

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

**ELINALDO NEVES DOS SANTOS**

**FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO-SILÍCIO A PARTIR  
DOS PÓS ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E SILÍCIO VIA METALURGIA DO PÓ**

**RECIFE**

**2017**

**ELINALDO NEVES DOS SANTOS**

**FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO-SILÍCIO A PARTIR  
DOS PÓS ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E SILÍCIO VIA METALURGIA DO PÓ**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

**ORIENTADOR: Prof. Dr. Oscar Olímpio de  
Araújo Filho**

**RECIFE  
2017**

Catálogo na fonte  
Bibliotecária Rosineide M. G. Luz, CRB-4 / 1361

S237f Santos, Elinaldo Neves dos.

Fabricação e caracterização da liga de alumínio-silício a partir dos pós elementares de alumínio e silício via metalurgia do pó / Elinaldo Neves dos Santos - 2017.

109 folhas, Il. e Tabs.

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

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2017.

Inclui Referências.

1. Engenharia Mecânica. 2. Ligas de alumínio. 3. Metalurgia do pó.  
4. Moagem de alta energia. 5. Caracterização. I. Araújo Filho, Oscar Olímpio de. (Orientador). II. Título.

UFPE

621 CDD (22. ed.)

BCTG/2017 – 345

05 de setembro de 2017

“FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO-SILÍCIO A  
PARTIR DOS PÓS ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E SILÍCIO VIA  
METALURGIA DO PÓ”

ELINALDO NEVES DOS SANTOS

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 ARAUJO FILHO  
ORIENTADOR

---

Prof. Dr. CEZAR HENRIQUE GONZALEZ  
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

---

Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA (UFPE)

---

Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)

---

Prof. Dr. TIAGO DE SOUSA ANTONINO (UFPE)

À todos da minha família e aos meus  
amigos, por serem a razão da minha vida!

## **AGRADECIMENTOS**

À minha esposa Fabiola Nascimento pelo apoio e compreensão. A minha filha Helena por ser minha fonte de inspiração e encorajamento. À toda minha família pelo apoio.

Ao meu orientador, Prof<sup>o</sup> Dr. Oscar Olímpio de Araujo Filho pela orientação, amizade e principalmente pelo apoio e paciência.

Aos professores da Pós Graduação em Engenharia Mecânica pelos seus ensinamentos e contribuições. Aos colegas de curso, pela contribuição na realização das disciplinas.

Aos amigos Everthon Rodrigues e Ednaldo pelos vários momentos compartilhados, pela ajuda e experiência compartilhada e também pelo apoio acadêmico.

Aos técnicos do laboratório de Metalografia do DEMEC, Janaína Cirino e Ivaldo Dantas, sempre dispostos a ajudar na realização das análises microscópicas.

Aos técnicos do laboratório de materiais compósitos (COMPOLAB – DEMEC – UFPE) pela ajuda na realização do ensaio de dureza.

Enfim, a todos aqueles que me ajudaram direta e indiretamente para que esse trabalho fosse realizado.

## RESUMO

Ligas de alumínio são extensivamente utilizadas devido às suas excelentes características de baixo peso e boas propriedades mecânicas como ductilidade aliado a uma excelente resistência a corrosão dentre outras. O presente trabalho de pesquisa consiste na fabricação e caracterização da liga de alumínio-silício a partir de pós elementares de alumínio (AA 1100) e de pós de silício (Si) nas percentagens em massa de 5, 10 e 13% e com o tempo de 30, 60 e 120 minutos para cada percentagem, fabricados através da técnica de metalurgia do pó via moagem de alta energia (MAE) utilizando um moinho vibratório do tipo Spex, seguido de compactação uniaxial a frio e sinterização. Os pós processados foram caracterizados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia Dispersiva de raios X (EDS) e Difração de Raios - X (DRX). Após a sinterização as amostras foram caracterizadas por Microscopia óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia Dispersiva de raios X (EDS). A caracterização mecânica foi feita por dureza Vickers (HV). Na análise por MEV dos pós foi constatado que as partículas de pós diminuíram com o aumento do tempo de moagem nas três percentagens de silício. Após a sinterização conseguiu-se visualizar uma boa incorporação e uma distribuição homogênea do elemento de liga na matriz nas análises de MEV e MO. Os resultados de dureza revelaram aumento na dureza em relação a matriz AA1100 sem o elemento de liga. Convém destacar que a liga com 10% em massa de silício e processada durante 120 min apresentou o melhor resultado de dureza, onde foi verificado um aumento de 720,99% em relação a matriz AA1100.

**PALAVRAS-CHAVE:** Ligas de alumínio. Metalurgia do pó. Moagem de alta energia. Caracterização.

## ABSTRACT

Aluminum alloys are widely used because of their excellent characteristics of low weight and good mechanical properties such as ductility combined with excellent corrosion resistance among others. The present research consists on the manufacture and characterization of aluminum-silicon alloy from elemental aluminum powders (AA 1100) and elemental silicon powders (Si) in mass percentages of 5, 10 and 13% and with the time of 30, 60 and 120 minutes for each percentage, manufactured by powder metallurgy technique using mechanical alloying (MA) using a Spex shaker mills, followed by pressing and cold sintering. The powders - processed were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM), X - ray Dispersive Spectroscopy (EDS) and X - ray Diffraction (XRD). After sintering, the samples were characterized by Optical Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Dispersive Spectroscopy (EDS). The mechanical characterization was done by Vickers hardness (HV). In the SEM analysis of the powders it was observed that the powder particles decreased with increasing grinding time in the three silicon fractions. After sintering, it was possible to visualize a good incorporation and a homogeneous distribution of the alloying element in the matrix in the SEM and MO analyzes. The hardness results showed increase of hardness in relation to the AA1100 matrix without the alloying element. It should be noted that the alloy with 10% by of silicon mass and processed for 120 min presented the best hardness result, where an increase of 720.99% was verified in relation to the AA1100 matrix.

**KEYWORDS:** Aluminum alloys. Powder metallurgy. Mechanical alloying. Characterization.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio.....	22
Figura 2 - Comparativo entre a técnica de metalurgia do pó e outros processos de fabricação.....	29
Figura 3 – Ilustração do aspecto das partículas na sinterização.....	32
Figura 4 – MEV de partículas sinterizadas.....	33
Figura 5 – Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final.....	34
Figura 6 - Colisão da mistura pós/esferas durante a moagem de alta energia.....	37
Figura 7 - Moinho agitador do tipo Spex.....	38
Figura 8 - Moinho Planetário.....	39
Figura 9 - Moinho atritor típico.....	40
Figura 10 - Recipiente do pó Si.....	42
Figura 11 - Esferas de aço SAE 52100.....	43
Figura 12 - Balança “SHIMADZU”, modelo “ATY224”.....	44
Figura 13 - Moinho.....	45
Figura 14 - Jarra, o O´ring e a tampa.....	45
Figura 15 - Prensa de compactação e as vistas superior e lateral do compactado verde.....	46
Figura 16 - Matriz, punção e a base e ilustra o conjunto montado.....	46
Figura 17 - Disposição das amostras no forno.....	47
Figura 18 - Cortadora metalográfica.....	48
Figura 19 - Seções superficial e transversal da amostra sinterizada e cortada.....	48
Figura 20 - Seções superficial e transversal da amostra embutida a frio.....	49
Figura 21 - Politriz fabricada pela AROTEC.....	49
Figura 22 - MEV do Departamento de Microscopia do DEMEC.....	50
Figura 23 – Microscópio ótico do LABMEC da UFPE.....	51
Figura 24 – Durômetro do COMPOLAB da UFPE.....	52
Figura 25 - Fluxograma esquemático do procedimento experimental utilizado neste trabalho.....	52
Figura 26 - Difração de Raios X (DRX) de liga de alumínio AA 1100.....	54
Figura 27 - Difração de Raios X (DRX) do Silício.....	55
Figura 28 – MEV do pó AA1100 recebido para pesquisa.....	56

Figura 29 - MEV do pó Silício recebido para pesquisa.....	56
Figura 30 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 30 min de MAE .....	57
Figura 31 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 60 min de MAE .....	58
Figura 32 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 120 min de MAE .....	58
Figura 33 - Espectros da liga AA1100+5% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.....	59
Figura 34 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 30 min de MAE .....	60
Figura 35 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 60 min de MAE .....	60
Figura 36 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 120 min de MAE .....	61
Figura 37 - Espectros da liga AA1100+10% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.....	62
Figura 38 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 30 min de MAE .....	62
Figura 39 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 60 min de MAE .....	63
Figura 40 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 120 min de MAE .....	63
Figura 41 - Espectros da liga AA1100+13% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.....	64
Figura 42 - MEV do pó AA1100+5% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, .....	65
Figura 43 - MEV do pó AA1100+5% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	66
Figura 44 - MEV do pó AA1100+5% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	66
Figura 45 - MEV do pó AA1100+10% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	67
Figura 46 - MEV do pó AA1100+10% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	68
Figura 47 - MEV do pó AA1100+10% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	68
Figura 48 - MEV do pó AA1100+13% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	69
Figura 49 - MEV do pó AA1100+13% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	70
Figura 50 - MEV do pó AA1100+13% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x .....	70
Figura 51 - EDS do pó AA 1100+5% Si 30 minutos .....	72

Figura 52 - EDS do pó AA 1100+5% Si 60 minutos .....	72
Figura 53 - EDS do pó AA 1100+5% Si 120 minutos .....	73
Figura 54 - EDS do pó AA 1100+10% Si 30 minutos .....	73
Figura 55 - EDS do pó AA 1100+10% Si 60 minutos .....	74
Figura 56 - EDS do pó AA 1100+10% Si 120 minutos .....	74
Figura 57 - EDS do pó AA 1100+13% Si 30 minutos .....	75
Figura 58 - EDS do pó AA 1100+13% Si 60 minutos .....	75
Figura 59 - EDS do pó AA 1100+13% Si 120 minutos .....	76
Figura 60 - MO de AA 1100 sem reforço – Seções Superficial e Transversal .....	77
Figura 61 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE .....	78
Figura 62 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE .....	79
Figura 63 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE .....	79
Figura 64 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE .....	80
Figura 65 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE .....	81
Figura 66 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE .....	81
Figura 67 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE .....	82
Figura 68 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE .....	83
Figura 69 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE .....	83
Figura 70 – MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).....	84
Figura 71 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).....	85
Figura 72 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 30 minutos .....	86
Figura 73 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 30 minutos .....	86
Figura 74 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 60 minutos .....	87

Figura 75 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 60 minutos .....	87
Figura 76 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 120 minutos .....	87
Figura 77 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 120 minutos .....	88
Figura 78 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c). .....	88
Figura 79 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c). .....	89
Figura 80 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 30 minutos .....	90
Figura 81 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 30 minutos .....	90
Figura 82 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 60 minutos .....	91
Figura 83 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 60 minutos .....	91
Figura 84 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 120 minutos .....	91
Figura 85 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 120 minutos .....	92
Figura 86 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c). .....	92
Figura 87 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c). .....	93
Figura 88 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 30 minutos .....	94
Figura 89 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 30 minutos .....	94
Figura 90 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 60 minutos .....	95
Figura 91 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 60 minutos .....	95
Figura 92 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 120 minutos .....	95
Figura 93 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 120 minutos .....	96
Figura 94 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min. ....	97
Figura 95 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min. ....	98
Figura 96 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min. ....	98
Figura 97 - Resultado da microdureza Vickers da matriz AA1100 sem o elemento de liga e com o elemento de liga silício submetido a MAE durante 120min. ....	99

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Designação numérica para as ligas de alumínio a partir da série 2XXX. .21	
Tabela 2 - Sistema de Classificação da The Aluminum Association Inc. ....22	
Tabela 3 - Resultados do Ensaio de Microdureza Vickers .....96	

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA - Aluminum Association  
ABAL - Associação Brasileira de Alumínio  
COMPOLAB - Laboratório de Compósito  
DRX - Difração de Raio - X  
EDS - Energy Dispersive Spectroscopy  
HV - Dureza Vickers  
INCO - International Nickel Company  
ITEP - Instituto Tecnológico de Pernambuco  
MA - Mechanical Alloying  
MAE - Moagem de Alta Energia  
MEV - Microscopia ou Microscópio Eletrônico de Varredura  
MO - Microscopia ou Microscópio Ótico  
MP - Metalurgia do Pó  
PCA - Process Control Agent  
SAE - Society of Automotive Engineers  
UFPE - Universidade Federal de Pernambuco  
CFC - Estrutura Cubica de Face Centrada  
°C - Graus Celsius  
ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas  
LABMEC - Laboratório de mecânica  
CIP - Cold Isosthatic Pressing  
HIP - Hot Isosthatic Pressing  
RPM - Rotações por minuto  
MIN - Minuto  
DEMEC - Departamento de Engenharia Mecânica

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>16</b>
1.1	CONSIDERAÇÕES INICIAS .....	16
1.2	JUSTIFICATIVA .....	17
1.3	OBJETIVO GERAL.....	18
1.4	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	18
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>19</b>
2.1	ALUMÍNIO E SUAS LIGAS .....	19
2.2	BENEFÍCIOS DO ALUMÍNIO .....	23
2.3	LIGAS DE ALUMÍNIO-SILÍCIO (SÉRIE 4XXX).....	23
<b>2.3.1</b>	<b>Influência das impurezas na estrutura das ligas alumínio-silício .....</b>	<b>24</b>
<b>2.3.2</b>	<b>Influência da adição de Elementos na Estrutura das Ligas Alumínio-Silício .....</b>	<b>25</b>
2.4	EFEITO DO SILÍCIO NAS LIGAS DE ALUMÍNIO .....	26
2.5	ROTA DE PROCESSAMENTO .....	26
2.6	METALURGIA DO PÓ.....	27
<b>2.6.1</b>	<b>Obtenção do Pó .....</b>	<b>30</b>
<b>2.6.2</b>	<b>Misturas dos Pós.....</b>	<b>30</b>
<b>2.6.3</b>	<b>Compactação dos Pós .....</b>	<b>31</b>
<b>2.6.4</b>	<b>Sinterização dos Pós .....</b>	<b>31</b>
2.7	MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE) .....	34
<b>2.7.1</b>	<b>Vantagens da Moagem de Alta Energia.....</b>	<b>35</b>
<b>2.7.2</b>	<b>Mecanismo de formação de Ligas na Moagem de Alta Energia.....</b>	<b>36</b>
<b>2.7.3</b>	<b>Moinho SPEX .....</b>	<b>38</b>
<b>2.7.4</b>	<b>Moinho Planetário .....</b>	<b>39</b>
<b>2.7.5</b>	<b>Moinho Atritor.....</b>	<b>39</b>
2.8	APLICAÇÕES.....	40
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>42</b>
3.1	MATERIAIS .....	42
<b>3.1.1</b>	<b>Pós de Partida.....</b>	<b>42</b>
<b>3.1.2</b>	<b>Meio de Moagem.....</b>	<b>42</b>
<b>3.1.3</b>	<b>Agente Controlador de Processo.....</b>	<b>43</b>
3.2	MÉTODOS .....	44
<b>3.2.1</b>	<b>Pesagem.....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Moagem.....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.3</b>	<b>Compactações dos Pós .....</b>	<b>45</b>
<b>3.2.4</b>	<b>Sinterizações .....</b>	<b>47</b>
<b>3.2.5</b>	<b>Preparação Metalográfica.....</b>	<b>47</b>
<b>3.2.5.1</b>	<b>Cortes das Seções Superficiais e Transversais dos Sinterizados.....</b>	<b>47</b>
<b>3.2.5.2</b>	<b>Embutimento das Seções Superficiais e Transversais.....</b>	<b>48</b>
<b>3.2.5.3</b>	<b>Lixamento das Amostras .....</b>	<b>49</b>
<b>3.2.5.4</b>	<b>Polimento das Amostras .....</b>	<b>49</b>
<b>3.2.6</b>	<b>Análise de Difração de Raios X (DRX) dos Pós .....</b>	<b>50</b>
<b>3.2.7</b>	<b>Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia Dispersiva de Raios X dos Pós e dos Sinterizados.....</b>	<b>50</b>

3.2.8	Microscopia Ótica dos Sinterizados .....	51
3.2.9	Dureza Vickers dos Sinterizados (Hv) .....	51
4	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>54</b>
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA.....	54
4.1.1	DRX da matriz de Liga de Alumínio AA 1100 .....	54
4.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia Dispersiva de Raios X (Energy Dispersive Spectroscopy - EDS) .....	55
4.2	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS PROCESSADOS.....	57
4.2.1	DRX para identificação de fases .....	57
4.2.2	Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) E Espectroscopia Dispersiva de Raios X (EDS) .....	65
4.3	CARACTERIZAÇÃO E DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO MATERIAL SINTERIZADO .....	76
4.3.1	Microscopia Ótica das Seções Transversais e Superficiais das Amostras .....	77
4.3.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS) .....	84
4.3.3	Microdureza Vickers.....	96
5	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>100</b>
6	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>101</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>102</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAS

As ligas de alumínio são extensivamente utilizadas devido às suas excelentes características de baixo peso e boas propriedades mecânicas, como resistência a corrosão dentre outras. As ligas de alumínio são formadas pela mistura íntima de materiais com características físicas e mecânicas diferentes (metais, semi-metais), onde o material presente em maior percentual é denominado de matriz e os demais constituintes são os elementos de liga (ABAL, 2016). O que se busca nas ligas de alumínio é a obtenção de propriedades mecânicas superiores que a do alumínio isoladamente (DUCRET, 2000, MEIJER, 2000). Porém, ao se adicionar constituintes que funcionam como elementos de liga na matriz, algumas propriedades mecânicas são melhoradas e outras reduzidas e, desta forma, a análise custos versus benefícios do uso dos constituintes e das frações dos constituintes utilizadas é imperativo nas propriedades finais da liga.

O alumínio é um elemento abundante na natureza e sobretudo em nosso país, pois, somos o terceiro maior produtor mundial, aliado a possibilidade de reciclagem do acima citado metal que atualmente supera os 90% aqui no Brasil, ou seja, para cada 10 toneladas fabricadas e posteriormente utilizadas, nove delas são reaproveitadas, sem a necessidade de extração de bauxita (mineral que contém o alumínio) e principalmente com grande economia de energia elétrica, já que o processo por eletrólise é o predominante na obtenção do alumínio e por ser este processo muito eletrointensivo requerendo então, enorme quantidade de energia (ABAL, 2016). A utilização das ligas de alumínio também se dá em decorrência de interessantes propriedades apresentadas pelo dito metal, dentre elas: baixa densidade, boa condutividade, alta plasticidade, baixa temperatura de fusão (660°C), alta resistência à corrosão e excelente conformabilidade (HAAN, 1998). O alumínio é um metal com coloração típica e usualmente branco acinzentado e que não é tóxico no estado particulado e esta última é a propriedade que mais favorece a sua utilização na metalurgia do pó, porém, é muito reativo e com grande afinidade com o oxigênio.

A obtenção do alumínio ocorre por dois métodos, o primeiro deles o químico (datado de 1854) e o outro por eletrólise (1925) e embora este último seja mais

recente, requer maior consumo de energia elétrica e apresenta maior produtividade e é por isso mesmo, o mais usual (BARBOSA, 2014).

O alumínio contém estrutura cristalina CFC (cúbico de face centrada), na temperatura ambiente, com o número de coordenação 12, fator de empacotamento de 0,74 e com quatro átomos no interior do reticulado que é bastante interessante por apresentar considerável número de planos de escorregamentos que favorecem muitas propriedades mecânicas, em especial podemos destacar a alta plasticidade (CALLISTER, 2002, COUTINHO, 1980).

Já os elementos de liga visam aumentar e agregar propriedades à matriz metálica. A escolha dos elementos de liga depende principalmente das características finais desejadas nas ligas e dos custos de fabricação envolvidos e neste trabalho utilizamos o silício (Si).

A distribuição homogênea do elemento de liga na matriz é um requisito primordial para aprimorar as propriedades mecânicas. Nesse contexto, sabe-se que a Metalurgia do Pó (MP) promove uma melhor distribuição do elemento de liga na fase matriz em relação ao processo convencional de fundição, obtendo-se então materiais com melhores propriedades mecânicas.

Neste trabalho de pesquisa, produziu-se e caracterizou-se a liga de alumínio-silício na fração mássica de 5, 10 e 13% em peso de silício através da técnica de metalurgia do pó via moagem de alta energia (MAE) utilizando-se um moinho vibratório do tipo SPEX, seguido de compactação uniaxial a frio e sinterização. Os pós da liga foram caracterizados por difração de raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) equipado com Espectroscopia Dispersiva de Raios - X (EDS). A caracterização da microestrutura do sinterizado foi realizada por meio de Microscopia Óptica (MO) e MEV/EDS enquanto que a Dureza Vickers foi avaliada a fim de verificar se a liga teve suas propriedades melhoradas.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

As várias aplicações tecnológicas e os desafios propostos na atualidade exigem cada vez mais a utilização de novos materiais, isso estimula o estudo para criação de novos materiais que apresentem propriedades que não são encontrados em materiais isolados e, que supram as demandas do mercado global.

Ao invés de desenvolver um novo material que reúna todas essas características que pode ou não ter propriedades desejadas para uma determinada aplicação, modifica-se um material já existente, nesse caso, através da técnica de Metalurgia do Pó, usando moagem de alta energia e compactação uniaxial a frio, seguida de sinterização a fim de obter uma liga melhor, capaz de apresentar propriedades melhoradas.

### 1.3 OBJETIVO GERAL

Esse trabalho tem como principal objetivo a fabricação e caracterização da liga de alumínio-silício pela técnica de metalurgia do pó via moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio seguida de sinterização.

### 1.4 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Processar os pós utilizando moagem de alta energia;
- Caracterizar as amostras de pós via DRX, MEV/EDS;
- Compactação dos pós e sinterização;
- Caracterizar as amostras sinterizadas via MO, MEV/EDS;
- Verificar a melhoria da propriedade mecânica com diferentes concentrações de silício, em massa e em tempo de moagem, através da microdureza vickers;
- Avaliar a viabilidade da metalurgia do pó de moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização como uma alternativa para a fabricação da liga de alumínio-silício.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 ALUMÍNIO E SUAS LIGAS

O alumínio é um metal leve, mole e duradouro. Tem uma aparência cinza prateado e opaco, por causa da fina camada de óxidos que se cria velozmente no momento em que entra em contato com o ar. Não é tóxico como metal, não-magnético, e não produz faíscas no momento em que é submetido ao atrito (BARBOSA, 2014).

Uma brilhante união de características proporciona que o alumínio seja um dos mais variados materiais usados na engenharia e em construções. Tem peso específico baixo, ainda que algumas de suas ligas tenham resistências superiores à resistência do aço estrutural (ABAL, 2016).

Possui resistência à corrosão alta ante a maioria das condições de serviço. Tem ótima condutibilidade térmica e elétrica e refletividade alta, tal para o calor, tal como para a luz. Possui ótima trabalhabilidade e permite uma grande diversidade de acabamento. É bastante leve tornando uma das principais qualidades do alumínio. Possui peso específico de  $2,7 \text{ g/cm}^3$ . Sua massa é mais ou menos 35% da do aço e 30% da do cobre (ABAL, 2016, BARBOSA, 2014).

O alumínio comercialmente puro possui sua força à tração de praticamente 90MPa. Seu uso como material estrutural neste estado é um pouco limitado. A partir de deformação/transformação do metal, tendo como exemplo, laminação a frio, sua resistência pode ser aumentada. Com pequenas adições de outros metais, como elementos de liga, tais como: manganês, silício, cobre, magnésio, zinco, etc. é possível aumentar ainda mais a resistência (ABAL, 2016). Através dessas combinações, é permitido atingir qualidades tecnológicas ajustadas de acordo com a aplicação do produto final. As ligas também podem ter sua resistência aumentada pelo trabalho a frio. Algumas ligas, conseguem também apresentar aumento de resistência por intermédio de tratamento térmico, tanto que hoje algumas ligas de alumínio são capazes de ter resistência à tração de mais ou menos 700 Mpa (ABAL, 2016). O alumínio e suas ligas perdem parte de sua resistência a elevadas temperaturas. Ainda que algumas ligas preservem ótima resistência entre 200 a 260°C. Em baixas temperaturas (abaixo de zero), entretanto, sua resistência

umenta sem perder a ductilidade, por isso o alumínio é um metal muito usado em aplicações a baixas temperaturas (ABAL, 2016).

Em 1827, o alemão Friedrich Wöhler descreveu o processamento de aquisição de alumínio em laboratório, através da reação de potássio com cloreto de alumínio anidro. O alumínio impuro constitui por volta de 8% da superfície do Globo, e se apresenta na forma de criolita (fluoretos de alumínio de sódio), bauxita (hidróxidos de alumínio com argila) ou também, granitos e mais sais silicatados e oxigenados. Aproximadamente todo o alumínio criado provém da própria bauxita, uma vez que os outros minérios tornam o processamento impraticável, seja pela ausência ou pela complicação de quebrar as ligações químicas, exigindo altas temperaturas (ABAL, 2016).

Inclusive sendo a bauxita o minério menos difícil para a aquisição desse metal, o processamento de modificação necessita de muita energia, sendo a proporção 1:14 000, isto é, para cada 1 tonelada de alumínio tirado, necessita-se de 14 000 KW/h de energia elétrica. Daí tira-se a necessidade emergente de reciclagem do alumínio já criado, uma vez que a ação energética é 95% inferior, além de que, para se deteriorar na natureza, são necessários em volta de 400 anos (ABAL, 2016).

Um dos aspectos que tornam o alumínio tão atrativo é a capacidade de poder se misturar com a maior parte dos metais de engenharia, chamados de elementos de liga, e gerar as ligas de alumínio. No momento em que o alumínio se resfria e se solidifica, poucos dos constituintes da liga são capazes de ser retidos em solução sólida. Isso faz com que a disposição atômica do metal se torne mais rígida (ABAL, 2016).

Os átomos são capazes de serem visualizados como sendo arranjados em uma rede cristalina regular formando moléculas de tamanhos distintos daqueles do componente de liga principal. A essencial aplicação das ligas de alumínio é reforçar a resistência mecânica sem atrapalhar as outras características. Dessa maneira, novas ligas têm sido desenvolvidas combinando as características adequadas as aplicações específicas (ABAL, 2016).

O uso de cada componente da liga se altera de acordo com o número dos elementos existentes na liga e a sua relação com outros elementos entre:

- a) Elementos que conferem à liga a sua qualidade essencial (resistência mecânica, resistência à corrosão, escoamento no preenchimento de moldes, etc.);
- b) Elementos que possui aplicação acessória, tal como o controle de

microestrutura, de impurezas e características que prejudicam a produção ou a aplicação do produto, os quais precisam ser controlados no seu teor máximo.

A composição química do alumínio e suas ligas são expressas em percentagem, obedecendo a Norma NBR 6834 da ABNT. Esta diretriz 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 (ABAL, 2016).

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, 2016).

- 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 1.

Tabela 1 - Designação numérica para as ligas de alumínio a partir da série 2XXX.

Cobre .....	2xxx
Mangânes.....	3xxx
Silício.....	4xxx
Magnésio.....	5xxx
Magnésio e Silício.....	6xxx
Zinco.....	7xxx
Outros elementos.....	8xxx
Outros elementos.....	9xxx

Fonte: ABAL, 2016

No grupo 2xxx a 8xxx, os dois últimos dígitos dos quatro da designação são arbitrários, servindo somente para identificar as diferentes ligas do grupo. O segundo dígito caracteriza modificações da liga original.

A tabela 2, abaixo, mostra a classificação das ligas de alumínio segundo The Aluminum Association Inc.

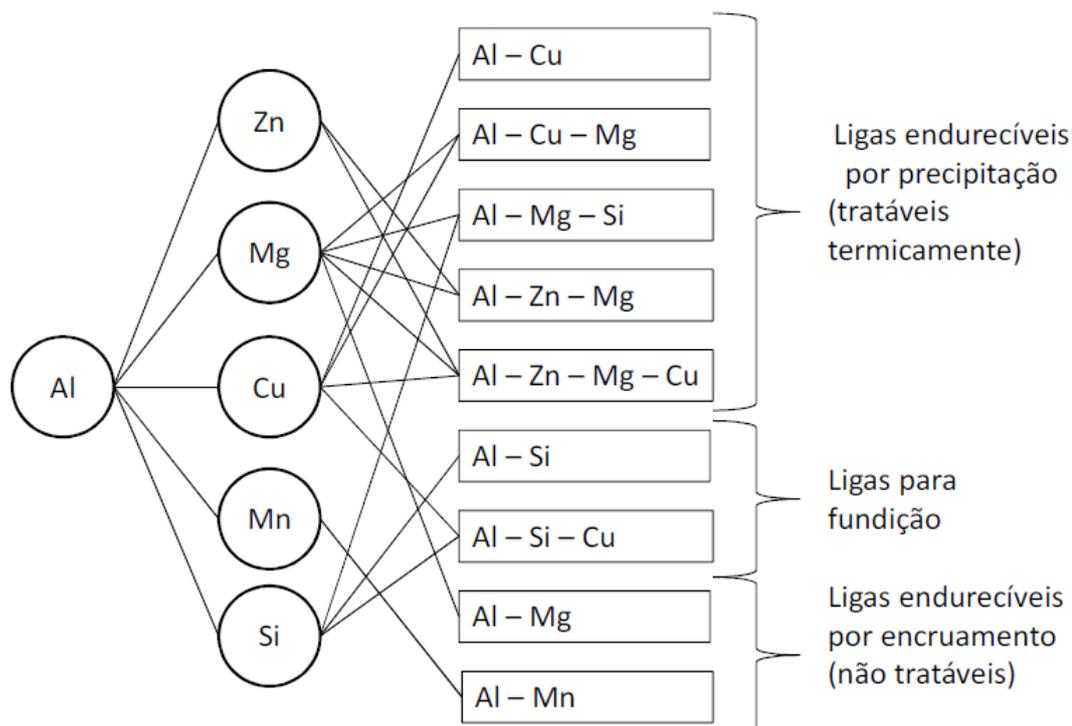
Tabela 2 - Sistema de Classificação da The Aluminum Association Inc.

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: The Aluminum Association Inc

Na figura 1, mostramos as combinações padrão para as ligas de alumínio.

Figura 1 - Principais elementos de liga e classificação das ligas de alumínio



Fonte: Araújo Filho *apud* Bezerra, 2013

## 2.2 BENEFÍCIOS DO ALUMÍNIO

Um dos benefícios mais essenciais do alumínio é o feito de poder ser alterado facilmente. Pode ser laminado em qualquer espessura e extrudados numa imensidade de perfis de seção transversal constante e de grande dimensão. O metal pode ser inclusive forjado ou impactado. A facilidade e a rapidez com o qual o alumínio pode ser usinado é outro fundamental aspecto que contribui para alastrar o consumo desse material e que também aceita, praticamente, todas as técnicas de união, tais como rebiteagem, soldagem, brasagem e colagem. Além do mais, para a maior parte das aplicações do alumínio, não são necessários revestimentos de proteção. Outro importante emprego do alumínio é sua utilização nas ligas de fundição (ABAL, 2013).

Abaixo algumas vantagens:

- Leveza;
- Elevada condução de energia;
- Impermeabilidade e opacidade;
- Alta relação resistência/peso;
- Beleza;
- Durabilidade;
- Maleabilidade e soldabilidade;
- Resistência à corrosão;
- Resistência e dureza;
- Possibilidade de muitos acabamentos;
- Infinitamente reciclável.

## 2.3 LIGAS DE ALUMÍNIO-SILÍCIO (SÉRIE 4XXX)

Por causa das excelentes propriedades de fundição, as ligas Al-Si são bastante usadas como ligas de fundição (série 4XX.X), isto é, para a construção de peças fundidas, tendo como exemplo, pistões para motores de automóveis e aviões, mas em algumas aplicações pode ser encontrado como itens trabalhados, como metais de adição para soldagem (caso da liga 4043), também usados na construção de pistões forjados e aplicações arquitetônicas (BARBOSA, 2014).

As ligas Al-Si podem também receber adições de cobre, magnésio, ferro,

níquel e cobalto com o intuito de melhorar as propriedades mecânicas.

O grande consumo das ligas Al-Si no uso das quais a característica da estrutura decorrente da solidificação é tão relevante (fundição e soldagem) está associado com as qualidades que o seu principal componente de liga, o silício, atribui às ligas de alumínio (BARBOSA, 2014). Nestas ligas o silício é utilizado em teores com até 12 ou 13% e melhora o escoamento do alumínio líquido possibilitando que o mesmo flua melhor por meio das cavidades do molde de fundição, permitindo a aquisição de itens com formatos mais complexos. Do mesmo modo reduz a contração ao longo do resfriamento, diminui a porosidade nas peças fundidas, diminui o coeficiente de expansão térmica e aumenta a soldabilidade. Em alto teores dificulta a usinagem (BARBOSA, 2014).

### **2.3.1 Influência das impurezas na estrutura das ligas alumínio-silício**

As ligas Al-Si eutéicas de alta pureza tem estrutura lamelar. O silício eutético ocorre na forma de lamelas finas e bem distribuídas na matriz do alumínio. O refinamento da fase  $\beta$  é função da velocidade de solidificação.

Quando a liga tiver quantidades reduzidas de fósforo a estrutura se modifica sensivelmente. O fósforo forma o fosfeto de alumínio, o qual atua como núcleo de cristalização do silício. Portanto, o fósforo tem o efeito de favorecer a formação de cristais primários de silício em ligas de composição eutética e mesmo ligeiramente hipereutéicas. A fase  $\beta$  passa a ocorrer na forma de plaquetas espessas, distribuídas ao acaso na matriz. Geralmente denominada de acicular ou granular. Naturalmente, essa morfologia da fase  $\beta$  é prejudicial para a ductilidade. O ferro, se tiver aplicado em altos teores (acima de 1,5%), pode provocar à produção de partículas grosseiras de fase  $AlFeSi$ , afetando as características mecânicas desses materiais (BARBOSA, 2014). Com o acréscimo de um baixo teor de sódio às ligas Al-Si denominada de “modificação” conseguiu-se aparência de cristais arredondados e dispersos na liga de alumínio, modificando a microestrutura da liga favoravelmente conforme o ponto de vista das características mecânicas, visto que a microestrutura de placas angulares de silício causaria acúmulo de tensões, prejudicando as características mecânicas da mesma (BARBOSA, 2014). No entanto, em teores menores o ferro reduz a propensão da liga Al-Si soldar-se ao molde metálico na fundição em molde permanente (coquilhas e outros tipos) (INFOMET, 2017).

### 2.3.2 Influência da adição de Elementos na Estrutura das Ligas Alumínio-Silício

O principal efeito na adição de cobre é reforçar a resistência mecânica da liga, tanto antes como depois do tratamento térmico. Posto isto, o cobre torna as ligas Al-Si-Cu tratáveis termicamente, isto é, passíveis de endurecimento através de tratamento térmico de envelhecimento (endurecimento por precipitação). O cobre é inserido em teores entre 3 e 11 %, que permitem que esse componente permaneça completo ou parcialmente solúvel no alumínio em temperaturas logo abaixo do ponto de fusão. Da ótica do processamento de fusão, favorece a redução da retração interna ao longo do resfriamento e a melhora da usinabilidade das peças fundidas. No entanto, ao contrário do silício, provoca fraqueza a quente e menor escoamento, além de diminuir a resistência à corrosão (BARBOSA, 2014). A fragilidade a quente é superior no limite de solubilidade sólida, no momento em que a quantidade de eutético na liga é mínima. No conjunto Al-Si-Cu não se formam fases ternárias, as fases em equilíbrio são  $Al_2Cu$  e silício.

O magnésio, ao ser inserido às ligas Al-Si, torna as mesmas termicamente tratáveis, por causa da produção da fase  $Mg_2Si$ , que é encarregado pelo endurecimento das ligas Al-Mg-Si (série 6XXX). No entanto, nas ligas Al-Si a taxa de magnésio não pode ser grande a fim de atrapalhar a fundição, por causa da produção da borra (oxidação excessiva do banho). Por outro aspecto, o magnésio aumenta a resistência à corrosão e a usinabilidade (BARBOSA, 2014). Mais elementos podem ser incluídos de forma complementar a aquisição de resultados específicos. É a situação do ferro, manganês, cromo, níquel e zinco. O ferro, a título de exemplo, é inserido para diminuir a retração, mas também auxilia a melhorar o grão e contribui para extração das peças fundidas ao molde, diminuindo o agarramento. No entanto, seu teor precisa ser controlado, usualmente entre 0,15 a 1,2 %, uma vez que além desta faixa causa sérios prejuízos às características mecânicas (BARBOSA, 2014).

Algumas aplicações:

- \*Haste de enchimento
- \*Indústria para usinagem de alumínio
- \*Soldagem
- \*Pistão de motor

- \*Tubo de metal para radiador.
- \* Consumo em arquitetura e painéis decorativos na construção civil;
- \* Fios, arames e pós para brazagem.

## 2.4 EFEITO DO SILÍCIO NAS LIGAS DE ALUMÍNIO

O silício, como principal elemento de liga no grupo da liga Al-Si, aumenta a fluidez do alumínio líquido, propicia a redução da contração de solidificação durante o resfriamento, reduz a porosidade nas peças fundidas e o coeficiente de expansão térmico e melhora a soldabilidade.

## 2.5 ROTA DE PROCESSAMENTO

A rota de processamento é de suma importância nas propriedades finais e, por conseguinte nos custos envolvidos na produção de materiais e neste trabalho foi utilizada a metalurgia do pó via moagem de alta energia que é a rota em que materiais sólidos e em formas de partículas de pós, ou seja, o alumínio puro com o(s) respectivo(s) elementos de liga são misturados e processados num moinho de alta energia e foi utilizado um moinho "Spex" e ao final das moagens foram obtidos pós com diâmetros das partículas menores que os dos pós iniciais (pós de partida) e os pós moídos servem de matéria prima para a fabricação de componentes de engenharia que ao final do processo terão forma e acabamento próximos dos desejados ("near-net shape") e sem a necessidade de usinagens e operações posteriores de acabamentos nas peças produzidas (LLORCA, 2004).

Esta rota é muito versátil e pode fabricar peças com quaisquer percentuais de ligas que não são possíveis na rota tradicional via fundição em que há limites máximos de solubilidade entre materiais. Nesta rota a temperatura de sinterização atinge aproximadamente um terço da temperatura alcançada nos processos de fusão e em função da temperatura e da inexistência de limites de solubilidade a serem respeitados as peças finais apresentam propriedades superiores que as fabricadas via fundição. A sinterização foi realizada na temperatura de quinhentos graus centígrados (500°C) num forno do LABMEC.

E justamente por não necessitar que a temperatura de fusão dos materiais processados mediante a metalurgia do pó seja alcançada esta rota possibilita obter

ligas com custos muito menores de energia e, por conseguinte de produção e como exemplo temos as ligas de filamentos de lâmpadas que apresentam como matriz o tungstênio que possui elevado ponto de fusão que necessitaria de muita energia para fundir.

Em consequência das vantagens já listadas, a metalurgia do pó mediante moagem de alta energia propicia obter ligas com distribuição bastante homogênea do elemento de liga, refletindo em uma microestrutura muito bem formada sendo possível eliminar a ocorrência de segregação quase que por completo no componente final, enquanto que em métodos convencionais de fabricação, a segregação é um problema muito recorrente, aliado ao fato de não ser possível conseguir homogeneidade na distribuição dos elementos de liga nas rotas convencionais de produção. Como já mencionado a moagem de alta energia (MAE) não requer temperaturas elevadas e por isso mesmo é mais econômica que a rota via fundição que requer altos investimentos em fornos, em combustíveis, em tratamentos de efluentes gasosos e em usinagens posteriores das peças fabricadas.

## 2.6 METALURGIA DO PÓ

Metalurgia do pó é a técnica metalúrgica que significa 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 (CHIAVERINI, 2001, GOMES, 1993). Uma das principais características desta recente tecnologia é a sua alta versatilidade associada à fabricação de peças com propriedades superiores e com alta complexidade.

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 braquets para aparelhos 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. (CHIAVERINI, 1986).

A metalurgia do pó possibilita 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 no emprego de produtos obtidos pela metalurgia do pó e, logo após, ganhou espaço em outras áreas como aeronáutica e automobilística, por exemplo, (PARK, 1993).

Outras vantagens do processo são: 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. A desvantagem da técnica é a capacidade das prensas que limita o tamanho das peças fabricadas (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).

As matérias primas na metalurgia do pó são pós metálicos e não metálicos cujas características tecnológicas influem não só no comportamento do pó durante o seu processamento, como também nas qualidades dos produtos sintetizados. Essas características que devem ser conhecidas e controladas são as seguintes: tamanho de partículas, forma da partícula, porosidade da partícula, estrutura da partícula, superfície específica, densidade aparente, velocidade de escoamento, compressibilidade e composição química (CHIAVERINI, 1986).

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 - Comparativo entre a técnica de metalurgia do pó e outros processos de fabricação.



Fonte: Associação Brasileira do Alumínio, 2016

Dentre as principais desvantagens encontra-se o elevado custo inicial do processo que só justifica se tivermos uma grande produção que possa diluir o valor das matrizes (ODANI, 1994). 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).

Na compactação de ligas de alumínio há a formação de contatos (metálicos, ou metal-cerâmicos no caso dos compósitos). No aquecimento o contato metal metal (Al-Al, Al-Cu, etc) dão origem à fase líquida. No decorrer do 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 materiais são as seguintes (NUNES, 2003):

- Obtenção do pó;
- Mistura dos pós;
- Compactação da mistura de pós;

- Sinterização;
- Operações de acabamento e ajuste dimensional.

### **2.6.1 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 (MOURA, 2013, POQUILLON, 2002).

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).

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 maior parte dos metais e ligas podem ser convertidos em pó (MORO, 2007, MURTY, 1998).

### **2.6.2 Misturas 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 (GLEITER, 2000, KOCH, 1997).

### 2.6.3 Compactação dos Pós

A compactação do pó é um processo que visa a obtenção do compactado verde, pré-forma da liga que recebe esse nome por estar 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/cm<sup>2</sup>) 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).

### 2.6.4 Sinterização dos Pós

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).

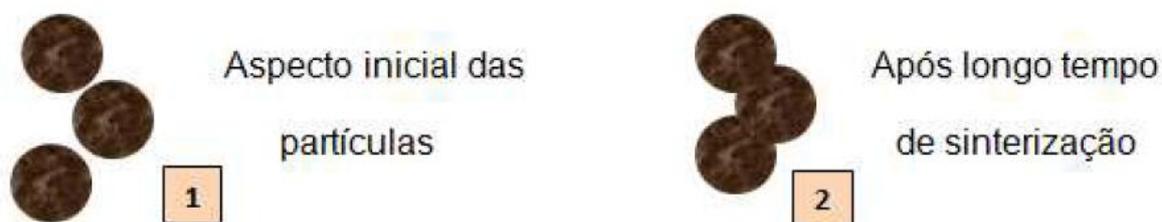
A mudança das dimensões do corpo sinterizante em decorrência da sinterização está ligada ao processo de diminuição da área superficial do sistema, embora esta mudança não seja necessária para se diminuir esta energia. Na prática,

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.

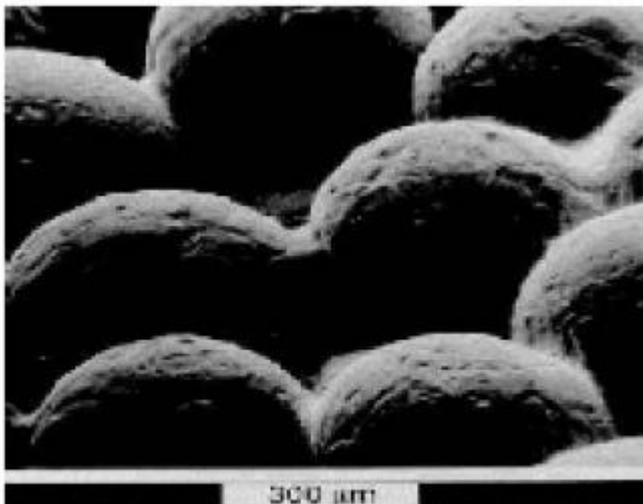
A sinterização é composta por três passos: a purga que irá promover a queima do ar e remover lubrificantes e ligantes que poderiam interferir na boa densificação da peça; estágio de alta temperatura responsável pela difusão no estado sólido e também pela união das partículas, como mostra a figura 3 e 4; período de resfriamento onde as peças irão resfriar sob controle da atmosfera do forno (CAMARGO, 1993, GARCIA, 2001).

Figura 3 - Ilustração do aspecto das partículas na sinterização.



Fonte: Moura, 2013

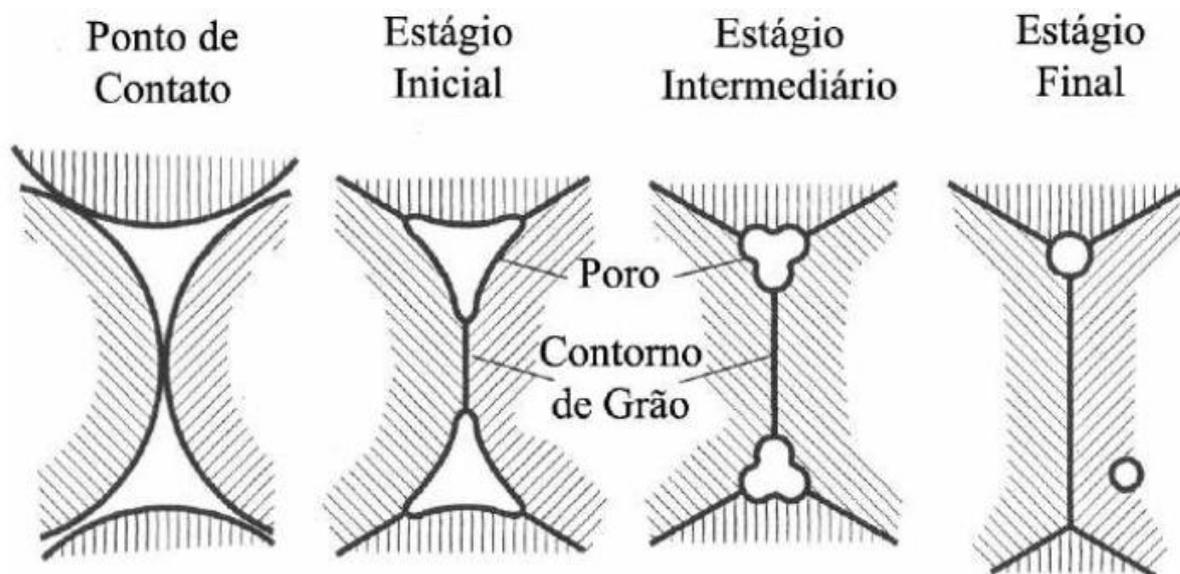
Figura 4 - MEV de partículas sinterizadas.



Fonte: Moura, 2013

No processo de sinterização sólida, conforme mostra a figura 5, 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 (COSENTINO, 2006).

Figura 5 - Representação esquemática dos estágios de sinterização: inicial, intermediário e final.



Fonte: Cosentino, 2006

## 2.7 MOAGEM DE ALTA ENERGIA (MAE)

A moagem de alta energia foi desenvolvida por volta de 1966 no "Paul D. Merica Research Laboratory" da empresa "The International Nickel Company (INCO)", nos Estados Unidos, com o objetivo de produzir superligas à base de níquel reforçadas com uma dispersão de óxidos. Esta técnica é capaz de produzir uma variedade de ligas a partir de mistura de pós-elementares, incluindo soluções sólidas supersaturadas (FOGAGNOLO E TORRALBA, 2000).

Dentre todos os processos que foram desenvolvidos para melhorar o alumínio e suas ligas o processo de moagem de alta energia (MAE) ou mecanossíntese tem despertado muita atenção. *Mechanical Alloying* (MA) ou Moagem de Alta Energia (MAE) é um processo de moagem que ocorre no estado sólido que envolve repetidas soldas, fraturas e ressoldas de partículas de pó em moinhos de bolas de alta energia, como os moinhos vibratórios, planetários e atritores (FOGAGNOLO, 2002, SURYANARAYANA, 2007). Nestes equipamentos, ocorre a passagem de energia cinética das esferas que estão se movendo em altas velocidades, da ordem de 7 m/s, para as partículas de pós através do cisalhamento ou impacto. Esta técnica proporciona uma ligação, a nível atômico, dos elementos químicos que constituem os pós de partida, gerando uma liga por um processamento realizado

totalmente no estado sólido.

Nessa técnica, a matéria prima e os meios para a moagem, em geral, esferas de aço, são postas em um recipiente no qual ocorrerá a agitação no moinho de alta energia. A matéria-prima, em geral, é constituída de pós comerciais, com tamanho de partícula no intervalo de 1 e 200  $\mu\text{m}$ . O tamanho das partículas não é crítico, desde que não ultrapasse o tamanho das bolas. O tamanho decresce exponencialmente com o tempo de moagem, atingindo um valor de poucos  $\mu\text{m}$  após alguns minutos de processamento (DONALDSON E MIRACLE, 2001). A agitação é produzida à temperatura ambiente, com o material no estado sólido, porém, com o decorrer do processo a temperatura tende a subir. A energia de ativação necessária para a ocorrência das reações químicas e alterações estruturais é obtida pela energia mecânica associada a tal agitação e o produto é resultante das colisões entre as esferas e o material, havendo etapas alternadas de deformação, soldagem-fratura-soldagem do material (BOHM E ECKSCHLAGER, 2002). A eficácia do processamento decorre desta alternância de etapas de fratura e soldagem que promove altas taxas de deformação e mantém material não-reagido sempre em contato, facilitando dessa forma a reação. Inicialmente há predominância de processos de deformações dos pós na moagem de alta energia, em seguida as soldagens dos pós é que predomina e depois de um período de moagem os pós estão misturados e com dureza significativa e então os processos de fraturas são dominantes e ao final do processo de moagem ocorre um estado de equilíbrio entre as soldagens e as fraturas (AIKIN E COURTNEY, 1992).

A moagem de alta energia acarreta uma grande mudança das características dos pós por ela processados propiciando uma microestrutura mais refinada e uma melhor distribuição dos elementos de liga nas matrizes das ligas e com significativas melhorias nas propriedades mecânicas especialmente se comparada aos processos de fundições convencionais.

### **2.7.1 Vantagens da Moagem de Alta Energia**

Atualmente esse processo tem sido utilizado para a produção de diversos materiais, incluindo soluções sólidas supersaturadas, materiais amorfos, compostos intermetálicos e compósitos de matriz metálica (SAJJADI E ZEBARJAD, 2006). A moagem de alta energia oferece inúmeras vantagens quando comparada com a

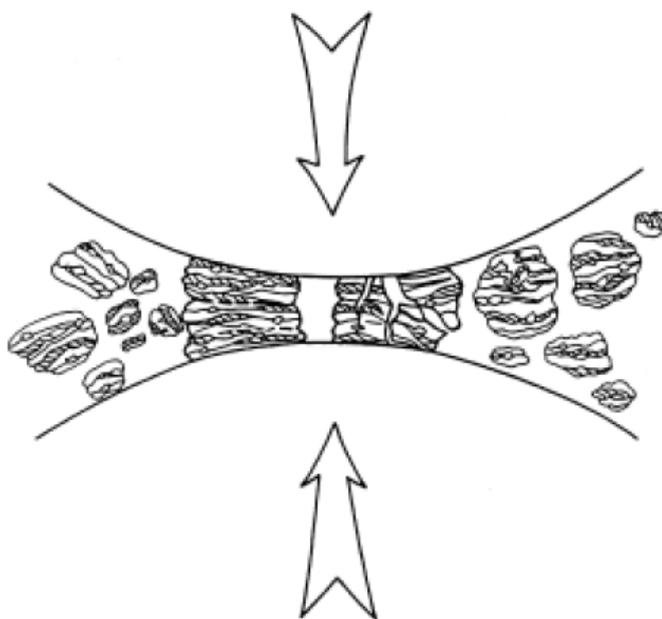
metalurgia convencional, tornando possível não apenas a melhoria das propriedades, mas também conferindo novas propriedades (SAFFARI E SUN, 2005). A moagem de alta energia promove uma menor interação entre os materiais de partida, minimizando reações interfaciais, tornando possível a obtenção de propriedades mecânicas superiores, contrariamente ao que acontece em processos convencionais como a formação de segregações em técnicas de fundição. As principais vantagens da moagem de alta energia é a oportunidade de obtenção de ligas fora do equilíbrio.

A moagem de alta energia é empregada para gerar ligas especiais, dentre elas, ligas para componentes de motores de aeronaves, sendo que os principais materiais a serem processados serão os intermetálicos e os compósitos a base de Ni, Ti, Al e Nb (GILMAN E NIX, 1981). A aplicação da metalurgia do pó (MP) e da moagem de alta energia (MAE) na fabricação de ligas de alumínio possibilita um melhor controle da fração volumétrica dos elementos de liga e uma distribuição uniforme.

### **2.7.2 Mecanismo de formação de Ligas na Moagem de Alta Energia**

De acordo com Benjamim e Volin (1974), a formação de ligas pode ser subdividida em etapas distintas. Inicialmente, há a mistura do material com a ocorrência de deformação, soldagem e fratura das partículas, alterando largamente sua morfologia e dureza. Na colisão entre duas bolas, uma determinada quantidade de material fica entre elas, como visto na figura 6. Esta quantidade equivale a aproximadamente 1000 partículas que sofrem o impacto das bolas em cada colisão.

Figura 6 - Colisão da mistura pós/esferas durante a moagem de alta energia.



Fonte: Benjamim e Volin, 1974

Este mecanismo de deformação, soldagem e fratura origina a produção de partículas achatadas com aspecto em forma de camadas. Em seguida, o processo de soldagem torna-se predominante e o aumento do tamanho das partículas provoca uma diminuição da quantidade de partículas, pois para formar uma partícula maior várias partículas menores são soldadas (BEIJAMIN E VOLIN, 1974). As duas etapas seguintes caracterizam-se pela formação de partículas equiaxiais com a produção de orientações ao acaso. A estrutura lamelar torna-se mais fina e com aspecto marmorizado, ocorrendo aumento na dureza, o que eleva a tendência à fratura das partículas. Por fim, a última etapa caracteriza-se por ser um estágio estacionário de processamento, no qual a composição de cada partícula converge para o do material como um todo. Como há um equilíbrio entre as etapas de soldagem e fratura, o tamanho médio e a distribuição das partículas não se alteram significativamente (GILMAN E NIX, 1981). A formação da liga ocorre a parti do final da terceira etapa, por meio de difusão de um elemento para o outro. Isto é favorecido pela formação de camadas alternadas cada vez menos espessas, além do aumento de temperaturas e de rotas de difusão criadas pelos defeitos induzidos pela formação.

As principais variáveis do processo de moagem de alta energia são: tipos de moinho, recipiente de moagem, velocidade, tempo, tamanho e distribuição das bolas, relação de peso bola/pó, tamanho do frasco, atmosfera, agente de controle de processos e temperatura.

Há vários tipos de moinho de alta energia. Abaixo uma breve descrição de alguns deles.

### 2.7.3 Moinho SPEX

- Capacidade = 0,2 a 10 gramas;
- Fins = pesquisa;
- Fabricados por Spex Sampleprep;
- A variedade mais comum possui uma jarra contendo a amostra e bolas oscilando energeticamente para trás e frente, milhares de vezes por minuto;
- Velocidades das esferas de aproximadamente 5 m/s (consideradas altas);
- Força do impacto da bola é extraordinariamente grande, portanto, pode ser considerado como de alta energia;
- Ideal para moer amostras secas, quebradiças, ligas metálicas, moagem em pasta, pós de mistura e emulsões de mistura.

Figura 7 - Moinho agitador do tipo Spex.



Fonte: Autor

#### 2.7.4 Moinho Planetário

Com movimento planetário combinando o movimento dos jarros de moagem em torno do seu próprio eixo com movimento rotacional da base dos jarros, provoca a moagem e homogeneização de pós pela combinação de forte aceleração das bolas nas paredes do jarro, bem como fluxo de material particulado em contato com as paredes do jarro.

Figura 8 - Moinho Planetário



Fonte: Retsch, 2017.

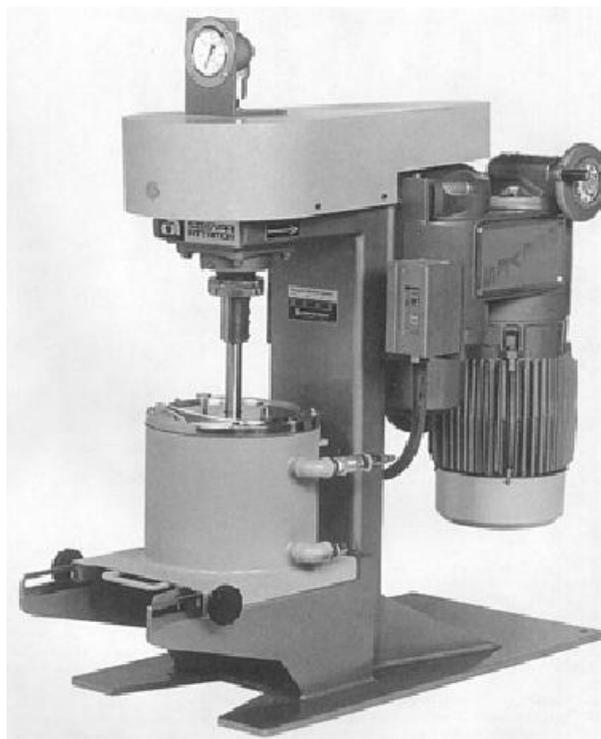
#### 2.7.5 Moinho Atritor

O Moinho Atritor consiste de um tambor rotativo horizontal preenchido pela metade com pequenas esferas de aço. A taxa de moagem aumenta com a velocidade de rotação. Consiste em um cilindro vertical com uma série de impulsores dentro dele.

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.

Figura 9 - Moinho atritor típico.



Fonte: ASM, 1998

## 2.8 APLICAÇÕES

- Setor Aeroespacial: asas, fuselagem, estruturas de portas, janelas e assentos ou até mesmo no trem de pouso são todos exemplos onde as ligas de alumínio são utilizadas com largas vantagens operacionais. As principais razões para o uso em aeronaves incluem alta resistência e extrema leveza, ótimo dissipador de calor e altamente resistente a repetidos ciclos de carga e descarga.
- Setor Ferroviário: Existem muitos exemplos da utilização de ligas de alumínio nos trens e vagões, seja sob a forma de peças ou pequenos componentes, seja em estruturas grandes. A leveza dos vagões, gera economia de energia em movimento e razoável aceleração entre as paradas, além de transporta mais passageiros.
- Setor Automobilístico: As razões para a escolha de ligas de alumínio para aplicações automobilísticas incluem menor peso e maior durabilidade, devido à

maior resistência à corrosão, vida em fadiga e resistência ao atrito. As aplicações incluem: motor, câmbio, cardan e eixos traseiro e dianteiro, estruturas e componentes da carroceria, painéis de fechamento, componentes do chassi, dos sistemas de direção, da suspensão e em rodas de liga leve

- Setor da Construção Civil: O uso do alumínio em estruturas de engenharia civil, tais como esquadrias de alumínio, painéis de revestimento, fachadas envidraçadas, estruturas de alumínio para coberturas, estruturas de alumínio para fechamentos laterais, divisórias, forros, box, utensílios para a construção, formas de alumínio para paredes de concreto, andaimes, escoras telhas, tem sido modesto em comparação com as outras áreas. Entretanto, onde existe uma grande necessidade de construção de estruturas leves e de montagem mais facilitada, o alumínio tem sido usado. Também existe uma grande aplicação para o alumínio na área de estruturas em locais onde ambientes corrosivos estão presentes. Os benefícios da manutenção reduzida, rapidez de montagem e beleza arquitetônica também está sendo reconhecidos nas aplicações do alumínio

- Embalagens: Produção de folhas e laminados em escala crescente na embalagem de produtos farmacêuticos, cosméticos e higiene, de limpeza, bebidas, produtos alimentícios, embalagens descartáveis, tubos aerossóis, bisnagas para pomadas ou cremes dentais, latas de alumínio. A vantagem do uso do alumínio em embalagens é que o alumínio conserva a qualidade dos alimentos durante o período de armazenamento. As suas características protegem e conservam o conteúdo de suas embalagens, impedindo a passagem de luz solar, umidade e impurezas.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Este trabalho foi baseado no estudo da liga de alumínio-silício, que tem como elemento de liga principal o silício. Esta liga foi escolhida por apresentar interessantes propriedades mecânicas, em especial elevada dureza, redução do coeficiente de dilatação térmico e resistência ao desgaste, aliado ao fato do silício ser de fácil aquisição no mercado.

##### 3.1.1 Pós de Partida

Foram usados pós comerciais, o pó do alumínio puro do presente trabalho, AA1100, foi fabricado pela “PECHINEY HERMILLON” e o elemento de liga utilizado, silício (Si) pela “ALDRICH”. Foi utilizado doze gramas (12 g) de pós (alumínio puro + elemento de liga) e frações em massa de 5%, 10% e 13% com os tempos de 30, 60 e 120 minutos.

Figura 10 - Recipiente do pó Si



Fonte: Autor

##### 3.1.2 Meio de Moagem

Foi utilizada esferas de aço fabricadas em aço SAE 52100 e o poder de

moagem foi de 10:1, ou seja, cento e vinte gramas (120g) de bolas para doze gramas (12 g) de pós (alumínio puro + elemento de liga).

Figura 11 - Esferas de aço SAE 52100



Fonte: Autor

### 3.1.3 Agente Controlador de Processo

O alumínio apresenta alta suscetibilidade à soldabilidade e uma das maneiras de atenuar tal ocorrência é usar nas moagens, um agente controlador de processo do termo em inglês “Process Control Agent (PCA)” que funciona como um lubrificante reduzindo os efeitos das colisões entre os pós e entre estes e as jarras que os acondicionam e no presente trabalho foi utilizado o ácido esteárico (C<sub>18</sub>H<sub>36</sub>O<sub>2</sub>) produzido pela “Vetec Brasil”, o (PCA) tem que apresentar uma temperatura de vaporização (entre 68 a 71 °C) e portanto, inferior às dos componentes da liga para que haja certeza de sua total eliminação no processo de moagem e que não fique nenhum resíduo deste que funcionaria como um contaminante na liga.

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 Pesagem

Foi utilizada uma balança eletrônica fabricada pela “SHIMADZU”, modelo “ATY224” com precisão de miligramas (mg) nas medições das massas dos pós e das bolas.

Figura 12 - Balança “SHIMADZU”, modelo “ATY224”



Fonte: Autor

### 3.2.2 Moagem

Foi utilizado o moinho de alta energia do tipo “SPEX” (vibratório) conforme figura 13 fabricado no LABMEC do Departamento de Engenharia Mecânica da UFPE. Este tipo de moinho possibilita a obtenção de moagem de alta energia, MAE (Mechanical Alloying). O moinho possui uma única rotação fixa de funcionamento de mil setecentos e quarenta rotações por minuto (1740 rpm). Foi escolhido três (03) tempos de moagens, trinta minutos (30 min), sessenta minutos (60 min) e cento e vinte minutos (120 min) para cada percentagem de silício. E como recipiente de moagem foi usada uma (01) jarra, construída em Aço AISI 304 L, nas moagens da liga alumínio-silício. A jarra foi construída em formato cilíndrico e com tampa rosqueada internamente e recartilhada externamente contendo um anel de borracha (O’ring) para melhorar a sua respectiva vedação conforme figura 14.

Figura 13 - Moinho



Fonte: Autor

Figura 14 - Jarra, o O´ring e a tampa



Fonte: Autor

### 3.2.3 Compactações dos Pós

Os pós foram compactados uniaxialmente a frio (temperatura de 25 °C), numa pressão de 15 t/cm<sup>2</sup> com uma prensa de compactação do COMPLAB com capacidade nominal de 60 toneladas (figura 15). Foi utilizado uma matriz cilíndrica com um furo passante e com uma base inferior móvel, além de um punção cilíndrico. Tanto a matriz, quanto o punção e a base da matriz são feitos em aço VC131 temperado e revenido e tais peças são ilustradas na figura 16 e por meio delas foi

possível a formação de pastilhas com dimensões aproximadas de 16 mm de diâmetro e 10 mm de espessura, ou seja, após as compactações obtivemos os denominados compactados verdes.

Figura 15 - Prensa de compactação e as vistas superior e lateral do compactado verde



Fonte: Autor

Figura 16 - Matriz, punção e a base e ilustra o conjunto montado



Fonte: Autor

### 3.2.4 Sinterizações

Os pós compactados (compactados verdes) foram sinterizados no forno tipo mufla na temperatura de 500 °C durante 5 horas com resfriamento lento dentro do próprio forno. O resfriamento ocorreu de forma natural. A figura 17 mostra a disposição das amostras no forno.

Figura 17 - Disposição das amostras no forno



Fonte: Autor

### 3.2.5 Preparação Metalográfica

#### 3.2.5.1 Cortes das Seções Superficiais e Transversais dos Sinterizados

Todas as amostras obtidas neste trabalho foram cortadas utilizando uma cortadora metalográfica fabricada pela “AROTEC” modelo COR80 ilustrada na figura 18 obtendo as respectivas seções superficiais e transversais das mesmas (figura 19).

Figura 18 - Cortadora metalográfica



Fonte: Autor

Figura 19 - Seções superficial e transversal da amostra sinterizada e cortada

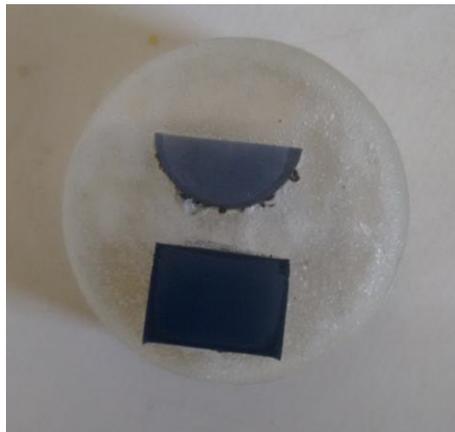


Fonte: Autor

### 3.2.5.2 Embutimento das Seções Superficiais e Transversais

Todos os embutimentos das nove (09) amostras para análise ao microscópio eletrônico foram feitos a frio (temperatura de 25 °C) usando baquelite nos embutimentos, como mostra a figura 20.

Figura 20 - Seções superficial e transversal da amostra embutida a frio



Fonte: Autor

### 3.2.5.3 Lixamento das Amostras

No lixamento das ligas obtidas, tivemos que ter alguns cuidados nos lixamentos em que foi usado lixas de números 220, 320, 400, 600 e 1200 para que após os lixamentos as amostras embutidas ainda possuíssem espessuras suficientes para permitirem os polimentos seguintes. Nos lixamentos usamos a lixadeira/politriz “Arapol 2V fabricada pela AROTEC” mostrada na figura 21 adiante afixada.

### 3.2.5.4 Polimento das Amostras

No polimento das amostras foi usada pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$  nos polimentos destas. A figura 21 ilustra a lixadeira/politriz “Arapol 2V fabricada pela AROTEC” que foi usada nos polimentos das amostras.

Figura 21 - Politriz fabricada pela AROTEC



Fonte: Autor

### 3.2.6 Análise de Difração de Raios X (DRX) dos Pós

Os espectros dos pós foram feitos no Instituto Tecnológico de Pernambuco (ITEP) em um difratômetro “SIEMENS D500” nas condições de aquisição de  $2\theta$  maior ou igual a  $5^\circ$  e menor ou igual a  $120^\circ$  com um passo de  $0,02^\circ/s$  com intuito de avaliar a formação da liga (estrutura cristalina) durante as etapas de moagem identificando as fases, pois um pó fino e sem textura equivale a um monocristal que gira sobre todos os eixos possíveis (RODRIGUES, 2005).

### 3.2.7 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia Dispersiva de Raios X dos Pós e dos Sinterizados

A microscopia eletrônica de varredura e as análises de composições químicas por espectroscopia dispersiva de raios X foram realizadas no Departamento de Microscopia do DEMEC, por meio de um microscópio eletrônico de varredura com EDS acoplado modelo TM 3000 HITACHI (figura 22). O MEV foi utilizado para analisar a morfologia e distribuição dos pós, assim como as características finais da microestrutura dos sinterizados. A EDS fornece de maneira qualitativa e semi-quantitativa as composições químicas das amostras e detecta se houve contaminação durante o processo de moagem (PRABHU, 2006).

Figura 22 - MEV do Departamento de Microscopia do DEMEC



Fonte: Autor

### 3.2.8 Microscopia Ótica dos Sinterizados

As análises microscópicas foram feitas no microscópio ótico modelo “BX51M” fabricado pela “OLIMPUS” com câmera de vídeo acoplada como mostra a figura 23 e as amostras foram atacadas por uma solução de ácido fluorídrico a 0,5% de concentração durante quarenta segundos (40 s) e foram feitos aumentos de 50,100, 200, 500 e 1000 vezes.

Figura 23 - Microscópio ótico do LABMEC da UFPE



Fonte: Autor

### 3.2.9 Dureza Vickers dos Sinterizados (Hv)

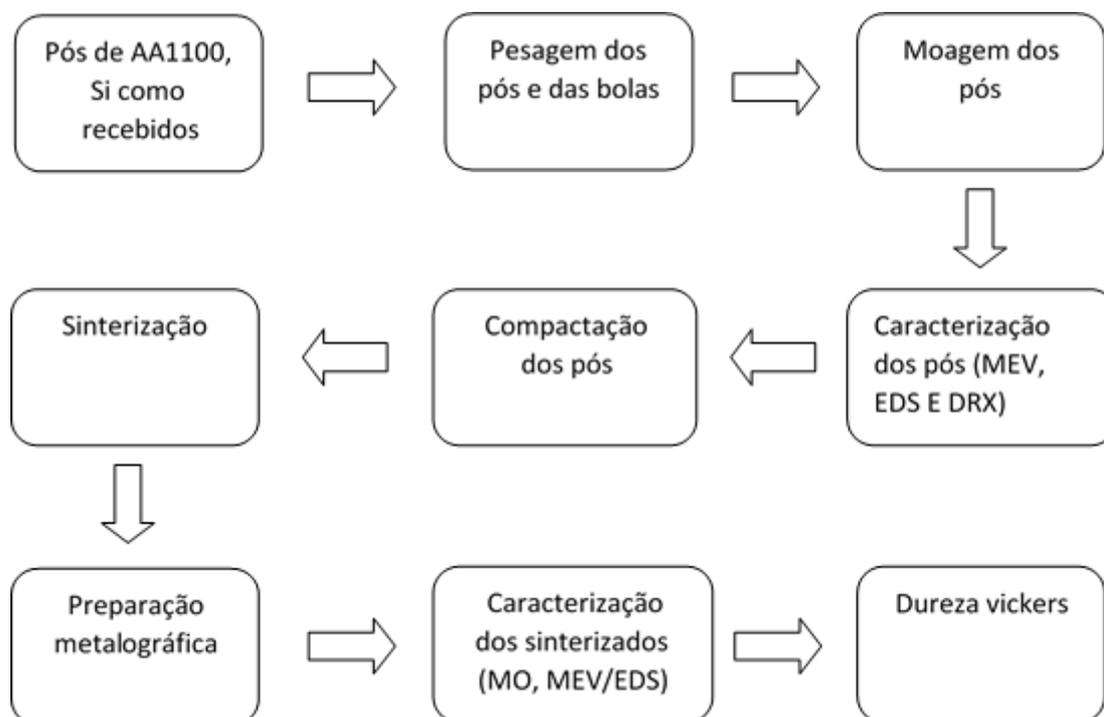
O ensaio mecânico de dureza Vickers (HV) foi feito no durômetro da marca “ENCOTEST” modelo “DURASCAN 700 (figura 24) com carga de 200 gramas e tempo de endentação de 15s. Foi realizado aproximadamente 4 impressões por amostra. O objetivo desse ensaio é avaliar os efeitos das frações do elemento de liga utilizado neste trabalho que foram de 5, 10 e 13% em massa de silício. O durômetro usa o software “ECOS WORKFLOW” e tem capacidade de 10g a 10Kg.

Figura 24 - Durômetro do COMPOLAB da UFPE



Fonte: Autor

Figura 25 - Fluxograma esquemático do procedimento experimental utilizado neste trabalho



Fonte: Autor

O fluxograma mostra o procedimento experimental utilizado neste trabalho. Inicialmente separamos os pós comerciais do alumínio puro (AA1100) e do elemento de liga silício (Si) e os meios de moagem seguidos pela pesagem dos mesmos. A moagem dos pós foi feita em um moinho de alta energia (Spex). A caracterização microestrutural dos pós foi feita por difração de raios X realizadas em um difratômetro de raios X do ITEP, microscopia eletrônica de varredura realizado em um microscópio eletrônico de varredura do Departamento de Microscopia do DEMEC. Logo após foi feito a compactação uniaxial a frio (temperatura ambiente) numa prensa hidráulica do COMPOLAB/UFPE seguido da sinterização que ocorreu num forno tipo mufla na temperatura de 500°C durante 5 horas. A caracterização microestrutural dos sinterizados foi feita mediante microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia dispersiva de raios X e a caracterização mecânica foi feita mediante ensaio de dureza Vickers (HV) num durômetro do COMPOLAB/UFPE.

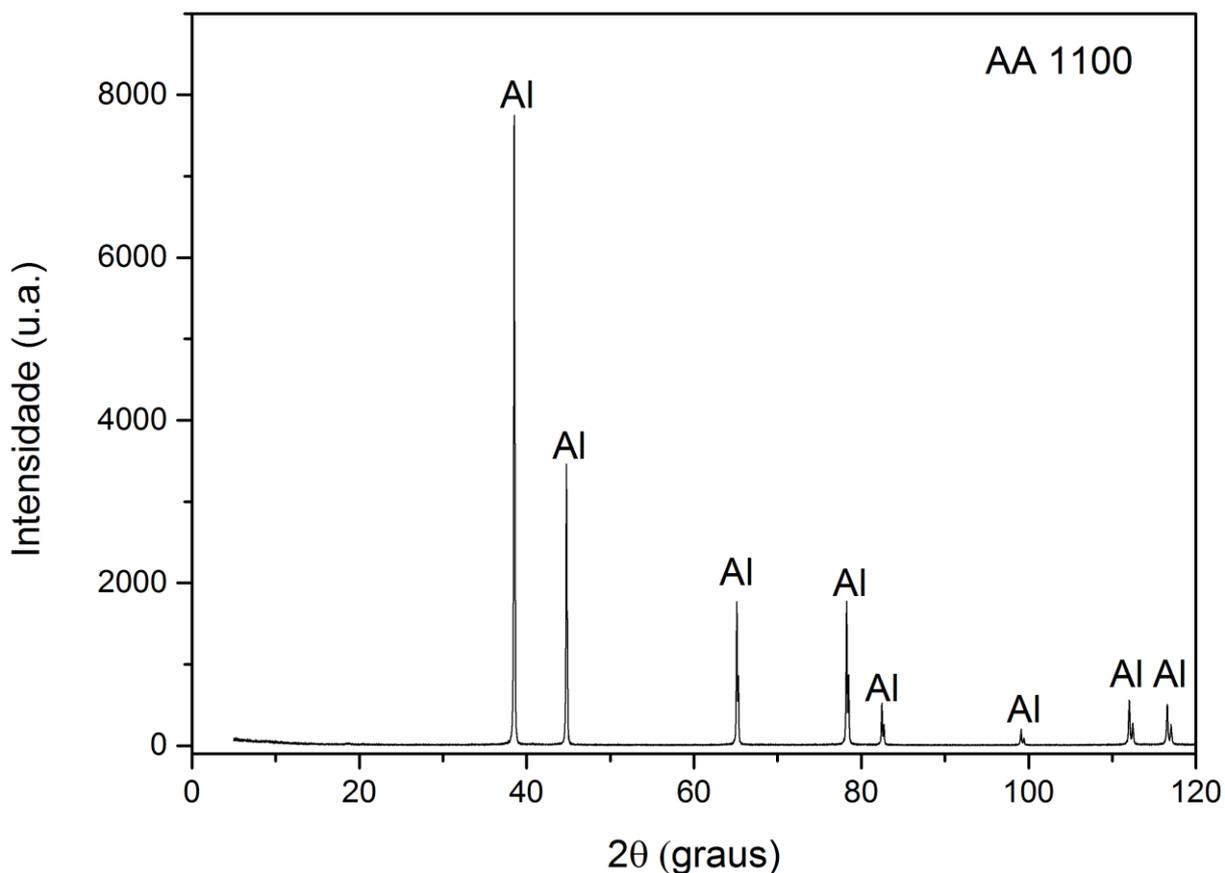
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE PARTIDA

#### 4.1.1 DRX da matriz de Liga de Alumínio AA 1100

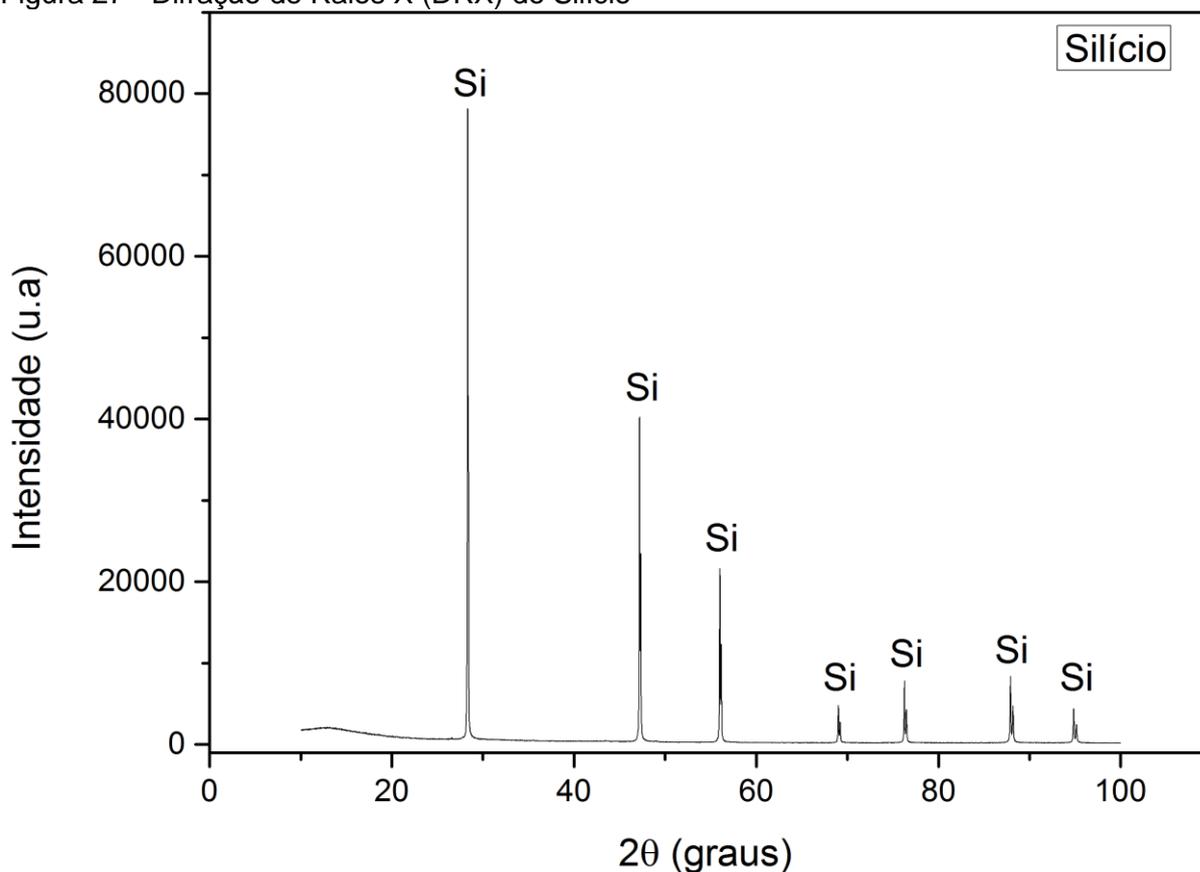
Nos espectros das figuras 26 e 27, realizado na amostra do alumínio AA 1100 e no elemento de liga silício, torna-se notória a presença de uma única fase cristalina pertencente ao próprio Al e Si, não sendo perceptível a presença de outras fases.

Figura 26 - Difração de Raios X (DRX) de liga de alumínio AA 1100



Fonte: Autor

Figura 27 - Difração de Raios X (DRX) do Silício

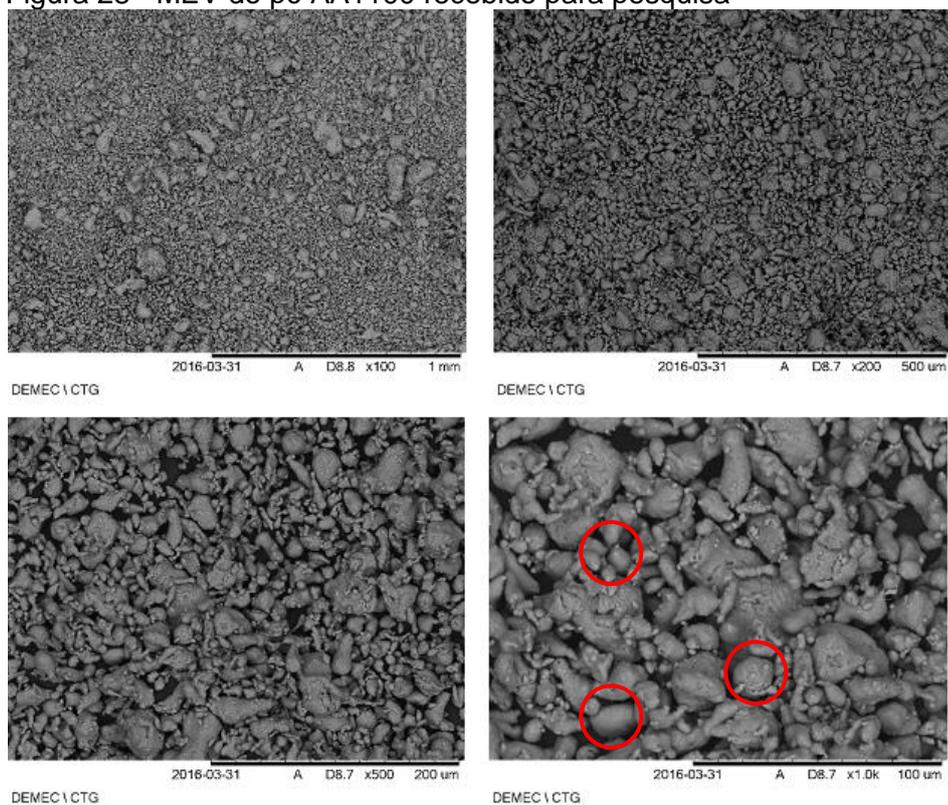


Fonte: Autor

#### 4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia Dispersiva de Raios X (Energy Dispersive Spectroscopy - EDS)

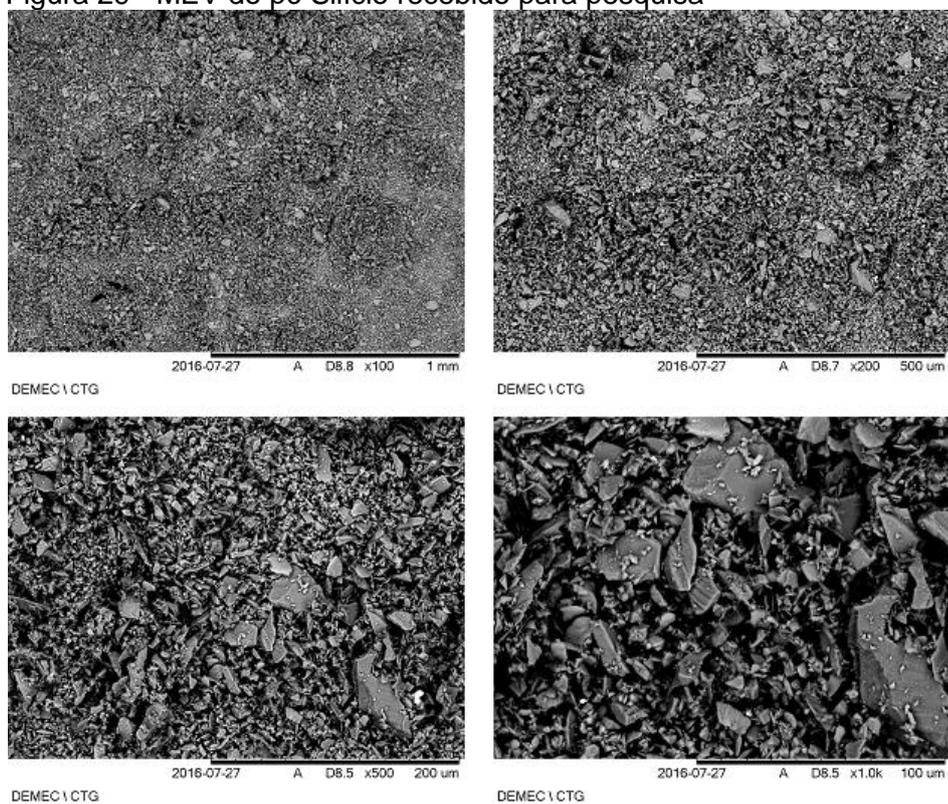
A figura 28 mostra a micrografia do pó AA 1100 obtida por microscopia eletrônica de varredura, com tendência ao formato equiaxial (círculos vermelhos), tamanho médio de partícula de 39  $\mu\text{m}$  e o estado de aglomeração do material. Já a figura 29 mostra a micrografia do pó Si, onde mostra uma morfologia bastante irregular. Nas imagens do MEV dos pós de partida, ficaram evidenciados aspectos normais e coerentes dos pós quanto a morfologia e granulometria.

Figura 28 - MEV do pó AA1100 recebido para pesquisa



Fonte: Autor

Figura 29 - MEV do pó Silício recebido para pesquisa



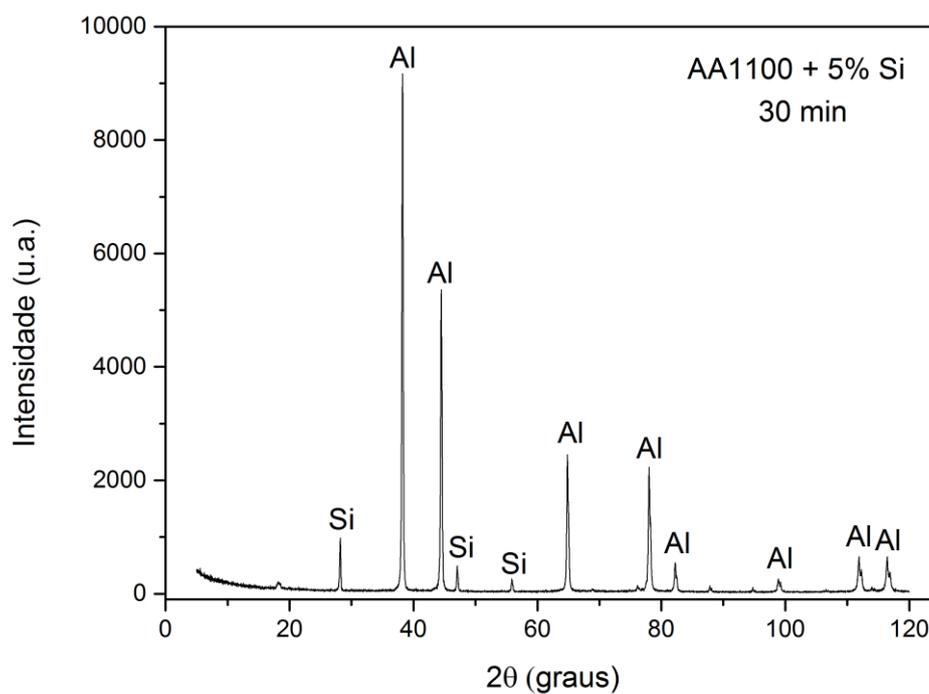
Fonte: Autor

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS PROCESSADOS

### 4.2.1 DRX para identificação de fases

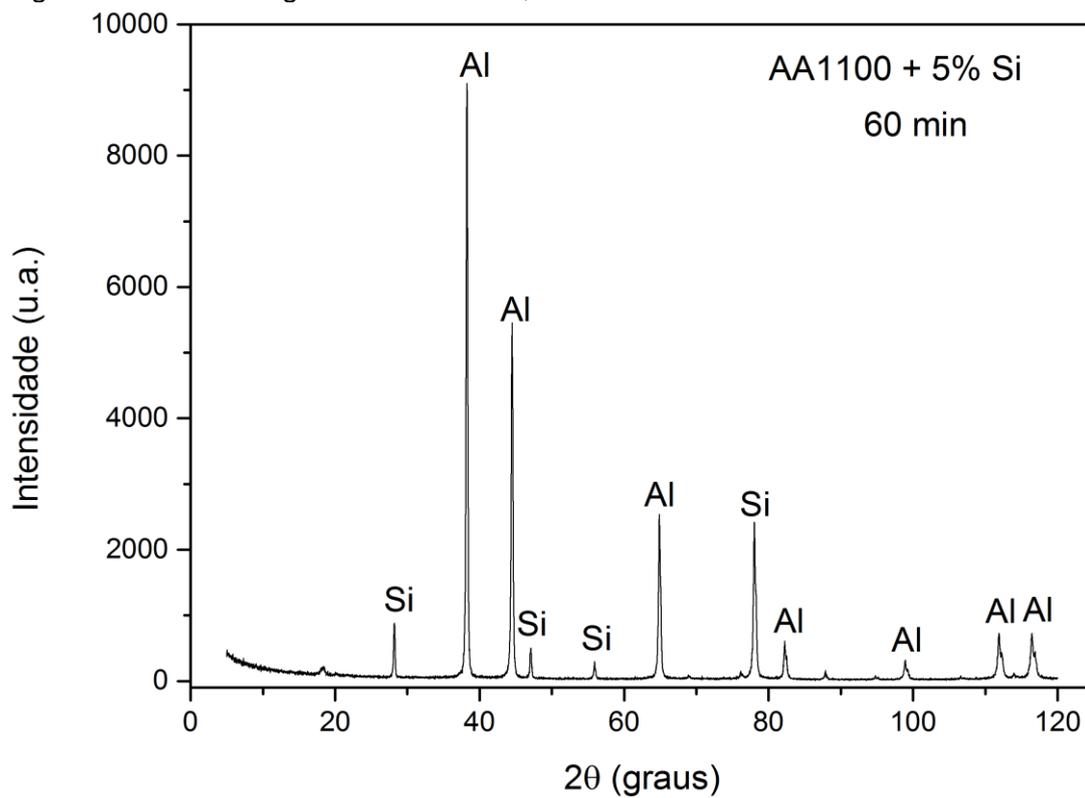
As figuras 30, 31 e 32 apresentam os espectros de difração dos pós da liga com 5% em massa de silício, submetidos à moagem de alta energia durante 30, 60 e 120 minutos.

Figura 30 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 30 min de MAE



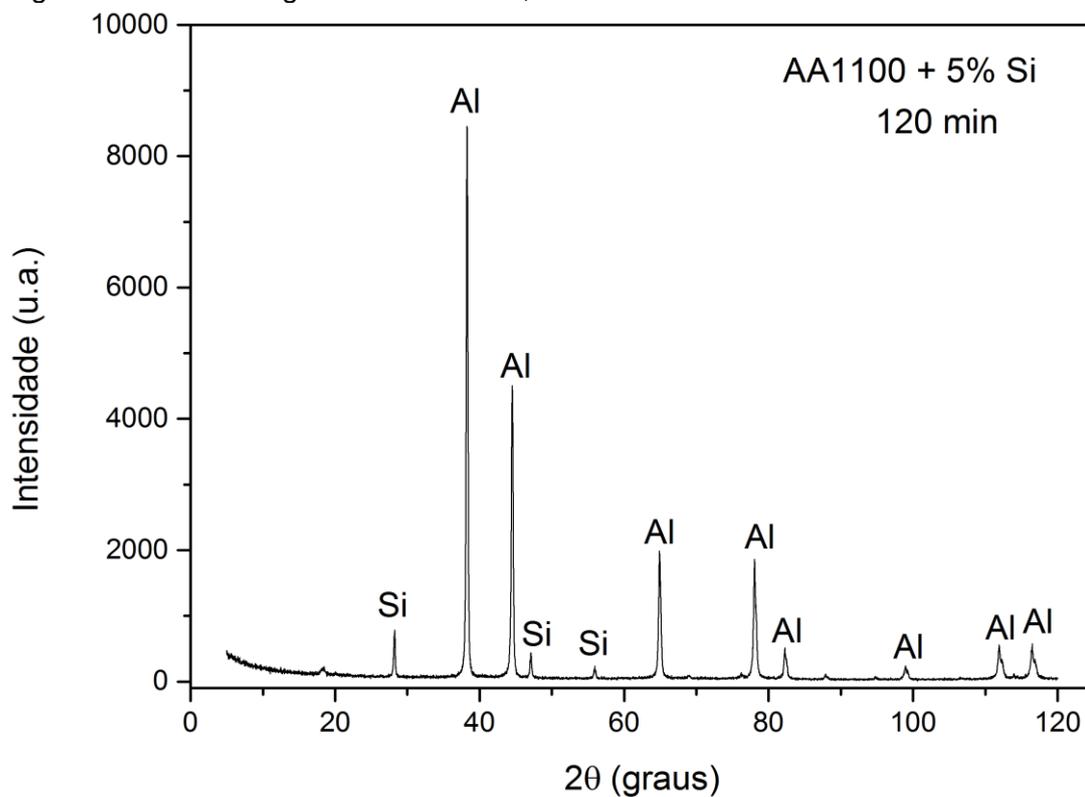
Fonte: Autor

Figura 31 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 60 min de MAE



Fonte: Autor

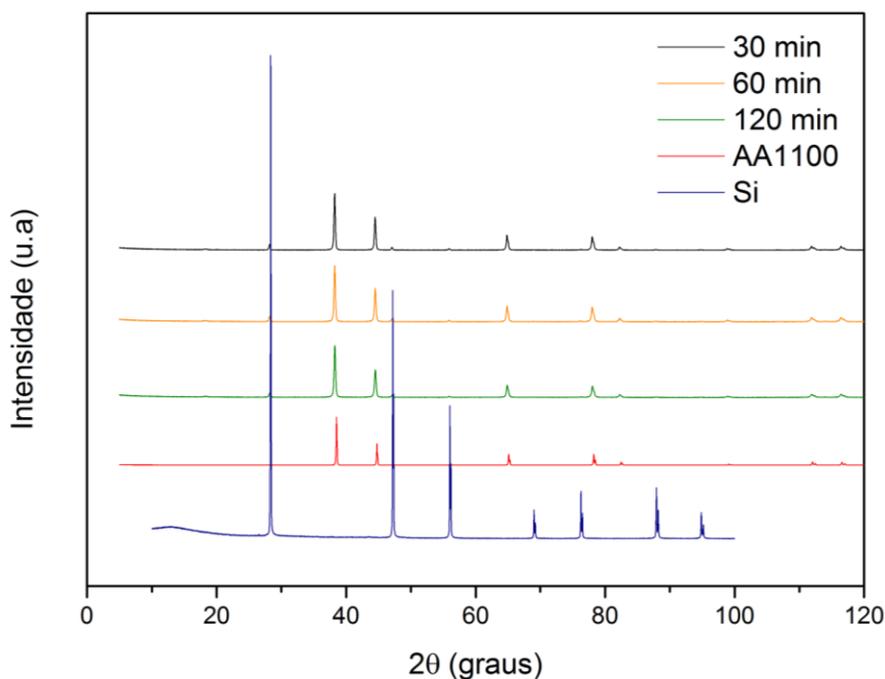
Figura 32 - DRX da liga AA1100+5% Si, em 120 min de MAE



Fonte: Autor

Os espectros das figuras 30, 31 e 32 mostram claramente apenas a presença dos picos correspondentes ao alumínio e o silício. As identificações dos picos acontecem praticamente entre as mesmas faixas de ângulos. Foi observado nas figuras que os valores de intensidade para cada pico apresentam pequenas diferenças no que diz respeito ao aumento do tempo de moagem.

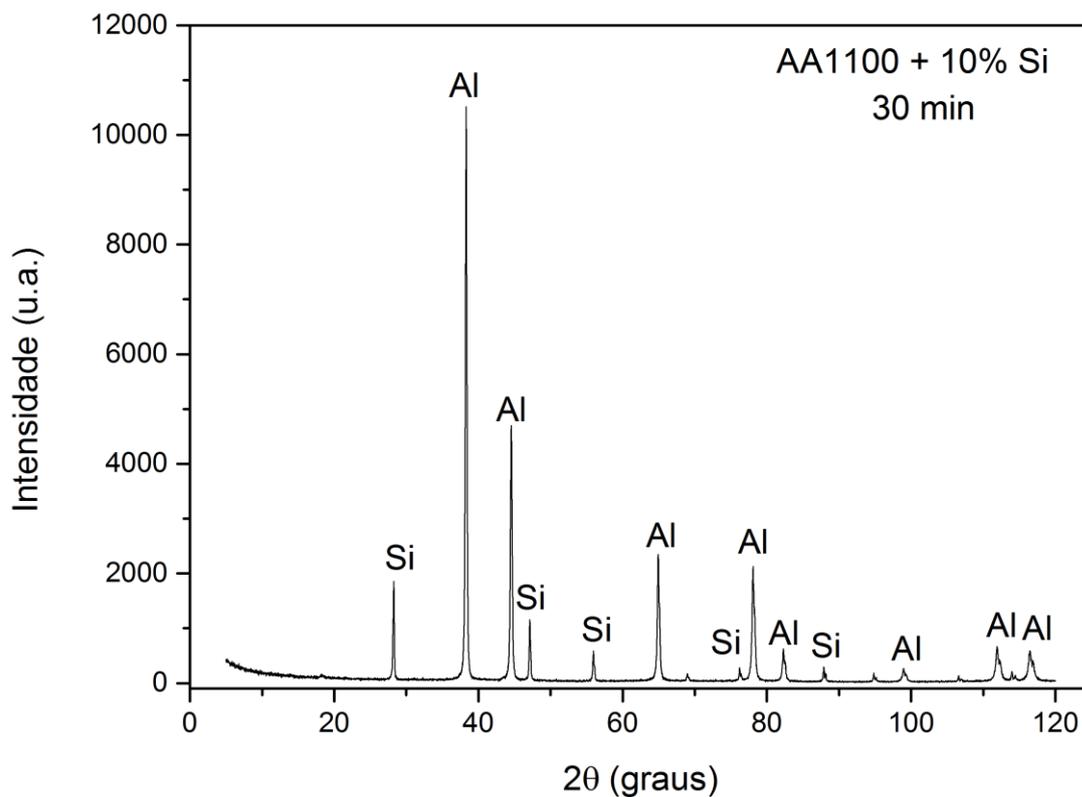
Figura 33 - Espectros da liga AA1100+5% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.



Fonte: Autor

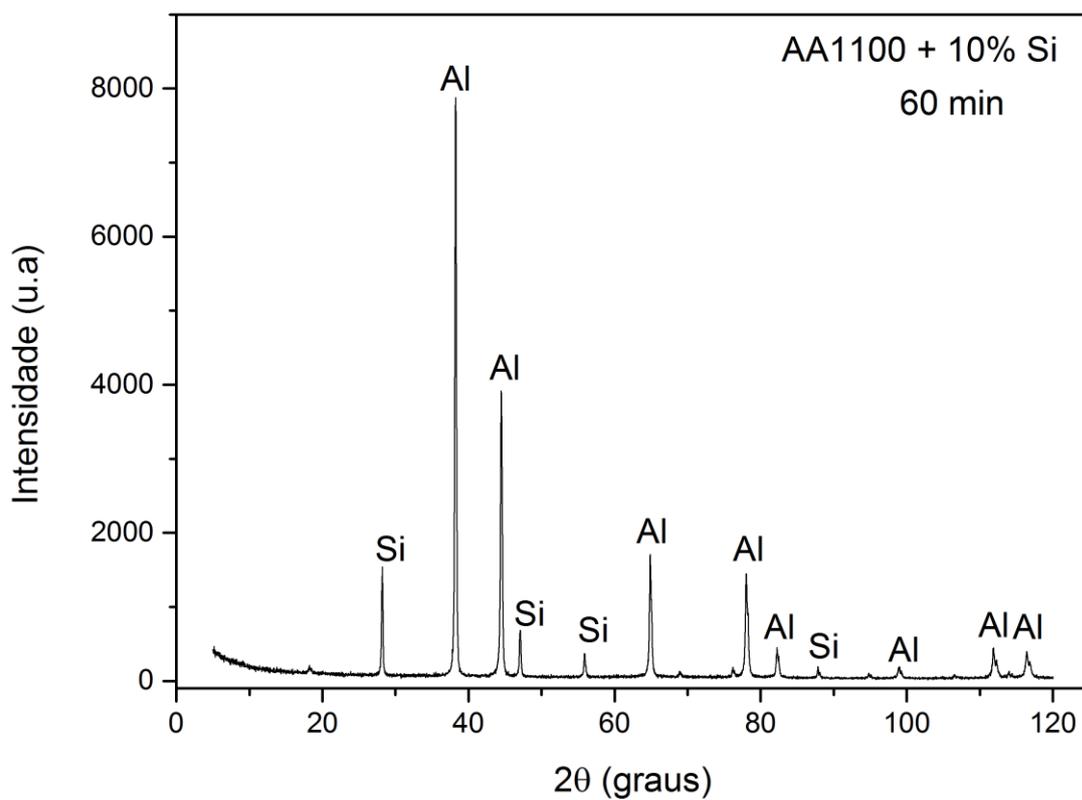
A figura 33 mostra a sobreposição dos espectros da liga AA1100+5% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto. De acordo com Reichwein *et al.* (2014) Mário Sérgio *et al.* (2015), apenas alinhando as posições dos picos é suficiente para obter os elementos presentes na amostra.

Figura 34 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 30 min de MAE



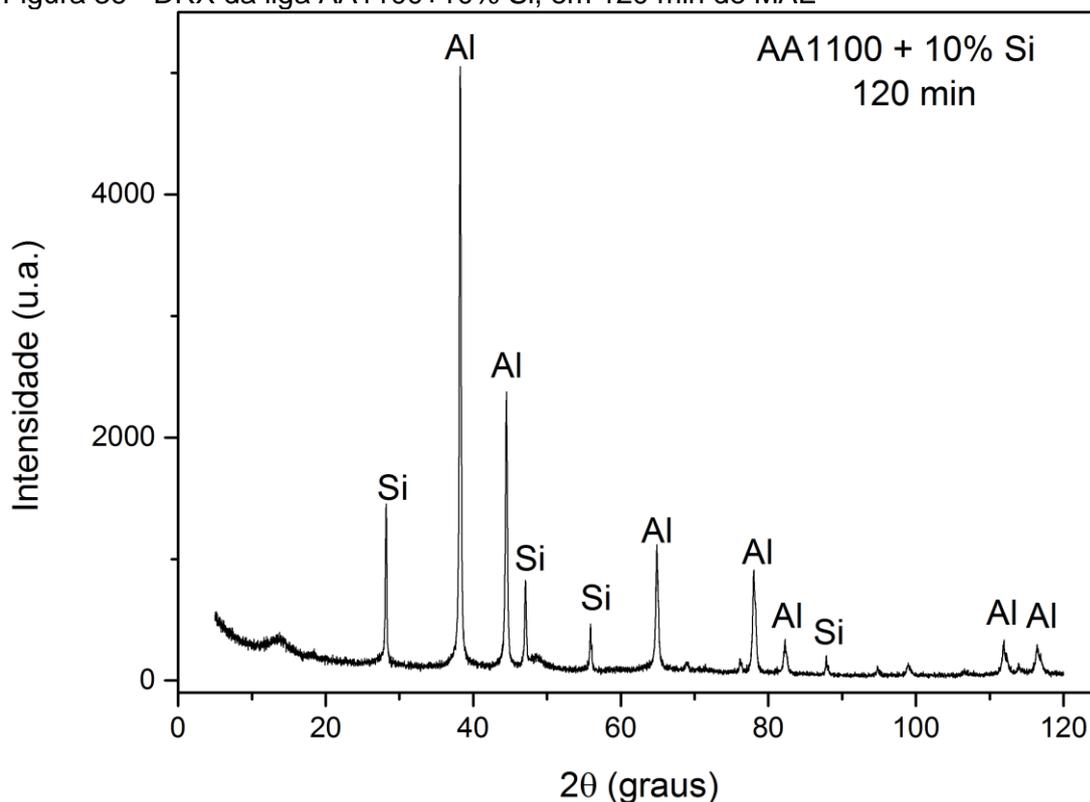
Fonte: Autor

Figura 35 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 60 min de MAE



Fonte: Autor

Figura 36 - DRX da liga AA1100+10% Si, em 120 min de MAE

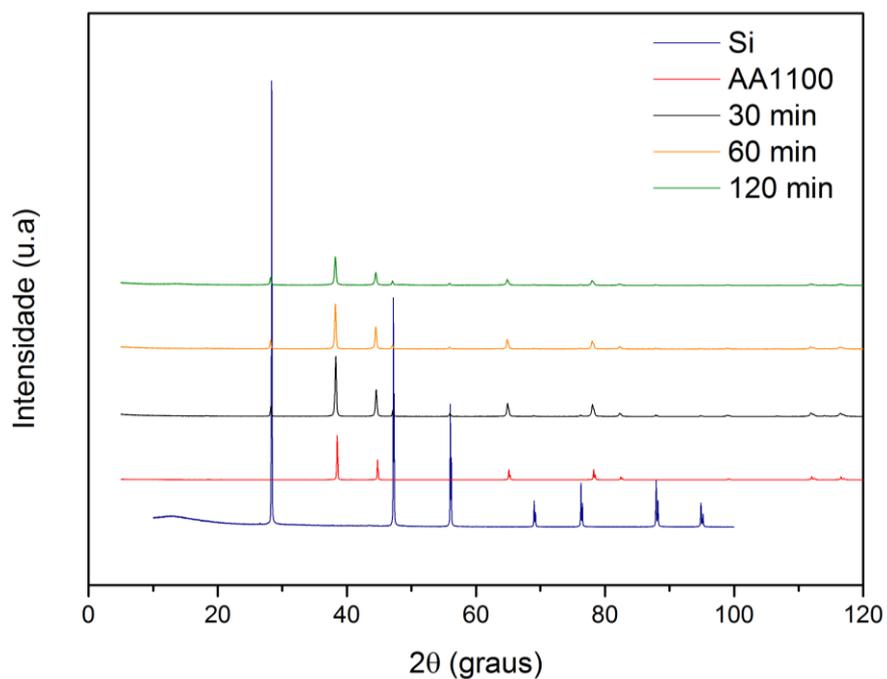


Fonte: Autor

Conforme verificado nos espectros de difração dos pós da liga com 5% em massa de silício, os espectros de difração dos pós da liga com 10% em massa de silício apresentados nas figuras 34, 35 e 36 mostram apenas a presença dos elementos Al e Si. As identificações dos picos acontecem praticamente entre as mesmas faixas de ângulos. Foi observado nas figuras que os valores de intensidade para cada pico diminuiram no que diz respeito ao aumento do tempo de moagem.

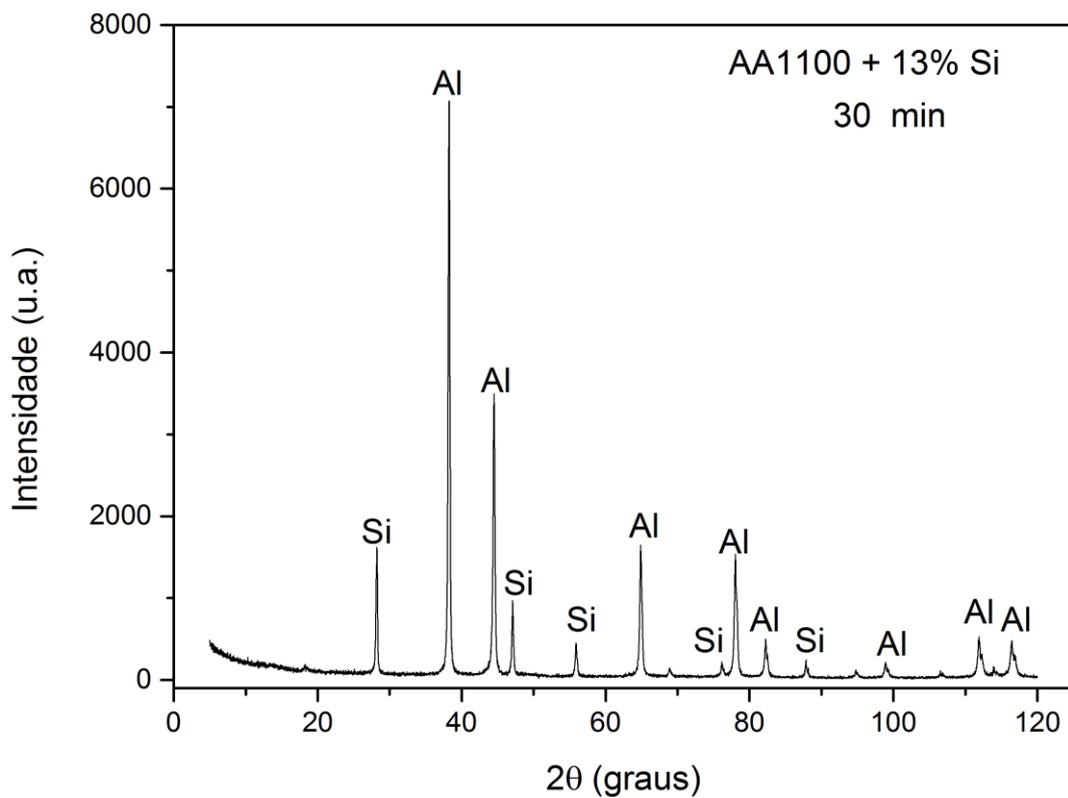
A figura 37 mostra a sobreposição dos espectros da liga AA1100+10% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.

Figura 37 - Espectros da liga AA1100+10% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.



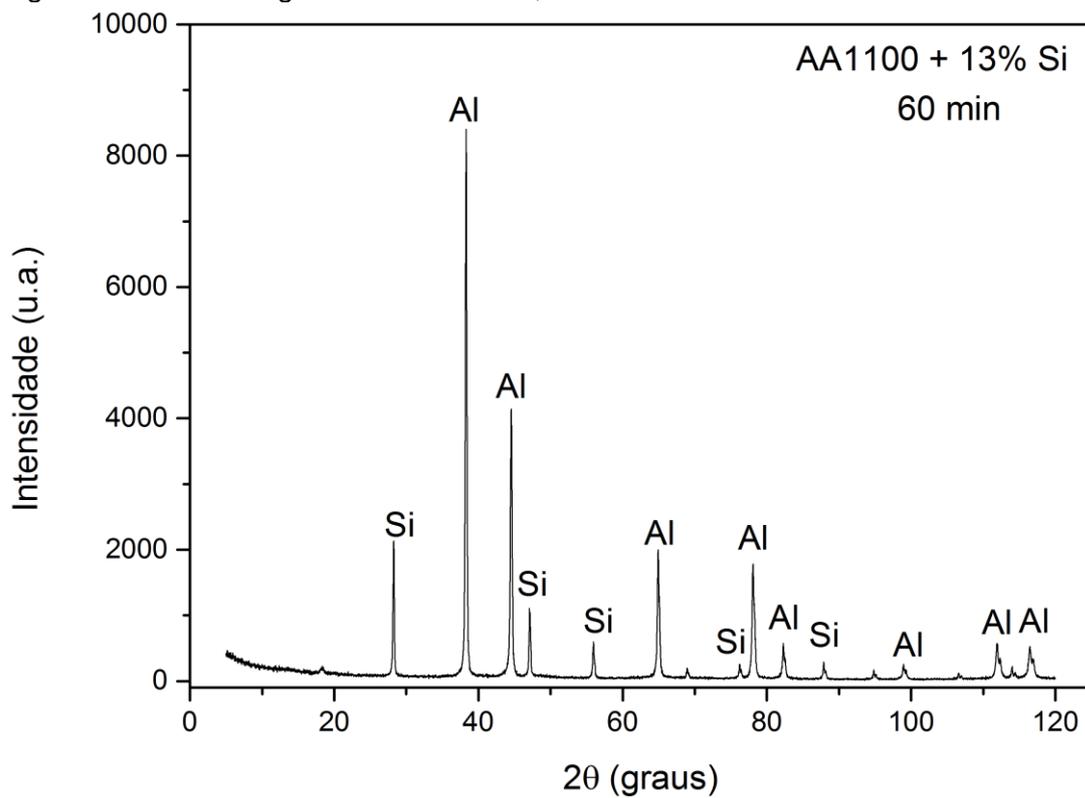
Fonte: Autor

Figura 38 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 30 min de MAE



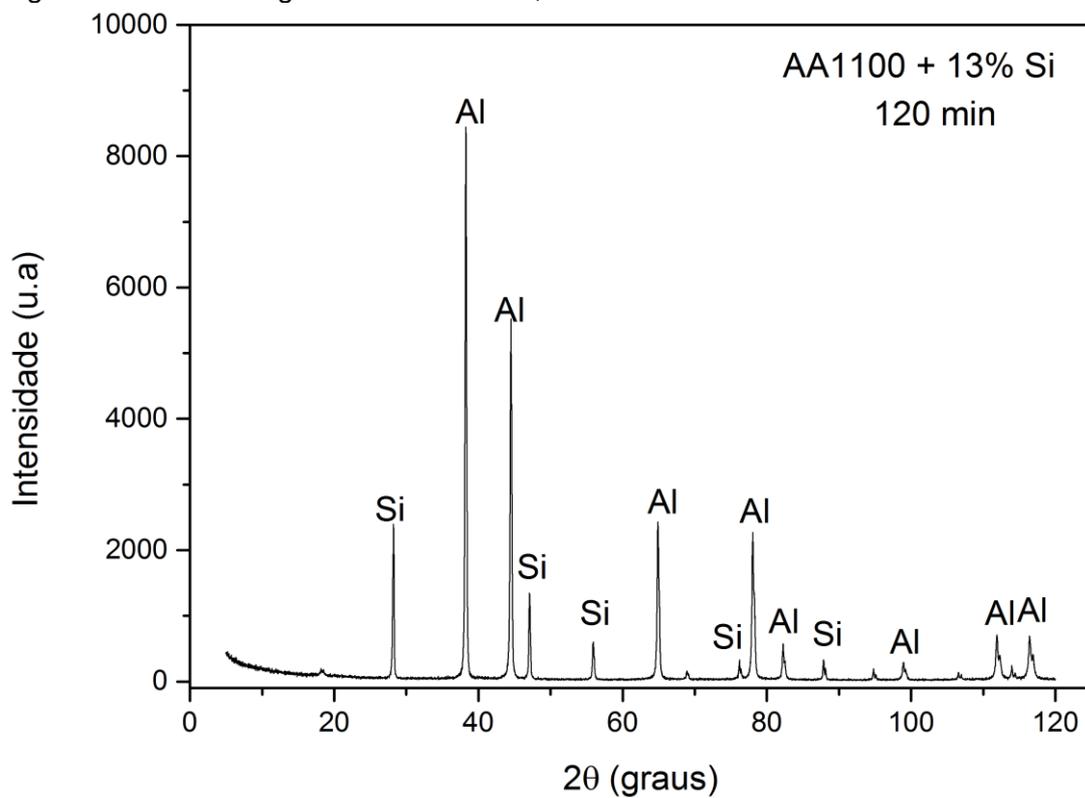
Fonte: Autor

Figura 39 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 60 min de MAE



Fonte: Autor

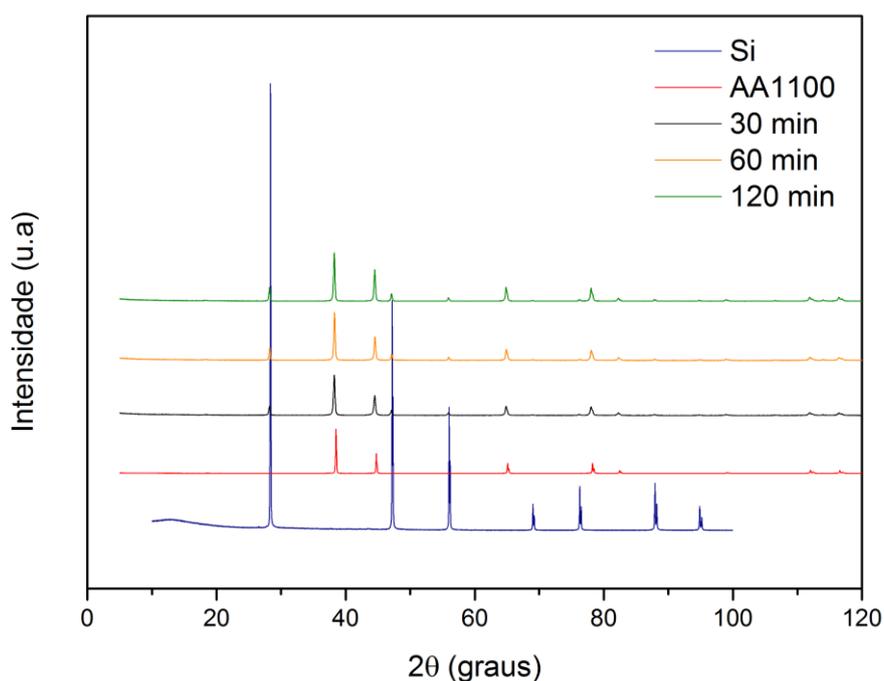
Figura 40 - DRX da liga AA1100+13% Si, em 120 min de MAE



Fonte: Autor

As figuras 38, 39 e 40 apresentam os espectros de difração dos pós da liga com 13% em massa de silício, submetidos à moagem de alta energia durante 30, 60 e 120 minutos. Todos mostram claramente apenas a presença dos picos correspondentes ao alumínio e o silício. As identificações dos picos acontecem praticamente entre as mesmas faixas de ângulos. Foi observado nas figuras que os valores de intensidade para cada pico apresentam pequenas diferenças no que diz respeito ao aumento do tempo de moagem.

Figura 41 - Espectros da liga AA1100+13% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.



Fonte: Autor

A figura 41 mostra a sobreposição dos espectros da liga AA1100+13% Si, submetido a MAE durante 30, 60 e 120 min com os espectros do Al AA1100 e do Si sobreposto.

Todos os espectros do pó tratado nesta seção apresentam grande semelhança.

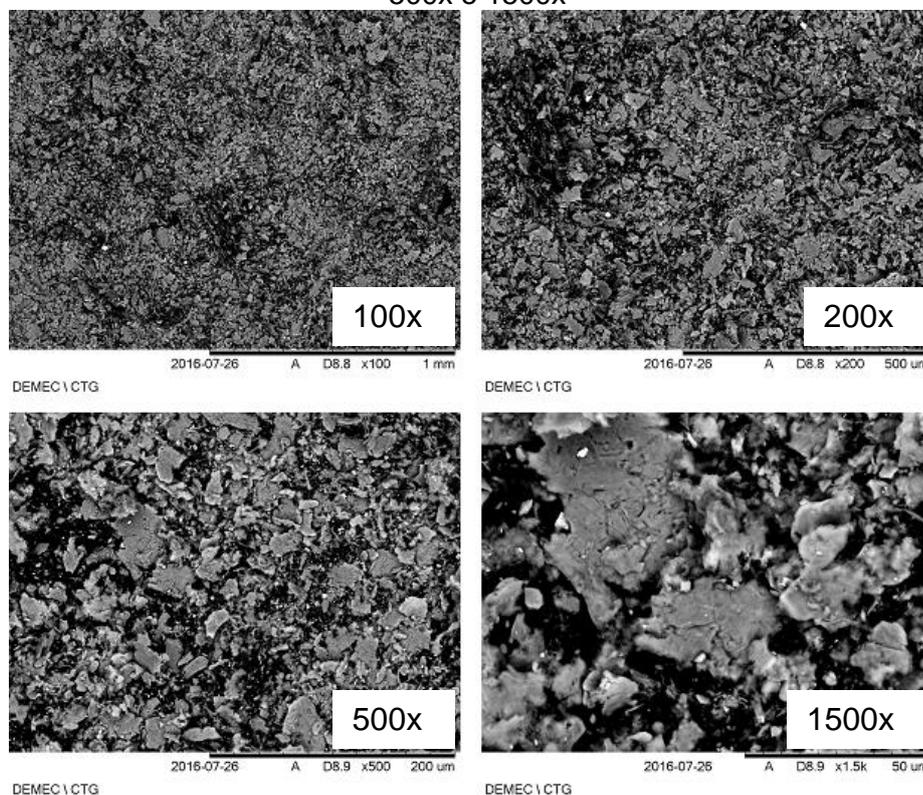
Foi observado nas figuras que os valores de intensidade para cada fase cristalográfica apresentam pequenas diferenças no que diz respeito ao aumento do tempo de moagem. Porém, ao compararmos os pós com diferentes percentagens de

reforço percebemos algumas mudanças nos valores de intensidade. É notado que os picos dispostos são característicos do alumínio e silício.

#### 4.2.2 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) E Espectroscopia Dispersiva de Raios X (EDS)

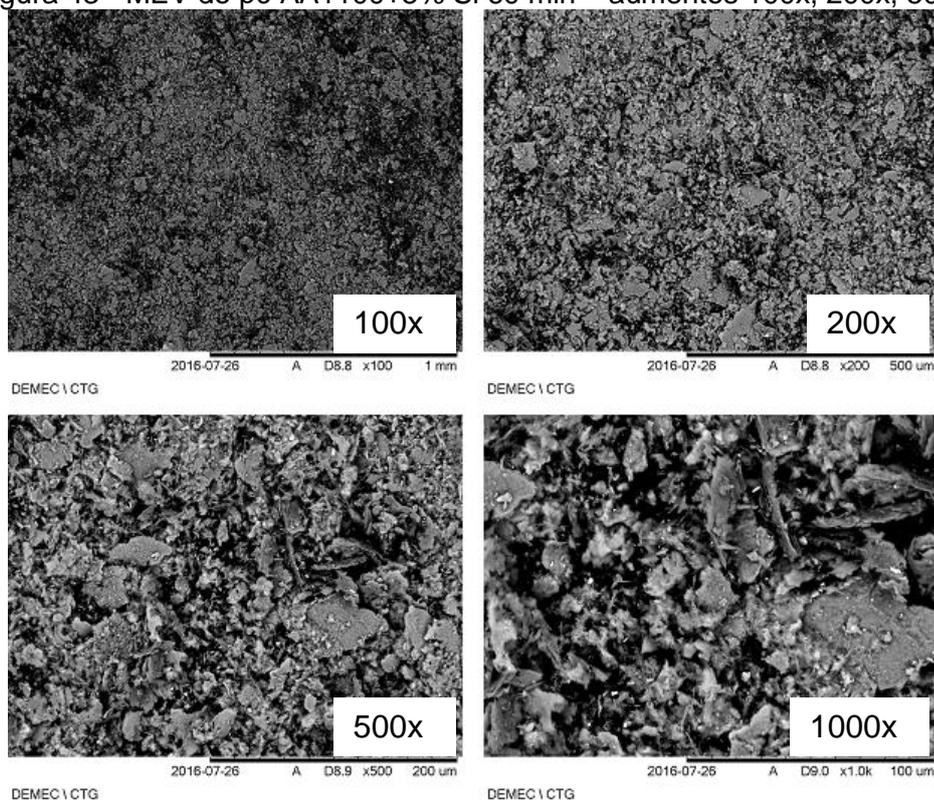
As figuras 42, 43 e 44 apresentam a evolução morfológica do pó da liga com 5% em massa de silício. A liga com 5% em massa de Si e processada em MAE durante o tempo de 30 min revelou uma morfologia mais grosseira e irregular conforme Fernandes *et al.* (2014). Enquanto que a liga com 5% em massa de Si e processada em MAE por 60 min, apresentou uma morfologia menos grosseira e mais regular em comparação com o tempo de 30min de moagem, com a soldagem predominando sobre a fratura. Já a liga com 5% em massa de Si e processada em MAE por 120 min apresentou uma morfologia mais refinada em comparação com o tempo de 60 min de moagem, havendo um equilíbrio da fratura e da soldagem.

Figura 42 - MEV do pó AA1100+5% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1500x



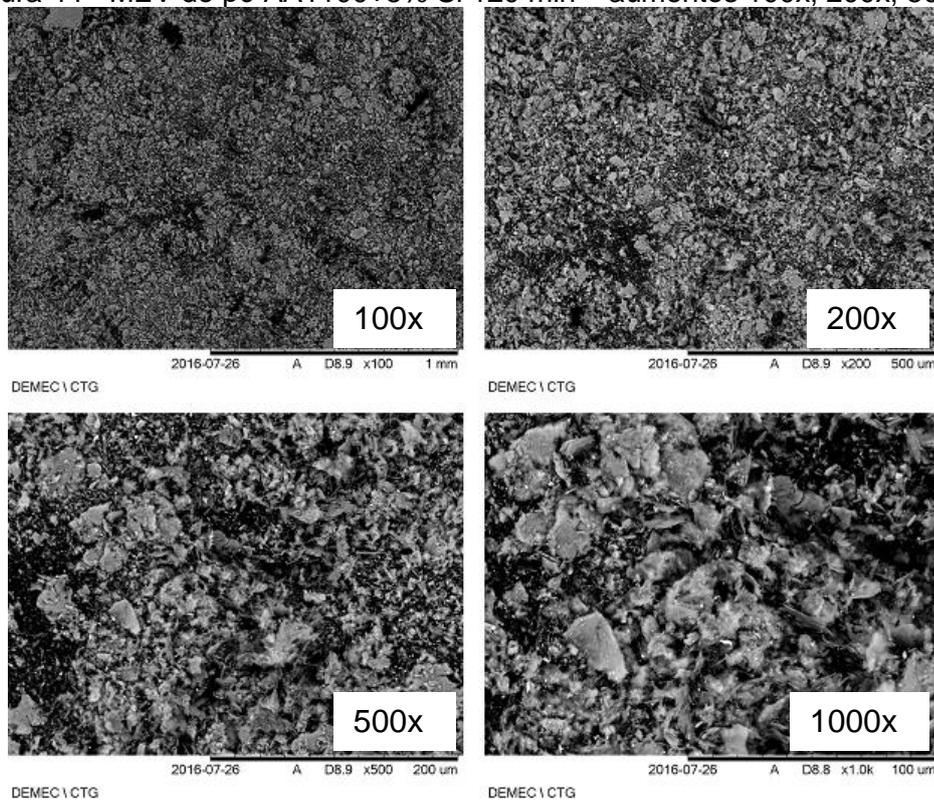
Fonte: Autor

Figura 43 - MEV do pó AA1100+5% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

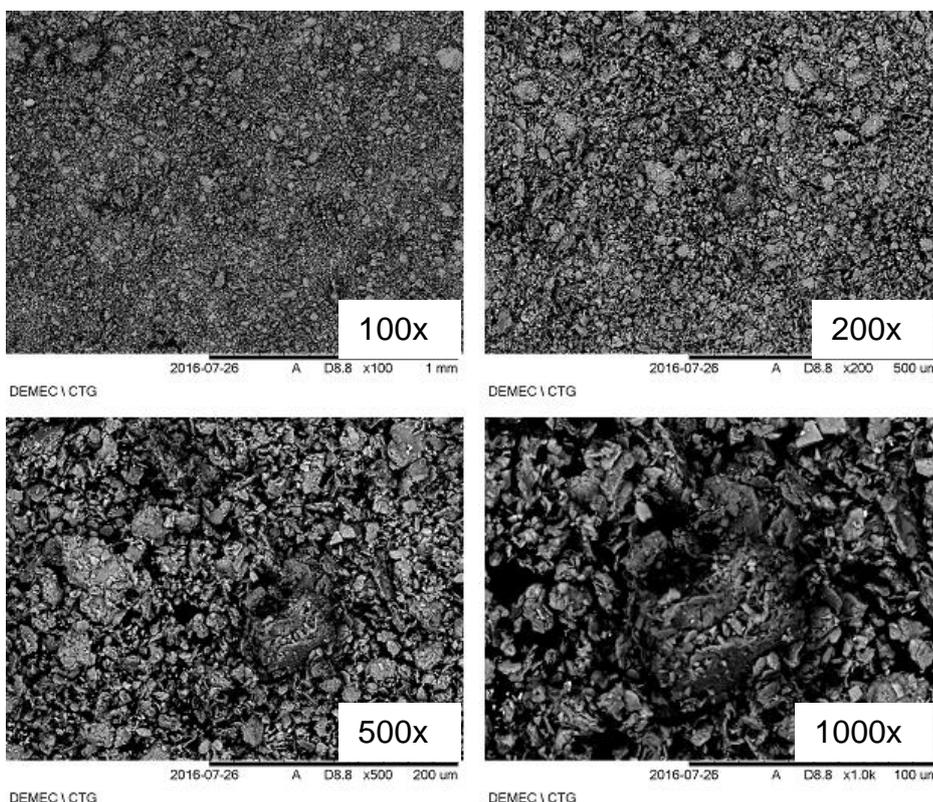
Figura 44 - MEV do pó AA1100+5% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

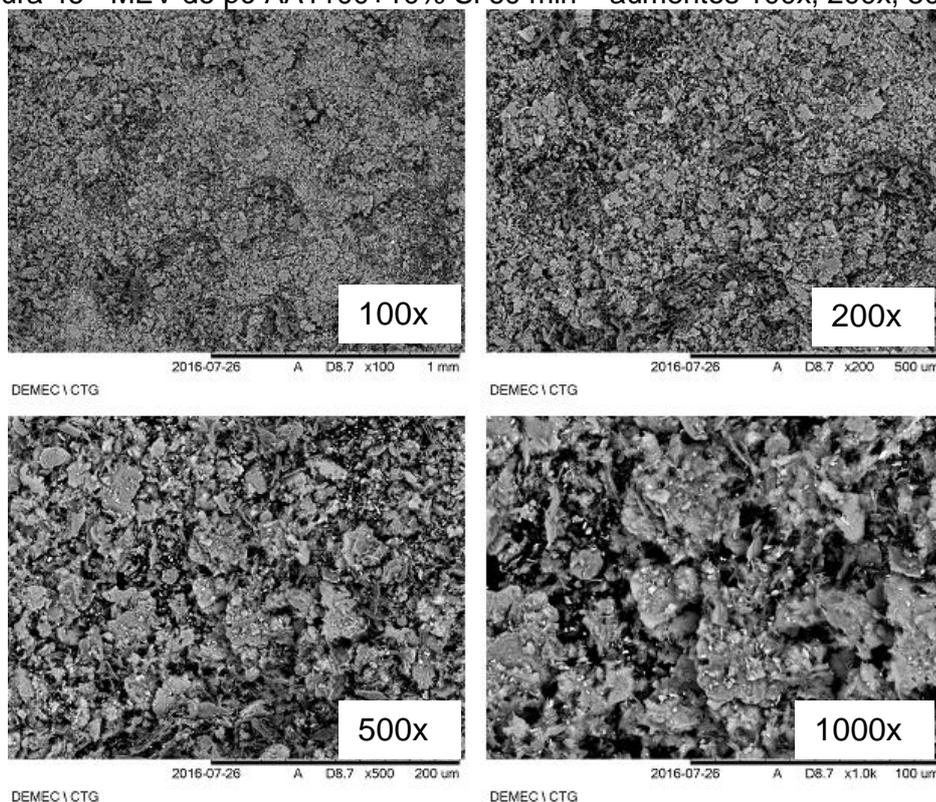
As figuras 45, 46 e 47 apresentam a evolução morfológica do pó da liga com 10% em massa de silício. A liga com 10% em massa de Si e processada em MAE por 30 min revelou morfologia achatada, laminar e irregular; enquanto que a liga submetida à MAE com o tempo de 60 min e com 10% em massa de silício, apresentou uma morfologia próxima a equiaxial (tendendo para o formato esférico) em comparação com aquelas processadas com 30 min. O fato acima também se repete para a liga processada com 120 min que apresentou partícula com forma refinada e próxima a equiaxial em comparação com aquelas processadas com 30min.

Figura 45 - MEV do pó AA1100+10% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



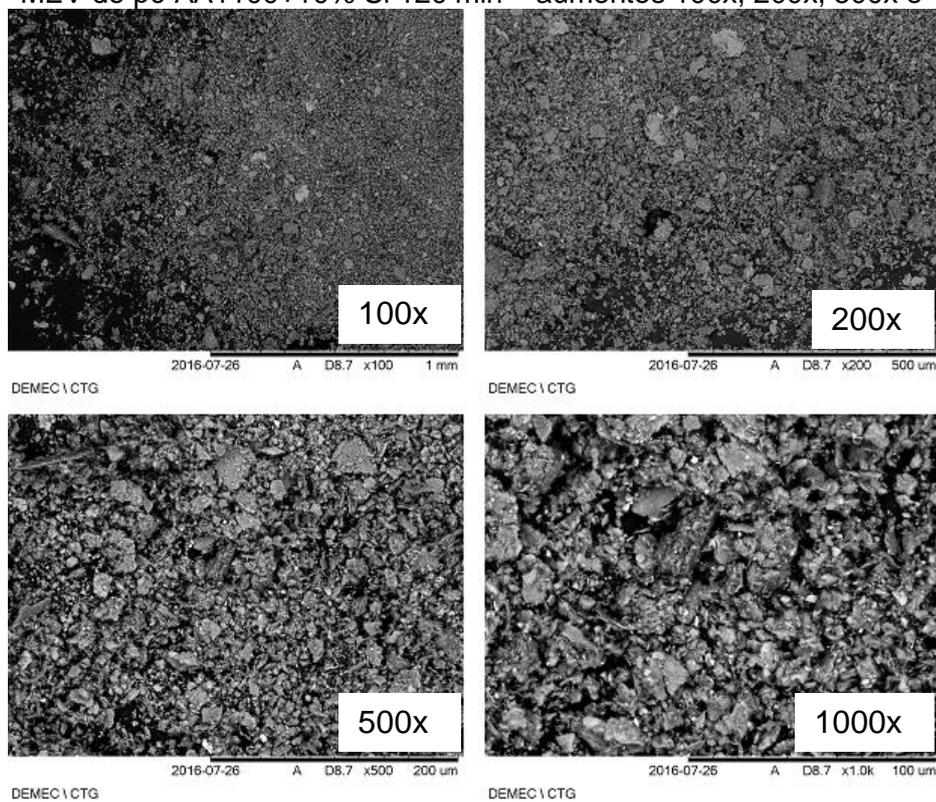
Fonte: Autor

Figura 46 - MEV do pó AA1100+10% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

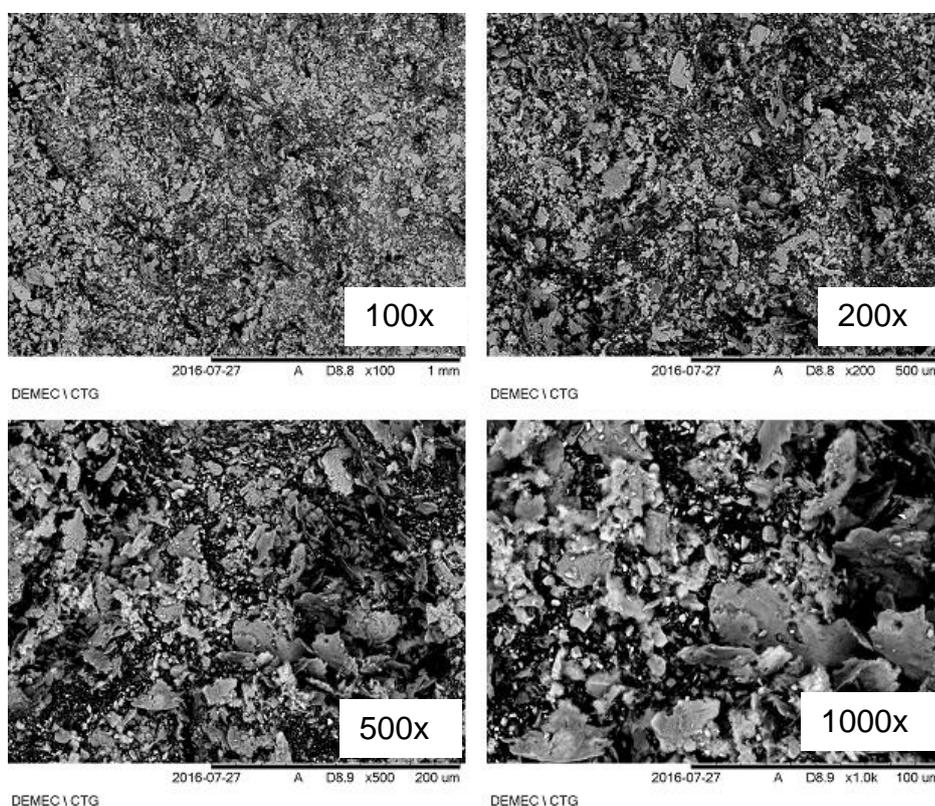
Figura 47 - MEV do pó AA1100+10% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

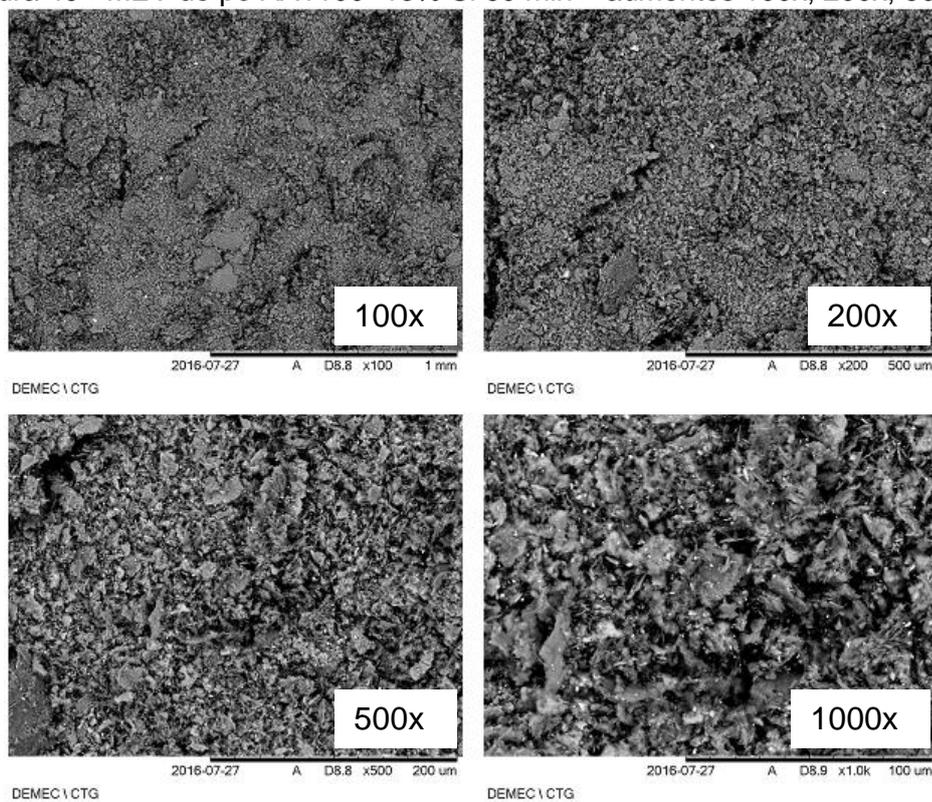
As figuras 48, 49 e 50 apresentam a evolução morfológica do pó da liga com 13% em massa de silício. Já a liga com 13% em massa de Si e processada em MAE por 30 min revelou uma morfologia de placas achatadas; enquanto que a liga processada com o tempo de 60 min, apresentou uma morfologia irregular. A liga processada com 120 min e 13% em massa de Si apresentou partícula com formato mais refinado e morfologia irregular em comparação com aquelas processadas com 30min.

Figura 48 - MEV do pó AA1100+13% Si 30 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



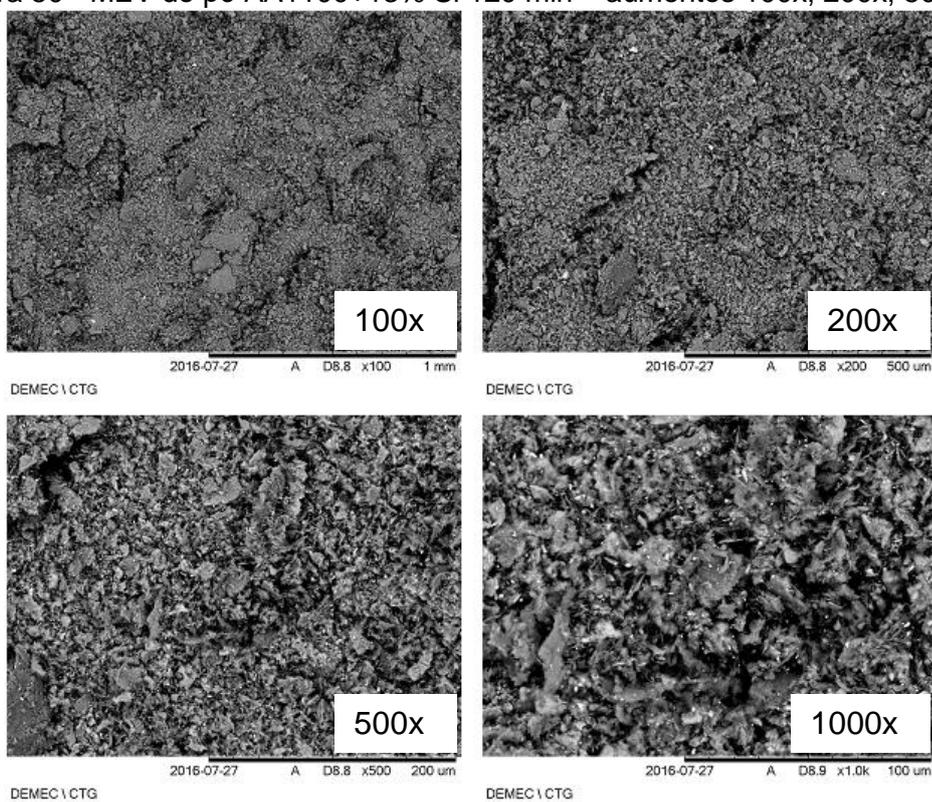
Fonte: Autor

Figura 49 - MEV do pó AA1100+13% Si 60 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

Figura 50 - MEV do pó AA1100+13% Si 120 min – aumentos 100x, 200x, 500x e 1000x



Fonte: Autor

As micrografias das figuras acima mostram que tanto o tempo de 30min e 60min foi insuficiente para que o elemento da liga, aqui representado pelo Si, fosse reduzido a uma morfologia adequada para promover uma eficiente incorporação na componente matriz, aqui representado pelo pó AA1100, enquanto que a liga processada com 120 minutos apresentou um padrão melhor de refinamento e melhor incorporação do silício na matriz em decorrência de uma moagem mais eficiente.

O pó processado com 30min modificou a morfologia da liga AA1100 originalmente achatada e arredondada para uma morfologia mais irregular, com a fratura predominando sobre a solda.

A MAE utilizando 60 minutos modificou a morfologia da liga processada com 30min, de irregular, para uma morfologia mais próxima a equiaxial. Também refinou as partículas do silício originalmente irregular e de tamanho não uniforme.

Foi observado nas figuras citadas que no tempo de moagem de 60 minutos houve uma predominância da soldagem, porém quando aumentamos o tempo as partículas ficaram mais quebradiças conforme esperado.

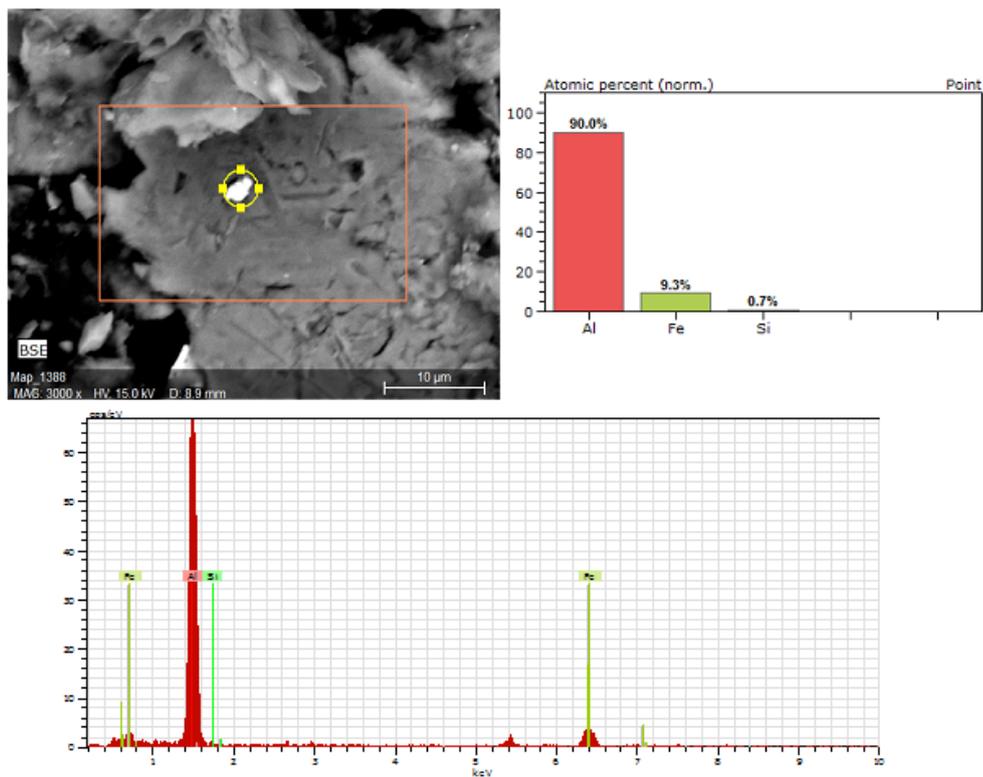
Observa-se um equilíbrio da fratura e da soldagem nas ligas com 5%, 10% e 13% de Si processadas com 120 minutos. Analisando todas as micrografias acima, pode-se observar que a liga processada com 120min e com fração mássica de 10% de Si apresentou um maior grau de incorporação do silício na matriz produzindo um pó mais refinado, o que aumenta a resistência mecânica.

A partícula do pó da liga AA1100, sendo mais dúctil, está mais susceptível à soldagem a frio, enquanto que a partícula do pó do Si, por ser mais dura, está mais susceptível à fratura. O excesso de soldagem a frio é evitado devido à utilização do agente controlador do processo que no caso é o ácido esteárico.

De acordo com Mendonza Duarte *et al.* (2016) a moagem de alta energia induz uma dispersão homogênea do elemento de liga na matriz promovendo um aumento na dureza.

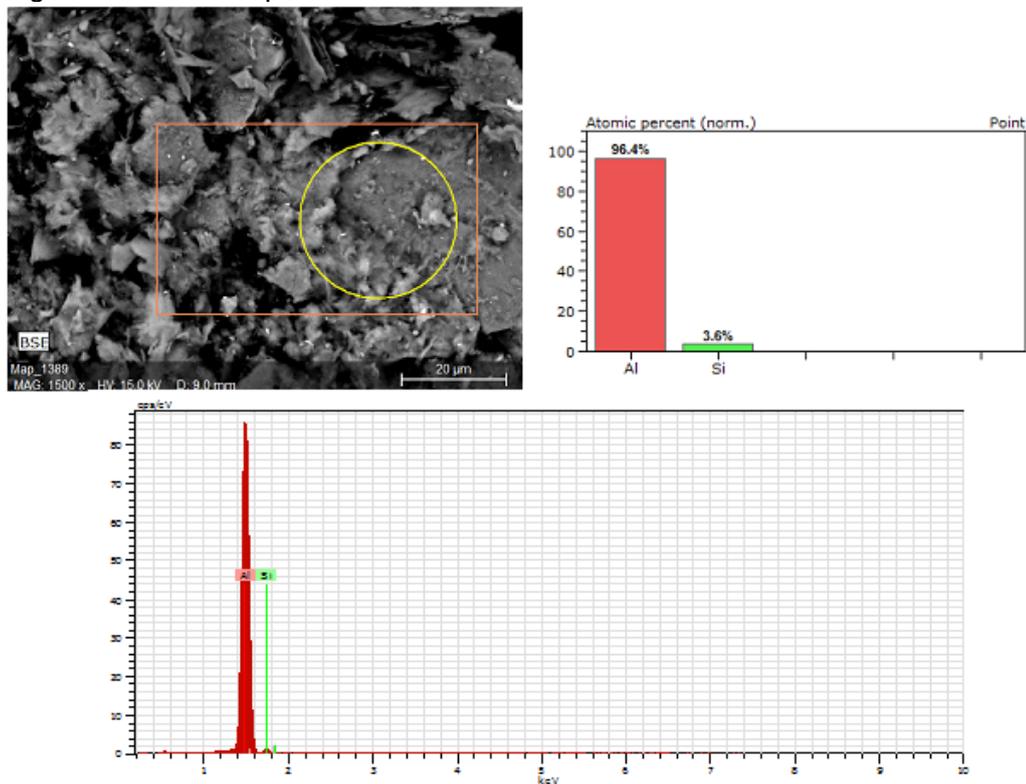
As figuras 51 até 59 apresentam os resultados dos espectros da microanálise de EDS dos pó da liga com 5, 10 e 13% em massa de silício (Si) submetido à MAE.

Figura 51 - EDS do pó AA 1100+5% Si 30 minutos



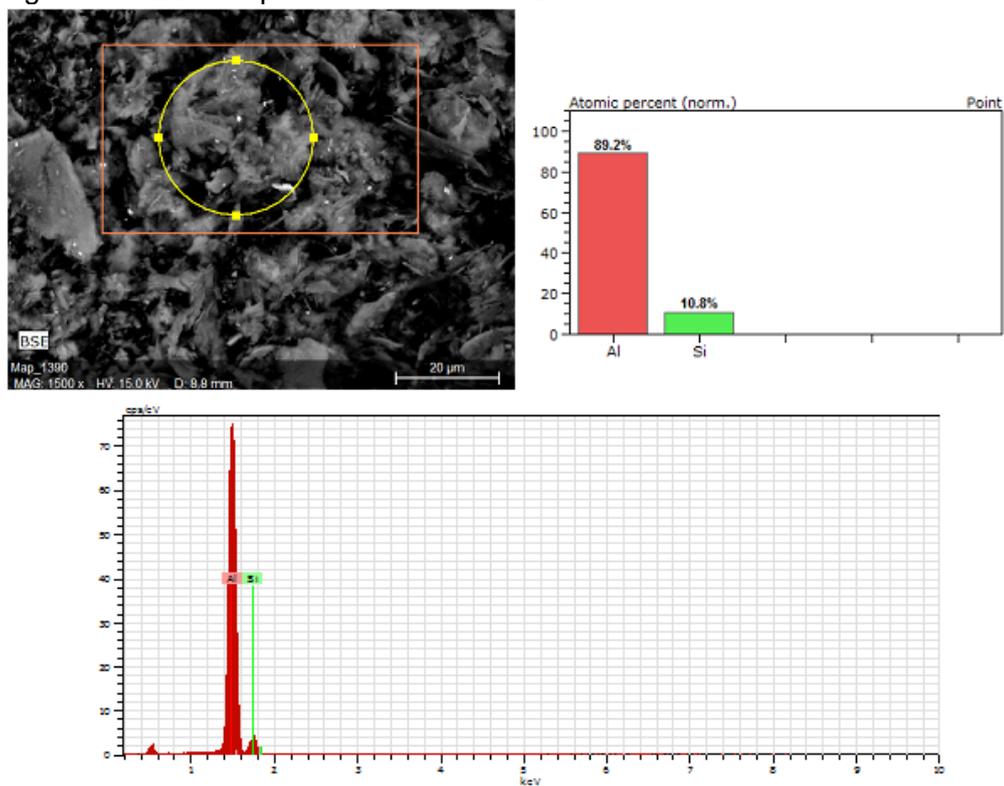
Fonte: Autor

Figura 52 - EDS do pó AA 1100+5% Si 60 minutos



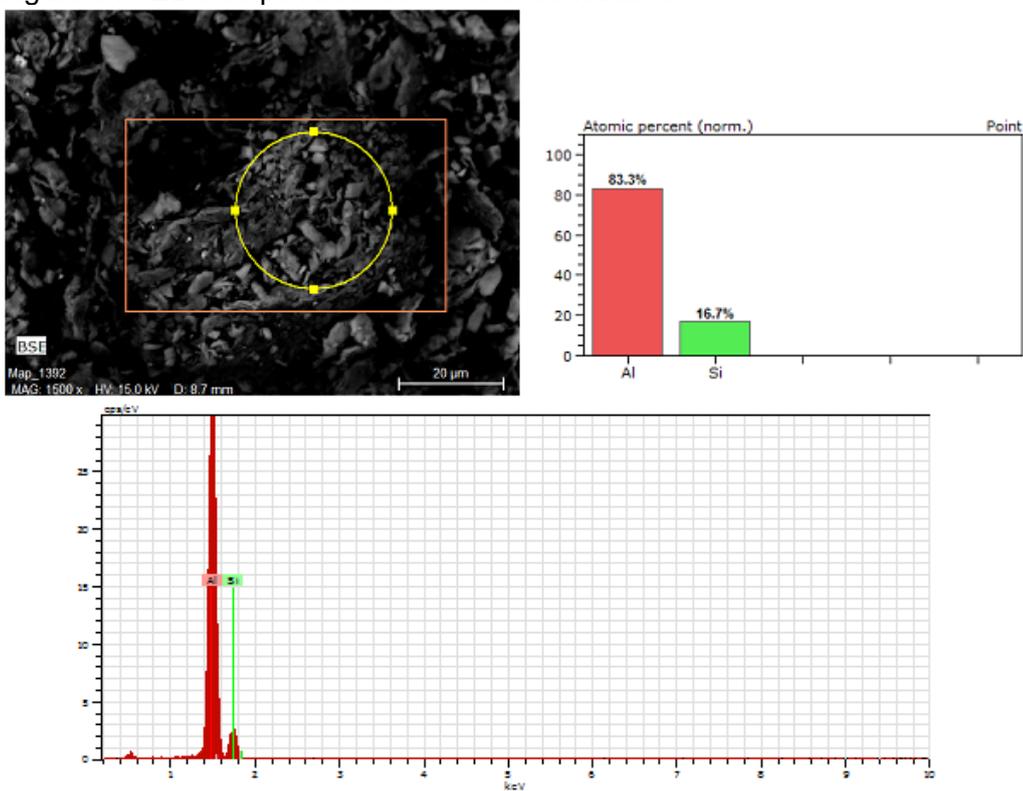
Fonte: Autor

Figura 53 - EDS do pó AA 1100+5% Si 120 minutos



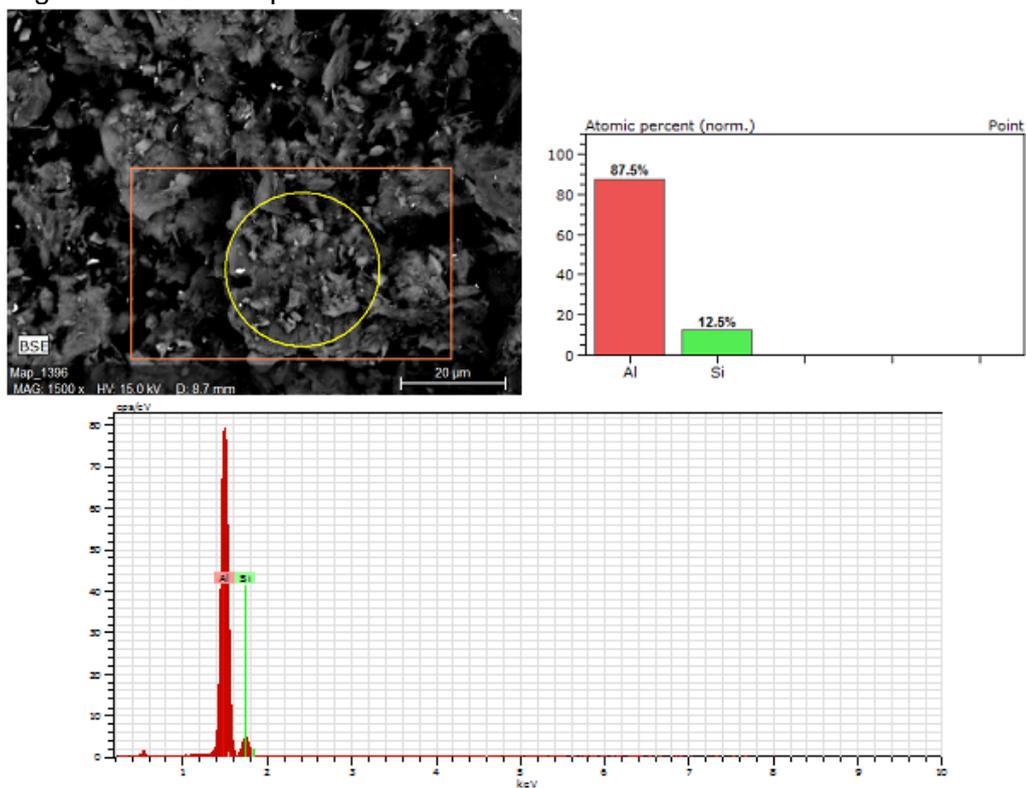
Fonte: Autor

Figura 54 - EDS do pó AA 1100+10% Si 30 minutos



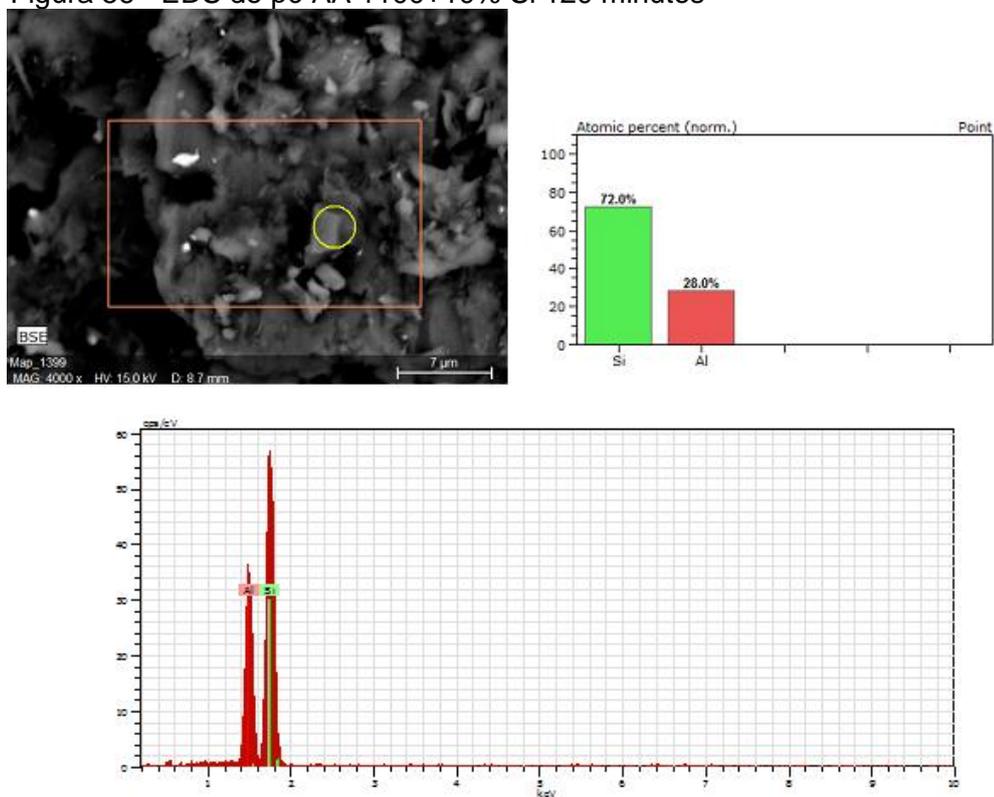
Fonte: Autor

Figura 55 - EDS do pó AA 1100+10% Si 60 minutos



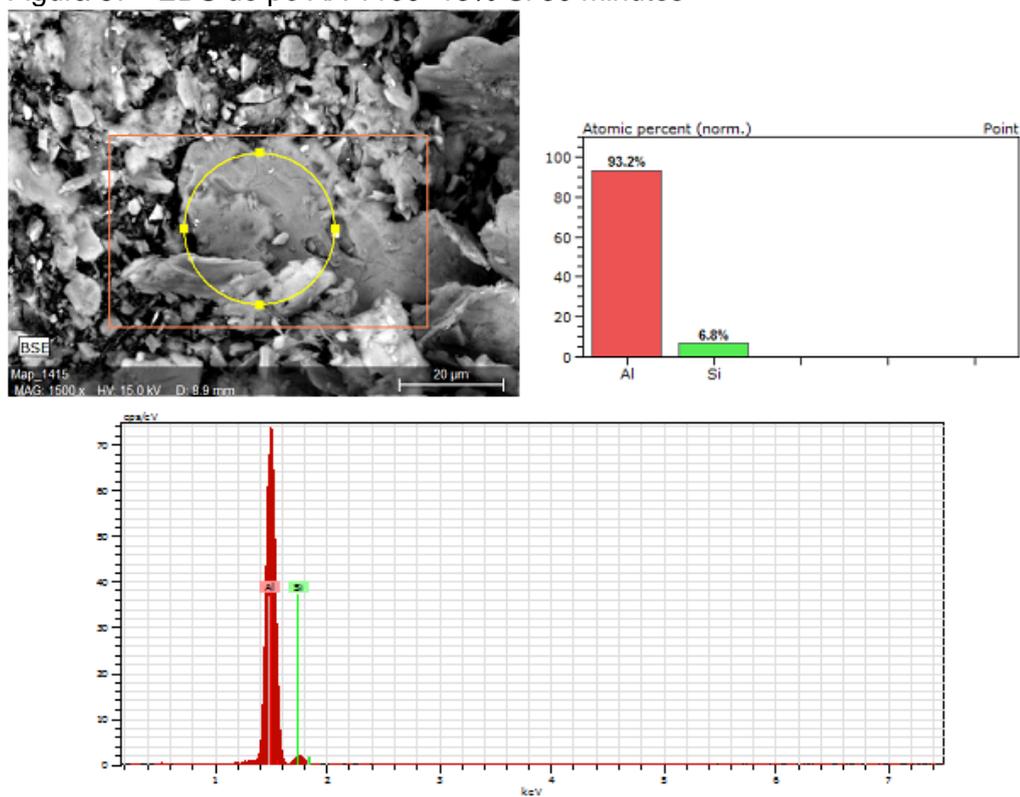
Fonte: Autor

Figura 56 - EDS do pó AA 1100+10% Si 120 minutos



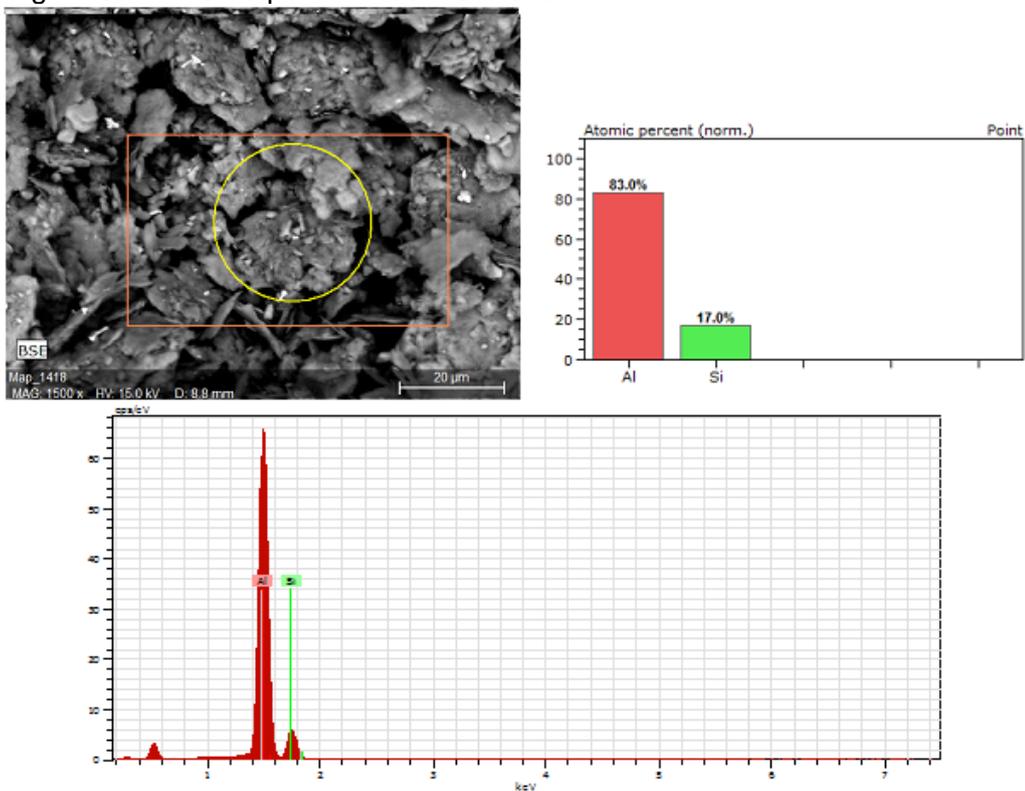
Fonte: Autor

Figura 57 - EDS do pó AA 1100+13% Si 30 minutos



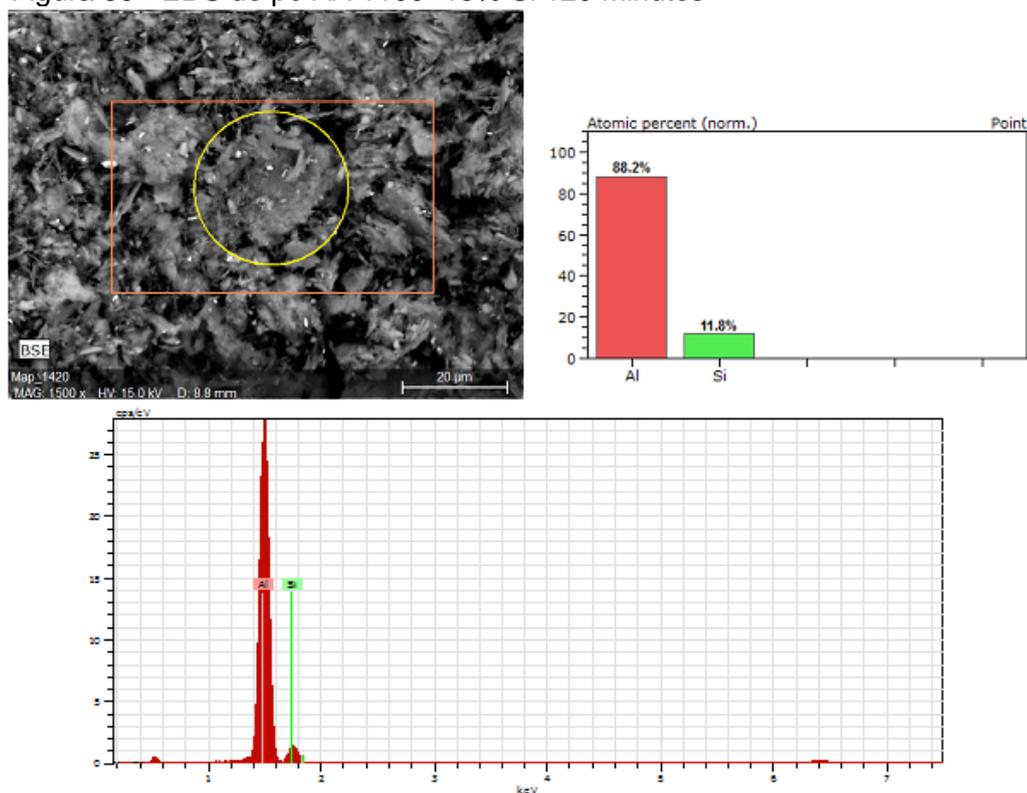
Fonte: Autor

Figura 58 - EDS do pó AA 1100+13% Si 60 minutos



Fonte: Autor

Figura 59 - EDS do pó AA 1100+13% Si 120 minutos



Fonte: Autor

Os gráficos acima representados apresentam os resultados sobre os espectros da microanálise de EDS dos pós da liga com 5, 10 e 13% em massa de silício (Si) submetido à MAE. É possível observar apenas os picos de Al e Si (com exceção da amostra com 5% em massa de Si) mostrando que não houve contaminação.

A presença do Fe encontrada na amostra com 5% em massa de Si e processada com 30 min pode ser originária do alumínio puro que contém 0,17% de ferro.

#### 4.3 CARACTERIZAÇÃO E DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO MATERIAL SINTERIZADO

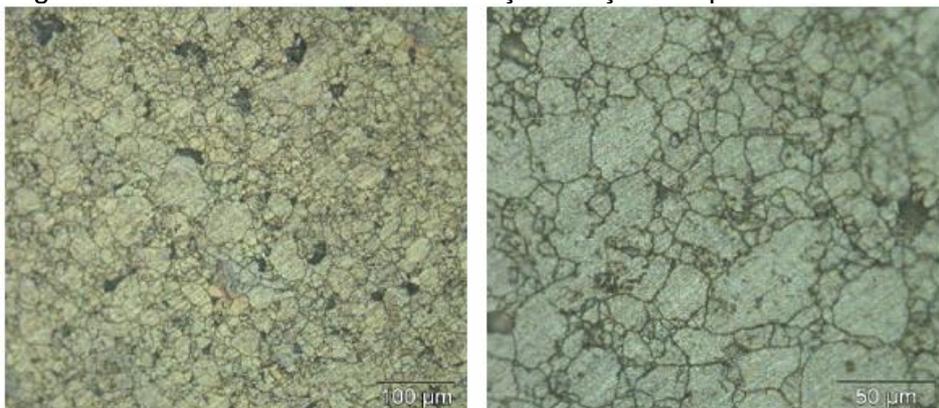
As amostras sinterizadas foram submetidas à caracterização por meio de MO. Esta seção apresenta os resultados obtidos e suas discussões.

### 4.3.1 Microscopia Ótica das Seções Transversais e Superficiais das Amostras

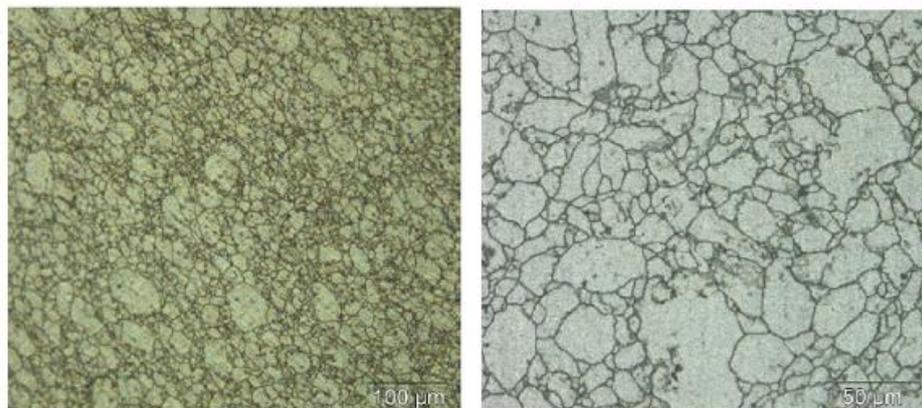
As imagens abaixo apresentam as micrografias de microscopia óptica das amostras compactadas e sinterizadas da liga com 5, 10 e 13% em massa de silício (Si) submetido a MAE durante 30, 60 e 120 minutos. As amostras foram atacadas quimicamente com HF 0,5% durante 40s.

A figura 60 mostra a micrografia da liga AA1100 sem reforço. Ela apresenta uma microestrutura com grãos tendendo para o formato esférico e com tamanho de grão não homogêneo, alguma porosidade e agregado policristalino com contornos de grãos bem definido representado pelas linhas escuras.

Figura 60 - MO de AA 1100 sem reforço – Seções Superficial e Transversal



SUPERFICIAL

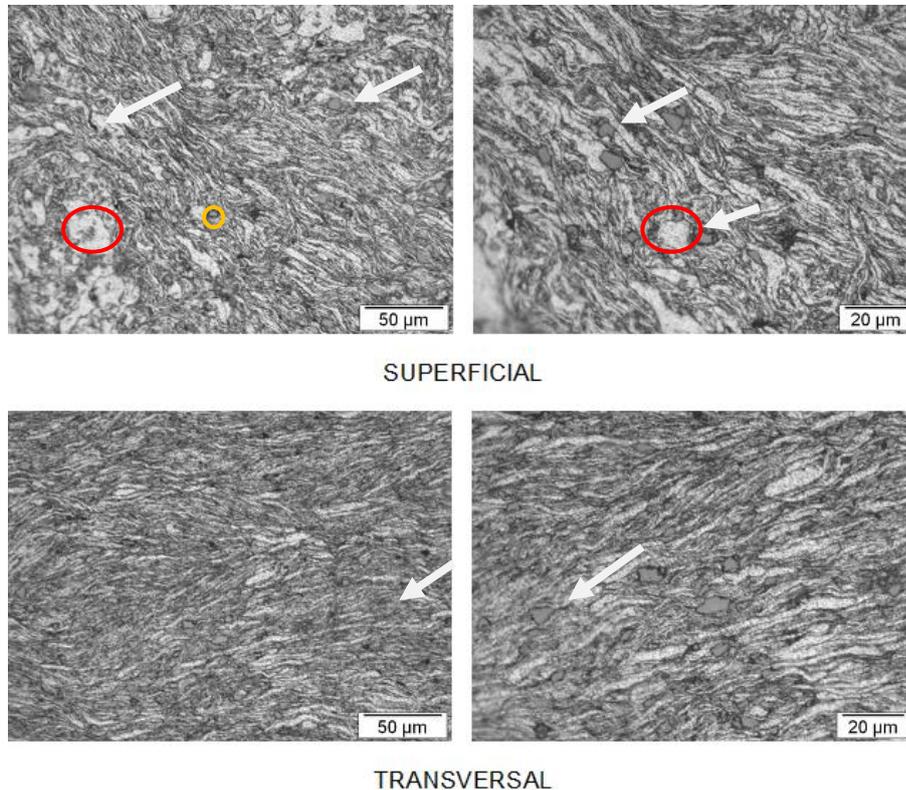


TRANSVERSAL

Fonte: Autor

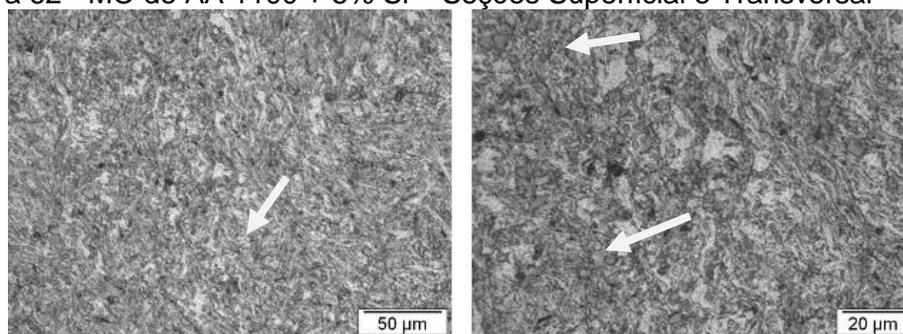
As figuras 61, 62 e 63 mostram imagens MO da amostra sinterizada Al-5% Si mostrando que a microestrutura da liga encontra-se bastante irregular, já não mais apresentam os contornos de grãos bem definidos. O que se observa são alterações nas estruturas dos grãos provocados pela deformação plástica devido às sucessivas fraturas e soldas ocorridas durante a moagem de alta energia (MAE). As partículas identificadas pela seta branca representam o elemento de liga silício. As regiões mais claras da matriz de alumínio (círculos vermelhos) são as fases  $\alpha$  - Al e as regiões mais escuras (círculos amarelos) são as fases  $\alpha + \beta$ .

Figura 61 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE

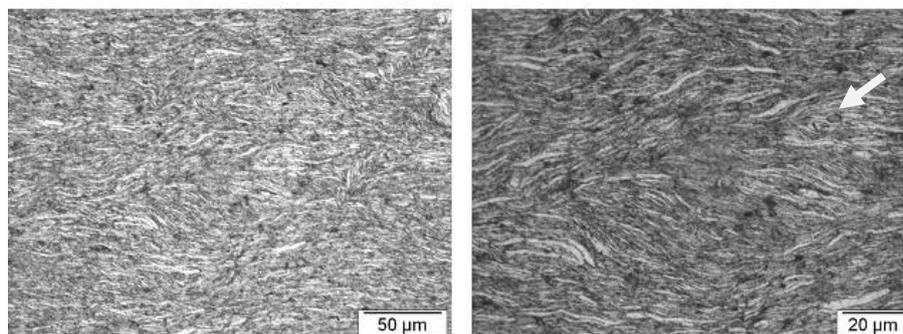


Fonte: Autor

Figura 62 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE



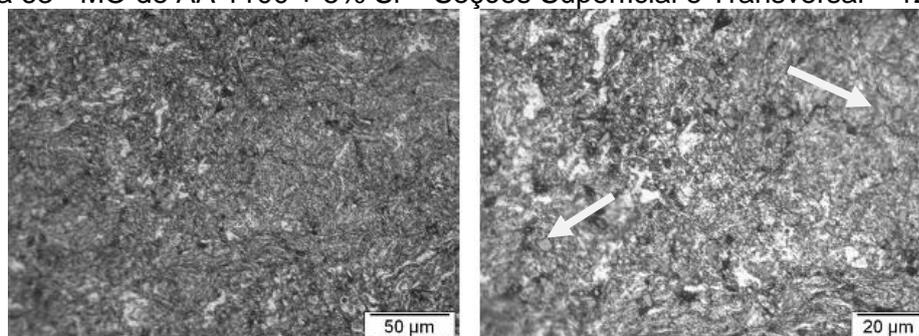
SUPERFICIAL



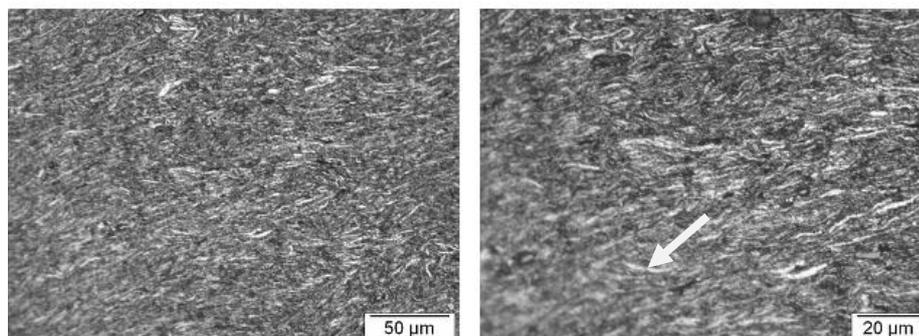
TRANSVERSAL

Fonte: Autor

Figura 63 - MO de AA 1100 + 5% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE



SUPERFICIAL

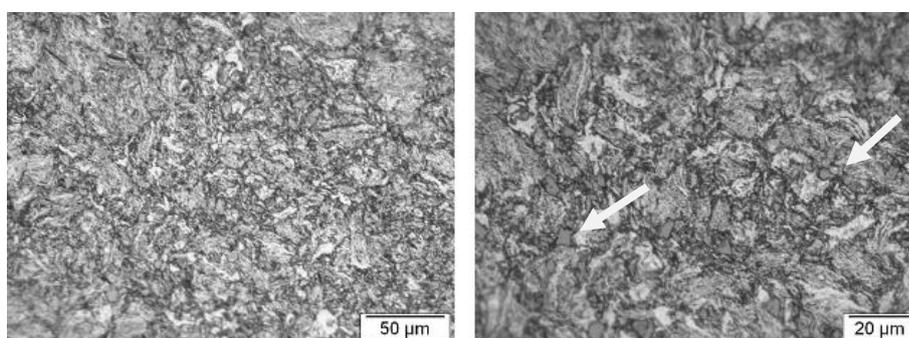


TRANSVERSAL

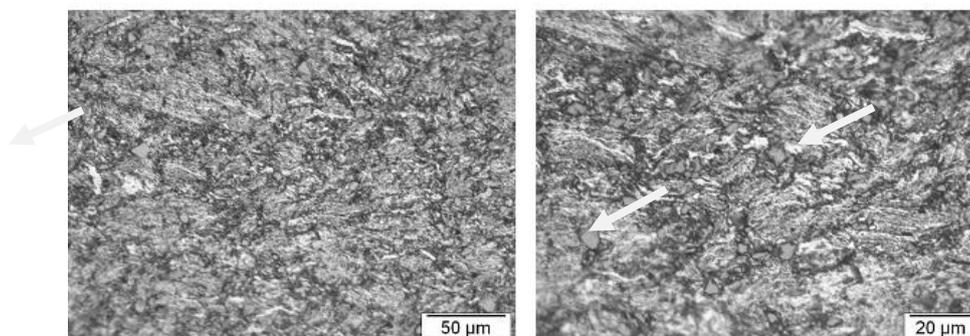
Fonte: Autor

As figuras 64, 65 e 66 mostram imagens MO da amostra sinterizada Al-10% Si mostra ainda que a microestrutura da liga encontra-se irregular. Observa-se também que o aumento do tempo de moagem promove uma melhoria no refinamento das partículas. As partículas identificadas pela seta branca representa o elemento de liga silício. As regiões mais claras da matriz de alumínio são as fases  $\alpha$  – Al e as regiões mais escuras são as fases  $\alpha + \beta$ .

Figura 64 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE



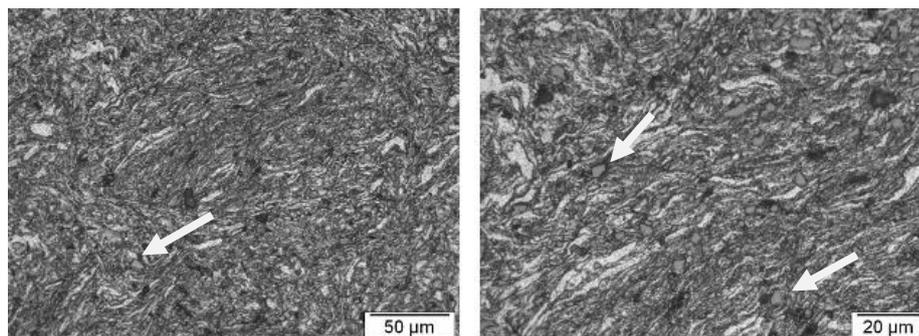
SUPERFICIAL



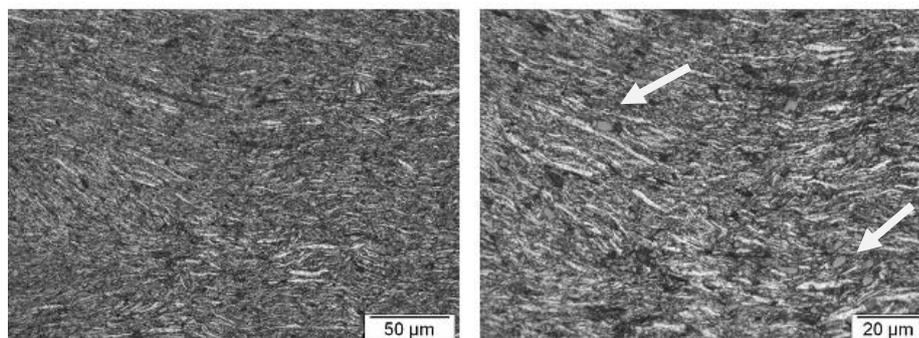
TRANSVERSAL

Fonte: Autor

Figura 65 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE



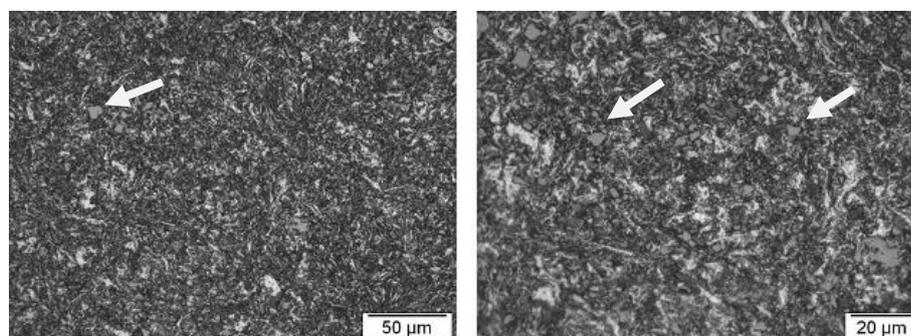
SUPERFICIAL



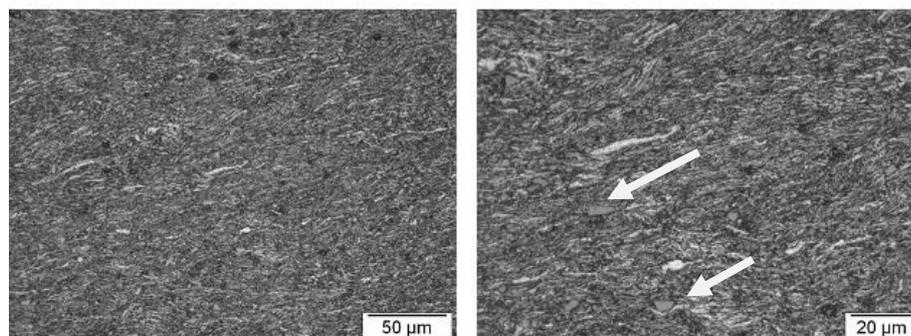
TRANSVERSAL

Fonte: Autor

Figura 66 - MO de AA 1100 + 10% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE



SUPERFICIAL



TRANSVERSAL

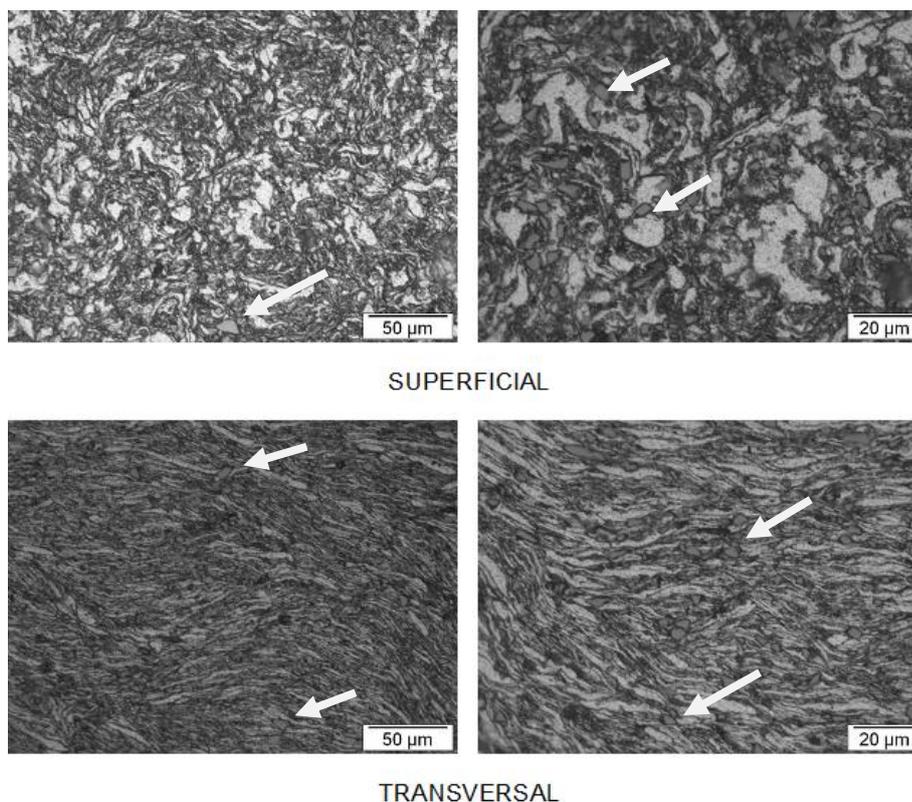
Fonte: Autor

As figuras 67, 68 e 69 mostram imagens MO da amostra sinterizada Al-13% Si. É possível observar que o silício está distribuído de forma homogênea na matriz. Portanto, a moagem de alta energia foi eficiente no sentido de incorporar a partícula do silício (Si) na matriz dúctil AA1100. Observa-se também que o aumento do tempo de moagem promove uma melhoria no refinamento das partículas. As partículas identificadas pela seta branca representa o elemento de liga silício. As regiões mais claras da matriz de alumínio são as fases  $\alpha$  – Al e as regiões mais escuras são as fases  $\alpha + \beta$ .

As micrografias superficiais mostram a inserção, sem aglomeração, do silício na matriz AA1100, promovendo uma distribuição uniforme na liga.

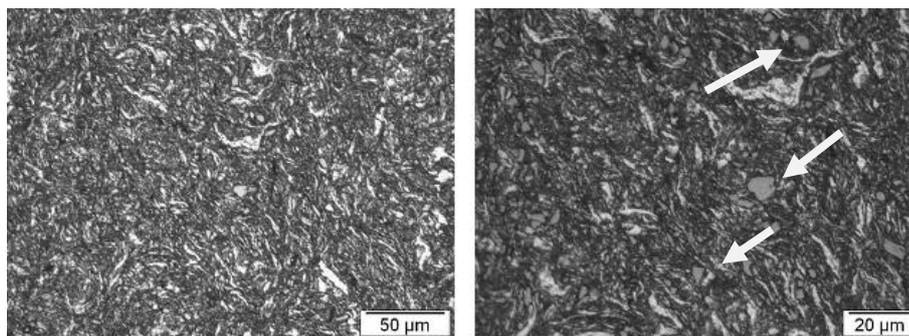
As micrografias transversais mostram uma morfologia lamelar e pode ser visto mais claramente o fenômeno de soldagem em camadas.

Figura 67 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 30 min MAE

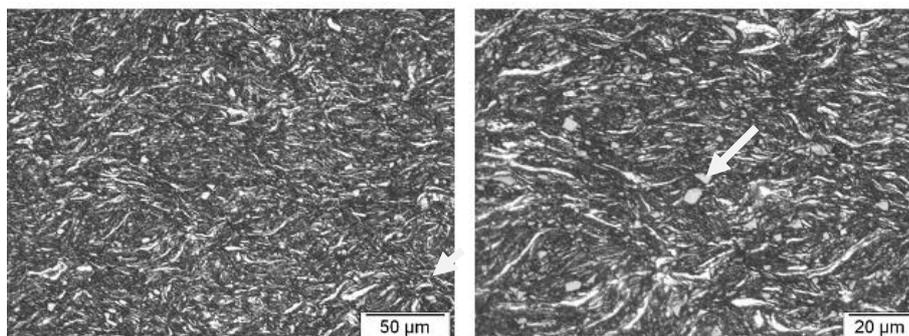


Fonte: Autor

Figura 68 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 60 min MAE



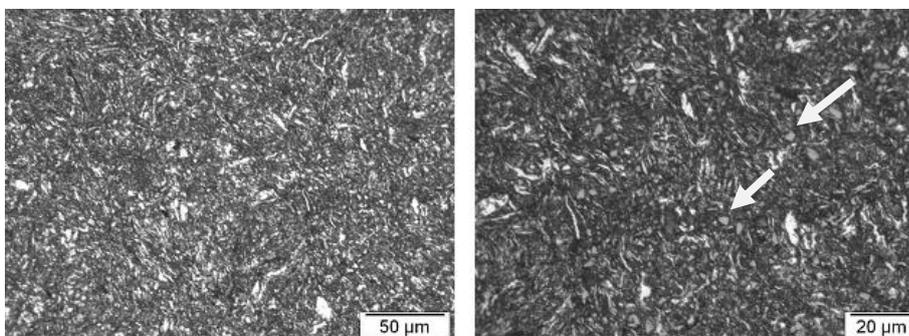
SUPERFICIAL



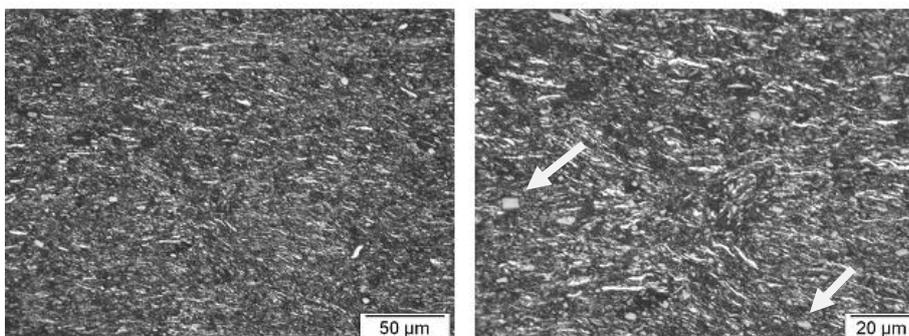
TRANSVERSAL

Fonte: Autor

Figura 69 - MO de AA 1100 + 13% Si – Seções Superficial e Transversal – 120 min MAE



SUPERFICIAL



TRANSVERSAL

Fonte: Autor

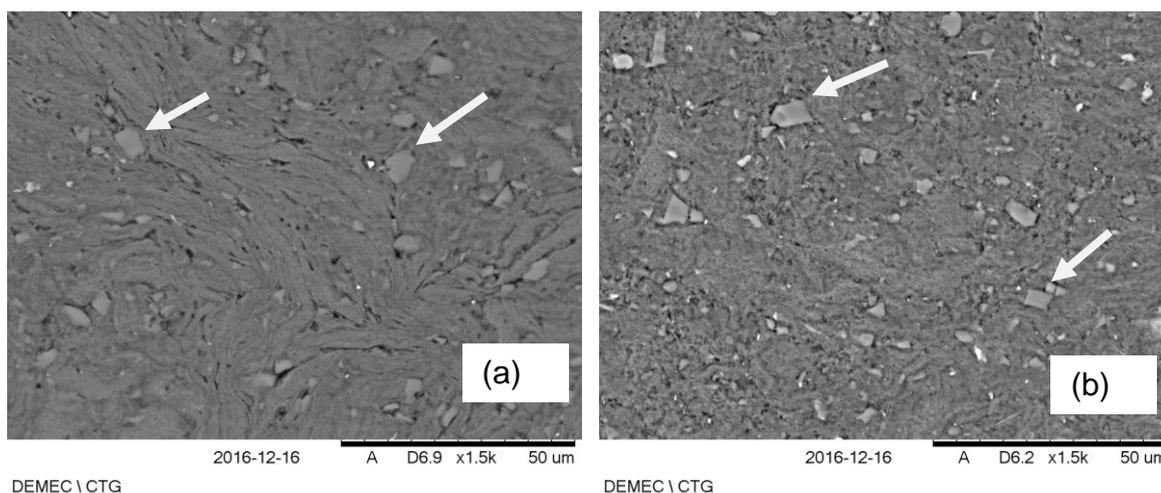
Diante do apresentado nas imagens a moagem de alta energia é um processo eficiente para diminuição do tamanho de partícula tanto da matriz quanto do elemento de liga e incorporação desse elemento na matriz metálica, o que por sua vez assegura material com menor porosidade e de propriedades mecânicas superiores.

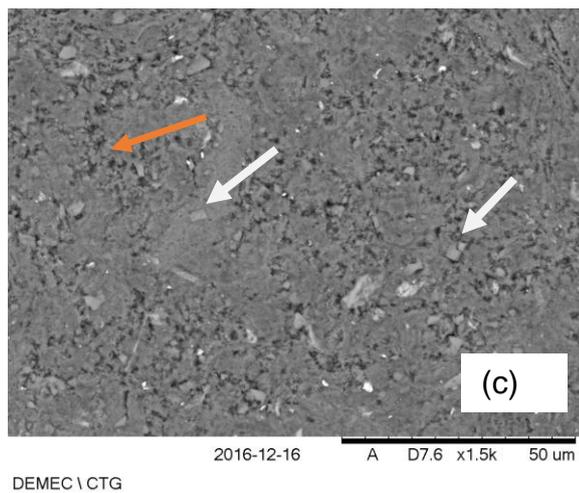
#### 4.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Energia (EDS)

Esta seção mostra os resultados MEV e EDS das amostras sinterizadas.

As figuras 70 e 71 mostram as micrografias do MEV para as seções superficiais e transversais das pastilhas com 5% silício e revelam a inserção do silício (representado pela estrutura irregular inserida entre as camadas) na matriz, como dá uma ideia das dimensões e da geometria irregular do elemento da liga. As partículas de silício (setas brancas) foram distribuídas de forma homogênea entre as camadas dúcteis da matriz de Al durante o processo de moagem não evidenciando uma extensa aglomeração de partículas conforme relatado por Shamanian *et al.* (2014). É possível observar alguma porosidade (setas laranjas).

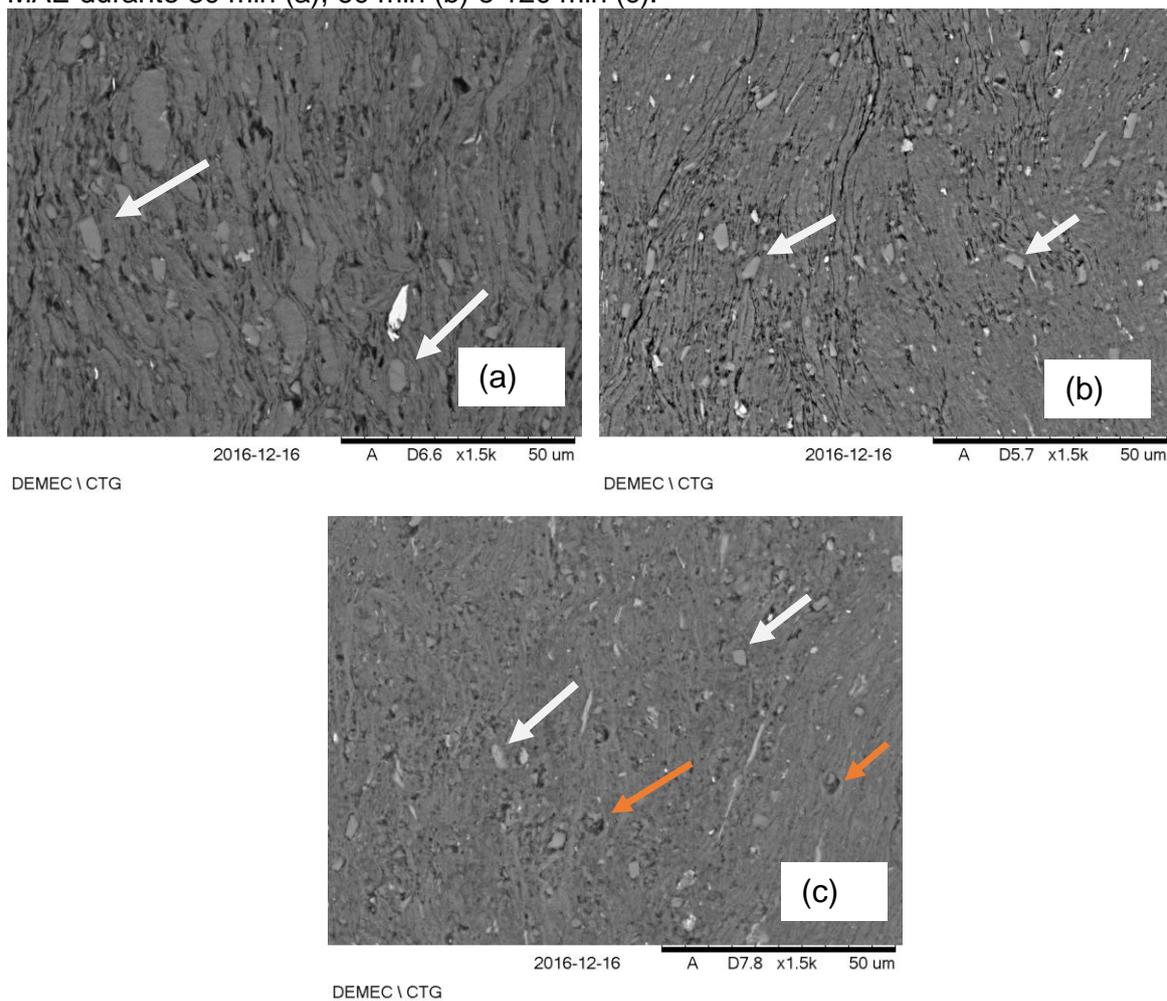
Figura 70 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).





Fonte: Autor

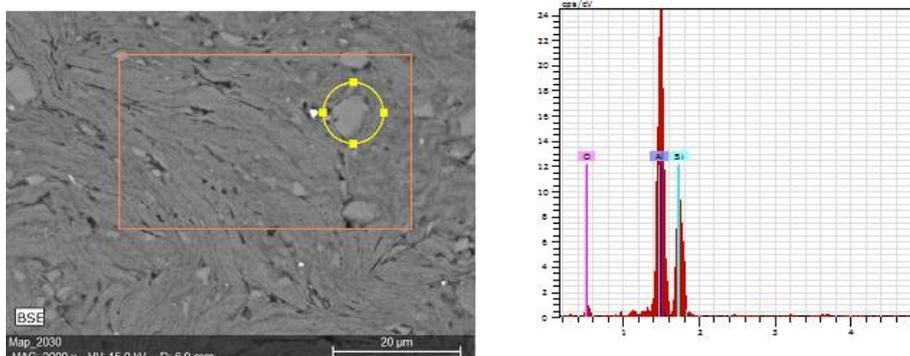
Figura 71 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).



Fonte: Autor

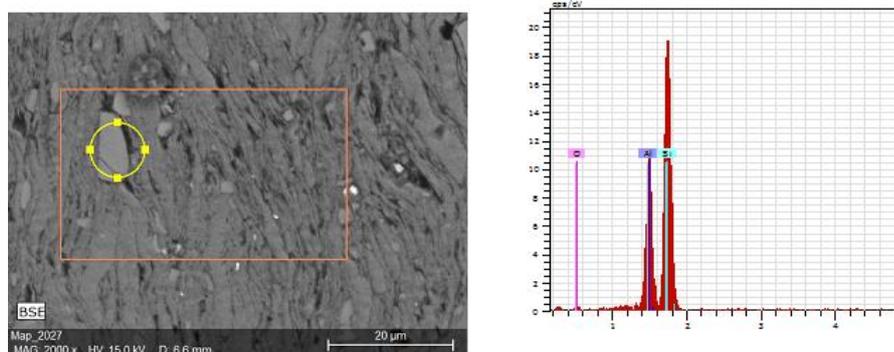
As microanálises de Espectroscopia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções superficiais e transversais das pastilhas da liga mostradas nas figuras 72 a 77 evidencia a presença do elemento de liga pela observação de picos de silício (Si). É notório nas imagens apenas a presença do Al, Si, demonstrando que não houve contaminação nas amostras.

Figura 72 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 30 minutos



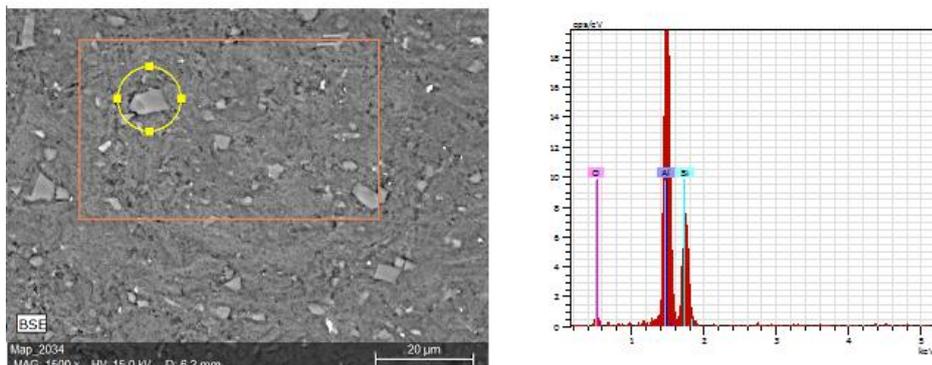
Fonte: Autor

Figura 73 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 30 minutos



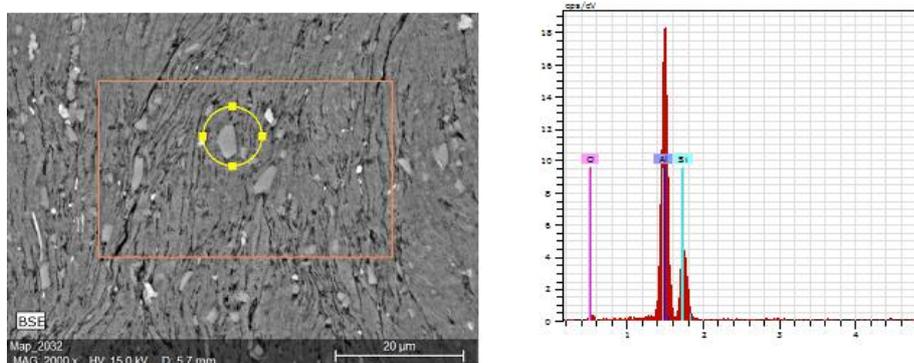
Fonte: Autor

Figura 74 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 60 minutos



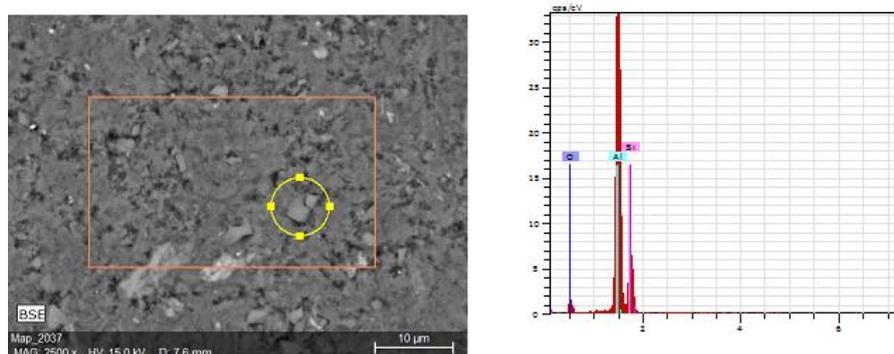
Fonte: Autor

Figura 75 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 60 minutos



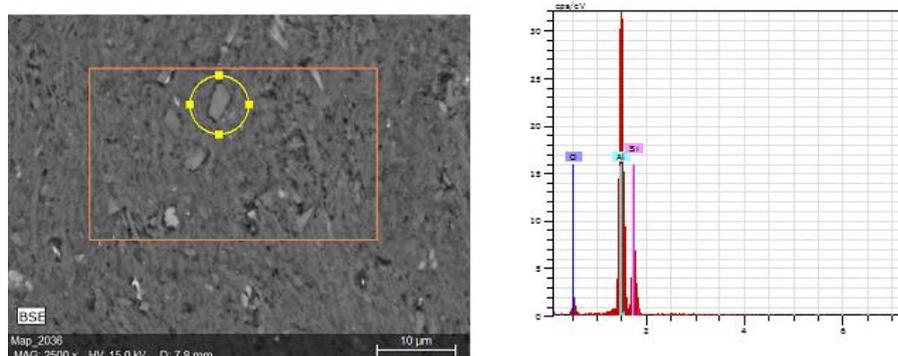
Fonte: Autor

Figura 76 - EDS seção superficial de AA 1100 + 5% Si 120 minutos



Fonte: Autor

Figura 77 - EDS seção transversal de AA 1100 + 5% Si 120 minutos



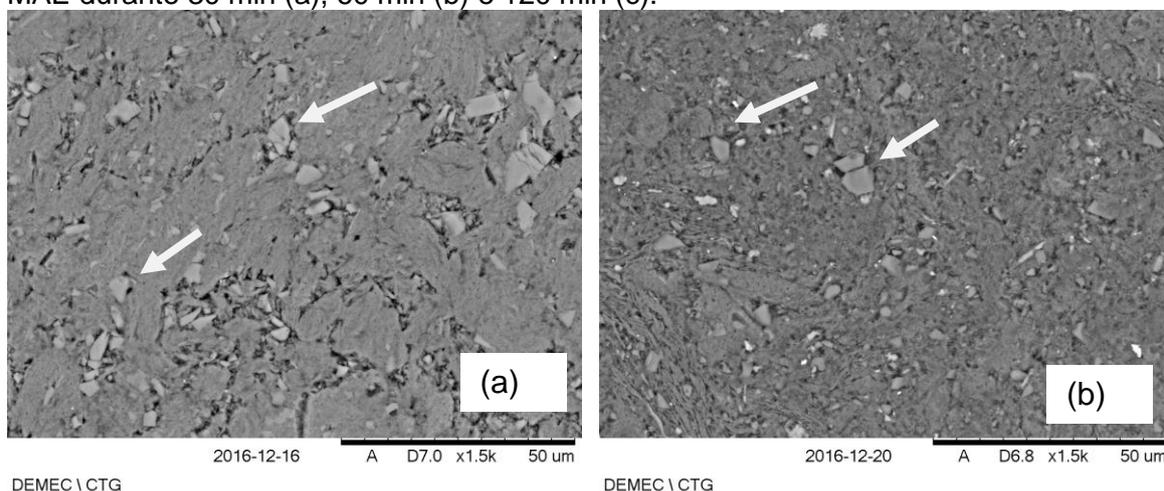
Fonte: Autor

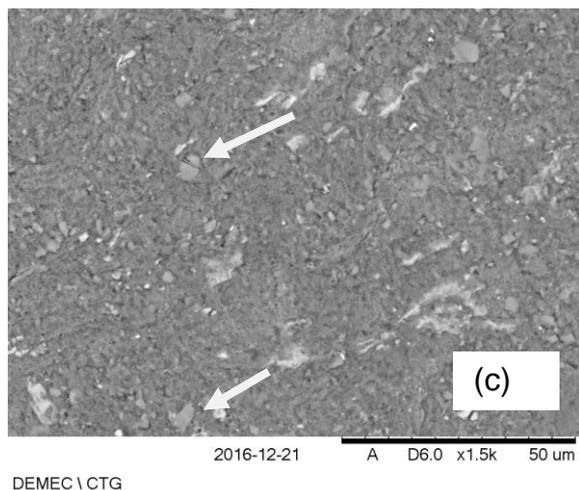
As figuras 78 e 79 mostram as micrografias do MEV para as seções superficiais e transversais das pastilhas com 10% Si. Conforme mostrado nas imagens das amostras com 5% Si o mesmo resultado se repete nessas amostras: distribuição homogênea do silício na matriz, incorporação do elemento de liga na matriz.

É possível observa também nas micrografias superficiais que a liga já não mais apresenta os contornos de grãos bem definidos.

De acordo com Mendonza Duarte *et al.* (2016) as micrografias transversais mostram uma morfologia lamelar, típica de amostras processadas em tempos de moagem curtos, discretamente deformadas e o elemento de liga aderido à componente matriz.

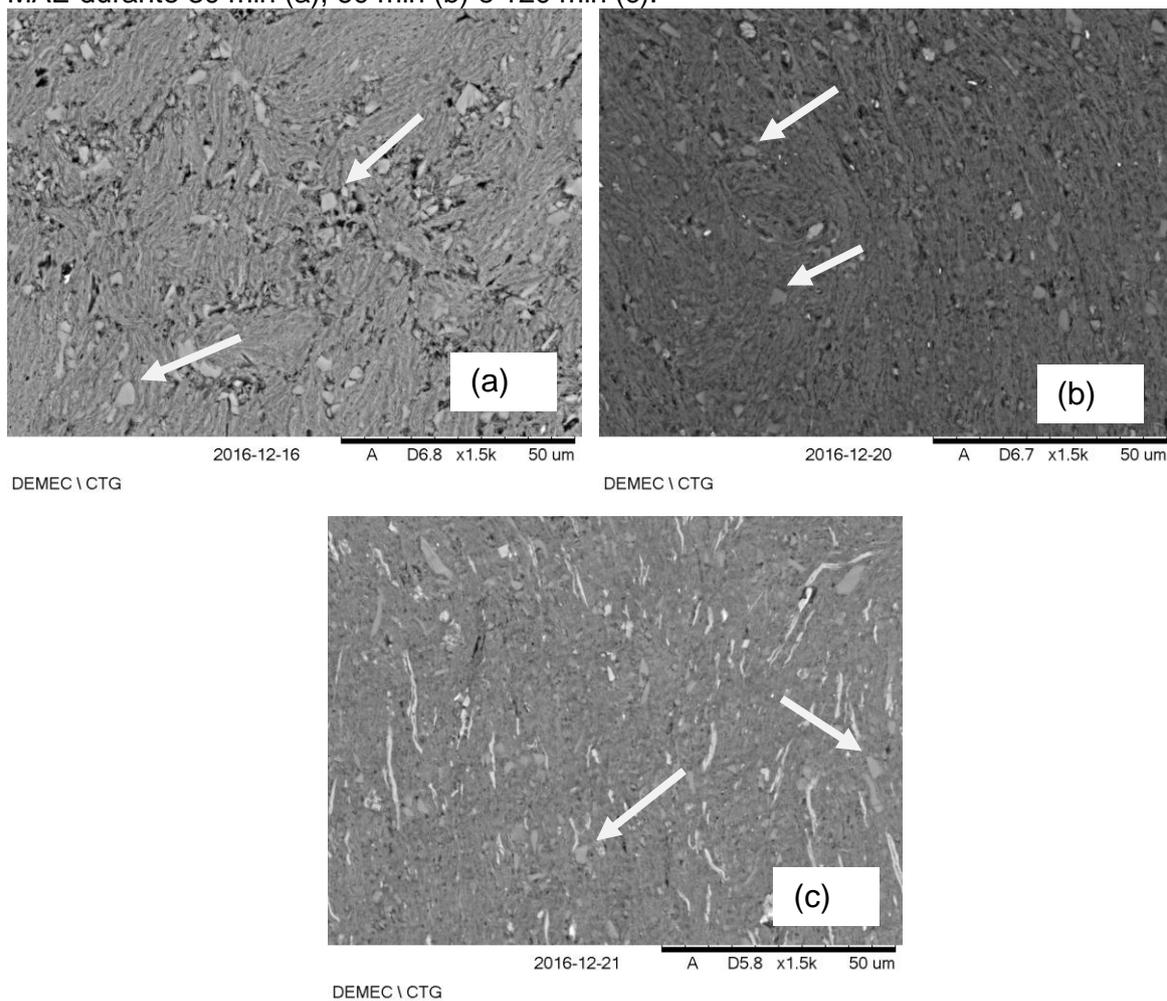
Figura 78 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).





Fonte: Autor

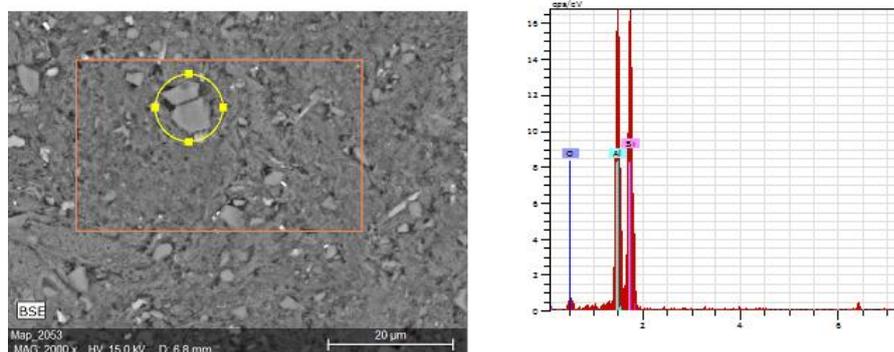
Figura 79 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).



Fonte: Autor

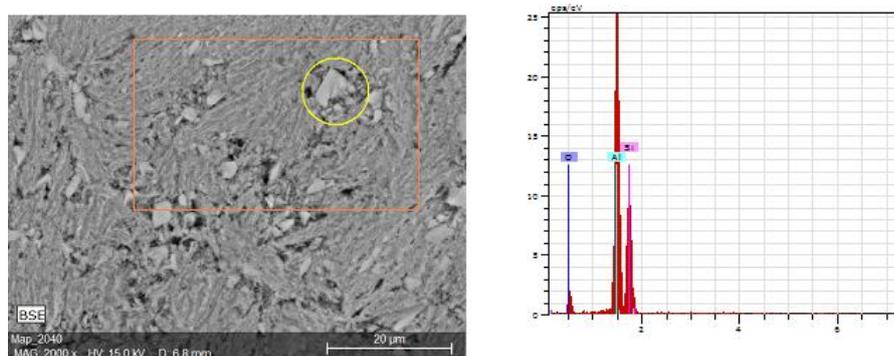
As microanálises de Espectroscopia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções superficiais e transversais das pastilhas da liga mostradas nas figuras 80 a 85 evidencia a presença do elemento de liga pela observação de picos de silício (Si). É notório nas imagens apenas a presença do Al, Si, demonstrando que não houve contaminação nas amostras.

Figura 80 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 30 minutos



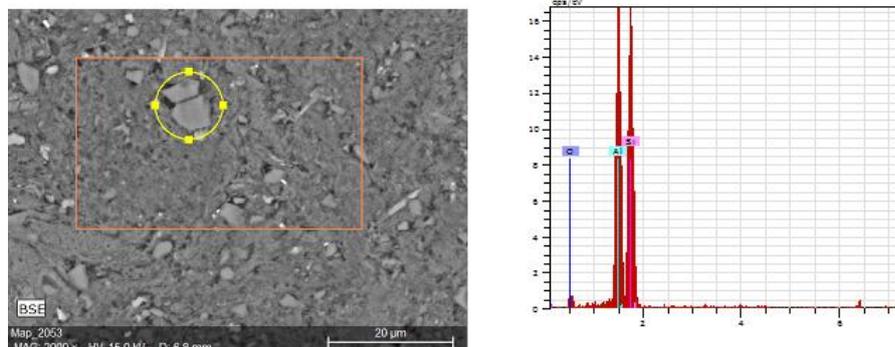
Fonte: Autor

Figura 81 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 30 minutos



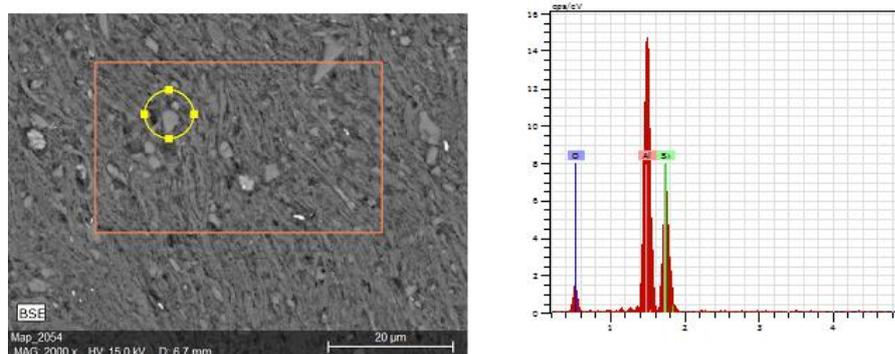
Fonte: Autor

Figura 82 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 60 minutos



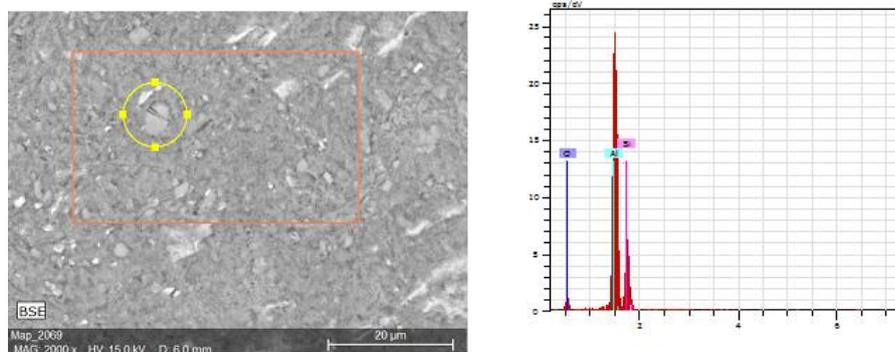
Fonte: Autor

Figura 83 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 60 minutos



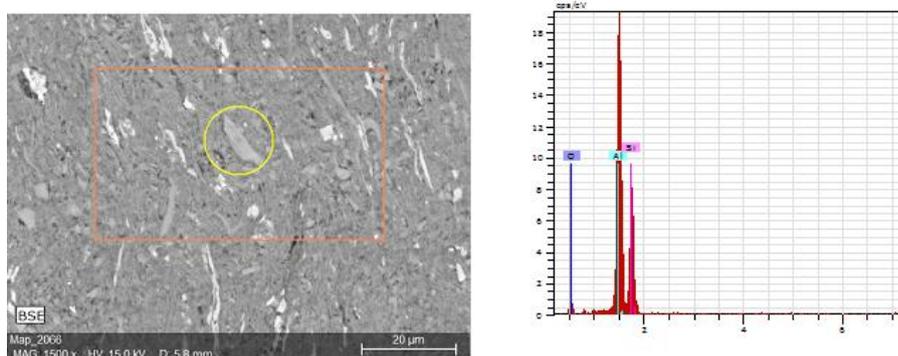
Fonte: Autor

Figura 84 - EDS seção superficial de AA 1100 + 10% Si 120 minutos



Fonte: Autor

Figura 85 - EDS seção transversal de AA 1100 + 10% Si 120 minutos

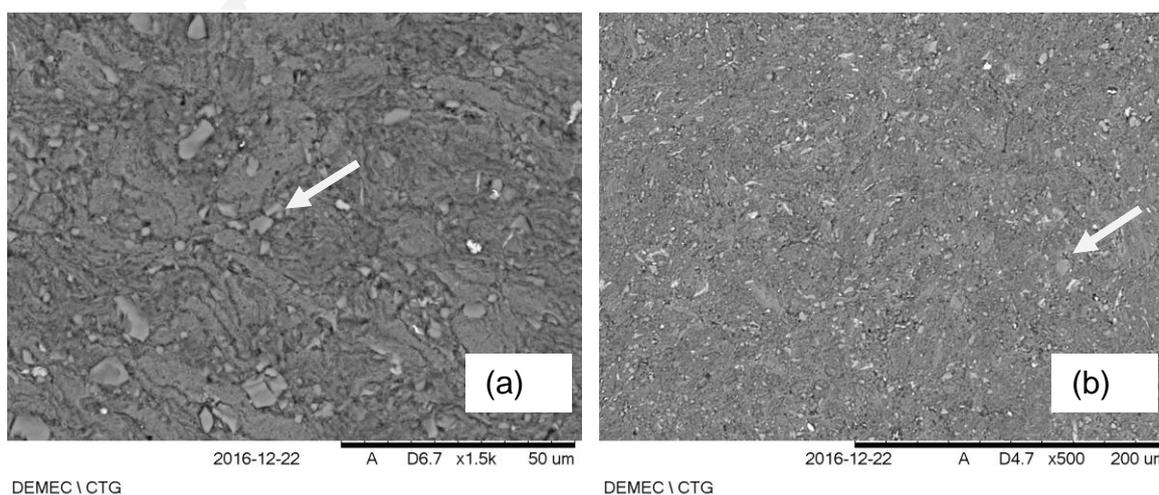


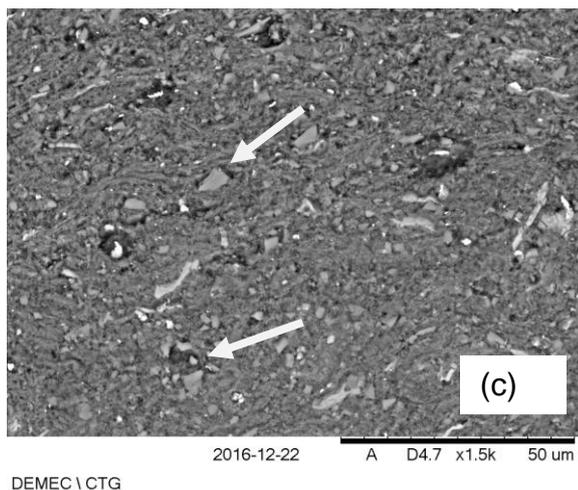
Fonte: Autor

As figuras 86 e 87 mostram as micrografias do MEV para as seções superficiais e transversais das pastilhas com 13% Si.

Os mesmos resultados observados nas ligas com 5% Si e 10% Si são observados para essa liga. Notamos nas micrografias do MEV uma melhor incorporação do elemento de liga Si com o aumento do tempo de moagem.

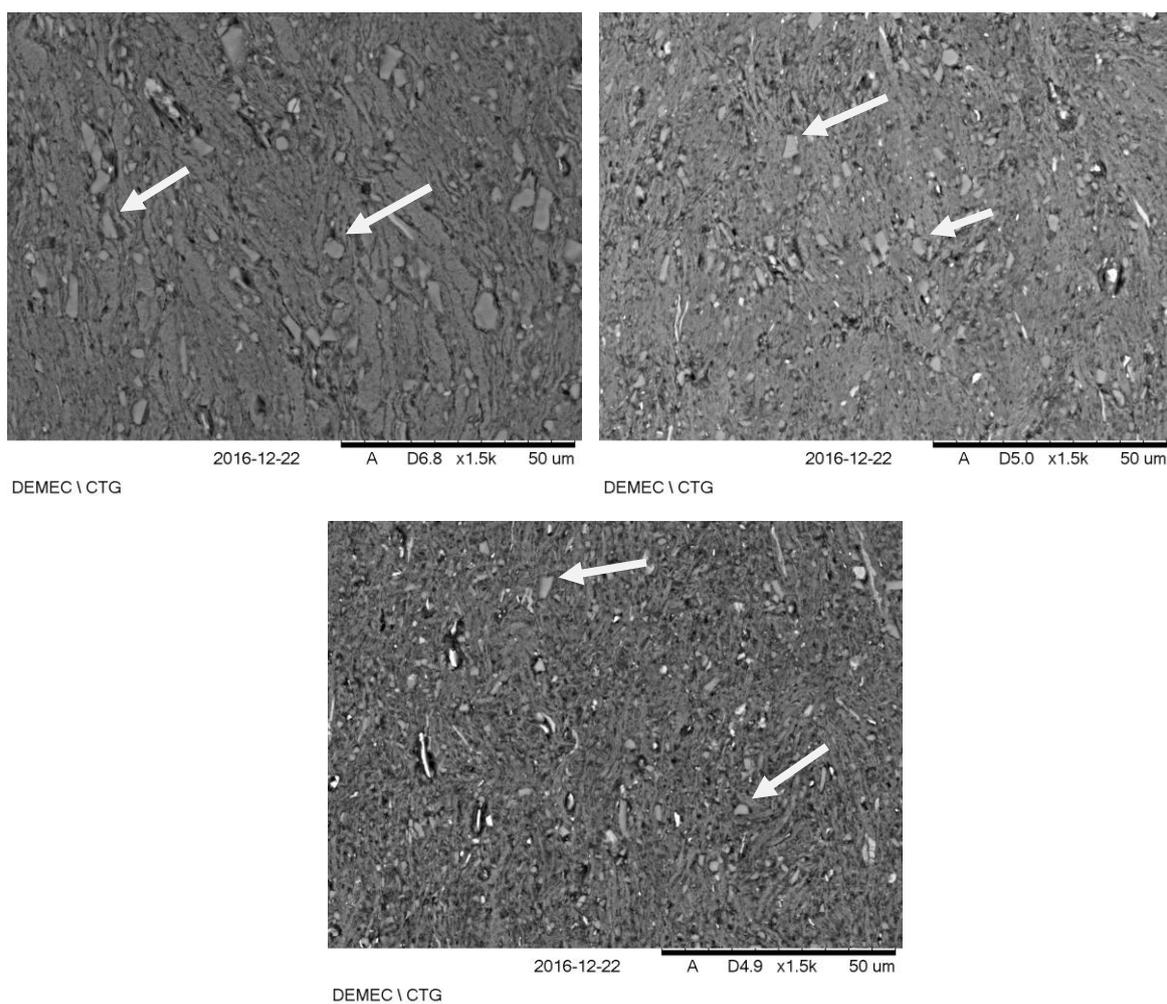
Figura 86 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si seção superficial submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).





Fonte: Autor

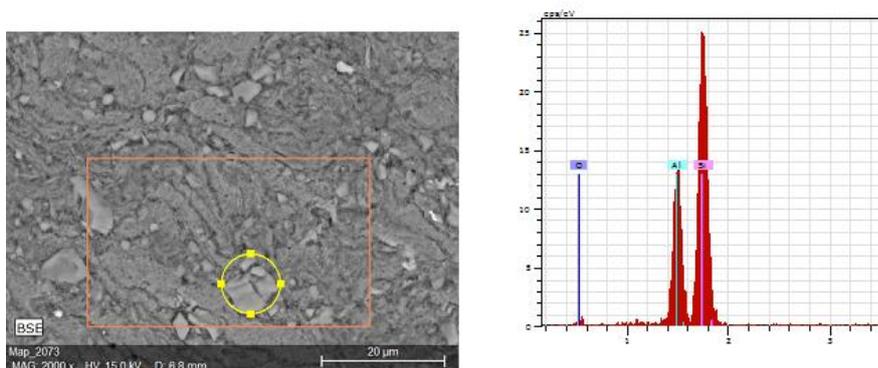
Figura 87 - MEV da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si seção transversal submetido a MAE durante 30 min (a), 60 min (b) e 120 min (c).



Fonte: Autor

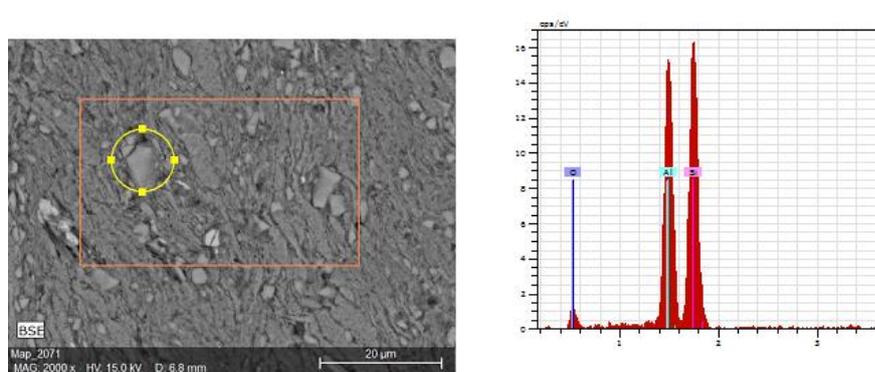
As microanálises de Espectroscopia Dispersiva de Raios-X (EDS) das seções superficiais e transversais das pastilhas da liga mostradas nas figuras 88 a 93 evidencia a presença do elemento de liga pela observação de picos de silício (Si). É notório nas imagens apenas a presença do Al, Si, demonstrando que não houve contaminação nas amostras.

Figura 88 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 30 minutos



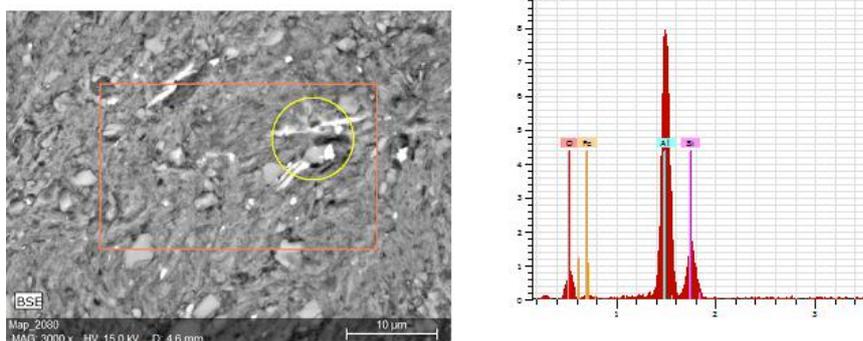
Fonte: Autor

Figura 89 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 30 minutos



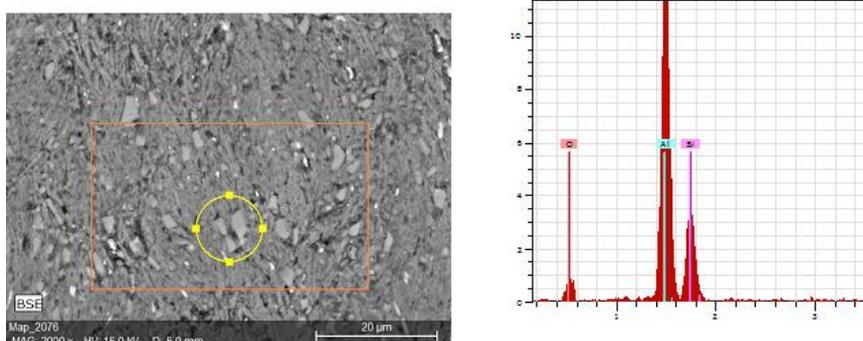
Fonte: Autor

Figura 90 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 60 minutos



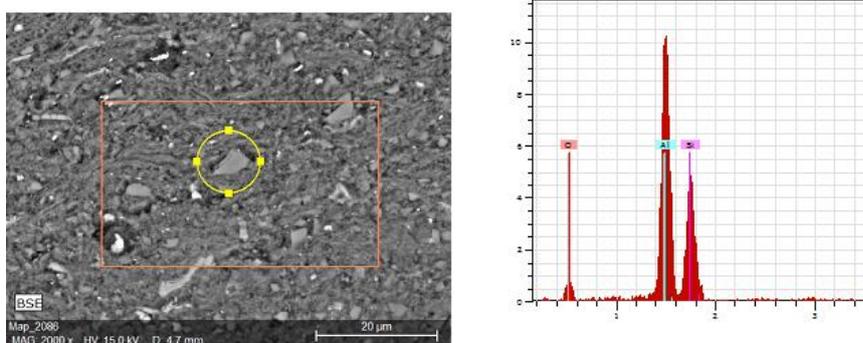
Fonte: Autor

Figura 91 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 60 minutos



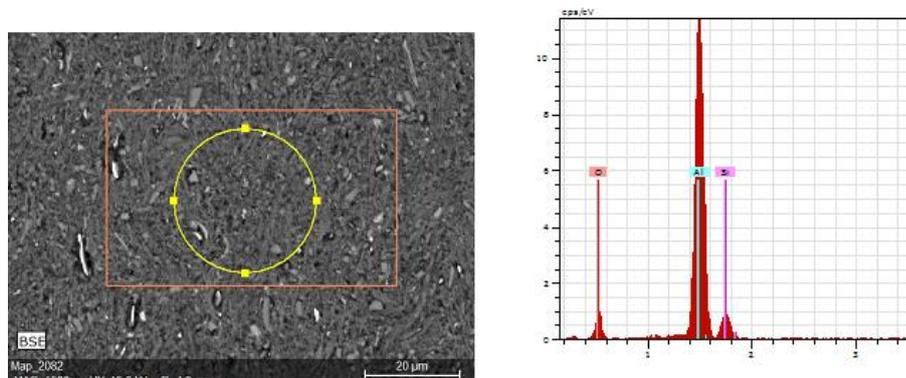
Fonte: Autor

Figura 92 - EDS seção superficial de AA 1100 + 13% Si 120 minutos



Fonte: Autor

Figura 93 - EDS seção transversal de AA 1100 + 13% Si 120 minutos



Fonte: Autor

### 4.3.3 Microdureza Vickers

Para avaliar as propriedades mecânicas as amostras foram submetidas ao ensaio de Microdureza Vickers. Os ensaios foram executados com carga de 0,2 Kgf, tempo de aplicação da carga de 15 segundos e aproximadamente quatro indentações por amostra.

A tabela 3 apresenta os resultados de Microdureza Vickers obtidos para as amostras sinterizadas. A tabela apresenta todas as impressões, a média e o desvio padrão para cada liga.

Tabela 3 - Resultados do Ensaio de Microdureza Vickers

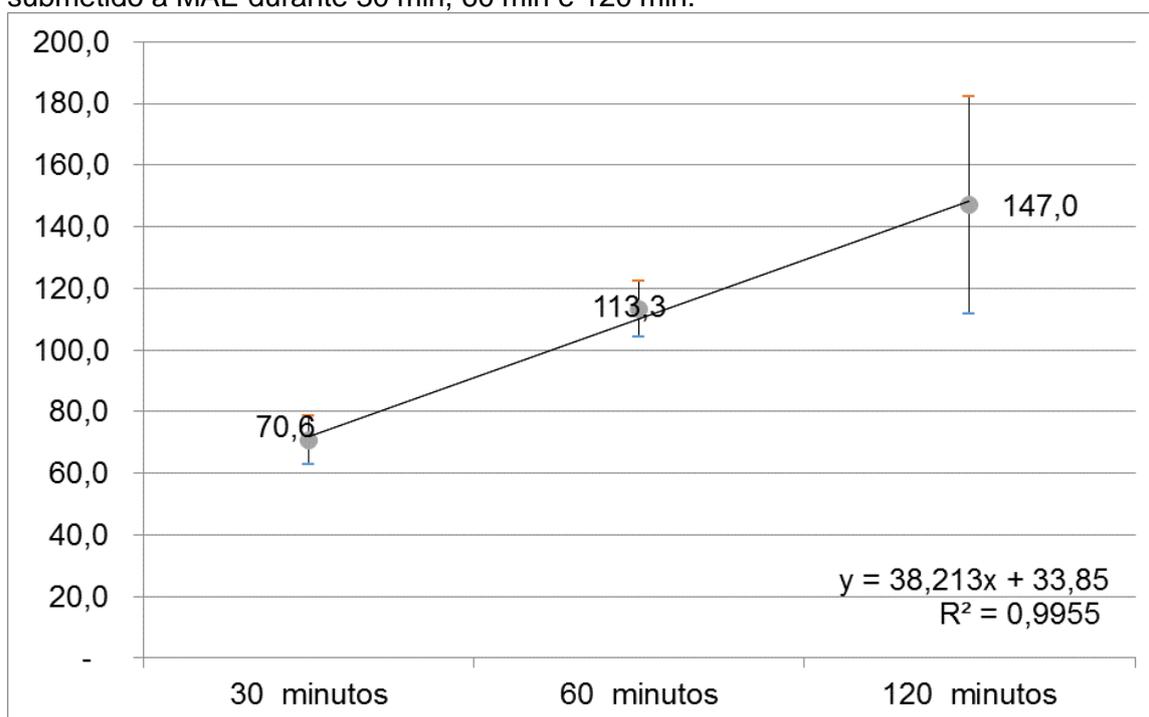
	5% Si 30MIN	5% Si 60MIN	5% Si 120MIN	10% Si 30MIN	10% Si 60MIN	10% Si 120MIN	13% Si 30MIN	13% Si 60MIN	13% Si 120MIN
1° Impressão	80,30	115,00	160,00	191,00	124,00	226,00	105,00	129,00	174,00
2° Impressão	62,00	104,00	198,00	182,00	108,00	226,00	96,70	146,00	152,00
3° Impressão	73,10	109,00	105,00	174,00	134,00	230,00	83,40	137,00	166,00
4° Impressão	66,90	125,00	125,00		132,00		96,70	156,00	
5° Impressão			147,00						
Média	70,58	113,25	147,00	182,33	124,50	227,33	95,45	142,00	164,00
Desvio Padrão	7,92	9,00	35,42	8,50	11,82	2,31	8,94	11,63	11,14

Fonte: Autor

As figuras 94, 95 e 96 mostram a evolução da dureza em relação ao tempo de

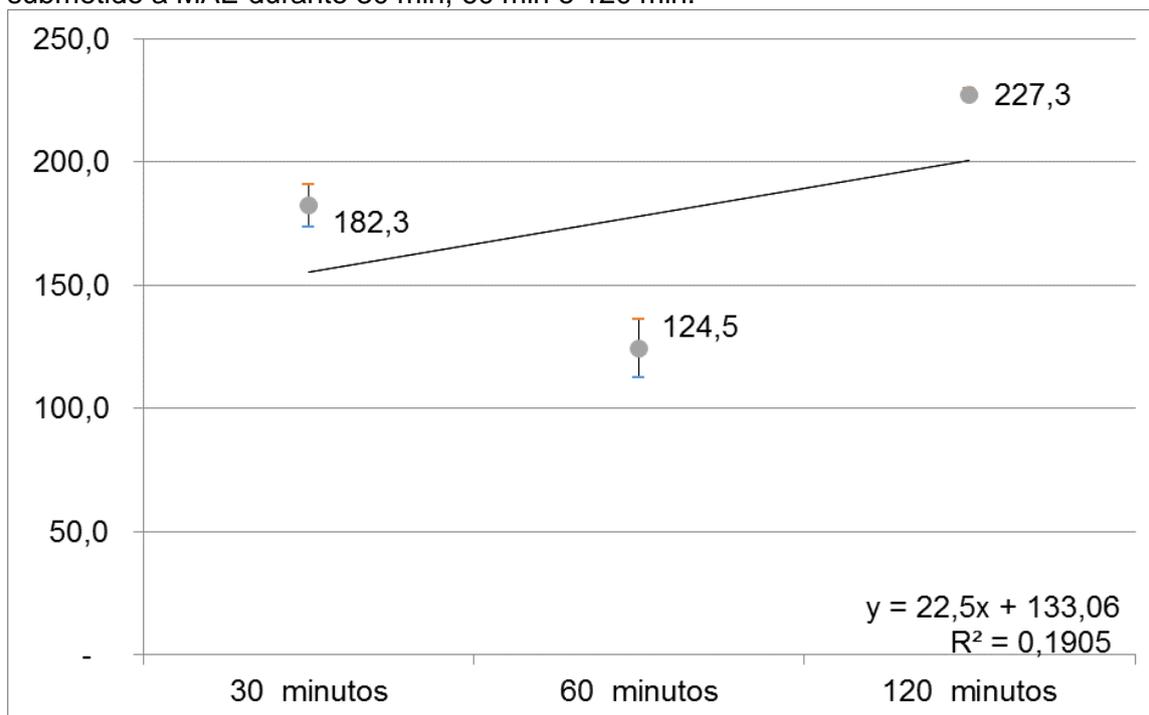
moagem. As imagens possuem linha de tendência, equação linear e erro. É notório o crescimento da dureza com o aumento do tempo de moagem (redução do tamanho de grão) e com o aumento da quantidade do elemento de liga com exceção para a amostra processada com 10% Si e 60 min de MAE. Essa amostra apresentou um decréscimo na dureza.

Figura 94 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 5% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min.



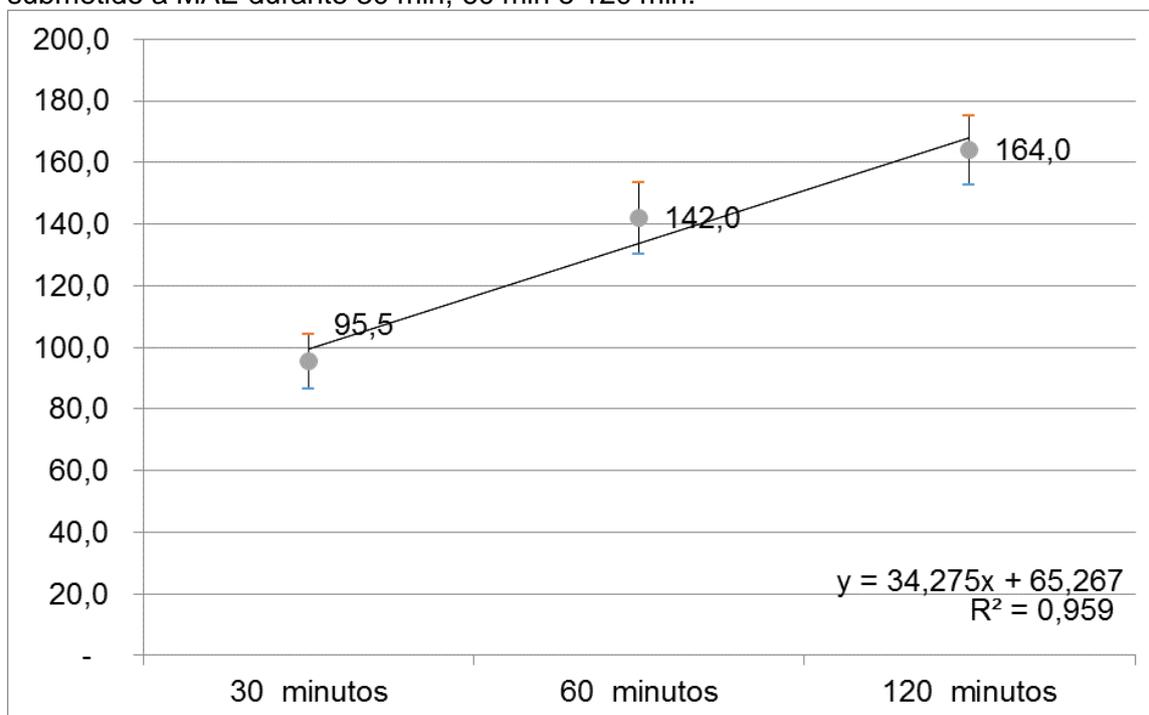
Fonte: Autor

Figura 95 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 10% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min.



Fonte: Autor

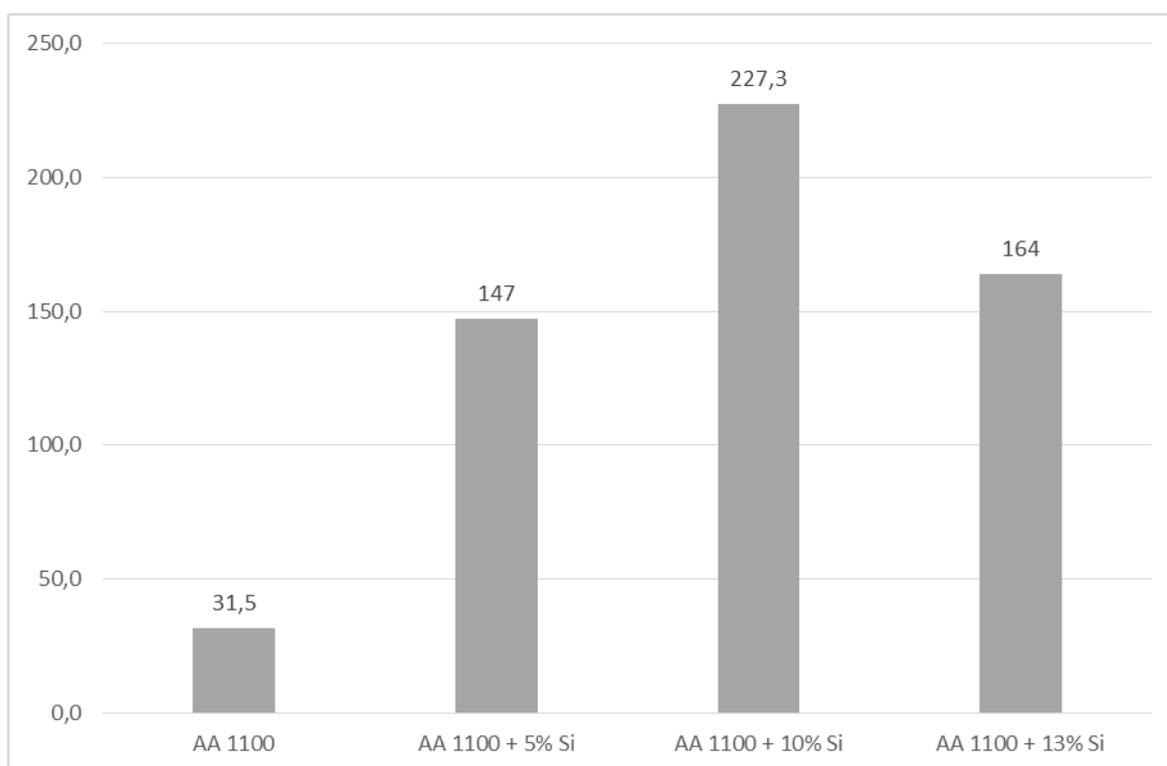
Figura 96 - Resultado da microdureza Vickers da amostra sinterizada AA 1100 + 13% Si submetido a MAE durante 30 min, 60 min e 120 min.



Fonte: Autor

A figura 97 mostra graficamente o aumento na dureza, comparados com o resultado da amostra AA 1100 que foi usada como base para demonstrar o ganho de dureza obtido.

Figura 97 - Resultado da microdureza Vickers da matriz AA1100 sem o elemento de liga e com o elemento de liga silício submetido a MAE durante 120min.



Fonte: Autor

Observou-se um efeito adverso com uma maior concentração de Si. A liga Al-13%Si ocasionou uma redução na dureza de 27,85% em relação a liga Al-10%Si. Isso ocorre devido a formação da fase  $\beta$  (Al – Si). Essa fase prejudica a liga. Segundo Lall e Williamsom (2013) um percentual de 10% ou menos de partículas de Si melhora a ductilidade da liga Al-Si sem comprometer a resistência mecânica. Portanto, a técnica de Metalurgia do Pó foi eficiente na produção da liga, promovendo o aumento de dureza.

## 5 CONCLUSÕES

- A fabricação da liga através do pó da liga de alumínio AA 1100 com adição do pó de silício, variando o tempo de moagem e concentração do elemento de liga, através da Metalurgia do Pó (via moagem de alta energia, compactação uniaxial a frio e sinterização) foi eficaz;
- O tempo de moagem e o aumento da fração do elemento de liga produz diminuição do tamanho de partícula em comparação com as utilizadas para obtenção da liga;
- A eficiência da moagem de alta energia através do moinho vibratório tipo SPEX com relação a inserção do silício na matriz AA 1100 é comprovada pelos espectros de difração de Raios-X e pelas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e microanálises de Espectroscopia Dispersiva de Raios-X (EDS) dos pós;
- Os resultados obtidos no MEV/EDS evidenciaram que a liga processada por MAE com 120min e com fração mássica de 10%, apresentou melhor refinamento e maior grau de incorporação do reforço na matriz;
- Conforme verificado nas micrografias de microscopia ótica (MO), a moagem de alta energia no moinho vibratório do tipo SPEX promoveu uma boa distribuição do elemento de liga na matriz;
- As imagens do MEV nos sinterizados mostram uma eficiente incorporação e uma boa distribuição do silício na matriz, sem aglomerados significativos do elemento de liga.
- Os resultados de dureza sinalizam o efeito positivo da técnica de Metalurgia do Pó utilizando MAE na produção da liga. Os resultados de dureza crescem com o aumento do tempo de moagem e com o aumento da fração do elemento de liga.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Obter a liga por extrusão a quente;
- Fabricar os pós em tempos de moagem mais elevados num moinho do tipo SPEX;
- Fabricar a liga com percentual de 12% de silício.

## REFERÊNCIAS

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

ABAL – Associação Brasileira de Alumínio. 2013. site: <http://www.abal.org.br> Consultado em: 15/04/2016.

ABAL (Associação Brasileira de Alumínio) site: <http://www.abal.org.br/sustentabilidade/reciclagem/>. Consultado em: 15/04/2016.

ALVES, S. J. F. (2011) Obtenção e caracterização de compósitos de matriz metálica de liga de alumínio AA2124 reforçados com óxido de alumínio e carboneto de silício processados através de técnicas de metalurgia do pó. Dissertação. UFPE, Recife-PE, Brasil.

ARAUJO, E. R. (2011) Fabricação e Caracterização de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA6061 com Reforço Particulado de Carboneto de Silício e Alumina através de Técnicas de Metalurgia do Pó. Dissertação. UFPE, Recife-PE, Brasil.

ASM Handbook. Powder Technologies and Applications. ASM International. v 7, 1998.

AURAS A.P.; MORO N., Processos de fabricação: metalurgia do pó e o futuro da indústria, CEFET Florianópolis, Santa Catarina, 2007.

B.J.M AIKIN; T.H. COURTNEY, The kinetics of composite particle formation during mechanical alloying, Metall. Trans. A 24 (1992) 647. [29 9 Mechanically milled].

BARBOSA C. Metais não-ferrosos e suas ligas – microestrutura, propriedades e aplicações. Editora E-papers; 2014.

BENJAMIN, J. S.; VOLIN, T. E. - “The Mechanism of Mechanical Alloying”, Metallurgical Transactions, vol. 5, p. 1929-1934, 1974.

BEZERRA, Carlos Augusto (2013) Fabricação de Compósitos da Liga de Alumínio AA2124 com Reforço de Nitreto de Silício Através de Técnicas de Metalurgia do Pó. Dissertação. UFPE, Recife-PE, Brasil.

BÖHM H.J.; ECKSCHLAGER A.; HAN W., Multi-inclusion unit cell models for metal matrix composites with randomly oriented discontinuous reinforcements. Comput. Mater. Sci. 25:42–53, 2002.

LALL, C. and WILLIAMSON, P., “Wear Resistance and Mechanical Properties of Selected PM Aluminum Alloys and Composites,” Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials – 2013, MPIF, NJ, USA, Part 7, pp. 1-17.

CALLISTER WD. tradução Sérgio Murilo Stamile Soares (2002) Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. Rio de Janeiro. LTC.

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.

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

CLYNE TW. Comprehensive Composite Materials, Vol. 3: Metal Matrix Composites. Oxford UK: Pergamon. 842 pp, 2000.

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

COUTINHO TA (1980) Metalografia de não-ferrosos: análise e prática. Editora Edgard Blücher, SP.

DARVISHI, A; MALEKI A; ATABAKI MM; ZARGAMI M. The mutual effect of iron and manganese on the microstructure and mechanical properties of the aluminum and silicon alloy. Metallurgical and Materials Engineering. 2010; 16 (1): 11-24.

DIAS, Alexandre Nogueira Ottoboni; SILVA, Aline da ; RODRIGUES, Carlos Alberto et al . Effect of High Energy Milling Time of the Aluminum Bronze Alloy Obtained by Powder Metallurgy with Niobium Carbide Addition. Materials Research. 2017; vol.20, n.3, p.747-754. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0274>

DONALDSON S.L.; MIRACLE D.B., Introduction to composites. In: ASMhandbook. In: Miracle DB, Donaldson SL, editors. Composites, vol. 21. Materials Park: ASM International; p. 3–17, 2001.

ERIC Reichwein; BRYCE Burgess. X-Ray Diffraction. Department of Physics - University of California, Santa Cruz. 2014.

FERNANDES BB; MOURA Neto C; RAMOS AS et al. Study of Ti-7.5Si-22.5B Alloys Produced by Powder Metallurgy. Materials Research. 2014; 17(3):557-564. <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-14392014005000076>

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

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<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN and ZrB<sub>2</sub> produced by powder metallurgy and mechanical alloying, Kona, n 22, 2004.

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

GILMAN, P. S.; NIX, W. D., - "The Structure and Properties of Aluminum Alloys Produced by Mechanical Alloying: Powder Processign and Resultant Powder Structures", Metallurgical Transactions A, vol 12A, p. 813-824, 1981.

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

HAAN, R; ZHUANG, L. *et al*, Differential Scanning Calorimetry Study on AA6016 Alloy. Proceedings of ICAA-6Aluminium Alloys, v. 2, 1998.

HOCHREITER, E.; KOWANDA, C.; ORTNER, B. Preparing particle reinforced Al-MMCs by mechanical alloying.

INFOMET. Ligas Al-Si. Disponível em: <<http://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-conteudo-ler.php?codAssunto=52>>. Acesso em: 15 de jan. 2017.

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

FOGAGNOLO J.B.; RUIZ-NAVAS E.M.; TORRALBA J.M., The effects of the presence of reinforcements particles on the mechanical milling of aluminium AA6061 matrix composite powder alloy, in: Proceedings of the ninth Internacional Conference on Achievements in Mechanical & Materials Engineering, Gdansk, Poland, 2000, p.p. 183-186.

FOGAGNOLO J.B.; RUIZ-NAVAS E.M.; ROBERT M.H.; VELASCO F.; TORRALBA J.M., Extrusion and properties of composites manufactured by mechanical alloyng, in: Proceedings of the second International Conference on Powder Metallurgy, Vluj Napoca, Romania, 2000, pp. 21-26.

FOGAGNOLO J.B.; ROBERT M.H.; TORRALBA J.M., Aluminium AA6061 matrix composite reinforced with nitrides particles produced by mechanical alloying, in: Proceedings of the PM 2000 - Powder Metallurgy World Conference and Exhibition, Kyoto, Japa, 2000, pp. 1045-1048. [24-27 4-7 Mechanically milled.

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

LLORCA J, SEGURADO J. Three-dimensionalmultiparticle cell simulations of deformation and damage in sphere-reinforced composites. Mater. Sci. Eng. A 365:267 74, 2004.

MÁRIO SÉRGIO da Luz, FERNANDO PACHECO Tofanello, MURILO SENHUKI Esposto *et al*. Synthesis of SnSb<sub>2</sub>Te<sub>4</sub> Microplatelets by High-energy Ball Milling. Materials Research. 2015; 18(5): 953-956. <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.359114>.

MENDOZA-DUARTE, José Manuel; IVANOVICH Estrada-Guel, FRANCISCO Carlos Robles-Hernandez *et al*. Mechanical and Microstructural Response of an Aluminum

Nanocomposite Reinforced with Carbon-Based Particles *Materials Research*. 2016; 19(Suppl. 1): 13-19. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0625>.

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 técnica 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.

MURTY, B.S.; RANGANATHAN S., Novel material synthesis by mechanical alloying / milling *INT. MATER. REV.* v 43, n 3, p 101-41 1998.

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.

OGRIS, E; WAHLEN, A; LÜCHINGER, H; UGGOWITZER, PJ. On silicon spheroidization in Al-Si alloys. *Journal of Light Metals*. 2002; 2 (4): 263-269.

PARK J.J.; A yield function for sintered porous metals, *The Korean Society of Mechanical Engineers* vol. 17 pp 1115~1122 1993.

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.

RETSCH Solutions in Milling & Sieving. Trituração e Moinho de Bolas. Disponível em <<http://www.retsch.pt/pt/produtos/trituracao/moinhos-planetarios-e-de-bolas/>>. Acessado em 27/08/2017.

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

SAJJADI, S.A; ZEBARJAD, S. M., Microstructure evaluation of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite produced by mechanical alloying method. *Materials and Design*, 27: 684-688, 2006. Shamanian M, Mohammadnezhad M, Szpunar J. Texture analysis of a friction stir welded ultrafine grained Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite produced by accumulative roll-bonding. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014;615:651-656.

SHEN, H; LISSENDEN, CJ. Stress and strain localization in three-dimensional modeling for particle reinforced composites. *Metall. Mater. Trans. A* 36:1653–60, 2005.

SOUSA, M. M. S. (2012) Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da Liga de Alumínio AA6061 por Metalurgia do Pó via Moagem de Alta Energia e Sinterização a Vácuo. Dissertação. UFPE, Recife-PE, Brasil.

SUN, C.J.; SAFFARI, P.; SADEGHIPOUR K, BaranG. Effects of particle arrangement on stress concentrations in composites. *Mater. Sci. Eng. A* 405:287–95, 2005.

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

VIJAYAN, V; NARAYAN PRABHU, K. Analysis of the microstructural evolution in Al-Si hypereutectic alloys and its effect on wear properties. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2014; 67 (1): 1-18.

Y.B. Liu, S.C. Lim, L. Lu, M.O. Lai, Recent development in the fabrication of metal matrix-particulate composites using powder metallurgy techniques, *J. Mat. Sci.* 29 (1994) 1999-2007.

ZIGO, J; SVEC, P; JANICKOVIC, D et al. Evolution of Complex Phases in Al-Fe-Si Systems. *Materials Research*. 2015; 18(Suppl. 1): 141-145. <http://dx.doi.org/10.1590/1516-1439.334914>

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.