo um incentivador nos meus momentos de descrença total.

A todos os técnicos do INTM que sempre me ajudaram, sendo eles, Janaína, Walter, Ivaldo, Ruben. Eles não mediram esforços para me ajudar a finalizar o presente trabalho, estando sempre a disposição para qualquer esclarecimento necessário.

Aos mestres e orientandos do professor Oscar; Moisés, Endreo, Diogo e Elton que me acompanharam explicando tudo que eu ainda não entendia relativo ao meu trabalho, ficando aos sábados no INTM para realizar partes dos experimentos comigo.

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

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

Ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimentos de materiais (INTM), os seguranças, pessoal do suporte pela presteza e simpatia.

Finalizo a presente dissertação com o sentimento de gratidão por todos aqueles que estiveram envolvidos direta ou indiretamente comigo nesse período.

RESUMO

O alumínio é largamente utilizado por ter boas características mecânicas e um preço relativamente baixo. Visando a melhoria de algumas propriedades mecânicas para aumentar a utilização, surgiram as ligas de alumínio. O cobre (Cu) é um dos principais elementos de liga que forma a série 2000 também conhecida como duralumínio, dentre as principais aplicações destaca-se a fabricação de peças na indústria aeronáutica e aeroespacial. O presente trabalho tem como principal objetivo a fabricação e estudo de duas ligas da série 2000 formadas pelo sistema Al-Cu, AA2219 e AA2021 com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial. O processo de fabricação utilizado foi a metalurgia do pó (MP), onde foram utilizados os pós elementares dos elementos químicos para processamento no moinho vibratório de alta energia do tipo SPEX pelos tempos de 60, 120 e 240 minutos. Após a moagem de alta energia (MAE), os pós foram caracterizados utilizando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e difração de raios-X (DRX). Em seguida, os pós foram submetidos ao processo de compactação uniaxial a frio de simples ação onde um total de doze compactos foram sinterizados em um forno a vácuo e destes, seis compactos foram submetidos aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial. A microestrutura dos compactos sinterizados foi caracterizada usando as técnicas de Microscopia Ótica (MO), MEV e EDS. Para avaliar e comparar a microdureza das amostras foi feito o ensaio de microdureza *Vickers*. A caracterização das amostras demonstrou microestruturas heterogêneas com difícil visualização de contorno de grão. Demonstrou também que aumentando o tempo de MAE houve um refino da microestrutura e quanto maior a porcentagem de cobre na liga, maior será a formação da fase θ (Al_2Cu) apresentando cor mais clara nas micrografias. Todos os compactos de pós da liga AA2219 sinterizados exibem picos característicos da fase dura ou endurecedora. Por outro lado, nenhum pico da fase θ foi detectado nos compactos de pós da liga AA2021 moídos por 120 minutos. Todas as análises de EDS demonstraram materiais livres de contaminação e com composição dos pontos claros substancialmente de alumínio e cobre. As medidas de microdureza dos compactos sinterizados e tratados termicamente exibem valores mais significativos quando comparados com aqueles valores dos compactos apenas sinterizadas.

Palavras-chave: ligas de alumínio AA2219 e AA2021; metalurgia do pó; moagem de alta energia; 2XXX. Al_2Cu .

ABSTRACT

The aluminum is largely used due to having good mechanical characteristics and a relative low price. The aluminum alloys appeared with the goal of enhancing some of the mechanical properties in order to increase its use. Copper (Cu) is one of the main alloy elements which forms the 2000 series, also known as duralumin, among the main uses it is highlighted the manufacturing of parts for the aviation and the aerospace industries. The present work has as its main objective the making and study of two alloys of the 2000 series formed through the system Al-Cu, AA2219 and AA2021 with thermal treatment of solubilization and artificial aging. The manufacturing process used was that of the Powder-Metallurgy (PM), in which were used post elementary of chemical elements for processing in the high energy of the type SPEX shaker mill for the periods of time of 60, 120 and 240 minutes. After the High Energy Ball-Milling, the powders were characterized using the techniques from scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD). After these steps, they were submitted to the process of cold uniaxial compression of simple action, in which a total of 12 (twelve) compacts were sintered in a vacuum oven, of which 6 (six) compacts went through thermal treatment of solubilization and artificial aging. The microstructure of the sintered compacts was characterized using the techniques of the Optical Microscopy (OM), SEM and EDS techniques. In order to evaluate and compare the microhardness of the samples it was done the Vickers microhardness test. The characterization of the samples shows heterogeneous microstructures with difficult viewing of the grain contour. It also demonstrated that increasing the time of High Energy Ball-Milling there was a refining of the microstructure and the higher the percentage of copper in the alloy, the higher there will be the forming of the phase θ (Al_2Cu) presenting a lighter color in the micrographs. All the powder compacts of the alloy AA2219 sintered presented characteristic peaks of the hard or hardening phase. On the other hand, no peak of θ phase was detected on the powder compacts of the alloy AA2021 mowed for 120 minutes. All the analysis of EDS demonstrated materials free of contamination and with composition with clear points substantially of aluminum and copper. The measurements of microhardness of the compacts sintered and with thermal treatment presented significant numerical superiority when compared to those only sintered.

Keywords: aluminum alloys AA2219 and AA2021; powder metallurgy; high energy ball-milling process; solubilization and aging; 2XXX. Al_2Cu .

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Diagrama de fases Al-Cu	28
Figura 2 Representação das fases junto ao diagrama Al-Cu	28
Figura 3. Curva Dureza x Tempo de Envelhecimento	29
Figura 4 - Processo de produção por metalurgia do pó	30
Figura 5 - Caracterização de forma de partícula dos pós	33
Figura 6 - Compactação uniaxial simples	35
Figura 7 - Etapas do tratamento de solubilização e envelhecimento artificial	37
Figura 8. Representação do tratamento T6.....	38
Figura 9 - Resultado de resfriamento lento em Ligas Al-Cu.....	39
Figura 10 - Relação entre dureza e tempo na etapa de envelhecimento artificial	40
Figura 11 - Fases da moagem de alta energia de materiais dúcteis	43
Figura 12 - (a) Moinho de bolas do tipo SPEX e (b) Acessórios de moagem: jarra tampa hermética e bolas	44
Figura 13 - Penetrador e impressão no ensaio de dureza e microdureza Vickers	48
Figura 14 - Fluxograma dos experimentos realizados.....	52
Figura 15 - Balança de precisão semi-analítica	55
Figura 16 - Moinho vibratório do tipo SPEX.....	56
Figura 17 - Parte interna moinho vibratório do tipo SPEX.....	56
Figura 18 - Recipiente de moagem e esferas (corpos moedores)	57
Figura 19 - Difratômetro Shimadzu, XRD-700.....	58
Figura 20 - Compactados verdes fabricados via metalurgia do pó.....	59
Figura 21 - Matriz de compactação de simples ação.....	60
Figura 22 - Forno a vácuo	61
Figura 23 - Máquina automática de corte de precisão Struers Accutom-100	62
Figura 24 - Amostra com embutimento.....	63
Figura 25 - Microscópio ótico Olympus BX51M	64
Figura 26 - Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN MIRA3 com EDS Oxford 15kv.....	64
Figura 27 - Microdurômetro EmcoTest.....	65
Figura 28 - Imagem obtida através do MEV do alumínio AA1100 – Aumento de 500x	67
Figura 29 - Imagem obtida através do MEV do alumínio AA1100 conforme recebido – Aumento de 1000x	67
Figura 30 - Medição do tamanho da partícula do alumínio AA1100 conforme recebido – MEV Aumento de 2000x	68
Figura 31 - Imagem obtida através do MEV do cobre (Cu) conforme recebido – Aumento de 500x	69
Figura 32 - Imagem obtida através do MEV do cobre (Cu) conforme recebido – Aumento de 1000x.....	69
Figura 33 - Imagem obtida através do MEV do silício (Si) conforme recebido – Aumento de 500x	70
Figura 34 - Imagem obtida através do MEV do silício (Si) conforme recebido – Aumento de 1000x	70

Figura 35 - Medição do tamanho da partícula do silício (Si) conforme recebido – MEV Aumento de 2000x	71
Figura 36 - Imagem obtida através do MEV do ferro (Fe) conforme recebido – Aumento de 500x	72
Figura 37 - Imagem obtida através do MEV do ferro (Fe) conforme recebido – Aumento de 1000x	72
Figura 38 - Medição do tamanho da partícula do ferro (Fe) conforme recebido – MEV Aumento de 500x	73
Figura 39 - Imagem obtida através do MEV do manganês (Mn) conforme recebido – Aumento de 500x	73
Figura 40 - Imagem obtida através do MEV do manganês (Mn) conforme recebido – Aumento de 1000x	74
Figura 41 - Medição do tamanho da partícula do manganês (Mn) conforme recebido – MEV Aumento de 2000x	75
Figura 42 - Imagem obtida através do MEV do zinco (Zn) conforme recebido – Aumento de 500x	75
Figura 43 - Imagem obtida através do MEV do zinco (Zn) conforme recebido – Aumento de 1000x	76
Figura 44 - Medição do tamanho da partícula do zinco (Zn) conforme recebido – MEV Aumento de 1000x	77
Figura 45 - Imagem obtida através do MEV do titânio (Ti) conforme recebido – Aumento de 500x	78
Figura 46 - Imagem obtida através do MEV do titânio (Ti) conforme recebido – Aumento de 1000x	78
Figura 47 - EDS dos pós elementares. a) Alumínio (AA1100), b) cobre (Cu), c) silício (Si), d) ferro (Fe).....	79
Figura 48. EDS dos pós elementares. a) manganês (Mn), zinco (Zn) e titânio (Ti).....	79
Figura 49 - Gráfico da análise de difração de raio-x do alumínio (AA1100)	80
Figura 50 - Espectro obtido pela DRX do cobre (Cu).....	81
Figura 51 - Micrografias das partículas dos pós da liga AA2219 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min.	82
Figura 52. Micrografias das partículas dos pós da liga AA2219 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min.	82
Figura 53 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 60min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	83
Figura 54 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 120min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	83
Figura 55 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 240min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	84
Figura 56 - Difratogramas dos pós da liga de alumínio AA2219 processadas por MAE	85
Figura 57. Micrografias das partículas dos pós da liga AA2021 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min	86
Figura 59 - Micrografias das partículas dos pós da liga AA2021 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min	87

Figura 60 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 60min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	87
Figura 61 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 120min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	88
Figura 62 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 240min. a) Região analisada, b) espectro de EDS	88
Figura 63 - Difrátogramas dos pós da liga de alumínio AA2021 processadas por MAE	89
Figura 64 - MO das amostras sinterizadas da liga AA2219 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h	91
Figura 65 - MO das amostras sinterizadas da liga AA2021 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h	92
Figura 66 - MO das amostras tratadas termicamente (T6) da liga AA2219 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h.....	93
Figura 67 - MO das amostras tratadas termicamente (T6) da liga AA2021 -. a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h.....	94
Figura 68 - Micrografias da liga AA 2219 sinterizada. a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h	95
Figura 69 - Micrografias da liga AA 2021 sinterizada. a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h	96
Figura 70 - EDS pontos liga AA2219 sinterizada MAE 2h – (a) corte superficial, (b) corte transversal.....	97
Figura 71 - EDS pontos liga AA2219 sinterizada MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	98
Figura 72 - EDS pontos liga AA2021 sinterizada MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	99
Figura 73 - EDS pontos liga AA2021 sinterizada MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	100
Figura 74 - EDS mapa da liga AA2219 sinterizada. a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h.....	101
Figura 75 - EDS mapa da liga AA2021 sinterizada. a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h.....	101
Figura 76 - Micrografias da liga AA 2219 tratada termicamente (T6). a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h	103
Figura 77 - Micrografias da liga AA 2021 tratada termicamente (T6). a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h	104

Figura 78 - EDS pontos liga AA2219 tratada termicamente (T6) MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	105
Figura 79 - EDS pontos liga AA2219 tratada termicamente (T6) MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	106
Figura 80 - EDS pontos liga AA2021 tratada termicamente (T6) MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	107
Figura 81 - EDS pontos liga AA2021 tratada termicamente (T6) MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal.....	108
Figura 82 - EDS mapa da liga AA2219 tratada termicamente (T6). a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h.....	109
Figura 83 - EDS mapa da liga AA2021 tratada termicamente (T6). a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h.....	109
Figura 84 - Difratogramas das amostras sinterizadas.....	111
Figura 85 - Difratogramas das amostras solubilizadas e envelhecidas artificialmente (T6) ..	112
Figura 86 - Relação entre a função densidade de probabilidade e os valores de microdureza Vickers nas amostras sinterizadas	114
Figura 87 - Relação entre a função densidade de probabilidade e os valores de microdureza Vickers nas amostras tratadas termicamente	114
Figura 88 - Análise em box plot dos resultados obtidos de microdureza para as amostras sinterizadas	115
Figura 89 - Análise em box plot dos resultados obtidos de microdureza as amostras com tratamentos	116
Figura 90 - Diferença entre as médias das microdurezas obtidas.....	117

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Classificação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio.....	27
Quadro 2 - Percentuais dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021	53
Quadro 3 - Quantidade em gramas dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021	53
Quadro 4 - Percentuais dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021	55
Quadro 5 - Quantidade em gramas dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Classificação das ligas de alumínio	25
Tabela 2 Resumo dos tipos de tratamentos térmicos.....	26
Tabela 3 - Temperaturas de solubilização e envelhecimento para alguns duralumínios.....	39
Tabela 4 - Resumo dos experimentos realizados.....	50
Tabela 5 - Resultados do Ensaio de Microdureza Vickers (HV) de cada amostra.....	113

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
2 OBJETIVOS	20
2.1 OBJETIVO GERAL	20
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	20
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
3.1 ALUMÍNIO	21
3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO	22
3.2.1 Classificação das Ligas de Alumínio.....	23
3.2.1.1 Classificação Quanto ao Processo de Fabricação	23
3.2.1.2 Classificação Quanto a Composição Química.....	24
3.2.1.3 Classificação Quanto ao Tratamento Térmico	26
3.3 LIGAS DE ALUMÍNIO SÉRIE 2XXX	27
3.4 METALURGIA DO PÓ	29
3.4.1 Obtenção dos Pós.....	31
3.4.2 Características dos Pós	31
3.4.3 Homogeneização dos Pós	33
3.4.4 Compactação dos Pós.....	34
3.4.4.1 Compactação Uniaxial a Frio	34
3.4.5 Sinterização	35
3.4.5.1 Sinterização por Fase Sólida	36
3.4.6 Operações Complementares.....	36
3.4.6.1 Tratamento Térmico	37
3.4.6.1.1 Solubilização e Envelhecimento Artificial (T6)	37
3.5 MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE).....	40
3.5.1 Variáveis da Técnica de MAE	41
3.5.1.1 Tempo de Moagem.....	41
3.5.1.2 Pós de Partida	42
3.5.1.3 Tipos de Moinho.....	43
3.5.1.1.1 Moinho Vibratório (Shaker Mill – SPEX)	43
3.5.1.6 Razão Massa de Bola x Massa de Pó (<i>Ball-to-Powder-Ratio</i> – BPR)	44
3.5.1.10 Temperatura.....	45

3.6 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)	45
3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	45
3.8 DIFRAÇÃO DE RX (DRX).....	46
3.9 DUREZA DE UM MATERIAL	47
3.9.1 Ensaio de Dureza e Microdureza Vickers	47
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1 MATERIAIS	53
4.2 MÉTODOS.....	54
4.2.1 Pesagem dos Pós	54
4.2.2 Moagem de Alta Energia (MAE) dos pós.....	56
4.2.3 Caracterização dos pós	58
Difração de Raios-X dos Pós.....	58
4.2.3.3 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) dos Pós	59
4.2.4 Compactação dos Pós.....	59
4.2.5 Sinterização.....	60
4.2.7 Solubilização e Envelhecimento – Tratamento T6.....	61
4.2.8 Preparação Metalográfica	62
4.2.9 Caracterização das amostras.....	63
4.2.9.1 Microscopia Ótica.....	63
4.2.9.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	64
4.2.9.3 Difração de Raios-X	65
4.2.9.3 Ensaio de Microdureza Vickers	65
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	66
5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS PÓS.....	66
5.1.1 Pós Elementares.....	66
5.1.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	66
5.1.1.2 Difração de Raios-X	80
5.1.2 Liga de Alumínio AA2219 Fabricada por MAE	81
5.1.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	81
5.1.2.2 Difração de Raios-X	84

5.1.3 Liga de Alumínio AA2021 Fabricada por MAE	85
5.1.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)	85
5.1.3.2 Difração de Raios-X	88
5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	89
5.2.1 Análise Microestrutural das Amostras Através da Técnica de Microscopia Ótica (MO)	90
5.2.1.1 Amostras Sinterizadas	90
5.2.1.2 Efeito do Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento Artificial	92
5.2.2 Efeito da Sinterização e do Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento Artificial na Microestrutura dos Corpos Densos	94
5.2.2.1 Amostras Sinterizadas	94
5.2.2.2 Amostras Solubilizadas e Envelhecidas Artificialmente (T6).....	102
5.2.3 Difração de Raios-X	110
5.2.3.1 Amostras Sinterizadas	110
5.2.3.2 Amostras Solubilizadas e Envelhecidas Artificialmente (T6).....	111
5.2.4 Ensaio de Microdureza Vickers das amostras	112
6 CONCLUSÕES	118
7 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	120
REFERÊNCIAS	121

1 INTRODUÇÃO

Por ser um metal de vasta aplicação tanto na indústria como na área de pesquisa, o alumínio ganha destaque no cenário mundial aumentando a sua importância ao longo dos anos. Esse fato pode ser explicado pelos seguintes pontos: possui propriedades mecânicas de interesse, facilidade de transformação utilizando os processos metalúrgicos existentes e grande quantidade de estudos que corroboram para o melhoramento das técnicas de acabamento dos produtos tornando um material fácil de aplicar em qualquer situação (ABAL, 2019).

O alumínio puro possui baixa resistência mecânica, enquanto as ligas de alumínio podem chegar 690 MPa (SMITH & HASHEMI, 2015). Sendo assim, as ligas de alumínio são largamente utilizadas quando são necessárias melhores propriedades do que aquelas adquiridas com o alumínio puro. Para melhorar as propriedades mecânicas são adicionados os elementos de liga de acordo com o que se pretende. Segundo Callister e Rethwisch (2012), um exemplo é a utilização das ligas de alumínio-lítio na indústria aeronáutica e aeroespacial por apresentar propriedades favoráveis como fadiga e tenacidade excelentes a baixas temperaturas.

O cobre é classificado como um dos principais elementos de liga, segundo Scheid (2010), as ligas de alumínio-cobre são amplamente utilizadas na indústria aeronáutica na construção de aviões, devido a sua elevada resistência a tração (SMITH & HASHEMI, 2015). Os duralumínios, nome dado as ligas de alumínio-cobre, são passíveis de tratamento térmico o que modifica propriedades mecânicas, elevando, por exemplo, a dureza do material aumentando assim a sua utilização na indústria quando é necessária a utilização de um componente de elevada dureza (CALLISTER & RETHWISCH, 2012; SMITH & HASHEMI, 2015; ASKELAND, 2008).

Diversos são os processos de fabricação dos materiais na área de engenharia, mas alguns deles tem elevados custos o que acaba inviabilizando o processo, além disso, acabam gerando grandes índices de refugo de matéria prima o que não é sustentável. Segundo Garcia (2019), o refugo é um importante índice para a confiabilidade do negócio, menores índices de desperdício geram uma maior confiabilidade para o processo em si. Sendo assim, o processo de fabricação via metalurgia do pó se destaca por ser um processo com alto grau de aproveitamento da matéria prima (baixo refugo) e baixo custo. Moro e Auras (2007) destacam as economias do processo de metalurgia do pó e trazem um dado do processo de usinagem que pode apresentar até 50% de perdas.

A metalurgia do pó consiste na fabricação de componentes utilizando pós metálicos e não metálicos. Há alto grau de controle da composição química que se deseja obter, possível

eliminação de operações de usinagem, bom acabamento entre outras vantagens que fazem esse processo ser amplamente utilizado (MORO & AURAS, 2007).

Considerando tudo que foi visto, este trabalho busca fabricar e estudar duas ligas de Al-Cu também conhecidas como duralumínios (AA2219 e AA2021). A técnica utilizada para fabricação é a metalurgia do pó através da moagem de alta energia, sendo as amostras divididas em sinterizadas e submetidas ao tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (T6), tendo como intuito a comparação de microestrutura e microdureza (HV).

2 OBJETIVOS

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

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo principal desta dissertação é fabricar e estudar duas ligas da série 2000 formadas pelo sistema Al-Cu, AA2219 e AA2021 com posterior análise das microestruturas e microdureza das ligas com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial. O processo de fabricação foi a metalurgia do pó através dos pós elementares, seguida da compactação e sinterização para consolidar as amostras.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar os pós elementares de Al e Cu, os pós ligados (AA2219 e AA2021) processados por moagem de alta energia e a microestrutura dos compactos sinterizados e tratados termicamente usando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), Difração de Raios-X (DRX) e espectroscopia por energia dispersiva (EDS);
- Comparar a dureza das amostras, compactadas sinterizadas e com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial, utilizando o ensaio de microdureza *Vickers*;
- Comparar características e propriedades relativas aos materiais somente sinterizados e sinterizados com tratamento térmico;
- Verificar a viabilidade da fabricação de pequenas peças para as indústrias aeronáutica, aeroespacial e automotiva;

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 ALUMÍNIO

O alumínio é um elemento químico representado pela sigla Al classificado como metal devido as suas propriedades. É facilmente encontrado na crosta terrestre, sendo o terceiro elemento metálico mais abundante, em relação ao emprego é o segundo mais utilizado, ficando atrás apenas do ferro (CARDOSO, 2011). Segundo ABAL (2019), o alumínio, em sua forma de óxido (Al_2O_3), já era utilizado no século 6.000 a.C. pelos Persas na fabricação de potes e recipientes de argila. Mas só foi isolado, a partir do cloreto de alumínio, em 1825 pelo físico dinamarquês Hans Christian Oersted. Esse elemento é encontrado na crosta terrestre em sua forma de óxido e raramente no estado metálico.

As propriedades físico-químicas do alumínio o tornam um importante metal largamente utilizado em diversas áreas, desde a construção civil até a indústria aeroespacial. Pode-se destacar o ponto de fusão baixo; o baixo peso específico, quando comparado com outros metais de grande consumo; a resistência à corrosão e a alta condutibilidade elétrica/térmica (ABAL, 2019). A seguir são apresentados maiores detalhes relativos às propriedades do alumínio puro consideradas anteriormente: (ABAL, 2019).

- Ponto de fusão: 660°C;
- Peso específico: 2,70 g/cm³;
- Resistência à corrosão: "O alumínio possui uma fina e invisível camada de óxido, a qual protege o metal de oxidações posteriores";
- Condutibilidade térmica: a 25°C é de 0,53 Cal/cm/°C;
- Condutibilidade elétrica: 61%IACS (*International Annealed Copper Standard*).

Em 1886, Bayer desenvolveu um processo de refino, que consiste em obter a alumina (Al_2O_3) a partir da bauxita. Nesse mesmo ano, houve o desenvolvimento do processo de Hall-Herould para obtenção de alumínio metálico por eletrólise da alumina. Com a utilização dos dois processos, o alumínio passou a ser produzido comercialmente em grande escala e com preço reduzido, sendo assim largamente utilizado para diversos fins (BARBOSA, 2014).

“O processo Bayer foi desenvolvido e patenteado em 1888 por Karl Josef Bayer, sendo uma revolução na área metalúrgica. Este processo é utilizado para a refinação da bauxita para

a produção de alumina (Al_2O_3).” (FORTUNA et al, 2012, p. 4). Segundo ABAL (2007), as fases do processo são: moagem, digestão, filtração/evaporação, precipitação e calcinação.

Após o processo *Bayer*, a alumina é transformada em alumínio metálico pelo processo de redução eletrolítica de Hall-Hérault. O método foi descoberto por dois cientistas, Charles Martin Hall e Paul Louis Hérault, trabalhando de forma simultânea e independente (NASCIMENTO, 2020; ABAL, 2007).

Para que o processo produtivo do alumínio metálico seja economicamente viável, a bauxita deve apresentar no mínimo 30% de óxido de alumínio (Al_2O_3). O Brasil se destaca no cenário mundial por possuir grandes reservas sendo o minério encontrado de ótima qualidade (ABAL, 2019). Segundo Cardoso et al (2011), o Brasil tem cerca de 7% da quantidade de bauxita disponível no mundo, esse número representa bilhões de toneladas do minério.

Dentre as inúmeras vantagens da utilização do alumínio frente a outros metais, pode-se destacar a capacidade de reciclagem por infinitas vezes. Após longos períodos de utilização, os materiais produzidos com alumínio podem ser reaproveitados tendo uma boa recuperação do investimento realizado e considerável economia energética. A lata de alumínio é um grande exemplo, diariamente muitas unidades são recicladas e voltam ao mercado após devido tratamento. É importante destacar também o benefício da reciclagem para o meio ambiente, reduzindo assim a geração de resíduos sólidos (ABAL, 2019). Segundo Barbosa (2014), no Brasil, cerca de 97% das latas de alumínio existentes passam pelo processo de reciclagem.

O alumínio puro tem certas restrições na sua aplicação devido às baixas propriedades mecânicas de dureza e resistência. Para melhorar tais propriedades e, conseqüentemente, a utilização do alumínio, alguns elementos metálicos são adicionados ao alumínio puro produzindo as chamadas ligas de alumínio. Essas ligas exibem melhores propriedades mecânicas em relação ao alumínio puro. Isto faz com que tais ligas de alumínio sejam empregadas em diversos setores produtivos (PEREIRA, 2010).

3.2 LIGAS DE ALUMÍNIO

As ligas de alumínio são formadas pelo alumínio puro e elementos de liga que são outros metais. São classificadas de acordo com o elemento de liga ou o processo de fabricação (fundidas ou forjadas) (SOUZA, 2017). “Os principais elementos de liga utilizados nas ligas de alumínio são: cobre, magnésio, silício, manganês e zinco.” (SILVA JÚNIOR, 2020). As ligas são classificadas ainda em relação a presença ou ausência de tratamento térmico. Aquelas que não receberam o tratamento consistem em uma única fase, onde o aumento na resistência é

obtido pelo endurecimento da solução sólida. As que são termicamente tratáveis possuem a capacidade de submissão a tratamentos térmicos de endurecimento por precipitação (CALLISTER & RETHWISCH, 2002).

Segundo ABAL (2019) “A principal função das ligas de alumínio é aumentar a resistência mecânica sem prejudicar as outras propriedades. Assim, novas ligas têm sido desenvolvidas combinando as propriedades adequadas a aplicações específicas.” Com isso uma série de estudos foram realizados visando a obtenção de materiais específicos para cada finalidade, a depender das suas propriedades.

Por possuir estrutura cristalina CFC (cúbica de face centrada), as ligas de alumínio apresentam elevada ductilidade que pode ser mantida mesmo em temperaturas reduzidas. A baixa temperatura de fusão (660 °C) do alumínio é um fator limitante na sua aplicação, pois ele não pode ser exposto a altos gradientes de temperatura (CALLISTER & RETHWISCH, 2002).

3.2.1 Classificação das Ligas de Alumínio

É importante conhecer o sistema de classificação das ligas de alumínio para entender melhor a constituição das mesmas. O sistema de classificação utilizado pelo Brasil (ABNT – NBR ISO 209:2010) e pelos Estados Unidos da América (ANSI H35.1) é denominado “*The Aluminum Association Alloy and Temper Designation System*”, *Aluminum Association, Inc* (AA). Tal sistema é amplamente aceito mundialmente para a classificação das ligas de alumínio, sendo assim utilizado por diversos países e subdividido em três critérios: processo de fabricação, composição química e tratamento térmico (SILVA JÚNIOR, 2020; ASM HANDBOOK, 1992; BARBOSA, 2014).

Os subitens a seguir apresentam o detalhamento de cada critério de classificação.

3.2.1.1 Classificação Quanto ao Processo de Fabricação

Barbosa (2014), subdivide o sistema de classificação em:

- Ligas utilizadas em trabalhos mecânicos (laminação, extrusão, forjamento etc.) e
- Ligas utilizadas exclusivamente na produção de peças fundidas.

A primeira classificação diz respeito as ligas utilizadas para a produção de peças que devem passar por trabalhos mecânicos, como por exemplo, laminação, extrusão, forjamento. O

material desejado é obtido através do trabalho a frio, onde passa por uma matriz sendo forçado a adquirir a forma final. A segunda classificação engloba as ligas destinadas ao processo de fundição, nesse caso as ligas apresentam vantagem na produção de peças complexas que apresentam partes ocas ou tubulares e contornos complexos. O processo não exige acabamentos e não tem grandes limitações de forma e tamanho (SOUZA, 2017).

3.2.1.2 Classificação Quanto a Composição Química

Segundo Callister e Rethwisch (2012), as composições tanto para as ligas produzidas por trabalho mecânico quanto aquelas obtidas por processos de fundição são especificadas por um número que apresenta 4 dígitos. Esse número indica as principais impurezas presentes nas ligas ou até mesmo a ausência da mesma (nível de pureza). As ligas fundidas apresentam uma diferença em relação as trabalhadas mecanicamente, sendo o número caracterizado por um ponto decimal posicionado entre os dois últimos dígitos.

Barbosa (2014) trata da classificação utilizada pela Aluminum Association (AA) e também pela ABNT, onde a série 1XXX é o alumínio comercialmente puro em diferentes graus de pureza, expressos pelos dois últimos dígitos. Por exemplo, o número 1050 representa o alumínio comercialmente puro com 99,50% de alumínio. As ligas tem diferentes composições e o primeiro dígito representa o principal elemento de liga utilizado, essa regra é aplicada tanto para as ligas de trabalho mecânico como para as fundidas (SILVA JÚNIOR, 2020) A

Tabela 1 apresenta a classificação da *The Aluminum Association Inc* para as ligas relativas trabalhadas mecanicamente e as ligas fundidas.

Tabela 1 Classificação das ligas de alumínio

Ligas de Alumínio		
Trabalhadas Mecanicamente	Fundidas	Composição Química
1XXX	1XX.X	Al comercialmente puro
2XXX	2XX.X	Al-Cu e Al-Cu-Mg
3XXX	3XX.X	Al-Mn e Al-Mn-Mg
4XXX	4XX.X	Al-Si
5XXX	5XX.X	Al-Mg
6XXX	6XX.X	Al-Mg-Si
7XXX	7XX.X	Al-Zn e Al-Zn-Mg
8XXX	8XX.X	Outras ligas (Al-Li, Al-Fe...)

Fonte: Adaptado de ASM Handbook, 1992 e Barbosa, 2014.

Algumas características da série 2XXX utilizada no presente trabalho são destacadas a seguir:

- 2XXX / 2XX.X (série 2000) – São as ligas de desenvolvimento mais antigo, conhecidas como duralumínio. A introdução dos elementos de liga eleva a resistência a tração quando comparado ao alumínio comercialmente puro. Há também a possibilidade de submissão ao tratamento térmico de envelhecimento o que permite um aumento ainda maior da resistência a tração. Nessa liga, os principais elementos são o alumínio (Al) e o cobre (Cu), mas também se encontra em alguns casos em sua composição quantidades significativas de magnésio (Mg) (BARBOSA, 2014; SILVA JÚNIOR, 2020).

ASM Handbook (1992) dispõe sobre a nomenclatura das ligas de alumínio da série 1XXX, onde os dois últimos dígitos dos quatro utilizados indicam a porcentagem mínima de alumínio utilizada na liga. Já nas ligas das séries 2XXX até 8XXX os dois últimos dígitos não têm nenhum significado em especial, são utilizados apenas para distinguir os diferentes tipos de ligas. Nessas séries o segundo dígito caso seja 0 indica a liga original, caso seja um número diferente de 0, indica modificações na liga. Utiliza-se essa classificação apenas para definir a liga original daquelas modificadas.

3.2.1.3 Classificação Quanto ao Tratamento Térmico

O sistema de classificação do tratamento térmico é utilizado tanto para as ligas trabalhadas mecanicamente como para as ligas fundidas, não sendo aplicada nas ligas utilizadas no lingotamento. Esse sistema é baseado em tratamentos mecânicos, térmicos ou até mesmo nos dois conjuntamente. As condições utilizadas em um tratamento térmico de uma liga podem ser diferentes para conseguir o mesmo tratamento em outra liga, como por exemplo, o tempo ou a temperatura utilizada (ASM HANDBOOK, 1992).

Utilizando como critério os tipos de tratamentos térmicos, tem-se a classificação, descrição e sequência de operações a seguir (SMITH & HASHEMI, 2015; ASKELAND & PHÚLE, 2013; ASM HANDBOOK, 1992).

Tabela 2 Resumo dos tipos de tratamentos térmicos	
Designações dos Tratamentos Térmicos	Breve Descrição
F	Como fabricado
O	Como recozido e recristalizado
H	Como endurecido por deformação
W	Como solubilizado
T	Como tratado termicamente visando obter estruturas estáveis

Fonte: Adaptado de Smith & Hashemi, 2012.

O tratamento térmico T foi utilizado no presente trabalho, sendo assim, é necessário conhecer as características e classificação do mesmo.

- T, tratada termicamente: Os tratamentos podem ser realizados apenas nos produtos das séries de ligas 2XXX, 6XXX, 7XXX e algumas da série 8XXX, assim como podem exigir ou não encruamento suplementar.. Os dígitos que sucedem a letra T podem variar de 1 a 10 e indicam tratamentos térmicos básicos. No Quadro 1, aparece a classificação de cada tipo de tratamento. (ABNT NBR 2107, 2008; LIRA, 2016).

Quadro 1 - Classificação dos tratamentos térmicos das ligas de alumínio

Tipo	Tratamento
T1	Resfriamento após trabalho a temperatura elevada e posterior envelhecimento natural até condição substancialmente estável
T2	Resfriamento após trabalho a temperatura elevada, trabalho a frio e envelhecimento natural até alcançar estabilidade
T3	Solubilizado, trabalhado a frio envelhecido naturalmente
T4	Solubilizado e envelhecido naturalmente
T5	Resfriamento de uma temperatura elevada em um processo de conformação e envelhecido artificialmente
T6	Solubilizado e envelhecido artificialmente
T7	Solubilizado e estabilizado
T8	Solubilizado, trabalhado a frio após isso envelhecido artificialmente
T9	Solubilizado, envelhecido artificialmente e trabalhado a frio
T10	Resfriamento de uma temperatura elevada em um processo de conformação, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente

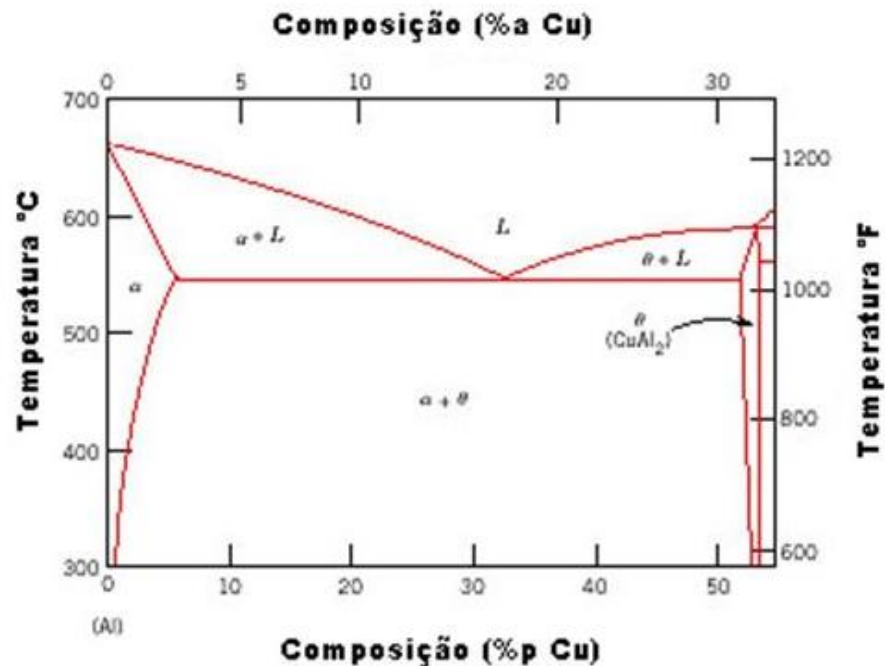
Fonte: Adaptado de ASM HANDBOOK, 1992; BARBOSA, 2014.

3.3 LIGAS DE ALUMÍNIO SÉRIE 2XXX

As ligas da série 2XXX são também conhecidas como duralumínio, em sua constituição majoritária apresenta alumínio e cobre podendo conter pequenas quantidades de magnésio, manganês e silício como elementos minoritários ou secundários. Elas exibem como principais características a alta resistência mecânica após ser submetida a tratamento térmico de endurecimento por precipitação, média resistência a corrosão, boa ductilidade, limitações de conformabilidade, soldabilidade restrita, elevada dureza quando consideradas as ligas com teor de cobre de 4% a 6% (BARBOSA, 2014).

A série é conhecida como duralumínio, essa nomenclatura surgiu para homenagear o local onde a liga foi descoberta, em uma cidade alemã chamada Düren. O químico Alfred Wilm verificou, em 1906, que adicionando cobre ao alumínio havia um endurecimento considerável do material mediante tratamento térmico fenômeno conhecido como endurecimento por precipitação. O diagrama de fases Al-Cu apresenta uma região rica em alumínio, nessa região ocorre o endurecimento por precipitação e a formação das ligas da série 2XXX (SILVA, 2017). A Figura 1 mostra o diagrama de fases com uma coluna destacando os duralumínios de que trata esse trabalho.

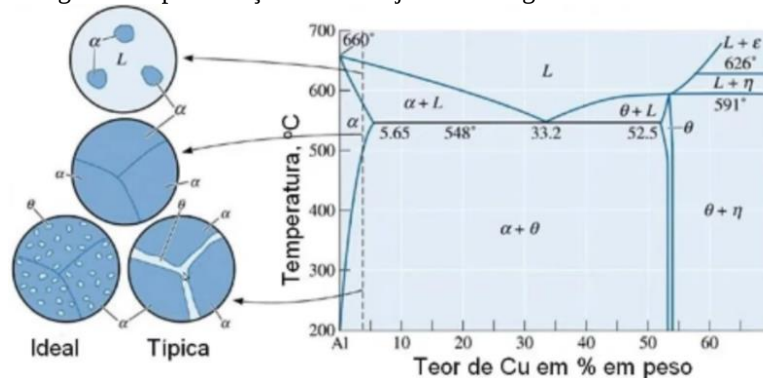
Figura 1. Diagrama de fases Al-Cu



Fonte: Adaptado de ASM Handbook, 1992.

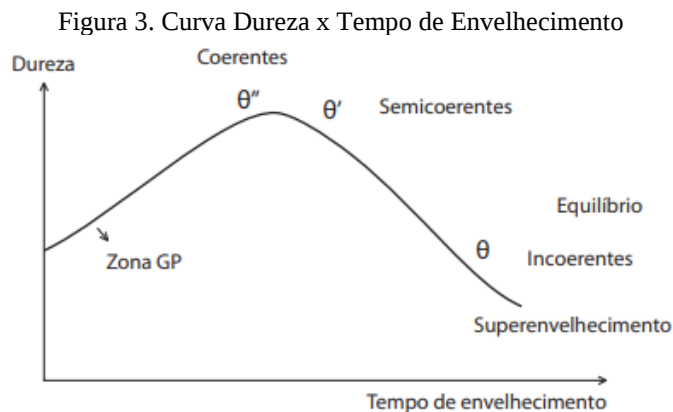
O endurecimento por precipitação ocorre nas fases α e θ , onde α é uma solução sólida contendo grande parte de cobre e alumínio e a fase θ é um composto intermetálico Al_2Cu . Na Figura 2 há um desenho exemplificando como encontram-se as fases α e θ em cada parte da linha traçada na vertical. Em baixas temperaturas as duas fases aparecem juntas em um composto onde a fase θ aparece nos contornos de grãos, quando há um aumento de temperatura há uma estabilização do composto aparecendo somente a fase α . Para chegar na imagem dita como ideal pelo autor, é necessário passar por um tratamento de envelhecimento (NAJAR, 2020; BARBOSA, 2014; COSTA, VARGASB & PARUCKERB, 2001; DIETER, 1981)

Figura 2 Representação das fases junto ao diagrama Al-Cu



Fonte: Najjar, 2020.

Para que o material fique com a configuração desejada e obtenha-se uma boa resistência após o tratamento térmico é necessário passar por algumas fases de transição durante a etapa de envelhecimento artificial. Inicialmente os átomos de cobre formam discos muito pequenos e delgados no interior da fase α , zonas de Guinier-Preston (GP), tempos após a difusão as zonas aumentam de tamanho e tornam-se partículas. As partículas sofrem transição através de duas fases chamadas θ'' (coerente) e θ' (semi coerente), para só então formar a fase de equilíbrio θ . O superenvelhecimento ocorre quando o tempo de tratamento se prolonga e há continuidade de crescimento das partículas θ' e θ (BARBOSA, 2014) A Figura 3 apresenta a dureza versus o tempo de envelhecimento demonstrando a formação das fases Zona GP, θ'' , θ' e θ .



Fonte: Barbosa, 2014.

Em resumo, as fases de precipitação nas ligas da série 2XXX é: Solução Sólida Supersaturada $\rightarrow$ GP $\rightarrow$ θ'' $\rightarrow$ θ' $\rightarrow$ θ (Al_2Cu).

3.4 METALURGIA DO PÓ

Morais (2012) define a metalurgia do pó como uma técnica de produção dividida em algumas etapas, que vai desde a fabricação dos pó até o processamento do produto. As seguintes etapas fazem parte do referido processo: obtenção do pó, processamento, compactação e sinterização. Técnicas de metalurgia do pó mais avançadas têm sido desenvolvidas e tornado esse processo de fabricação mais competitivo com relação a outros processos de fabricação mecânica.

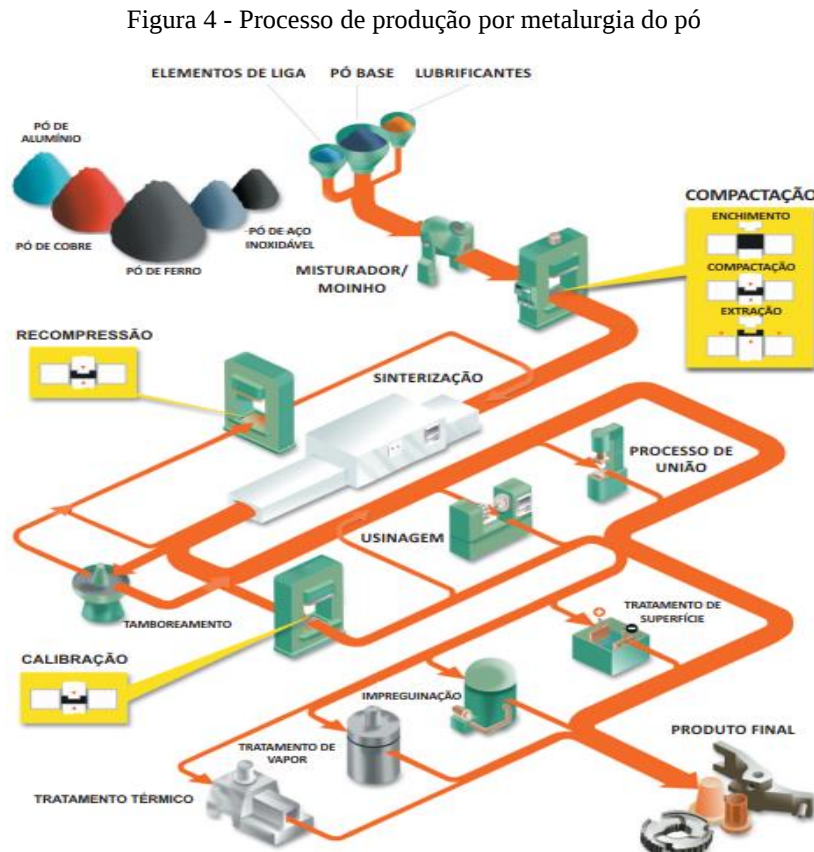
Como vantagens da técnica de fabricação de componentes via metalurgia do pó pode-se destacar a questão ambiental, ou seja, há um aproveitamento maior que 95% da matéria prima, o processo apresenta menor impacto ambiental e não precisa de muita energia para

acontecer. Sendo assim, o produto se torna mais economicamente viável do que aqueles obtidos por outros processos de fabricação. Além do que já foi explicitado, a MP possibilita um alto volume de produção, com peças que podem ter geometrias complexas apresentando também ótima tolerância dimensional e perfeito acabamento de superfície (GROSSI, 2016).

Segundo Odani (1994), uma desvantagem que deve ser levada em consideração é o alto custo inicial para a obtenção de máquinas e equipamentos, custo esse que só irá se justificar caso seja necessária uma grande produção de peças em série para que sejam diluídos os recursos gastos inicialmente.

As desvantagens técnicas são: limitação de dimensão das peças, que pode ser explicada pela necessidade de compactação das peças inviabilizando assim a produção de peças com grandes dimensões e cantos vivos através da metalurgia do pó. Outra desvantagem técnica é a dificuldade de soldagem das peças devido à alteração de características físicas e químicas fato que pode ser explicado pela presença de porosidade no material fabricado via MP (CHIAVERINI, 2001; ZILNYK & CINTHO, 2008).

A Figura 4 apresenta um esquema das etapas de fabricação de componentes via metalurgia do pó.



Fonte: EPMA, 2008.

3.4.1 Obtenção dos Pós

Chiaverini (2001) explica que os pós metálicos possuem qualidade e características diretamente relacionadas ao seu processo de obtenção. Sendo assim, deve haver uma seleção criteriosa do material tendo em vista as propriedades desejadas do produto. Moura (2013) reforça a necessidade de estudo das características dos pós, por exemplo; pureza, tamanho, morfologia e textura superficial. Cada característica deve ser analisada para obtenção de um produto dentro das especificações desejadas via MP, visto que alguns pontos podem influenciar na qualidade do componente final.

A pureza dos pós de metais deve estar entre 99 e 99,5% para que não tenha a presença de fases indesejadas durante o processo de sinterização. Outra variante importante no processo de MP é o tamanho do grão inicial que tem relação direta com o tamanho do grão final, por exemplo, pós com grãos grosseiros podem causar crescimento dos grãos ao longo do processo (CHIAVERINI, 2001; GOMES, 1993).

3.4.2 Características dos Pós

Quando a fabricação ocorre via metalurgia do pó, é necessário levar em consideração as características dos pós metálicos, sendo assim, é importante conhecer todas as particularidades relativas a eles. Para utilizar o material de forma correta, é necessário fazer a caracterização e entender o comportamento do pó em questão (CHIAVERINI, 2001; THÜMMLER & OBERACKER, 1993). Grossi (2016) reforça a necessidade de caracterização do material para obter bons resultados na utilização da técnica de metalurgia do pó. Quando o assunto é ligas metálicas, é imprescindível a caracterização individualizada de cada pó elementar utilizado na obtenção da liga. Essa necessidade de análise individualizada pode ser explicada pela necessidade de entendimento da particularidade de cada matéria-prima utilizada no processo de produção da liga.

Para iniciar qualquer fabricação utilizando a MP, algumas características e informações devem ser estudadas, Chiaverini (2001) apresenta algumas das principais características a serem consideradas no estudo dos pós-metálicos, dentre elas estão:

1. Pureza e composição química;
2. Microestrutura da partícula e

3. Tamanho e forma da partícula (interna e externa).

O Item 3, tamanho e forma da partícula, é considerado o mais importante no que tange a seleção adequada de pós metálicos (CHIAVERINI, 2001) Dhamoon et al (2018) reforça a importância de conhecer o tamanho e distribuição do tamanho de partícula para diversas operações produtivas como também no processamento de materiais particulados. Etapas como o transporte, compactação, sinterização sofrem influência, mas não são só elas, para obter propriedades mecânicas adequadas (resistência mecânica, por exemplo) nos produtos acabados é necessário fazer uma boa seleção de tamanho e forma.

A Figura 5 mostra as formas de caracterização das partículas que levam em consideração as principais técnicas de obtenção de partículas.

Figura 5 - Caracterização de forma de partícula dos pós



Fonte: Chiaverini, 2001.

Após análise da Figura 5, observa-se que é predominante o formato irregular das partículas, tendo ainda alguns com formato regular como o esférico, por exemplo.

3.4.3 Homogeneização dos Pós

A etapa que consiste na mistura e homogeneização dos pós concede aos mesmos, condições necessárias para que ocorram os processos posteriores (SILVA, 1996) Segundo Grossi (2016), essa etapa pode ser realizada utilizando misturadores ou através de moinhos quando a proposta é obter ligas utilizando a MP.

Para obter uma mistura correta, é preciso ter alguns elementos essenciais, como: pós elementares, ligantes, lubrificantes e agente controlador do processo (PCA – *Process Control Agent*). Pode ser realizada ao ar, meio líquido ou em uma atmosfera controlada sendo essa última utilizada para evitar a oxidação (KOCH, 1997; GLEITER, 2000).

A importância da etapa de homogeneização é misturar os pós, com o objetivo de tornar a composição o mais uniforme possível e com isso ter facilidade de compactação do material. Dessa forma, as características morfológicas do pó devem ser similares visando evitar a segregação do pó (COSTA, 2004).

3.4.4 Compactação dos Pós

Tem como objetivo conferir a forma e dimensões finais ou próximas das finais conforme pré-estabelecido no início do processo. Além disso a compactação propicia uma densificação ao compactado verde, obtendo resistência mecânica suficiente para que seja manipulado posteriormente e possibilitando contato entre as partículas de pó, o que é importante para que a etapa de sinterização ocorra de forma eficiente (CHIAVERINI, 2001; MORAIS, 2012).

Os métodos de compactação de acordo com Chiaverini (2001) são: compactação uniaxial em prensa de simples ou dupla ação, compactação isostática a frio, compactação isostática a quente, compactação por laminação de pós e extrusão de pós-metálicos.

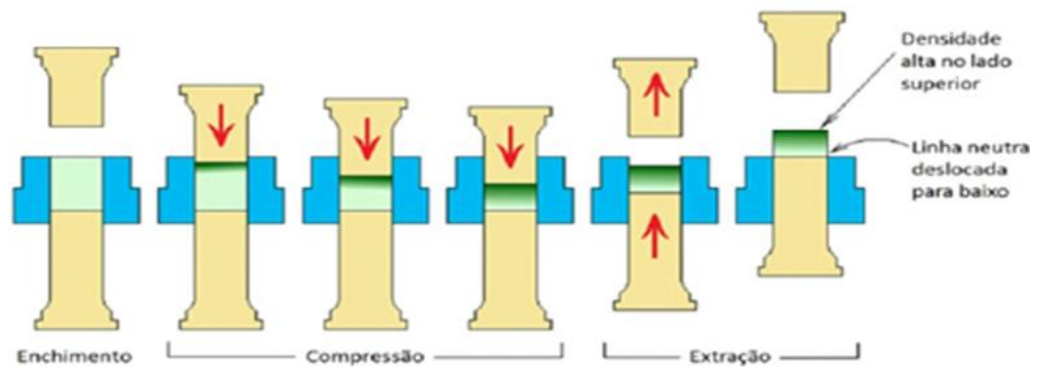
A compactação é dividida em três partes: enchimento, compressão e extração do material. No começo do processo é gerado apenas um adensamento das partículas o que reduz a porosidade, mas não ocorre deformação e união delas. Quando há aplicação de uma pressão na ordem de 1,6 e a 10 t/cm² ocorre uma deformação plástica tendo como consequência a “soldagem a frio” (KNEWITZ, 2009; FOGAGNOLO, 2003) Para obter propriedades mecânicas excelentes, é necessário aplicar elevadas pressões para compactar o material visando o aumento da densificação das partículas (ARENHARDT, 2015).

Destaca-se para o presente trabalho a compactação uniaxial a frio, que será explicada na sessão subsequente.

3.4.4.1 Compactação Uniaxial a Frio

Esse método é predominantemente utilizado na MP. Para fazer a compactação através desse método é necessária uma matriz de compactação (simples ou dupla ação) e uma prensa. O material particulado deve ser colocado dentro da matriz e o punção é pressionado contra o pó pela prensa, após cessar a aplicação da força a peça compactada é retirada no formato desejado (MORAIS, 2012). A Figura 6 mostra uma ilustração do processo de compactação uniaxial de simples ação do punção, ou seja, aplicação de força apenas de um lado do punção.

Figura 6 - Compactação uniaxial simples



Fonte: Melchiors, 2011.

No compactado existe uma área onde as partículas não receberam muita ação de forças da compactação, essa área é denominada zona neutra. Como sofreram força menor do que nas outras regiões, diferem daquelas que sofreram maior pressão o que leva a heterogeneidade do componente, que pode apresentar propriedades distintas dependendo da região analisada (MONTEIRO, 2016) Para que o componente possa ser sinterizado deve-se levar em conta a geometria da peça, pois dependendo da localização da zona neutra pode haver a impossibilidade de atingir um grau de compactação necessário e uniforme com as outras áreas do material.

3.4.5 Sinterização

Define-se sinterização como um processo físico termicamente ativado que possibilita a transformação de sistemas de partículas em contato mútuo em um único elemento rígido com elevada resistência mecânica associada (SILVA & JUNIOR, 1998).

O que move o processo de sinterização é a diminuição da energia livre da superfície do conglomerado de partículas e consequentemente diminuição da superfície total do sistema. Comumente este fato tem como consequência a eliminação de espaços vazios entre as partículas tendo como resultado um elemento com elevada rigidez e parcialmente ou totalmente denso. Ao longo do processo existe uma redução da taxa de sinterização pela diminuição ou extinção da força motriz (energia livre em excesso) (COSENTINO, 2006; MELCHORS, 2011).

Importantes variáveis devem ser consideradas para a etapa de sinterização, são elas: composição química do material, tamanho da partícula e distribuição granulométrica, atmosfera de sinterização, tempo de sinterização e taxa de aquecimento (COSENTINO, 2006).

3.4.5.1 Sinterização por Fase Sólida

Pode-se dividir a sinterização por fase sólida em três estágios. São eles: (COSENTINO, 2006)

1. Inicial: Aparecem ligações nas regiões onde há contato entre as partículas que aumentam até que se forme um pescoço. Ao longo do processo há uma diminuição dos poros e no final estes estarão abertos e totalmente conectados, mas apresenta forma grosseira.
2. Intermediário: A estrutura dos poros começa a ser suavizada o que gera uma estrutura de formato cilíndrico interconectado. O processo de densificação do material é concluído a medida que ocorre a minimização dos processos atômicos que estão ligados ao crescimento de grão e ao mesmo tempo um favorecimento dos processos associados a densificação dos pós.
3. Final: Os poros são isolados e fechados, ocorrendo uma lenta contração por intermédio do processo de difusão no sentido das lacunas para o contorno de grão.

3.4.6 Operações Complementares

Segundo Chiaverini (2001), normalmente após a sinterização na metalurgia do pó os componentes são submetidos a operações que são complementares de acordo com o objetivo pretendido, possibilitando uma melhora significativa nas propriedades mecânicas, por exemplo. Pode-se destacar as seguintes operações como complementares, são elas: recompressão, calibragem, cunhagem, infiltração, usinagem, tratamento térmico e revestimento superficial protetor.

O presente estudo utiliza a operação complementar de tratamento térmico buscando verificar aspectos como o aumento da dureza em duas ligas de alumínio da série 2000, fabricadas utilizando MP. O tópico a seguir é uma explicação do tratamento térmico.

3.4.6.1 Tratamento Térmico

Os tratamentos térmicos são operações complementares à metalurgia do pó que ocorrem por meio de aquecimentos e resfriamentos controlados que podem ocasionar modificações nas propriedades físicas e mecânicas do material sinterizado através do processo de alteração do tipo e proporção das fases (FERNANDES, 2019).

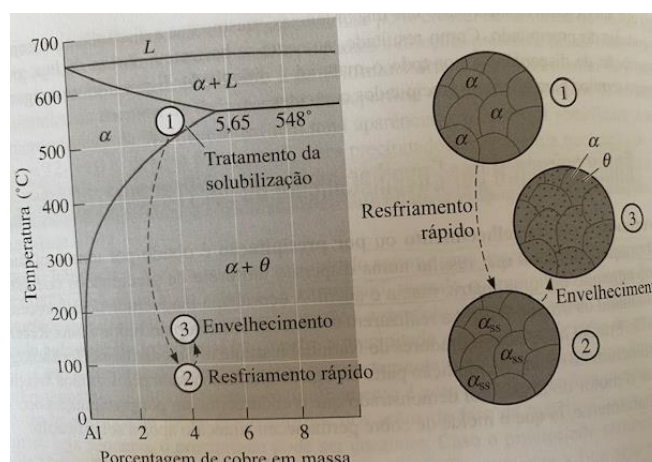
Segundo Smith e Hashemi (2015), o objetivo do tratamento térmico de precipitação é formar uma dispersão, densa e fina, das partículas de precipitado em uma matriz metálica que apresenta certa deformação. Essas partículas vão atuar dificultando o movimento de discordâncias e consequentemente aumentar a resistência da liga.

As ligas da série 2XXX são termicamente tratáveis para obter melhoria nas propriedades mecânicas.

3.4.6.1.1 Solubilização e Envelhecimento Artificial (T6)

Segundo Askeland (1994), o tratamento de solubilização e envelhecimento é composto por três etapas básicas, são elas: Solubilização, Resfriamento rápido ou têmpera e Tratamento de Envelhecimento Artificial. Na Figura 7 é possível observar pelo diagrama de fases do Al-Cu como ocorrem essas três etapas de forma prática.

Figura 7 - Etapas do tratamento de solubilização e envelhecimento artificial



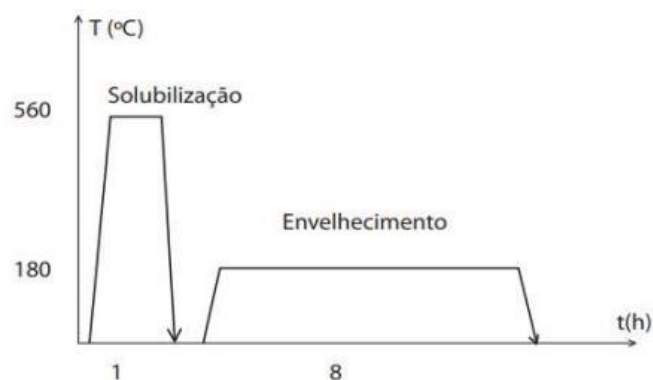
Fonte: Askeland e Phulé, 2008.

- Tratamento de solubilização: A primeira etapa deve ser o aquecimento da liga que apresenta inicialmente as fases $\alpha + \theta$ até uma dada temperatura tendo como objetivo se transformar em uma única fase α conforme consta na Figura 7 e é

representado pelo número 1. O que ocorre nessa etapa é uma elevação de temperatura até ultrapassar a temperatura *solvus* permanecendo nela até que toda fase θ seja dissolvida na matriz α tornando a solução homogênea de fase α (ASKELAND & PHULÉ, 2008).

- Resfriamento rápido: Logo após o processo de solubilização a liga que contém somente microestrutura α deve ser rapidamente resfriada, sendo assim os átomos não conseguem se difundir por nucleação pela rapidez do processo de resfriamento. Com isso, a fase de equilíbrio θ não se forma e a microestrutura resultante dessa fase é uma solução sólida supersaturada (α_{ss}) com excesso de cobre quando comparada ao máximo de solubilidade. A estrutura final pode ser chamada de metaestável porque ainda permite que a transformação atinja um maior equilíbrio. Essa etapa está representada na Figura 7 pelo número 2 (ASKELAND & PHULÉ, 2008).
- Envelhecimento: Por fim, há o aquecimento da fase α supersaturada abaixo da temperatura *solvus*. A temperatura de envelhecimento não é muito elevada o que permite a difusão dos átomos por distâncias muito curtas. Caso a liga seja mantida por tempo suficiente com a temperatura adequada de envelhecimento, haverá a formação da microestrutura de equilíbrio $\alpha + \theta$. Mesmo apresentando as fases de equilíbrio, a microestrutura formada após o envelhecimento difere de forma significativa daquela anterior ao tratamento térmico T6. Ao finalizar as três etapas descritas o resultado é a produção de precipitados muito pequenos da fase θ dispersos de forma uniforme na fase α . Sendo assim, é possível endurecer o material de forma substancial.

Figura 8. Representação do tratamento T6



Fonte: Barbosa, 2014.

O gráfico da Figura 8 exemplifica cada etapa do tratamento térmico T6, tendo logo após a solubilização uma rápida queda de temperatura e posterior envelhecimento. O tempo e temperatura de cada etapa são diferentes para cada tipo de liga de acordo com sua composição. As ligas AA 2219 e AA 2021 apresentam temperatura de solubilização de 535° C e de envelhecimento numa ordem de 175° C. Na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** é possível observar as temperaturas de algumas ligas da série 2XXX, dentre elas da liga 2219, que foi utilizada para esse trabalho.

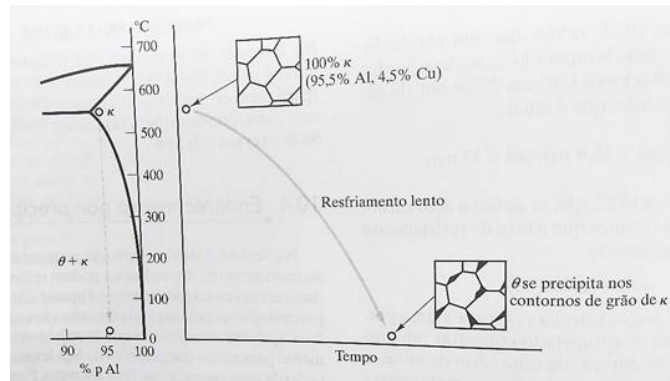
Tabela 3 - Temperaturas de solubilização e envelhecimento para alguns duralumínios

Liga	T solubilização (°C)	T envelhecimento (°C)
2011	525	160
2025	515	170
2219	535	175
2018	495	170
2024	495	190
2036	500	190
2038	540	205
2218	510	170
2008	510	205
2014	500	160
2017, 2117	500	170
2618	530	200
2090	540	165
2091	530	120

Fonte: Adaptado de Barbosa, 2014.

A fase de equilíbrio resultante é a mesma, mas caso o resfriamento seja lento ou ocorra algum fato indesejado nas etapas de envelhecimento, a microestrutura não será a desejada. Para entender melhor o que ocorre nesses casos, a Figura 9 mostra exemplo que retrata o aparecimento de precipitados grosseiros no contorno de grão, sendo assim não há ganhos consideráveis de dureza no material (SHACKELFOR, 2008).

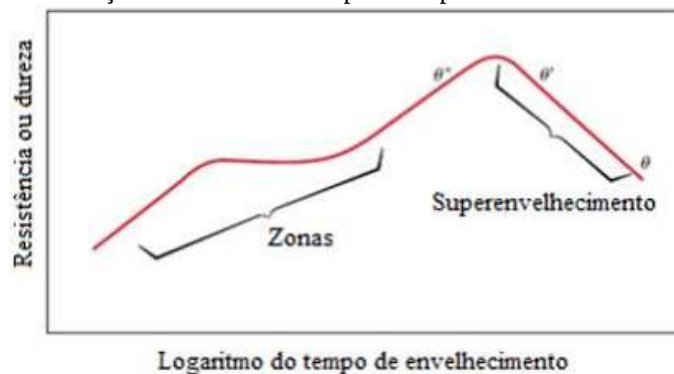
Figura 9 - Resultado de resfriamento lento em Ligas Al-Cu



Fonte: Shackelfor, 2008

Caso o tempo de endurecimento seja demasiado pode haver uma formação de precipitados diferente daquilo que se deseja. Isso pode ser explicado de acordo com a Figura 10 que exhibe o aumento dos valores de dureza em função do tempo de envelhecimento (CALLISTER, 2016). Essa queda de dureza pode ser explicada pela união dos precipitados, tornando-os cada vez maiores, gerando assim a introdução de incoerências na estrutura cristalina das ligas (SHACKELFOR, 2008). O precipitado se apresenta em formato grande, incoerentes e estável diminuindo assim o contato entre si e deixando espaço para a movimentação de discordâncias tendo como consequência o alívio de tensões reduzindo assim a dureza (processo oposto ao pretendido com o tratamento térmico T6).

Figura 10 - Relação entre dureza e tempo na etapa de envelhecimento artificial



Fonte: Callister, 2002.

O Item 3.3 do presente trabalho descreve detalhadamente as etapas do envelhecimento até que ocorra a formação de um material com fase sólida α e precipitados incoerentes de fase θ . As etapas do envelhecimento também foram descritas no mesmo item e são:

- Solução Sólida Supersaturada $\rightarrow$ GP $\rightarrow$ θ'' $\rightarrow$ θ' $\rightarrow$ θ (Al_2Cu)³.

3.5 MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE)

A moagem de alta energia (MAE) é uma técnica de fabricação de pós com controle da microestrutura deles, obtido através de repetidas soldagens e fraturas a partir do processo de mistura de um material particulado sendo utilizadas esferas com alta carga de energia. (GILMAN & BENJAMIM, 1983; SURYANARAYANA, 2001).

Segundo Suryanarayana (2001), a técnica foi desenvolvida por John Benjamin com apoio de seus colaboradores próximo do ano de 1966 nos Estados Unidos da América (EUA). O objetivo deles era produzir superligas tendo como base o níquel reforçado por óxidos dispersos, material este com aplicação em turbinas a gás.

Materiais produzidos utilizando a técnica de moagem de alta energia, quando comparados a outros processos de fabricação metalúrgica, apresentam melhores propriedades físicas e mecânicas (SURYANARAYANA, 2001).

3.5.1 Variáveis da Técnica de MAE

Diversos são os fatores que influenciam na técnica de moagem de alta energia e devem ser levados em consideração para a fabricação de materiais homogêneos. Algumas características dos pós processados dependem dos fatores, sendo elas, distribuição e tamanho da partícula, grau de desordem ou amorfização e estequiometria resultante (EL-ESKANDARANY, 2001).

Quanto mais controle sob as variáveis do processo de moagem, melhor será o resultado e melhor será o composto obtido. Segundo Nascimento (2020), os principais fatores da técnica de MAE são o tempo de moagem, os pós de partida, o tipo de moinho, a relação massa de bola e massa de pó e a temperatura de moagem.

3.5.1.1 Tempo de Moagem

O tempo é uma das variáveis mais importantes no processo de moagem de alta energia, ele deve ser escolhido visando atingir equilíbrio entre o fenômeno de soldagem e fratura que ocorrem ao longo do processamento do material (SURYANARAYANA, 2001).

Segundo Suryanarayana (2001), com moinhos mais eficientes é possível realizar a moagem por menos tempo, pois a relação que existe entre a eficiência e o tempo é diretamente proporcional. Variáveis que influenciam nessa eficiência são: tipo de moinho, intensidade, relação massa de bola x massa de pó e por fim temperatura de moagem. Takimi (2004) reforça que o tempo deve ser estabelecido levando em consideração as características anteriormente descritas, além disso destaca a importância de conhecer o tipo de material para que o tempo seja adequado. Períodos longos de moagem podem aumentar o nível de contaminação do material podendo haver também o surgimento de fases indesejáveis.

3.5.1.2 Pós de Partida

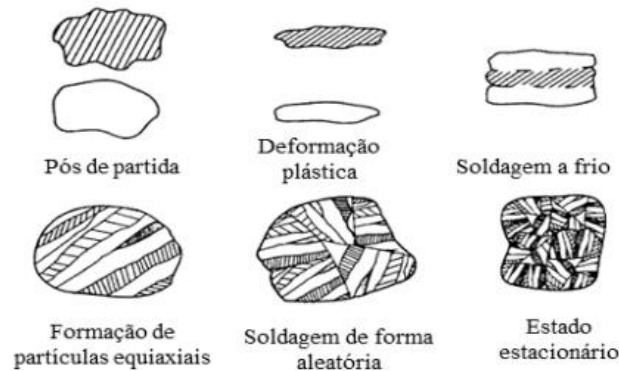
As partículas utilizadas na MAE devem variar entre 1 e 200 μm , ao longo do tempo de moagem as dimensões tendem a diminuir exponencialmente (SURYANARAYANA, 2001).

Na moagem de alta energia de materiais dúcteis é possível observar quatro fases, são elas: (BENJAMIN & VOLIN, 1974).

1. Nessa fase ocorre a deformação plástica das partículas, o que resulta em uma forma achatada, são fatores de influência nessa etapa a ductilidade do material e a energia liberada no impacto entre as esferas de moagem (BENJAMIN & VOLIN, 1974).
2. A segunda fase tem como característica predominante o fenômeno de soldagem a frio entre as partículas formando agregados que possuem distribuição simples dos materiais presentes na mistura e heterogeneidade quanto no que diz respeito a composição química. Com o acúmulo da deformação plástica há um aumento do encruamento o que favorece a fratura das partículas de agregado (BENJAMIN & VOLIN, 1974).
3. Na terceira fase ocorre o equilíbrio entre as taxas de soldagem e fratura o que gera uma modificação na dispersão dos compostos da mistura do agregado e homogeneização química (BENJAMIN & VOLIN, 1974).
4. A quarta fase é caracterizada pelo refinamento da microestrutura (BENJAMIN & VOLIN, 1974).

A Figura 11 mostra as fases supracitadas de forma a facilitar o entendimento do que ocorre na microestrutura do composto em cada etapa.

Figura 11 - Fases da moagem de alta energia de materiais dúcteis



Fonte: FAGAGNOLO et al., 2003.

3.5.1.3 Tipos de Moinho

O tipo de moinho se relaciona de forma direta com o nível de energia empregado na moagem. Quando a velocidade de moagem é elevada as taxas de energia são também (JIA et al, 2018). O moinho de alta energia é mais eficiente do que um de baixa energia, pois o de baixa energia leva 20 horas para fazer o que o de alta energia faz em 20 minutos (SURYANARAYANA, 2001).

A escolha deve ser feita levando em consideração o material utilizado, a quantidade, tempo e resultado esperado (TAKIMI, 2004).

3.5.1.1.1 Moinho Vibratório (Shaker Mill – SPEX)

É um tipo de moinho empregado normalmente no processamento de diversos materiais para diferentes áreas, tais como: metalurgia, materiais de construção, produtos químicos, entre outras (SOUSA, 2012).

A Figura 12 (a) apresenta o moinho vibratório do tipo SPEX, nele são realizadas moagens de pó entre 10 e 20g sendo utilizado normalmente em laboratórios de pesquisa. Já na Figura 12 (b) estão os acessórios de moagem, sendo eles; recipiente ou jarra de moagem, esferas e a tampa com vedação hermética. A fixação do recipiente ao moinho é feita por meio de abraçadeiras para só então ser vigorosamente agitado inúmeras vezes por minuto. A agitação se dá pela combinação de movimentos para frente e para trás com movimentos laterais das

extremidades da jarra, em suma a jarra irá descrever uma trajetória formando um número oito deitado ou então o símbolo do infinito (ZOLRIASATEIN et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001).

Figura 12 - (a) Moinho de bolas do tipo SPEX e (b) Acessórios de moagem: jarra tampa hermética e bolas



Fonte: Suryanarayana, 2001.

O moinho SPEX é considerado de alta energia pela velocidade que atinge no processo de moagem, a velocidade das esferas chega a aproximadamente 5m/s. Sendo assim, as esferas atingem uma força de impacto muito alta, a velocidade pode ser relacionada de forma direta com a amplitude (cerca de 50mm) e com a velocidade da pinça que pode chegar a cerca de 1200 rpm (ZOLRIASATEIN et al., 2018; SURYANARAYANA, 2001; CASTAGNET, 2008).

De acordo com Zolriasatein et al (2018), os moinhos do tipo planetários possuem melhor capacidade de processamento quando comparado ao SPEX, mas possuem menor frequência de impacto (em escala laboratorial). Em experimentos o moinho do tipo SPEX seria mais recomendado. Grande parte dos estudos experimentais em laboratório sobre os aspectos fundamentais da moagem de alta energia utiliza esse tipo de moinho evidenciando o que foi explicitado por Zolriasatein et al (2018) (SURYANARAYANA, 2001).

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

Também conhecida pela sigla BPR (*Ball-to-powder-ratio*), é uma variável importante do processo de moagem. Quando o moinho utilizado é pequeno, como o SPEX, a relação utilizada é 10:1 (10 de esferas e 1 de pó). Quando o moinho utilizado é maior, como os atritores, há um incremento grande do BPR que pode chegar a 50:1 ou até mesmo 100:1. A variação da razão pode ir de 1:1 até 220:1 de acordo com alguns pesquisadores, o limitante será o tamanho do moinho. Quanto maior o BPR menor será o tempo de moagem, sendo assim, razão e tempo são inversamente proporcionais (SURYANARAYANA, 2001).

3.5.1.10 Temperatura

A temperatura é um parâmetro muito importante, principalmente quando se trata do processamento de ligas metálicas nanoestruturadas. Esse fato pode ser explicado pelo efeito significativo que pode ser causado na formação de compostos intermetálicos, fases cristalinas, fases amorfas e possível redução do tamanho de cristalito (TAKIMI, 2004).

Parte da energia mecânica gerada pelas inúmeras colisões que acontecem durante o processo de moagem de alta energia se dissipa na forma de calor em consequência desse fato a temperatura da jarra aumenta. Esse aumento depende de algumas variáveis do processo como: tempo, materiais envolvidos, energia cinética das esferas e tipo de moinho (LACERDA JÚNIOR, 2017).

3.6 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)

É uma técnica aplicada ao estudo microestrutural dos materiais, que tem como base a interação entre a luz (visível) e o material que deve ser analisado. O microscópio ótico deve ser usado no seu modo refletivo caso os materiais a serem analisados sejam opacos, como por exemplo; materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos (CALLISTER & RETHWISCH, 2016; COLPAERT, 2008).

As amostras a serem analisadas via microscopia ótica devem ser anteriormente preparadas cuidadosamente para conseguir uma boa análise da microestrutura do material. Elas devem estar planas e bem polidas sem abaulamentos nas bordas, é necessário também que fique disposta perpendicularmente ao eixo ótico do microscópio para obter imagens de qualidade (COLPAERT, 2008).

3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As ampliações e resolução do MEV são muito maiores daquelas obtidas em um microscópio ótico, podem chegar a mais de 300.000 vezes e ter uma resolução da ordem de 2 a 5nm. Existem ainda alguns aparelhos cuja finalidade é pesquisa que chegam a resoluções superiores a 1nm (DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

O MEV permite o estudo de superfícies não planas também, devido ao alto poder de magnificação e a sua ótima resolução obtendo assim uma ótima profundidade de foco, há ainda a possibilidade de formar imagens em 3D. As possibilidades de análises utilizando microscopia eletrônica de varredura são inúmeras, é possível combinar uma análise microestrutural com uma microanálise química o que corrobora para a vasta utilização dessa técnica analítica (DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica que torna possível a observação de forma completa do material em estudo, além disso revela a superfície através de um feixe de elétrons que é direcionado sobre a amostra, pelas lentes do equipamento varrendo o material em estudo. Com os choques entre os elétrons e a amostra há o surgimento de diversos raios refratados (DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

Os raios-x são um tipo de raio refratado nesse processo podendo ser utilizado para determinar e quantificar elementos químicos existentes na composição química da amostra em estudo. Para isso é necessário à utilização de duas técnicas de microanálise, são elas: Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy*) ou Espectroscopia Dispersiva de Comprimento de Onda (WDS – *Wavelength Dispersive Spectroscopy*) (BRANDON & KAPLAN, 2008; DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

O EDS utiliza o princípio que diz que a energia de um fóton (E) se relaciona a frequência eletromagnética (ν) pela equação (1), onde o (h) é a constante de Planck. O detector de EDS consegue distinguir qualquer espectro de energia, isso se dá por intermédio de um detector de estado sólido de Si (Li) ou Ge (DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

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

Em uma análise no MEV é possível a determinação dos percentuais de cada elemento através do EDS e WDS, as quantificações podem ser realizadas de diversas maneiras, quando existirem padrões associados ao software o equipamento irá fornecer uma análise dita

semiquantitativa. Essa análise indica os elementos e suas respectivas quantidades, porém as quantidades não são exatas (DEDAVID; GOMES & MACHADO, 2007).

3.8 DIFRAÇÃO DE RX (DRX)

A difração de raios-X é eficiente na investigação da composição química de materiais. Diversas são as aplicações no estudo de materiais de engenharia, pode ser utilizada para determinar a estrutura de um novo material ou também para análise de um material comumente conhecido. Essa técnica é regida pela Lei de Bragg, equação (2), que consiste em uma relação entre o comprimento de onda dos raios-X e os espaçamentos interatômicos ao ângulo do feixe difratado (SHACKELFORD, 2008).

São algumas aplicações da técnica de difratometria; a identificação qualitativa e quantitativa de elementos químicos (identificação de fases), determinação de tensões residuais e dimensões cristalinas bem como seu tamanho (CALLISTER & RETHWISCH, 2016).

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

3.9 DUREZA DE UM MATERIAL

Propriedade mecânica muito importante na especificação do material, podendo ser definida como medida de resistência de um material à deformação plástica localizada, medida por uma pequena impressão ou um risco. Logo após ser realizada a endentação no material mede-se profundidade ou tamanho da impressão gerada. A relação entre a profundidade de impressão e a dureza é inversamente proporcional, ou seja, quanto maior for a dureza do material, menor será a profundidade (CALLISTER & RETHWISCH, 2016; SOUZA, 1982).

Na metalurgia os ensaios mais utilizados são aqueles classificados como ensaios de dureza por penetração, Brinell, Rockwell, Vickers, Knoop e Meyer. Utiliza-se também o ensaio de dureza por choque sendo dificilmente aplicado o ensaio de dureza por choque para metais (SOUZA, 1982).

A medição de dureza em superfícies cementadas, a medição individual da dureza de microconstituintes e a determinação de dureza em materiais frágeis necessitam determinar a dureza em áreas muito pequenas do corpo-de-prova, por isso, o ensaio mais utilizado é o de microdureza. Ensaio esse que tem como característica a produção de uma impressão microscópica na amostra através da utilização de penetradores de diamante com aplicação de

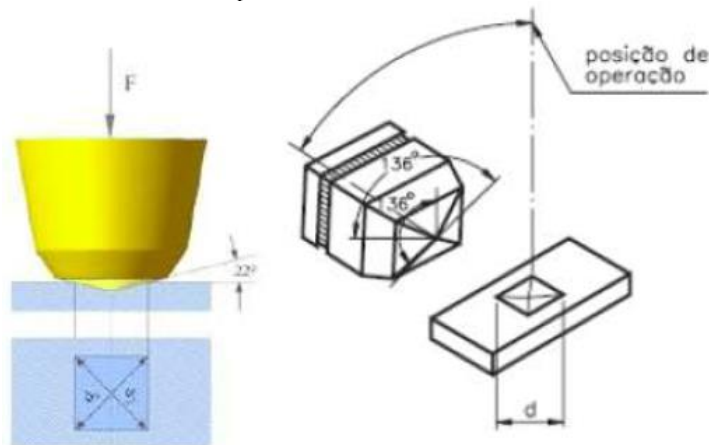
cargas de até 1kgf. Esse tipo de ensaio pode ser realizado através de duas técnicas, *Knoop* e *Vickers* (SOUZA, 1982; GARCIA; SPIM & SANTOS, 2000).

3.9.1 Ensaio de Dureza e Microdureza *Vickers*

Do inglês *Hardness Vickers* (HV), utiliza um endentador com ponta de diamante com formato piramidal de base quadrada formando ângulos entre as faces opostas de 136° conforme mostra a Figura 13. A endentação é realizada pela aplicação de uma força que pode variar de 1 a 120 kgf para medir a dureza, na medição de microdureza essa força chega até 1kgf (SOUZA, 1982; GARCIA; SPIM & SANTOS, 2000).

É um ensaio que atende a norma da ASTM – *American Society for Testing and Materials*, sendo a norma em questão a ASTM E-92 - 17 (C).

Figura 13 - Penetrador e impressão no ensaio de dureza e microdureza *Vickers*



Fonte: Moura, 2013.

O cálculo da dureza *Vickers* deve ser feito dividindo a carga diretamente aplicada (F) pela área superficial da pirâmide de base quadrada (A) marcada pelo endentador no corpo de prova, conforme aparece na equação (3).

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

Com a Equação 4 é possível calcular a área de impressão utilizando as medidas das diagonais do losango formado pela endentação.

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

Ao substituir a Equação (4) na Equação (3), obtém-se a Equação (5) utilizada para o cálculo da dureza *Vickers*.

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

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL - MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos experimentais do presente trabalho estão sucintamente descritos neste capítulo, bem como os materiais utilizados. Duas ligas de alumínio (AA2021 e AA2219) da série 2XXX (duralumínios) do sistema Al-Cu foram preparadas através da moagem de alta energia.

Dando início ao trabalho, os pós elementares de cada componente foram separados e pesados segundo consta no *ASM Handbook* (1992). Conhecendo os percentuais de cada elemento foi feito o cálculo para saber a quantidade exata e a pesagem foi realizada em uma balança de precisão semi-analítica. Em seguida os pós foram colocados na jarra com as bolas e o ácido esteárico para começar o processo de moagem de alta energia (MAE) utilizando um moinho de bolas vibratório do tipo SPEX, os tempos utilizados para comparação foram, 60, 120 e 240 minutos. Após a etapa de moagem ocorreu a compactação e sinterização das amostras de 120 e 240 minutos. As análises foram feitas em diferentes condições.

A Tabela 4 apresenta um resumo com a nomenclatura utilizada para cada amostra, liga utilizada, tempo de moagem e condição (sinterizada, solubilizada ou solubilizada e envelhecida artificialmente).

Tabela 4 - Resumo dos experimentos realizados

Nomenclatura	Liga	Tempo de Moagem (hora)	Condição
Amostra 1	AA 2219	2	Sinterizada
Amostra 2	AA 2219	4	Sinterizada
Amostra 3	AA 2021	2	Sinterizada
Amostra 4	AA 2021	4	Sinterizada
Amostra 5	AA 2219	2	Solubilizada e Envelhecida (T6)
Amostra 6	AA 2219	4	Solubilizada e Envelhecida (T6)
Amostra 7	AA 2021	2	Solubilizada e Envelhecida (T6)
Amostra 8	AA 2021	4	Solubilizada e Envelhecida (T6)

Fonte: Do autor, 2022.

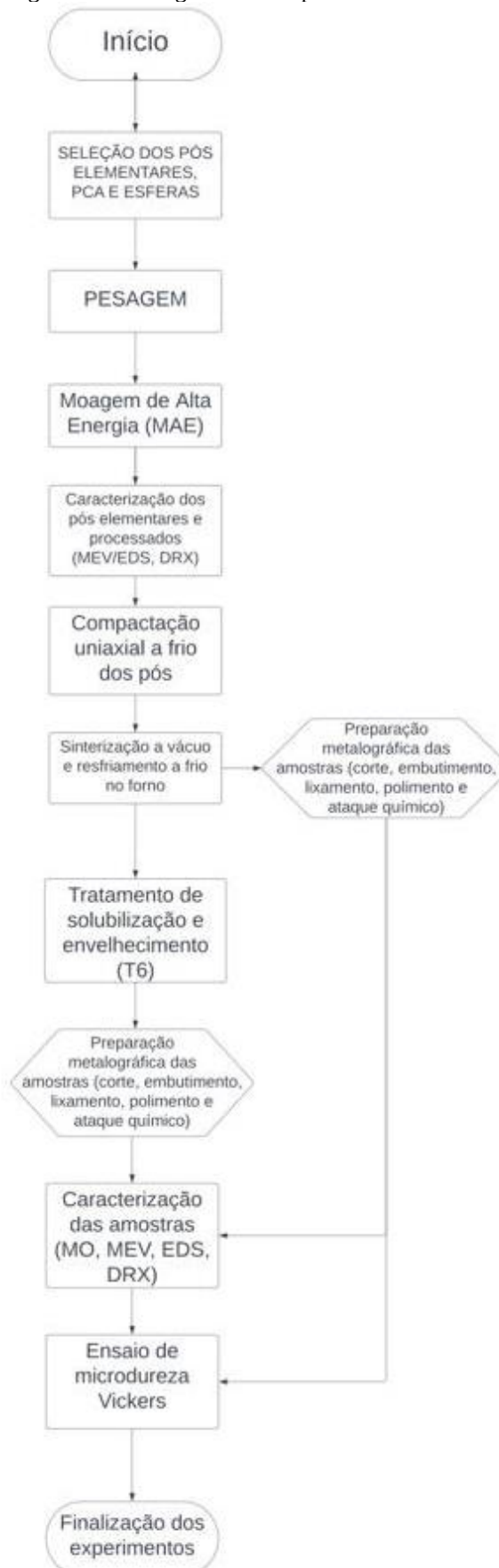
Conforme consta na Tabela 4; foram estabelecidas 2 condições (material sinterizado e solubilizado com posterior envelhecimento artificial), para duas ligas (AA 2219 e AA 2021) e dois tempos de moagem de alta energia (2 horas e 4 horas); totalizando assim oito (8) amostras

para comparação de propriedades mecânicas e microestrutura. As amostras foram cortadas, embutidas, lixadas, polidas e sofreram ataque químico na etapa chamada de preparação metalográfica.

Para caracterizar o material particulado quanto a microestrutura e composição química, foram utilizadas as técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). A difração de raios-X forneceu dados para identificação de fases do material após moagem de alta energia sendo utilizada também para verificar as fases após sinterização e tratamento térmico. Por fim as amostras foram submetidas ao ensaio de microdureza *Vickers*, para determinar a dureza de cada material em estudo.

A Figura 14 apresenta o fluxograma do processo experimental realizado neste trabalho.

Figura 14 - Fluxograma dos experimentos realizados



4.1 MATERIAIS

Neste trabalho, para fabricação das ligas AA 2219 e AA 2021 foram utilizados diferentes elementos de liga, o cobre (Cu) apresenta grande percentual em massa, sendo inferior somente a quantidade de alumínio no sistema Al-Cu. O Quadro 2 apresenta a composição de cada liga em percentual.

Quadro 2 - Percentuais dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021

<i>Aluminum Association</i>	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Alumínio mínimo	Ácido Esteárico
2219	0,2%	0,30%	5,80%	0,20%	0,10%	0,02%	93,38%	1%
2021	0,2%	0,30%	6,80%	0,40%	0,10%	0,10%	92,10%	1%

Fonte: Adaptado de ASM *handbook* (1992)

Conhecendo os percentuais, foi feito o cálculo para obtenção de 15 gramas de pó composto dos elementos citados no Quadro 2 para cada liga em questão. Sendo assim, o Quadro 3 apresenta as quantidades de cada elemento em gramas.

Quadro 3 - Quantidade em gramas dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021

<i>Aluminum Association</i>	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Alumínio mínimo	Ácido Esteárico
2219	0,03	0,045	0,870	0,03	0,015	0,003	14,007	0,15
2021	0,03	0,045	1,020	0,06	0,015	0,015	13,815	0,15

Fonte: Do autor, 2022.

Os pós utilizados para esta pesquisa foram:

- Alumínio puro AA1100 – Pureza 99,00% (Fabricado pela Alcoa Alumínio S/A)
- Cobre – Pureza 99,50% (Fabricado pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda)
- Silício – Pureza 99,00% (Fabricado pela Sigma Aldrich ®)
- Ferro – Pureza 99,00% (Fabricado pela Casa da Química Ind. E Com. Ltda)
- Manganês – Pureza 99,00% (Fabricado pela Sigma Aldrich ®)

- Zinco – Pureza 99,80% (Fabricado pela Dinâmica Química Contemporânea Ltda)
- Titânio
- Ácido Esteárico - $C_{18}H_{36}O_2$ (Puro) (Fabricado pela Vetec Química Fina)

Para a moagem de alta energia (MAE) foram utilizadas ainda, esferas de aço do tipo SAE 52100 e álcool isopropílico com pureza de 99,81%. As esferas foram aplicadas com BPR 10:1, na proporção de 150 g de esfera para 15 g de pó.

O ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$ – Puro) foi utilizado para minimizar os efeitos da soldabilidade a frio do alumínio durante o processo de MAE, é também chamado de agente controlador do processo ou *Process Control Agent* (PCA).

A moagem deve ser realizada em meio úmido, para isso foi utilizado o álcool isopropílico (C_3H_8O – 99,81% de pureza) em quantidade suficiente para cobrir a massa de pó e as esferas presentes no interior da jarra, sendo aproximadamente 75ml por moagem. A adição de álcool evita o processo de combustão do alumínio ao final da moagem para que a abertura da jarra possa ocorrer de forma segura.

Tendo os materiais separados nas quantidades corretas, deu-se início aos métodos experimentais descritos na sessão seguinte.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Pesagem dos Pós

Para a etapa de pesagem dos pós foi utilizada uma balança semi-analítica com 3 casas decimais da marca SHIMADZU e modelo UX420H, o equipamento utilizado pertence ao Laboratório de Metalurgia do Pó da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), que é vinculado ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM). A Figura 15 mostra o equipamento utilizado.

Figura 15 - Balança de precisão semi-analítica



Fonte: Do Autor, 2022.

O Quadro 4 apresenta a composição percentual de cada liga de alumínio utilizada para o presente trabalho, conforme *ASM Handbook* (1992).

Quadro 4 - Percentuais dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021

<i>Aluminum Association</i>	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Alumínio mínimo	Ácido Esteárico
2219	0,2%	0,30%	5,80%	0,20%	0,10%	0,02%	93,38%	1%
2021	0,2%	0,30%	6,80%	0,40%	0,10%	0,10%	92,10%	1%

Fonte: Adaptado de *ASM handbook* (1992)

No Quadro 5 estão as composições em massa (g) de cada elemento das ligas de alumínio AA 2219 e AA 2021, que foram fabricadas através do processo de moagem de alta energia, para obter o valor correto foi preciso multiplicar o percentual do Quadro 4 por uma massa de 15 gramas. O valor total de pó utilizado na moagem foi 15 gramas acrescido de 1% do ácido esteárico, totalizando uma massa de 15,15 gramas.

Quadro 5 - Quantidade em gramas dos elementos das ligas AA 2219 e AA 2021

<i>Aluminum Association</i>	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	Alumínio mínimo	Ácido Esteárico
2219	0,03	0,045	0,870	0,03	0,015	0,003	14,007	0,15
2021	0,03	0,045	1,020	0,06	0,015	0,015	13,815	0,15

Fonte: Do autor, 2022.

4.2.2 Moagem de Alta Energia (MAE) dos pós

Após pesagem dos pós elementares, estes foram processados através da moagem de alta energia (MAE), com o objetivo tornar a mistura perfeitamente homogênea e fabricar as ligas AA 2219 e AA 2021.

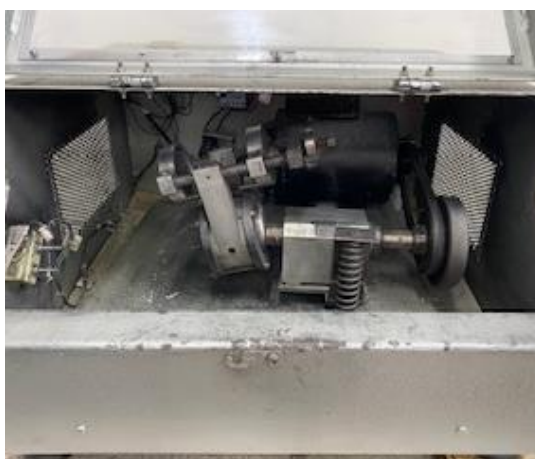
O equipamento usado para a MAE foi o moinho de bolas vibratório do tipo SPEX com velocidade de 720 rpm, conforme consta nas Figura 16 e Figura 17, que pertence ao Laboratório de Metalurgia do Pó da UFPE alocado no INTM. O moinho foi fabricado pela empresa Triunfo Máquinas Gráficas.

Figura 16 - Moinho vibratório do tipo SPEX



Fonte: Do Autor, 2022.

Figura 17 - Parte interna moinho vibratório do tipo SPEX



Fonte: Do autor, 2022.

A massa total do pó (elementos de liga e ácido esteárico) foi colocada na jarra de aço inoxidável AISI 304L, Figura 18, foi também colocada a massa total de esferas de aço

SAE52100 cujo diâmetro médio é 6,20mm e tem peso unitário de aproximadamente 0,960 gramas, Figura 18. O BPR (*Ball-to-powder Ratio*) foi 10:1, sendo a quantidade em massa de corpos moedores em cada moagem 150 gramas. Com todos os componentes dentro da jarra e a mesma estando bem fechada dentro do moinho vibratório do tipo SPEX, os tempos de moagem foram de 60 minutos, 120 minutos e 240 minutos para cada liga Al-Cu escolhida neste trabalho. Um total de 24 moagem foram efetuados, sendo realizadas 4 moagem durante 60, 120 e 240 minutos para cada um dos pós das ligas AA2219 e AA2021.

A quantidade de moagens foi escolhida visando a realização do trabalho com margem de segurança caso houvesse alguma perda do material processado.

Figura 18 - Recipiente de moagem e esferas (corpos moedores)



Fonte: Do Autor, 2022.

As moagens foram realizadas com a adição de álcool isopropílico, tornando o meio úmido. Sendo assim, após a finalização do processo foi necessário realizar a secagem dos pós em estufa. Essa etapa utilizou uma estufa fabricada pela Nevoni: NSR Industria Comércio e Representações Ltda., modelo NV 1.2, e pertence ao Laboratório de Metalurgia do Pó da UFPE.

4.2.3 Caracterização dos pós

Dando prosseguimento ao experimento, após a moagem de todas as ligas, gerando os pós das ligas AA 2219 e AA 2021, foi realizada a caracterização do material processado por MAE e dos pós elementares. As técnicas utilizadas foram: difração de raio X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

Difração de Raios-X dos Pós

A difração de raios-X teve como objetivo identificar e analisar a fabricação da liga, ou seja, a formação das fases e estrutura cristalina. Foi realizado no laboratório do INTM-UFPE, o equipamento utilizado foi o difratômetro de modelo XRD-700, com $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) fabricado pela SHIMADZU Figura 19. As condições de análise foram: ângulo de varredura de θ a 2θ , varrendo de 5° a 120° com velocidade de $2^\circ/\text{min}$. Utilizando o software *OriginPro 8* da *OriginLab Corporation* foram analisados os pontos encontrados como resultado da análise de DRX de cada material. Os picos presentes nos difratogramas foram analisados e indexados de forma comparativa, utilizando microfichas de difração do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD).

Figura 19 - Difratômetro Shimadzu, XRD-700



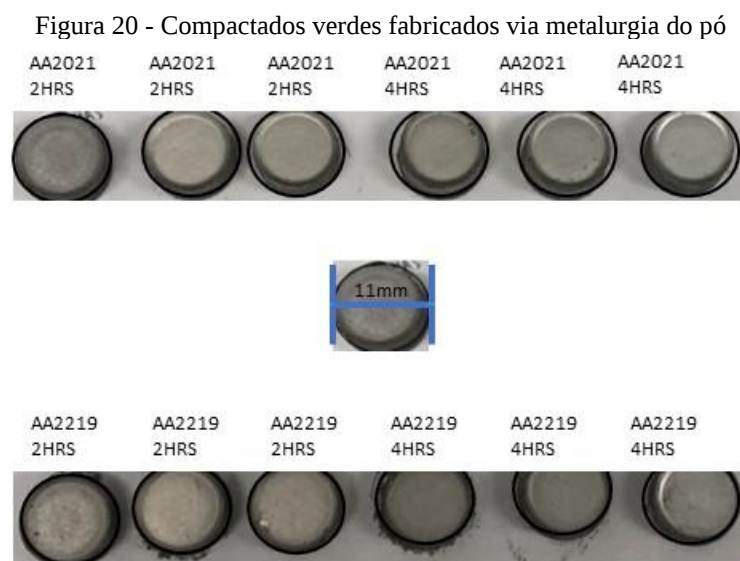
Fonte: Do Autor, 2022.

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

Visando obter dados para análise morfológica das partículas e composição química dos pós elementares e daqueles obtidos via MAE, foi realizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de espectroscopia de energia dispersiva (EDS). As amostras de pós das ligas moídas por diferentes tempos foram fixadas em fita adesiva de carbono de dupla face e depois metalizadas antes de serem submetidas ao processo de análise no microscópio eletrônico de varredura. O MEV utilizado pertence ao laboratório do INTM-UFPE, o modelo é MIRA3 com filamento de FEG, fabricado pela *TESCAN* e sensor de EDS da fabricante *Oxford* acoplado.

4.2.4 Compactação dos Pós

Nessa etapa somente os pós com tempo de moagem de 120 e 240 minutos foram compactados. A compactação foi uniaxial e a frio de simples ação, pelas ligas apresentarem morfologia que favorece à consolidação dos pós. Foi utilizada uma pressão de 7,0 ton/cm² por 10 minutos, tendo como produto os compactados verdes. Para cada liga e cada tempo foram produzidos 3 compactados verdes com aproximadamente 4 gramas de pó cada, totalizando 12 amostras, conforme ilustrado na Figura 20.



Fonte: Do autor, 2022.

Foi utilizada uma prensa hidráulica de ação simples pertencente ao Laboratório de Metalurgia do Pó da UFPE. A matriz de compactação é fabricada em aço VC 131 (AISI D6), tendo perfil cilíndrico com um furo passante de diâmetro 11mm e uma base móvel com um punção (Figura 21).

Figura 21 - Matriz de compactação de simples ação



Fonte: Do Autor, 2022.

4.2.5 Sinterização

Tem como objetivo a redução ou até mesmo a eliminação da porosidade dos compactados verdes fabricados, foi realizada no Laboratório de Metalurgia do Pó da UFPE utilizando um forno a vácuo da fabricante Innovatec, modelo IN R7 P7 conforme ilustrado na Figura 22, tendo como capacidade máxima de aquecimento 1200°C. O tempo de sinterização foi de 5 horas, sob um vácuo de -700mmHg e taxa de aquecimento de 20°C/min. A temperatura utilizada foi 500°C e ao fim do tempo estabelecido o forno foi desligado e as amostras foram resfriadas dentro dele.

Após a sinterização, foram separadas quatro (4) amostras para realização do tratamento térmico T6 (solubilização e envelhecimento). A separação das amostras foi feita da seguinte forma:

- Amostra 5 – Liga AA 2219, tempo de moagem 2 horas – para tratamento térmico;
- Amostra 6 – Liga AA 2219, tempo de moagem 4 horas – para tratamento térmico;

- Amostra 7 – Liga AA 2021, tempo de moagem 2 horas – para tratamento térmico;
- Amostra 8 – Liga AA 2021, tempo de moagem 4 horas – para tratamento térmico.

Figura 22 - Forno a vácuo



Fonte: Do Autor, 2022.

4.2.7 Solubilização e Envelhecimento – Tratamento T6

O tratamento de solubilização e envelhecimento (T6) tem por objetivo a homogeneização do material particulado e formação da fase α com precipitados da fase θ , conferindo assim maior dureza as amostras. O procedimento foi realizado após a sinterização das amostras, foram selecionadas quatro (4) delas para prosseguir com o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial. As amostras foram colocadas no forno a vácuo para a etapa de solubilização, sendo elas:

- Amostra 5 – Liga AA 2219, tempo de moagem 2 horas;
- Amostra 6 – Liga AA 2219, tempo de moagem 4 horas;
- Amostra 7 – Liga AA 2021, tempo de moagem 2 horas e
- Amostra 8 – Liga AA 2021, tempo de moagem 4 horas.

Para a solubilização foi utilizada a mesma temperatura de 535°C por 90 minutos. Após esse tempo o material foi retirado do forno e sofreu um resfriamento rápido em um balde com água corrente utilizando a pinça. Logo em seguida o material foi colocado no forno novamente

para o envelhecimento artificial, a uma temperatura de 175°C por 180 minutos, o resfriamento das amostras foi realizado ao ar livre.

4.2.8 Preparação Metalográfica

As oito amostras (4 sinterizadas e 4 tratadas termicamente) seguiram para a etapa de preparação metalográfica. O primeiro passo foi seccionar as amostras com o auxílio de uma máquina de corte Struers Accutom-100 (Figura 23) que pertence ao laboratório de preparação metalográfica do INTM-UFPE. O corte feito foi axial tendo como intuito observar a sessão superficial e transversal de cada amostra.

Figura 23 - Máquina automática de corte de precisão Struers Accutom-100



Fonte: Do autor, 2022.

As amostras foram seccionadas e embutidas a frio com uma resina acrílica em pó autopolimerizável e um catalisador da Teclago. As seções das superfícies transversal e uniaxial das amostras foram assim embutidas na resina para análise microestrutural, conforme pode ser vistas na Figura 25.

Figura 24 - Amostra com embutimento



Fonte: Do Autor, 2022.

Após o tempo de cura indicado pelo fabricante, 24 horas, para que as superfícies das amostras estejam sem riscos ou marcas mais profundas na hora da análise, foi realizado o processo de lixamento e posterior polimento. Para o lixamento foi utilizada uma politriz automática pertencente ao laboratório de preparação metalográfica do INTM-UFPE. As lixas utilizadas foram de SiC e granulometria de 300#, 400#, 600# e 1000#.

O polimento foi realizado na politriz metalográfica modelo Aropol 2V com velocidade de 300 e 600rpm, fabricada pela Arotec Indústria e Comércio, pertencente ao laboratório de preparação metalográfica do INTM-UFPE. Para essa etapa foi utilizado um pano de polimento de acabamento e alumina em suspensão de 1 μm . Com o objetivo de revelar os contrastes das fases foi realizado um ataque químico utilizando uma solução aquosa de ácido fluorídrico a 0,5% durante 15 segundos, em seguida as amostras foram lavadas em água corrente, banhadas em etanol e secadas por um jato quente paralelo a superfície atacada.

4.2.9 Caracterização das amostras

As técnicas de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram utilizadas para caracterizar a microestrutura do material. Para analisar a composição química foi utilizada a técnica de EDS acoplada ao MEV. As amostras foram também submetidas ao ensaio de microdureza *Vickers*.

4.2.9.1 Microscopia Ótica

As doze amostras foram analisadas em um microscópio ótico Olympus BX51M (Figura 25). O equipamento pertence ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM - UFPE).

Figura 25 - Microscópio ótico Olympus BX51M



Fonte: Do Autor, 2022.

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

O material foi caracterizado e foram feitas análises químicas das amostras utilizando o MEV da marca TESCAN modelo MIRA3 com sensor de EDS da marca *Oxford* 15kv com uma distância de trabalho de 15mm (Figura 26). O EDS está acoplado ao MEV que pertence ao INTM-UFPE.

Figura 26 - Microscópio Eletrônico de Varredura TESCAN MIRA3 com EDS *Oxford* 15kv



Fonte: Do autor, 2022.

4.2.9.3 Difração de Raios-X

A difração de raios-X teve como objetivo identificar e analisar a formação de fases nas amostras sinterizadas e tratadas termicamente (T6).

4.2.9.3 Ensaio de Microdureza *Vickers*

Para conhecer a dureza das amostras analisadas foi realizado o ensaio de microdureza *Vickers*, através do microdurômetro Encom-test Durascan modelo G5, Figura 27 - Microdurômetro EmcoTest, esse equipamento pertence ao INTM-UFPE. A carga utilizada foi 0,3kgf e o tempo de carga foi 15 segundos.

Em cada amostra foram efetuadas 10 impressões por sessão, para o cálculo da média aritmética e do desvio padrão foram utilizadas apenas 8 impressões, sendo retiradas as de maior e menor valor.

Figura 27 - Microdurômetro EmcoTest



Fonte: Do autor, 2022.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos experimentalmente estão apresentados nessa sessão, além disso, cada etapa acompanha as discussões pertinentes a este trabalho.

5.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL DOS PÓS

Os pós elementares de Al, Cu, Si, Fe, Mn, Zn e Ti utilizados na preparação dos pós das ligas AA2219 e AA2021 foram caracterizados. Em seguida foi feita a caracterização dos pós obtidos por moagem de alta energia referentes as ligas de alumínio considerando os tempos de moagem de 60min, 120min e 240min.

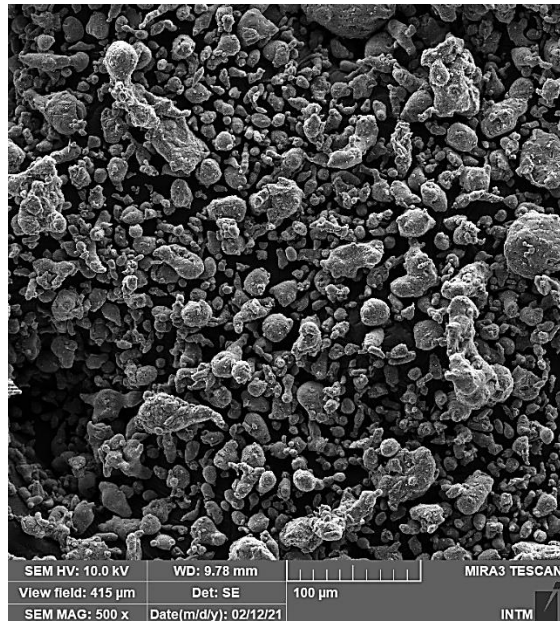
5.1.1 Pós Elementares

Para a caracterização dos elementos foram utilizados dados obtidos através das técnicas de MEV e EDS. A técnica de DRX foi utilizada para caracterizar os pós dos elementos com maior percentual nas ligas estudadas, sendo eles: alumínio e cobre.

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

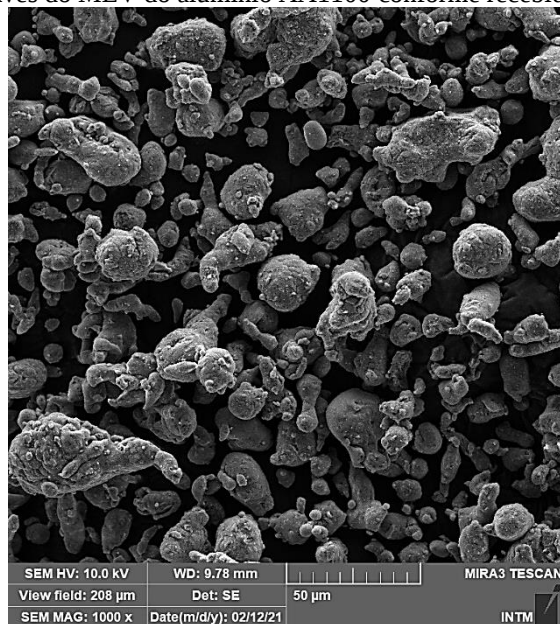
O primeiro pó elementar a ser caracterizado foi o pó de alumínio (AA1100), pois se encontra em maior quantidade em ambas as ligas fabricadas neste trabalho. Na Figura 28 e na Figura 29 encontram-se as micrografias obtidas utilizando o MEV com um aumento de 500x e 1000x respectivamente. Analisando a imagem é possível observar partículas muito pequenas e semelhantes, sendo predominantemente esféricas de formato equi-dimensional. Esse formato é, segundo CHIAVERINI (2001), aparentemente o que mais favorece a etapa de compactação do material.

Figura 28 - Imagem obtida através do MEV do alumínio AA1100 – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 29 - Imagem obtida através do MEV do alumínio AA1100 conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

Para medir o tamanho da partícula foi utilizado o MEV, descrito por Chiaverini (2001) como o melhor método para obter este dado. O aumento utilizado foi de 2000x e a medição foi feita em duas partículas para comparação de resultado. Na Figura 30 observa-se partículas muito pequenas conforme evidenciado anteriormente.

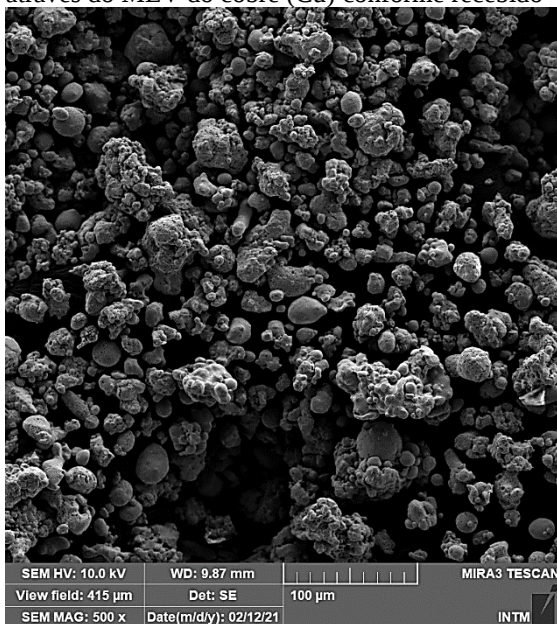
Figura 30 - Medição do tamanho da partícula do alumínio AA1100 conforme recebido – MEV Aumento de 2000x



Fonte: Do autor, 2022.

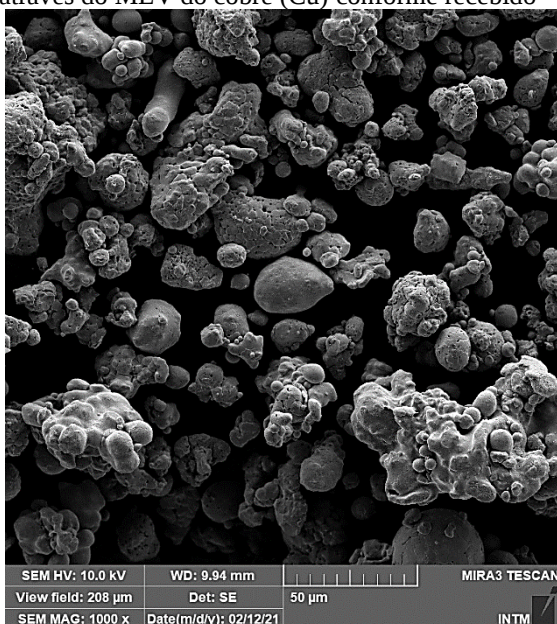
A microscopia eletrônica de varredura do pó de cobre evidenciou o formato das partículas como predominantemente esférico e equiaxial. Na Figura 31 e na Figura 32 estão as imagens obtidas com um aumento de 500x e 1000x respectivamente. O tamanho das partículas de cobre, segundo Silva (2017), está na ordem de 80µm sendo quase quatro vezes maior do que as partículas de alumínio AA1100 analisadas no presente trabalho.

Figura 31 - Imagem obtida através do MEV do cobre (Cu) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

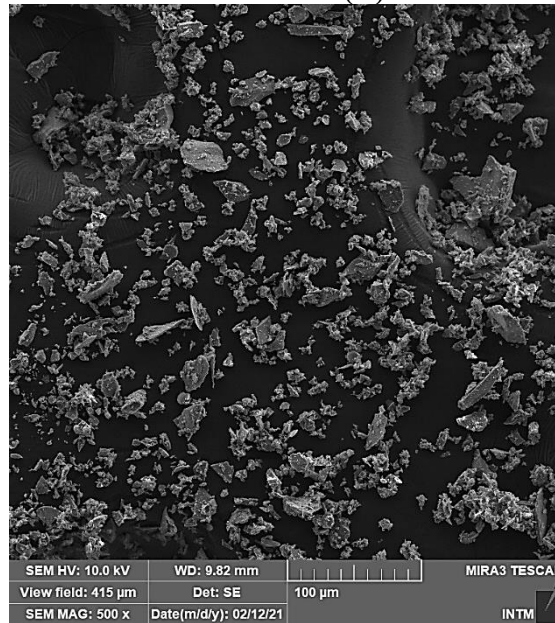
Figura 32 - Imagem obtida através do MEV do cobre (Cu) conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

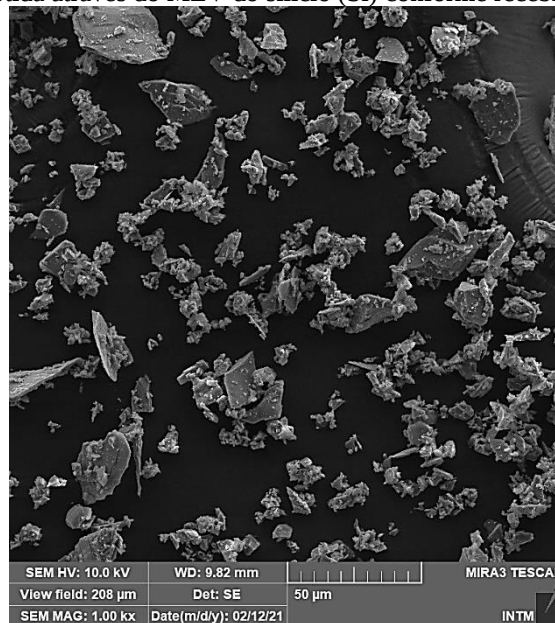
As imagens obtidas através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) do pó de silício, conforme recebido, estão na Figura 33 e na Figura 34 com aumentos de 500x e 1000x respectivamente. Observando essas imagens é possível constatar uma morfologia heterogênea e partículas irregulares com formato predominantemente achatado.

Figura 33 - Imagem obtida através do MEV do silício (Si) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

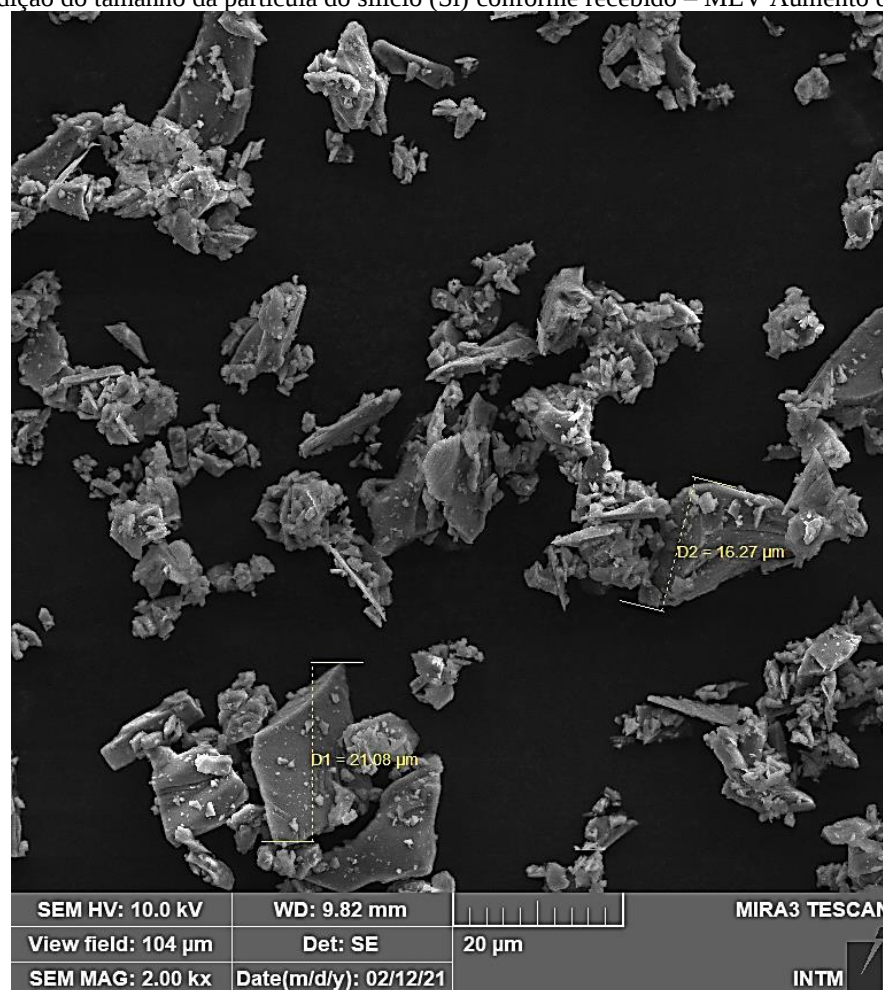
Figura 34 - Imagem obtida através do MEV do silício (Si) conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

Na Figura 35 observam-se duas medidas feitas utilizando o MEV para definição do tamanho de partícula com um aumento de 2000x, são elas: $D1 = 21,08\mu\text{m}$ e $D2 = 16,27\mu\text{m}$. A média aritmética dessas medidas é $18,68\mu\text{m}$ com um desvio padrão de 3,4 aproximadamente. Como as partículas têm formato irregular, as medidas obtidas são uma estimativa. As partículas têm tamanho similar aquelas observadas no alumínio AA1100, ou seja, são bem pequenas.

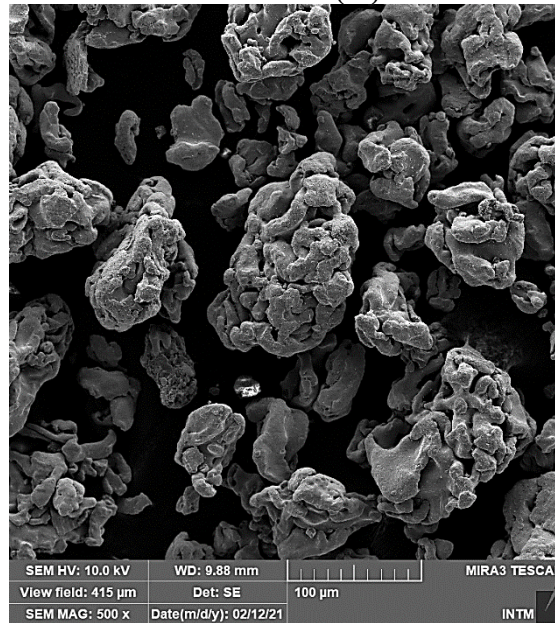
Figura 35 - Medição do tamanho da partícula do silício (Si) conforme recebido – MEV Aumento de 2000x



Fonte: Do autor, 2022.

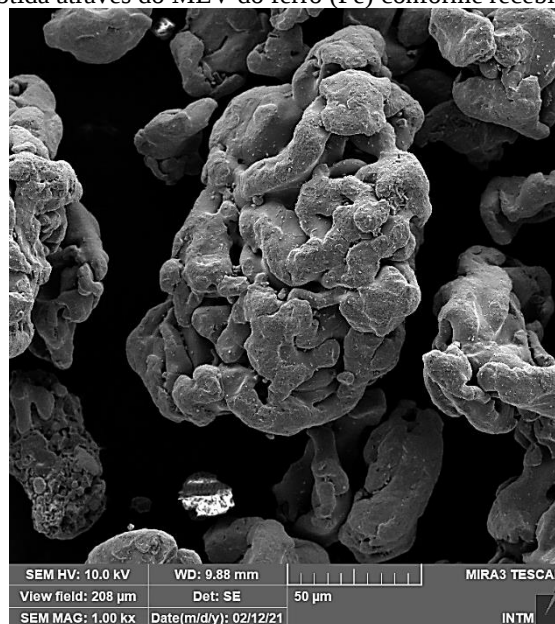
As micrografias do pó de ferro, conforme recebido, estão apresentadas na Figura 36 e na Figura 37 com aumento de 500x e 1000x respectivamente. Nas imagens é possível observar partículas grandes quando comparadas as do alumínio e do silício anteriormente analisadas neste trabalho. A morfologia apresenta-se homogênea com formato predominantemente arredondado e poroso, evidenciando o processo de obtenção do pó por redução de óxidos.

Figura 36 - Imagem obtida através do MEV do ferro (Fe) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

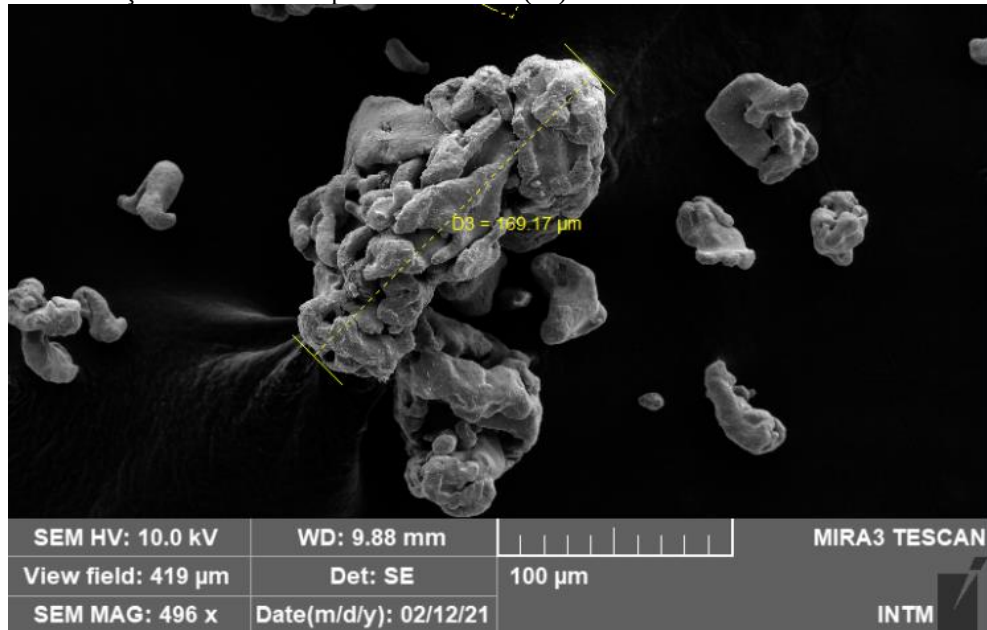
Figura 37 - Imagem obtida através do MEV do ferro (Fe) conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

O tamanho estimado da partícula do pó de ferro foi obtido através da medição de uma partícula encontrada na análise de microscopia eletrônica de varredura, essa medida está evidenciada na Figura 38 sendo 169,17 μ m. Com isso, pode-se concluir que as partículas do pó de ferro apresentam um tamanho elevado em comparação com as partículas do pó de alumínio AA1100, por exemplo.

Figura 38 - Medição do tamanho da partícula do ferro (Fe) conforme recebido – MEV Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

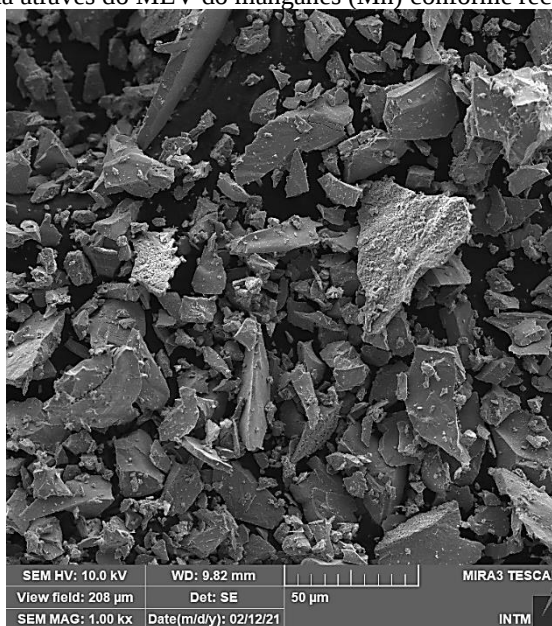
A Figura 39 e a Figura 40 apresentam as micrografias do pó de manganês conforme recebido. Nessas duas imagens com aumento de 500x e 1000x respectivamente, evidencia-se pós com morfologia não homogênea apresentando muita irregularidade, as partículas têm formato achatado e não são equidimensionais. Sendo assim, quando comparados ao pó de alumínio conforme recebido AA1100 e ao cobre (Cu), tem morfologia e formato de grão totalmente diferente.

Figura 39 - Imagem obtida através do MEV do manganês (Mn) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 40 - Imagem obtida através do MEV do manganês (Mn) conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

Na Figura 41, constata-se através das três medidas realizadas com o auxílio do MEV, a heterogeneidade das partículas de manganês apresentando formatos irregulares e tamanhos diferentes, sendo eles: $D1 = 36,16\mu\text{m}$; $D2 = 9,97\mu\text{m}$ e $D3 = 15,22\mu\text{m}$ com média aritmética $20,45\mu\text{m}$ e desvio padrão $18,51$ aproximadamente. O desvio padrão elevado demonstra a irregularidade do tamanho das partículas observadas. Observa-se também que são partículas pequenas como aquelas observadas no alumínio AA1100.

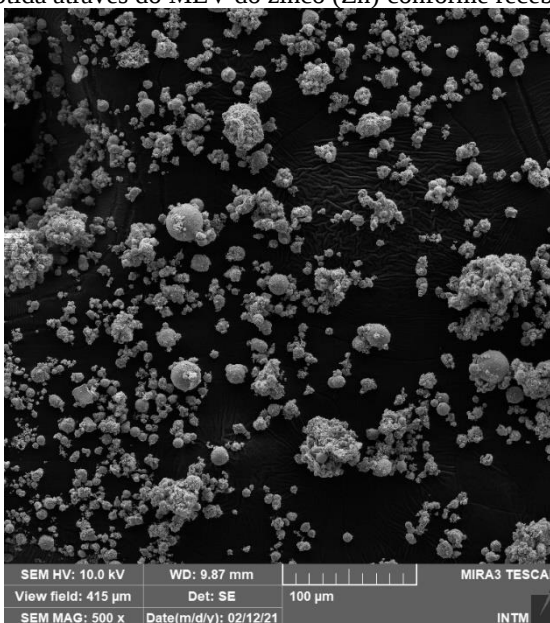
Figura 41 - Medição do tamanho da partícula do manganês (Mn) conforme recebido – MEV Aumento de 2000x



Fonte: Do autor, 2022.

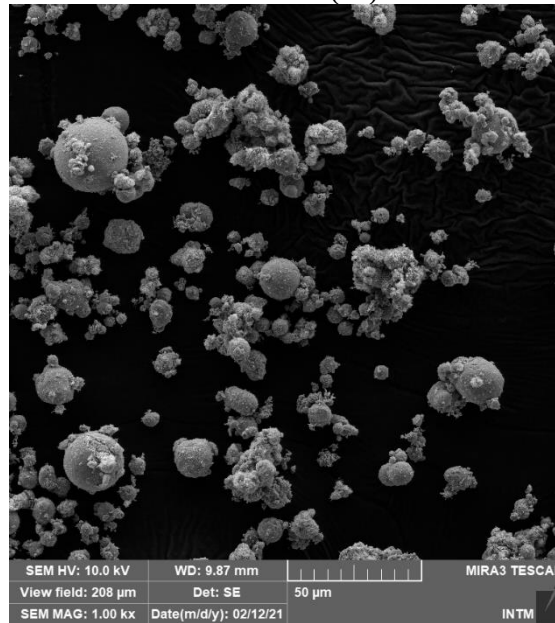
As imagens obtidas utilizando a técnica de microscopia eletrônica de varredura do zinco (Zn) estão na Figura 42 e na Figura 43 com aumentos de 500x e 1000x. Observa-se uma morfologia em sua maioria homogênea com poucas partículas de tamanho diferente, as partículas são predominantemente esféricas e pequenas.

Figura 42 - Imagem obtida através do MEV do zinco (Zn) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

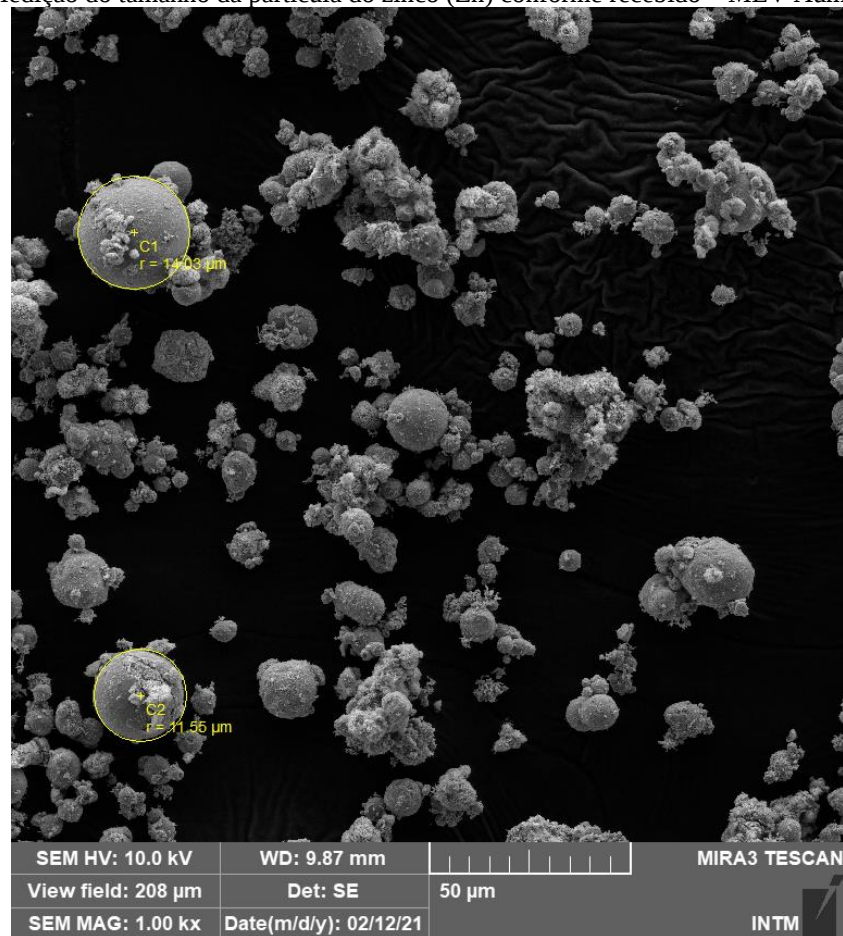
Figura 43 - Imagem obtida através do MEV do zinco (Zn) conforme recebido – Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

Na Figura 44 estão duas medidas de raio das esferas obtidas através do MEV. O comprimento das esferas pode ser encontrado através do cálculo $C=2\pi r$, sendo assim $C1 = 88,15\mu\text{m}$ e $C2 = 72,63\mu\text{m}$ aproximadamente com uma média aritmética de $80,39\mu\text{m}$ e um desvio padrão 10,97.

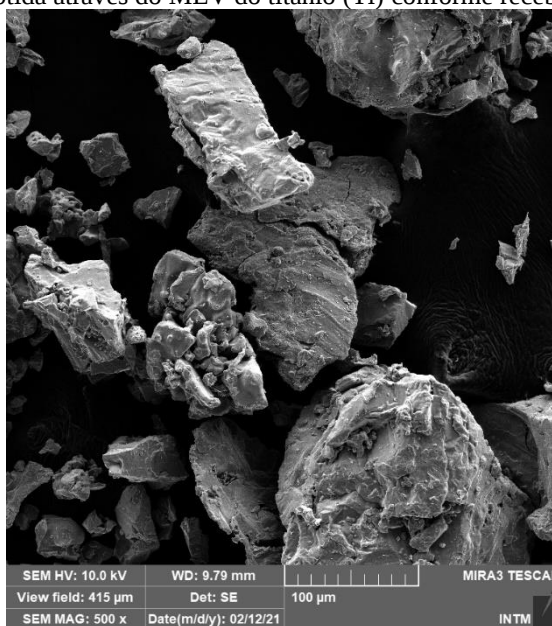
Figura 44 - Medição do tamanho da partícula do zinco (Zn) conforme recebido – MEV Aumento de 1000x



Fonte: Do autor, 2022.

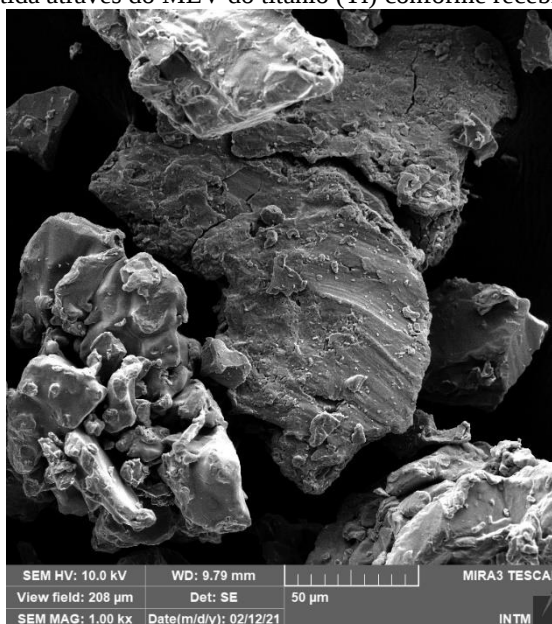
O titânio possui morfologia heterogênea conforme observado na Figura 45 e na Figura 46, além disso, apresenta diferentes tamanhos de partículas com formatos irregulares. Algumas partículas apresentam poros e outras são mais achatadas sem poros aparentes.

Figura 45 - Imagem obtida através do MEV do titânio (Ti) conforme recebido – Aumento de 500x



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 46 - Imagem obtida através do MEV do titânio (Ti) conforme recebido – Aumento de 1000x

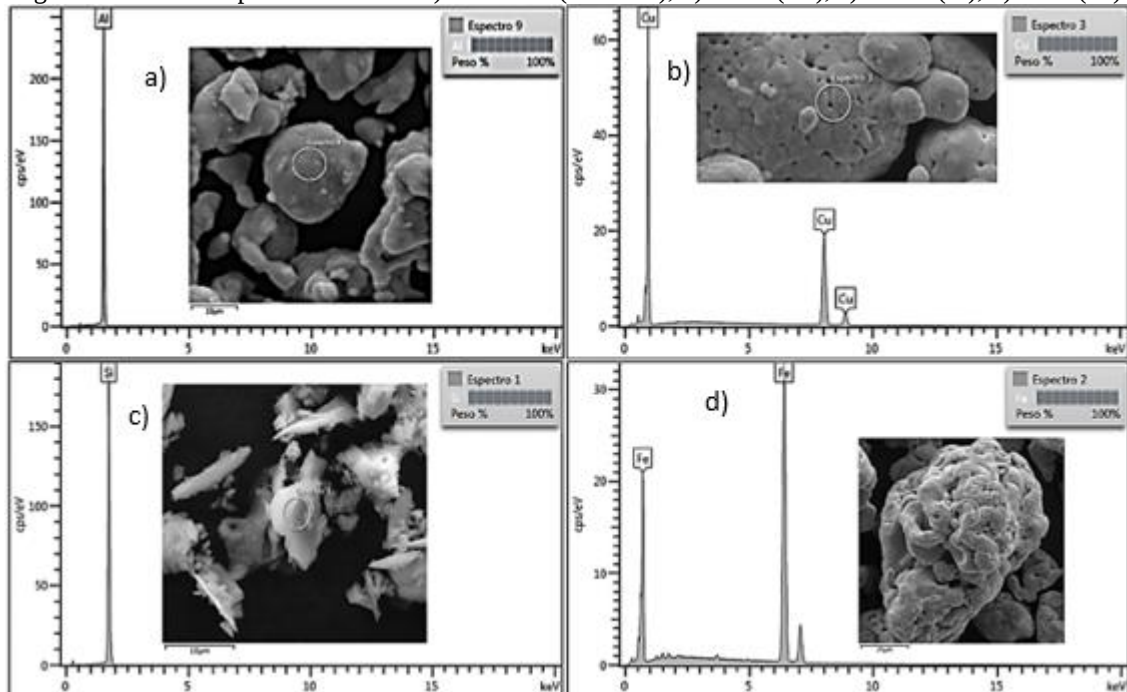


Fonte: Do autor, 2022.

A Figura 47 foi obtida a partir da técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) referente aos pós elementares como recebidos, sendo eles: a) alumínio, b) cobre, c) silício, d) ferro. A análise fornecida através desta técnica é semi-quantitativa e demonstra apenas picos dos elementos, com isso é possível concluir que não houve contaminação do pó por outros elementos. Na Figura 48 estão apresentadas as imagens de EDS dos outros pós elementares utilizados no presente trabalho, sendo eles: a) manganês, b) zinco e c) titânio. Observa-se

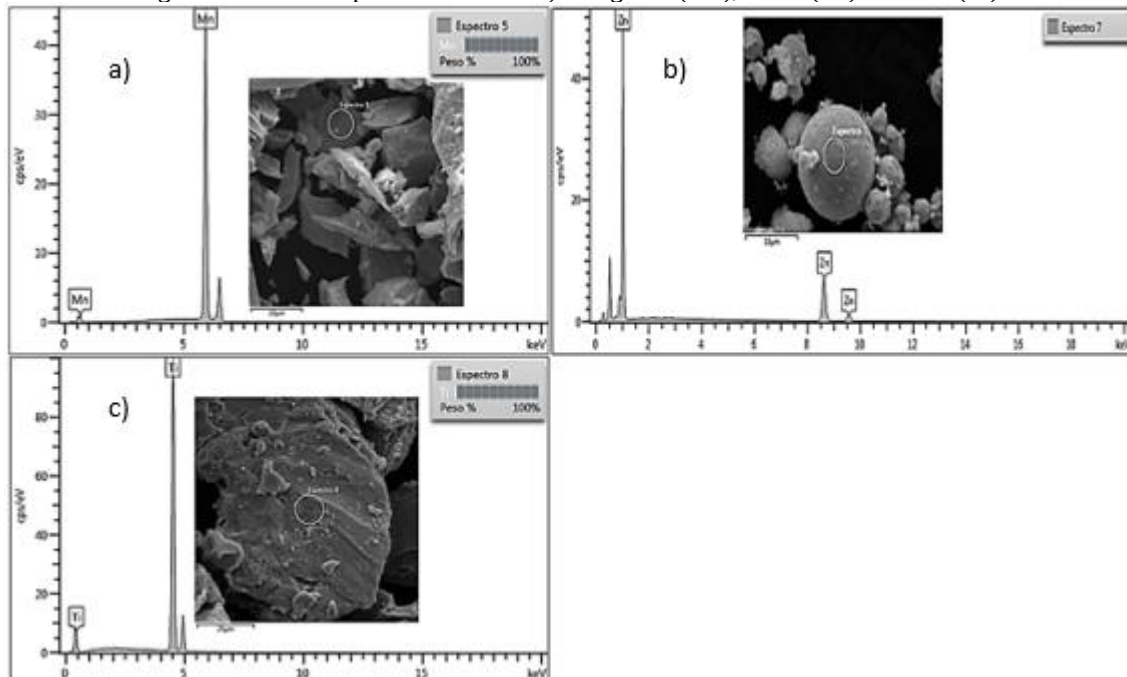
conforme foi visto anteriormente na Figura 47 apenas picos característicos dos próprios elementos sem contaminação.

Figura 47 - EDS dos pós elementares. a) Alumínio (AA1100), b) cobre (Cu), c) silício (Si), d) ferro (Fe).



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 48. EDS dos pós elementares. a) manganês (Mn), zinco (Zn) e titânio (Ti).

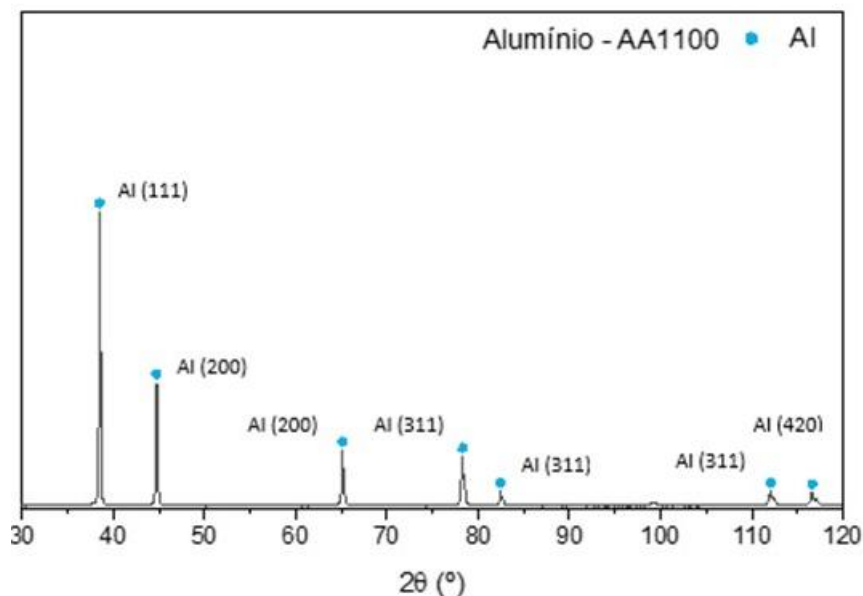


Fonte: Do autor, 2022.

5.1.1.2 Difração de Raios-X

Os dados da difração de raios-X do alumínio AA1100, conforme recebido, foram plotados e analisados, o resultado está apresentado na imagem da Figura 49. O material apresentou picos característicos apenas do alumínio demonstrando a não contaminação do material com outros elementos, os picos foram identificados pelas microfichas de referência ICDD 03-065-2869 (SILVA JUNIOR, 2020) No difratograma foi identificada a presença de apenas uma estrutura cristalina no material, que é a cúbica de face centrada (CFC), estrutura essa característica do elemento alumínio. O que caracteriza a estrutura como CFC é o fato de que todos os índices de Miller (h, k, l) são unicamente pares ou unicamente ímpares. Como exemplo, foram escolhidos os dois primeiros planos da Figura 49, são eles: (111) e (200) o primeiro tem todos os índices de Miller ímpares e o segundo todos os índices pares (CALLISTER & RETHWISCH, 2016).

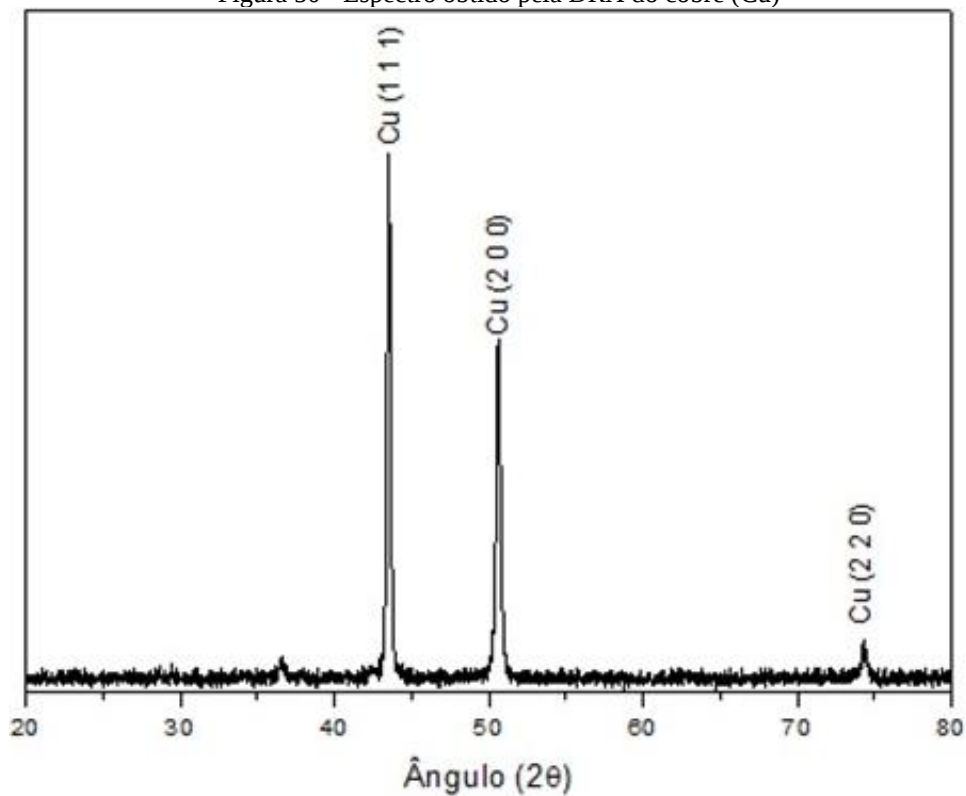
Figura 49 - Gráfico da análise de difração de raio-x do alumínio (AA1100)



Fonte: Silva Júnior, 2020.

O DRX obtido do cobre está apresentado na Figura 50 onde os picos encontrados são característicos do próprio elemento. A estrutura cristalina do cobre é CFC (cúbica de face centrada) esse dado é evidenciado pela regra de que os índices de Miller devem ser todos pares ou todos ímpares em cada plano, observando o difratograma da Figura 50 constata-se utilizando essa regra que o tipo de estrutura está correto.

Figura 50 - Espectro obtido pela DRX do cobre (Cu)



Fonte: Costa, 2022.

5.1.2 Liga de Alumínio AA2219 Fabricada por MAE

Os resultados das análises de MEV, EDS e DRX serão apresentados neste tópico para a liga de alumínio AA2219 considerando os tempos de moagem de 60min, 120min e 240min.

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

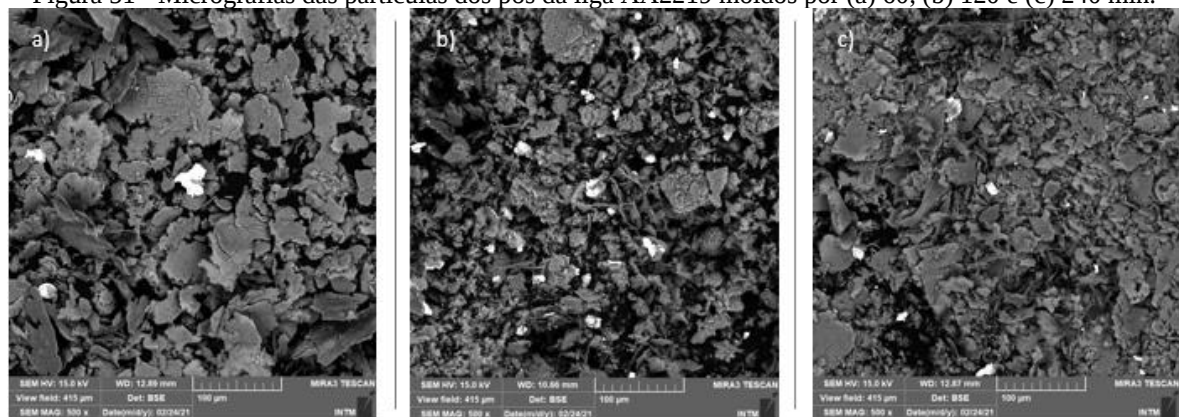
Utilizando o MEV foi possível identificar aspectos morfológicos dos pós de liga de alumínio AA2219 fabricada por MAE (60min, 120min, 240min). Na Figura 51 e na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** estão os resultados obtidos tendo um aumento de 500x e 1000x respectivamente.

A Figura 51 e a **Erro! Fonte de referência não encontrada.** demonstram a diferença entre a morfologia nos tempos distintos de MAE. Na letra (a), por exemplo, para um tempo de moagem de 60min observa-se partículas consideravelmente grandes e achatadas tendo formato irregular em sua maioria. Analisando a letra (b) nota-se partículas menores do que aquelas encontradas na letra (a), o formato das partículas continua sendo irregular e achatado. As

imagens que constam na letra (c), para um tempo de 240min, demonstram partículas menores do que as anteriores e uma maior homogeneização do material analisado. Ambas as imagens mostram partículas mais claras em alguns pontos, essas partículas possivelmente, segundo De Azevedo Coutinho (1980), são da fase θ (Al_2Cu). Para confirmar essa suspeita, foram realizadas análises de EDS e DRX como também analisados os dados obtidos com o ensaio de microdureza *Vickers*.

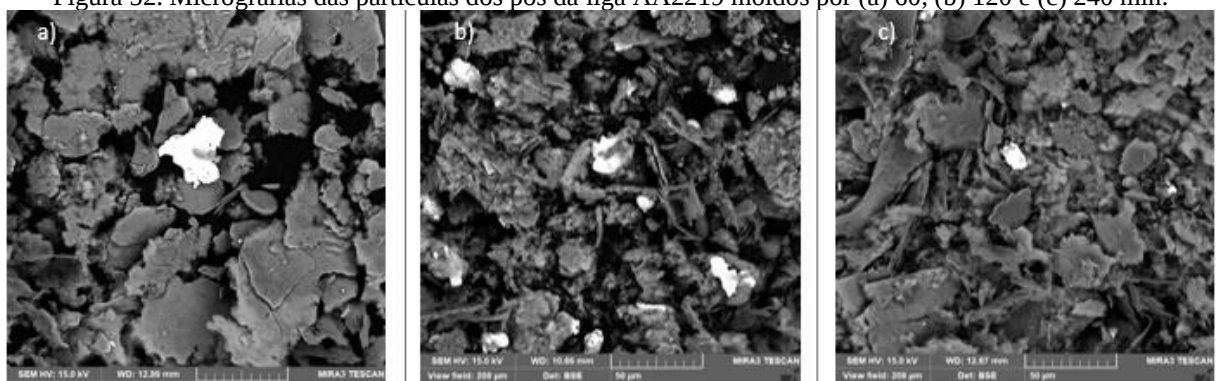
Importante salientar que a análise morfológica demonstrou partículas irregulares e achatadas, sendo essa uma característica comum aos materiais fabricados via moagem de alta energia (SILVA, 2017).

Figura 51 - Micrografias das partículas dos pós da liga AA2219 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min.



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 52. Micrografias das partículas dos pós da liga AA2219 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min.



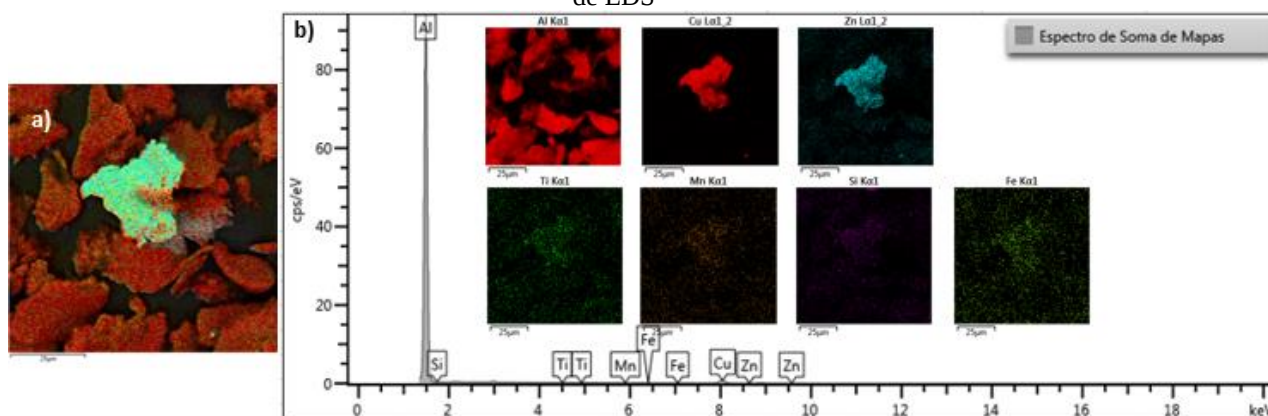
Fonte: Do autor, 2022.

A Figura 53, Figura 54 e a Figura 55 ilustram as análises semi-quantitativas obtidas utilizando a técnica de EDS com o intuito de verificar as composições químicas da liga AA2219 em cada tempo de processamento por MAE.

Observa-se que em todas as análises (60min, 120min e 240min de MAE) os componentes encontrados foram os elementos químicos utilizados para fabricação da liga, sendo eles; Alumínio (Al) Cobre (Cu), Zinco (Zn), Titânio (Ti), Manganês (Mn), Silício (Si) e Ferro (Fe) (ASM HANDBOOK, 2001). Não houve contaminação do material por algum elemento externo.

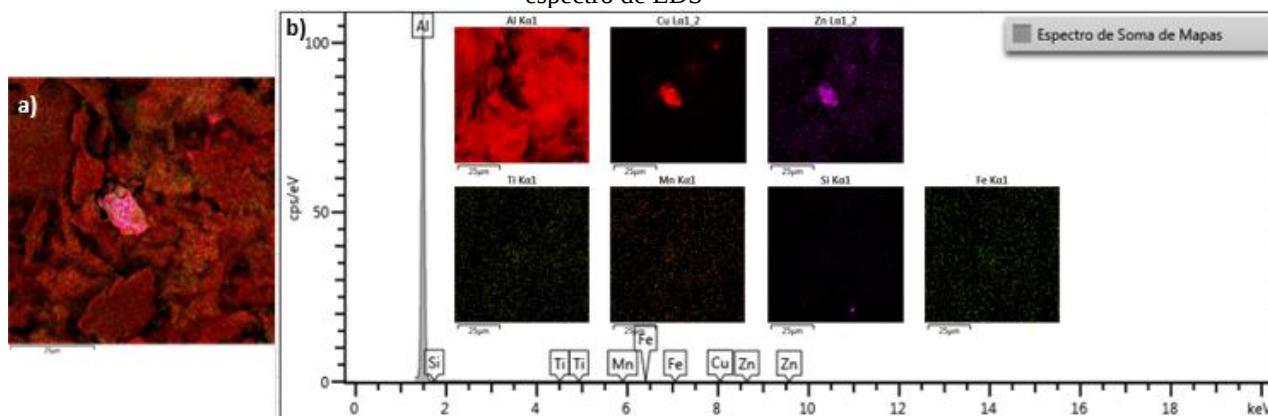
Utilizando os mapas que constam na Figura 53, Figura 54 e na Figura 55 através da diferença das cores da região analisada e dos compostos encontrados, observa-se que existe uma relação diretamente proporcional entre o tempo de moagem e a homogeneização do material fabricado por metalurgia do pó. Na Figura 53, o menor tempo de moagem apresenta diferença significativa nas cores da região analisada, já na Figura 55 essa diferença é muito pequena sendo até imperceptível.

Figura 53 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 60min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



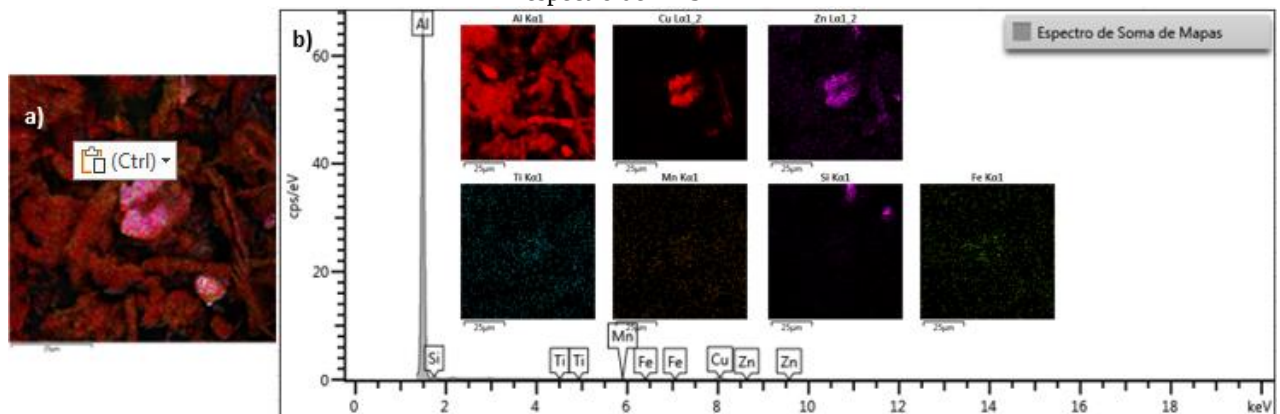
Fonte: Do Autor, 2022.

Figura 54 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 120min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



Fonte: Do Autor, 2022.

Figura 55 - EDS mapa da liga de alumínio AA2219 - tempo de moagem 240min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



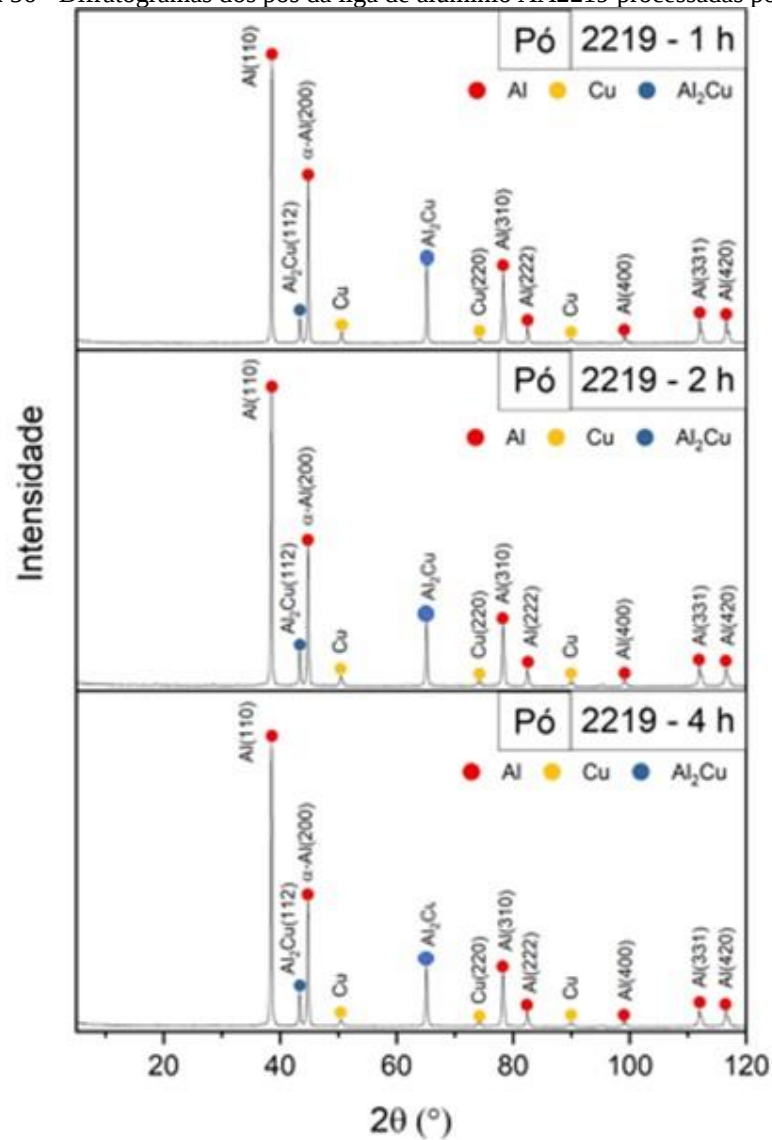
Fonte: Do Autor, 2022.

5.1.2.2 Difração de Raios-X

Os resultados obtidos com a análise de difração de raios-X dos pós da liga AA2219, estão representados na Figura 56 para os tempos de moagem de 60, 120 e 240 minutos. Todos os difratogramas apresentaram a fase endurecedora (Al_2Cu), além do Alumínio (Al) e cobre (Cu). Segundo Silva (2017) a fase endurecedora aparece quando os teores de cobre na liga de alumínio são superior a 4% e a medida que essa porcentagem em massa vai aumentando é possível perceber o aumento dos picos de Al_2Cu nos difratogramas. Nos experimentos realizados por Silva (2017), as ligas com 5,5% de cobre e 6% de cobre demonstraram picos da fase θ mesmo com tempos de moagem inferiores aos utilizados no presente trabalho (30 minutos).

A presença da fase Al_2Cu em todos os tempos de moagem comprova que é possível fabricar a liga AA2219 nos três tempos utilizados.

Figura 56 - Difratomogramas dos pós da liga de alumínio AA2219 processadas por MAE



Fonte: Do autor, 2022.

5.1.3 Liga de Alumínio AA2021 Fabricada por MAE

Os resultados das análises de MEV, EDS e DRX serão apresentados neste tópico para a liga de alumínio AA2021 considerando os tempos de moagem de 60min, 120min e 240min.

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

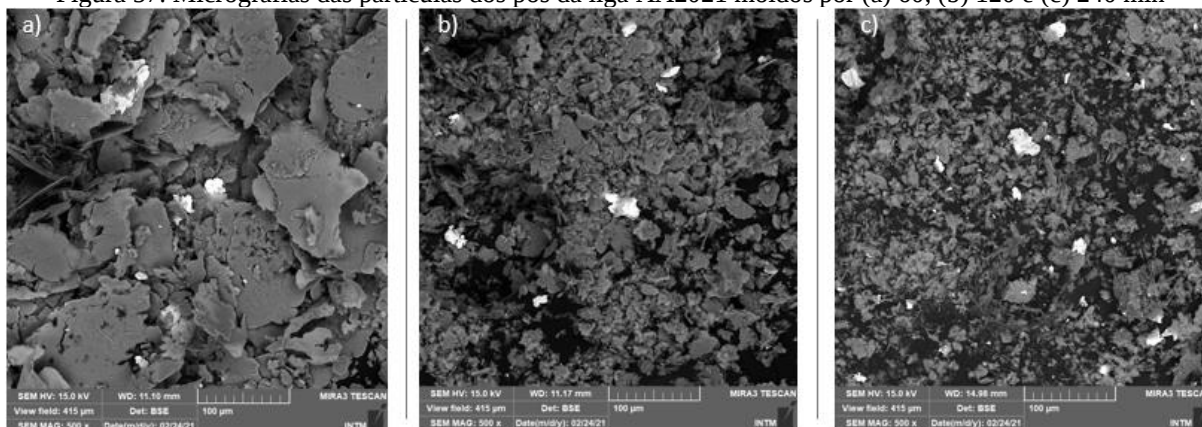
Os aspectos morfológicos dos pós da liga de alumínio AA2021 estão ilustrados na **Erro! Fonte de referência não encontrada.** e na Figura 58 obtidos através da técnica de microscopia eletrônica de varredura.

Conforme visto na liga AA2219, essa liga também apresentou morfologia irregular e achatada tendo uma diminuição de tamanho à medida que o tempo de moagem aumentou. Essa relação inversamente proporcional encontrada nas duas ligas é explicada pelo maior tempo de interação entre as partículas e as esferas dentro da jarra. O fato das duas ligas apresentarem morfologia parecida pode ser explicado por terem composição semelhante, diferindo apenas na quantidade de cobre e alumínio, sendo a quantidade de cobre 5,8% em massa para a 2219 e 6,8% em massa para a 2021.

As partículas mais claras aparecem também na liga AA2021, segundo De Azevedo Coutinho (1980), esses achados podem ser da fase θ (Al_2Cu) comuns aos duralumínios (ligas de alumínio série 2000). Análises mais detalhadas relativas à composição dos pontos foram feitas visando confirmar ou descartar a suspeita.

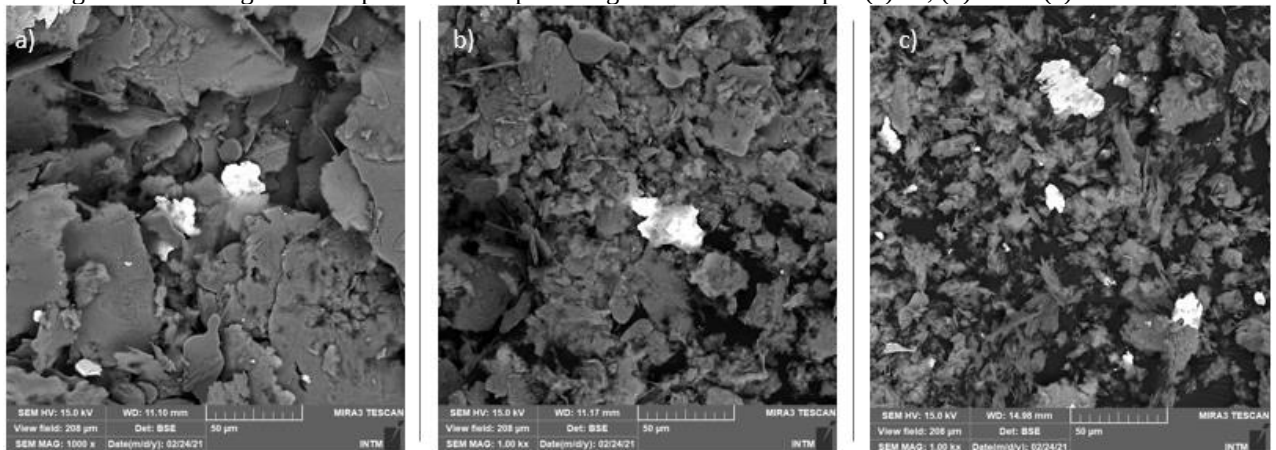
A morfologia dos materiais analisados da liga AA2021, conforme visto na liga AA2219, é achatada e irregular característica que demonstra o processo de fabricação por MAE (SILVA, 2017).

Figura 57. Micrografias das partículas dos pós da liga AA2021 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 58 - Micrografias das partículas dos pós da liga AA2021 moídos por (a) 60, (b) 120 e (c) 240 min

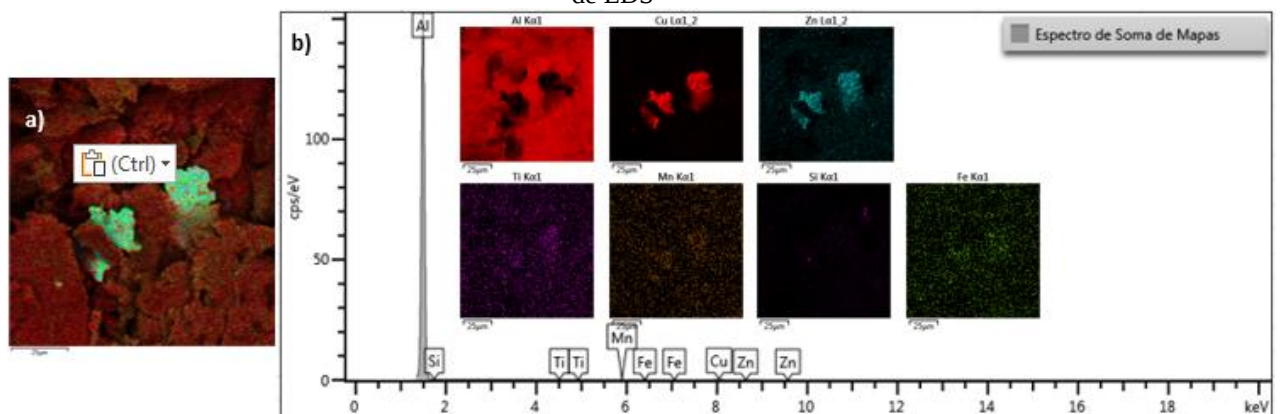


Fonte: Do autor, 2022.

Na Figura 59, Figura 60 e na Figura 61 constam os mapas obtidos pela técnica de EDS, onde as análises feitas são semi-quantitativas e tem o objetivo de verificar os elementos químicos presentes na liga AA2021 em cada tempo de moagem de alta energia.

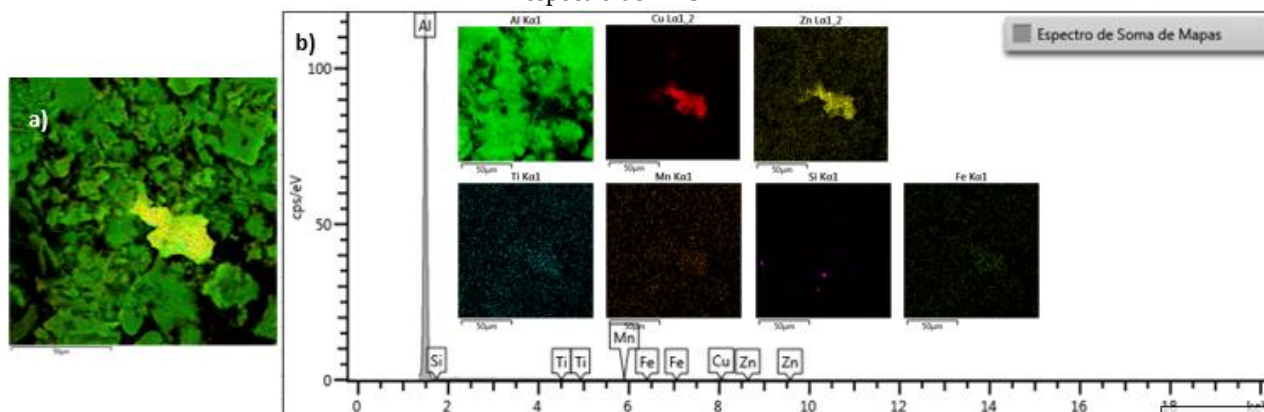
Observa-se que em todos os tempos estudados; 60min, 120min e 240min; foram encontrados os elementos químicos utilizados para fabricação da liga; Alumínio (Al) Cobre (Cu), Zinco (Zn), Titânio (Ti), Manganês (Mn), Silício (Si) e Ferro (Fe) (ASM HANDBOOK, 2001). Com isso, é possível concluir que não houve contaminação do material por algum elemento externo.

Figura 59 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 60min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



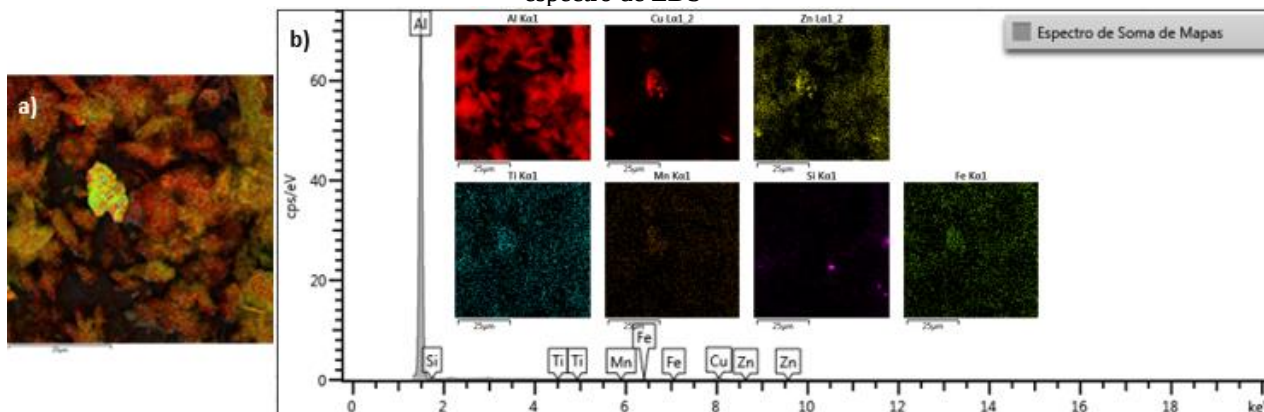
Fonte: Do autor, 2022.

Figura 60 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 120min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 61 - EDS mapa da liga de alumínio AA2021 - tempo de moagem 240min. a) Região analisada, b) espectro de EDS



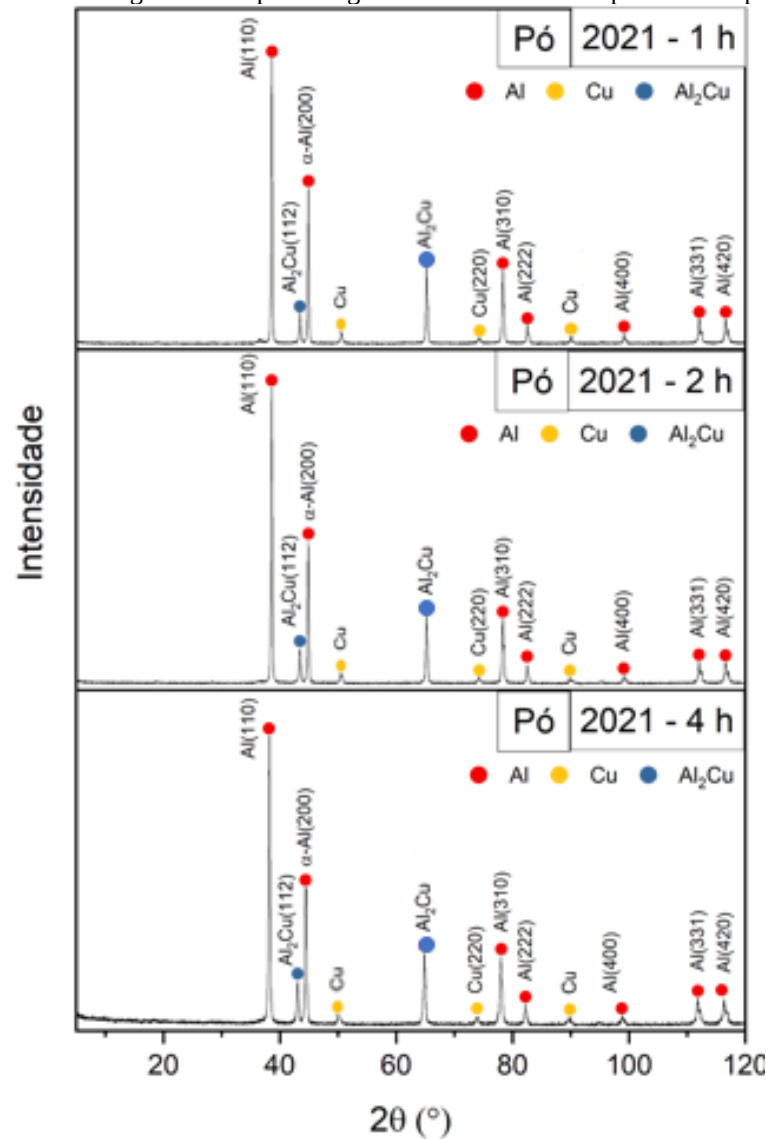
Fonte: Do autor, 2022.

5.1.3.2 Difração de Raios-X

Os difratogramas (Figura 62) referentes aos pós da liga AA2021 representam os picos obtidos com a análise de difração de raios-X para os tempos de 60, 120 e 240 minutos. Os difratogramas das ligas AA2219 e AA2021 têm um alto grau de semelhança, destaca-se a presença da fase endurecedora (Al_2Cu) em todas as imagens. Era esperada a formação da fase endurecedora na liga AA2021 por conter um alto teor de cobre (6,8%), conforme visto em Silva (2017), para teores acima de 5,5% a fase é encontrada com tempo de moagem a partir de 30 minutos.

A presença da fase Al_2Cu em todos os tempos de moagem comprova que é possível fabricar a liga AA2021 nos três tempos utilizados.

Figura 62 - Difratomogramas dos pós da liga de alumínio AA2021 processadas por MAE



Fonte: Do autor, 2022.

5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Seguindo as etapas do fluxograma (sessão 4), após a caracterização dos pós fabricados por metalurgia do pó, foi realizada a compactação dos pós com tempos de moagem de 120 minutos e 240 minutos por apresentarem menor tamanho de grão e maior homogeneização. Em seguida foi feita a sinterização das amostras compactadas e apenas quatro (2 da liga AA2219 e 2 da liga AA2021) seguiram para o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento no forno a vácuo. Para caracterizar as amostras sinterizadas e tratadas termicamente foi feita a preparação metalográfica (corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico).

As oito amostras foram caracterizadas utilizando as técnicas de MO, MEV/EDS, DRX e microdureza *Vickers*, sendo elas:

- AA2219 MAE 2h – sinterizada;
- AA2219 MAE 4h – sinterizada;
- AA2021 MAE 2h – sinterizada;
- AA2021 MAE 4h – sinterizada;
- AA2219 MAE 2h – sinterizada + T6;
- AA2219 MAE 4h – sinterizada + T6;
- AA 2021 MAE 2h – sinterizada + T6;
- AA2021 MAE 4h – sinterizada + T6.

5.2.1 Análise Microestrutural das Amostras Através da Técnica de Microscopia Ótica (MO)

A análise de microscopia ótica demonstrou aspectos microestruturais relativos as sessões superficial e transversal das amostras sinterizadas e tratadas termicamente.

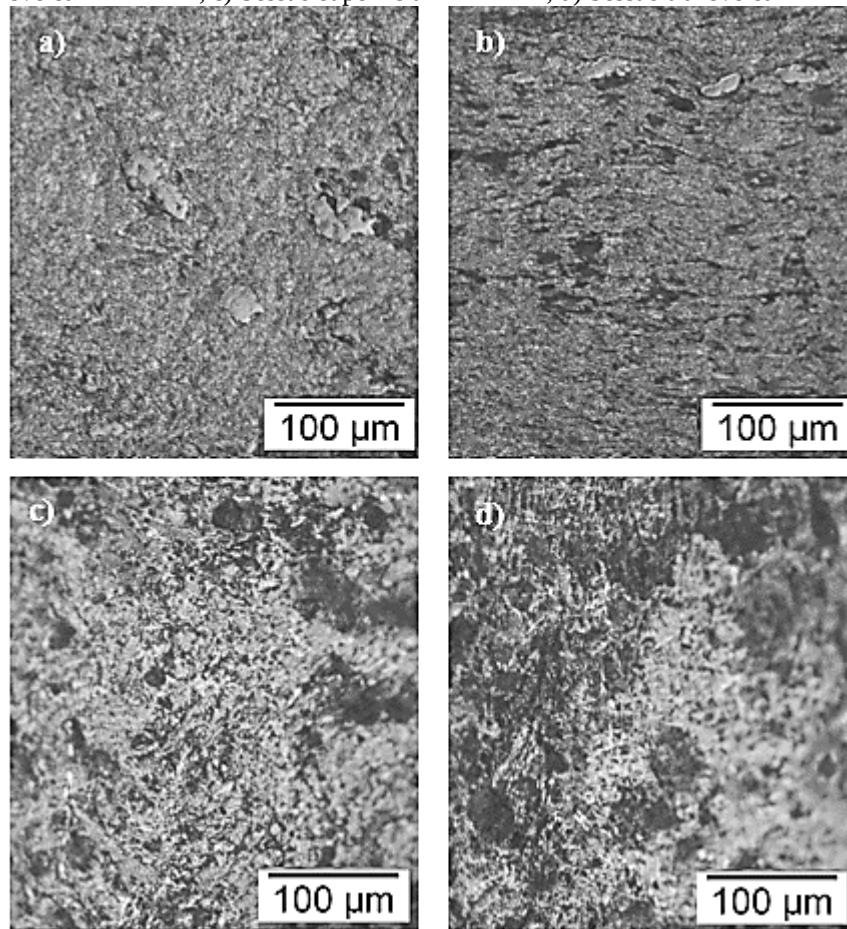
5.2.1.1 Amostras Sinterizadas

As amostras analisadas na Figura 63 e na Figura 64 apresentaram uma matriz de alumínio (Al), cobre (Cu) e Al_2Cu . As imagens de MEV e a microanálise de EDS apresentam de maneira mais explícita essas microestruturas de interesse.

Na Figura 63 e na Figura 64, as amostras apresentam morfologia heterogênea e irregular, onde é difícil identificar os contornos de grãos. Segundo Sousa (2012), esse fato pode ser justificado pelo processo de moagem de alta energia onde ocorrem sucessivas fraturas e soldagens a frio. Silva (2017) justifica a morfologia pela questão das deformações e distorções que o material sofre no processo de moagem.

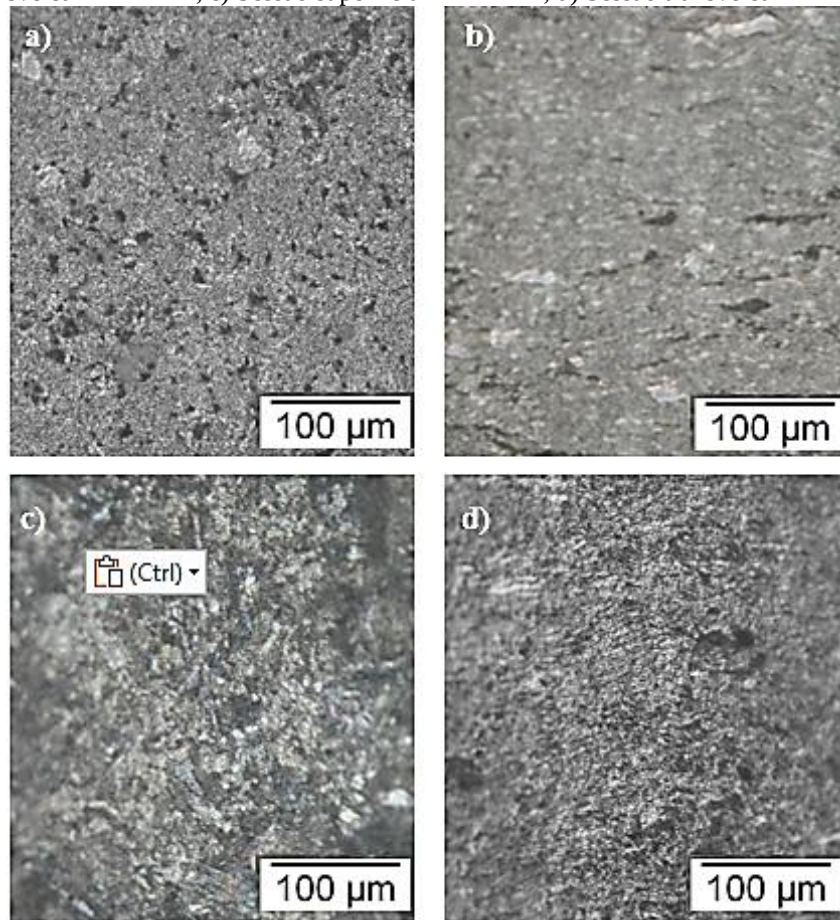
Todas as amostras apresentam pequenos poros.

Figura 63 - MO das amostras sinterizadas da liga AA2219 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 64 - MO das amostras sinterizadas da liga AA2021 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h

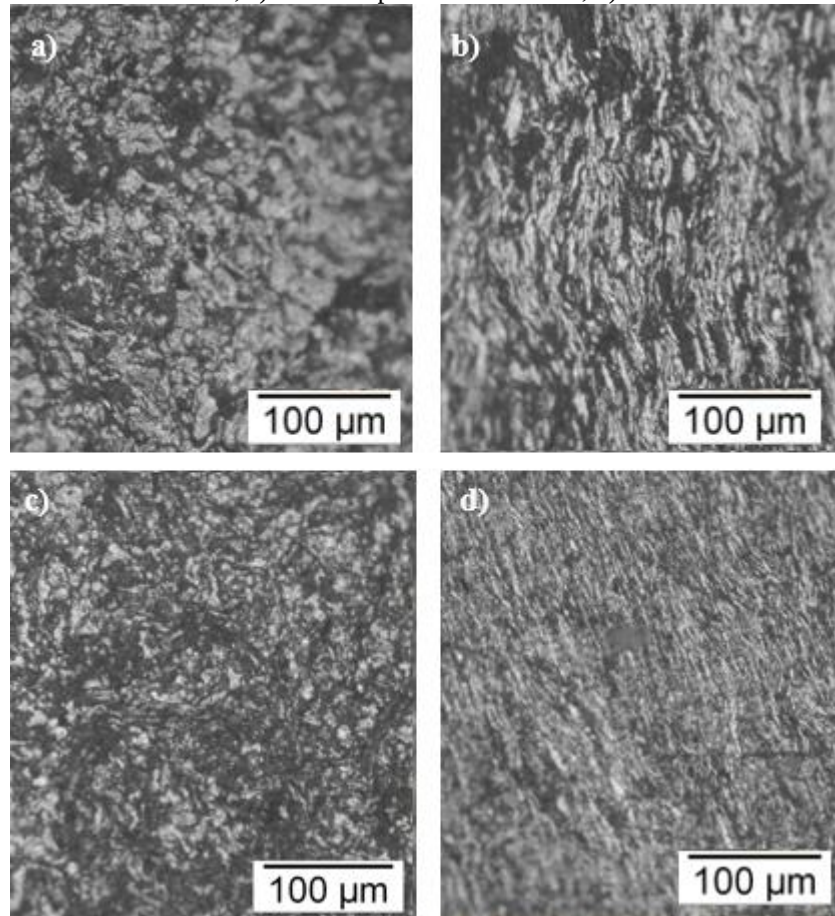


Fonte: Do autor, 2022.

5.2.1.2 Efeito do Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento Artificial

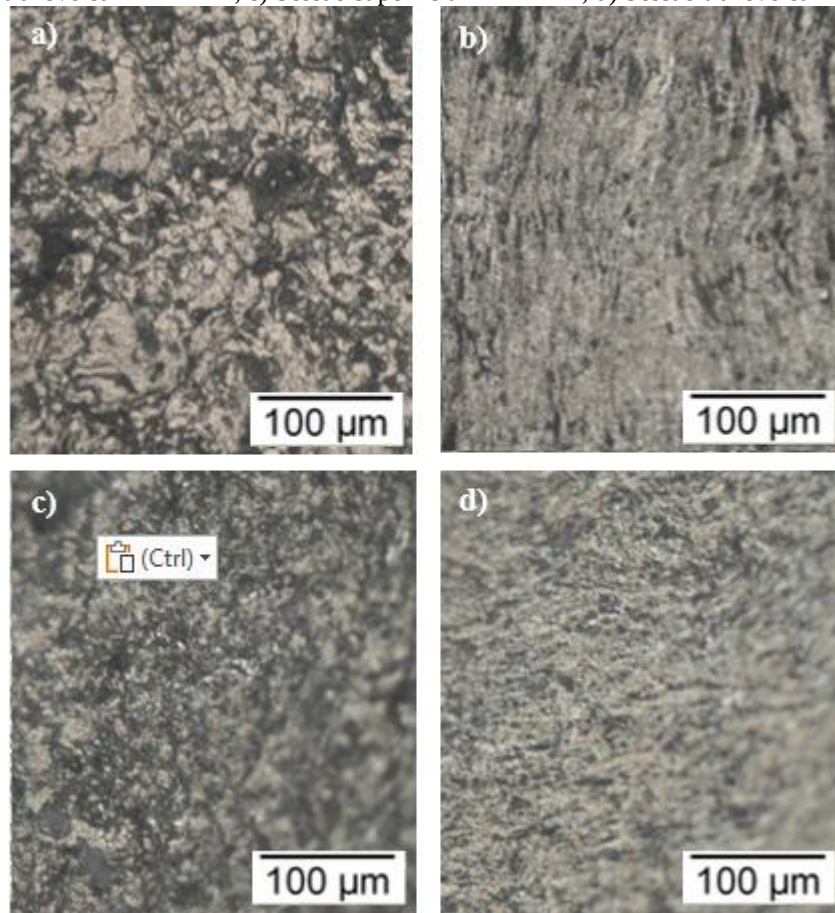
O tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (T6) promoveu um refino da microestrutura conforme observado na Figura 65 e na Figura 66. Esse refinamento se deveu a uma melhor distribuição dos precipitados após o envelhecimento.

Figura 65 - MO das amostras tratadas termicamente (T6) da liga AA2219 - a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 66 - MO das amostras tratadas termicamente (T6) da liga AA2021 -. a) Sessão superficial - MAE 2h, b) Sessão transversal - MAE 2h, c) Sessão superficial - MAE 4h, d) Sessão transversal - MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

5.2.2 Efeito da Sinterização e do Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento Artificial na Microestrutura dos Corpos Densos

As análises utilizando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia de energia dispersiva foram utilizadas para verificar aspectos microestruturais das amostras sinterizadas e tratadas termicamente com o intuito de comprovar o que foi visto na microscopia ótica e confirmar a composição química do material após consolidação.

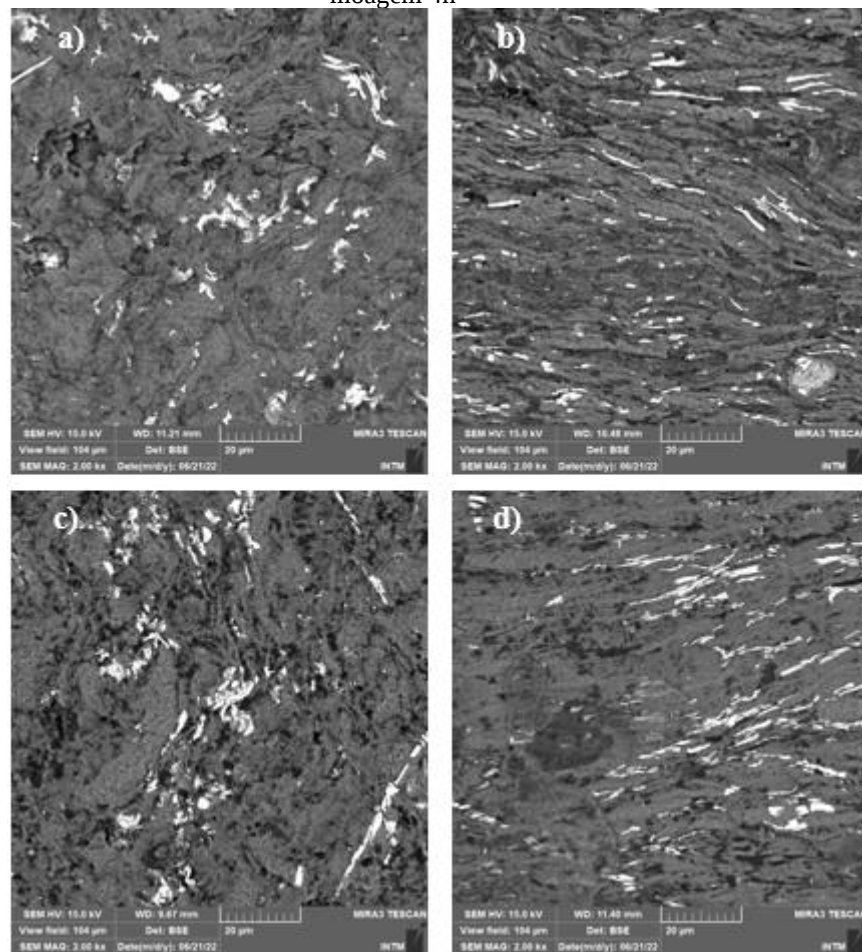
5.2.2.1 Amostras Sinterizadas

A Figura 67 e a Figura 68 apresentam imagens obtidas utilizando o microscópio eletrônico de varredura para as amostras das ligas AA 2219 e AA 2021 sinterizadas.

Na Figura 67 é possível visualizar melhor o que foi visto através do microscópio ótico, a liga AA2219 sinterizada possui morfologia heterogênea com contorno de grão indefinido ou

inexistente. As imagens (c) e (d) demonstram que com 240 minutos de moagem de alta energia obtêm-se um maior refino da estrutura quando comparado ao tempo de 120 minutos (a) e (b). Nota-se também que as quatro imagens (a), (b), (c) e (d) apresentam alguns pontos mais claros que se destacam, a análise de EDS do ponto demonstrou grandes quantidades de cobre nas partes mais claras. Há hipótese de ser a fase endurecedora (Al_2Cu), a análise dos difratogramas deve confirmar a hipótese.

Figura 67 - Micrografias da liga AA 2219 sinterizada. a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h

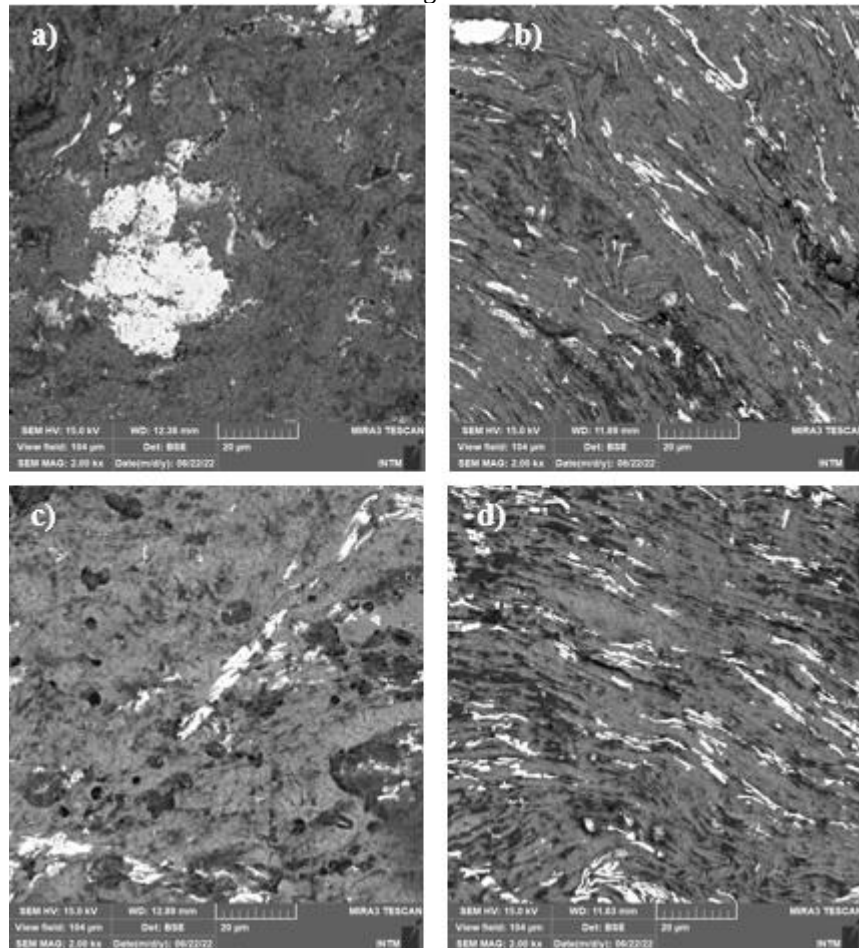


Fonte: Do autor, 2022.

Na Figura 68 para a liga AA 2021 observa-se uma morfologia heterogênea e com contorno de grão indefinido como observado anteriormente na microscopia ótica e na Figura 67. Com o tempo de moagem sendo 240 minutos (c) e (d) a estrutura encontra-se mais refinada. As amostras apresentam pequenos poros ao longo de sua estrutura. Os pontos claros se fazem presente em todas as imagens sendo mais evidente na liga AA 2021 do que na liga AA 2219, o que pode ser explicado pela maior porcentagem em massa de cobre na liga AA 2021.

Os pontos claros nas amostras sinterizadas encontram-se dispersos na fase α .

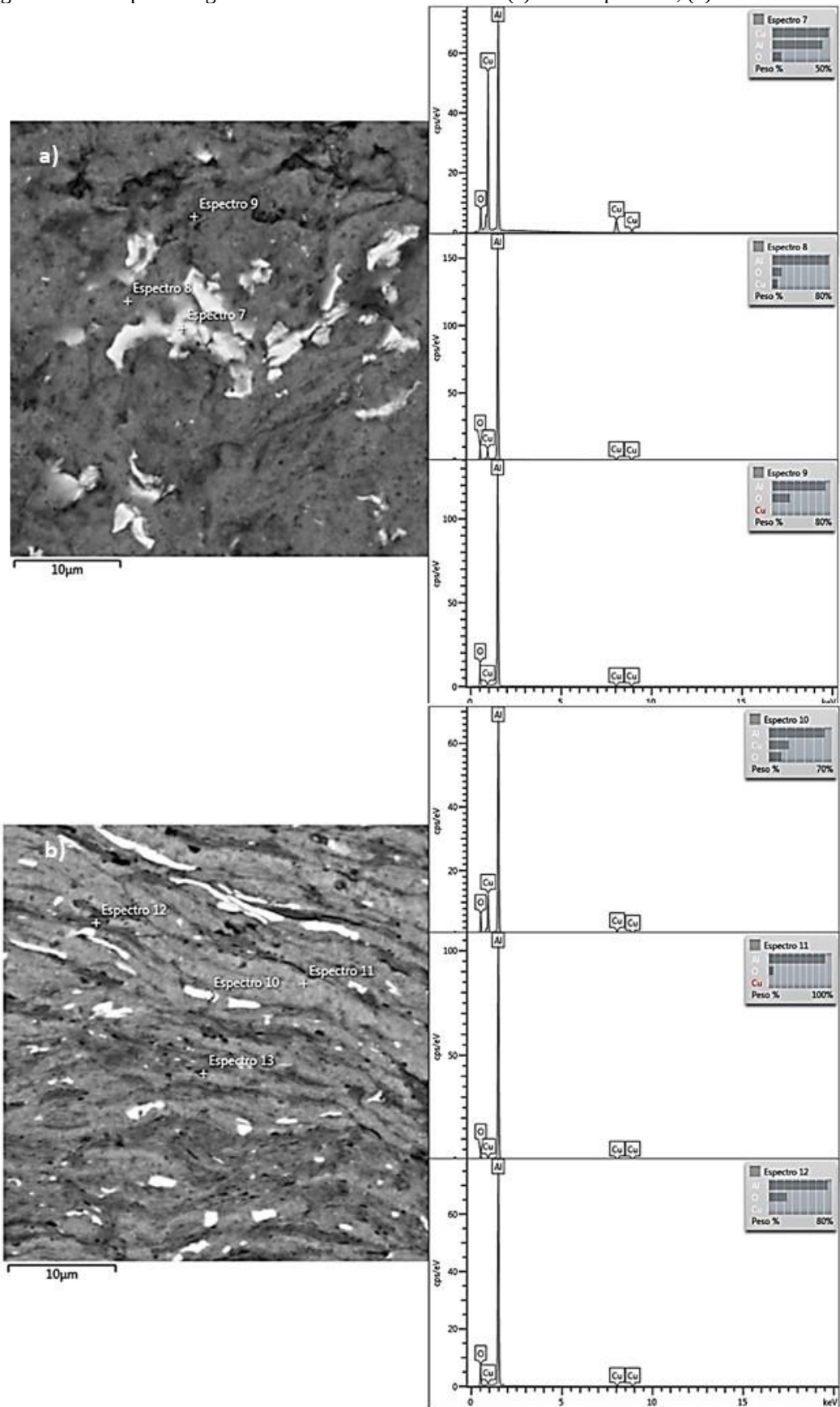
Figura 68 - Micrografias da liga AA 2021 sinterizada. a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h



Fonte: Do autor, 2022.

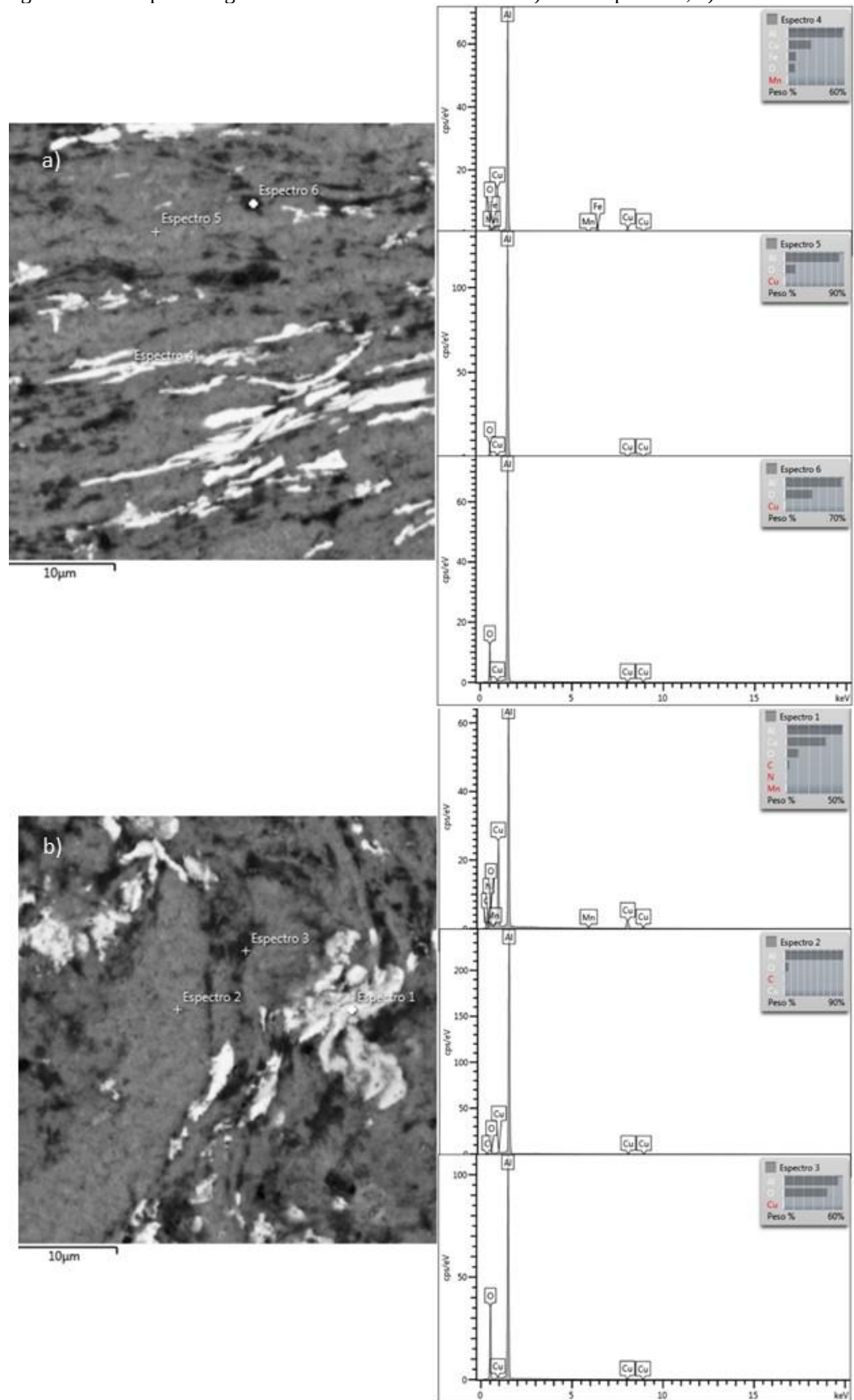
A Figura 69, a Figura 70, a Figura 71, a Figura 72 apresentam as análises de EDS dos pontos selecionados nas duas ligas utilizadas para este trabalho. Os pontos colocados sobre os precipitados de cor mais clara demonstram a presença de cobre e alumínio em sua maioria, reforçando a hipótese de que esses pontos são a fase endurecedora (Al_2Cu).

Figura 69 - EDS pontos liga AA2219 sinterizada MAE 2h – (a) corte superficial, (b) corte transversal



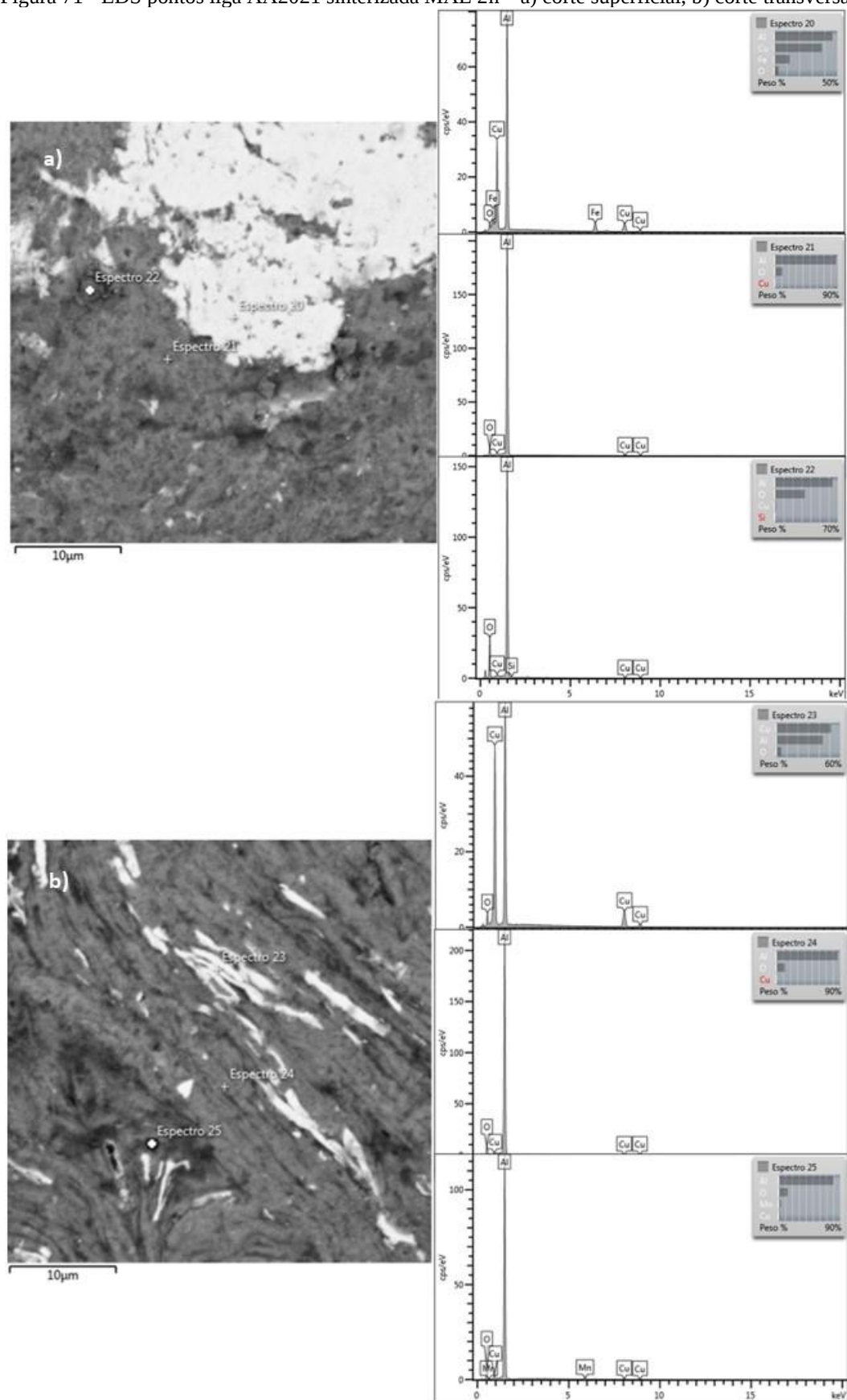
Fonte: Do autor, 2022.

Figura 70 - EDS pontos liga AA2219 sinterizada MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal



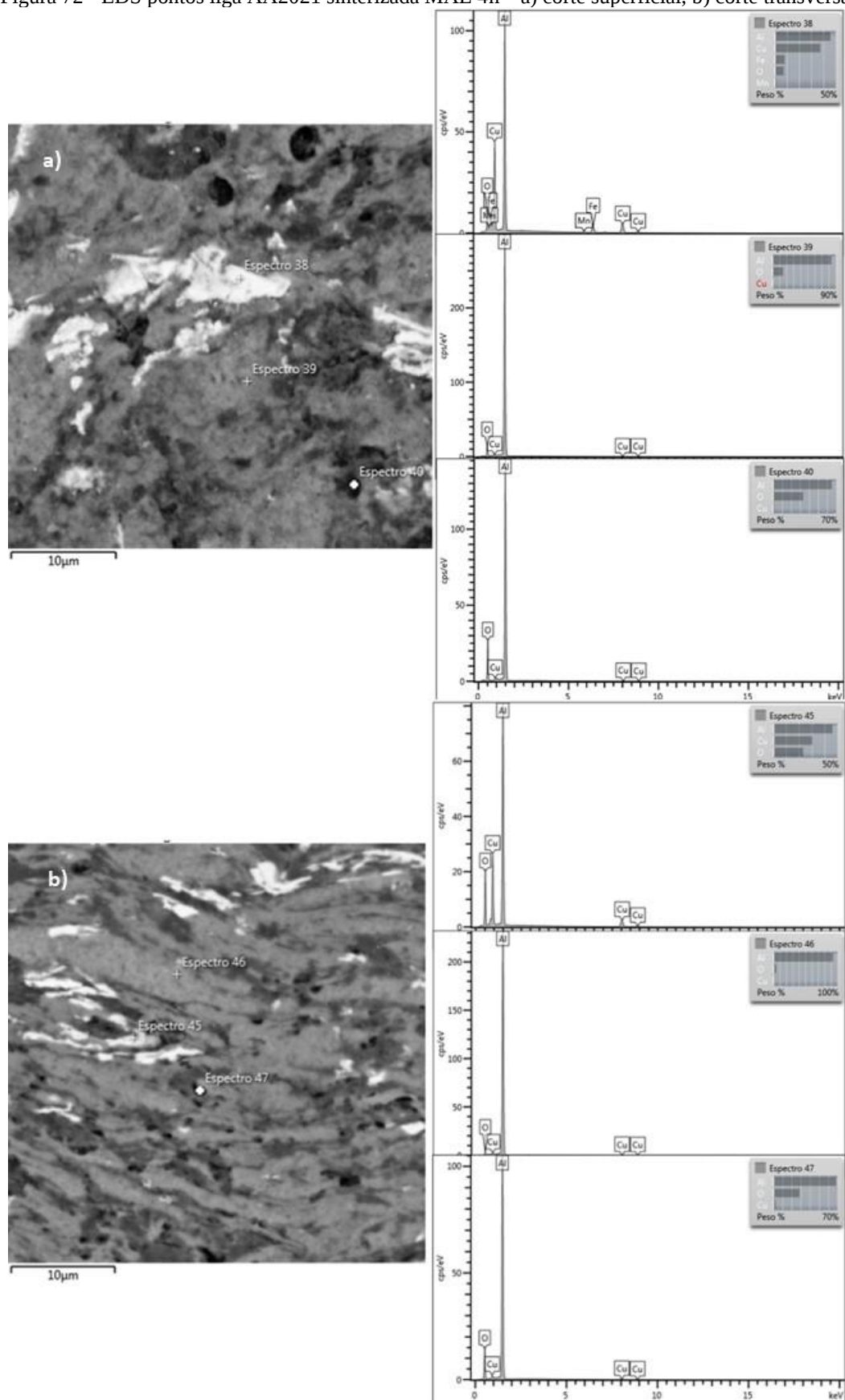
Fonte: Do autor, 2022.

Figura 71 - EDS pontos liga AA2021 sinterizada MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal



Fonte: Do autor, 2022.

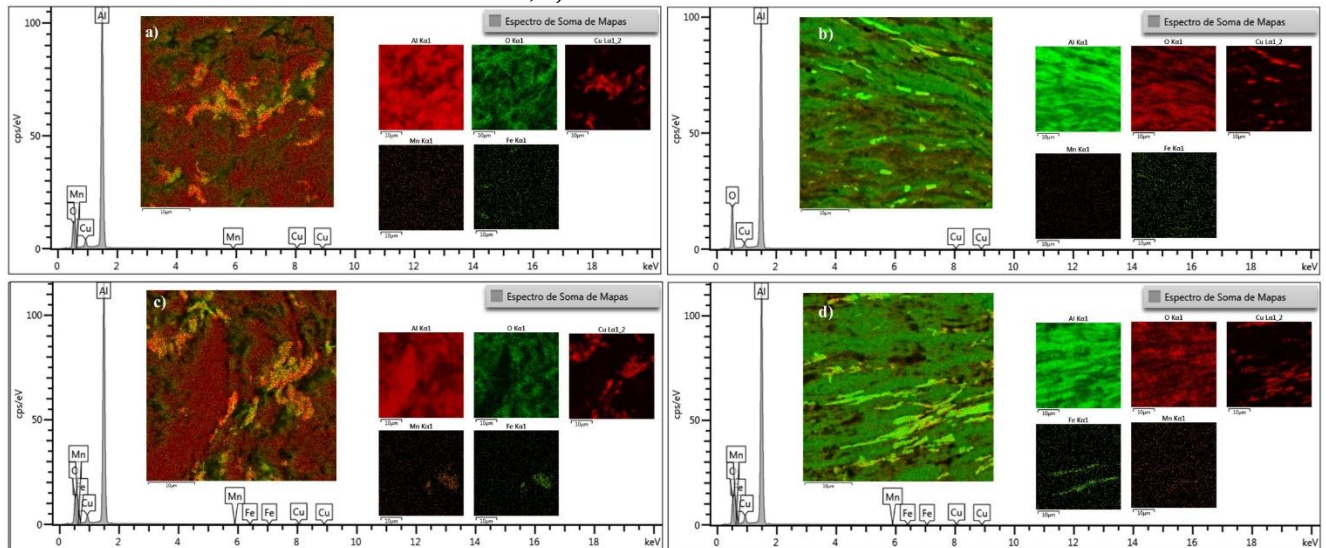
Figura 72 - EDS pontos liga AA2021 sinterizada MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal



Fonte: Do autor, 2022.

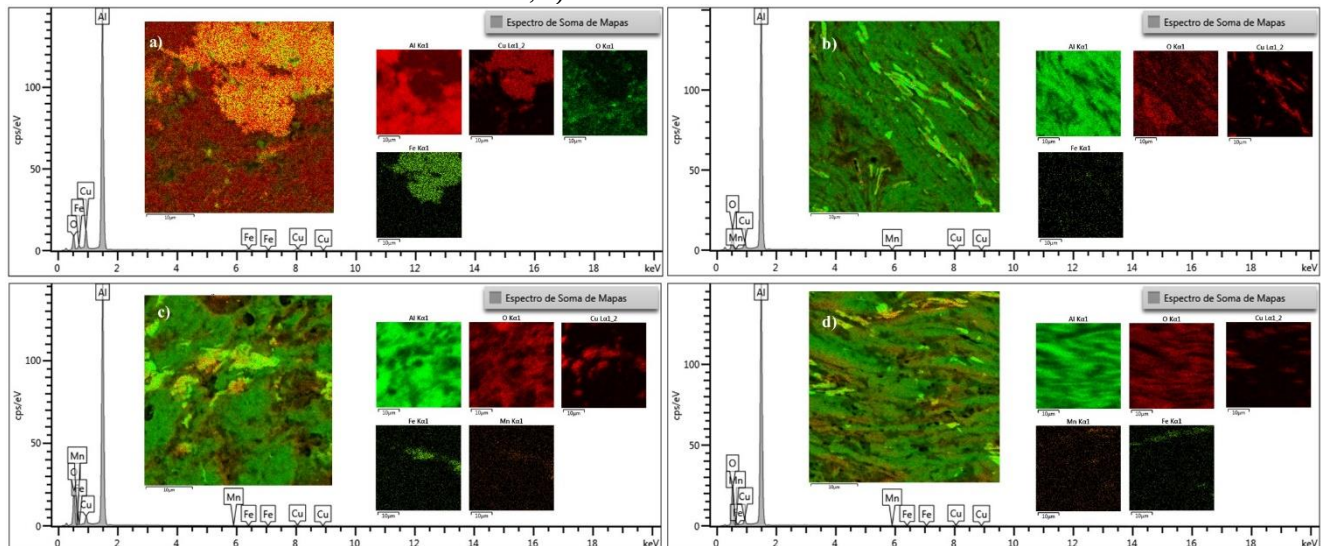
A análise do EDS mapa das ligas AA 2219 e AA 2021 sinterizadas para os tempos de MAE de 2h e 4h estão na Figura 73 e na Figura 74. Foram encontrados apenas elementos utilizados para fabricação da liga, demonstrando assim que o material não sofreu contaminação.

Figura 73 - EDS mapa da liga AA2219 sinterizada. a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 74 - EDS mapa da liga AA2021 sinterizada. a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

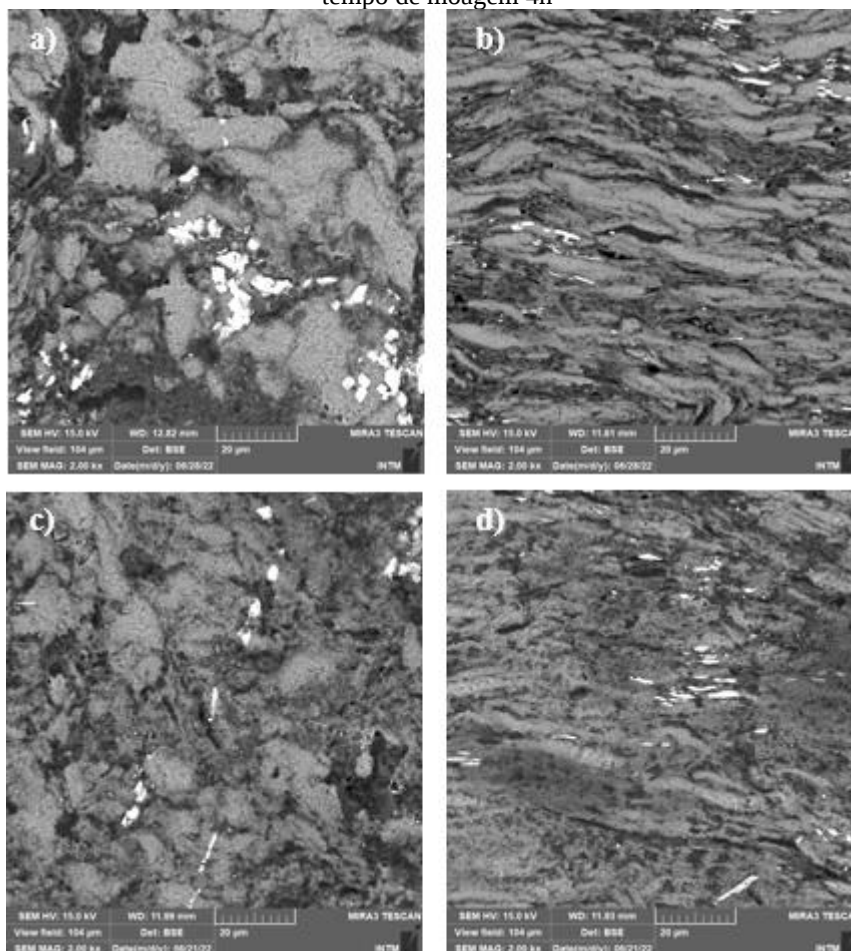
5.2.2.2 Amostras Solubilizadas e Envelhecidas Artificialmente (T6)

As micrografias obtidas na Figura 75 e na Figura 76 são das amostras tratadas termicamente das ligas AA 2219 e AA 2021.

Na Figura 75, a visualização microestrutural da liga AA 2219 é melhor quando comparada a imagem feita utilizando o microscópio ótico devido à técnica de microscopia eletrônica de varredura permitir uma melhor resolução da imagem e uma maior magnificação. A morfologia visualizada é heterogênea e o contorno de grão indefinido. Em todas as imagens é possível verificar pontos claros, sendo que ao contrário do que acontece nas ligas sinterizadas, os pontos claros aparecem mais precipitados na fase α . A análise desses pontos mais claros foi feita por EDS e demonstrou alta concentração de alumínio e cobre.

Após o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (T6) obtiveram-se ligas mais refinadas quando comparadas as ligas sinterizadas. As imagens (a), (b), (c) e (d) da Figura 75 mostram também a diferença entre os tempos de moagem de 120 minutos e 240 minutos, onde é possível verificar que quanto maior o tempo de moagem maior o refino da microestrutura da liga.

Figura 75 - Micrografias da liga AA 2219 tratada termicamente (T6). a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h

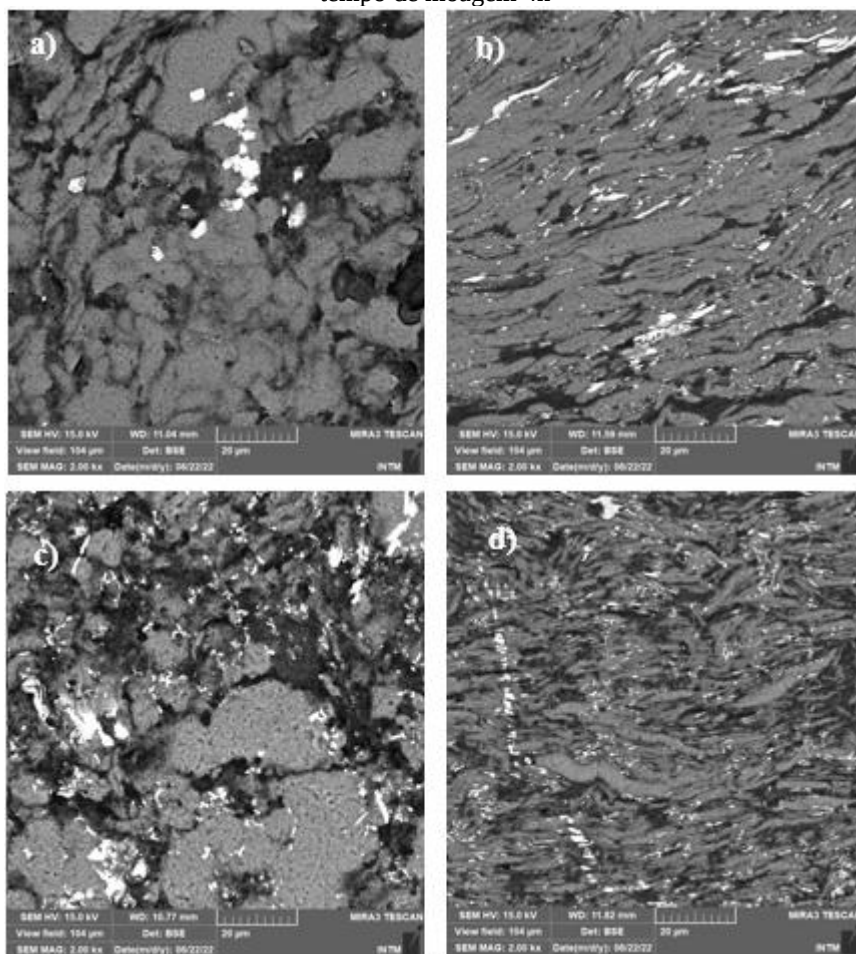


Fonte: Do autor, 2022.

Utilizando as imagens da Figura 76 para analisar a microestrutura da liga AA2021 fabricada via metalurgia do pó nos tempos de 120 e 240 minutos, conclui-se que a morfologia é heterogênea conforme visto nas imagens obtidas pela técnica de microscopia ótica. É possível concluir também que quanto maior o tempo de moagem maior o refino da microestrutura, tendo assim uma relação direta. Outra questão importante a observar é a distribuição dos pontos claros nas outras imagens e na Figura 76, após o tratamento térmico os pontos claros estão precipitados na fase α conforme visto em Najjar (2020). Os pontos claros se fazem presente em todas as imagens sendo mais evidente na liga AA 2021 do que na liga AA 2219, o que pode ser explicado pela maior porcentagem em massa de cobre na liga AA 2021.

Com a técnica de difração dos raios-X é possível verificar se a fase endurecedora (Al_2Cu) está realmente presente nas ligas fabricadas via metalurgia do pó, para o ensaio de microdureza é esperado um aumento da dureza em comparação com as ligas sinterizadas o que demonstra a presença da fase θ .

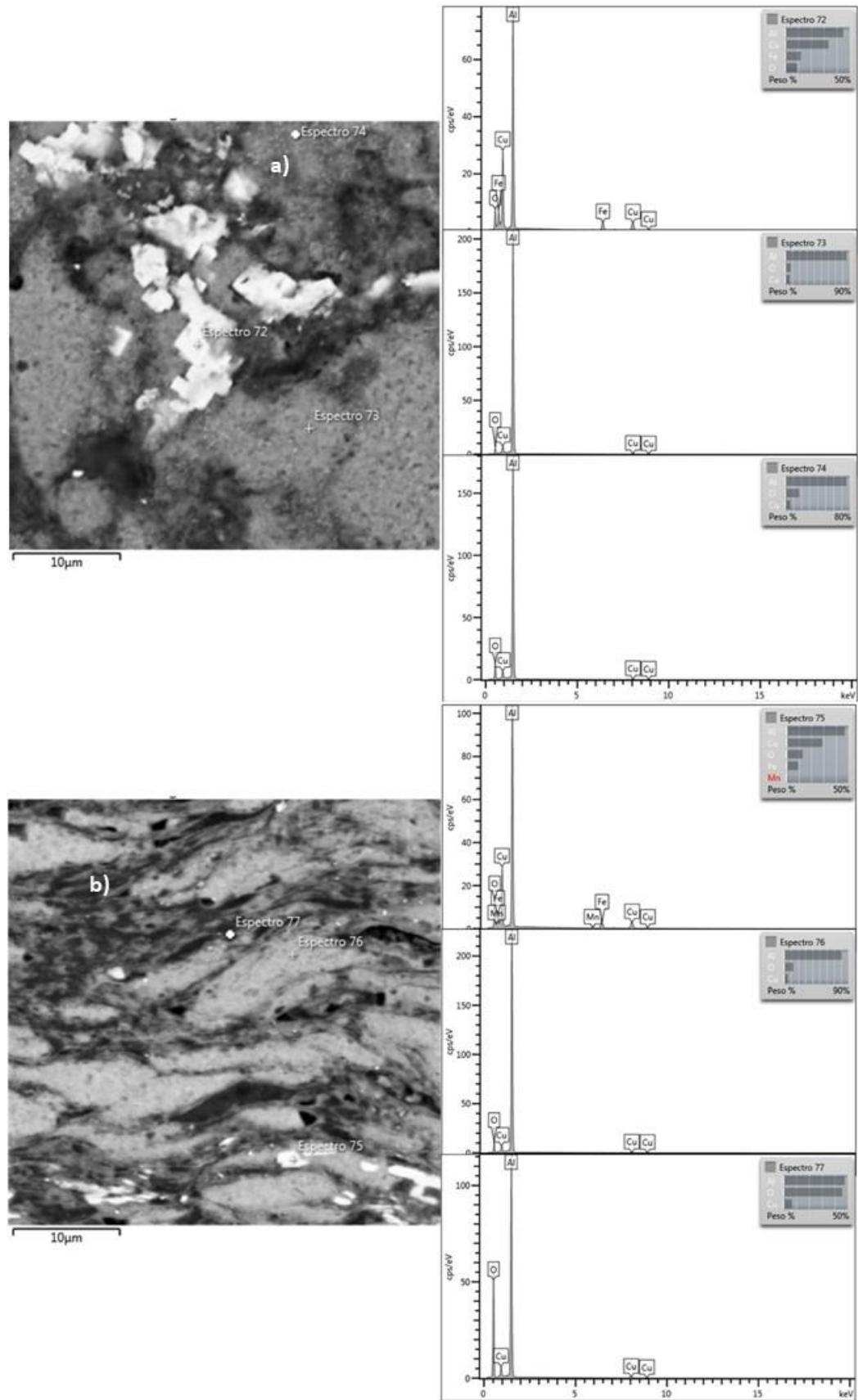
Figura 76 - Micrografias da liga AA 2021 tratada termicamente (T6). a) sessão superficial tempo de moagem 2h, b) sessão transversal tempo de moagem 2h, c) sessão superficial tempo de moagem 4h, d) sessão transversal tempo de moagem 4h



Fonte: Do autor, 2022.

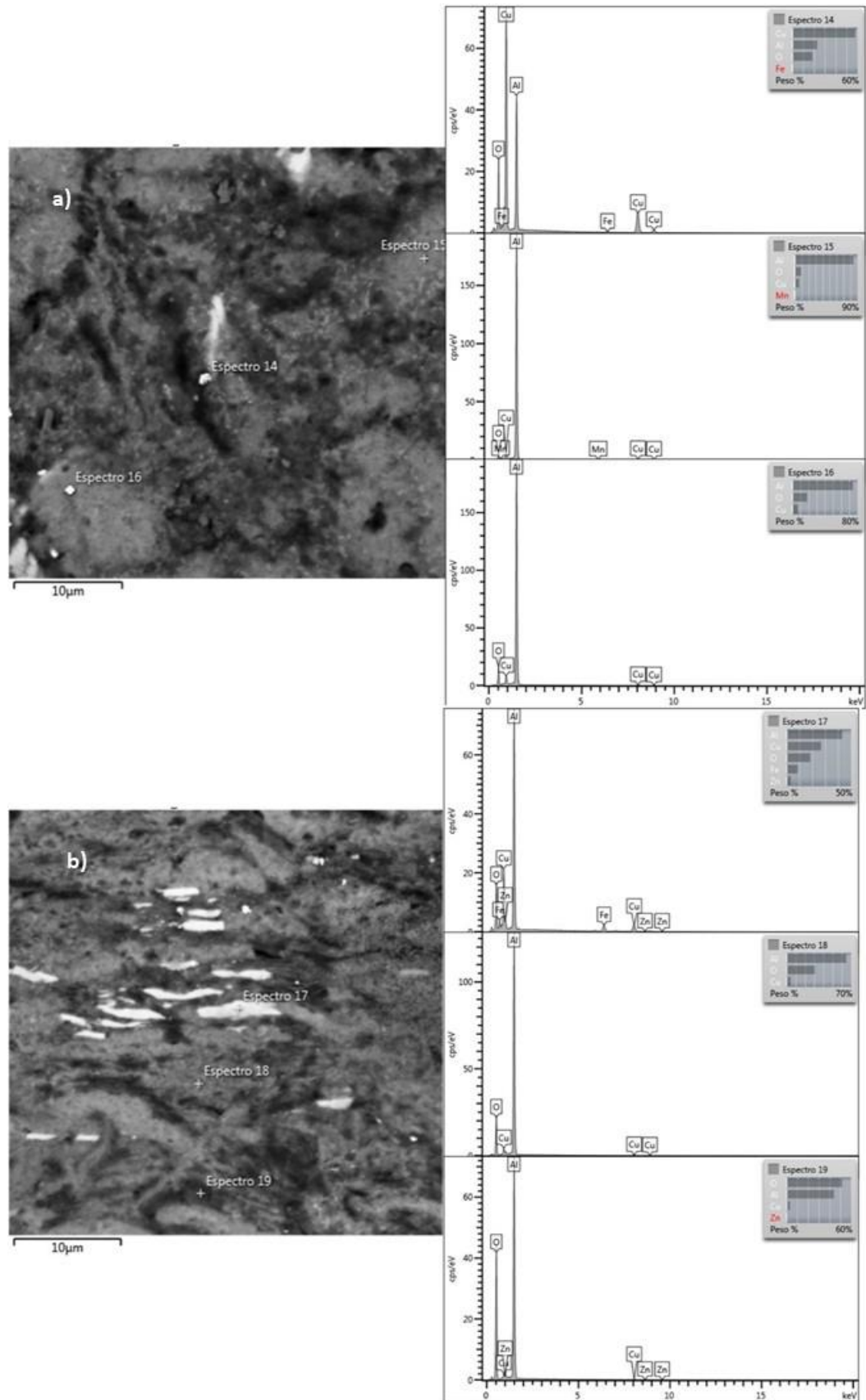
A Figura 77, a Figura 78, a Figura 79 e a Figura 80 apresentam as análises de EDS dos pontos selecionados nas duas ligas utilizadas para este trabalho. Os pontos colocados sobre os precipitados de cor mais clara demonstram a presença de cobre e alumínio em sua maioria, aumentando a hipótese de que esses pontos são a fase endurecedora (Al_2Cu).

Figura 77 - EDS pontos liga AA2219 tratada termicamente (T6) MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal



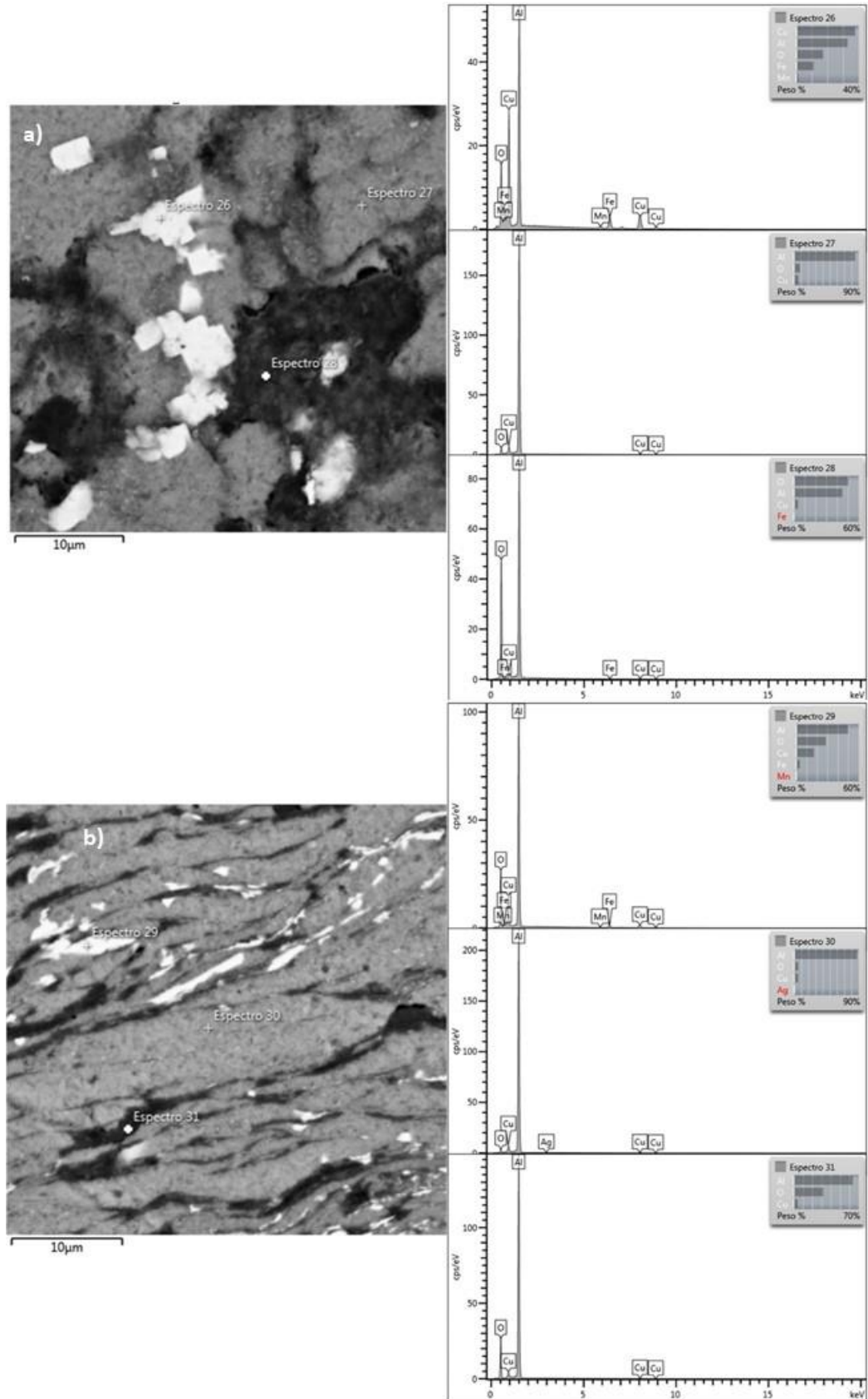
Fonte: Do autor, 2022.

Figura 78 - EDS pontos liga AA2219 tratada termicamente (T6) MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal



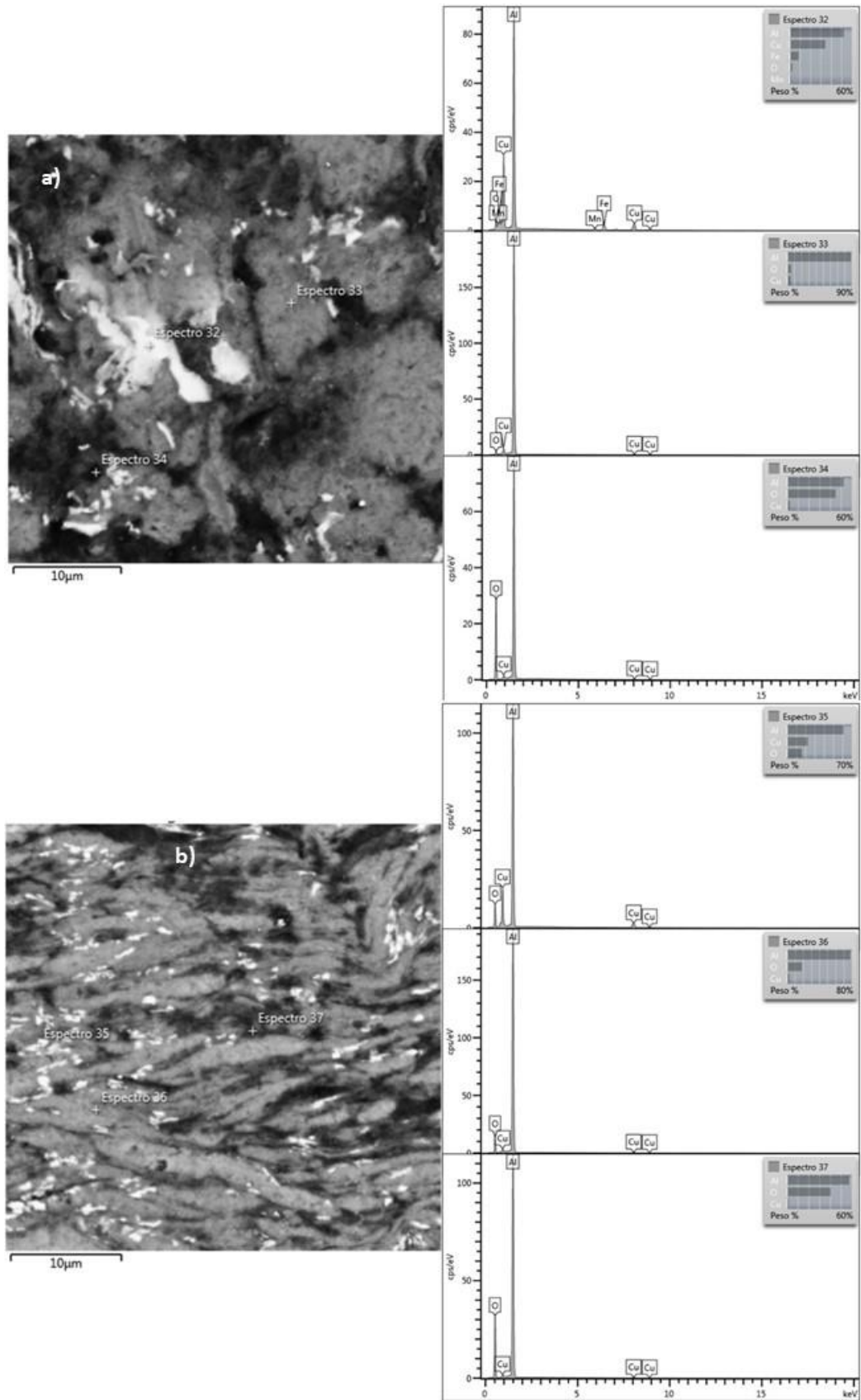
Fonte: Do autor, 2022.

Figura 79 - EDS pontos liga AA2021 tratada termicamente (T6) MAE 2h – a) corte superficial, b) corte transversal



Fonte: Do autor, 2022.

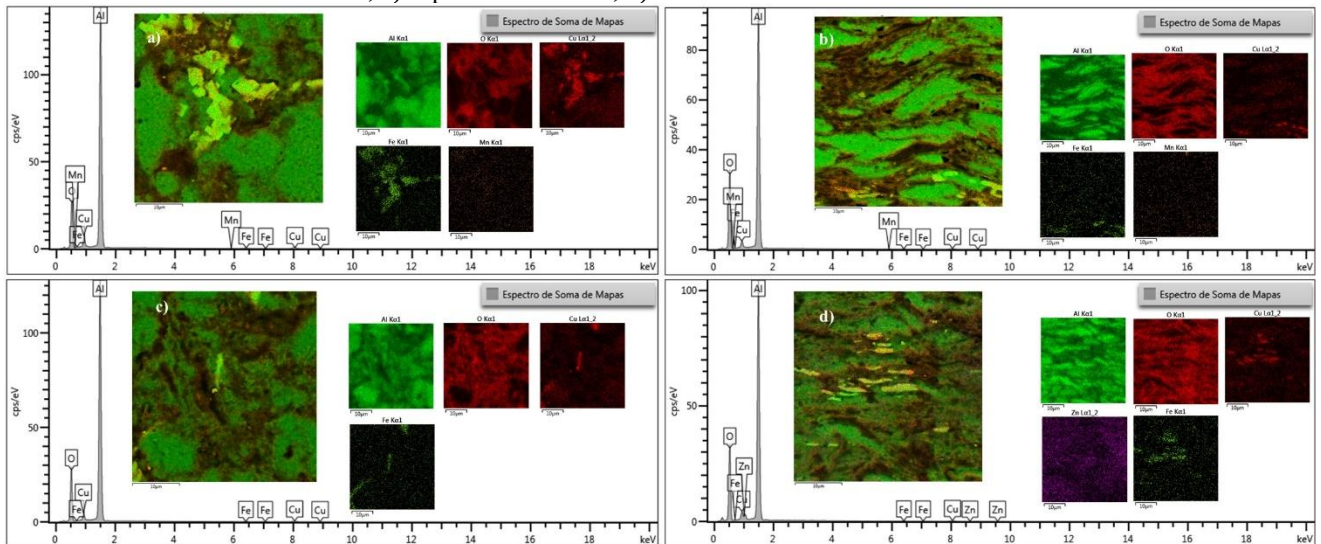
Figura 80 - EDS pontos liga AA2021 tratada termicamente (T6) MAE 4h – a) corte superficial, b) corte transversal



Fonte: Do autor, 2022.

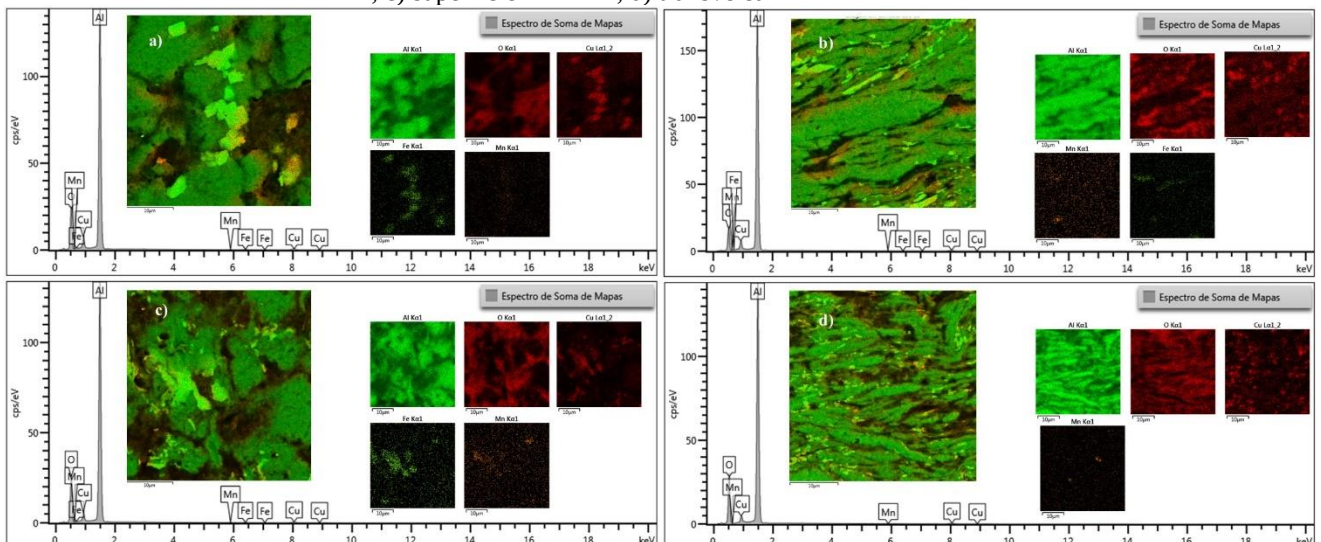
A análise do EDS mapa das ligas AA 2219 e AA 2021 com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial para os tempos de MAE de 2h e 4h estão na Figura 81 e na Figura 82. Foram encontrados apenas elementos utilizados para fabricação da liga, demonstrando assim que o material não sofreu contaminação.

Figura 81 - EDS mapa da liga AA2219 tratada termicamente (T6). a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h.



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 82 - EDS mapa da liga AA2021 tratada termicamente (T6). a) superfície MAE 2h, b) transversal MAE 2h, c) superfície MAE 4h, d) transversal MAE 4h



Fonte: Do autor, 2022.

5.2.3 Difração de Raios-X

Os resultados obtidos utilizando a técnica de difração de raios-X foram plotados nos difratogramas onde foi feita a análise dos picos para identificar as fases presentes nos materiais fabricados. A divisão feita foi entre amostras sinterizadas e amostras com tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial (T6) para as ligas AA 2219 e AA2021 fabricadas via metalurgia do pó nos tempos de 120 e 240 minutos.

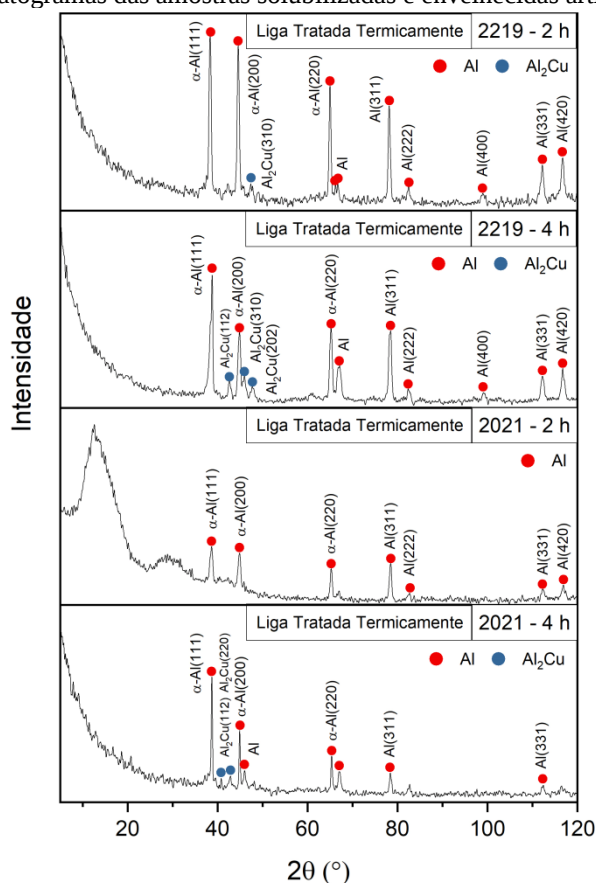
5.2.3.1 Amostras Sinterizadas

As imagens presentes na Figura 83 demonstram os difratogramas das ligas AA 2219 e AA 2021 considerando os tempos de moagem de 120 e 240 minutos. Em todas as imagens a fase θ endurecedora (Al_2Cu) está presente, observa-se que para as ligas submetidas ao tempo de moagem de 240 minutos os picos são maiores do que os observados para os tempos de 120 minutos. É importante notar também que a liga AA 2021 apresenta mais picos de Al_2Cu , o que pode ser explicado pela porcentagem em massa de cobre utilizada para fabricar essa liga; 6,8% enquanto a AA 2219 foi 5,8%.

Com esses resultados, pode-se concluir que os pontos mais claros encontrados nas análises de MO, MEV e EDS são a fase endurecedora, portanto a liga foi fabricada da maneira correta de acordo com a literatura. Segundo Barbosa (2014) a fase α e a fase θ aparecem juntas em baixas temperaturas, como nesse caso as amostras só passaram pelo processo de sinterização, é correto as amostras apresentarem essas duas fases. Najar (2021) fala sobre a presença da fase endurecedora nos contornos da estrutura como foi visto nas imagens obtidas pelo MEV.

A liga AA2219 apresentou a fase endurecedora nos difratogramas mesmo com o tempo de MAE de 120 minutos. Quando o tempo dobrou para 240 minutos, observa-se uma quantidade maior de picos de Al_2Cu demonstrando assim que quanto maior o tempo de moagem, maior será a formação da fase θ .

Figura 84 - Difratogramas das amostras solubilizadas e envelhecidas artificialmente (T6)



Fonte: Do autor, 2022.

Os difratogramas mostram a presença da fase α em todos os casos. Segundo Askeland (2008) ao final do envelhecimento artificial o composto deve apresentar a fase α + a fase θ na forma de pequenos precipitados dispersos uniformemente sobre a fase α predominante. As imagens obtidas por MO, MEV e EDS ilustram a microestrutura conforme descrito acima, o que demonstra o sucesso do presente trabalho na fabricação das duas ligas.

5.2.4 Ensaio de Microdureza *Vickers* das amostras

Os resultados médios do ensaio de Microdureza *Vickers*, bem como os seus desvios padrão, serão apresentados no presente tópico para as ligas AA 2219 e AA2021 fabricadas via

metalurgia do pó tendo como tempo de moagem de alta energia 120 e 240 minutos. As amostras foram subdivididas em sinterizadas e tratadas termicamente (T6) conforme foi feito no restante do trabalho.

Para cada amostra foram feitas dez identificações com uma carga de 0,3 kgf ($HV_{0,3}$) por um tempo de 15 segundos. A Tabela 5 apresenta as médias dos resultados obtidos com a exclusão do maior e menor valor em cada amostra estudada.

Tabela 5 - Resultados do Ensaio de Microdureza *Vickers* (HV) de cada amostra

		2219 2h S	2219 2h T	2219 4h S	2219 4h T	2021 2h S	2021 2h T	2021 4h S	2021 4h T
Sinterizados	Média	73,69	111,10	102,70	115,88	55,16	93,20	140,13	142,86
	Desvio padrão	9,20	21,29	4,40	6,41	12,04	7,02	15,21	13,50
		2219 2h S	2219 2h T	2219 4h S	2219 4h T	2021 2h S	2021 2h T	2021 4h S	2021 4h T
Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento Artificial	Média	152,38	176,75	161,00	149,50	182,38	188,13	185,25	155,67
	Desvio padrão	22,46	25,59	8,23	16,77	25,91	20,66	16,84	22,88
Aumento Percentual (sinterizados/tratados)		207%	159%	157%	129%	331%	202%	132%	109%

Fonte: Do autor, 2022.

Analisando a Tabela 5 é possível identificar que para as ligas sinterizadas as sessões superficiais apresentaram valores de microdureza menores do que aqueles encontrados nas sessões transversais das ligas. Já na análise das ligas tratadas termicamente, observa-se que para o tempo de moagem de 120 minutos, essa relação permanece, mas para o tempo de moagem de 240 minutos a microdureza da sessão superficial é maior do que aquela encontrada para a sessão transversal.

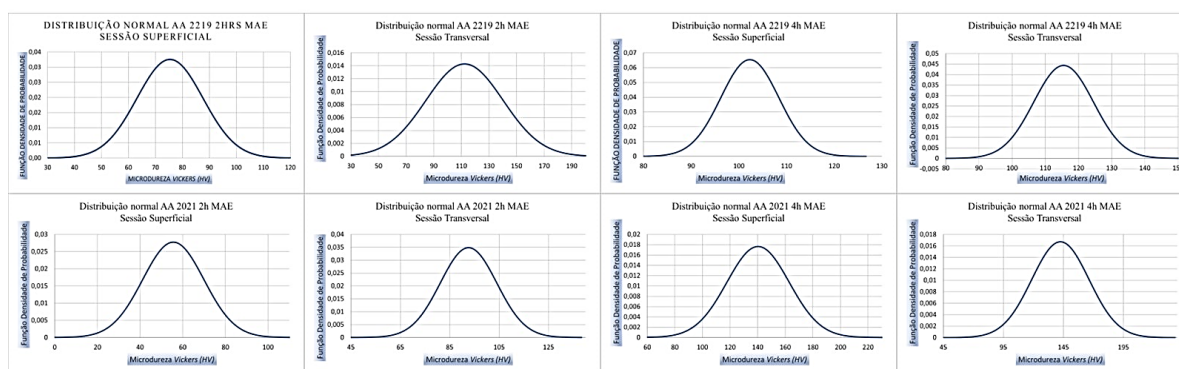
Os valores obtidos apresentaram altos valores de desvio padrão em algumas amostras, como por exemplo, a amostra da liga AA2219 MAE 2h com tratamento térmico T6. Esse valor foi 25,59 o que levou a uma análise estatística acerca dos dados obtidos no ensaio de microdureza. Para verificar a distribuição dos dados foram feitos gráficos de distribuição normal e *box plots*, com essas análises foi possível validar os números obtidos mesmo com um

alto desvio padrão. As imagens da Figura 85 e da Figura 86 demonstram que para todas as amostras os pontos se mantiveram dentro de uma distribuição normal.

Segundo Saraiva (2022), a distribuição normal possui formato de sino e tem grande importância na área estatística para a validação de dados. Para entender mais a respeito das distribuições normais das amostras, é necessário entender que os resultados de microdureza são aleatórios. Ou seja, são imprevisíveis, mas quando repetidos inúmeras vezes podem apresentar um padrão de comportamento. Quando é possível verificar um padrão nos dados obtidos, a distribuição é dita normal como temos na Figura 85 e na Figura 86.

Figura 85 - Relação entre a função densidade de probabilidade e os valores de microdureza Vickers nas amostras sinterizadas

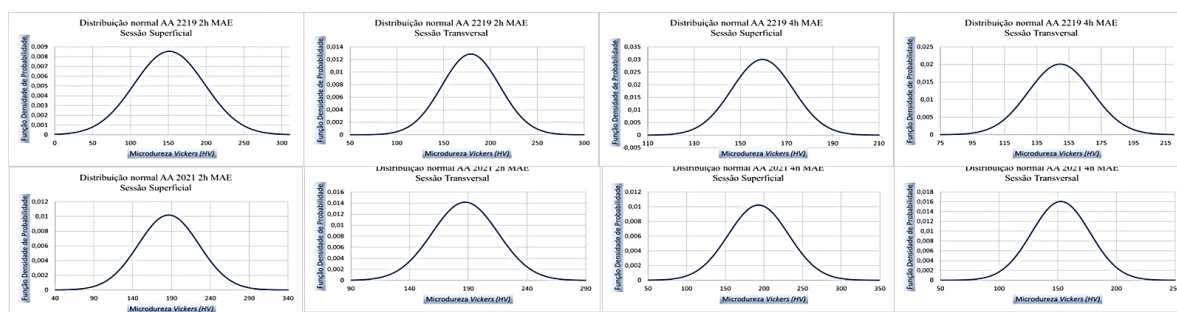
Ligas Sinterizadas



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 86 - Relação entre a função densidade de probabilidade e os valores de microdureza Vickers nas amostras tratadas termicamente

Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento Artificial



Fonte: Do autor, 2022.

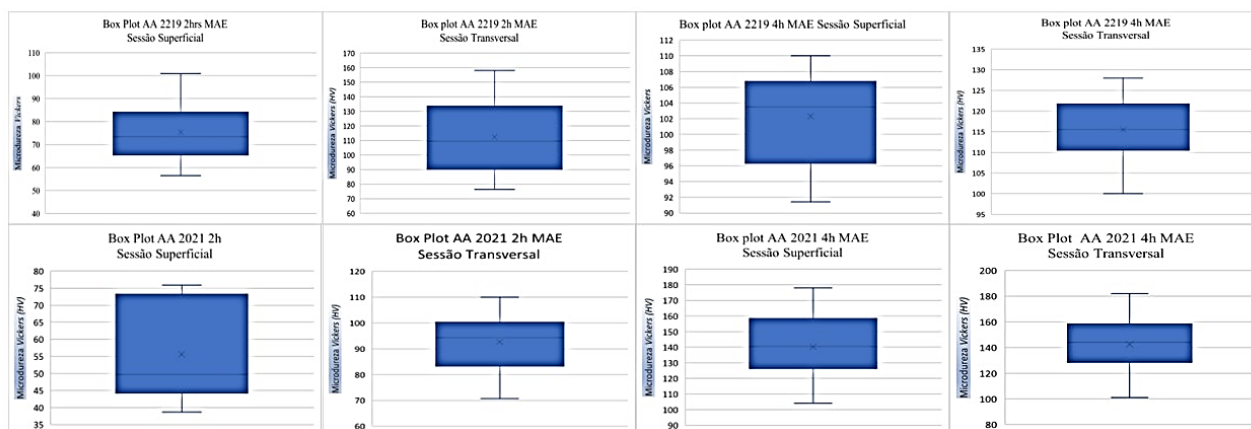
Outra análise estatística importante realizada nesse trabalho é o *boxplot* ou *box plot*. É também conhecido como diagrama de caixa e tem como função verificar valores discrepantes

dentro da distribuição (*outliers*) e a própria distribuição dos dados em si. Tem caráter complementar de validação dos dados obtidos. A primeira haste de baixo para cima representa o menor valor obtido, seguida pela caixa com o primeiro, segundo e terceiro quartil (25, 50 e 75% dos valores) finalizando com o valor máximo na última haste (OLIVEIRA, 2019).

Na Figura 87 e na Figura 88 observam-se os *boxplots* obtidos utilizando os resultados de microdureza de cada amostra. Apenas na Figura 88 há *outliers*, apenas um ponto mínimo discrepante para a liga AA2219 2h sessão superficial e um ponto máximo discrepante para a liga AA2021 4h sessão superficial. Esses pontos foram retirados para fazer a média, uma vez que a metodologia utilizada para o cálculo da média aritmética excluiu todos os maiores e menores valores obtidos em cada amostra. Os dados estão bem distribuídos nos *boxplots* o que novamente valida as medições de microdureza realizadas e os dados obtidos no presente trabalho.

Figura 87 - Análise em box plot dos resultados obtidos de microdureza para as amostras sinterizadas

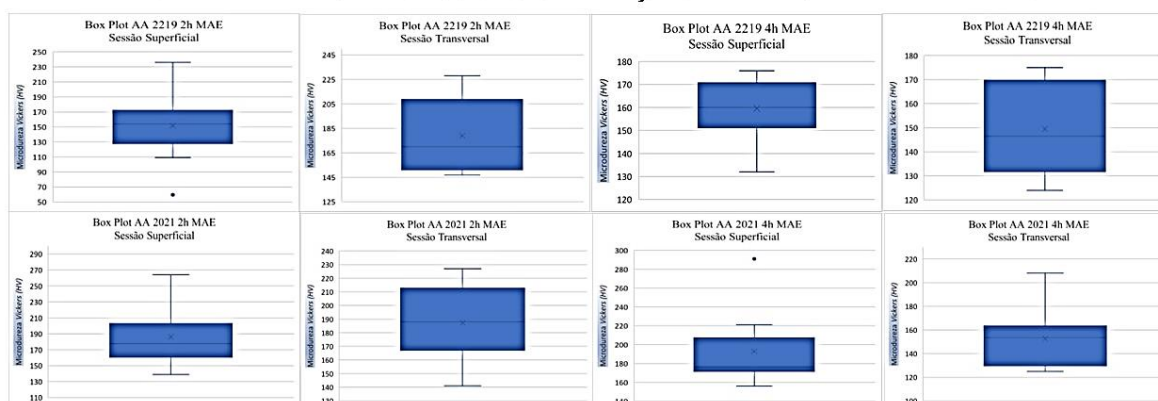
Ligas Sinterizadas



Fonte: Do autor, 2022.

Figura 88 - Análise em box plot dos resultados obtidos de microdureza as amostras com tratamentos

Tratamentos Térmicos de Solubilização e Envelhecimento Artificial



Fonte: Do autor, 2022.

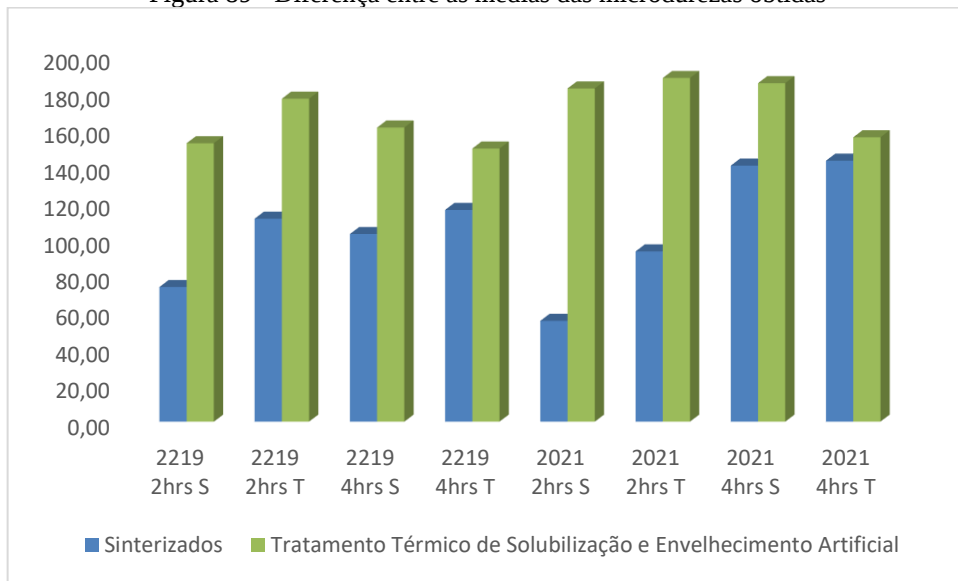
A grande variação nos resultados de microdureza encontrados deveu-se a alta densificação do material o que acaba dificultando a medida pelo software.

O aumento percentual presente na Tabela 5 demonstra que houve ganho em todas as amostras que sofreram tratamento térmico de solubilização e envelhecimento (T6). Nota-se que a amostra que mais endureceu foi a da liga AA2021 MAE 2h. Na Figura 89, através da análise do gráfico de barras fica ainda mais simples entender o que ocorre com as médias obtidas e as relações entre as amostras sinterizadas e tratadas termicamente.

Segundo Durmus et al (2006), para ligas de alumínio da série 2000, foram obtidos resultados de aumento de dureza em materiais com tratamento térmico de solubilização e envelhecimento artificial quando comparados a materiais somente sinterizados. Sendo assim, o presente trabalho apresenta conformidade com o que foi exposto. Tobias et al (2012) obteve no ensaio de microdureza *Vickers* para a liga AA2024 uma dureza máxima de 158,34 HV, valor próximo aos resultados médios obtidos nas amostras com tratamentos térmicos.

A liga AA2014 é largamente utilizada nas indústrias aeronáutica, aeroespacial e automotiva devido as suas propriedades mecânicas favoráveis como, por exemplo, baixo peso específico e elevada dureza após tratamento térmico. As duas ligas fabricadas no presente trabalho possuem valores médios de dureza próximos ou superiores àqueles observados na literatura para a liga AA2014, sendo então possível utilizar as ligas AA2219 e AA2021 tratadas termicamente em aplicações dos setores aeronáutico, aeroespacial e automotivo.

Figura 89 - Diferença entre as médias das microdurezas obtidas



Fonte: Do autor, 2022

6 CONCLUSÕES

- Obteve-se com sucesso as ligas AA 2219 e AA 2021 através de técnicas de metalurgia do pó, compactação uniaxial de simples ação a frio e sinterização a vácuo.
- A análise dos pós de partida utilizados demonstrou a não contaminação dos mesmos e a microestrutura de cada um.
- Com o aumento do tempo de moagem em ambas as ligas (60, 120 e 240 minutos) houve uma diminuição do tamanho de partícula observado pela técnica de MEV com formação de partículas achatadas de formato predominantemente irregular apresentando pontos mais claros ao longo das microestruturas.
- Com a técnica de EDS observou-se que os pós não sofreram contaminação por outros elementos químicos diferentes da sua composição.
- As duas ligas, AA2219 e AA2021, nos 3 tempos de moagem apresentaram picos de difração de raios-X correspondentes a fase θ (Al_2Cu), apresentaram também picos de Alumínio (Al) e Cobre (Cu).
- Utilizando a técnica de MO para as amostras sinterizadas foi possível observar microestruturas heterogêneas e irregulares com contorno de grão de difícil visualização, observou-se também a presença de pontos mais claros. Quanto maior o tempo de moagem, maior o refinamento das amostras.
- Para as amostras com tratamentos térmicos, a análise utilizando MO demonstrou microestruturas também heterogêneas e com dificuldade de visualização de contorno de grãos. As amostras apresentaram maior refino de microestruturas quando comparadas as sinterizadas. Os pontos mais claros se fazem presente em todas as amostras.
- As análises das amostras sinterizadas no MEV detalharam o que foi visto no MO e ainda foi possível observar os pontos mais claros dispersos na fase α das microestruturas. O refino da microestrutura foi notório quando comparados os tempos de MAE 2h e 4h.
- As análises das amostras com tratamentos térmicos no MEV detalharam o que foi visto no MO e ainda foi possível observar os pontos mais claros distribuídos de forma precipitada sobre as microestruturas. O refino da microestrutura foi notório quando comparados os tempos de MAE 2h e 4h, observou-se também um refino quando comparadas as amostras sinterizadas devido a uma melhor distribuição dos precipitados após o tratamento de envelhecimento artificial.

- As análises de EDS mapa das amostras sinterizadas e tratadas termicamente demonstraram que o material não sofreu contaminação por elementos químicos diversos aqueles utilizados para fabricação das ligas.
- As análises de EDS ponto demonstraram que os pontos claros apresentam composição majoritária de cobre e alumínio fortalecendo assim a hipótese de presença da fase endurecedora (Al_2Cu).
- Os resultados dos difratogramas das amostras sinterizadas demonstraram a presença de picos característicos da fase α e picos característicos da fase θ . A presença de picos da fase θ se acentuou para as ligas analisadas no tempo de MAE de 4h, demonstrando assim que para as amostras sinterizadas quanto maior o tempo de moagem maior a formação da fase endurecedora.
- Os resultados obtidos na difração de raios-X das amostras com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial demonstraram que a liga AA2219 apresentou em todos os difratogramas a fase θ . Nota-se que para o MAE de 2h apresentou apenas um pequeno pico e para o MAE de 4h apresentou alguns picos da fase endurecedora (Al_2Cu). Na amostra da liga AA2021, para o tempo de MAE de 120 minutos, não houve formação da fase θ (Al_2Cu). Pode-se atribuir esse resultado a quantidade da fase Al_2Cu ser inferior a resolução da técnica de DRX utilizada para esse equipamento (em torno de 5%) exigindo então um refinamento na análise de difração de raios-X, por exemplo uma diminuição do passo. Como foi visto no MO, MEV e EDS os pontos mais claros estão presentes e apresentam em sua maioria cobre e alumínio, provavelmente com o refino na difração de raios-X seja possível encontrar a fase θ . Considerando o MAE de 4h da liga AA2021, houve a formação da fase endurecedora.
- Os ensaios de microdureza *Vickers* (HV) demonstraram que as amostras com tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento apresentam aumento substancial de dureza quando comparadas as amostras sinterizadas isso se dá devido a produção de precipitados θ uniformemente dispersos sobre a fase α .

7 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Fabricação das ligas AA2219 e AA2021 através da técnica de Moagem de Alta Energia (MAE) seguida de extrusão a quente
- Avaliar as microestruturas e microdurezas antes e após os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento dessas ligas AA 2219 e AA2021 processadas por extrusão a quente

REFERÊNCIAS

- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Brasil reciclou quase 300 mil toneladas de latas de alumínio**. 2018. Disponível em: <http://abal.org.br/noticia/brasil-reciclou-quase-300-mil-toneladas-de-latas-de-aluminio/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Cadeia Primária**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/cadeia-primaria/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Características Químicas e Físicas**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/caracteristicas-quimicas-e-fisicas/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **História do Alumínio**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/historia-do-aluminio/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Perfil da Indústria**. Disponível em: <https://abal.org.br/estatisticas/nacionais/perfil-da-industria/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Processos de Produção**. Disponível em: <https://abal.org.br/aluminio/processos-de-producao/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ABAL, Associação Brasileira do Alumínio. **Vantagens do Alumínio**. Disponível em: <http://abal.org.br/aluminio/vantagens-do-aluminio/>. Acesso em: 05 mar. 2022.
- ARENHARDT, S. L. et al. **Estudo do comportamento do alumínio (Al) com adição de 1% cobre (Cu) obtido pela metalurgia do pó convencional**. Seminário de Inovação e Tecnologia do IFSul, v. 4, p. 42-54, 2015.
- ASKELAND, D. R. *The science and engineering of materials*. 3rd ed. *United States Of America*: ITP, 1994. 812 p.
- ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 1. ed. Reimpressão. São Paulo: Cengage Learning, 2013. 594 p.
- ASM Handbook. *Alloy Phase Diagrams*, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992. v. 3. 1741 p.
- ASM Handbook. *Powder Metal Technologies and Applications*, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1998. v. 7. 2762 p.
- ASM Handbook. *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International (American Society for Metals), Materials Park, Ohio, USA, 1992. v. 2. 3470 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 209: Alumínio e suas ligas - Composição química**. Rio de Janeiro: Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2010. 8 p.

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

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

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

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

CALLISTER, W. D. J. & RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 8. ed. Reimpressão Rio de Janeiro: LTC, 817 p., 2016.

CALLISTER, W. D. J. & RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, v. 589, p. 249, 2002.

CARDOSO, J. G. da R. et al. **A indústria do alumínio: estrutura e tendências**. Biblioteca Digital BNDES, p. 44-88, 2011.

CAVALCANTE, F. F. & DA SILVA, W. S. **Comportamento Mecânico da Liga de Alumínio 2024 Submetida a Diferentes Tempos de Envelhecimento**. *HOLOS*, 8, p. 86–100, 2017.

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

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

CONSTANTINO, V. R. L. et al. **Preparação de compostos de alumínio a partir da bauxita: considerações sobre alguns aspectos envolvidos em um experimento didático**. *Química Nova*, v. 25, p. 490-498, 2002.

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

COSTA, C. E.; VARGASB, M.; PARUCKERB, M. L. **Estudo das condições de tratamentos térmicos de ligas de alumínio e compósitos obtidos via metalurgia do pó**. Jornadas SAM-CONAMET-AAS, 2001.

COSTA, F.A.; AMBROZIO, F. F.; SILVA, A. G. P., **Sintering behavior in solid state of aW-25wtCu composite powder prepared by mechanical alloying**. In: POWDER METALLURGY WORLD CONGRESS, October 17-21, 2004, Vienna. Proceedings [...]. Vienna: EPMA 2004.

COSTA, J. E. B. Da. **Obtenção e caracterização das ligas Cu-13,5Al-4Ni e Cu-14Al-4Ni com efeito memória de forma processadas pelo método de fusão a plasma**. 2022. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2022.

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

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

DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 2ª edição. Ed Guanabara, Rio de Janeiro, 1981.
EL-ESKANDARANY, M. S. **Mechanical alloying for fabrication of advanced engineering materials**. New York: Noyes Publications, 2001. 254 p.

DURMUS, H. K. & MERIÇ, C. **Age-hardening behavior of powder metallurgy AA2014 alloy**. Materials and Design 28, p. 982-986, 2006.

FERNANDES, A. F. **Influência do tratamento térmico do aço ferramenta AISI H13 no acabamento superficial após usinagem**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

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

FORTUNA, J. et al. **Processo Bayer de obtenção de alumina como ferramenta para o ensino de conceitos de estequiometria**. XVI ENEQ/X EDUQUI-ISSN: 2179-5355, 2012.

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

GARCIA, C. **Projeto Redução de Refugo**. LinkedIn, 2019. Disponível em: <<https://pt.linkedin.com/pulse/projeto-redu%C3%A7%C3%A3o-de-refugo-claudio-garcia/>>. Acesso em: 18 jul. 2022.

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

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

GOMES, U. U. **Tecnologia dos pós-fundamentos e aplicações**. UFRN Editora Universitária, Natal. RN, v. 55, 1993.

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

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

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

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

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

MACEDO, A. M. et al. **Impacto do alumínio no meio ambiente e na saúde**. Disponível em: <http://www.faculdadealfredonasser.edu.br/files/Pesquisar_5/21-11-2016-21.38.49.pdf>. Acesso em: 05 mar. 2022.

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

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

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

MORO, N & AURAS, A. P. **Processos de fabricação: metalurgia do pó e o futuro da indústria**. Florianópolis, 2007. Disponível em: <<http://pavanati.com.br/doc/metalurgiadopo.pdf>>. Acesso em: 18 jul. 2022.

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

NAJAR, S. **#1 Aula teórica - Solubilização e envelhecimento de ligas de alumínio (UNICAMP)**. YouTube, 24 jun. 2020.

NASCIMENTO, D. M. do. **Processamento e caracterização de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 com reforço particulado cerâmico através da técnica de moagem de alta energia e extrusão a quente**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2020.

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

OLIVEIRA, B. **Box Plot: Como interpretar?** Oper data, 2019. Disponível em: <<https://operdata.com.br/blog/como-interpretar-um-boxplot/>>. Acesso em: 18 jul. 2022.

PEREIRA, Jorge Manuel Martins Vieira. **Estudo das ligas de alumínio aplicadas em construção naval nomeadamente na resistência à corrosão em estruturas navais soldadas.** 2010. Tese de Doutorado. Faculdade de Ciências e Tecnologia. Lisboa, 2010.

SANTOS, M. A. dos. **A metalurgia do pó para produção de peças de alumínio na indústria metalúrgica.** 2018. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Rio Grande do Sul, 2018.

SARAIVA, D. **Distribuição normal: o que é, como usar e como ler a curva?** Blog be trybe, 2022. Disponível em: <<https://blog.betrybe.com/estatistica/distribuicao-normal/>>. Acesso em: 18 jul. 2022.

SCHEID, P. **Ligas de alumínio: Materiais para engenharia.** Aula UFPR, 2010. Disponível em: <http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM052/Prof.Sheid/Aula_Aluminio.pdf>. Acesso em: 18 jul. 2022.

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

SILVA JUNIOR, M. E. da. **Fabricação das ligas de alumínio AA3003 e AA3303 a partir dos pós elementares de alumínio e de manganês através de técnicas de metalurgia do pó.** 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2020.

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

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

SILVA, Tarsila Tenorio Luna Da. **Manufatura e caracterização de ligas de alumínio-cobre (Duralumínio) fabricadas via técnicas de metalurgia do pó.** 2017. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2017.

SMITH, W. F. & HASHEMI, J. Fundamentos de Engenharia e **Ciência dos Materiais.** 5. ed. Reimpressão. Porto Alegre: AMGH, 2015. 712 p.

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

SOUZA, J. R. P. de. **Efeito da sinterização e da moagem de alta energia na microestrutura e nas propriedades mecânicas em ligas de alumínio recicladas a partir de latas de bebidas.** 2017. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Brasil, 2017.

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

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

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

TOBIAS, P. H. R.; SILVA, A & MELO, M. L. N. M. **Influência da temperature de envelhecimento na tenacidade ao impacto da liga AA2024**. V1 Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico, Atibaia, SP, 2012.

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

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

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