

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**Estudo do Processo de Fabricação de Materiais
Compósitos de Matriz de Alumínio
por Metalurgia do Pó,
via Moagem de Alta Energia e Extrusão**

**Autor: João Batista Fogagnolo
Orientadores: Maria Helena Robert
José Manuel Torralba**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DA FABRICAÇÃO**

**Estudo do Processo de Fabricação de Materiais
Compósitos de Matriz de Alumínio
por Metalurgia do Pó,
via Moagem de Alta Energia e Extrusão**

Autor: João Batista Fogagnolo

**Orientadores: Maria Helena Robert
José Manuel Torralba**

Curso: Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Tese de doutorado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2000

S.P. - Brasil

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

F687e Fogagnolo, João Batista
Estudo do processo de fabricação de materiais compósitos de matriz de alumínio por metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão / João Batista Fogagnolo.--Campinas, SP: [s.n.], 2000.

Orientadores: Maria Helena Robert, José Manuel Torralba.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Metalurgia do pó. 2. Materiais compostos. 3. Metais - Extrusão. 4. Nitretos. 5. Ligas de alumínio. I. Robert, Maria Helena. II. Torralba, José Manuel. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. IV. Título.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DA FABRICAÇÃO**

TESE DE DOUTORADO

**Estudo do Processo de Fabricação de Materiais
Compósitos de Matriz de Alumínio
por Metalurgia do Pó,
via Moagem de Alta Energia e Extrusão**

Autor: João Batista Fogagnolo
Orientadores: Maria Helena Robert
José Manuel Torralba

Prof. Dra. Maria Helena Robert, Presidente
FEM, UNICAMP

Prof. Dra. Roseana da Exaltação Trevisan
FEM, UNICAMP

Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
FEM, UNICAMP

Prof. Dr. Cesar Edil da Costa
UDESC

Prof. Dr. Francisco Ambrózio Filho
IPEN

Campinas, 15 de setembro de 2000

Dedicatória:

Dedico este trabalho à minha esposa **Valéria** e aos meus filhos **Rodrigo, Mike e Daniel**.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser realizado sem a colaboração de diversas pessoas às quais presto meus agradecimentos:

À Professora Maria Helena Robert, minha orientadora, pelas oportunidades que me deu de realizar o mestrado e o doutorado sob sua orientação.

Ao Professor José Manuel Torralba, pelo convite que me fez para realizar um estágio em seu grupo de pesquisa na Universidade Carlos III de Madri e pela orientação durante o trabalho.

Ao Professor Francisco Velasco pela enorme cooperação que desempenhou durante a execução deste trabalho.

Aos companheiros e amigos da Universidade Carlos III de Madri, Mónica, Lucas, Agostin, Luis Felipe, Toñi, Alejandro, Belén, Miguel Angel, Diego, Patrícia, Maria Eugenia, Juana, Elena, Núria, Nati, Juan Carlos, Mota e Asun.

Aos companheiros e amigos da Unicamp, Marcos Margarido, Rubens, Gisele, Edmur, Renato e Max.

À amiga Elisa pelas valiosas discussões sobre o trabalho.

Ao Professor Vicente Amigó, à Professora Salvador e aos companheiros David e José Luis, da Universidade Politécnica de Valência.

Aos companheiros do Instituto de Cerâmica e Vidro (Espanha), Rodrigo Moreno, Eugenio García e Begoña Ferrari.

Aos professores Sérgio Button e Ismail Kamal pela colaboração durante esta etapa.

À CAPES – Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – pela concessão da bolsa de estudos no exterior.

Ao CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – pela bolsa de doutorado a mim concedida.

À Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp, por todo apoio e incentivo.

A meus pais, Aparecida e Egydio, pelo apoio que me deram para chegar até aqui.

Si grande es tu fuerza, es porque un dios te la ha otorgado .

Homero, Canto Primeiro, Ilíada

Resumo

Fogagnolo, João Batista, *Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó, via Moagem de Alta Energia e Extrusão*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000, 220 p. Tese (Doutorado)

O processo de moagem de alta energia submete as partículas do pó à sucessivos processos de deformação, soldagem e fratura, utilizando-se para tal um moinho de bolas de alta energia. Este trabalho estuda o processo de fabricação de materiais compósitos de matriz de alumínio AA6061 reforçados com Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 , através da moagem de alta energia, compactação e extrusão. Os resultados obtidos permitem relacionar as distintas etapas do processo de moagem de alta energia com as características dos pós produzidos: sua morfologia, densidade aparente, compactabilidade e extrudabilidade. Inicialmente, devido à esfericidade das partículas da liga metálica, a densidade aparente e a extrudabilidade são altas e a compactabilidade é baixa. Após início do processo de moagem, quando predomina a deformação, partículas esféricas se transformam em partículas laminares, diminuindo a densidade aparente e a extrudabilidade e aumentando a compactabilidade. Após um tempo mais longo de processo, quando passa a predominar a fratura, as partículas passam a apresentar morfologia equiaxial, aumentando a densidade aparente e extrudabilidade e diminuindo a compactabilidade. Observa-se que a presença de partículas de reforço acelera o processo, do ponto de vista morfológico e microestrutural, aumentando a deformação produzida na matriz metálica durante a moagem, favorecendo tanto a soldagem quanto a fratura das partículas; entre os tipos de reforços analisados, o Si_3N_4 é o que mais acelera o processo. O processo de moagem de alta energia confere, após extrusão, aumentos em torno a 100 % no limite de resistência à tração e na dureza da liga metálica sem reforço e dos compósitos, devido à microestrutura extremamente refinada produzida, com uma fina e homogênea dispersão de óxido e carboneto de alumínio, à diminuição do tamanho e ao arredondamento das partículas de reforço.

Palavras Chave

Compósitos de Matriz Metálica, Moagem de Alta Energia, Metalurgia do Pó, Extrusão, Alumínio, Nitreto de Silício, Nitreto de Alumínio, Diboreto de Zircônio.

Abstract

Fogagnolo, João Batista, *Investigation on the Metal Matrix Composites Process Fabrication through Powder Metallurgy, Mechanical Alloying and Extrusion*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2000, 220 p. Tese (Doutorado)

Mechanical alloying consists of undergoing the powder to deformation, welding and fracture process using a high-energy ball milling. This work investigates the use of this technique to produce aluminium AA6061 matrix composite reinforced with Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 . The results correlate the stages of mechanical alloying with the powder characteristics: its morphology, apparent density, compatibility and extrudability. First, due to the spherical morphology of as received aluminium powder, the apparent density and the extrudability are high and the compatibility is low. After short times of milling, the powder morphology changes to a flattened one, due to the predominance of deformation, decreasing the apparent density and extrudability and an increasing of the compatibility. After longer milling times, the powder morphology changes to an equiaxial one, due to the predominance of fracture, increasing the apparent density and extrudability and decreasing the compatibility. The presence of brittle particles of reinforcements accelerate the process, from the morphological and microestrutural point of view, increasing the matrix deformation, enhancing the welding and the fracture of particles; for the analysed reinforcements, the silicon nitride provide the most expressive acceleration. The mechanical alloying provides of about 100 % in the ultimate tensile strength and hardness, due to the refined microstructure produced, with a homogeneous distribution of aluminium oxides and carbides, the decreasing of particle size and rounding particle shape of the reinforcements.

Key words

Metallic Matrix Composites, Mechanical Alloying, Powder Metallurgy, Extrusion, Aluminium, Silicon Nitride, Aluminium Nitride, Zirconium Diboride.

Índice

Índice.....	i
Lista de Figuras.....	vii
Lista de Tabelas	xv
Nomenclatura	xxi
Capítulo I - Introdução e Objetivos	1
Capítulo II - Fundamentos de Materiais Compósitos e Metalurgia do Pó	5
1. Introdução Geral	5
2. Classificação de Materiais Compósitos	7
2.1. Materiais compósitos de matriz cerâmica	7
2.2. Materiais compósitos de matriz polimérica	7
2.3. Materiais compósitos de matriz metálica.....	7
3. Estruturas dos Materiais Compósitos de Matriz Metálica	8
3.1. Materiais compósitos reforçados com fibras.....	9
3.2. Materiais compósitos reforçados com whiskers.....	9
3.3. Materiais compósitos reforçados com partículas	9
4. Processos de Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica	10
4.1. Processos de fabricação <i>in-situ</i>	10
4.2. Processos de fabricação com a matriz no estado líquido	10
4.3. Processos de fabricação com a matriz no estado semi-sólido	11

4.4. Processos de fabricação com a matriz no estado sólido	11
5. Metalurgia do Pó	11
6. Compósitos de Matriz de Alumínio	15
Capítulo III - Pós Compósitos Produzidos por Moagem de Alta Energia.....	23
1. Fundamentos da Moagem de Alta Energia	23
1.1. Aspectos gerais.....	23
1.2. Moagem de alta energia	25
1.2.1. Moagem de alta energia com componentes dúcteis	26
1.2.2. Moagem de alta energia com componentes dúctil- frágil	28
1.2.3. Moagem de alta energia com componentes frágeis.....	28
1.2.4. Agente controlador de processo	30
1.2.5. Atmosfera de moagem.....	31
1.2.6. Razão bolas/carga	32
1.2.7. Contaminação	32
1.2.8. Tipos de equipamento	33
1.3. Aplicações da moagem de alta energia	36
1.3.1. Ligas endurecida por dispersão de óxidos	36
1.3.2. Intermetálicos	37
1.3.3. Cerâmicos	38
1.3.4. Amorfização e materiais nanocristalinos.....	49
1.3.5. Ligas supersaturadas.....	40
1.3.6. Ligas de alumínio produzidas por moagem de alta energia	41
1.3.7. Compósitos de matriz metálica produzidos por moagem de alta energia	42
2. Produção de Pós Compósitos	47
2.1 Métodos experimentais	47
2.1.1. Matérias primas	47
a. Liga utilizada como matriz	47
b. Materiais utilizados como reforços.....	49
c. Agente controlador de processo	50

2.1.2. Equipamentos utilizados	51
2.1.3. Variáveis investigadas	52
2.1.4. Procedimento experimental.....	52
2.1.5. Técnicas de análise	53
a. Determinação da densidade aparente	53
b. Caracterização morfológica	54
c. Caracterização microestrutural	54
d. Análise granulométrica	54
e. Determinação da microdureza	54
2.2. Resultados e discussões.....	55
2.2.1. Efeito da moagem de alta energia sobre os pós Si_3N_4 , AlN e ZrB_2	55
2.2.2. Efeito da moagem sobre a liga AA6061	59
a. Densidade aparente	60
b. Caracterização morfológica e microestrutural.....	63
c. Análise granulométrica	68
d. Dureza das partículas	72
2.2.3. Pós compósitos produzidos	73
a. Densidade aparente	73
b. Caracterização morfológica e microestrutural.....	79
2.2.4. Discussões sobre a produção de pós compósitos por moagem de alta energia	92
a. Cinética do processo	92
b. Efeito da quantidade de reforço	93
c. Efeito do tipo de reforço	95
2.2.5. Análise granulométrica do pó compósito AA6061 + 5 % Si_3N_4	96
2.2.6. Dureza das partículas.....	98
3. Conclusões	101
Capítulo IV - Processos de Conformação de Pós	105
1. Fundamentos da Conformação de Pós.....	105
1.1. Compactação	105

1.1.1. Compactação uniaxial a frio	107
1.1.2. Compactação isostática a frio	108
1.1.3. Compactação uniaxial a quente	108
1.1.4. Compactação isostática a quente	109
1.1.5. Compactação sem pressão	109
1.1.6. Compactação com alta taxa de fornecimento de energia	109
1.1.7. Modelagem do processo de compactação	110
1.2. Sinterização	112
1.3. Extrusão.....	114
1.3.1. Pressão de extrusão	117
1.3.2. Temperatura de extrusão	119
1.3.3. Razão de extrusão.....	120
1.3.4. Velocidade de extrusão.....	121
1.4. Outros processos de consolidação de pós	122
1.4.1. Laminação	122
1.4.2. Conformação por injeção	122
1.4.3. Sinterforjamento	123
1.4.4. Sinterização resistiva	123
2. Conformação dos Pós	124
2.1. Métodos experimentais	124
2.1.1. Ensaio de compactabilidade na compactação uniaxial a frio	124
a. Equipamento utilizado	124
b. Variáveis investigadas	124
c. Procedimento experimental	125
d. Técnicas de análise	125
2.1.2. Ensaio de extrusão	128
a. Equipamento utilizado	128
b. Condições de extrusão	128
c. Procedimento experimental	128
d. Técnicas de análise	131
d.1. Determinação da pressão de extrusão	131
d.2. Determinação da densidade final do extrudado	132

d.3. Caracterização metalográfica.....	132
2.2. Resultados e discussões.....	133
2.2.1. Ensaio de compactabilidade na compactação uniaxial a frio	133
a. Compactabilidade do pó da liga AA6061	133
b. Compactabilidade dos pós compósitos produzidos	140
c. Efeito da presença e tipo de reforço na compactabilidade do pó da liga AA6061 após mistura convencional.....	149
2.2.2. Extrusão dos pós	152
a. Efeito do tipo de moagem na estrutura do produto extrudado.....	152
b. Efeito do recozimento prévio dos pós na microestrutura do produto extrudado.....	157
c. Microestruturas das barras extrudadas em condições otimizadas.....	159
d. Pressões de extrusão	165
e. Densidade final dos produtos extrudados	172
3. Conclusões	173
Capítulo V - Propriedades Mecânicas.....	177
1. Introdução	177
2. Propriedades Mecânicas dos Materiais Extrudados.....	181
2.1. Métodos experimentais	181
2.1.1. Equipamentos utilizados	181
2.1.2. Variáveis investigadas	181
2.1.3. Procedimento experimental.....	182
2.1.4. Técnicas de análise	182
2.2. Resultados e discussões.....	183
2.2.1. Ensaio de tração e dureza para a liga AA6061	183
2.2.2. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	185
2.2.3. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 e 15 % AlN	187
2.2.4. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 % ZrB ₂	189

2.2.5. Efeito da adição e tipo de reforço nos compósitos misturados convencionalmente	191
2.2.6. Efeito do teor de reforço nos compósitos misturados convencionalmente	193
2.2.7. Efeito da adição e tipo de reforço nos compósitos via moagem de alta energia	194
2.2.8. Efeito do teor de reforço nos compósitos via moagem de alta energia.....	197
3. Conclusões	198
Capítulo VI - Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros	201
1. Conclusões	201
2. Sugestões para Trabalhos Futuros	204
Referências Bibliográficas	205
Anexos	221
Anexo 1	221
Anexo 2	224
Anexo 3	226

Lista de Figuras

Figura I.1	Esquema geral do trabalho desenvolvido.....	4
Figura II.1	Esquemas dos tipos de CMM classificados de acordo com a morfologia do reforço: Fibras longas, whiskers e partículas.....	8
Figura II.2	Esquema representativo de processo típico de fabricação via metalurgia do pó.....	13
Figura II.3	Esquema representativo de processamento combinando metalurgia do pó e conformação por extrusão.....	14
Figura III.1	Misturadores convencionais: tipo bicônico, em “V” e moinho de bolas.....	24
Figura III.2	Colisão entre duas bolas atuando sobre o material particulado durante o processo de ligação mecânica.....	26
Figura III.3	Etapas do processo de moagem de alta energia em um sistema de componentes dúctil - dúctil.....	27
Figura III.4	Etapas do processo de moagem de alta energia em um sistema de componentes dúctil - frágil.....	29
Figura III.5	Esquema de um moinho de bolas tipo planetário.....	35
Figura III.6	Esquema de um moinho de bolas tipo atritor vertical.....	36
Figura III.7	Esquema de um moinho de bolas tipo atritor horizontal.....	36
Figura III.8	Morfologia do pó da liga AA6061 obtido por atomização.....	48
Figura III.9	Microestrutura da partícula de pó da liga AA6061 obtida por atomização.....	48
Figura III.10	Distribuição de tamanhos de partículas da liga AA6061 utilizada.....	49

Figura III.11	Moinho de bolas de alta energia utilizado, tipo excêntrico.....	52
Figura III.12	Morfologia do nitreto de silício como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	57
Figura III.13	Morfologia do nitreto de alumínio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	57
Figura III.14	Morfologia do diboreto de zircônio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	57
Figura III.15	Distribuição de tamanhos de partículas do nitreto de silício como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	58
Figura III.16	Distribuição de tamanhos de partículas do nitreto de alumínio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	58
Figura III.17	Distribuição de tamanhos de partículas do diboreto de zircônio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.....	59
Figura III.18	Morfologia das partículas de nitredo de silício.....	59
Figura III.19	Densidade aparente da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia.....	62
Figura III.20	Evolução morfológica da liga AA6061 com o tempo de moagem de alta energia.....	65
Figura III.21	Evolução microestrutural da liga AA6061 com o tempo de moagem de alta energia.....	66
Figura III.22	Morfologia da liga AA6061 após 8 horas de moagem de alta energia.....	67
Figura III.23	Microestrutura da liga AA6061 após 8 horas de moagem de alta energia.....	67
Figura III.24	Morfologia da liga AA6061 após 24 horas de moagem de alta energia.....	67
Figura III.25	Microestrutura da liga AA6061 após 24 horas de moagem de alta energia.....	68
Figura III.26	Distribuição de tamanho de partículas e diâmetro médio equivalente em função do tempo de moagem de alta energia para a liga AA6061.....	71

Figura III.27	Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % AlN em função do tempo de moagem de alta energia.....	75
Figura III.28	Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 15 % AlN em função do tempo de moagem de alta energia	75
Figura III.29	Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ em função do tempo de moagem de alta energia	76
Figura III.30	Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % ZrB ₂ em função do tempo de moagem de alta energia	76
Figura III.31	Evolução morfológica da mistura AA6061 – 5 % AlN com o tempo de moagem de alta energia.....	80
Figura III.32	Evolução microestrutural da mistura AA6061 - 5 % AlN com o tempo moagem em moinho excêntrico.....	82
Figura III.33	Microestrutura de uma partícula compósita de matriz AA6061 reforçada com 5 % AlN após 3 horas de moagem de alta energia.....	83
Figura III.34	Partículas do pó da liga AA6061 e do reforço tipo AlN (5 %) misturados em moinho convencional e pó compósito com a mesma composição, obtido após processo de moagem de alta energia	83
Figura III.35	Evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ com o tempo de moagem de alta energia	84
Figura III.36	Evolução microestrutural da mistura AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ com o tempo de moagem de alta energia.....	85
Figura III.37	Morfologia de uma partícula compósita reforçada com 5 % de Si ₃ N ₄ , após 6 horas de moagem de alta energia.....	86
Figura III.38	Partícula de alumínio com partículas de Si ₃ N ₄ em sua superfície, após 1,5 horas de moagem de alta energia.....	87
Figura III.39	Microestrutura de uma partícula compósita de matriz AA6061 reforçada com 5 % de Si ₃ N ₄ , após 3 horas de moagem de alta energia	87
Figura III.40	Morfologia de uma partícula compósita de matriz AA6061 reforçada com 5 % de Si ₃ N ₄ , após 3 horas de moagem de alta energia	87

Figura III.41	Pó compósito AA6061 + 5% Si ₃ N ₄ após 10 horas de moagem de alta energia.....	88
Figura III.42	Evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % ZrB ₂ com o tempo de moagem de alta energia.....	89
Figura III.43	Evolução microestrutural da mistura AA6061 + 5 % ZrB ₂ com o tempo de moagem de alta energia.....	90
Figura III.44	Morfologia de partículas compósitas de matriz AA6061 reforçada com 5 % ZrB ₂ , após 1,5 horas de moagem de alta energia.....	91
Figura III.45	Microestrutura de uma partícula do pó compósito AA6061 + 5% ZrB ₂ após 12,5 horas de moagem de alta energia.....	91
Figura III.46	Densidades aparentes dos pós compósitos de matriz da liga AA6061 reforçados com 5 e 15% de nitreto de alumínio em função do tempo de moagem de alta energia.....	94
Figura III.47	Densidades aparentes dos pós compósitos de matriz da liga AA6061 reforçados com 5% de nitreto de alumínio, nitreto de silício e diboreto de zircônio em função do tempo de moagem de alta energia	95
Figura III.48	Distribuição de tamanho de partículas e diâmetro médio equivalente em função do tempo de moagem de alta energia para a mistura AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	99
Figura IV.1	Porosidade relativa e densidade relativa de pós compactados em função da pressão de compactação.....	106
Figura IV.2	Processos de compactação classificados segundo o modo de aplicação da pressão e a temperatura na qual se aplica a pressão.....	107
Figura IV.3	Esquemas dos processos de extrusão direta e indireta.....	115
Figura IV.4	Diferentes modalidades de extrusão de pós: extrusão de pó solto; extrusão de pó compactado; extrusão de pó encapsulado.....	116
Figura IV.5	Variação da pressão durante a extrusão de pó de Al - 20 % Si - 3,1 % Cu - 1,3 % Mg - 0,3 % Fe.....	118
Figura IV.6	Variação da força durante a extrusão de pó Al - 0,33 Mg / 0,12 Si.....	119
Figura IV.7	Esquema do processo de laminação de pós.....	122
Figura IV.8	Esquema do processo de sinterforjamento.....	123

Figura IV.9	Esquema da matriz, forno e prensa para a extrusão de pós.....	129
Figura IV.10	Curva de calibração da temperatura da amostra em relação à do forno, para o primeiro ensaio do dia.....	130
Figura IV.11	Curva de calibração da temperatura da amostra em relação à do forno, para ensaios posteriores ao primeiro ensaio do dia.....	130
Figura IV.12	Esquema representativo da influência da morfologia sobre a capacidade de densificação por deformação plástica em ensaio de compactação uniaxial a frio de partículas equiaxiais e partículas laminares ou alongadas.....	134
Figura IV.13	Curvas de compactabilidade do pó da liga AA6061 após diferentes tempos de moagem de alta energia.....	135
Figura IV.14	Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo equação IV.4, do pó da liga AA6061 como fabricado e submetido a 1,5 horas de moagem de alta energia.....	138
Figura IV.15	Coefficiente angular das retas obtidas pela linearização das curvas de compactabilidade da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia.....	139
Figura IV.16	Curvas de compressibilidade dos pós AA6061 reforçados com 5 % de Si_3N_4 misturados em moinho convencional por 1,5h e após os diferentes tempos de moagem de alta energia.....	141
Figura IV.17	Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo equação IV.4, do pó da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 para os vários tempos de moagem de alta energia.....	142
Figura IV.18	Coefficiente angular das retas obtidas pela linearização das curvas de compactabilidade da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 em função do tempo de moagem de alta energia.....	143
Figura IV.19	Curvas de compactabilidade obtidas com a mistura AA6061 + 5% AlN, submetidas a diferentes tempos de moagem de alta energia.....	144
Figura IV.20	Curvas de compactabilidade obtidas com a mistura AA6061 + 15% AlN, submetidas a diferentes tempos de moagem de alta energia	145

Figura IV.21	Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade do pó da misturas AA6061 + 5 % AlN para os vários tempos de moagem de alta energia.....	147
Figura IV.22	Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade do pó da misturas AA6061 + 15 % AlN para os vários tempos de moagem de alta energia	148
Figura IV.23	Coeficiente angular das retas obtidas pela linearização das curvas de compactabilidade das mistura AA6061 + 5 e 15% AlN em função do tempo de moagem de alta energia.....	149
Figura IV.24	Curvas de compactabilidade dos pós da liga AA6061 como fabricado e das misturas AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ e AA6061 + 5 % AlN, obtidas em moinho convencional.....	150
Figura IV.25	Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade do pó da liga AA6061 como fabricado, das misturas AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ e AA6061 + 5 % AlN, obtidas em moinho convencional.....	151
Figura IV.26	Microestrutura do material extrudado a partir do pó da liga AA6061 como fabricado.....	153
Figura IV.27	Seção longitudinal da barra extrudada a partir do pó da liga AA6061 como fabricado, na altura da abertura de extrusão.....	153
Figura IV.28	Microestruturas do material extrudado a partir da liga AA6061 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica e na região central da barra extrudada.....	154
Figura IV.29	Seção longitudinal da barra extrudada a partir do pó da liga AA6061 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na altura da abertura de extrusão	155
Figura IV.30	Microestruturas dos materiais extrudados a partir dos pós compósitos reforçados com 5 % de Si ₃ N ₄ após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica e na região central da barra extrudada	156
Figura IV.31	Microestruturas dos materiais extrudados a partir dos pós compósitos reforçados com 15 % de Si ₃ N ₄ após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica e na região central da barra extrudada	157

Figura IV.32	Microestruturas dos materiais extrudados a partir do pó da liga AA6061 sem reforço e do pó reforçado com 5 % de Si_3N_4 após 1,5 horas de moagem e recozimento prévio à extrusão a 400 °C por 2 horas, nas regiões periféricas e nas centrais das barras extrudadas.....	158
Figura IV.33	Microestruturas obtidas após extrusão do pó da liga AA6061 como fabricado e submetido a 24 horas de moagem de alta energia.....	159
Figura IV.34	Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % Si_3N_4 , a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia.....	160
Figura IV.35	Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % AlN, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia.....	161
Figura IV.36	Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 15 % AlN, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia.....	162
Figura IV.37	Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % ZrB_2 , a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia.....	163
Figura IV.38	Relação entre o tempo de moagem a que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida para a mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4	167
Figura IV.39	Relação entre o tempo de moagem a que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida para as misturas AA6061 + 5 % AlN e AA6061 + 15 % AlN.....	169
Figura IV.40	Pressões necessárias para extrudar o pó da liga AA6061 sem reforço, das misturas AA6061 + 5 % Si_3N_4 , AA6061 + 5 AlN e AA6061 + 15 % AlN, obtidas em moinho convencional e após processo de moagem de alta energia, com os máximos tempos de moagem para cada compósito.....	171
Figura V.1	Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia.....	184

Figura V.2	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 em função do tempo de moagem de alta energia	186
Figura V.3	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia	188
Figura V.4	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 15 % de AlN em função do tempo de moagem em moinho de alta energia.....	189
Figura V.5	Limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % ZrB_2 extrudados a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional e dos pós compósitos obtidos após 12,5 horas de moagem de alta energia.....	190
Figura V.6	Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.....	191
Figura V.7	Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.....	193
Figura V.8	Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , extrudados a partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia com os tempos máximos de moagem para cada caso.....	195
Figura V.9	Limite de resistência à tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, extrudados a partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia.....	197

Lista de Tabelas

Tabela II.1	Trabalhos relevantes em compósitos com matriz de alumínio processados por metalurgia do pó.....	19
Tabela III.1	Valores de limite de solubilidade entre elementos para diferentes processos de ligação.....	40
Tabela III.2	Trabalhos relevantes em obtenção de pós e/ou materiais compósitos com matriz de alumínio por moagem de alta energia	45
Tabela III.3	Composição química da liga AA6061 utilizada.....	47
Tabela III.4	Características do nitreto de silício.....	50
Tabela III.5	Características do nitreto de alumínio	50
Tabela III.6	Características do diboreto de zircônio	50
Tabela III.7	Condições de mistura ou moagem analisadas.....	53
Tabela III.8	Números de ensaios e cargas utilizados nas determinações de microdureza.....	55
Tabela III.9	$D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ das partículas de reforço como fabricados e após 1 hora de moagem em moinho excêntrico.....	56
Tabela III.10	Densidade aparente da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia.....	62
Tabela III.11	$D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ em função do tempo de moagem para a liga AA6061.....	70
Tabela III.12	Microdureza de partículas de pó da liga AA6061.....	72
Tabela III.13	Densidade aparente da liga AA6061 e de misturas contendo 5 e 15 % de AlN e 5 % de Si_3N_4 ; processo convencional de mistura.....	73

Tabela III.14	Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia.....	77
Tabela III.15	Densidade aparente da mistura AA6061 + 15 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia.....	77
Tabela III.16	Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de Si ₃ N ₄ em função do tempo de moagem de alta energia.....	78
Tabela III.17	Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de ZrB ₂ em função do tempo de moagem de alta energia.....	78
Tabela III.18	D _{0,1} , D _{0,5} e D _{0,9} em função do tempo de moagem de alta energia, para a mistura de pós AA6061 + 5 % de Si ₃ N ₄	97
Tabela III.19	Microdureza das partículas.....	100
Tabela IV.1	Pós utilizados para os ensaios de compressibilidade.....	125
Tabela IV.2	Densidades teóricas dos pós compósitos produzidos.....	126
Tabela IV.3	Pós utilizados para os ensaios de extrusão.....	129
Tabela IV.4	Coeficientes angulares das retas obtidos pela linearização das curvas de compressibilidade dos diferentes pós analisados	151
Tabela IV.5	Pressões máximas na extrusão do pó AA6061 submetido a diferentes tipos de moagem.....	165
Tabela IV.6	Pressões máximas na extrusão dos pós compósitos AA6061 + 5% Si ₃ N ₄ submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia....	166
Tabela IV.7	Pressões máximas na extrusão dos pós compósitos AA6061 + 5 e 15 % AlN submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia	169
Tabela IV.8	Densidade obtida após extrusão dos diferentes materiais analisados.	173
Tabela V.1	Materiais extrudados que foram caracterizados mecanicamente por meio de dureza e resistência à tração.....	182
Tabela V.2	Número de réplicas em ensaios de tração e de dureza realizadas para cada tipo de material extrudado.....	183
Tabela V.3	Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia.....	184

Tabela V.4	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 em função do tempo de moagem de alta energia.....	185
Tabela V.5	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de AlN	187
Tabela V.6	Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 15 % de AlN	188
Tabela V.7	Limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % ZrB_2 extrudados a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional e dos pós compósitos obtidos após 12,5 horas de moagem de alta energia.....	190
Tabela A1.1	Valores de t_0 para o teste de hipótese para os ensaios de dureza.....	221
Tabela A1.2	Teste de hipóteses entre os valores médios de limite de resistência à tração da liga extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.....	222
Tabela A1.3	Teste de hipóteses entre valores médios de dureza da liga extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.....	222
Tabela A1.4	Teste de hipóteses entre os valores médios de limite de resistência à tração da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN , 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , extrudados a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia.....	223
Tabela A1.5	Teste de hipóteses entre os valores médios de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN , 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , extrudados a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia	223
Tabela A2.1	Valores médios de densidades relativas obtidos com a liga AA 6061, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.....	224

Tabela A2.2	Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA 6061 + 5 % Si_3N_4 , em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.....	224
Tabela A2.3	Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA 6061 + 5 % AlN, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.....	225
Tabela A2.4	Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA 6061 + 15 % AlN, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.	225
Tabela A3.1	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com Si_3N_4	226
Tabela A3.2	Teste de contraste para as pressões necessárias para extrudar o pó compósito reforçado com 5 % de Si_3N_4	227
Tabela A3.3	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com 5 % de AlN.	227
Tabela A3.4	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com 15 % de AlN.....	228
Tabela A3.5	Teste de contraste para as pressões necessárias para extrudar o pó compósito reforçado com 5 e 15 % de AlN.....	228
Tabela A3.6	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 5 % de AlN.....	229
Tabela A3.7	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 5 % de AlN.....	229
Tabela A3.8	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 15 % de AlN	230
Tabela A3.9	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 15 % de AlN.....	230

Tabela A3.10	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4	230
Tabela A3.11	Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4	231

Nomenclatura

Abreviações

MMC – *Metal Matrix Composites*

PCA - *Process Control Agent*

ODS - *Oxide dispersion strengthen*

DSC - *Differential Scanning Calorimeter*

DISPAL - *Dispersion Strengthened Aluminium*

Capítulo I

Introdução e Objetivos

Vivemos em uma sociedade que demanda um contínuo desenvolvimento científico e tecnológico. Um dos pilares deste desenvolvimento é constituído pelos materiais, isto é, pela possibilidade de se dispor de materiais com as características necessárias para cumprir os novos requisitos que a cada dia se impõem. Neste contexto, a busca de novos materiais e a melhoria dos materiais atualmente disponíveis constituem uma área de grande interesse estratégico.

Assim, os materiais compósitos surgem como um dos grandes exemplos de novos materiais e o estudo de sua fabricação constitui a chave para a otimização desses materiais.

Os objetivos gerais deste trabalho são a produção, por **metalurgia do pó**, via **moagem de alta energia** e **extrusão**, de **materiais compósitos de matriz de alumínio reforçados com partículas cerâmicas** e sua otimização através do **estudo** de seu **processo de fabricação**.

Como este trabalho se baseia no desenvolvimento de novos materiais para aplicações tecnológicas e se detém nos aspectos relativos ao processo de fabricação escolhido para sua produção, se propõem objetivos específicos tanto para a utilização de novos materiais como matéria prima como para cada etapa do processo de fabricação.

A maioria dos trabalhos em compósitos de matriz de alumínio reforçados com partículas utilizam ou carboneto de silício ou óxido de alumínio como reforços. Este trabalho busca novas

alternativas, analisando a viabilidade de outros três materiais cerâmicos como reforço para materiais compósitos de matriz de alumínio: **nitreto de silício**, **nitreto de alumínio** e **diboreto de zircônio**.

O nitreto de silício e o nitreto de alumínio apenas recentemente começaram a ser utilizados como reforços em compósitos de matriz de alumínio, enquanto que o diboreto de zircônio é um material inédito até o momento dentro da literatura desta classe de compósitos.

Com relação à etapa de mistura da matriz com o reforço, este trabalho tem como objetivo analisar o efeito da utilização de **moinho de alta energia**, ou seja, o emprego da técnica conhecida como **moagem de alta energia** sobre as características dos pós obtidos, tanto da liga AA6061 sem reforço como dos pós compósitos estudados. Assim, se poderá comparar compósitos obtidos a partir de pós misturados em moinho convencional, de baixa energia, com compósitos obtidos a partir de pós misturados em moinho de alta energia, isto é, pós compósitos obtidos por moagem de alta energia.

Também é objetivo deste trabalho, dentro da etapa de produção de pós, a análise de uma variável do processo de moagem de alta energia - o **tempo de moagem** - e variáveis do sistema compósito sobre o processo de moagem de alta energia - como **a influência da presença, do tipo e da quantidade de reforço**.

Com relação à etapa de consolidação, é objetivo analisar a **compactabilidade e a extrudabilidade** dos diferentes pós, ou seja, os pós da liga AA6061 como fabricada e submetida à moagem de alta energia, das misturas de pós obtidas em moinho de baixa energia e os pós compósitos obtidos por moagem de alta energia.

Para completar o trabalho, são determinados a **dureza** e o **limite de resistência à tração** dos materiais obtidos.

As distintas etapas do processo de fabricação e as propriedades mecânicas dos materiais obtidos são tratadas em capítulos distintos, cada qual com sua introdução, procedimento, resultados, discussões e conclusões. Assim, o trabalho é composto dos seguintes Capítulos:

- Capítulo I - introduz o assunto e apresenta os objetivos gerais do trabalho;
- Capítulo II – introduz materiais compósitos e metalurgia do pó;
- Capítulo III – aborda a produção de pós compósitos através de moagem de alta energia;
- Capítulo IV – aborda o processo de consolidação dos pós por compactação uniaxial a frio e extrusão;
- Capítulo V – apresenta as propriedades mecânicas dos produtos extrudados;
- Capítulo VI – apresenta as conclusões gerais do trabalho e apresenta sugestões para trabalhos futuros.

A Figura I.1 ilustra um esquema geral do trabalho experimental desenvolvido e a forma de estruturação do trabalho redigido.

Através da análise das características das matérias primas, das variáveis do processo e as correlações com as propriedades finais dos materiais obtidos, se busca aumentar o conhecimento sobre os materiais estudados e as técnicas de fabricação empregadas, contribuindo, assim, para a tecnologia de materiais compósitos de matriz metálica.

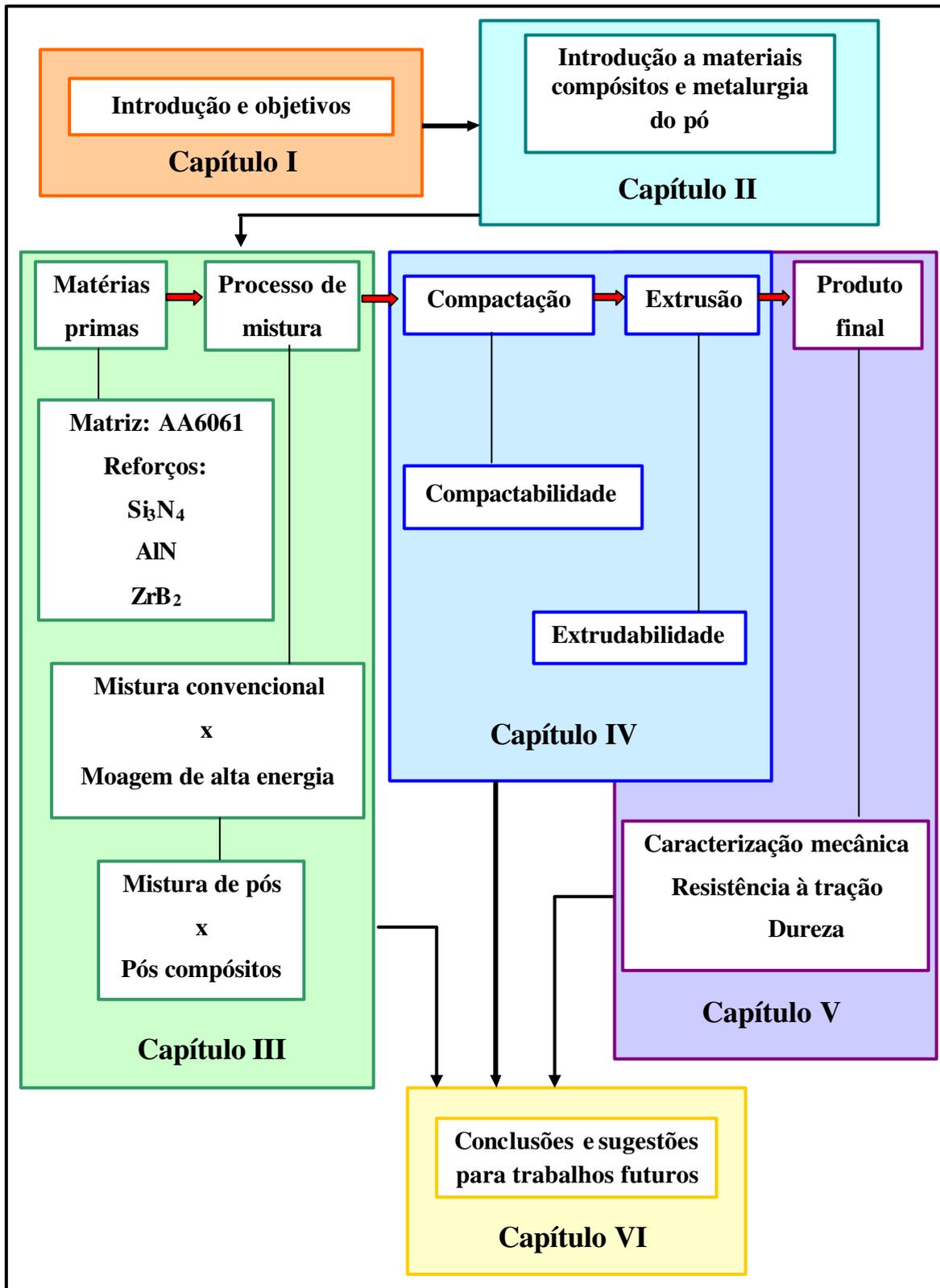


Figura I.1: Esquema geral do trabalho desenvolvido.

Capítulo II

Fundamentos de Materiais Compósitos e Metalurgia do Pó

1. Introdução Geral

O desenvolvimento da humanidade, sobretudo no aspecto tecnológico, sempre esteve ligado ao desenvolvimento de novos materiais. Desde os tempos mais remotos, a busca de novos materiais marca a história da humanidade. A descoberta do cobre e do método para endurecê-lo através da introdução de estanho, obtendo-se o bronze, definiu uma das eras da pré-história, a idade do bronze. Aliás, todas as etapas da pré-história do homem são classificadas em função dos materiais que então se utilizavam: idade da pedra lascada, idade da pedra polida, idade do bronze e idade do ferro.

Já no início da idade moderna, o filósofo Francis Bacon analisa o panorama tecnológico de sua época e escreve (CARDWELL, D., 1996):

“Devemos observar uma vez mais a força, efeito e conseqüências dos inventos. Em nenhum se observam com tanta claridade como nestes três, desconhecidos dos antigos: a imprensa, as armas de fogo e a bússola. De fato, estes três inventos mudaram o aspecto e a condição do mundo inteiro; primeiro, na literatura; logo, na guerra, e, finalmente, na navegação. Destes se derivaram inumeráveis mudanças, de modo que nenhum império, seita ou estrela parece haver exercido maior poder e influência sobre os assuntos humanos que estes três descobrimentos mecânicos”.

Nestas três inovações a busca de novos materiais e o conhecimento sobre suas propriedades foram decisivos. Foi necessário, à sua época, um grande conhecimento de fundição de metais e suas ligas para que Guttemberg pudesse fabricar os tipos de imprensa e realizar seu invento. Quando o homem teve a idéia de utilizar a pólvora para lançar projéteis, foi necessário um grande desenvolvimento dos metais para que pudessem resistir às mais severas solicitações que a nova tarefa exigia. E, por fim, a utilização da bússola nada mais é que a aplicação de uma propriedade dos materiais, no caso, o magnetismo.

Atualmente, a constante necessidade de se dispor de materiais com melhores propriedades propicia um grande número de pesquisas objetivando otimizar os materiais tradicionais e obter e caracterizar novos materiais. Principalmente nas últimas décadas, os materiais compósitos se constituíram em tema de grande interesse na área de novos materiais.

Um material compósito pode ser definido como uma combinação de materiais com propriedades dissimilares, com o objetivo de se obter propriedades particulares e superiores às dos componentes isolados. Um material compósito apresenta, no mínimo, dois componentes: matriz (fase contínua) e reforço (fase reforçante).

2. Classificação de Materiais Compósitos

Os materiais compósitos podem ser classificados pela sua origem. Assim, são materiais compósitos naturais aqueles fabricados pela natureza ou, quando fabricados pelo homem, aqueles em que a fase reforçante é parte integral do material, como por exemplo, os chamados compósitos *in-situ*. Já os materiais compósitos produzidos pela adição artificial dos constituintes são classificados como materiais compósitos sintéticos.

Em engenharia, a primeira classificação que se faz é quanto à matriz. Assim, as três principais categorias são os materiais compósitos de matriz cerâmica, materiais compósitos de matriz polimérica e materiais compósitos de matriz metálica.

2.1. Materiais compósitos de matriz cerâmica

Os materiais cerâmicos apresentam alto ponto de fusão, alta dureza, alto módulo de elasticidade, alta resistência à corrosão e baixa densidade. Estas qualidades fazem esta classe de materiais interessante para fins estruturais; porém, sua inerente fragilidade e, conseqüentemente, sua baixa tenacidade e baixa confiabilidade em serviço constituem um sério obstáculo tecnológico. Neste sentido, um dos principais objetivos de se reforçar um material cerâmico, ou seja, fabricar um material compósito de matriz cerâmica, é aumentar sua tenacidade e confiabilidade. No entanto, a maior barreira à utilização mais ampla desta classe de materiais compósitos é seu alto custo de fabricação.

2.2. Materiais compósitos de matriz polimérica

Os materiais poliméricos apresentam ponto de fusão, dureza e módulo elástico inferiores em comparação aos materiais cerâmicos e metálicos, o que dificulta seu emprego como materiais estruturais. Porém, estas mesmas características tornam os polímeros uma classe de material potencial para melhoria mediante a introdução de reforço. Sua baixa densidade e baixo ponto de fusão simplificam os processos de fabricação, baixam os custos de produção e tornam extensiva sua aplicação. As principais desvantagens desta classe de compósitos são a alta sensibilidade frente a radiação e umidade e a baixa estabilidade dimensional devido ao alto coeficiente de expansão térmica.

2.3. Materiais compósitos de matriz metálica

Em comparação com os materiais cerâmicos, os materiais metálicos apresentam maior densidade e inferiores módulo de elasticidade, ponto de fusão e resistência à abrasão, enquanto que sua tenacidade é consideravelmente superior. Já em comparação com os materiais poliméricos, os metais apresentam resistência mecânica e ponto de fusão notavelmente superior. Estas características fazem que os metais apresentem grande importância para aplicações estruturais e também sejam susceptíveis para a otimização de suas propriedades mediante adição de reforços cerâmicos.

Desta forma, os materiais compósitos de matriz metálica (MMC – Metal Matrix Composites) reforçados com materiais cerâmicos são capazes de prover uma temperatura limite de operação mais alta, maiores resistência mecânica e tenacidade, maior resistência à fluência, maior resistência ao desgaste, maior estabilidade térmica, comparados aos mesmos metais utilizados como matriz sem reforço (FOLTZ, J. V., 1998).

O termo MMC abrange uma ampla variedade de materiais e estruturas, tendo em comum uma fase contínua ou matriz metálica. Como reforço, destaca-se a utilização de materiais cerâmicos (SMAGORINSKI, M. E. e co-autores, 1998; GINGU, O., ROSSO, M., UBERTALLI, G., 1998; BIALO, D., DUSZCZYK, J., 1998; ROSSI, J. L., 1998; MOURISCO, A., AMBRÓSIO FILHO, F., GONÇALVES, M., 1998), embora possam ser utilizados metais refratários. Mais recentemente, os intermetálicos foram objetos de vários estudos neste campo (COSTA, C. E., 1996, COSTA, C. E. e co-autores, 1996, 1998; DÍAZ, C. e co-autores, 1996; LIEBLICH, M., TORRES-BARREIRO, B., 1998; SALVADOR, M. D. e co-autores, 1998). Na maioria dos casos, se buscam empregar reforços mais duros, resistentes e rígidos que a matriz.

3. Estruturas dos Materiais Compósitos de Matriz Metálica

Quanto às estruturas dos MMC, a classificação mais utilizada se refere a morfologia do material empregado como reforço. Assim, uma matriz metálica pode ser reforçada com fibras, whiskers ou partículas, como ilustra a Figura II.1.

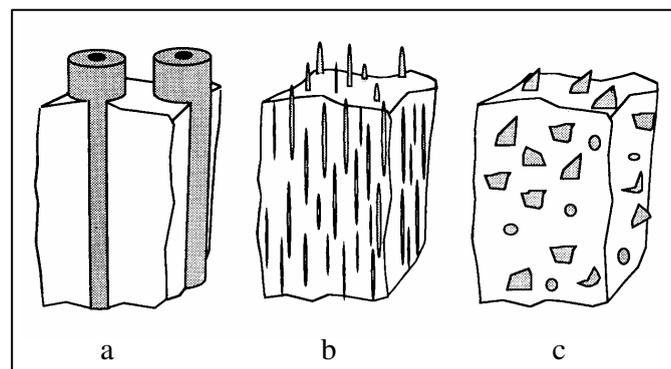


Figura II.1: Esquemas dos tipos de MMC classificados de acordo com a morfologia do reforço: Fibras longas (a), whiskers (b) e partículas (c) (CLYNE, T. W., WITHERS, P. J., 1993).

3.1. Materiais compósitos reforçados com fibras

Os materiais compósitos reforçados com fibras constituem a classe de compósitos de matriz metálica que apresenta os mais elevados aumentos na resistência mecânica, porém, levam à formação de uma estrutura altamente anisotrópica, pois somente na direção de alinhamento das fibras se obtém os aumentos na resistência, enquanto que na direção perpendicular às fibras, a resistência mecânica pode até mesmo diminuir (DEVE, H. E., McCULLOUGH, C., 1995). O comprimento das fibras variam consideravelmente, sendo que fibras longas são classificadas como reforço tipo contínuo, enquanto que fibras curtas são classificadas como reforço tipo descontínuo.

3.2. Materiais compósitos reforçados com *whiskers*

Reforços *whiskers* são fibras monocristalinas com diâmetros na ordem de 0,1 a 1 μm e comprimento na ordem de vários micrômetros. À semelhança das fibras, produzem considerável aumento na resistência mecânica do material, mas de forma anisotrópica. Os *whiskers* são materiais de elevado custo de fabricação e têm seu emprego um tanto dificultado por ser um material altamente prejudicial à saúde.

3.3. Materiais compósitos reforçados com partículas

Reforços em forma de partículas se caracterizam por suas dimensões aproximadamente iguais em todas as direções, podendo ser esféricas, cúbicas ou de qualquer outra morfologia regular ou irregular. Mesmo sem produzir os mesmos níveis de aumento na resistência mecânica de um material compósito, os reforços em forma de partículas permitem a produção de material com maior isotropia. Devido ao fato deste tipo de material já estar consolidado como matéria prima para a indústria cerâmica e de abrasivos, propicia um menor custo de fabricação ao MMC. Estas características fazem com que esta classe de reforço apresente a melhor relação custo / propriedades em um material compósito de matriz metálica (HUNT, W. H., RODJOM, T., 1992), o que tem propiciado um elevado número de pesquisas com estes materiais e, conseqüentemente, um alto índice de emprego industrial.

4. Processos de Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica

Nas últimas décadas, têm sido desenvolvidos novos processos de fabricação de MMC, visando obter produtos com propriedades ainda melhores ou aliar as propriedades superiores dos MMC a menores custos de fabricação. O processo de fabricação dos MMC possui elevada importância, pois, para um mesmo sistema matriz / reforço, será o processo de fabricação que determinará a relação propriedades / custo (HARRIGAN Jr, W. C., 1998). Os MMC podem ser fabricados por processos *in-situ*, por processos com a matriz no estado líquido ou semi-sólido ou por processos no estado sólido.

4.1. Processos de fabricação *in-situ*

O processo de fabricação *in-situ* mais conhecido envolve a precipitação de uma segunda fase durante a solidificação de uma liga metálica ou durante um tratamento térmico em uma liga metálica supersaturada. O controle destes processos possibilita o controle da morfologia e da distribuição da fase reforçante. URTIGA, S. L. (1994) apresenta o sistema Al-NbAl₃ como compósito *in-situ* com melhores propriedades mecânicas e ao desgaste em comparação à matriz de alumínio.

4.2. Processos de fabricação com a matriz no estado líquido

Os processos de fabricação de MMC via estado líquido pressupõem, basicamente, a infiltração, sob pressão, do metal líquido em uma preforma de fibras cerâmicas, ou a adição de fibras cerâmicas curtas, *whiskers* ou partículas em metal líquido sob agitação. O material conhecido comercialmente por Duralcan® é um compósito com matriz de alumínio AA356 ou AA357 reforçado com 20 % de partículas de carboneto de silício, fabricado por adição do reforço realizada em vácuo e com a matriz metálica no estado líquido (CARON, S., MASOUNAVE, J., 1990). Apesar de ser bastante utilizada e de baixo custo, este tipo de tecnologia apresenta alguns problemas como a dificuldade de incorporação do reforço, devido à baixa molhabilidade do reforço pelo metal líquido, e segregações que ocorrem durante a solidificação da matriz, devido à rejeição das partículas de reforço pela frente de solidificação.

4.3. Processos de fabricação com a matriz no estado semi-sólido

Uma alternativa para evitar os problemas de segregação do reforço é a utilização da matriz no estado semi-sólido reofundido (FLEMINGS, M. C. e co-autores, 1976), o que previne os fenômenos de decantação ou flotação das partículas de reforço e propicia uma melhor distribuição destas na matriz metálica (FOGAGNOLO, J. B., 1996). Além disso, a menor temperatura em semi-sólidos comparada aos fundidos previne reações químicas na interface entre a matriz e o reforço, que resultam, na maioria dos casos, em produtos indesejáveis. Este processo foi denominado de compofundição, combinando conceitos de reofundição com fabricação de compósitos.

4.4. Processos de fabricação com a matriz no estado sólido

Os processos de fabricação de MMC no estado sólido pressupõem a união da matriz com o reforço ambos no estado sólido, seguido de um tratamento termomecânico para a obtenção, através de difusão, da necessária interação entre os componentes. CHAWLA, K. K. (1987) cita, como exemplos de técnicas no estado sólido, a co-extrusão de filamentos em matriz dúctil e a junção de folhas de alumínio com fibras de boro, apropriadamente espaçadas e arranjadas, seguida da aplicação de pressão e temperatura em vácuo para promoção da ligação entre os materiais, em um processo conhecido como ligação por difusão.

Outra técnica utilizada para fabricação de materiais compósitos no estado sólido é a metalurgia do pó. Devido às características que apresenta, do número de pesquisas que se desenvolvem nesta área e do número de aplicações industriais que já possui, a metalurgia do pó é de grande importância dentro das técnicas de fabricação de MMC no estado sólido.

5. Metalurgia do Pó

A metalurgia do pó como técnica de processamentos de metais é mais antiga que a própria fundição, pois era já utilizada quando ainda não existia conhecimento e meios para se alcançar a fusão dos metais ou para se reduzir minerais. Um exemplo da utilização da metalurgia do pó em tempos passados é a Coluna de Ferro de Delhi, construída no século II a.C.

No entanto, o que se conhece como a moderna metalurgia do pó tem seu início no século XIX. Produtos de metais de alto ponto de fusão, como a platina (1773 °C) e o irídio (2454 °C), na época impossíveis de serem obtidos por fundição, foram produzidos a partir de pós, por sua vez produzidos por processo químico. O pó era então comprimido a altas pressões e aquecido, conseguindo-se a peça metálica (ZAPATA, W. C., 1986). No início do século XX já se produzia industrialmente produtos de tungstênio e molibdênio por sinterização de pós, também devido à dificuldade de obtê-los por fusão, dados os elevados pontos de fusão destes elementos (3370 °C e 2625 °C, respectivamente).

Também a indústria de materiais elétricos impulsionou a metalurgia do pó neste século (ARUNACHALAM, V. S., SUNDARESAN, R., 1991). Através desta técnica, filamentos de ligas ou metais de alto ponto de fusão, como tungstênio, puderam ser fabricados para atender a necessidade da nova forma de produzir luz, a luz elétrica.

Atualmente a metalurgia do pó é altamente empregada na indústria, em diferentes produtos. A própria matéria prima em forma de pó encontra várias aplicações, como pigmentos para fabricação de tintas, aditivos para conservação de alimentos, cargas e revestimentos para eletrodos de soldagem, etc. Componentes metálicos com porosidade interconectada, facilmente obtidos pelo processo de metalurgia do pó, podem ser utilizados como filtros ou como componentes com reservatórios de lubrificantes para autolubrificação. Componentes magnéticos baseados em ferrita também são fabricados via metalurgia do pó (ARUNACHALAM, V. S., SUNDARESAN, R., 1991).

A metalurgia do pó é um processo muito empregado na produção industrial de componentes de elevada precisão com perda extremamente baixa de material, obtendo-se produtos que se caracterizam pela homogeneidade química. A Figura II.2 ilustra um típico processo de fabricação mecânica utilizando a metalurgia do pó. Primeiramente, as matérias primas em forma de pó são misturadas; em seguida se realiza a compactação para se obter um corpo em verde, que é o primeiro passo para a densificação do produto; seguida da sinterização, etapa em que se obtém a densidade final do produto. Dependendo do componente ou peça a ser fabricada, etapas como calibragem, que tem como objetivo alcançar as tolerâncias dimensionais do produto através de uma nova prensagem do material já sinterizado em um molde;

impregnação, que tem como objetivo impregnar um material poroso com óleo visando evitar a corrosão e também proporcionar a autolubrificação do componente; e tratamentos térmicos se fazem necessárias.

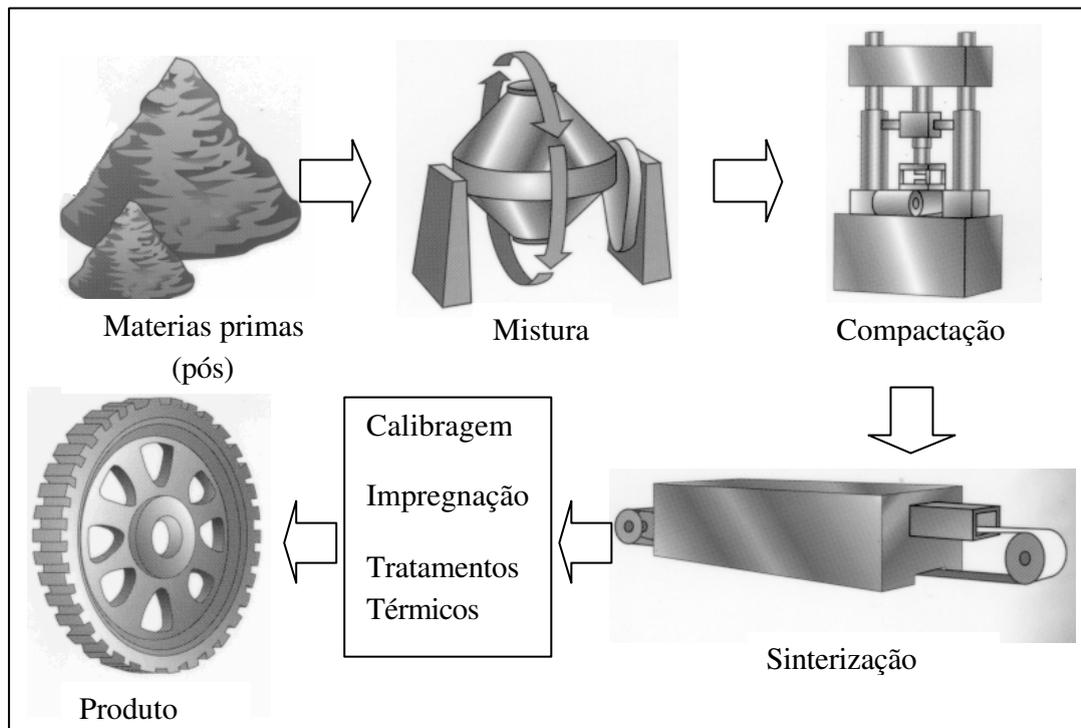


Figura II.2: Esquema representativo de processo típico de fabricação via metalurgia do pó.

Uma variação desta seqüência de processamento consiste em aliar as técnicas de metalurgia do pó com a técnica de conformação mecânica por extrusão, ou seja, partir das matérias primas em forma de pó, misturá-las, compactá-las e, logo em seguida, extrudar o pó compactado. A Figura II.3 ilustra esta alternativa de processo. Boa parte dos trabalhos encontrados na literatura envolvendo a fabricação de alumínio e suas ligas ou MMC com matriz de alumínio via metalurgia do pó utiliza estas técnicas combinadas, que apresentam vantagens como a versatilidade de fabricar formas difíceis de se obter com outros métodos, a eliminação da etapa de sinterização e o incremento nas propriedades devido à obtenção de uma microestrutura refinada com baixos ou nulos níveis de segregação. Até mesmo a presença de partículas de impurezas, como óxidos ou intermetálicos, que são normalmente indesejáveis em metais fundidos, podem atuar como um tipo de reforço (endurecimento por dispersão de sólidos) em materiais obtidos

com esta rota de processamento, devido à sua morfologia e distribuição dentro da matriz de alumínio (MOURISCO, A., AMBRÓSIO FILHO, F., GONÇALVES, M., 1998).

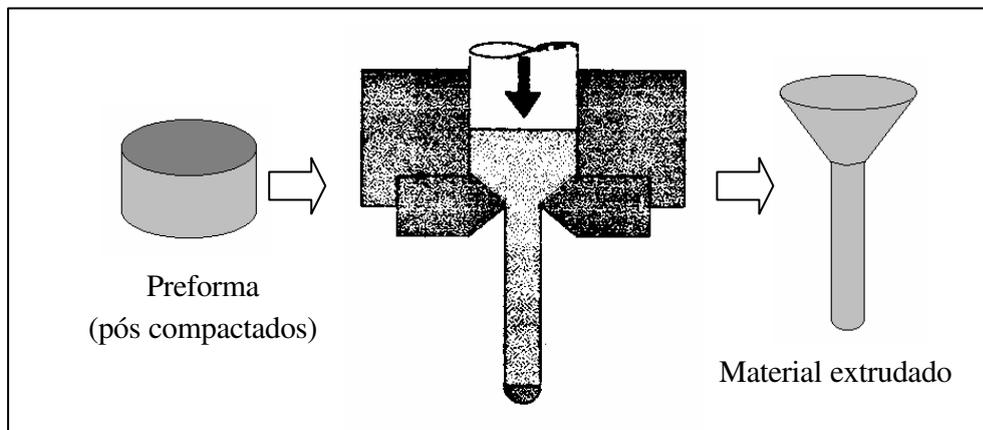


Figura II.3: Esquema representativo de processamento combinando metalurgia do pó e conformação por extrusão.

A metalurgia do pó apresenta vários atrativos para a produção de MMC. Esta técnica permite um maior controle microestrutural em praticamente todas as composições matriz / reforço, sem apresentar os fenômenos de segregação típicos dos processos convencionais de fundição. Permite, por se tratar de um processo no estado sólido, menores temperaturas de processamento, propiciando um melhor controle de interfaces entre os constituintes (HARRIGAN Jr, W. C., 1998; FOLTZ, J. V., 1998).

A seleção adequada dos pós da matriz e do reforço e o processo de mistura destes pós são etapas críticas dentro do processo, pois possuem influência marcante nas propriedades finais dos produtos obtidos. BHANUPRASAD, V. V e co-autores (1991) reportam que diminuindo-se o tamanho das partículas de reforço de 14,5 para 1,5 μm , se consegue um aumento da ordem de 30 % no limite de resistência à tração para compósitos com matriz de alumínio reforçado com 20 % de carboneto de silício. Porém, quanto menores as partículas de reforço e maior a relação entre os tamanhos das partículas do pó da matriz e do reforço, maior será a tendência à aglomeração de partículas de reforço (TAN, M. J. e co-autores, 1993; NI, X., MACLEAN, M. S., BAKER, T. N., 1994; KHOR, K. A., YUAN, Z. H., BOYE, F., 1996). Assim, a etapa de mistura deve sempre

visar uma homogênea distribuição das matérias primas utilizadas, o que nem sempre é plenamente alcançado com a utilização de misturadores convencionais.

Neste contexto, a técnica que utiliza moagem em seco em moinho de alta energia ou, simplesmente, moagem de alta energia surge como alternativa para se alcançar maior homogeneidade na distribuição de reforço dentro da matriz metálica. Esta técnica foi inicialmente desenvolvida para a produção de superligas à base de níquel endurecidas pela dispersão de óxidos e atualmente possui varias aplicações, como síntese de ligas metálicas, síntese de intermetálicos, obtenção de materiais nanocristalinos, obtenção de materiais amorfos, etc. Como é assunto deste trabalho, a moagem de alta energia será discutida com mais detalhes em capítulo específico.

6. Compósitos de Matriz de Alumínio

Características como baixa densidade, alta ductilidade e, portanto, alta conformabilidade, elevada relação resistência / densidade e passividade com relação à corrosão, fazem com que o alumínio e suas ligas apresentem um sempre crescente desenvolvimento e elevada utilização industrial. Essas ligas são bastante utilizadas como matriz nos MMC, para produção de MMC, associando suas propriedades físicas e mecânicas às propriedades de materiais cerâmicos.

Os benefícios em redução de peso e aumento de desempenho quando se utiliza compósitos de matriz de alumínio como substituição às ligas ferrosas, têm expandido seu uso em engenharia, principalmente em aplicações no setor de transporte, na indústria automobilística e aeronáutica (WARD-CLOSE, C. M., FROES, F. H., CHO, S. S., 1997; HULL, M., 1998). As principais vantagens da utilização dos compósitos de matriz de alumínio na indústria automobilística podem ser assim resumidas (KEVORKIJAN, V. M., 1999):

- Redução em peso, especialmente em partes de motores;
- Aumento na resistência ao desgaste ou características auto lubrificantes;
- Aumento na resistência mecânica e tenacidade, permitindo maior durabilidade dos componentes ou possibilidade de trabalho em condições mais severas;
- Redução do coeficiente de expansão térmica.

Porém, como desvantagens, estes materiais geralmente apresentam maior custo de fabricação e maior dificuldade para processos de reciclagem.

São vários os trabalhos que abordam esta classe de MMC, entretanto, a maioria dos trabalhos utilizam carboneto de silício e óxido de alumínio como material de reforço, devido às suas características de elevados módulo de elasticidade e dureza, e também por serem materiais já bastante utilizados pela indústria cerâmica.

A seguir será feito um resumo dos últimos e mais relevantes trabalhos realizados na área de materiais compósitos com matriz de alumínio processados por metalurgia do pó.

LEWANDOWSKI, J. J. e LIU, C. (1988) apresentam compósitos de matriz de alumínio (Al - 7 % Zn - 2 % Mg - 2 % Cu), reforçados com 20 %vol. SiC, com diâmetro médio de 16 μm e 5 μm . Utilizam o processo de metalurgia do pó, com compactação isostática a frio, desgaseificação, prensagem a quente e extrusão. Os autores reportam que o compósito reforçado com partículas de 5 μm apresentam aglomeração de partículas de reforço.

SHAHANI, R. A. e CLYNE, T. W. (1991) apresentam compósitos de matriz de alumínio comercialmente puro, reforçados com 10 %vol de partículas de SiC e Al_2O_3 , com diâmetro médio de 12 μm , e também fibras curtas de Saffil®, com diâmetro médio de 3 μm e comprimento médio de 12 μm . Utilizam o processo de metalurgia do pó e extrusão e observam que os compósitos obtidos apresentam distribuição uniforme de reforço.

TAN, M. J. e co-autores (1993) reforçam alumínio (Al - 2,54 % Li - 1,49 % Cu - 0,91 % Mg - 0,13 Zr) com partículas de SiC (0,8, 13 e 32 μm) e Si_3N_4 (0,5 μm) e SiC em forma de *whisker* (1,5 μm de diâmetro e fator de forma entre 20 a 200) e observam que as partículas submicrométricas tendem a se aglomerar. Sugerem a realização de tratamento em moinho de bolas ou mistura em meio líquido como forma de evitar a aglomeração.

JAIN, M. K. e co-autores (1993) apresentam o compósito com matriz da liga AA2124 reforçado com SiC, produzido por processo que envolve compactação uniaxial a frio,

desgaseificação, prensagem a quente em vácuo, extrusão e laminação. Observam que a microestrutura após a prensagem a quente em vácuo é bastante grosseira, com porosidade e segregação do reforço nos contornos grãos, e que os processos de extrusão e laminação refinam bastante a microestrutura, distribuem melhor o reforço e eliminam defeitos como porosidade. A melhor distribuição de reforço é atribuída à deformação do material durante a extrusão e laminação, que quebra os aglomerados de partículas de reforço.

MABUCHI, M., IMAI, T. e HIGASHI, K. (1993) produzem compósitos com matriz de ligas de alumínio (AA2124, AA5052, AA6061 e AA7064) reforçadas com nitreto de silício em forma de partículas e *whiskers*, via compactação a quente em vácuo, seguida de extrusão. Os compósitos obtidos são caracterizados em função de suas propriedades de superplasticidade.

NI, X., MACLEAN, M. S. e BAKER, T. N. (1994) utilizam dois processos distintos de fabricação:

- A partir do pó pré-ligado da liga de alumínio AA6061 reforçada com partículas de SiC, com diâmetro médio de 45 μm , seguida de desgaseificação e prensagem a quente;
- A partir da mistura de pós elementares na proporção adequada da liga AA6061 e de partículas de SiC de três tamanhos distintos (7, 23 e 45 μm), seguida de prensagem isostática a frio, desgaseificação, sinterização via fase líquida e laminação a quente.

Os autores atestam a viabilidade dos dois processos para a obtenção de MMC e observam a presença de aglomerados de reforço para o menor tamanho de SiC, no caso da segunda rota de fabricação. Também observam que a laminação a quente possibilita uma melhor distribuição de reforço e que partículas maiores são mais suscetíveis à trincas.

LEE, H. F., BOEY, F. e KHOR, K. A., (1994) apresentam compósitos de matriz de liga alumínio-lítio reforçados com carboneto de silício obtidos por metalurgia do pó através da seguinte rota de processo: mistura dos pós; prensagem isostática a frio; extrusão a 500 °C. Variou-se o tamanho das partículas de carboneto de silício. Os autores observam que aumentando a quantidade de reforço, aumenta a dureza e que com menores tamanhos de partículas, este aumento é mais pronunciado. No entanto, as partículas menores utilizadas (2,5 μm) introduzem problemas de aglomeração. Ao aumentar a quantidade de reforço, não se observou aumento na

tensão de escoamento e na deformação de escoamento, porém, se observou uma diminuição na tensão e na deformação de ruptura, o que foi atribuído à fratura do reforço durante o processo de consolidação, o qual age como um ponto de início de trinca ou concentrador de tensões.

KHOR, K. A., YUAN, Z. H. e BOYE, F. (1996) estudam o compósito com matriz da liga alumínio-lítio (AA8090) reforçada com SiC com tamanho médio de partícula de 0,8 μm . Utilizam dois processos de misturas distintos:

- Em um misturador convencional;
- Em um moinho planetário, como forma de fornecer suficiente quantidade de energia para se realizar o processo de moagem de alta energia.

Analisando os pós obtidos após os processos de mistura, os autores observaram aglomeração de reforços nos contornos das partículas da matriz, no caso da mistura de pós obtida após processo convencional, enquanto que, no caso em que se utilizou a moagem de alta energia como processo de mistura, cada partícula apresenta homogênea distribuição de SiC. Assim, pode afirmar que se obteve um pó compósito, os quais foram compactados isostaticamente a frio e consolidados por compactação a quente e extrusão a quente. Os materiais obtidos apresentaram elevadas propriedades mecânicas.

COSTA, C. E. e co-autores (1996) apresentam compósitos com matriz da liga MA 2014, liga com a mesma composição da liga AA2014, porém obtida por moagem de alta energia, reforçados com Ni_3Al , com processo de fabricação que incluiu mistura convencional dos pós, compactação uniaxial a frio e extrusão a quente. Os materiais compósitos obtidos apresentaram propriedades mecânicas bastante elevadas, principalmente devido à elevada resistência mecânica da matriz MA 2014.

RUIZ-NAVAS, E. e co-autores (1998) produzem materiais compósitos com matriz da liga MA 2014, obtida por moagem de alta energia, reforçados com carboneto de vanádio, via compactação uniaxial a frio seguida de extrusão a quente, e obtém compósitos com microestruturas altamente refinadas e elevadas propriedades mecânicas.

BIALO, D.e DUSZCZYK, J. (1998) utilizam, para estudos de desgaste, compósitos extrudados de Alumínio (Al – 20 % Si – 3 % Cu – 1 % Mg) com 10 %vol de Al₂O₃ com diâmetro médio de 6 µm, tratados termicamente a 470 °C por 1,5 horas, seguido de têmpera em água e envelhecimento natural por 4 dias e artificial a 120 °C por 24 horas.

SMAGORINSKI, M. E. e co-autores (1998) apresentam compósitos com matriz de alumínio (Al – 27 % Si – 6 % Ni) com diferentes quantidades de Si₃N₄ e alumínio puro reforçado com AlN, compactados a quente, seguidos de extrusão, com baixo coeficiente de expansão térmica e alto módulo elástico.

JEONG, H. –G. e co-autores (1998) analisam a influência da adição de magnésio na superplasticidade dos mesmos compósitos apresentados por MABUCHI, M., IMAI, T. e HIGASHI, K. (1993).

A Tabela II.1 resume os trabalhos mencionados.

Tabela II.1: Trabalhos relevantes em compósitos com matriz de alumínio processados por metalurgia do pó.

Ano	Autor(es)	Matriz	Reforço	Processo	Observações
1988	LEWANDOWSKI, J. e LIU, C.	Al - 7 % Zn / 2 % Mg / 2 % Cu	SiC	compactação; desgaseificação; prensagem a quente; extrusão.	aglomeração de partículas finas de reforço
1991	SHAHANI, R. e CLYNE, T.	Alumínio	SiC, Al ₂ O ₃ e fibras curtas Saffil®	extrusão	
1993	TAN, M. J. e co-autores	Al – 2,54 % Li / 1,49 % Cu / 0,91 % Mg / 0,13 Zr	SiC (0, 8, 13, e 32µm) Si ₃ N ₄ (0,5 µm)	mistura em úmido; secagem ou moagem; compactação; extrusão.	aglomeração de partículas finas.

1993	JAIN, M. K. e co-autores	AA2124	SiC	compactação; desgaseificação; prensagem a quente em vácuo; extrusão; laminação.	a extrusão e a laminação distribuem melhor o reforço e eliminam a porosidade.
1993	MABUCHI, M., IMAI, T. e HIGASHI, K.	AA2124 AA5052 AA6061 AA7064	Si ₃ N _{4p} . Si ₃ N _{4w} .	compactação a quente em vácuo; extrusão.	superplasticidade
1994	NI, X., MACLEAN, M. e BAKER, T. N	AA6061	SiC	prensagem a quente x compactação; desgaseificação; sinterização; laminação.	tendência de aglomeração dos reforços mais finos; laminação melhora a distribuição de reforço.
1994	LEE, H. F., BOEY, F. e KHOR, K. A.	Al-Li	SiC	mistura do pós; compactação; extrusão.	aglomeração de partículas finas de reforço
1996	KHOR, K. A., YUAN, Z. H. e BOYE, F.	AA8090	SiC	mistura convencional x mistura em moinho planetário; compactação; compactação a quente; extrusão.	formação de partículas de compósito; melhores propriedades do extrudado.
1998	COSTA, C. E. e co-autores	MA 2014	Ni ₃ Al	compactação a frio; extrusão.	elevada resistência mecânica
1998	RUIZ-NAVAS, E. e co-autores	MA 2014	Carbonetos	compactação a frio; extrusão.	elevada resistência mecânica
1998	BIALO, D. e DUSZCZYK, J.	Al – 20 % Si / 3 % Cu / 1 % Mg	Al ₂ O ₃	extrusão	estudos de desgaste
1998	SMAGORINSKI, M. E. e co-autores	Al – 27 % Si / 6 % Ni Al puro	Si ₃ N ₄ AlN	compactação a quente; extrusão	baixo coeficiente de expansão térmica; alto módulo elástico

1998	JEONG, H. e co-autores	Al-Cu Al-Cu-Mg	Si_3N_{4p} Si_3N_{4w}	compactação a quente em vácuo; extrusão.	efeito do Mg sobre a superplasticidade
------	---------------------------	-------------------	--	--	--

Capítulo III

Pós Compósitos Produzidos por Moagem de Alta Energia

1. Fundamentos da Moagem de Alta Energia

1.1. Aspectos gerais

A obtenção de materiais compósitos através da metalurgia do pó permite o controle das quantidades relativas entre matriz reforço em praticamente todas as combinações que se deseje e sem apresentar os fenômenos de segregações típicos em processo de fabricação de MMC via fundição convencional, como citado no Capítulo II. Mesmo assim, um dos maiores problemas inerentes a esta técnica é alcançar uma homogênea distribuição de reforço.

O primeiro requisito para que um material compósito apresente o bom desempenho que se espera desta classe de materiais é apresentar uma distribuição homogênea de reforço na matriz metálica. Problemas como a aglomeração das partículas de reforço constituem defeitos que deterioram as propriedades de um material compósito.

Os principais fatores que dificultam a obtenção de uma distribuição homogênea em uma mistura de pós metálicos com reforços cerâmicos em forma de partículas são a diferença entre os tamanhos das partículas, densidades, geometria e fluxo, assim como o desenvolvimento de cargas estáticas que contribuem para a aglomeração de partículas (BHANUSPRASAD, V. V. e co-autores, 1991; RUIZ-NAVAS, E. M., 1999).

Dentro do processo de obtenção de materiais compósitos por técnicas de metalurgia do pó, a mistura do pó que constituirá a matriz metálica com o pó que constituirá a fase reforçante é uma etapa determinante para se obter uma boa estrutura final, embora as futuras etapas de consolidação, como por exemplo a extrusão, possam contribuir em parte para desfazer aglomerados de reforço e melhorar a homogeneidade estrutural (JAIN, M. K. e co-autores, 1993; TAN, M. J. e ZHANG, X., 1998). No entanto, são escassos os trabalhos que enfocam esta etapa do processo na literatura relacionada à obtenção de materiais compósitos por metalurgia do pó.

Dentro da metalurgia do pó, o método de mistura mais comum utiliza misturadores similares aos utilizados pela indústria cerâmica. Os misturadores podem utilizar a gravidade como modo de mistura, que é o caso de misturadores tipo “V” ou “bicônico”, ou podem utilizar energia mecânica, como é o caso de misturadores tipo moinho de bolas. A Figura III.1 ilustra estes tipos convencionais de equipamentos para mistura utilizados na metalurgia do pó.

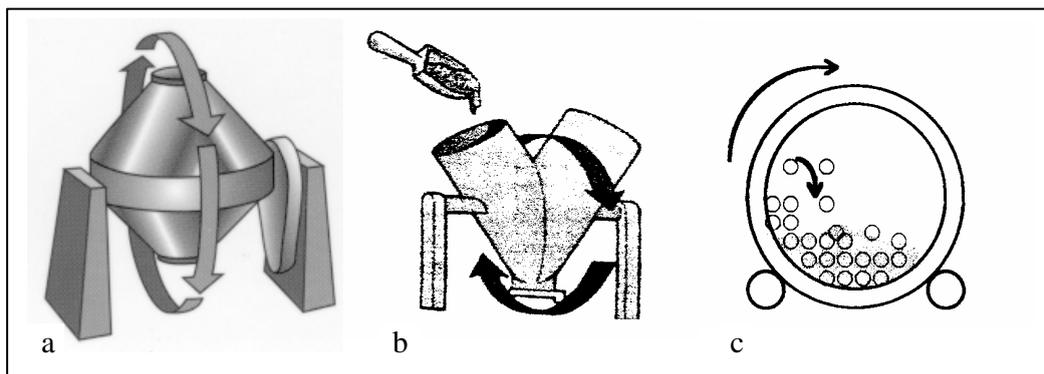


Figura III.1: Misturadores convencionais: tipo bicônico (a), em “V” (b) e moinho de bolas (c).

Outro parâmetro importante na mistura de pós é o meio no qual é realizada, ou seja, se a mistura é realizada a úmido ou a seco. A mistura a seco tem como principal parâmetro de controle o tempo de mistura, enquanto que no caso da mistura a úmido, o principal parâmetro é o meio solvente. A mistura a úmido exige uma posterior secagem antes do material passar para a etapa de consolidação. BHANUSPRASAD, V. V. e co-autores (1991), trabalhando com compósitos de matriz de alumínio reforçados com SiC, comparam os processos de mistura a seco e a úmido, com solventes polar (butanol) e apolar (acetona). Os autores observam que o compósito obtido a partir da mistura em solvente polar apresenta melhor distribuição de reforço

que o mesmo compósito obtido a partir da mistura em solvente apolar, por ser o solvente polar efetivo em eliminar as cargas estáticas das partículas de reforço. O compósito obtido a partir da mistura a seco apresentou alta porosidade, provavelmente devida à aglomeração do SiC e sua eliminação durante a preparação metalográfica. Esta porosidade não foi observada para o mesmo material, também misturado em seco, porém com um tempo mais longo de mistura.

Um processo alternativo de mistura consiste em realizar a mistura em ultra-som, sendo necessário para isto um meio líquido, que pode ser, por exemplo, etanol (JEONG, H. -G. e co-autores, 1998; MABUCHI, M., IMAI, T. e HIGASHI, K., 1993).

Outra alternativa para se alcançar maior homogeneidade na distribuição de reforço pela matriz é o processo de mistura em moinhos de alta energia ou moagem de alta energia, que surge como uma promissora técnica para se alcançar excelentes propriedades em materiais compósitos.

1.2. Moagem de alta energia

A síntese de materiais utilizando moinhos de alta energia a seco foi inicialmente desenvolvida por John Benjamin, em trabalhos desenvolvidos nos laboratórios da INCO (*International Nickel Company*), no final dos anos 60 (BENJAMIN, J. S., 1970). O autor buscava um método para a produção de superligas à base de níquel endurecidas por dispersão de óxidos e observou que a utilização de moinhos de bolas de alta energia produz uma fina e uniforme distribuição de óxidos em superligas à base de níquel, o que não pode ser feito por outro método mais convencional em metalurgia do pó.

O autor, segundo comenta em artigo de 1990 (BENJAMIN, J. S., 1990), iniciou a utilização de moinho de bolas para revestir partículas de óxidos com metais em sistemas em que isto não podia ser feito por processos químicos devido à reatividade. Óxido de zircônio foi revestido com alumínio em um destes experimentos. Estes primeiros experimentos abriram caminho para o que mais tarde passou a ser conhecida como a técnica de moagem de alta energia, cuja denominação original proposta por Benjamin e atualmente utilizada pela literatura técnica em inglês é *Mechanical Alloying*.

A primeira produção comercial de um material obtido por moagem de alta energia aconteceu nos princípios dos anos 70 com a introdução da liga INCONEL MA754, uma liga de 80% de níquel e 20% de cromo endurecida por dispersão de óxido de ítrio (BENJAMIN, J. S., 1988).

O princípio básico da moagem de alta energia consiste em sucessivos processos de deformação, soldagem e fratura que acontecem sempre que um determinado número de partículas de pó se situam entre duas bolas durante uma colisão, conforme ilustra a Figura III.2.

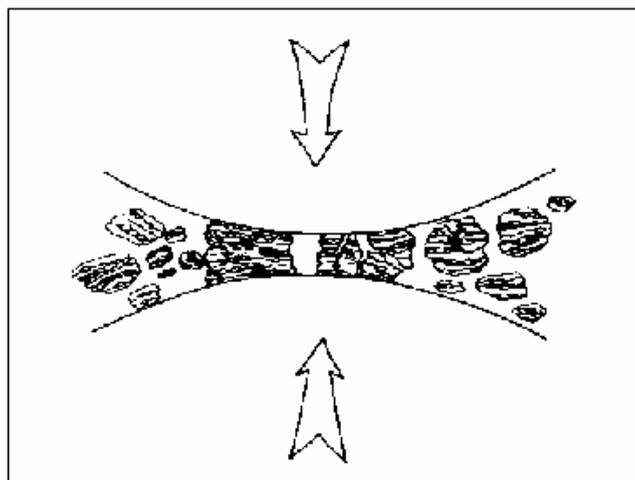


Figura III.2: Colisão entre duas bolas atuando sobre o material particulado durante o processo de moagem de alta energia (KOCH, C. C., 1991).

Este processo depende fundamentalmente do comportamento mecânico das partículas dos pós envolvidas. A seguinte classificação é bastante útil (KOCH, C. C., 1991):

- Moagem de alta energia com componentes dúcteis;
- Moagem de alta energia com componentes dúctil - frágil;
- Moagem de alta energia com componentes frágeis.

1.2.1. Moagem de alta energia com componentes dúcteis

BENJAMIN, J. S. e VOLIN, T. E. (1974) apresentam e discutem os fenômenos envolvidos no processo de moagem de alta energia em um sistema de componentes dúcteis, em que

utilizaram uma mistura de pós de ferro e de cromo. Os autores discutem o processo em termos da competição entre soldagem a frio e fratura e o dividem em cinco etapas, conforme ilustração de ALKIN, B. J. M., 1993, apresentada na Figura III.3. Entretanto, deve sempre ser levada em consideração a natureza estatística do processo, em que cada partícula individual passa por seu próprio histórico de processo.

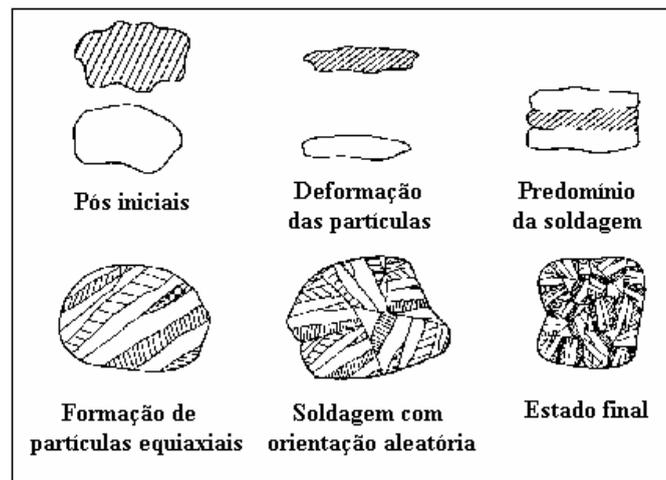


Figura III.3: Etapas do processo de moagem de alta energia em um sistema de componentes dúctil - dúctil (AIKIN, B. J. M., COURTNEY, T. H., 1993).

Inicialmente, predominam fenômenos de micro-forja, quando as partículas são deformadas, assumindo uma morfologia basicamente laminar. Em uma segunda etapa passa a predominar o fenômeno de soldagem, quando as partículas com forma de lâminas se soldam umas às outras e passam a constituir partículas maiores. Com o aumento do tempo de processo, a distância entre as camadas soldadas diminui por efeito da deformação, e a estrutura se torna cada vez mais refinada. Nesta etapa começa a haver ligação a nível atômico entre as camadas, estimulada pela maior taxa de difusão causada pelo aquecimento introduzido pela moagem, pela menor distância entre os materiais e pelo maior número de defeitos de rede causado pela alta taxa de deformação. Em uma terceira etapa, quando as partículas já estão suficientemente endurecidas, passa a predominar os fenômenos de fratura, e as partículas passam a apresentar novamente uma morfologia mais equiaxial. Em uma quarta etapa, começa a formar-se partículas com linhas de soldagem com orientação aleatória. Eventualmente, o espaçamento interlaminar se torna tão pequeno que já não é mais possível identificar com precisão diferentes lâminas na microestrutura. Com a continuação

do processo, os componentes passam a apresentar solução sólida completa e uma nova liga é formada, conforme BENJAMIN, J. S. (1976) demonstrou para o sistema níquel / cromo. A etapa final é alcançada quando os fenômenos de soldagem e fratura se compensam, levando à formação de um pó com tamanho de partícula estável, embora continue ocorrendo o refino microestrutural.

1.2.2. Moagem de alta energia com componentes dúctil-frágil

A evolução microestrutural durante o processo de moagem de alta energia em um sistema com um componente dúctil e outro componente frágil também está descrita na literatura (BENJAMIN, J. S., 1970; BENJAMIN, J. S. e VOLIN, T. E., 1974; BENJAMIN, J. S., 1976; KOCH, C. C., 1991). Durante o início da mistura, o componente dúctil se deforma e o componente frágil se fragmenta. Em seguida, durante a etapa de predomínio da soldagem, as partículas frágeis são aprisionadas nos contornos das partículas dúcteis, produzindo um pó compósito. A medida em que mais partículas se unem por meio da soldagem, se produzem partículas com morfologia equiaxial, com linhas de soldagem relativamente orientadas. Com a seqüência do processo, estas partículas de compósito irão se fraturar e formar partículas com orientação aleatória das linhas de soldagem. Dependendo da solubilidade da fase frágil na matriz dúctil, podem acontecer dois fenômenos distintos. Caso a fase frágil seja insolúvel na matriz dúctil, com a continuação do progresso se formará uma fina dispersão das partículas frágeis na matriz dúctil. Caso a fase frágil seja solúvel na matriz dúctil, se formará uma solução sólida e a fase frágil não mais poderá ser identificada por microscopia ou por difração de raios X. A Figura III.4 esquematiza o processo de moagem de alta energia com um componente dúctil e outro componente frágil.

1.2.3. Moagem de alta energia com componentes frágeis

Cabe, em primeiro lugar, mencionar que o processo de moagem de alta energia teve um desenvolvimento distinto dentro da área dos materiais cerâmicos, na qual é mais conhecido por síntese mecânica.

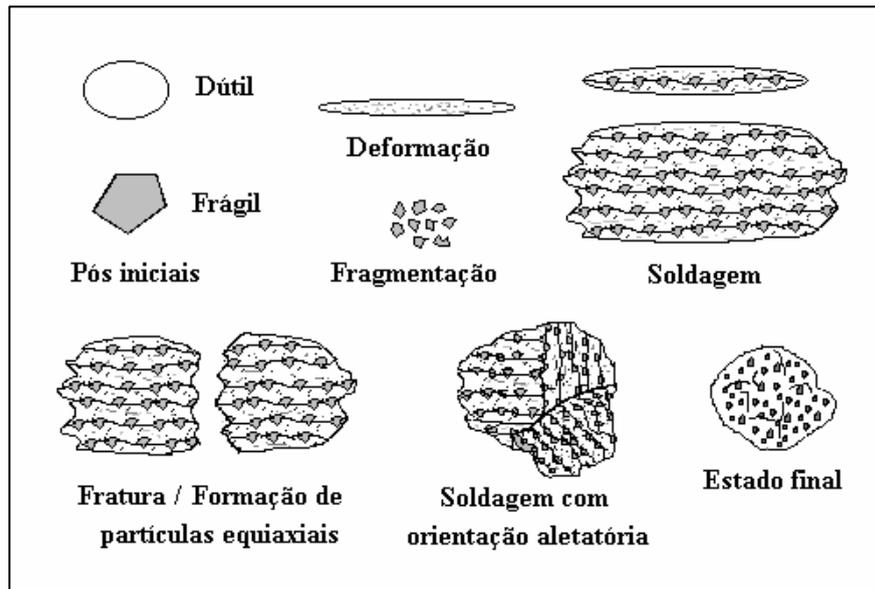


Figura III.4: Etapas do processo de moagem de alta energia em um sistema de componentes dúctil - frágil.

Quando se realiza a moagem em um sistema com dois componentes frágeis, predomina o fenômeno de fratura. Os pós sofrem diminuição de tamanho até um limite chamado de limite de cominuição, a partir do qual não mais sofrem redução de dimensões, o que possivelmente ocorre pelo fato de que as partículas, ao serem tão pequenas, apenas se deformam com o choque e não se fraturam, ou porque as partículas tendam a se aglomerar com o aumento da energia superficial, ou ainda, devido à mudanças estruturais nas suas camadas superficiais (KOCH, C. C., 1991). Em alguns estudos se observa a ligação em nível atômico em sistemas frágeis. Como resultado, dependendo das características dos pós, pode-se formar uma solução sólida de um componente em outro ou compostos intermetálicos (DAVIS, R. M., KOCH, C. C., 1987; LEE, D. e co-autores, 1988). Possíveis mecanismos que podem levar à ligação em nível atômico em sistemas com componentes frágeis são a deformação plástica que pode ocorrer favorecida pelo aumento localizado da temperatura, mecanismos de desgaste por atrito e difusão, favorecida pela menor distância entre os componentes e maior quantidade de defeitos presentes em um material submetido à moagem de alta energia.

1.2.4. Agente controlador de processo

Como já foi dito, o processo de moagem de alta energia geralmente parte de um sistema com ao menos um componente dúctil e, além disso, o processo só é possível quando os fenômenos de soldagem a frio e fratura alcançam o equilíbrio. Quando ao menos um dos componentes do sistema apresenta uma excessiva tendência à soldagem, este equilíbrio não é alcançado. Assim, para materiais como, por exemplo, as ligas de alumínio, que apresentam uma alta ductilidade e excessiva tendência à soldagem, torna-se necessário o uso de artifícios para controlar o processo, isto é, para evitar que todo o material se solde às paredes e às bolas do moinho e assim propiciar a etapa de equilíbrio entre soldagem e fratura. Até o momento duas técnicas podem ser utilizadas para a busca deste equilíbrio:

- a modificação do comportamento mecânico das partículas dúcteis através da moagem em baixas temperaturas, o que consiste na moagem criogênica;
- o emprego de um material extra que reduza a energia superficial das partículas e, dessa forma, evite a excessiva soldagem durante o processo.

Os agentes superficiais utilizados para evitar a excessiva tendência à soldagem durante a moagem de alta energia são conhecidos com agentes controladores de processo ou PCA (*Process Control Agent*). Os PCA mais utilizados são compostos orgânicos, como ácido estearático (HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B., 1993), estearato de zinco, estearato de alumínio, pó de parafina ou microcera, metanol (LEE, J., e co-autores, 1995), etanol (HASEGAWA, T. e co-autores, 1988), etc., ou ainda, grafite.

No entanto, a contaminação causada pela presença do PCA pode influir significativamente nas características finais do pó obtido por moagem de alta energia. Como geralmente o PCA é constituído de carbono, e como este tende a reagir formando carbonetos, estes produzem um efeito de endurecimento no compósito por sua dispersão na matriz metálica. No caso do alumínio, a presença de pó de parafina como PCA origina a fase Al_4C_3 (GILMAN, P. S. e NIX, W. D., 1981), enquanto o uso de etanol produz tanto Al_4C_3 como Al_2O_3 (HASEGAWA e co-autores, 1988).

A quantidade de PCA empregada influi na forma, tamanho e distribuição de tamanhos das partículas obtidas após a moagem de alta energia. HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B. (1993) obtiveram partículas mais equiaxiais e com distribuição de tamanhos mais estreita com a utilização de grafite como PCA que com a utilização de ácido estearático, na produção do compósito de matriz de AA6061 reforçado com partículas de SiC. Caso a porcentagem de PCA seja inferior a um valor crítico, o fenômeno de soldagem é preponderante, resultando no aumento do tamanho médio das partículas (LU e co-autores, 1995); caso a porcentagem de PCA seja superior ao valor crítico, predomina o fenômeno de fratura, resultando na diminuição do tamanho médio das partículas. LU, L. e LAI, M. (1998) determinam como valores críticos 1 e 2% de PCA sobre a peso total da mistura. Abaixo de 1% predomina o fenômeno da soldagem e acima de 2% o fenômeno da fratura. Entre 1 e 2% se encontram, portanto, os valores ótimos.

1.2.5. Atmosfera de moagem

A atmosfera na qual se realiza a moagem de alta energia tem um papel importante no próprio processo e nas características finais do produto. O uso de atmosfera inerte previne a formação de óxidos nas novas superfícies formadas após a fratura de uma partícula. Uma superfície limpa, ou não oxidada, apresenta maior reatividade; assim o uso de atmosfera inerte facilita o processo de soldagem, resultando em partículas maiores. Já o uso de uma atmosfera oxidante inibe o processo de soldagem e favorece o processo de fratura, pois a camada de óxido formada nas novas superfícies se quebra e se dispersa pela matriz, endurecendo-a e facilitando assim o processo da fratura. (HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B., 1993).

A contaminação proveniente da atmosfera influi nas características finais do pó obtido. As ligas de alumínio produzidas por moagem de alta energia, por exemplo, apresentam uma fina distribuição de Al_2O_3 pela matriz, cuja quantidade depende da atmosfera utilizada no processo, já que este óxido pode ser proveniente somente da camada de óxidos sobre as partículas do pó de origem, no caso de moagem de alta energia em atmosfera inerte, ou proveniente também da oxidação durante o processo em ar, o que resultará em uma maior quantidade de óxidos dispersos pela matriz.

Deve ser ressaltado que nem todos os equipamentos utilizados para a moagem de alta energia possibilitam o controle de atmosfera; quando isto é possível, o argônio é o gás preferencialmente utilizado.

1.2.6. Razão bolas/carga

A razão bolas/carga se obtém dividindo-se o peso das bolas pelo peso do pó utilizados na moagem. Este é um parâmetro de extrema importância dentro do processo de moagem de alta energia, pois está diretamente relacionado com a quantidade de energia. Basicamente, aumentando-se a razão bolas/carga aumenta-se a quantidade de energia na moagem. Isto se deve a que o número de colisões por unidade de tempo aumenta com o aumento do número de bolas e a energia em cada impacto aumenta com o aumento do peso das bolas. Com o aumento da frequência de colisões e da energia envolvida em cada colisão, ocorre um aumento de temperatura na moagem, o que acelera o processo de difusão. NIU, referenciado por LU, L. e LAI, M., (1998), observou que a microdureza do pó crescia com o aumento na razão bolas/carga, em estudos realizados em um moinho tipo planetário. COOK, T. M. e COURTNEY, T. H. (1995), estudando o efeito de combinar dois tamanhos diferentes de bolas em um atritor, conclui que com a utilização de bolas de tamanhos diferentes se obtém maior deformação por unidade de tempo de moagem, maior taxa de soldagem das partículas durante a etapa com predomínio da soldagem e também aumenta a taxa de fratura das partículas durante a etapa com predomínio da fratura. Porém, na prática é comum o uso de um único tamanho de bolas.

1.2.7. Contaminação

A contaminação é uma característica do processo de moagem de alta energia. As principais causas são o meio de moagem, a atmosfera de moagem e o agente controlador de processo. Como visto nos itens 1.2.4 e 1.2.5, tanto a contaminação causada pela atmosfera quanto a causada pelo PCA podem ser positivas para o desenvolvimento das propriedades superiores dos materiais obtidos por moagem de alta energia. Caso seja necessário, a contaminação causada pela atmosfera pode ser evitada pela moagem em atmosfera inerte ou vácuo. A contaminação causada pelo meio de moagem é inevitável e depende do tempo de moagem e também do tempo passado desde a última limpeza realizada no moinho. Como o material submetido à moagem promove um

revestimento das paredes e bolas do moinho, não é recomendada a limpeza constante do equipamento; menor será a contaminação de um dado material quanto mais distante estiver a última limpeza do equipamento.

Já a contaminação causada pelo agente controlador de processo resulta, como já vimos, na formação de compostos com carbono e, para materiais como o alumínio, esta fonte de contaminação também é inevitável.

1.2.8. Tipos de equipamento

A moagem de materiais é muito utilizada na indústria para processar minerais, pós cerâmicos, etc. Entre os objetivos básicos da moagem se incluem a redução do tamanho, mistura e modificação morfológica de partículas. O equipamento típico para esta operação é o moinho de bolas horizontal, amplamente empregados na indústria cerâmica, que consiste em um vaso cilíndrico horizontal que gira sobre seu eixo principal, com bolas em seu interior, conforme ilustra a Figura III.1. Com a rotação do vaso, se impõe um movimento às bolas, e quando estas caem e se chocam, aplicam uma determinada quantidade de energia ao material em pó. Os materiais empregados nos moinhos como bolas geralmente são cerâmicos (Al_2O_3 , SiO_2 , ZrB_2), aços inoxidáveis Cr-Ni, ou ainda carboneto de tungstênio (LU, L. e LAI, M., 1998).

Os moinhos de bolas podem ser classificados como moinhos de baixa energia e moinhos de alta energia. O emprego do termo “alta energia” se utiliza não somente para diferenciar estes moinhos dos moinhos convencionalmente utilizados para a simples mistura ou diminuição do tamanho de partículas, mas também para estabelecer a idéia de que somente se alcança os objetivos deste processo dentro de um intervalo de tempo razoável com a introdução de alta energia durante a moagem. Esta energia depende de vários fatores, como o tipo de moinho e seu mecanismo específico de moagem, o tamanho, a distribuição de tamanhos, a densidade e a velocidade das bolas.

Como a energia cinética das bolas é proporcional à sua massa, bolas feitas com materiais mais densos como aço inoxidável são preferíveis às bolas feitas de materiais cerâmicos. Deve-se buscar uma quantidade de bolas ideal levando-se em consideração as características geométricas

do moinho. Uma excessiva quantidade de bolas em um moinho diminui a quantidade de energia na moagem, pois diminui o caminho médio percorrido por uma bola antes de um impacto, diminuindo assim sua energia cinética e conseqüentemente a energia no impacto, enquanto uma baixa quantidade de bolas também diminui a quantidade de energia, pois diminui a freqüência de choques.

O moinho de bolas horizontal pode ser utilizado como um moinho de alta energia. Para tanto a velocidade de rotação deve ser ajustada abaixo da velocidade crítica que mantém as bolas junto à parede do moinho, fazendo com que as bolas caiam quando atingem a máxima altura dentro do moinho. Deve-se preferencialmente utilizar bolas de material com a maior densidade possível, como por exemplo aço inoxidável, e ainda deve-se trabalhar com vasos de diâmetro interno de pelo menos 1 metro, para que as bolas adquiram suficiente energia na queda. Devido a esta limitação, o moinho de bolas horizontal não é o mais adequado para trabalhos em laboratório. Assim, a energia aplicada ao material durante a moagem em um moinho de bolas horizontal é função da quantidade de movimento das bolas ao se chocarem (função da altura de queda e da massa da bola), da freqüência de choques por unidade de tempo (função do número de bolas), e da relação carga/bolas.

Um moinho de bolas pode incorporar dispositivo magnético para elevar, por atração magnética, a posição das bolas dentro do moinho, antes que estas caiam, o que confere maior quantidade de energia de impacto. Dependendo ainda da posição dos imãs, pode-se controlar também o modo de energia atuante, ou seja, por impacto ou por fricção. A colocação dos imãs em posições mais baixas faz com que as bolas se mantenham na parte inferior do moinho, prevalecendo o modo de fricção, enquanto a colocação dos imãs em partes superiores, faz com que as bolas sigam junto à parede e caiam de uma posição mais alta, prevalecendo o modo de impacto.

Os moinhos de alta energia mais utilizados são do tipo planetário e do tipo atritor. Estes tipos de moinhos permitem o trabalho com pequenas quantidades de pó, o que torna interessante seu emprego em escala laboratorial.

O moinho tipo planetário consiste em um vaso que gira sobre seu eixo, posicionado sobre um suporte que gira na direção oposta ao vaso. Estes movimentos fazem com que as bolas em seu interior se choquem contra a parede do vaso com altas velocidade e frequência, fornecendo energia suficiente para o processo de moagem de alta energia. Neste tipo de moinho, a energia aplicada ao material durante a moagem é função principalmente das velocidades de rotação do suporte e do vaso. A Figura III.5 mostra um esquema deste tipo de moinho.

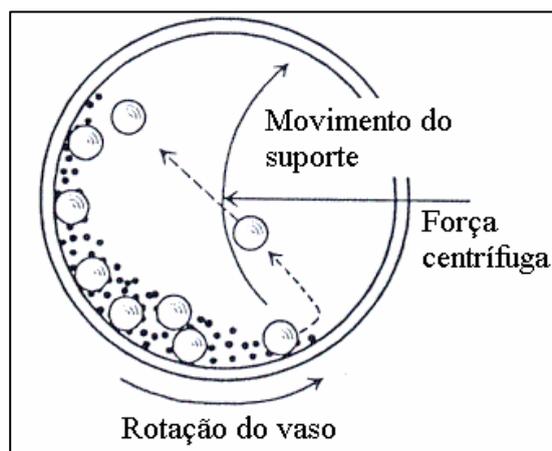


Figura III.5: Esquema de um moinho de bolas tipo planetário (Lu e Lau, 1998).

Em moinhos tipo atritor as bolas são impulsionadas por pás giratórias. Assim, o choque entre a pá propulsora e as bolas e o movimento relativo das bolas confere uma grande quantidade de energia ao pó. Neste tipo de moinho, torna-se necessário um balanço entre a necessidade de aumentar o tamanho das bolas para aumentar a energia no impacto e de diminuir o tamanho das bolas, para aumentar a frequência de contato entre elas e aumentar a energia da moagem. Os moinhos tipo atritor podem ser verticais, como mostra a Figura III.6, ou horizontais, como mostra a Figura III.7, exemplo de um moinho desenvolvido pela empresa Zoz mbH, Alemanha (ZOZ, H., 1995), o qual permite o controle da atmosfera e pode ainda aceitar sistemas de aquecimento ou refrigeração do meio de moagem.

Outro tipo de moinho de alta energia empregado geralmente para pequenas quantidades de pó é o moinho tipo vibratório, também conhecido como SPEX[®]. Consiste de um vaso contendo o pó e as bolas, o qual é agitado nas três direções mutuamente perpendiculares e com alta velocidade.

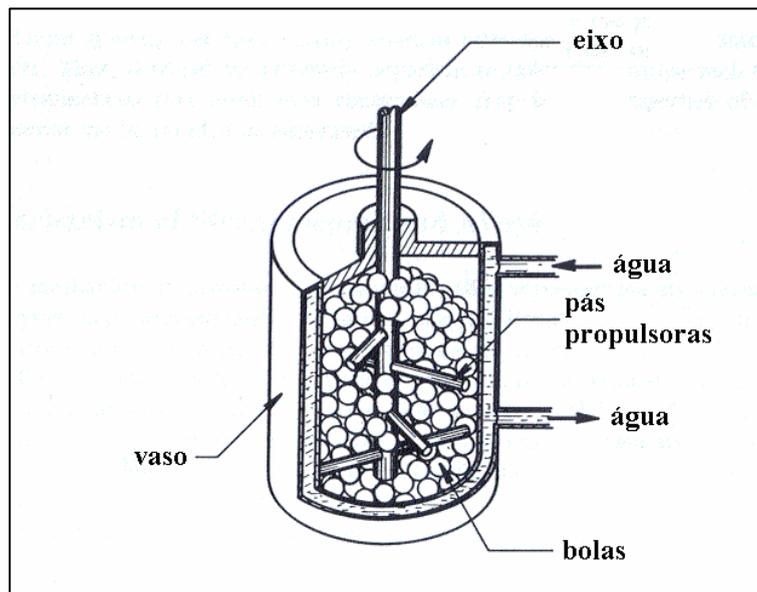


Figura III.6: Esquema de um moinho de bolas tipo atritor vertical (BOSE, 1995).

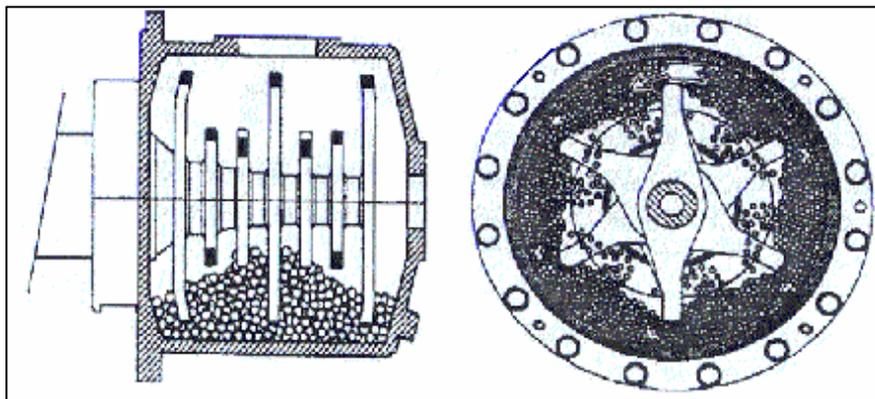


Figura III.7: Esquema de um moinho de bolas tipo atritor horizontal (ZOZ, H., 1995).

1.3. Aplicações da moagem de alta energia

1.3.1. Ligas endurecida por dispersão de óxidos

O processo de moagem de alta energia foi inicialmente desenvolvido para a produção de superligas à base de níquel endurecidas por dispersão de óxidos (ODS – *oxide dispersion strengthened*) (BENJAMIN, J. S., 1970). Como já mencionado, a primeira liga comercializada produzida por moagem de alta energia foi a liga MA 754 (Ni-0.8Cr endurecida por dispersão de

1% vol. Y_2O_3) (BENJAMIN, J. S., 1988). Pós elementares de níquel, cromo e óxido de ítrio são moídos até a formação da liga com uma homogênea distribuição das partículas de óxido de ítrio pela matriz.

Outras ligas foram posteriormente desenvolvidas utilizando-se o processo de moagem de alta energia, como por exemplo, a liga à base de ferro INCOLOY MA 956, com aproximadamente 20% em cromo, 4,5% em alumínio, 0,5% em titânio e 0,5% em óxido de ítrio, que pode ser utilizada acima de 1300 °C, em atmosfera corrosiva, é deformável a frio e pode ser soldada por várias técnicas (KOCH, C. C., 1991; BOSE, A., 1995). Um aspecto interessante desta liga é a possibilidade de ser laminada a frio até 90% de redução na espessura sem a necessidade de tratamentos de recozimento intermediários. ASABE, K., NAKANISHI, M. e TANOUE, S. (1991) produzem, por moagem de alta energia, aços ferríticos com 11% Cr endurecidos por dispersão de óxido de ítrio (Y_2O_3) e observam que a adição de titânio, ao produzir um óxido complexo de ítrio/titânio, pode reduzir ainda mais o tamanho dos óxidos e assim otimizar o efeito de endurecimento por dispersão.

No caso do alumínio e suas ligas, o processo de endurecimento por dispersão de óxidos assume grande importância devido ao fato de que este metal pode ser endurecido pela dispersão de seu próprio óxido. São denominados por SAP (*Sintered Aluminum Products*) as ligas de alumínio endurecidas por uma fina dispersão de Al_2O_3 , que atualmente se obtém a partir da moagem de pó de alumínio puro com atmosfera controlada de oxigênio (WEBER, J. H., SHELLING, R. D., 1988). São denominados DISPAL (*Dispersion Strengthened Aluminum*) as ligas de alumínio obtidas por moagem reativa, em que se obtém o endurecimento basicamente através da dispersão de Al_4C_3 , produto formado pela reação do carbono com o alumínio durante a moagem.

1.3.2. Intermetálicos

Os compostos intermetálicos tiveram seu desenvolvimento renovado quando se observou, no final dos anos 70, que a introdução de apenas 0,08 % de boro na estrutura do Ni_3Al aumentava sua ductilidade à temperatura ambiente de praticamente 0 para 50 % de deformação, o que abriu caminho para a superação de sua principal limitação, a sua fragilidade (BOSE, A., 1995). Estes

materiais apresentam características interessantes para a indústria aeronáutica, como elevadas resistência mecânica, à corrosão e à fluência.

Além da tradicional técnica de fabricação por fusão e solidificação, os intermetálicos podem ser produzidos a partir da mistura e moagem de pós elementares em moinho de alta energia, seguidas de tratamento térmico. Como a moagem de alta energia é um processo no estado sólido, problemas típicos na fabricação de intermetálicos por fusão e solidificação, como imiscibilidade de líquidos ou grandes diferenças entre pontos de fusão dos elementos constituintes, não ocorrem neste processo. Outra vantagem deste processo para a produção de compostos intermetálicos é a possibilidade do refino microestrutural até níveis nanométricos, o que lhes confere alta plasticidade (FROES, F. H. e co-autores, 1995).

COSTA, C. E. (1998) obtém Ni_3Al e Fe_3Al a partir da mistura de pós de alumínio e níquel e alumínio e ferro, respectivamente, em atritor. O autor observou que se produz uma amorfização dos pós de partida com o tempo de moagem de alta energia, confirmada em análises de raios-X; no caso de Ni_3Al , após 6 horas de moagem e, no caso de Fe_3Al , após 14 horas de moagem. Em seguida, os pós são submetidos a tratamento térmico; o pó de Ni_3Al amorfo sofre uma ordenação atômica em temperaturas próximas a 380 °C, enquanto o pó de Fe_3Al amorfo sofre uma ordenação atômica em temperaturas próximas a 300 °C.

Outros intermetálicos também foram obtidos via moagem de alta energia como $NiAl$ (ECKERT, J. e BÖRNER, I., 1995), $Cu_{67}Al_{33}$ (LIMA, J. C. e co-autores, 1999), $TiAl$, Ti_3Al , Al_3Ti , Mg_2Si (LU, L. e LAI, M., 1998).

1.3.3. Cerâmicos

Vários materiais cerâmicos foram sintetizados pela técnica de moagem de alta energia, entre os quais estão carboneto de silício, carboneto de titânio, nitreto de silício, nitreto de boro, nitreto de vanádio e diboreto de titânio (LU, L. e LAI, M., 1998). A formação destes materiais a partir da mistura de pós dos elementos constituintes puros e submetidos à moagem de alta energia é acompanhada de uma reação exotérmica, capaz de sustentar a continuidade da formação, motivo pelo qual o processo é também conhecido por síntese autopropagante em alta

temperatura. Entretanto, deve ser ressaltado que a moagem de alta energia é um processo a temperatura ambiente, embora haja um incremento localizado de temperatura durante a colisão bola-partícula-bola. Porém, neste caso, o aumento de temperatura é devido à entalpia de formação dos compostos cerâmicos.

1.3.4. Amorfização e materiais nanocristalinos

A amorfização de fases metálicas tem sido objeto de grande interesse desde sua produção inicial através de solidificação ultra-rápida e deposição de vapor sobre substratos frios. A amorfização em estado sólido ganhou impulso depois que Schwarz e Johnson obtiveram a liga lantânio-ouro no estado amorfo por difusão entre filmes finos alternados dos dois elementos e Koch obteve a liga níquel-nióbio por moagem de alta energia (KOCH, C. C., 1991).

Estruturas nanocristalinas podem ser obtidas por moagem de alta energia. Com a moagem, se introduz uma alta quantidade de defeitos e discordâncias, cujo limite é a total amorfização da estrutura. A partir destas estruturas altamente deformadas, por tratamento térmico se pode formar fases cristalinas com dimensões da ordem de nanômetros.

Alguns trabalhos comparam a moagem de alta energia com outras técnicas de amorfização. LEE, D. e co-autores (1988) comparam a moagem de alta energia com a têmpera ultra rápida, que consiste em projetar a liga fundida sobre uma roda refrigerada com hidrogênio líquido e girando a grande velocidade, e com a irradiação de prótons, para ligas do sistema cobre/zircônio. Concluem que os três métodos são igualmente satisfatórios para a amorfização de ligas. GARCIA-ESCORIAL, A., CARDOSO, K. R. e AUDEBERT, F. E. (1998) apresentam ligas de alumínio amorfas e nanocristalinas obtidas por têmpera ultra rápida e por moagem de alta energia, concluindo também que os dois métodos são igualmente satisfatórios para a amorfização das ligas estudadas. Com tratamento térmico controlado, estas ligas amorfas dão lugar a um composto com cristais nanocristalinos dentro de uma matriz amorfa.

TIAN, H. H. e ATZMON, M. (1999) pesquisam o efeito da moagem de alta energia sobre ferro puro; observam a diminuição do tamanho de grão com o tempo de moagem até uma dimensão de equilíbrio, que ocorre quando o refinamento e o crescimento de grãos se equilibram.

1.3.5. Ligas supersaturadas

A moagem de alta energia possibilita a obtenção de ligas com uma quantidade de elementos em solução sólida muito superior ao previsto pelo diagrama de equilíbrio. Esta extensão do limite de solubilidade é superior até mesmo ao alcançado por processo de têmpera ultra-rápido, como descreve FROES, F. H. e co-autores (1995). A tabela III.1 apresenta valores de limite de solubilidade de alguns elementos, dependendo do processo empregado, segundo FROES, F. H. e co-autores (1995).

Tabela III.1: Valores de limite de solubilidade entre elementos para diferentes processos (FROES, F. H. e co-autores, 1995).

Solvente	Soluto	Equilíbrio a temp. ambiente	Solidificação ultra-rápida	Moagem de alta energia
Al	Fe	0,025	4,3	4,5
Al	Mg	18,9	40	23
Al	Nb	0,065	2,4	25-30
Al	Zr	0,083	1,5	9,1
Ag	Ni	0	-	3,8
Mg	Ti	0	-	4,2
Nb	Al	<6	25	60
Ni	Ag	0	-	9,0
Ti	Al	<11	-	>33

Observação: Os valores de solubilidade estão expressos em porcentagem atômica.

Assim, consegue produzir-se, por moagem de alta energia, ligas super-saturadas em níveis proibitivos para fundição.

Um outro exemplo é o sistema titânio-magnésio, que não pode ser obtido por fundição porque o magnésio entra em ebulição abaixo da temperatura de fusão do titânio. Através da moagem de alta energia, é possível introduzir até 40 % em peso de magnésio em solução sólida

em titânio (WARD-CLOSE, C. M., FROES, F. H. e CHO, S. S., 1997). O sistema Cr-Si é citado por NEWIRK, J. W. (1997), o qual, através da moagem de alta energia, tem seu limite de solubilidade aumentado de 3,92 % para mais de 18 % de Si no Cr.

1.3.6. Ligas de alumínio produzidas por moagem de alta energia

Como mencionado, a moagem de alta energia foi desenvolvida inicialmente para a obtenção de ligas contendo dispersão de óxidos. Nos primeiros trabalhos com Al se obteve alumínio não ligado com dispersão de Al_4C_3 e Al_2O_3 , em que o carbono é geralmente adicionado em forma de microcera ou grafite.

Como já mencionado, são denominadas DISPAL (*Dispersion Strengthened Aluminum*) as ligas de alumínio obtidas por moagem reativa, o qual se trata de processo de moagem de alta energia em que a fase endurecedora é formada por reação entre o aditivo (C, por exemplo) e o alumínio. BESTERCI e co-autores (1989, 1992, 1994, 1998) produzem, por moagem de alta energia seguida de tratamento térmico a partir da mistura de pós de alumínio e grafite, ligas de alumínio endurecidas pela dispersão de Al_4C_3 .

Atualmente já estão disponíveis comercialmente várias ligas de alumínio produzidas por moagem de alta energia. A empresa *Inco Light Alloys* produz, por exemplo, as ligas Al-9052 (Al-Mg), Al-905XL (Al-Mg-Li), que inicialmente foram denominadas de IN-9052 e IN-905XL (LAST, H. R. e GARRETT Jr, R. K., 1996), IN-9152 (similar à liga AA5083) e IN 9021 (similar à AA2024) (SCHELLENG, R. D. e DONACHIE, S. J., 1983; SCHELLENG, R. D. e co-autores, 1984).

BENJAMIN, J. S. e SCHELLENG, R. D. (1981) produzem a liga de alumínio com 4 % de magnésio em solução sólida, que apresenta resistência mecânica superior a 550 MPa, e excelente resistência à corrosão.

XIAOPING, N. e co-autores (1992) produzem ligas de Al-Fe por moagem de alta energia e por uma variante deste processo, denominada pelos autores de dupla moagem de alta energia. Após a primeira moagem, uma liga de Al com finas partículas de Fe distribuídas pela matriz é

obtida; com tratamento térmico a 550 °C, precipitam partículas de intermetálico Al_3Fe_4 pela matriz de Al. É realizada uma segunda moagem, em que estes precipitados são refinados para tamanhos submicrométricos. Os pós obtidos são então prensados a frio, encapsulados e desgaseificados, e extrudados a quente. Os autores apresentam valores de resistência à fratura acima de 400 MPa, para a liga produzida por simples moagem de alta energia, e acima de 500 MPa, para a liga produzida por dupla moagem de alta energia. FROYEN, L. e co-autores (1995) estendem este trabalho para ligas de Al-Fe-Mg, chegando a valores de até 600 MPa para a liga obtida por dupla moagem de alta energia.

COSTA, C. E. e co-autores (1996) produzem por moagem de alta energia a liga MA2014, similar à liga AA2014. O processo de densificação inclui compactação a frio seguida de extrusão a quente, sem encapsulamento e desgaseificação. Amostras tratadas termicamente (T6) apresentaram valores de limite de resistência à tração acima de 620 MPa.

CÉZAR, J. L. e DUSZCZYK, J. (1999) produzem a liga Al-12%Si-5%Fe por moagem de alta energia a partir da mistura de pós elementares em moinho tipo atritor e observa que o limite de escoamento é maior que a liga similar produzida por processo convencional e aumenta com o aumento do tempo de moagem.

1.3.7. Compósitos de matriz metálica produzidos por moagem de alta energia

A moagem de alta energia tem sido utilizada para a produção de compósitos de matriz metálica, dada a sua versatilidade. A seguir será feito um resumo dos últimos e mais relevantes trabalhos na área de pós e materiais compósitos produzidos por esta técnica.

TIWARI, A. N., GOPINATHAN, V. e RAMAKRISHNAN, P. (1991) misturam pós elementares da liga AA7010 com 5% de partículas de SiC (7 μ m) em atritor por 4, 8 e 12 horas. Os pós compósitos obtidos são desgaseificados em vácuo, compactados a frio e prensados a quente. O material obtido é então solubilizado a 500 °C por 1 hora, temperado em água e envelhecido a 250 °C por 12 horas. Os autores observam, através de análises de imagens, que inicialmente as partículas menores se aglomeram por soldagem a frio enquanto que as maiores se rompem possivelmente devido à fragmentação de suas arestas. Há um aumento inicial no

diâmetro médio das partículas para material tratado por 4 horas devido à predominância da deformação e da aglomeração por soldagem a frio sobre a fratura. Também apresentam as propriedades mecânicas (dureza, limite de resistência à tração à temperatura ambiente e a 300 °C). Os valores de dureza aumentam com o aumento da porcentagem de reforço, enquanto que os valores de resistência à tração aumentam com o aumento do teor de reforço até 10% e depois diminuem.

HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B. (1993) produzem pós compósitos com matriz da liga AA6061 reforçada com partículas de SiC através da moagem de alta energia. Obtém partículas de compósito com homogênea distribuição de reforço.

LU, L., LAI, M. O. e ZHANG, S. (1995) produzem a liga Al-4.5 % Cu reforçada com 15 % em volume de partículas de SiC. Partindo de partículas de SiC com tamanho de 50 μm , ao final do processo obtêm partículas de SiC com dimensão da ordem 3 μm dispersas pela matriz metálica. Os autores também observam uma esferoidização das partículas de reforço após a moagem.

LEE, J. e co-autores (1995) produzem compósito com matriz da liga AA2024 com 10% em peso de partículas de SiC por moagem de alta energia, seguido de compactação a frio, degaseificação e extrusão a quente. Os autores observam a redução do tamanho de partículas e o aumento da sua dureza, com o tempo de moagem.

BHADURI, A. e co-autores (1996, 1996 (2)), misturam em moinho de alta energia pós de Al, Zn, Mg e Cu, nas quantidades correspondentes à liga AA7010 e estudam o efeito da adição de 10 e 20 % em peso de partículas de SiC (13 μm) sobre o processo de moagem de alta energia. O autor conclui que a presença de partículas de SiC retarda o processo de moagem de alta energia, basicamente observando que o espaçamento interlaminar das partículas metálicas tende a diminuir mais rapidamente para o sistema sem SiC, e que a redução da altura e o alargamento dos picos relativos aos pós elementares inicialmente misturados, em ensaio de difratometria de Raios-X, indicativo da amorfização da estrutura, são sensivelmente mais efetivos no sistema sem SiC. Os autores explicam esta diferença pela necessidade de uma energia adicional para quebrar as partículas de SiC do sistema compósito, enquanto que no sistema sem SiC toda energia é

utilizada apenas para deformar as partículas metálicas e promover a solubilização dos elementos de liga na estrutura do alumínio.

COSTA, C. E. e co-autores (1996) apresentam compósitos com matriz da liga MA 2014, de mesma composição que a liga AA2014 porém obtida por moagem de alta energia, reforçados com Ni_3Al , também obtido por moagem de alta energia. O processo de fabricação inclui mistura convencional dos pós, compactação uniaxial a frio e extrusão a quente. Os materiais compósitos obtidos apresentam propriedades mecânicas bastante elevadas, principalmente devido à elevada resistência mecânica da matriz MA 2014, muito superior à da liga AA2014.

NOBLE, B., TROWSDALE, A. J. e HARRIS, S. J. (1997) estudam as reações interfaciais em compósitos de matriz de alumínio AA1050, reforçados com SiC, produzidos por duas rotas distintas: mistura convencional e moagem de alta energia dos pós, seguidas de encapsulamento, degaseificação em vácuo e prensagem isostática a quente. Os autores observam que o compósito obtido a partir do pó produzido por moagem de alta energia apresenta menor temperatura de reação interfacial, quando submetidos à aquecimento até 700 °C, devido à alta concentração de defeitos na matriz de alumínio, à ausência de filme de SiO_2 na superfície das partículas de SiC, e ao íntimo contato entre o alumínio e o SiC.

LU, L., LAI, M. O. e NG, C. W. (1998) obtém compósitos com matriz de $\text{Al-4,5\%}_{\text{peso}}\text{Cu-10\%}_{\text{vol}}\text{SiC}$ por moagem de alta energia. Os autores observam a redução da altura e o alargamento dos picos relativos aos pós elementares inicialmente misturados, em ensaios de difratometria de Raios-X. Através de ensaios de DSC (*Differential Scanning Calorimetry*), observam que o pico correspondente à temperatura de fusão do alumínio passa a ocorrer em temperaturas mais baixas com o aumento do tempo de moagem de alta energia, o que indica a solubilização do cobre na estrutura do alumínio devido à moagem. Para tempos mais longos de moagem, aparecem picos correspondentes à fusão de fases eutéticas, ausentes na mistura ainda não submetida à moagem, o que indica a formação da liga pelo processo de moagem de alta energia. Em análises microestruturais, observam a diminuição do tamanho e a melhor distribuição das partículas de reforço na matriz com aumento do tempo de moagem. Quanto às propriedades mecânicas, observam o aumento da limite de resistência à fratura e do limite elástico e a redução do alongamento do material compósito com o tempo de moagem.

SANKAR, R. e PARAMANAND SINGH (1998) misturam pós elementares na proporção da liga AA7075 com 15% de partículas de SiC (14 µm) em atritor, obtendo assim, pós compósitos por moagem de alta energia.

RUIZ-NAVAS, E. M. (1999), trabalhando com a liga MA 2014 e carbonetos como reforços e estudando o efeito do processo de mistura entre matriz e reforço, observa os melhores resultados quando todo o processo de moagem se faz com o reforço adicionado desde o início junto aos elementos da liga.

A Tabela III.2 resume os trabalhos mencionados.

Tabela III.2: Trabalhos relevantes em obtenção de pós e/ou materiais compósitos com matriz de alumínio por moagem de alta energia.

Ano	Autor(es)	Matriz	Reforço	Processo
1991	TIWARI, A. N., GOPINATHAN, V. e RAMAKRISHNAN,P.	AA7010	SiC	moagem por 4, 8 e 12h; compactação; desgaseificação; prensagem a quente.
1993	HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B.	AA6061	SiC	obtenção de pó compósito
1995	LU, L., LAI, M. O. e ZHANG, S.	Al – 4,5 % Cu	SiC	obtenção de pó compósito
1995	LEE, J. e co-autores	AA2024	SiC	moagem desde 0,5 até 30 horas; compactação; desgaseificação; extrusão; trat. térmico.
1996	BHADURI, A. e co- autores	AA7010	SiC	moagem; desgaseificação; compactação; prensagem a quente ou extrusão.

1996	COSTA, C. E. e co-autores	MA2014	Ni ₃ Al	moagem para obtenção da liga; moagem para obtenção do intermetálico; compactação; extrusão.
1997	NOBLE, B., TROWSDALE, A. J. e HARRIS, S. J.	AA1050	SiC	mistura convencional e moagem de alta energia; desgaseificação; prensagem isostática a quente; laminação.
1998	LU, L., LAI, M. O. e NG, C. W.	Al – 4,5% Cu	SiC	Moagem; compactação; sinterização; extrusão
1998	SANKAR, R. e PARAMANAND SINGH	AA7075	SiC	obtenção de pó compósito.
1999	RUIZ-NAVAS, E. M.	MA 2014	NbC VC TiC Mo ₂ C TC	moagem para o obtenção do pó compósito em uma única etapa.

2. Produção de Pós Compósitos

O trabalho investiga a produção de pós compósitos produzidos por moagem de alta energia de um pó dúctil, como matriz, e pós frágeis, como material de reforço.

2.1 Métodos experimentais

2.1.1. Matérias primas

a. Liga utilizada como matriz

Para a realização deste trabalho se utilizou a liga de alumínio AA6061 (fornecida pela empresa *Alpoco - The Aluminium Powder Co. Ltd.* (Inglaterra). Trata-se de uma liga muito empregada nos estudos dos materiais compósitos de matriz de alumínio e, apesar de não ser uma liga de alta resistência mecânica, sua boa extrudabilidade tornou-se uma vantagem decisiva tendo em vista o objetivo de utilizar a extrusão como processo final de consolidação dos materiais. Outra vantagem que esta liga apresenta é sua boa resistência contra a corrosão. Sua densidade teórica é de $2,7 \text{ g/cm}^3$ (ASM, 1992). A Tabela III.3 mostra a especificação de composição química da liga AA6061 fornecida pelo fabricante e a composição química do lote utilizado neste trabalho.

Tabela III.3: Composição química da liga AA6061 utilizada.

Elemento químico	Especificação (%)	Composição do lote (%)
Fe	0,2 máximo.	0,06
Si	0,4-0,8	0,69
Mg	0,8-1,2	0,96
Cu	0,15-0,40	0,19
Cr	0,04-0,35	0,24
Outros	< 0,3	< 0,3

Este material, fabricado pelo processo de atomização, possui morfologia predominantemente esférica, típica de pós obtidos por este processo, como pode ser observado pela Figura III.8. A Figura III.9 apresenta a microestrutura da partícula atomizada; pode-se observar uma fina estrutura dendrítica, resultante do processo de resfriamento rápido a que estas partículas são submetidas durante a atomização.

A Figura III.10 apresenta a curva de distribuição granulométrica obtida em um ensaio de difração LASER, conforme item 2.1.5.d; pode-se observar que o pó utilizado apresenta uma distribuição de tamanhos quase normal, com tamanho médio equivalente em torno a 33 μm e com uma assimetria resultante de uma maior presença das partículas com tamanhos menores que 10 μm .

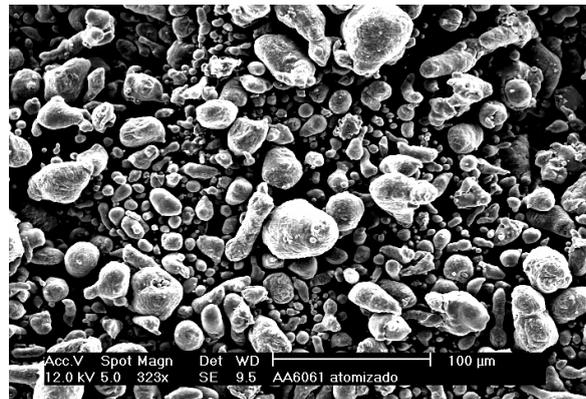


Figura III.8: Morfologia do pó da liga AA6061 obtido por atomização.

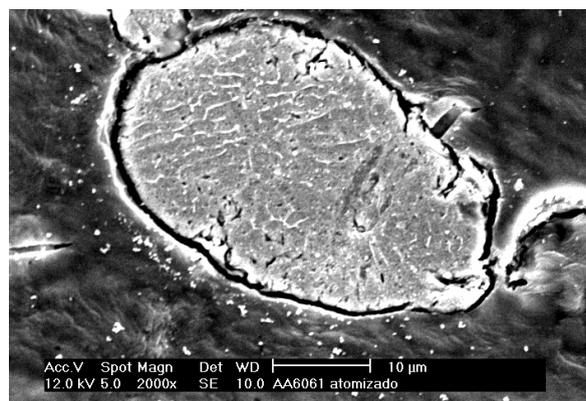


Figura III.9: Microestrutura da partícula de pó da liga AA6061 obtida por atomização.

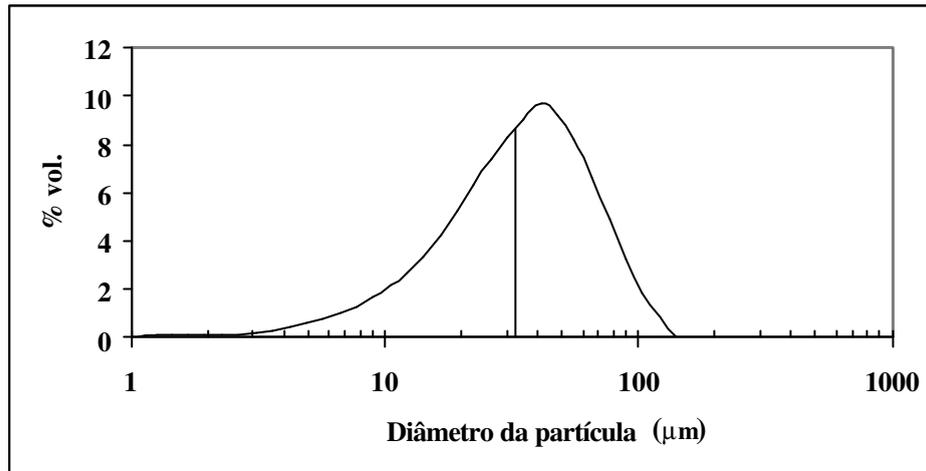


Figura III.10: Distribuição de tamanhos de partículas da liga AA6061 utilizada.

b. Materiais utilizados como reforços

Como reforços se utilizaram pós de nitreto de alumínio (AlN), nitreto de silício (Si_3N_4) e diboreto de zircônio (ZrB_2), fornecidos por *ART - Advanced Refractory Technologies, Inc.*, EUA. As Tabelas III.4, III.5 e III.6 apresentam as características básicas destes pós, fornecidas pelo fabricante.

Para melhor caracterização dos materiais utilizados como reforços e tendo em vista o processo de moagem de alta energia a ser utilizado para a mistura com a matriz de alumínio, buscou-se avaliar a tendência à fratura e à redução de tamanho das partículas destes três materiais quando submetidos isoladamente ao processo de moagem. Assim, comparou-se a morfologia e a distribuição de tamanhos destes materiais como fabricados e após uma hora de moagem sob as mesmas condições de moagem a serem utilizadas para a liga e os pós compósitos, conforme item 2.1.2.

Tabela III.4: Características do nitreto de silício (Si_3N_4).

Oxigênio (%)	Carbono (%)	Alumínio (ppm)	Ferro (ppm)	Area Superficial (m^2/g)	Tamanho Médio de Partícula (μm)	Densidade (g/cm^3)
0,9	0,12	391	47	2,2	8,6	3,44

Tabela III.5: Características do nitreto de alumínio (AlN).

Ferro (ppm)	Silício (ppm)	Outros Metais (ppm)	Carbono (%)	Tamanho Médio de Partícula (μm)	Densidade (g/cm^3)
230	7	98	< 0,1	8,0	3,26

Tabela III.6: Características do diboreto de zircônio (ZrB_2).

Zircônio (%)	Boro (%)	Outros Metais (%)	Carbono (%)	Oxigênio (%)	Tamanho Médio de Partícula (μm)	Densidade (g/cm^3)
77,8	19,0	< 1,0	0,2	0,9	7,9	6,09

c. Agente controlador de processo

Somente nos casos em que se realizou a mistura em moinho de alta energia, conforme será descrito no item a seguir, foi adicionado 1% sobre o peso da mistura de *Microwax "C"*, fabricado por *Hoechst* (Alemanha), como agente controlador de processo (PCA), que tem a finalidade de evitar a excessiva tendência de soldagem das partículas de alumínio durante o processo, conforme já mencionado.

2.1.2. Equipamentos utilizados

Para realizar a mistura dos pós de alumínio e dos diferentes reforços para a fabricação dos materiais compósitos, se utilizaram dois tipos de moinhos de bola: um moinho de bolas convencional, de baixa velocidade, classificado como de baixa energia e um moinho tipo excêntrico, classificado como de alta energia. Objetivou-se analisar a influência do tipo de mistura na estrutura do compósito.

O moinho de bolas convencional utilizado é um moinho horizontal, com 2,5 litros de volume interno. Como o processo de mistura convencional basicamente não altera as características dos materiais, unicamente se busca um tempo mínimo para que se produza uma mistura razoavelmente homogênea. Em ensaios preliminares, estabeleceu-se o tempo de 1,5 horas de mistura. Os seguintes parâmetros foram utilizados na mistura com o moinho de bolas convencional:

Relação bolas / carga em peso: 10 para 1.

Diâmetro das bolas: 20 mm.

Material das bolas: aço inoxidável AISI 420 temperado.

Velocidade: 150 rotações por minuto.

O moinho de alta energia utilizado é similar ao moinho tipo planetário, com a diferença de que apenas o suporte do vaso realiza movimento, enquanto o vaso está fixo sobre o suporte. Assim, o vaso com o material e as bolas realizam um movimento giratório excêntrico, motivo pelo qual este tipo de moinho pode ser chamado de moinho excêntrico. O moinho utilizado, apresentado na Figura III.11, é de fabricação *Fritshc Gmbh*, modelo “*Pulverisette 6*”, com vaso de 0,25 litros de volume interno. Os seguintes parâmetros foram utilizados para a mistura em moinho de alta energia:

Relação bolas carga em peso: 6 para 1.

Diâmetro das bolas: 20 mm.

Material das bolas: aço inoxidável AISI 420 temperado.

Material do vaso: aço inoxidável (18% Cr + 8% Ni).

Velocidade: 700 rotações por minuto.

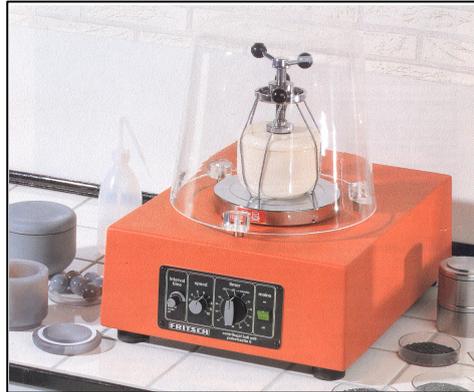


Figura III.11: Moinho de bolas de alta energia utilizado, tipo excêntrico.

2.1.3. Variáveis investigadas

As variáveis do processo de moagem de alta energia investigadas foram o tipo e a porcentagem de reforço empregados e o tempo de moagem. Quanto ao tipo de reforço, foram empregadas partículas frágeis com distintas resistência à fratura (AlN , Si_3N_4 e ZrB_2); as porcentagens empregadas foram 5 % em peso para Si_3N_4 e ZrB_2 e 5 e 15 % em peso para AlN ; e os tempos de moagem empregados foram, para cada sistema, os tempos necessários para que se observasse o processo de moagem de alta energia de forma completa, assim como as distintas etapas envolvidas.

Além disso, para referência, a liga AA6061 sem nenhum reforço foi também submetida à moagem de alta energia, nas mesmas condições das misturas de pós, acrescida de 1 % de agente controlador de processo.

A Tabela III.7 apresenta todas as condições de mistura ou moagem analisadas.

2.1.4. Procedimento experimental

Com a ajuda de uma balança de 0,005 gramas de precisão, pesou-se os pós da liga de alumínio, do reforço e, no caso da moagem de alta energia, do PCA. Para cada mistura no moinho de bolas convencional, foi possível processar 100 gramas de material por vez. No caso da moagem de alta energia, devido ao menor tamanho do moinho utilizado, apenas se pode

processar 50 gramas de material por vez. Junto aos pós a serem processados, se adicionou o tipo e a quantidade de bolas necessárias para se obter a relação bolas / carga determinada. Após os tempos estipulados, os pós foram retirados dos moinhos e armazenados em recipientes hermeticamente fechados. Para cada composição, utilizou-se um jogo de bolas distinto para evitar contaminação. Após cada mistura, o recipiente do moinho foi limpo com o auxílio de NaOH, para a completa eliminação do material aderido às paredes.

Tabela III.7: Condições de mistura ou moagem analisadas.

Sistema	Moinho	Tempo de moagem (horas)
AlN	Excêntrico	1
Si ₃ N ₄	Excêntrico	1
ZrB ₂	Excêntrico	1
AA6061	Excêntrico	1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10; 16 e 24
AA6061 + 5 % AlN	Convencional	1,5
	Excêntrico	1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10 e 12,5
AA6061 + 15 % AlN	Convencional	1,5
	Excêntrico	1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10
AA6061 + 5 % ZrB ₂	Convencional	1,5
	Excêntrico	1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10 e 12,5
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	Convencional	1,5
	Excêntrico	1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10

2.1.5. Técnicas de análise

Após a moagem dos pós da liga e os compósitos, passou-se para a etapa de caracterização dos pós obtidos, que inclui a determinação da densidade aparente, caracterização morfológica, caracterização microestrutural, análise granulométrica e determinação de microdureza Vickers.

a. Determinação da densidade aparente

A determinação da densidade aparente dos pós foi realizada seguindo-se a norma MPIF Standart 28 (1985), *Determination of Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Apparatus*. Para cada amostra, realizou-se duas medidas de densidade aparente, devido a muito baixa variação de resultados desta propriedade para um determinado material.

b. Caracterização morfológica

A caracterização morfológica qualitativa dos pós antes e após moagem foi realizada com o uso da microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para tal, amostras dos pós foram aderidas a uma fita condutora e revestidas com ouro.

c. Caracterização microestrutural

A caracterização microestrutural foi realizada através de microscopia ótica e eletrônica de varredura. A preparação de amostras é realizada por embutimento em resina e polimento por técnica metalográfica convencional.

Após polimento, as amostras foram atacadas com reagente de *Keller*. As amostras dos pós compósitos foram observadas primeiramente sem ataque para melhor visualização das partículas de reforço.

d. Análise granulométrica

A análise granulométrica se realizou em um equipamento com difração LASER, marca *Malvern*, modelo *Master Sizer S*, de fabricação inglesa. Cada curva foi obtida a partir da média de três medições fornecidas automaticamente pelo equipamento.

e. Determinação da microdureza

A determinação da microdureza foi realizada a partir das amostras preparadas para metalografia ótica, em um microdurômetro Vickers, marca *Time Technology Europe*, modelo “*HVS – 1000*”. Foram realizados 14 ensaios para os pós sem reforço e 18 ensaios para os pós reforçados. O maior número de ensaios para os pós reforçados é devido a maior dispersão causada pela presença de uma partícula mais dura dentro da matriz metálica. A Tabela III.8 relaciona os pós cujas microdurezas foram determinadas, o número de ensaios e a carga utilizada para cada material.

Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística e estão apresentados no Anexo 1. Para tanto, as médias obtidas foram comparadas uma a uma com o auxílio de teste estatístico de hipótese para médias de populações com variâncias desconhecidas (MONTGOMERY, D. C., RUNGER, G. C., 1994).

Tabela III.8: Números de ensaios e cargas utilizados nas determinações de microdureza.

Material	Número de Ensaios	Carga (N)
AA6061 como fabricado	14	0,49
AA6061 após 24 horas de moagem	14	0,245
AA6061 + 5 % de AlN após 12,5 horas de moagem	18	0,245
AA6061 + 15 % de AlN após 10 horas de moagem	18	0,245
AA6061 + 5 % de ZrB ₂ após 12,5 horas de moagem	18	0,245
AA6061 + 5 % de Si ₃ N ₄ após 10 horas de moagem	18	0,245

2.2. Resultados e discussões

Os resultados a seguir apresentam o efeito da moagem de alta energia sobre as características da liga AA6061 atomizada, dos pós dos materiais de reforço e dos pós compósitos com matriz da mesma liga reforçados com nitreto de silício, nitreto de alumínio e diboreto de zircônio. Como mencionado anteriormente, o processo de moagem de alta energia deve alterar sensivelmente as características do pó de um metal dúctil como o alumínio e também as características dos pós compósitos a serem obtidos, em maior ou menor grau dependendo das características do reforço adicionado.

2.2.1. Efeito da moagem de alta energia sobre os pós Si₃N₄, AlN e ZrB₂

As Figuras III.12, III.13 e III.14 mostram as morfologias observadas antes e depois da moagem em moinho excêntrico, do nitreto de silício, nitreto de alumínio e diboreto de zircônio, respectivamente, enquanto as Figuras III.15, III.16 e III.17 mostram as curvas de distribuição de tamanhos de partículas antes e depois da moagem, obtidas em ensaio de difração a LASER, para os mesmos pós. As linhas verticais se referem ao diâmetro médio equivalente ($D_{0,5}$), ou seja, um

diâmetro em que 50 % em volume das partículas estão abaixo deste valor. A Tabela III.9 apresenta os valores $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$, isto é, diâmetros em que 10, 50 e 90 % em volume, respectivamente, das partículas estão abaixo deste valor, relativos às partículas de reforço antes e após a moagem, nas condições analisadas.

Pode observar-se que os valores de $D_{0,5}$ obtidos nos ensaios de difração a LASER para o AlN e o ZrB_2 como fabricados são bastante próximos aos valores fornecidos pelo fabricante (ver Tabela III.5 e III.6), enquanto que o valor obtido para o Si_3N_4 como fabricado é significativamente superior ao valor fornecido pelo fabricante (ver Tabela III.4). Esta diferença pode ser explicada pela tendência a aglomerar-se apresentada pela Si_3N_4 , provavelmente causada pela sua morfologia bastante irregular, conforme será mostrado a seguir, que afeta o valor de $D_{0,5}$ obtido no ensaio.

Pode observar-se que o pó de nitreto de silício apresenta a maior tendência a se fraturar, diminuindo seu tamanho médio aproximadamente dez vezes. O pó de nitreto de alumínio apresenta uma tendência intermediária, pois produziu uma pequena fração de partículas com tamanhos submicrométricos, enquanto o pó de diboreto de zircônio apresenta a menor tendência a se fraturar, praticamente não alterando sua distribuição de tamanhos durante 1 hora de moagem. A Figura III.12b apresenta um maior aumento devido à maior diminuição no tamanho das partículas de Si_3N_4 devido à moagem.

Tabela III.9: $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ das partículas de reforço como fabricados e após 1 hora de moagem em moinho excêntrico.

Partícula	$D_{0,1}$ (μm)	$D_{0,5}$ (μm)	$D_{0,9}$ (μm)
Si_3N_4 como fabricado	3,77	13,83	48,49
Si_3N_4 após moagem	0,34	1,16	10,47
AlN como fabricado	3,79	8,24	15,10
AlN após moagem	1,12	4,89	12,29
ZrB_2 como fabricado	2,59	5,81	11,87
ZrB_2 após moagem	1,66	4,18	8,47

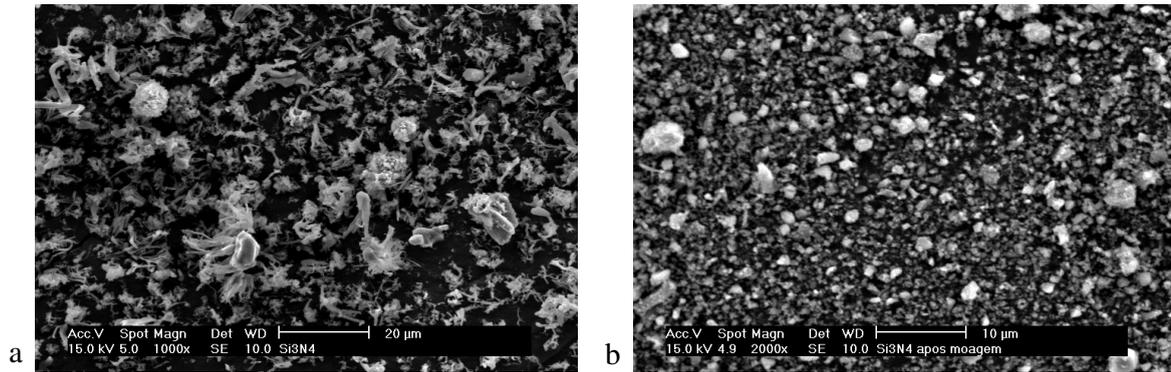


Figura III.12: Morfologia do nitreto de silício como fabricado (a) e após uma hora de moagem em moinho excêntrico (b).

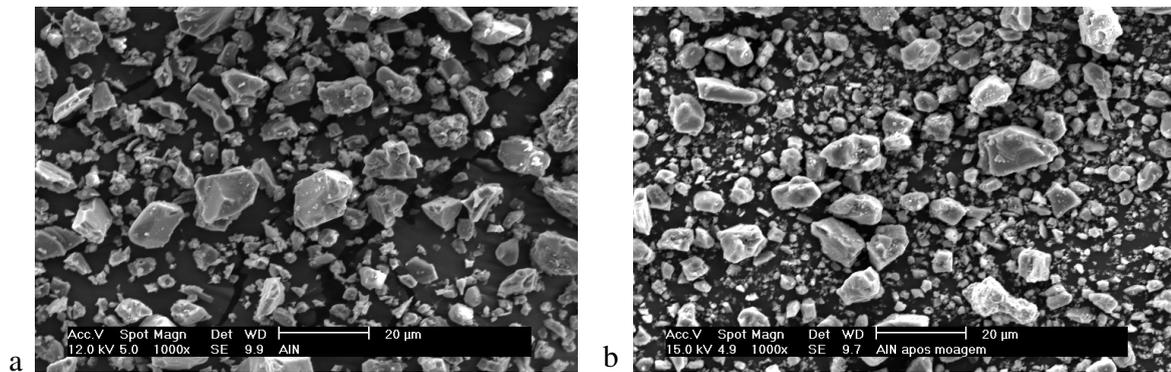


Figura III.13: Morfologia do nitreto de alumínio como fabricado (a) e após uma hora de moagem em moinho excêntrico (b).

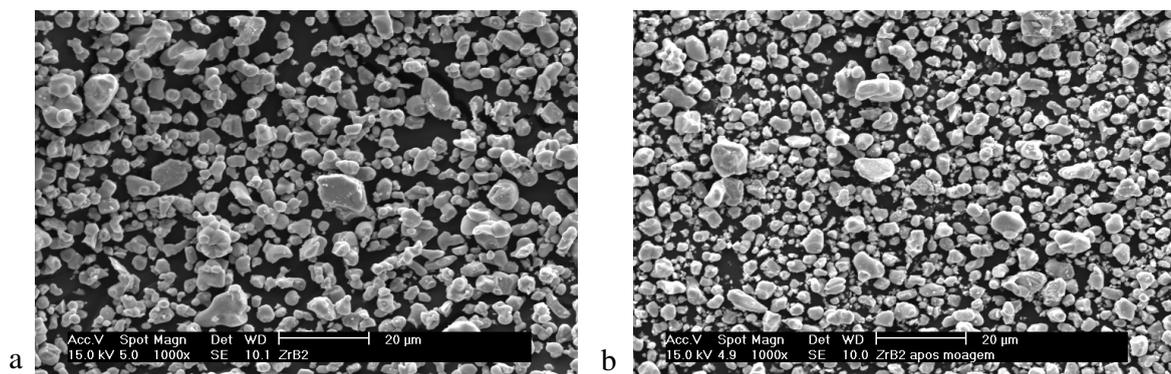


Figura III.14: Morfologia do diboreto de zircônio como fabricado (a) e após uma hora de moagem em moinho excêntrico (b).

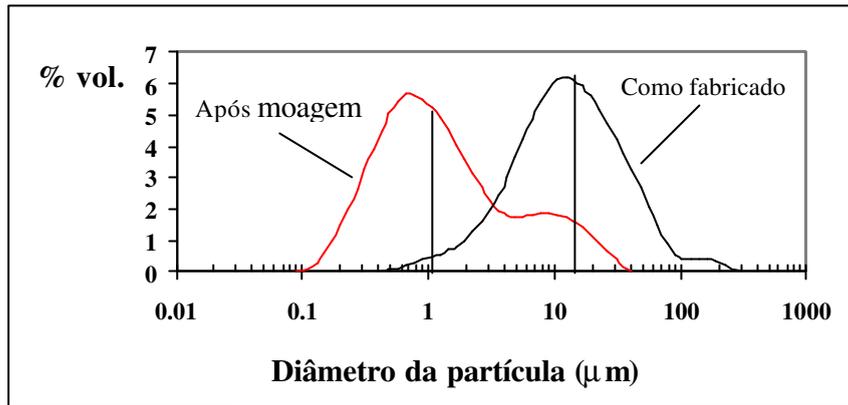


Figura III.15: Distribuição de tamanhos de partículas do nitreto de silício como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.

A explicação para tamanha diferença de comportamento durante o processo de moagem pode ser encontrada basicamente analisando a morfologia do pó. A Figura III.18 mostra, em maior aumento, a morfologia das partículas de nitreto de silício. Pode observar-se que apresentam morfologia fibrosa com crescimento radial, bastante distinto da morfologia poligonal compacta dos outros dois tipos de reforços, o que faz com que o Si_3N_4 apresente a maior tendência a fraturar-se dentre os reforços empregados.

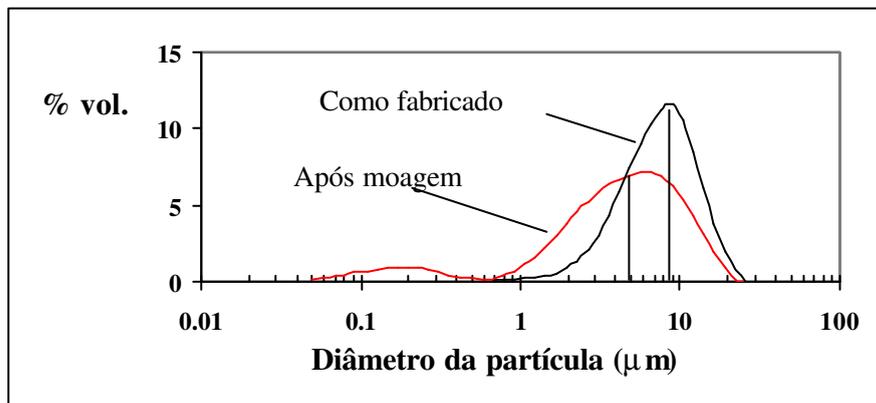


Figura III.16: Distribuição de tamanhos de partículas do nitreto de alumínio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.

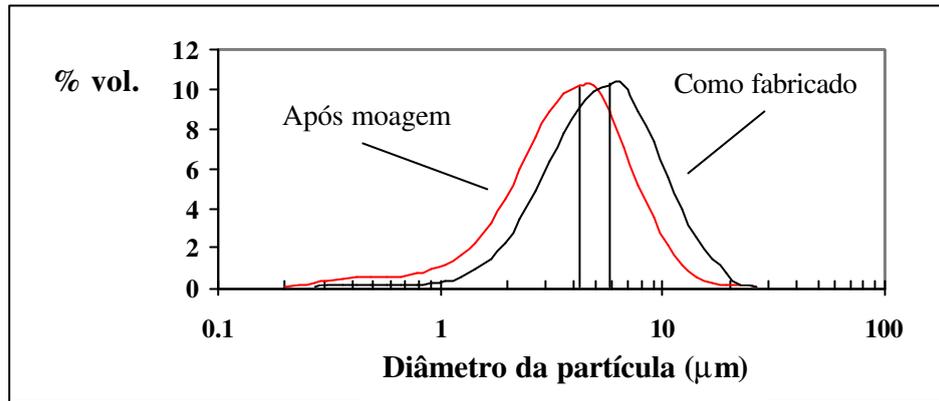


Figura III.17: Distribuição de tamanhos de partículas do diboreto de zircônio como fabricado e após uma hora de moagem em moinho excêntrico.

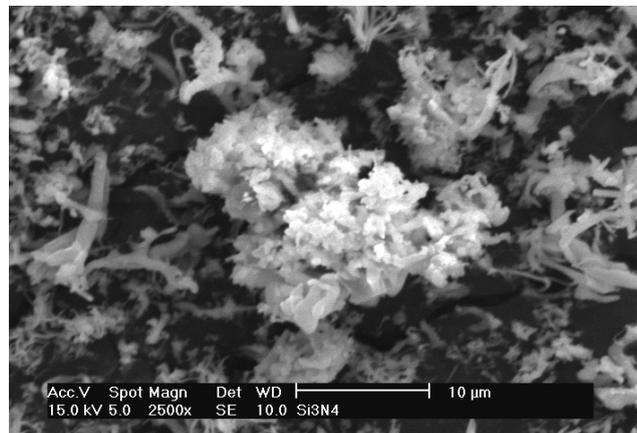


Figura III.18: Morfologia das partículas de nitreto de silício.

2.2.2. Efeito da moagem sobre a liga AA6061

Como parâmetro de comparação com os compósitos em que se utiliza a moagem de alta energia como processo de mistura do pó da matriz e do reforço, se analisa o efeito do processo de moagem de alta energia sobre as partículas da liga sem reforço. Com esta análise se poderá isolar os efeitos da adição de reforço com os efeitos do processo de moagem de alta energia sobre a matriz metálica.

a. Densidade aparente

A densidade aparente é uma propriedade física de demasiada importância quando pensamos em fases posteriores do processo de fabricação do material compósito via técnicas de metalurgia do pó, como a compactação uniaxial a frio. Quanto menor a densidade aparente, maior deverá ser o volume da cavidade do molde da matriz de compactação necessário para compactar uma determinada quantidade em peso. Assim, a densidade aparente é uma característica imprescindível para o projeto de moldes de compactação.

Como a densidade aparente de um pó depende da morfologia, do tamanho e da distribuição de tamanhos das partículas que constituem o pó e considerando que o processo de moagem de alta energia pode alterar sensivelmente estas características, a liga AA6061 pode ter sua densidade aparente fortemente dependente do tempo de moagem ou, em outras palavras, da etapa do processo de moagem de alta energia alcançado pelo material.

A Figura III.19 mostra a curva de densidade aparente em função do tempo de moagem de alta energia obtida para a liga AA6061, cujos valores são apresentados na Tabela III.10. O valor da densidade aparente para zero horas de moagem refere-se a densidade aparente do pó como fabricado. O número de medidas escolhido se mostrou adequado, pois em nenhum caso, tanto com a liga como com os pós compósitos, a razão entre o desvio padrão e a média ultrapassou o valor de 1%.

Como se pode observar, existe uma acentuada variação da densidade aparente com o tempo de moagem. Existe uma fase inicial em que a densidade diminui continuamente, até alcançar valores da ordem de 33% da densidade aparente do material de partida, isto é, da liga atomizada. Em uma segunda fase, a densidade aparente aumenta até encontrar um valor de equilíbrio; a partir do qual passa a oscilar em torno deste valor. A evolução da densidade aparente com o tempo de moagem, que pode ser percebida simplesmente pela mudança no volume ocupado pelo material dentro do moinho, está relacionada com as etapas do processo de moagem de alta energia em que as partículas estão submetidas.

Conforme modelo de BENJAMIN, J. S. e VOLIN, T. E. (1974) citado anteriormente, o processo de moagem de alta energia para componentes dúcteis passa por etapas de predomínio de deformação, de soldagem e de fratura, fazendo com que a morfologia das partículas varie da morfologia esférica do pó de partida, passando por uma morfologia laminar e, finalmente, voltando a uma morfologia equiaxial, quando passa a ocorrer um estado de equilíbrio e não mais acontecem mudanças morfológicas. Este modelo pode explicar a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem.

Inicialmente, quando se observa a redução da densidade aparente com o aumento do tempo de moagem, basicamente deve prevalecer o fenômeno de deformação das partículas. A transformação de partículas esféricas em partículas com morfologia laminar prejudica o seu empacotamento, resultando em um maior volume ocupado pela mesma quantidade em peso de material. Com o progresso do processo de moagem de alta energia, as partículas continuam se deformando e o fenômeno da soldagem passa a prevalecer, o que resulta em um crescimento das partículas do pó devido à soldagem das partículas laminares umas sobre as outras; além do endurecimento destas. Com este crescimento e endurecimento, as partículas se tornam mais propícias à fratura, estimulando este fenômeno. Tanto o fenômeno da soldagem, que promove o empilhamento das partículas laminares, quanto o fenômeno de fratura contribuem para a formação da morfologia equiaxial, o que permite um melhor empacotamento das partículas e, conseqüentemente, o aumento da densidade aparente. Para tempos de moagem mais longos, observa-se uma estabilização na densidade aparente, sendo isto uma indicação de que o processo de moagem de alta energia atingiu a etapa de equilíbrio em que a soldagem e a fratura das partículas se compensam. Assim, através da observação da evolução da densidade aparente de um pó com características dúcteis, com é o caso do pó da liga de alumínio AA6061, se pode apreciar o processo de moagem de alta energia de forma global e até mesmo diferenciar as etapas que o compõem.

Tabela III.10: Densidade aparente da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	Densidade aparente (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
0	1,23	0,0057
1,5	0,93	0,0006
3	0,66	0,0006
4,5	0,47	0,0025
6	0,41	0,0014
8	0,35	0,0006
10	0,42	0,0023
16	1,13	0,0042
24	1,19	0,0076

Observação: o tempo de moagem de 0 horas se refere à amostra como recebida.

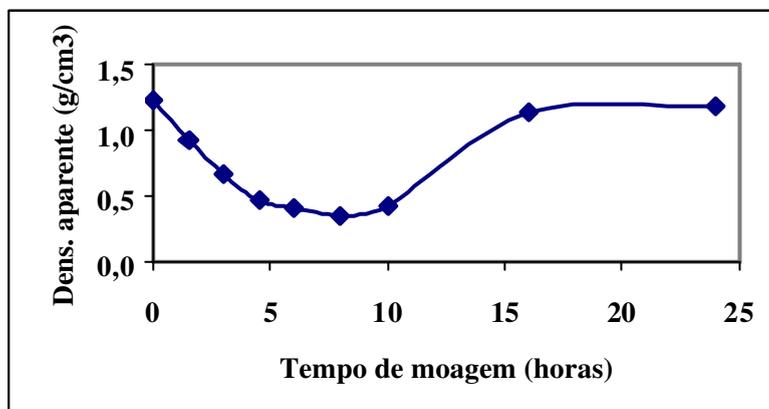


Figura III.19: Densidade aparente da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia.

b. Caracterização morfológica e microestrutural

A Figura III.20 mostra o aspecto geral da morfologia do pó da liga AA6061 em função do tempo de moagem. Através desta figura se observam as distintas morfologias, o que corrobora com a discussão feita sobre a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem. Observam-se a presença de partículas equiaxiais e partículas deformadas após 1,5 horas de moagem e a sua progressiva deformação, assumindo uma morfologia laminar, para tempos crescentes de moagem até valores da ordem de 6 a 10 horas, tempos estes em que são atingidos os valores mínimos de densidade aparente. Para os tempos mais longos de moagem, 16 e 24 horas, as partículas apresentam morfologia mais equiaxial, responsável pelos maiores valores de densidade aparente observados.

A Figura III.21 mostra a evolução microestrutural da liga AA6061 com o tempo de moagem. Através desta figura, observa-se a evolução do processo de moagem de alta energia. Entre 0 e 3 horas de moagem, se observa a deformação das partículas do pó, modificando sua morfologia inicialmente esférica para uma morfologia laminar. A partir deste tempo, começa a prevalecer o fenômeno de soldagem, podendo observar-se claramente as linhas de soldagem entre duas partículas (após 4,5 horas de moagem) ou, com a continuação do processo, várias partículas laminares soldadas (após 6 horas de moagem). Com aumentos maiores proporcionados pela microscopia eletrônica de varredura, as Figuras III.22 e III.23 apresentam a morfologia e a microestrutura, respectivamente, de uma partícula após 8 horas de moagem. Observa-se que as partículas se constituem de várias lâminas que se foram soldando umas sobre as outras durante a etapa do processo de moagem de alta energia em que prevalece este fenômeno.

Entre 8 e 10 horas de moagem, se alcança um estágio em que as partículas estão muito deformadas, soldadas entre si e, portanto, suficientemente endurecidas para que o fenômeno de fratura passe a prevalecer, fazendo com que, sistematicamente, as partículas se tornem cada vez mais equiaxiais. Após 16 horas de moagem, se observam partículas já bastante equiaxiais, com linhas de soldagem já mais difíceis de visualização por microscopia óptica.

O final do processo é caracterizado pela morfologia equiaxial e uma microestrutura em que, com microscopia óptica, não mais se vê as linhas de soldagem (Figura III.21i). As Figuras III.24

e III.25 mostram, com maiores detalhes, a morfologia e a microestrutura de uma partícula da liga AA6061 após 24 horas de moagem. Pode observar-se, na microestrutura da Figura III.25, direções de soldagem aleatórias., o que está de acordo com o modelo proposto por BENJAMIN, J. S. e VOLIN, T. E. (1974) para o processo de moagem de alta energia em um sistema dúctil - dúctil.

Outros autores também observaram a evolução morfológica e microestrutural durante o processo de moagem de alta energia. GILMAN, P. S. e NIX, W. D. (1981), trabalhando com o pó pré-misturado Alcoa 601 AB (com composição similar à liga AA6061), e com um moinho de alta energia tipo vibratório, observaram as mudanças morfológicas com o tempo de moagem. Após 10 minutos de moagem, observaram partículas laminares soldadas umas sobre às outras. Após uma hora de moagem, obtiveram partículas equiaxiais, com linhas de soldagem observáveis por microscopia ótica. Após 3 horas de moagem, não mais puderam observar, por microscopia ótica, as linhas de soldagem no interior das partículas equiaxiais. AIKIN, B. J. M. e COURTNEY, T. H. (1993), estudando a moagem de alta energia com cobre, nióbio e cromo em moinho tipo atritor, observaram a formação de partículas laminares para tempos intermediários de moagem e a formação de partículas equiaxiais para tempos mais longos de moagem.

GUERRERO-PAZ, J. e JARAMILLO-VIGUERAS, D. (1998), trabalhando com o sistema cobre 15 % de alumínio e utilizando um moinho de baixa velocidade e, portanto, baixa energia, observaram que após 25 horas se formam partículas laminares, após 50 horas se formam partículas esféricas composta por multicamadas, e após 100 horas se formam partículas nas quais não se observam as multicamadas. Estes resultados mostram que os fenômenos relacionados com a moagem de alta energia também podem ser observados com o uso de moinhos que não são classificados como moinhos de alta energia, porém, tempos bem maiores de moagem são requeridos. BENJAMIN, em seu trabalho publicado em 1970, o qual marca o início da moagem de alta energia como processo de fabricação estabelecido, já observara que o processo ocorre independentemente do tipo de moinho utilizado, porém com cinéticas distintas. O autor relatou que com 125 horas de moagem em um moinho de baixa energia se obtém estrutura similar à obtida após 1,5 horas em moinho de alta energia tipo atritor.

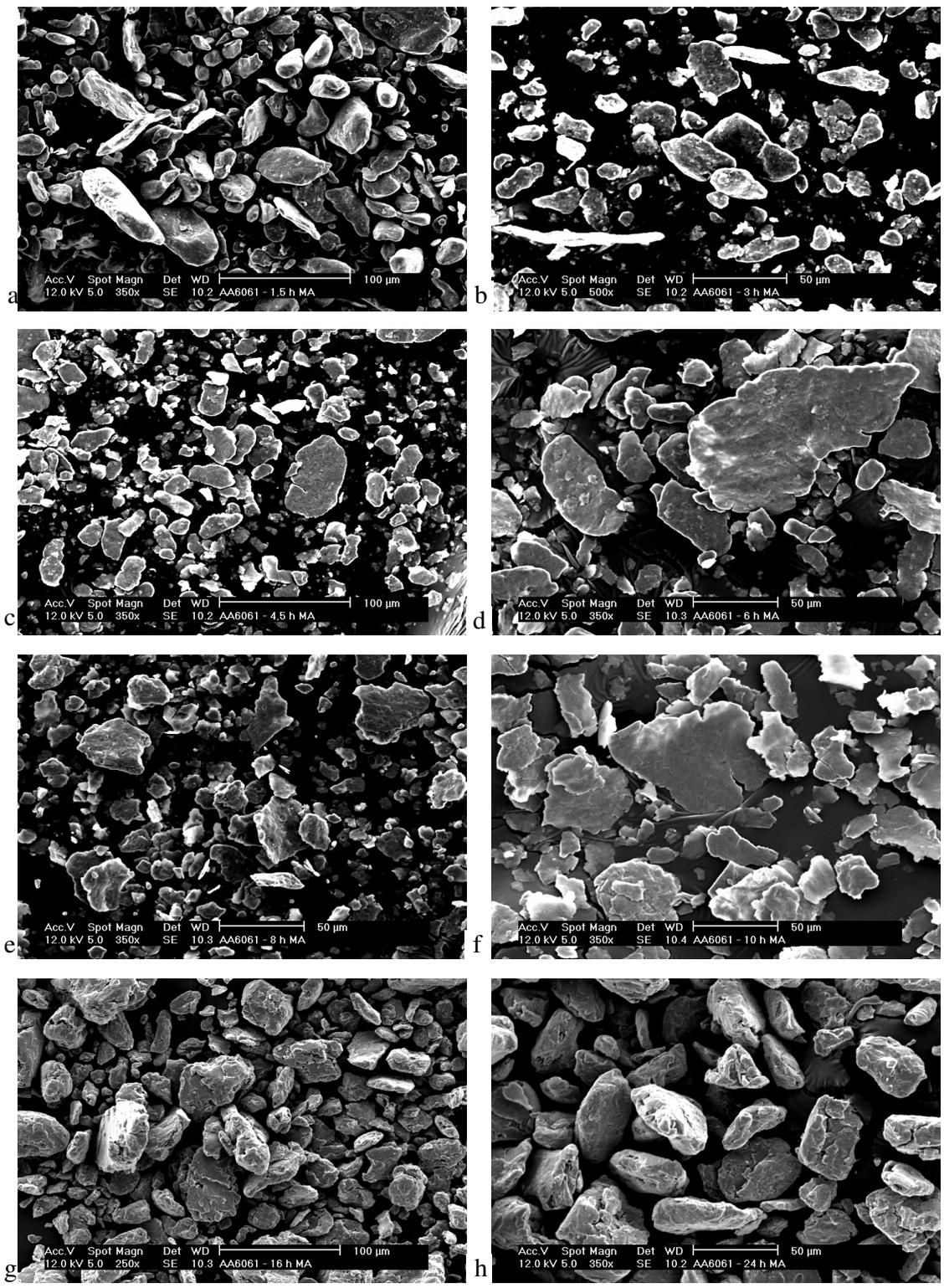


Figura III.20: Evolução morfológica da liga AA6061 com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e); 10 (f); 16 (g); 24 horas (h).

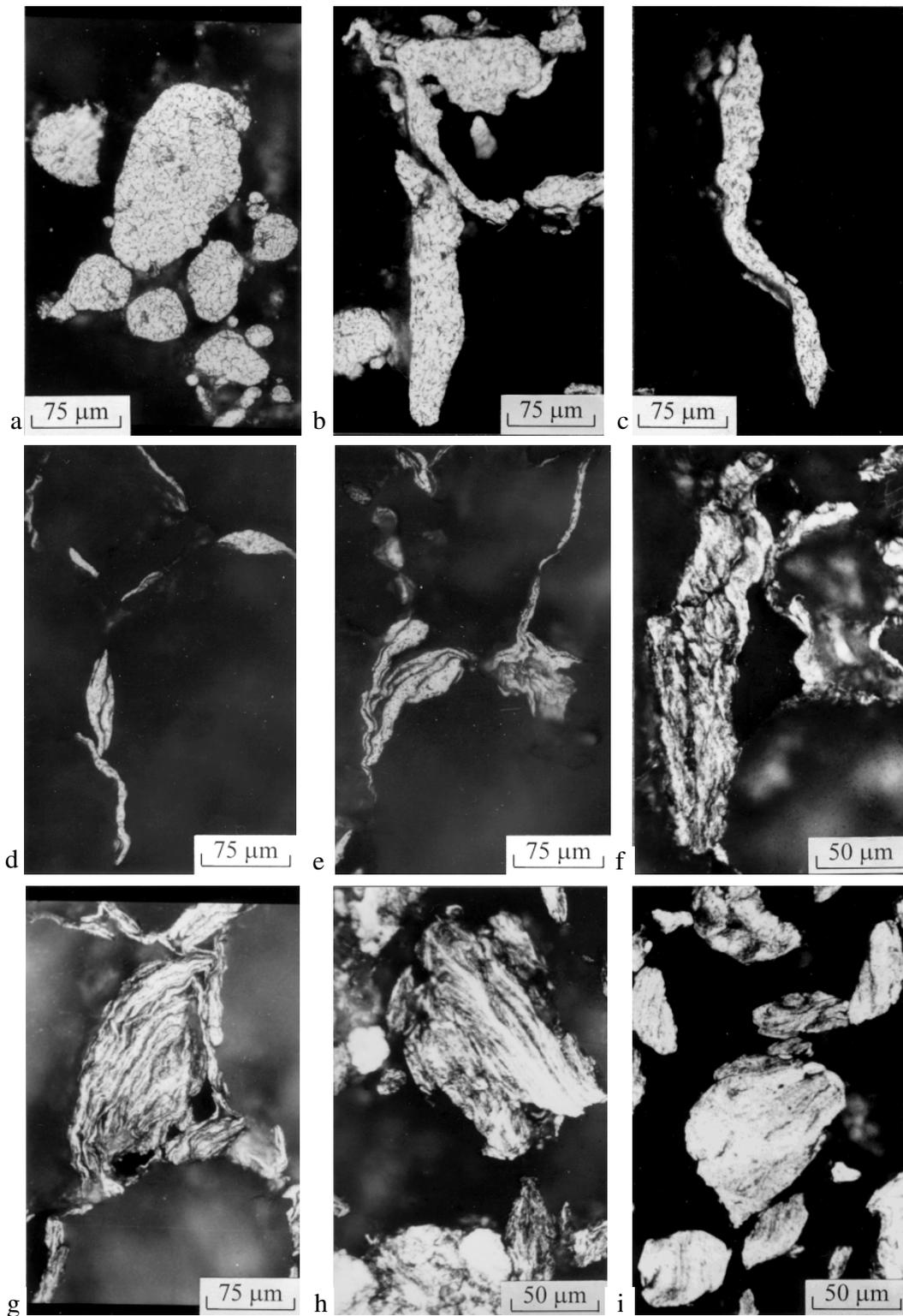


Figura III.21: Evolução microestrutural da liga AA6061 com o tempo de moagem de alta energia: 0 (a); 1,5 (b); 3 (c); 4,5 (d); 6 (e); 8 (f); 10 (g); 16 (h) e 24 horas (i). Ataque *Keller*.

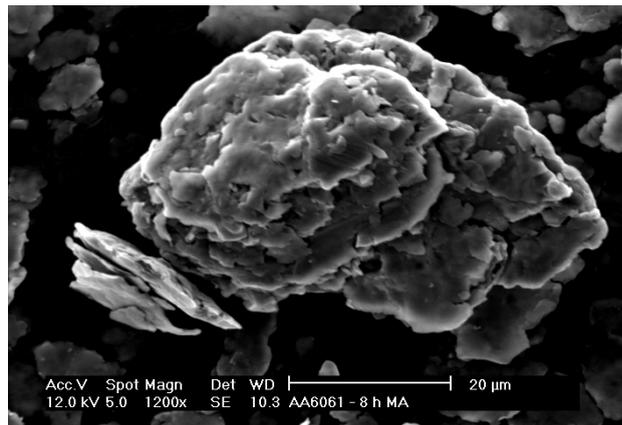


Figura III.22: Morfologia da liga AA6061 após 8 horas de moagem de alta energia.

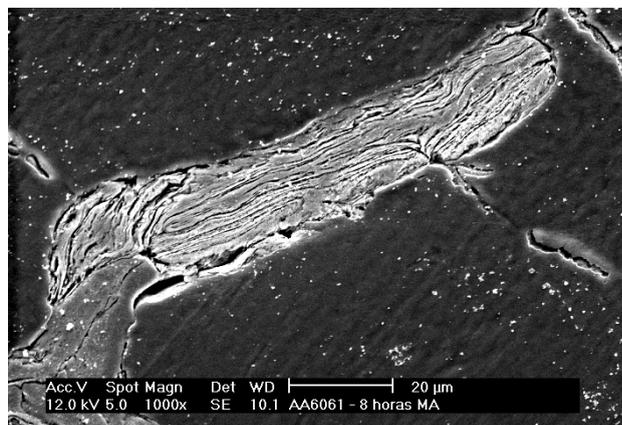


Figura III.23: Microestrutura da liga AA6061 após 8 horas de moagem de alta energia.

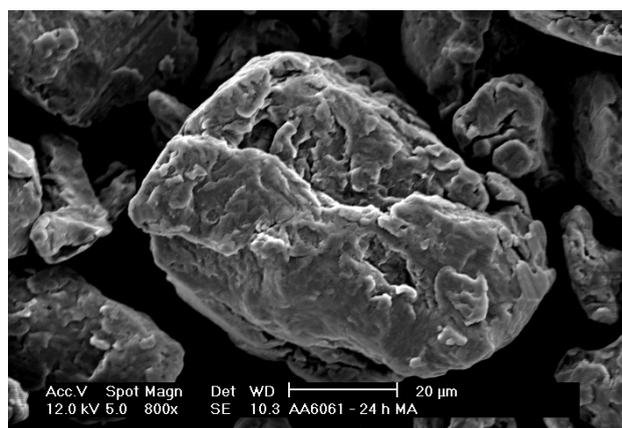


Figura III.24: Morfologia da liga AA6061 após 24 horas de moagem de alta energia.

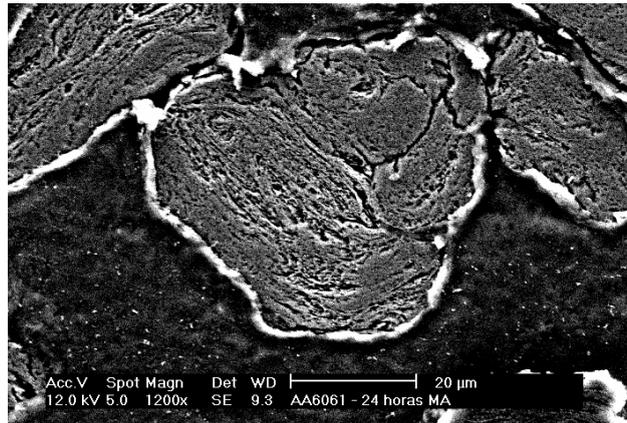


Figura III.25: Microestrutura da liga AA6061 após 24 horas de moagem de alta energia.

COSTA, C. E. e co-autores (1998) observaram que partículas de Ni_3Al , obtidas a partir da mistura de pós elementares de níquel e alumínio, apresentam as lâminas soldadas sobrepostas após 5 horas de moagem em moinho tipo atritor. Após 20 horas de moagem, observaram partículas equiaxiais com microestrutura homogênea sem linhas de soldagem visíveis.

c. Análise granulométrica

A Figura III.26 mostra as distribuições de tamanho de partículas da liga AA6061 em função do tempo de moagem. As linhas verticais se referem ao diâmetro médio equivalente ($D_{0,5}$). A Tabela III.11 mostra os diâmetros $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$. O tempo de moagem de zero horas se refere ao material como recebido.

Após 1,5 horas de moagem, se observa que a distribuição de tamanhos de partículas se torna mais ampla, em comparação com o pó como fabricado. Aqui cabe uma pequena discussão sobre a influência da morfologia da partícula na medida de seu tamanho.

Após o início do processo de moagem, as partículas passam a apresentar morfologia laminar, como já foi mostrado, e isto interfere no modo como o analisador de tamanhos de partículas percebe cada partícula. Uma mesma partícula laminar pode ser percebida diferentemente conforme o ângulo entre o plano da partícula e a direção do feixe de LASER que realiza as medidas. Mas, como a probabilidade de o feixe incidir sobre a partícula em um

determinado ângulo é igual para todos os ângulos entre 0 e 90° e para cada medida se leva em consideração um número muito alto de partículas, pode supor-se que a medida do diâmetro médio equivalente ($D_{0,5}$) não é afetada pela morfologia da partícula.

Assim, a maior dispersão dos tamanhos de partícula aliada a um valor de diâmetro médio equivalente muito próximo ao do pó como fabricado confirmam que dentro da primeira hora e meia de moagem prevaleceu apenas a deformação das partículas.

Após 3 e 6 horas de moagem, o diâmetro médio equivalente cresce de 33,32 para 52,53 micrômetros, crescimento este devido à soldagem entre partículas. Também se observa que a distribuição passa a ser mais assimétrica, com um acentuado desvio da curva para a região de partículas grosseiras, o que corrobora com a hipótese de que a soldagem é o fenômeno dominante nesta etapa.

Os resultados da análise granulométrica do pó após 10 horas de moagem mostram que, em comparação com os resultados após 6 horas, há uma diminuição dos valores de $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$, o que parece indicar que, entre 8 e 10 horas de moagem, a fratura se sobrepõe à soldagem como fenômeno dominante na moagem. Além disto, também se observa que a distribuição de tamanhos volta a ser simétrica, indicando que a fratura ocorre principalmente nas partículas mais grosseiras, já que partículas grandes tem maior probabilidade de fraturar-se que partículas pequenas. Se observamos a curva densidade aparente em função do tempo de moagem (Figura III.19), vemos que é neste intervalo que a densidade começa a crescer depois de haver diminuído a seu máximo, o que corrobora com o resultado da análise granulométrica.

Estes resultados estão em acordo com AIKIN, B. J. M. e COURTNEY, T. H. (1993), os quais, trabalhando com o sistema cobre / nióbio / cromo, observaram que o tamanho médio das partículas de cobre e de nióbio aumenta com o tempo de moagem, até 8 horas, indicando o predomínio da soldagem, e diminui entre 8 e 16 horas, indicando o predomínio da fratura.

KHOR, K. A., YUAN, Z. H. e BOYE, F. (1996), trabalhando com alumínio-lítio reforçado com SiC (0,8 μm), reportara que inicialmente a moagem produz um aumento no tamanho de partícula, devido à soldagem e, com a seqüência do processo, produz-se uma diminuição nas suas dimensões devido à fratura predominante.

Os resultados da análise granulométrica do pó após 16 e 24 horas de moagem mostram que a simetria na curva de distribuição de tamanhos de partículas é mantida, o que se explica pelo equilíbrio entre os fenômenos de soldagem e fratura. Há ainda a tendência a se alcançar um certo equilíbrio nos valores de $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$, já que o aumento de 10 μm observado pelo aumento de tempo de 16 para 24 horas pode ser considerado pequeno tendo em conta que se trata de um intervalo de 8 horas. Outra observação que se faz para estes tempos mais longos é que a curva de distribuição de tamanhos de partículas se torna mais fechada. Segundo BENJAMIN, J. S. (1976) e KOCH, C. C. (1998), a estabilização do processo leva à formação de uma distribuição mais estreita devido ao equilíbrio entre os fenômenos de soldagem e fratura; a soldagem ocorrendo basicamente nas pequenas partículas, enquanto a fratura ocorrendo principalmente nas partículas grosseiras.

Os resultados mostram, portanto, que há um aumento significativo do tamanho de partícula do pó com o processo de moagem de alta energia: o tamanho de partícula final é da ordem de duas vezes maior que o material de partida.

Tabela III.11: $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ em função do tempo de moagem para a liga AA6061.

Tempo de moagem (horas)	$D_{0,1}$	$D_{0,5}$	$D_{0,9}$
0	11,17	32,53	67,02
1,5	7,87	33,32	99,17
3	12,42	52,53	139,92
6	15,21	61,22	151,01
10	14,07	43,19	106,07
16	21,08	60,55	146,06
24	29,44	70,60	155,82

Observação: o tempo de moagem de 0 horas se refere à amostra como recebida.

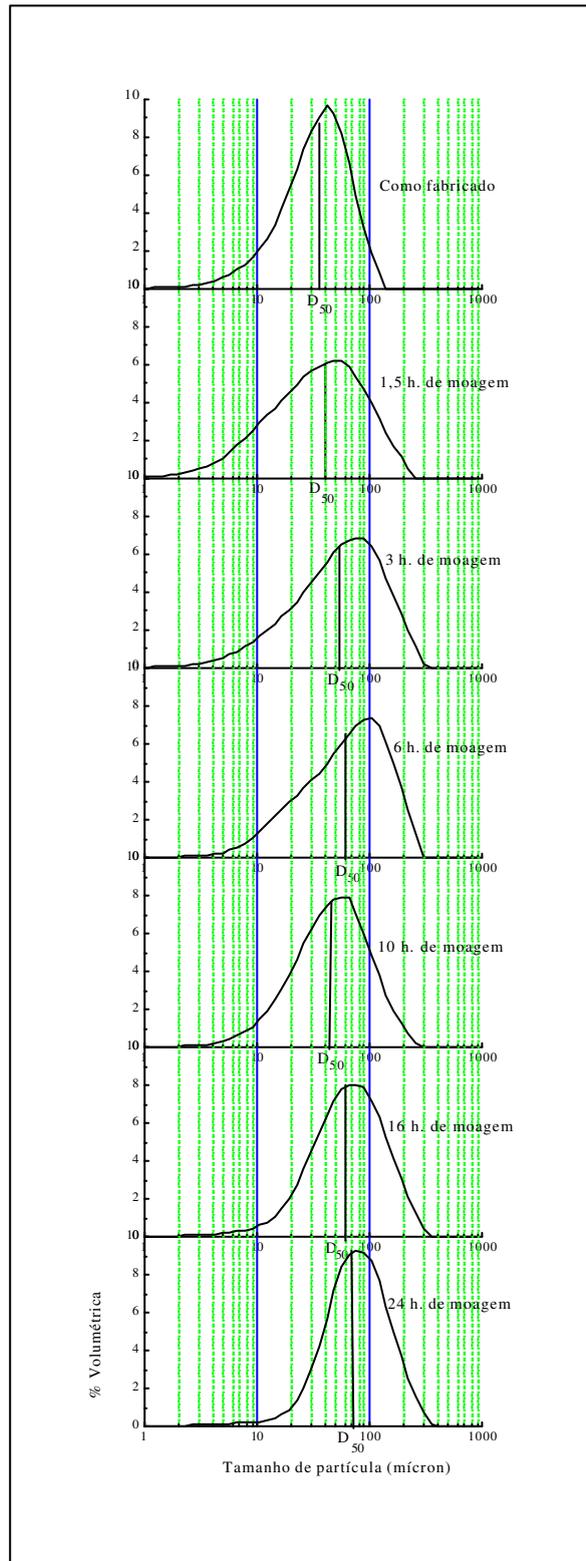


Figura III.26: Distribuição de tamanho de partículas e diâmetro médio equivalente em função do tempo de moagem de alta energia para a liga AA6061.

d. Dureza das partículas

A importância do estudo morfológico e microestrutural do pó submetido a um processo de moagem não se limita à análise do processo, e sim sua relação com as propriedades obtidas no pó.

São bastante conhecidos os mecanismos de endurecimento de metais e ligas promovidos pelo encruamento, refino de grão e dispersão de óxidos. Como mencionado anteriormente, o processo de moagem de alta energia leva à redução do tamanho de grãos até níveis nanométricos, à dispersão mecânica dos óxidos presentes nas superfícies das partículas para o interior das mesmas, à dispersão de carbonetos devido à reação com carbono presente no agente controlador de processo (PCA) e ao aumento na densidade de discordâncias devido à alta taxa de deformação a que são submetidas as partículas.

O pó da liga AA6061 como fabricado apresenta microestrutura dendrítica, resultante do resfriamento rápido imposto durante a atomização, como se pode observar na Figura III.9, enquanto que a microestrutura do mesmo pó após 24 horas de moagem, mostrada na Figura III.25, não mais pode ser caracterizada como dendrítica bruta de fusão, apresenta inúmeras interfaces de soldagem com direções aleatórias. Estas diferenças devem afetar suas características intrínsecas, como a microdureza.

A Tabela III.12 apresenta os valores de microdureza das partículas do pó da liga AA6061 como fabricado e após 24 horas de moagem.

Tabela III.12: Microdureza de partículas de pó da liga AA6061.

Material	HV	Desvio Padrão
Pó como fabricado	65,25	15,22
Pó após 24 horas de moagem de alta energia	174	19,21

Observa-se claramente o significativo aumento de dureza das partículas do pó provocado pela moagem, devido a um grande trabalho de deformação a frio imposto durante o processo.

Assim, o processo de moagem de alta energia é extremamente eficaz na alteração da estrutura do material.

Estes resultados estão em acordo com resultados de GILMAN, P. S. e NIX, W. D. (1981). Os autores, trabalhando com a liga ALCOA 601 AB, um pó pré-ligado com a composição da liga AA6061, reportaram o aumento da microdureza Vickers de 40 para 160 HV entre o pó como fabricado e após 5 horas de moagem em um moinho de alta energia tipo vibratório, com 1,5 % de microcera como agente controlador de processo.

2.2.3. Pós compósitos produzidos

a. Densidade aparente

A simples adição de um segundo tipo de pó à liga AA6061 resulta, após mistura convencional, em um pó com densidade aparente distinta das dos pós originais. A Tabela III.13 apresenta os valores de densidade aparente da liga AA6061 em comparação com os valores obtidos após mistura com 5 e 15 % de AlN e 5 % de Si_3N_4 .

Tabela III.13: Densidade aparente da liga AA6061 e de misturas contendo 5 e 15 % de AlN e 5 % de Si_3N_4 ; processo convencional de mistura.

Sistema	Densidade Aparente (g/cm ³)	Desvio Padrão
AA6061	1,23	0,0057
AA6061 + 5 % AlN	0,98	0,0008
AA6061 + 15 % AlN	1,02	0,0079
AA6061 + 5 % Si_3N_4	1,03	0,0025
AA6061 + 5 % ZrB ₂	1,22	0,0075

Pode observar-se que, exceto para o sistema reforçado com ZrB₂, as misturas apresentam densidade aparente significativamente inferior à apresentada pela liga AA6061. As partículas de reforço provavelmente interferem no arranjo das partículas da matriz, no sentido de promover

uma maior distância entre elas e, conseqüentemente, reduzindo a densidade aparente. No caso do sistema com ZrB_2 , a maior densidade do reforço compensa o efeito mencionado.

Utilizando moagem de alta energia para misturar o pó da matriz com o pó do reforço, os resultados são apresentados a seguir.

As variações da densidade aparente da liga sem reforço e das diferentes misturas de pós com o tempo de moagem de alta energia são apresentadas graficamente nas Figuras III.27, III.28, III.29 e III.30; os valores obtidos são apresentados nas Tabelas III.14, III.15, III.16 e III.17, para as misturas com 5 % de AlN, 15 % de AlN, 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , respectivamente. Os tempos indicados por 0 horas se referem aos pós misturados em moinho de bolas convencional.

Pode observar-se que o comportamento das curvas de densidade aparente dos compósitos é similar ao comportamento do pó da liga de alumínio sem reforço, apresentando redução da densidade aparente com o tempo de moagem até um valor mínimo e, em seguida, aumentando até se tornar estável, para todos os casos.

Além da similaridade, o que se observa é que a presença de reforço adianta o processo, fazendo com que o pó compósito alcance mais rapidamente a etapa final, em aproximadamente metade do tempo necessário para a estabilização do processo com a mesma liga sem reforço.

Os fenômenos que levam a este comportamento da densidade aparente com o tempo de moagem são os mesmos fenômenos que atuam na liga AA6061 sem reforço, como discutidos anteriormente. As causas que levam ao adiantamento do processo serão discutidas com mais detalhes no item c.

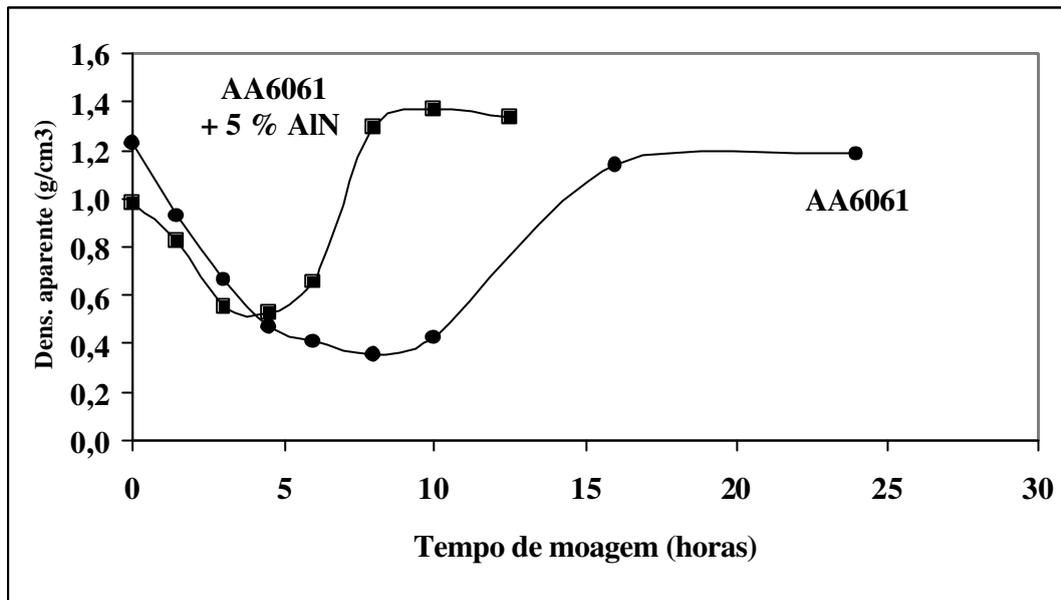


Figura III.27: Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % AlN em função do tempo de moagem de alta energia.

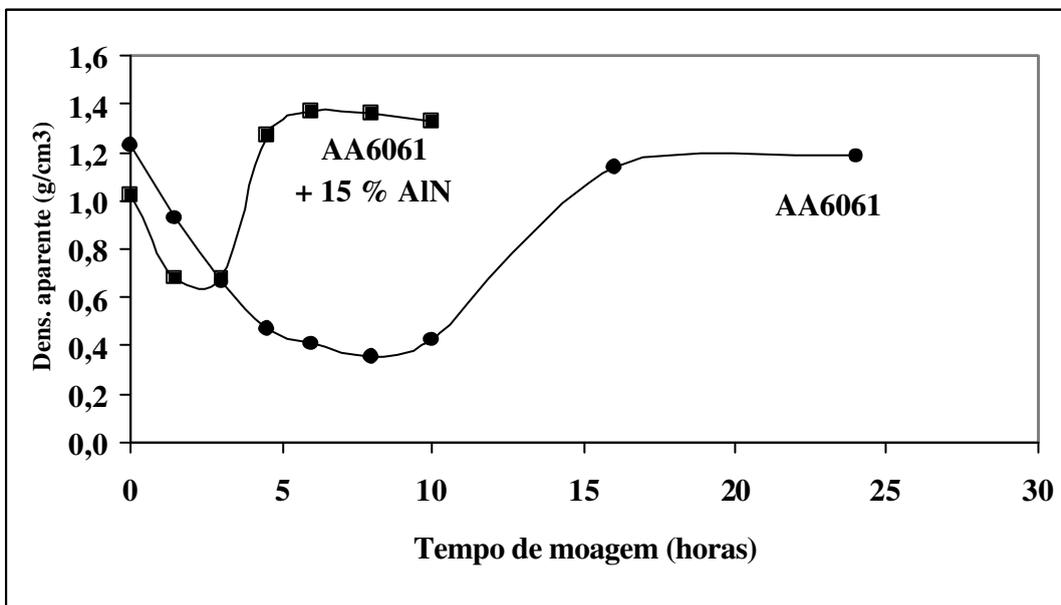


Figura III.28: Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 15 % AlN em função do tempo de moagem de alta energia.

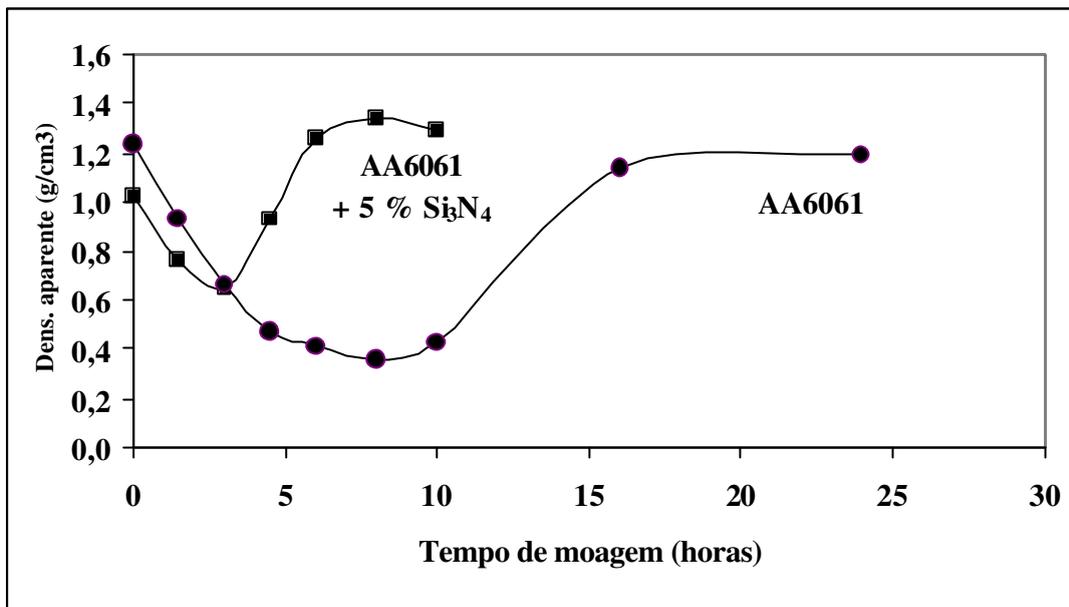


Figura III.29: Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % Si₃N₄ em função do tempo de moagem de alta energia.

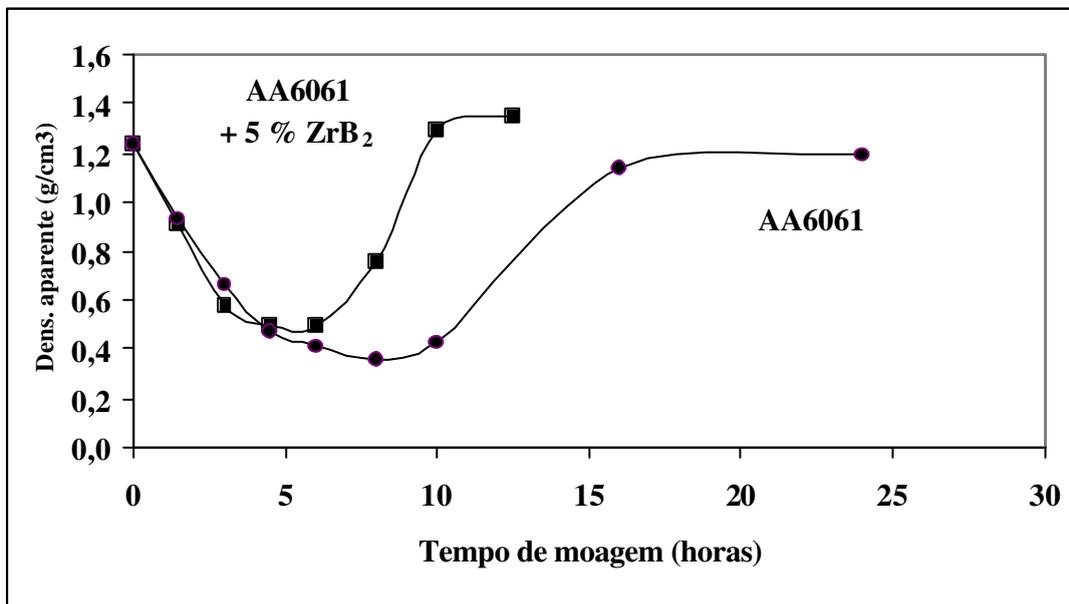


Figura III.30: Densidade aparente da liga AA6061 e da mistura de pós AA6061 + 5 % ZrB₂ em função do tempo de moagem de alta energia.

Tabela III.14: Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	Densidade aparente (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
0	0,98	0,0008
1,5	0,82	0,0023
3	0,55	0,0014
4,5	0,53	0,0037
6	0,66	0,0068
8	1,29	0,0017
10	1,37	0,0051
12,5	1,34	0,0099

Tabela III.15: Densidade aparente da mistura AA6061 + 15 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	Densidade aparente (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
0	1,02	0,0079
1,5	0,68	0,0040
3	0,68	0,0011
4,5	1,28	0,0020
6	1,37	0,0057
8	1,36	0,0071
10	1,33	0,0059

Tabela III.16: Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de Si₃N₄ em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	Densidade aparente (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
0	1,03	0,0025
1,5	0,77	0,0065
3	0,64	0,0011
4,5	0,93	0,0045
6	1,26	0,0003
8	1,34	0,0014
10	1,29	0,0031

Tabela III.17: Densidade aparente da mistura AA6061 + 5 % de ZrB₂ em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	Densidade aparente (g/cm ³)	Desvio padrão (g/cm ³)
0	1,22	0,0075
1,5	0,91	0,0068
3	0,58	0,0028
4,5	0,50	0,0006
6	0,50	0,0020
8	0,76	0,0065
10	1,29	0,0068
12,5	1,34	0,0031

b. Caracterização morfológica e microestrutural

As figuras que se seguem apresentam a evolução morfológica e microestrutural das diferentes misturas durante processo de moagem a alta energia para fabricação dos pós compósitos.

A Figura III.31 mostra a evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % de AlN, com o tempo de moagem. Assim, como para a liga sem reforço, pode observar-se as distintas morfologias correlacioná-las com a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem, como feito anteriormente para a liga sem reforço. Para tempos de moagem entre 1,5 e 6 horas, se observam partículas deformadas com morfologia laminar. Para estes mesmos tempos, se verificam os menores valores de densidade aparente, conforme Figura III.27. Para tempos de moagem maiores, ou seja, entre 8 e 12,5 horas, se observa a presença de partículas equiaxiais, e os valores mais altos de densidade aparente são produzidos. Portanto, observa-se claramente que partículas equiaxiais, indicativas da etapa final do processo de moagem de alta energia, são obtidas na metade do tempo necessário para a obtenção da mesma morfologia com a liga sem reforço.

A Figura III.32 mostra a evolução microestrutural da partícula de pó compósito reforçado com 5 % de AlN com o tempo de moagem. Também aqui se pode observar as etapas do processo de moagem de alta energia.

Após 1,5 horas de moagem, já se observam partículas deformadas e soldadas. Com o mesmo tempo de moagem, a liga sem reforço já apresentava partículas deformadas, porém ainda não apresentava o processo de soldagem estabelecido (Figura III.21b).

Após 3 horas de moagem, se observa um estágio mais adiantado da soldagem. Entre 4,5 horas e 6 horas de moagem, já se observa a tendência à formação de partículas equiaxiais por empilhamento de lâminas soldadas umas às outras, refletindo o início da recuperação da densidade aparente.

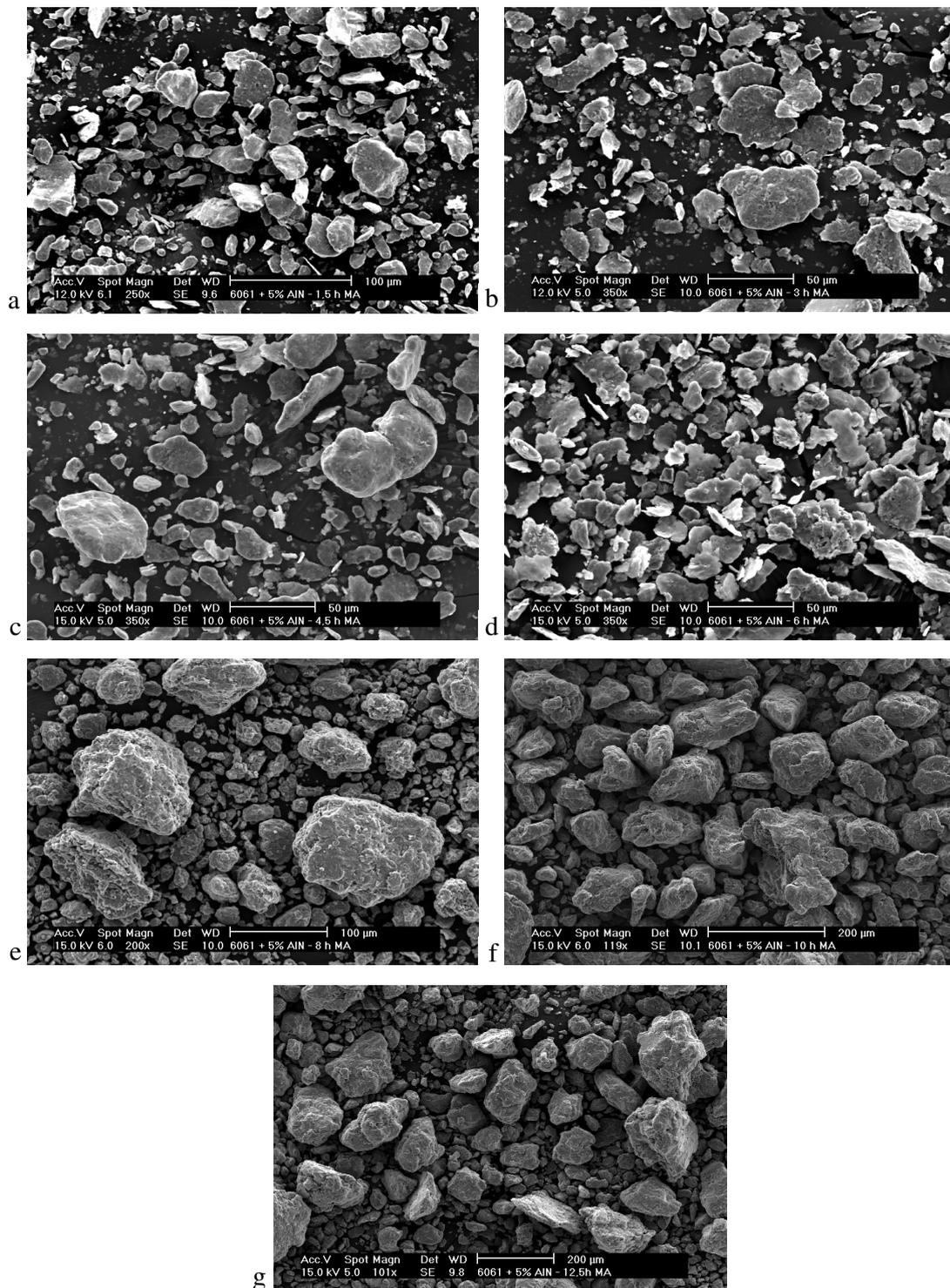


Figura III.31: Evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % AlN com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e); 10 (f) e 12,5 horas (g).

Com oito horas de moagem, observa-se a completa formação de partículas equiaxiais e, com maiores tempos de moagem, 10 e 12,5 horas, se observa uma microestrutura onde não mais se visualiza, por microscopia ótica, as linhas de soldagem.

A Figura III.33 apresenta, com maior detalhamento, a microestrutura de partícula de pó da mistura AA6061 + 5 % AlN após 3 horas de moagem. Pode observar-se a presença de linhas de soldagem e o aprisionamento das partículas do pó do reforço no interior das partículas de alumínio. Pode observar-se, ainda, a maior deformação do alumínio ao redor das partículas de AlN.

Na Figura III.34 é apresentada com detalhes a microestrutura do pó AA6061 + 5 % AlN após completado o processo de moagem e, para comparação, a microestrutura do pó obtido com a mesma mistura, após processo convencional. Pode observar-se claramente que o pó produzido em moinho de alta energia se apresenta como compósito, com as partículas do reforço incorporadas e homoganeamente distribuídas por toda a partícula de compósito. Por outro lado, o pó produzido em moinho convencional se apresenta como uma mistura discreta de partículas de seus componentes, as quais mantêm suas características originais. Também se pode observar, na mistura de pós obtida após processo convencional, que as partículas de reforço são consideravelmente maiores e apresentam fissuras, possivelmente já presentes na matéria-prima, enquanto que no pó compósito obtido por moagem de alta energia, as partículas de reforço são menores e mais arredondadas; as fissuras presentes na matéria-prima são eliminadas pela moagem.

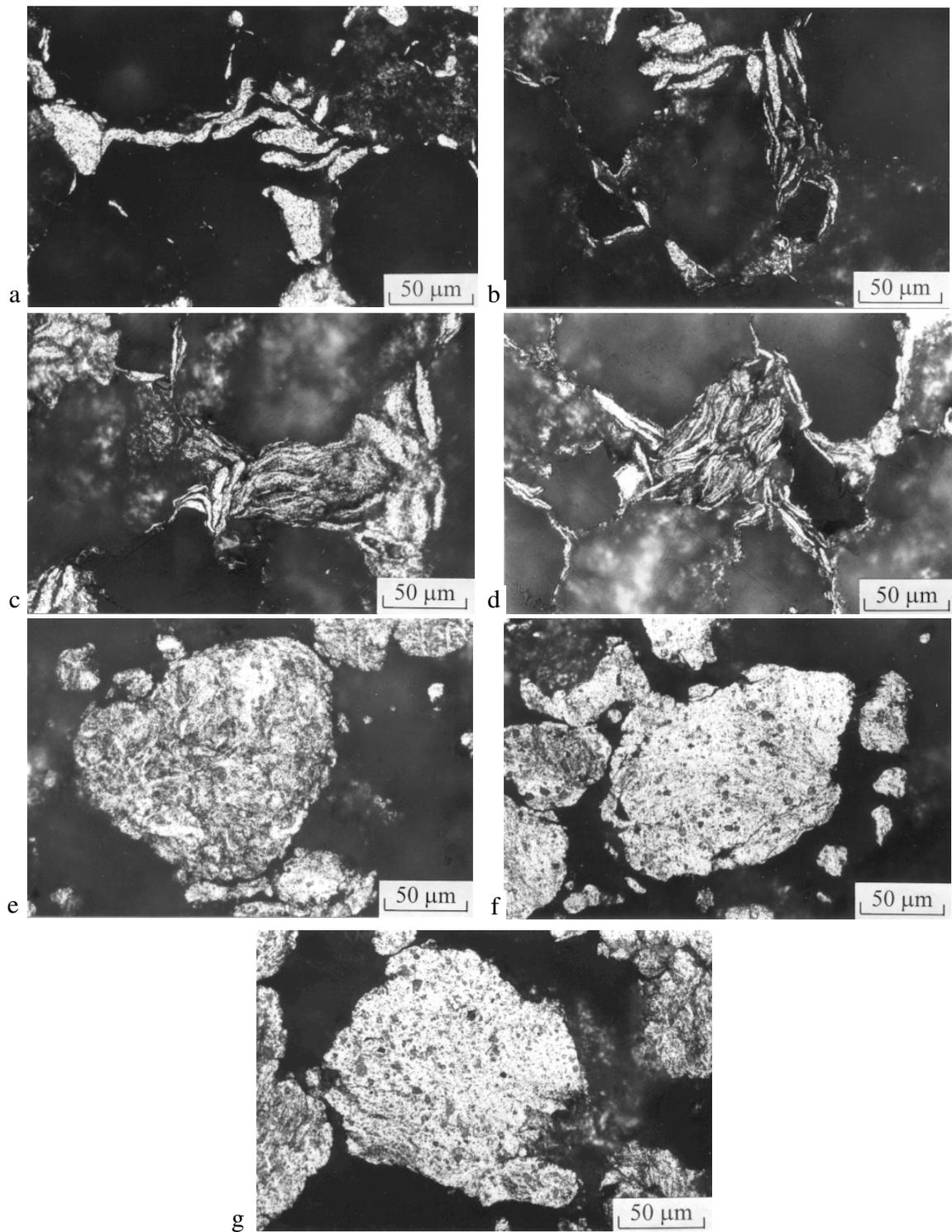


Figura III.32: Evolução microestrutural da mistura AA6061-5 % AlN com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e); 10 (f) e 12,5 horas (g). Ataque *Keller*.

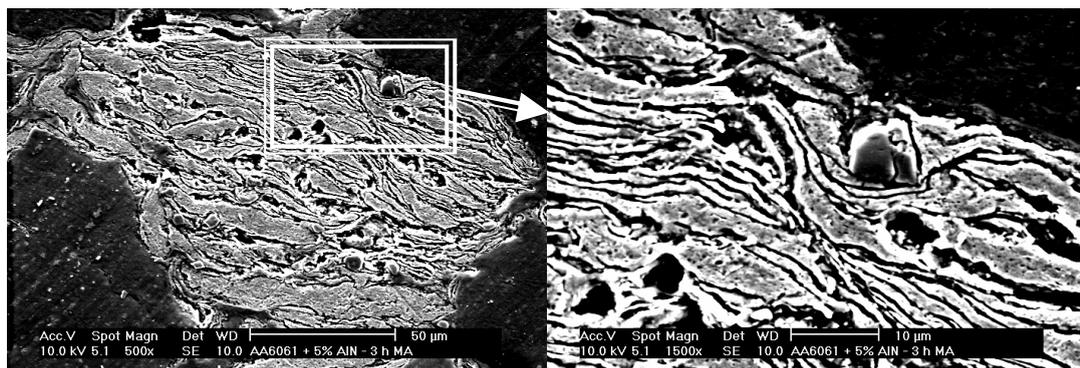


Figura III.33: Microestrutura da partícula de compósito de matriz AA6061 reforçada com 5 % AlN após 3 horas de moagem de alta energia.

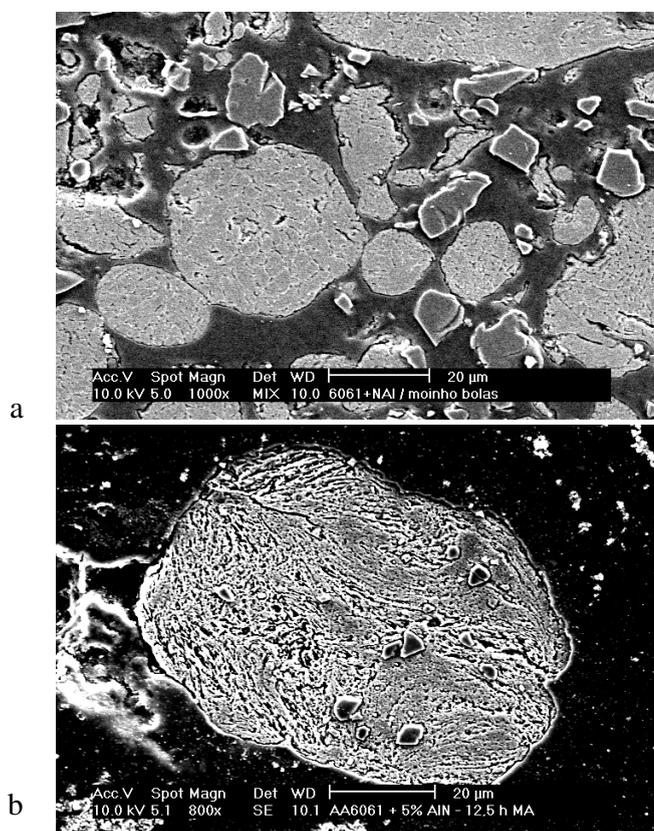


Figura III.34: Partículas do pó da liga AA6061 e do reforço tipo AlN (5 %) misturados em moinho convencional (a) e pó compósito com a mesma composição, obtido após processo de moagem de alta energia (b).

A Figura III.35 mostra a evolução morfológica do pó composto reforçado com 5 % de Si_3N_4 com o tempo de moagem. Também se pode observar neste sistema as distintas morfologias das partículas obtidas após moagem e correlacioná-las com a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem, de maneira análoga à liga sem reforço e ao composto reforçado com 5 % de AlN . O pó após 1,5; 3 ou 4,5 horas de moagem apresenta basicamente uma morfologia laminar, tempos estes em que se verifica a contínua diminuição da densidade aparente (Figura III.29). Com 6 horas de moagem, quando a densidade aparente está crescendo, já se pode observar um predomínio de partículas equiaxiais. Após 8 e 10 horas de moagem, se observam partículas equiaxiais.

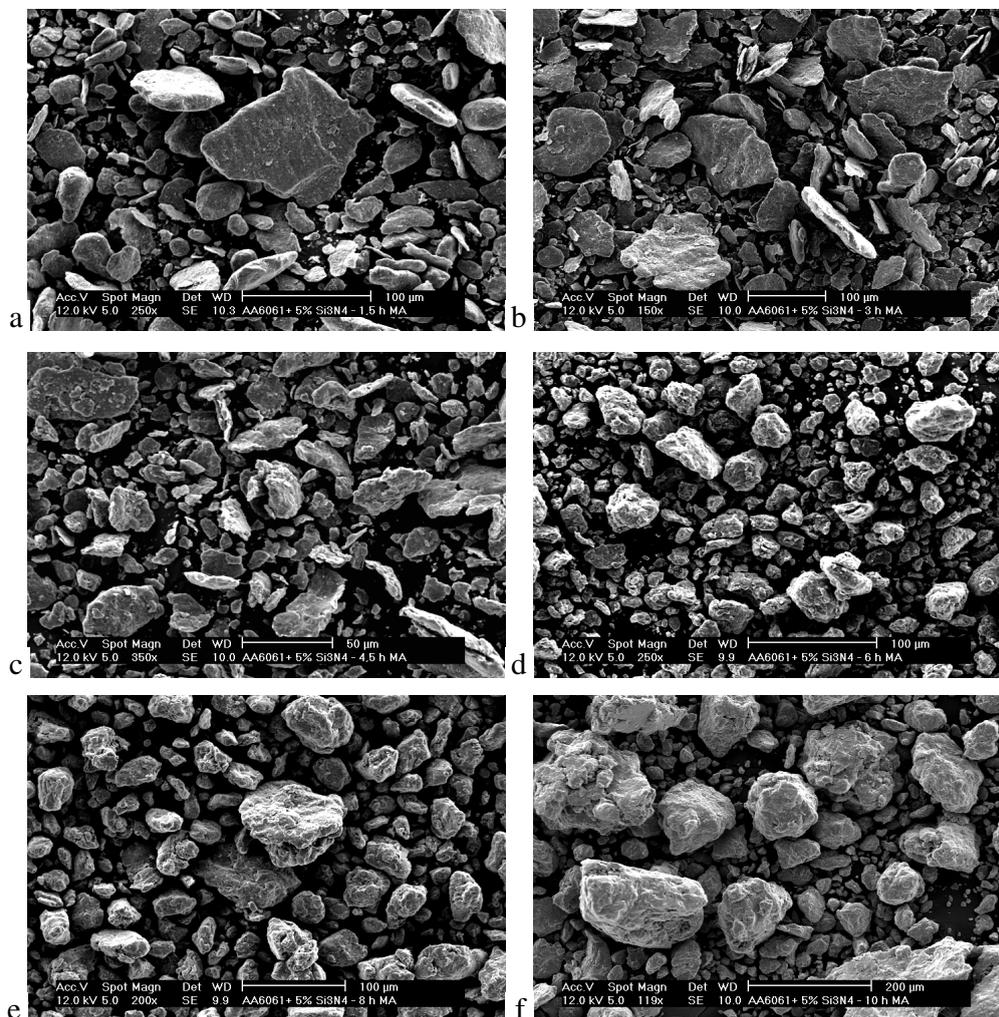


Figura III.35: Evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e) e 10 horas (f).

A Figura III.36 mostra a evolução microestrutural do pó composto reforçado com 5 % de Si_3N_4 com o tempo de moagem. Assim como o pó composto reforçado com 5 % de AlN , se observa um estágio adiantado de soldagem após 1,5 horas de moagem. Também se observa que com este tipo de reforço o processo toma uma velocidade ainda maior, pois com apenas 3 horas de moagem se observa um estado adiantado de soldagem, quando já começa a formar-se partículas equiaxiais por empilhamento de partículas laminares.

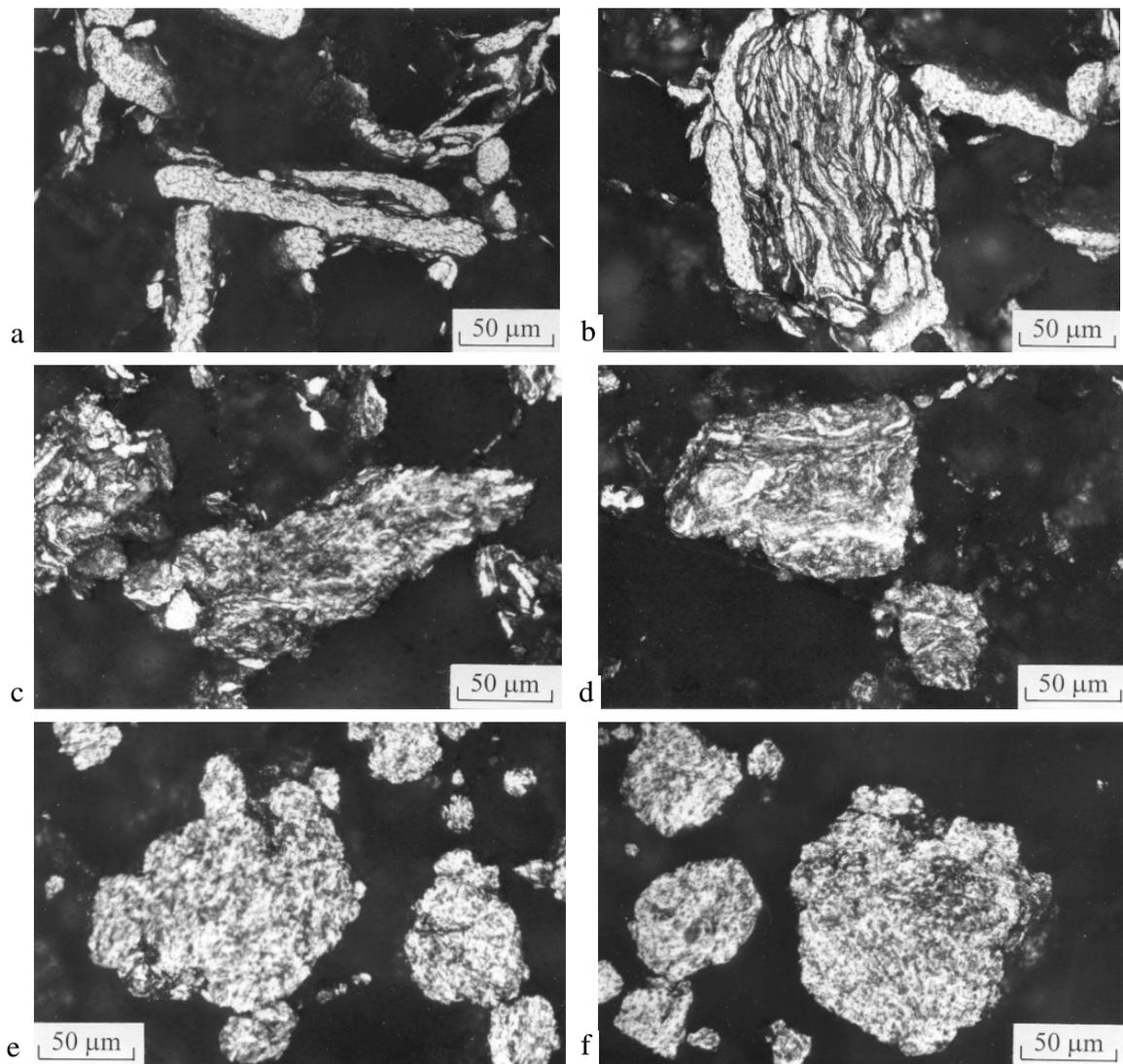


Figura III.36: Evolução microestrutural da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e) e 10 horas (f). Ataque *Keller*.

Após 4,5 e 6 horas de moagem, as partículas já se apresentam equiaxiais, conforme apresentado com mais detalhes na Figura III.37. A evolução microestrutural está diretamente relacionada com a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem (Figura III.29); como nos casos anteriores, quando se formam as partículas equiaxiais após intenso processo de deformação, soldagem e fratura, também se produz a recuperação da densidade aparente.

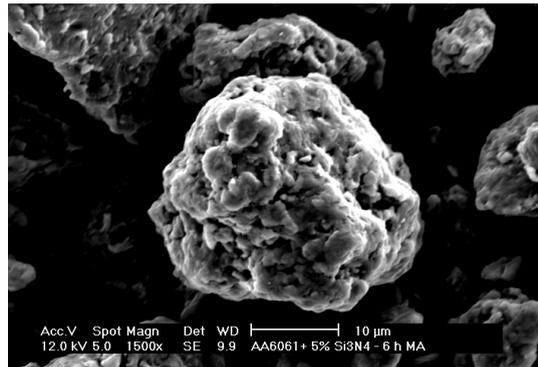


Figura III.37: Morfologia da partícula de compósito reforçada com 5 % de Si_3N_4 , após 6 horas de moagem de alta energia.

Ainda com relação ao processo de moagem de alta energia da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 , a Figura III.38 apresenta com maior detalhamento a morfologia de uma partícula de alumínio após 1,5 horas de moagem e as Figuras III.39 e III.40 apresentam a microestrutura e a morfologia, respectivamente, de uma partícula de alumínio após 3 horas de moagem. Pode observar-se que, após 1,5 horas de moagem, as partículas do reforço tendem a aderir sobre a partícula do alumínio; após 3 horas uma grande quantidade de partículas do reforço já penetraram no interior da matriz, localizando-se preferencialmente em linhas de soldagem.

Na Figura III.41 é apresentada microestrutura do pó após completada a moagem de alta energia; pode observar-se a completa incorporação das partículas do reforço às partículas da matriz, constituindo um pó compósito.

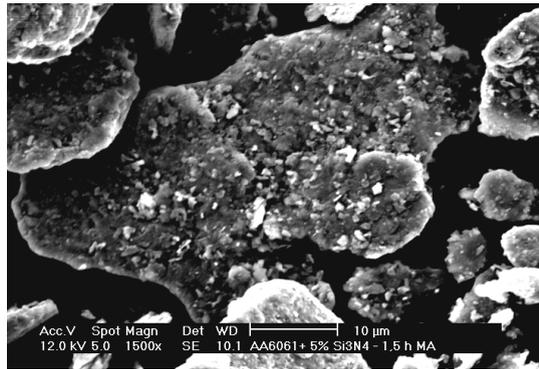


Figura III.38: Partícula de alumínio com partículas de Si_3N_4 em sua superfície, após 1,5 horas de moagem de alta energia.

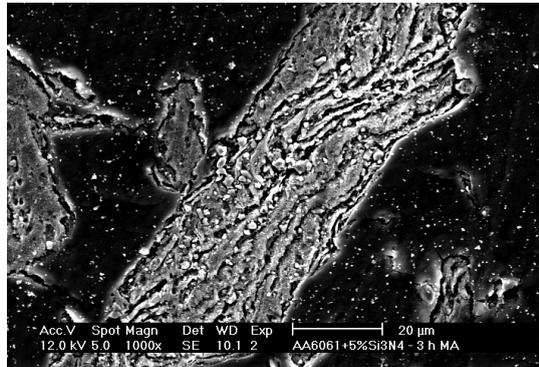


Figura III.39: Microestrutura da partícula de compósito de matriz AA6061 reforçada com 5 % de Si_3N_4 , após 3 horas de moagem de alta energia.

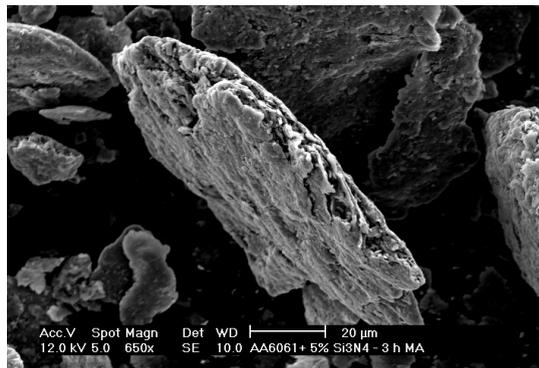


Figura III.40: Morfologia da partícula de compósito de matriz AA6061 reforçada com 5 % de Si_3N_4 , após 3 horas de moagem de alta energia.

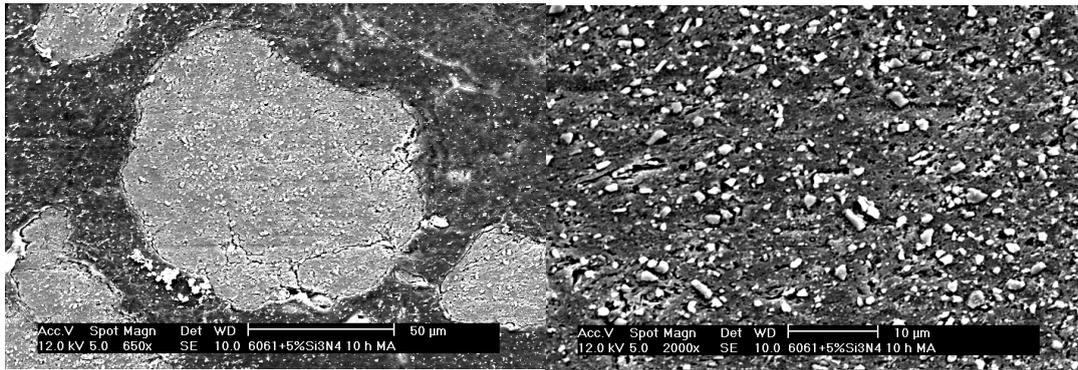


Figura III.41: Pó compósito AA6061 + 5% Si_3N_4 após 10 horas de moagem de alta energia.

A Figura III.42 mostra a evolução morfológica do pó AA6061 reforçado com 5 % de ZrB_2 com o tempo de moagem. Também aqui se pode observar as distintas morfologias obtidas após moagem e correlacioná-las com a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem. Se observam partículas deformadas com morfologia laminar após 1,5; 3; 4,5 e 6 horas de moagem, tempos nos quais se verifica a redução contínua da densidade aparente, conforme Figura III.30. As partículas equiaxiais são observadas com tempos de moagem mais longos do que no caso do Si_3N_4 , entre 8 e 12,5 horas, tempos estes para os quais se verifica o aumento e a estabilização da densidade aparente.

A Figura III.43 mostra a evolução microestrutural do pó compósito reforçado com 5 % de ZrB_2 com o tempo de moagem. Após 1,5 horas já se observam partículas deformadas e soldadas. Se observa o empilhamento de partículas por soldagem entre 4,5, 6 e, neste caso, até 8 horas de moagem e, por fim, partículas equiaxiais com linhas de soldagem não visíveis opticamente são formadas após 10 ou 12,5 horas de moagem. Observando a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem, se verifica que a recuperação dos valores ocorre após 6 horas de moagem, sendo que com 10 e 12,5 horas, se alcança o equilíbrio.

O processo completo de moagem de alta energia, neste caso, se realiza praticamente no mesmo tempo requerido para a mistura reforçada com a mesma porcentagem em peso de AlN .

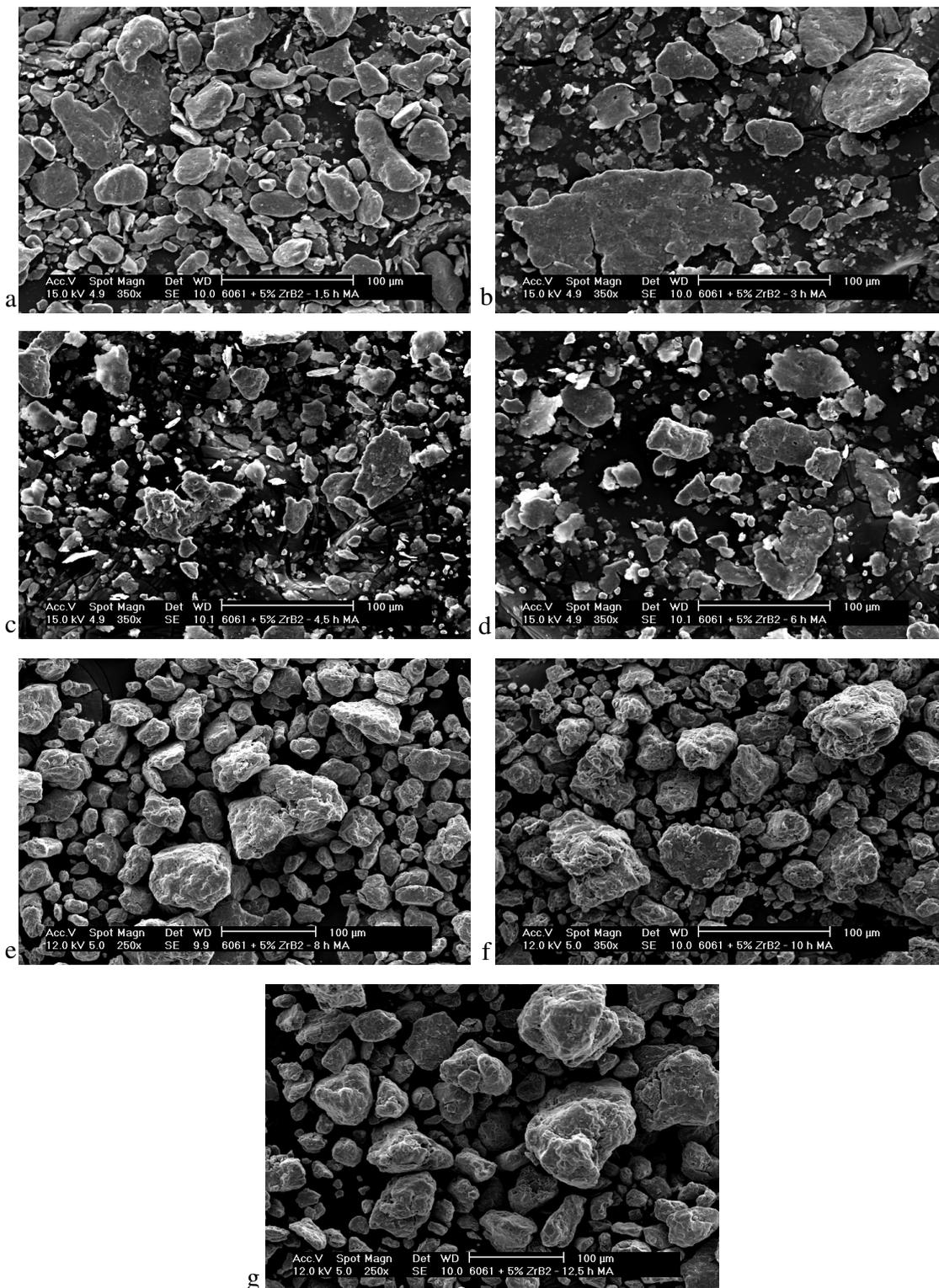


Figura III.42: Evolução morfológica da mistura AA6061 + 5 % ZrB₂ com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e); 10 (f) e 12,5 horas (g).

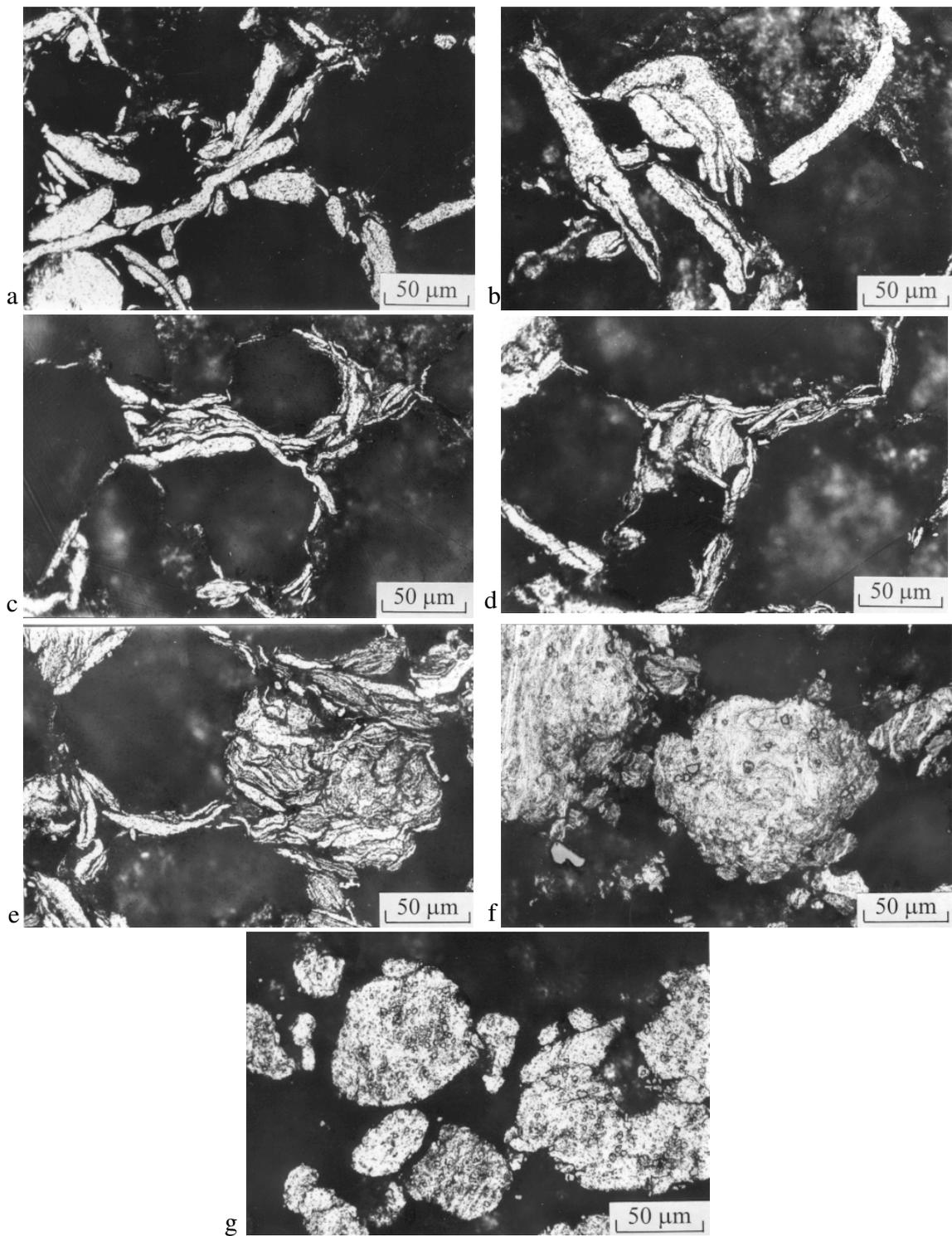


Figura III.43: Evolução microestrutural da mistura AA6061 + 5 % ZrB₂ com o tempo de moagem de alta energia: 1,5 (a); 3 (b); 4,5 (c); 6 (d); 8 (e); 10 (f) e 12,5 horas (g). Ataque *Keller*.

As Figuras III.44 e III.45 apresentam com mais detalhes a morfologia de partículas da mistura AA6061 + 5 % ZrB₂ após 1,5 horas de moagem e a microestrutura após 12,5 horas de moagem, ou seja, após completado o processo de moagem de alta energia. Pode observar-se a presença de partículas de ZrB₂ aderidas na superfície das partículas da liga de alumínio no início do processo, enquanto que após 12,5 horas de moagem, o ZrB₂ já se encontra totalmente incorporado ao pó de Al, caracterizando uma partícula de compósito.

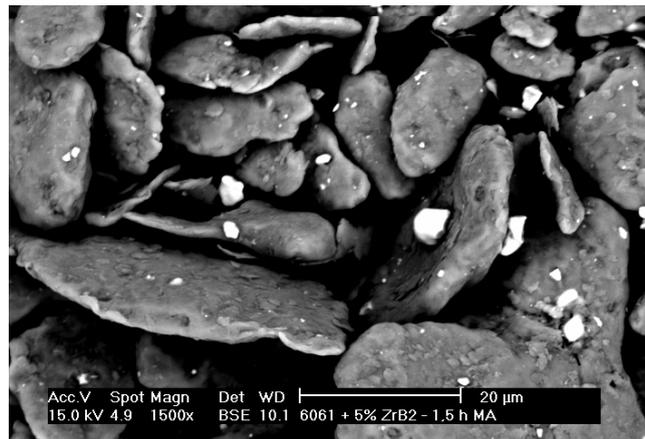


Figura III.44: Morfologia de partículas AA6061 com 5 % ZrB₂, após 1,5 horas de moagem de alta energia.

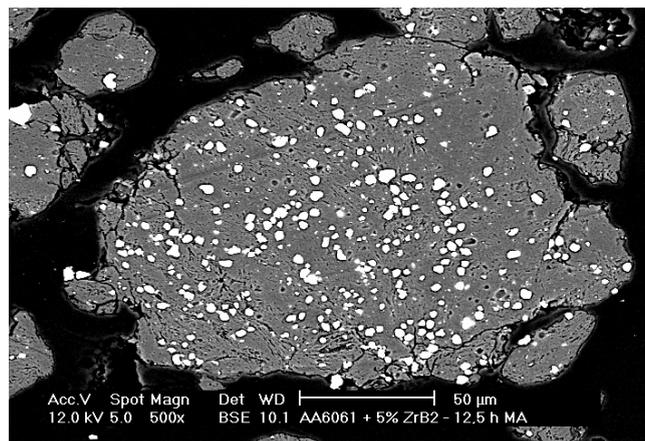


Figura III.45: Microestrutura de uma partícula do pó compósito AA6061 + 5% ZrB₂ após 12,5 horas de moagem de alta energia.

2.2.4. Discussões sobre a produção de pós compósitos por moagem de alta energia

a. Cinética do processo

Em todos os casos analisados se observa que a presença de um pó frágil interfere significativamente na cinética das transformações estruturais e morfológicas de pós submetidos à moagem de alta energia. Para todas as misturas estudadas, o tempo necessário para a ocorrência das diferentes etapas de transformação é reduzido devido à deformação adicional produzida pelas partículas de reforço na matriz metálica durante a moagem.

As partículas do reforço atuam como microbolas, aumentando a relação bolas / carga no meio de moagem e criando um efeito de combinação de tamanhos de bolas, com bolas grandes e bolas micrométricas, o que leva a um considerável aumento no nível de deformação do componente dúctil presente. Este efeito, produzido pela presença das partículas de reforço, corresponde a um aumento da energia de moagem.

Na Figura III.33 se observa claramente a maior da deformação ao redor de partículas AlN.

Como explicado anteriormente, o processo de moagem de alta energia em um sistema de pelo menos um componente dúctil envolve dois fenômenos que competem entre si: soldagem e fratura. Assim, há uma etapa em que predomina a soldagem e, com a evolução do processo, uma etapa posterior em que predomina a fratura, sendo que estes dois fenômenos são dependentes da quantidade de deformação que se impõe na moagem. Existe uma deformação crítica acima da qual as partículas se soldam em frio. Abaixo desta deformação crítica, não se produz a soldagem. A maior deformação causada pela presença das partículas de reforço fará com que se alcance com maior frequência a deformação crítica, e desta forma, aumenta-se a taxa de soldagem.

Também o fenômeno de fratura depende da deformação, na medida em que esta proporciona o endurecimento necessário para que o material se fracture. Portanto, ao aumentar a quantidade de deformação, mesmo que de forma bastante localizada, a presença de reforço incentiva os fenômenos de soldagem e a fratura, e conseqüentemente, adianta o processo de moagem de alta energia.

BHADURI, A. e co-autores (1996), trabalhando com pós elementares de Al, Zn, Mg, e Cu correspondentes à composição da liga 7010, e estudando a obtenção da liga por moagem de alta energia, concluem que a presença de partículas de reforço, no caso SiC, retarda o processo. Os autores fazem esta conclusão medindo a distância entre as linhas de soldagem em uma partícula formada a partir de várias lâminas soldadas umas às outras e observando que esta distância cai mais rapidamente com o tempo de moagem sem a presença de reforço. Estes autores também analisam picos de difração de raios-X, e observam que os picos correspondentes ao zinco, magnésio e cobre demoram mais a desaparecer quando se realiza a moagem com a presença das partículas de reforço, desaparecimento que está relacionado à solubilização destes elementos na estrutura do alumínio. Os autores atribuem o retardamento do processo à hipótese de que o reforço no meio de moagem absorve energia ao se fraturar, diminuindo a energia disponível necessária para a promoção dos fenômenos envolvidos na moagem de alta energia.

Entretanto, as afirmações feitas por Bhaduri e co-autores não está em contra as afirmações que neste trabalho se faz, mas o que se deve levar em consideração é que estes autores observam o processo do ponto de vista de outros parâmetros, enquanto que aqui se analisa o processo de moagem de alta energia do ponto de vista morfológico e microestrutural.

Ao final deste processo em que se mistura o pó de uma liga metálica com características dúcteis com um pó cerâmico frágil se obtém um pó compósito. Neste pó compósito, cada partícula em si já é um material compósito, pois apresenta uma uniforme distribuição de reforço por toda a partícula, conforme mostrado nas Figuras III.34, III.41 e III.45.

b. Efeito da quantidade de reforço

Para análise da influência da quantidade de reforço na mistura para a produção de pós compósitos por moagem de alta energia, foi produzido o compósito AA6061 + 15 % AlN, para comparação com os resultados obtidos para o compósito AA6061 + 5 % AlN.

Em termos de variação da densidade aparente com o tempo de moagem, os resultados são apresentados na Figura III.46. Pode observar-se, para ambas composições, o mesmo tipo de comportamento na curva densidade aparente: há redução com o aumento do tempo de moagem

até um certo valor, seguido de crescimento e estabilização do valor da densidade para maiores tempos de moagem. Como explicado anteriormente, este comportamento se relaciona com os mecanismos envolvidos na moagem de alta energia.

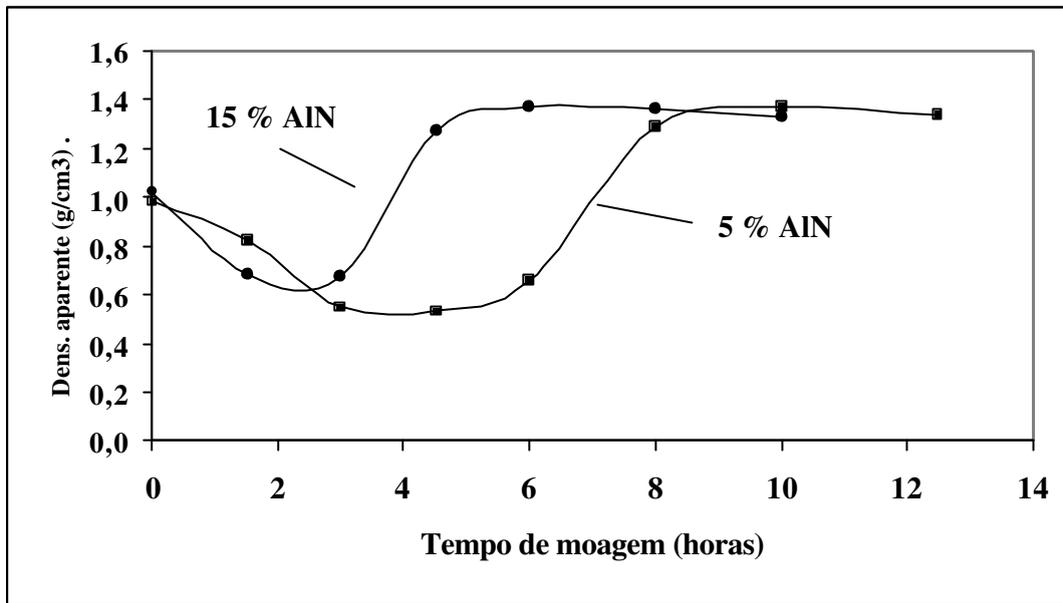


Figura III.46: Densidades aparentes dos pós compósitos de matriz da liga AA6061 reforçados com 5 e 15% de nitreto de alumínio em função do tempo de moagem de alta energia.

O efeito do teor de reforço é claramente observado: o maior teor de partículas de reforço na mistura acelera o processo de moagem de alta energia; tempos de moagem da ordem de 4,5 horas já permitem atingir o equilíbrio dos mecanismos de soldagem e fratura de partículas, característico da estabilização do processo de moagem de alta energia e refletido na estabilização da densidade aparente do pó.

O adiantamento dos mecanismos envolvidos na moagem de alta energia devido ao aumento do teor do pó de mais alta dureza na mistura pode ser explicado: como visto anteriormente, a presença de reforço adianta o processo de moagem de alta energia em comparação com a mesma liga sem reforço, basicamente devido ao aumento na taxa de deformação do componente dúctil proporcionado pela presença da fase frágil. Portanto, uma maior quantidade de reforço proporciona uma ainda maior quantidade de deformação à liga metálica e um maior adiantamento do processo de moagem de alta energia.

c. Efeito do tipo de reforço

A Figura III.47 apresenta a variação da densidade aparente com o tempo de moagem para misturas da liga AA6061 + 5 % AlN, AA6061 + 5 % Si₃N₄ e AA6061 + 5 % ZrB₂, para comparação do tipo de reforço utilizado. Pode observar-se curvas com comportamento semelhante nos três casos, indicando os mesmos tipos de mecanismos envolvidos na moagem de alta energia; no entanto, o tipo de reforço influencia na sua cinética. Pode observar-se que os reforços AlN e ZrB₂ promovem menor adiantamento do processo, com relação à liga sem reforço, como já mencionado, enquanto a presença de Si₃N₄ promove um mais sensível adiantamento do processo de moagem de alta energia.

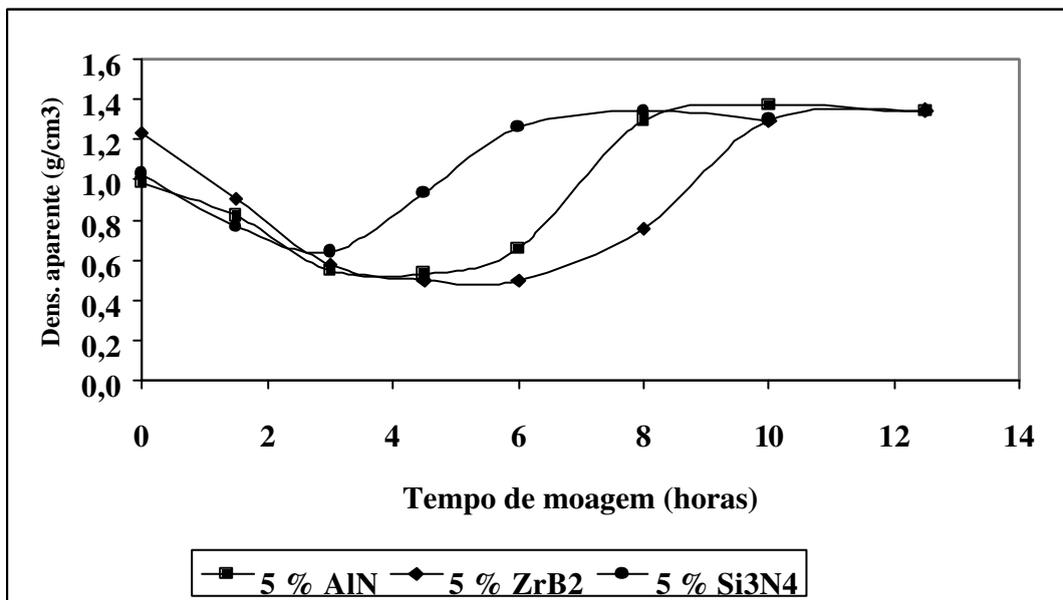


Figura III.47: Densidades aparentes dos pós compósitos de matriz da liga AA6061 reforçados com 5% de nitreto de alumínio, nitreto de silício e diboreto de zircônio em função do tempo de moagem de alta energia.

O grau de influência de cada tipo de partícula de reforço na cinética dos mecanismos de moagem de alta energia pode ser atribuído às suas características particulares. Como visto anteriormente, cada tipo de reforço apresenta diferente tendência a se fraturar, sendo o Si₃N₄ o reforço que mais se fratura e o ZrB₂ o que menos se fratura durante a moagem, enquanto o AlN ocupa uma posição intermediária entre os outros dois. Assim, para um mesmo tempo de moagem

e um mesmo teor adicionado, as partículas dos diferentes tipos de reforços podem apresentar dimensões distintas. Na Figura III.38 se observa a presença de uma significativa quantidade de partículas de Si_3N_4 , com tamanhos em torno a $1\ \mu\text{m}$, aderidas ou presas à superfície da partícula laminar da liga de alumínio, em pós submetidos a 1,5 horas de moagem, enquanto a Figura III.44 mostra uma partícula de ZrB_2 presa a uma partícula laminar da matriz de alumínio, para o mesmo tempo de moagem. Observa-se o maior tamanho da partícula de ZrB_2 em comparação ao Si_3N_4 após o mesmo tempo de moagem e também o menor número destas partículas aderidas às de alumínio. A presença de partículas aderidas ou presas à superfície da liga metálica aumenta a deformação da matriz ao seu redor, facilitando a soldagem das partículas laminares.

Comparando-se as microestruturas dos pós compósitos reforçados com 5 % de AlN e 5 % de Si_3N_4 , após 3 horas de moagem, Figuras III.33 e III.39, respectivamente, podemos constatar que as partículas de AlN medem em torno a $10\ \mu\text{m}$, basicamente o mesmo tamanho antes de iniciar a moagem, enquanto que as partículas de Si_3N_4 medem em torno a $1\ \mu\text{m}$, isto é, mais de dez vezes menor que o tamanho de partida. Assim, as partículas que mais se fraturam aumentam mais sua quantidade numérica relativa na mistura, interferindo mais fortemente no processo de moagem de alta energia, devido ao fato de sua aderência à superfície das partículas dúcteis da matriz promover deformação local e facilitar o mecanismo de soldagem.

Como resultado do processo de moagem de alta energia, se obtém pós compósitos com homogênea distribuição de reforço pela matriz metálica, como já mencionado. Através das Figuras III.41, III.34 e III.45, que mostram partículas de compósito reforçadas com 5 % de Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 , respectivamente, se constata que a distribuição mais fina é obtida para o reforço que mais sofre fratura na moagem, o Si_3N_4 , seguido do AlN e o ZrB_2 .

2.2.5. Análise granulométrica do pó compósito AA6061 + 5 % Si_3N_4

Para análise do comportamento das dimensões das partículas de pós durante o processo de moagem com alta energia, foi feita análise granulométrica em um dos compósitos produzidos. Os resultados obtidos para a mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 são apresentados na Figura III.48, em que é mostrada a distribuição granulométrica em função do tempo de moagem; as linhas verticais se referem ao diâmetro médio equivalente ($D_{0,5}$) e a Tabela III.18 apresenta os valores dos diâmetros

$D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ para os diferentes tempos de moagem. Zero horas de moagem se refere a moagem por 1,5 horas em moinho convencional. A análise foi feita na mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 por ser este tipo de reforço mais susceptível à fratura durante moagem e, conseqüentemente, o que mais interfere no processo, como visto anteriormente.

Tabela III.18: $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ em função do tempo de moagem de alta energia, para a mistura de pós AA6061 + 5 % de Si_3N_4 .

Tempo de moagem (horas)	$D_{0,1}$ (μm)	$D_{0,5}$ (μm)	$D_{0,9}$ (μm)
0	10,03	31,71	86,05
1,5	10,03	45,29	127,24
3	11,38	48,58	127,48
4,5	8,14	30,64	86,20
6	10,19	44,93	156,68
8	26,30	84,57	213,54
10	25,11	70,85	169,22

Observação: tempo indicado por 0 horas se refere à mistura de pós obtida em moinho convencional.

Após 1,5 horas de moagem de alta energia, observa-se que a distribuição de tamanhos de partículas se torna mais ampla com um acentuado desvio da curva para a região das partículas grossas e um significativo aumento no diâmetro médio equivalente é produzido. Estes resultados mostram que nesta etapa ocorre, além da deformação de partículas, o predomínio da soldagem entre elas.

Analisando os resultados após 4,5 horas de moagem e comparando-os com os resultados após 3 horas, constata-se que há uma diminuição dos valores de $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$, com o aumento do tempo de moagem, o que, analogamente ao verificado para a liga sem reforço submetida à moagem por tempos entre 8 e 10 horas (Figura III.26), parece indicar que a fratura se sobrepõe à soldagem como fenômeno dominante para este tempo de moagem. Novamente se observa o desvio da curva em direção à região de partículas finas, indicando que a redução do tamanho médio se deve à redução da fração de partículas grossas presentes, já que estas apresentam maior

probabilidade de fraturar-se do que partículas pequenas. Estes resultados estão de acordo com os resultados da curva de densidade aparente em função do tempo de moagem (Figura III.29), pois é o intervalo que a densidade começa e crescer depois de haver diminuído a seu máximo.

Os resultados da análise granulométrica do pó compósito após 8 e 10 horas de moagem mostra um estreitamento na distribuição de tamanhos, indicando um certo equilíbrio entre a fratura e a soldagem de partículas; a soldagem atuando basicamente sobre partículas mais finas enquanto a fratura atuando basicamente sobre partículas mais grossas. Estes resultados mais uma vez se enquadram na teoria de KOCH, C. C., (1998). Neste mesmo intervalo se tende a alcançar um equilíbrio, porém ainda não tão estável quando se compara com as análises granulométricas da liga AA6061 sem reforço, moídas por tempos entre 16 e 24 horas (compare Tabelas III.11 e III.18).

2.2.6. Dureza das partículas

Como foi mostrado anteriormente, a microdureza das partículas da liga AA6061 aumenta consideravelmente com o processo de moagem de alta energia, devido ao refinamento produzido na microestrutura, à fina dispersão de óxido de alumínio e carbeto de alumínio e a alta densidade de discordância produzida pela forte deformação imposta. A microdureza das partículas de compósito obtidas por moagem de alta energia foi determinada; os resultados são apresentados na Tabela III.19.

A elevada microdureza observada nas partículas de compósito deve ser atribuída a dois fatores: o efeito do processo de moagem sobre a microestrutura da liga matriz e o efeito da adição de reforço. Fica claro pelos resultados obtidos que o efeito do processo de moagem é mais significativo, pois a liga sem reforço e após moagem já apresenta um alto valor de dureza e a diferença entre as durezas dos pós compósitos e da liga após moagem é menos significativo.

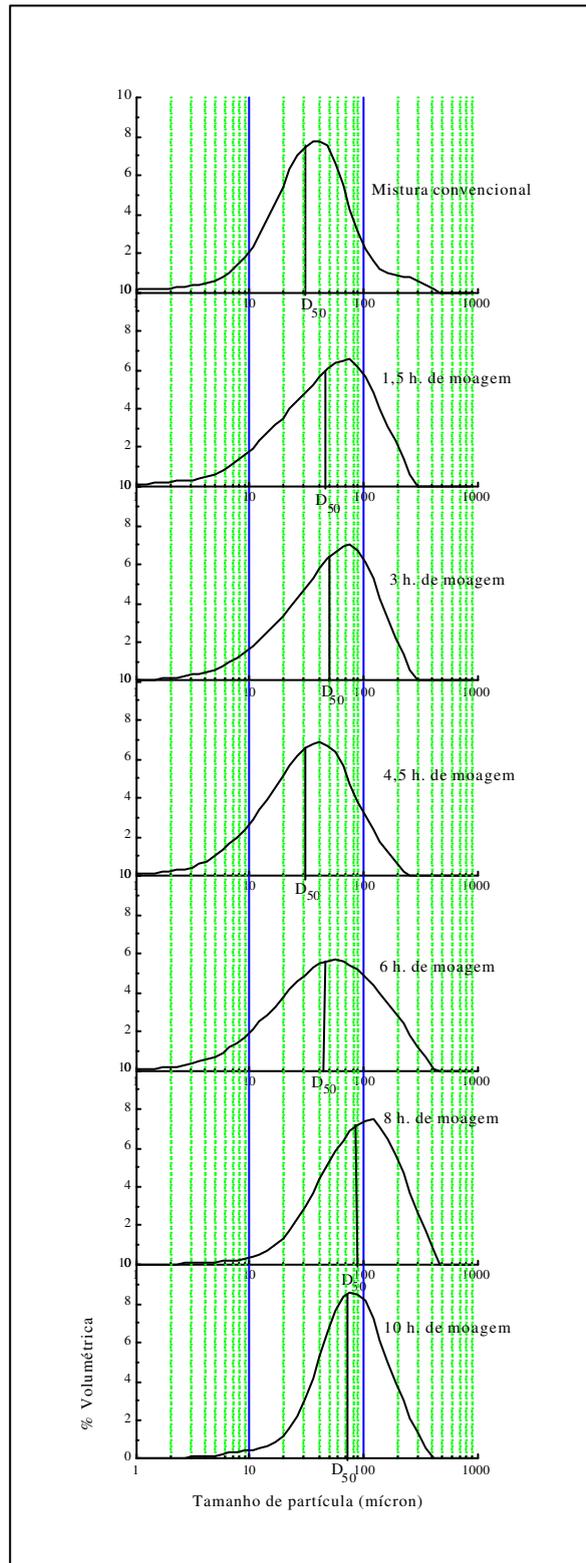


Figura III.48: Distribuição de tamanho de partículas e diâmetro médio equivalente em função do tempo de moagem de alta energia para a mistura AA6061 + 5 % Si₃N₄.

Tabela III.19: Microdureza das partículas.

Material	Microdureza (HV)	Desvio Padrão
AA6061 como fabricado	65,25	15,22
AA6061 após 24 horas de moagem	174,0	19,2
AA6061 + 5 % de AlN após 12,5 horas de moagem	191,7	14,6
AA6061 + 15 % de AlN após 10 horas de moagem	196,4	35,3
AA6061 + 5 % de ZrB ₂ após 12,5 horas de moagem	186,9	19,6
AA6061 + 5 % de Si ₃ N ₄ após 10 horas de moagem	208,9	13,4

Como já foi visto, o Si₃N₄ é o reforço que mais se fragmenta durante a moagem, que mais acelera o processo de moagem de alta energia e que resulta na distribuição mais fina de partículas dentro de cada partícula do pó compósito. Como consequência, a microdureza das partículas reforçadas com Si₃N₄ é a que maior aumento apresenta em relação à liga sem reforço e após moagem. O Anexo 1 apresenta análise estatística das diferenças entre as médias de microdureza obtidas, na qual se constata que a dureza da partícula do pó compósito reforçado com 5 % de ZrB₂ é estatisticamente igual e as durezas das partículas dos pós compósitos reforçados com 5 % de Si₃N₄, 5 e 15 % de AlN são estatisticamente diferentes da dureza das partículas do pó liga AA6061 sem reforço e submetido a 24 horas de moagem de alta energia.

Por outro lado, o ZrB₂ é, entre os três tipos de reforços analisados, o reforço que menos se fragmenta durante a moagem, que menos acelera o processo de moagem de alta energia e que resulta em uma distribuição mais grosseira de partículas. Consequentemente, o aumento de dureza, neste caso, é o menor entre os três tipos de reforços analisados.

Como já visto anteriormente, o AlN apresenta características intermediárias ao Si₃N₄ e ZrB₂, no que se refere à fragmentação durante a moagem e à aceleração do processo de moagem de alta energia. Quanto à microestrutura obtida após moagem, o tamanho final das partículas de AlN está mais próximo ao tamanho final das partículas de ZrB₂, do que de partículas de Si₃N₄, como também já mostrado. Assim, o aumento na microdureza das partículas de compósito com a adição de 5 % em peso de AlN é intermediário aos aumentos devido à adição da mesma quantidade em peso de ZrB₂ e Si₃N₄.

O valor médio da microdureza obtida nas partículas de compósito contendo 15 % de AlN é maior que o obtido com 5 % de AlN como reforço, porém a diferença não é significativa do ponto de vista estatístico.

Os valores de microdureza obtidos neste trabalho são próximos aos valores obtidos por HOCHREITER, E., KOWANDA, C. e ORTER, B. (1993), os quais reportam valores próximos a 200 HV para pó compósito com matriz da liga AA6061 reforçado com 15 % em volume de partículas de SiC (4,5 μm), após duas horas de moagem de alta energia.

3. Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que a evolução da densidade aparente em função do tempo de moagem se relaciona com as diversas etapas do processo de moagem de alta energia. Numa fase inicial a densidade diminui continuamente devido à transformação da morfologia equiaxial do material de partida para uma morfologia laminar, ocasionado pela predominância de mecanismos de deformação e soldagem das partículas; com o aumento do tempo de moagem, a densidade aparente aumenta até um certo limite, esta fase se relaciona com a transformação da morfologia laminar para a morfologia equiaxial devido à predominância de mecanismos de fratura. Com o posterior aumento do tempo de moagem, não há alteração da densidade aparente; esta fase é caracterizada pelo equilíbrio entre mecanismos de soldagem e fratura de partículas. Assim, além de ser uma propriedade de importância para o projeto de moldes para compactação, a análise da densidade aparente oferece uma ferramenta para o acompanhamento do processo de moagem de alta energia.

As análises morfológica e microestrutural dos pós confirmam a discussão dos resultados obtidos com a evolução da densidade aparente com o tempo de moagem. Entre 0 e 3 horas de moagem, predomina a deformação das partículas da liga AA6061, transformando sua morfologia inicialmente esférica em uma morfologia laminar. A partir de então, prevalece o fenômeno de soldagem. Entre 8 e 10 horas de moagem, passa a prevalecer a fratura, fazendo com que as partículas se tornem equiaxiais. Ao final do processo se obtém partículas equiaxiais nas quais as linhas de soldagem não são visíveis com uso de microscopia óptica.

Quanto à distribuição granulométrica do pó AA6061 submetido à moagem de alta energia, os resultados permitem concluir que a distribuição de tamanhos de partículas se torna mais ampla após o início da moagem, devido à deformação das partículas. Após 3 e 6 horas de moagem, ocorre um significativo aumento no diâmetro médio equivalente e um acentuado desvio da curva para a região das partículas grossas, indicando que a soldagem é o fenômeno dominante nesta etapa. Após 10 horas de moagem há uma diminuição do tamanho de partículas devido à fratura. Entre 16 e 24 horas de moagem se alcança o equilíbrio na distribuição de tamanhos de partículas, além de seu estreitamento, devido ao equilíbrio entre os mecanismos de soldagem e fratura, pois nesta etapa a soldagem atua basicamente sobre as pequenas partículas, enquanto a fratura atua nas grandes partículas. Após 24 horas de moagem de alta energia, o tamanho médio das partículas do pó AA6061 aumenta da ordem de duas vezes.

A dureza das partículas do pó da liga AA6061 aumenta consideravelmente com a moagem, passando de um valor médio de 65 HV para a liga como fabricada para 174 HV para a liga após 24 horas de moagem.

A presença de partículas de reforço acelera o processo de moagem de alta energia, como pode ser visto através da evolução da densidade aparente das misturas estudadas com o tempo de moagem; o grau de interferência depende, no entanto, do tipo de partícula.

A adição de 5 % de AlN ou ZrB₂ à liga AA6061 leva à obtenção de partículas equiaxiais na metade do tempo necessário para obter a mesma morfologia com a liga AA6061 sem reforço. Este adiantamento do processo é proporcional à quantidade de reforço utilizado. Com a adição de 15 % de AlN se observa um maior adiantamento em comparação ao pó compósito reforçado com 5 % de AlN.

Dentre os reforços empregados neste estudo, o Si₃N₄ é o reforço que mais se fratura durante a moagem e o que mais adianta o processo de moagem de alta energia.

Quanto à distribuição granulométrica da mistura AA6061 + 5 % Si₃N₄ submetido à moagem de alta energia, os resultados permitem concluir que um significativo aumento no tamanho médio das partículas ocorre após 1,5 horas de moagem, evidenciando o predomínio da

soldagem já no início do processo. Após 4,5 horas de moagem há uma diminuição do tamanho médio das partículas, indicando que a fratura se sobrepõe à soldagem como fenômeno dominante no processo. Entre 6 e 10 horas de moagem se estreita a distribuição de tamanhos, indicando o equilíbrio entre a fratura e a soldagem e o consumo preferencial de partículas mais finas pela soldagem e de partículas mais grosseiras pela fratura.

A adição de 5 ou 15 % de AlN ou 5 % ZrB₂ leva a um pequeno aumento na microdureza do pó compósito em comparação com a liga sem reforço submetida à moagem de alta energia, o que indica que o aumento da dureza é em grande parte devido ao efeito do processo de moagem de alta energia e em menor parte devido ao efeito reforçante proporcionado pela presença das partículas de reforço na matriz de alumínio.

A microdureza do pó compósito reforçado com 5 % de Si₃N₄ é significativamente maior que a liga sem reforço submetida à moagem de alta energia. Se atribui este aumento ao menor tamanho das partículas conseguido após moagem.

Capítulo IV

Processos de Conformação de Pós

1. Fundamentos da Conformação de Pós

Uma vez obtido o pó ou misturas de pós, deve-se passar para a etapa de conformação do material, que objetiva, em primeiro lugar, unir as partículas do pó, em segundo lugar, densificar o material ou, de outra forma, reduzir a sua porosidade. Os processos de conformação de pós, além garantir estes objetivos, devem produzir densificação uniforme através da seção transversal do produto e ser capazes de produzir uma variedade de geometrias, com alta produtividade e baixo custo.

Diferentes processos podem ser utilizados para a compactação de pós metálicos, os quais são apresentados a seguir.

1.1. Compactação

Por compactação se entende a moldagem de um material em forma de pó em um molde e, geralmente, a aplicação de uma pressão. Por meio da aplicação de pressão às partículas do pó, estas se deformam, aumentando o contato entre elas e preenchendo vazios. Neste processo ocorre a quebra da camada de óxido superficial, possibilitando a união de metal com metal em diversos pontos, propiciando deformação por cisalhamento entre duas superfícies metálicas e conseqüente soldagem a frio. A deformação por cisalhamento é devida à assimetria entre as forças que uma

partícula exerce sobre outra partícula vizinha, razão pela qual partículas com formas irregulares são mais facilmente densificadas por compactação que partículas esféricas (SCHATT, W. e WIETERS, K. -P., 1997). A aplicação de pressão sobre as partículas resulta em aumento da área de contato e da adesão entre elas, seu encruamento e redução da porosidade do material. A Figura IV.1 ilustra a relação entre a porosidade e a densidade relativa de pós compactados, com a pressão aplicada.

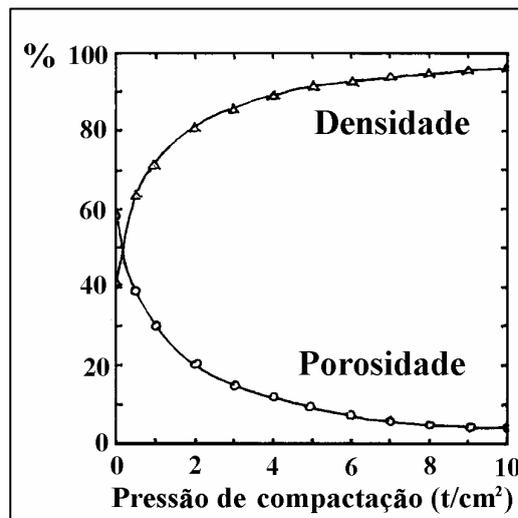


Figura IV.1: Porosidade relativa e densidade relativa de pós compactados em função da pressão de compactação (HÖGANÄS HANDBOOK FOR SINTERED COMPONENTS, 1997).

O processo de compactação é classificado pela forma de aplicação de pressão e pela temperatura na qual se aplica a pressão. Os quatro processos mais comuns são:

- compactação uniaxial a frio;
- compactação isostática a frio;
- compactação uniaxial a quente;
- compactação isostática a quente.

A Figura IV.2 ilustra estes quatro tipos de processos de compactação.

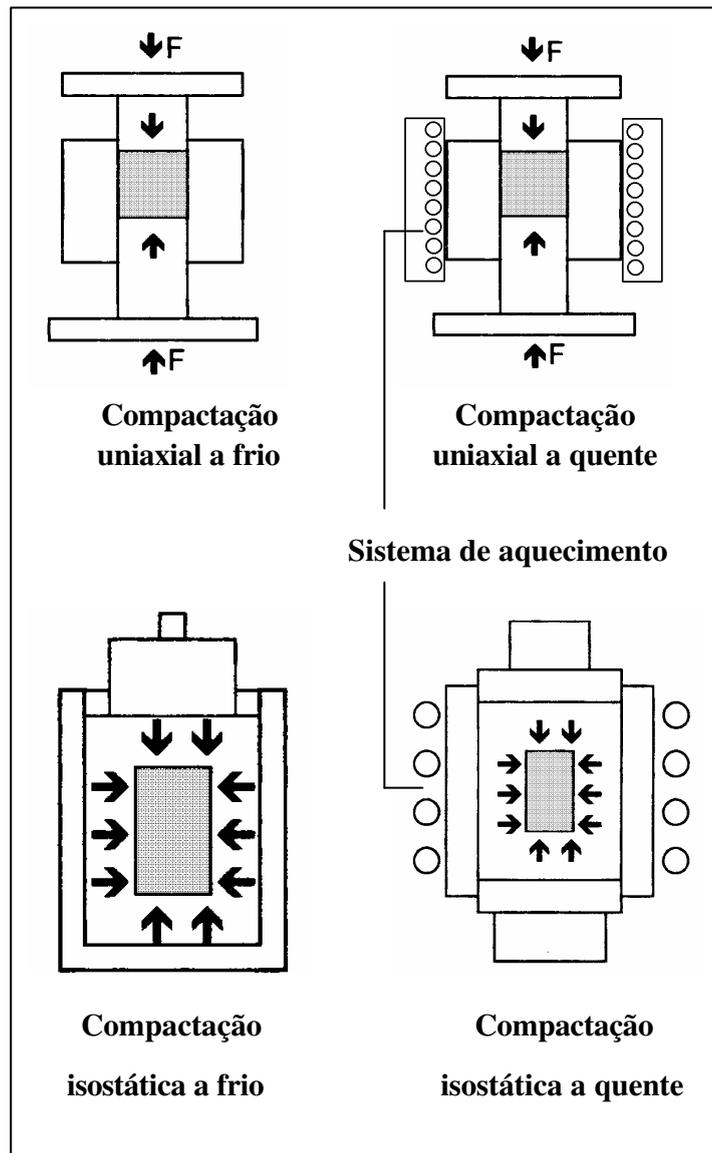


Figura IV.2: Processos de compactação classificados segundo o modo de aplicação da pressão e a temperatura na qual se aplica a pressão.

1.1.1. Compactação uniaxial a frio

Na compactação uniaxial a frio o pó é colocado dentro do molde e a pressão é exercida através do punção, de maneira uniaxial.

Um dos problemas inerentes à compactação uniaxial é a heterogênea distribuição de densidades resultante da fricção entre partículas e entre as partículas e a parede do molde. A região mais próxima ao punção é sujeita à uma maior pressão e, conseqüentemente, atinge uma maior densidade. Ao final do processo, é formado um perfil de densidades que decresce a partir da superfície em contato com o punção até a superfície oposta. Este problema pode ser minimizado com a utilização de punção duplo, com o qual se obtém uma distribuição de valores de densidade perfil que decrescente a partir das extremidades superior e inferior até o centro da peça. No entanto, uma forma mais eficaz de evitar este problema é a utilização da compactação isostática.

1.1.2. Compactação isostática a frio

Como pode ser visto pela Figura IV.2, o equipamento para a compactação isostática consiste em uma câmara de pressão contendo um fluido responsável pela aplicação de pressão ao pó, o qual por sua vez é introduzido na câmara envolto por uma membrana de borracha ou qualquer outro material que possua a flexibilidade e resistência necessárias. Esta membrana tem a função de isolar o pó do fluido contido na câmara. A pressão exercida sobre o pó no processo de compactação isostática a frio é igual em todas as direções.

A compactação isostática elimina o efeito de fricção das partículas com a parede do molde; com a mesma pressão aplicada se obtém uma densidade superior e uma resistência em verde até 50 % maior do que as obtidas na compactação uniaxial a frio (SCHATT, W. e WIETERS, K. -P., 1997). A desvantagem da compactação isostática é a variação dimensional do produto, pois a membrana que isola o pó do líquido do interior da câmara de pressão, por se flexível, se deforma durante a aplicação da pressão.

1.1.3. Compactação uniaxial a quente

No processo de compactação a quente as etapas de compactação propriamente dita e de sinterização ocorrem simultaneamente; o processo é especialmente indicado para consolidar pós que apresentem baixa compactabilidade ou para materiais que não sinterizam bem. Neste processo, o controle da temperatura é crítico, pois com baixas temperaturas não se obtém a

densificação desejada e altas temperaturas provoca excessivo crescimento de grãos (JAIN, M. K. e co-autores, 1993).

1.1.4. Compactação isostática a quente

Para a compactação isostática a quente o pó geralmente é pré-compactado, encapsulado e desgaseificado. A cápsula deve ser apropriada para suportar a temperatura de prensagem e não reagir com o pó. Também se pode utilizar uma peça já compactada e pré-sinterizada, sem porosidade conectada com a superfície, diretamente dentro do fluido (normalmente um gás) contido no vaso de pressão. A prensa utilizada para compactação isostática a quente difere da prensa utilizada para compactação isostática a frio pela possibilidade de aquecer e controlar a temperatura do fluido contido no vaso de pressão.

1.1.5. Compactação sem pressão

Também é possível realizar a compactação de pós sem a aplicação de pressão. Por meio da seleção de uma adequada distribuição de tamanhos de partículas e da vibração do molde, um estado de alto empacotamento do pó pode ser atingido. Este processo apresenta a vantagem de não gerar tensões internas nas partículas do pó, sendo indicado para materiais frágeis, que podem desenvolver trincas com a compactação sob pressão. No entanto, a resistência em verde que se alcança com este processo é baixa.

1.1.6. Compactação com alta taxa de fornecimento de energia

A compactação com alta taxa de fornecimento de energia ocorre pela utilização de uma onda de pressão causada pela detonação de um explosivo ou pela produção de um pulso magnético curto e intenso, conferindo alta velocidade de deslocamento do punção, isto é, altas velocidades de aplicação de pressão. No processo há significativo aumento local de temperatura, podendo haver fusão de partículas nos pontos de contato com o punção. Com este tipo de processo, se obtêm compactados com intensa deformação das partículas, alta densidade relativa e homogênea distribuição de densidade. No entanto, este processo de compactação ainda está em fase experimental.

1.1.7. Modelagem do processo de compactação

Devido à importância do processo de compactação de pós nos processos de fabricação de materiais cerâmicos ou na metalurgia do pó, várias equações buscam modelar a relação entre os principais parâmetros macroscópicos, como a densidade relativa, volume relativo ou porosidade com a pressão aplicada ao material em pó.

HECKEL, R. W. (1961) parte do princípio que o deslocamento linear do punção durante a compactação de uma amostra em um molde de seção transversal conhecida pode ser utilizado para o cálculo das mudanças de volume da amostra em função da pressão aplicada sobre ela. Conhecendo-se o peso da amostra e a relação entre seu volume e a pressão aplicada, pode-se calcular a densidade da peça em função da pressão. Como o deslocamento do punção é a soma da mudança na altura da amostra com a pressão aplicada mais a deformação elástica em compressão do punção, o autor isola a contribuição desta última fazendo um ensaio de compressão com o punção, obtendo desta forma a relação entre a deformação elástica do punção com a pressão aplicada pela prensa. Assim, subtraindo a contribuição da deformação elástica do punção durante a compactação, obtém a deformação da amostra isoladamente. O autor denomina a densidade obtida desta maneira de densidade sob pressão, a qual difere da densidade após a extração da amostra do molde, por sua vez denominada densidade à pressão zero. A diferença entre estas duas densidades é tanto maior quanto menor for o módulo de elasticidade do material.

Uma vez obtidas as curvas de densidade em função da pressão, o autor passa então a discutir os resultados fazendo analogia à uma reação química de primeira ordem, em que o reagente seria os poros e o produto da reação seria a densificação. Assim, a variação da densidade (D) com a pressão aplicada (P) é proporcional à fração de poros ($1-D$), isto é, à porosidade:

$$\frac{dD}{dP} \approx (1-D) \text{ ou}$$
$$\frac{dD}{dP} = K(1-D) \quad (\text{IV.1})$$

em que K é uma constante de proporcionalidade.

Para se obter uma expressão de mais fácil utilização, as seguintes transformações são propostas por Heckel:

$$\frac{dD}{(1-D)} = KdP$$

Fazendo a integração entre a densidade relativa do pó sem compactar, D_0 , e uma densidade após compactação D , tem-se:

$$\int_{D_0}^D \frac{dD}{(1-D)} = K \int_0^P dP \quad \text{ou}$$

$$\ln(1-D_0) - \ln(1-D) = KP \quad \text{ou}$$

$$\ln\left(\frac{1}{1-D}\right) = KP + \ln\left(\frac{1}{1-D_0}\right) \quad (\text{IV.2})$$

A Equação IV.2 é verificada construindo-se um gráfico de $\ln(1/1-D)$ em função de P , em que se obtém, exceto para pressões muito baixas, uma reta. O autor atribui a não linearidade à baixas pressões ao efeito de rearranjo das partículas, ou seja, quando o material ainda não se comporta de forma coerente. Substituindo o termo $\ln(1/1-D_0)$ por uma constante, A , se obtém a seguinte equação, que é válida exceto à baixas pressões:

$$\ln\left(\frac{1}{1-D}\right) = KP + A \quad (\text{IV.3})$$

Muitas outras equações foram propostas para descrever a relação entre a porosidade ou a densidade relativa de pós com a pressão aplicada na sua compactação (KAWAKITA, K., LÜDDE, K. H., 1970; RAMBERGER, R., BURGER, A., 1985; RONG-DE, G., 1991; PARILÁK, L., DUDROVÁ, E., 1994; BAUMARD, J. F., COUPELLE, P., 1994; RONG-DE, G., 1995; PANELLI, R., AMBRÓZIO FILHO, F., 1998).

PANELLI, R. e AMBRÓZIO FILHO, F. (1998) propõe uma equação bastante próxima à Equação de Heckel:

$$\ln\left(\frac{1}{1-D}\right) = AP^{1/2} + B \quad (\text{IV.4})$$

Ao analisar a aplicação de sua equação com diversos materiais bastante distintos, como chumbo, cobre, aço inoxidável, titânio, carboneto de titânio, alumina etc., os autores concluem que o parâmetro A , ou seja, a inclinação da reta obtida quando se constrói o gráfico de $\ln(1/1-D)$ em função de P , se relaciona com a habilidade do material se densificar por deformação plástica, enquanto que o parâmetro B se relaciona com a densidade do pó sem a aplicação de pressão, que nada mais é que sua densidade aparente. Materiais dúcteis apresentam alto coeficiente A , como por exemplo, $A=0,3027$ no caso do chumbo, enquanto que materiais que não se deformam, como a alumina, apresentam um coeficiente de $0,0083$. No entanto, com a extrapolação da reta para pressão igual a zero, os autores não obtiveram uma boa correlação entre o parâmetro B com as densidades aparentes dos pós analisados.

1.2. Sinterização

A sinterização é definida como o tratamento térmico aplicado a um material em pó, a uma temperatura abaixo de seu ponto de fusão, promovendo a união de suas partículas e a formação de um corpo coerente. Esta é etapa é talvez a mais importante tanto no processo de consolidação de materiais cerâmicos como na obtenção de materiais por metalurgia do pó. A principal força motriz para a sinterização é a redução de energia livre superficial, que é proporcional à área superficial do material em pó, mas geralmente a sinterização não é suficiente para eliminar toda a porosidade do material. Desta forma, a sinterização é um processo de densificação ideal quando se objetiva a obtenção de uma peça porosa, por exemplo, um filtro. Em contrapartida, para aplicações estruturais, torna-se necessário etapas posteriores para eliminar a porosidade, como, por exemplo, os tratamentos termomecânicos de forjamento, laminação ou extrusão.

A sinterização pode se dar totalmente no estado sólido, controlada por difusão, ou pode ser auxiliada pela formação de uma fase líquida.

A sinterização no estado sólido pode ser dividida em três estágios (THÜMMLER e THOMMA, 1967, citado por ARUNACHALAM, V. S. e SUNDARESAN, R., 1991):

- ligação das partículas por formação de empençoamento entre elas;
- contração da peça causada pela redução da porosidade e mudança na geometria do poro;
- isolamento da porosidade interconectada, transformando-a em porosidade fechada, seguido de homogeneização da composição, crescimento do tamanho de grão e eliminação da porosidade residual.

A sinterização no estado líquido é possível através da adição de um componente que se funde à temperatura de sinterização, adiantando, assim, o processo de união entre as partículas. Este processo também pode ser dividido em três estágios (KINGERY, 1959 e KAYSSER e PETZOW, 1985, citados por ARUNACHALAM, V. S. e SUNDARESAN, R., 1991):

- inicialmente, a fase líquida molha as partículas e promove o rearranjoamento destas e a densificação da peça;
- em seguida, átomos superficiais da fase sólida se dissolvem no líquido e reprecipitam em outra superfície com menor energia livre;
- no final, após a solidificação da fase líquida, a fase sólida remanescente sinteriza tal qual em um processo em estado sólido.

Enquanto a sinterização no estado sólido é dependente de tempo e temperatura, a sinterização com fase líquida é mais sensível à temperatura que ao tempo. A sinterização com fase líquida apresenta óbvias vantagens no processamento de materiais com alto ponto de fusão, como o tungstênio ou os materiais cerâmicos.

A sinterização de peças de alumínio é dificultada pela presença de camada de óxido superficial nas partículas, que impede a difusão de átomos de alumínio. Por este motivo, as peças de alumínio são sinterizadas geralmente com fase líquida. Durante a sinterização, a fase líquida penetra na camada superficial de óxido nos pontos em que esta se rompeu devido à deformação causada pela compactação e se difunde para o interior das partículas. Elementos de liga como o cobre ou o silício se difundem no alumínio e formam fases de baixo ponto de fusão, fornecendo, assim, a fase líquida necessária ao processo (SCHATT, W. e WIETERS, K. -P., 1997). Devido à

alta afinidade do alumínio pelo oxigênio, deve-se evitar a presença de água ou oxigênio na atmosfera de sinterização. Como não se pode encontrar uma atmosfera redutora para o alumínio devido à alta diferença de entalpia entre ele e seu óxido, deve-se utilizar atmosfera inerte. Por esta razão geralmente se utiliza atmosfera de nitrogênio seco (nitrogênio líquido evaporado) para a sinterização de peças de alumínio (NEUBING, H. C. e JANGG, G., 1987).

1.3. Extrusão

A extrusão de pós é um processo distinto da extrusão de materiais monolíticos. No caso da metalurgia do pó, o material a ser extrudado é um compactado com densidade relativa em torno a 80 % ou, no caso de pós soltos, em torno de 60 %. Existe portanto uma alta porosidade e também a presença de partículas que não estão ligadas umas às outras, o que faz com que os mecanismos de deformação na extrusão sejam significativamente distintos. A extrusão de pós é um processo realizado a quente.

A utilização de conformação por extrusão na metalurgia do pó possibilita a eliminação da etapa de sinterização e a eliminação da porosidade típica dos produtos sinterizados. A alta taxa de deformação por cisalhamento que ocorre durante a extrusão resulta na formação de uma forte ligação entre as partículas e produz uma estrutura final similar à de um produto forjado (COSTA, C. E., 1998). No caso de pós de alumínio e suas ligas, a extrusão quebra a camada de óxido que recobre as partículas, proporcionando uma melhor união entre elas. No caso de materiais compósitos reforçados com partículas, a extrusão tende a eliminar os aglomerados de partículas e, assim, melhorar sua distribuição na matriz (JAIN, M. K. e co-autores, 1993; TAN, M. J. e ZHANG, X., 1998).

Existem dois tipos principais de extrusão: extrusão direta e extrusão indireta. Denomina-se extrusão direta quando a matriz ou molde e a câmara de extrusão são fixos e o material a ser extrudado desliza relativamente às paredes da câmara por ação do punção. O atrito entre o material e a parede da câmara aumenta a força requerida ao punção para a extrusão. A extrusão indireta se caracteriza pelo movimento da matriz de extrusão em direção ao material a ser extrudado, não havendo movimento relativo entre o material e a parede da câmara, sendo

portanto eliminado o atrito entre eles. Ambas técnicas podem ser utilizadas para a extrusão de pós metálicas, sendo porém mais utilizada a extrusão direta.

A Figura IV.3 esquematiza os dois tipos de extrusão discutidos.

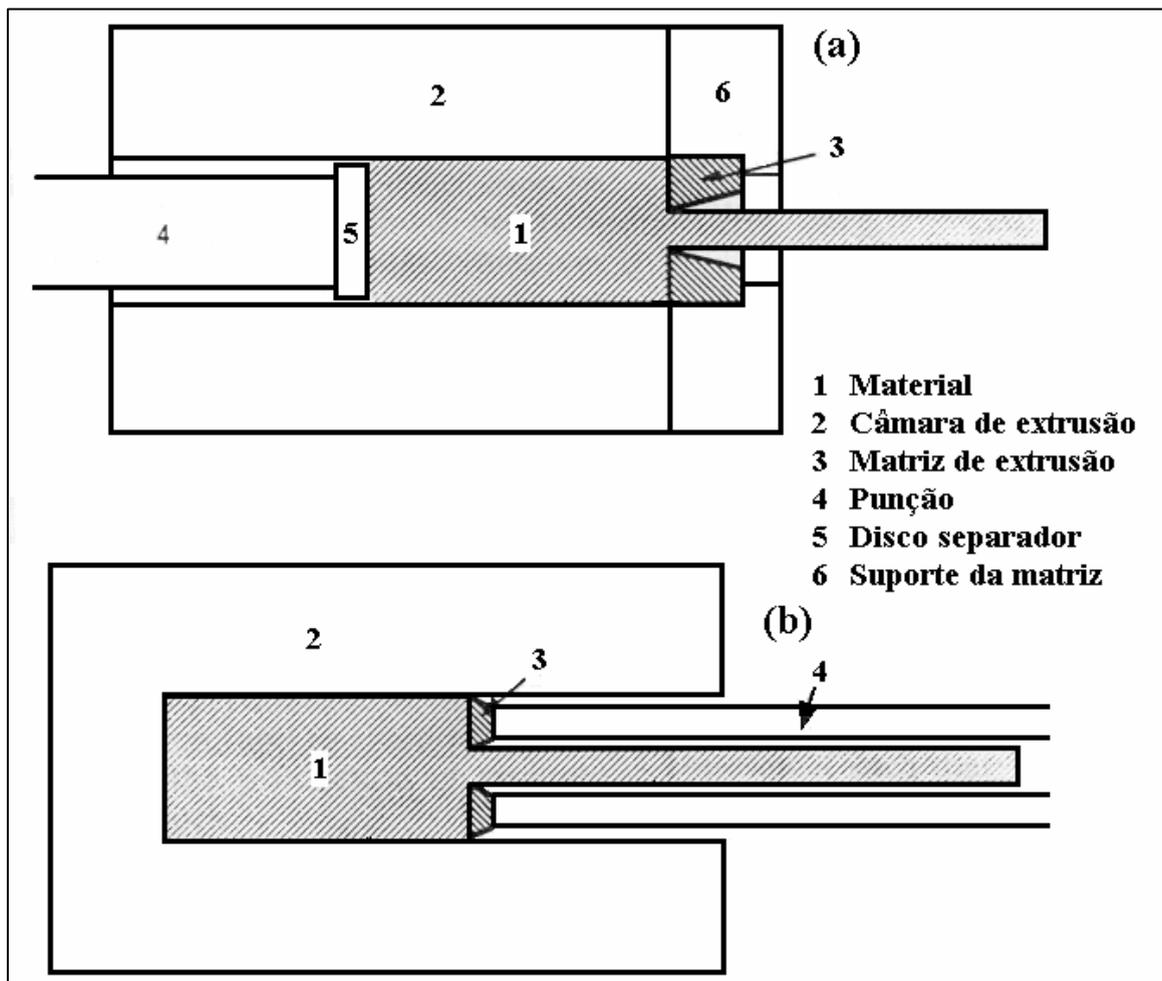


Figura IV.3: Esquemas dos processos de extrusão direta (a) e indireta (b) (ROBERTS, P. R., FERGUSON, B. L., 1991).

Com relação à extrusão direta de pós metálicos, a literatura especializada apresenta três técnicas principais: extrusão com o pó solto, extrusão convencional de pó compactado e extrusão com pó encapsulado. A Figura IV.4 ilustra estas três modalidades de extrusão de pós metálicos.

Na extrusão com o pó solto, o pó é introduzido na matriz de extrusão, sendo então compactado e extrudado diretamente pelo punção. Na extrusão convencional, que é o processo mais empregado, o pó é compactado em uma etapa anterior e o compactado assim obtido é colocado na matriz de extrusão. Na extrusão com pó encapsulado, este é colocado em uma cápsula, compactado e em seguida, extrudado. Esta técnica permite a desgaseificação do compactado, para evitar a sua oxidação durante a extrusão; permite ainda a extrusão de pós de difícil compactação ou tóxicos, que apresentem riscos para a saúde. A cápsula serve ainda para melhorar a lubrificação, favorecendo a extrusão.

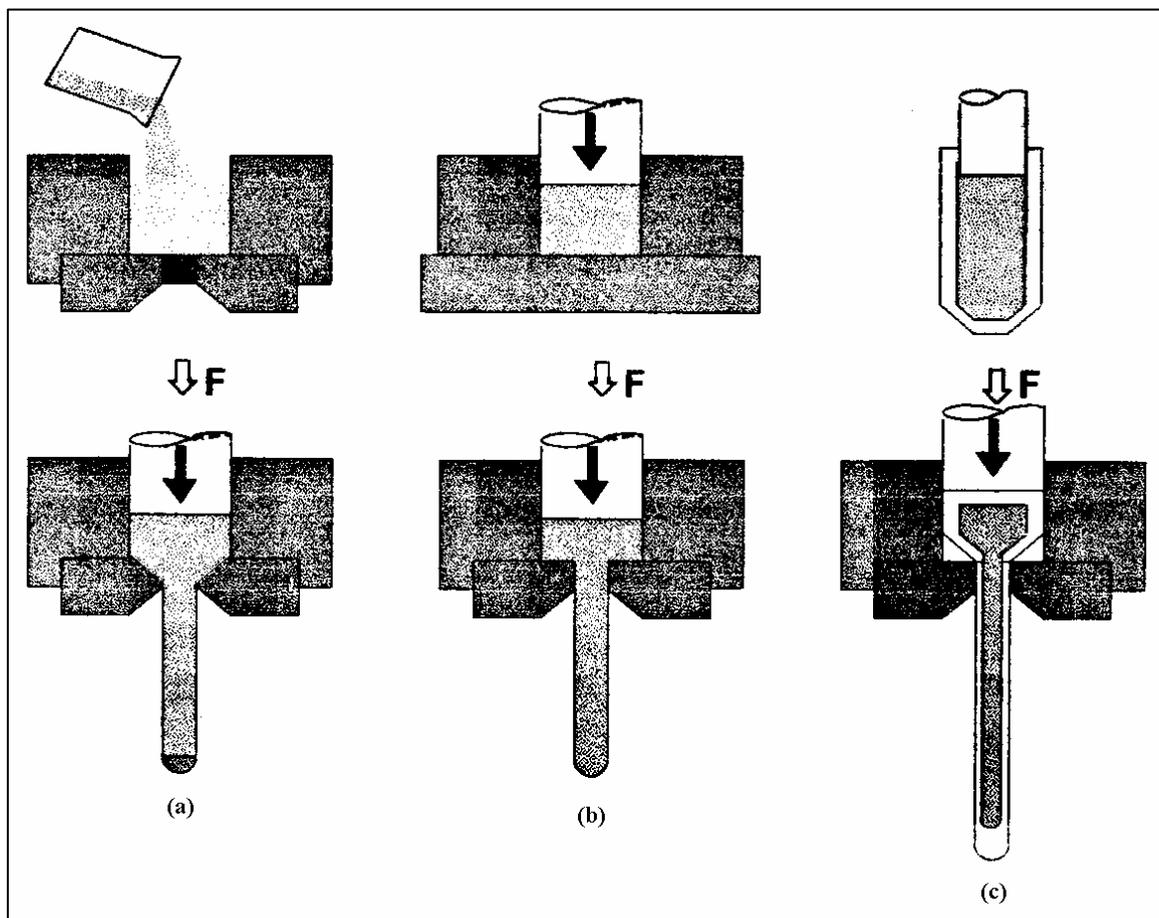


Figura IV.4: Diferentes modalidades de extrusão de pós: extrusão de pó solto (a); extrusão de pó compactado (b); extrusão de pó encapsulado (c) (COSTA, C. E., 1998).

1.3.1. Pressão de extrusão

A pressão de extrusão para ligas metálicas produzidas por fundição é função da sua tensão de escoamento, da temperatura de extrusão, do atrito entre o material e o molde, da taxa de deformação imposta e da deformação requerida (ROBERTS, P. R. e FERGUSON, B. L., 1991). Inicialmente, a pressão cresce linearmente até atingir um valor máximo, em que o material começa a extrudar. A partir deste valor máximo, para o caso da extrusão direta, a pressão diminui à medida em que o punção avança, pois a área de contato entre o material e a parede da câmara vai diminuindo. Para o caso da extrusão indireta, a pressão permanece constante, pois não há movimento relativo entre material e parede da câmara.

A pressão de extrusão se expressa através da seguinte equação:

$$P = K \ln R \quad (\text{IV.5})$$

onde P é a pressão de extrusão, R é a razão de extrusão, ou seja, a relação entre as áreas da seção transversal da peça antes e após extrusão, e K é uma constante para o determinado material.

No caso da extrusão de pós, a Equação IV.5 não se enquadra perfeitamente, pois a tensão de escoamento do material varia significativamente durante a etapa de densificação e à medida que as partículas do pó vão se soldando por deformação.

ROBERTS, P. R. e FERGUSON, B. L. (1991) propõem, então, a seguinte equação para expressar a relação entre a pressão de extrusão e a razão de extrusão de pós:

$$P = a' + b' \ln R \quad (\text{IV.6})$$

onde a' é o trabalho redundante e b' é o trabalho de deformação. O trabalho redundante inclui os fenômenos de soldagem entre partículas, fratura e re-soldagem, enquanto a partícula se deforma. Como o trabalho redundante se relaciona com os fenômenos de soldagem das partículas, é dependente do tamanho, forma e distribuição de tamanho das partículas, ou seja, da área

superficial do pó. Assim, pós com partículas mais finas necessitam maiores pressões de extrusão que pós com partículas mais grosseiras.

ZHOU, J. (1991) obtém a curva da variação da pressão em função do deslocamento do punção durante a extrusão de pó da liga de alumínio Al- 20 % Si - 3,1 % Cu - 1,3 % Mg - 0,3 % Fe obtida por solidificação rápida; a qual é apresentada na Figura IV.5. O autor divide o processo de consolidação por extrusão do material em forma de pó em três etapas, indicadas pelos números 1, 2 e 3 na figura. Na primeira etapa o material é densificado, estando sujeito à uma espécie de compactação a quente. Durante esta etapa, em que o aumento da força não é linear com a variação do deslocamento, se produz um material quase totalmente densificado, porém as partículas do pó permanecem fracamente ligadas entre si; a segunda etapa, caracterizada por um pico de pressão, se relaciona ao aumento da força necessário para que o material comece a fluir, tendo início a extrusão; a terceira etapa se caracteriza por um estado de equilíbrio em que a pressão cai muito lentamente com a continuação do processo, devido à redução do atrito entre material e paredes da câmara. contentor. Esta redução lenta da do valor da pressão requerida para a deformação do material nos estágios finais da extrusão é atribuída pelo autor por um processo de recuperação dinâmica cuja força motriz seria a energia de deformação armazenada.

Por outro lado, ROBERTS, P. R. e FERGUSON, B. L. (1991), trabalhando com a liga de alumínio Al - 0,33 Mg - 0,12 Si, não observam esta redução da pressão no final da extrusão, mas sim um pequeno e gradual aumento após o pico de pressão, conforme mostra a Figura IV.6.

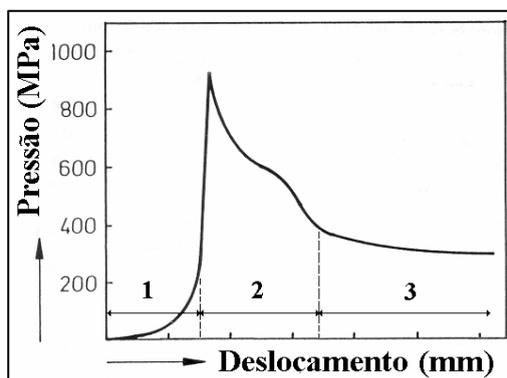


Figura IV.5: Variação da pressão durante a extrusão de pó de Al - 20 % Si - 3,1 % Cu - 1,3 % Mg - 0,3 % Fe (ZHOU, J., 1991).

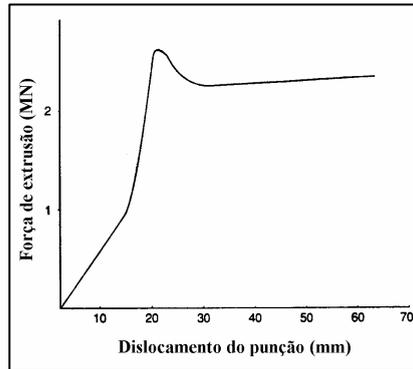


Figura IV.6: Variação da força durante a extrusão de pó Al – 0,33 Mg - 0,12 Si (ROBERTS, P. R. e FERGUSON, B. L., 1991).

1.3.2. Temperatura de extrusão

A extrusão de produtos metalúrgicos convencionais pode se realizar a frio ou a quente. No entanto, a extrusão a quente é mais empregada pois se reduz a resistência do material à deformação, reduzindo, assim, a força necessária para a extrusão, o que permite o uso de prensas de menor capacidade e a redução do custo final do processo.

No caso da extrusão de pós, o processo de extrusão visa não só dar forma ao material, mas também promover a união entre partículas, já que é utilizado com substituto da sinterização. Assim, torna-se imprescindível que a extrusão seja feita a quente. Há um limite inferior e superior para a temperatura a extrusão, pois a temperatura excessivamente alta produz fusão incipiente, o que resulta em trincas superficiais no produto, chegando a dar um aspecto ramificado à barra extrudada; e temperatura excessivamente baixa também pode resultar em trincas superficiais por efeito de deformação a frio (ZAPATA, W. C., TOMIYAMA, M. e DONADON, M. V., 1997).

BESTERCI, M. e co-autores (1989), analisando a influência da temperatura de extrusão em pós Al-Al₃C₄ entre 410 e 600 °C, observam que materiais extrudados a menores temperaturas apresentam estrutura mais encruada e como conseqüência, com valor de limite de escoamento e mais elevado. Maiores temperaturas de extrusão produzem estruturas com menos defeitos e com

maior ductilidade. Os autores concluem que a extrusão a temperaturas em torno de 500 °C oferece um bom compromisso entre resistência e ductilidade, para a liga estudada.

Outro fator a ser considerado é que baixas temperaturas de extrusão podem produzir defeitos nas partículas de reforço, diminuindo, desta forma, a resistência mecânica do material compósito. BORREGO, A. e co-autores (1996), trabalhando com a liga AA6061 reforçada com 15 % em volume de carboneto de silício em forma de *whiskers* e variando a temperatura de extrusão (300, 359 e 498 °C), observam que a extrusão a menor temperatura acarreta a fratura das partículas de reforço. Também SHIN, K. e co-autores (1998), trabalhando com extrusão de alumínio da série 2000 reforçado com carboneto de silício em forma de *whiskers*, observam que a maior temperatura de extrusão promove menos ruptura dos *whiskers*, resultando em um compósito com melhores propriedades mecânicas.

1.3.3. Razão de extrusão

Como mencionado anteriormente, a pressão de extrusão é função da razão de extrusão, a qual é dada pela seguinte relação:

$$R = A_0/A_f \quad (\text{IV.7})$$

onde A_0 é a seção transversal do material antes de ser extrudado e A_f é a seção transversal do material após extrusão.

Não existe um critério plenamente estabelecido para a definição da razão de extrusão a ser utilizada. É evidente que quanto maior for a razão de extrusão, maiores serão as deformações às quais se submete o material durante a extrusão e melhores devem ser as suas propriedades finais. No entanto, a maioria dos trabalhos na área de extrusão de pós metálicos relata utilização de razões de extrusão que vão desde 10:1 até 100:1; sendo que valores intermediários, entre 20 a 25:1, são os mais comumente empregados.

TAN, M. J. e ZHANG, X. (1998), trabalhando com razões de extrusão entre 20 e 200:1, observam que o aumento da razão de extrusão melhora a qualidade superficial do produto. LAST,

H. R. e GARRETT Jr, R. K. (1996) observam que razões de extrusão intermediárias levam a uma mais favorável combinação de resistência, ductilidade e tenacidade que razões altas ou baixas de extrusão. Segundo estes autores, baixas razões resultam em baixa ductilidade e tenacidade provavelmente devido à presença de impurezas e vazios em contornos do pó de partida, enquanto que altas razões também resultam em baixas ductilidade e tenacidade devido às menores distâncias dos contornos do pó de partida e ao maior alinhamento destes contornos.

HANADA, K. e co-autores (1997), trabalhando com compósitos de Al-Li reforçado com 10 e 20% de carboneto de silício, analisam a influência da razão de extrusão (10, 20 e 40:1) sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas de seus produtos. Nas amostras extrudadas com razão 10:1, a distribuição de reforço é desigual entre o centro e a periferia da barra, enquanto esta diferença não é mais observável em amostras extrudadas com razão 20 ou 40:1. Os autores observam que com razão de extrusão de 40:1 ocorre um decréscimo na resistência do material, devido, possivelmente, a danos causados às partículas de reforço e à interface matriz / reforço.

HU, L., LI, Z. e WANG, E. (1999), trabalhando com a liga AA2024 após processo de moagem em atritor, concluem que a resistência mecânica do produto aumenta com o aumento da razão de extrusão empregada e praticamente se estabiliza para razões entre 21 e 25:1.

1.3.4. Velocidade de extrusão

A velocidade de extrusão é determinada tanto pela pressão aplicada quanto pela temperatura empregada; determina, por sua vez, a taxa de deformação aplicada pela extrusão. ROBERTS, P. R. e FERGUSON, B. L. (1991) reportam que a extrusão de pós compactados é menos dependente da velocidade de extrusão do que a extrusão de produtos fundidos.

1.4. Outros processos de consolidação de pós

1.4.1. Laminação

É possível a produção de chapas a partir de pós metálicos simplesmente por laminação dos pós entre cilindros, como ilustra a Figura IV.7. Neste processo de compactação a frio, a densificação ocorre devido às forças de atrito entre as partículas submetidas à laminação. A chapa obtida pode ser posteriormente sinterizada e re-laminada, para a obtenção do produto final. Por meio do aquecimento dos cilindros de laminação, pode-se combinar os processos de laminação e sinterização dos pós. No entanto, este processo ainda não é economicamente competitivo para a produção de chapas metálicas. Porém, para algumas aplicações, como a produção de chapas metálicas porosas, por exemplo, este processo pode ser vantajoso.

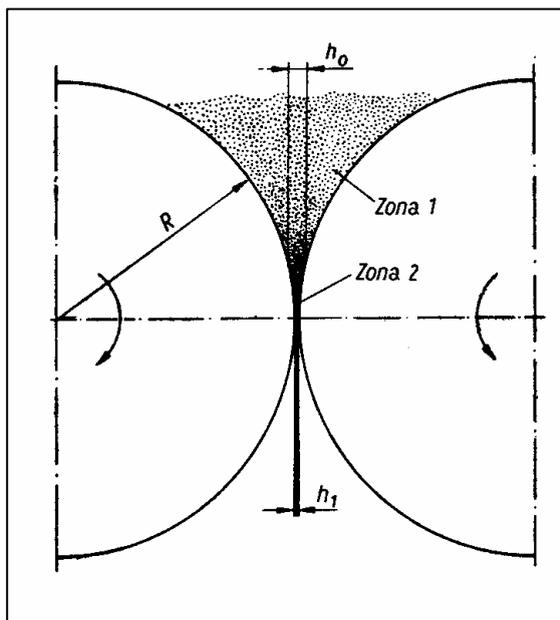


Figura IV.7: Esquema do processo de laminação de pós (SCHATT, W., WIETERS, K. -P., 1997).

1.4.2. Conformação por injeção

A conformação por injeção é um método utilizado para consolidar tanto materiais metálicos como cerâmicos, de maneira similar à conformação de polímeros por injeção. No caso dos metais

e cerâmicos, as partículas do pó são misturadas com um ligante termoplástico, obtendo-se assim uma pasta. Esta pasta é injetada em um molde para a obtenção de uma peça conformada. Após a conformação, a peça é submetida a aquecimento para a queima do material ligante e é então sinterizada. A conformação por injeção utiliza pós com tamanho de partículas muito pequenos e de morfologia esférica, para que a pasta apresente a menor viscosidade possível e assim possa preencher adequadamente moldes com geometria complexa. É um processo adequado para a produção em larga escala de componentes de pequenas dimensões.

1.4.3. Sinterforjamento

A técnica de sinterforjamento consiste em compactar o pó em uma preforma, alcançando uma densidade relativa em torno a 75 %, sinterizar em atmosfera inerte e, rapidamente, transferir a peça para uma prensa de forjamento, obtendo-se, assim, a forma final do produto com praticamente 100 % de densidade relativa. A Figura IV.8 ilustra o processo de sinterforjamento.

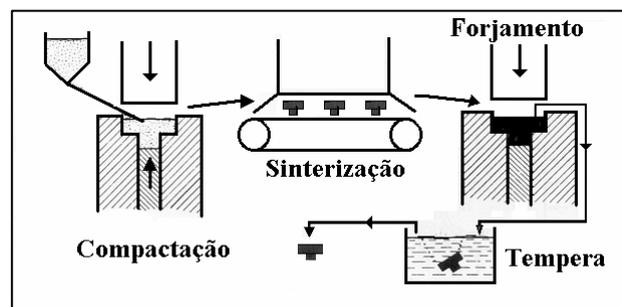


Figura IV.8: Esquema do processo de sinterforjamento (SCHATT, W., WIETERS, K. –P., 1997).

1.4.4. Sinterização resistiva

A sinterização resistiva é uma técnica de consolidação que consiste em passar uma corrente elétrica através do compactado, e desta forma produzir calor necessário para a sua consolidação. O processo é finalizado em menos de 1 segundo; por ser muito rápido, não necessita de proteção atmosférica (HONG, S. J. e KAO, P. W., 1991).

2. Conformação dos Pós

Os pós AA6061, AA6061 + AlN, AA6061 + Si₃N₄ e AA6061 + ZrB₂ produzidos foram consolidados por compactação uniaxial a frio seguida de extrusão a quente, para a obtenção de produtos finais na forma de barras. Inicialmente foram caracterizados quanto à compactabilidade em ensaios de compactação a frio, à extrudabilidade em ensaios de extrusão e, após extrusão, foram caracterizados em termos de densidade e de sua microestrutura. Os resultados foram relacionados com a condição de mistura dos pós (tipo de moinho utilizado e tempo de moagem).

2.1. Métodos experimentais

2.1.1. Ensaios de compactabilidade na compactação uniaxial a frio

A compactabilidade dos compósitos produzidos em diferentes condições foi analisada através do levantamento de curvas da variação da densidade relativa dos pós após compactação, em função da pressão de compactação utilizada.

a. Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para a compactação dos pós foi uma prensa hidráulica, marca Microtest (Espanha), modelo ECH/1000/H, com capacidade de força máxima de 1000 KN equipada com sistema automatizado de controle da taxa de aplicação da força. Foi utilizada matriz cilíndrica tipo flutuante, construída segundo norma MPIF Standart 45 (1988) *Determination of Compactability (compressibility) of Powders*.

b. Variáveis investigadas

Para a determinação das curvas de compactabilidade, se fixou uma massa de 10g de pó a ser compactado e se variou a pressão de compactação de 200 a 500 MPa, com intervalos de 100 MPa. Foram determinadas curvas de compactabilidade para as misturas apresentadas na Tabela IV.1.

Tabela IV.1: Pós utilizados para os ensaios de compactabilidade.

Sistema	Tempo de moagem de alta energia (horas)
AA6061	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10; 16 e 24
AA6061 + 5 % AlN	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10 e 12,5
AA6061 + 15 % AlN	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10

Observação: os tempos indicados por 0 horas se referem à amostra como recebida, no caso do pó AA6061 e pós misturados em moinho de bolas convencional, por 1,5h, no caso das misturas.

c. Procedimento experimental

Para os testes de compactabilidade colocou-se 10 gramas de pó dentro da matriz previamente lubrificada com estearato de alumínio. Aplicou-se a força a uma taxa de 2.000 N/s, até ser atingida a força equivalente à pressão desejada, sendo então esta mantida por 10s. Após a aplicação de pressão, a amostra foi retirada do molde, medida e pesada. Obteve-se compactados cilíndricos com aproximadamente 10 mm de altura e diâmetro de 25,0 mm.

d. Técnicas de análise

Para cada condição de pressão, se compactou duas amostras. Uma vez obtidas as amostras compactadas, estas foram pesadas em uma balança com precisão de 0,005g e medidas com um paquímetro com precisão de 0,025 mm. Com estes dados, se calculou a densidade de cada amostra compactada.

A densidade (d) de um material se determina dividindo sua massa (m) pelo volume (V) que ocupa. No caso de uma amostra cilíndrica, o volume é dado por:

$$V = \pi r^2 h \quad (\text{IV.8})$$

onde r é o raio e h é a altura do cilindro. Assim, a densidade da amostra compactada é determinada através da seguinte expressão:

$$d = \frac{m}{\pi r^2 h} \quad (\text{IV.9})$$

A densidade relativa (d_r) de um material poroso se determina dividindo sua densidade pela densidade teórica do material ($d_{teórica}$), ou seja, a densidade que o material apresentaria se não apresentasse poros:

$$d_r = \frac{d}{d_{teórica}} \quad (\text{IV.10})$$

No caso da liga AA6061, sua densidade teórica é 2,70 g/cm³ (ASM HANDBOOK, 1992). Para os pós compósitos, deve-se levar em consideração as densidades dos materiais de reforço e a quantidade adicionada. A Tabela IV.2 apresenta os valores das densidades teóricas para os compósitos em estudo, segundo cálculos feitos a partir das densidades teóricas da matriz e dos reforços, conforme Capítulo 3, e de suas respectivas frações volumétricas. Estes valores serão utilizados para o cálculo das densidades relativas dos pós compósitos após compressão e dos materiais compósitos após extrusão.

Tabela IV.2: Densidades teóricas dos pós compósitos produzidos.

Sistema	Densidade (g/cm ³)
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	2,73
AA6061 + 5 % ZrB ₂	2,78
AA6061 + 5 % AlN	2,72
AA6061 + 15 % AlN	2,77

Como a medida da densidade é feita de maneira indireta, o erro cometido na sua determinação (δd) deve considerar o erro cometido na medida da massa (δm), o erro cometido na medida do raio (δr) e o erro cometido na medida da altura do cilindro (δh). Estes erros

correspondem às precisões dos equipamentos de medições utilizados. Desta forma, o erro cometida na determinação da densidade deve considerar a propagação dos erros cometidos nas medidas diretas, através da seguinte expressão:

$$\delta d = \left(\frac{\partial d}{\partial m} \right) \delta m + \left(\frac{\partial d}{\partial r} \right) \delta r + \left(\frac{\partial d}{\partial h} \right) \delta h \quad (\text{IV.11})$$

Como $\frac{\partial d}{\partial m} = \frac{1}{\pi r^2 h}$, $\frac{\partial d}{\partial r} = \frac{2m}{\pi r^3 h}$ e $\frac{\partial d}{\partial h} = \frac{m}{\pi r^2 h^2}$, então

$$\delta d = \left(\frac{1}{\pi r^2 h} \right) \delta m + \left(\frac{2m}{\pi r^3 h} \right) \delta r + \left(\frac{m}{\pi r^2 h^2} \right) \delta h$$

ou, simplificando,

$$\delta d = \left(\frac{1}{\pi r^2 h} \right) \left(\delta m + \frac{2m\delta r}{r} + \frac{m\delta h}{h} \right) \quad (\text{IV.12})$$

O erro cometido no cálculo da densidade relativa é dado pela expressão:

$$\delta d_r = \frac{\delta d}{d_{teórica}} \quad (\text{IV.13})$$

Considerando-se a massa da amostra (10 gramas), suas dimensões (12,50 mm de raio e, em média, 10 mm de altura), e os erros cometidos em cada uma destas medidas, se calculou o erro cometido nas medidas de densidades. Este erro foi menor, em todos os casos, que 0,07 % do valor de densidade calculado. Assim, este erro foi desconsiderado e as medidas foram tomadas como precisas.

Para cada material analisado, se construiu a curva da densidade relativa em função da pressão de compactação aplicada e, com a ajuda da Equação de Panelli e Ambrózio Filho (Equação IV.4), estas curvas foram linearizadas, para uma melhor compreensão do comportamento de cada pó durante a compactação, ou seja, de sua compactabilidade.

2.1.2. Ensaio de extrusão

a. Equipamento utilizado

Os ensaios de extrusão se realizaram com a utilização da mesma prensa utilizada para a compactação, adaptada para tal com um forno elétrico para aquecimento da amostra à temperatura de extrusão. A matriz de extrusão se posiciona no centro do forno, o qual é cilíndrico e aberto nas extremidades, para possibilitar a aplicação da pressão ao material no interior da matriz de extrusão. A Figura IV.9 apresenta um esquema da matriz de extrusão, posicionada dentro do forno e junto à prensa.

b. Condições de extrusão

Nos ensaios de extrusão foram mantidas constantes as condições operacionais. As amostras compactadas conforme descrito em item anterior, foram extrudadas de forma direta, a 500 °C, com velocidade de extrusão de 5 mm/s e razão de extrusão de 25:1. A extrusão foi realizada sem encapsulamento e desgaseificação prévios. Obteve-se, assim, extrudados com 5 mm de diâmetro.

Foi extrudada a maioria dos pós produzidos, segundo indicado na Tabela IV.3

c. Procedimento experimental

Previamente à extrusão das amostras que passaram pelo processo de moagem de alta energia, foi necessário realizar um tratamento térmico de recozimento nas amostras já compactadas, a fim de evitar os defeitos provocados nos materiais extrudados devido ao excesso de energia armazenada durante a moagem, problema este que será melhor abordado na discussão dos resultados. Este tratamento foi feito a 400 °C, por 2 horas, sem controle de atmosfera. O pó da liga como fabricado e os pós compósitos misturados convencionalmente não passaram por este tratamento térmico de recozimento.

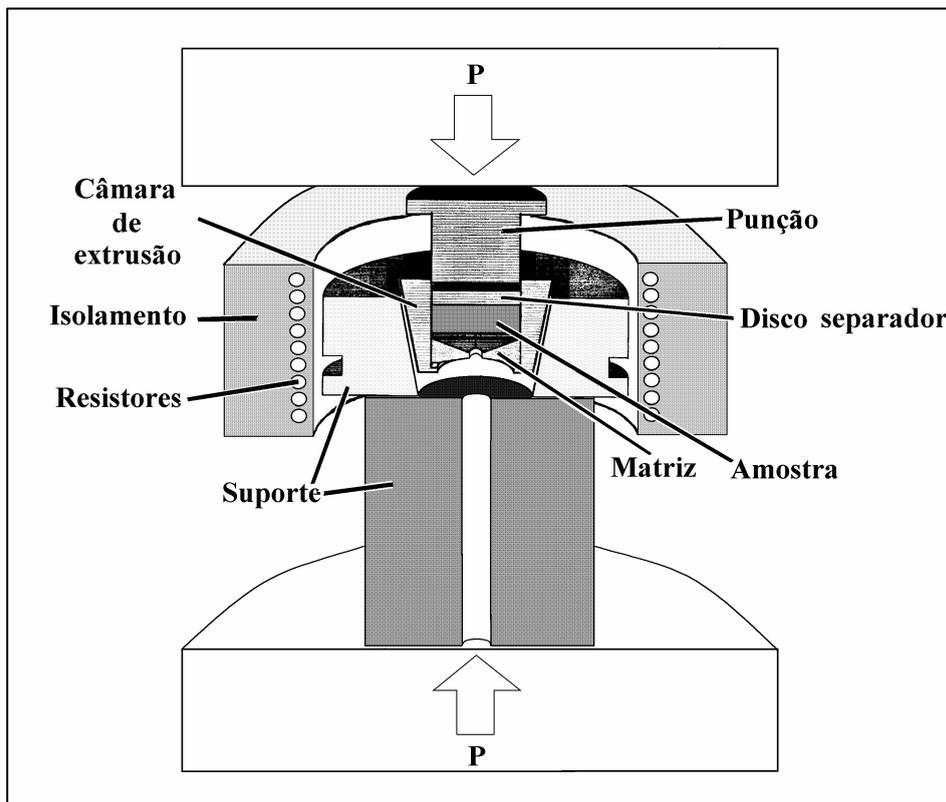


Figura IV.9: Esquema da matriz, forno e prensa para a extrusão de pós.

Tabela IV.3: Pós utilizados para os ensaios de extrusão.

Sistema	Tempo de moagem (horas)
AA6061	0 e 24
AA6061 + 5 % AlN	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8; 10 e 12,5
AA6061 + 15 % AlN	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10
AA6061 + 5 % ZrB ₂	0 e 12,5
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	0; 1,5; 3; 4,5; 6; 8 e 10

Observação: os tempos indicados por 0 horas se referem à amostra como recebida, no caso do pó AA6061 e pós misturados em moinho de bolas convencional, por 1,5h, no caso das misturas.

Para controle da temperatura de extrusão, um termopar foi colocado junto aos resistores do forno. Para se medir a diferença entre a temperatura medida pelo termopar de controle e a temperatura na amostra, se realizaram ensaios de calibração. A Figura IV.10 apresenta a curva de calibração obtida em um primeiro ensaio do dia, quando o ferramental está à temperatura ambiente e deve, junto com a amostra, ser aquecido até a temperatura de ensaio; e a Figura IV.11 mostra a curva obtida em um segundo ensaio, quando já se parte de um ferramental aquecido. Através da análise destas curvas, se determinou o tempo de uma hora e cinco minutos de aquecimento para o primeiro ensaio do dia, e vinte e cinco minutos, para os ensaios posteriores, para que a amostra seja sempre extrudada à temperatura de 500 °C.

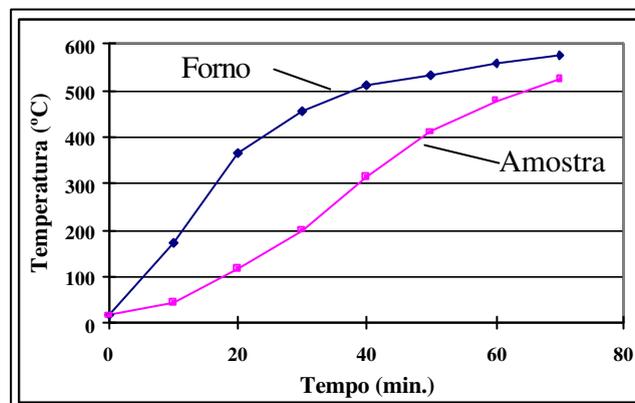


Figura IV.10: Curva de calibração da temperatura da amostra em relação à do forno, para o primeiro ensaio do dia

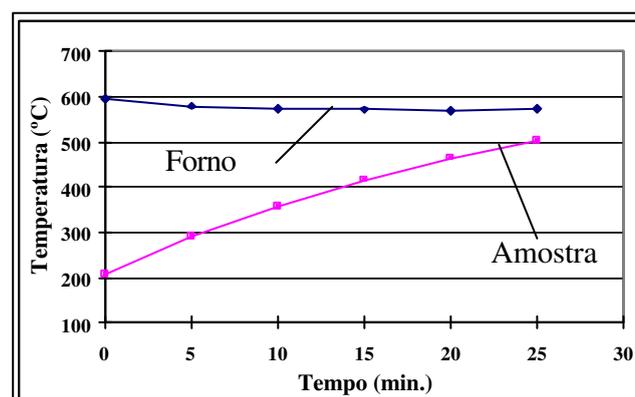


Figura IV.11: Curva de calibração da temperatura da amostra em relação à do forno, para ensaios posteriores ao primeiro ensaio do dia

Assim como na compactação, a carga foi aplicada automaticamente, segundo programa de controle da prensa previamente estabelecido, a uma taxa de aplicação de 2.000 N/s. Quando a velocidade de extrusão atingiu 5 mm/s, se interrompeu o aumento da força aplicada, mantendo-a constante até o final da extrusão. Este valor de força aplicada, dividida pela área do material compactado, foi tomada como a pressão de extrusão.

A seqüência dos testes de extrusão das amostras foi aleatória, como forma de evitar interferência sistemática do processo nos resultados. Além disto, todos os primeiros ensaios do dia foram realizados com amostras compactadas da liga sem reforço, as quais não foram utilizadas para posterior caracterização mecânica e microestrutural. Desta forma, todos os compósitos extrudados e depois caracterizados foram produzidos com tempo de aquecimento de 25 minutos, ou seja, todos os ensaios iniciados com ferramental frio foram descartados. Após a extrusão, a amostra foi resfriada ao ar.

d. Técnicas de análise

d.1. Determinação da pressão de extrusão

Para maior confiabilidade de resultados, se extrudaram 8 amostras de cada material. Em cada ensaio, se tomou como pressão necessária para a extrusão o valor da pressão no momento que a velocidade de extrusão atingiu 5 mm/s. Para cada mistura de pós, portanto, se obteve um valor de pressão de extrusão, o qual foi relacionado com o tempo de moagem ao qual os pós foram submetidos.

Como ferramenta estatística para comprovar o efeito do tempo de moagem sobre a pressão de extrusão, se utilizou a análise de variância de um fator único. Assume-se que o tempo de moagem é a única variável de influência sobre a pressão de compactação, em cada sistema compósito. Esta ferramenta permite avaliar o efeito de um tratamento sobre uma propriedade ou de uma variável independente sobre uma variável dependente de processo. Para que este teste seja válido, é necessário que o procedimento experimental seja completamente aleatório. Neste caso em que os níveis dos tratamentos, ou seja, os tempos de moagem foram escolhidos de forma específica, as conclusões extraídas da análise de variância somente pode ser aplicada aos tempos

considerados na análise, não podendo ser atribuídas a tempos não analisados, o que se define como análise de um modelo de efeitos fixos (MONTGOMERY, D. C., RUNGER, G. C., 1994).

A análise de variância de fator único permite apenas verificar se o tratamento influi ou não significativamente sobre uma propriedade, porém não permite verificar qual dos diferentes níveis do tratamento mais divergem. Para tal, se utilizou o método de comparação múltipla, que utiliza o conceito de contraste. Assim, se possibilita determinar em qual intervalo de tempo de produz a variação mais significativa.

d.2. Determinação da densidade final do extrudado

Uma vez obtidas as amostras extrudadas, cortou-se suas extremidades com uma cortadora de precisão, de modo a se obter um cilindro perfeito, os quais, posteriormente, foram utilizados para caracterização mecânica em ensaios de tração. Também se cortou amostras para metalografia e ensaios de dureza. Os cilindros foram pesados em uma balança de precisão de 0,005g e medidas com um paquímetro com precisão de 0,025 mm. Com estes dados, se calculou a densidade de cada amostra extrudada.

O erro cometido nesta medida é calculado de maneira idêntica ao erro cometido na medida da densidade da amostra compactada. Considerando-se o peso de um cilindro extrudado em torno de 6g, as dimensões (2,50 mm de raio e, em média, 110 mm de altura), e os erros cometidos em cada uma destas medidas, os erros finais são ainda menores que os erros cometidos nas medidas de densidades das amostras compactadas, neste caso em torno a 0,02 % do valor de densidade calculado. Assim, este erro também foi desconsiderado e as medidas foram tomadas como precisas.

d.3. Caracterização metalográfica

A caracterização microestrutural das amostras extrudadas foi realizada através de microscopia óptica. A preparação de amostras foi realizada utilizando técnicas convencionais de metalografia. Após polimento, os compósitos extrudados foram observados sem ataque para melhor visualização da distribuição de reforço pela matriz metálica. Algumas amostras foram

atacadas com reagente de *Keller* para se observar a microestrutura desenvolvida na matriz de alumínio após a extrusão.

2.2. Resultados e discussões

2.2.1. Ensaio de compactabilidade na compactação uniaxial a frio

a. Compactabilidade do pó da liga AA6061

Para facilitar a compreensão dos resultados obtidos nos ensaios de compactação, cabe aqui fazer uma breve explanação dos efeitos que levam a uma maior ou menor densificação dos pós durante compactação: a sua capacidade de empacotamento e a deformação das partículas.

Quanto à capacidade de empacotamento, como já mencionado no capítulo anterior, a morfologia equiaxial de partícula propiciam um melhor empacotamento destas em comparação com partículas alongadas ou laminares; este efeito propicia a obtenção de maiores densidades aparentes em pós constituídos de partículas equiaxiais do que de partículas laminares. A densidade aparente pode ser pensada como a densidade obtida após compactação à pressão zero. Assim, a baixas pressões, ou seja, pressões de compactação que não deformam significativamente as partículas do pó, prevalece o efeito de empacotamento sobre a deformação das partículas na densificação obtida após compactação. Com maiores pressões, passa a prevalecer, na densificação obtida após a compactação, o efeito da deformação plástica imposta às partículas do pó durante o processo de compactação sobre o efeito do empacotamento das partículas.

Quanto à deformação das partículas durante compactação, são dois os parâmetros inerentes ao pó que determinam a sua capacidade de se deformar plasticamente: sua dureza e sua morfologia. Estes parâmetros atuam da seguinte maneira:

- Quanto maior a dureza, menor a deformação das partículas do pó devido a aplicação da pressão de compactação;
- Com relação à influência da morfologia das partículas do pó, partículas equiaxiais apresentam menor capacidade de deformar-se plasticamente que partículas alongadas ou laminares.

A Figura IV.12 ilustra a influência da morfologia das partículas do pó sobre a capacidade de densificação por deformação plástica durante ensaio de compactação uniaxial a frio. Através deste esquema, se pode observar que partículas alongadas possuem maior capacidade de densificar-se por deformação plástica (com dobramento de partícula, por exemplo), enquanto que as partículas esféricas exibem uma menor capacidade de densificação por deformação plástica.

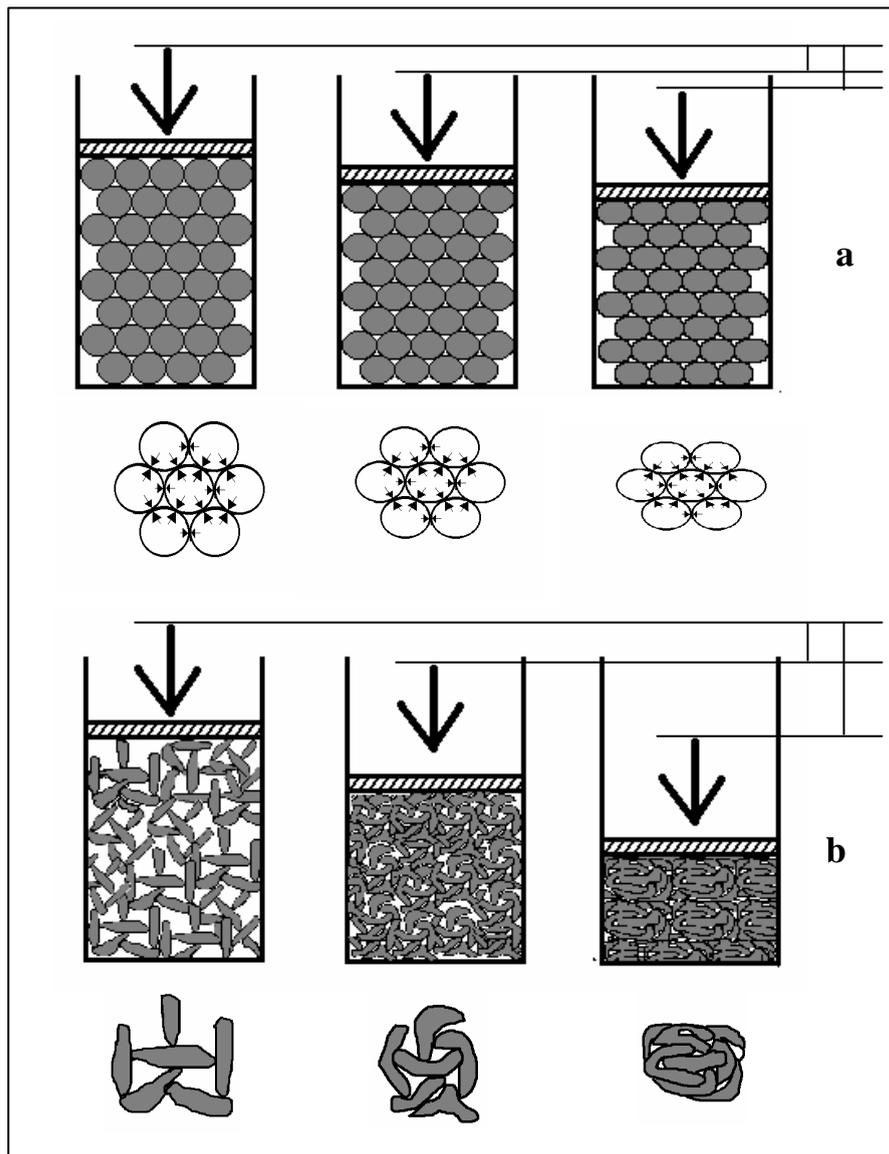


Figura IV.12: Esquema representativo da influência da morfologia sobre a capacidade de densificação por deformação plástica em ensaio de compactação uniaxial a frio de partículas equiaxiais (a) e partículas laminares ou alongadas (b).

A Figura IV.13 apresenta as curvas de compactabilidade obtidas para os pós da liga AA6061 para todas as condições de moagem utilizadas. Pode-se observar que as curvas de variação da densidade relativa do pó com a pressão aplicada apresentam o comportamento típico em compressão de pós metálicos, conforme apresentado na literatura (vide Figura IV.1). Os valores de densidade relativa obtidos são apresentados no Anexo 2. Para todos os materiais analisados e todas as pressões utilizadas, o desvio padrão ficou abaixo de 1% das médias das duas medidas. Isto confirma o fato de ser a densidade obtida após compactação uma propriedade com pouca variação e justifica o número de apenas duas amostras para cada valor de pressão utilizado.

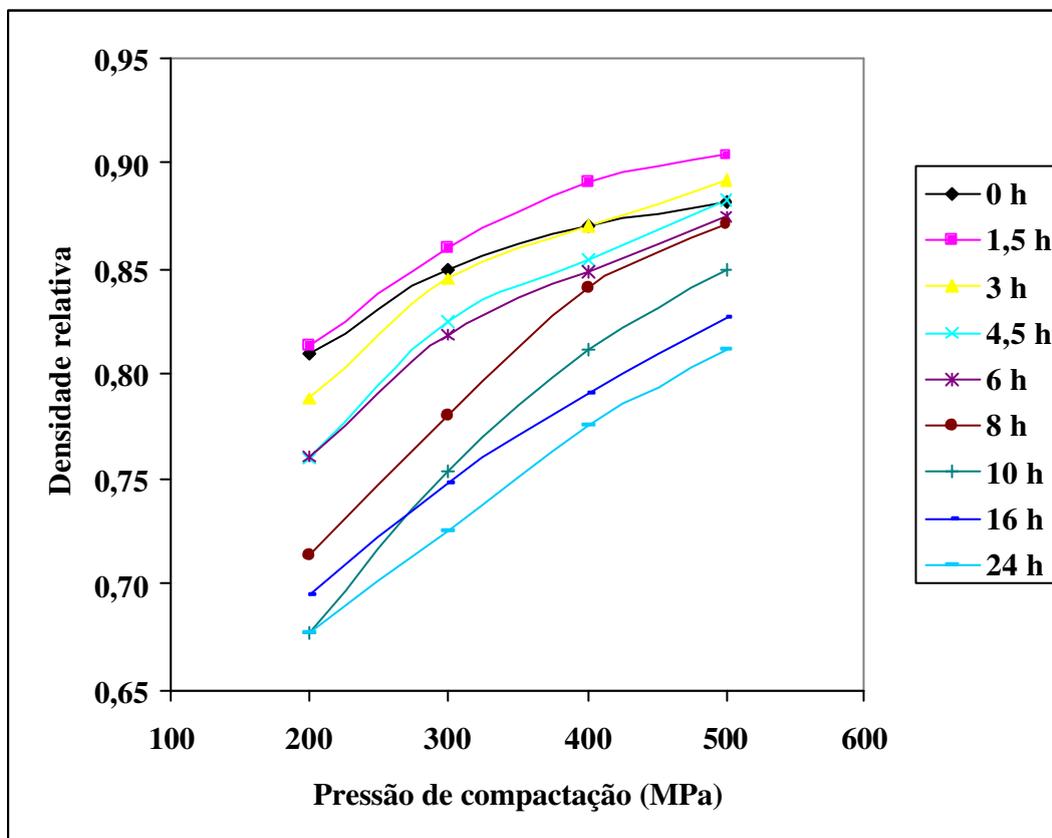


Figura IV.13: Curvas de compactabilidade do pó da liga AA6061 após diferentes tempos de moagem de alta energia (0 h indica material como recebido).

Observa-se que para o pó na condição como recebido se obtém, dependendo da pressão de compactação, densidades entre 80 e 90 % da densidade teórica; estes são resultados esperados para este tipo de material.

De um modo geral, pode observar-se que quanto maior o tempo de moagem de alta energia ao qual as partículas foram submetidas, menor é a densidade obtida após compactação. Este comportamento pode ser explicado pelo contínuo endurecimento das partículas com o tempo de moagem, conforme já mencionado, que, impondo uma maior resistência à deformação, impede que se alcance o mesmo nível de densificação obtido com pós submetidos a menores tempo de moagem.

No entanto, observa-se algumas exceções para este comportamento:

- As densidades obtidas com o pó como fabricado (indicado pela curva 0 h) são menores que as do pó submetido a 1,5 horas de moagem de alta energia, para todas as pressões analisadas; a diferença entre os valores de densidade para estas duas condições aumenta com o aumento da pressão de compactação;
- Após compactação a 500 MPa, a densidade obtida com o pó como fabricado é menor que a do pó submetido a 3 horas de moagem;
- Após compactação a 200 MPa, a densidade obtida com o pó submetido a 10 horas de moagem é menor que a do pó submetido a 16 horas de moagem.

Como visto anteriormente, as partículas do pó submetido a 1,5 horas de moagem de alta energia apresentam maior dureza que as partículas do pó como fabricado, devido à deformação sofrida com o processo de moagem, o que deveria levar à menores densidades após compactação do que as partículas do pó como fabricado. Porém, o efeito da morfologia – partículas laminares ou alongadas, presentes no pó submetido a este tempo de moagem, possuem maior capacidade de densificação por deformação plástica – é, neste caso, maior que o efeito do aumento da dureza, fazendo com que se obtenha maiores densidades após compactação com o pó constituído por partículas laminares. Pode observar-se, também, que a diferença entre os valores de densidade aumenta com o aumento da pressão aplicada durante a compactação: menores pressões, maior a contribuição do melhor empacotamento das partículas esféricas; maiores pressões, maior a

contribuição da maior capacidade de densificação por deformação plástica de partículas laminares.

Já no caso das partículas do pó submetido a 3 horas de moagem, com pressões de 200 e 300 MPa, prevalecem a tanto a maior dureza quanto o pior empacotamento das partículas laminares do pó no sentido de se obter um compactado menos denso que o obtido com o pó como fabricado. No entanto, com a aplicação da pressão de 500 MPa durante a compactação, passa a prevalecer a maior capacidade de deformação da morfologia laminar sobre o efeito da dureza das partículas do pó, fazendo com que se obtenha maior densidade após compactação com o pó submetido a 3 horas de moagem que com o pó como fabricado. Deve ser levado em conta que o efeito da morfologia laminar na capacidade de deformação é apenas uma circunstância geométrica e para que pudesse prevalecer o efeito da morfologia laminar sobre o efeito da dureza das partículas, foi necessário a aplicação de uma pressão mais alta que no caso das partículas do pó submetido a menor tempo de moagem. Em outras palavras, a maior dureza das partículas laminares do pó submetido a 3 horas de moagem, em comparação com as partículas do pó submetido a 1,5 horas de moagem, explica o fato de que, com o pó submetido a 3 horas de moagem, apenas com 500 MPa se obtém uma densidade superior à do pó como fabricado, enquanto que, com o pó submetido a 1,5 horas de moagem, já com 200 MPa se supera a densidade obtida com o pó como fabricado.

Os mesmos efeitos explicam porque se obtêm menores densidades após compactação a 200 MPa, com partículas do pó submetido a 10 horas de moagem comparado com partículas do pó submetido a 16 horas de moagem, mesmo sendo estas mais duras: o melhor empacotamento das partículas equiaxiais do pó submetido a 16 horas de moagem prevalece sobre a maior capacidade de deformação inerente à morfologia laminar das partículas do pó submetido a 10 horas de moagem no sentido de se obter a maior densificação. Com o aumento da pressão de compactação, passa a prevalecer a maior capacidade de deformação plástica das partículas do pó submetido a 10 horas, tanto pela menor dureza – menor tempo de moagem – quanto pela morfologia laminar.

Para uma melhor compreensão do compactabilidade dos pós utilizados neste trabalho, utilizou-se a Equação IV.4 para linearizar as curvas de compactabilidade, isto é:

$$\ln\left(\frac{1}{1-D}\right) = AP^{1/2} + B \quad (\text{IV.4})$$

A Figura IV.14 mostra a reta obtida ao aplicar a Equação IV.4 aos valores de densidade em função da pressão de compactação, para o pó da liga AA6061 como recebido e após 1,5h de moagem de alta energia. Observa-se que os pontos descrevem satisfatoriamente uma reta, com coeficientes de correlação linear superiores a 0,99 em ambos os casos, o que pode ser considerado como quase perfeito. Em todas as linearizações feitas neste estudo, o coeficiente de correlação linear foi maior que 0,99.

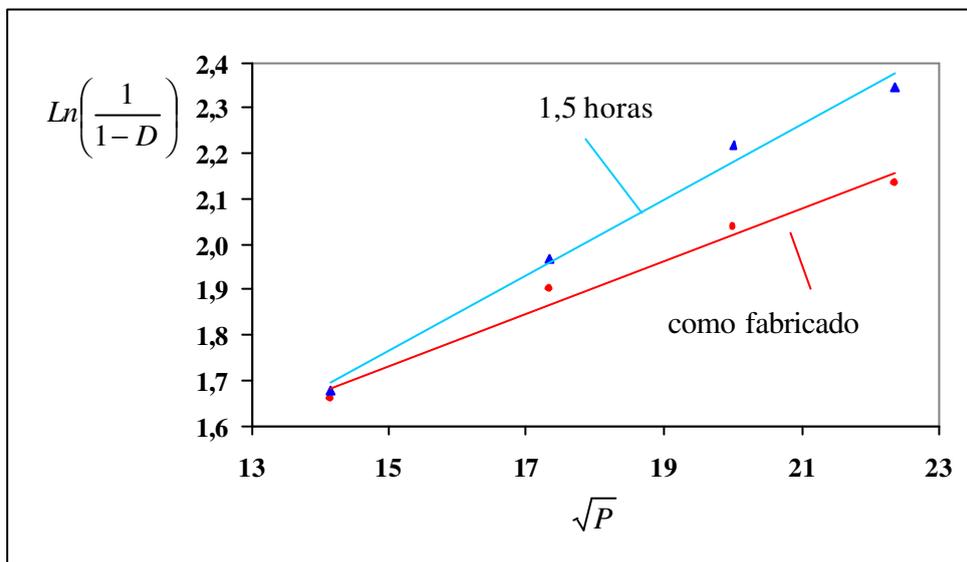


Figura IV.14: Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo Equação IV.4, do pó da liga AA6061 como fabricado e submetido a 1,5 horas de moagem de alta energia.

Observa-se claramente a maior inclinação da reta que representa a compactabilidade da liga após 1,5h de moagem, com relação à reta de compactabilidade do material como recebido, indicativo da melhor capacidade de compactação do pó submetido a reduzido tempo de moagem, conforme discutido.

Outras equações para a determinação da relação entre a densidade de compactados e a pressão de compactação foram testadas (HECKEL, R. W., 1961; KAWAKITA, K., LÜDDE, K.

H., 1970; RONG-DE, G., 1995), porém, a Equação de Panelli e Ambrózio Filho, além de apresentar os melhores coeficientes de correlação linear entre as equações testadas, possibilita a correlação entre o coeficiente angular da reta obtida com a capacidade de densificação de um pó por deformação plástica. Esta correlação possibilitará a análise da influência do tempo de moagem sobre a compactabilidade do pó da liga AA6061, que será apresentada a seguir, e do efeito da adição de reforço e do tempo de moagem sobre a compactabilidade dos pós compósitos produzidos no trabalho, a ser apresentada em item posterior.

A Figura IV.15 apresenta os coeficientes angulares das retas (coeficiente A, na Equação IV.4) obtidas pela linearização das curvas de compactabilidade da liga AA6061 em função do tempo de moagem. Como mencionado anteriormente, o coeficiente linear da reta se relaciona à habilidade do material de se densificar por deformação plástica. Assim, o menor coeficiente apresentado pela reta relativa ao pó como fabricado se deve basicamente à morfologia equiaxial de suas partículas. As retas relativas aos pós submetidos à moagem por tempos entre 1,5 e 10h apresentam os mais elevados valores de coeficiente angular. Estes pós, embora endurecidos pelo processo de moagem, apresentam uma maior capacidade de densificar-se por deformação plástica visto que apresentam morfologia laminar.

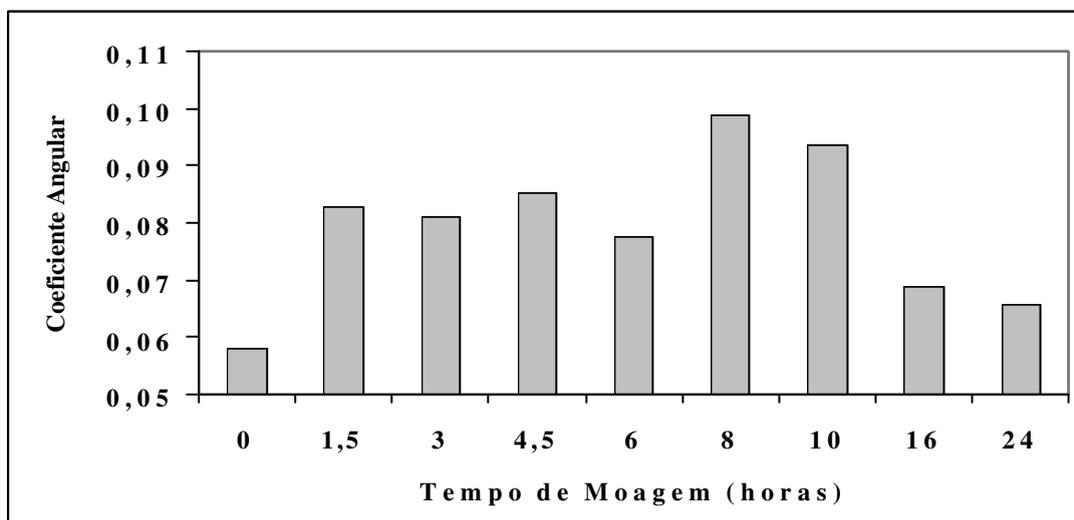


Figura IV.15: Coeficiente angular das retas obtidas pela linearização, segundo a Equação IV.4, das curvas de compactabilidade da liga AA6061 em função do tempo de moagem de alta energia (0 h indica material como recebido).

As retas relativas aos pós submetidos a 16 e 24h de moagem apresentam os coeficientes angulares com valores mais próximos ao valor obtido para o pó como fabricado. Como visto no Capítulo III, o pó da liga AA6061 após 16 ou 24h de moagem já não mais apresenta a morfologia laminar, típica da etapa intermediária do processo de ligação mecânica, mas sim morfologia equiaxial. Da mesma maneira que a modificação da morfologia esférica do material de partida para a morfologia laminar nas etapas iniciais da moagem leva ao aumento da capacidade de densificação por deformação plástica, esta nova mudança morfológica das partículas laminares para partículas equiaxiais leva à redução da capacidade de densificação por deformação plástica, o que se reflete na diminuição dos coeficientes angulares das retas relativas aos pós submetidos a 16 e 24h de moagem. Este efeito se soma à maior dureza dos pós com maior tempo de moagem, que também acarreta a redução da capacidade de densificação por deformação plástica e, conseqüentemente, do coeficiente angular.

Desta forma, os coeficientes angulares obtidos através da Equação IV.4 descrevem as mudanças na compactabilidade da liga de alumínio AA6061 em função das distintas morfologias e das microestruturas que caracterizam as diferentes etapas do processo de moagem de alta energia. A relação linear entre densidade e pressão de compactação apresenta um baixo coeficiente angular para pós com partículas com morfologia equiaxial; quando este material passa a apresentar morfologia laminar, ocorre um aumento da ordem de 25% no coeficiente angular da relação entre densidade e pressão, e quando passa a apresentar novamente morfologia equiaxial com aumento do tempo de moagem, ocorre uma redução da ordem de 20 % neste coeficiente angular.

b. Compactabilidade dos pós compósitos produzidos

A Figura IV.16 apresenta as curvas de compactabilidade dos pós AA6061 reforçados com 5 % de Si_3N_4 misturados em moinho convencional por 1,5h (designada por 0 horas) e após os diferentes tempos de moagem de alta energia. Observa-se que, independentemente da pressão de compactação, a densidade alcançada é maior para amostras submetidas à mistura em moinho convencional e, no caso de utilização de moinho de alta energia, o aumento do tempo de moagem leva à redução da densidade obtida. Como observado no Capítulo III, o processo de moagem de alta energia produz deformação do pó da matriz metálica, dispersão da camada superficial de

óxidos no interior das partículas, refinamento microestrutural, além de reduzir o tamanho das partículas de reforço e de distribuí-las dentro das partículas da matriz. Estes fenômenos resultam no aumento da dureza do pó compósito e, conseqüentemente, estas partículas se deformam menos durante a compactação, resultando em menor densidade alcançada após compressão a uma determinada pressão.

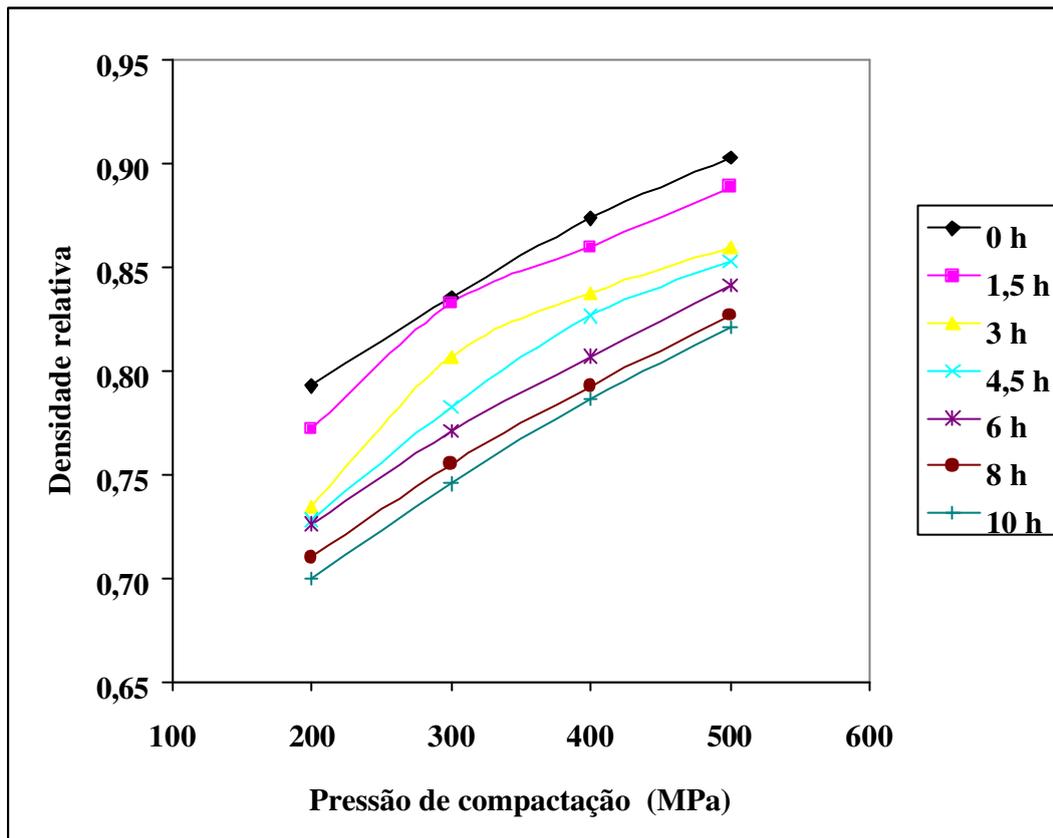


Figura IV.16: Curvas de compactabilidade dos pós AA6061 reforçados com 5 % de Si₃N₄ misturados em moinho convencional por 1,5h (designada por 0 horas) e após os diferentes tempos de moagem de alta energia

Também como já mencionado no Capítulo III, a presença de reforço adianta o processo de ligação mecânica. Portanto, o aumento na dureza das partículas após 1,5 horas de moagem de alta energia será maior com a mistura com Si₃N₄ que com o pó da liga sem reforço. Isto explica porque, no caso da mistura AA6061 + 5 % Si₃N₄, o efeito do aumento da dureza das partículas pelo processo de moagem de alta energia se impõe sobre o efeito da morfologia das partículas já para 1,5h de moagem, enquanto que, no caso do pó sem reforço, acontece o inverso.

A linearização, segundo a Equação de Panelli e Ambrózio Filho, das curvas de compactabilidade dos pós compósitos reforçados com 5% de Si_3N_4 , com os vários tempos de moagem, e a análise dos respectivos coeficientes angulares das retas obtidas, proporcionam uma melhor análise da influência do processo de moagem de alta energia sobre a compactabilidade. A Figura IV.17 apresenta as retas obtidas pela linearização das curvas da densidade em função da pressão de compactação, utilizando a Equação IV.4. Pode-se observar que os pontos podem definir perfeitamente uma reta.

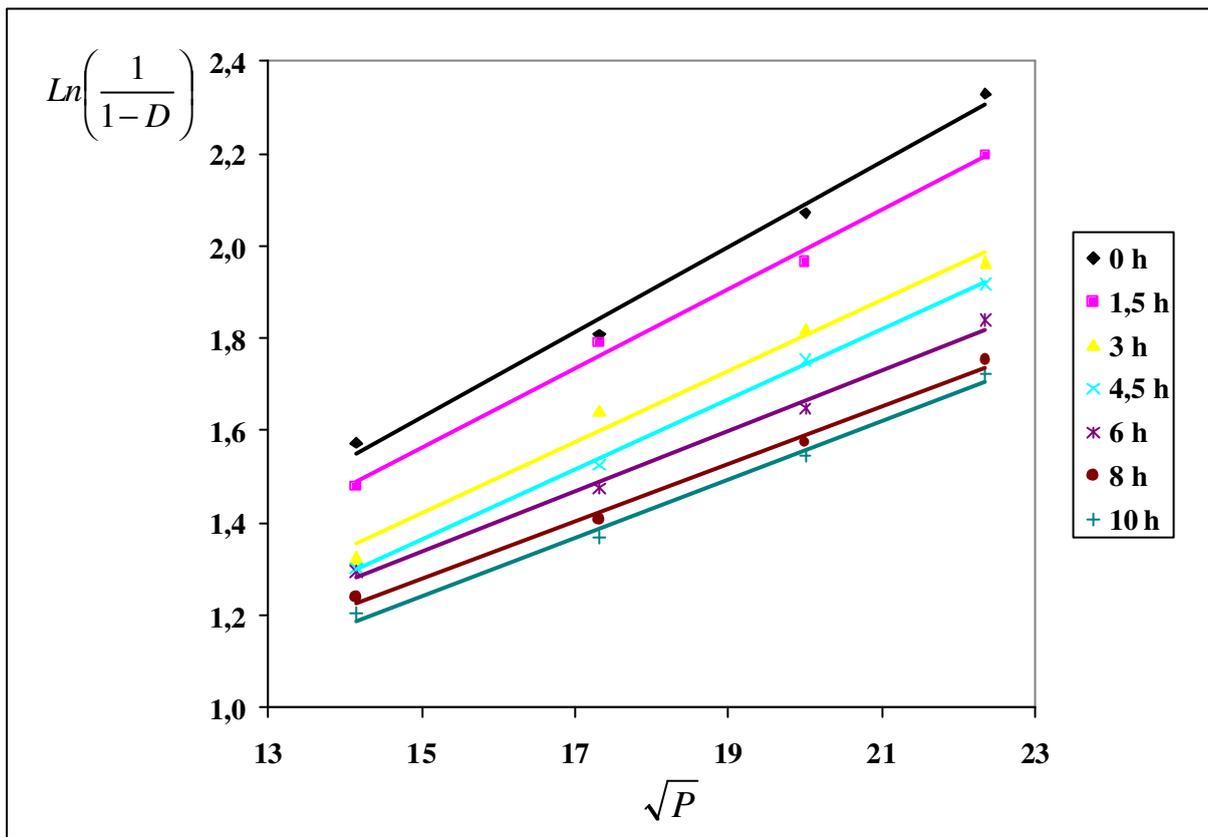


Figura IV.17: Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo Equação IV.4, do pó da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 para os vários tempos de moagem de alta energia (0 h indica a mistura obtida em moinho convencional).

A Figura IV.18 apresenta os valores dos coeficientes angulares de todas as retas obtidas com a linearização, segundo Equação IV.4, das curvas de compactabilidade dos pós AA6061 + 5% Si_3N_4 , para todas as condições testadas. Observa-se o maior valor do coeficiente da reta relativa ao material submetido à mistura em moinho convencional, indicando a maior capacidade

de densificação por deformação plástica do pó misturado convencionalmente do que dos pós submetidos à moagem de alta energia.

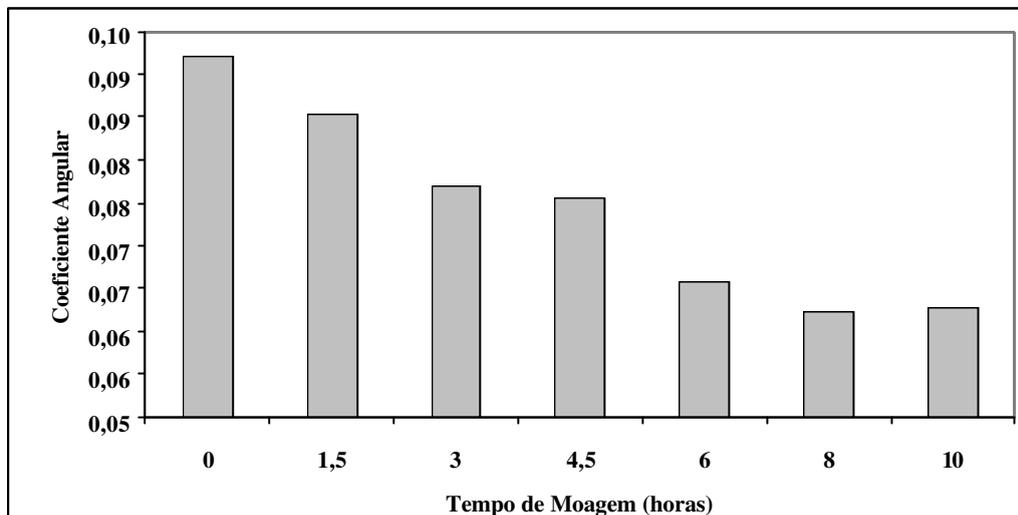


Figura IV.18: Coeficiente angular das retas obtidas pela linearização, segundo a Equação IV.4, das curvas de compactabilidade da mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 em função do tempo de moagem de alta energia (0 h indica mistura em moinho convencional).

Como o processo de moagem de alta energia promove a redução do tamanho das partículas de reforço e a sua distribuição no interior das partículas da matriz, além da dispersão de óxidos e refinamento microestrutural da matriz, como visto no capítulo anterior, ocorre um contínuo endurecimento das partículas em função do tempo de moagem. Assim, a Figura IV.18 mostra que quanto maior o tempo de moagem, menor o coeficiente angular da curva linearizada de densidade em função da pressão de compactação, o que indica que a capacidade de densificação por deformação plástica diminui à medida que aumenta o tempo de moagem, devido ao contínuo endurecimento das partículas.

A Figura IV.18 mostra ainda uma significativa redução no coeficiente angular de 4,5 para 6 horas de moagem, o que pode ser atribuído à soma de dois fatores: o aumento da dureza com o tempo de moagem e a mudança da morfologia laminar para a morfologia equiaxial que se observa após 4,5 h de moagem.

Os resultados obtidos para o pó da liga AA6061 reforçada com 5% AlN e 15% AlN são apresentados nas figuras que se seguem. As Figuras IV.19 e IV.20 apresentam as curvas de compactabilidade obtidas com as misturas AA6061 + 5% AlN e AA6061 + 15% AlN, respectivamente, submetidas a diferentes tempos de moagem.

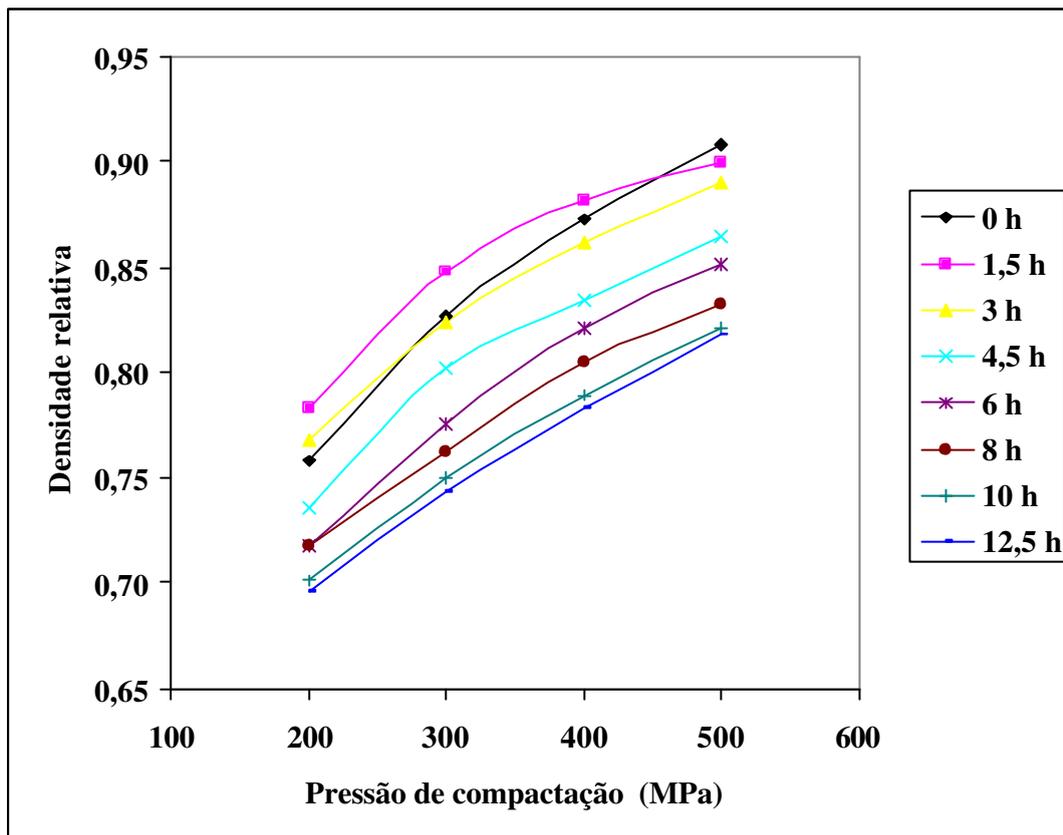


Figura IV.19: Curvas de compactabilidade obtidas com a mistura AA6061 + 5% AlN, submetidas a diferentes tempos de moagem de alta energia (0 horas indica a mistura obtida em moinho convencional).

Pode observar-se a redução contínua das densidades obtidas com o aumento do tempo de moagem de alta energia para ambos os teores de reforço, o que, como no caso da mistura com Si_3N_4 , pode ser explicado pelo aumento da dureza das partículas do pó com o tempo de moagem.

No entanto, diferentemente do observado no caso da mistura com Si_3N_4 , na qual, conforme já mencionado, as densidades obtidas com a mistura a 1,5 horas de moagem são menores que as

densidades obtidas para a mistura realizada em moinho convencional, para qualquer uma das pressões analisadas, a densidade obtida após compactação a 200 MPa da mistura AA6061 + 5 % de AlN submetida à moagem em moinho convencional é menor que as densidades obtidas com a mesma mistura submetida a 3 horas de moagem de alta energia e, após compactação a 300, 400 e 500 MPa, ocorre o inverso.

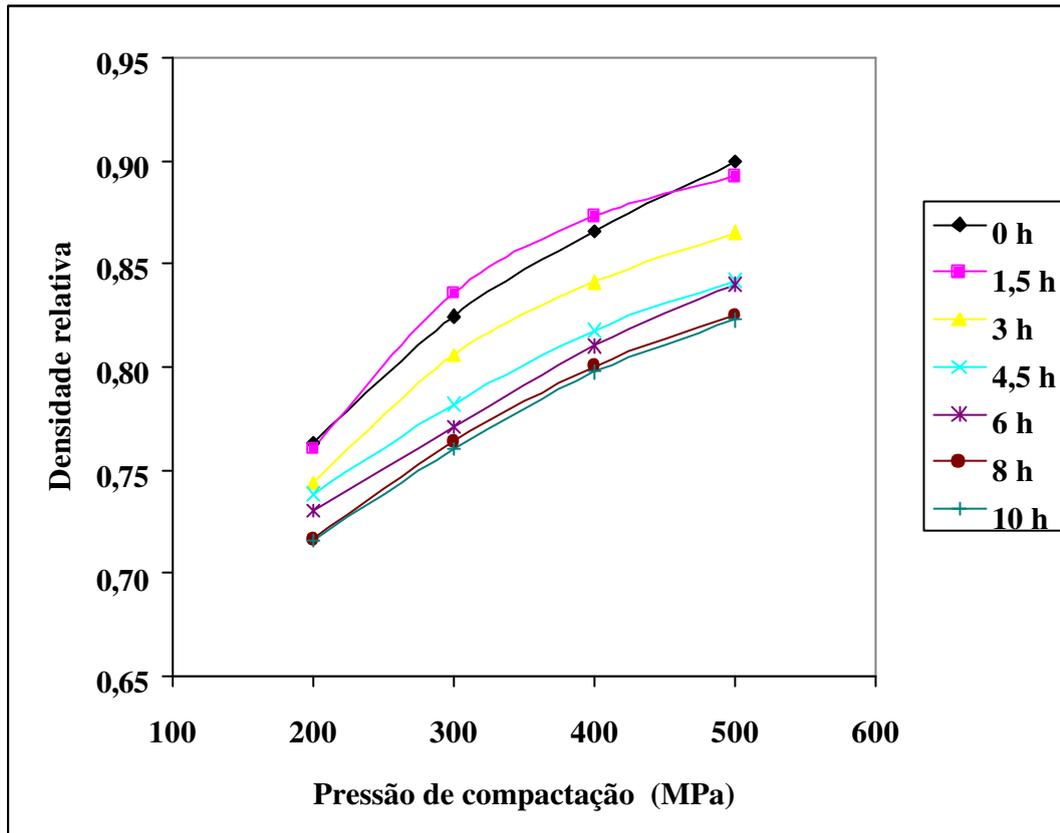


Figura IV:20: Curvas de compactabilidade obtidas com a mistura AA6061 + 15% AlN, submetidas a diferentes tempos de moagem de alta energia (0 horas indica a mistura obtida em moinho convencional).

Como vimos no capítulo anterior, o Si_3N_4 acelera mais o processo de moagem de alta energia que o AlN, portanto o aumento na dureza das partículas após 1,5 horas de moagem de alta energia é maior na mistura contendo Si_3N_4 do que na contendo AlN. Como consequência, no caso da mistura AA6061 + 5 % AlN, o efeito do aumento da dureza das partículas pelo processo de moagem de alta energia não é suficientemente grande para se impor sobre o efeito da

morfologia das partículas em todas as pressões analisadas, como no caso da mistura AA6061 + 5 % de Si_3N_4 . Outro fator que deve ser considerado é a maior deformação adicional que as partículas de AlN conferem às partículas de alumínio durante a compactação da mistura obtida em moinho de baixa energia, comparativamente ao Si_3N_4 , conforme será melhor explicado no item posterior. Assim que, a baixas pressões, prevalece a maior capacidade de densificação por deformação plástica das partículas laminares da mistura AA6061 + 5 % AlN submetida a 1,5 horas de moagem de alta energia, o que faz com que este pó alcance maior densidade após compactação. À pressão de 500 MPa, prevalece a maior capacidade das partículas de AlN de causar deformação adicional durante a compactação, fazendo com que a densidade da mistura obtida em moinho convencional seja maior que a densidade da mistura submetida a 1,5 horas de moagem de alta energia.

As Figuras IV.21 e IV.22 apresentam as retas obtidas pela linearização segundo Equação IV.4, das curvas de densidade em função da pressão de compactação, para os pós compósitos AA6061 + 5% AlN e AA6061 + 15% AlN, respectivamente. Observa-se em ambos os casos que os pontos podem definir uma reta com bastante precisão e também o comportamento similar ao observado para o pó compósito anteriormente analisado: a maior inclinação da reta relativa ao pó submetido à moagem em moinho convencional reflete a sua maior capacidade de densificação, quando comparado à mistura em moinho convencional.

Na Figura IV.23 são apresentados os coeficientes angulares das retas obtidas após a linearização das curvas de compactabilidade dos pós compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN. Os compósitos reforçados com AlN apresentam o mesmo comportamento do compósito reforçado com Si_3N_4 , ou seja, alta compactabilidade para o pó misturado convencionalmente e diminuição da compactabilidade com o aumento do tempo de moagem. As razões deste comportamento são as mesmas razões já discutidas para o compósito reforçado com Si_3N_4 . No entanto, se observa que a compactabilidade do compósito reforçado com 15% de AlN sofre significativa redução entre os tempos de moagem de 3 e 4,5 h, enquanto que a compactabilidade do pó compósito reforçado com 5% sofre significativa redução entre os tempos de 6 e 8 h de moagem. As curvas de densidade aparente com o tempo de moagem para estes pós apresentadas no Capítulo III (Figura III.46) mostram que para estes mesmos tempos de moagem ocorre mais significativamente a recuperação da densidade aparente do pó, o que está relacionado com a

modificação da morfologia das partículas durante processo de moagem. Portanto, a compactabilidade é mais fortemente reduzida para os tempos de moagem em que se produz a mudança da morfologia laminar para a morfologia equiaxial devido à soma dos efeitos do endurecimento das partículas e da transformação morfológica.

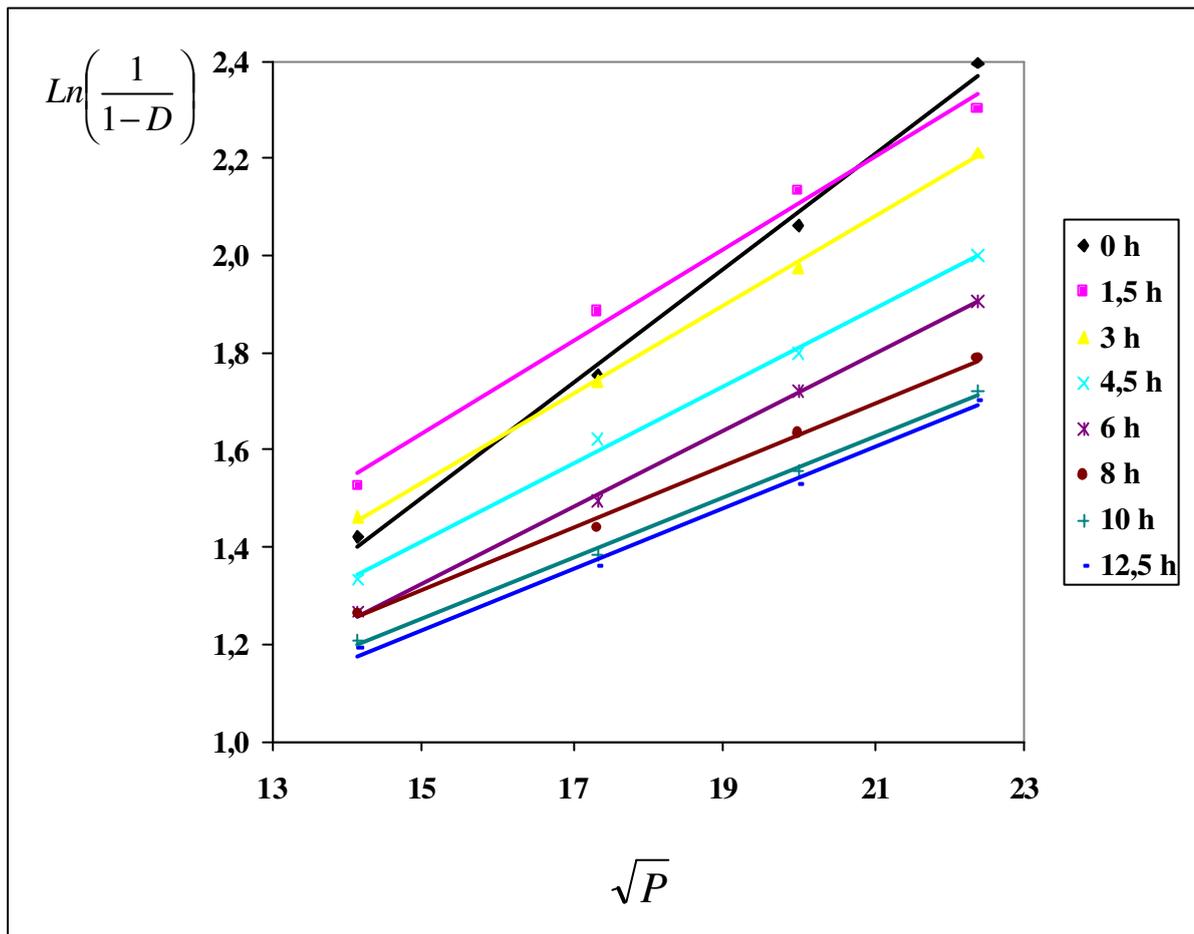


Figura IV.21: Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo Equação IV.4, do pó da misturas AA6061 + 5 % AlN para os vários tempos de moagem de alta energia (0 h indica a mistura obtida em moinho convencional).

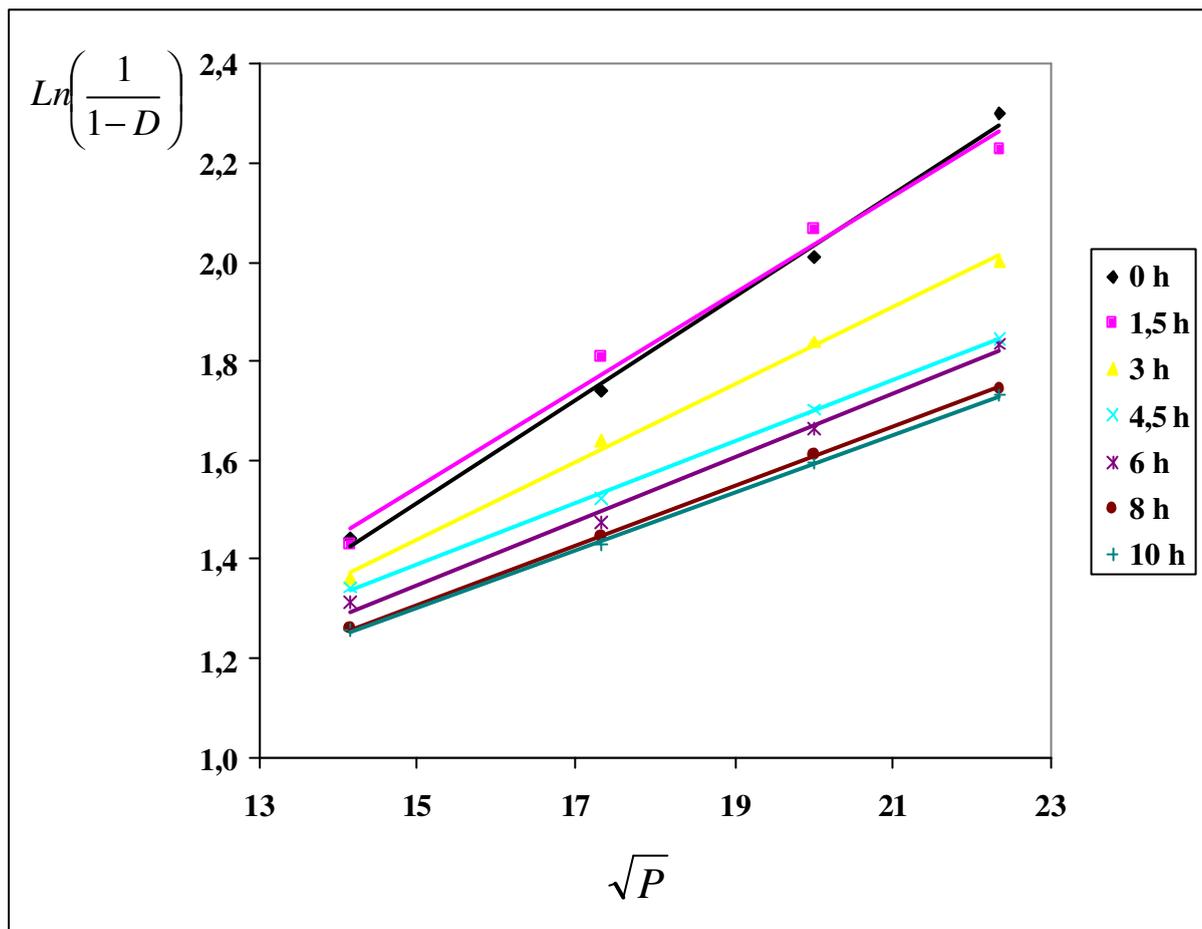


Figura IV.22: Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo Equação IV.4, do pó da misturas AA6061 + 15 % AlN para os vários tempos de moagem de alta energia (0 horas indica a mistura obtida em moinho convencional).

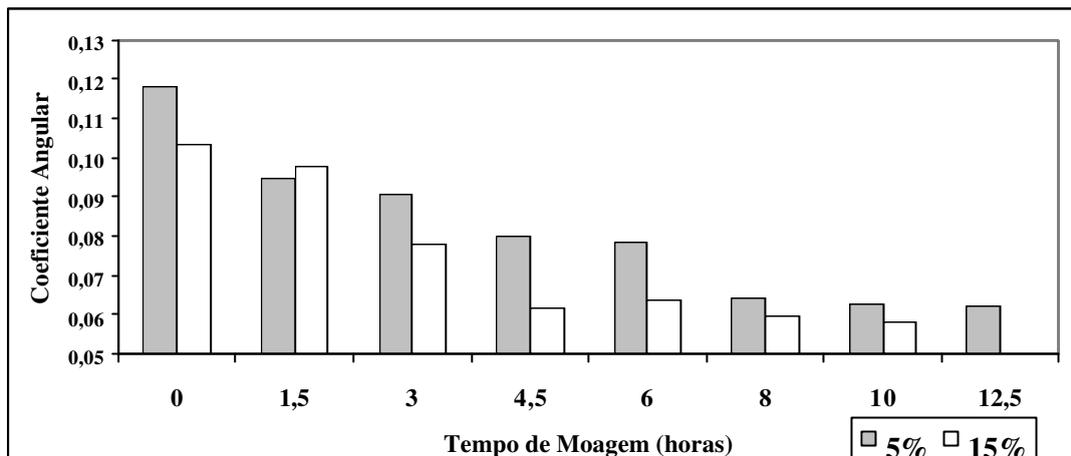


Figura IV.23: Coeficiente angular das retas obtidas pela linearização, segundo a Equação IV.4, das curvas de compactabilidade das mistura AA6061 + 5 e 15% AlN em função do tempo de moagem de alta energia (0 h indica mistura obtida em moinho convencional).

c. Efeito da presença e tipo de reforço na compactabilidade do pó da liga AA6061 após mistura convencional

O efeito da presença e do tipo de reforço na compactabilidade do pó da liga AA6061 após mistura convencional em moinho de baixa energia como fabricado pode ser analisado com auxílio das Figuras IV.24 e IV.25, as quais apresentam as curvas de compactabilidade dos pós da liga AA6061 como fabricado e das misturas AA6061 + 5 % Si_3N_4 e AA6061 + 5 % AlN obtidas em moinho convencional e as retas obtidas pela linearização destas mesmas curvas, segundo Equação IV.4, respectivamente.

Pode observar-se, através da Figura IV.24, que as densidades obtidas com as misturas de pós são maiores que as obtidas com o pó como fabricado após compactação a 400 e 500 MPa, e menores após compactação a 200 e 300 MPa. Através da Figura IV.25, se pode observar que as retas relativas às misturas de pós apresentam maior inclinação que a obtida a partir da liga sem reforço. A Tabela IV.4 apresenta os valores dos coeficientes angulares calculados para estas retas, além do coeficiente angular obtido pela linearização da curva de compactabilidade da mistura de pós AA6061 + 15 % de AlN, obtida em moinho convencional.

A análise dos valores destes coeficientes angulares demonstra que a simples adição de partículas mais duras de reforço junto ao pó da liga de alumínio aumenta consideravelmente a sua capacidade de densificação por deformação plástica durante a compactação. Isto se explica pela deformação adicional que as partículas de reforço, que são, obviamente, mais duras, acarretam nas partículas da matriz metálica durante a compactação. Em outras palavras, a capacidade de densificação por deformação plástica durante a compactação das partículas do pó da liga AA6061, que é baixa devido à morfologia esférica, aumenta consideravelmente com a presença de partículas duras de reforço na mistura.

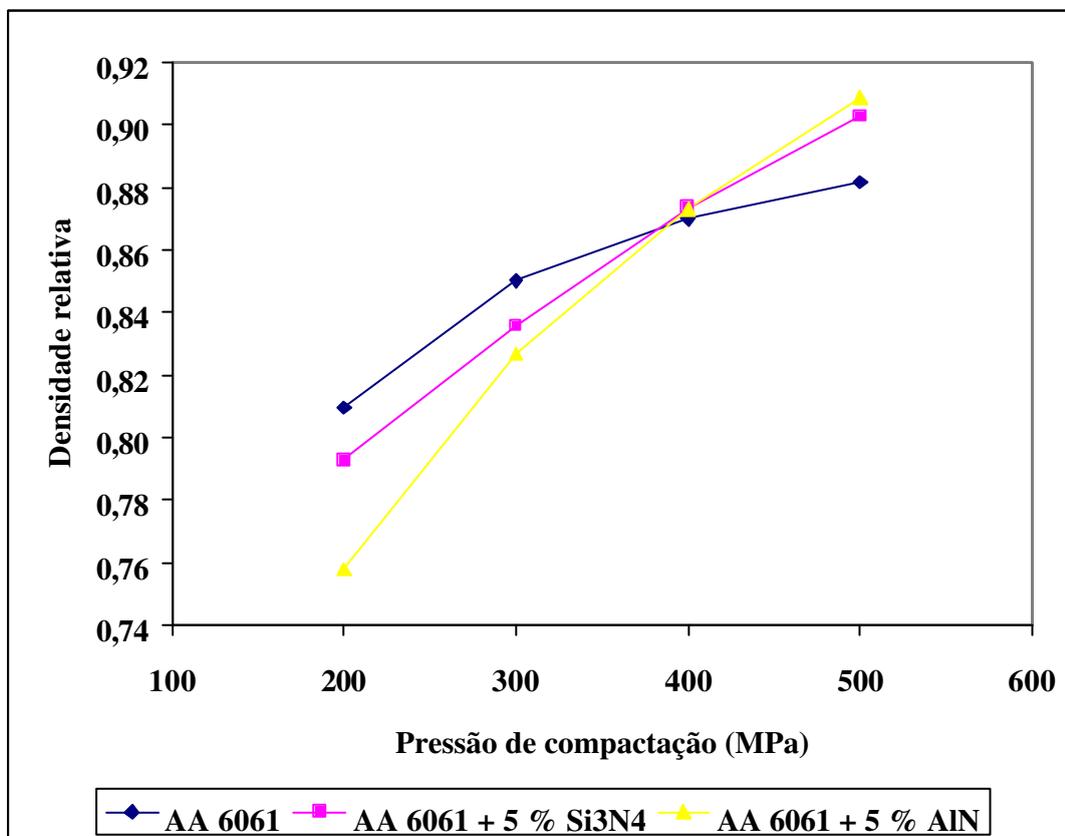


Figura IV.24: Curvas de compactabilidade dos pós da liga AA6061 como fabricado e das misturas AA6061 + 5 % Si₃N₄ e AA6061 + 5 % AlN, obtidas em moinho convencional

Outra observação que se pode fazer é que a mistura de pós AA6061 + AlN apresenta uma maior compactabilidade que a mistura de pós AA6061 + Si₃N₄, o que está refletido no maior coeficiente angular das retas obtidas pela linearização, segundo Equação IV.4, das curvas de compactabilidade dessas misturas. Como visto no Capítulo III, o Si₃N₄ apresenta maior tendência

à fratura durante a moagem. Esta maior tendência à fratura também se manifesta nos processos de compactação e extrusão, os quais impõem severos esforços às partículas de reforço, o que reduz a deformação adicional que as partículas de Si_3N_4 podem impor à liga durante a compactação.

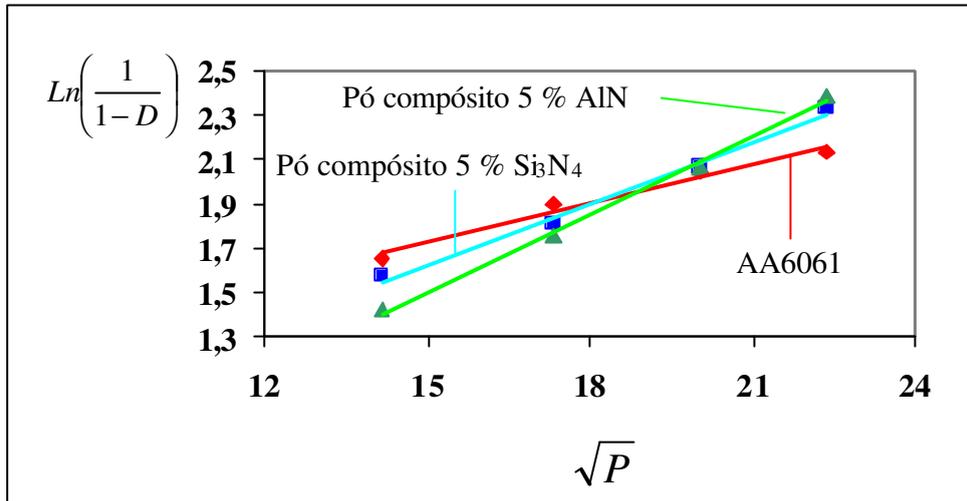


Figura IV.25: Retas obtidas com a linearização das curvas de compactabilidade, segundo Equação IV.4, do pó da liga AA6061 como fabricado, das misturas AA6061 + 5 % Si_3N_4 e AA6061 + 5 % AlN, obtidas em moinho convencional.

Tabela IV.4. – Coeficientes angulares das retas obtidos pela linearização, segundo Equação IV.4, das curvas de compactabilidade dos diferentes pós analisados.

Sistema	Coefficiente Angular
AA6061 como fabricado	0,058
AA6061 + 5% Si_3N_4 misturado convencionalmente	0,092
AA6061 + 5% AlN misturado convencionalmente	0,118
AA6061 + 15% AlN misturado convencionalmente	0,104

A comparação entre os valores do coeficiente angular obtido pela linearização das curvas de compactabilidade das misturas AA6061 + 5 % AlN e AA6061 + 15 % AlN obtida em moinho convencional mostra que o maior teor de reforço adicionado não resultou em uma maior capacidade de densificação por deformação plástica durante a compactação, o que provavelmente indica que existe um teor de reforço ótimo para promover este efeito, isto é, para que a fase mais

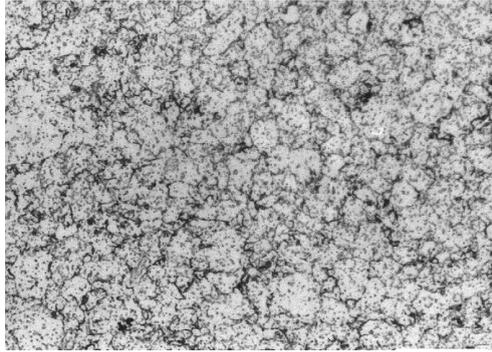
dura promova uma maior deformação nas partículas de alumínio, acima do qual a deformação adicional torna-se cada vez menor. Uma excessiva quantidade de reforço junto às partículas dúcteis do pó da liga de alumínio pode dificultar a deformação destas.

Quanto à observação de que, a pressões de compactação de 200 e 300 MPa, as densidades alcançadas pelos pós compósitos são menores que as densidades alcançadas pela liga sem reforço e que, à pressões de compactação de 400 e 500 MPa, acontece o inverso, possivelmente se explica pela existência de uma pressão crítica, acima da qual o reforço deforma sensivelmente a matriz ao seu redor, resultando em maior densificação do pó compósito. Abaixo desta pressão, o reforço, além de não contribuir de forma significativa para uma maior deformação da matriz, atua de forma a impedir uma maior aproximação entre as partículas do metal resultando na formação de uma estrutura mais aberta. A análise das densidades aparentes destes pós pode reforçar esta explicação. Como visto no Capítulo III, as densidades aparentes do pó da liga sem reforço, do pó compósito reforçado com 5 % de Si_3N_4 e do pó compósito reforçado com 5 % de AlN são 1,23, 1,03 e 0,98 g/cm^3 , respectivamente; isto é, a adição das partículas do reforço diminui a densidade aparente do pó. Como a densidade aparente pode ser pensada como a densidade alcançada após compactação à pressão zero, vê-se que as partículas de reforço, de fato, contribuem para formar uma estrutura menos densa à baixas pressões.

2.2.2. Extrusão dos pós

a. Efeito do tipo de moagem na estrutura do produto extrudado

Figura IV.26 apresenta a microestrutura, observada em seção transversal, da barra extrudada a partir do pó da liga AA6061, como fabricado e sem reforço. Observa-se uma microestrutura homogênea, bastante refinada e praticamente livre de porosidade; esta microestrutura é constante em toda a seção da barra, conforme pode ser observado na Figura IV.27.



25 μm

Figura IV.26: Microestrutura do material extrudado a partir do pó da liga AA6061 como fabricado. Ataque *Keller*.

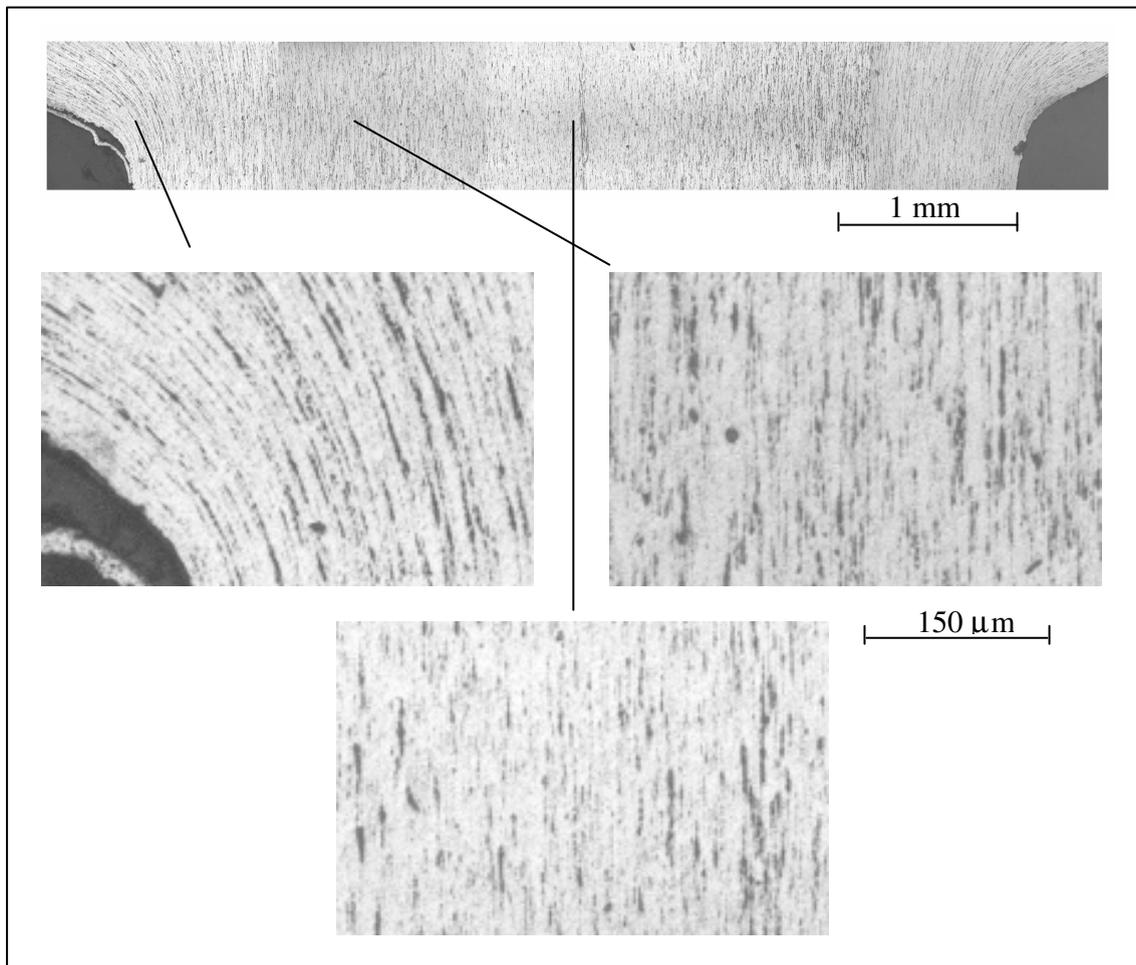


Figura IV.27: Seção longitudinal da barra extrudada a partir do pó da liga AA6061 como fabricado, na altura da abertura de extrusão. Ataque *Keller*.

A Figura IV.28 apresenta as microestruturas, observadas em seção transversal, do extrudado a partir do pó da liga AA6061 submetido a 1,5 h de moagem de alta energia. Neste caso se observa uma microestrutura heterogênea ao longo da seção da barra; nas regiões próximas à periferia se observam grãos deformados de pequenas dimensões, enquanto no centro da barra extrudada se observam grãos de maiores dimensões. Como visto, o processo de moagem de alta energia produz uma elevada deformação das partículas do pó metálico, transformando as partículas esféricas em partículas laminares. Esta severa deformação resulta em uma maior quantidade de energia armazenada, tanto em forma de deformação da estrutura cristalina quanto em forma de energia superficial, visto que a morfologia laminar apresenta uma maior relação superfície / volume. A maior energia armazenada promove um excessivo crescimento de grãos durante o aquecimento e os primeiros estágios da operação de extrusão, quando o material sofre compactação a quente, antes de se iniciar a redução de seção na extrusão propriamente dita.

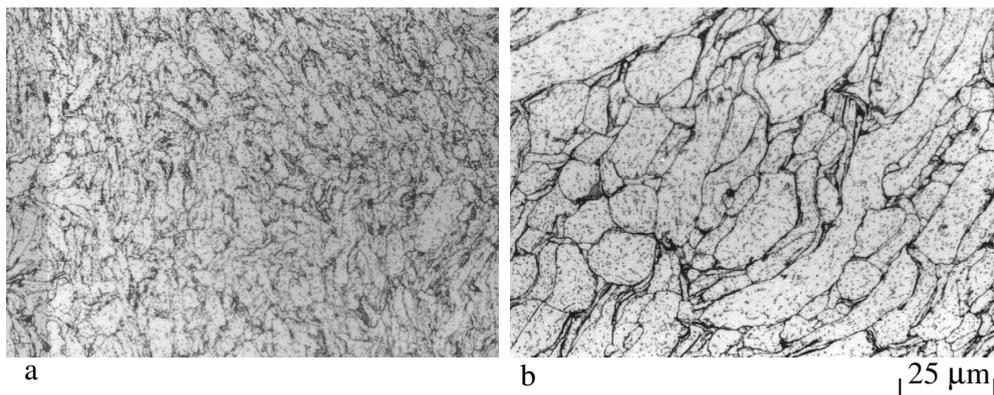


Figura IV.28: Microestruturas do material extrudado a partir da liga AA6061 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica (a) e na região central (b) da barra extrudada. Ataque *Keller*.

Durante o estágio de extrusão (redução de seção quando da passagem do material pela abertura do molde), a maior taxa de deformação nas regiões próximas às paredes do molde promove o refino microestrutural, enquanto a menor taxa de deformação associada às regiões mais distantes das paredes do molde, ou seja, no centro da barra, não é suficiente para a promoção do refino dos grãos anteriormente crescidos.

A análise das macro e microestruturas da seção longitudinal da barra extrudada, na altura da abertura de extrusão, apresentadas na Figura IV.29, mostra que o crescimento de grãos de fato se inicia antes da passagem do material pela abertura de extrusão e ocorre de forma isolada em algumas regiões, não necessariamente centrais, mas sim, afastadas das extremidades da superfície do molde. Também se observam defeitos de porosidade associados ao crescimento excessivo de grãos.

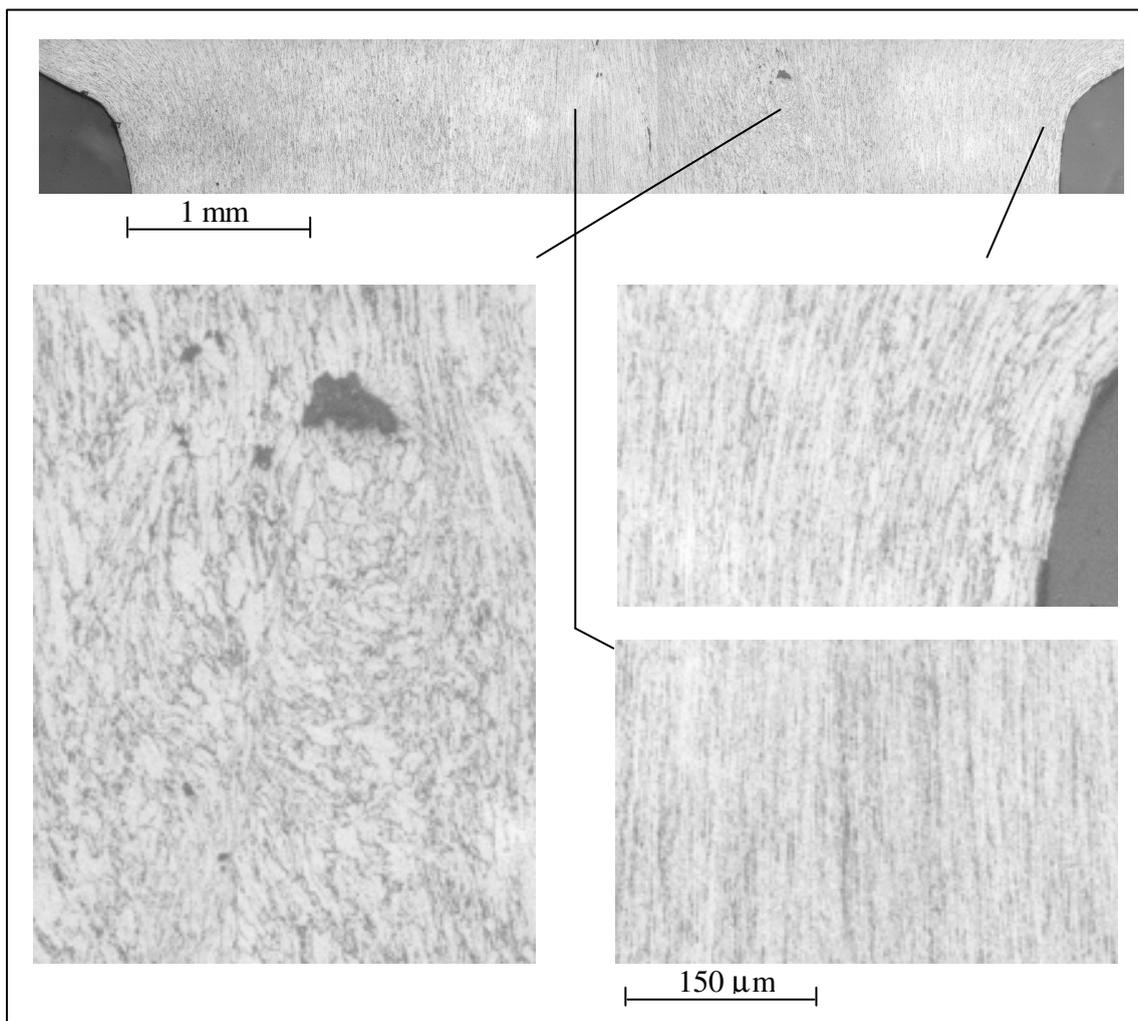


Figura IV.29: Seção longitudinal da barra extrudada a partir do pó da liga AA6061 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na altura da abertura de extrusão. Ataque *Keller*.

COURTNEY, T. H., (1990) afirma que o alumínio e suas ligas não recristalizam dinamicamente, devido à alta energia de falhas que propicia uma rápida recuperação, impedindo

que se alcance o nível de deformação necessário para a recristalização. No entanto, outros autores observam recristalização estática em produtos extrudados de alumínio (TAN, M. J. e co-autores, 1993; SAITO, N. e co-autores 1999; KO, B.-C., PARK, G.-S. e YOO, Y.-C., 1999), que varia de parcial a total dependendo da temperatura. No caso dos materiais extrudados a partir do pó após moagem de alta energia, as observações levam a entender que não ocorre recristalização, e sim uma alta taxa de recuperação dinâmica, favorecida pela alta energia armazenada em forma de deformação, seguida de crescimento de grãos, já nos estágios anteriores à extrusão propriamente dita.

A Figura IV.30 apresenta as microestruturas, observadas em seção transversal, dos materiais extrudados a partir dos pós compósitos reforçados com 5% de Si_3N_4 após 1,5 h de moagem de alta energia. Similarmente ao extrudado a partir da liga sem reforço, se observa a heterogeneidade entre a periferia e o centro da barra, com grãos de maiores dimensões nesta última região. No entanto, em comparação com o material não reforçado (Figura IV.28), os materiais compósitos apresentam um menor crescimento de grãos.

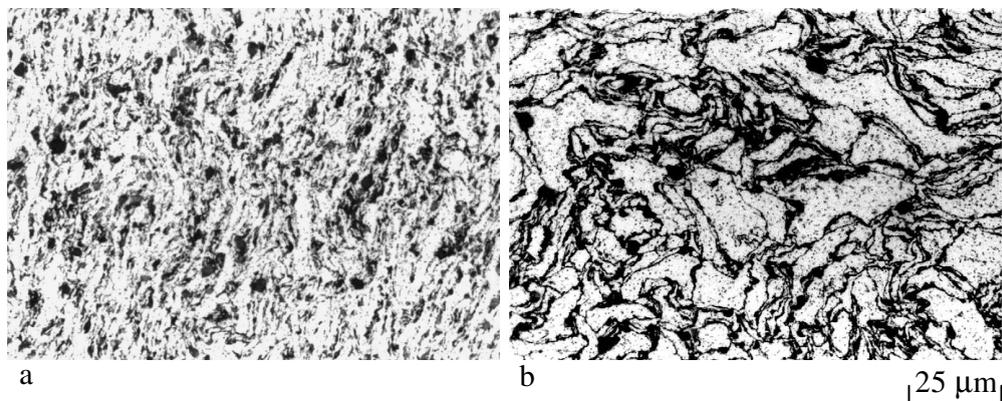


Figura IV.30: Microestruturas dos materiais extrudados a partir dos pós compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica (a) e na região central (b) da barra extrudada. Ataque Keller.

Para observar o efeito do teor de reforço sobre o crescimento de grãos em pós submetidos ao processo de moagem de alta energia, foi produzido o extrudado a partir dos pós compósitos reforçados com 15% de Si_3N_4 após 1,5 h de moagem de alta energia, cujo resultado está

apresentado na Figura IV.31. Pode observar-se que o crescimento dos grãos no interior do produto extrudado é ainda menor no compósito com maior teor de reforço.

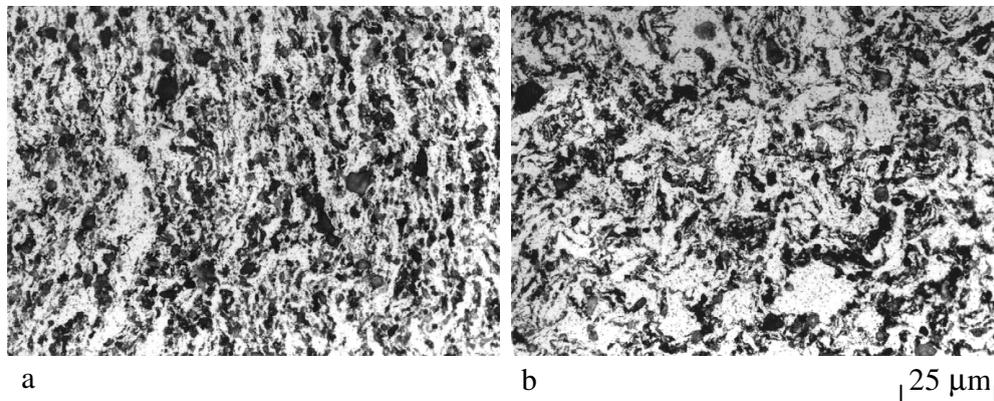


Figura IV.31: Microestruturas, observadas em seção transversal, dos materiais extrudados a partir dos pós compósitos reforçados com 15 % de S_bN_4 após 1,5 horas de moagem de alta energia, na região periférica (a) e na região central (b) da barra extrudada. Ataque *Keller*.

As partículas do reforço atuam como obstáculo ao movimento de contornos de grãos, diminuindo ou até mesmo impedindo o seu crescimento. Quanto maior a porcentagem de reforço adicionado, maior a quantidade de obstáculos ao movimento de contornos de grãos e, conseqüentemente, menor o crescimento de grãos observado.

MOURISCO, A., AMBRÓZIO FILHO e F., GONÇALVES, M., (1998) citam que a presença de partículas de SiC homogeneiza a deformação da matriz de alumínio reduzindo a diferença microestrutural entre o centro e a superfície da barra extrudada.

b. Efeito do recozimento prévio dos pós na microestrutura do produto extrudado

A heterogeneidade microestrutural associada à presença de defeitos de porosidade afeta negativamente as propriedades mecânicas dos materiais extrudados (FOGAGNOLO, J. B., ROBERT, M. H., TORRALBA, J. M., 1999). Como forma de evitar o crescimento excessivos dos grãos que ocorre na extrusão dos pós submetidos ao processo de moagem de alta energia, se realizou, previamente à extrusão, um tratamento de recozimento a 400 °C por 2 horas nas amostras compactadas.

A Figura IV.32 apresenta as microestruturas, observadas em seção transversal, obtidas em barras extrudadas da liga AA6061 e do compósito reforçado com 5 % de Si_3N_4 fabricadas a partir de pós submetidos a 1,5 h de moagem de alta energia, compactados e recozidos.

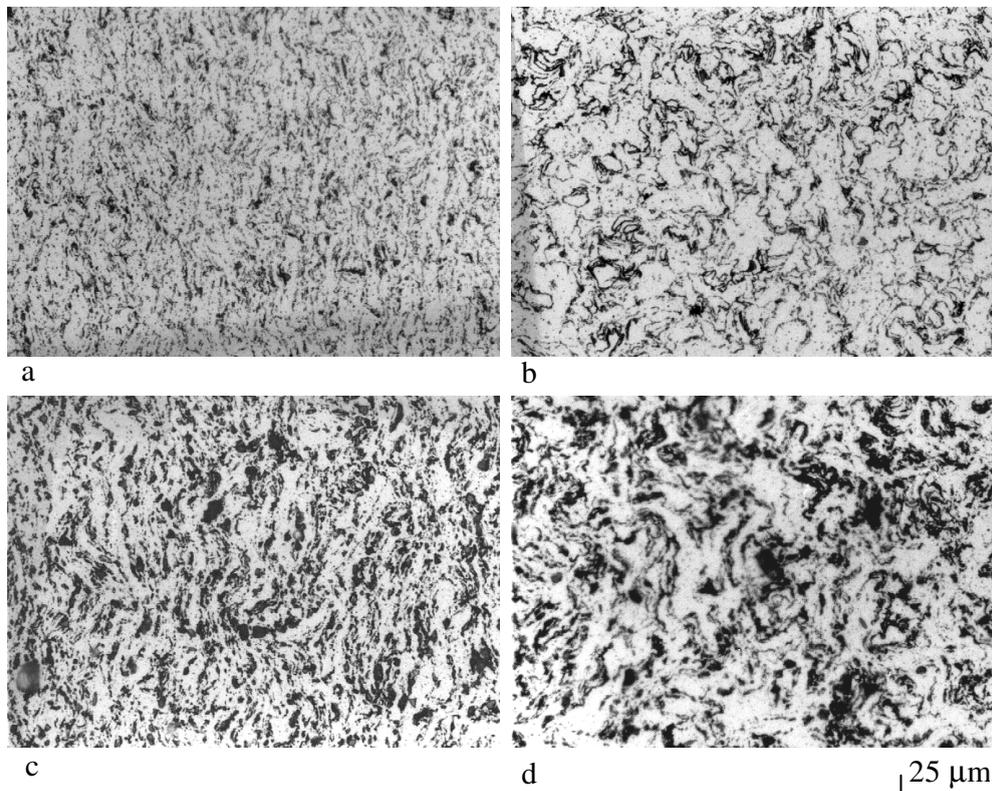


Figura IV.32: Microestruturas, observadas em seção transversal, dos materiais extrudados a partir do pó da liga AA6061 sem reforço (a e b) e do pó reforçado com 5 % (c e d) de Si_3N_4 após 1,5 horas de moagem e recozimento prévio à extrusão a 400 °C por 2 horas, nas regiões periféricas (a e c) e nas centrais (b e d) das barras extrudadas. Ataque *Keller*.

Como se pode observar, o tratamento de recozimento foi suficiente para reduzir a quantidade de energia armazenada nos pós pelo processo de moagem e reduzir o crescimento de grãos, resultando em uma microestrutura com menores gradientes de tamanhos de grãos. Desta forma, o tratamento de recozimento a 400 °C por duas horas é incorporado ao processo de fabricação de barras a partir de todos os pós que passam pelo processo de moagem de alta energia. Análises microestruturais mostraram que este tratamento térmico foi eficaz para todos os outros materiais produzidos e condições de moagem de alta energia utilizadas.

c. Microestruturas das barras extrudadas em condições otimizadas

A seguir são apresentadas as microestruturas de barras extrudadas produzidas a partir de pós da liga AA6061, sem reforço e com os reforços Si_3N_4 , AlN , ZrB_2 , segundo rota otimizada durante desenvolvimento do trabalho, isto é, via moagem de alta energia, compactação a frio, recozimento e extrusão a quente. Para efeito comparativo, são apresentadas microestruturas de barras produzidas a partir de pós submetidos à mistura convencional, compactados a frio e extrudados a quente.

A Figura IV.33 apresenta as microestruturas, observadas em seção transversal, de barras extrudadas da liga AA6061 sem adição de reforço, produzidas a partir do pó como fabricado (a) e a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia. Pode observar-se que em ambos os casos se obtém uma microestrutura bastante refinada e livre de porosidade, devido ao processo de extrusão. Também se observa uma maior quantidade de partículas de segunda fase no material cujo pó foi submetido a 24 horas de moagem, provavelmente óxido de alumínio e carboneto de alumínio provenientes da contaminação causada pelo processo de ligação mecânica.

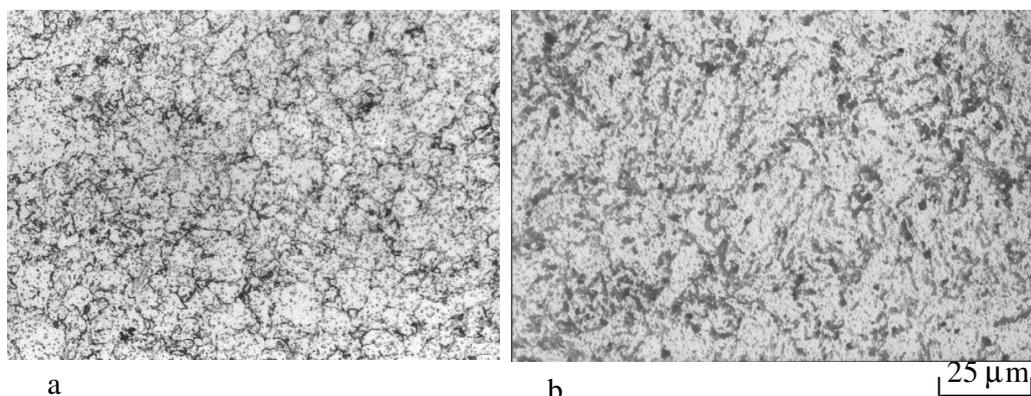


Figura IV.33: Microestruturas obtidas após extrusão do pó da liga AA6061 como fabricado (a) e submetido a 24 horas de moagem de alta energia (b).

As Figuras IV.34 a IV.37 apresentam as microestruturas obtidas após a extrusão das misturas de pós obtidas por processo convencional (1,5 h de mistura) e dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia (para o tempo máximo de moagem em cada caso), reforçados com 5 % Si_3N_4 , 5 e 15 % AlN e 5 % ZrB_2 , respectivamente, observadas em seção transversal.

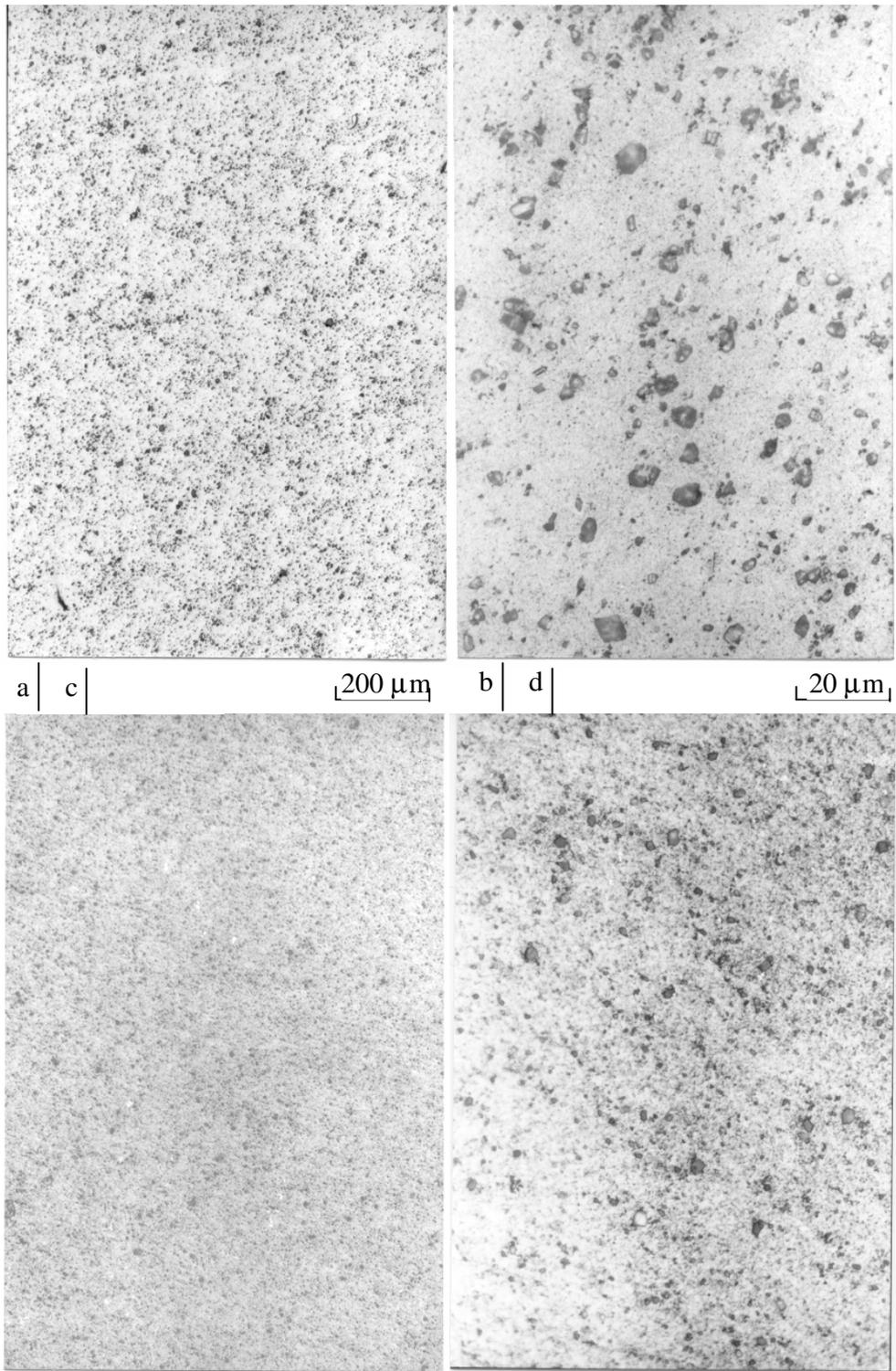


Figura IV.34: Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % Si₃N₄, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia (a e b) e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia – 10 horas de moagem (c e d).

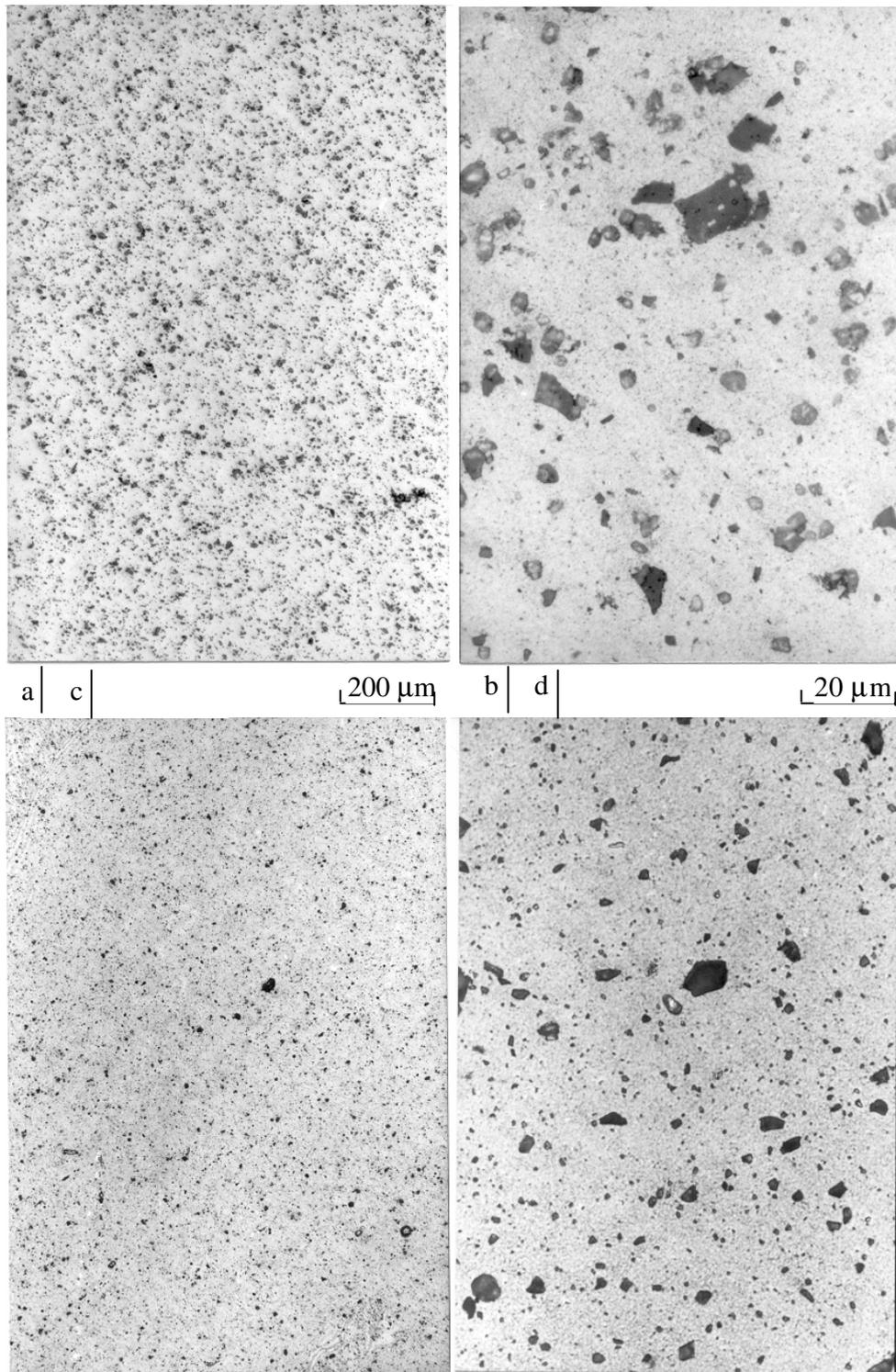


Figura IV.35: Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % AlN, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia (a e b) e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia – 12,5 horas de moagem (c e d).

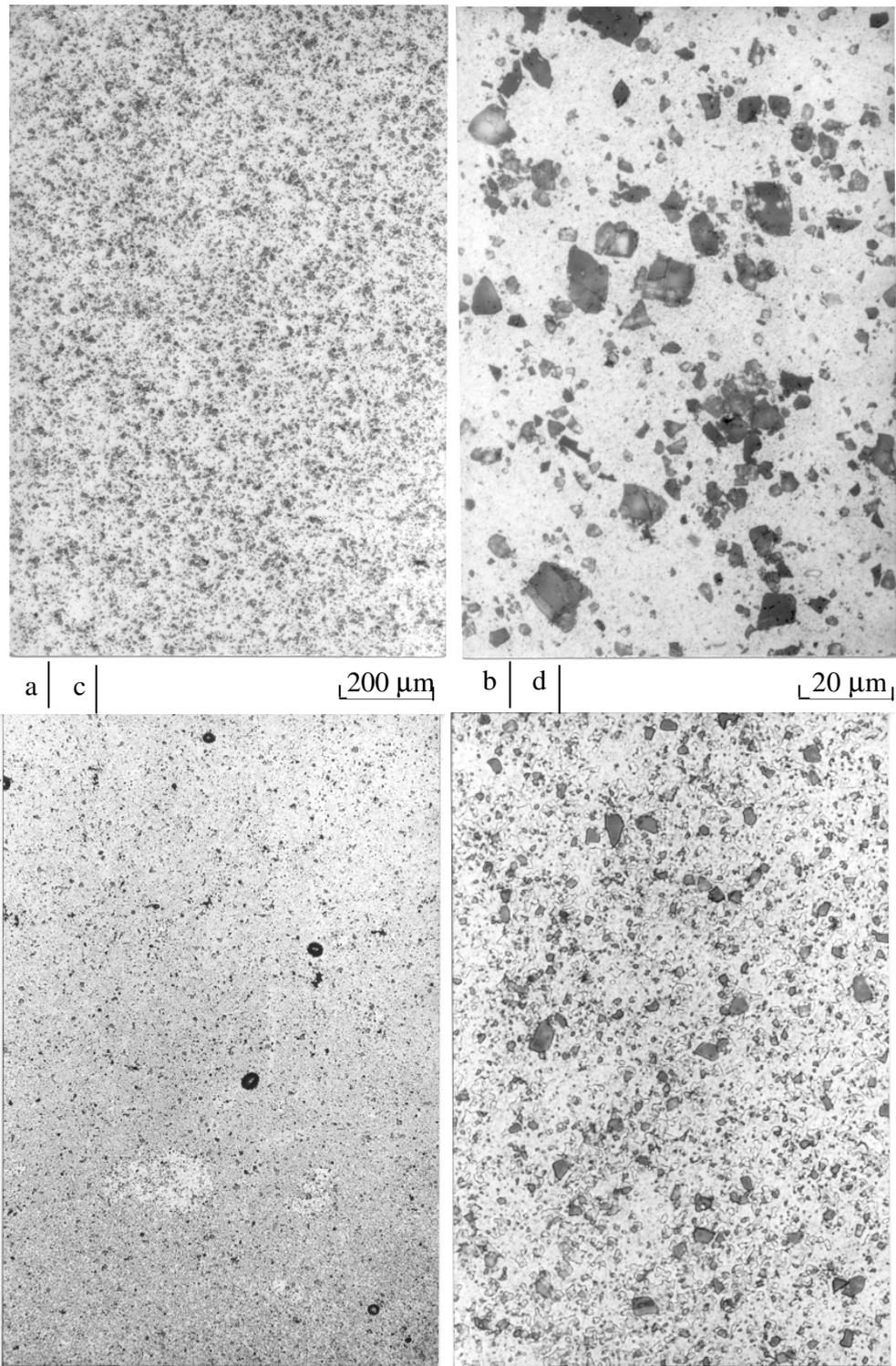


Figura IV.36: Microestruturas obtidas após extrusão do composto AA6061 + 15 % AlN, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia (a e b) e a partir do pó composto obtido por moagem de alta energia – 10 horas de moagem (c e d).

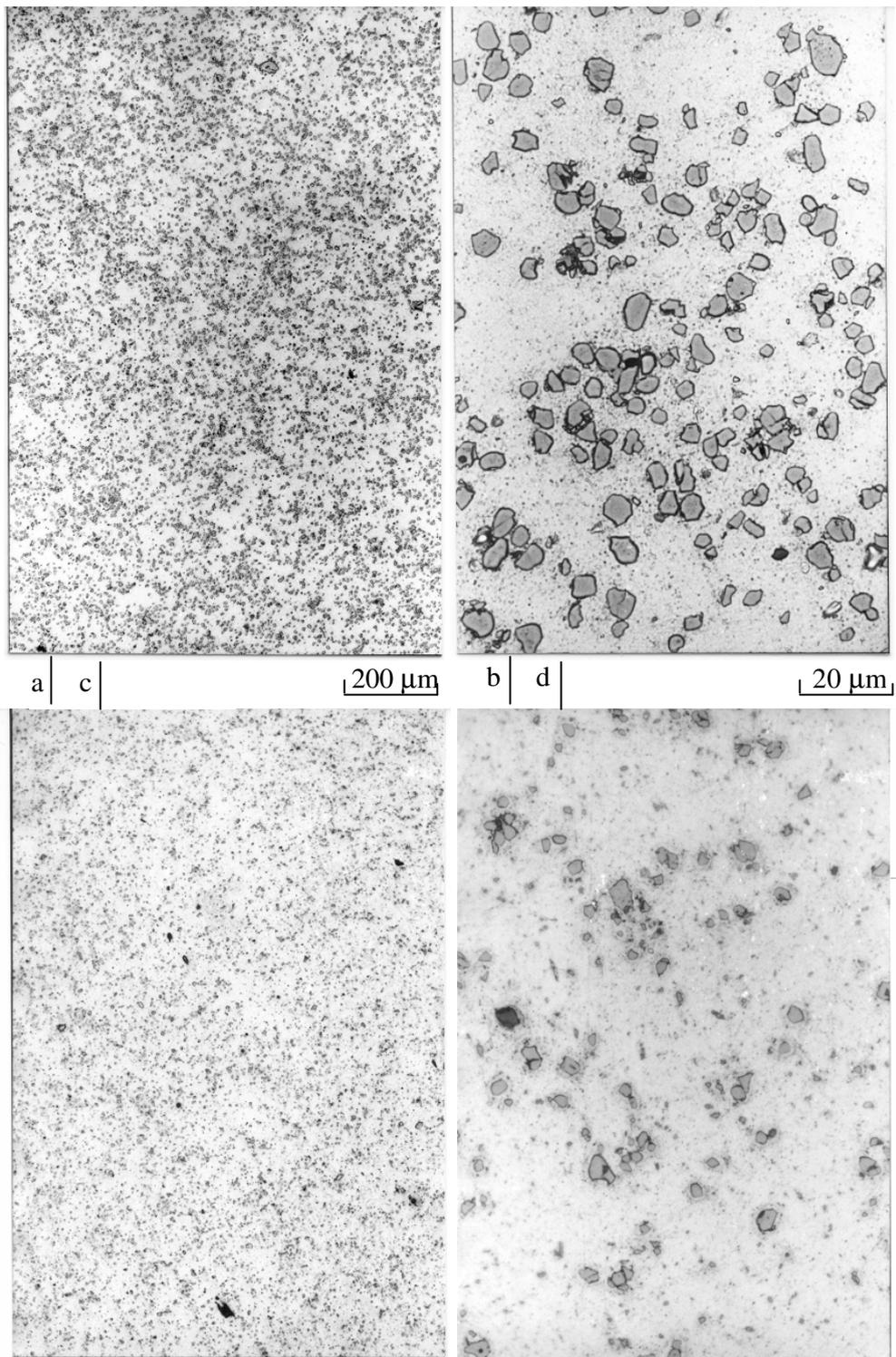


Figura IV.37: Microestruturas obtidas após extrusão do compósito AA6061 + 5 % ZrB₂, a partir da mistura de pós obtida em moinho de baixa energia (a e b) e a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia – 12,5 horas de moagem (c e d).

Em todos os casos se pode observar, através das imagens com menor aumento, uma distribuição homogênea de reforço pela matriz metálica. No entanto, através das imagens com maior aumento, se observa que nos compósitos produzidos por mistura convencional de seus componentes há maior probabilidade de ocorrência de aglomeração das partículas de reforço, como pode ser observado no caso do compósito reforçado com o maior teor de AlN. No caso dos compósitos produzidos por ligação mecânica, se observa em geral uma melhor distribuição de partículas do reforço na matriz.

Pode-se ainda observar claramente uma sensível redução do tamanho das partículas de reforço e o arredondamento de suas arestas, nos compósitos produzidos com pós submetidos à ligação mecânica. Como visto no Capítulo III, o Si_3N_4 é o reforço que apresenta a maior tendência a se fraturar durante o processo de moagem de alta energia; como consequência, após o processo de ligação mecânica, as partículas de compósito reforçadas com Si_3N_4 são as que apresentam a mais fina distribuição de reforço por toda a partícula e, portanto, o compósito AA6061 + 5% Si_3N_4 obtido a partir do pó produzido por moagem de alta energia é, entre os compósitos estudados neste trabalho, o que apresenta a mais fina dispersão da fase reforçante após a extrusão. Também se pode observar que, entre os compósitos obtidos via processo de mistura convencional, o compósito reforçado com Si_3N_4 apresenta o menor tamanho de reforço, o que reflete que a maior tendência à fratura destas partículas também se manifesta nos processos de compactação e extrusão.

As microestruturas dos compósitos obtidos com tempos intermediários de moagem de alta energia apresentam microestruturas com homogênea distribuição de reforço, com aspecto intermediário, no que se refere ao tamanho e a distribuição das partículas de reforço, entre o compósito produzido por mistura em moinho convencional e o compósito produzido com o tempo máximo de moagem de alta energia.

d. Pressões de extrusão

São apresentadas a seguir as pressões máximas de extrusão dos diferentes pós analisados. Os resultados obtidos para o pó AA6061 sem reforço, submetido a diferentes tipos de moagem, são apresentados na Tabela IV.5.

Tabela IV.5 – Pressões máximas na extrusão do pó AA6061 submetido a diferentes tipos de moagem.

Tipo de moagem (h)	Pressão média (MPa)	Desvio padrão (MPa)
Moinho convencional (1,5h)	418	9
Moinho de alta energia (24h)	434	8

Pode observar-se a maior pressão necessária para extrudar o pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia, devido à maior dureza das partículas. No entanto, levando em consideração a diferença na dureza das partículas do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia (da ordem de 3 vezes maior, ver Tabela III.12), este aumento de pressão para extrudar não é tão elevado, porque o tratamento de recozimento realizado antes da extrusão promove alívio de tensões no pó submetido ao processo de moagem de alta energia, eliminando o aumento de dureza devido à alta densidade de discordâncias e mantendo apenas o aumento devido à dispersão de óxidos e carbonetos no interior da partícula.

As pressões de extrusão necessárias para o processamento dos pós compósitos AA6061 + 5% Si₃N₄ são apresentadas na Tabela IV.6, em função dos diferentes tempos de moagem a que o pó foi submetido.

Tabela IV.6 - Pressões máximas na extrusão dos pós compósitos AA6061 + 5% Si₃N₄ submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (h)	Pressão média (MPa)	Desvio padrão (MPa)
0	441	23
1,5	514	20
3	545	43
4,5	640	30
6	630	43
8	549	26
10	510	23

Observação: o tempo indicado por 0 horas se refere à mistura de pós obtida em moinho de bolas convencional.

Estes valores indicam a média de 8 ensaios. O desvio padrão observado nestes experimentos variou entre 3 a 9 % da pressão média obtida; esta variação pode ser atribuída à forte influência da temperatura de extrusão no processo. As variações na pressão de extrusão por efeito de pequenas eventuais variações de temperatura são aleatórias e foram consideradas desprezíveis em comparação com o efeito da variável estudada, qual seja, o tempo de moagem.

A análise de variância realizada confirma que o tempo de moagem influi significativamente na pressão de extrusão, conforme tratamento estatístico de dados apresentado no Anexo 3.

Os resultados obtidos mostram que a pressão requerida para a extrusão do pó misturado convencionalmente (indicado por 0 h) é menor do que as necessárias à extrusão de pós submetidos à mistura de alta energia, para quaisquer dos tempos de moagem. À medida em que se aumenta o tempo de moagem até 4,5 h, aumenta-se a pressão de extrusão; no entanto, a partir deste valor, o aumento do tempo de moagem leva à diminuição da pressão de extrusão do pó compósito.

A Figura IV.38 apresenta graficamente a relação entre o tempo de moagem de alta energia ao que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida.

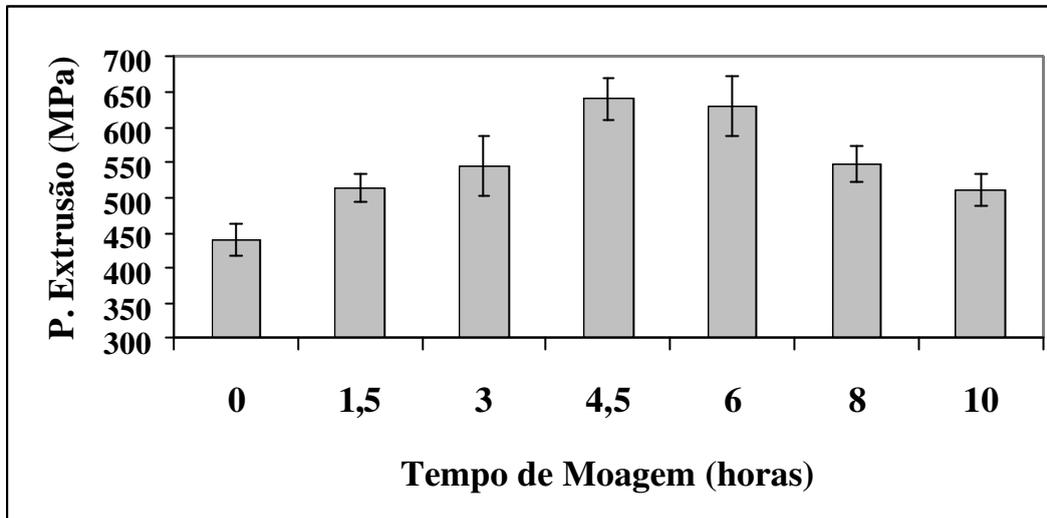


Figura IV.38: Relação entre o tempo de moagem de alta energia ao que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida para a mistura AA6061 + 5 % Si₃N₄.

Como visto anteriormente, uma das componentes da pressão de extrusão se refere ao trabalho redundante, que se relaciona com os fenômenos de união das partículas durante a extrusão, os quais por sua vez dependem da área superficial das partículas do pó. LIEBLICH, M. e co-autores (1996) observam que o tamanho médio de partículas, o qual está relacionado com a área superficial do pó, exerce grande influência sobre a pressão de extrusão.

Como já visto no Capítulo III, o tempo de moagem produz várias transformações nos pós compósitos, entre as quais se destacam as transformações morfológicas e o endurecimento. Desta forma, o aumento da pressão necessária à extrusão que se observa entre o pó compósito submetido à mistura em moinho convencional e os pós compósitos submetidos a reduzidos tempos de moagem de alta energia se deve à mudança morfológica e ao endurecimento das partículas causados pelo processo de moagem.

As partículas laminares dos pós compósitos com tempos curtos de moagem apresentam uma maior superfície relativa, quando comparadas com partículas esféricas, requerendo maior

energia para que se produza a união. Esta maior energia se traduz em uma maior pressão de extrusão devido ao aumento do componente relacionado ao trabalho redundante. O endurecimento das partículas provocado pela moagem também contribui para o aumento da pressão necessária para extrudar, devido ao maior trabalho de deformação.

Para tempos de moagem superiores a 4,5 h se observa uma redução da pressão de extrusão com o aumento do tempo de moagem. Neste caso, os efeitos da morfologia e do endurecimento atuam de forma oposta. Como visto no Capítulo III, para tempos de moagem superiores a 4,5 h, a morfologia laminar das partículas de compósito reforçadas com Si_3N_4 se modifica para uma morfologia equiaxial, o que reduz a energia necessária para a união das partículas do pó, diminuindo assim o trabalho redundante. Por outro lado, o endurecimento das partículas aumenta com o aumento do tempo de moagem, contribuindo para o aumento na pressão de extrusão. No entanto, o efeito da transformação morfológica se sobrepõe ao efeito do endurecimento, e se observa uma diminuição da pressão necessária para extrudar o material.

Os resultados de pressão máxima na extrusão dos pós compósitos AA6061 + 5 e 15% AlN submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia são apresentados na Tabela IV.7.

Novamente estes valores indicam a média de 8 ensaios; pode-se observar uma variação no desvio padrão de 5 a 18 % da pressão medida para o compósito contendo 5% AlN e de 5 a 12 % da pressão medida, para o compósito contendo 15% AlN. Estes valores são atribuídos à variações provocadas pela sensibilidade da pressão de extrusão com relação à temperatura do material.

Observa-se aqui o mesmo comportamento observado para os compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 . A pressão de extrusão é baixa para o compósito misturado convencionalmente, aumenta para os pós compósitos submetidos a tempos curtos de moagem e volta a diminuir para os pós compósitos submetidos a tempos mais longos de moagem.

A Figura IV.39 apresenta graficamente a relação entre o tempo de moagem a que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida. Pode-se observar o comportamento das curvas, semelhante ao apresentado pelo compósito reforçado com Si_3N_4 .

Tabela IV.7. - Pressões máximas na extrusão dos pós compósitos AA6061 + 5 e 15 % AlN submetidos a diferentes tempos de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (h)	Pressão média (MPa) Compósito reforçado com 5 % de AlN	Desvio padrão (MPa)	Pressão média (MPa) Compósito reforçado com 15 % de AlN	Desvio padrão (MPa)
0	503	32	507	47
1,5	602	62	676	32
3	744	56	726	28
4,5	649	84	749	46
6	749	84	630	48
8	646	101	557	39
10	596	33	624	62
12,5	579	30		

Observação: o tempo indicado por 0 horas se refere à mistura de pós obtida em moinho de bolas convencional.

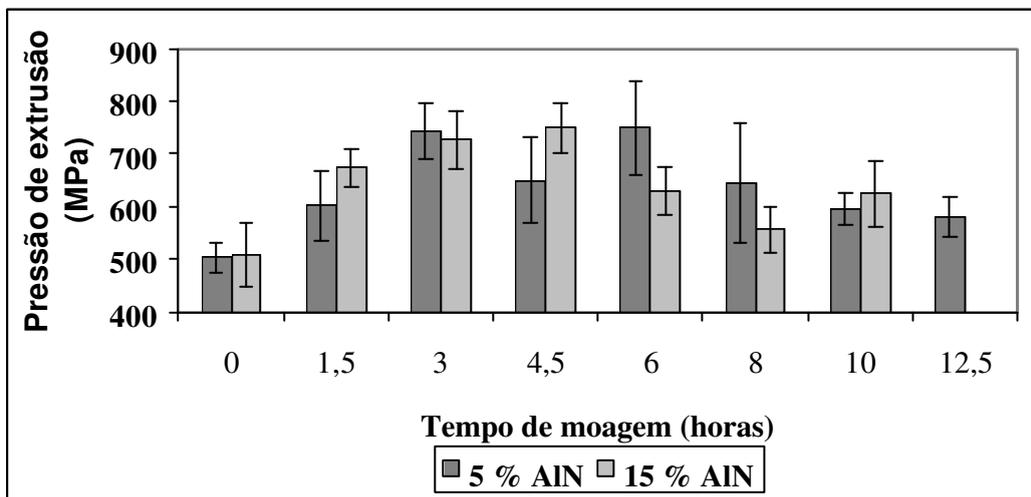


Figura IV.39: Relação entre o tempo de moagem a que o pó foi submetido e a pressão de extrusão requerida para as misturas AA6061 + 5 % AlN e AA6061 + 15 % AlN.

Também para os compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, a análise de variância realizada e apresentada no Anexo 3 confirma que o tempo de moagem influi significativamente na pressão de extrusão, porém de forma menos significativa comparado à influência que a mesma variável possui sobre a pressão de extrusão dos compósitos reforçados com Si_3N_4 .

A análise estatística de contraste entre os tempos de moagem dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, também apresentada no Anexo 3, leva às seguintes observações:

- a diferença entre a pressão de extrusão para o pó submetido à mistura em moinho convencional e o submetido à moagem de alta energia por 1,5h é bastante mais significativa para o compósito contendo 15 % AlN do que para o compósito contendo 5 % AlN;
- para os tempos de moagem mais longos em que se observa uma caída na pressão de extrusão, o compósito reforçado com 5 % de AlN apresenta a diferença mais significativa entre 6 e 8 horas de moagem, enquanto que o compósito reforçado com 15 % de AlN apresenta a diferença mais significativa entre 4,5 e 6 horas de moagem.

Como visto no Capítulo III, a presença de reforço adianta o processo de moagem de alta energia por, basicamente, aumentar a deformação da matriz metálica durante a moagem. Foi visto também que quanto maior a porcentagem de reforço adicionada, maior a deformação durante o processo de moagem e maior o adiantamento do processo de ligação mecânica. Assim, a maior quantidade de reforço provoca uma maior diferença entre as características dos pós submetidos à mistura convencional e os submetidos ao menor tempo de moagem de alta energia.

Também devido ao adiantamento dos fenômenos da moagem de alta energia promovido pela maior quantidade de reforço no compósito, o sistema AA6061 + 15 % de AlN apresenta a diminuição da pressão de extrusão para um tempo mais curto de moagem do que o compósito reforçado com 5 % de AlN. O estudo morfológico e microestrutural dos pós compósitos reforçados com AlN apresentado anteriormente mostra que com maior quantidade de reforço se necessita um tempo menor para produzir partículas equiaxiais. Como o compósito reforçado com 15 % AlN apresenta partículas equiaxiais com um tempo menor de moagem do que o compósito contendo 5% AlN, a redução da pressão para sua extrusão ocorre para pós submetidos a menores tempos de moagem, quando comparada com a observada para o pó reforçado com 5% AlN.

As pressões necessárias para extrudar os compósitos reforçados com ZrB_2 foram da mesma ordem de grandeza das pressões necessárias para extrudar os compósitos reforçados com AlN, tanto para as misturas obtidas em moinho convencional quanto para os pós compósitos obtidos por moagem de alta energia.

A Figura IV.40 mostra, para comparação, as pressões necessárias para extrudar o pó da liga AA6061 sem reforço (como fabricado e submetido a 24 horas de moagem), das misturas AA6061 + 5 % Si_3N_4 , AA6061 + 5 % AlN e AA6061 + 15 % AlN, obtidas em moinho convencional e após processo de moagem de alta energia, com os máximos tempos de moagem para cada compósito. As seguintes observações podem ser feitas:

- É necessária uma maior pressão para extrudar a mistura AA6061 + 5 % AlN do que para extrudar a mistura AA6061 + 5 % Si_3N_4 , tanto no caso da mistura obtida em moinho convencional quanto no caso do pó compósito produzido por ligação mecânica;
- A diferença na pressão de extrusão devido ao processo de moagem é maior no caso dos compósitos que no caso da liga sem reforço.

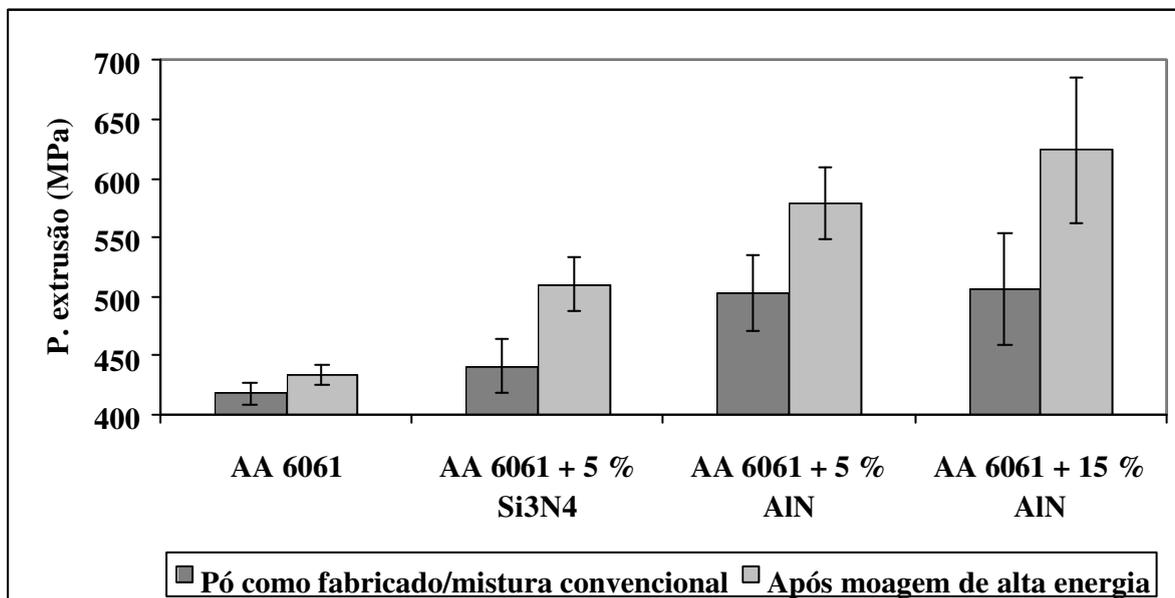


Figura IV.40: Pressões necessárias para extrudar o pó da liga AA6061 sem reforço (como fabricado e submetido a 24 horas de moagem), das misturas AA6061 + 5 % Si_3N_4 , AA6061 + 5 % AlN e AA6061 + 15 % AlN, obtidas em moinho convencional e após processo de moagem de alta energia, com os máximos tempos de moagem para cada compósito.

Como já mencionado, as partículas de AlN possui maior resistência à fratura, o que propicia um maior tamanho do reforço no material extrudado, tanto nos compósitos obtidos via processo convencional de mistura (devido à fratura causada durante a compactação e extrusão), quanto nos compósitos obtidos via moagem de alta energia (devido à fratura causada pela moagem). Assim que, durante a extrusão dos compósitos, as partículas de Si_3N_4 são menores ou, ainda que sendo aproximadamente do mesmo tamanho, se fraturam mais que as partículas de AlN, o que possivelmente resulte em menor deformação da matriz metálica. No caso da extrusão da liga sem reforço, a ausência de uma fase mais rígida de maior tamanho tende a igualar o comportamento do material como fabricado ao material submetido a moagem de alta energia à temperatura de extrusão.

e. Densidade final dos produtos extrudados

A densidade dos produtos finais extrudados se apresenta entre 98 a 100 % da densidade teórica tanto para a liga sem reforço como para todos os compósitos, conforme mostra a Tabela IV.8, confirmando que o processo utilizado para a consolidação do pó da liga AA6061 e dos compósitos reforçados com Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 foi adequado no sentido de produzir estruturas pratica e totalmente densificadas.

Não se observou nenhuma relação entre os valores de densidade obtidos nos produtos extrudados e os parâmetros analisados (tipo de moagem, tempo de moagem, tipo e teor de reforço), possivelmente devido às próprias condições de processamento otimizadas.

Tabela IV.8: Densidade obtida após extrusão dos diferentes materiais analisados.

Sistema	Tempo de moagem (horas)	Densidade relativa média	Desvio padrão
AA6061	0	0,982	0,005
	24	0,986	0,003
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	0	0,980	0,005
	1,5	0,985	0,007
	3	0,994	0,004
	4,5	0,993	0,005
	6	0,994	0,005
	8	0,992	0,006
	10	0,993	0,005
	AA6061 + 5 % AlN	0	0,986
1,5		0,983	0,012
3		0,981	0,011
4,5		0,982	0,013
6		0,987	0,011
8		0,991	0,005
10		0,986	0,010
AA6061 + 15 % AlN		0	0,981
	1,5	0,986	0,011
	3	0,991	0,006
	4,5	0,991	0,004
	6	0,981	0,015
	8	0,986	0,011
	10	0,989	0,010
	AA6061 + 5 % ZrB ₂	0	0,982
12,5		0,985	0,012

Observação: os tempos indicados por 0 horas se referem à liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e aos pós misturados em moinho de bolas convencional, por 1,5h, no caso das misturas.

3. Conclusões

Os resultados obtidos neste capítulo permitem concluir que o processo utilizado neste trabalho, de consolidação dos pós AA6061 sem reforço e reforçado com 5% Si₃N₄, 5 e 15% AlN e 5% ZrB₂, é adequado por ser capaz de produzir estruturas prática e totalmente densificadas, uma vez que todos os materiais produzidos alcançaram densidades relativas entre 98 e 100 %.

Com relação ao processo de compactação, pode-se concluir:

- a utilização da Equação de Panelli e Ambrózio Filho para linearização da curva de compactabilidade dos pós, possibilita, através dos coeficientes angulares das retas obtidas, a análise do efeito do processo de moagem sobre a compactabilidade dos pós;
- o pó da liga AA6061 como fabricado apresenta baixa compactabilidade devido à sua morfologia esférica, a qual possui baixa capacidade de densificação por deformação plástica; após um reduzido tempo de moagem de alta energia, sua compactabilidade aumenta devido à transformação da morfologia de suas partículas para lâminas, a qual possui maior capacidade de densificação por deformação plástica; com o aumento do tempo de moagem a morfologia volta a se apresentar equiaxial, reduzindo a compactabilidade;
- a presença de reforços Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 aumenta a compactabilidade do pó AA6061 devido à deformação adicional que as partículas de reforço conferem à matriz metálica durante o processo de compactação;
- o aumento do tempo de moagem de alta energia, até um certo valor, provoca redução da compactabilidade dos pós compósitos devido ao basicamente ao endurecimento provocado pelo processo e, para tempos mais longos de moagem, também devido à transformação morfológica das partículas laminares para partículas equiaxiais.

Com relação ao efeito do processo de moagem de alta energia sobre o processo de extrusão, pode-se concluir que:

- a energia armazenada como deformação da rede cristalina e superfície das partículas provoca um excessivo crescimento de grãos em algumas regiões distantes da periferia da barra extrudada;
- a presença de reforço tende a conter este excessivo crescimento de grãos;

- a realização de um tratamento de recozimento a 400 °C por duas horas, previamente à extrusão, previne este crescimento excessivo de grãos.

Com relação ao processo de extrusão, pode-se concluir que:

- a pressão de extrusão necessária para extrudar os pós compósitos misturados convencionalmente é baixa devido à esfericidade das partículas da matriz; aumenta para os pós compósitos após tempos curtos de moagem de alta energia devido tanto ao endurecimento quanto à maior superfície das partículas laminares, que necessitam uma maior pressão para promover sua união; e diminui para os tempos mais longos de moagem devido à menor superfície das partículas equiaxiais formadas nestas condições;
- os compósitos produzidos em todas as condições apresentam uma homogênea distribuição de reforço pela matriz metálica;
- o processo de moagem de alta energia melhora a distribuição das partículas de reforço, diminui seu tamanho e proporciona um arredondamento de suas arestas;
- o compósito reforçado com Si_3N_4 apresenta a mais fina distribuição de reforço pela matriz.

Capítulo V

Propriedades Mecânicas

1. Introdução

Como visto no Capítulo II, os materiais compósitos reforçados com fibras constituem a classe de compósitos de matriz metálica que apresenta os mais elevados aumentos na resistência mecânica. No entanto, a adição de partículas como reforço pode acarretar também aumentos consideráveis nas propriedades mecânicas da matriz, dependendo da geometria, dimensões e distribuição das partículas utilizadas.

São vários os mecanismos que explicam o aumento nas propriedades mecânicas em compósitos reforçados com partículas (JAIN, M. K. e co-autores, 1993):

- Obstrução do movimento de discordâncias pelas partículas de reforço;
- Aumento da densidade de discordâncias durante o resfriamento do material da temperatura de processamento à temperatura ambiente devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica entre a matriz e o reforço;
- Transferência de carga da matriz para as partículas de reforço.

Quanto maior a fração volumétrica de reforço, para um mesmo tamanho de partícula, ou menor o tamanho de partícula, para uma mesma fração volumétrica de reforço, menor será a distância média entre as partículas, resultando em um maior endurecimento. BHANUPRASAD e co-autores (1991), trabalhando com compósitos com matriz de alumínio reforçados com

carboneto de silício, produzidos por prensagem isostática a frio, sinterização em vácuo e laminação, observam que tanto o limite elástico quanto o limite de resistência à tração aumentam e o alongamento diminui com a diminuição do tamanho ou com o aumento da fração volumétrica de reforço para valores de até 20%. SERRA, J. C. V. e co-autores (1998), caracterizando compósitos com matriz de alumínio comercialmente puro (AA1100) reforçado com 5, 10 e 15% de carboneto de nióbio, observam que o limite de resistência à tração e a dureza aumentam e o alongamento e a estricção diminuem com o aumento da quantidade de reforço. HONG, S. J. e KAO, P. W. (1991), produzindo compósitos de matriz de alumínio através da técnica de sinterização resistiva, analisam o efeito do tamanho de partícula e a porcentagem de SiC, através de ensaios de compressão. Observam que a tensão de escoamento por compressão e a tensão de fratura por compressão aumentam com o aumento da fração de reforço e com a redução do tamanho das partículas de reforço.

ARSENAULT, R. J. e FISHER, R. M. (1983) afirmam que os valores calculados para a resistência dos compósitos de matriz de alumínio reforçados com fibras ou partículas de SiC são muito menores que os valores encontrados na prática e explica este fato tendo em conta a densidade de discordâncias geradas na matriz devido à diferença dos coeficientes de contração da matriz e do reforço. Os autores apresentam microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de transmissão em que se observa uma rede de discordâncias em torno a uma partícula de reforço e precipitados nucleados nesta rede de discordâncias. DERBY, B. e WALKER, J. R. (1988) discutem o propõem um modelo matemático para o surgimento de discordâncias durante o resfriamento devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica da matriz e do reforço.

NARDONE, V. C. e PREWO, K. M. (1986) propõem uma mudança na teoria de transferência de carga por cisalhamento, típica para reforços contínuos, para levar em conta a transferência de carga via tensão de tração que ocorre mais significativamente em compósitos reforçados com partículas e obtêm valores de limite de resistência mais próximos aos observados na prática. No entanto, este tipo de efeito está bastante relacionado com a formação de uma interface resistente entre a matriz e o reforço.

A seguir é apresentado um resumo dos últimos e mais relevantes trabalhos realizados na área de materiais compósitos com matriz de alumínio processados por metalurgia do pó abordando propriedades mecânicas.

JAIN, M. K. e co-autores (1993) trabalham com a liga AA2124 e carboneto de silício como reforço. O processo de fabricação envolve desaglomeração do reforço em solvente líquido (n-butanol), mistura do reforço com a matriz neste mesmo solvente, compactação a frio, degaseificação, prensagem a quente em vácuo, extrusão a quente e laminação a quente. Os autores observam que o módulo de elasticidade e a dureza aumentam com as sucessivas etapas do processo de fabricação. Com 30 % de reforço, obtêm dureza de 196 HV e limite de resistência à tração de 220 MPa, nos materiais após extrusão. Após tratamento térmico, conseguem aumentar a resistência a valores próximos a 400 MPa.

Como já observado no Capítulo III, a técnica de moagem de alta energia melhora consideravelmente a distribuição de reforço, além de produzir uma fina e homogênea distribuição de óxidos e carbonetos de alumínio pela matriz. Alguns trabalhos apresentam propriedades de compósitos produzidos por esta técnica.

KHOR, K. A., YUAN, Z. H. e BOYE, F. (1996), apresentam resultados bastantes promissores. Estes autores trabalham com a liga de alumínio-lítio AA8090 e carboneto de silício como reforço. Consolidam o material por compactação uniaxial a frio, compactação a quente e extrusão a quente seguida de tratamento térmico T6. Obtêm valores de limite de resistência à tração próximos a 500 MPa, com um aumento de 15 % entre a liga sem reforço e a liga reforçada com 15 % de carboneto de silício.

TACHI, K. e KITA, K. (1996) utilizando pó obtido através da moagem de cavacos de liga de Al-Mg-Si e partículas de alumina como reforço, e processando por compactação e extrusão a quente, reportam que a resistência à tração da liga Al-Mg-Si processada convencionalmente com tratamento T5 é de 250 MPa, enquanto a mesma liga, submetida à moagem de alta energia por 24 horas e extrudada, apresenta limite de resistência à tração de 430 MPa, sem posterior tratamento térmico. O compósito Al-Mg-Si + 25 % Al_2O_3 produzido por moagem de alta energia e extrusão apresenta limite de resistência à tração de 510 MPa.

HANADA, K., MURAKOSHI, Y. e NEGISHI, H., SANO, T. (1997), produzem compósitos com liga de alumínio AA8090 reforçados com 10 e 20 % de SiC, com processo de mistura em moinho de alta energia; reportam resistência à tração de 390 e 412 MPa, para os compósitos reforçados sem tratamento térmico, com 10 e 20 % de reforço, respectivamente, e com tratamento térmico T6, de 480 e 512 MPa.

LU, L., LAI, M. O. e NG, C. W., (1998) trabalhando com compósitos de matriz de alumínio com 4,5 % de cobre reforçado com 10 % de SiC, reportam um aumento no limite de escoamento de 250 para 400 MPa e no limite de resistência à tração de 350 para 460 MPa, após 12 horas de moagem de alta energia.

COSTA, C. E. (1998) produz por moagem de alta energia a liga AA2014, a qual apresenta limite de resistência à tração de 450 MPa e dureza 120 HV, no estado sem tratamento térmico e, após tratamento térmico, limite de resistência à tração de 550 MPa e dureza 140 HV. No entanto, ao introduzir reforços intermetálicos NiAl, Ni₃Al e Fe₃Al, realizando a mistura do pó da matriz com o reforço em moinho de baixa energia, obteve inferiores propriedades, devido à reação dos reforços com o cobre da matriz, diminuindo seu conteúdo na matriz e, portanto, diminuindo as propriedades mecânicas.

RUIZ-NAVAS, E. M. (1999), utilizando a mesma matriz obtida por moagem de alta energia e carbonetos como reforços, como carboneto de nióbio, carboneto de titânio, carboneto de molibdênio e carboneto de tântalo, estuda o efeito de diferentes técnicas de mistura nas características mecânicas do compósito: mistura manual, mistura em moinho planetário, mistura em moinho tipo atritor e obtenção do material compósito em uma só etapa a partir da mistura dos pós elementares de alumínio, cobre, magnésio e silício juntamente com as partículas de reforço em um moinho de alta energia, tipo atritor. A autora observa que a mistura manual não produz bons resultados, pois esta é insuficiente para romper os aglomerados de partículas de reforço. Já a mistura em moinho planetário melhora as propriedades em comparação com a mistura manual, ao melhorar a distribuição de reforço. Ao passar para a mistura em moinho tipo atritor, que é capaz de fornecer uma maior energia de moagem, obtém as piores propriedades, pois sua matéria prima se constitui de pós de elevada dureza, como é o caso da liga AA2014 obtida por moagem de alta energia utilizada com matriz, e os carbonetos utilizados como reforço. Ao final se obtém um pó

compósito, mas com uma distribuição de reforço pela matriz metálica heterogênea e com um nível de encruamento excessivo, o qual confere baixas propriedades durante a compactação e extrusão. A obtenção do material compósito através da moagem em uma só etapa caracteriza melhor uma mistura tipo dúctil frágil, pois o metal de partida apresenta alta ductilidade, o que favorece a distribuição de reforço pela matriz ao mesmo tempo em que o pó compósito em formação vai se endurecendo, o que permite obter um pó também bastante duro, porém com maior capacidade de deformar-se nas etapas de compactação e extrusão, com melhor distribuição de reforço pela partícula. Como resultado, obtém as melhores propriedades, com valores em torno a 550 MPa de limite de resistência à tração e 210 HV de dureza, em amostras sem tratamento térmico.

A moagem de alta energia também tem sido utilizada para a obtenção de compósitos de matriz de magnésio. LU, L. e FROYEN, L. (1999) produzem compósitos de matriz de magnésio com alumínio, titânio e boro como elementos de liga e observam que a resistência máxima destes materiais aumenta de 526 MPa, para o material não submetido ao processo de moagem de alta energia, para 869 MPa, para o material produzido por moagem de alta energia.

2. Propriedades Mecânicas dos Materiais Extrudados

2.1. Métodos experimentais

2.1.1. Equipamentos utilizados

Para os ensaios de tração se utilizou uma máquina universal de tração, marca Microtest (Espanha). Para os ensaios de dureza, se utilizou um durômetro para obter medidas Vickers.

2.1.2. Variáveis investigadas

Foram determinadas a influência do tempo de moagem, da presença, do tipo e da quantidade de reforço sobre a resistência à tração (σ_{\max}) e a dureza dos materiais extrudados. A Tabela V.1 mostra os materiais extrudados assim caracterizados.

Tabela V.1: Materiais extrudados que foram caracterizados mecanicamente por meio de dureza e limite de resistência à tração.

Sistema	Tempo de moagem (horas)
AA6061	0 e 24
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	0, 1.5, 3, 4.5, 6, 8 e 10
AA6061 + 5 % AlN	0, 1.5, 3, 4.5, 6, 8, 10 e 12.5
AA6061 + 15 % AlN	0, 1.5, 3, 4.5, 6, 8 e 10
AA6061 + 5 % ZrB ₂	0 e 12,5

Observação: os tempos indicados por 0 horas se referem à liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e aos pós misturados em moinho de bolas convencional, por 1,5h, no caso das misturas.

2.1.3. Procedimento experimental

Os ensaios de tração se realizaram com as amostras como extrudadas, sem usinagem, com velocidade de 1,0 mm/min, à temperatura ambiente. Os ensaios de dureza foram feitos segundo a Norma ABNT NBR-6672 (Determinação da dureza Vickers de materiais metálicos).

2.1.4. Técnicas de análise

Também aqui se utilizou a análise de variância de fator único e o método de comparação múltipla, que utiliza o conceito de contraste, para comprovar o efeito do tempo de moagem de alta energia sobre o limite de resistência à tração e a dureza dos materiais extrudados, assim como contrastar os diferentes tempos de moagem. Em cada sistema compósito, assume-se que o tempo de moagem é a única variável de influência sobre o limite de resistência à tração e a dureza destes materiais. Como mencionado no Capítulo IV, os ensaios de extrusão foram completamente aleatórios, o que torna válido este tipo de análise. A Tabela V.2 apresenta os números de réplicas realizadas para cada medida.

Se utilizou um número maior de réplicas para os ensaios de tração com os materiais compósitos reforçados com Si_3N_4 e AlN para garantir uma análise de variância mais precisa, nos sistemas em que se analisou o efeito do tempo de moagem sobre as propriedades mecânicas. No caso da liga sem reforço e do compósito reforçado com ZrB_2 , como apenas se vai comparar o material obtido por processo convencional de mistura com o material obtido por moagem de alta energia, com o maior tempo de moagem, se utilizou um número de réplicas menor nos ensaios de tração.

Tabela V.2: Número de réplicas em ensaios de tração e de dureza realizadas para cada tipo de material extrudado.

Sistema	Ensaio de Tração	Ensaio de dureza
AA6061	5	12
AA6061 + 5 % AlN	8	12
AA6061 + 15 % AlN	8	12
AA6061 + 5 % Si_3N_4	8	12
AA6061 + 5 % ZrB_2	5	12

2.2. Resultados e discussões

2.2.1. Ensaio de tração e dureza para a liga AA6061

Os resultados obtidos de limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia são apresentados na Tabela V.3 e graficamente na Figura V.1

Pode observar-se que tanto o limite de resistência à tração quanto a dureza aumentam significativamente quando se utiliza a moagem de alta energia. O limite de resistência à tração e a dureza do produto extrudado a partir do pó submetido à moagem de alta energia são cerca de 110 % maiores do que os obtidos para o produto extrudado a partir do pó como fabricado, devido à microestrutura extremamente refinada produzida pelo processo de moagem de alta energia, com

uma fina e homogênea dispersão de óxido e carboneto de alumínio, este proveniente da contaminação do PCA utilizado.

Tabela V.3: Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia.

Material	σ_{\max} (MPa)	Desvio Padrão	Dureza (HV)	Desvio Padrão
AA6061 como fabricado	198	2	56,3	1,0
AA6061 - 24 horas de moagem	422	5	117,3	2,4

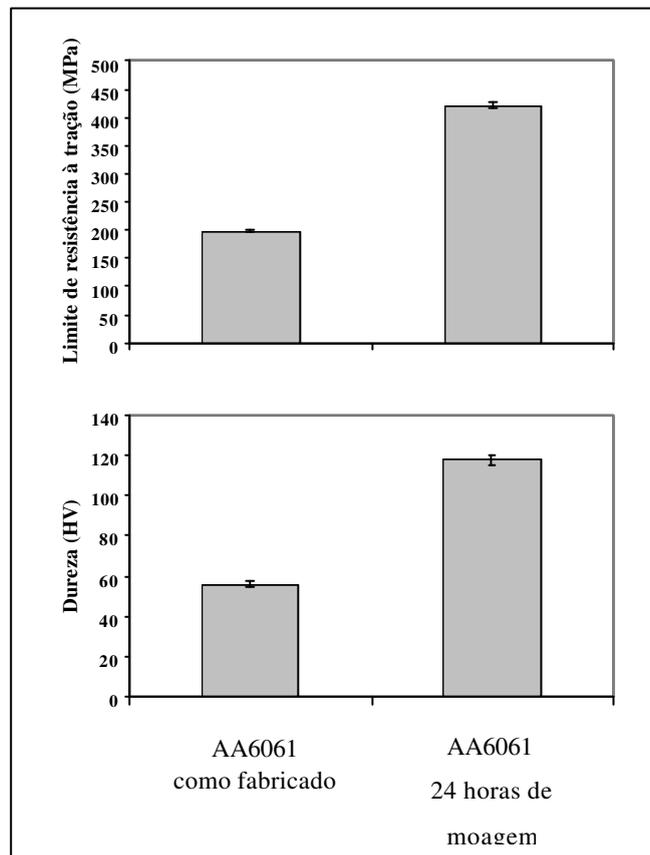


Figura V.1: Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia.

Como visto no Capítulo III, o processo de moagem de alta energia aumenta consideravelmente a dureza das partículas do pó da liga AA6061, que como fabricado apresenta dureza de 65 HV e após 24 horas de moagem apresenta dureza de 174 HV, ou seja, um aumento de quase 200 %. Portanto, é de se esperar que ocorra uma alta diferença entre as propriedades mecânicas do extrudado a partir do pó como fabricado e o extrudado a partir do pó submetido à moagem de alta energia, mesmo que o processo de recozimento anterior à extrusão e o próprio processo de extrusão a quente promovam a redução da dureza observada inicialmente nas partículas do pó, por alívio de tensões.

2.2.2. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 % Si₃N₄

Os resultados obtidos de limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % Si₃N₄ em função do tempo de moagem de alta energia são apresentados na Tabela V.4 e graficamente na Figura V.2

Tabela V.4: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de Si₃N₄ em função do tempo de moagem de alta energia.

Tempo de moagem (horas)	σ_{max} (MPa)	Desvio Padrão	Dureza (HV)	Desvio Padrão
0	214	3	63,0	1,0
1,5	228	5	71,1	1,3
3	258	14	84,1	4,3
4,5	314	9	100,5	7,1
6	363	15	110,3	2,7
8	395	18	110,7	5,9
10	422	6	119,3	4,2

Observação: os tempos indicados por 0 se referem à mistura obtida em moinho de bolas convencional.

Pode observar-se que o processo de moagem aumenta o limite de resistência à tração e a dureza destes compósitos, produzindo aumentos em torno a 100 % no limite de resistência à tração e na dureza. Este efeito se deve ao que já vem sendo mencionado durante todo o trabalho, ou seja, o processo de moagem produz uma fina e homogênea distribuição de óxidos e carbonetos de alumínio (devido à presença de agente controlador de processo), reduzindo consideravelmente o tamanho das partículas de reforço, diminuindo assim a possibilidade de trincas nestas partículas, além de produzir um arredondamento de suas arestas, o que diminui a concentração de tensões e o aparecimento de trincas durante o processamento de compactação, extrusão e resfriamento. Estes resultados estão de acordo com os resultados obtidos por outros autores, cujos trabalhos estão resumidos na introdução deste capítulo.

As análises de variâncias realizadas, apresentadas no Anexo .3, confirmam que o tempo de moagem influi significativamente tanto no limite de resistência à tração quanto na dureza dos compósitos reforçados com Si_3N_4 .

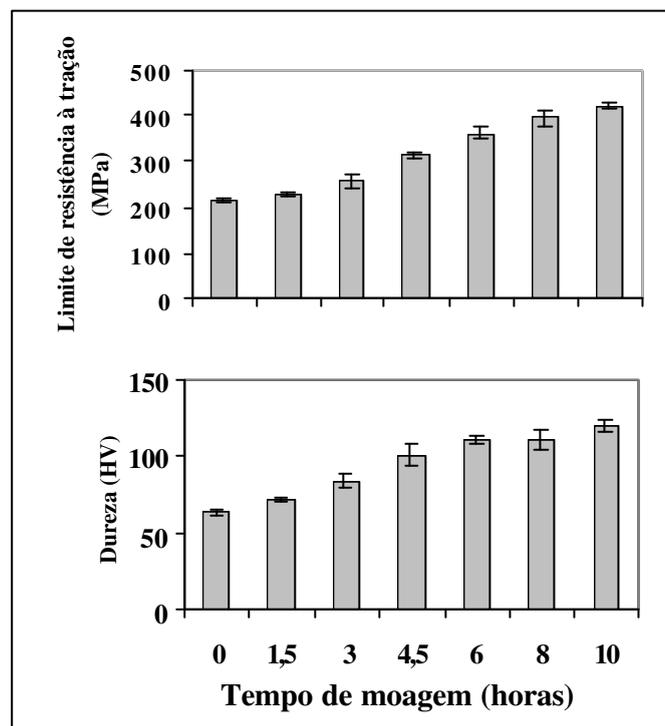


Figura V.2: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 em função do tempo de moagem de alta energia.

2.2.3. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 e 15 % AlN

Os resultados obtidos de limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 e 15 % AlN em função do tempo de moagem de alta energia são apresentados na Tabela V.5 e V.6, respectivamente, e graficamente na Figura V.3 e V.4, respectivamente.

Assim como no caso dos compósitos reforçados com Si_3N_4 , o processo de moagem aumenta o limite de resistência à tração e a dureza dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, produzindo aumentos em torno a 100 % no limite de resistência à tração e na dureza destes materiais, devido aos mesmos motivos mencionados no caso anterior. Pode observar-se também que o compósito contendo 15 % de AlN apresenta maior dureza e menor limite de resistência à tração que o compósito contendo 5 % de AlN. Também para estes compósitos, as análises de variâncias realizadas confirmam que o tempo de moagem influi significativamente no limite de resistência à tração e na dureza, conforme pode ser visto no Anexo 3.

Tabela V.5: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de AlN.

Tempo de moagem (horas)	σ_{max} (MPa)	Desvio Padrão	Dureza (HV)	Desvio Padrão
0	206	2	62,7	2,3
1,5	207	4	69,2	1,8
3	230	11	82,6	3,0
4,5	235	19	87,5	10,6
6	262	14	89,5	8,0
8	331	22	107,5	2,7
10	404	12	117,6	6,1
12,5	402	22	125,8	5,8

Observação: os tempos indicados por 0 se referem à mistura obtida em moinho de bolas convencional.

Tabela V.6: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 15 % de AlN.

Tempo de moagem (horas)	σ_{\max} (MPa)	Desvio	Dureza (HV)	Desvio
0	173	10	65,7	2,3
1,5	210	7	81,0	2,7
3	236	17	99,2	1,6
4,5	288	22	120,3	5,5
6	334	19	122,5	5,6
8	341	20	126,7	9,5
10	361	17	144,8	6,9

Observação: os tempos indicados por 0 se referem à mistura obtida em moinho de bolas convencional.

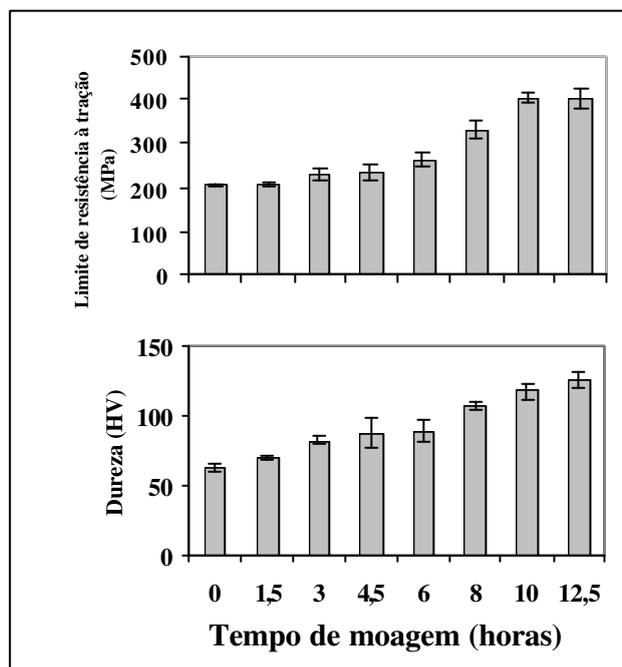


Figura V.3: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 5 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia (0 h se refere à mistura obtida em moinho de bolas convencional).

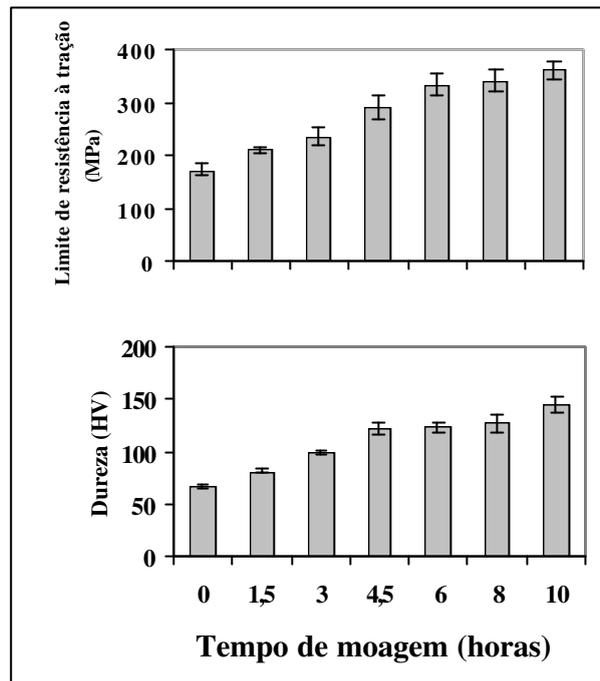


Figura V.4: Limite de resistência à tração e dureza dos materiais compósitos reforçados com 15 % de AlN em função do tempo de moagem de alta energia (0 h se refere à mistura obtida em moinho de bolas convencional).

2.2.4. Ensaio de tração e dureza para o compósito AA6061 + 5 % ZrB₂

Os resultados obtidos de limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % ZrB₂ extrudados a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional e dos pós compósitos obtidos após 12,5 horas moagem de alta energia são apresentados na Tabela V.7, e graficamente na Figura V.5

Assim como no caso dos compósitos anteriormente analisados, o processo de moagem aumenta o limite de resistência à tração e a dureza dos compósitos reforçados com 5 % de ZrB₂, produzindo aumentos em torno a 66 % e 90 % no limite de resistência à tração e na dureza, respectivamente, devido aos mesmos motivos mencionados nos casos anteriores.

Tabela V.7: Limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % ZrB₂ extrudados a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional e dos pós compósitos obtidos após 12,5 horas de moagem de alta energia.

Material	σ_{\max} (MPa)	Desvio Padrão	Dureza (HV)	Desvio Padrão
Extrudado a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional	192	1	58,8	1,9
Extrudado a partir de pós compósitos obtidos após 12,5 horas de moagem de alta energia.	320	20	110,2	4,2

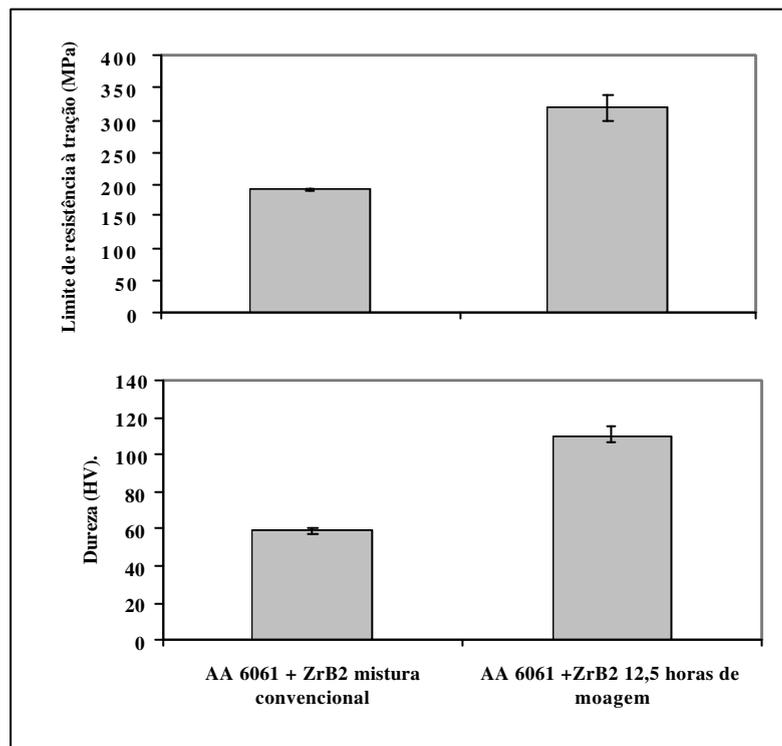


Figura V.5: Limite de resistência à tração e dureza dos compósitos AA6061 + 5 % ZrB₂ extrudados a partir da mistura de pós obtida em moinho convencional e dos pós compósitos obtidos após 12,5 horas de moagem de alta energia.

2.2.5. Efeito da adição e tipo de reforço nos compósitos misturados convencionalmente

A Figura V.6 mostra, para efeito comparativo, os resultados obtidos nos ensaios de tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, com processo de mistura convencional, ou seja, em moinho de baixa energia.

O tratamento estatístico destes dados, apresentados no Anexo 1, mostra que estas médias são estatisticamente diferentes umas das outras, com exceção da comparação entre a média de dureza do compósito reforçado com 5 % de AlN com a média de dureza do compósito reforçado com 5 % de Si₃N₄.

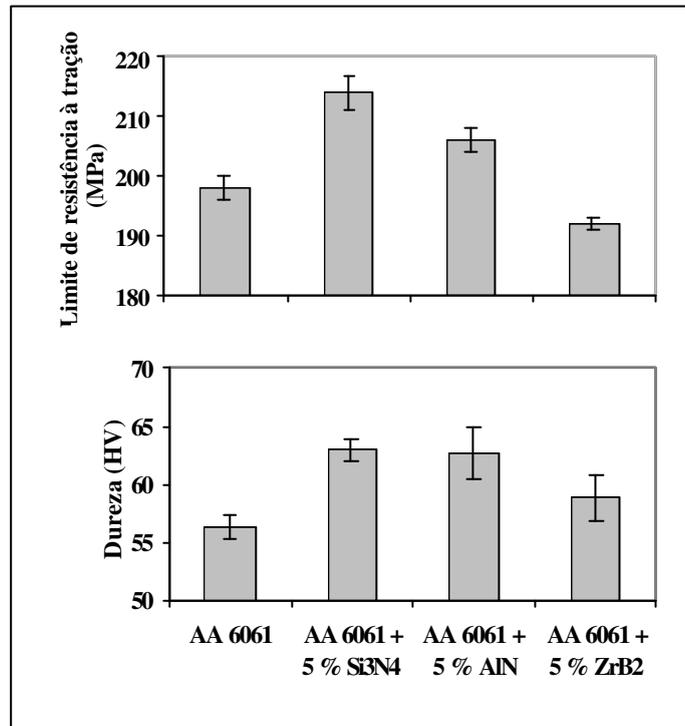


Figura V.6: Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.

Comparando-se os compósitos extrudados a partir das misturas de pós obtidas em moinho convencional com a liga extrudada a partir do pó como fabricado, se observa que a simples adição de partículas de AlN ou de Si₃N₄ em forma de partículas à liga AA6061 apenas aumenta moderadamente a resistência mecânica e a dureza do material, enquanto que a adição de ZrB₂ produz um decréscimo no limite de resistência à tração e um pequeno aumento na dureza. Como já mencionado, não é sempre que a adição de partículas de reforço a um material metálico leva a consideráveis aumentos nas propriedades mecânicas. Em alguns casos, as partículas adicionadas ao metal constituem pontos de defeitos, devido a trincas existentes nas próprias partículas de reforço (já existentes na matéria prima ou causada pelo processamento) ou mesmo a uma inadequada interface, dificultando a transmissão de esforços durante sollicitação mecânica.

Pode observar-se que a adição de 5 % de AlN confere um aumento em torno a 4 % no limite de resistência à tração da liga AA6061, enquanto que a mesma quantidade de Si₃N₄ confere um aumento em torno a 8 %. Já no caso do ZrB₂, se produz um decréscimo em torno a 3 % na mesma propriedade. Quando analisado o efeito sobre a dureza, vê-se que, para a mesma quantidade de reforço adicionada, o Si₃N₄ é o tipo de reforço que confere o maior aumento entre os três reforços, enquanto que o ZrB₂ é o reforço que menos influi nesta propriedade. Portanto, se pode observar que, nos compósitos misturados em moinho de baixa energia, o nitreto de silício é o reforço mais eficaz entre os três tipos de reforços testados neste trabalho, enquanto que o ZrB₂ é o menos eficaz.

O maior efeito do Si₃N₄ no limite de resistência do compósito, em relação ao AlN, se deve ao menor tamanho das partículas de Si₃N₄ após extrusão: sendo menores, estão presentes em maior número, o que resulta em um maior número de obstáculos ao movimento das discordâncias. No entanto, quando se analisa os valores de dureza, observa-se que o AlN produz o mesmo endurecimento que o Si₃N₄, para a mesma quantidade em peso adicionada. Isto se deve, provavelmente, ao fato de que as partículas maiores de AlN produzem uma maior deformação durante o resfriamento da temperatura de processo até a temperatura ambiente, devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica entre matriz e reforço, produzindo assim uma maior densidade de discordâncias na matriz e, conseqüentemente, uma maior endurecimento. O mau desempenho das partículas de ZrB₂ do ponto de vista da resistência à tração merece uma investigação mais aprofundada, podendo ter sua explicação em vários fatores: dureza da

partícula, sua capacidade de fratura, seu coeficiente de expansão térmica e a interface matriz / reforço. Este último parâmetro foi investigado, observando-se, por microscopia eletrônica de varredura, a ausência de reações interfaciais.

2.2.6. Efeito do teor de reforço nos compósitos misturados convencionalmente

A Figura V.7 mostra, para comparação, os resultados obtidos nos ensaios de tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, com processo de mistura convencional, ou seja, em moinho de baixa energia.

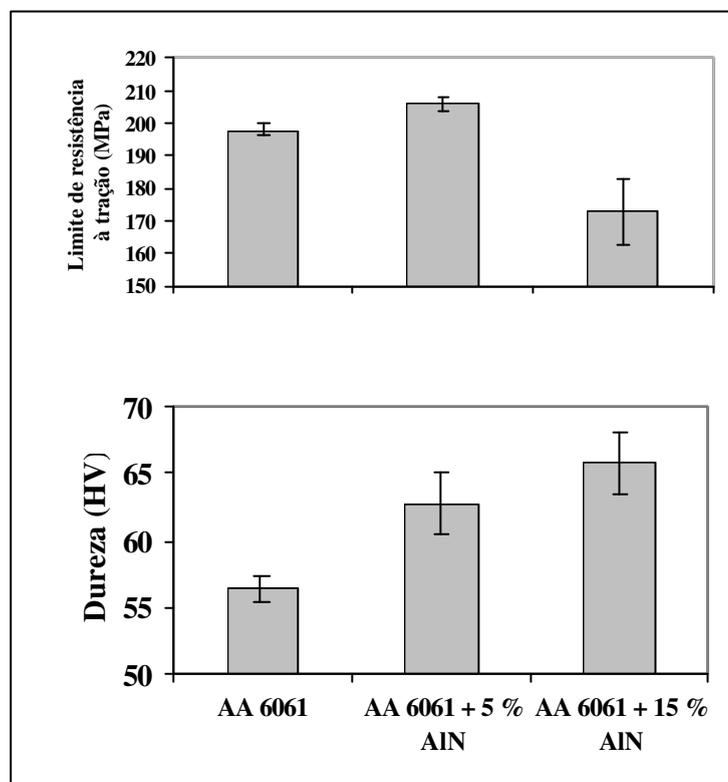


Figura V.7: Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.

Pode observar-se que o aumento do teor de AlN no compósito, de 5 a 15 %, produz um moderado aumento na dureza, na ordem de 5 %, e um significativo decréscimo na limite de

resistência à tração, na ordem de 20 %, embora o aumento de 0 a 5 % do mesmo reforço tenha apresentado o aumento desta propriedade, como visto anteriormente. O decréscimo da resistência com o aumento do teor de reforço pode ser explicado pela maior possibilidade da presença de aglomerados de partículas, conforme pode ser observado na microestrutura do compósito reforçado com 15 % de AlN, Figura IV.36.

Outro fator que contribui para a redução da resistência mecânica do compósito com maior teor de AlN é a presença de trincas nas partículas do reforço, já presentes na matéria prima, conforme pode ser visto na Figura III.34, ou causadas pelo processo de consolidação.

LEE, H. F., BOEY, F. e KHOR, K. A. (1994), trabalhando com produção de compósitos por compactação e extrusão, também observam uma diminuição da resistência mecânica com o aumento da quantidade de reforço adicionado e atribuem o resultado ao fato do processo de consolidação produzir fraturas nas partículas de reforço, as quais se tornam pontos de defeito e deterioram as propriedades do material.

Como a dureza de um material compósito não está diretamente correlacionada com a presença de trincas ou aglomerados de partículas de reforço, observa-se que a maior quantidade de reforço adicionado à matriz metálica produz uma maior dureza. Neste sentido, deve ser levado em consideração que, durante a etapa de extrusão, em que o material é submetido a uma alta taxa de deformação, apenas a matriz metálica deve comportar tal deformação, visto que o reforço basicamente não se deforma. Assim, como a quantidade de deformação é constante em todos os ensaios, uma vez que não se variou a razão de extrusão, quanto maior a porcentagem de reforço, maior deve ser a deformação a qual a matriz está sendo submetida. Isto contribui para o aumento de dureza com o aumento da quantidade de AlN adicionado à liga AA6061.

2.2.7. Efeito da adição e tipo de reforço nos compósitos obtidos via moagem de alta energia

A Figura V.8 mostra, para efeitos comparativos, os resultados obtidos nos ensaios de tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a

partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia com os tempos de moagem máximos para cada caso.

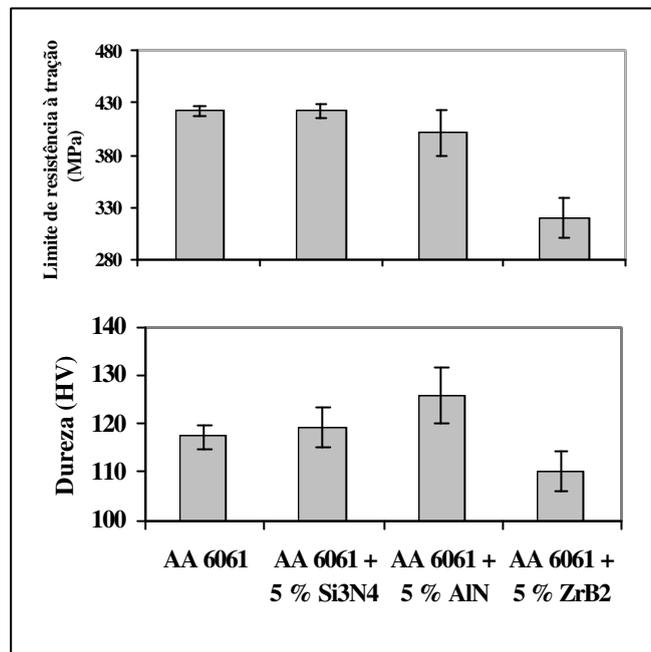


Figura V.8: Limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia com os tempos máximos de moagem para cada caso.

Segundo o teste de hipóteses, apresentado no Anexo 1, realizado para determinar se diferenças entre si dos valores médios das duas propriedades medidas são significativas, nos resultados de resistência à tração, apenas a média do compósito reforçado com ZrB₂ possui valor estatisticamente distinto do valor da liga sem reforço; enquanto que as médias de todos os compósitos são distintas entre si. Já para os resultados de dureza, o tratamento estatístico determina que todas as médias são distintas entre si, com exceção da comparação entre a média da liga sem reforço e do compósito reforçado com Si₃N₄.

Pode observar-se que, com os materiais obtidos a partir dos pós submetidos ao processo de moagem de alta energia, o compósito reforçado com ZrB₂ apresenta limite de resistência à tração inferior à liga AA6061, o compósito reforçado com AlN tende a apresentar um valor inferior e o

compósito reforçado com Si_3N_4 apresenta valor praticamente igual ao da liga sem reforço. Quanto aos valores de dureza, o compósito reforçado com ZrB_2 apresenta um decréscimo nesta propriedade, em relação à liga sem reforço, enquanto os outros dois tipos de reforços apresentam um ligeiro aumento de dureza com relação à liga sem reforço.

De maneira similar aos compósitos obtidos com processo convencional de mistura, já discutido em item anterior, dos três compósitos produzidos, o compósito reforçado com Si_3N_4 apresenta o melhor desempenho quanto à resistência à tração; quanto à dureza, o melhor desempenho é apresentado pelo compósito reforçado com AlN .

Devido à maior tendência a se fraturar do Si_3N_4 e, conseqüentemente, à mais fina distribuição de reforço pela matriz, se obtém no compósito AA6061 + 5 % de Si_3N_4 uma microestrutura mais refinada, em comparação aos compósitos reforçados com AlN e ZrB_2 , cujas partículas de reforço são significativamente maiores. As maiores partículas de reforço nos compósitos reforçados com AlN e ZrB_2 , em comparação ao compósito reforçado com Si_3N_4 produzidos a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia, com os tempos máximos de moagem para cada caso, acarretam um decréscimo na resistência à tração em relação à liga sem reforço. Portanto, o refinamento microestrutural alcançado com o processo de moagem de alta energia, tanto com a liga sem reforço, como para o compósito reforçado com Si_3N_4 , é o fator de maior importância em relação à resistência à tração.

Com relação à dureza dos compósitos extrudados a partir de pós compósitos obtidos por moagem de alta energia, esta propriedade parece estar mais relacionada com o tamanho das partículas; maiores partículas impõem uma maior deformação à matriz durante o resfriamento da temperatura de processo à temperatura ambiente, devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmica da matriz e do reforço. A menor dureza observada no material compósito reforçado com ZrB_2 provavelmente se explica pela menor deformação causada na matriz metálica durante o processo de moagem por este tipo de reforço, devido às suas características (menor tendência a se fraturar), como mencionado no Capítulo III.

2.2.8. Efeito do teor de reforço nos compósitos obtidos via moagem de alta energia

A Figura V.9 mostra, para efeito comparativo, os resultados obtidos nos ensaios de tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, extrudados a partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia com os tempos máximos de moagem para cada caso.

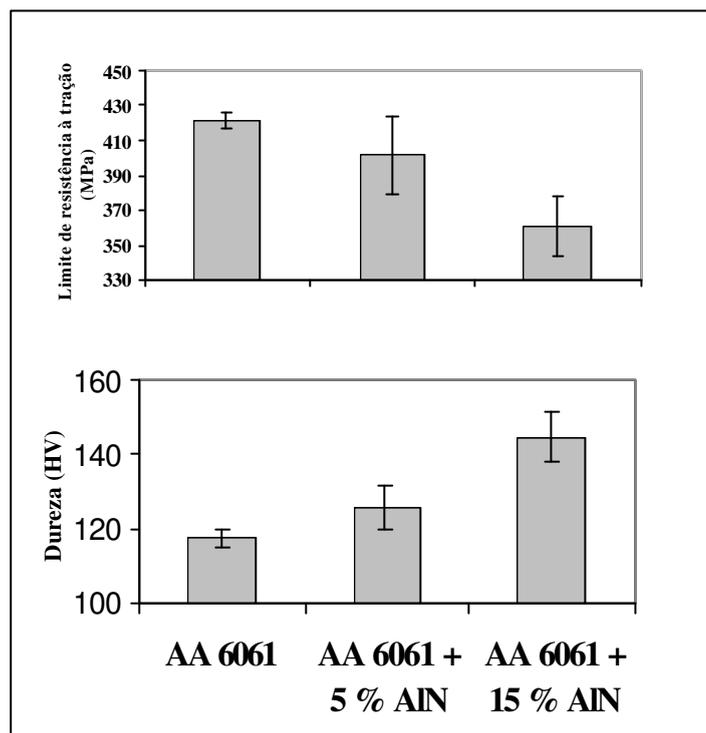


Figura V.9: Limite de resistência à tração e de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN, extrudados a partir dos pós compósitos obtidos por moagem de alta energia com os tempos máximos de moagem para cada caso.

Pode observar-se, como no caso dos compósitos extrudados a partir de misturas obtidas em moinho convencional, que o aumento do teor de reforço provoca efeitos opostos nas duas propriedades analisadas: aumenta a dureza ao mesmo tempo que diminui a resistência à tração dos compósitos reforçados com AlN.

O aumento na dureza com o aumento no teor de reforço se explica pela maior deformação causada na matriz durante o processo de fabricação dos pós compósitos e pela maior deformação causada na matriz durante o resfriamento devido à diferença entre os coeficientes de expansão térmico da matriz e do reforço.

Com relação à redução no limite de resistência com o aumento do teor de reforço, deve ser levado em consideração que, embora o processo de moagem de alta energia melhore consideravelmente a distribuição das partículas de reforço pela matriz, o maior teor de reforço aumenta a possibilidade de ocorrência de defeitos como aglomeração de partículas ou fissuras internas às partículas, conforme citado anteriormente e observado por LEE, H. F., BOEY, F. e KHOR, K. A. (1994).

3. Conclusões

Os resultados obtidos permitem concluir que a adição de 5 % de AlN ou 5 % de Si₃N₄ em forma de partículas aumenta apenas moderadamente a resistência mecânica e a dureza dos materiais compósitos obtidos por processo convencional de mistura, enquanto que a adição de 5 % de ZrB₂ ou 15 % de AlN produz um decréscimo no limite de resistência à tração.

O processo de moagem de alta energia aumenta significativamente as propriedades mecânicas da liga AA6061, conferindo um aumento superior a 100 % tanto no limite de resistência à tração quanto na dureza, devido à microestrutura extremamente refinada que o processo de moagem de alta energia produz, com uma fina e homogênea dispersão de óxido e carboneto de alumínio.

O processo de moagem de alta energia aumenta significativamente as propriedades mecânicas dos materiais compósitos estudados neste trabalho, produzindo aumentos em torno a 100 % no limite de resistência à tração e na dureza, devido à fina e homogênea distribuição de óxidos ou carbonetos de alumínio, à diminuição do tamanho e ao arredondamento das partículas de reforço causados pelo processo de moagem de alta energia.

Tanto nos compósitos extrudados a partir de misturas obtidas em moinho convencional como nos compósitos extrudados a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia,

com tempos máximos de moagem para cada sistema, o nitreto de silício é o reforço mais eficaz, com relação às propriedades de limite de resistência à tração e dureza, entre os três tipos de reforços testados neste trabalho, basicamente devido à maior tendência à fratura nos processos de moagem de alta energia e consolidação, o que resulta em um maior refinamento microestrutural dos materiais compósitos obtidos.

Capítulo VI

Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros

1. Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho confirmam a eficácia do processo de metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão, no sentido de produzir estruturas de compósito altamente refinadas, com dispersão de óxidos e carbonetos de alumínio, homogênea distribuição de reforço, pratica e totalmente densificadas e com excelentes propriedades mecânicas.

Os resultados também permitem vincular as distintas etapas do processo de moagem de alta energia com as características dos pós produzidos, ou seja, sua densidade aparente, compactabilidade.

Com relação ao vínculo entre as etapas do processo de processo de ligação e a densidade aparente, se observa que, numa uma fase inicial, a densidade diminui continuamente, o que está relacionado com a transformação da morfologia equiaxial do material de partida para uma morfologia laminar, ocasionado pela predominância de mecanismos de deformação e soldagem das partículas; numa fase posterior, a densidade aparente aumenta até um certo limite, devido à predominância de mecanismos de fratura e, conseqüentemente, à transformação da morfologia laminar para a morfologia equiaxial.

Esta correlação entre as distintas etapas do processo de moagem de alta energia com a densidade aparente é confirmada por análises morfológica, microestrutural e de distribuição granulométrica dos pós.

Os resultados obtidos constataam que a presença de partículas de reforço acelera o processo de ligação mecânica, do ponto de vista morfológico e microestrutural, aumentando a deformação na matriz metálica durante a moagem, favorecendo tanto a soldagem quanto a fratura das partículas. O Si_3N_4 é o tipo de reforço, entre os que foram analisados, que mais acelera o processo de ligação mecânica.

A dureza das partículas dos pós aumenta consideravelmente com o processo de moagem de alta energia. A adição de 5 ou 15 % de AlN ou 5 % ZrB_2 leva a um pequeno aumento na microdureza do pó compósito em comparação com a liga sem reforço submetida à moagem de alta energia, enquanto que a adição de 5 % de Si_3N_4 leva a um aumento mais significativo, devido ao menor tamanhos das partículas deste reforço que se obtém ao final do processo de ligação mecânica.

Com relação ao vínculo entre as etapas do processo de moagem de alta energia e a compactabilidade dos pós, se constata que o pó da liga AA6061 sem reforço apresenta baixa compactabilidade devido à sua morfologia esférica, a qual possui baixa capacidade de densificação por deformação plástica; após o início do processo de moagem de alta energia, sua compactabilidade aumenta devido à transformação da morfologia de suas partículas para lâminas, a qual possui maior capacidade de densificação por deformação plástica; com o aumento do tempo de moagem a morfologia volta a se apresentar equiaxial, reduzindo a compactabilidade.

O mesmo comportamento apresentam as misturas de pós analisadas, com exceção da compactabilidade para a mistura submetida ao processo de moagem convencional, a qual, diferentemente da matriz sem reforço, apresenta alta compactabilidade devido à deformação adicional que as partículas mais duras do reforço impõem à matriz durante o processo de compactação.

Com relação ao vínculo entre as etapas do processo de moagem de alta energia e a extrudabilidade dos pós, se constata que a pressão de extrusão necessária para extrudar os pós compósitos misturados convencionalmente é baixa devido à esfericidade das partículas da matriz; aumenta para os pós compósitos após tempos curtos de moagem de alta energia devido tanto ao endurecimento quanto à maior superfície das partículas laminares, que necessitam uma maior pressão para promover sua união; e diminui para os tempos mais longos de moagem devido à menor superfície das partículas equiaxiais formadas nestas condições.

Também se observa que a energia armazenada como deformação da rede cristalina e o aumento da área superficial das partículas causado pelo processo de moagem de alta energia provoca a formação de uma estrutura heterogênea ao longo da seção transversal da barra extrudada, o que pode ser contornado por um tratamento de recozimento a 400 °C por duas horas, previamente à extrusão, o qual tende a eliminar esta heterogeneidade.

Com relação às propriedades mecânicas dos materiais obtidos, se observa que o processo de moagem de alta energia aumenta significativamente as propriedades mecânicas da liga AA6061 e dos compósitos reforçados com Si_3N_4 , AlN e ZrB_2 , conferindo aumentos em torno a 100 % tanto no limite de resistência à tração quanto na dureza, devido à microestrutura extremamente refinada produzida, com uma fina e homogênea dispersão de óxido e carboneto de alumínio, à diminuição do tamanho e ao arredondamento das partículas de reforço.

Tanto nos compósitos extrudados a partir de misturas obtidas em moinho convencional como nos compósitos extrudados a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia, com tempos máximos de moagem para cada sistema, o nitreto de silício é o reforço mais eficaz, com relação às propriedades de resistência à tração e dureza, entre os três tipos de reforços analisados neste trabalho, devido ao menor tamanho da matéria prima – no caso do compósito extrudado a partir da mistura obtida em moinho convencional – e à maior tendência a se fraturar no processo de moagem de alta energia, o que resulta em um maior refinamento microestrutural do material – no caso dos compósito extrudado a partir do pó compósito obtido por moagem de alta energia.

Já para os compósitos extrudados a partir de misturas obtidas em moinho convencional, se verifica um aumento apenas moderado das propriedades mecânicas em relação à matriz sem reforço, o que demonstra comparativamente a vantagem da utilização do processo de moagem de alta energia para a produção de materiais compósitos de matriz metálicas reforçados com partículas.

2. Sugestões Para Trabalhos Futuros

Como sugestões para trabalhos futuro, destaco a importância dos seguintes trabalhos:

- Verificar a dependência da densidade aparente com as etapas do processo de moagem de alta energia para outros materiais, outros sistemas compósitos e outros tipos de moinho de alta energia.
- Obter um modelo matemático para a curva de densidade aparente em função do tempo de moagem de alta energia e correlacionar os parâmetros obtidos com este modelo com as propriedades dos materiais submetidos ao processo e com os parâmetros do próprio processo, como energia de moagem, por exemplo.
- Investigar a influência da moagem de alta energia sobre os mecanismos envolvidos no tratamento térmico das ligas de alumínio, ou seja, com o processo de solubilização e a cinética de envelhecimento.
- Analisar, por microscopia eletrônica de varredura, as interfaces matriz / reforço obtidas com estes materiais.
- Caracterizar os materiais obtidos em relação às propriedades de desgaste e corrosão.
- Comparar os compósitos extrudados a partir do pó compósito reforçado com 5 % de Si_3N_4 , o qual apresenta as melhores propriedades mecânicas entre os compósitos produzidos, com compósitos reforçados com partículas de SiC e de Al_2O_3 , obtidos por igual processamento, pois são os compósitos mais utilizados até o momento pela indústria e pela literatura. Esta comparação pode confirmar a vantagem da utilização do nitreto de silício como reforço para compósitos obtidos por ligação mecânica.

Referências Bibliográficas

ABNT - NBR-6672, "Determinação da dureza Vickers de materiais metálicos", 1981

AIKIN, B. J. M., COURTNEY, T. H., 1993- "The Cinetics of Composite Particle Formation During Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions A, vol. 24A, p. 647-657.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS HANDBOOK, 1992 – vol. 7, Ed. ASM.

ARSENAULT, R. J., FISHER, R. M., 1983 - "Microstructure of Fiber and Particulate SiC in 6061 Al Composites", Scripta Metallurgica, vol. 17, p. 67-71.

ARUNACHALAM, V. S., SUNDARESAN, R., 1991 – "Powder Metallurgy", in Materials Science and Technology: a Comprehensive Treatment, Ed. R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer, vol. 15, Processing of Metals and Alloys, VCH Publishers Inc., New York, USA, p. 137 – 192.

ASABE, K., NAKANISHI, M., TANOUE, S., 1991- "The Development of a Metal Matrix Composite by Mechanical Alloying", The Sumitomo Search, nº 45, p. 65-72.

BAUMARD, J. F., COUPELLE, P., 1994 – "Compaction of Plastic Powders", Journal of Materials Science Letters, Vol. 13, p. 93 – 95., J. F., COUPELLE, P., 1994;

- BENJAMIN, J. S., 1970 - "Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions, vol. 1, october 1970, p. 2943-2951.
- BENJAMIN, J. S., VOLIN, T. E., 1974 - "The Mechanism of Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions, vol. 5, p. 1929-1934.
- BENJAMIN, J. S., 1976 - "Mechanical Alloying", Science America, vol. 234, p.40-48.
- BENJAMIN, J. S., SCHELLENG, R. D., 1981 - "Dispersion Strengthened Aluminum-4 Pct Magnesium Alloy Made by Mechanical Alloying", Metallurgical Transactions A, vol. 12A, p.1827-1832.
- BENJAMIN, J. S., 1988 - "The Mechanical Alloying Process", Modern Developments in Powder Metallurgy, vol. 21, p.397-414.
- BENJAMIN, J. S., 1990 - "Mechanical Alloying - A Perspective", METAL POWDER REPORT, february 1990, p.122-127.
- BENJAMIN, J. S., 1992 - "Fundamentals of Mechanical Alloying", Materials Science Forum, vol. 88 - 90, p.1-18.
- BESTERCI, M., SLESÁR, M., MISKOVICOVA, M., DURISIN, 1989, - "Effect of Extrusion Conditions on the Structure and Mechanical Properties of Al- Al₄C₃ Dispersion Hardened Materials", Kovove Materialy, vol. 27, n° 1, p. 77 - 83.
- BESTERCI, M., SLESÁR, M., JANGG, G., 1992, - "Structure and Properties of Dispersion Hardened Al-Al₄C₃ Materials", Powder Metallurgy International, vol. 24, n° 1, p. 27 - 32.
- BESTERCI, M., SLESÁR, M., DURISIN, J., JANGG, G., ZBIRAL, J., 1994, - "Effect of Production Parameters on Polygonization of Dispersion-Strengthened Aluminium", Metallic Materials, vol. 32, n° 6, p. 319 - 322.

- BESTERCI, M., SLESÁR, M., KOVAC, L., ZRNÍK, J., 1998, – “Mechanical Alloying Characteristics and Mechanical Properties of Al-C Composites”, Proceedings of The 8th International Scientific Conference Achievements in Mechanical & Materials Engineering, p. 41 – 44.
- BHADURI, A., GOPINATHAN, V., RAMAKRISHNAN, P., MIODOWNIK, A. P., 1996 - “Microstructural Changes in a Mechanically Alloyed Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) With and Without Particulate SiC Reinforcement”, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27A, p.3718-3726.
- BHADURI, A., GOPINATHAN, V., RAMAKRISHNAN, P., MIODOWNIK, A. P., 1996 - “Processing and Properties of SiC Particulate Reinforced Al-6.2Zn-2.5Mg-1.7Cu Alloy (7010) Matrix Composites Prepared by Mechanical Alloying”, Materials Science and Engineering A, vol. A221, p.94-101.
- BHANUPRASAD, V. V., BHAT, R. B. V., KURUVILLA, A. K., PRASAD, K. S., PANDEY, A. B., MAHAJAN, Y., 1991 - “P/M Processing of Al-SiC Composites”, The International Journal of Powder Metallurgy, vol. 27, No. 3, p. 227-234.
- BIALO, D., DUSZCZYK, J., 1998 - “Tribological Behaviour of Al-Si-Al₂O₃ Composites”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.94-98.
- BORREGO, A., IBÁÑES, J., LÓPEZ, V., LIEBLICH, M., GONZÁLES-DONCEL, G., 1996 - “Influence of Extrusion Temperature on the Aging Behavior of 6061 Al-15vol%SiCw Composites”, Scripta Materialia, vol. 34, n° 3, p.471-478.
- BOSE, A., 1995 – “Advances in Particulate Materials”, Butterworth-Heinemann.
- CARDWELL, D., 1996 – “Historia de la Tecnología”, Alianza Editorial, S. A., Madrid, 1996.

- CARON, S., MASOUNAVE, J., 1990 – “A Literature Review on Fabrication Techniques of Particulate Reinforced Metal Composites” – Proceedings of “Fabrication of Particulate Reinforced Metal Composites”, Montreal, Quebec, Canada, p. 79 – 87.
- CÉZAR, J. L., DUSZCZYK, J., 1999, – “Development of an Aluminum Alloy by Mechanical Alloying Process”, Brazilian Journal of Materials Science and Engineering, Vol. 2, nº 1, p. 41 – 50.
- CHAWLA, K. K., 1987 – “Composites Materials – Science and Technology” – Springer-Verlag, New York.
- CLYNE, T. W., WITHERS, P. J., 1993 – “An Introduction to Metal Matrix Composites”, Cambridge University Press, Cambridge, U. K..
- COOK, T. M., COURTNEY, T. H., 1995 - “The Effects of Ball Size Distribution on Attritor Efficiency”; Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26A, sept, p.2389-2397.
- COSTA, C. E., ZAPATA, W. C., TORRALBA, J. M., RUIZ-PRIETO, J. M., AMIGÓ, V., 1996 – “P/M MMC’s Base Aluminum Reinforced With Ni₃Al Intermetallic Made by Mechanical Alloying Route”, Materials Science Forum, vol. 217 – 222, p. 1859 – 1864.
- COSTA, C. E., 1998 – Obtención de Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio Reforzados on Intermetálicos via Pulvimetalúrgica. Estudio y Optimización de la Aleación Base y los Intermetálicos obtenidos por Aleación Mecánica, Tese de doutorado apresentada à Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Universidad Politécnica de Madrid.
- COSTA, C. E., BADIA, J. M., ANTORANZ-PÉRES, J. M., ZAPATA, W. C., VELASCO, F., TORRALBA, J. M., 1998 - “Study of the Interaction Matrix-Reinforcement Through DSC in a AA 2014-Ni₃Al Particulate Composite”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.13-18.

- COURTNEY, T. H., 1990 – “Mechanical Behavior of Materials”, McGraw-Hill, Inc., New York, USA.
- DEVE, H. E., McCULLOUGH, C., 1995 - “Continuous-Fiber Reinforced Al Composites: A New Generation”, JOM, July 1995, p. 33 - 37.
- DAVIS, R. M., KOCH, C. C., 1987 – “Mechanical Alloying of Brittle Components: Silicon and Germanium”, Scripta Metallurgica, vol. 21, p. 305 – 310.
- DERBY, B., WALKER, J. R., 1988 – “The Role of Enhanced Matrix Dislocation Density in Strengthening in Metal Matrix Composites”, Scripta Metallurgica, vol. 22, p. 529 – 532.
- DÍAZ, C., GONZÁLES-CARRASCO, J. L., CARUANA, G., LIEBLICH, M., 1996 – “Ni₃Al Intermetallic Particles As Wear-Resistant Reinforcement for Al-Base Composites Processed by Powder Metallurgy”, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 27A, p. 3259 – 3266.
- ECKERT, J., BÖRNER, I., 1995 - “Synthesis and Properties of Nanocrystalline NiAl Prepared by Mechanical Attrition”, Euro’95 Intermetallics, p.525-532.
- FLEMINGS, M. C., RIEK, R. G., YOUNG, K. P., 1976 – “Reocasting Processes” – AFS International Cast Metals Journal, p. 11 – 22.
- FOGAGNOLO, J. B., 1996 – Contribuição à Análise dos Efeitos de Parâmetros de Processo na Qualidade de Compósitos Obtidos por Compofundição, Tese de mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas.
- FOGAGNOLO, J. B., ROBERT, M. H., TORRALBA, J. M., 1999 – “The Effects of Mechanical Alloying on the Extrusion Process of AA 6061 Alloy Reinforced With S₃N₄”, Proceedings em CD Rom do XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, novembro de 1999, Águas de Lindóia, São Paulo.

- FOLTZ, J. V., 1998 - "Metal Matrix composites", *Advanced Materials & Process*, Vol 154, nº 6, p.19-23.
- FROES, F. H., SURYANARAYANA, C., TAYLOR, P. R., WARD-CLOSE, C. M., GODWIN, P., 1995 - "Synthesis of Advanced Lightweight Metals by Powder Metallurgy Techniques", *Euro PM'95 Light Alloys*, p.195-200.
- FROYEN, L., DELAEY, L., NIU, X. P., LE BRUN, P.; PEYTOUR, C., 1995 - "Synthesizing Aluminum Alloys by Double Mecánica Alloying", *Jornal of Metals*, march, p.16-19.
- GARCIA-ESCORIAL, A., CARDOSO, K. R., AUDEBERT, F. E., 1998 - "Aleaciones de Aluminio Amorfos y Nanoestructuradas", *Rev. Metal. Madrid*, 34 (mayo), p.249-252.
- GILMAN, P. S., NIX, W. D., 1981 - "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.
- GINGU, O., ROSSO, M., UBERTALLI, G., 1998 - "Comparative Analysis of the Structure and Properties of Al/SiC(p) Composite Materials as a Function of PM Processing Route", *Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha*, vol 5, p.162-167.
- GUERRERO-PAZ, J., JARAMILLO-VIGUERAS, D., 1998 - "Particle Size Evolution in Cu-15%Al Mechanically Alloyed", *NanoStructured Materials*, vol. 10, nº 7, p. 1209 - 1222.
- HANADA, K., MURAKOSHI, Y., NEGISHI, H., SANO, T., 1997 - "Microstructures and Mechanical Properties of Al-Li/SiCp Composite Produced by Extrusion Processing", *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 63, p.405-410.
- HARRIGAN Jr, W. C., 1998 - "Commercial Processing of Metal Matrix Composites", *Materials Science and Engineering A*, vol. 244,, p. 75 - 79.

- HASEGAWA, T., YASUNO, T., NAGAI, T., TAKAHASHI, T., 1988 - “Origin of Superplastic Elongation in Aluminum Alloys Produced by Mechanical Milling”, *Acta Materialia*, vol. 46, n° 17, p. 6001-6007.
- HECKEL, R. W., 1961 – “Density-Pressure Relationships in Powder Compaction”, *Transactions of The Metallurgical Society of AIME*, Vol. 221, p. 671 – 675.
- HOCHREITER, E., KOWANDA, C., ORTER, B., 1993, - “Preparing Particle Reinforced Al-MMCs by Mechanical Alloying”, *Journal de Physique, Proceedings of the 3^d European Association for Composite Materials and Processes*, Editions de Physique Les Ulis, vol. 3, p. 1829, - 1832.
- HÖGANÄS HANDBOOK FOR SINTERED COMPONENTS, 1997 -, “Productions of Sintered Components”, Vol. 2, Ed. Höganäs AB.
- HONG, S. J., KAO, P. W., 1991 - “Mechanical Properties of Al-SiC Composites made by Resistance Sintering of Mechanically Alloyed Powders”, *Materials Science and Engineering A*, vol. A148, p.189-195.
- HU, L., LI, Z., WANG, E., 1999, - “Influence of Extrusion Ratio and Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of 2024 Aluminium Alloy Consolidated from Nanocrystalline Alloy Powders via Hot Hydrostatic Extrusion”, *Powder Metallurgy*, vol. 42, n° 2, p. 153 - 156.
- HULL, M., 1998 - “Commercial Success for MMC’s”, *Powder Metallurgy*, Vol 41, N° 1, p.25-26.
- HUNT, W. H., RODJOM, T., 1992- “Discontinuously Reinforced Aluminum Materials by Powder Metallurgy Processes”, *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, vol. 9, p. 21 - 31.

- JAIN, M. K., BHANUPRASAD, V. V., KAMAT, S. V., PANDEY, A. B., VARMA, V. K., BHAT, B. V. R., MAHAJAN, Y. R., 1993 - "Processing, Microstructure and Properties of 2124 Al-SiC_p Composites", The International Journal of Powder Metallurgy, vol 29, p. 267-275.
- JEONG, H. -G., HIRAGA, K., MABUSHI, M., HIGASHI, K., 1998 - "Effects of Addition of Magnesium on Interface Structure and High-Strain-Rate Superplasticity in Si₃N₄-Reinforced Al-Alloy Composites", Acta Materialia, vol. 46, n° 17, p. 6009-6020.
- KAWAKITA, K., LÜDDE, K. H., 1970 - "Some Considerations on Powder Compression Equations", Powder Technology, Vo. 4, p. 61 - 68.
- KEVORKIJAN, V. M., 1999 - "Aluminum-base Composites", Advanced Material & Processes, vol. 5, p. 27 - 29.
- KHOR, K. A., YUAN, Z. H., BOYE, F., 1996, - "Processing of Submicron SiC Reinforced Al-Li Composites by Mechanical Milling", Processing and Fabrication of Advanced Materials VI - Edited by T. S. Srivatsan and J. J. Moore - The Minerals, Metals & Materials Society, p. 499 - 507.
- KO, B.-C., PARK, G.-S., YOO, Y.-C., 1999, - "The Effects of SiC Particle Volume Fraction on the Microstructure and Hot Workability of SiCp/AA 2024 Composites", Journal of Materials Processing Technology, vol. 95, p. 210 - 215.
- KOCH, C. C., 1991 - "Mechanical Milling and Alloying", in Materials Science and Technology: a Comprehensive Treatment, Ed. R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer, vol. 15, Processing of Metals and Alloys, VCH Publishers Inc., New York, USA, p. 193 - 245.
- KOCH, C. C., 1998 - "Intermetallic Matrix Composites Prepared by Mechanical Alloying - A Review", Materials Science and Engineering A, vol. A244, p. 39 - 48.

- LAST, H. R., GARRETT Jr, R. K., 1996 - “Mechanical Behavior and Properties of Mechanically Alloyed Aluminum Alloys”, Metallurgical and Materials Transactions A - Vol.27A, march, p.737-745.
- LEE, H. F., BOEY, F., KHOR, K. A., 1994 - “High Deformation Consolidation Powder Metallurgy Processes for an Al-Li Alloy Composite”, Materials Science and Engineering A, vol. A189, p.173-180.
- LEE, J., KIM, S., PARK, C., BAE, C., 1995 - “Fabrication and Mechanical Properties of 2024 Al-SiCp Composites by Mechanical Alloying”, Journal of Materials Processing and Manufacturing Science, vol. 4, p.55-67.
- LEE, D., CHENG, J., YUAN, M., WAGNER, C. N. J., ARDELL, 1988 – “Structural Comparison of Amorphous Cu₅₀Zr₅₀ Alloys Prepared by Proton Irradiation, Melt Spinning and Mechanical Alloying”, Journal of Applied Physics, vol. 64, n° 9, p. 39 – 48.
- LEWANDOWSKI, J. J., LIU, C., 1988 – “Microstructural Effects on the Fracture Micromechanism in 7XXX Al P/M-SiC Particulate Metal Matrix Composites”, Processing and Properties for Powder Metallurgy Composites, Edited by P. Kumar, K. Vedula and A. Ritter, The Metallurgical Society, 1988, p. 117 – 137.
- LIEBLICH, M., CARUANA, G., TORRALBA, M., JONES, H., 1996 - “Inert Gas Atomised Al-Cr-Zr Alloy Powders Consolidated by Extrusion: Effect of Powder Variables and Extrusion Parameters on Extrusion Pressure”, Powder Metallurgy, Vol 39, N° 2, p.143-149.
- LIEBLICH, M., TORRES-BARREIRO, B., 1998 - “Characterisation of Al Matrix Composites Reinforced with Intermetallic Powder Particles”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.43-48.

- LIMA, J. C., TRICHÊS, D. M., SANTOS, V. H. F., GRANDI, T. A., 1999 – “Formation of γ - $\text{Cu}_{67}\text{Al}_{33}$ by Mechanical Alloying”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 282, p. 258 – 260.
- LU, L., LAI, M. O., ZHANG, S., 1995 - “Preparation of Al-Based Composite Using Mechanical Alloying”, *Key Engineering Materials*, vol. 104-107, p.111-124.
- LU, L., LAI, M., 1998 – “Mechanical Alloying”, Ed. by Kluwer Academic Publishers, p. 1-64.
- LU, L., LAI, M. O., NG, C. W., 1998 - “Enhanced Mechanical Properties of an Al Based Metal Matrix Composite Prepared Using Mechanical Alloying”, *Materials Science and Engineering A*, vol. A252, p.203-211.
- LU, L., LAI, M. O., NIU, X. P., HO, H. N., 1998 – “In-Situ Formation of TiB_2 Reinforced Aluminium via Mechanical Alloying”, *Z. Metallkd*, vol. 89, n° 8, p. 567 – 57.
- LU, L., FROYEN, L., 1999 – “Mechanical Alloyed High Strength Mg 5wt%Al 10.3wt%Ti 4.7%B Alloy”, *Scripta Materialia*, vol. 40, n° 10, p. 1117 – 1122.
- MABUCHI, M., IMAI, T., HIGASHI, K., 1993 - “Production of Superplastic Aluminium Composites Reinforced with Si_3N_4 by Powder Metallurgy”, *Journal of Materials Science*, vol 28, p. 6582-6586.
- MONTGEMERY, D. C., RUNGER, G. C., 1994 - “Applied Statistics and Probability for Engineers”, John Wiley and Sons.
- MOURISCO, A., AMBRÓZIO FILHO, F., GONÇALVES, M., 1998 - “TEM Study of SiC and Second Phase Particles in PM Aluminium Matrix Composites”, *Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha*, vol 5, p.130-135.

- MPIF Standart 28, 1985 - Determination of Apparent Density of Non-Free-Flowing Metal Powders Using the Carney Apparatus, Metal Powder Industries Federation.
- MPIF Standart 45, 1988 - Determination of Compactability (compressibility) of Powders, Metal Powder Industries Federation.
- NARDONE, V. C., PREWO, K. M., 1986 - "On The Strength of Discontinuous Silicon Carbide Reinforced Aluminum Composites", Scripta Metallurgica, vol. 20, p. 43-48.
- NEUBING, H. C., JANGG, G., 1987 - "Sintering of Aluminium Parts: The State-of-Art", MPR, May 1987, p. 354 - 358.
- NEWIRK, J. W., 1997 - "Expanding Horizons for Mechanical Alloying"; Industrial Heating, Oct, p51-56.
- NI, X., MACLEAN, M. S., BAKER, T. N., 1994 - "Design Aspects of Processing of Aluminium 6061 Based Metal Matrix Composites via Powder Metallurgy", Materials Science and Technology, Vol 10, p. 452-459.
- PANELLI, R., AMBRÓZIO FILHO, F., 1998 - "Compaction Equation and Its Use to Describe Powder Consolidation Behaviour", Powder Metallurgy, Vol 41, N° 2, p.131-133.
- PARILÁK, L., DUDROVÁ, E., 1994 - "New Pressing Equation", Proceedings of the 1994 World Congress on Powder Metallurgy, vol 1, p.737-740.
- RAMBERGER, R., BURGER, A., 1985 - "On the Application of Heckel and Kawakita Equations to Powder Compaction", Powder Technology, Vol. 43, p. 1 - 9.
- ROBERTS, P. R., FERGUSON, B. L., 1991 - "Extrusion of Metal Powder", International Materials Reviews, Vol. 36, ° 2, p. 62 - 79.

- RONG-DE, G., 1991 – “A New Powder Compactation”, The International Journal of Powder Metallurgy, Vol. 27, nº 3, p. 211 – 216.
- RONG-DE, G., 1995 – “A Further Study of a New Powder Compactation Equation”, Powder Metallurgy Science & Technology, Vol. 6, nº 3, p. 20 – 24.
- ROSSI, J. L., 1998 - “Reinforcements for Metal Matrix Composites Produced by Powder Metallurgy”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.157-161.
- RUIZ-NAVAS, E., COSTA, C. E., RUIZ-ROMAN, J. M., CAMBRONERO, L. E. G., RUIZ-PRIETO, J. M., 1998 - “Influence of Blending and Particle Distribution on Base Aluminium MMC’s”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.146-151.
- RUIZ-NAVAS, E. M., 1999 - Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio Reforzados con Carburos. Optimización del Proceso de Obtención via Aleación Mecánica, Tese de doutoramento apresentada à Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Universidad Politécnica de Madrid.
- SAITO, N., MABUCHI, M., NAKANISHI, M. NAKAMURA, M., 1999, - “Control of Grain Boundary Character Distribution of Commercial Al-Mg Alloys by Hot Estrusion”, Journal of Materials Science Letters, vol. 18, p. 41 - 45.
- SALVADOR, M. D., AMIGÓ, V., FERRER, C., BUSQUETS, D., TORRALBA, J. M., 1998 - “Investigation on the Interface Formation Between Intermetallic Particles and Aluminium Matrix”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.168-173.
- SANKAR, R., PARAMANAND SINGH, 1998 - “Synthesis of 7075 Al/SiC Particulate Composite Powders by Mechanical Alloying”, Materials Letters, vol. 36, p.201-205.

- SCHATT, W., WIETERS, K. -P., 1997 – “Powder Metallurgy – Processing and Materials”, ed. European Powder Metallurgy Association, Shrewsbury, U.K..
- SCHELLENG, R. D., DONACHIE, S. J., 1983 – “Mechanical Alloyed Aluminium”, Metal Powder Report, vol. 38, p. 575 - 576.
- SCHELLENG, R. D., GILMAN, P. S., JATKAR, A. D., DONACHIE, S. J., 1984 – “Mechanical Alloyed Aluminium Products”, Powder Metallurgy in Defence Technology, Proceedings of the 1984 P/M in Defence Technology, vol. 6, p. 165 - 174.
- SERRA, J. C. V., SCHOROER, G., ROSSI, J. L., ROBERT, M. H., 1998 - “Mechanical Characterization of Al-NbC Composites Produced by Powder Metallurgy Route”, Proceedings of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol 5, p.180-185.
- SHAHANI, R. A., CLYNE, T. W., 1991 – “Recrystallisation in Fibrous and Particulate Metal Matrix Composites”, Materials Science and Engineering, vol. A135, p. 281 - 285.
- SHIN, K., LEE, S., KIM, S. -J, CHO, K., 1998 – “Fabrication Conditions, Microstructures and Mechanical Properties of P/M Processed 2XXX Al-SiCu Composites”, Advanced Performance Materials, vol.5,n°4, pp.307-318, 1998.
- SMAGORINSKI, M. E., TZANTRIZOS, P. G., GRENIER, S., CAVASIN, A., BRZEZINSKI, T., KIM, G., 1998 - “The Properties and Microstructure of Al-based Composites Reinforced with Ceramic Particles”, Materials Science and Engineering A, vol. A244, p.86-90.
- TACHI, K., KITA, K., 1996 - “Fabrication of Composite Materials by Mechanical Alloying with Cutting-chips of Al-Mg-Si Alloy and Fine Al₂O₃ Powder”; Materials Science Forum Vols. 217-222, p.1109-1114.

- TAN, M. J., KOH, L. H., KHOR, K. A., BOYE, F. Y. C., 1993 - “Discontinuous Reinforcements in Extruded Aluminium-Lithium Matrix Composites”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 37, p. 391-403.
- TAN, M. J., ZHANG, X., 1998 - “Powder Metal Matrix Composites: Selection and Processing”, *Materials Science and Engineering A*, vol A244, p. 80-85.
- TIAN, H. H., ATZMON, M., 1999 - “Kinetics of Microstructure Evolution in Nanocrystalline Fe Powder During Mechanical Attrition”, *Acta Materialia*, vol. 47, n° 4, p. 1255-1261.
- TIWARI, A. N., GOPINATHAN, V., RAMAKRISHNAN, P., 1991 - “Processing of Modified Al(7010)-SiC Particulate Composites by Mechanical Alloying and Hot - Pressing”, *Materials & Manufacturing Processes*, vol. 6, n° 4, p. 621-633.
- URTIGA FILHO, S. L., 1994 – “Obtenção e caracterização de Compósitos do Tipo *In Situ* no Sistema AlNb” – Tese apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica, Brasil.
- XIAOPING, N., LE BRUN, P., FROYEN, L., PEYTOUR, C., DELAEY, L., 1992 - “Al-Fe Alloys by Mechanical Alloying”, *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, Vol.7, p.271-283.
- WARD-CLOSE, C. M., FROES, F. H., CHO, S. S., 1997 - “Synthesis and Processing of Lightweight Metallic Materials – An Overview”, *Synthesis/Processing of Lightweight Metallic Materials II – The Minerals, Metals & Materials Society*, p. 1-15.
- WEBER, J. H., SHELLING, R. D., 1988 - “Mechanical Alloying of Dispersion Strengthened Aluminum: A Retrospective Review”, *Dispersion Strengthening of Aluminum alloys*, p.467-481, Ed.by Y-W.Kim and W.M. Griffith, TMS.

ZAPATA, W. C., 1986 – Aceros Sinterizados con Niquel y Cobre, Tese de doutoramento apresentada à Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Minas, Universidad Politécnica de Madrid.

ZHOU, J., 1991 – “Extrusion of Al-Si-X Alloy Prepared from Rapidly Solidified Powders” Tese de Doutoramento apresentada à Delft University of Technology, Holanda.

ZOZ, H., 1995 - “Zoz Working to Expand Attritors Scope”, Metal Powder Report, vol.53, nº3, pp.10-11.

Anexos

Anexo 1 - Comparação entre médias através do teste de hipóteses

O teste de hipóteses é uma ferramenta estatística utilizada para verificar se duas médias apresentam diferença significativa. Se utilizou o teste de hipóteses para médias de populações com variâncias desconhecidas (MONTGOMERY, D. C., RUNGER, G. C., 1994). O valor t_0 obtido deve ser comparado com o valor da distribuição *de Student* $t_{\alpha/2, n_1+n_2-2}$, em que n_1 e n_2 são os números de ensaios das médias em comparação e $n_1 + n_2 - 2$ são os graus de liberdade. Se trabalha com um intervalo de confiança de 97,5 %

1. Análise estatística dos resultados de dureza das partículas

Tabela A1.1: Valores de t_0 e para o teste de hipótese para os ensaios de dureza

Pós compósitos cujas durezas são comparadas à das partículas do pó da liga AA6061 submetido a 24 horas de moagem	Valor calculado $ t_0 $
AA6061 + 5 % AlN – 12,5 horas de moagem	3,017
AA6061 + 15 % AlN – 10 horas de moagem	2,098
AA6061 + 5 % ZrB ₂ – 12,5 horas de moagem	1,876
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄ – 10 horas de moagem	6,072

Como $n_1 + n_2 - 2 = 30$, $t_{\alpha/2, n_1+n_2-2} = 2,042$. Observa-se que a dureza da partícula do pó compósito reforçado com 5 % de ZrB₂ é estatisticamente igual e as durezas das partículas dos pós

compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 , 5 e 15 % de AlN são estatisticamente diferentes da dureza das partículas do pó liga AA6061 sem reforço e submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia.

2. Análise estatística dos resultados de limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN , 5 % de Si_3N_4 e 5 % de ZrB_2 , extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional

Tabela A1.2: Teste de hipóteses entre os valores médios de limite de resistência à tração da liga extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.

Comparação	AA6061 +5 % AlN	AA6061 + 15 % AlN	AA6061 + 5 % Si_3N_4	AA6061 + 5 % ZrB_2
AA6061	7,016 > 2.201	5,435 > 2.201	10,473 > 2.201	6.000 > 2.306
AA6061 + 5 % AlN		9,153 > 2.145	6,276 > 2.145	14,398 > 2.201
AA6061 + 15 % AlN			11,107 > 2.145	4,166 > 2.201
AA6061 + 5 % Si_3N_4				15,637 > 2.201

Tabela A1.3: Teste de hipóteses entre valores médios de dureza da liga extrudada a partir do pó como fabricado e dos compósitos extrudados a partir das misturas obtidas em moinho convencional.

Comparação	AA6061 + 5 % AlN	AA6061 + 15 % AlN	AA6061 + 5 % Si_3N_4	AA6061 + 5 % ZrB_2
AA6061	8,840 > 2.201	12,984 > 2.201	15,612 > 2.201	4,033 > 2.306
AA6061 + 5 % AlN		3,484 > 2.145	0,408 < 2.145	4,529 > 2.201
AA6061 + 15 % AlN			3,669 > 2.145	8,012 > 2.201
AA6061 + 5 % Si_3N_4				6,627 > 2.201

Pode observar-se que as médias de dureza dos compósitos reforçados com 5 % de Si₃N₄ e 5 % de AlN são estatisticamente iguais; todas as outras são diferentes entre si.

3. Análise estatística dos resultados de limite de resistência à tração e dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia

Tabela A1.4: Comparação entre os valores de $|t_0|$ e $t_{\alpha/2, n1+n22}$ para os testes de hipóteses entre as médias de limite de resistência à tração da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia

Comparação	AA6061 +5 % AlN	AA6061 + 15 % AlN	AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	AA6061 + 5 % ZrB ₂
AA6061	1,970 < 2.201	7,702 > 2.201	0 < 2.201	11,063 > 2.306
AA6061 + 5 % AlN		4,171 > 2.145	2,481 > 2.145	6,755 > 2.201
AA6061 + 15 % AlN			9,570 > 2.145	3,963 > 2.201
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄				13,789 > 2.201

Tabela A1.5: Comparação entre os valores de $|t_0|$ e $t_{\alpha/2, n1+n22}$ para os testes de hipóteses entre as médias de dureza da liga AA6061 extrudada a partir do pó submetido a 24 horas de moagem em moinho de alta energia e dos compósitos reforçados com 5 % de AlN, 5 % de Si₃N₄ e 5 % de ZrB₂, extrudados a partir dos pós obtidos por moagem de alta energia

Comparação	AA6061 + 5 % AlN	AA6061 + 15 % AlN	AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄	AA6061 + 5 % ZrB ₂
AA6061	4,691 > 2.201	13,040 > 2.201	1,432 < 2.201	5,084 > 2.306
AA6061 + 5 % AlN		7,302 > 2.145	3,144 > 2.145	7,546 > 2.201
AA6061 + 15 % AlN			10,936 > 2.145	14,838 > 2.201
AA6061 + 5 % Si ₃ N ₄				5,307 > 2.201

Pode observar-se que as médias de dureza dos compósitos reforçados com 5 % de Si₃N₄ e 5 % de AlN são estatisticamente iguais; todas as outras são diferentes entre si.

Anexo 2 : Valores de densidades relativas

Tabela A2.1: Valores médios de densidades relativas obtidos com a liga AA6061, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.

Tempo de moagem em moinho de alta energia (horas)	Pressão de compactação (MPa)			
	200	300	400	500
0	0,810	0,850	0,870	0,882
1,5	0,813	0,860	0,891	0,904
3	0,788	0,845	0,870	0,892
4,5	0,760	0,825	0,855	0,883
6	0,761	0,819	0,849	0,875
8	0,715	0,781	0,841	0,871
10	0,678	0,753	0,812	0,850
16	0,695	0,748	0,791	0,827
24	0,678	0,725	0,776	0,811

Tabela A2.2: Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA6061 + 5 % Si₃N₄, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.

Tempo de moagem em moinho de alta energia (horas)	Pressão de compactação (MPa)			
	200	300	400	500
0	0,793	0,836	0,874	0,903
1,5	0,772	0,833	0,860	0,889
3	0,735	0,807	0,838	0,860
4,5	0,728	0,783	0,827	0,853
6	0,726	0,771	0,807	0,841
8	0,710	0,755	0,793	0,827
10	0,700	0,746	0,787	0,821

Tabela A2.3: Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA6061 + 5 % AlN, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.

Tempo de moagem em moinho de alta energia (horas)	Pressão de compactação (MPa)			
	200	300	400	500
0	0,758	0,827	0,873	0,909
1,5	0,783	0,848	0,882	0,900
3	0,768	0,825	0,862	0,891
4,5	0,737	0,803	0,835	0,864
6	0,718	0,776	0,821	0,852
8	0,718	0,763	0,805	0,833
10	0,701	0,750	0,790	0,822
12,5	0,696	0,744	0,783	0,818

Tabela A2.4: Valores médios de densidades relativas obtidos com a mistura AA6061 + 15 % AlN, em função da pressão de compactação e do tempo de moagem.

Tempo de moagem em moinho de alta energia (horas)	Pressão de compactação (MPa)			
	200	300	400	500
0	0,763	0,825	0,866	0,899
1,5	0,761	0,836	0,873	0,892
3	0,744	0,806	0,841	0,865
4,5	0,739	0,782	0,818	0,842
6	0,730	0,771	0,810	0,840
8	0,717	0,764	0,800	0,825
10	0,716	0,760	0,798	0,823

Anexo 3 : Análise de variância e teste de contraste

A análise de variância de um fator único constitui um teste estatístico que permite avaliar o efeito de um tratamento sobre uma propriedade ou de uma variável independente sobre uma variável dependente de processo. Para tal, se deve assumir que somente existe uma variável de influência. (MONTGOMERY, D. C., RUNGER, G. C., 1994).

1. Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão de extrusão

1.1. Análise estatística de valores de pressão máxima de extrusão para o pó composto AA6061 + 5% Si₃N₄ submetido a diferentes tempos de moagem em moinho de alta energia

Tabela A3.1: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com Si₃N₄.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	233833,97	6	38972,33	43,11
Erro	44294,68	49	903,97	
Total	278128,64	55		

O valor de F_0 é comparado com o valor de $F_{\alpha, a-1, N-a}$, em que α é o nível de significância do teste, para qual se adota o valor 0,01, a é o número de tratamentos ou níveis analisados e N é o número total de ensaios. Assim tem-se que $F_{0,1,6,49} = 3,29$. Como $F_0 > F_{0,1,6,49}$, pode-se concluir que as médias são estatisticamente diferentes, isto é, que o tempo de moagem influi significativamente na pressão necessária para extrudar o pó.

Aplicação do teste estatístico de contraste entre os distintos tempos de moagem demonstra que as ocorrem variações significativas entre zero e 1,5 hora, entre 3 e 4,5 horas e entre 6 e 8 horas de moagem, enquanto que entre 1,5 e 3, entre 4,5 e 6 e entre 8 e 10 horas de moagem não ocorrem variações significativas. Aqui $\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4, \mu_5, \mu_6$ e μ_7 significam as médias para 0, 1,5,

3, 4,5, 6, 8 e 10 horas de moagem, respectivamente. Para tal comparação, se utiliza o valor de $F_{0,1,49} = 7,31$.

Tabela A3.2: Teste de contraste para as pressões necessárias para extrudar o pó compósito reforçado com 5 % de Si3N4.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	F_0
$C_1: \mu_1 = \mu_2$	337108,74	1	23,31
$C_2: \mu_2 = \mu_3$	62790,00	1	4,34
$C_3: \mu_3 = \mu_4$	583637,01	1	40,35
$C_4: \mu_4 = \mu_5$	7673,92	1	0,53
$C_5: \mu_5 = \mu_6$	417060,26	1	28,84
$C_6: \mu_6 = \mu_7$	94631,16	1	6,54

1.2. Análise estatística de dados de valores de pressão de extrusão para os compósitos AA6061 + 5 e 15 % AlN

As Tabelas A3.3 e A3.4 mostram os valores calculados para as análises de variância realizadas para verificar a influência do tempo de moagem sobre as pressões necessárias para extrudar os pós compósitos reforçados com 5 e 15 % de AlN. Os valores de F_0 devem ser comparado com o valor de $F_{01,7,49} = 3,12$ para o compósito reforçado com 5 % de AlN e $F_{01,6,49} = 3,29$ para o compósito reforçado com 15 % de AlN.

Tabela A3.3: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com 5 % de AlN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de F_0 quadrados
Tempo de moagem	386733,38	7	55247,63 11,72
Erro	263961,12	56	4713,59
Total	650694,51	63	

Tabela A3.4: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a pressão necessária para extrudar os pós compósitos reforçados com 15 % de AIN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	363632,02	6	60605,34	28,43
Erro	104458,57	49	2131,81	
Total	468090,59	55		

A Tabela A3.5 mostra os valores calculados com as análises de contraste realizadas para verificar quais intervalos de tempo de moagem mais interferem sobre as pressões necessárias para extrudar os pós compósitos reforçados com 5 e 15 % de AIN. Neste caso, $\mu_1, \mu_2, \mu_3, \mu_4, \mu_5, \mu_6, \mu_7$ e μ_8 significam as médias para 0, 1.5, 3, 4.5, 6, 8, 10 e 12.5 horas de moagem, respectivamente. Para tal comparação, se utilizam os valores de $F_{0,1,56} = 7,08$ (para o compósito com 5 % de reforço) e $F_{0,1,49} = 7,31$ (para o compósito com 15 % de reforço).

Tabela A3.5: Teste de contraste para as pressões necessárias para extrudar o pó compósito reforçado com 5 e 15 % de AIN.

Fonte de variação	Soma de quadrados (5 % AIN)	Soma de quadrados (15 % AIN)	Graus de liberdade	F_0 (5 % AIN)	F_0 (15 % AIN)
$C_1: \mu_1 = \mu_2$	624803,91	157815,45	1	8,28	53,65
$C_2: \mu_2 = \mu_3$	1287628,80	34368,70	1	17,07	4,63
$C_3: \mu_3 = \mu_4$	571252,49	912905,82	1	7,57	1,01
$C_4: \mu_4 = \mu_5$	641010,87	337108,74	1	8,50	26,76
$C_5: \mu_5 = \mu_6$	687494,31	289259,84	1	9,12	9,88
$C_6: \mu_6 = \mu_7$	159438,22	24932562,28	1	2,11	8,48
$C_7: \mu_7 = \mu_8$	17535,05		1	0,23	

Pode observar-se que, para o compósito reforçado com 5 % de AlN, as variações entre zero e 8 e 10 horas e entre 10 e 12,5 horas não são significativas; para o compósito reforçado com 15 % de AlN, as variações entre zero e 1,5 e 3 horas e entre 3 e 4,5 horas não são significativas. As demais variações são significativas.

2. Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração e a dureza dos produtos extrudados

Tabela A3.6: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 5 % de AlN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de F_0 quadrados
Tempo de moagem	385927,87	7	55132,55 245,87
Erro	12557,20	56	224,24
Total	398485,07	63	

Tabela A3.7: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 5 % de AlN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de F_0 quadrados
Tempo de moagem	44373,70	7	6339,10 186,05
Erro	2998,38	88	34,07
Total	47372,08	95	

Tabela A3.8: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 15 % de AlN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	251540,39	6	41923,40	152,26
Erro	13491,27	49	275,33	
Total	265031,67	55		

Tabela A3.9: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 15 % de AlN.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	55983,41	6	9330,57	303,18
Erro	2369,70	77	30,78	
Total	58353,10	83		

Tabela A3.10: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre o limite de resistência à tração dos compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 .

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	328084,80	6	54680,80	425,84
Erro	6291,88	49	128,41	
Total	334376,68	55		

Tabela A3.11: Análise de variância do efeito do tempo de moagem sobre a dureza dos compósitos reforçados com 5 % de Si_3N_4 .

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Média de quadrados	F_0
Tempo de moagem	33654,56	6	5609,09	297,36
Erro	1452,47	77	18,86	
Total	35107,03	83		

Os altos valores de F_0 obtidos confirmam que o tempo de moagem influi significativamente tanto no limite de resistência à tração quanto na dureza dos compósitos reforçados com AlN e Si_3N_4 .