



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO – UFPE
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

**Fabricação de Compósitos da Liga de Alumínio AA2124 com
Reforço de Nitreto de Silício Através de Técnicas de Metalurgia do
Pó**

Recife, 2013

CARLOS AUGUSTO BEZERRA JÚNIOR

**Fabricação de Compósitos da Liga de Alumínio AA2124 com
Reforço de Nitreto de Silício Através de Técnicas de Metalurgia do
Pó**

Dissertação submetida ao PPGEM
para Obtenção do Grau de Mestre
em Engenharia Mecânica área de
Materiais e Fabricação do
Departamento de Engenharia
Mecânica da UFPE

Orientador: Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho

Recife, 2013

B574f Bezerra Júnior, Carlos Augusto.
Fabricação de compósitos da Liga de Alumínio AA2124 com reforço de Nitreto de Silício através de técnicas Metalurgia do Pó / Carlos Augusto Bezerra Júnior – Recife: O Autor, 2013.
xv, 97f., il., figs., gráfs., tabs.

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

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2013.
Inclui Referências e Apêndice.

1. Engenharia Mecânica. 2. Compósito de Matriz Metálica de Liga de Alumínio (CMM). 3. Liga de Alumínio AA2124. 4. Nitreto de Silício (Si_3N_4). 5. Metalurgia do Pó (MP). 6. Moagem de Alta e Energia (MAE).
I. Araujo Filho, Oscar Olimpio (Orientador). II. Título.

“FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS DA LIGA DE ALUMÍNIO AA2124 COM
REFORÇO DE NITRETO DE SILÍCIO ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE
METALURGIA DO PÓ”

CARLOS AUGUSTO BEZERRA JUNIOR

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENGENHARIA DE MATERIAIS E FABRICAÇÃO

APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO
ORIENTADOR/PRESIDENTE

Prof. Dr. JORGE RECARTE HENRÍQUEZ GUERRERO
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. OSCAR OLÍMPIO DE ARAÚJO FILHO (UFPE)

Prof. Dr. SEVERINO LEOPOLDINO URTIGA FILHO (UFPE)

Prof^a Dr^a SHEILA ALVES BEZERRA DA COSTA RÊGO (UFPB)

À minha esposa Martha Patrícia e aos meus filhos Thyago Henrique e Thaís Isabel pelo amor e paciência dispensados durante a longa jornada acadêmica.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela saúde, força e discernimento concedidos que garantissem condições à realização deste trabalho.

Agradeço a minha esposa Martha Patrícia e meus filhos Thyago Henrique e Thaís Isabel, pela paciência nas horas de correria em que devo ter faltado com eles.

Agradeço aos meus pais Francisca Pessoa e Carlos Bezerra pela criação, formação e conselhos todos esses anos.

As minhas irmãs Francicarla Pessoa e Katiane Pessoa, que junto com seus companheiros e meus sobrinhos, souberam, das suas maneiras, me apoiar.

Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho, que sempre foi um amigo em todos os momentos, acreditou em meu potencial, me indicando o caminho a seguir e me apoiando irrestritamente nesse desafio.

A UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, DEMEC – Departamento de Engenharia Mecânica e PPGEM – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

Ao meu amigo e companheiro de curso Alexandre Douglas Araújo que me ajudou, aconselhou e compartilhou de alegrias e dificuldades no decorrer do curso.

Ao Laboratório de Dispositivos e Nanoestruturas (LDN) da UFPE, Laboratório de Micrografia do DEMEC e Departamento de Física da UFPE, em especial aos técnicos do laboratório de MEV e DRX me ajudaram nas análises das amostras.

Agradeço a IMPSA Wind pelas liberações de horário mesmo em épocas de grandes produções.

Agradeço ao meu ex-chefe e amigo Vladimir Pontes, que acreditou no meu sonho e me apoiou no início dessa caminhada.

Agradeço aos meus ex-gerentes Paulo Coimbra e Antônio Troque que deram os primeiros passos na Engenharia da IMPSA Wind incentivando seus engenheiros para buscarem novos desafios.

Agradeço ao meu gerente Antônio Carlos Lucas, que sempre demonstrou flexibilidade acreditando nesse trabalho.

Agradeço ao meu amigo, aluno do curso de Engenharia Mecânica, Ediel Franklis da Silva Souza que me ajudou no embutimento e lixamento das amostras.

RESUMO

A garantia da integridade estrutural dos equipamentos na indústria passa necessariamente pela determinação das condições dos materiais e de suas propriedades mecânicas. Hoje em dia exigem-se materiais com propriedades específicas que deixam de ser atendidas pelo uso isolado das ligas metálicas, cerâmicas e poliméricas. Temos como exemplo casos como os da indústria eólica, aeronáutica, náutica e de transporte que, necessitam de materiais com baixa densidade, resistentes a corrosão, resistentes ao impacto e rígido. Nesta linha de pensamento, cada vez mais pesquisadores estão investindo tempo e tecnologia em busca de matérias compósitos que garantam uma distribuição homogênea de fases no seu reforço. A Metalurgia do Pó (MP) vem se destacando na promoção de uma melhor distribuição do reforço na matriz em relação ao processo convencional de fundição, obtendo-se então materiais com melhores propriedades mecânicas, dureza e resistência ao desgaste. O objetivo principal desse trabalho é produzir compósitos de matriz de liga de alumínio AA 2124, reforçado por nitreto de silício (Si_3N_4), utilizando o processo de metalurgia do pó (MP) e técnica de moagem de alta energia. Para tanto utilizou-se a caracterização por microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX), espectroscopia por dispersão de energia (EDS), difração a laser para avaliar e comparar as características de cada compósito, além de verificar as propriedades mecânicas inerentes. Os resultados de dureza apresentaram-se linearmente crescentes com o aumento da fração de reforço na matriz.

Palavras-chave: Compósito de matriz metálica de liga de alumínio (CMM), Metalurgia do Pó (MP), Moagem de Alta Energia (MAE), Nitreto de Silício (Si_3N_4).

ABSTRACT

The warranty on the structural integrity of the equipment in the industry goes necessarily through determination of the conditions of the materials and their mechanical properties. Nowadays require up materials with specific properties that are no longer attended by the use of isolated metal alloys, ceramics and polymer. We have as examples cases like wind industry, aerospace, marine and transportation, require materials with low density, corrosion resistant, impact resistant and rigid. In this line of thinking, researchers are increasingly investing time and technology in search of composite materials that ensure a homogeneous distribution of phases in their reinforcement. The Powder Metallurgy (PM) has been outstanding in promoting a better distribution of the reinforcement in the matrix compared to conventional casting process, thus producing materials with improved mechanical properties, hardness and wear resistance. The main objective of this work is to produce matrix composites AA 2124 aluminum alloy reinforced by silicon nitride (Si_3N_4), using the process of powder metallurgy (PM) technique and high energy milling. For this we used the characterization by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), energy dispersive spectroscopy (EDS), laser diffraction to evaluate and comparing the characteristics of each composite, in addition to verifying the inherent mechanical properties. The hardness results showed linearly increasing with the increase of the fraction of reinforcement in the matrix.

Keywords: Metal matrix composite aluminum alloy (CMM), Powder Metallurgy (PM), High energy Milling (HEM), Silicon Nitride (Si_3N_4).

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
1.1 Justificativa	2
1.2 Objetivos	2
2. ESTADO GERAL DA ARTE	3
2.1. Compósitos	3
2.2. Ligas de Alumínio	11
2.3. Nitreto de Silício (Si ₃ N ₄)	17
2.4. Metalurgia do Pó	18
2.5. Moagem de alta energia	30
2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	34
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1. Pós de partida	37
3.2. Esferas de aço	37
3.3. Agente controlador de processo	38
3.4. Lubrificante	38
3.5. Atmosfera	39
3.6. Pesagem dos pós e dos compósitos	39
3.7. Recipiente de moagem dos pós	39
3.8. Moagem dos pós	40
3.9. Análise da granulometria dos pós	40
3.10. Difração de raios X dos pós	41
3.11. MEV	41
3.12. Matriz de compactação	41
3.13. Compactação dos pós	42
3.14. Pastilhas de compósito compactadas – Compactado verde	42
3.15. Sinterização das pastilhas	43

3.16. Análise das pastilhas de compósitos sinterizadas	44
3.17. Embutimento, lixamento e polimento das seções superficial e transversal das pastilhas	45
3.18. Ataque químico das seções embutidas	47
3.19. Microscopia ótica das seções das pastilhas	47
3.20. Microdureza Vickers das seções das pastilhas	48
3.21. MEV e EDS da seção transversal	48
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
4.1. Caracterização das pastilhas de compósitos	50
4.2. DRX para identificação das fases	60
4.3. Densificação das pastilhas compactadas e sinterizadas	65
4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
4.5. Microscopia Ótica das seções transversais e superficiais das pastilhas mais densificadas	70
4.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS) das seções transversais das pastilhas reforçadas	77
4.7. Ensaio Mecânicos	88
5. CONCLUSÕES	91
6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	93
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	94
8. APENDICE I – TABELAS	

LISTA DE FIGURAS

Número da Figura	Descrição	Página
2.1	Representação criada originalmente pelo Prof. Michael Ashby em seu livro Materials Selection in Mechanical Design.	4
2.2	Ilustração de Compósitos de Matriz Metálica e Tipos de Reforços: Fibras Longas Whiskers e Partículas.	6
2.3	Relação entre coeficiente de expansão térmica e volume de reforço.	11
2.4	Transformação da Bauxita, imagem à esquerda, em Alumínio, imagem à direita.	12
2.5	Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio.	15
2.6	Arranjos cristalinos do Si_3N_4 nas fazes α , β e γ .	18
2.7	Comparativo entre a técnica de metalurgia do pó e outros processos de fabricação.	20
2.8	Comparativo da Resistência Mecânica entre diversos processos de fabricação.	21
2.9	Comparativo da Tolerância Geométrica entre diversos processos de fabricação.	21
2.10	Desenho esquemático da sinterização convencional de pós de alumínio.	22
2.11	Comportamento típico de diversas propriedades de peças sinterizadas em diferentes temperaturas.	26
2.12	Ilustração do aspecto das partículas na sinterização.	26
2.13	MEV de partículas sinterizadas.	27
2.14	Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final.	27
2.15	Diversos formatos de partículas de pó.	29
2.16	Detalhamento esquemático da moagem de alta energia.	30
2.17	Evolução da morfologia esférica para morfologia equiaxial de uma partícula submetida ao processo de Moagem de Alta Energia.	31
2.18	Esquema de moinho tipo Atritor.	33

2.19	Figura de grãos de pólem tomados em um MEV mostram a característica de profundidade de campo das micrografias.	34
3.1	Fluxo de processo do prossedimento de fabricação do compósito de liga de alumínio AA 2124 com reforço de Si_3N_4	36
3.2	Meio de moagem, esferas de aço.	38
3.3	Jarras de aço inox 304L, utilizadas como recipiente de moagem.	39
3.4	Moinho tipo SPEX. Jarra do suporte (1); Visualização externa do moinho vibratório (2).	40
3.5	Matriz de compactação desmontada (1) e matriz de compactação montada (2).	42
3.6	Distribuição das pastilhas no forno para sinterização.	44
3.7	Detalhamento da ISOMET “cut off”.	45
3.8	Cilindros para embutimento das amostras (1) e resina e endurecedor utilizados para embutimento (2A e 2B).	46
3.9	Spray desmoldante da marca ROCOL (1) e amostras identificadas após desembutimento (2).	46
3.10	Análise por microscopia ótica.	47
3.11	Detalhamento do microdurômetro da UFPE.	48
3.12	Preparação das amostras (1); Embutimento sem seção transversal (2); Aparelho para análise de MEV e EDS (3); Colocação das amostras para análise (4).	49
4.1	Resultado difração a laser: AA 2124.	50
4.2	Gráfico do Excel: tamanho de partículas do AA 2124.	50
4.3	Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si_3N_4 30 minutos MAE.	51
4.4	Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si_3N_4 60 minutos MAE.	51
4.5	Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si_3N_4 120 minutos MAE.	52
4.6	Gráfico Excel [5%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.	52
4.7	Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si_3N_4 30 minutos	53

	MAE.	
4.8	Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ 60 minutos MAE.	53
4.9	Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ 120 minutos MAE.	54
4.10	Gráfico Excel [10%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.	54
4.11	Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 30 minutos MAE.	55
4.12	Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 60 minutos MAE.	55
4.13	Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 120 minutos MAE.	55
4.14	Gráfico Excel [15%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.	56
4.15	Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 30 minutos MAE.	57
4.16	Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 60 minutos MAE.	57
4.17	Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 120 minutos MAE.	57
4.18	Gráfico Excel [20%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.	58
4.19	Gráfico Excel: Fração volumétrica d(0,5) do AA 2124 + Si ₃ N ₄ .	59
4.20	Resultado da difração por raio X (DRX) para a AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.	60
4.21	Resultado da difração por raio X (DRX) para a AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.	61
4.22	Resultado da difração por raio X (DRX) para a AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.	62
4.23	Resultado da difração por raio X (DRX) para a AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.	63
4.24	Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e	63

	definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 5% de reforço de Si ₃ N ₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).	
4.25	Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 10% de reforço de Si ₃ N ₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).	64
4.26	Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 15% de reforço de Si ₃ N ₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).	64
4.27	Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 20% de reforço de Si ₃ N ₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).	64
4.28	MEV AA 2124 100x (a), 200x (b) e 500x (c)	66
4.29	MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si ₃ N ₄ – 30 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	67
4.30	MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si ₃ N ₄ – 60 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	68
4.31	MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si ₃ N ₄ – 120 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).	69
4.32	MO AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	70
4.33	MO AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	71
4.34	MO AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	71
4.35	MO AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	72
4.36	MO AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	72
4.37	MO AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	73
4.38	MO AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	73
4.39	MO AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	74

	500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	
4.40	MO AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	74
4.41	MO AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	75
4.42	MO AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	75
4.43	MO AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).	76
4.44	MEV AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d).	77
4.45	MEV AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).	78
4.46	EDS AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE (a)	78
4.47	EDS AA 2124 + 5% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 60 min MAE (a) – 120 min MAE (b).	79
4.48	MEV AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).	80
4.49	EDS AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE (a) – 60 min MAE (b).	81
4.50	EDS AA 2124 + 10% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 120 min MAE (c).	82
4.51	MEV AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b).	82
4.52	MEV AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).	83
4.53	EDS AA 2124 + 15% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE (a) – 60 min MAE (b) – 120 min MAE (c).	84
4.54	MEV AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c),	85

	2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).	
4.55	EDS AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 30 min MAE (a).	86
4.56	EDS AA 2124 + 20% Si ₃ N ₄ – seção transversal – 60 min MAE (b).– 120 min MAE (c).	87
4.57	Gráfico comparativo entre as durezas das amostras superficiais.	88
4.58	Gráfico comparativo entre as durezas das amostras transversais.	89

LISTA DE TABELAS

Número da Tabela	Descrição	Página
2.1	Propriedades de vários compósitos de matriz metálica reforçada com fibras contínua e alinhadas	7
2.2	Designação numérica para as ligas de alumínio a partir da série 2XXX.	15
2.3	Composição química da liga de alumínio AA 2124	16
2.4	Sistema de Classificação da The Aluminum Association Inc.	16
3.1	Tabela de pastilhas para sinterização em ordem de percentual de reforço	44
4.1	Planilha do Excel: Valores das durezas e desvios das áreas superficiais e transversais.	88

1 INTRODUÇÃO

As várias aplicações tecnológicas e os desafios propostos na atualidade exigem cada vez mais a utilização de novos metais fornecidos para montagem estrutural que combinem propriedades para suportar altas cargas, altos esforços, baixa densidade e que possuam processamentos compatíveis aos processos e materiais convencionais. Essas propriedades não são encontradas em polímeros, cerâmicas e metais. Desenvolver um novo material que reúna todas essas características pode não ser a melhor opção. Ao invés disso, modifica-se um material já existente, através da incorporação de outro componente. Neste contexto, os materiais compósitos combinam propriedades mecânicas de dois ou mais componentes a fim de se obter um novo produto com as melhores propriedades de cada componente.

A Metalurgia do Pó (MP) é hoje um dos caminhos mais procurados para se obter um material composto, por possibilitar a obtenção de peças metálicas de pequenos e médio porte, design complexo, como componentes da indústria automobilística, relojoeira, eólica, aeronáutica e naval. Este processo consiste na obtenção de peças e materiais a partir de constituintes na forma de pó, obtidos por processos diversos (atomização, trituração, usinagem e atc.), em seguida misturados e homogeneizados, para que ocorram as reações químicas necessárias à base; tratamento mecânico (compactação), e tratamento térmico (sinterização). Após esses processos, tem-se um material semiacabado com boa tolerância dimensional. Podendo ser feito acabamento superficial para ajuste do dimensional.

Neste trabalho de pesquisa preparou-se compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA 2124, com a incorporação de reforços particulados de Nitreto de Silício (Si_3N_4) na fração mássica de 5, 10, 15 e 20% em peso de cada reforço através da técnica de moagem de alta energia (MAE) utilizando-se um moinho vibratório do tipo SPEX, seguido de compactação uniaxial a frio e sinterização a vácuo. Os pós dos compósitos foram caracterizados por difração de raio-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) equipado com Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).

1.1 Justificativa

Os desafios propostos na atualidade exigem cada vez mais a aplicação de novos materiais fornecidos para montagem estrutural, isso faz com que seja amplificado o estudo para criação de novos compósitos que combinem propriedades que não são encontrados em materiais isolados e, que supram as demandas do mercado global.

1.2 Objetivos

1.2.1. Objetivo Geral

Este trabalho tem como proposta a produção e caracterização de compósitos de matriz de liga alumínio AA 2124 com adição de reforços particulados de nitreto de silício (Si_3N_4) em diferentes proporções, utilizando a técnicas de metalurgia do pó (MP), moagem de alta energia (MAE) e compactação uniaxial a frio seguida de sinterização.

1.2.2. Objetivos Específicos

- Verificar a melhora das propriedades mecânicas da liga de alumínio AA 2124 com reforço de nitreto de silício (Si_3N_4) em diferentes concentrações de massas e em diferentes tempos de moagem.
- Caracterizar as estruturas por difração de raio-X (DRX), a microestrutura dos pós processados por moagem de alta energia (MAE) por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) e granulometria de Espalhamento de Laser, as microestruturas dos compósitos sinterizados por Microscopia Ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) e a dureza Vickers (HV) como propriedade mecânica.

2. ESTADO GERAL DA ARTE

2.1. Compósitos

Na engenharia definimos os materiais sólidos em três classificações básicas: metais, cerâmicos e polímeros. Um material pode ser classificado ainda em apenas um grupo ou possuir características de um ou mais grupos. As propriedades desses materiais são classificadas em seis: mecânicas, elétricas, óticas, magnéticas, térmicas e deteriorativa. Os compósitos são materiais projetados de modo a conjugar características de outros dois ou mais materiais (SOUSA, 2012). Os Compósitos apresentam no mínimo duas fases distintas e com uma interface de separação entre elas (CHAWLA, 1987). Segundo CLYNE (1993), os constituintes dos compósitos são diferentes no aspecto químico e não são solúveis entre si.

A madeira é um material compósito natural, em que a matriz e o reforço são poliméricos. O concreto é outro compósito comum. Neste caso, tanto a matriz como o reforço é constituído de 60 a 80% em volume de um agregado fino e de um agregado grosso (areia e pedregulho, respectivamente), podendo ou não ser reforçado com barras de aço.

Compósitos, ao contrário do que se imagina, remota à antiguidade, ao período Neolítico, quando os tijolos eram fabricados com barro e palha (2500 anos AC), os sarcófagos eram fabricados com madeira aglomerada (1500 anos AC) e os arcos eram verdadeiras estruturas compósitas laminadas, constituídas por madeira e outros materiais como pele, osso, chifre e tendões (800 anos AC). Mas a grande expansão no desenvolvimento e no uso dos materiais compósitos teve início na década de 70 (PADILHA, 2000).

O Compósito com reforço de fibra de vidro foi o primeiro estudo sobre essa classe de material a ser desenvolvido (em meados do século XVIII). Após a 2ª Guerra Mundial novos estudos foram desenvolvidos visando aplicações elétricas em altas temperaturas. Vinte anos depois, começaram a ser produzidas os reforços de fibras avançadas: fibras de boro (final da década de 1950) e Carbono (final da década de 1960). O fim da Guerra Fria, no final da década de 80, trouxe uma redução na pesquisa e desenvolvimento de materiais compósitos para a área militar (LIMA, 2008).

Foi verdadeiramente tão longa como fascinante a caminhada efetuada pelo Homem, desde os longínquos tempos em que começou a utilizar os recursos materiais naturais então disponíveis (rochas, madeira, peles e ossos), até aos dias de hoje, em que são desenvolvidos materiais do mais elevado desempenho, nomeadamente tipos especiais de aço, compósitos e cerâmicos e, mais recentemente, os nano materiais. A Figura 2.1 mostra uma representação da importante trajetória dos materiais compósitos frente a outros materiais como metais e cerâmicas (DEMAR-USP, 2012).

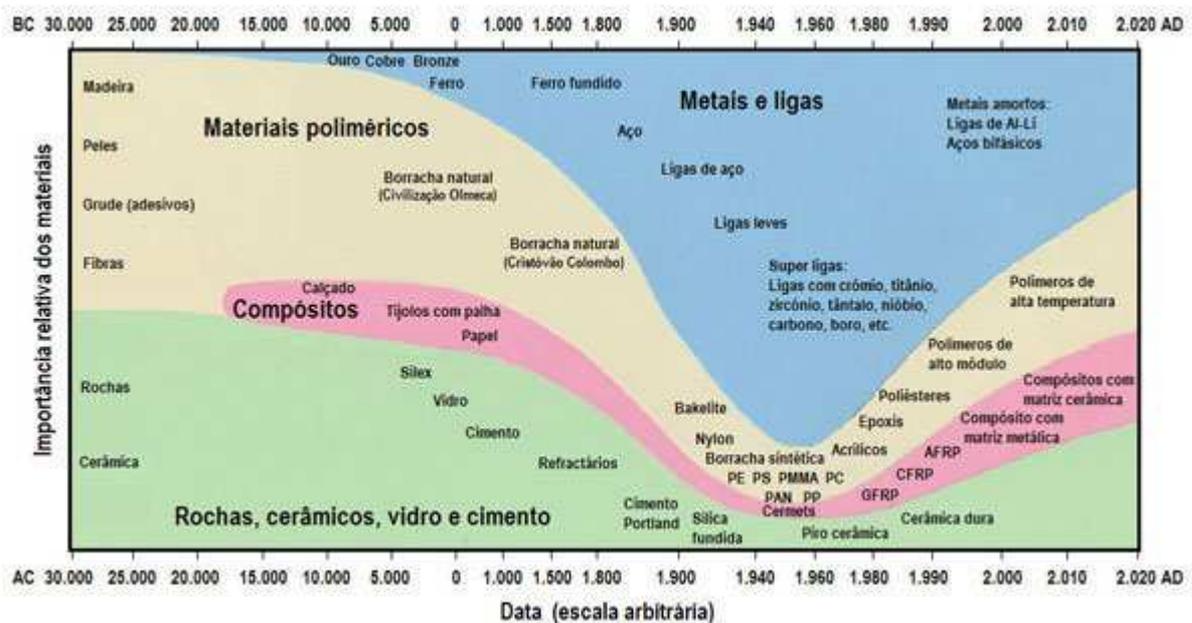


Figura 2.1 – Representação criada originalmente pelo Prof. Michael Ashby em seu livro **Materials Selection in Mechanical Design**.

Podemos classificar os compósitos quanto ao tipo de matriz e quanto ao tipo de reforço. A matriz é a fase mais abundante e dúctil, sendo capaz de absorver impactos com amortecimento. O reforço é a fase em menor quantidade encontrada em um compósito e responde pela promoção de características adicionais a matriz, como o aumento de resistência mecânica ou resistência térmica (MOURA, 2013; YOSHIMURA, 1994)

Na classificação pelo tipo de matriz temos:

- Compósitos de matriz metálica (CMM)
- Compósitos de matriz cerâmica (CMC)
- Compósitos de matriz polimérica (CMP)

Nas décadas de 70 e 80s compósitos mais estudados foram os de matriz polimérica. Com o tempo esses estudos evoluíram para utilização de matriz metálica e cerâmica. Pesquisas têm aumentado nessas áreas.

Os Compósitos de Matriz Metálica (CMM) reforçados por partículas vem sendo recentemente estudados nos últimos 10 anos, produzidos por metalurgia convencional, resultam em materiais com maiores módulos de elasticidade, maiores limites de resistência e melhores resistências à fadiga e ao desgaste. Em certos casos esses CMM's perdem algumas de suas propriedades como tenacidade e resistência a corrosão (RACK, 1990).

2.1.1. Compósitos de matriz metálica (CMM)

Como o nome indica, para os compósitos de matriz metálica (CMM), a matriz é um metal dúctil. Estes materiais podem ser utilizados a temperaturas de serviço mais altas do que os seus homólogos de metais básicos, além disso, o reforço pode melhorar a rigidez específica, resistência específica, resistência à abrasão, resistência à deformação, a condutividade térmica e estabilidade dimensional. Algumas das vantagens destes materiais incluem temperaturas mais elevadas de uso, não inflamabilidade, e maior resistência à degradação pelos fluidos orgânicos.

O Compósito de matriz metálica combinam conformabilidade e ductilidade da matriz com resistência ao desgaste e estabilidade térmica devido ao reforço (CLINE-1993). Nas matrizes metálicas, procura-se por materiais leves quando comparados aos materiais produzidos por processos convencionais. A leveza do material é um ganho primordial nas indústrias aeronáuticas, reduzindo o peso das aeronaves, influenciando diretamente no consumo de combustível. A redução no consumo de combustível pode ser sentida também em empresas do ramo automobilísticos com a produção de carros mais leves com motores mais potentes. Na área eólica, os

compósitos de matrizes metálicas são bastante utilizadas em estrutura de componentes de aerogeradores e base para as pás eólicas. Aplicações estruturais incluem ligas de alumínio avançadas de compósitos de matrizes metálicas, fibras de boro são usados como reforço para o Space Shuttle Orbiter, grafite e fibras contínuas para o telescópio Hubble.

A ideia básica dos CMM é combinar a excelente ductilidade e conformabilidade da matriz metálica com a elevada resistência dos materiais de reforço, seja para promover maior dureza às estruturas metálicas, ou para conferir leveza às estruturas utilizadas nas indústrias. (MISHRA et al, 1999)

A figura 2.2 ilustra os três tipos mais comuns de reforços em compósitos de matriz metálica: fibras longas, Whiskers e partículas.

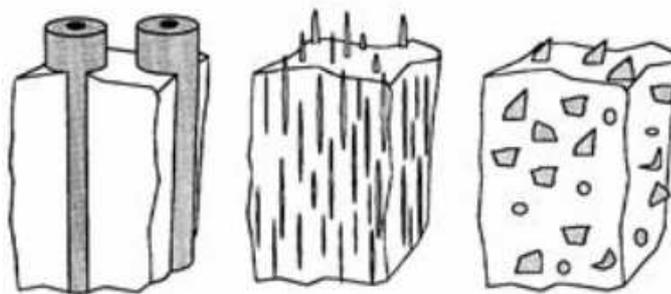


Figura 2.2 – Ilustrações de compósitos de matriz metálica e tipos de reforços: Fibras Longas, Whiskers e Partículas (CALLISTER, 2006).

As superligas, bem como ligas de alumínio, magnésio, titânio e cobre, são empregadas como materiais de matriz. O reforço pode ter a forma de partículas, tanto fibras contínuas e descontínuas, e Whiskers; concentrações variam normalmente entre 10 e 60 % em volume. Incluem materiais de fibras contínuas de carbono, carboneto de silício, boro, óxido de alumínio, e os metais refractários. Por outro lado, os reforços descontínuos consistem essencialmente de carboneto de silício, fibras cortadas de alumínio e óxido de carbono, e as partículas de carboneto de silício e óxido de alumínio. Na Tabela 2.1 são apresentadas as propriedades de algumas matrizes de metal, contínua e alinhado de compósitos reforçados com fibras.

Algumas combinações de matriz-reforço são altamente reativos a temperaturas elevadas. Por conseguinte, a degradação do composto pode ser causada por um processamento à alta temperatura ou por sujeição da CMM à temperaturas elevadas durante o serviço. Este problema é habitualmente resolvido, quer por aplicação de um revestimento superficial de proteção do reforço ou por modificação da composição da liga de matriz.

Tabela 2.1 - Propriedades de vários compósitos de matriz metálica reforçada com fibras contínuas e alinhadas

Fibras	Matriz	Concentração da Fibra (vol %)	Densidade (g/cm ³)	Módulo de elasticidade Longitudinal (GPa)	Resistência a Tração Longitudinal (MPa)
Carbono	6061 Al	41	2.44	320	620
Boro	6061 Al	48	-	207	1515
SiC	6061 Al	50	2.93	230	1480
Alumina	380.0 Al	24	-	120	340
Carboneto	AZ31 Mg	38	1.83	300	510
BorSiC	Ti	45	3.68	220	1270

Fonte: Adaptado de J.W.Weeton, DM Peters, e K.L. Thomas, Engineers's Guide to Composite Materials, ASM International, Materials Park, OH, 1987.

Normalmente, o processamento de CMMs envolve pelo menos dois passos: a consolidação (introdução de reforço dentro da matriz), seguido por uma operação de moldagem. Uma série de técnicas de consolidação estão disponíveis, alguns dos quais são relativamente sofisticado; CMMs com reforços de fibras descontínuas são passíveis de modelação pelas operações padrão de formação metal (forjamento , extrusão, laminagem e etc.).

Os compósitos de matriz metálica de alumínio apresentam um campo vasto de desafios e oportunidades (MATAIX-1999).

2.1.2. Compósitos de matriz cerâmica (CMC)

Os compósitos de matriz cerâmica são os mais utilizados pelo homem desde nossos primórdios. Eles são escolhidos por possuírem uma baixa densidade e resistência elevada a altas temperaturas. Os CMC's podem operar em atmosferas corrosivas, resistentes à erosão e quimicamente inertes (CHAWLA, 1993), o que conduz devido a essas características a se sobressaírem às cerâmicas comuns.

Os compósitos de matriz cerâmica possuem técnicas de processamento similar as utilizadas na produção de compósito de matriz metálica, com algumas etapas específicas como impregnação de carbono a alta pressão, pultrusão (fibras são envolvidas por carboneto de silício fundido), oxidação direcionada e infiltração química de vapor.

Os CMC's de reforços contínuos são muito utilizados na indústria aeroespacial, automobilísticas e eólicas, como por exemplo, na fabricação de isolamentos. Já os CMC's de reforços descontínuos são utilizados em especial em ferramentas de cortes para usinagem e em outros componentes elétricos.

2.1.3. Compósitos de matriz polimérica (CMP)

Os compósitos de matriz polimérica são os que possuem o maior campo de aplicações podendo apresentar uma boa resistência mecânica dependendo do tipo de reforço utilizado (MORO, 2007). As matrizes para esse compósito são classificadas em dois tipos: termoplásticas e termoendurecíveis. Esse tipo de Matriz é a que possui a mais baixa densidade e apresenta a maior facilidade de processamento.

Os reforços mais utilizados nos CMP's são:

- Fibra de vidro;
 - Boa relação resistência X preço.
 - Utilizada em cascos de navios; hélices de barcos; componentes para indústria naval; automotiva e aeronáutica; pranchas de surfe.

- Fibras de carbono, para 80 a 95% na concentração de carbono e assim designada; para 99% de carbono é chamada fibra de grafite;
 - Possui propriedades refratárias, boa resistência física e química mesmo em altas temperaturas.
 - Utilizada na indústria aeronáutica, automotiva e aeroespacial.

- Fibras de aramida: produzidas a partir de poliamidas aromáticas;
 - Boa resistência química e mecânica;
 - Boa relação rigidez X peso;
 - Baixo peso específico; designação comercial de kevlar.

- Fibra de boro que são utilizadas em aplicações de alto desempenho da indústria aeronáutica;
 - Possui módulo de elasticidade superior à fibra de vidro em cerca de cinco vezes;
 - Possui peso maior;
 - Utilizadas também em matriz metálica e são relativamente caras.

- Fibras de menor exigência de projeto: amianto, sisal, poliamida e poliéster (MORO, 2007; MOURA, 2013).

Devido à possibilidade de combinação de características de diferentes materiais, os compósitos têm sido alvo de intensas investigações nos últimos 10 anos, e mais recentemente, os CMM's reforçados por partículas, produzidas por metalurgia convencional, com maiores limites de resistência e módulo de elasticidade, melhores resistências a fadiga e desgaste, mesmo perdendo algumas propriedades importantes, como resistência a corrosão e tenacidade (RACK, 1990).

Os Compósitos, em sua grande maioria, podem explicar suas propriedades através da lei das misturas ou regra de fases, em função do conteúdo do reforço e das propriedades de ambos os constituintes. Em condições ideais, materiais compósito exigem um limite superior de propriedades mecânicas e físicas definidas pela equação a seguir (L. FROYEN; B. VERDLINDEN, 1994).

$$P_c = P_m V_m + P_r V_r$$

Onde:

P = Propriedades

V = Fração de Volume

E **c**, **m** e **r** indicam respectivamente material compósito, matriz e reforço.

O Coeficiente de expansão térmica (CTE ou α_c) pode ser calculado aproximadamente pela seguindo a regra da mistura abaixo (L. FROYEN, B. VERDLINDEN, 1994):

$$\alpha_c = \frac{\alpha_m \cdot V_m \cdot K_m + \alpha_r \cdot V_r \cdot K_r}{V_m \cdot K_m + V_r \cdot K_r}$$

Onde:

K = Condutividade térmica

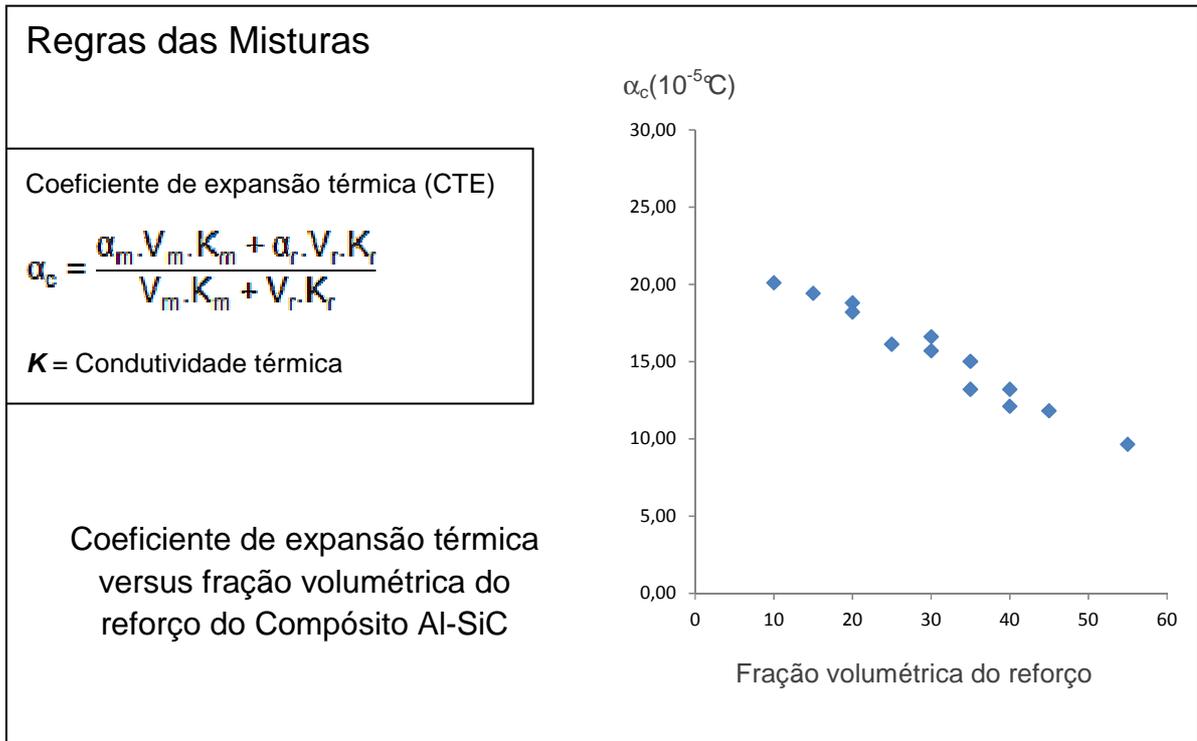


Figura 2.3 – Relação entre coeficiente de expansão térmica e volume de reforço (Adaptado de L. FROYEN, B. VERDLINDEN, 1994).

2.2. Ligas de Alumínio

O alumínio é um elemento químico de símbolo Al de número atômico 13 (treze prótons e treze elétrons) com massa atômica 27 uma. Apesar de ser o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre, sendo sólido na temperatura ambiente, é o metal mais jovem usado em escala industrial. Mesmo utilizado milênios antes de Cristo, o alumínio começou a ser produzido comercialmente há cerca de 150 anos. Sua produção atual supera a soma de todos os outros metais não ferrosos. Esses dados já mostram a importância do alumínio para a nossa sociedade. Antes de ser descoberto como metal isolado, o alumínio acompanhou a evolução das civilizações. Sua cronologia mostra que, mesmo nas civilizações mais antigas, o metal dava um tom de modernidade e sofisticação aos mais diferentes artefatos.

Hoje, os Estados Unidos e o Canadá são os maiores produtores mundiais de alumínio. Entretanto, nenhum deles possui jazidas de bauxita em seu território,

dependendo exclusivamente da importação. O Brasil tem a terceira maior reserva do minério no mundo, localizada na região amazônica, perdendo apenas para Austrália e Guiné. Além da Amazônia, o alumínio pode ser encontrado no sudeste do Brasil, na região de Poços de Caldas (MG) e Cataguases (MG). A bauxita é o minério mais importante para a produção de alumínio, contendo de 35% a 55% de óxido de alumínio (ABAL, 2013). A figura 2.4 mostra o minério de Bauxita ao lado de um segmento de lingote de Alumínio após transformação.

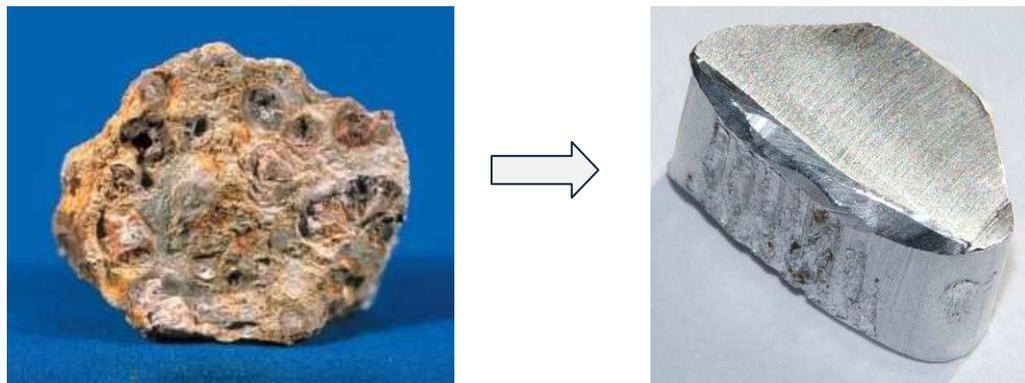


Figura 2.4 – Transformação da Bauxita, imagem à esquerda, em Alumínio, imagem à direita (Fonte: <http://www.infoescola.com/elementos-quimicos/aluminio/>).

Em 1827, o alemão Freidrich Wöhler descreveu o processo de obtenção de alumínio em laboratório, a partir da reação de potássio com cloreto de alumínio anidro.

O alumínio impuro constitui cerca de 8% do solo da Terra, e se apresenta na forma da criolita (fluoretos de alumínio de sódio), bauxita (hidróxidos de alumínio com argila) ou ainda, granitos e outros sais silicatados e oxigenados. Praticamente todo o alumínio produzido provém da própria bauxita, pois os outros minérios tornam o processo inviável, seja pela escassez ou pela dificuldade de romper as ligações químicas, exigindo altas temperaturas.

Mesmo sendo a bauxita o minério mais fácil para a obtenção desse metal, o processo de transformação exige muita energia, sendo a proporção 1:14 000, ou seja, para cada 1 tonelada de alumínio extraído, necessita-se de 14 000 KW/h de energia elétrica. Daí tira-se a necessidade urgente de reciclagem do alumínio já produzido, pois a demanda energética é 95% menor, além de que, para se decompor na natureza, são necessários em torno de 400 anos.

Um dos aspectos que tornam o alumínio tão atraente é a facilidade de poder se combinar com a maioria dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga, e formar as ligas de alumínio. Com essas combinações, é possível obter características tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final.

Quando o alumínio se resfria e se solidifica, alguns dos constituintes da liga podem ser retidos em solução sólida. Isto faz com que a estrutura atômica do metal se torne mais rígida. Os átomos podem ser visualizados como sendo arranjados em uma rede cristalina regular formando moléculas de tamanhos diferentes daqueles do elemento de liga principal. 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 as aplicações específicas (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

O grande alcance das ligas de alumínio oferece à indústria uma grande variedade de combinações de resistência mecânica, resistência à corrosão e ao ataque de substâncias químicas, condutibilidade elétrica, usinabilidade, ductibilidade e formabilidade. Além desses benefícios, a baixa densidade do alumínio e suas ligas, aproximadamente 35% da do aço e cerca de 30% da do cobre, com a resistência de algumas de suas ligas serem superiores à resistência de aços estruturais comuns, são fatores ímpares para a escolha desse tipo de material. Um dos exemplos é na indústria têxtil, onde os sais incolores expelidos pelo alumínio não mancham ou descolorem produtos com os quais estão em contato.

A função de cada elemento da liga se altera de acordo com a quantidade dos elementos presentes na liga e com a sua interação com outros elementos entre:

- a) Elementos que conferem à liga a sua característica principal (resistência mecânica, resistência à corrosão, fluidez no preenchimento de moldes, etc.);
- b) Elementos que tem função acessória, como o controle de microestrutura, de impurezas e traços que prejudicam a fabricação ou a aplicação do produto, os quais devem ser controlados no seu teor máximo.

Segundo SOUSA (2012), algumas ligas de alumínio podem apresentar um aumento em sua resistência através de tratamento térmico. Sabe-se de ligas de alumínio que possuem resistência à tração de aproximadamente 700 MPA. O alumínio e suas ligas perdem parte de sua resistência quando submetidas a

elevadas temperaturas. No entanto, as ligas de alumínio submetidas a temperaturas abaixo de zero, aumentam sua resistência sem perder ductilidade. Exemplo dessa última situação são as aplicações dos alumínios em temperaturas abaixo de zero como em cascos de aeronaves.

A descoberta do “envelhecimento”, das ligas que contém magnésio e silício conduziu ao desenvolvimento das principais ligas estruturais utilizadas hoje na engenharia. Este foi um trabalho pioneiro no campo das ligas de alumínio-magnésio, amplamente utilizadas atualmente na indústria naval. Outro importante emprego do alumínio é sua utilização nas ligas de fundição, que permitem um maior aproveitamento das sucatas de aviões (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

As ligas de alumínio cujo aumento de resistência mecânica se consegue apenas com deformação plástica a frio, são ligas não-tratáveis termicamente. Porém, as ligas tratáveis termicamente conseguem um aumento na resistência mecânica através de tratamentos térmicos.

O aumento das propriedades mecânicas é justificado pelo endurecimento por precipitação, com a formação de fases duras como CuAl_2 e AlFeSi .

A composição química do alumínio e suas ligas são expressas em porcentagem, obedecendo a Norma NBR 6834 da ABNT. Esta norma abrange sistemas de classificação das ligas trabalháveis, das ligas para fundição, peças, lingotes e de alumínio primário, além de densidade nominal das ligas trabalháveis de alumínio.

Para identificar as ligas de alumínio padrão, é utilizado um sistema de designação numérica de quatro dígitos. O primeiro dígito indica o grupo de ligas da seguinte maneira (ABAL, 2004).

- a) Alumínio não-ligado de no mínimo 99,00% de pureza, 1XXX;
- b) Ligas de alumínio, agrupadas segundo o elemento de liga principal, conforme Tabela 2.2.

Tabela 2.2 – Designação numérica para as ligas de alumínio a partir da série 2XXX.

Cobre.....	2XXX
Manganês.....	3XXX
Silício.....	4XXX
Magnésio.....	5XXX
Magnésio e Silício.....	6XXX
Zinco.....	7XXX
Outros elementos.....	8XXX
Série não utilizada.....	9XXX

Ligas tratadas termicamente de elevada resistência, tem no cobre (série 2XXX) ou zinco (série 7XXX) os principais elementos de liga. São tão resistentes quanto o aço estrutural, mas necessitam de proteção superficial. Estas ligas são utilizadas quando o fator resistência/peso for o principal requisito, como na aviação, peças usinadas e forjadas, transporte, máquinas e equipamentos. (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

Na figura 2.5, mostramos as combinações padrão para as ligas de alumínio.

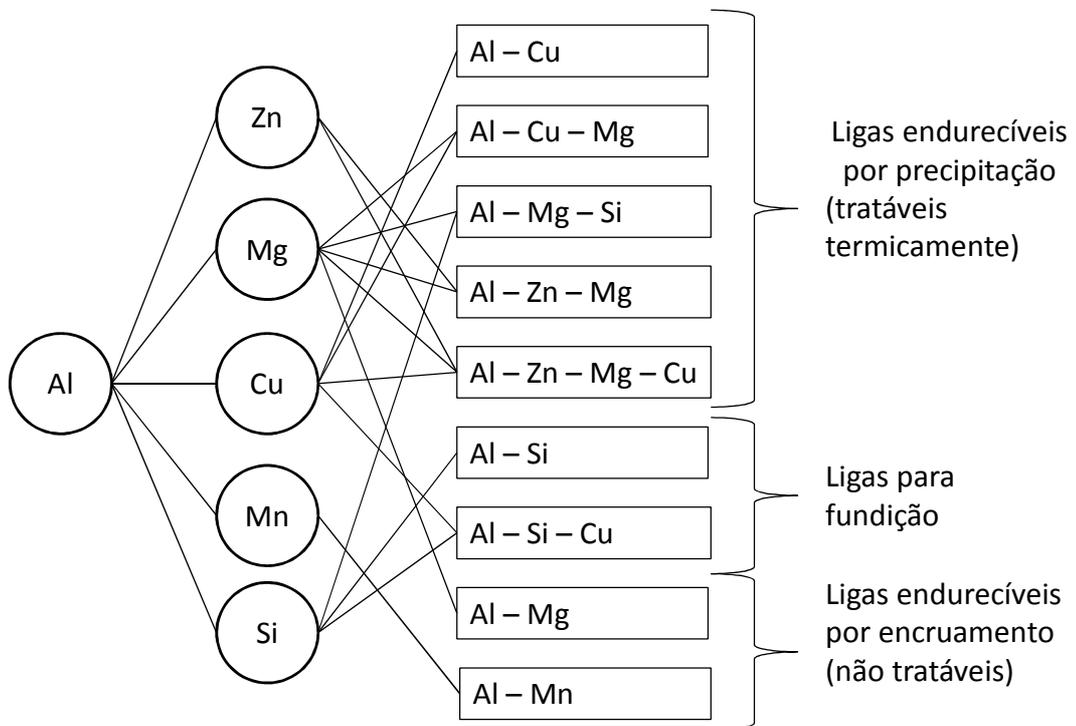


Figura 2.5 - Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio (ARAÚJO FILHO, 2012).

As principais impurezas das ligas de alumínio são:

- Ferro: reduz a trabalhabilidade (AlFe₃).
- Silício: aumenta a resistência à tração e resistência a corrosão.
- Cobre: aumenta a resistência à tração e usinabilidade.

Tabela 2.3 - Composição química da liga de alumínio AA 2124

Liga	Composição (%)									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outro	Al
AA 2124	0,20	0,30	3,80-4,90	0,30-0,90	1,20-1,80	0,10	0,25	0,15	0,15	91,40

Fonte: (ABAL, 2004)

Os reforços de materiais cerâmicos são os mais utilizados nos Compósitos de Matriz Metálicos (CMM) por possuírem baixa tenacidade à fratura e alta dureza. A fração volumétrica dos reforços e da matriz metálica influencia diretamente nas características finais dos compósitos.

A tabela 2.3 mostra a composição química da liga de alumínio AA 2124 que será tema deste trabalho. A tabela 2.4, abaixo, mostra a classificação das ligas de alumínio segundo The Aluminum Association Inc.

Tabela 2.4 – Sistema de Classificação da The Aluminum Association Inc.

Série	Elemento(s) de liga principal(is)	Outros elementos de liga
1XXX	Alumínio puro	-
2XXX	Cu	Mg, Li
3XXX	Mn	Mg
4XXX	Si	-
5XXX	Mg	-
6XXX	Mg, Si	-
7XXX	Zn	Cu, Mg, Cr, Zr
8XXX	Sn, Li, Fe, Cu, Mg	-
9XXX	Reservado para uso futuro	-

Fonte: (ABAL, 2004).

2.3. Nitreto de Silício (Si₃N₄)

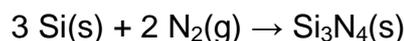
Nitreto de silício (Si₃N₄) é um composto químico de silício e nitrogênio que forma uma cerâmica de alta resistência em uma ampla faixa de temperatura, condutividade térmica moderada, baixo coeficiente de dilatação térmica. Esse composto possui propriedades de elasticidade e tenacidade moderadamente altas se tratando de uma cerâmica. Esta combinação de propriedades em uma cerâmica leva a uma excelente resistência ao choque térmico, capacidade de suportar altas cargas estruturais e temperaturas, e resistência ao desgaste.

O nitreto de silício foi produzido pela primeira vez em 1857 por Deville e Wohler, mas sua produção comercial ativa começou apenas em 1950. Na natureza, Si₃N₄ foi encontrado na década de 1990 como minúsculas inclusões em meteoritos, e foi nomeado *nierite* pelo físico americano Alfred OC Nier (FOGAGNOLO, 2002).

O trabalho britânico com nitreto de silício, iniciado em 1953, destinava-se para turbinas a gás em altas temperaturas e resultou no desenvolvimento de outros compostos de nitreto de silício. Em 1971, a Agência do Projeto de Pesquisa Avançada do Departamento de Defesa dos EUA firmou um contrato de 17 milhões dólares EUA com a Ford e a Westinghouse por duas turbinas a gás de cerâmica (FOGAGNOLO, 2002).

Mesmo que as propriedades do nitreto de silício fossem bem conhecidas, a sua ocorrência natural foi descoberta apenas na década de 1990, como pequenas inclusões (cerca de 2x0,5 μm de tamanho) em meteoritos. O mineral foi nomeado *nierite* por um pioneiro da espectrometria de massa Alfred OC Nier (LEE, 1995).

O nitreto de silício pode ser obtido por reação direta entre silício e nitrogênio em temperaturas entre 1300°C e 1400°C (SOUSA, 2012) .



O nitreto de silício é difícil de produzir como um material a granel. Este tipo de cerâmica não aguenta temperaturas superiores a 1850°C, que é abaixo do seu ponto de fusão, devido à dissociação do silício e nitrogênio. Portanto, temos problemas para esse composto, com a aplicação de técnicas convencionais de sinterização em altas temperaturas. A ligação do pó de Si₃N₄ pode ser conseguida a temperaturas mais baixas através da adição de materiais adicionais, que

normalmente induzem um grau de sinterização por fase líquida (CERTEC, 2011). A alternativa mais limpa é a utilização de sinterização por faíscas de plasma onde o aquecimento é conduzido muito rapidamente (segundos), passando pulsos de corrente elétrica através do pó compactado.

Existem três estruturas cristalográficas de nitreto de silício (Si_3N_4), designado como α , β e γ . As fases α e β são as formas mais comuns de Si_3N_4 , e podem ser produzidas sob condição de pressão normal. A fase γ só pode ser sintetizada sob altas pressões e temperaturas e tem uma dureza de 35 GPa (SURYNARANA C., 2001).

A fase- α é quimicamente instável comparado com a fase- β . Em altas temperaturas, quando uma fase líquida estiver presente, a fase- α sempre se transforma na fase β . Portanto, $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ é a principal forma utilizada na cerâmica Si_3N_4 .

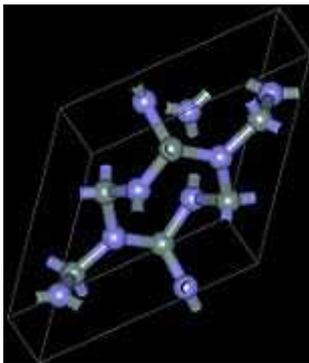
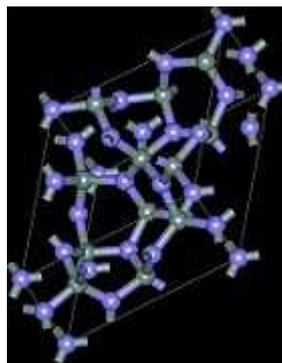
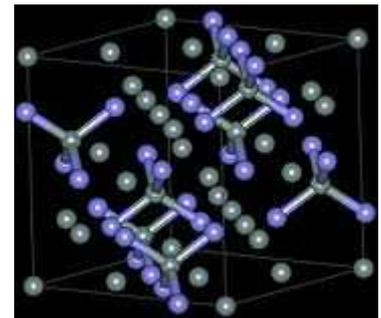
Triangular $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ Hexagono $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ Cubo $\gamma\text{-Si}_3\text{N}_4$

Figura 2.6 – Arranjos cristalinos do Si_3N_4 nas fases α , β e γ .

2.4. Metalurgia do Pó

Metalurgia do pó é a técnica metalúrgica que consiste em transformar pós de metais, metaloides ou ligas metálicas e, às vezes também substâncias não metálicas em peças resistentes, compactadas na forma desejada, recorrendo-se apenas ao emprego de pressão e calor. Permite a obtenção de peças com ponto de fusão alto a partir do pó do material, como por exemplo, o titânio que apresenta ponto de fusão 1668°C , e ainda, permite a obtenção e ligas com materiais que não são fáceis de criar por outros processos convencionais (PATNAIK, 2002).

Esta técnica é um processo de conformação metálica que possui um vasto campo de aplicações que inclui, por exemplo, a fabricação de peças para componentes automotivos, eletrodomésticos, ferramentas de corte, ferramentas elétricas, fabricação de braqu岸ts para aparelho dentários entre outros (ABAL, 2013).

O processo envolve, em princípio, as seguintes etapas fundamentais (CHIAVERINI, 1986):

1. Mistura de pós;
2. Compressão da mistura resultante com emprego de moldes (matrizes). Essa etapa é chamada de compactação;
3. Aquecimento do compactado resultante, de modo a produzir-se uma ligação entre partículas e conferir resistência mecânica ao compactado, a sinterização.

A metalurgia do pó permite a criação de novos materiais ou de novos conceitos em propriedades combinadas dos constituintes do material, no caso do compósito, a combinação de resistência e leveza, por exemplo, (FOGAGNOLO, 2004). Peças como filamentos de tungstênio (fusão a 3422°C) de lâmpadas incandescentes, foram produzidas desde o início do século XX, utilizando-se das técnicas de sinterização de pós (PATNAIK, 2002). A indústria elétrica foi a pioneira na utilização de produtos obtidos pela metalurgia do pó e, logo após, ganhou espaço em outras áreas como aeronáutica e automobilística, por exemplo, (PARK, 1993).

Entre os produtos que são mais eficientes e economicamente fabricados por metalurgia do pó incluem-se os seguintes: peças de forma relativamente complexas e de grande precisão dimensional de ferro e aço, cobre e suas ligas, alumínio e suas ligas e outros metais e ligas, utilizadas em grande escala nos mais variados setores de máquinas, veículos e equipamentos, certos tipos de ímãs permanentes (CHIAVERINI, 1986).

Na metalurgia do pó podemos citar outras vantagens do processo: controle rigoroso da composição do material e eliminação ou redução a um mínimo das impurezas introduzidas pelos processos metalúrgicos convencionais; operação em atmosfera rigorosamente controlada ou em vácuo; redução ou eliminação das perdas de material ou produção de sucata; maior rapidez e maior economia de fabricação (CHIAVERINI, 1986).

Comparando-se com outros processos convencionais de fabricação, a técnica de metalurgia do pó leva vantagem pela redução de etapas evitando certos inconvenientes relativos ao processo, como por exemplo, a segregação e defeitos internos (vazios) muito comuns na fundição (IWATA, 1989).

Uma vantagem muito significativa refere-se ao fato de se utilizar combinação de pós. Deste modo o trabalho de mistura é feito em temperatura ambiente, com isso a matéria prima está em estado sólido e conseqüentemente o processo não requer cuidados com um controle da atmosfera protetora para evitar reações de oxidação (ZILNYK, 2008).



Figura 2.7 – Comparativo entre a técnica de metalurgia do pó e outros processos de fabricação (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

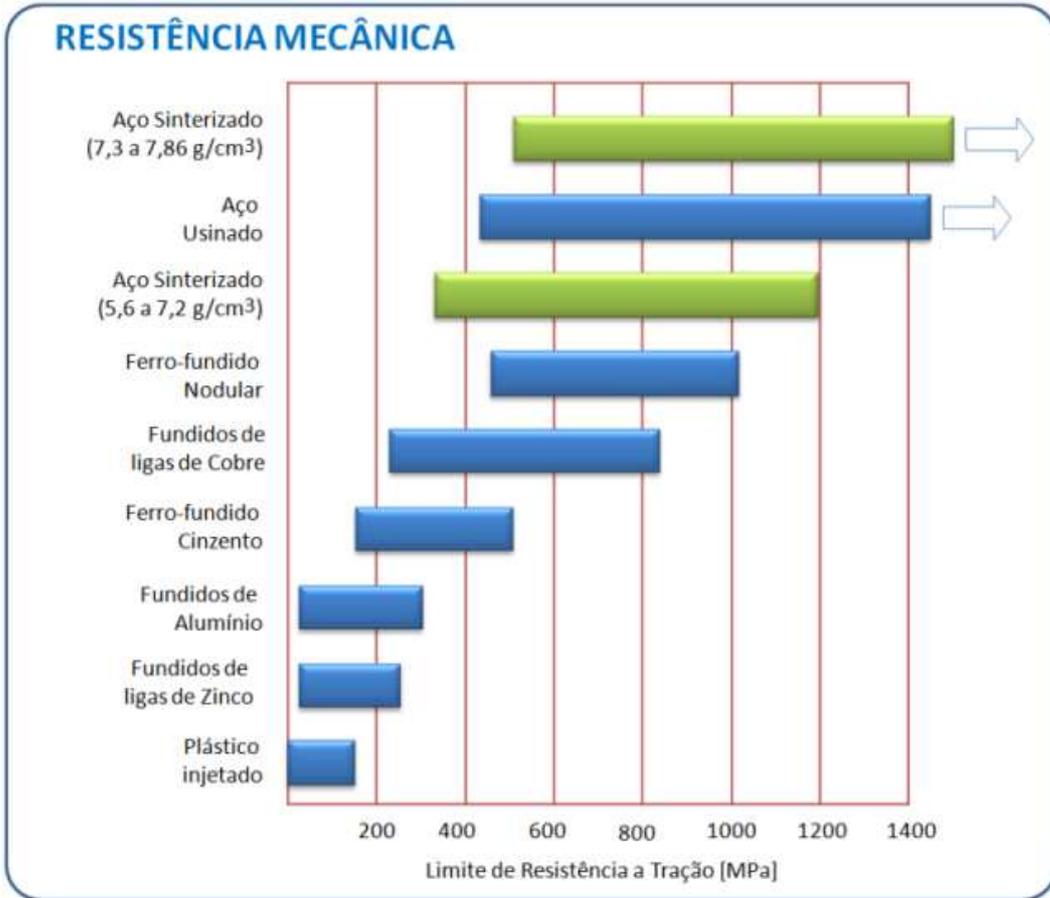


Figura 2.8 – Comparativo da Resistência Mecânica entre diversos processos de fabricação (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

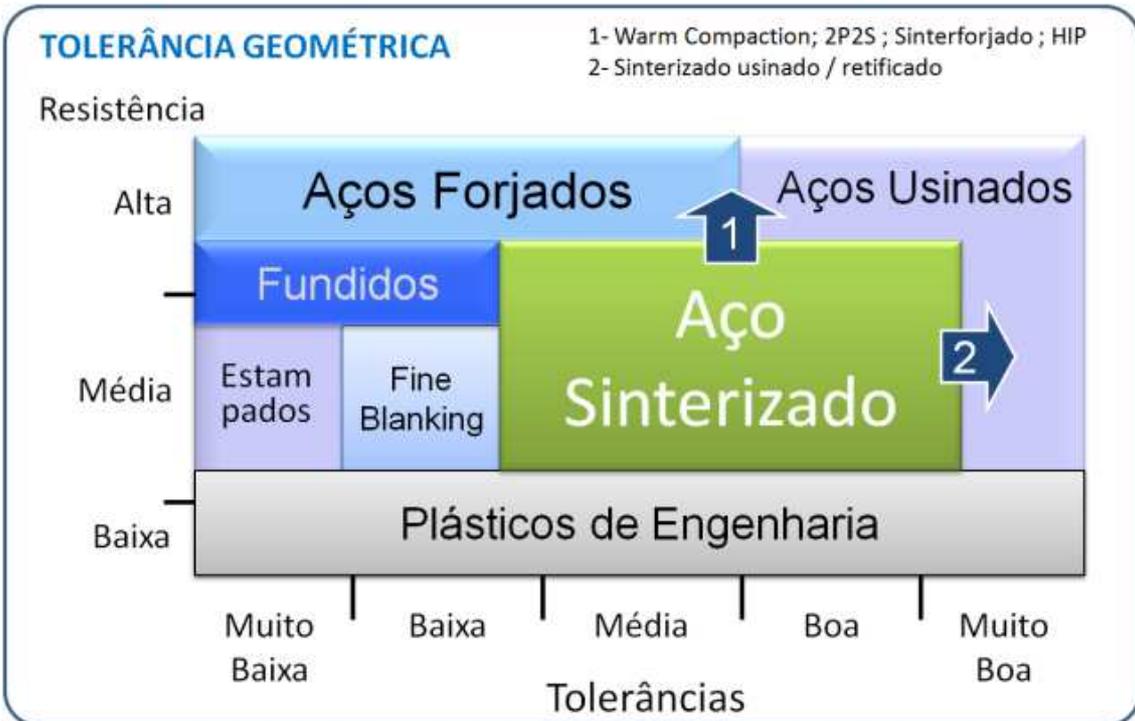


Figura 2.9 – Comparativo da Tolerância Geométrica entre diversos processos de fabricação (Associação Brasileira do Alumínio, 2013).

Dentre as principais desvantagens encontra-se o elevado custo inicial do processo que só justificado se tivermos uma grande produção que possa diluir o valor das matrizes (ODANI, 1994). A desvantagem da técnica é o tamanho das peças fabricadas, limitadas pela capacidade das prensas (CHIAVERINI, 1986). Existe também uma desvantagem crítica em relação a soldabilidade entre peças finalizadas. A soldagem da peça sinterizada não é possível, pois afetaria as características físicas e químicas, motivadas pela porosidade (CINTHO, 2008).

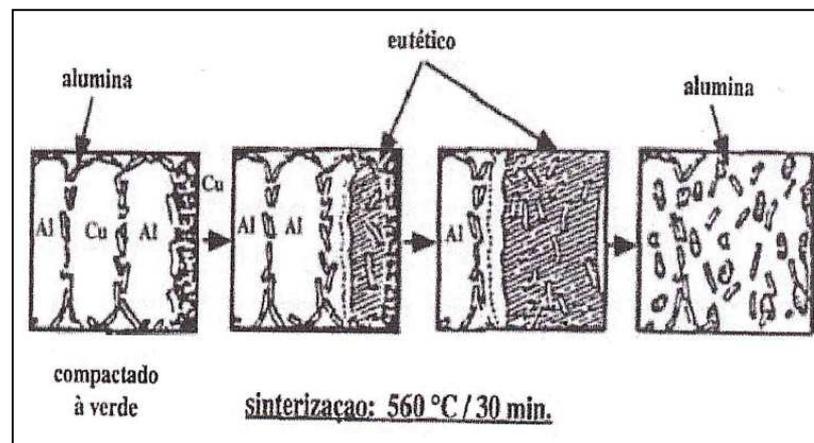


Figura 2.10 – Desenho esquemático da sinterização convencional de pós de alumínio (MOURISCO, 1995).

Na compactação de ligas de alumínio há a formação de contatos (metálicos, ou metal-cerâmicos no caso dos compósitos). No aquecimento os contatos metal metal (Al-Al, Al-Cu, etc) dão origem à fase líquida. Durante o aquecimento prévio à sinterização há um período de queima do lubrificante que não deve ser feito a temperaturas altas e ainda com baixa taxa de aquecimento. Após esse período a taxa de aquecimento deve ser alta para minimizar mudanças dimensionais (MOURISCO, 1995).

As etapas da metalurgia do pó para obtenção de compósitos são as seguintes (NUNES, 2003):

- Obtenção do pó;
- Mistura dos pós;
- Compactação da mistura de pós;
- Sinterização;
- Operações de acabamento e ajuste dimensional.

2.4.1. Obtenção do pó

Para a escolha dos pós para utilização na metalurgia do pó, devemos levar em consideração as características dos pós de partida, como composição química e pureza, tamanho de partícula e distribuição desse tamanho de partícula, forma da partícula e textura superficial. Cada partícula de pó deve apresentar a composição desejada para a liga, isso garantirá o sucesso na obtenção do produto final (POQUILLON, 2002; MOURA, 2013).

Atualmente existem pós comerciais, com diversas purezas e composições, porém podemos obter pós usando algum processo de usinagem. Uma forma de obtenção de pós finos é através da técnica de atomização que consiste basicamente em fundir um metal, fazê-lo escoar sob a forma de fio e então pulverizar esse filete de metal, com um fluxo de gás que irá produzir partículas finíssimas e incandescentes que por gravidade irão se depositar no fundo de uma câmara de contenção (MOURA, 2013; LIMAM 2008).

Temos outros processos para obtenção de pó: através do método “cold stream”, que se utiliza do fato de os metais serem frágeis em baixas temperaturas; redução química de compostos particulados, onde os agentes redutores são gases (carbono ou hidrogênio) ou sólidos; deposição eletroquímica (produz grãos dendríticos), pulverização (trituração) e esmerilhamento, condensação de vapor de metal, precipitação de soluções. A maioria dos metais e ligas podem ser convertidos em pó (MURTY, 1998; MORO, 2007).

2.4.2. Mistura dos pós

Os componentes de uma mistura de pós são: os pós de interesse; ligantes; lubrificantes; e agentes controladores de processo. Uma mistura deve ter as seguintes características: uniformidade; propriedades físicas e mecânicas desejadas; fluidez proporcionada pela adição de lubrificantes. A mistura pode ocorrer em atmosfera protegida visando evitar oxidação, pode ser feita ao ar ou na presença de líquidos (KOCH, 1997; GLEITER, 2000).

2.4.3. Compactação dos Pós

A compactação do pó é um processo que visa a obtenção do compactado verde, pré-forma do compósito que recebe esse nome por está frágil sem consolidação. A compactação do pó pode ser processada em matrizes de modo uniaxial ou dupla ação. A execução é feita utilizando-se ferramentas rígidas com acionamento mecânico, hidráulico ou pneumático. No princípio, há uma redução de vazios com o adensamento do pó, sem deformação e sem adesão das partículas; logo após, tem-se a deformação plástica devido à pressão aplicada (na ordem de 1,6 a 10 t/cm²) resultando em uma “solda fria” (FOGAGNOLO, 2003). Ao se projetar a forma da peça, deve-se cogitar a possibilidade da formação de zonas neutras, região onde a força de compactação é menor e por esse motivo são formadas propriedades heterogêneas (AMBROZIO, 2003; FOGAGNOLO, 2000).

A melhor opção, quando se deseja obter uma forma complexa, é a compactação isostática a frio (*Cold Isostatic Pressing - CIP*), devido o pó ser selado dentro de uma forma flexível e depois imerso em meio líquido ou gasoso, submetido a alta pressão. Um fator a se levar em consideração é o poder abrasivo das partículas de pó. Esse fator influenciará a vida útil da matriz após ciclos de trabalho (GARCIA, 2001).

Existe um caso onde há uma variação de compactação e sinterização simultânea, que é denominada Compactação Isostática a Quente (*Hot Isostatic Pressing – HIP*) (TORRALBA, 2003).

2.4.4. Sinterização

A sinterização é um processo natural em que um conjunto de partículas em contato mútuo, sob a ação da temperatura, transformasse em um corpo íntegro e de maior resistência mecânica, podendo, inclusive, tornar-se totalmente denso. São inúmeros os sistemas que sofrem sinterização, bem como são diversos os processos que levam à sinterização (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009).

Entretanto, ao aquecer-se um conjunto de partículas, elas podem sinterizar. Isto significa que existe um motivo, uma força motora, que impele o sistema à

sinterização, embora ela possa ocorrer de formas distintas. A chamada força motora da sinterização é a diminuição da energia que o sistema de partículas tem em excesso. Como a superfície total de um sistema de partículas é a soma da superfície de cada partícula, é possível notar o quanto é possível diminuir a energia do sistema, diminuindo-se sua área superficial. Uma medida da força motora de sinterização seria a razão área superficial/ volume. Quanto maior esta razão, maior será a força motora superficial (SOUZA, 2011).

Para o caso de partículas esférica, a razão é:

$$\frac{S}{V} = \frac{3}{r}$$

Onde :

S: Área superficial

V: Volume da amostra

r: razão

Nesta etapa as peças são aquecidas abaixo do ponto de fusão do metal de base e com controle atmosférico para reações como oxidação, controle da velocidade de aquecimento e resfriamento (MOURA, 2013).

A mudança das dimensões do corpo sinterizante em decorrência da sinterização está ligada ao processo de diminuição da área superficial do sistema, embora esta mudança não seja necessária para se diminuir esta energia. Na prática, a medição das dimensões do corpo é feita de duas formas diferentes: a forma contínua e a forma intermitente. (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009).

Durante a sinterização, a estrutura sofre mudanças significativas, podendo ocorrer formação de novas fases, crescimento de grãos, alargamento de contatos entre partículas, fechamento e mudança na distribuição de tamanho de poros.

A figura 2.14 exhibe como variam algumas propriedades do corpo sinterizante conforme seu nível de sinterização, representado pela temperatura de sinterização.

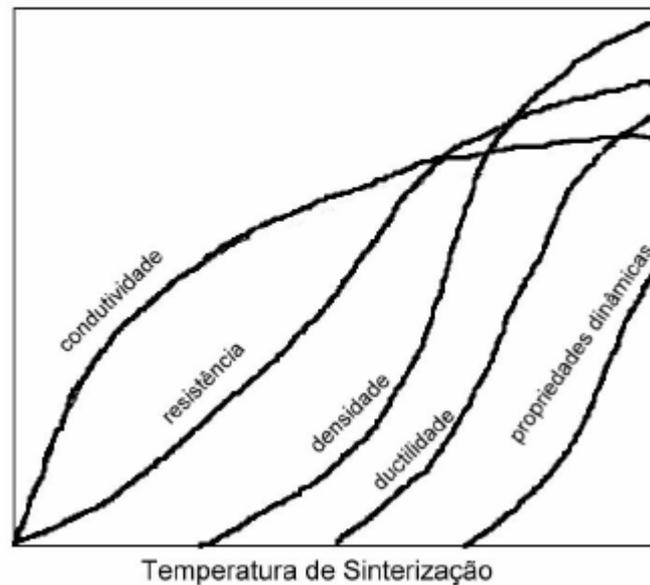


Figura 2.11 – Comportamento típico de diversas propriedades de peças sinterizadas em diferentes temperaturas (SOUZA, 2011).

Quanto mais alta esta temperatura, em geral, mais sinterizada está a estrutura (MOURA, 2013).

A sinterização é composta por três passos: a purga que irá promover a queima do ar e remover lubrificantes e ligantes que poderiam interferir na boa densificação da peça; estágio de alta temperatura responsável pela difusão no estado sólido e também ocorre a união das partículas, como mostra a figura 2.15 e 2.16; período de resfriamento onde as peças irão resfriar sob controle da atmosfera do forno (GARCIA, 2001; CAMARGO, 1993).

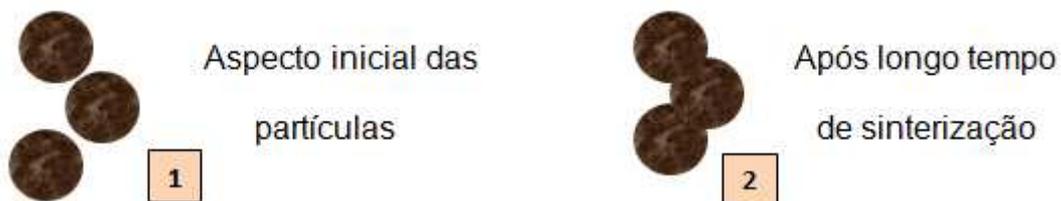


Figura 2.12 – Ilustração do aspecto das partículas na sinterização (MOURA, 2013).

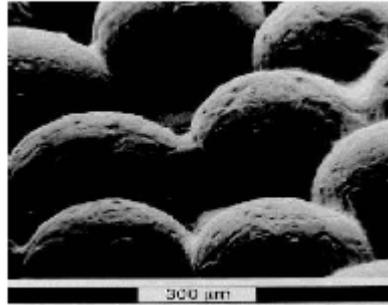


Figura 2.13 – MEV de partículas sinterizadas (MOURA, 2013).

No processo de sinterização sólida, conforme mostra a figura 2.17, durante o estágio inicial surgem as ligações entre as partículas nas regiões de contato, aumentando até formar o pescoço entre elas. No estágio intermediário a estrutura dos poros é suavizada formando uma estrutura cilíndrica interconectada. A densidade total ou plena é atingida quando os processos atômicos associados ao crescimento do grão são minimizados e aqueles associados a densificação são favorecidos. O crescimento de grão ocorre a partir do último estágio durante o qual os poros tornam-se esféricos e isolados.

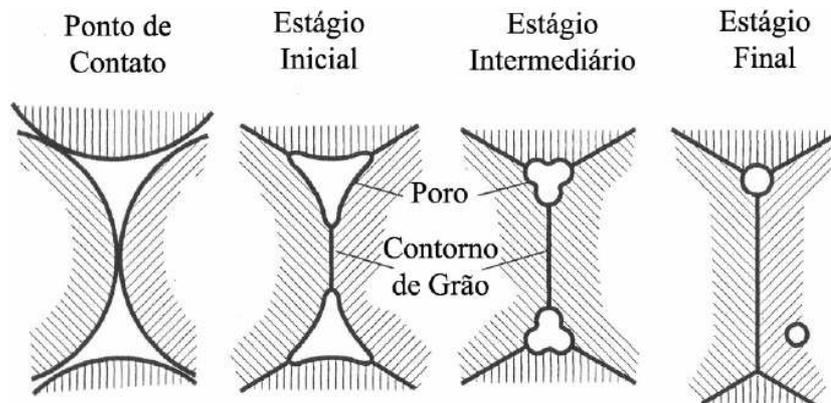


Figura 2.14 – Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final. (COSENTINO, 2006).

2.4.5. Operações Secundárias de Acabamento e de Ajuste Dimensional

Após a sinterização, a extensa maioria dos produtos processados pela metalurgia do pó estão prontos para utilização. Em alguns casos serão necessários operações para otimização dimensional, conferência das características especiais e ajuste na resistência do produto. Se vier a ocorrer distorções, faz-se necessário um reprocessamento e redimensionamento (GHAZALI, 2006).

Uma segunda confecção após a sinterização, poderá ser necessário para aumentar a densidade e melhorar as propriedades mecânicas. Esse processo é conhecido como recompressão. O processo de infiltração pode ser utilizado para preenchimento dos poros com outros elementos e conferir ao produto uma funcionalidade. Esse projeto é utilizado em uma matriz de alumínio impregnando-a com cobre vaporizado sob alta pressão para produzir uma peça cuja condutividade elétrica é bastante otimizada (FOGAGNOLO, 2003).

Na metalurgia do pó, os produtos podem ser submetidos as operações de acabamento convencional como tratamentos térmicos, tratamentos superficiais e usinagem (GROSZ, 2008).

As propriedades dos produtos de metalurgia do pó dependem de fatores como (MOURA, 2013):

- Tipo e granulometria do pó. Ver figura 2.18.
- Quantidade e tipo de lubrificante
- Pressão de compactação
- Tempo e temperatura de sinterização
- Tratamentos de acabamento

As propriedades mecânicas dos produtos sinterizados dependem diretamente de sua densidade. Assim os produtos são projetados e os materiais selecionados de modo que as propriedades finais sejam atingidas com a porosidade final (MORO, 2007).

Para atingir esses objetivos, é necessário a adoção dos critérios abaixo (DIAS, 2005):

- Formato da peça deve permitir a ejeção da matriz de compactação;
- Pó não deve fluir dentro de cavidades pequenas;
- Formato das peças deve contar com a construção de ferramentas resistentes;
- A espessura da peça deve ser compatível com processo de compactação;
- A peça deve ser projetada para permitir pequenas alterações na espessura tanto quanto for possível;
- Levantar em conta, se há outras possibilidades de processo de produção;
- Projeto deve ser consistente com equipamento disponível;
- Avaliar e mensurar todas as tolerâncias;
- Considerar e compensar alterações dimensionais após a compactação e sinterização.

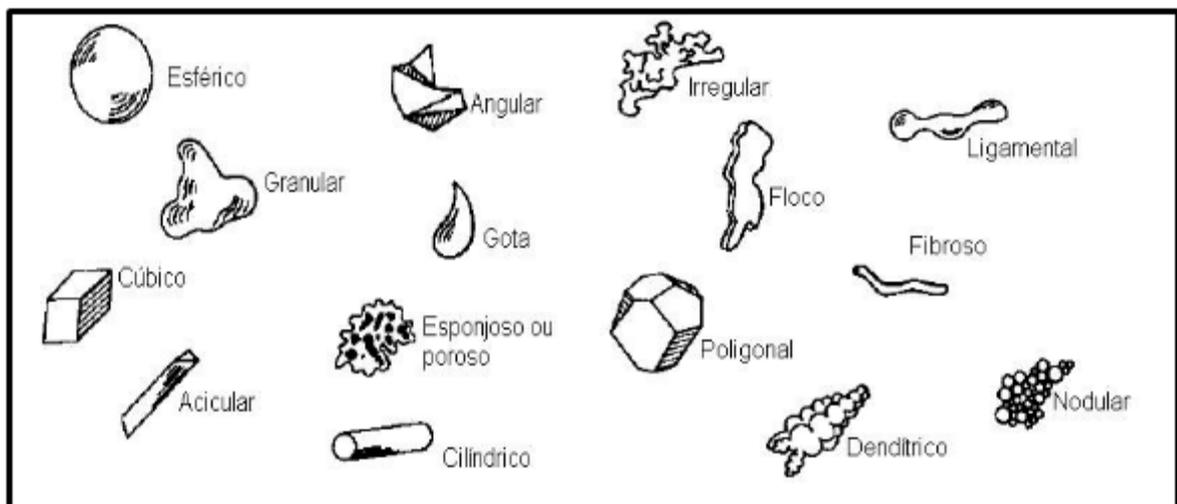


Figura 2.15 – Diversos formatos de partículas de pó (MOURA, 2013).

Os produtos obtidos pelas técnicas de metalurgia do pó são classificados e distribuídos em dois grupos (A METALURGIA DO PÓ, VÁRIOS AUTORES, 2009):

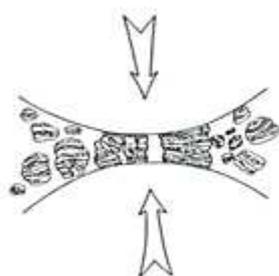
- Produtos característicos de obtenção por compactação e sinterização de pós, seja por propriedades finais ou características próprias (Metais refratários; Metais duros; Materiais porosos; Materiais de fricção - Constituídos por um metal base [Cu ou Fe]; Materiais para contato elétrico; etc.);
- Produtos com metalurgia convencional, porém com produção pela metalurgia do pó mais eficiente (ex.: peças estruturais).

2.5. Moagem de alta energia

A Moagem de Alta Energia (MAE) ou Mechanical Alloying (MA) é uma técnica de processamento de pós que ocorre no estado sólido envolvendo repetidas soldas, fraturas e novamente soldadas, em moinhos tipo vibratório, atritores ou planetários, visando obter ligações a nível atômico dos pós constituintes.

Desenvolvida em 1966 pelo pesquisador Jonh Benjamim e seus colaboradores no laboratório INCO (International Nickel Company) desenvolveram esse processo como resultado de uma longa busca para obtenção de superligas de níquel reforçadas com partículas de óxidos para aplicação em turbinas a gás. Essas ligas deveriam apresentar os seguintes requisitos: resistências à alta temperatura, resistência à corrosão e resistência à oxidação. O tamanho das partículas usadas em moagem de alta energia pode variar entre 1 e 200 μm . Este tamanho diminui exponencialmente com o tempo de moagem (SURYANARAYANA, 1987).

A técnica consiste na colocação dos pós numa jarra hermeticamente fechada e nela adiciona-se esferas de aço e um agente controlador de processo. No final da moagem o agente não estará mais presente, devido ao aquecimento característico e evaporação na abertura da jarra. Ao entrarem em contato, as esferas transferem energia cinética fazendo com que o encontro entre duas esferas e certa quantidade de material entre elas, haverá a colisão em alta velocidade; essa energia é transferida para as partículas do pó, provocando mecanismos de deformação plástica, fratura e soldagem, resultando em camadas de partículas achatadas, conforme mostrado na figura 2.19 (MOURA, 2012).



Na Figura ao lado, identificamos duas esferas se aproximam, tendo entre elas uma pequena porção do material que irá sofrer a deformação decorrente da colisão.

Figura 2.16 – Detalhamento esquemático da moagem de alta energia (MOURA, 2013).

As principais variáveis do processo de MAE são: tipo de moinho, recipiente de moagem, velocidade, tempo, tamanho e distribuição das bolas, relação de massa de bola/massa de pó (poder de moagem), tamanho da jarra, atmosfera, agente de controle de processos e temperatura (SOUSA, 2012).

De acordo com a figura 2.20, podemos observar que devido o impacto continuado das bolas de moagem, a estrutura das partículas é constantemente refinada. Boa parte da energia é perdida na forma de calor e uma pequena quantidade é utilizada na deformação elástica e plástica (SURYANARAYANA, 1987).

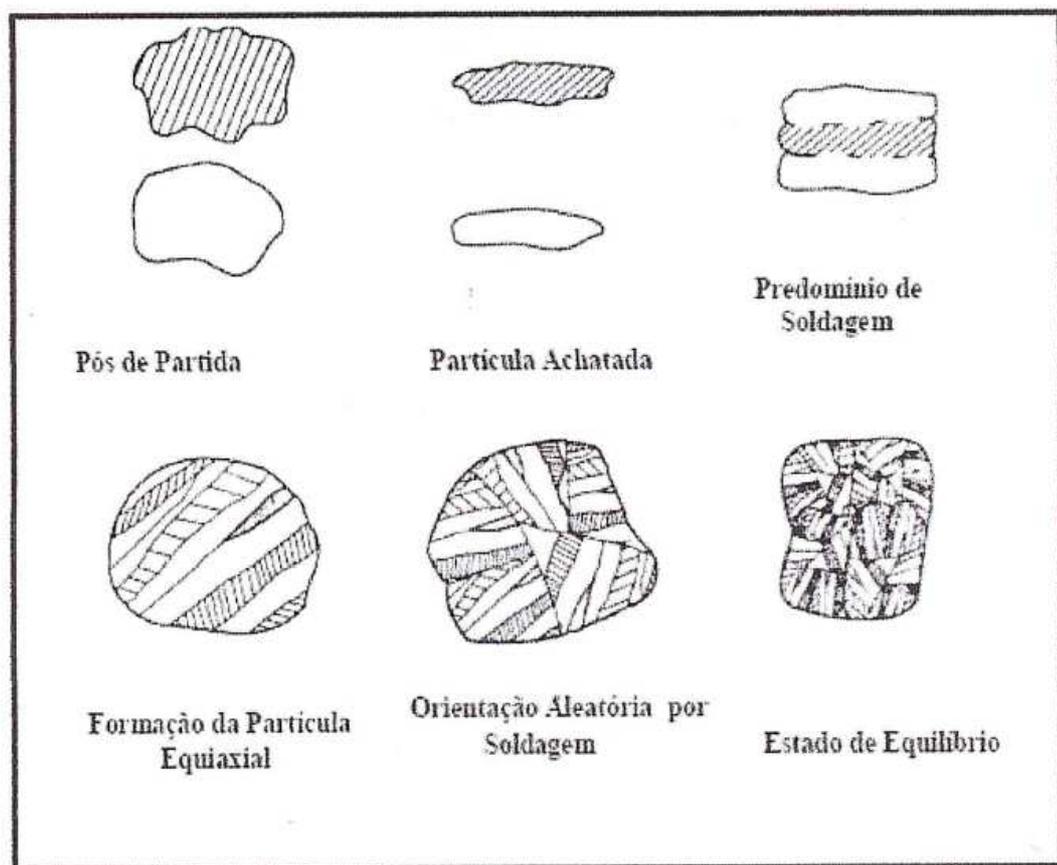


Figura 2.17 – Evolução da morfologia esférica para morfologia equiaxial de uma partícula submetida ao processo de Moagem de Alta Energia (BENJAMIN, 1970).

Existem diferentes tipos de moinhos de alta energia utilizados pra produção do pó. Eles apresentam diferentes capacidades de moagem. Podem ser adaptados com resfriamento e aquecimento dependendo da necessidade do processo.

2.5.1. Moinho Vibratório tipo Spex

Moinho é amplamente utilizado no processamento de moagem de materiais das áreas de metalurgia, materiais de construção, produtos químicos, mineração, e entre outros. Segue as principais características (SOUSA, 2012):

- Capacidade = 10 a 20 gramas;
- Fins = pesquisa;
- Fabricados por Spex Certprep, Metuchen, NJ;
- Possui uma jarra contendo amostra e bolas oscilando energicamente para frente e para trás, milhares de vezes por minuto;
- Velocidade de esferas alta (aproximadamente 5 m/s);
- Força de impacto da bola é considerada de alta energia;
- Já existe projetos para utilização de 02 frascos aumentando-se a eficiência;

2.5.2. Moinho planetário (pulverisette)

O moinho planetário é Ideal para moagem de ativação mecânica e ligas. A principal aplicação é no campo de investigação de materiais, para trituração rápida e fina, até nível coloidal, de amostras de laboratório secas ou em suspensão, mistura e homogeneização de emulsões e pastas.

As Condições de moagem são variáveis. Em alguns moinhos podem se variar as condições de rotação do disco suporte e do recipiente sobre si mesmo de forma independente.

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

2.5.3. Moinho Atritor

Atritores são moinhos em que podem ser processadas grandes quantidades de pó (0,5~40 kg) de cada vez. A velocidade do meio de moagem (~0,5 m/s) é bem inferior à do agitador e à do planetário e, conseqüentemente, a energia dos atritores é menor. Atritores de diversos tamanhos e capacidades estão disponíveis com uma variedade de meios de moagem (vidro, cerâmica, mulita, carbetto de silício, sialon, alumina, zircônio, aço inoxidável, aço carbono, aço cromo, carbetto de tungstênio e outros).

Um moinho atritor consiste de um tambor fixo vertical, com uma série de impulsadores das bolas em seu interior, dispostos sucessivamente, formando ângulos retos uns com os outros. O funcionamento de um atritor é simples. O pó a ser moído é depositado num tanque estacionário com a mídia de moagem. A mistura é então agitada pela hélice com os impulsores, girando a altas velocidades (~250 rpm). Isto faz que o meio de moagem exerça forças de cisalhamento e impacto no material. Um atritor de laboratório trabalha até 10 vezes mais rápido que um moinho convencional. Ver figura 2.21.

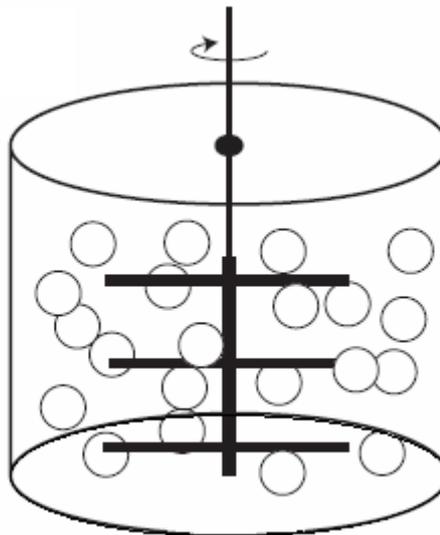


Figura 2.18 – Esquema de moinho tipo Atritor (SURYANARAYANA, 2001).

2.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um tipo de microscópio eletrônico capaz de produzir imagens de alta resolução da superfície de uma amostra. Devido a maneira com que as imagens são criadas, imagens de MEV tem uma aparência tridimensional característica e são úteis para avaliar a estrutura superficial de uma dada amostra.

Em um MEV típico, os elétrons são emitidos termionicamente a partir de um cátodo (filamento) de tungstênio ou hexaboreto de lantânio (LaB_6) e acelerados através de um ânodo, sendo também possível obter elétrons por efeito de emissão de campo. O tungstênio é tipicamente usado por ser o metal com mais alto ponto de fusão e mais baixa pressão de vapor, permitindo que seja aquecido para a emissão de elétrons. O feixe de elétrons, o qual normalmente têm uma energia que vai desde as algumas centenas de eV até 100 keV, é focalizado por uma ou duas lentes condensadoras, em um feixe com um ponto focal muito fino, com tamanho variando de 0,4 a 0,5 nm. Este feixe passa através de pares de bobinas de varredura e pares de placas de deflexão na coluna do microscópio.

Tipicamente as lentes objetivas, as quais defletem o feixe horizontal e verticalmente para que ele varra uma área retangular da superfície da amostra.

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação (até 300.000 x) e resolução. Na figura 2.22 podemos obser um exemplo da eficiência na ampliação da caracterização pelo MEV. As imagens fornecidas pelo MEV possuem um caráter virtual, pois o que é visualizado no monitor do aparelho é a transcodificação da energia emitida pelos elétrons, ao contrário da radiação de luz a qual estamos habitualmente acostumados.

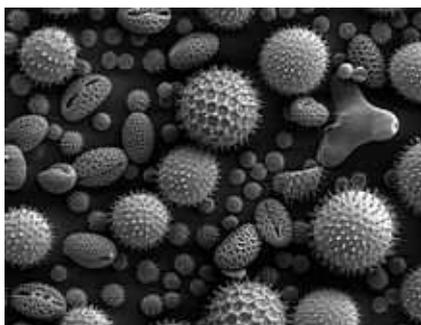


Figura 2.19 – Figura de grãos de pólen tomados em um MEV mostram a característica de profundidade de campo das micrografias (ARAÚJO FILHO, 2012).

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – MATERIAIS E MÉTODOS

Esta pesquisa iniciou-se com a confecção das amostras. Para tal, utilizaram-se pós da liga de alumínio AA 2124, reforçado com nitreto de silício (Si_3N_4), variando-se em: 5%, 10%, 15% e 20% em peso. Foram produzidas 9 amostras para cada percentual, resultando em 36 na totalidade. Utilizamos pressão de compactação e temperatura fixas, de $7,0 \text{ t/cm}^2$ e 500°C , respectivamente. O fluxo de processo apresentado na figura 3.1, mostra resumidamente a sequência de processo deste trabalho.

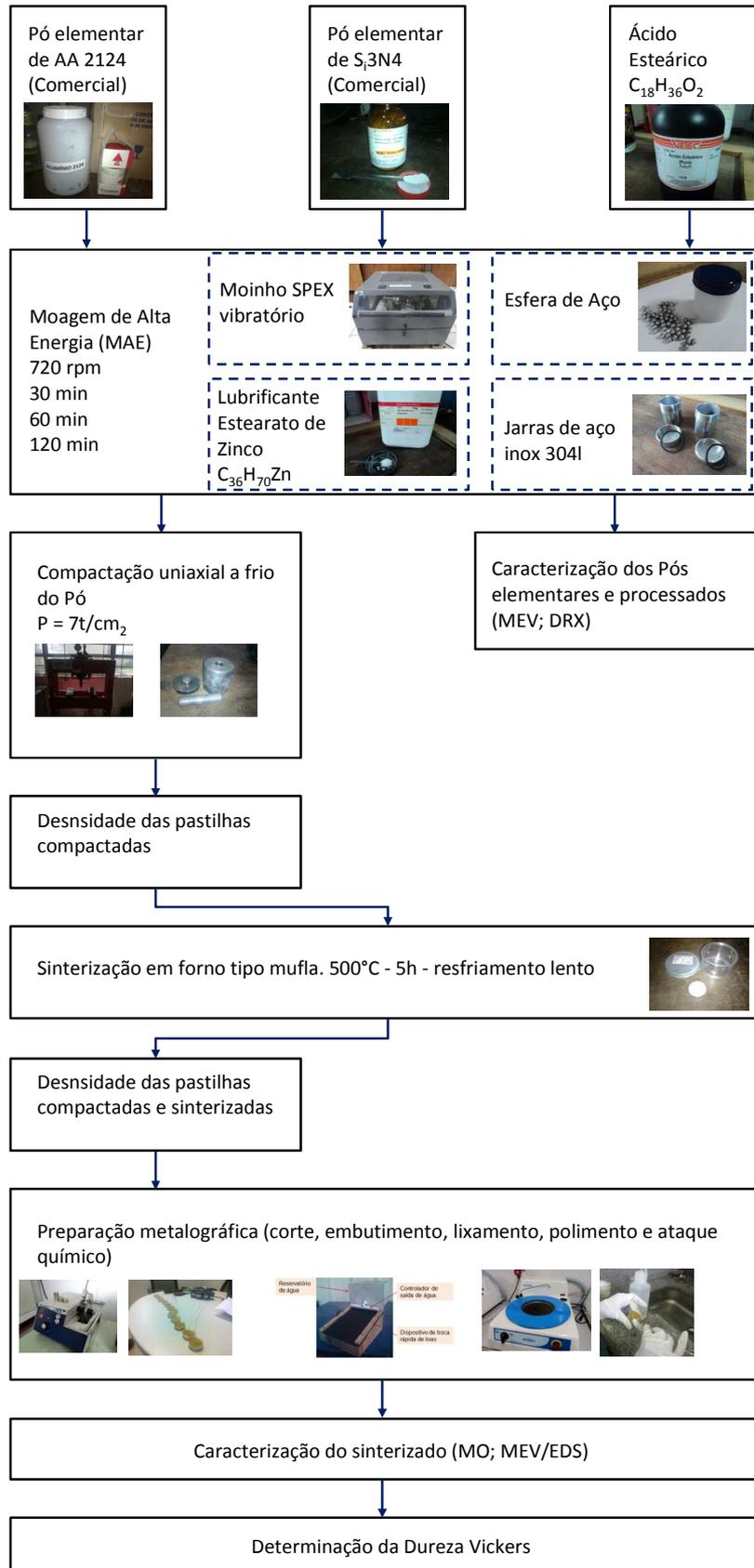


Figura 3.1 – Fluxo de processo do prosedimento de fabricação do compósito de liga de alumínio AA 2124 com reforço de Si_3N_4 .

3.1. Pós de partida

Foi utilizado no experimento pó de liga de alumínio AA 2124, como matriz do compósito, com concentração de alumínio de 91,4%, segundo classificação da Aluminum Association (AA), fabricado pela PECHINEY HERMILLON e reforço de nitreto de silício (Si_3N_4) fabricado pela SIGMA-ALDRICH.

Para as amostras usadas na caracterização, produzimos 5g de matriz + reforço. A variação em peso da fração do reforço foi estabelecida em 5%, 10%, 15% e 20% em peso do total, assim as unidades ficaram com a composição descrita abaixo:

- 9 unidades AA 2124 + 5% Si_3N_4 = 4,750g + 0,250g = 5,000g cada.
- 9 unidades AA 2124 + 10% Si_3N_4 = 4,500g + 0,500g = 5,000g cada.
- 9 unidades AA 2124 + 15% Si_3N_4 = 4,250g + 0,750g = 5,000g cada.
- 9 unidades AA 2124 + 20% Si_3N_4 = 4,000g + 1,000g = 5,000g cada.

Para cada conjunto de 3 (três) unidades, foi feita uma variação no tempo de processamento de cada amostra em moinho de esferas, 30, 60 e 120 minutos.

Para a compactação e sinterização da liga de alumínio AA 2124 reforçada com nitreto de silício, foram processadas 5g de pó para cada amostra.

3.2. Esferas de aço

Para o processo de moagem foram utilizadas esferas de aço SAE 52100 com diâmetro médio de 0,620 mm e massa média de 0,960g (medição feita em porção com 40 esferas) e a razão massa de esferas dividida pela massa de mistura de pós foi de 10:1, em outras palavras, foram utilizadas 50g (em média) de esferas para processar 5,000g de pó na caracterização e, as mesmas condições na compactação e sinterização. A figura 3.2 apresenta as esferas de aços que foram utilizadas no processo de moagem dos pós.



Figura 3.2 – Meio de moagem, esferas de aço.

3.3. Agente controlador de processo

Na moagem de alta energia é necessário algum controle sobre a evolução do processo de moagem para que a alta tendência de soldagem a frio e boa ductilidade do alumínio estejam em equilíbrio. Existirá soldagem total do material nas paredes da jarra e nas superfícies das esferas. Esse controle é feito com o acréscimo do agente controlador de processo (*PCA – Process Control Agent*). Trata-se de uma substância que atuará como lubrificante e irá reduzir a energia superficial do material, evitando a soldagem excessiva.

Nesse experimento foi utilizado o ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$) produzido pela VETEC BRASIL na proporção de 2% em peso do total de material processado. Cada amostra de 5,000g tem a presença de 0,100g de PCA.

3.4. Lubrificante

Foi utilizado o Estearato de Zinco ($C_{36}H_{70}O_4Zn$) fabricado pela SIGMA-ALDRICH, como lubrificante entre matriz e punção para evitar atrito excessivo e atrito do pó compactado com a matriz.

3.5. Atmosfera

Os processos de moagem de alta energia e compactação foram realizadas em atmosfera e temperatura ambiente normal (28,5°C em média e 1 ATM).

3.6. Pesagem dos pós e dos compósitos

Utilizou-se uma balança de precisão do Laboratório do Departamento de Engenharia Mecânica de três casas decimais marca METTLER TOLEDO modelo PL303, para medição dos pós, esferas e pastilhas compactadas verdes e sinterizadas.

3.7. Recipiente de moagem dos pós

As jarras utilizados para o processo de moagem de alta energia foram fabricadas em aço inox 304L de formato cilíndrico com tampa rosqueada e recartilhada externamente, conforme figura 3.3. A mesma continha anel de vedação tipo O'ring para evitar vazamentos e contaminações. Foram utilizadas duas jarras. A cada troca de percentual de reforço o recipiente passava por uma limpeza rigorosa com desengraxante e sabão neutro.



Figura 3.3 – Jarras de aço inox 304l, utilizadas como recipiente de moagem.

3.8. Moagem dos pós

Para o processo de moagem dos pós foi utilizado um moinho SPEX tipo vibratório para moagem de alta energia com esferas. Esse tipo de moinho apresenta uma característica no processo de moagem. Sua movimentação é em formato de infinito (∞), que aliado a sua alta rotação garante o processo.

A rotação foi fixada em 720 rpm. Os tempos de moagens das bateladas de pó foram estipulados em 30, 60 e 120 minutos para cada porcentagem de reforço. Como descrito o início deste trabalho, 36 amostras foram processadas para caracterização. Na figura 3.4 observa-se o tipo de moinho utilizado neste trabalho e a fixação da jarra de inox neste moinho.

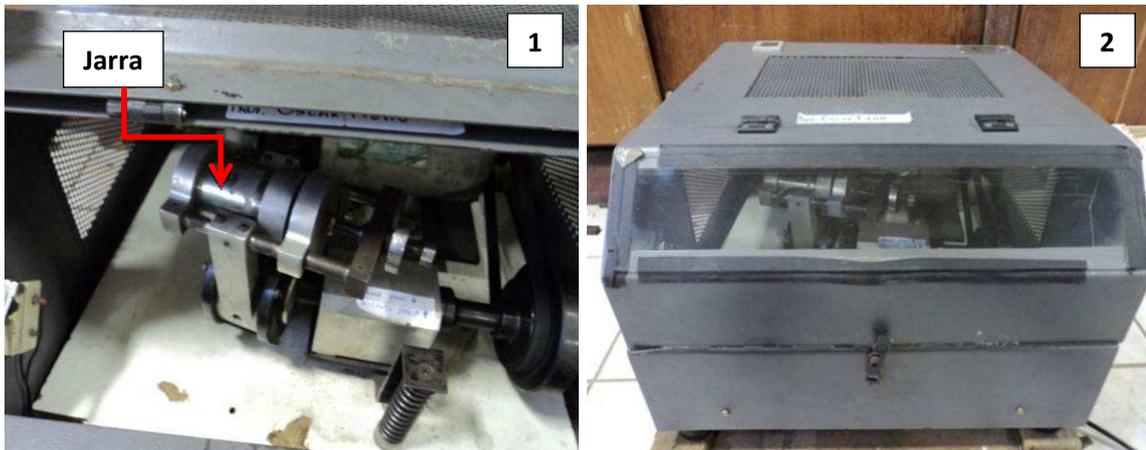


Figura 3.4 – Moinho tipo SPEX. Jarra do suporte (1); Visualização externa do moinho vibratório (2).

3.9. Análise da granulometria dos pós.

O processo de análise da granulometria dos pós foi realizada no ITEP (Instituto Tecnológico de Pernambuco), por meio da técnica de difração a laser em meio líquido, usando água como dispersante. O equipamento utiliza o software MASTER SIZER 2000 da MALVERN INSTRUMENTS U.K. Os resultados obtidos são baseados numa distribuição normal onde os tamanhos de partículas (em micrometros – μm) são agrupados por volume em porcentagem ou fração volumétrica.

3.10. Difração de raios X dos pós

A análise por difração de raios X foi feita no laboratório de Física da UFPE (Universidade Federal de Pernambuco) e, o equipamento utilizado foi o difratômetro D6000 da SIEMENS. As condições de aquisição para a análise dos pós foram ângulo de difração 2θ variando de 5° a 120° e passo de $0,02$ graus por segundo.

3.11. MEV

A caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada no Laboratório de Física da UFPE com equipamento da marca JEOL modelo JSM 5900 com EDS acoplado (pós da liga com nitreto de silício) e no Laboratório de Dispositivos e Nanoestruturas - LDN da UFPE com equipamento da marca JEOL modelo JSM 6460.

3.12. Matriz de compactação

Foi utilizada uma matriz fabricada em aço VC 131 (AISI D6) (aço com alta estabilidade dimensional e excelente resistência ao desgaste, especialmente em condições abrasivas, composto de altos teores de carbono e cromo e liga adicional de tungstênio e vanádio), material indicado para matrizes e ferramentas classificado pela Norma AISI D6. Ver figura 3.5. A matriz já havia sido tratada termicamente. Dureza indicada de 66 HRC.

A matriz é do tipo cilíndrico com furo concêntrico, dotada de base com ressalto e punção cilíndrica passante. Suas dimensões são: diâmetro externo 55,00 mm; diâmetro interno 16,90 mm; altura 56,00 mm; espessura da base 10,00 mm; altura do ressalto da base 5,0 mm; altura do punção 72,00 mm e diâmetro do punção 16,80 mm. Esses valores de medição são a média de 10 medições utilizando-se um paquímetro marca MARBERG com precisão 0,05 mm.



Figura 3.5 – Matriz de compactação desmontada (1) e matriz de compactação montada (2).

3.13. Compactação dos pós

O processo de compactação dos pós foi feito em uma prensa hidráulica da marca SOMAR com capacidade nominal de 30 toneladas. A pressão de compactação utilizada foi a de $7,0 \text{ t/cm}^2$. O tipo de compactação adotado foi uniaxial a frio.

3.14. Pastilhas de compósito compactadas – Compactado verde

Foram confeccionadas pastilhas da liga de pó de alumínio AA 2124 com reforço nitreto de silício (Si_3N_4) com diferença de percentual e tempo de moagem, conforme especificado abaixo:

- 3 amostras de AA 2124 com 5% de reforço de Si_3N_4 moídos a 30 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 5% de reforço de Si_3N_4 moídos a 60 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 5% de reforço de Si_3N_4 moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 10% de reforço de Si_3N_4 moídos a 30 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 10% de reforço de Si_3N_4 moídos a 60 minutos.

- 3 amostras de AA 2124 com 10% de reforço de Si_3N_4 moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 moídos a 30 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 moídos a 60 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 moídos a 120 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 20% de reforço de Si_3N_4 moídos a 30 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 20% de reforço de Si_3N_4 moídos a 60 minutos.
- 3 amostras de AA 2124 com 20% de reforço de Si_3N_4 moídos a 120 minutos.

Totalizaram 36 amostras compactadas. As pastilhas foram compactadas a uma pressão de $7,0 \text{ t/cm}^2$ por 10 segundos. Decidimos, após avaliação da densidade obtida, sinterizar as amostras a uma temperatura de 500°C e tempo $t = 5\text{h}$.

3.15. Sinterização das pastilhas

Os pastilhas de compósitos de liga de alumínio AA 2124 com reforço de nitreto de silício (Si_3N_4) foram sinterizadas no forno tipo mufla a uma temperatura de 500°C em um tempo de 5 horas, resfriamento lento dentro do forno. Foi utilizado como suportes de alumina sinterizada conforme apresentado na figura 3.6.



Figura 3.6 – Distribuição das pastilhas no forno para sinterização.

3.16. Análise das pastilhas de compósitos sinterizadas

Preparamos as amostras cortando a seção superficial e transversal nas pastilhas de AA 2124 com reforço de Si_3N_4 mais densificadas após sinterização, conforme descritas na tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Tabela de pastilhas sinterizadas com maior densificação.

Amostras		Pastilha	densidade (g/cm ³)	densificação %
IT	Ordem de percentual			
1	1	5% 30 min	2,53	93,29
6	2B	5% 60 min	2,62	96,51
9	3B	5% 120 min	2,62	96,67
11	4A	10% 30 min	2,55	94,01
15	5B	10% 60 min	2,61	96,44
18	6B	10% 120 min	2,61	96,27
19	7	15% 30 min	2,55	94,01
24	8B	15% 60 min	2,64	97,33
27	9B	15% 120 min	2,59	95,65
28	10	20% 30 min	2,58	95,16
31	11	20% 60 min	2,63	97,12
36	12B	20% 120 min	2,61	96,49

Os cortes foram realizados em uma máquina tipo “cut-off” ISOMET marca BUEHLER, com o objetivo de retirar uma seção superficial e outra transversal das pastilhas sinterizadas. A máquina “cut-off”, apresentada na figura 3.7, possui controle na rotação e sua pressão é controlada por contrapeso. O disco de corte utilizado era diamantado e refrigerado em banho de óleo no recipiente da máquina.



Figura 3.7 – Detalhamento da ISOMET “cut off”.

3.17. Embutimento, lixamento e polimento das seções superficial e transversal das pastilhas

Após obtermos os cortes superficiais e transversais das pastilhas, fixou-se um fio de cobre em cada amostra transversal. Esse fio serviria para a transmissão de corrente elétrica no momento de análise por MEV.

Para embutimento a frio, foram testadas duas resinas, porém mesmo com tempo de descanso de 48 horas as amostras de teste não curaram. Optou-se por uma resina tipo cola ARAUDITE AW 106 e ENDURECEDOR HV 953 U, cuja cura foi de 16 horas. Ver figura 3.8. As amostras descansaram por 24 horas para garantir uma boa cura. Foi confeccionado 12 (doze) cilindros vazados para infusão da resina e input das amostras, conforme apresentado na figura 3.8.



Figura 3.8 – Cilindros para embutimento das amostras (1) e resina e endurecedor utilizados para embutimento (2A e 2B).

Foi colocada uma folha de PTFE (politetrafluoretileno – teflon), material antaderente, em uma das superfícies dos cilindros para apoiar as amostras. Em cada cilindro colocou-se uma amostra da seção transversal e outra da seção superficial da mesma pastilha. Aplicamos desmoldante nas paredes internas dos cilindros para garantir a retirada das amostras. Preparamos a resina aplicamos. Esperamos 24h e retiramos as amostras, conforme mostra a figura 3.9.



Figura 3.9 – Spray desmoldante da marca Rocol (1) e amostras identificadas após desembutimento (2).

Para a etapa de lixamento, foi confeccionado um dispositivo com troca rápida de lixas. Utilizamos lixa d’água de números 220, 320, 400 e 600. As amostras foram marcadas para que a cada troca de lixa, fosse executado uma rotação de 90° visando a eliminação das marcas da lixa anterior.

O polimento das seções embutidas foi executado utilizando-se pasta de diamante e lubrificante, adicionados ao disco de polimento de feltro. A seção embutida foi deslocada em movimento de infinito sobre o disco de polimento para retirar quaisquer riscos remanescentes da última lixa. Foi utilizada a politriz marca AROTEC modelo ARAPOL 2V.

3.18. Ataque químico das seções embutidas

O ataque químico tem a finalidade de revelar a seção a ser analisada. Esse processo foi realizado com ácido fluorídrico (HF – concentração de 0,05%) e água, numa mistura de 1:1 em um tempo de 10 segundos. Em seguida lavada com água corrente e acetona, secagem por jato de ar quente paralelo a superfície revelada.

3.19. Microscopia ótica das seções das pastilhas

A caracterização através da microscopia ótica foi executada com os aumentos de 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes; realizado com Microscópio Ótico marca OLIMPUS modelo BX51M com câmera de vídeo acoplada, conforme apresentada na figura 3.10.



Figura 3.10 – Análise por microscopia ótica.

3.20. Microdureza Vickers das seções das pastilhas

A microdureza vickers das seções superficiais e transversais foi analisada através de um ensaio de dureza vickers feito no Microdurômetro marca INSIZE modelo ISH TDV 1000, com carga aplicada pelo penetrador variando de 0,5 kgf à 1 kgf, conforme apresentado na figura 3.11.



Figura 3.11 – Detalhamento do microdurômetro da UFPE.

3.21. MEV e EDS da seção transversal

Realizado no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), no Departamento de Microscopia do DEMEC, modelo TM 3000 HITACHI. As seções transversais das pastilhas foram o alvo da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), conforme o aspecto microestrutural da parte interna do material é possível saber se houve a incorporação do reforço pela matriz, distribuição uniforme, presença de porosidades e interface matriz-reforço consolidada. Tivemos que desembutir as amostras para reduzir o tempo de análise. Na figura 3.12, é apresentado a preparação das amostras antes de caracterizá-las e a colocação delas no MEV.



Figura 3.12 – Preparação das amostras (1); Colocação das amostras para análise (2).

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. Caracterização das pastilhas de compósitos

4.1.1. Granulometria dos pós por difração a laser

Na figura 4.1, apresenta-se o espectro por difração a laser da matriz de liga de alumínio AA 2124, conforme material recebido. Junto com esses resultados mostraremos um gráfico onde estão listados os resultados para diâmetros médio das partículas a 10%, 50% e 90% da distribuição normal [$d(0,1)$; $d(0,5)$ e $d(0,9)$]. É notória a diferença de tamanho das partículas entre matriz e reforço.

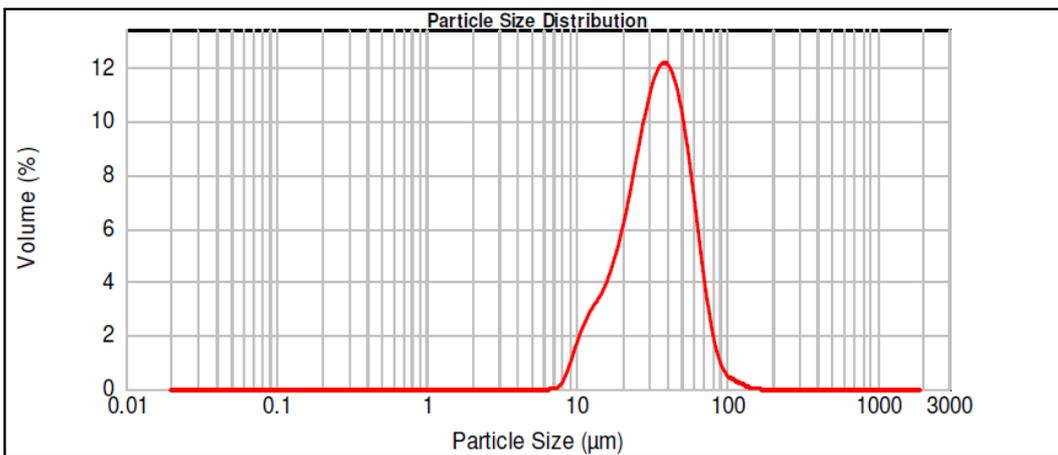


Figura 4.1 – Resultado difração a laser: AA 2124

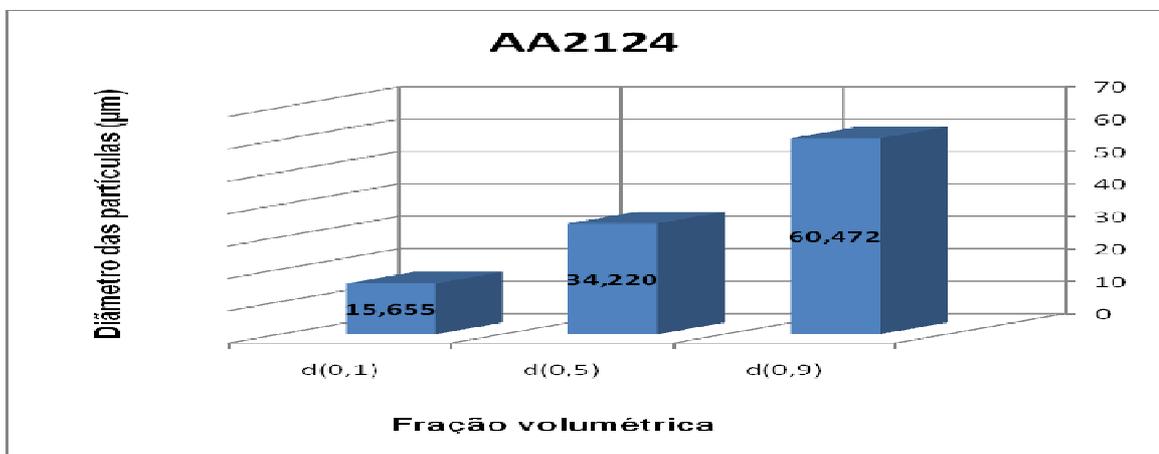


Figura 4.2 – Gráfico do Excel: tamanho de partículas do AA 2124

4.1.2. Amostras de AA 2124 e Nitreto de Silício Si_3N_4 com reforço de 5% e 30, 60 e 120 minutos de MAE

Observa-se que na figura 4.3 há uma curva normal central onde concentra o maior volume de tamanho de partícula da amostra de AA 2124 + 5% Si_3N_4 com 30 minutos MAE, porém nota-se que na parte direita à curva acentuada, temos um pequeno volume com tamanhos de partícula maiores que 100 μm , provavelmente devido ao pequeno tempo de Moagem de Alta Energia. Na figura 4.4 observa-se que a maior quantidade dos tamanhos de partícula seguem uma curva normal semelhante a amostra exposta na figura 4.3, com uma leve redução no volume de partículas maiores que 100 μm devido o aumento no tempo de moagem que neste caso é de 60 minutos de moagem de alta energia.

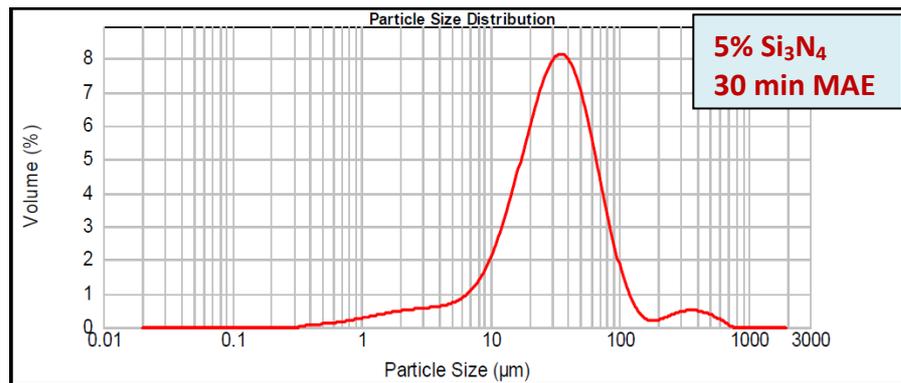


Figura 4.3 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si_3N_4 30 minutos MAE.

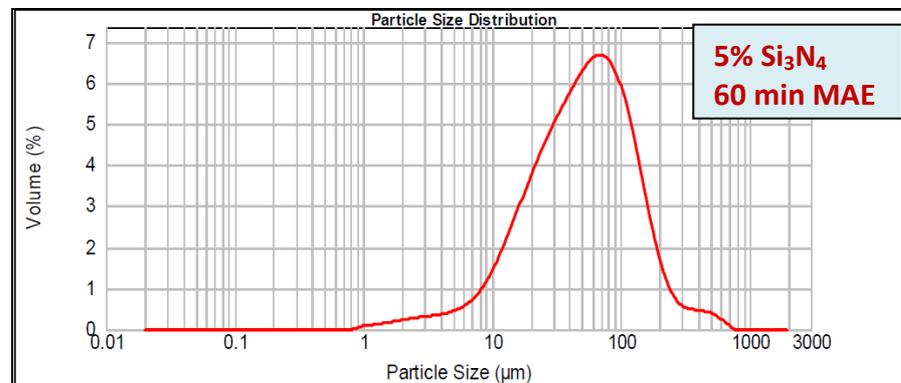


Figura 4.4 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si_3N_4 60 minutos MAE.

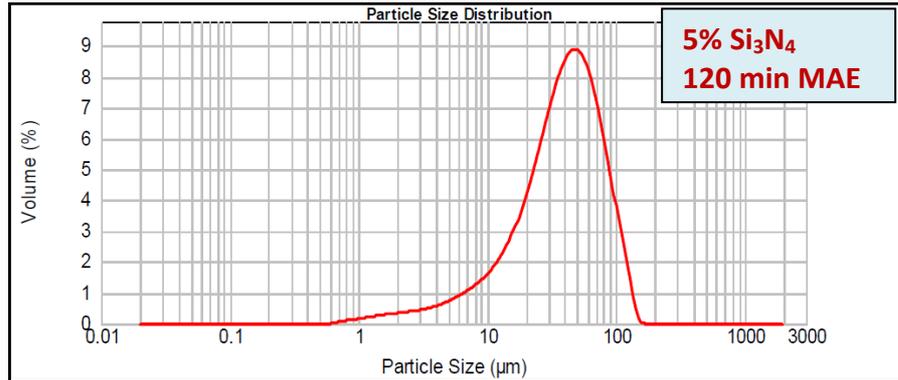


Figura 4.5 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 5% Si₃N₄ 120 minutos MAE.

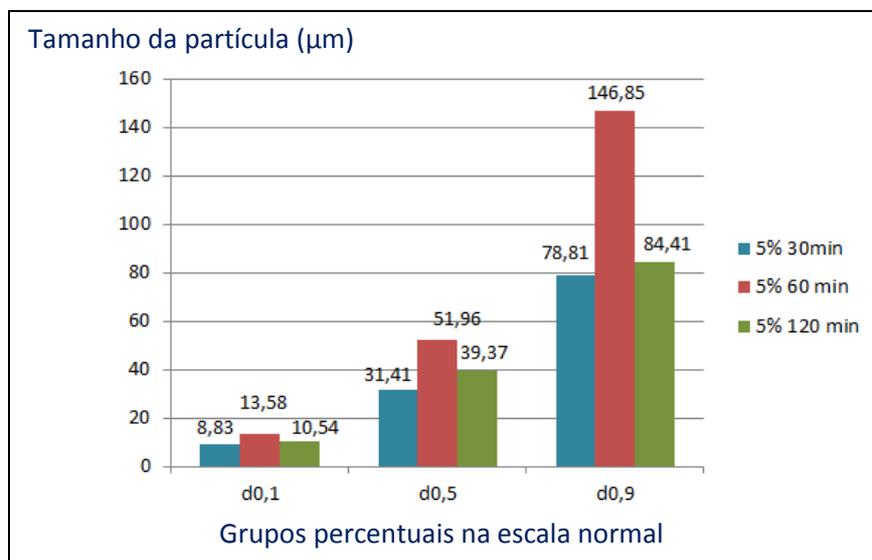


Figura 4.6 – Gráfico Excel [5%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.

Na figura 4.5, nota-se que com o maior tempo de moagem de alta energia, 120 minutos, as partículas tornaram-se mais homogênea em relação ao tamanho dessas partículas, obedecendo há uma curva normal com menor desvio padrão. Isso é observado pelo crescimento da fração volumétrica entre as figuras 4.3, 4.4 e 4.5 (evolução).

Observa-se na figura 4.6, que para as três divisões de categorias de tamanho de partícula $d_{0,1[10\%]}$, $d_{0,5[50\%]}$ e $d_{0,9[90\%]}$, a moagem à 60 minutos obteve um maior tamanho de partícula com média de 13,58 µm, 51,96 µm e 146,85 µm, respectivamente, com um percentual de reforço de 5% de Si₃N₄. Isso mostra que o tempo de MAE de 60 minutos não foi suficientemente adequado para reduzir significativamente o tamanho das partículas, provavelmente pela pouca incorporação do reforço na matriz, demonstrando uma maior ductilidade.

De acordo com Kottaus, o silício melhora a fundibilidade, porém favorece o endurecimento das ligas de alumínio.

4.1.3. Amostras de AA 2124 e Nitreto de Silício Si_3N_4 com reforço de 10% e 30, 60 e 120 minutos de MAE

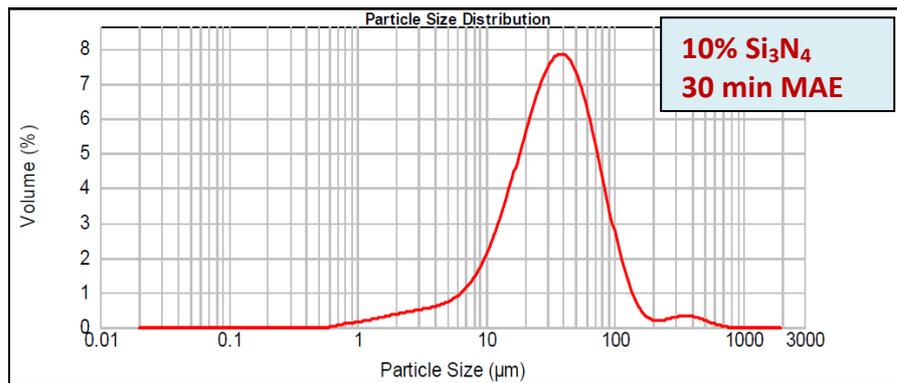


Figura 4.7 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si_3N_4 30 minutos MAE.

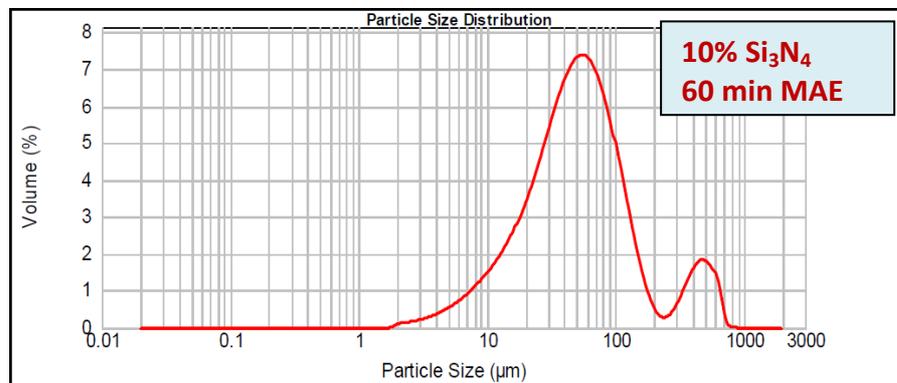


Figura 4.8 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si_3N_4 60 minutos MAE.

As figuras 4.7 a 4.9 apresentam os resultados dos tamanhos de partículas analisados por difração a laser das amostras de AA 2124 com 10% de Si_3N_4 em três tempos de moagem diferentes 30, 60 e 120 minutos. Observa-se que na figura 4.7 há uma curva normal central onde concentra o maior volume de tamanho de partícula da amostra de AA 2124 + 5% Si_3N_4 com 30 minutos MAE, porém nota-se que na parte direita à curva acentuada, temos um pequeno volume com tamanhos de partícula maiores que 100 μm , provavelmente devido ao pequeno tempo de Moagem de Alta Energia. Porém, na figura 4.8 nota-se um volume considerável de

partículas, obedecendo uma outra curva normal, de menor intensidade, à direita da curva principal, provavelmente pela incorporação do reforço diferente em relação ao tempo de moagem de 60 minutos.

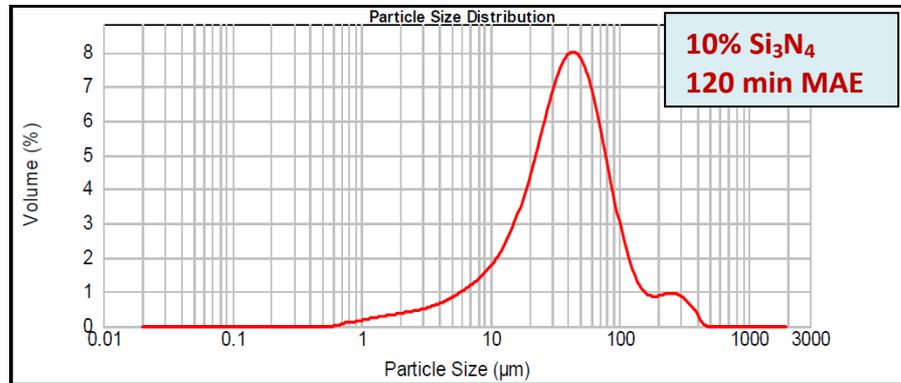


Figura 4.9 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 10% Si₃N₄ 120 minutos MAE.

Na figura 4.9, observa-se um volume de partículas com tamanho acima de 100 µm. isso indica que mesmo o maior tempo de moagem de alta energia de 120 minutos, não foi suficiente para homogeneizar a curva normal de volume de tamanho de partícula.

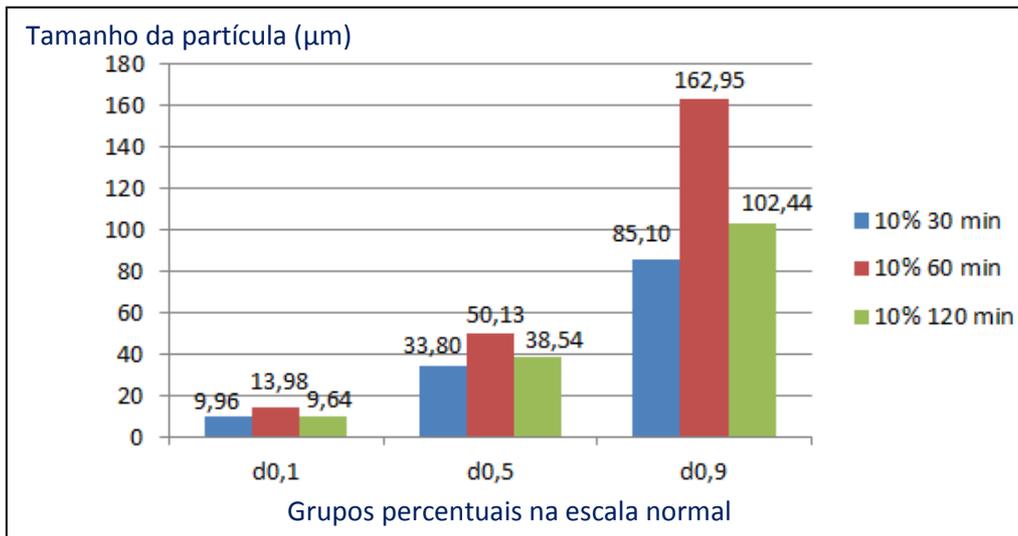


Figura 4.10 – Gráfico Excel [10%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.

Verifica-se na figura 4.10, que não houve uma diferença significativa nos tamanhos das partículas da amostra de AA 2124 com 10% de reforço de Si₃N₄ em comparação a amostra com 5% de reforço de Si₃N₄ evidenciado na figura 4.6.

4.1.4. Amostras de AA 2124 e Nitreto de Silício Si_3N_4 com reforço de 15% e 30, 60 e 120 minutos de MAE

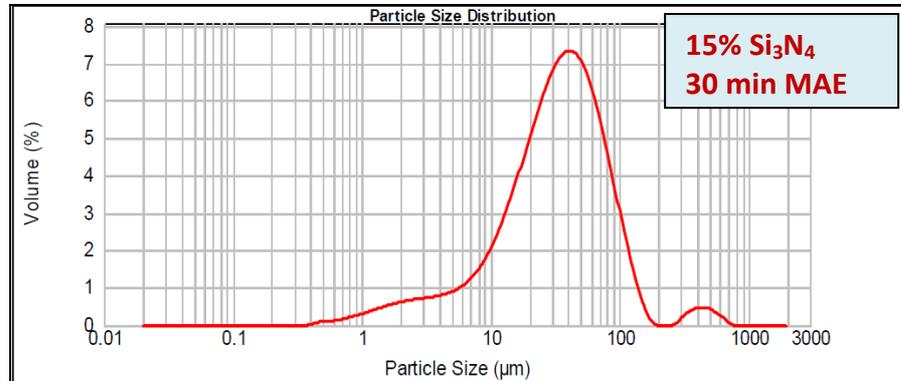


Figura 4.11 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si_3N_4 30 minutos MAE.

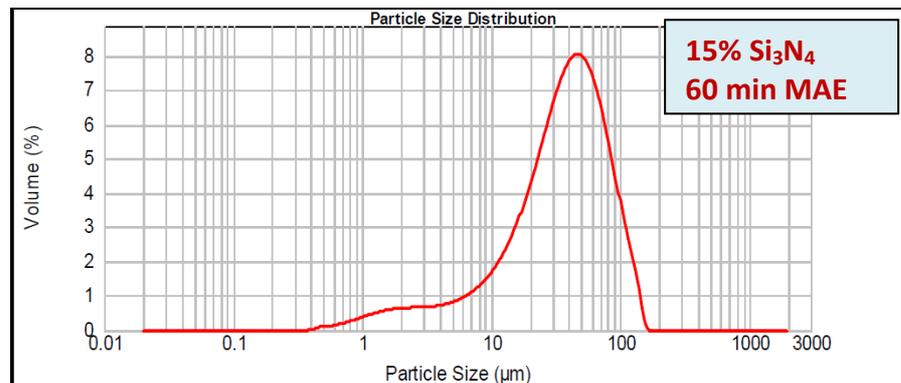


Figura 4.12 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si_3N_4 60 minutos MAE.

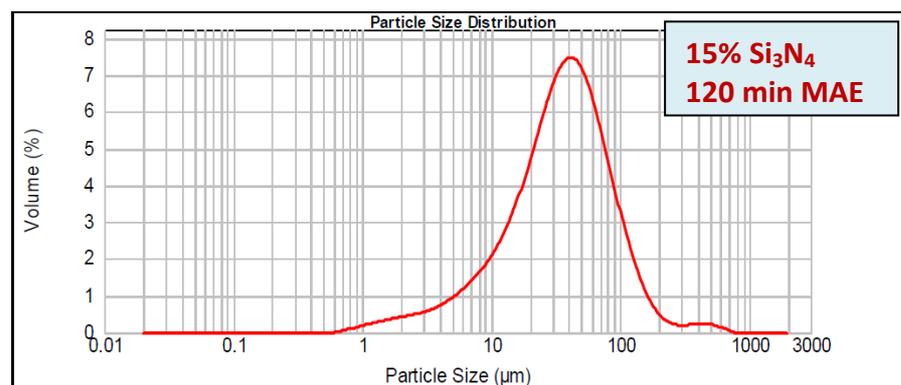


Figura 4.13 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 15% Si_3N_4 120 minutos MAE.

As figuras 4.11, 4.12 e 4.13, apresentam os resultados dos volumes de tamanho de partículas analisados por difração a laser das amostras de AA 2124 com 15% de Si_3N_4 em três tempos de moagem diferentes 30, 60 e 120 minutos. Observa-

se que na figura 4.11 além da curva normal central existe um pequeno volume de partículas com tamanhos superiores a 120 μm evidenciando que o tempo de moagem de 30 minutos foi insuficiente para manter uma homogeneidade nos tamanhos de partículas. Nas figuras 4.12 e 4.13 aparentam uma melhor homogeneidade nos tamanhos de partículas evidenciados pela boa distribuição da curva de volume de partículas.

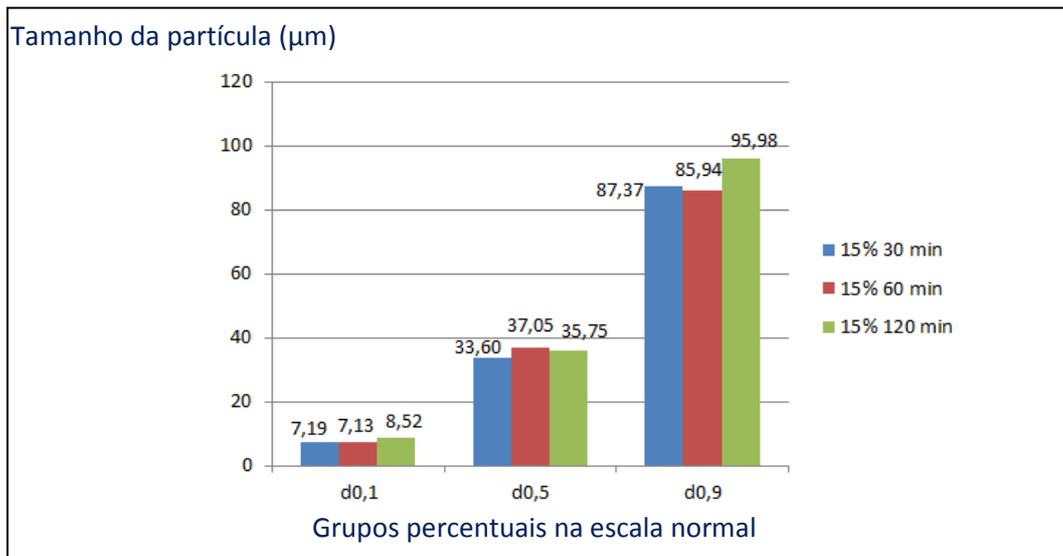


Figura 4.14 – Gráfico Excel [15%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.

Observa-se na figura 4.14, que não houve uma diferença significativa nos tamanhos das partículas da amostra de AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 . Nota-se que em $d_{0,5[50\%]}$, a diferença entre os três tempos de moagem, 30, 60 e 120 min, variam entre 4% e 10% nos tamanhos das partículas.

4.1.5. Amostras de AA 2124 e Nitreto de Silício Si_3N_4 com reforço de 20% e 30, 60 e 120 minutos de MAE

As figuras 4.15, 4.16 e 4.17, apresentam os resultados dos volumes de tamanho de partículas analisados por difração a laser das amostras de AA 2124 com 20% de Si_3N_4 em três tempos de moagem diferentes 30, 60 e 120 minutos. Observa-

se que as três figuras apresentam uma boa distribuição normal no que se refere ao tamanho das partículas, como evidenciado nas curvas normais.

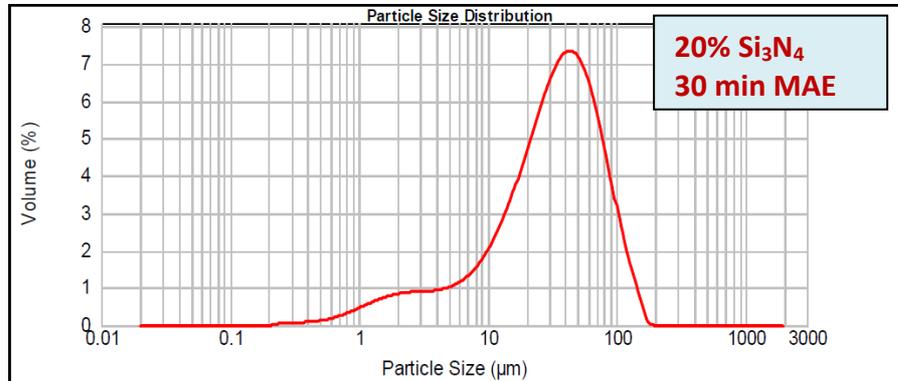


Figura 4.15 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si₃N₄ 30 minutos MAE.

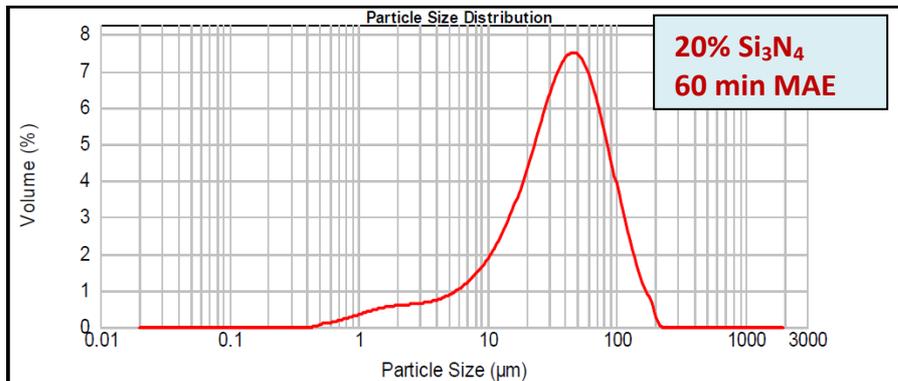


Figura 4.16 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si₃N₄ 60 minutos MAE.

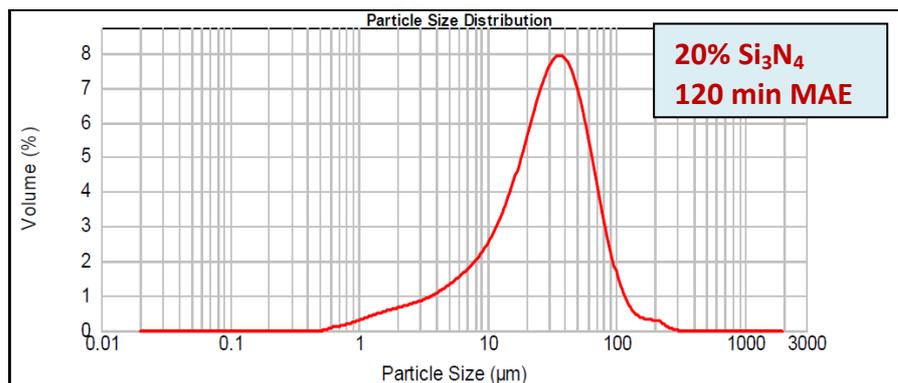


Figura 4.17 – Resultado difração a laser: AA 2124 + 20% Si₃N₄ 120 minutos MAE.

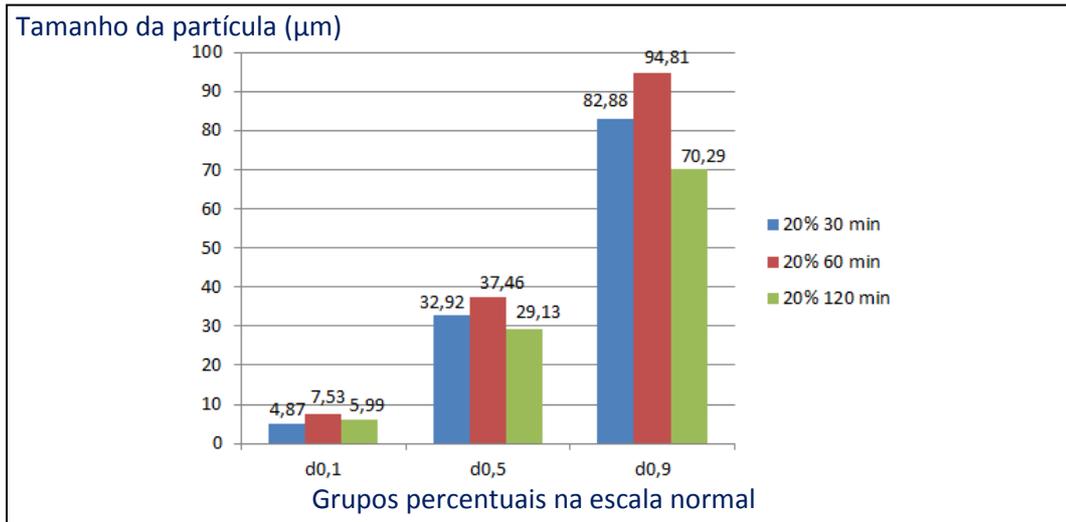


Figura 4.18 – Gráfico Excel [20%]: Tamanho da partícula X Grupos percentuais.

Observa-se na figura 4.18, que não houve uma diferença significativa nos tamanhos das partículas da amostra de AA 2124 com 20% de reforço de Si_3N_4 . Nota-se que em $d_{0,5}$, a diferença entre os três tempos de moagem, 30, 60 e 120 min, variam em média 13% nos tamanhos das partículas.

4.1.6. Distribuição dos resultados por classe, comparativo tempo de moagem X concentração do reforço.

Com os resultados anteriores, fizemos uma avaliação do tamanho de partícula (μm) agrupada pelas classes de resultados ou fração volumétrica, tomando como base 50% das partículas $[d(0,5)]$, levando-se em consideração o tempo de moagem e a concentração do reforço. Veja os resultados na figura 4.19.

Observa-se que em comparação com a amostra de AA 2124 sem reforço apresentada na figura 4.19, onde 50% das amostras mensuravam-se $34,22 \mu\text{m}$, não houve uma redução significativa nos tamanhos das partículas. Esse fato ocorreu devido à soldabilidade do reforço na matriz e a o tempo de moagem insuficiente para uma maior redução. Nota-se que no tempo de 30 minutos de MAE, as amostras com os diferentes percentuais de reforços, 5%, 10% 15% e 20%, não apresentaram uma diferença significativa. Nas amostras onde o tempo de moagem foi de 60 minutos, observa-se que as amostras onde havia maior percentual de reforço, as partículas

ficaram menores, mostrando uma apreciável redução no tamanho de partícula entre as frações de 10 e 15%.

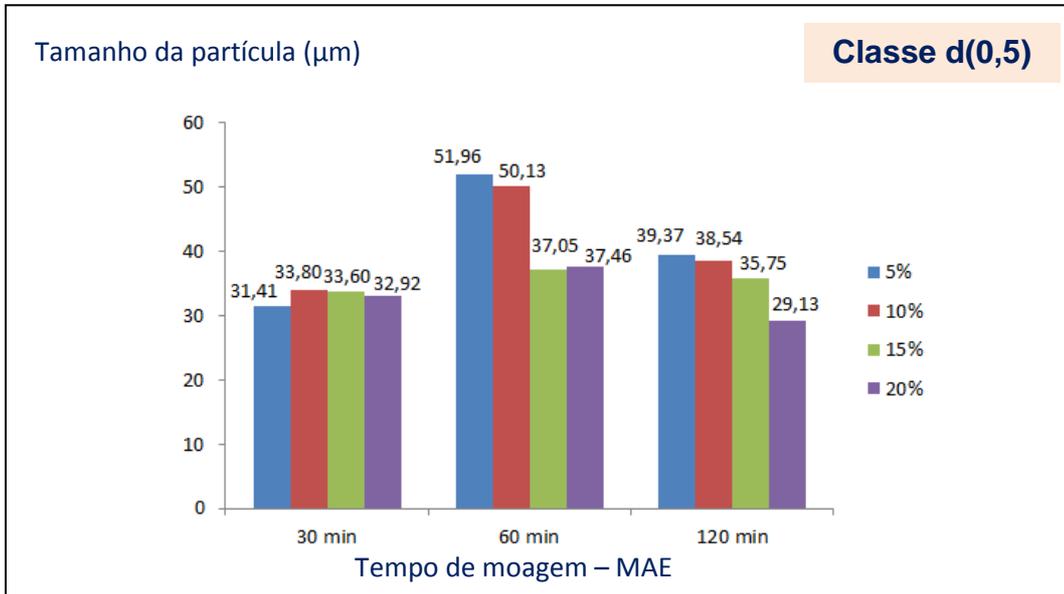


Figura 4.19 – Gráfico Excel: Fração volumétrica d(0,5) do AA 2124 + Si₃N₄

As amostras processadas em um tempo de 120 minutos de moagem de alta energia, apresentam uma declividade de 6,49° rad, seguindo uma reta com ΔT de 90 minutos e redução de 26,01% entre 5% e 20% de reforço de Si₃N₄.

Comparando-se as granulometrias em relação à quantidade de reforço, observamos que não houve uma mudança significativa.

Segundo Calliester (2000), quanto menor o tamanho de partícula de Si presente nas ligas de alumínio, melhor para o tratamento de envelhecimento.

4.2. DRX para identificação das fases

Utilizou-se a difração de raios-X (DRX) para identificar os elementos presentes nos pós e seus picos característicos. Utilizou-se a lei de Bragg para encontrar a intensidade e depois a intensidade relativa. Com posse destes dados, comparou-se os valores com as fichas cristalográficas dos possíveis materiais existentes, para nos certificarmos da presença real desses elementos químicos e a qual plano o mesmo pertence. As figuras 4.23 a 4.26 mostram esses gráficos.

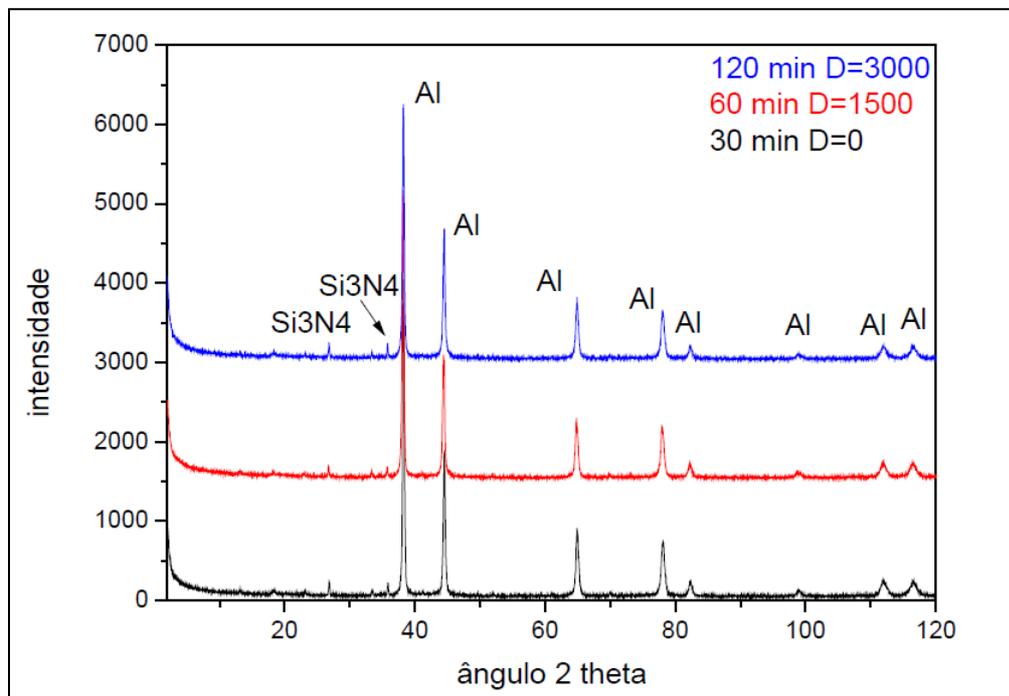


Figura 4.20 – Resultado da difração por raios-X (DRX) para a AA 2124 + 5% Si₃N₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.

Na figura 4.20 é apresentada a superposição dos difratogramas das amostras de pós de liga de alumínio AA 2124 com 5% de reforço de Si₃N₄ com tempo de processamentos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia. Observa-se que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tempos de moagem. O difratograma apresenta picos de Si₃N₄ que comprovam a característica do processo de moagem de alta energia através de boa homogeneidade dos pós. A pouca quantidade de picos evidenciados deve-se a pequena fração de reforço de Si₃N₄, 5%.

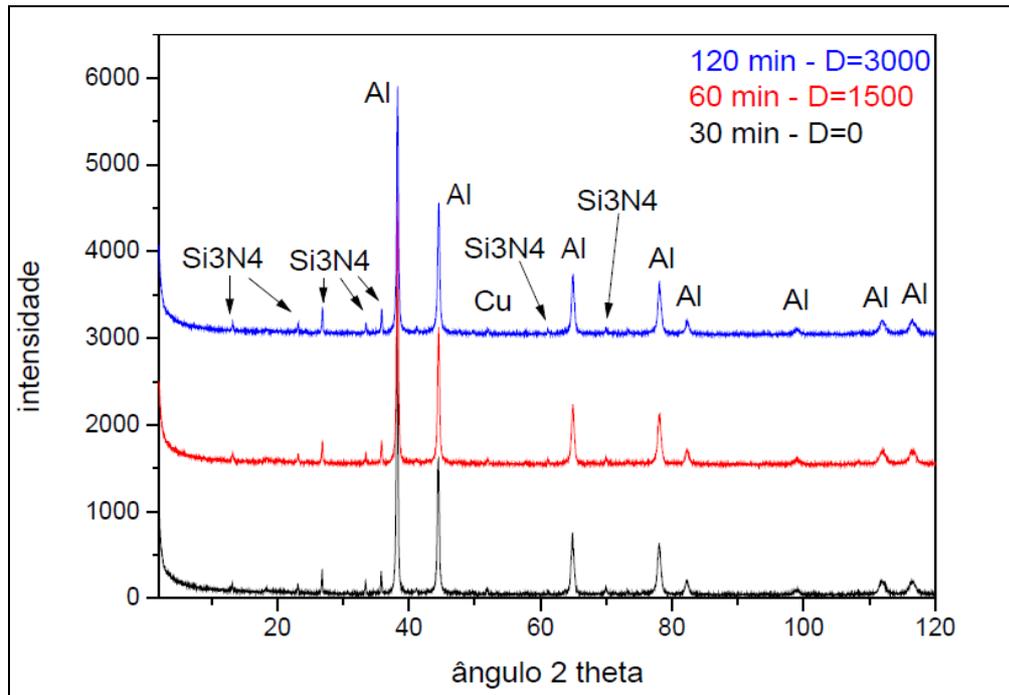


Figura 4.21 – Resultado da difração por raios-X (DRX) para a AA 2124 + 10% Si₃N₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.

Na figura 4.21 é apresentada a superposição dos difratogramas das amostras de pós de liga de alumínio AA 2124 com 10% de reforço de Si₃N₄ com tempo de processamentos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia. Observa-se que não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tempos de moagem. O difratograma apresenta picos de Si₃N₄ em maior quantidade que as amostras com 5% de reforço, mostrada na figura 4.20, que comprovam a boa incorporação do reforço na matriz e a sua intensidade maior é devido a maior teor de reforço em relação ao caso anterior.

Na figura 4.22 é apresentada a superposição dos difratogramas das amostras de pós de liga de alumínio AA 2124 com 15% de reforço de Si₃N₄ com tempo de processamentos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia. Nota-se que o número de picos de Si₃N₄ é consideravelmente maior, comparando-se as amostras com 5% e 10% de reforço de Si₃N₄, inclusive com sua intensidade maior. Porém, não observa-se alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tempos de moagem, similar ao acontecido nos casos anteriores.

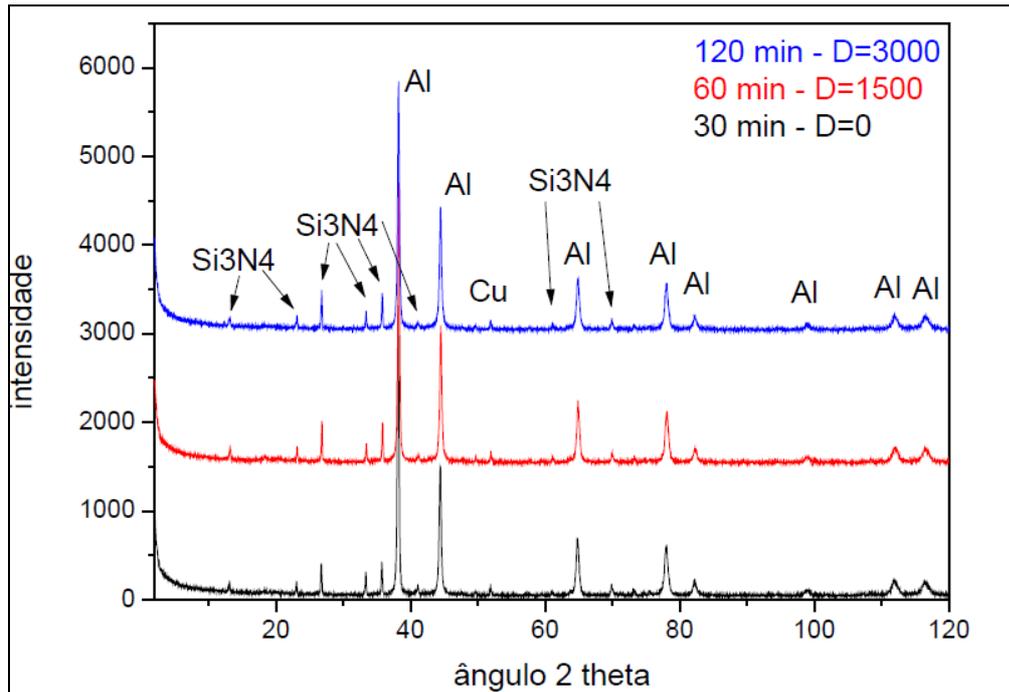


Figura 4.22 – Resultado da difração por raios-X (DRX) para a AA 2124 + 15% Si₃N₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.

A cada incremento do reforço, notamos um número maior de picos Si₃N₄ e com magnitude maiores. Esse fato é observado comparando-se as figuras 4.20, 4.21, 4.22 e 4.23. Na figura 4.23 é apresentada a superposição dos difratogramas das amostras de pós de liga de alumínio AA 2124 com 20% de reforço de Si₃N₄ com tempo de processamentos de 30, 60 e 120 minutos de moagem de alta energia. Não houve alterações significativas nos difratogramas para os diferentes tempos de moagem.

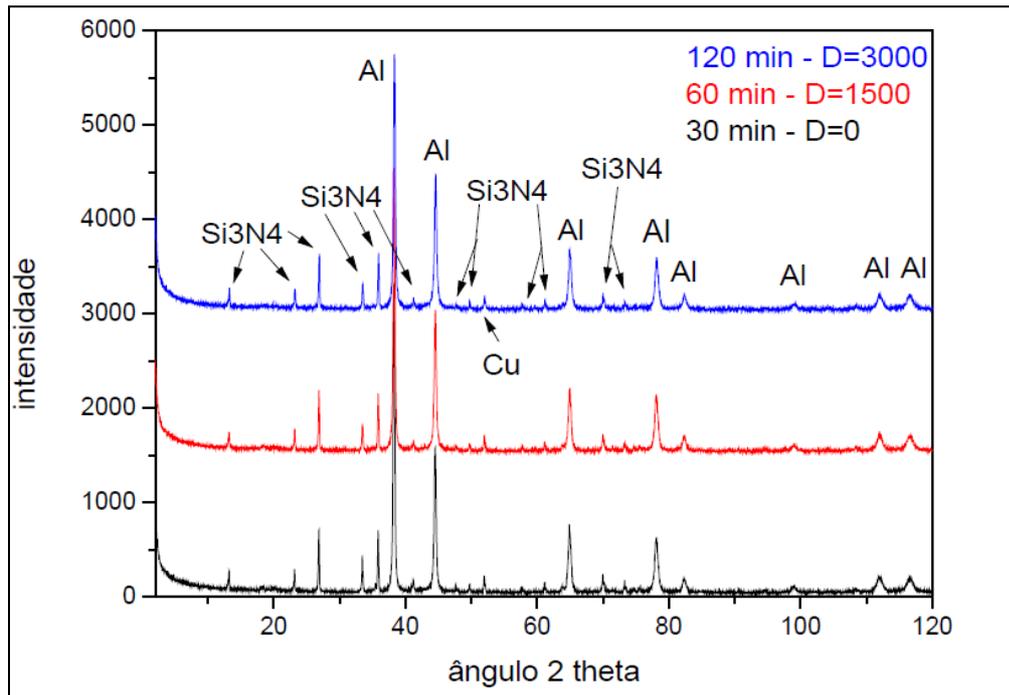


Figura 4.23 – Resultado da difração por raios-X (DRX) para a AA 2124 + 20% Si₃N₄ – 30, 60, 120 minutos MAE.

Observamos que na moagem de 30 minutos, obtemos os menores picos de intensidade. Nas segundas colunas das planilhas ilustradas nas figuras de número 4.27 a 4.30, mostraremos os gráficos do Excel que descrevem bem essa assertiva.

AA2124 + Si ₃ N ₄ 5% 30 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 5% 60 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 5% 120 minutos				
Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano
1	234	5,80	Si3N4	200	1	202	5,51	Si3N4	200	1	250	7,69	Si3N4	200
2	147	3,65	Si3N4	101	2	139	3,79	Si3N4	101	2	244	7,50	Si3N4	210
3	228	5,65	Si3N4	210	3	181	4,93	Si3N4	210	3	3253	100,00	Al	111
4	4032	100,00	Al	111	4	3669	100,00	Al	111	4	1685	51,80	Al	200
5	1886	46,78	Al	200	5	1600	43,61	Al	200	5	835	25,67	Al	220
6	904	22,42	Al	220	6	805	21,94	Al	220	6	668	20,53	Al	311
7	737	18,28	Al	311	7	698	19,02	Al	311	7	222	6,82	Al	222
8	243	6,03	Al	222	8	245	6,68	Al	222	8	135	4,15	Al	400
9	130	3,22	Al	400	9	139	3,79	Al	400	9	249	7,65	Al	331
10	258	6,40	Al	331	10	266	7,25	Al	331	10	210	6,46	Al	420
11	243	6,03	Al	420	11	237	6,46	Al	420					

Figura 4.24 – Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 5% de reforço de Si₃N₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).

AA2124 + Si ₃ N ₄ 10% 30 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 10% 60 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 10% 120 minutos				
Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano
1	189	5,26	Si3N4	100	1	189	5,26	Si3N4	100	1	211	7,25	Si3N4	100
2	181	5,04	Si3N4	110	2	181	5,04	Si3N4	110	2	194	6,66	Si3N4	110
3	331	9,22	Si3N4	200	3	331	9,22	Si3N4	200	3	360	12,36	Si3N4	200
4	202	5,63	Si3N4	101	4	202	5,63	Si3N4	101	4	205	7,04	Si3N4	101
5	316	8,80	Si3N4	210	5	316	8,80	Si3N4	210	5	356	12,23	Si3N4	210
6	3590	100,00	Al	111	6	3590	100,00	Al	111	6	2912	100,00	Al	111
7	1612	44,90	Al	200	7	1612	44,90	Al	200	7	1577	54,16	Al	200
8	146	4,07	Cu	200	8	146	4,07	Cu	200	8	135	4,64	Cu	200
9	763	21,25	Al	220	9	763	21,25	Al	220	9	124	4,26	Si3N4	320
10	642	17,88	Al	311	10	642	17,88	Al	311	10	741	25,45	Al	220
11	224	6,24	Al	222	11	224	6,24	Al	222	11	141	4,84	Si3N4	321

Figura 4.25 – Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 10% de reforço de Si₃N₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).

AA2124 + Si ₃ N ₄ 15% 30 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 15% 60 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 15% 120 minutos				
Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano
1	211	7,25	Si3N4	100	1	263	8,19	Si3N4	100	1	199	6,99	Si3N4	100
2	194	6,66	Si3N4	110	2	245	7,63	Si3N4	110	2	210	7,37	Si3N4	110
3	360	12,36	Si3N4	200	3	511	15,92	Si3N4	200	3	498	17,49	Si3N4	200
4	205	7,04	Si3N4	101	4	263	8,19	Si3N4	101	4	263	9,23	Si3N4	101
5	356	12,23	Si3N4	210	5	499	15,55	Si3N4	210	5	470	16,50	Si3N4	210
6	2912	100,00	Al	111	6	3210	100,00	Al	111	6	2848	100,00	Al	111
7	1577	54,16	Al	200	7	172	5,36	Si3N4	201	7	137	4,81	Si3N4	201
8	135	4,64	Cu	200	8	1580	49,22	Al	200	8	1432	50,28	Al	200
9	124	4,26	Si3N4	320	9	177	5,51	Cu	200	9	147	5,16	Cu	200
10	741	25,45	Al	220	10	121	3,77	Si3N4	320	10	125	4,39	Si3N4	320
11	141	4,84	Si3N4	321	11	753	23,46	Al	220	11	632	22,19	Al	220

Figura 4.26 – Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 15% de reforço de Si₃N₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).

AA2124 + Si ₃ N ₄ 20% 30 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 20% 60 minutos					AA2124 + Si ₃ N ₄ 20% 120 minutos				
Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano	Pico	Intens.	Intens. Rel. [%]	Index.	Plano
1	282	8,51	Si3N4	100	1	237	7,77	Si3N4	100	1	278	10,08	Si3N4	100
2	296	8,93	Si3N4	110	2	288	9,44	Si3N4	110	2	269	9,76	Si3N4	110
3	708	21,37	Si3N4	200	3	698	22,89	Si3N4	200	3	640	23,21	Si3N4	200
4	428	12,92	Si3N4	101	4	337	11,05	Si3N4	101	4	317	11,50	Si3N4	101
5	714	21,55	Si3N4	210	5	661	21,67	Si3N4	210	5	646	23,43	Si3N4	210
6	3313	100,00	Al	111	6	3050	100,00	Al	111	6	2757	100,00	Al	111
7	190	5,73	Si3N4	300	7	165	5,41	Si3N4	300	7	184	6,67	Si3N4	300
8	1579	47,66	Al	200	8	1548	50,75	Al	200	8	1497	54,30	Al	200
9	123	3,71	Si3N4	220	9	115	3,77	Si3N4	220	9	116	4,21	Si3N4	220
10	143	4,32	Si3N4	310	10	133	4,36	Si3N4	310	10	148	5,37	Si3N4	310
11	224	6,76	Cu	200	11	220	7,21	Cu	200	11	201	7,29	Cu	200

Figura 4.27 – Gráfico do Excel: planilha para cálculo da intensidade e definição do plano e elemento de cada amostra (AA 2124 + 20% de reforço de Si₃N₄ a 30, 60 e 120 minutos de MAE).

4.3. Densificação das pastilhas compactadas e sinterizadas

Para essa etapa, compactamos 36 amostras, conforme tabela 1 do apêndice I, para a inicial tarefa de avaliação da densificação das pastilhas verde e sinterizadas como forma de comparativo entre a densidade padrão do alumínio. Tomamos como referência a densidade para o alumínio de $2,71 \text{ g/cm}^3$.

Para todas as amostras utilizamos

- Pressão de $7,0 \text{ t/cm}^2$.
- Tempo $t = 10\text{s}$.

Para sinterização utilizamos:

- Temperatura de $T = 500^\circ\text{C}$.
- tempo $t = 5 \text{ h}$.

Todas as pastilhas foram compactadas com seus reforços na proporção de 5%, 10%, 15% e 20% de nitreto de silício Si_3N_4 . Para o cálculo da massa, utilizamos uma balança de precisão da UFPE. Para o cálculo do volume consideramos as dimensões medidas em cada amostra por um paquímetro calibrado da oficina do DEMEC.

Na tabela 3 do apêndice 1, mostramos quais pastilhas prosseguiram no trabalho para análise: 1; 2B; 3B; 4A; 5B; 6B; 7; 8B; 9B; 10; 11; 12B (amostras com maiores densificações entre cada grupo de percentual de reforço – ver tabela 2 e 3 do apêndice 1). As amostras revelaram bons resultados para densificação e boa usinabilidade para corte superficial e transversal. Algumas variações dimensionais no aumento de espessura após a sinterização pode ser considerado normal e previsto para as peças pelo método de sinterização utilizado.

4.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Nesta etapa, mostraremos as imagens de MEV para análise de composição química dos pós de partida.

4.4.1. MEV do pó da matriz de alumínio AA 2124 como recebido – aumentos 100x (a), 200x (b) e 500x (c)

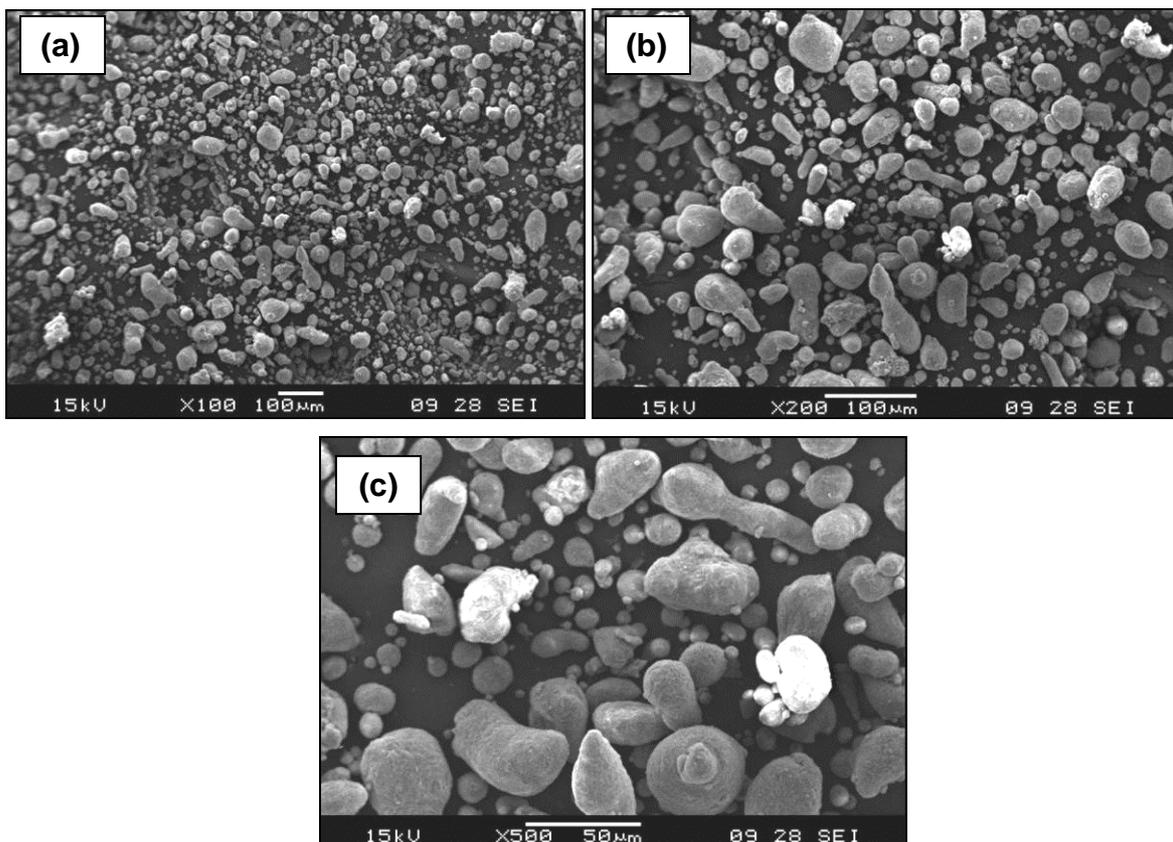


Figura 4.28 – MEV AA 2124 100x (a), 200x (b) e 500x (c).

A figura acima, figura 4.28, destaca a morfologia original, predominantemente esférica do pó da liga metálica de AA 2124 recebido para a pesquisa, sem reforço e sem sofrer o processo de moagem de alta energia. Essa morfologia é típica de material dúctil e de pó fabricado pelo método de atomização que promove a solidificação do metal em partículas finamente divididas.

Segundo Suryanarayana (1998), o processo de MAE modifica a morfologia da liga AA 2124, originalmente esférica, para uma morfologia equiaxial, mais propícia para o processo de conformação, pois evita a formação de propriedades direcionais.

4.4.2. MEV do pó da matriz AA 2124 e reforço 5%, 10%, 15% e 20% Si_3N_4 30 minutos MAE – aumentos 1000x.

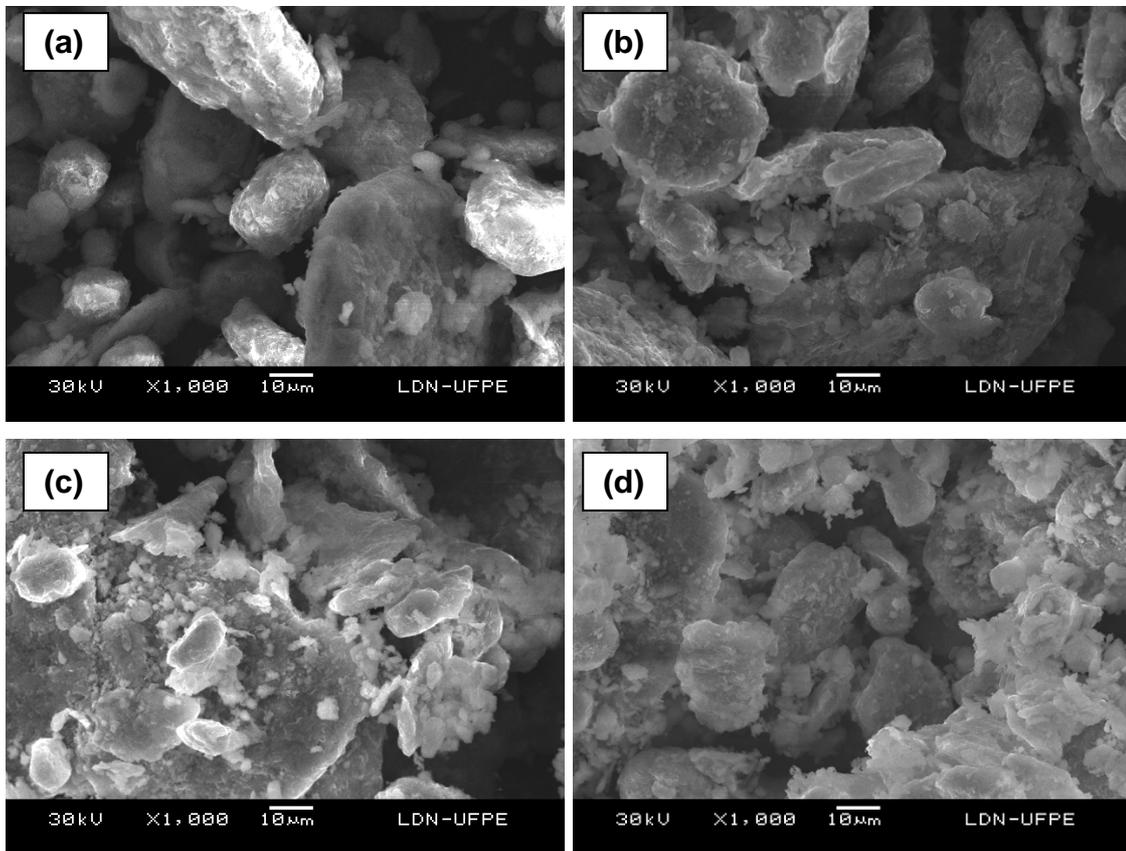


Figura 4.29 – MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si_3N_4 – 30 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

A figura 4.29 apresenta a análise feita através de MEV de uma amostra de liga de alumínio AA 2124 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de Si_3N_4 a um tempo de moagem de 30 min (MAE) em ampliações de 130x, 250x, 500x e 1000x. Os pós processado durante 30 minutos apresentaram morfologia modificadas originalmente esférica para morfologias mais achatadas e irregulares. Observa-se que com a incorporação de 5% de reforço de Si_3N_4 , as partículas encontraram-se mais deformadas onde os pós fragilizaram-se e apresentaram fraturas. As fraturas ficam evidentes nas figuras (c) e (d).

A morfologia inicial dos pós é modificada quando as partículas são submetidas às colisões contínuas das bolas promovendo repetidas soldas, fraturas e ressoldas permitindo melhor controle microestrutural no composto.

4.4.3. MEV do pó da matriz AA 2124 e reforço 5%, 10%, 15% e 20% Si_3N_4 60 minutos MAE – aumentos 1000x.

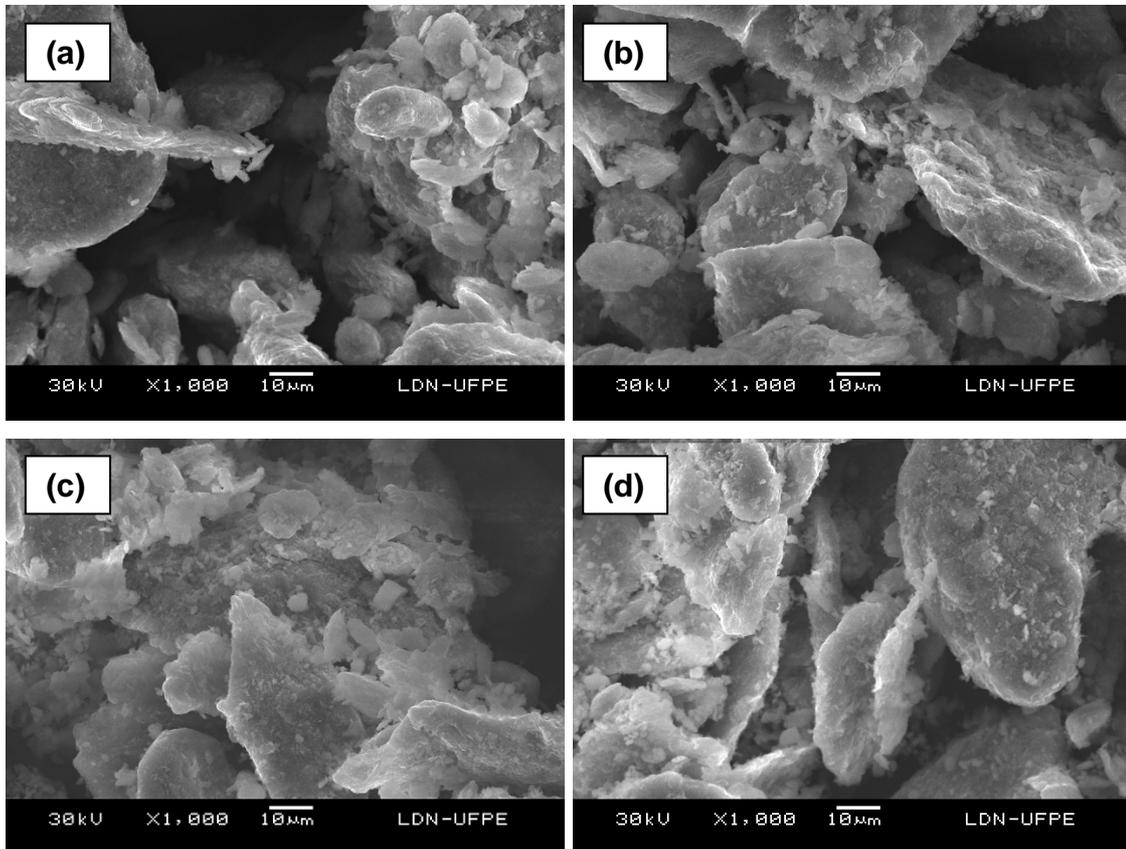


Figura 4.30 – MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si_3N_4 – 60 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

A figura 4.30 apresenta a análise feita através de MEV de uma amostra de liga de alumínio AA 2124 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de Si_3N_4 a um tempo de moagem de 60 min (MAE) em ampliações de 130x, 250x, 500x e 1000x. A MAE utilizando 60 minutos modificou as morfologias dos pós compósitos processados durante 30 minutos, de achatada e irregular, para morfologias mais próximas a equiaxiais com as morfologias tendendo para esférica. Observa-se que com a incorporação de 5% de reforço de Si_3N_4 , as partículas encontraram-se mais deformadas onde os pós fragilizaram-se e apresentaram fraturas e com o aumento do tempo as partículas ficaram mais deformadas.

4.4.4. MEV do pó da matriz AA 2124 e reforço 5%, 10%, 15% e 20% Si_3N_4 120 minutos MAE – aumentos 1000x.

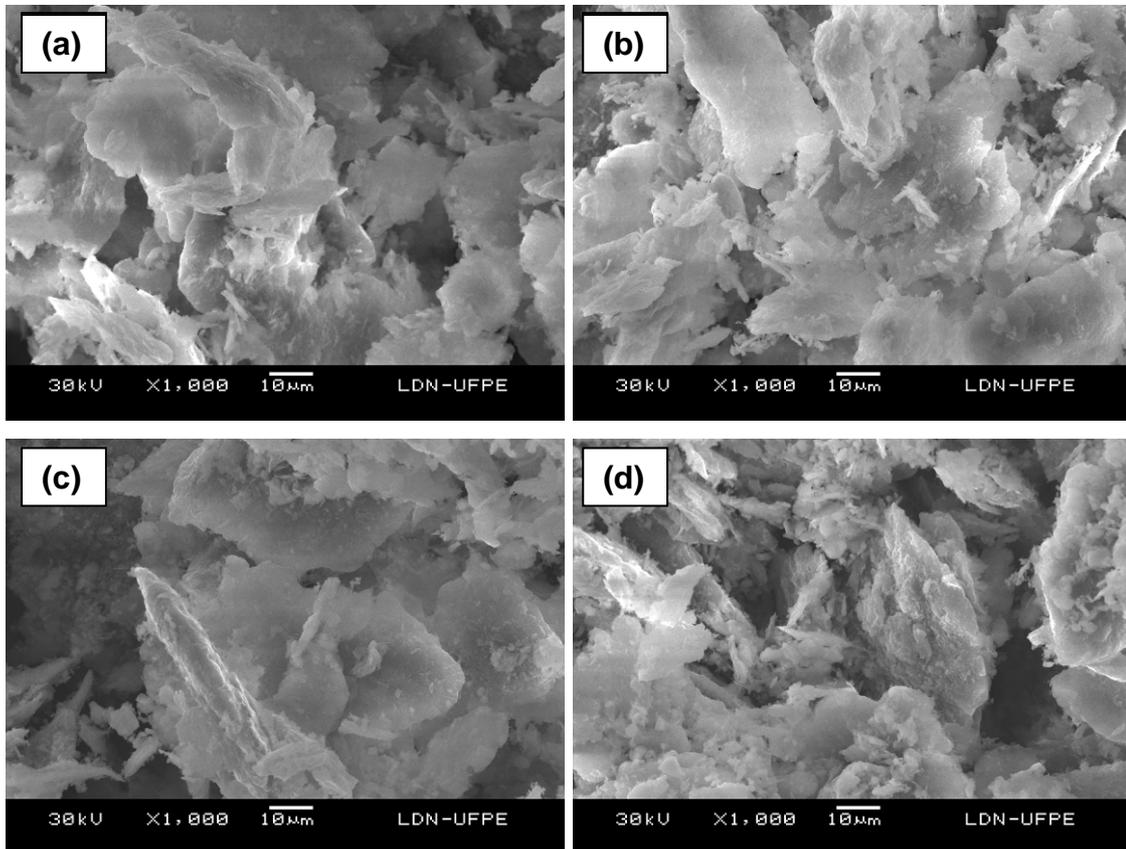


Figura 4.31 – MEV AA 2124 + 5%, 10%, 15%, 20% Si_3N_4 – 120 min MAE. – 5% (a), 10% (b), 15% (c), 20% (d).

A figura 4.31 apresenta a análise feita através de MEV de uma amostra de liga de alumínio AA 2124 com 5%, 10%, 15% e 20% de reforço de Si_3N_4 a um tempo de moagem de 120 min (MAE) em ampliações de 130x, 250x, 500x e 1000x. A MAE utilizando 120 minutos modificou a morfologia do compósito processado com 30 minutos, de próxima a equiaxial para uma morfologia com perfil pontiagudo, quebradiço, semelhante a partículas com morfologia dendríticas.

Os compósitos reforçados com 5% de Si_3N_4 e processados em MAE durante o tempo de 30 min revelou uma morfologia mais grosseira, achatada e irregular, enquanto que com aumento do tempo de moagem para 120 minutos, notamos as partículas com uma morfologia mais refinada.

Como mostrado nas figuras de 4.33 a 4.48 obtidas através de MEV, é notória a boa soldabilidade entre matriz e reforço e uma boa distribuição das lamelas de material que foi consolidado pelo processo de moagem de alta energia, onde diversas partículas da matriz e do reforço são comprimidos e soldados. Posteriormente essas lamelas iram se deformar e fraturar formando partículas menores homogêneas.

Pudemos observar nas figuras citadas que no tempo de moagem de 60 minutos houve uma soldabilidade maior, porém quando aumentamos o tempo as partículas ficaram mais quebradiças conforme esperado.

4.5. Microscopia Ótica das seções transversais e superficiais das pastilhas mais densificadas

Após a avaliação da densificação das pastilhas, as que mais se aproximaram com a densidade padrão, conforme tabela 3 do apêndice I, foram cortadas, lixadas, polidas atacadas quimicamente e feitas limpezas das seções transversais e superficiais. Para essas amostras foram executadas por Microscopia Ótica (MO) para avaliação.

4.5.1. MO de AA 2124 com reforço 5% Si_3N_4 – 30, 60 e 120 minutos MAE – Seções Superficial e Transversal.

a) 30 min MAE:

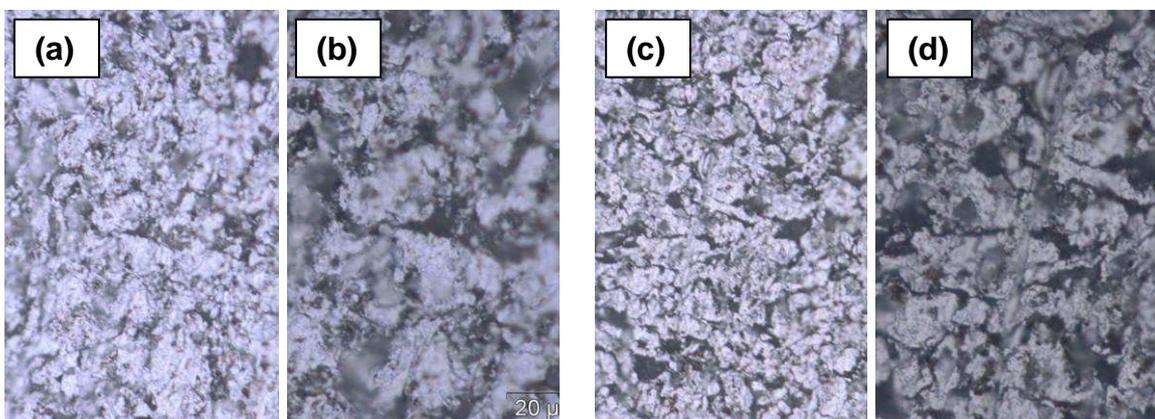


Figura 4.32 – MO AA 2124 + 5% Si_3N_4 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

b) 60 min MAE:

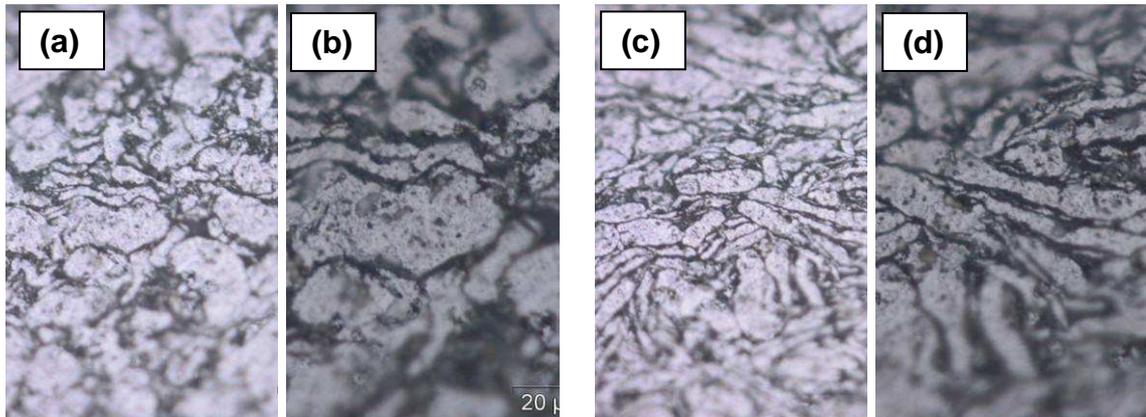


Figura 4.33 – MO AA 2124 + 5% Si_3N_4 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

c) 120 min MAE:

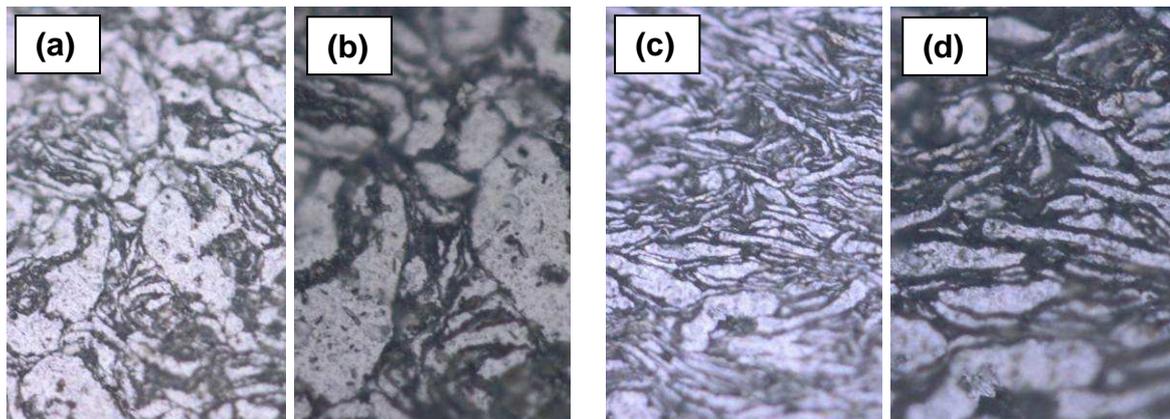


Figura 4.34 – MO AA 2124 + 5% Si_3N_4 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

As figuras 4.32 a 4.34 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 5% de reforço de Si_3N_4 das seções superficiais e transversais com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 500x e 1000x. Notamos que com o aumento do tempo de moagem houve um aumento no que concerne às deformações das lamelas.

4.5.2. MO de AA 2124 com reforço 10% Si_3N_4 – 30, 60 e 120 minutos MAE – Seções Superficial e Transversal.

a) 30 min MAE:

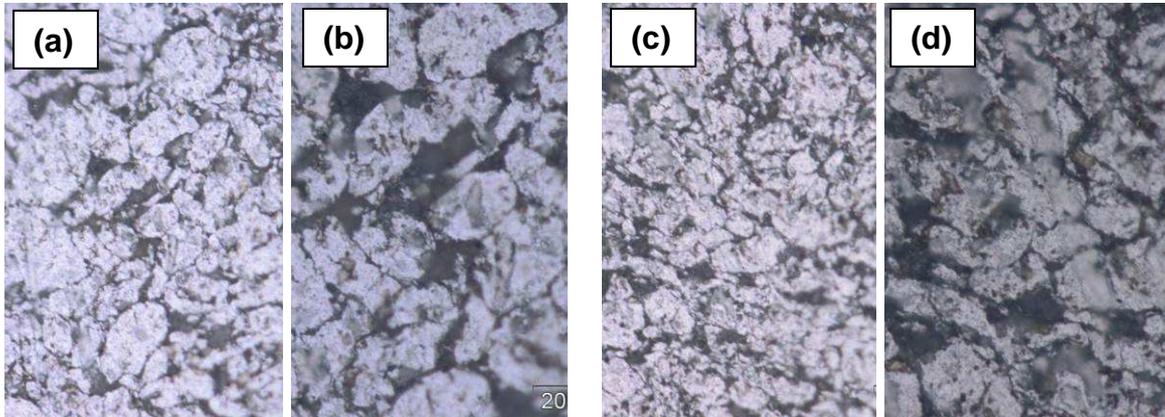


Figura 4.35 – MO AA 2124 + 10% Si_3N_4 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

b) 60 min MAE:

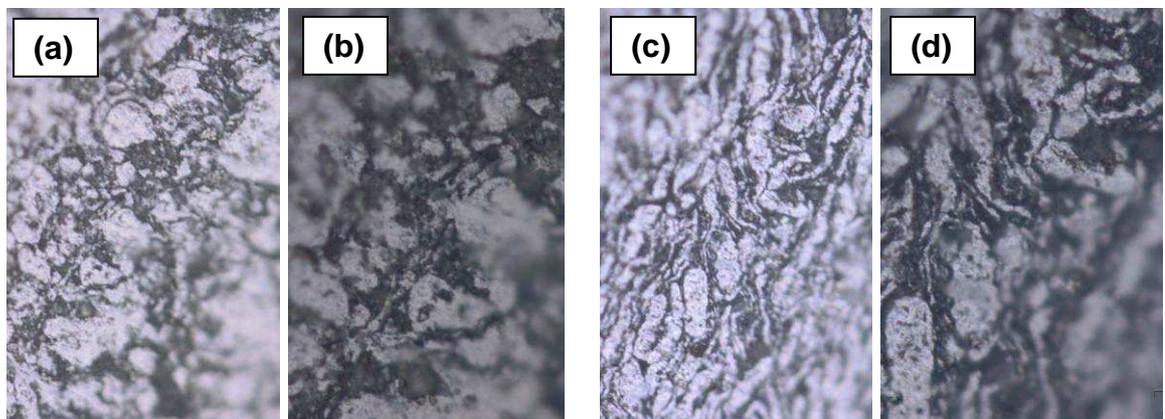


Figura 4.36 – MO AA 2124 + 10% Si_3N_4 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

c) 120 min MAE:

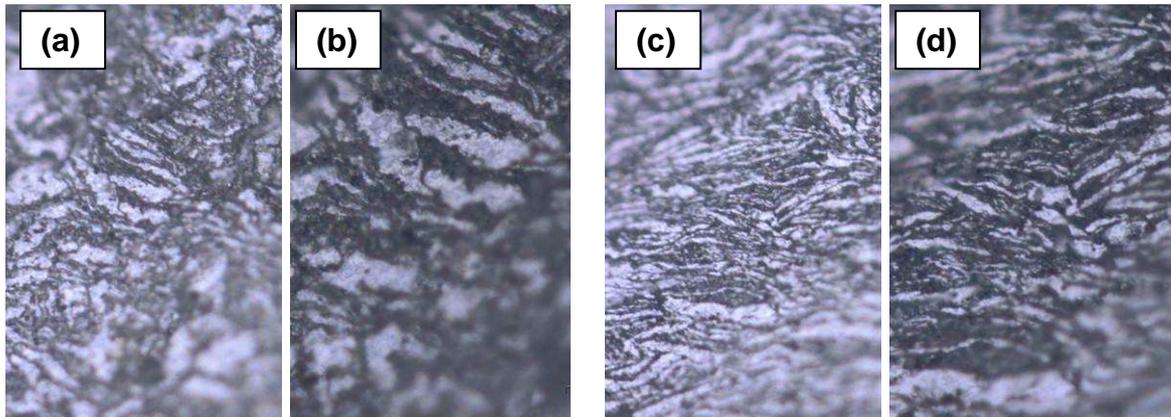


Figura 4.37 – MO AA 2124 + 10% Si_3N_4 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

As figuras 4.35 a 4.37 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 10% de reforço de Si_3N_4 das seções superficiais e transversais com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 500x e 1000x. Observamos que com o aumento do tempo de moagem as deformações das lamelas aumentaram com uma leve diferença em relação ao anterior devido a maior fração de reforço incorporado na matriz.

4.5.3. MO de AA 2124 com reforço 15% Si_3N_4 – 30, 60 e 30 minutos MAE – Seções Superficial e Transversal.

a) 30 min MAE:

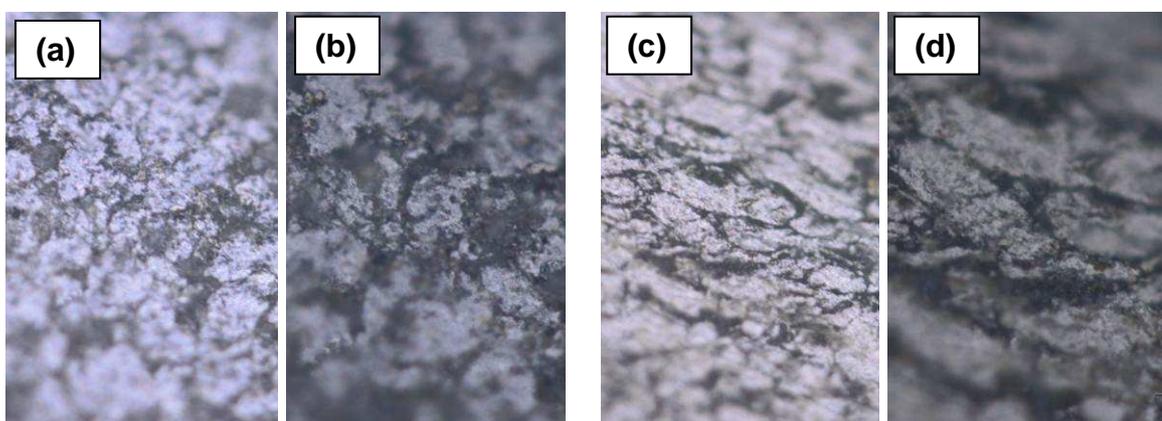


Figura 4.38 – MO AA 2124 + 15% Si_3N_4 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

b) 60 min MAE:

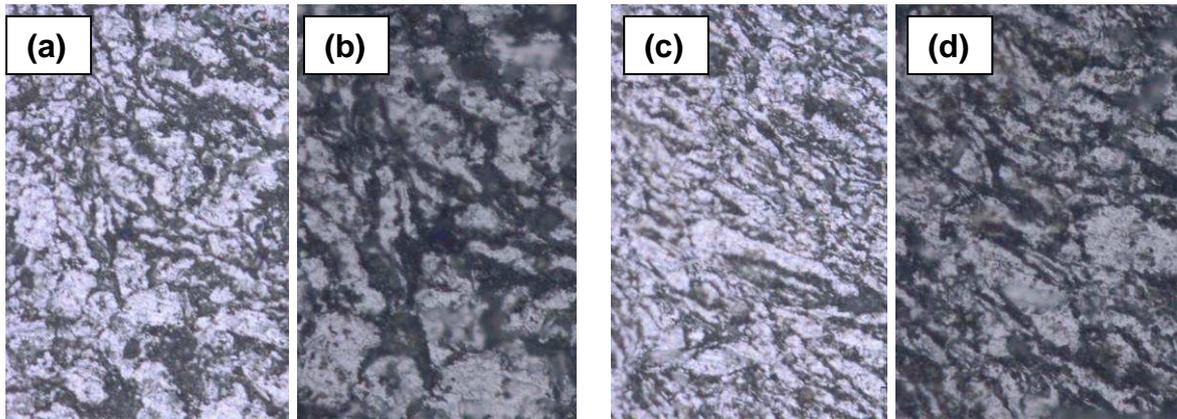


Figura 4.39 – MO AA 2124 + 15% Si_3N_4 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

c) 120 min MAE:

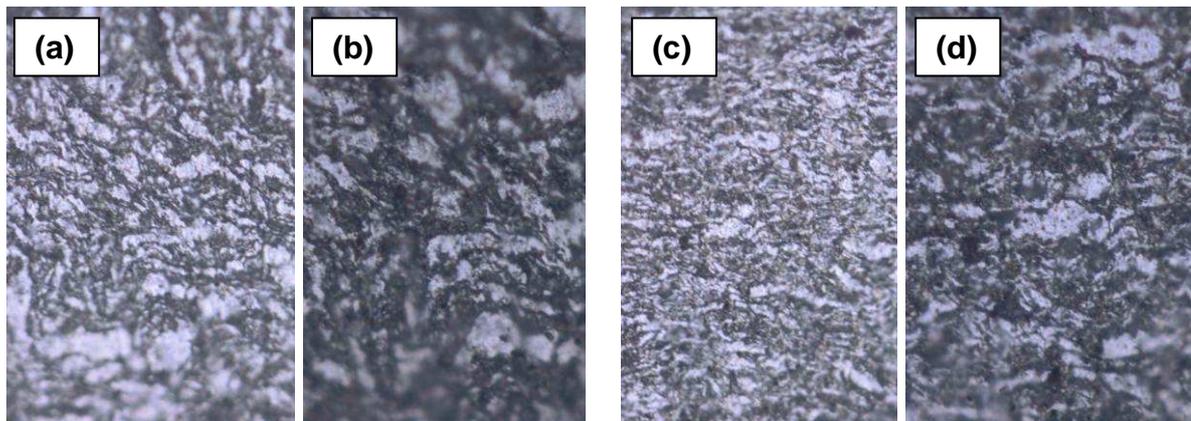


Figura 4.40 – MO AA 2124 + 15% Si_3N_4 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

As figuras 4.38 a 4.40 apresentam os resultados da microscopia ótica nas amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 das seções superficiais e transversais com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 500x e 1000x. Notamos que as lamelas seguiram a mesma morfologia de deformação que as frações de reforços anteriores com o aumento do tempo de moagem, porém com mais deformação devido a maior quantidade de reforço.

4.5.3. MO de AA 2124 com reforço 20% Si_3N_4 – 30, 60 e 30 minutos MAE – Seções Superficial e Transversal.

a) 30 min MAE:

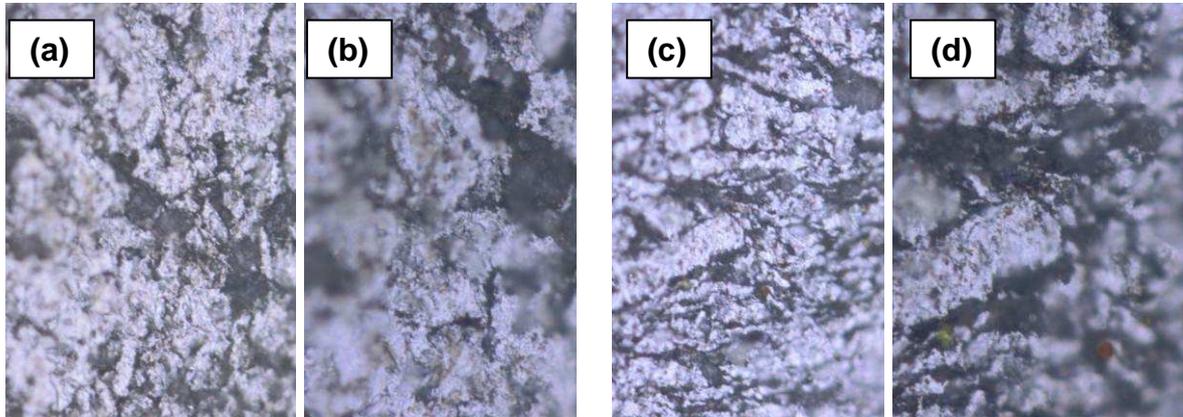


Figura 4.41 – MO AA 2124 + 20% Si_3N_4 30 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

b) 60 min MAE:

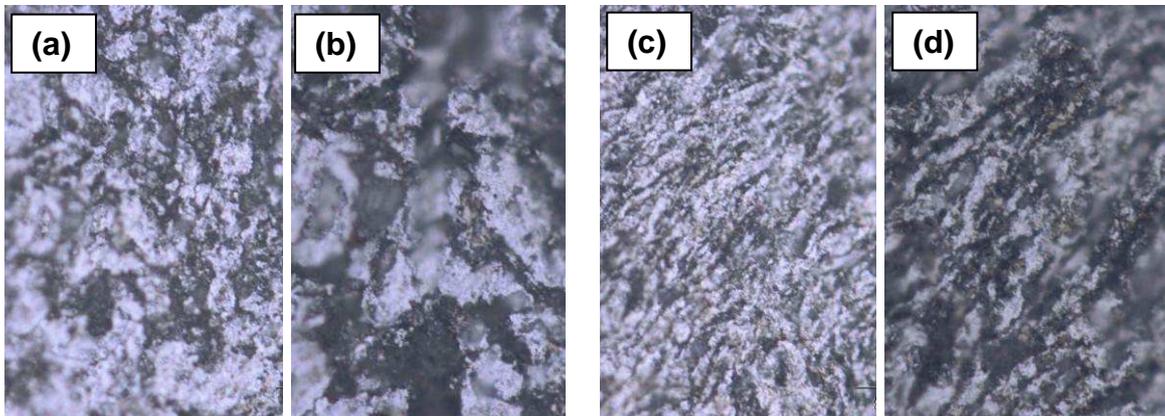


Figura 4.42 – MO AA 2124 + 20% Si_3N_4 60 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

c) 120 min MAE:

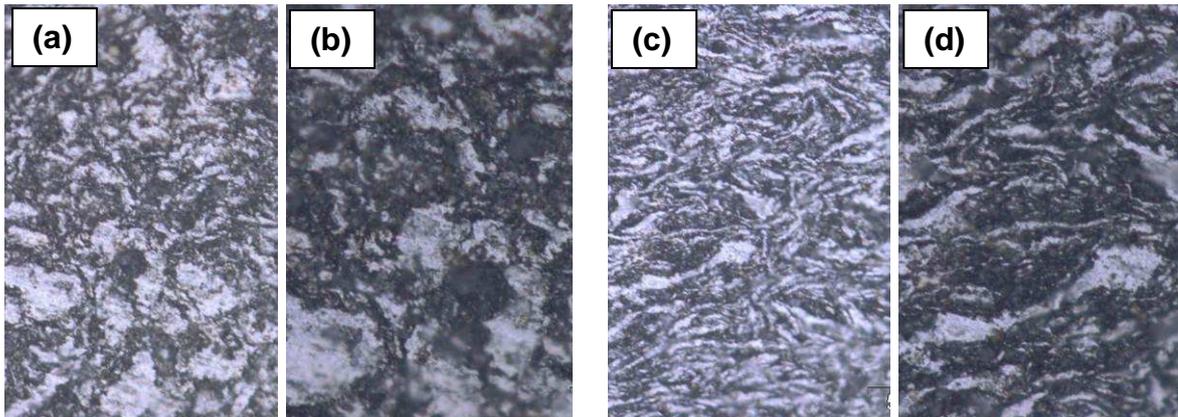


Figura 4.43 – MO AA 2124 + 20% Si₃N₄ 120 min. MAE – seção superficial: 500x (a), 1000x (b) – seção transversal: 500x (c), 1000x (d).

As figuras 4.41 a 4.43 apresentam os resultados da microscopia Ótica nas amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 20% de reforço de Si₃N₄ das seções superficiais e transversais com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 500x e 1000x. Fica nítido o aumento das fraturas mesmo a um tempo de moagem de 30 minutos devido a incorporação do reforço de Si₃N₄ que torna mais frágil a matriz de alumínio e, quanto maior o tempo de moagem, maior as deformações nas lamelas.

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

Na seção transversal, em todos os casos, pode ser visto mais claramente o fenômeno de soldagem em camadas. A inserção do reforço duro na matriz é bastante visível nas micrografias ampliadas 1000x, como também podemos ter uma ideia das dimensões e da geometria modular do reforço entre as camadas da matriz.

Observamos que o aumento do reforço foi mais significativo no sentido de promover uma maior deformação na estrutura do compósito do que o tempo de moagem, notadamente nas frações de reforços de 15% e 20%.

4.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS) das seções transversais das pastilhas reforçadas

Nesta etapa do trabalho mostraremos os resultados e comentários sobre as amostras reforçadas sobre uma visão de MEV.

4.6.1. MEV e EDS AA 2124 reforço 5% Si₃N₄ Seção Transversal – 30, 60 e 120 minutos MAE

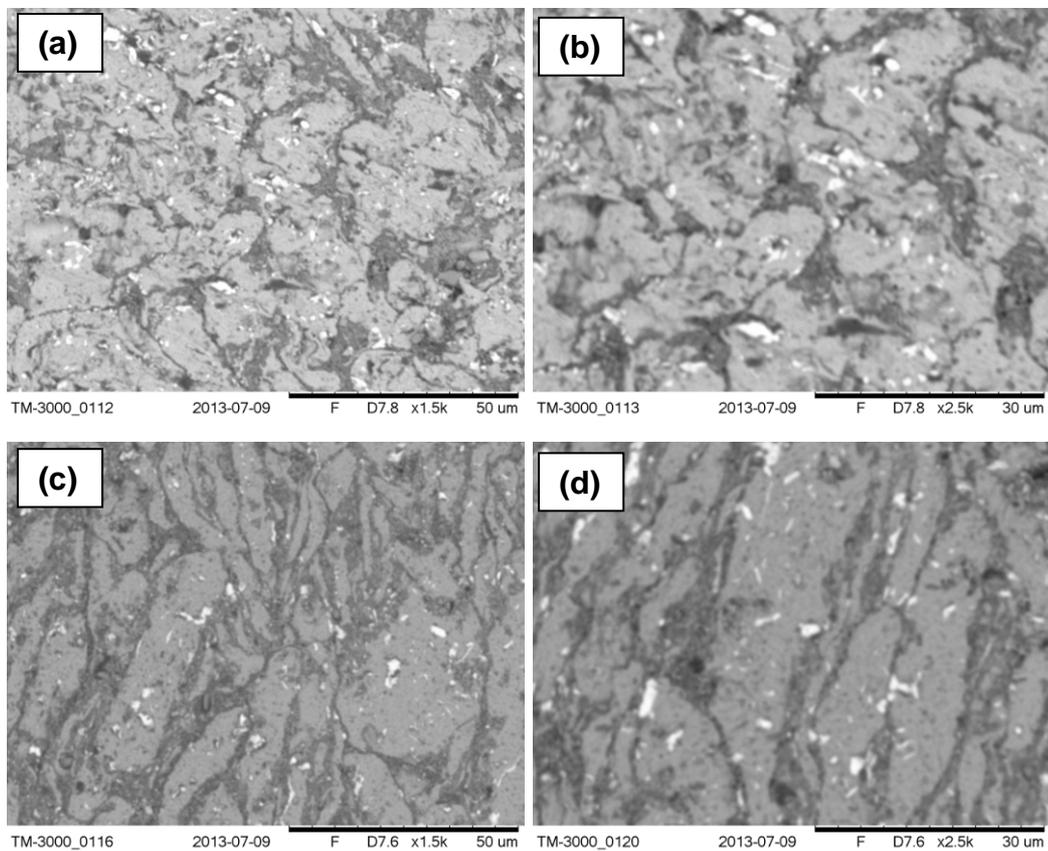


Figura 4.44 – MEV AA 2124 + 5% Si₃N₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d).

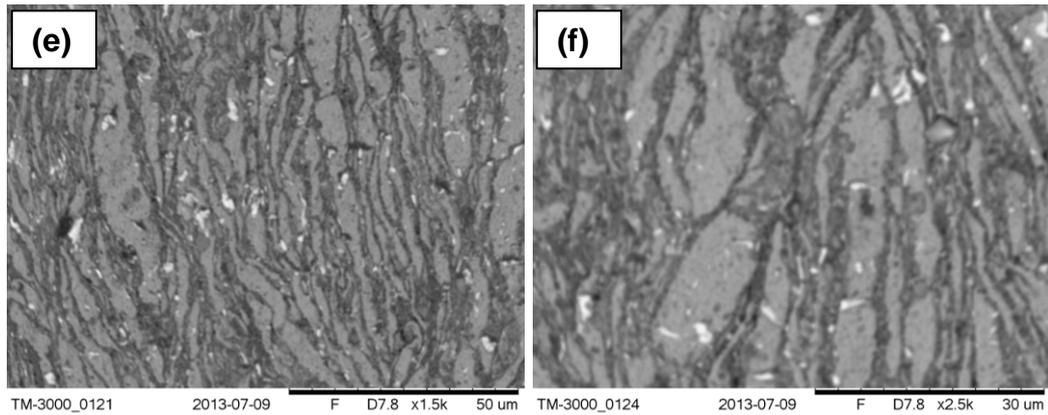


Figura 4.45 – MEV AA 2124 + 5% Si_3N_4 – seção transversal – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).

As figuras 4.44 e 4.45 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções transversais das amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 5% de reforço de Si_3N_4 com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 1.500x e 2.500x. Notamos uma maior deformação nas lamelas com o aumento do tempo de moagem.

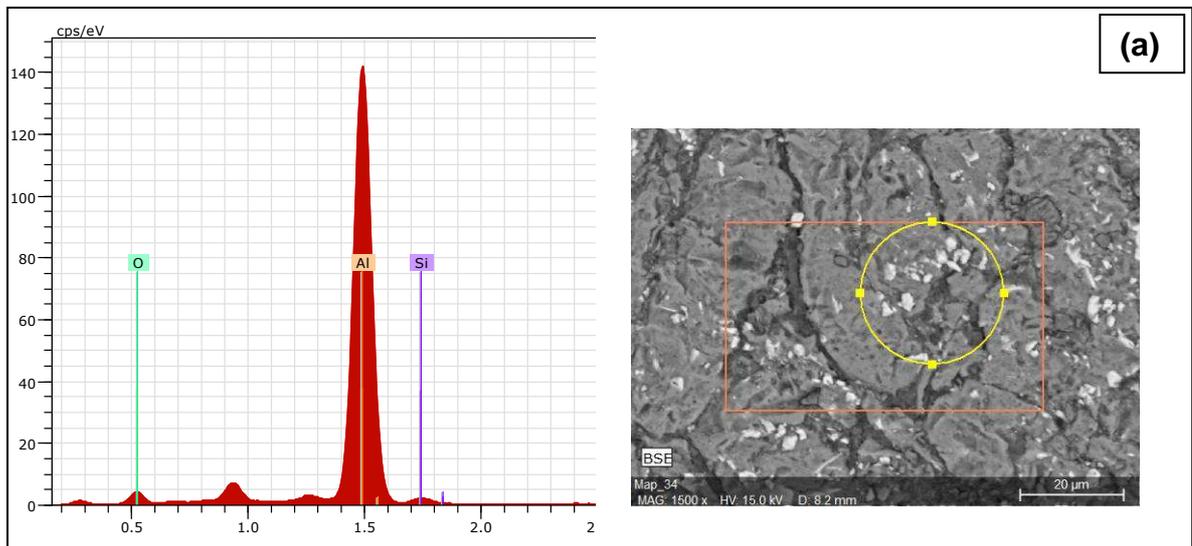


Figura 4.46 – EDS AA 2124 + 5% Si_3N_4 – seção transversal – 30 min MAE (a)

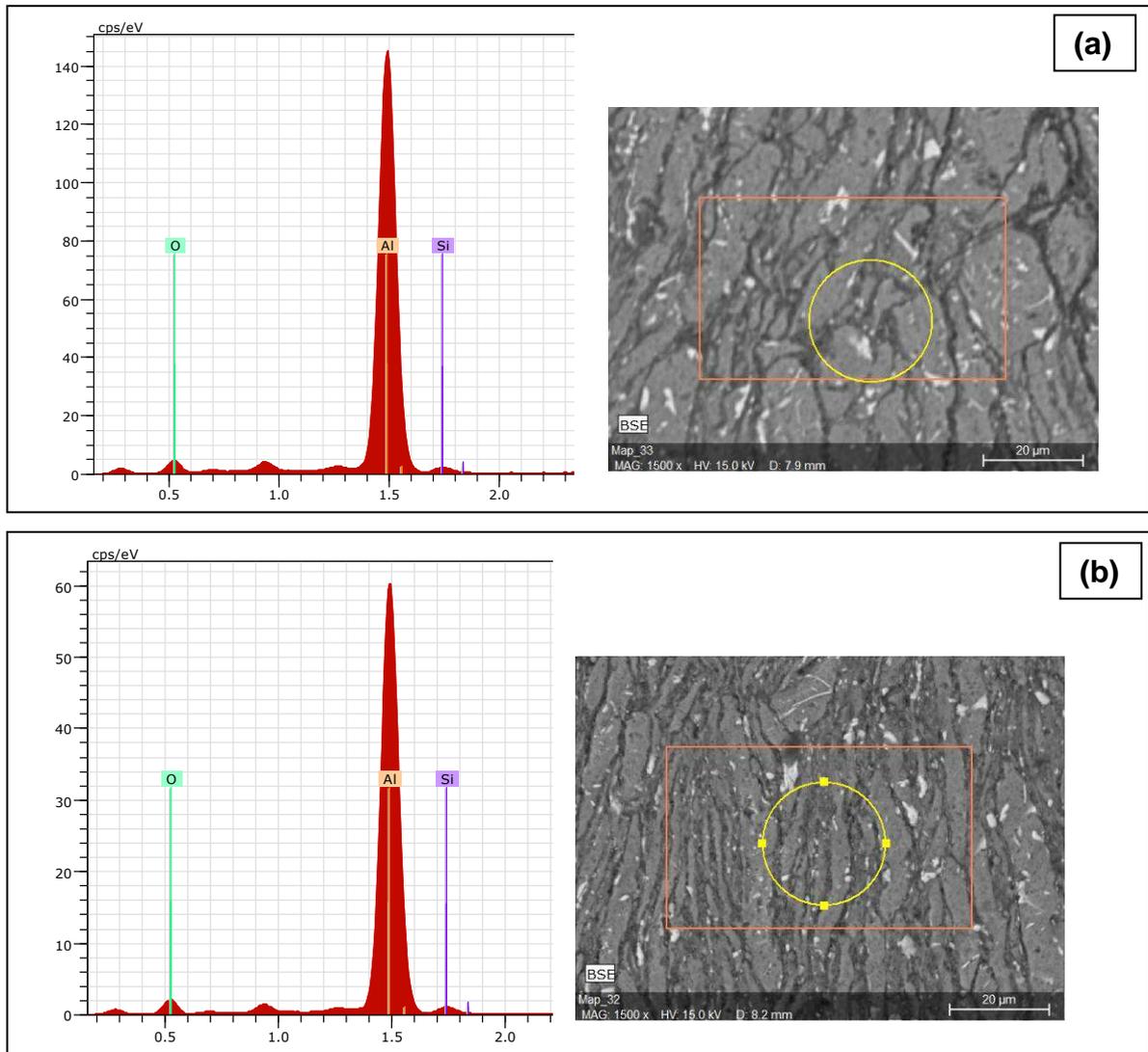


Figura 4.47 – EDS AA 2124 + 5% Si₃N₄ – seção transversal – 60 min MAE (a) – 120 min MAE (b).

As figuras 4.46 e 4.47 apresentam os resultados de Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções transversais das pastilhas de liga de alumínio AA 2124, reforçadas com 5% de Si₃N₄, processadas em diferentes tempos de moagem, 30, 60, 120 min MAE. Nota-se que o tempo de moagem não foi significativo para esses resultados, pois como podemos observar a caracterização das três curvas são similares.

Essa caracterização apresenta nas três figuras citadas, o silício como elemento evidente menor quantidade. Como pode-se notar, nas três figuras apresenta-se apenas o Al, Si e O. Evidenciando a pureza da liga e a boa incorporação do reforço.

4.6.2. MEV e EDS AA 2124 reforço 10% Si₃N₄ Seção Transversal – 30, 60 e 120 minutos MAE

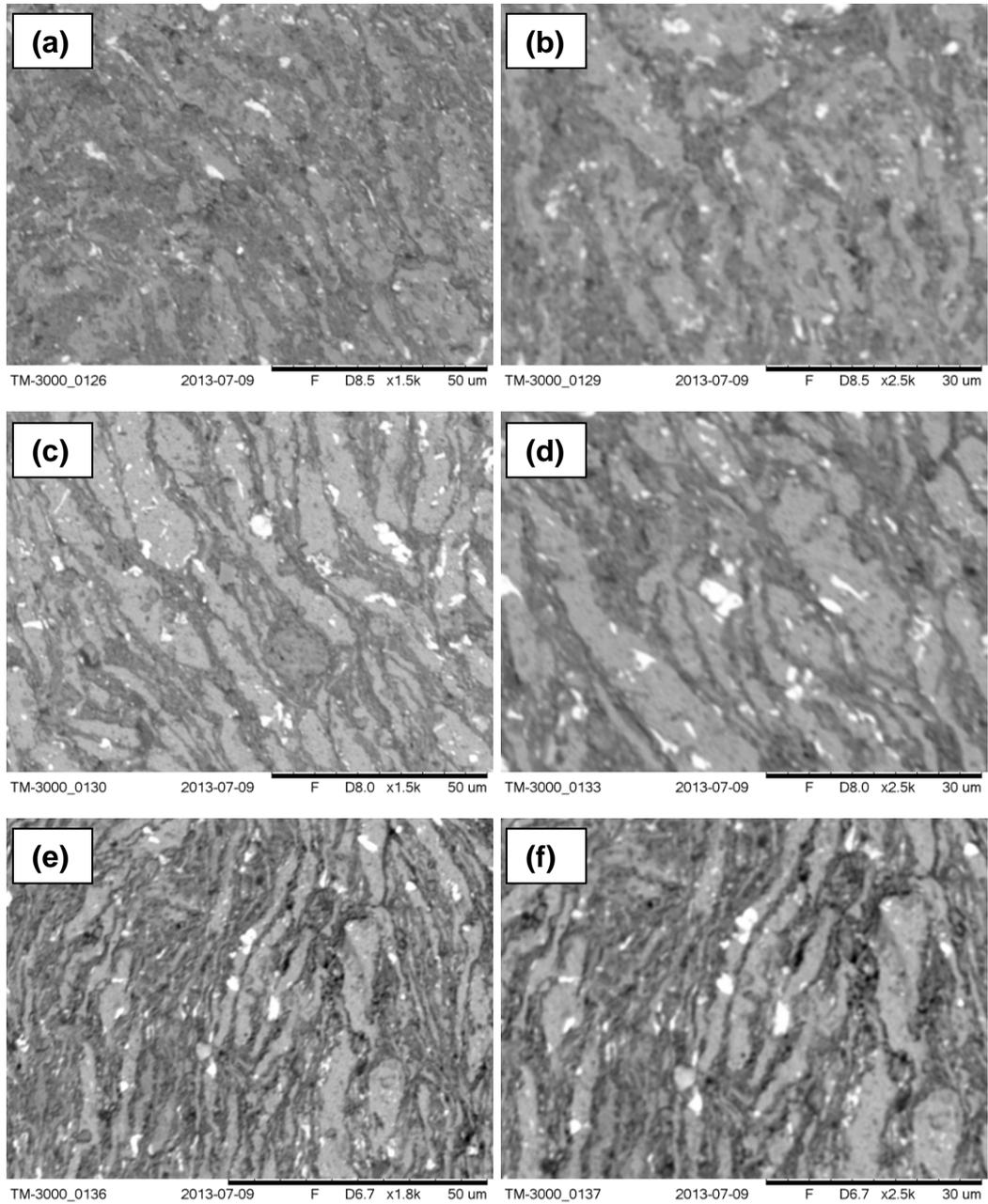


Figura 4.48 – MEV AA 2124 + 10% Si₃N₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).

A figura 4.48 apresenta os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções transversais das amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 10% de reforço de Si_3N_4 com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 1.500x e 2.500x. Nota-se uma maior deformação nas lamelas com o aumento do tempo de moagem. Observa-se que neste caso, houve uma maior fragilização do compósito devido a maior incorporação do reforço na fase dúctil da matriz e um aumento nítido do reforço de Si_3N_4 em comparando-se com o caso anterior, 5% de reforço de Si_3N_4 .

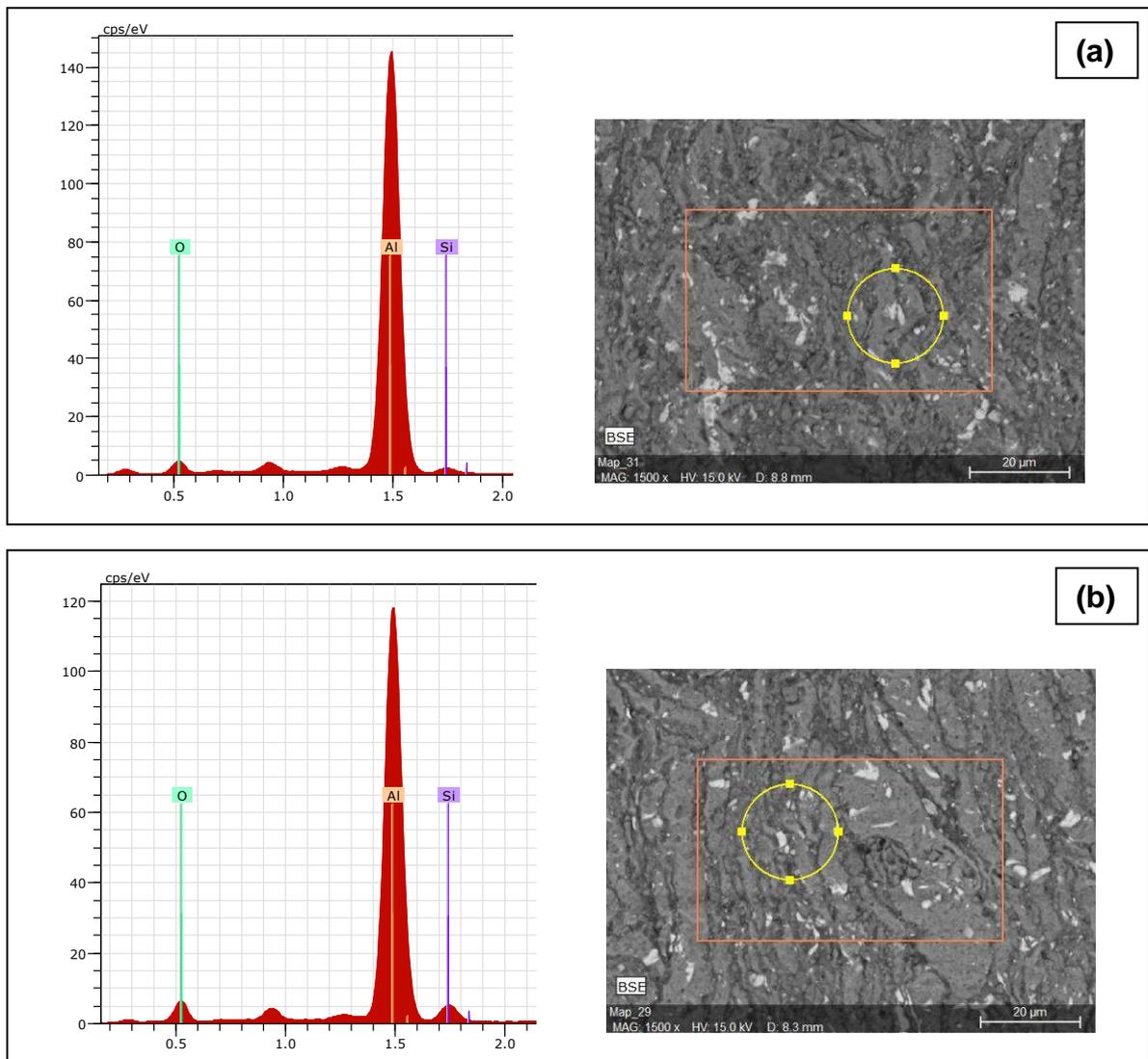


Figura 4.49 – EDS AA 2124 + 10% Si_3N_4 – seção transversal – 30 min MAE (a) – 60 min MAE (b).

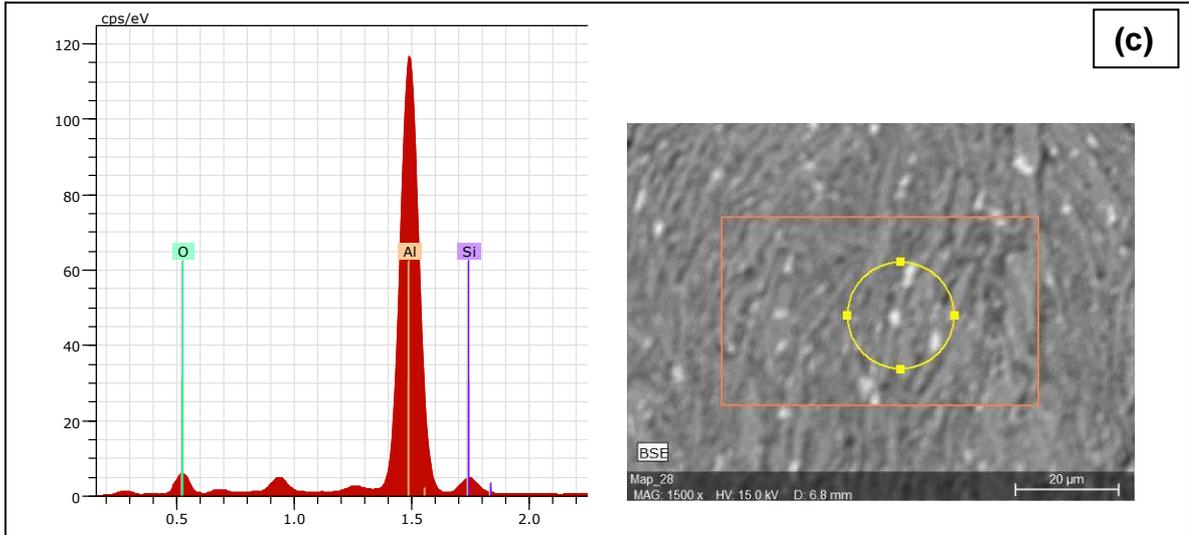


Figura 4.50 – EDS AA 2124 + 10% Si₃N₄ – seção transversal – 120 min MAE (c).

As figuras 4.49 e 4.50 apresentam os resultados de Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções transversais das pastilhas de liga de alumínio AA 2124, reforçadas com 10% de Si₃N₄, processadas em diferentes tempos de moagem, 30, 60, 120 min MAE. Nota-se que, conforme comentado no caso de 5% de reforço, o tempo de moagem não foi significativo para esses resultados. Porém, diferente do caso anterior, observa-se a maior quantidade do Si, evidenciando a maior incorporação do reforço na matriz, reforçando a teoria de eficiência da Moagem de Alta Energia.

4.6.3. MEV e EDS AA 2124 reforço 15% Si₃N₄ Seção Transversal – 30, 60 e 120 minutos MAE

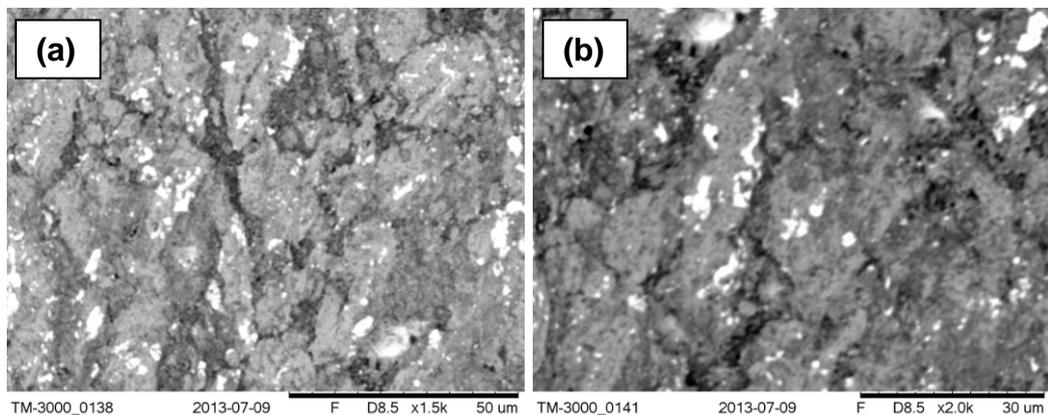


Figura 4.51 – MEV AA 2124 + 15% Si₃N₄ – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b).

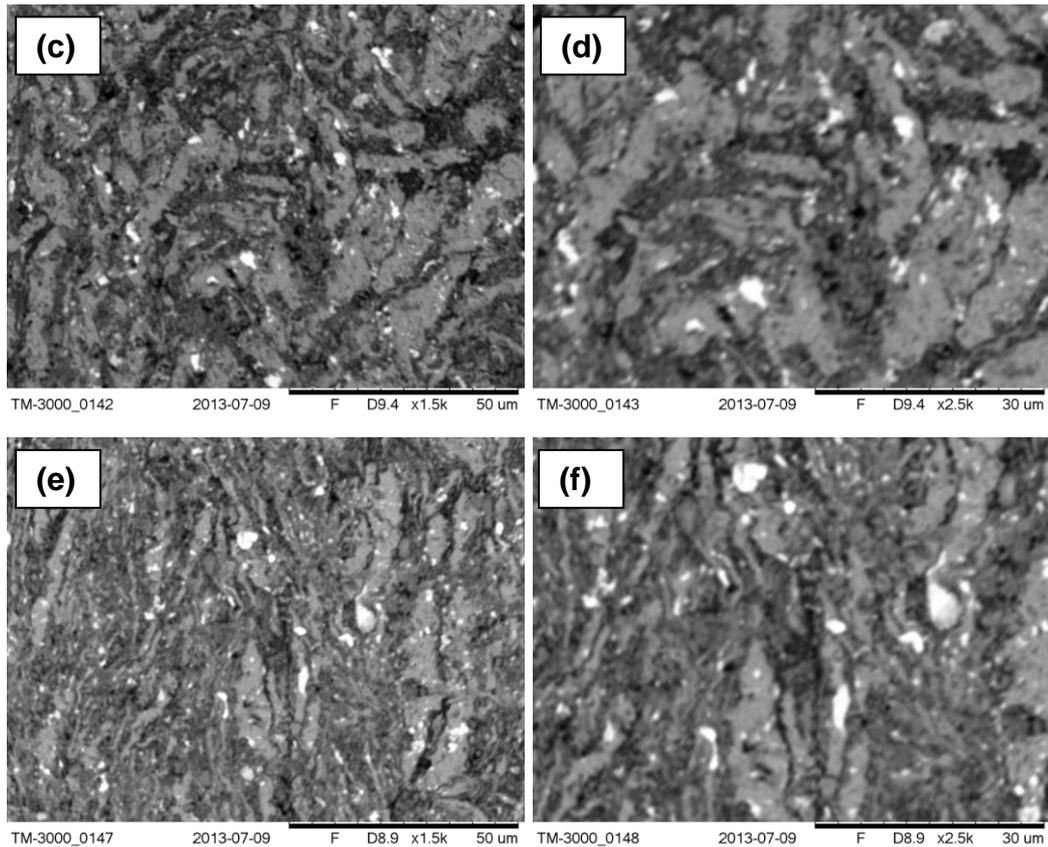


Figura 4.52 – MEV AA 2124 + 15% Si_3N_4 – seção transversal – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).

As figuras 4.51 e 4.52 apresentam os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções transversais das amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 15% de reforço de Si_3N_4 com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 1.500x e 2.500x. Nota-se uma Boa distribuição da fase de reforço nas micrografias de MEV dos compósitos. Observou-se uma estrutura mais deformada para os tempos crescentes de processamento de 30, 60 e 120 minutos de moagem.

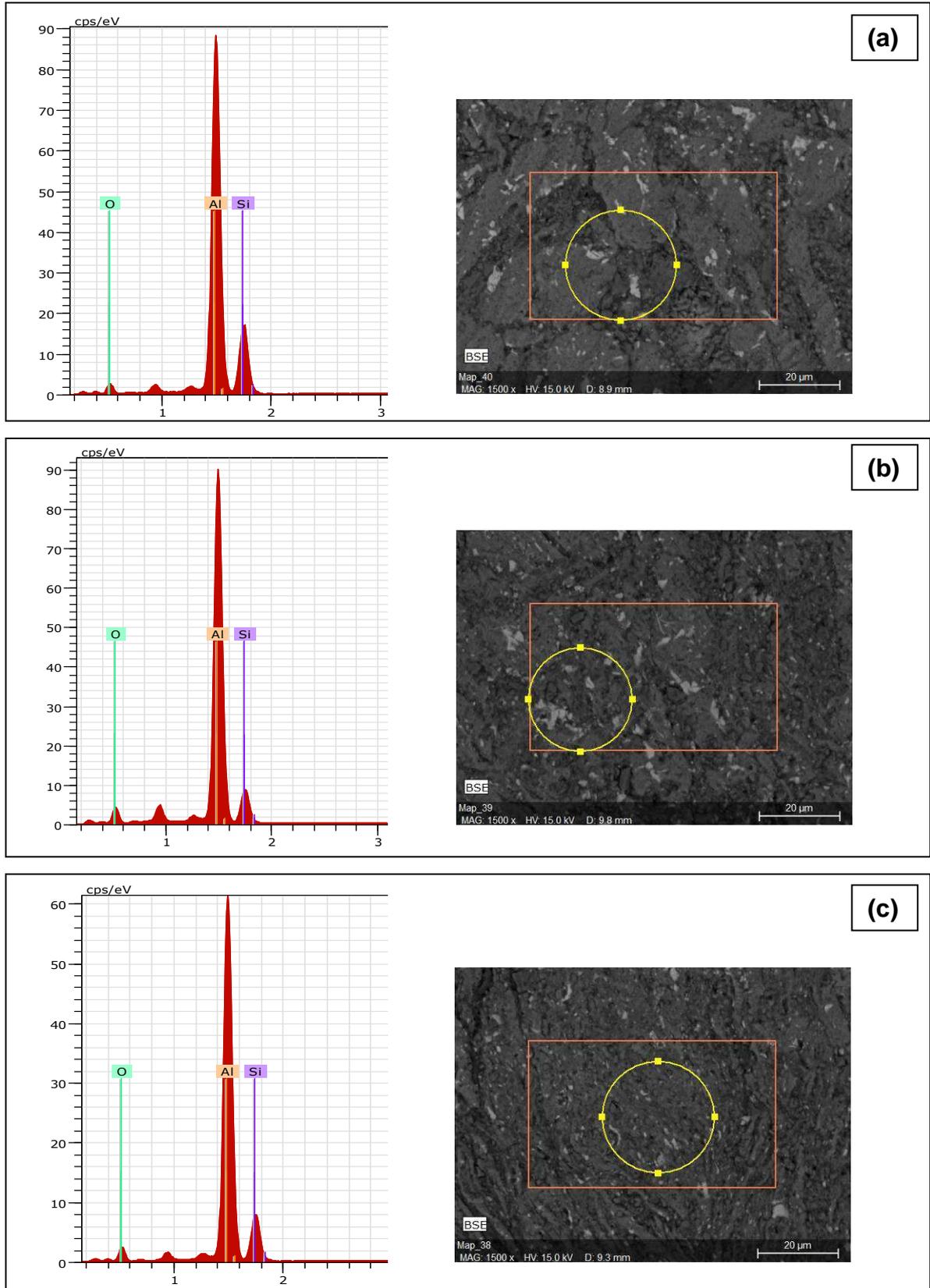


Figura 4.53 – EDS AA 2124 + 15% Si₃N₄ – seção transversal – 30 min MAE (a) – 60 min MAE (b) – 120 min MAE (c).

A figura 4.53 apresenta os resultados de Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (EDS) das seções transversais das pastilhas de liga de alumínio AA 2124, reforçadas com 15% de Si_3N_4 , processadas em diferentes tempos de moagem, 30, 60, 120 min MAE. Nesta terceira etapa é notório a incorporação do reforço na matriz evidenciado pela quantidade de Si encontrado nas amostras.

4.6.4. MEV e EDS AA 2124 reforço 20% Si_3N_4 Seção Transversal – 30, 60 e 120 minutos MAE

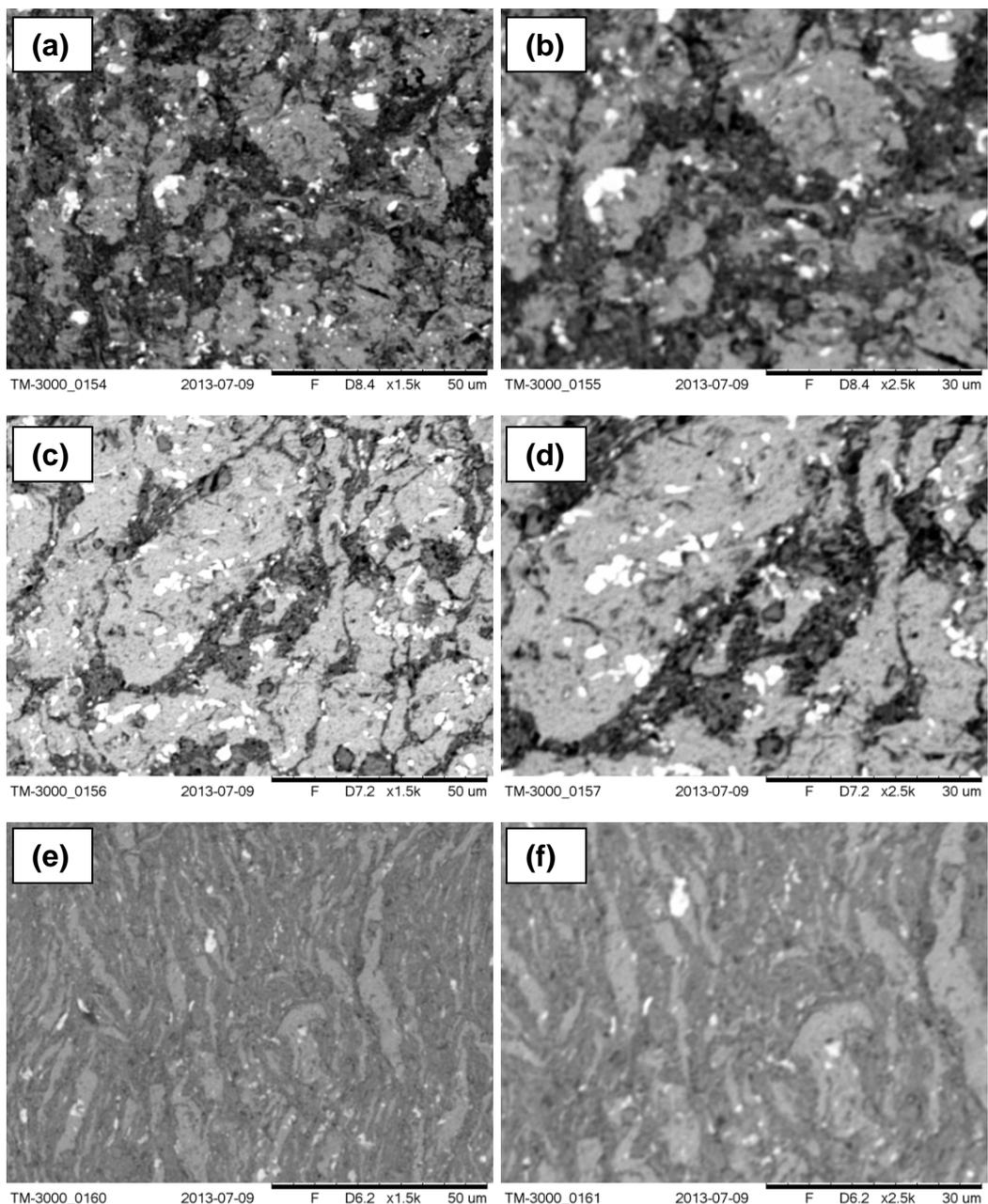


Figura 4.54 – MEV AA 2124 + 20% Si_3N_4 – seção transversal – 30 min MAE: 1.500x(a), 2.500x(b) – 60 min MAE: 1.500x(c), 2.500x(d) – 120 min MAE: 1.500x(e), 2.500x(f).

A figura 4.54 apresenta os resultados de Microscopia Eletrônica de Varredura das seções transversais das amostras das ligas de alumínio AA 2124 com 20% de reforço de Si_3N_4 com diferentes tempos de processamento, 30, 60, 120 min MAE com duas ampliações 1.500x e 2.500x. Observa-se uma boa distribuição das fases de reforço nas micrografias de MEV dos compósitos. Nota-se uma estrutura mais deformada para os tempos crescentes de processamento de 30, 60 e 120 minutos de moagem e lamelas mais homogêneas em comparação aos casos anteriores de 5, 10 e 15%.

O nítreto de silício Si_3N_4 fica revelado nas imagens do MEV mesmo em uma baixa ampliação, porém bem distribuído pela matriz de alumínio e com alguma porosidade evidenciada com aumentos maiores.

Nas micrografias transversais, observa-se que as partículas brilhantes (esbranquecidas) nítidas nas figuras ampliadas 2500x, descontínuas do reforço de nítreto de silício estão aderidas na estrutura lamelar da matriz AA 2124 que preenche os espaços do compósito sinterizado. Esta aderência promove a interação entre o reforço e matriz facilitando o incremento das propriedades mecânicas do material fabricado.

A micrografia do MEV ampliada tanto a 1500x como a 2500x, revela surgimentos de vazios gerando interstícios no compósito. Essa característica indica a formação de uma textura rugosa e com diversos tipos de poros ou cavidades interconectados.

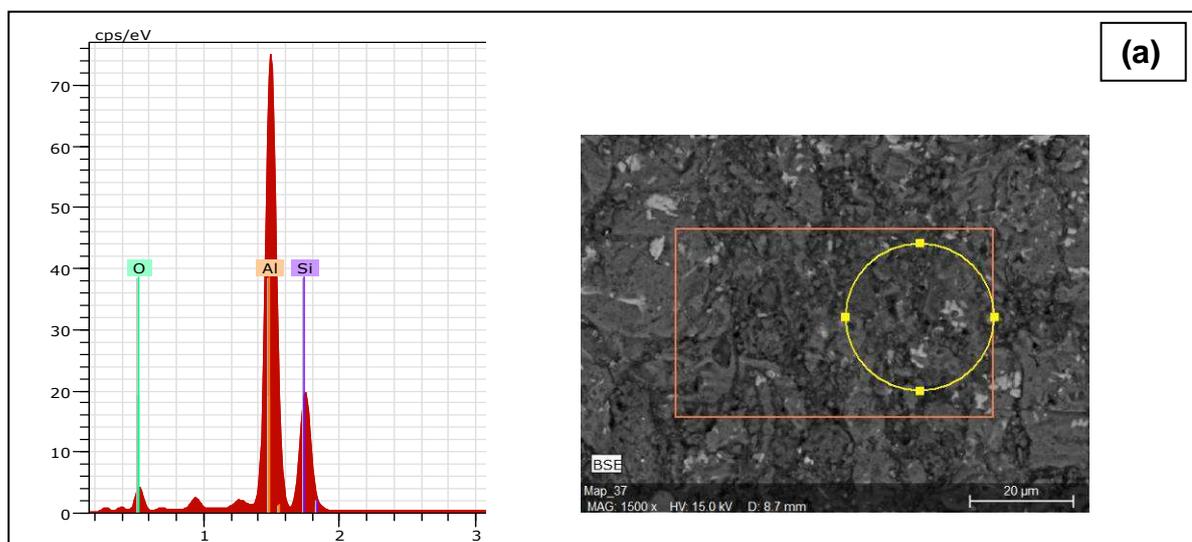


Figura 4.55 – EDS AA 2124 + 20% Si_3N_4 – seção transversal – 30 min MAE (a).

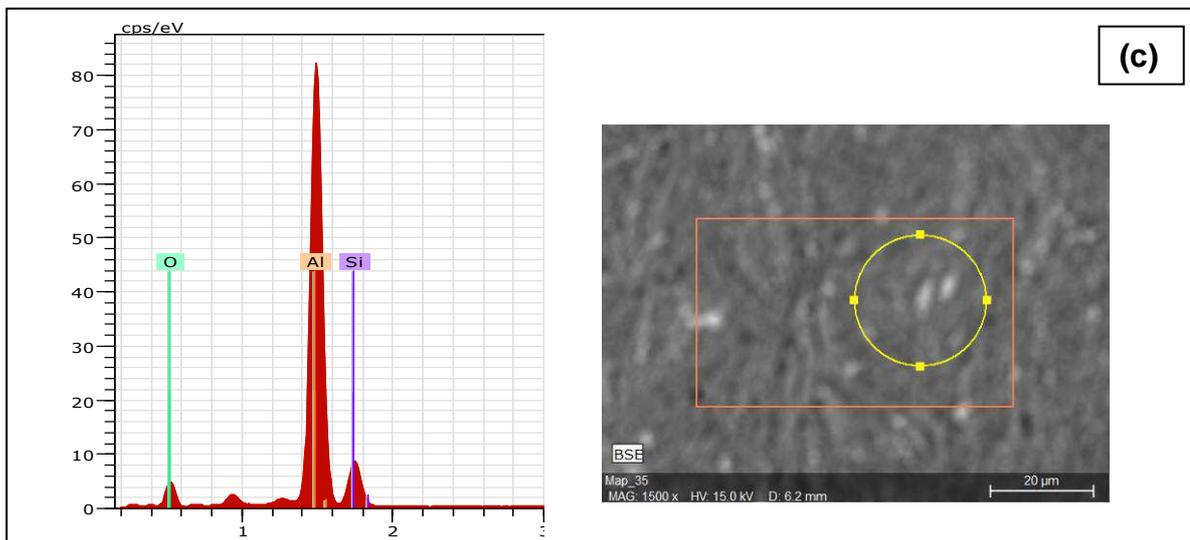
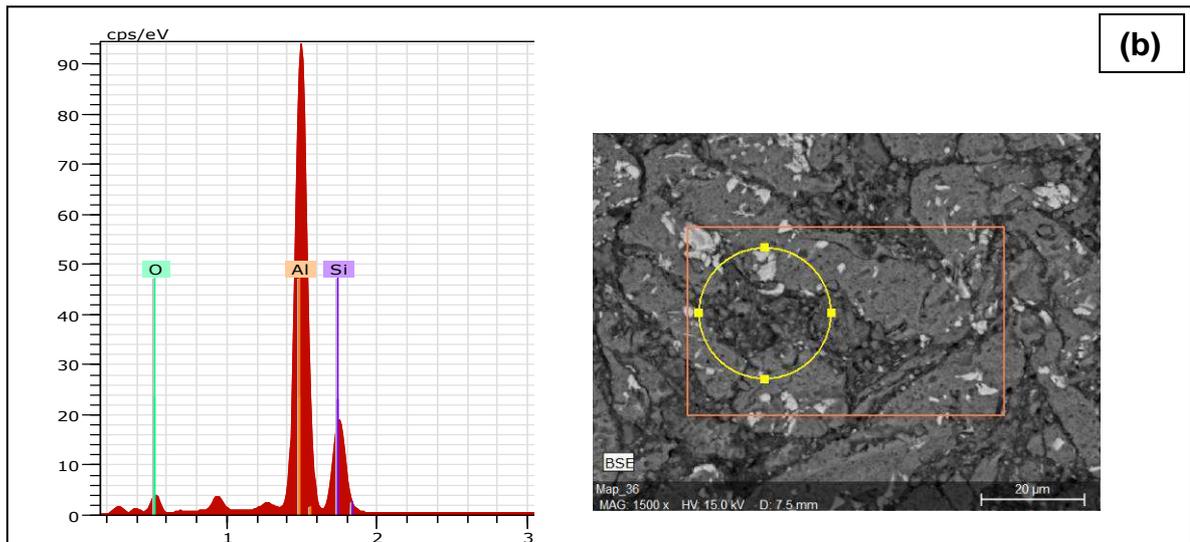


Figura 4.56 – EDS AA 2124 + 20% Si_3N_4 – seção transversal – 60 min MAE (b).– 120 min MAE (c).

As figuras 4.55 e 4.56 apresentam os resultados de Eletroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções transversais das pastilhas da liga de alumínio AA 2124, reforçadas com 20% de Si_3N_4 , processadas em diferentes tempos de moagem, 30, 60, 120 min MAE. Nesta etapa ratificamos o argumento utilizado nos casos anteriores onde observa-se que o aumento do tempo de moagem não foi significativo para esse ensaio, porém observamos cada vez mais a incorporação do reforço na matriz de acordo com o aumento do percentual de Si_3N_4 .

As cavidades e lacunas nas amostras são comprovadas através do EDS, onde mostra a presença forte do oxigênio, mesmo após baixa de pressão na máquina pela produção de um vácuo. Com o EDS ilustramos a boa estabilidade da matriz de alumínio e aderência do reforço na matriz.

4.7. Ensaio Mecânicos

4.7.1. Microdureza Vickers das pastilhas reforçadas

Nesta etapa do trabalho mostram-se os resultados da análise por microdureza Vickers para as pastilhas reforçadas. Utilizamos uma carga de 0,5 a 1,0 kgf, devido a variação de deformação nas áreas amostradas. Esse ensaio revelará a influência do percentual de reforço na matriz em um comparativo com a dureza do compósito.

Os resultados de dureza apresentam-se linearmente com a incorporação do reforço, porém com uma queda na incorporação de 20% Si3N4.

Tabela 4.1 – Planilha do Excel: Valores das durezas e desvios das áreas superficiais e transversais.

AMOSTRA	Densificação %	SEÇÃO SUPERFICIAL (kgf/mm ²)		SEÇÃO TRANSVERSAL (kgf/mm ²)	
		Média Dureza	Desvio Padrão	Média Dureza	Desvio Padrão
1 AA 2124 + 5% Si3N4 - 30 MAE	93,29	82,13	7,04	78,59	0,87
2 AA 2124 + 5% Si3N4 - 60 MAE	96,51	88,08	6,97	76,33	5,46
3 AA 2124 + 5% Si3N4 - 120 MAE	96,67	153,48	16,81	119,44	5,70
4 AA 2124 + 10% Si3N4 - 30 MAE	94,01	79,44	4,35	71,72	3,13
5 AA 2124 + 10% Si3N4 - 60 MAE	96,44	210,95	3,08	159,48	5,72
6 AA 2124 + 10% Si3N4 - 120 MAE	96,27	169,06	7,23	144,92	8,88
7 AA 2124 + 15% Si3N4 - 30 MAE	94,01	221,58	3,68	163,76	2,29
8 AA 2124 + 15% Si3N4 - 60 MAE	97,33	297,73	8,88	204,14	4,12
9 AA 2124 + 15% Si3N4 - 120 MAE	95,65	222,55	7,74	172,28	1,92
10 AA 2124 + 20% Si3N4 - 30 MAE	95,16	133,19	10,54	107,52	12,16
11 AA 2124 + 20% Si3N4 - 60 MAE	97,12	238,85	15,01	141,81	7,78
12 AA 2124 + 20% Si3N4 - 120 MAE	96,49	205,54	5,38	185,26	9,52

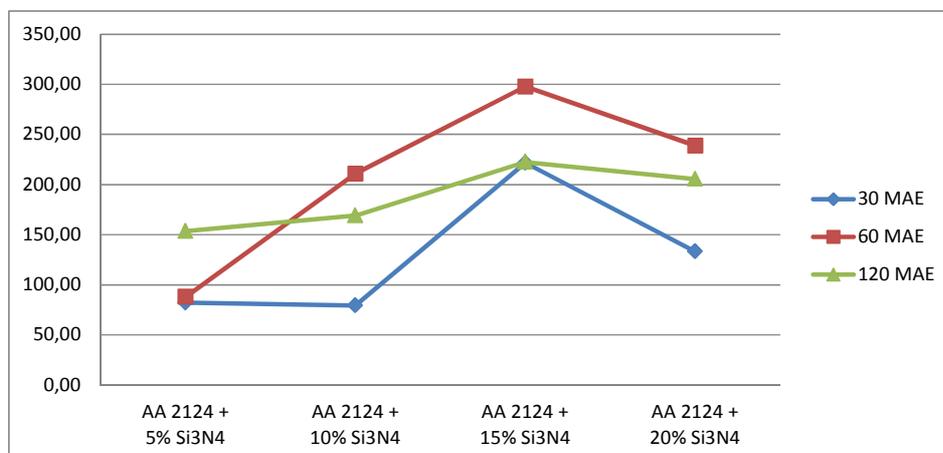


Figura 4.57 – Gráfico comparativo entre as durezas das amostras superficiais.

A tabela 4.1 apresenta os resultados encontrados no ensaio de tração com as doze amostras superficiais e transversais, utilizados para a confecção dos gráficos da figura 4.57 e 4.58.

A figura 4.57 mostra o gráfico comparativo entre as durezas das amostras superficiais para os diferentes tempos de moagem. Nota-se um comportamento crescente para o maior tempo de moagem com destaque para a fração de reforço de 15% de Si_3N_4 a 60 minutos de moagem de alta energia.

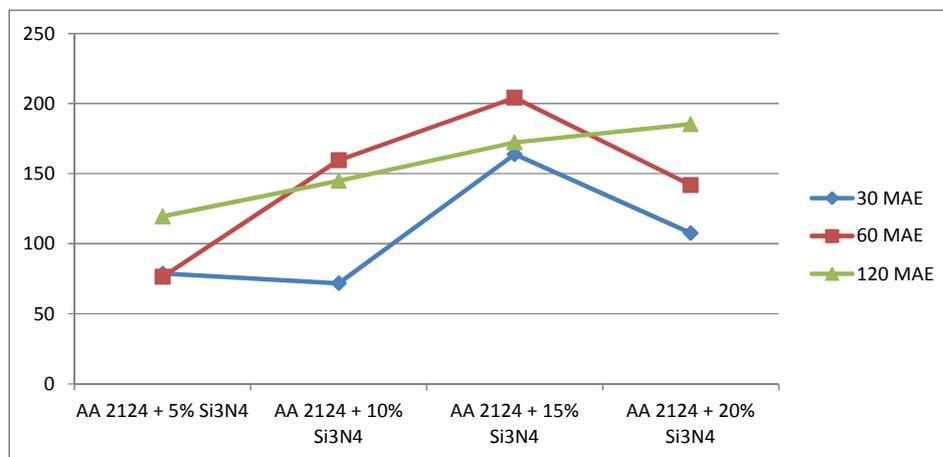


Figura 4.58 – Gráfico comparativo entre as durezas das amostras transversais.

A figura 4.58 mostra o gráfico comparativo entre as durezas das amostras transversais para os diferentes tempos de moagem. Nota-se um comportamento crescente com o aumento do tempo de moagem com um notável incremento da dureza a 120 minutos de moagem.

Os gráficos anteriores das figuras 4.57 e 4.58, retirados da tabela 4.1, evidenciaram um resultado esperado: o aumento de reforço é diretamente proporcional ao aumento da dureza associada, uma vez que a deformação plástica macroscópica corresponde ao movimento de grandes números de discordância, a habilidade de um metal para se deformar plasticamente depende da habilidade das discordâncias para se moverem. Como a dureza e a resistência, seja ela limite de escoamento ou limite de resistência à tração, estão relacionadas com a facilidade com que a deformação plástica pode ser induzida mediante a redução da mobilidade

das discordâncias para início à deformação plástica, temos um aumento na dureza e resistência.

A formação de números de picos de nitreto de silício Si_3N_4 em maior quantidade nas amostras com moagem de alta energia à 60 minutos, no difratograma e EDS, em relação as outras moagens, 30 e 120 minutos, indicavam o fato de que o processamento utilizando 60 minutos foi mais eficiente na incorporação de partículas de reforço na matriz e como consequência um resultado elevado em sua dureza.

Em todos os compósitos observou-se o destacamento das partículas de reforço da matriz, em maior ou menor grau. Na interface matriz/reforço em que não há coerência com a matriz pode haver fratura dúctil, haja vista que o alongamento diminui com a adição do Si_3N_4 facilitando o aparecimento de trincas.

5. CONCLUSÕES

- A fabricação das amostras à base de compósitos sinterizados através da técnica de metalurgia do pó, da liga de alumínio AA 2124 com reforço particulado de 5%, 10%, 15% e 20% em massa de nitreto de silício Si_3N_4 separadamente, foi executada com relativo sucesso, utilizando-se uma rota de processamento de metalurgia do pó de moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização.
- O tempo de moagem de 30 minutos foi insuficiente para que os reforços fossem incorporados na matriz da liga de alumínio AA 2124, enquanto que o tempo de 60 minutos proporcionou uma melhor incorporação, homogeneidade e uniformidade na distribuição dos reforços na matriz.
- O tempo de moagem de 120 minutos mostrou uma incorporação melhor que a moagem à 30 minutos, porém suas propriedades ficaram abaixo da moagem à 60 minutos.
- Após o processamento de moagem de alta energia (Mechanical Alloying – MA) em moinho vibratório tipo SPEX, foi verificada a redução apreciável no tamanho das partículas dos pós e incorporação das partículas duras do reforço pela matriz dúctil.
- As imagens feitas através de MEV e os espectros de DRX dos pós processados por Moagem de Alta Energia, apresentam uma eficiente inserção e distribuição das fases dos reforços na matriz, sem aglomeração, indicando boa solubilidade, sendo observado em maior quantidade à medida que aumenta o percentual de reforço no compósito sinterizado. Notamos uma formação de estruturas lamelares com arranjos em sequências regulares, com boa parte dos reforços orientados na mesma direção da matriz.

- Observamos que o aumento do reforço foi mais significativo no sentido de promover uma maior deformação na estrutura do compósito do que o tempo de moagem, notadamente nas frações de reforços de 15 e 20%.
- Observou-se nas micrografias de MEV dos compósitos sinterizados uma estrutura mais deformada para os tempos crescentes de processamento de 30, 60 e 120 minutos de moagem para todas as fases e frações de reforços utilizadas.
- Os resultados de dureza apresentaram-se linearmente crescentes com o aumento da fração de reforço na matriz, destacando o efeito positivo da técnica de Metalurgia do Pó utilizando MAE na produção dos compósitos.
- Tomando como base a dureza da liga de AA 2124 sinterizada sem reforço que foi de 37,880 kgf/mm², observamos que o compósito à 15% de reforço Si₃N₄ à 60 minutos MAE, apresentou um maior valor de dureza (297,73 kgf/mm²) evidenciando um ganho de cerca de 785,98% nessa propriedade mecânica.

6. RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Processar amostras com pós em tempos de moagem de 60, 120 e 150 minutos num moinho vibratório tipo SPEX.
2. Processar e obter os compósitos da liga de alumínio AA2124 com reforço particulado de Si_3N_4 por extrusão a quente.
3. Realizar tratamento térmico dos compósitos da liga de alumínio AA2124 com reforço particulado de Si_3N_4 .
4. Avaliar as propriedades mecânicas como resistência à tração, limite de escoamento e dureza Vickers dos compósitos fabricados com 5, 10, 15 e 20% de Si_3N_4 .

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Normas citadas:

- AISI D6 – Materiais para matrizes e ferramentas.
- ASTM E92 – Ensaio de Dureza Vickers.
- NBR NM 188-1 – Ensaio de Dureza Vickers.

ABAL – Associação Brasileira de Alumínio. 2013.

A Metalurgia Do Pó: Alternativa Econômica Com Menor Impacto Ambiental - Vários – editora METALLUM EVENTOS TÉCNICOS E CIENTÍFICOS, 1ª. Edição, 2009.

BENJAMIN, J. S. Metall.Trans., 1 (1970).

CALLISTER W. D. Jr., Ciência e Engenharia dos Materiais, Uma introdução; 7ª ed. Rio de Janeiro 2006.

CAMARGO A.C., Comparação das características de corpos de prova de alumina a verde e após sinterização obtidos por prensagem isostática uniaxial, IPEN, São Paulo, 1993.

CERTEC – Advanced Ceramics. Nitreto de Silício – Si₃N₄.
www.ceramiccertec.com.br/index.php/produtos-e-materiais/nitreto-de-silicio

CHAWLA K.K.; Composite materials science and Engineering, New York, Springer Verlag p 3-5, 1987.

CHAWLA K.K., Ceramic matrix composites, Chapman & Hall, 1993.

CHIAVERINI V. Aços e ferros fundidos.

CHIAVERINI, Vicente. Tecnologia Mecânica. 2 ed. São Paulo, Mc Graw-Hill, 1986.

CLYNE T.W.; WITHERS P.J., An introduction to metal matrix composites, Cambridge University Press. p 1-3 1993.

COELHO R. E. L.; S.J.G. AMBROZIO F., Extrusion of aluminum alloys prepared from mechanical alloying powder, Mat SCI. Fórum Switzerland v. 416-18 p. 176-182. 2003.

COSENTINO, Pedro A. de S. Lopes. O Efeito de Carbetos Metálicos na Sinterização do Carbetos de Boro por Prensagem a Quente. Rio de Janeiro – RJ. COPPE/UFRJ, 2006.

DEMAR – Departamento de Engenharia de Materiais. Notas de aulas. USP, 2012.

DIAS A.M. et al. Injeção de pó de aço Fe-Ni-P obtido por moagem em moinho atritor, Canoas – R.G. do Sul – Brasil, v 6, n 2, pp. 5-16, 2005.

DINIZ, MARCONDES, COPPINI; Tecnologia de usinagem dos materiais, editora artliber, 2ª ed, 2000.

FOGAGNOLO J.B. et al. Extrusion and properties of composites manufactured by mechanical alloying, Romania, pp 21-26, 2000.

FOGAGNOLO, J. B. et al. Al reinforced with silicon nitride particles processed by mechanical milling. Scripta Materialia, 2002.

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

FOGAGNOLO J.B. et al. Aluminium Matrix composites reinforced with Si_3N_4 , AlN and ZrB_2 produced by powder metallurgy and mechanical alloying, Kona, n 22, 2004.

GARCIA A., Solidificação fundamentos e aplicações, 1ª edição ed. Unicamp, Campinas, Brasil, 2001.

GHAZALI M.J., Wear characteristic of several commercial wrought alloys against tool steel, Department of Mechanical and Materials Engineering – University Kebangsaan Malaysia, 2006.

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

GROSZ A.D.; DYZIA M.; SLEZIONA J., Structure and technological properties of $\text{AlSi12} - (\text{SiC}_p + \text{Cg}_p)$ composites, archives of foundry engineering, vol 8, p. 43-46, 2008.

GUPTA, A. K.; LLOYD, D. J.; COURT, S. A.; Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si. Materials Science e Engineering, February 2001.

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

JUSTUS R.; CINTHO et al. Preparação e caracterização de metal-cerâmica por infiltração de metal fundido em pré-formas a base de quartzito e bentonita UEPG Ponta Grossa-PR, 2006.

KOCH C.C., Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: problems and opportunities. Nanostructured materials, v9, n 1-8, p.13-22, 1997.

LIMA, Andreza Menezes; CARVALHO, João Victor Ferreira; GIRÃO, Thiago liberato. Introdução à compósitos. Trabalho acadêmico da disciplina Química dos Materiais. Instituto Politécnico de Engenharia Mecânica. UERJ, 2008.

- L. FROYEN, University of Leuven; B. VERLINDEN, University of Leuven, Belgium. Aluminium Matrix Composites Materials. European Aluminium Association. 1994.
- MATAIX, D. B. Investigación de La interacción Matriz-Partícula em Materiales Compuestos de Matriz de Alumínio Reforzados com Intermetálicos. Influencia em las Características Resistentes. Tesis Doctoral. Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales. Universidade Politécnica de Valencia, 1999.
- MOURA, Alexandre D. Araújo de. Obtenção e Caracterização de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA 1100 com reforço cerâmico particulado de Carboneto de Silício e Alumina produzidos através da técnicas de Metalurgia do Pó. Dissertação de Mestrado. UFPE – Universidade Federal de Pernambuco, 2013.
- MOURISCO, Aroldo José. Preparação e Caracterização de Compósito de Matriz de Alumínio AA 1100 com Partículas de SiC por Metalurgia do Pó. 1995.
- MORO N.; AURAS A.P., Processos de fabricação: metalurgia do pó e o futuro da indústria, CEFET Florianópolis, Santa Catarina, 2007.
- MURTY, B.S.; RANGANATHAN S., Novel material synthesis by mechanical alloying / milling INT. MATER. REV. v 43, n 3, p 101-41 1998.
- NAVAS, Ana Maria; Estúdio de la Influencia Del Tamaño de Partículas de Si em la Aleación AA 2124 Hipersilicada por via Pulvimetalúrgica, Proyecto fin de Carrera, Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas. Departamento de Ingeniería de Materiales, Febrero, 1997.
- NUNES R.A., Metalurgia do pó, DCMM PUC, Rio de Janeiro, 2003.
- ODANI Y., Aluminium alloys metal powder report, vol 49, p. 36-40, 1994.
- PADILHA, Ângelo Fernando. Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades. Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A, Curitiba-PR, 2000.
- PARK J.J.; A yield function for sintered porous metals, The Korean Society of Mechanical Engineers vol. 17 pp 1115~1122 1993.
- PARK J.J.; LEE J.H.; CHUNG H.S., Preform design for forging of a P/M connecting rod, Journal of Korean Powder Metallurgy Institute vol. 2, n 1, pp 19-28 1995.
- PATNAIK P., Handbook of inorganic chemicals S.I. Mac Graw-Hill 2002.
- POQUILLON D. et al., Cold compaction of iron powders – relations between powder morphology and mechanical properties, vol 126, p. 65-74, 2002.
- RACK, H.J. Fabrication of High Performance Powder Metallurgy Aluminum Matrix Composites, in: Metal-Matrix Composites. Vienna, Unido, 1990.

SOUSA, Márcio M. Sampaio. Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos de Matriz Metalúrgica de Liga de Alumínio AA 6061 por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia. Dissertação de Mestrado. UFPE, 2012.

SURYANARAYANA. C. In: Powder metal Technologies and applications. ASM Handbook, vol. 7. Materials park, oh: ASM International, 1998.

SURYANARAYANA C., Mechanical alloying and milling. Progress in material science, New York, v46, n 1-2, p. 1-184, Janeiro, 2001.

TORRALBA, J. M.; COSTA, C. E. da. Journal of Materials Processing Technology, 2003.

YOSHIMURA H.N., Produção e caracterização de compósitos de matriz metálica de alumínio reforçado com partículas de silício obtidos por extrusão de pó, Dissertação de Mestrado apresentado na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – USP, 1994.

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.

APÊNDICE I – TABELAS

Tabela 1 – Planilha do Excel: tabela para cálculo da densificação do compactado verde.

Pastilha	Massa da pastilha (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)	Densificação (%)
1 (5% 30 min.)	2,918	1,135	2,571	94,88
1A (5% 30 min.)	2,956	1,135	2,605	96,11
1B (5% 30 min.)	2,940	1,135	2,591	95,59
2 (5% 60 min.)	3,077	1,192	2,582	95,28
2A (5% 60 min.)	2,972	1,135	2,619	96,63
2B (5% 60 min.)	3,198	1,226	2,609	96,28
3 (5% 120 min.)	3,196	1,294	2,470	91,15
3A (5% 120 min.)	3,141	1,248	2,516	92,84
3B (5% 120 min.)	3,167	1,282	2,470	91,13
4 (10% 30 min.)	2,957	1,158	2,554	94,26
4A (10% 30 min.)	3,064	1,203	2,547	93,98
4B (10% 30 min.)	2,991	1,180	2,534	93,51
5 (10% 60 min.)	3,138	1,248	2,514	92,75
5A (10% 60 min.)	3,047	1,203	2,533	93,46
5B (10% 60 min.)	3,147	1,248	2,521	93,02
6 (10% 120 min.)	3,277	1,351	2,426	89,54
6A (10% 120 min.)	3,250	1,316	2,469	91,10
6B (10% 120 min.)	3,056	1,248	2,448	90,33
7 (15% 30 min.)	3,035	1,203	2,523	93,09
7A (15% 30 min.)	3,015	1,192	2,530	93,36
7B (15% 30 min.)	3,011	1,192	2,527	93,24
8 (15% 60 min.)	3,093	1,214	2,547	93,99
8A (15% 60 min.)	3,052	1,203	2,537	93,62
8B (15% 60 min.)	3,132	1,248	2,509	92,58
9 (15% 120 min.)	3,279	1,351	2,428	89,59
9A (15% 120 min.)	3,215	1,316	2,442	90,11
9B (15% 120 min.)	3,171	1,305	2,430	89,65
10 (20% 30 min.)	3,061	1,214	2,521	93,01
10A (20% 30 min.)	3,006	1,192	2,523	93,08
10B (20% 30 min.)	2,987	1,192	2,507	92,50
11 (20% 60 min.)	3,169	1,260	2,516	92,83
11A (20% 60 min.)	3,122	1,248	2,501	92,28
11B (20% 60 min.)	3,077	1,203	2,558	94,38
12 (20% 120 min.)	3,310	1,373	2,410	88,94
12A (20% 120 min.)	3,209	1,294	2,480	91,52
12B (20% 120 min.)	3,144	1,328	2,368	87,37

Tabela 2 – Planilha do Excel: tabela para cálculo da densificação do compactado sinterizado.

Pastilha	Massa da pastilha (g)	Volume (cm³)	Densidade (g/cm³)	Densificação (%)
1 (5% 30 min.)	2,898	1,146	2,528	93,29
1A (5% 30 min.)	2,925	1,158	2,527	93,24
1B (5% 30 min.)	2,913	1,158	2,516	92,86
2 (5% 60 min.)	3,117	1,203	2,591	95,61
2A (5% 60 min.)	3,030	1,180	2,567	94,73
2B (5% 60 min.)	3,265	1,248	2,615	96,51
3 (5% 120 min.)	3,359	1,305	2,574	94,97
3A (5% 120 min.)	3,294	1,271	2,591	95,63
3B (5% 120 min.)	3,330	1,271	2,620	96,67
4 (10% 30 min.)	2,960	1,180	2,508	92,54
4A (10% 30 min.)	3,036	1,192	2,548	94,01
4B (10% 30 min.)	2,973	1,180	2,519	92,95
5 (10% 60 min.)	3,215	1,237	2,599	95,90
5A (10% 60 min.)	3,124	1,214	2,573	94,93
5B (10% 60 min.)	3,233	1,237	2,613	96,44
6 (10% 120 min.)	3,467	1,339	2,589	95,53
6A (10% 120 min.)	3,461	1,328	2,607	96,18
6B (10% 120 min.)	3,257	1,248	2,609	96,27
7 (15% 30 min.)	3,036	1,192	2,548	94,01
7A (15% 30 min.)	2,988	1,180	2,532	93,42
7B (15% 30 min.)	2,983	1,180	2,527	93,26
8 (15% 60 min.)	3,159	1,203	2,626	96,90
8A (15% 60 min.)	3,139	1,203	2,609	96,28
8B (15% 60 min.)	3,233	1,226	2,638	97,33
9 (15% 120 min.)	3,491	1,351	2,585	95,38
9A (15% 120 min.)	3,425	1,328	2,579	95,18
9B (15% 120 min.)	3,383	1,305	2,592	95,65
10 (20% 30 min.)	3,073	1,192	2,579	95,16
10A (20% 30 min.)	2,986	1,180	2,530	93,35
10B (20% 30 min.)	2,968	1,180	2,515	92,79
11 (20% 60 min.)	3,256	1,237	2,632	97,12
11A (20% 60 min.)	3,214	1,226	2,622	96,76
11B (20% 60 min.)	3,170	1,214	2,610	96,33
12 (20% 120 min.)	3,534	1,362	2,595	95,75
12A (20% 120 min.)	3,437	1,328	2,588	95,51
12B (20% 120 min.)	3,383	1,294	2,615	96,49

Tabela 3 – Tabela de pastilhas sinterizadas com maior densificação.

Amostras		Pastilha	densidade (g/cm ³)	densificação %
IT	Ordem de percentual			
1	1	5% 30 min	2,53	93,29
6	2B	5% 60 min	2,62	96,51
9	3B	5% 120 min	2,62	96,67
11	4A	10% 30 min	2,55	94,01
15	5B	10% 60 min	2,61	96,44
18	6B	10% 120 min	2,61	96,27
19	7	15% 30 min	2,55	94,01
24	8B	15% 60 min	2,64	97,33
27	9B	15% 120 min	2,59	95,65
28	10	20% 30 min	2,58	95,16
31	11	20% 60 min	2,63	97,12
36	12B	20% 120 min	2,61	96,49