UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE-FURG ESCOLA DE ENGENHARIA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

OBTENÇÃO DA LIGA ALUMÍNIO-COBRE-ESTANHO POR METALURGIA DO PÓ TRATADA TERMICAMENTE

PEDRO JOSÉ OLENDSKI ELIAS JUNIOR

RIO GRANDE, RS 2021

PEDRO JOSÉ OLENDSKI ELIAS JUNIOR

OBTENÇÃO DA LIGA ALUMÍNIO-COBRE-ESTANHO POR METALURGIA DO PÓ TRATADA TERMICAMENTE

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Rio Grande-FURG como requisito para obtenção do título de "Mestre em Engenharia Mecânica" – Área de Concentração: Engenharia de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Jorge Luis Braz Medeiros Coorientador: Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl

RIO GRANDE, RS 2021

Ficha Catalográfica

E420 Elias Junior, Pedro José Olendski. Obtenção da liga alumínio-cobre-estanho por metalurgia do pó tratada termicamente / Pedro José Olendski Elias Junior. – 2021. 126 f.
Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Rio Grande/RS, 2021. Orientador: Dr. Jorge Luis Braz Medeiros. Coorientador: Dr. Luciano Volcanoglo Biehl.
1. Sinterização 2. Metalurgia do Pó 3. Al-Cu 4. Al-Cu-Sn 5. Solubilização 6. Envelhecimento Artificial I. Medeiros, Jorge Luis Braz II. Biehl, Luciano Volcanoglo III. Título.

Catalogação na Fonte: Bibliotecário José Paulo dos Santos CRB 10/2344

BANCA EXAMINADORA

Dr. Alexandre da Silva Rocha UFRGS

Prof. Dr. Carlos Mendes Moraes UNISINOS

Prof. Dr. Luciano Volcanoglo Biehl FURG DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a meu Pai, Pedro José Olendski Elias (in memorian).

AGRADECIMENTOS

Inicialmente agradeço a Deus por guiar meus passos e iluminar meus caminhos.

Aos meus pais Pedro José Olendski Elias e Erni Maria Ribeiro Elias, agradeço por todo apoio, incentivo e suporte durante toda minha trajetória de vida. Não existem palavras que possam expressar a minha admiração e gratidão. Amo Vocês!

Aos meus irmãos, cunhada e sobrinhos meus agradecimentos por todo apoio que vocês me deram durante esta jornada.

Aos professores Jorge Luis Braz Medeiros, Luciano Volcanoglo Biehl e Ederson Bitencourt Das Neves meus mais sinceros agradecimentos pela amizade, confiança, incentivo, conhecimentos compartilhados e pelas contribuições fundamentais no desenvolvimento desta pesquisa.

Ao amigo e técnico de laboratório de mecânica Bruno Soares Laner pelo auxílio na usinagem da matriz para a compactação.

Ao amigo e técnico de laboratório de metalografia Jorge Airton Badin de Oliveira pelo auxílio na preparação das amostras.

A todos os colegas e amigos que de alguma forma contribuíram durante a minha formação, meus agradecimentos.

Aos técnicos de laboratório do CEME-Sul, Caroline Pires Ruas e Rudmar Krumreick pela realização das análises de MEV e DRX.

Agradeço a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) pelo apoio financeiro essencial para realização dessa pesquisa.

Ao Sr. Marco Duarte e a empresa Multicel pela doação do pó de estanho, indispensável para a realização desta pesquisa.

Ao Sr. Valdecir Testa e a empresa Megh pela doação da amostra de etileno bis estereamida utilizado nesta pesquisa.

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo a obtenção e análises de corpos de prova de liga de Al-xCu e Al-xCu-0,1Sn obtidos via metalurgia do pó, com a concentração de cobre variando entre 3,5; 4,0 e 4.5%. Posteriormente, foram realizados tratamentos térmicos T6 com temperatura de solubilização de 590°C por 2 horas e envelhecimento com isotermas de 160 e 200°C e tempos variando de 3,6 e 9 horas. Os pós elementares foram analisados em Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Difração de Raios X (DRX) como forma de caracterização inicial. Para a determinação da tensão de compactação foram realizados ensaios de compressibilidade para todas misturas e posteriormente adotada a carga de 200 MPa para a moldagem dos corpos de prova, os quais, foram sinterizados em forno mufla com atmosfera controlada de nitrogênio de alta pureza em isoterma de 590°C durante 90 minutos. Foram realizados ensaios de densidade por técnica geométrica nos compactados verdes, por Arguimedes após a sinterização e avaliada a redução de densidade por conta do aumento dimensional das amostras. Para a caracterização microestrutural foram realizadas técnicas de microscopia ótica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com e sem ataque químico. Para a análise da formação e evolução de fases foi utilizada a técnica de DRX. Para a análise e comparação de microdureza das amostras foram realizados ensaios de microdureza Vickers. Como resultados obteve-se que para todas misturas houve redução de densidade devido ao processo de sinterização. Todas misturas apresentaram aumento de volume após o processo de sinterização, sendo o maior aumento igual a 9,22%. Amostras sem adição de estanho apresentaram média de microdureza 13% superior a misturas com adição deste elemento. A amostra de Al-4,5Cu após tratamento térmico T6 atingiu microdureza máxima de 91HV para 9 horas de envelhecimento. A amostra de AI-4,5Cu-0,1Sn após tratamento térmico T6 atingiu microdureza máxima de 93,6HV em 6 horas de envelhecimento. Houve formação de fase Al₂Cu em todas amostras analisadas.

Palavras-chave

Sinterização; Metalurgia do Pó; Al-Cu; Al-Cu-Sn; Solubilização; Envelhecimento artificial.

ABSTRACT

This work aimed to obtain and analyze Al-xCu and Al-xCu-0.1Sn alloy specimens obtained by powder metallurgy, with the concentration of copper ranging from 3.5, 4.0 and 4.5%. Subsequently, T6 heat treatments were performed with solubilization temperature of 590°C for 2 hours and aging with isotherms of 160 and 200°C and times ranging from 3.6 and 9 hours. The elemental powders were analyzed in Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-ray Diffraction (XRD) as a form of initial characterization. To determine the compressive stress, compressibility tests were performed for all mixtures and then a load of 200 MPa was adopted for molding the specimens, which were sintered in a muffle furnace with a controlled atmosphere of high purity nitrogen in an isotherm of 590°C for 90 minutes. Density tests were performed by geometric technique in the green compacted specimens, by Archimedes after sintering, and the density reduction was evaluated due to the dimensional increase of the samples. For microstructural characterization optical microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM) techniques were performed with and without chemical attack. For the analysis of phase formation and evolution, the XRD technique was used. For the analysis and comparison of microhardness of the samples Vickers microhardness tests were performed. As results it was obtained that for all mixtures there was a density reduction due to the sintering process. All mixtures showed an increase in volume after the sintering process, with the largest increase equal to 9.22%. Samples without the addition of tin presented average microhardness 13% higher than mixtures with the addition of this element. The AI-4.5Cu sample after heat treatment T6 reached maximum microhardness of 91HV for 9 hours of aging. The Al-4.5Cu-0.1Sn sample after T6 heat treatment reached maximum microhardness of 93.6HV in 6 hours of aging. There was Al2Cu phase formation in all samples analyzed.

Keywords: Sintering; Powder Metallurgy; Al-Cu; Al-Cu-Sn; Solubilization; Artificial Aging.

LISTA DE FIGURAS

e Alumínio. 28 Figura 2 — Fluxograma dos processos de Metalurgia do Pó convencional29 Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais. 31 Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do radiente de densidade e linha neutra.	de Alumínio. 28 Figura 2 — Fluxograma dos processos de Metalurgia do Pó convencional29 Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais. 31 Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do gradiente de densidade e linha neutra.
Figura 2 — Fluxograma dos processos de Metalurgia do Pó convencional29 Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais31 Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do radiente de densidade e linha neutra.	Figura 2 — Fluxograma dos processos de Metalurgia do Pó convencional29 Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais31 Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do gradiente de densidade e linha neutra. 32 Figura 5 — Comparação da diferença de compressibilidade entre pós de Ligas de Alumínio e Aço Inoxidável 316. 34 Figura 6 — Gráfico esquemático do comportamento esperado durante a sinterização em relação a solubilidade relativa de duas fases. 39 Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e tempo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431. 44 Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga AI-3,8Cu- 45 Nigura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para 41 a liga AI-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e 41 Giferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes 51 Condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: 51 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca B
Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais31 Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do radiente de densidade e linha neutra.	Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais.
Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do radiente de densidade e linha neutra. 32 Figura 5 — Comparação da diferença de compressibilidade entre pós de Ligas 34 Figura 6 — Gráfico esquemático do comportamento esperado durante a 34 Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e 39 Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu- 44 Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes 46 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 53 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico femore com caixa redutora para 54 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 50	Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do gradiente de densidade e linha neutra.
radiente de densidade e linha neutra	gradiente de densidade e linha neutra
Figura 5 — Comparação da diferença de compressibilidade entre pós de Ligas e Alumínio e Aço Inoxidável 316.	Figura 5 — Comparação da diferença de compressibilidade entre pós de Ligas de Alumínio e Aço Inoxidável 316.
 e Alumínio e Aço Inoxidável 316	 de Alumínio e Aço Inoxidável 316. Figura 6 — Gráfico esquemático do comportamento esperado durante a sinterização em relação a solubilidade relativa de duas fases. 39 Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e tempo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431. 44 Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. 45 Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para a liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.
Figura 6 — Gráfico esquemático do comportamento esperado durante a interização em relação a solubilidade relativa de duas fases.	 Figura 6 — Gráfico esquemático do comportamento esperado durante a sinterização em relação a solubilidade relativa de duas fases
interização em relação a solubilidade relativa de duas fases	sinterização em relação a solubilidade relativa de duas fases
Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e empo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431. figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu- ,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. ,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. ,1gura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. ,45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e iferentes condições de tratamento térmico. ,46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós ue constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 5RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 50	 Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e tempo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA43144 Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas
empo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431	 tempo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431. Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. 45 Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para a liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.
Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga AI-3,8Cu- ,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas	 Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga AI-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas
"0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. .45 Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. .45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e iferentes condições de tratamento térmico. .46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. .47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. .51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós .53 Isida 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para .54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. .59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. .60	 1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas. 45 Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para a liga Al–2,3Cu–1,6Mg–0,2Sn. 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 45
Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. 45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e iferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós ue constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 5RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 60	Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para a liga Al-2,3Cu-1,6Mg-0,2Sn. .45 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico. .46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. .47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. .51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós .53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para .54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. .59
 liga Al–2,3Cu–1,6Mg–0,2Sn	 a liga Al–2,3Cu–1,6Mg–0,2Sn. Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.
Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e iferentes condições de tratamento térmico. 46 Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: binterização realizada a 620°C. 47 Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós ue constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 5RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 60	 Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico
iferentes condições de tratamento térmico	diferentes condições de tratamento térmico
Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C	Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C
ondições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C	 condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C. Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.
Sinterização realizada a 620°C	Sinterização realizada a 620°C
Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós ue constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 5RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização. 59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T6. 60	Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa. 51 Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas. 53 Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM. 54 Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.
Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós ue constituem as misturas	Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas
ue constituem as misturas	 que constituem as misturas
Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 5RPM	Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM
5RPM	45RPM
Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização59 Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T660	Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização59
Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T660	
	Figura 16 — Fluxograma do processo de tratamento térmico T660
Figura 17 — Diagrama de fases Al-Cu evidenciando as temperaturas: A	Figura 17 — Diagrama de fases Al-Cu evidenciando as temperaturas: A
emperatura de sinterização; B temperatura de solubilização; C temperatura de	temperatura de sinterização; B temperatura de solubilização; C temperatura de
nvelhecimento do ToTo "A"; e D temperatura de envelhecimento do ToTo "B"61	envelhecimento do ToTo "A"; e D temperatura de envelhecimento do ToTo "B"61

Figura 18 — Micrografia obtida em MEV para o pó de alumínio, com aumento
de 100X em A e aumento de 1000X em B64
Figura 19 — Micrografia obtida em MEV para o pó de cobre, com aumento de
100X em A e aumento de 1000X em B65
Figura 20 — Micrografia obtida em MEV para o pó de estanho, com aumento
de 100X em A e aumento de 1000X em B65
Figura 21 — Difratograma do Pó de Alumínio66
Figura 22 — Difratograma do Pó de Cobre67
Figura 23 — Difratograma do Pó de Estanho68
Figura 24 — Densidade a verde das misturas A, B, C D, E e F69
Figura 25 — Razão da densidade teórica a verde das misturas A, B, C D, E e
F70
Figura 26 — Média e desvio padrão das densidades a verde dos corpos de
prova71
Figura 27 — Média e desvio padrão das razões de densidade teórica a verde
dos corpos de prova72
Figura 28 — Densidade média em g/cm³ dos corpos de prova após o processo
de sinterização73
Figura 29 — Análise da % da densidade teórica alcançada para cada liga
estudada após processo de sinterização74
Figura 30 — Comparativo de volume médio dos corpos de prova antes e após
sinterização75
Figura 31 — Comparativo de massa média dos corpos de prova antes e após
sinterização76
Figura 32 — Comparativo de % média de densidade teórica antes e após
sinterização77
Figura 33 — Análise comparativa de microdureza Vickers no núcleo e na
superfície das amostras sinterizadas78
Figura 34 — Curvas de envelhecimento para as misturas solubilizadas a 540ºC
por 2h e envelhecidas a 160ºC79
Figura 35 — Curvas de envelhecimento para as misturas solubilizadas a 540°C
por 2h e envelhecidas a 200ºC80

Figura 40 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,0Cu-0,1Sn após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f)......90

Figura 41 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-0,1Sn após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f)......92

Figura 51 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-3,5Cu -0,1Sn.......106

Figura 52 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-4,0Cu -0,1Sn......107

Figura 56 — Gráfico da distribuição porcentual do referencial teórico em relação a data de publicação......120

Figura 61 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-4,0Cu-0,1Sn......125

Figura 62 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-4,5Cu-0,1Sn......126

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 — Máxima solubilidade de elementos de liga ao Alumínio22
Tabela 2 — Sistema de classificação das Ligas de Alumínio trabalháveis
mecanicamente por composição química e principais aplicações
Tabela 3 — Sistema de classificação das Ligas de Alumínio fundidas por
composição química24
Tabela 4 — Ligas Convencionais comercializadas para Metalurgia do Pó de
Alumínio25
Tabela 5 — Sistema de designação dos tratamentos térmicos para Alumínios
Forjados42
Tabela 6 — Sistema de designação dos tratamentos térmicos para Alumínios
Sinterizados43
Tabela 7 — Composições químicas e densidades teóricas43
Tabela 8 — Dados referentes a artigos que tratam sobre solubilização e
envelhecimento de Ligas de Alumínio obtidas via metalurgia do pó48
Tabela 9 — Composição química do Pó de Alumínio
Tabela 10 — Composição química proposta para corpos de prova54
Tabela 11 — Densidades teóricas calculadas para as misturas55
Tabela 12 — Dados obtidos dos corpos de prova após compactação a 200MPa.
71
Tabela 13 — Dados médios obtidos dos corpos de prova após sinterização. 73
Tabela 14 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
3,5Cu121
Tabela 15 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
4,0Cu122
Tabela 16 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
4,5Cu123
Tabela 17 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
3,5Cu-0,1Sn
Tabela 18 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
4,0Cu-0,1Sn
Tabela 19 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-
4,5Cu-0,1Sn

LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

ASTM	"American Society of Testing and Materials" – Sociedade					
	Americana de Ensaios e Materiais					
M/P	Metalurgia do Pó					
ASM	"American Society of Metals" Sociedade Americana para					
	Metais					
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura					
EDS	<i>"Energy Dispersive Spectroscopy"</i> Espectroscopia de					
	Energia Dispersiva					
DRX	Difratometria de Raios X					
HV	Microdureza Vickers					
r.p.m	Rotações por minuto					
AA	Associação do Alumínio					
СР	Corpo de prova					
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas					

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	19
2.	OBJETIVOS	21
2.1.	OBJETIVOS GERAIS	21
2.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	22
3.1.	LIGAS DE ALUMÍNIO	22
3.1.1.	Ligas De Alumínio Cobre 2XXX	25
3.2.	METALURGIA DO PÓ PARA PRODUÇÃO DE PEÇAS DE ALUMÍNIO	27
3.2.1.	Produção, Mistura e Homogeneização dos Pós	29
3.2.2.	Compactação dos Pós	31
3.2.3.	Lubrificantes Utilizados na Metalurgia do Pó de Ligas de Alumínio	34
3.2.4.	Influência dos Elementos de Liga na Metalurgia do Pó de Alumínio	36
3.2.5.	Processo de Sinterização de Ligas de Aluminio	37
3.2.0. 2.2		40
3.3.1.	Tratamentos Térmicos de Ligas Al-Cu Obtidos via Metalurgia Do Pó	43
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	50
4.1.	METODOLOGIA EXPERIMENTAL	50
4.2.	PRINCIPAIS MATÉRIAS PRIMAS	52
4.3.	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	52
4.4.	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	53
4.5.	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE TEÓRICAS DAS MISTURAS	55
4.6.	DETERMINAÇÃO DAS CURVAS DE COMPRESSIBILIDADE	55
4.7.	PROCEDIMENTO DE COMPACTAÇÃO	56
4.8.	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE VERDE	57
4.9.	PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	58
4.10.	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE APÓS SINTERIZAÇÃO	59
4.11.	TRATAMENTO TÉRMICO T6	59
4.12.	METALOGRAFIA	61
4.13.	MICROSCOPIA ÓTICA	62

4.14.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	62
4.15.	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X	62
4.16.	MICRODUREZA	62
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	64
5.1.	CARACTERIZAÇÃO GRANULOMÉTRICA E MORFOLÓGICA DOS PÓS	DE
AL, CU	E SN POR TÉCNICA DE MEV	64
5.2.	CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE AL. CU E SN POR DIFRAÇÃO DE	
RAIOS	X	66
5.3.	ANÁLISE DAS CURVAS DE COMPRESSIBILIDADE	68
5.3.1.	Comparativo das Curvas de Compressibilidade	69
5.4.	ANÁLISE DE DENSIDADE A VERDE DOS CORPOS DE PROVA	
COMP	ACTADOS A 200MPA	70
5 5	ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA APÓS SINTERIZAÇÃO	72
5.5.1.	Análise de Densidade Média dos Corpos de Prova Após Sinterização	
5.5.2.	Análise Comparativa dos Volumes dos CPs Antes e Após Sinterização	
5.5.3.	Análise Comparativa da Variação de Massa dos CPs Devido ao Processo de	
Sinteriza	ação	75
5.5.4.	Análise da Variação de Densidade Devido ao Processo de Sinterização	76
5.6.	ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS	77
5.6.1.	Análise de Microdureza Vickers das Amostras Sinterizadas	77
5.6.2.	Análise de Microdureza Vickers das Amostras Após Tratamento Térmico de	
Solubili	zação e Envelhecimento	79
5.7.	MICROGRAFIAS ÓTICAS APÓS SINTERIZAÇÃO E APÓS	
TRATA	MENTOS TÉRMICOS	80
5.7.1.	Misturas sem adição de Estanho	81
5.7.2.	Misturas com adição de Estanho	87
5.8.	MICROGRAFIAS EM MEV APÓS TRATAMENTO TÉRMICO	93
5.8.1.	Mistura Al-3,5Cu	94
5.8.2.	Mistura Al-4,0Cu	95
5.8.3.	Mistura AI-4,5Cu	96
5.8.4.	Mistura Al-3,5Cu-0,1Sn	97
5.8.5.	Mistura Al-4,0Cu-0,1Sn	98
5.8.6.		99
5.9.		100
5.9.1.	Misturas sem adição de Estanho	100
5.9.2.	Misturas com adição de Estanho	105

6.	CONCLUSÕES	110
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	112
REFE	RENCIAL TEÓRICO	113
REFE	RENCIAL TEÓRICO NOMINAL	113
REFE	RENCIAL TEÓRICO POR ESTRATO	119
REFE	RENCIAL TEÓRICO POR CLASSIFICAÇÃO QUALIS	119
REFE	RENCIAL TEÓRICO POR DATA DE PUBLICAÇÃO	120
APÊN	DICE A	121
A.1. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-3,5CU	121
A.2. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,0CU	122
A.3. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,5CU	123
A.4. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-3,5CU-0,1SN.	124
A.5. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,0CU-0,1SN.	125
A.6. C	URVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,5CU-0,1SN	126

1. INTRODUÇÃO

Segundo o *World Wide Found do Nature (WWF)* – Fundo Mundial para a Natureza, a humanidade consome cerca de 20% a mais de recursos naturais do que o planeta é capaz de repor, desta forma, há de se buscar um equilíbrio entre o desenvolvimento e o meio ambiente. Tendo em vista este cenário, identifica-se um momento de grande demanda de desenvolvimento de métodos de fabricação com menor impacto ambiental, assim como, ligas metálicas leves, principalmente para aplicações na indústria automotiva e aeroespacial. Este interesse baseia-se na redução de massa que por sua vez implica em sensíveis diminuições na queima de combustíveis fósseis e por consequência redução na emissão de gases poluentes na atmosfera. Segundo GÖKÇE; FINDIK; KURT, (2011) é possível diminuir o consumo de 0,3 a 0,4 litros de combustível para cada 100 km somente reduzindo a massa do veículo em 100 kg. Dentro deste contexto o Alumínio possui papel de destaque entre os metais, por se tratar de um material com alta performance que alia propriedades como densidade baixa, alta resistência mecânica, facilidade de reciclagem e preço competitivo.

O processo de Metalurgia do Pó é uma técnica de fabricação atrativa para a fabricação de componentes mecânicos com forma final ou forma muito aproximada da final, seriados com elevada qualidade mecânica e controle microestrutural. O processo é considerado ecologicamente correto por exercer menor impacto ambiental se comparado a outros processos de fabricação convencionais, devido a uma série de fatores como a melhor utilização da matéria-prima, menor custo, menor quantidade de energia utilizada e principalmente em menor tempo de processamento. É possível fabricar peças com características únicas, tais como porosidade controlada, amortecimento de vibrações, excelente acabamento superficial e excelente resistência ao desgaste devido à facilidade de se obter ligas que envolvem a combinação de materiais que seriam impossíveis de se obter por fundição ou conformação, por exemplo, metais com ponto de fusão muito diferentes, ou compósitos de metal com cerâmicas.

Entretanto, o uso do Alumínio na Metalurgia do Pó ainda continua a ser um menor participante entre o mercado global de peças obtidas via MP. As vantagens da produção e aplicação de peças sinterizadas à base de Alumínio são conhecidas desde a década de 1960, porém, devido à dificuldade da difusão, a qual, é impedida pela

formação da camada de óxido que recobre a superfície dos grãos torna a produção de peças via sinterização mais complexa do que a produção com outros materiais.

Outro fator que impede o grande avanço na produção de peças via MP é a de que atualmente as ligas comerciais, por serem desenvolvidas com base em ligas de Alumínio forjadas, não atendem as necessidades de uma extensa gama de aplicações por não possuírem propriedades mecânicas necessárias em serviço, tais como, resistência, dureza, ou retenção de propriedades em temperaturas elevadas. Desta forma se torna necessário desenvolver composições de ligas especiais para o processo de sinterização, as quais, sejam adequadas para aplicações em médias e altas tensões. Em particular ligas que devem ser passíveis de sofrer tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento.

Segundo Schaffer *et al.*, (2008) adições vestigiais de elementos químicos como In, Bi, Sb, Pb e Sn influenciam na sinterização de ligas de alumínio. Particularmente o estanho tem mostrado efeitos benéficos na sinterização de ligas AI-Cu-Mg, quando utilizado nitrogênio como atmosfera protetiva e misturas obtidas através de pós elementares. Ainda, segundo Akopyan *et al.*, (2021) conclui em seus estudos, que adições vestigiais de estanho torna os processos de precipitação em ligas AI-Cu mais eficazes, resultando em aumento da dureza de pico em cerca de 20% e diminuindo os tempos de envelhecimento de 12h para somente 2h.

Neste sentido este trabalho visa avaliar os efeitos da adição de uma pequena quantidade de Estanho, em uma mistura de Al-xCu obtida através de pós elementares, variando a composição de Cu em 3 concentrações. Têm-se por objetivos avaliar a resposta de sinterização da mistura e sua relação entre microestrutura e propriedades após tratamento térmico T6 que se constitui de uma fase de Solubilização com rápido resfriamento e posterior Envelhecimento Artificial.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVOS GERAIS

Os objetivos gerais deste trabalho compreendem avaliar a influência de estanho na sinterização e tratamento térmico da mistura Al-Cu obtida por metalurgia do pó com posterior análise da reposta a tratamento térmico de solubilização e envelhecimento T6.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar a compressibilidade das misturas.
- Realizar a caracterização das amostras em relação às dimensões, massa e a densidade, antes e após o processo de sinterização.
- Avaliar a evolução microestrutural dos corpos de prova.
- Avaliar a microdureza superficial dos corpos de prova sem tratamento térmico.
- Avaliar a microdureza superficial das amostras após tratamentos térmicos T6
- Avaliar e realizar a análise comparativa da formação e evolução de fases na microestrutura das amostras após processo de sinterização e tratamentos térmicos.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo serão apresentados os fundamentos teóricos sobre ligas de Alumínio, o processo de metalurgia do pó utilizando Alumínio como matéria prima e tratamentos térmicos após a sinterização.

3.1. LIGAS DE ALUMÍNIO

Alumínio e suas ligas caracterizam-se por possuir massa específica relativamente baixa, da ordem de 2,70 g/cm³, condutibilidades térmica e elétrica elevadas e resistência à corrosão elevada. Seu principal limitante quanto ao uso é seu baixo ponto de fusão de 660°C. (ASHKENAZI, 2019). O Alumínio de alta pureza e em estado recozido possui tensão de escoamento muito baixa, cerca de 7 a 11MPa portanto não é apropriado para aplicações onde seja submetido a altos carregamentos.(ASHKENAZI, 2019; POLMEAR *et al.*, 2017). No entanto, a resistência mecânica do Alumínio pode ser aumentada por trabalho a frio e pela adição de elementos de liga, tais como: Cu, Mg, Si, Mn e Zn, ambos processos tendem a diminuir a resistência à corrosão.(MISHRA; SIDHAR, 2017; PARVIZI; TAN; HUGHES, 2018). Na Tabela 1 são apresentadas as máximas solubilidades de elementos que podem ser adicionados ao alumínio.

Elemento	Temperatura(°C)	Solução sólida máxima (%)
Cádmio	649	0,40
Cobalto	657	<0,02
Cobre	548	5,65
Cromo	661	0,77
Germânio	424	7,20
Ferro	655	0,05
Lítio	600	4,20
Magnésio	450	17,40
Manganês	658	1,82
Níquel	640	0,04
Silício	577	1,65
Prata	566	55,60
Estanho	228	0,06
Titânio	665	1,30
Vanádio	661	0,40
Zinco	443	82,80
Zircônio	661	0,28

Tabela 1 — Máxima solubilidade de elementos de liga ao Alumínio.

Fonte: Adapatado de Polmear *et al.* (2017)

Ligas de Alumínio são divididas em duas categorias principais, sendo estas, ligas forjadas e ligas para fundição. As ligas forjadas são conformadas a quente ou frio na forma de lingotes ou de tarugos para depois serem trabalhadas mecanicamente para a forma desejada, a qual, pode ser por laminação, forjamento ou extrusão. (SANKARAN; MISHRA, 2017). Na Tabela 2 é disposto o sistema de classificação das ligas forjadas segundo a classificação proposta pela *Aluminium Association,* a qual, é seguida pela maioria dos países e referida como Sistema internacional de Designação de Ligas, de forma complementar são apresentadas as principais aplicações de cada série.

Tabela 2 — Sistema de classificação das Ligas de Alumínio trabalháveis mecanicamente por composição química e principais aplicações.

Principais elementos de Liga	Série	Principais aplicações
Alumínio ≥ 99,00%	1XXX	Contatos elétricos; Alclad; Embalagens
Cobre	2XXX	Indústria Aeronáutica; Armamentos
Manganês	3XXX	Latas de bebidas; Trocadores de calor
Silício	4XXX	Pistões forjados para motores
Magnésio	5XXX	Aplicações náuticas, vasos de pressão
Magnésio e Silício	6XXX	Componentes automotivos; Estrutural
Zinco	7XXX	Indústria aeronáutica; Armamentos
Sn; Li; Fe	8XXX	Indústria aeroespacial

Fonte: Adaptado de Aboulkhair et al., (2019)

Já as ligas fundidas são obtidas por processos variados de fundição, tais como, fundição em molde de areia verde ou fundição sob pressão na geometria mais próxima possível do produto final.(POLMEAR *et al.*, 2017). Diferentemente das ligas forjadas para as quais existe uma classificação internacional aceita pela maioria dos países, nas ligas fundidas existem diferentes sistemas de designação dependendo da região. Na Tabela 3 são apresentadas a classificação das séries fundidas segundo a *Aluminium Association*, de forma complementar são apresentadas as principais aplicações de cada série.

Principais elementos de Liga	Série	Principais aplicações
Alumínio ≥ 99,00%	1XX.X	Contatos elétricos
Cobre	2XX.X	Indústria Aeronáutica
Silício com adições de Cobre e/ou	3XX.X	Diversas
Magnésio		
Silício	4XX.X	Pistões fundidos para motores
Magnésio	5XX.X	Aplicações náuticas
Zinco com adições de Cobre e/ou	7XX.X	Industria aeronáutica
Magnésio		
Estanho	8XX.X	Ligas com baixo ponto de fusão

Tabela 3 — Sistema de classificação das Ligas de Alumínio fundidas por composição química.

Fonte: Adaptado de Vargel, (2020)

As ligas de Alumínio possuem grande variedade de aplicações nas indústrias, automotiva e aeroespacial. A combinação de características tais como: baixa densidade, alta resistência à corrosão, alta resistência específica, alta condutibilidade térmica e elétrica resultou em um rápido crescimento da utilização nas mais diversas indústrias como forma de diminuição de massa e consequente aumento da eficiência energética (ASHKENAZI, 2019; BISHOP *et al.*, 2000; DURMUŞ; MERIÇ, 2007).

Entretanto quando se trata de metalurgia do pó utilizando Alumínio como matéria prima, as ligas são divididas entre o grupo de ligas convencionais e o grupo de ligas avançadas. Cabe ressaltar que da mesma forma que as ligas fundidas, ainda não existe uma classificação internacionalmente aceita.

As ligas convencionais, caracterizam-se basicamente por possuírem composições das ligas essencialmente idênticas as ligas de Alumínio forjadas. Estas ligas representam a maior parte das ligas de Alumínio comerciais para metalurgia do pó (SCHAFFER; SERCOMBE; LUMLEY, 2001). Devido a esta falta de composição química específica para satisfazer as propriedades requeridas no processo de metalurgia do pó de Alumínio, os produtos podem apresentar respostas fracas à sinterização, bem como, propriedades mecânicas resultantes pobres (SCHAFFER, 2004). Na Tabela 4 são apresentadas as principais ligas comerciais para metalurgia do pó, segundo composição química e fabricante.

Composição das Ligas de Alumínio Comerciais para Metalurgia do Pó					
Liga	Cu	Mg	Si	Al	Fabricante
602	-	0,6	0,4	Bal	Alcoa
601	0,25	1	0,6	Bal	Alcoa
6711	0,2	1	0,8	Bal	Ampal
321	0,2	1	0,5	Bal	Eckart
AA6061	0,25	1	0,6	Bal	-
202	4	-	-	Bal	Alcoa
2712	3,8	1	0,75	Bal	Ampal
201	4,4	0,5	0,6	Bal	Alcoa
2014	4,4	0,5	0,8	Bal	Alpoco
13	4,5	0,5	0,2	Bal	Eckart
123	4,5	0,5	0,7	Bal	Eckart
AA2014	4,5	0,5	0,8	Bal	-

Tabela 4 — Ligas Convencionais comercializadas para Metalurgia do Pó de Alumínio.

Fonte: Adaptado de Schaffer (2004)

Por outro lado, as ligas avançadas são desenvolvidas especificamente para se aproveitar aspectos específicos da metalurgia do pó, tais como, compósitos de matriz metálica, ligas de Alumínio para altas temperaturas e alta resistência ao desgaste. Lentamente estas ligas estão sendo introduzidas no mercado.(ASM INTERNATIONAL, 2001c).

3.1.1. Ligas De Alumínio Cobre 2XXX

As ligas de alumínio da série 2XXX são designadas usualmente pela composição química entres os elementos alumínio e cobre com concentrações de cobre que variam entre 2 a 10%, geralmente com adição de outros elementos. Tanto as ligas de alumínio-cobre fundido como as ligas de alumínio-cobre forjado respondem bem à tratamentos térmicos de solubilização e subsequente envelhecimento, natural ou artificial. O aumento de resistência máxima se dá com a adição de cobre entre 4 e 6% em massa e tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, desta forma obtendo propriedades mecânicas que excedem as de aços de baixo carbono. Estas ligas não têm uma resistência à corrosão tão boa quanto a das outras ligas de alumínio, sendo portanto sujeitas à corrosão intergranular sob certas condições.(ASM INTERNATIONAL, 2001a)

Segundo Dursun; Soutis, (2014) as ligas alumínio-cobre são as principais ligas utilizadas em aplicações estruturais de aeronaves, primordialmente porque o principal

critério de projeto é a tolerância a danos. As ligas da série 2XXX contendo magnésio têm maior resistência ao crescimento de fissuras por fadiga em comparação a outras séries de alumínio. A liga 2024 permanece como um importante material estrutural das aeronaves devido a sua excelente tolerância a danos e alta resistência à propagação de fissuras por fadiga. É sabido que as inclusões têm efeitos substanciais sobre o surgimento e propagação de fissuras, portanto melhorias em processamento e controle têm sido aplicados de forma a reduzir impurezas, especialmente ferro e silício. Na última década foi desenvolvida a liga 2026, a qual baseia-se na 2024, porém contém menor nível de impurezas de ferro e silício além de uma pequena quantidade de zircônio com a finalidade de inibir a recristalização, como resultado obteve-se maior resistência à tração, melhor desempenho em fadiga e maior resistência à fratura quando comparada à liga 2024.

O sistema Al-Cu, é historicamente a mais estudada liga de alumínio endurecida por solubilização e envelhecimento, segundo Poznak; Freiberg; Sanders, (2018) os primeiros esforços em relação à diminuição de peso das carrocerias automotivas resultaram no desenvolvimento de diversas ligas da série 2XXX, as quais, foram usadas com a finalidade de substituir os painéis e peças estruturais fabricados em aço. Estas ligas foram baseadas nas ligas de alta resistência 2014 e 2024, entretanto, o teor de cobre foi reduzido significantemente para que fosse possível alcançar os requisitos de formabilidade requeridos.

Ainda segundo Ashkenazi, (2019) as ligas da família 2XXX normalmente são produzidas na forma de perfis, placas e tubos, tendo como principais aplicações a indústria aeronáutica utilizando-se uniões rebitadas devido à baixa soldabilidade. Além disso é essencial a proteção quando os produtos são utilizados em ambientes agressivos devido a menor resistência à corrosão quando comparada à outras séries.

Nas décadas de 80 e 90 diversos engenheiros e pesquisadores já estavam colocando esforços para a melhoria de certas propriedades mecânicas da série 2XXX Bekheet et al., (2002) em seus estudos buscaram investigar a dureza e a resistência à fadiga de compósitos de matriz metálica de alumínio 2024 reforçados com concentrações de SiC variando entre 0, 5, 10, 20 e 30%. Como resultados puderam concluir que a presença de partículas de SiC causam refino de grão na estrutura da matriz, houve aumento de dureza devido a adição de SiC, o tempo para atingir a máxima dureza durante envelhecimento artificial foi reduzido significativamente com

 aumento da concentração de carbeto de silício e um aumento de aproximadamente100% no limite de fadiga foi alcançado com adição de 5% em peso de SiC em relação à liga 2024 sem reforço.

3.2. METALURGIA DO PÓ PARA PRODUÇÃO DE PEÇAS DE ALUMÍNIO

O processo de metalurgia do pó, frequentemente designado somente pela sigla MP (Metalurgia do Pó) corresponde à técnica de fabricação que envolve a compactação de pós, seguida por um tratamento térmico de forma a produzir uma peça com propriedades praticamente equivalentes às do material de origem completamente denso. Peças mecânicas que requerem tolerâncias dimensionais elevadas, como por exemplo, buchas e engrenagens podem ser economicamente produzidas utilizando-se desta técnica.(CALLISTER; RETHWISCH, 2010). Porém as densidades obtidas nas peças produzidas por metalurgia do pó sempre serão menores dos que os valores teóricos dos mesmos elementos, devido a presença de micro poros na estrutura. Estes micro poros são também locais de origem de fissuras durante o serviço.(ASHKENAZI, 2019; CHANDRAMOULI et al., 2007). Segundo Deng et al., (2018), a densidade dos sinterizados é um dos principais determinantes das propriedades mecânicas das peças produzidas via metalurgia do pó. Um aumento na porosidade de 0 a 5% resulta em uma diminuição da resistência à tração de cerca de 35%, outras propriedades como ductibilidade e resistência à fadiga também são influenciadas pela porosidade das peças.

A metalurgia do pó é um dos métodos de fabricação de peças de metal com microestrutura uniforme e fina, este é um método de fabricação que permite a combinação de diferentes tipos de materiais para a produção de ligas e compósitos com propriedades únicas. Alguns materiais, tais como: cerâmicas de alta temperatura, polímeros, ligas de aço com Cobre, metais refratários e cermets só podem ser produzidos através desta técnica (GÖKÇE; FINDIK; KURT, 2013). Com o resultado de mais de 70% da produção de peças produzidas via metalurgia do pó, o setor automotivo é de longe o maior cliente deste método de fabricação, mais especificamente para peças usadas em motores de combustão interna, caixas de câmbio e aplicações em chassis, como exemplo mostrado na Figura 1. (RAMAKRISHNAN, 2013)



Figura 1 — Mancais de comando de válvulas produzidos via Metalurgia do Pó de Alumínio.

Fonte: Lall, (2017)

Peças de Alumínio obtidas via metalurgia do pó são utilizadas em número crescente de aplicações. Mercados que indicam evidentes potenciais de crescimento incluem componentes automotivos, componentes aeroespaciais e ferramental elétrico. Peças de Alumínio sinterizado são competitivos com muitas peças obtidas por exemplo por fundição e extrusão, os quais, requerem operações de acabamento dispendiosas e demoradas. Além disso a tecnologia da metalurgia do pó produz microestruturas mais refinadas em comparação com as obtidas por fundição e lingotamento.(ASM INTERNATIONAL, 2001c).

Portanto, diversos autores afirmam que a técnica de prensagem e sinterização de Alumínio é a única técnica efetivamente econômica de produção "net shape" ou "near net shape" de peças complexas em Alumínio. Além disso, os produtos da metalurgia do pó destacam-se também por sua leveza, boa resistência à corrosão, alta resistência térmica, e excelente resposta a uma variedade de processos de acabamento, desta forma possuem largo espectro de utilização, que vai desde peças precisão em miniatura a aplicações em automóveis ou máguinas de agrícolas.(ASHKENAZI, 2019). No entanto, o Alumínio continua a ser um participante de menor importância no mercado global da metalurgia do pó. As ligas de metalurgia do pó não atendem às necessidades de uma gama expandida de aplicações por não possuírem o módulo de elasticidade, a resistência ao desgaste ou retenção de propriedades em altas temperaturas. Embora essas limitações sejam conhecidas, o progresso tem sido lento. É necessário desenvolver ligas que sejam adequadas para aplicações sujeitas a médias a altas tensões. Em particular os tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento pós sinterização, devem ser explorados como fator chave de desenvolvimento de elevados níveis de propriedades mecânicas. (QIAN; SCHAFFER, 2011). Na Figura 2 é apresentado um fluxograma característico para os processos de metalurgia do pó.



Figura 2 — Fluxograma dos processos de Metalurgia do Pó convencional

Fonte: Adaptado de ASM INTERNATIONAL (2001a)

3.2.1. Produção, Mistura e Homogeneização dos Pós

Praticamente todos materiais podem ser transformados em pó através de um ou mais processos produtivos.(UPADHYAYA, 2014). Pós metálicos podem ser produzidos por três métodos distintos: métodos mecânicos, métodos químicos e métodos físicos.

> Dentre os mecânicos destacam-se a moagem e a quebra do material sólido realizadas em moinhos, no entanto, são muito pouco utilizados devido à baixa produtividade e inerente contaminação gerada pelo atrito entre as partes do metal e do moinho.

- Dentre os métodos químicos a redução de óxidos, como exemplo podemos citar a produção de pós de Ferro, cromo e níquel na qual, os minérios passam por processo de moagem até a granulometria desejada e então são submetidos a um processo de redução na presença de carbono.
- Dentre os processos físicos destaca-se o processo eletrolítico, no qual o metal é depositado em um cátodo através da ação de uma corrente impressa em um eletrólito. Este processo resulta em materiais particulados mais puros, porém com menor produtividade e maior valor. Também se destaca neste grupo o processo de obtenção de pós via atomização.

Os métodos mais adequados para a produção do pó possuem relação direta com a taxa de produção necessária, as características físicas e químicas necessárias ao produto. (ASM INTERNATIONAL, 2001c)

Segundo Gopienko (2019) a atomização é o processo mais utilizado na cadeia produtiva dos pós de Alumínio e suas ligas. Neste processo, o Alumínio é fundido, caso seja um pó de liga de Alumínio é feita a mistura com os elementos de liga, logo após é pulverizado através de um bico para formar um fluxo de partículas muito finas, da ordem dos micrometros, que são rapidamente resfriadas, na maioria das vezes por um gás em expansão. O ar comprimido é utilizado como gás de atomização na maioria das aplicações, entretanto gases inertes como nitrogênio, argônio e hélio têm sido utilizados em aplicações especiais.

A qualidade da compactação e consequente densificação depende diretamente da variabilidade do pó que vai ser utilizado. É de suma importância que estes pós contenham características controladas de morfologia, dimensão de partícula, escoabilidade e superfície livre apropriadas, tendo em vista, a otimização de recursos, redução de energia na produção e repetibilidade. Ter um pó de alta qualidade é fundamental para se obter um compactado verde com características otimizadas resultando em um produto sinterizado que além de atender as características desejadas apresente baixo custo de produção. Ligas obtidas de pós elementares possuem maior facilidade de compactação, necessitando menores tensões quando comparadas com as mesmas ligas obtidas de pós pré-ligados,

resultando em maiores densidades relativas e maior resistência do compactado verde em corpos de prova constituídos de pós elementares. (ASM INTERNATIONAL, 2001c)

Partículas de elementos de liga com granulometria fina segundo Lumley; Schaffer, (1998) muitas vezes têm características de sinterização vantajosas devido à alta relação entre área superficial e volume, característica essa que aumenta a força motriz de sinterização, além de o elemento de apresentar-se mais bem distribuído por todo compactado. As partículas de aditivos finos também deixam poros secundários menores em sistemas de sinterização com fase líquida transiente.

3.2.2. Compactação dos Pós

Outra etapa muito importante no processo consiste na compactação, pois é a partir dela que ocorre a densificação da massa de pó dos materiais que se deseja fabricar, ou seja, é nesta etapa que se obtém a forma final do produto. (THÜMMLER; OBERACKER, 1993). A tensão de compactação e a ductibilidade dos pós utilizados tem influência direta tanto na densidade verde quanto na densidade final alcançada. Dentre as diversas técnicas utilizadas para a conformação dos pós, pode-se citar: compactação uniaxial a frio, compactação uniaxial a quente, compactação isostática. injeção de pós, laminação de pós e extrusão de pós. (QIAN; SCHAFFER, 2011). Na Figura 3 apresenta-se a sequência de compactação em ferramental de simples e de dupla ação.



Figura 3 — Sequência de Compactação utilizando ferramentas uniaxiais.

Fonte: Adaptado de Upadhyaya (2014)

O material prensado na compactação chama-se compactado verde e é originado pela interação mecânica que ocorre entre as irregularidades das superfícies das partículas. Um aumento da pressão de compactação ou um aumento da rugosidade superficial das partículas tende a gerar maior resistência mecânica devido a maior área de interação entre partículas(QIAN; SCHAFFER, 2011). Essa resistência mecânica tende a induzir propriedades anisotrópicas nos compactados, devido aos gradientes de densidade que são formados no compactado. Esse gradiente possui relação direta com o fator altura/diâmetro da peça é maior do que 2, ou seja, quanto mais alongadas as peças, maior a tendência de ocorrer este fenômeno.(THÜMMLER; OBERACKER, 1993). A seguir, na Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do gradiente de densidade e linha neutra. são apresentados desenhos esquemáticos demonstrando a formação da linha neutra na compactação simples e na compactação em dupla ação.

Figura 4 — Representação do processo de compactação e formação do gradiente de densidade e linha neutra.





Fonte: Adaptado de Thümmler; Oberacker, (1993)

Entretanto, esse problema pode ser significativamente reduzido se for realizada compactação em ferramental de dupla ação, visto que na compactação em ação simples, a densidade decresce a partir do topo até a base do compactado, enquanto que na de dupla ação a tensão de compactação é simétrica a ação transversal do compactado verde. (THÜMMLER; OBERACKER, 1993)

Para reduzir a ação do atrito entre os componentes do molde e entre o molde e o material compactado frequentemente se utilizam de lubrificantes sólidos misturados ao pó em concentrações da ordem de 0,5 a 1,5% em massa. Este lubrificante deve ser removido antes da sinterização em uma operação de préaquecimento citada na literatura como *"burn-off"* ou *"dewaxing"*.(HUO *et al.*, 2010)

Uma característica ímpar e extremamente vantajosa do pó de Alumínio é a sua excelente compressibilidade, ou seja, com tensões compressivas relativamente baixas (165MPa) é possível obter compactados verdes com valores que excedem os 90% da densidade teórica do material, enquanto que para atingir-se uma densidade semelhante em um material ferroso é necessário pressão na casa de 700 MPa. Isto permite que sejam utilizados equipamentos e moldes menos robustos, diminuindo o custo da operação.(HUO *et al.*, 2010)

Diversos autores tais como özay; Gencer; Gökçe, (2018) Ibrahim; Bishop; Kipouros, (2015) Gökçe; Findik; Kurt, (2013) Showaiter; Youseffi, (2008), Enneti et al., (2013), Min et al., (2006) obtiveram resultados de compactação muito semelhantes aos encontrados na Figura 5 em seus estudos. Estes resultados evidenciam que pressões de compactação a ordem de 200 MPa já se obtém valores acima de 90% de densidade teórica e para tensões de compactação acima de 400 MPa não acarretam em aumento significativo da densidade relativa do compactado verde. Figura 5 — Comparação da diferença de compressibilidade entre pós de Ligas de Alumínio e Aço Inoxidável 316.



Fonte: Huo et al., (2010)

3.2.3. Lubrificantes Utilizados na Metalurgia do Pó de Ligas de Alumínio

Pós metálicos frequentemente são combinados com adições de menos de 1% em massa de aditivos orgânicos com função lubrificante nos processos de MP. Segundo Enneti *et al.*(2013) os lubrificantes desempenham papel importante no êxito da fabricação de peças por MP, pois, melhoram o fluxo dos pós metálicos, reduz o atrito e prolonga a vida útil das ferramentas durante o processo de compactação. Além disso, um dos maiores benefícios do uso dos aditivos lubrificantes consiste na redução das pressões necessárias para o processo de ejeção das peças já compactadas do molde. Entretanto a utilização de quantidades excessivas tende a resultar em menor densidade dos compactados verdes além de aumento no custo de fabricação devido ao aumento no tempo de remoção da quantidade adicional de lubrificante.

Ainda segundo Enneti; German; Atre (2017) a adição de lubrificantes é fundamental para aumentar a eficiência e qualidade final da peça e embora haja boa compreensão da importância da utilização de lubrificante durante a fase de compactação ainda há pouca informação e compreensão sobre a inter-relação entre a quantidade de lubrificantes e geometria das peças compactadas, visto que, cada vez mais a ejeção se torna um processo crítico devido ao crescente aumento da complexidade da geometria das peças.

Segundo Lefebvre; Thomas; White, (2002) os lubrificantes convencionais quando adicionados aos pós de Alumínio e suas ligas para sinterização, geralmente resultam em diminuição da resistência a verde o que pode vir a resultar em defeitos como formação de fissuras, laminação, quebra das bordas e até mesmo quebra das peças antes da sinterização. Além disso, caso o lubrificante deixe produtos residuais quem impeçam a formação de boas ligações metalúrgicas após o *"Dewaxing"* (processo de queima do lubrificante) as propriedades finais das peças também podem ser reduzidas. Por este motivo o lubrificante deve ser eliminado de forma limpa a temperaturas que não ultrapassem os 420°C para evitar a reação dos produtos de decomposição com a matriz de Al durante a sinterização, além disso, a queima do lubrificante matmosfera oxidante.

Os estearatos metálicos, os quais, são amplamente utilizados para produção de peças de ligas ferrosas não são geralmente utilizados para a fabricação de peças de ligas de alumínio. Geralmente utilizam-se das ceras amidas sintéticas, como a bisstearamida de etileno (EBS), visto que possuem boas características lubrificantes e podem ser efetivamente combustas a baixas temperaturas. Os lubrificantes de cera de polietileno (PE) também são utilizados com resultados positivos. Estes lubrificantes são capazes de produzir peças com valores de resistência a verde maiores do que quando se utilizam ceras amidas sintéticas convencionais. Os lubrificantes com cera de polietileno podem ser decomposto de forma limpa a baixa temperatura e seus impactos negativos nas propriedades sinterizadas dos materiais são mínimos se as amostras forem processadas adequadamente.(LEFEBVRE; THOMAS; WHITE, 2002; QIAN; SCHAFFER, 2011)

Segundo Qian; Schaffer, (2011) a utilização de lubrificante deve ser reduzida ao mínimo, o que depende da dimensão das partículas e da distribuição granulométrica do pó de alumínio, bem como, da dimensão e da geometria das peças. Atualmente a bisstearamida de etileno (EBS) continua a ser o principal lubrificante utilizado na metalurgia do pó de alumínio, com adições na faixa entre 1,2 a 1,5% em peso. É de suma importância uma remoção completa do lubrificante antes da sinterização, normalmente a temperaturas da ordem de 343 a 427°C durante 15 a 20 minutos.

3.2.4. Influência dos Elementos de Liga na Metalurgia do Pó de Alumínio

O Cobre é um dos principais elementos de liga utilizados junto ao Alumínio, em grande parte devido a substancial resposta de endurecimento por envelhecimento da liga Al-Cu. Segundo Schaffer; Sercombe; Lumley, (2001) no processo de sinterização o Cobre apresenta duas características ideais: há uma única fase líquida, na qual, o Alumínio é continuamente solúvel e a solubilidade máxima do Cobre no Alumínio é de 5,65% a 548°C. No entanto, o ponto de fusão do Cobre (1085°C) é quase o dobro do Alumínio. A fase líquida forma-se devido a um eutético que se forma entre Al e Al₂Cu a 548°C. O maior problema deste sistema é que a difusividade do Cobre no Alumínio é quase 5000 vezes mais rápida do que a do Alumínio no Cobre. Esta diferença de difusão do Cobre no Alumínio aumenta a taxa de homogeneização, porém causa expansão através do efeito Kirkendall. Portanto pode-se observar que a sinterização da liga Al-Cu é fortemente dependente de variáveis do processo, particularmente do tamanho das partículas de Cobre bem como da taxa de aquecimento.

Talvez uma das únicas ligas que exiba todas características de um sistema de sinterização com fase líquida ideal seja o Al-Sn. O ponto de fusão do Estanho (232°C) é muito inferior ao do Alumínio e não existe formação de fases intermetálicas. Estanho possui moderada solubilidade em Alumínio sólido, enquanto o Alumínio é completamente solúvel em Estanho líquido e não forma líquidos imiscíveis. A difusividade de Al na fase líquida de Sn é mais rápida que a difusividade de Cu ou Zn no líquido Sn. Na presença de Mg o Sn é um eficaz auxiliar de sinterização. A uma concentração de Estanho de 8%, a densidade de uma liga Al-Sn-Mg aproxima-se de 99% da densidade teórica, mesmo em situações de sinterização por gravidade, na qual não se utiliza de compactação. Isso facilita a fabricação de formas livres bem como prototipagem rápida. Contudo as propriedades mecânicas do sistema AI-Sn são baixas porque o Estanho não proporciona muito endurecimento.(SCHAFFER; SERCOMBE; LUMLEY, 2001). Quantidades residuais de Sn na faixa de 0,1% compactado a tensões da ordem de 200 MPa auxiliam a sinterização com fase líquida do Alumínio sob atmosfera de nitrogênio, porém dificultam a sinterização quando é utilizado o gás argônio.(HUO et al., 2010; ÖZAY; GENCER; GÖKÇE, 2018)

O Silício é uma impureza inerente ao processo de produção do Alumínio embora seja também muito utilizado em ligas de Al, por se tratar de um elemento de baixo custo e que melhora diversas propriedades, como: aumento da fluidez, melhor
usinabilidade, resistência à corrosão, baixo coeficiente de expansão térmica e boa resistência à abrasão. Na MP altos teores de Si em partículas de tamanho reduzido são elementos chave para a fabricação de peças que necessitam de resistência ao desgaste elevada.(MOSHER *et al.*, 2012)

Nas ligas de Al o Ferro é uma impureza comum e proveniente de diversas fontes, ainda não existe um processo economicamente viável para a remoção total do Ferro. O principal motivo para que o Ferro seja indesejável nas ligas de Al deve-se a maior formação de intermetálicos, os quais, diminuem drasticamente a ductibilidade das ligas devido à maior facilidade da propagação de trincas. Altos teores de Fe como impureza nos pós para sinterização também podem ser responsáveis pelo aumento da densidade de porosidades na peça.(TAYLOR, 2004)

O Magnésio por possuir menor energia livre de formação em relação a alumina, é capaz de reduzir parcialmente a camada de óxido quando aquecido a temperaturas acima de 500°C através da reação de redução (3.1):

$$4Al_2O_3 + 3Mg \rightarrow 3MgAl_2O_4 + 2Al \tag{3.1}$$

Uma concentração de apenas 0,15% Mg em peso já é capaz de formar a reação de redução e causar a quebra da camada de Al₂O₃ expondo o metal adjacente e consequentemente facilitando a sinterização. Porém ao mesmo tempo que o Magnésio se comporta como um elemento ativo, este torna-se dispensável em condições de baixa densidade verde seguido de sinterização sob atmosfera rica em gás nitrogênio. (SCHAFFER; HALL, 2002). A concentração ótima de Mg situa-se entre 0,1 e 1,0% em massa, para ligas binárias Al-Mg, a depender do tamanho de partícula de Al. Para concentrações maiores que a crítica a densidade pós sinterização tende a diminuir.(HUO *et al.*, 2010; KENT; DRENNAN; SCHAFFER, 2011)

3.2.5. Processo de Sinterização de Ligas de Alumínio

Na Metalurgia do Pó convencional existem dois tipos de mecanismos de sinterização, dos quais:

- Sinterização em Estado Sólido (Solid State Sintering) e
- Sinterização em Estado Líquido (Liquid Phase Sintering LPS).

Através da sinterização em estado sólido é possível se obter um produto com porosidade sob controle.(HUO *et al.*, 2010). No entanto a sinterização com fase líquida, apresenta uma séries de vantagens frente a sinterização em estado sólido das quais: elevados valores de densidade, boas propriedades mecânicas, rápida densificação, e uniformidade no desempenho dos produtos.(QIAN; SCHAFFER, 2011)

Os sistemas de sinterização com fase líquida podem ser categorizados pela quantidade ou pela forma como o líquido se forma:

Em LPS Transiente, o elemento de liga é totalmente solubilizado no metal de base. O conteúdo líquido é reduzido a zero durante a sinterização.(HUO *et al.*, 2010). Segundo Lumley; Schaffer, (1996) quantidade de líquido formada em sistemas transientes depende diretamente das condições de processo, tais como, taxa de aquecimento, temperatura de sinterização final, pressão de compactação, atmosfera de sinterização, níveis de impureza e características do pó. Estas implicam no aumento da complexibilidade do processo, e se não forem otimizadas, a fase líquida pode ser significativamente suprimida, reduzindo as propriedades do produto.

Já no processo de sinterização com líquido persistente, alguma fração de líquido permanece presente em toda a etapa de sinterização.(HUO *et al.*, 2010)

Na SLPS (*Super Solidus Liquid Phase*) o líquido se forma devido a temperatura de sinterização ocorrer acima da linha "*Solidus*" para o pó pré-ligado. Já no processo de sinterização reativa a formação da fase líquida ocorre devido a reações exotérmicas entre os pós dissimilares. (HUO *et al.*, 2010)

Segundo os autores Martín; Castro (2003) e Schaffer; Sercombe; Lumley, (2001) o processo de sinterização das ligas de Alumínio somente é bem sucedido com a formação de fase líquida capaz de perturbar a película extremamente estável de óxido de alumínio que recobre as partículas. Esta fase líquida deve ser capaz de penetrar através das descontinuidades criadas durante o processo de compactação, por conseguinte, levando a formação de pescoços entre as partículas de pó adjacentes.

Quando o líquido se forma na LPS, o líquido formado substitui a interface sólidovapor até então existente por interfaces sólido-líquido-vapor. A solubilidade dos constituintes influencia a interação e o fluxo de massa, desta forma, definindo o comportamento durante a sinterização quanto a contração ou expansão. Sinterizações que envolvem contração são relativas a interações com baixa solubilidade do líquido no sólido e elevada solubilidade do sólido no líquido, enquanto que quando a solubilidade do líquido no sólido for alta e a solubilidade do sólido no líquido no sólido for alta e a solubilidade do sólido no líquido no sólido for baixa é favorecida a expansão e a presença de fase líquida transiente, tal como, mostrado na Figura 6. (GERMAN; SURI; PARK, 2009)





Fonte: Adaptado de German; Suri; Park, (2009)

Em seus estudos Ibrahim; Bishop; Kipouros, (2015). Indicam que ao projetarse ligas de Al para sinterização deve-se levar em conta a concentração dos elementos de liga pois estes não só influenciam as propriedades mecânicas do produto sinterizado, mas também, têm impacto acentuado no comportamento durante sinterização. Muitos elementos têm sido estudados nesse sentido, incluindo Cu, Zn e Mg, esses elementos são conhecidos por sua capacidade de formar fase líquida e, desta forma, melhorar o comportamento de sinterização.(IBRAHIM; BISHOP; KIPOUROS, 2015)

A escolha da temperatura e do tempo de sinterização baseiam-se na composição da liga de alumínio, no mecanismo de sinterização bem como, da maior espessura da peça a ser sinterizada. Os tempos podem variar de poucos minutos até a algumas horas. Temperaturas típicas de sinterização estão na faixa de 595°C a 625°C.(QIAN; SCHAFFER, 2011). Nos processos com fase líquida a taxa de

transporte de massa é muito mais rápida do que ocorre na sinterização em estado sólido, em certos casos obtêm-se taxas de densificação muito próximas à plena em tempos tão curtos quanto 15 minutos. (IBRAHIM; BISHOP; KIPOUROS, 2015).

3.2.6. Influência da Atmosfera de Sinterização na Sinterização no Alumínio

As peças produzidas via MP podem ser sinterizadas sob diversas atmosferas protetoras, tais como: nitrogênio, amônia dissociada, hidrogênio, argônio e vácuo. (NEIKOV, 2019). Na produção de sinterizados de ligas Alumínio, destacam-se as atmosferas ricas em Nitrogênio de alta pureza e Argônio. No entanto o Nitrogênio é preferível por apresentar de maneira consistente os maiores valores de dureza e resistência após sinterização. Normalmente para a sinterização de ligas de Alumínio com atmosfera de proteção utilizam-se temperaturas de -40 a -50°C do ponto de orvalho.(ASM INTERNATIONAL, 2001c; NEIKOV, 2019)

Segundo PIECZONKA *et al.*, (2008) o desenvolvimento industrial da tecnologia de sinterização do pó de Alumínio é impedida pela camada estável de alumina Al₂O₃ nas superfície dos grãos, a qual não é possível ser reduzida durante o processo de sinterização convencional. Pesquisas indicam que atmosferas ricas em nitrogênio puro e suficientemente seco são capazes de reduzir a camada de óxido de Alumínio que envolve os grãos, desta forma, Alumínio metálico pode reagir diretamente com nitrogênio gasoso, gerando nitreto de Alumínio segundo a reação (3.2).

$$Al_2O_3 + N_2 \rightarrow 2AlN(s) + \frac{3}{2}O_2$$
 (3.2)

Em seus estudos SCHAFFER; HALL, (2002) apontam que a sinterização utilizando Argônio somente ocorre quando são utilizados grandes valores de densidade verde aliados a adição de Magnésio como elemento de liga, desta forma mostrando-se uma atmosfera menos efetiva do que a utilizando nitrogênio, a qual, foi efetiva em todas condições de densidade verde estudadas.

Já a sinterização sob vácuo resulta em uma microestrutura com maior presença de poros, de diversos tamanhos, inclusive uma excessiva quantidade de porosidade residual nos contornos de grão, enquanto que sob atmosfera de nitrogênio puro, obtém-se poros menores e distribuídos mais uniformemente. Por comparação direta, a sinterização sob nitrogênio resulta em melhores propriedades mecânicas do que os sinterizados sob vácuo para a liga 6061. (SHOWAITER; YOUSEFFI, 2008) De forma semelhante as atmosferas ricas em Hidrogênio não se mostram efetivas para a produção de sinterizados de Alumínio.(SCHAFFER *et al.*, 2006)

3.3. TRATAMENTO TÉRMICO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO-COBRE

Os tratamentos térmicos baseiam-se em processos de aquecimento e resfriamento sob condições controladas, os quais, têm por objetivo, modificar as propriedades mecânicas, a estrutura metalúrgica ou o estado de tensões residual de um produto metálico. Desta forma é possível adequar os materiais para cada aplicação, sem que os custos aumentem de forma pronunciada. Quando o termo é aplicado a ligas de Alumínio, seu uso frequentemente se restringe às operações específicas empregadas como forma de aumentar a resistência e dureza por precipitação. (KHAN *et al.*, 2019)

Com a adição de elementos de Liga as séries de ligas forjadas 2XXX, 6XXX, 7XXX e mais recentemente as 8XXX são suscetíveis ao tratamento térmico de solubilização e envelhecimento. Primeiramente o tratamento térmico de solubilização é conduzido a temperaturas acima de 450°C por tempo suficiente para dissolver as fases na matriz de Alumínio, seguido de resfriamento em um meio com taxa de resfriamento suficiente para obter-se uma solução sólida supersaturada em temperatura ambiente. Finalmente é conduzido o envelhecimento à temperatura ambiente ou a temperaturas elevadas por certo período de tempo com o objetivo de promover a precipitação de elementos endurecedores altamente coerentes e finamente dispersos na matriz.(SHA; MARCEAU; RINGER, 2010)

Foi adotado um sistema de nomenclatura dos tratamentos térmicos para especificar as propriedades mecânicas de uma liga e os tratamentos térmicos utilizados para obter essas propriedades. Esta possui a forma de letras e dígitos e é adicionada como sufixo ao número da liga, sendo separado por um hífen.(RASHED; BAZLUR RASHID, 2016). As condições, tais como, tempo temperatura e taxa de resfriamento utilizadas para produzir determinadas propriedades em uma liga podem diferir das condições utilizadas para produzir a mesma têmpera em outra liga.(ASM INTERNATIONAL, 2001b) O sistema mostrado na Tabela 5 é utilizado para ligas de Alumínio trabalháveis segue o padrão "ABNT NBR NM ISO 2107:2008, Alumínio e suas ligas - Produtos trabalháveis - Designações das têmperas".

Tabela 5 — Sistema de designação dos tratamentos térmicos para Alumínios Forjados.

Código	Definição
F	Como fabricado (Resistência variável)
0	Recozido (Menor resistência)
W	Solubilizado e estocado
T1	Resfriado de um processo de conformação em alta temperatura e envelhecido naturalmente até uma condição estável.
T2	Restriado de um processo de conformação em alta temperatura, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente até uma condição estável.
Т3	Solubilizado, trabalhado a frio e envelhecido naturalmente até uma condição estável.
T4	Solubilizado, envelhecido naturalmente até uma condição estável.
T5	Resfriado de um processo de conformação em alta temperatura e envelhecido artificialmente.
Т6	Solubilizado e envelhecido artificialmente.
Τ7	Solubilizado e super-envelhecido.
Т8	Solubilizado, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente.
Т9	Solubilizado, envelhecido artificialmente e posteriormente trabalhado a frio.
T10	Resfriado de um processo de conformação em alta temperatura, trabalhado a frio e envelhecido artificialmente.

Fonte: Adaptado de Rashed; Bazlur Rashid (2016)

Já as designações de tratamentos térmicos utilizados em peças produzidas via Metalurgia do Pó são um pouco diferentes das designações utilizadas para ligas forjadas. As classificações segundo Hatch (2000) são as apresentadas na Tabela 6.

Código	Definição
T1	Como Sinterizado
T2	Conformado a frio após Sinterização
T4	Tratamento térmico de solubilização, envelhecido naturalmente por no mínimo quatro dias à temperatura ambiente
T6	Tratamento térmico de solubilização, envelhecido artificialmente
	Eanto: Adaptado do Hatab (2000). Tatton: Maakanzia (2002)

Tabela 6 — Sistema de designação dos tratamentos térmicos para Alumínios Sinterizados.

Fonte: Adaptado de Hatch (2000), Totten; Mackenzie (2003)

3.3.1. Tratamentos Térmicos de Ligas Al-Cu Obtidos via Metalurgia Do Pó

Segundo (UPADHYAYA, 2014) a resposta de um metal ao tratamento térmico depende da sua condutividade térmica que, por sua vez, depende da área superficial. Em peças obtidas via metalurgia do pó com baixas densidades, a lenta remoção de calor devido à porosidade tende a diminuir a temperabilidade em peças de aço SAE1080.

Apesar da porosidade inerente dos processos convencionais da MP de alumínio, as respostas aos tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificiais mostram-se comparáveis às respostas obtidas em ligas para forjamento similares. Entretanto existe uma relação direta entre densidade do sinterizado com a dureza final pós tratamento térmico(DURMUŞ; MERIÇ, 2007).

Em seus estudos (MARTÍN; CASTRO, 2003) analisaram 4 ligas de alumínio comerciais como mostra a Tabela 7.

Material	Cu (wt%)	Mg(wt%)	Si(wt%)	Zn(wt%)	Wax(wt%)	Al(wt%)	TD (g/cm³)
EA123	4,40	0,50	0,70	-	1,50	Balance	2,78
EA13	4,50	0,50	0,20	-	1,50	Balance	2,78
EA321	0,20	1,00	0,50	-	1,50	Balance	2,69
EA431	1,60	2,50	-	5,50	1,00	Balance	2,79

Tabela 7 — Composições químicas e densidades teóricas.

Fonte: Adaptado de Martín; Castro (2003)

Variando-se diversas variáveis no processo de sinterização, tais como: temperatura de sinterização, tempo de sinterização, atmosfera protetiva, taxa de aquecimento. Mais além foram realizados tratamentos de solubilização e envelhecimento artificial nos corpos de prova com variação de parâmetros de

envelhecimento, como, temperatura e tempo. Como resultados foram relatados notórios aumentos de dureza para todas as ligas e condições de sinterização prévias, conforme Figura 7.



Figura 7 — Dureza após tratamento térmico T6 em função da temperatura e tempo de envelhecimento: (A) EA123, (B) EA13, (C) EA321 e (D) EA431.

Fonte: Martín; Castro (2003)

Já KENT; SCHAFFER; DRENNAN, (2005) relatam que a liga pré-misturada, Al-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si, com e sem a adição de 0,1 wt% de Sn respondeu bem aos tratamentos de envelhecimento tanto natural (T4) quando artificial (T6) obtendo-se comportamento comparável à liga forjada cognata, conforme Figura 8. Os autores relatam inclusive que a porosidade dos sinterizados não influenciou de forma significativa a cinética da precipitação durante o envelhecimento artificial. Figura 8 — Evolução temporal das curvas de envelhecimento da liga Al-3,8Cu-1,0Mg-0,70Si,-0,1Sn sob diferentes temperaturas.



Fonte: Adaptado de kent; Schaffer; Drennan, (2005)

A liga Al–2,3Cu–1,6Mg–0,2Sn responde satisfatoriamente ao tratamento térmico para aumento de resistência T6, atingindo valores de resistência da ordem de 347MPa com os seguintes parâmetros de processo: solubilização a 530°C, resfriamento em água, e envelhecimento fixando-se a temperatura em 200°C e variando-se o tempo, como forma de observar-se a evolução temporal do envelhecimento. Segundo os autores COOKE *et al.*, (2012) a resposta ótima de dureza ocorreu para o tempo de 20 horas de envelhecimento da liga na temperatura estipulada, como mostrado na Figura 9. A partir deste tempo observou-se diminuição da dureza devido ao coalescimento dos precipitados.

Figura 9 — Curva de endurecimento por envelhecimento artificial a 200°C para a liga Al–2,3Cu– 1,6Mg–0,2Sn.



Fonte: Adaptado de Cooke et al., (2012)

Gökçe; Findik; Kurt, (2013) estudaram o efeito da adição de 0,5; 1,0 e 2,0 wt% de Magnésio sobre o comportamento de envelhecimento de uma liga Al4Cu prémisturada. Após a sinterização os corpos de prova passaram por processo de solubilização a 548°C e resfriamento em água seguido de tratamento de envelhecimento artificial a 180°C e os tempos variaram entre 6 e 48 horas. Como apresentado na Figura 8 torna-se evidente o ganho de dureza e por consequência, resistência mecânica para a liga binária Al4Cu, porém com a adição de pequenas frações de Mg o aumento de dureza ocorreu de forma mais pronunciada para todas as faixas de tratamento térmico. Pode-se também evidenciar o fato de que para 24 horas de envelhecimento a 180°C obteve-se os maiores incrementos de dureza para todas as faixas de concentração de Mg, porém para 48 horas de envelhecimento notou-se decréscimo nos valores de dureza, evidenciando fenômeno de super envelhecimento da liga. Os resultados do estudos de Gökçe; Findik; Kurt, (2013) são mostrados na Figura 10.

Figura 10 — Valores de dureza sob diferentes concentrações de Mg e diferentes condições de tratamento térmico.



Fonte: Adaptado de Gökçe; Findik; Kurt, (2013)

Durmuş; Meriç, (2007) analisaram o comportamento de endurecimento devido a tratamento térmico de solubilização e envelhecimento de uma liga AA2014, analisando a microdureza em microdurômetro Vickers além de microscopia ótica. Todos os corpos de prova foram compactados com tensão de 600MPa, variando-se as temperaturas durante o processo de sinterização em 600 \pm 5°C; 610 \pm 5°C e 620 \pm 5°C. Todos os corpos de prova foram solubilizados a temperatura de 510 \pm 5°C e a seguir passaram por processo de envelhecimento à temperatura ambiente; 150 \pm 5°C e 200 \pm 5°C. Como resultados obtiveram aumento de microdureza para todas a condições de sinterização e de tratamento térmico estudadas, com especial atenção para a condição de sinterização a 600 \pm 5°C e envelhecimento a 200 \pm 5°C, na qual, obteve-se maior resultado de microdureza da ordem de 120HV. Cabe observar que o acréscimo de microdureza devido ao envelhecimento artificial ocorreu até aproximadamente as 20 horas de envelhecimento, para tempos maiores que estes os corpos de prova apresentaram diminuição de microdureza, evidenciando super envelhecimento da liga como mostra a Figura 11.

Figura 11 — Variação dos valores de microdureza obtidos sob as seguintes condições: A: Sinterização realizada a 600°C; B: Sinterização realizada a 610°C; C: Sinterização realizada a 620°C.



Fonte: Adaptado de Durmuş; Meriç (2007)

A seguir, na Tabela 8 são apresentados dados resumidos referentes a artigos que tratam sobre tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento em ligas de alumínio obtidas via metalurgia do pó. São apresentados dados como, formulação química da liga, temperaturas e tempos de solubilização, temperaturas e tempos de envelhecimento, bem como, resultados mais expressivos obtidos pelos autores.

Referência	Liga	Temperatura de Solubilização (ºC)	Tempo de Solubilização	Temperatura de Envelhecimento (ºC)	Tempo de Envelhecimento (h)	Máxima dureza alcançada
	AA2014 Al–4.4Cu-0.5Mg-0.8Si- 0.8Mn	502	70min	160ºC	de 5min a 100 horas	86HRB para 18 horas de envelhecimento a 160ºC
(BISHOP et al., 2000)	AA2014/Ag Al–4.4Cu-0.5Mg-0.8Si- 0.8Mn-Ag	502	70min	160ºC	de 5min a 100 horas	86 HRB para 18 horas de envelhecimento a 160ºC
	AA2014/Sn Al–4.4Cu-0.5Mg-0.8Si- 0.8Mn-Sn	502	70min	160ºC	de 5min a 100 horas	86HRB para 18 horas de envelhecimento a 160ºC
(COOKE et al., 2016)	PM2618-Sn Al–2.3Cu-1.6Mg- 1.1Fe–1.0Ni-0,2Sn	530	2h	200°C	de 1 a 1000h	68 HRB para 20 horas de envelhecimento a 200ºC
(COOKE et al., 2016)	PM2618-Sn–0.2 Si Al–2.3Cu–1.6Mg– 1.1Fe–1.0Ni-0,2Sn- 0,2Si	530	2h	200°C	de 1 a 1000h	81 HRB para 20 horas de envelhecimento a 200ºC
(IBRAHIM; BISHOP; KIPOUROS, 2015)	Alumix 321	530	1h	160ºC	18h	92 HRE para 18 horas de envelhecimento a 160ºC

Tabela 8 — Dados referentes a artigos que tratam sobre solubilização e envelhecimento de Ligas de Alumínio obtidas via metalurgia do pó.

(PAL; MITRA; BHANUPRASAD, 2008)	Al-Cu-Mg reforçado com 5, 15 e 25% de SiC	495	30min	191	De 0 a 14h	110Hv sem adição de reforço para 5 h de env. 140Hv com adição de 5%SiC para 5 h de env.
		504	4h			150Hv Sem adição de reforço para 4h de env. 190Hv com 5%sSiC para 6 h de env.
(BEKHEET et al., 2002)	2024 reforçado com 5;10 e 30% SiC	500	2h	170	De 0 a 27 h	124Hv com adição de SiC para 9 h de env 122 Hv Sem adição de SiC para 17 h de env.
(ASHWATH et al., 2018)	2024 reforçado com 6% Al ₂ O ₃ E 6%SiC	550	30min	190	1 e 2 h	6% de Al ₂ O ₃ - 90 HRB para 2 h de env. 6% de SiC - 89 HRB para 2 h de env.
	2900 reforçado com 6% Al ₂ O ₃ E 6%SiC	550	30min	190	1 e 2 h	6% de Al ₂ O ₃ - 92 HRB para 2 h de env. 6% de SiC - 83 HRB para 2 h de env.

Fonte: Autor

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentadas as descrições das matérias-primas que foram utilizadas, equipamentos, bem como, as metodologias desenvolvidas no decorrer do desenvolvimento da fase experimental deste trabalho.

4.1. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

O planejamento dos procedimentos que ocorreram no desenvolvimento deste trabalho foi organizado em forma de fluxograma de processos como forma de facilitar o entendimento das diversas etapas que foram realizadas. Esse fluxograma é apresentado na Figura 12.



Figura 12 — Fluxograma de processos que compuseram o projeto de pesquisa.

Fonte: Autor

4.2. PRINCIPAIS MATÉRIAS PRIMAS

Para o desenvolvimento deste estudo foram utilizados pós elementares comerciais de Alumínio, Cobre e Estanho, com características granulométricas e de composição química controladas, de forma a obter-se a menor dispersão possível nos resultados. Além de gás nitrogênio de alta pureza para a atmosfera do forno de sinterização e bisstearamida de etileno (EBS), utilizado como lubrificante durante o processo de compactação.

O pó de alumínio foi fornecido pela empresa Maxepoxi Industrial e Comercial Ltda, possui teor de pureza de 99,7% segundo informações do fornecedor contidas na Tabela 9.

	Teor	%Alumínio (Al)	%Ferro (Fe)	%Silício (Si)	%Outros
Ī	Mínimo	99,70%	-	-	-
	Máximo	-	0,25%	0,15%	0,15%
		= / 1/			

Tabela 9 — Composição química do Pó de Alumínio.

Fonte: Maxepoxi Industrial e Comercial Ltda

Conforme apresentado na tabela das informações do fornecedor pode-se observar que o pó de alumínio apresenta índice de pureza muito alto, contendo no máximo 0,3% de contaminantes.

O pó de cobre foi fornecido pela empresa Cromato Produtos Químicos LTDA. Lote 0921.07/12

O pó de estanho foi fornecido pela empresa Multicel Pigmentos Indústria e Comércio Ltda, segundo laudo fornecido pela empresa possui teor de pureza mínimo de 99,5%.

A Bis Estearamida de Etileno que foi o pó lubrificante utilizado, foi fornecido pela empresa MEGH Indústria e Comércio Ltda. e possui pureza mínima de 99,5%.

4.3. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

Como forma de garantir propriedades previsíveis e repetibilidade de resultados é necessário realizar a caracterização prévia dos pós metálicos. Para esta caracterização foi necessária a observação da morfologia, e composição química dos pós de Alumínio, Cobre e Estanho via Microscopia Eletrônica de Varredura. Para a medição da pureza dos pós foram realizadas análises de difração de Raios-X e para a determinação do tamanho médio de partícula e distribuição granulométrica realizouse a análise por meio de medição por software de análise de imagens obtidas via MEV.

4.4. PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras foram preparadas pesando-se individualmente cada pó, de acordo com cada composição química proposta. Para tal, foi utilizada uma balança de precisão marca Bel modelo Mark L 5202 com resolução de 0,01g pertencente ao laboratório de soldagem do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da FURG.

Figura 13 — Balança maca Bel Mark L 5202 utilizada para pesagem dos pós que constituem as misturas.



Fonte: Autor

As composições químicas das misturas que foram objeto de estudo são mostradas na Tabela 10:

Denominação	Liga	Alumínio	Cobre	Estanho
Α	Al-3,5Cu	96,50%	3,50%	-
В	Al-4,0Cu	96,00%	4,00%	-
С	Al-4,5Cu	95,50%	4,50%	-
D	Al-3,5Cu-0,1Sn	96,40%	3,50%	0,10%
E	Al-4,0Cu-0,1Sn	95,90%	4,00%	0,10%
F	Al-4,5Cu-0,1Sn	95,40%	4,50%	0,10%
		Fonte: Autor		

Tabela 10 — Composição química proposta para corpos de prova.

Após se obter as quantidades exatas de constituintes das misturas estas foram levadas ao processo de mistura e homogeneização. Para realizar a mistura homogênea dos pós foi utilizado um misturador tipo Y com velocidade de 45 RPM durante 60 minutos. Posteriormente cada mistura equivalente a uma liga foi separada em 6 amostras. Cada amostra pesando 4 gramas de cada liga para compor os corpos de prova.

Figura 14 — Misturador tipo Y acoplado a motor com caixa redutora para 45RPM.



Fonte: Autor

4.5. DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE TEÓRICAS DAS MISTURAS

Para a determinação da densidade teórica, foi utilizada a regra das misturas, apresentada a seguir.

$$\rho_T = \frac{m_{Al} + m_{Cu} + m_{Sn}}{\frac{m_{Al}}{\rho_{TAl}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{TCu}} + \frac{m_{Sn}}{\rho_{TSn}}}$$

Onde:

 $\begin{pmatrix} \rho_T \text{ \'e a densidade te\'orica da liga} \\ m_{Al} \text{ \'e a massa de alumínio} \\ m_{Cu} \text{ \'e a massa de cobre} \\ m_{Sn} \text{ \'e a massa de estanho (quando houver)} \\ \rho_{TAl} \text{ \'e a densidade te\'orica do alumínio} \\ \rho_{TCu} \text{ \'e a densidade te\'orica do cobre} \\ \rho_{TSn} \text{ \'e a densidade te\'orica do estanho} \\ \end{pmatrix}$

Através de análise da Tabela 11 — Densidades teóricas calculadas para as misturas. podemos observar o pequeno acréscimo de densidade de acordo com o aumento de adição do cobre e da adição vestigial do estranho. A diferença entre as misturas de maior e menor densidade teórica corresponde a menos de 1%.

Liga	Densidade teórica da liga (g/cm ³)
Liya	Densidade leonica da liga (g/citi)
Al-3,5Cu	2,7676
Al-4,0Cu	2,7775
Al-4,5Cu	2,7875
Al-3,5Cu-0,1Sn	2,7694
Al-4,0Cu-0,1Sn	2,7793
Al-4,5Cu-0,1Sn	2,7893
Al-4,5Cu-0,1Sn	2,7893

Tabela 11 — Densidades teóricas calculadas para as misturas.

Fonte: Autor

4.6. DETERMINAÇÃO DAS CURVAS DE COMPRESSIBILIDADE

Para realizar a construção da curva de compressibilidade das misturas, foram realizadas compactações em prensa hidráulica com capacidade de 15 toneladas pertencente ao laboratório de metalurgia do programa de pós-graduação em

Engenharia Mecânica – FURG. O procedimento para traçar as curvas que relacionam tensão de compactação com a densidade a verde alcançada, seguem metodologia previamente utilizada por (DAS NEVES, 2015).

- Primeiramente a matriz vazia é montada na prensa e é medida a altura utilizando um paquímetro digital Digimess modelo 100.170 (graduação 0,01mm).
- Uma quantidade pré-determinada de pó é colocada na matriz e aplicada a carga de 1 tonf, somente para que haja a acomodação do pó no interior da matriz.
- É então medido o valor do deslocamento causado pela adição do pó na matriz e anotado como sendo a altura inicial da pastilha
- Em seguida são aplicados carregamentos crescentes e descarregamentos até o ponto inicial, momento em que são registrados com o auxílio de um relógio comparador Zaas modelo 03,0001 (graduação 0,01mm e deslocamento máximo 10mm) os deslocamentos causados devido a aplicação das tensões de compactação prédeterminadas.
- Após a conclusão do ensaio, os dados são trabalhados. Cada deslocamento foi diminuído da altura inicial da pastilha, se obtendo a altura indicada para cada ponto do carregamento.

4.7. PROCEDIMENTO DE COMPACTAÇÃO

A mistura dos pós foi compactada em uma matriz rígida de aço ferramenta D6 de forma cilíndrica para compressão uniaxial de duplo efeito, com diâmetro interno de 18,78mm acoplada a uma prensa manual, com capacidade de 15 toneladas, devidamente aferida pertencentes ao laboratório de metalurgia do programa de pósgraduação em Engenharia Mecânica – FURG.

Como parâmetro de compressão se fixou o valor de 200 MPa para todas amostras, haja visto que, ao se utilizar este valor para a tensão de compactação já se obtém valores para a razão da densidade teórica da ordem de 92% com um menor risco de danificação do equipamento de compactação e da matriz de sinterização. Segundo (ÖZAY; GENCER; GÖKÇE, 2018; SCHAFFER *et al.*, 2008) os efeitos de

densificação causados pela adição de estanho em misturas de alumínio para sinterização são mais pronunciados quando se utiliza de tensões de compactação abaixo dos 400 MPa. Já (MIN *et al.*, 2006) afirmam que para tensões de compactação próximas de 300 MPa começam a se originar poros fechados e descontínuos, os quais, diminuem a sinterabilidade.

O procedimento de moldagem dos corpos de prova seguiu as recomendações da Norma ASTM B925-15 (2008) seção 7, a qual normatiza o procedimento para a confecção de amostras de MP, como segue:

- O punção inferior, menor, deve ser introduzido na matriz apoiado pelo espaçador elástico.
- O pó deve ser inserido na cavidade e em seguida inserido o punção superior.
- A matriz com o pó inserido é colocada na prensa e aplicada uma carga de 1 tonelada para apoiar a matriz e remover o espaçador elástico.
- A carga é aplicada até seu valor final em uma taxa de aproximadamente 20MPa/segundo, não excedendo 10 segundos de permanência.
- A pressão é retirada, o punção inferior é removido e um espaçador superior é posicionado para a extração do compactado verde, realizada no mesmo equipamento.

4.8. DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE VERDE

Para cada um dos corpos de prova das 6 composições químicas estudadas, foi realizada a medida de densidade a verde, a fim de se confirmar os resultados obtidos na curva de compressibilidade. Nesta etapa se tem como escopo avaliar a variação na densificação dos corpos de prova compactados à mesma pressão, porém com aumento da adição de mais elementos de liga. A partir dos valores de densidade a verde foi possível calcular a porosidade inicial dos compactados verdes.

Para a determinação da densidade verde foi utilizado o método geométrico que leva em consideração a massa, o raio e altura das pastilhas obtidas após a compactação através de medições com paquímetro digital Digimess modelo 100.170, o qual, possui resolução de medição de 0,01mm, micrômetro analógico marca Mitutoyo com resolução de 0,01mm, bem como, balança de precisão marca Bel

modelo Mark L 5202 com resolução de 0,01g pertencente ao laboratório de soldagem do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da FURG.

4.9. PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Após a compactação e medição da densidade a verde as amostras foram agrupadas, identificadas pela sua composição química e conduzidas ao processo de sinterização com o objetivo de promover a resistência mecânica do material.

O processo de sinterização ocorreu em um forno mufla pertencente ao laboratório de metalurgia do programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica – FURG modelo EDG série Inox Line, com capacidade de aquecimento até 1200°C com atmosfera de Nitrogênio com pureza mínima de 99,999% fornecido pela empresa Air Liquide S.A.

O ciclo de sinterização apresentado a seguir foi determinado com base na revisão bibliográfica de artigos que tratam sobre sinterização de ligas cognatas a 2XXX, ou seja, tendo o elemento Cu como principal elemento de liga.

- 1. Aquecimento na taxa de 10°C/min da temperatura ambiente até a temperatura de 350°C.
- Seguido de um patamar de 30 minutos para o processo de volatilização do lubrificante, processo chamado *"Dewaxing".*
- 3. Aquecimento na taxa de 10°C/min até a temperatura de 590°C, sendo mantido nessa temperatura pelo tempo de 90min para a sinterização.
- 4. Resfriamento no forno até a temperatura ambiente.



Figura 15 — Representação esquemática do ciclo de sinterização.

4.10. DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE APÓS SINTERIZAÇÃO

Após o processo de sinterização dos corpos de prova, foram realizadas novamente medidas de densidade, a fim de se avaliar a variação na densificação ocorrida durante o processo de sinterização. A partir dos valores de densidade foi possível calcular a porosidade final das peças e, desta forma, comparar com os valores obtidos nos compactados verdes antes da sinterização.

Para a determinação da densidade final foram utilizados os procedimentos conforme norma ASTM B962 – 17 - Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle, utilizando balança de precisão marca Bel modelo Mark L 5202 com resolução de 0,01g pertencente ao laboratório de soldagem do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da FURG.

4.11. TRATAMENTO TÉRMICO T6

Após o processo de sinterização os corpos de prova foram submetidos ao tratamento térmico para aumento de resistência T6 em um forno mufla pertencente ao laboratório de metalurgia do programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica – FURG modelo EDG série Inox Line, com capacidade de aquecimento até 1200°C

Primeiramente se procedeu ao tratamento térmico de solubilização dos corpos de prova, no qual, se parametrizou a temperatura em 540°C, seguido de resfriamento em água. Posteriormente realizaram-se dois tratamentos térmicos de envelhecimento

dos corpos de prova com patamares de temperatura de 160°C e 190°C, respectivamente denominados "Tratamento Térmico A" e "Tratamento Térmico B". Os intervalos de tempo de envelhecimento artificial foram parametrizados em 3, 6 e 9 horas, como forma de analisar a evolução temporal da precipitação das fases endurecedoras. Na Figura 16 é apresentado o Fluxograma de processos dos ToTos realizados na pesquisa.





Na Figura 17 é apresentado o diagrama de fases para a liga Al-Cu evidenciando as temperaturas: de sinterização; de solubilização; de envelhecimento do ToTo "A" e de envelhecimento do ToTo "B".

Figura 17 — Diagrama de fases Al-Cu evidenciando as temperaturas: A temperatura de sinterização; B temperatura de solubilização; C temperatura de envelhecimento do ToTo "A"; e D temperatura de envelhecimento do ToTo "B".



Fonte: Autor

4.12. METALOGRAFIA

As amostras passaram por preparação metalográfica tanto depois do processo de sinterização quanto após o processo de tratamento térmico T6.

Para tais procedimentos, foram utilizados as instalações e equipamentos localizados no laboratório de Metalografia do programa de pós-graduação em engenharia mecânica da FURG seguindo procedimentos padrão de preparação metalográfica constantes em Norma, que consistem das etapas de corte em cortadeira Metalográfica (marca BUHLER modelo: Delta Abrasimet), embutimento à frio das amostras, lixamento manual utilizando lixas d'agua de granulometria de 400, 600, 1000, 1200 e 2000 mesh, polimento com suspensão de diamante em disco de pano específico na politriz (marca: STRUERS), limpeza das amostras efetuada com álcool etílico, posterior secagem com soprador térmico e ataque químico com reagente keller para revelar a microestrutura do material.

4.13. MICROSCOPIA ÓTICA

As análises de microscopia ótica foram realizadas após preparação metalográfica em um microscópio ótico de luz refletida com sistema de análises de imagens – Olympus GX 51S com sistema de aquisição de imagens digital, instalado no laboratório de metalografia do programa de pós-graduação em engenharia mecânica - FURG.

4.14. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras dos pós elementares, dos corpos de prova sinterizados e dos corpos de prova submetidos a tratamento térmico foram submetidas a análises em microscopia eletrônica de varredura em equipamento JEOL JSM – 6610LV do CEME-SUL – Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul localizado na Universidade Federal do Rio Grande FURG, utilizando as técnicas de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados.

4.15. DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Para a caracterização e comparação das fases formadas nas amostras durante a fase de sinterização e posteriormente após o tratamento térmico de envelhecimento foram realizadas análises via Difratometria de Raios X. Para estas análises foi utilizado o equipamento D8 ADVANCE BRUKER do CEMESUL – Localizado no Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul, localizado na Universidade Federal do Rio Grande - FURG.

O ensaio foi realizado seguindo os seguintes parâmetros: Tensão: 40 kV; Corrente: 40 mA; Tubo de Cobre; Comprimento de onda: 1,5418 Å; Ângulo de varredura de 30 a 120º com passo de 0,05º.

4.16. MICRODUREZA

Testes de microdureza por microindentação Vickers foram realizados nos corpos de prova tanto após a sinterização quanto após o tratamento térmico, como forma de avaliar a resposta de sinterização e de endurecimento devido a adição de Cobre e de Estanho em um Micro durômetro da marca Shimadzu modelo HMV-2T pertencente ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do PPMEC -FURG.

O procedimento foi realizado segundo o descrito no apêndice X2 da norma ASTM B933: *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Powder Metallurgy (PM) Materials*. Para cada amostra foram tomadas medidas em 10 pontos distintos, distribuídos aleatoriamente, em regiões de material mais contínuo, evitando regiões muito próximas a poros. Os resultados foram tratados estatisticamente e são apresentados em tabelas, bem como, plotados em gráficos que relacionam microdureza, composição da liga e tempo de envelhecimento.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. CARACTERIZAÇÃO GRANULOMÉTRICA E MORFOLÓGICA DOS PÓS DE AL, CU E SN POR TÉCNICA DE MEV

A Figura 18 apresenta os resultados de micrografia em MEV para o pó de alumínio, tal qual, o pó elementar utilizado por Özay; Gencer; Gökçe (2018) em seus estudos. A apresenta morfologia das partículas em sua grande maioria em formato tendendo ao esférico irregular.

A partir da análise da amostra no software ImageJ foi possível a obtenção de dados de partícula variando entre 149 e 4 µm com média da ordem de 16 µm.



Figura 18 — Micrografia obtida em MEV para o pó de alumínio, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.

Fonte: Autor

A Figura 19 apresenta os resultados de micrografia em MEV para o pó de cobre que foi adicionado ao alumínio. A partir da análise da amostra no software ImageJ foi possível obter dados de partículas variando entre 136 μ m e 4 μ m com valor médio de partícula de 19 μ m. Nota-se que a morfologia das partículas de cobre é mais irregular se comparada a do alumínio, mostrada na Figura 18.



Figura 19 — Micrografia obtida em MEV para o pó de cobre, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.

Fonte: Autor

Já na Figura 20 são apresentados os resultados de micrografia em MEV para o pó de estanho que foi adicionado como elemento de liga. A partir da análise da amostra no software ImageJ foi possível obter dados de partículas variando entre 28 µm e 0,2 µm com valor médio de partícula de 3 µm, portanto, nota-se que a granulometria do pó de estanho é muito menor se comparada a do alumínio e do cobre. É possível observar também que a morfologia das partículas de estanho é esférica e homogênea, como nos estudos de Özay; Gencer; Gökçe (2018).

Figura 20 — Micrografia obtida em MEV para o pó de estanho, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.



Fonte: Autor

5.2. CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DE AI, Cu E Sn POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Na Figura 21 é apresentado o difratograma obtido para a amostra de pó de alumínio, indicando picos característicos segundo a ficha de referência NIST código:03-065-2869.



Figura 21 — Difratograma do Pó de Alumínio.

No difratograma do pó de alumínio são destacados os picos característicos para o material, nas posições 2θ aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116°.

O difratograma obtido da amostra de pó de cobre pode ser visualizado na Figura 22. Os picos e intensidades encontrados são característicos segundo a ficha de referência ICDD código:03-065-9743.

Figura 22 — Difratograma do Pó de Cobre.



No difratograma do pó de cobre podem ser identificados os picos referentes as posições 2θ aproximadas de 43°; 50°; 74°; 90°; 95° e 113°.

Na Figura 23 é apresentado o difratograma obtido para a amostra de pó de estanho, a qual indica pontos característicos segundo a ficha de referência NBS código: 00-004-0673.

Figura 23 — Difratograma do Pó de Estanho.



A partir do difratograma do pó de estanho é possível notar diversos picos característicos. Dentre os com maior intensidade podemos destacar os que se posicionam nas posições 2θ aproximadas de: 30°; 32°; 43°; 44°; 55°; 62°; 64° e 79°.

5.3. ANÁLISE DAS CURVAS DE COMPRESSIBILIDADE

Todas as curvas de compressibilidade foram obtidas seguindo os passos descritos no item 4.6, sendo na quantidade de 3 repetições do ensaio para cada liga estudada, como forma de confirmar o resultado e atenuar qualquer mínima discrepância que possa ter ocorrido durante a realização do ensaio. Portanto foram calculados a média e o desvio padrão amostral de todos os pontos dos ensaios.

A seguir, no item 5.3.1 são mostrados dois gráficos, um relacionando todas as misturas com a densidade alcançada em g/cm³ e outro relacionando as misturas com a razão da densidade teórica para cada liga. No Apêndice A são mostradas as tabelas e gráficos referentes a todos ensaios de compressibilidade realizados para as misturas estudadas.

5.3.1. Comparativo das Curvas de Compressibilidade

A Figura 24 fornece a comparação das curvas de compressibilidade em relação a densidade alcançada em g/cm³ das misturas A, B, C, D, E e F. Todas as curvas apresentaram forma e valores típicos encontrados na revisão do estado da arte.

Comparando as curvas de compressibilidade das 6 misturas nota-se que a adição de mais elementos de liga não afetou de forma considerável as propriedades de compressibilidade das misturas. Este fenômeno se deve a alta ductilidade do pó de alumínio puro.



Figura 24 — Densidade a verde das misturas A, B, C D, E e F.

Fonte: Autor

Já na Figura 25 são mostradas as curvas de compactação em relação a densidade teórica das misturas, conforme informadas na Tabela 9 do item: 5.3.



Figura 25 — Razão da densidade teórica a verde das misturas A, B, C D, E e F.

Fonte: Autor

As curvas para todas as misturas evidenciam a alta compressibilidade das misturas de alumínio, dado que, para tensões relativamente baixas, da ordem dos 200MPa já são alcançadas razões de densidade teórica na faixa dos 90%. Estes resultados estão de acordo com os estudos de autores, como: özay; Gencer; Gökçe, (2018) Ibrahim; Bishop; Kipouros, (2015) e Gökçe; Findik; Kurt, (2013).

É possível observar também que para tensões acima dos 400MPa as curvas de compressibilidade assumem valores acima dos 95% de densidade teórica e, a partir disto, não se obtém aumento significativo de densificação que justifiquem o incremento nas pressões de compactação.

5.4. ANÁLISE DE DENSIDADE A VERDE DOS CORPOS DE PROVA COMPACTADOS A 200MPa

Após a determinação da tensão de compactação das amostras em 200MPa, e de se obter os compactados verdes, foram realizadas medidas de densidade seguindo o método geométrico como forma de analisar a reprodutibilidade do processo de compactação foram realizadas medidas de densidade seguindo o método geométrico. Os dados são apresentados de forma tabelada na Tabela 12 e em forma gráfica nos gráficos das Figuras 26 e 27, na primeira são apresentas as densidades médias

alcançadas pelos corpos de prova enquanto que na segunda são apresentados os valores da % da densidade teórica alcançada.

Liga	Volume (cm²)	Densidade Média Verde (g/cm²)	Desv. Pad. Dens. Média Verde (g/cm²)	% de densidade Teórica	Desv. Pad. Razão de dens. Teórica		
Al-3,5Cu	1,6007	2,5095	0,003497	90,641	0,13800		
Al-4,0Cu	1,5883	2,5122	0,002655	90,448	0,09506		
Al-4,5Cu	1,5852	2,5238	0,004866	90,588	0,15913		
Al-3,5Cu-0,1Sn	1,5868	2,5133	0,002611	90,783	0,13899		
AI-4,0Cu-0,1Sn	1,5854	2,5249	0,005208	90,880	0,21408		
AI-4,5Cu-0,1Sn	1,5823	2,5256	0,001241	90,580	0,07373		
Fonte: Autor							

Tabela 12 — Dados obtidos dos corpos de prova após compactação a 200MPa.

Figura 26 — Média e desvio padrão das densidades a verde dos corpos de prova.



Fonte: Autor

Do gráfico presente na Figura 27 é possível notar o aumento de densidade a verde relacionado principalmente com a densidade teórica das misturas, porém, este aumento corresponde a somente 0,59% quando comparadas as misturas Al-3,5Cu com a Al-4,5Cu. Enquanto que o aumento de densidade devido a adição do estanho

nas misturas corresponde a variação máxima de 0,51% quando comparadas as misturas AI-4,0Cu e AI-4,0Cu-0,1Sn.



Figura 27 — Média e desvio padrão das razões de densidade teórica a verde dos corpos de prova.

Fonte: Autor

Os resultados obtidos apresentaram-se coerentes com os resultados obtidos anteriormente para as curvas de compactação das Figuras 24 e 25, ou seja, para compactações a 200MPa foram encontrados valores médios de cerca de 90% para as 6 misturas estudadas, indicando que o processo de compactação apresenta alta reprodutibilidade, além disso, os baixos valores de desvio padrão amostral corroboram com a reprodutibilidade alcançada no processo de moldagem dos compactados verdes.

5.5. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA APÓS SINTERIZAÇÃO

Após o processo de tratamento térmico de sinterização, os corpos de prova foram analisados quanto as dimensões, massa e densidade por meio da técnica de Arquimedes, como forma de analisar as variações de volume, massa e densidade, ocorridas nas amostras devido ao processo de sinterização. Os dados são apresentados de forma tabelada na Tabela 13.
Liga	Volume (cm²)	Densidade Média (g/cm²)	Desv. Pad. Dens. Média (g/cm²)	% de densidade Teórica	Desv. Pad. Razão de dens. Teórica
Al-3,5Cu	1,7108	2,3490	0,0230	87,097	0,858
Al-4,0Cu	1,7109	2,3468	0,0120	86,748	0,469
Al-4,5Cu	1,7136	2,3374	0,0167	86,189	0,610
Al-3,5Cu-0,1Sn	1,7479	2,2879	0,0250	85,134	1,117
Al-4,0Cu-0,1Sn	1,7297	2,3149	0,0144	85,417	0,562
Al-4,5Cu-0,1Sn	1,7323	2,3162	0,0137	85,404	0,430
Fonto: Autor					

Tabela 13 — Dados médios obtidos dos corpos de prova após sinterização.

Fonte: Autor

5.5.1. Análise de Densidade Média dos Corpos de Prova Após Sinterização.

Nos gráficos de colunas constantes das FigurasFigura 28 e Figura 29 são apresentados os dados referentes as análises de densidade média alcançada após sinterização para as misturas. Na Figura 28 são apresentados os dados em relação a densidade média em g/cm³.



Figura 28 — Densidade média em g/cm³ dos corpos de prova após o processo de sinterização.

Fonte: Autor

Já no gráfico constante da Figura 29 os dados de densidade são apresentados em relação a razão de densidades: Densidade teórica da liga/Densidade Alcançada após sinterização.



Figura 29 — Análise da % da densidade teórica alcançada para cada liga estudada após processo de sinterização.



5.5.2. Análise Comparativa dos Volumes dos CPs Antes e Após Sinterização

No gráfico apresentado a seguir, na Figura 30, o volume médio dos compactados verdes é comparado com o de volume médio encontrado para os mesmos corpos de prova após a sinterização. Desta forma pode-se observar a variação dimensional que possa ter ocorrido durante o processo de sinterização.



Figura 30 — Comparativo de volume médio dos corpos de prova antes e após sinterização.

É possível observar uma tendência constante de aumento de volume para todas as misturas em estudo, sendo que o menor aumento de volume foi de 6,43% para a liga AI-3,5Cu e maior aumento de volume de 9,21% para a liga AI-3,5Cu-0,1Sn. Ressaltando que as misturas com adição de estanho obtiveram resultados de aumento de volume sensivelmente maiores do que as misturas sem adição deste elemento. Segundo Upadhyaya, (2014) a dilatação ocorre quando o processo de solução e reprecipitação durante a sinterização com fase líquida não é efetiva. O líquido formado não é capaz de molhar a camada superficial de óxido, dessa forma penetrando entre as interfaces entre os grãos sob a influência da sua tensão superficial causando a separação deles.

5.5.3. Análise Comparativa da Variação de Massa dos CPs Devido ao Processo de Sinterização

No gráfico constante da Figura 31 são exibidos os comparativos de massa dos compactados verdes com as peças após processo de sinterização como forma de se avaliar a perda ou ganho de massa devido ao tratamento térmico de sinterização. É

Fonte: Autor

possível observar uma pequena tendência de aumento de massa de cerca de 0,4% para as misturas Al-3,5Cu; Al-4,0Cu; Al-4,5Cu e Al-4,5Cu-0,1Sn, enquanto que as misturas Al-3,5Cu-0,1Sn e Al-4,0Cu-0,1Sn indicam diminuição de massa de 0,25%.



Figura 31 — Comparativo de massa média dos corpos de prova antes e após sinterização.

Fonte: Autor

Este discreto aumento de massa se relaciona com a difusão de gás nitrogênio ocorrido durante o processo de sinterização. Segundo os autores Schaffer; Hall, (2002) e Pieczonka, (2017) a atmosfera rica em nitrogênio de alta pureza é capaz de quebrar parcialmente a camada de alumina que recobre as partículas de pó, gerando uma reação exotérmica de formação de nitreto de alumínio.

5.5.4. Análise da Variação de Densidade Devido ao Processo de Sinterização

Na Figura 32 são apresentadas as comparações entre a densidade dos compactados verdes com os valores encontrados após processo de sinterização. Anteriormente, na seção 5.7.2 foi possível analisar que os corpos de prova obtiveram expansões dimensionais variando entre 6 e 9% enquanto que o aumento de massa para todas as misturas máximo foi de 0,4%, ou seja, pode ser desprezado.



Figura 32 — Comparativo de % média de densidade teórica antes e após sinterização.

Neste sentido, ao analisar o gráfico da Figura 32 facilmente observamos a tendência à redução de densidade devido ao processo de sinterização, variando do mínimo de 3,9% para a liga Al-3,5Cu e máximo de 6,22% para a liga Al-3,5Cu-0,1Sn. Ressalta-se que os valores encontrados para a redução da densidade nas misturas que contém estanho resultam sensivelmente maiores do que os valores encontrados para as misturas sem adição vestigial deste elemento.

5.6. ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS

Como forma de analisar o aumento de microdureza nas misturas, são apresentados os dados relativos às medições de microdureza Vickers com carga de 100 gramas e 10 segundos de aplicação da carga.

5.6.1. Análise de Microdureza Vickers das Amostras Sinterizadas

Na Figura 33 são apresentados os resultados comparativos entre microdureza analisados na superfície da amostra com a microdureza do interior da amostra.

Fonte: Autor

Houve aumento de microdureza progressivo relacionado com o aumento do teor de cobre nas misturas, entretanto, as misturas com adição de estanho apresentaram médias de microdureza em média 13% menores quando comparadas com a respectiva liga sem adição deste elemento.



Figura 33 — Análise comparativa de microdureza Vickers no núcleo e na superfície das amostras sinterizadas.

Fonte: Autor

Observa-se que quando se compara a microdureza de núcleo com a superficial, em todas as amostras houve uma discreta diferença de microdureza, sendo a superficial a mais elevada. Isto se deve ao fato de que na superfície a tensão de compactação é ligeiramente maior do que a tensão que ocorre no interior, conforme Thümmler; Oberacker, (1993).

Porém esta variação de microdureza é virtualmente desprezível, da ordem de no máximo 6% quando comparada a situação que resultou em maior diferença. Por esta variação ser tão pequena, as análises de microdureza que se seguem neste estudo foram realizadas somente para o interior das amostras.

5.6.2. Análise de Microdureza Vickers das Amostras Após Tratamento Térmico de Solubilização e Envelhecimento

Na Figura 34 são apresentadas curvas que relacionam a microdureza de núcleo com os tempos de 3, 6 e 9 horas de envelhecimento artificial a 160 °C. Nesta condição de ToTo fica evidenciado o aumento de microdureza para todas as misturas, sendo que as misturas com adição de estanho apresentaram maior ganho. Todas as misturas apresentaram maior microdureza para o tempo de 9 horas de envelhecimento. O maior resultado de microdureza alcançado foi para a liga Al-4,5Cu, correspondendo a 81,9HV.



Figura 34 — Curvas de envelhecimento para as misturas solubilizadas a 540°C por 2h e envelhecidas a 160°C.

Fonte: Autor

Na Figura 35 são apresentadas as curvas que relacionam a microdureza de núcleo com o tempo de envelhecimento a 200 °C. Nesta condição de ToTo fica evidenciado o aumento de microdureza para as misturas sem adição de estanho, sendo que as misturas com adição de estanho apresentaram redução para o tempo de 9 horas devido ao fenômeno de superenvelhecimento.



Figura 35 — Curvas de envelhecimento para as misturas solubilizadas a 540°C por 2h e envelhecidas a 200°C.

Fonte: Autor

O maior resultado de microdureza alcançado foi para a liga Al-4,5Cu-0,1Sn com 6 horas de envelhecimento artificial, correspondendo a 93,6HV enquanto que a liga Al-4,5Cu apresentou microdureza de 91HV para 9 horas de envelhecimento artificial. Desta forma, foi possível relacionar a adição vestigial de estanho com o deslocamento do ponto de máxima microdureza para a esquerda, ou seja, é possível se obter a máxima microdureza para o material em menor tempo de tratamento térmico.

5.7. MICROGRAFIAS ÓTICAS APÓS SINTERIZAÇÃO E APÓS TRATAMENTOS TÉRMICOS

A seguir são apresentados os resultados das análises das amostras por microscopia ótica. Serão apresentadas seis micrografias óticas para cada amostra, sendo, duas com micrografias da amostra após o processo de sinterização, com magnificações de 200X e 1000X em (a) e (b), duas após tratamento térmico de solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C, com magnificações de 200X e 1000X em (c) e (d) e duas após tratamento térmico de solubilização a 540°C, com magnificações de 200X e 1000X em (c) e (d) e duas após tratamento térmico de solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C, com magnificações de 200X e 1000X em (e) e (f).

5.7.1. Misturas sem adição de Estanho

A Figura 36 apresenta as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química AI-3,5Cu.

Na amostra somente sinterizada, revelada nas micrografias (a) e (b), aparecem grãos de alumínio em tons de cinza com tamanho médio de 17 µm, macro porosidades irregulares, em tons mais escuros, com dimensões médias de 36 µm e microporosidades de pequenas dimensões, localizadas nas regiões intergranulares e intragranulares.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 9 horas, mostrada nas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 22 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 38 µm e microporosidades de pequenas dimensões.

Já na amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 9 horas, exibida nas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 22 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 28 µm e micro porosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente.

Pequenos grãos de cobre foram encontrados tanto na micrografia obtida após tratamento térmico "A" quando na micrografia após tratamento térmico "B".

Figura 36 — Micrografias dos corpos de prova Al-3,5Cu após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

A Figura 37 apresenta as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química AI-4,0Cu.

Na amostra somente sinterizada, exibida nas micrografias (a) e (b), observamse grãos de alumínio em tom de cinza com tamanho médio de 19 µm, assim como na amostra com 3,5% Cu, notam-se macro porosidades irregulares em tons mais escuros com dimensões médias de 32 µm e micro porosidades de pequenas dimensões, localizadas nas regiões intergranulares e intragranulares.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 9 horas, apresentada nas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 20 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 37 µm e micro porosidades de pequenas dimensões.

Quando analisada a amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 9 horas, retratada nas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 21 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 45 µm e micro porosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente.

Não foram encontrados grãos de cobre dispersos na matriz em nenhuma das micrografias obtidas para a mistura Al-4,0Cu.

Figura 37 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,0Cu após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

Na Figura 38 são apresentadas as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química AI-4,5Cu.

Na amostra somente sinterizada, exibida nas micrografias (a) e (b), encontramse grãos de alumínio em tons de cinza com dimensão média de 19 µm, macro porosidades de morfologia irregular e não interconectadas, com dimensões médias de 41 µm, e micro porosidades localizadas na região intergranular e intragranular.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 9 horas, apontada nas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 21 µm, macro porosidades irregulares e não inter conectadas, com dimensões médias de 40 µm e micro porosidades de pequenas dimensões localizadas na região inter e intragranular.

Já na amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 9 horas, representada pelas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 23 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 42 µm e micro porosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente.

Figura 38 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

Portanto nota-se uma tendência ao aumento do tamanho médio de grão das amostras devido ao processo de solubilização e envelhecimento artificial. Analisando quanto à porosidade, em todas amostras se observam dois modelos de porosidades. Macro porosidade de morfologia irregular e dimensões variando de 28 µm e 45 µm distribuída na matriz, e micro porosidades que se caracterizam por poros de pequenas dimensões localizados primariamente na região inter e intra granular.

5.7.2. Misturas com adição de Estanho

A Figura 39 contempla as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química AI-3,5Cu-0,1Sn. Após sinterização, e após ToTo A e B.

Na amostra somente sinterizada, representada pelas micrografias (a) e (b) encontram-se grãos de alumínio em tons de cinza com dimensão média de 18 µm, macro porosidades de morfologia irregular e não interconectadas, com dimensões médias de 49 µm, micro porosidades localizadas na região intergranular e intragranular e pequenas partículas de grãos de cobre.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 9 horas, representada pelas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 21 µm, macro porosidades irregulares e não inter conectadas, com dimensões médias de 36 µm e microporosidades de pequenas dimensões localizadas na região inter e intragranular.

Analisado-se a amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 6 horas, representada pelas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 23 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 36 µm e microporosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente.

Figura 39 — Micrografias dos corpos de prova Al-3,5Cu-0,1Sn após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

A Figura 40 apresenta as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química Al-4,0Cu-0,1Sn. Após sinterização, e após ToTo A e B Na amostra somente sinterizada, representada pelas micrografias (a) e (b) encontram-se grãos de alumínio em tons de cinza com dimensão média de 19 µm, macro porosidades de morfologia irregular e não interconectadas, com dimensões médias de 34 µm, micro porosidades localizadas na região intergranular e intragranular e pequenas partículas de grãos de cobre.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 6 horas representada pelas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 21 µm, macro porosidades irregulares e não inter conectadas, com dimensões médias de 32 µm e microporosidades de pequenas dimensões localizadas na região inter e intragranular.

Analisado-se a amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 9 horas, nas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 23 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 38 µm e microporosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente. Figura 40 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,0Cu-0,1Sn após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

A Figura 41 apresenta as micrografias obtidas via Microscopia Ótica referentes à amostra de composição química AI-4,5Cu-0,1Sn. Após sinterização, e após ToTo A e B Na amostra somente sinterizada, representada pelas micrografias (a) e (b) encontram-se grãos de alumínio em tons de cinza com dimensão média de 19 µm, macro porosidades de morfologia irregular e não interconectadas, com dimensões médias de 31 µm, micro porosidades localizadas na região intergranular e intragranular e pequenas partículas de grãos de cobre.

Na amostra submetida ao envelhecimento a 160°C durante 9 horas representada pelas micrografias (c) e (d), observa-se aumento de grãos de alumínio, passando a dimensão média de 20 µm, macro porosidades irregulares e não inter conectadas, com dimensões médias de 37 µm e microporosidades de pequenas dimensões localizadas na região inter e intragranular.

Analisado-se a amostra submetida ao envelhecimento artificial a 200°C durante 6 horas, nas micrografias (e) e (f), observam-se grãos de alumínio de dimensões médias de 22 µm, macro porosidades irregulares com dimensões médias de 48 µm e microporosidades de pequenas dimensões, tal como, as presentes nas micrografias discutidas anteriormente. Figura 41 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-0,1Sn após sinterização em (a) e (b). Após envelhecimento artificial a 160°C em (c) e (d) e após envelhecimento artificial a 200°C em (e) e (f). Aumentos de 200X em (a), (c) e (e); 1000X em (b), (d) e (f).



Fonte: Autor

Deste modo foi possível observar que não houve diferenças significativas na evolução dos tamanhos de grãos quando comparadas as amostras sem e com adição vestigial de estanho. De forma análoga, quando analisadas as macro porosidades também não são observadas diferenças dimensionais ou morfológicas relevantes.

5.8. MICROGRAFIAS EM MEV APÓS TRATAMENTO TÉRMICO

A seguir são apresentados os resultados das análises das amostras por microscopia eletrônica de varredura utilizando as técnicas de detecção de elétrons secundários e de detecção de elétrons retroespalhados. Na técnica de elétrons retroespalhados, o contraste da imagem é formado em função do número atômico dos elementos químicos presentes na amostra, ou seja, é possível identificar a variação de composição química dos elementos contidos na micrografia pelo contraste.

Desta forma, serão apresentadas duas micrografias para cada uma das amostras que apresentaram maior ganho de microdureza após envelhecimento artificial. Duas micrografias para a condição de Tratamento Térmico A e duas para as amostras com Tratamento Térmico B. Nesse sentido se buscou a análise da mesma área da amostra por duas técnicas de aquisição da imagem diferentes. Em A e C teremos a imagem obtida por elétrons secundários, já em B e D por elétrons retroespalhados.

Nas micrografias foi possível identificar estruturas, tais como: grãos de alumínio, bem delimitados, em tons de cinza; Novos grãos formados devido ao processo de sinterização; Porosidades intergranular e intragranular em tons mais escuros, de morfologia irregular e dimensões muito menores quando comparadas às dos grãos; Formação dos pescoços de sinterização em grãos contíguos, evidenciando que a sinterização foi bem sucedida; Estruturas formadas por pequenos elementos de cor mais clara, identificados principalmente nas micrografias com detecção de elétrons retroespalhados, os quais, infere-se que sejam intermetálicos de Al₂Cu e contornos de grão internos aos grãos do pó de alumínio.

5.8.1. Mistura AI-3,5Cu

Na Figura 42 são apresentas as micrografias obtidas em MEV referentes à amostra de composição química AI-3,5Cu após ToTo A e ToTo B.

Nas micrografias (a) e (c) é possível a melhor visualização dos micro poros inter e intra granulares de morfologias irregulares e dimensões menores que os grãos de alumínio, os contornos de novos grãos em (b), a formação dos pescoços de sinterização e a presença do intermetálico Al₂Cu, representado pelo elemento de cor mais clara na micrografia (b), fato corroborado pela análise de DRX das amostras de Al-3,5Cu.

Figura 42 — Micrografias dos corpos de prova Al-3,5Cu após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.8.2. Mistura AI-4,0Cu

Na Figura 43 são apresentadas as micrografias obtidas em MEV para a liga de composição química Al-4,0Cu após ToTo A e ToTo B. Nas micrografias é possível identificar as micro porosidades inter e intra granulares nas micrografias (a) e (c) e a formação do intermetálico Al₂Cu nas micrografias (b) e (d). A formação do intermetálico é confirmada através da análise em DRX.

Figura 43 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,0Cu após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.8.3. Mistura Al-4,5Cu

Na Figura 44 são apresentadas as micrografias obtidas em MEV para a liga de composição química AI-4,5Cu após ToTo A e ToTo B.

Nas micrografias (a) e (b) é possível notar a presença de diversos elementos de forma esférica de tom claro e dimensões diminutas. Depreende-se que estes elementos sejam fruto de corrosão devido a excesso de tempo de ataque químico.

Em (a) e (d) pode-se notar os micro poros inter e intra granulares, em tom mais escuro, morfologia irregular e dimensão menor em relação aos grãos de alumínio. Em (d) notam-se partículas de fase intermetálica Al₂Cu em tom claro e morfologia irregular, confirmado pela análise de DRX para a liga Al-4,5Cu.

Figura 44 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.8.4. Mistura AI-3,5Cu-0,1Sn

Na Figura 45 são apresentadas as micrografias obtidas em MEV para a liga de composição química Al-3,5Cu-0,1Sn após ToTo A e ToTo B. Nestas é possível visualização dos micro poros inter e intra granulares em (a) e (c), os contornos de grãos em (c) e (d), a formação dos pescoços de sinterização em (a) e em (b) e a presença do intermetálico Al₂Cu, representado pelo elemento de cor mais clara na micrografia (b).

Figura 45 — Micrografias dos corpos de prova Al-3,5Cu-0,1Sn após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.8.5. Mistura AI-4,0Cu-0,1Sn

Na Figura 46 são apresentadas as micrografias obtidas em MEV para a liga de composição química Al-4,0Cu-0,1Sn após ToTo A e ToTo B. Nestas é possível visualização dos micro poros inter e intra granulares em (a) e (c), os contornos de grãos em (b) e a presença do intermetálico Al₂Cu, representado pelos elementos de cor mais clara na micrografia (d).

Figura 46 — Micrografias dos corpos de prova Al-4,0Cu-0,1Sn após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.8.6. Mistura AI-4,5Cu-0,1Sn

Na Figura 47 são apresentadas as micrografias obtidas em MEV para a liga de composição química Al-4,5Cu-0,1Sn após ToTo A e ToTo B.

Nestas é possível visualização dos micro poros inter e intra granulares em (a) e (c), a presença do intermetálico Al₂Cu, representado pelos elementos de cor mais clara na micrografia (b) e os contornos de grãos em (d).

Nas micrografias (c) e (d) novamente se fazem presentes finos elementos de corrosão dispersos por toda amostra oriundos do ataque químico.

Figura 47 — Micrografias dos corpos de prova AI-4,5Cu-0,1Sn após envelhecimento a 160°C em (a) e em (b) e após envelhecimento a 200°C em (c) e (d). Detecção de elétrons secundários em (a) e (c) e elétrons retroespalhados em (b) e (d). Magnificações de 4000X.



Fonte: Autor

5.9. ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Nas subseções a 5.10.1 a 5.10.6 serão apresentados e discutidos os difratogramas empilhados de forma a facilitar a comparação visual da evolução de fases que ocorre devido aos processos de sinterização, após solubilização e envelhecimento a 160°C e após solubilização e envelhecimento a 200°C

Em todas amostras analisadas foram encontrados primariamente picos referentes ao alumínio puro e a fase intermetálica θ (Al₂Cu), indicando que houve difusão de cobre na matriz de alumínio durante o processo de sinterização para todas as misturas em estudo. Por fim, foram detectados picos característicos de Al₂O₃ resultantes da oxidação superficial natural dos grãos de alumínio após os tratamentos térmicos em forno sem atmosfera controlada.

5.9.1. Misturas sem adição de Estanho

Na Figura 48 são apresentados os difratogramas para os corpos de prova de composição química AI-3,5Cu.

Em preto são destacados os difratogramas das amostras somente sinterizadas. Nestes é possível observar os picos característicos da fase α -alumínio puro nas posições 20 aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos características do intermetálico θ nas posições aproximados de: 38°, 42°, 47°, 65°, 67°, 69°, 73°, 77°, 82° e 99° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089.

Em vermelho é destacado o difratograma referente as amostras submetidas a solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas. Nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro já observados na amostra somente sinterizada. Desta vez nota-se menor incidência de picos referentes à fase θ, sendo detectados somente nas posições 2θ aproximadas de 67° e 99°. Segundo Ibrahim; Bishop; Kipouros, (2015) as partículas precipitadas de Al₂Cu são extremamente finas após o tratamento térmico de envelhecimento de forma que se tornam difíceis de detectar no ensaio de DRX, este fato corrobora com a diminuição na detecção dos picos do intermetálico θ. E picos característicos de Al₂O₃ foram detectados nos posições 2θ aproximadas de 34°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304, evidenciando oxidação do alumínio durante o processo de tratamento térmico devido a este ter sido realizado sem atmosfera controlada.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 9 horas. Nestes é possível notar o aumento dos picos característicos de Al₂Cu, agora presentes nas posições 20 aproximadas de 47°, 67°, 78°, 82° e 99° evidenciando o coalescimento da fração precipitada desta fase devido a maior temperatura de envelhecimento artificial. Observa-se aumento da quantidade e intensidade dos picos de Al₂O₃, agora presentes nos picos referentes as posições 20 de 34°, 39°, 47°, 67°, 82° e 99° revelando que houve maior oxidação devido à maior temperatura durante o processo de envelhecimento artificial.





Fonte: Autor

Na Figura 49 são apresentados os difratogramas para os corpos de prova de composição química AI-4,0Cu.

No difratograma das amostras somente sinterizadas, destacado em preto, é possível observar os picos característicos da fase α -alumínio puro nas posições 20 aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico θ nas posições aproximadas de: 38°, 42°, 47°, 65°, 67°, 69°, 73°, 78°, 82° e 99° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089-1981.

Em vermelho são destacados os difratogramas das amostras após solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas, nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro da amostra somente sinterizada. Picos referentes à fase Al₂Cu nas posições 2θ aproximadas de 67°, 78° e 99° e picos característicos de Al₂O₃ nas posições 2θ aproximadas de 39°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 9 horas. Picos característicos de Al₂Cu, presentes nas posições 20 aproximadas, 47°, 67°, 78°, 82° e 99°, aumento da quantidade e intensidade dos picos de Al₂O₃, nos picos referentes as posições 20 de 34°, 39°, 47°, 67°, 82° e 99°. Da mesma forma que ocorreu na liga Al-3,5Cu observou-se aumento das frações de Al₂Cu, bem como, de Al₂O₃ devido à maior temperatura de envelhecimento artificial, as quais, as amostras foram submetidas ao passar pelo tratamento térmico de envelhecimento a 200°C.



Figura 49— Difrações de Raio X das Amostras de Al-4,0Cu.

Na Figura 50 são apresentados os difratogramas para a amostra de composição química AI-4,5Cu.

No difratograma das amostras sinterizadas é possível observar os picos característicos da fase α-alumínio puro nas posições 20 aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico Al₂CU nas posições 20 aproximadas de: 38°, 42°, 47°, 57°, 61°, 65°, 67°, 69°, 73°, 77°, 82° e 99° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089-1981.

Em vermelho são destacados os difratogramas das amostras após solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas, nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro, picos referentes à fase Al₂Cu em

posições 20 aproximadas de 42°, 67°, 77°, 82° e 99° e picos característicos de Al_2O_3 nas posições 20 aproximadas de 39°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 9 horas. Picos característicos de Al₂Cu, presentes em posições 20 aproximadas de 47°, 67°, 78°, 82° e 99°, aumento da quantidade e intensidade dos picos de Al₂O₃, nos picos em posições 20 aproximadas de 39°, 44°, 67°, 82° e 99° revelando que houve maior oxidação devido à maior temperatura durante o processo de envelhecimento artificial a 200°C.



Figura 50 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-4,5Cu.

Fonte: Autor

5.9.2. Misturas com adição de Estanho

Na Figura 51 são apresentados os difratogramas para a amostra de composição química Al-3,5Cu-0,1Sn.

No difratograma das amostras sinterizadas observam-se picos característicos da fase α-alumínio puro nas posições 2θ aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico Al₂Cu em posições 2θ aproximadas: 38°, 42°, 47°, 57°, 61°, 65°, 67°, 69°, 73°, 77° e 82° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089-1981.

Em vermelho são apresentados os difratogramas das amostras após solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas, nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro já anteriormente apresentados, picos referentes à fase Al₂Cu nas posições 20 aproximadas de 67°, 77°, 82° e 99° e picos característicos de Al₂O₃ nas posições 20 aproximadas de 39°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 6 horas. Picos característicos de Al₂Cu, presentes nas posições 20 aproximadas de 67°, 78°, 82° e 99°, picos referentes ao óxido Al₂O₃ em posições 20 aproximadas de 34°,37°, 39°, 44°, 67°, 82° e 99° revelando que houve maior oxidação devido à maior temperatura durante o processo de envelhecimento artificial.



Figura 51 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-3,5Cu -0,1Sn.

Figura 52 são apresentados os difratogramas para a amostra de composição química AI-4,0Cu-0,1Sn.

No difratograma das amostras sinterizadas observam-se picos característicos da fase α-alumínio puro nas posições 2θ aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico Al₂Cu em posições 2θ aproximadas de: 38°, 42°, 47°, 57°, 65°, 67°, 69°, 73°, 77° e 82° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089-1981.

Em vermelho são apresentados os difratogramas das amostras após solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas, nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro já anteriormente apresentados, picos

referentes à fase Al₂Cu nas posições 2θ aproximadas de 48°, 67°, 77°, e 99° e picos característicos de Al₂O₃ nas posições 2θ aproximadas de 39°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 6 horas. Picos característicos de Al₂Cu, presentes nas posições 20 aproximadas de 48°, 67°, 78°, 82° e 99°, picos referentes ao óxido Al₂O₃, nas posições 20 aproximadas de 34°, 39°, 44°, 48°, 67°, 82° e 99° revelando que houve maior oxidação devido à maior temperatura durante o processo de envelhecimento artificial.



Figura 52 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-4,0Cu -0,1Sn.

Na Figura 53 são apresentados os difratogramas para a amostra de composição química Al-4,5Cu-0,1Sn.

No difratograma das amostras sinterizadas observam-se picos característicos da fase α-alumínio puro nas posições 2θ aproximadas de: 38°; 44°; 65°, 78°; 82°; 99°; 112° e 116° segundo ficha catalográfica NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico Al₂Cu nas posições 2θ aproximadas de: 38°, 42°, 47°, 57°, 61°, 65°, 67°, 69°, 73°, 77° e 82° segundo ficha catalográfica ICSD código 01-089-1981.

Em vermelho são apresentados os difratogramas das amostras após solubilização a 540°C e envelhecimento a 160°C por 9 horas, nestes são exibidos os mesmos picos característicos do alumínio puro já anteriormente apresentados, picos referentes à fase Al₂CU em posições 20 aproximadas de 42°, 47°, 67°, 77° e 99° e picos característicos de Al₂O₃ nas posições 20 aproximadas de 34°, 44° e 67° segundo ficha catalográfica ICDD 00-001-1304.

O difratograma destacado em azul foi obtido para as amostras que passaram por tratamento térmico com solubilização a 540°C e envelhecimento a 200°C por 6 horas. Picos característicos de Al₂Cu, presentes nas posições 20 aproximadas de 67°, 78°, 82° e 99°, picos referentes ao óxido Al₂O₃ em posições 20 aproximadas de 34°, 39°, 44°,47°, 67°, 82° e 99° revelando que houve maior oxidação devido à maior temperatura durante o processo de envelhecimento artificial.


Figura 53 — Difrações de Raio X das Amostras de Al-4,5Cu -0,1Sn.

Portanto, das amostras com adição de estanho nota-se um aumento das frações de intermetálico Al₂Cu, quando comparadas misturas com mesma porcentagem de Cobre. Também se notou aumento nas frações de alumina relacionadas com o aumento da temperatura de envelhecimento artificial. Não foram detectados picos referentes ao Estanho puro.

6. CONCLUSÕES

A partir do exposto no presente trabalho foi possível avaliar o comportamento das misturas Al-Cu e Al-Cu-Sn obtidas via metalurgia do pó e realizar análises comparativas posteriormente aos tratamentos térmicos. Desta forma conclui-se que.

Todas as misturas em estudo apresentam tendência de compressibilidade semelhantes. Corpos de prova compactados a tensão de 200MPa resultaram em valores médios de 90% da densidade teórica para cada liga.

Todos corpos de prova apresentaram aumento de volume devido ao processo de sinterização, sendo o menor aumento correspondente a 6,43% para a misturas Al-3,5Cu e o maior de 9,21% para a liga Al-3,5Cu-0,1Sn.

Para todas as misturas observou-se diminuição da densidade quando comparados os corpos de prova compactados a verde com os mesmos após sinterização. Estes variando do valor mínimo de 3,9% de redução de densidade para a liga Al-3,5Cu e máximo de 6,22% de redução de densidade para a liga Al-3,5Cu-0,1Sn.

Em análise de microscopia ótica foi possível observar que em todas amostras foram encontrados dois tipos de porosidades. Poros de dimensões médias de 52µm nas amostras sem adição de estanho e 59µm nas amostras com adição de estanho apresentando morfologia irregular e não interconectados. Poros intergranulares de dimensões menores que os grãos, bem distribuídos na matriz foram observados tanto nas amostras sem adição quanto nas com adição de estanho.

Em análise de microdureza após a sinterização, as amostras de misturas sem adição de estanho apresentaram em média microdurezas 13% superiores do que as misturas com adição de estanho.

Amostras sem adição de estanho apresentaram maior resposta ao endurecimento quando submetidas a solubilização a 540°C por 2 horas e envelhecimento artificial a 200°C durante 9 horas, chegando ao valor de 91HV. Enquanto que, as amostras com adição de estanho apresentaram maior resposta ao endurecimento quando submetidas a solubilização a 540°C por 2 horas e envelhecimento artificial a 200°C durante 6 horas, chegando ao valor de 93,6HV. Já as amostras com adição de estanho quando submetidas a envelhecimento a 200°C durante 9 horas, chegando ao valor de 93,6HV. Já as amostras com adição de estanho quando submetidas a envelhecimento a 200°C durante 9 horas apresentam superenvelhecimento. Evidenciando que a adição vestigial de 0,1% de estanho em massa aumentou a resposta ao tratamento térmico.

Da análise de DRX foi possível analisar que houve formação de fase Al₂Cu em todas amostras.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

 Variar os tempos e temperaturas de sinterização e avaliar os resultados obtidos após sinterização e após tratamentos térmicos

 Aumentar a concentração de Estanho e avaliar as respostas à sinterização e aos tratamentos térmicos.

• Realizar ciclos de tratamento térmico T6 com diferentes temperaturas de solubilização, bem como, diferentes temperaturas e tempos de envelhecimento.

• Realizar ensaios comparativos de rugosidade superficial.

• Avaliar a possibilidade de realizar a compactação sem uso de lubrificante.

• Avaliar a resistência à compressão.

• Avaliar a resposta à sinterização devido a adição vestigial de Magnésio.

 Substituir o processo de mistura por processos de moagem de baixa ou alta energia e analisar a resposta à sinterização.

REFERENCIAL TEÓRICO

REFERENCIAL TEÓRICO NOMINAL

ABOULKHAIR, Nesma T. *et al.* 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. **Progress in Materials Science**, [*s. l.*], v. 106, n. July, p. 100578, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578

AKOPYAN, T. K. *et al.* Structure and precipitation hardening response in a cast and wrought Al-Cu-Sn alloy. **Materials Letters**, [s. *l*.], v. 300, n. May, p. 130090, 2021. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130090

ASHKENAZI, Dana. How aluminum changed the world: A metallurgical revolution through technological and cultural perspectives. **Technological Forecasting and Social Change**, [*s. l.*], v. 143, n. June 2018, p. 101–113, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.techfore.2019.03.011

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook Volume 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special -Purpose Materials**. Materials Park, OH: ASM International, 2001a. ISSN 08170379.v. 2*E-book*.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook Volume 4: Heat Treating**. Materials Park, OH: ASM International, 2001b.

ASM INTERNATIONAL. **ASM Handbook Volume 7: Powder Metal Techologies and Application**. Materials Park, OH: ASM International, 2001c.

BEKHEET, N. E. *et al.* The effects of aging on the hardness and fatigue behavior of 2024 Al Alloy/SiC composites. **Materials and Design**, [*s. l.*], v. 23, n. 2, p. 153–159, 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S0261-3069(01)00072-3

BISHOP, D. P. *et al.* On enhancing the mechanical properties of aluminum P/M alloys. **Materials Science and Engineering A**, [*s. l.*], v. 290, n. 1–2, p. 16–24, 2000. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00957-6

CALLISTER, Willian D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 8ªed. Rio de Janeiro: LTC, 2010.

CHANDRAMOULI, R. *et al.* Deformation, densification, and corrosion studies of sintered powder metallurgy plain carbon steel preforms. **Materials and Design**, [*s. l.*], v. 28, n. 7, p. 2260–2264, 2007. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2006.05.018

COOKE, R. W. et al. Powder metallurgy processing of Al-Cu-Mg alloy with low

Cu/Mg ratio. **Powder Metallurgy**, [*s. l*.], v. 55, n. 1, p. 29–35, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1179/1743290111Y.0000000013

DAS NEVES, EDERSON BITENCOURT. SINTERIZAÇÃO DE MISTURAS DE PÓS ELEMENTARES DE UMA LIGA Fe-22,5Cr-5,5Ni. Rio Grande: Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica - PPMec - FURG, 2015.

DENG, Zhenghua *et al.* MaDENG, Zhenghua et al. Machine leaning aided study of sintered density in Cu-Al alloy. Computational Materials Science, [s. l.], v. 155, n. June, p. 48–54, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.07.049>chine leaning aided study of. **Computational Materials Science**, [s. l.], v. 155, n. June, p. 48–54, 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2018.07.049

DURMUŞ, Hülya Kaçar; MERIÇ, Cevdet. Age-hardening behavior of powder metallurgy AA2014 alloy. **Materials and Design**, [s. *l*.], v. 28, n. 3, p. 982–986, 2007. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.11.022

DURSUN, Tolga; SOUTIS, Costas. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. **Materials and Design**, [*s. l.*], v. 56, p. 862–871, 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.002

ENNETI, Ravi K. *et al.* Effects of lubricant on green strength, compressibility and ejection of parts in die compaction process. **Powder Technology**, [s. *l*.], v. 233, p. 22–29, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.08.033

ENNETI, Ravi K.; GERMAN, Randall M.; ATRE, Sundar V. Effects of lubricant and part geometry on the ejection characteristics during die compaction. **Powder Metallurgy**, [*s. l.*], v. 60, n. 5, p. 337–344, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1080/00325899.2017.1345367

GERMAN, Randall M.; SURI, Pavan; PARK, Seong Jin. Review: Liquid phase sintering. **Journal of Materials Science**, [s. *I*.], v. 44, n. 1, p. 1–39, 2009. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10853-008-3008-0

GÖKÇE, Azim; FINDIK, Fehim; KURT, Ali Osman. Effects of Mg content on aging behavior of Al4CuXMg PM alloy. **Materials and Design**, [*s. l.*], v. 46, p. 524–531, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.045

GÖKÇE, Azim; FINDIK, Fehim; KURT, Ali Osman. Microstructural examination and properties of premixed Al-Cu-Mg powder metallurgy alloy. **Materials Characterization**, [s. *l*.], v. 62, n. 7, p. 730–735, 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.04.021

GOPIENKO, Victor G. Production of Aluminum Powders. 2. ed. [S. /.]: Elsevier Ltd., 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100543-9.00015-4

HATCH, John E. Aluminum: properties and physical metallurgy. [*s. l.*], v. 424, 2000.

HUO, S. H. *et al.* Aluminium powder metallurgy. [*S. l.*]: Woodhead Publishing Limited, 2010. ISSN 10474838. Disponível em: https://doi.org/10.1533/9780857090256.3.655

IBRAHIM, Abdulwahab; BISHOP, Donald P.; KIPOUROS, Georges J. Sinterability and characterization of commercial aluminum powder metallurgy alloy Alumix 321. **Powder Technology**, [*s. l.*], v. 279, p. 106–112, 2015. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.001

KENT, D.; DRENNAN, J.; SCHAFFER, G. B. A morphological study of nitride formed on AI at low temperature in the presence of Mg. **Acta Materialia**, [*s. l.*], v. 59, n. 6, p. 2469–2480, 2011. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.12.050

KENT, D.; SCHAFFER, G. B.; DRENNAN, J. Age hardening of a sintered Al-Cu-Mg-Si-(Sn) alloy. **Materials Science and Engineering A**, [*s. l.*], v. 405, n. 1–2, p. 65–73, 2005. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.05.104

KHAN, Mahmood *et al.* Effect of graphene nanoplatelets on the physical and mechanical properties of Al6061 in fabricated and T6 thermal conditions. **Journal of Alloys and Compounds**, [*s. l.*], p. 1076–1091, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.222

LALL, Chamman. Light Weighting of Structural Automotive Components Using High Strength Powder Metallurgy Aluminum Alloys. **Metal Powder Products**, [*s. l.*], 2017. Disponível em: http://www.ghbook.ir/index.php?name=مای رسانه و فرهنگaoption=com_dbook&task=readonline&book_id=13650&page=73&chkhashk=ED 9C9491B4&Itemid=218&Iang=fa&tmpl=component

LEFEBVRE, L. P.; THOMAS, Y.; WHITE, B. Effects of lubricants and compacting pressure on the processability and properties of aluminum P/M parts. **Journal of Light Metals**, [s. *l*.], v. 2, n. 4, p. 239–246, 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S1471-5317(03)00007-5

LUMLEY, R N; SCHAFFER, G B. The effect of additive particle size on the mechanical properties of sintered aluminium-copper alloys. **Scripta Materialia**, [s. *l*.], v. 39, n. 8, p. 1089–1094, 1998. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S1359-6462(98)00278-4

LUMLEY, R N; SCHAFFER, G B. The effect of solubility and particle size on liquid phase sintering. **Scripta Materialia**, [*s. l.*], v. 35, n. 5, p. 589–595, 1996. Disponível em: https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00195-9

MARTÍN, J. M.; CASTRO, F. Liquid phase sintering of P/M aluminium alloys: Effect of processing conditions. **Journal of Materials Processing Technology**, [s. *l*.], v. 143–144, n. 1, p. 814–821, 2003. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00335-2

MIN, Kyung Ho *et al.* Liquid phase sintering of the commercial 2xxx series Al blended powder. **Journal of Alloys and Compounds**, [*s. l.*], v. 419, n. 1–2, p. 290–293, 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2005.09.070

MISHRA, Rajiv S.; SIDHAR, Harpreet. Physical Metallurgy of 2XXX Aluminum Alloys. Friction Stir Welding of 2XXX Aluminum Alloys Including AI-Li Alloys, [s. *I*.], p. 15–36, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-12-805368-3.00002-9

MOSHER, W G.E. *et al.* On enhancement of hypoeutectic aluminium-silicon powder metallurgy alloy. **Canadian Metallurgical Quarterly**, [s. *l*.], v. 51, n. 1, p. 39–47, 2012. Disponível em: https://doi.org/10.1179/1879139511Y.000000018

NEIKOV, Oleg D. Production of Aluminum Alloy Powders. *In*: HANDBOOK OF NON-FERROUS METAL POWDERS. [S. *I.*]: Elsevier, 2019. p. 481–531. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100543-9.00016-6

ÖZAY, Çiğdem; GENCER, Elif Beyza; GÖKÇE, Azim. Microstructural properties of sintered Al–Cu–Mg–Sn alloys. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. *I*.], v. 134, n. 1, p. 23–33, 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s10973-018-7171-5

PARVIZI, Reza; TAN, Mike Y.; HUGHES, Anthony E. **Recent Insights Into Corrosion Initiation at the Nanoscale**. [*S. I.*]: Elsevier Ltd., 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102063-0.00014-x

PIECZONKA, T. *et al.* Dimensional behaviour of aluminium sintered in different atmospheres. **Materials Science and Engineering A**, [*s. l.*], v. 478, n. 1–2, p. 251–

256, 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.06.002

PIECZONKA, T. Disruption of an Alumina Layer during Sintering of Aluminium in Nitrogen. **Archives of Metallurgy and Materials**, [s. *I*.], v. 62, n. 2, p. 987–992, 2017. Disponível em: https://doi.org/10.1515/amm-2017-0139

POLMEAR, Ian *et al.* Physical Metallurgy of Aluminium Alloys. *In*: LIGHT ALLOYS. [S. *I.*]: Elsevier, 2017. v. 88, p. 31–107. Disponível em: https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099431-4.00002-6

POZNAK, Alex; FREIBERG, Daniel; SANDERS, Paul. Automotive Wrought Aluminium Alloys. [S. /.]: Elsevier Ltd., 2018. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-08-102063-0.00010-2

QIAN, M.; SCHAFFER, G.B. Sintering of aluminium and its alloys. *In*: SINTERING OF ADVANCED MATERIALS. [*S. I.*]: Elsevier, 2011. p. 291–323. Disponível em: https://doi.org/10.1533/9781845699949.3.291

RAMAKRISHNAN, Dr. Automotive applications of powder metallurgy. [S. /.]: Woodhead Publishing Limited, 2013. Disponível em: https://doi.org/10.1533/9780857098900.4.493

RASHED, H. M.M.A.; BAZLUR RASHID, A. K.M. Heat Treatment of Aluminum Alloys. [S. /.]: Elsevier Ltd., 2016. ISSN 00198374.v. 2–3 Disponível em: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09194-3

SANKARAN, Krishnan K.; MISHRA, Rajiv S. Aluminum Alloys. *In*: METALLURGY AND DESIGN OF ALLOYS WITH HIERARCHICAL MICROSTRUCTURES. [*S. I.*]: Elsevier, 2017. v. 31, p. 57–176. Disponível em: https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812068-2.00004-7

SCHAFFER, G. B. Powder processed aluminium alloys. **Materials Forum**, [*s. l*.], v. 28, p. 65–74, 2004.

SCHAFFER, G. B. *et al.* The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium. **Acta Materialia**, [s. *l*.], v. 54, n. 1, p. 131–138, 2006. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.08.032

SCHAFFER, G. B. *et al.* The effect of tin and nitrogen on liquid phase sintering of Al-Cu-Mg-Si alloys. **Acta Materialia**, [s. *l.*], v. 56, n. 11, p. 2615–2624, 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.01.047

SCHAFFER, G. B.; HALL, B. J. The influence of the atmosphere on the sintering of aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and**

Materials Science, [s. *l*.], v. 33, n. 10, p. 3279–3284, 2002. Disponível em: https://doi.org/10.1007/s11661-002-0314-z

SCHAFFER, G. B.; SERCOMBE, T. B.; LUMLEY, R. N. Liquid phase sintering of aluminum alloys. **Materials Chemistry and Physics**, [s. *I*.], v. 67, n. 1–3, p. 85–91, 2001. Disponível em: https://doi.org/10.1016/S0254-0584(00)00424-7

SHA, G.; MARCEAU, R. K.W.; RINGER, S. P. Precipitation and solute clustering in aluminium: Advanced characterisation techniques. [S. /.]: Woodhead Publishing Limited, 2010. Disponível em: https://doi.org/10.1533/9780857090256.2.345

SHOWAITER, N.; YOUSEFFI, M. Compaction, sintering and mechanical properties of elemental 6061 AI powder with and without sintering aids. **Materials and Design**, [s. *I.*], v. 29, n. 4, p. 752–762, 2008. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.matdes.2007.01.027

TAYLOR, John a. The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys. **35th Australian Foundry Institute National Conference**, [*s. l.*], n. October 2004, p. 148–157, 2004.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **An Introduction To Powder Metallurgy**. 1. ed. London: The Institute Of Materials Series On Powder Metallurgy, 1993. Disponível em: https://doi.org/0-901716-26-X

TOTTEN, George E. Totten; MACKENZIE, D. Scott. **Handbook of Aluminum**. 1st Editioed. Boca Raton: CRC Press, 2003. ISSN 00029432. Disponível em: https://doi.org/10.1201/9780203912591

UPADHYAYA, G. S. Powder Metallurgy Technology. **Cambridge International Science Publishing**, [*s. l.*], n. 1, p. 1–5, 2014. Disponível em: https://doi.org/10.1073/pnas.0703993104

VARGEL, Christian. Cast aluminium alloys. **Corrosion of Aluminium**, [*s. l.*], v. 3, p. 21–23, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/b978-0-08-099925-8.00005-3

REFERENCIAL TEÓRICO POR ESTRATO



Figura 54 — Gráfico da distribuição porcentual do referencial teórico em relação ao tipo de estrato.

Fonte: Autor

REFERENCIAL TEÓRICO POR CLASSIFICAÇÃO QUALIS

Figura 55 — Gráfico da distribuição porcentual do referencial teórico em relação ao qualis do estrato.



Fonte: Autor

REFERENCIAL TEÓRICO POR DATA DE PUBLICAÇÃO



Figura 56 — Gráfico da distribuição porcentual do referencial teórico em relação a data de publicação.

Fonte: Autor

APÊNDICE A

A.1. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-3,5CU.

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,250	2,243	2,245	2,246	0,00336
150	2,457	2,404	2,415	2,425	0,02773
200	2,556	2,499	2,510	2,522	0,03046
250	2,619	2,565	2,575	2,586	0,02876
300	2,652	2,590	2,593	2,612	0,03466
350	2,665	2,622	2,631	2,639	0,02274
400	2,671	2,634	2,657	2,654	0,01867
450	2,671	2,641	2,660	2,657	0,01546
500	2,658	2,647	2,663	2,656	0,00813
		Eanta: Autor			

Tabela 14 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-3,5Cu.

Fonte: Autor



Figura 57 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-3,5Cu.

Fonte: Autor

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,242	2,263	2,230	2,25	0,01652
150	2,423	2,421	2,388	2,410	0,01978
200	2,519	2,511	2,486	2,505	0,01696
250	2,579	2,571	2,551	2,567	0,01447
300	2,610	2,596	2,581	2,596	0,01431
350	2,635	2,609	2,600	2,614	0,01842
400	2,648	2,615	2,609	2,624	0,02097
450	2,651	2,625	2,619	2,631	0,01740
500	2,651	2,631	2,625	2,636	0,01379
		Fonte: Autor			

A.2. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,0CU.

Tabela 15 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-4,0Cu.

Figura 58 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-4,0Cu.



Fonte: Autor

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,284	2,275	2,273	2,28	0,00560
150	2,416	2,428	2,431	2,42	0,00796
200	2,517	2,529	2,527	2,52	0,00686
250	2,576	2,590	2,593	2,59	0,00906
300	2,613	2,621	2,650	2,63	0,01953
350	2,626	2,640	2,663	2,64	0,01886
400	2,639	2,653	2,667	2,65	0,01392
450	2,652	2,659	2,670	2,66	0,00915
500	2,655	2,666	2,676	2,67	0,01079
		Fonte: Autor			

A.3. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,5CU.

Tabela 16 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-4,5Cu.





Fonte: Autor

A.4. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-3,5CU-0,1SN.

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,245	2,262	2,256	2,254	0,00891
150	2,398	2,429	2,412	2,413	0,01595
200	2,495	2,514	2,500	2,503	0,00971
250	2,558	2,574	2,559	2,564	0,00885
300	2,589	2,611	2,590	2,596	0,01261
350	2,614	2,630	2,608	2,617	0,01125
400	2,627	2,636	2,621	2,628	0,00781
450	2,636	2,649	2,627	2,638	0,01107
500	2,640	2,662	2,630	2,644	0,01641
		Eonte: Autor			

Tabela 17 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-3,5Cu-0,1Sn.

Fonte: Autor

Figura 60 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-3,5Cu-0,1Sn.



Fonte: Autor

A.5. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,0CU-0,1SN.

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,249	2,208	2,240	2,232	0,02170
150	2,415	2,387	2,389	2,397	0,01587
200	2,500	2,480	2,487	2,489	0,00997
250	2,559	2,550	2,558	2,556	0,00515
300	2,596	2,586	2,582	2,588	0,00711
350	2,615	2,611	2,613	2,613	0,00209
400	2,628	2,630	2,626	2,628	0,00183
450	2,631	2,646	2,629	2,635	0,00908
500	2,637	2,649	2,633	2,640	0,00848
		Fonte: Autor			

Tabela 18 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-4,0Cu-0,1Sn.

Figura 61 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-4,0Cu-0,1Sn.



Fonte: Autor

A.6. CURVA DE COMPRESSIBILIDADE DA MISTURA AL-4,5CU-0,1SN.

Tensão de Compactação (MPa)	1º Ensaio Dens.(g/cm³)	2º Ensaio Dens.(g/cm³)	3º Ensaio Dens.(g/cm³)	Média Dens. (g/cm³)	Desvio Padrão
100	2,231	2,226	2,230	2,229	0,00294
150	2,387	2,388	2,398	2,391	0,00616
200	2,483	2,489	2,485	2,486	0,00330
250	2,547	2,557	2,562	2,555	0,00744
300	2,574	2,581	2,592	2,583	0,00901
350	2,596	2,606	2,608	2,603	0,00631
400	2,612	2,619	2,623	2,618	0,00590
450	2,621	2,628	2,633	2,627	0,00592
500	2,624	2,638	2,639	2,634	0,00820
		Fonte: Autor			

Tabela 19 — Dados obtidos no ensaio de compressibilidade da mistura Al-4,5Cu-0,1Sn.

Figura 62 — Gráfico de compressibilidade da mistura Al-4,5Cu-0,1Sn.



Fonte: Autor