STE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR JAIME ALEJANDRO
BRAVO SALAZAR E APRO
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 27 / 02 / 2007
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Autor: Jaime Alejandro Bravo Salazar

Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos AA6061+TiCN por Sinterização com Fase Líquida e Caracterização do Produto

Campinas, 2007.

131/2011

Autor: Jaime Alejandro Bravo Salazar

Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos AA6061+TiCN por Sinterização com Fase Líquida e Caracterização do Produto

Tese apresentada ao Curso de Doutorado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientadora: Maria Helena Robert
Co-orientadora: Elisa Maria Ruiz Navas

Campinas
2007

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

Bravo Salazar, Jaime Alejandro
B739e Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos AA6061+TiCN por Sinterização com Fase Líquida e Caracterização do Produto / Jaime Alejandro Bravo Salazar.-- Campinas, SP: [s.n.], 2007.

Orientador: Maria Helena Robert e Elisa Maria Ruiz Navas.
Tese (Doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Sinterização. 2. Alumínio. 3. Materiais compostos. 4. Metalurgia do pó. I. Robert, Maria Helena. II. Ruiz Navas, Elisa Maria. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. IV. Título.

Titulo em Inglês: Investigation on the Process of Production of Composites AA6061+TiCN by Powder Metallurgy Involving Liquid Phase Sintering and Characterization of the Product.
Palavras-chave em Inglês: Aluminum matrix composites, liquid phase sintering, powder aluminum alloy, titanium carbonitride.
Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação
Titulação: Doutor em Engenharia Mecânica
Banca examinadora: Rezende Gomes dos Santos, Maria Clara Filippini Ierardi, Jesualdo Luiz Rossi e João Batista Fogagnolo.
Data da defesa: 27/02/2007
Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO

TESE DE DOUTORADO

Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos AA6061+TiCN por Sinterização com Fase Líquida e Caracterização do Produto

Autor: **Jaime Alejandro Bravo Salazar**
Orientadora: **Maria Helena Robert**
Co-orientadora: **Elisa Maria Ruiz Navas**

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Tese:

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

Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
FEM/UNICAMP

Prof. Dra. Maria Clara Filippini Ierardi
FEM/UNICAMP

Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi
IPEN/SP

Prof. Dr. João Batista Fogagnolo
USF/ITATIBA

Campinas, 27 de fevereiro de 2007

Dedicatória:

Dedico este trabalho à minha esposa Roseli e a minha filha Ísis.

A meus Pais, Alejandro e Delfina.

A todos eles devo o que fui, sou e serei eternamente.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser culminado sem a mutua colaboração de diversas pessoas e instituições às quais agradeço infinitamente.

À Professora Maria Helena Robert, minha orientadora, pela grande oportunidade que me deu de realizar o doutorado sob sua orientação.

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

A todos os professores e colegas do Departamento de Ciência dos Materiais e Engenharia Química da Universidade Carlos III de Madri, que me ajudaram de forma direta e indireta na execução deste trabalho.

Aos colegas da UNICAMP, André, Fabio e Renato.

Aos ex-colegas da UNICAMP, Wanderley, Gisele, Beethoven e Daniel por suas valiosas ajudas e colaborações que me brindaram.

À amiga Maria Luisa pela ajuda valiosa brindada na execução experimental deste trabalho.

À Elisa pela valiosa ajuda na execução deste trabalho.

Ao amigo João pela valiosa ajuda na redação do texto.

À CAPES pela bolsa de estudos fornecida.

“Jamás se arrepentirá el hombre de haber proporcionado a su espíritu cuanto elemento de juicio requieren el desarrollo pleno de sus aptitudes y el ejercicio sin limitaciones de su inteligencia”.

Carlos Bernardo Gonzáles Pecotche - Raumsol

Resumo

Salazar Bravo, Jaime Alejandro, *Estudo do Processo de Fabricação de Compósitos AA6061+TiCN por Sinterização com Fase Líquida e Caracterização do Produto,* Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2007, 200 p. Tese (Doutorado)

Este trabalho estuda o processo de fabricação de compósitos de matriz de alumínio AA6061 reforçado com TiCN por metalurgia do pó, envolvendo as etapas de mistura de pós, compactação uniaxial e sinterização com fase líquida. Para efeitos de comparação foram produzidos e caracterizados compactados da liga AA6061 sem adição de reforços. Foram investigados os parâmetros de processo: teores de reforço (5% e 10% massa), teor de aditivos Pb e Sn (0,1, 0,15, 0,2 e 0,4% massa), pressão de compactação (400, 600 e 800 MPa), tempos (15, 30, 45 e 60 min) e temperatura de sinterização (590, 600, 610 e 620 ºC). Em cada etapa do processo foram caracterizados os produtos (mistura de pós e compactados); o produto final obtido, após sinterização, foi caracterizado com relação à sua microestrutura, propriedades físicas (densificação e variação dimensional) e mecânicas (resistência à flexão e dureza). Os resultados obtidos mostraram uma grande eficiência do processo na obtenção de compósitos; a adição do teor de reforço de 5%TiCN foi eficiente na promoção de rupturas das camadas de óxidos do pó da liga de alumínio compactado à pressão de 400 MPa, auxiliando a sinterização por difusão da fase líquida formada a partir da fusão de Al+Mg_2Si, melhorando a densificação e diminuindo a variação dimensional dos produtos sinterizados. Do ponto de vista metalúrgico, os materiais compósitos obtidos apresentaram microestruturas homogêneas, com uma boa distribuição dos reforços na matriz e relativa diminuição de poros. A adição de Pb e Sn promovem maior eficiência de ativação de mecanismos de sinterização; para compactados produzidos à pressão de 800 MPa, a adição de 0,1% desses elementos já apresentou significativa influência na sinterização. Com relação às propriedades mecânicas e físicas observou-se que a adição de TiCN aumentou quase no dobro de seus valores obtidos quando são comparados com a liga AA6061.

Palavras chave

compósitos de matriz de alumínio, sinterização fase líquida, metalurgia de pó de ligas de alumínio, carbonitreto de titânio.

Abstract

Salazar Bravo, Jaime Alejandro, *Investigation on the Process of Production of Composites AA6061+TiCN by Powder Metallurgy Involving Liquid Phase Sintering, and Characterization of the Product.* Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2007, 200 p. Tese (Doutorado)

This work investigates the process of production of composites of the alloy AA6061 reinforced with TiCN particles, by powder metallurgy involving the steps: conventional mixture of powders, compaction by uniaxial cold pressing and sintering with formation of a liquid phase. For comparative analysis it was also produced sintered AA6061 without addition of reinforcements. The following processing parameters were studied: reinforcing particles content (5 and 10 wt%); content of trace elements Pb and Sn (0.1, 0.15, 0.2 0.4 wt%); compaction pressure (from 400, 600 and 800 MPa); time and temperature of sintering (15, 30, 45, 60 min and 590, 600, 610, 620 ^{o}C). In each step products were characterized (powder mixture and green compacts); the final sintered product was characterized related to microstructure, physical (densification and dimensional changes) and mechanical (hardness and bending strength) properties. Obtained results showed high efficiency of the applied process to produce reliable composite products; the addition of 5 wt% TiCN was efficient to promote fracture of the oxide layer in the aluminum particles surface during pressing. At sintering temperatures liquid phase is formed by Al+Mg_2Si melting and is distributed among particles through the fractures of the oxide layer, improving the material densification and its mechanical properties. Microstructures obtained showed homogeneous distribution of TiCN and reduced porosity, whereas AA6061 alloy microstructure showed higher porosity. Addition of Pb and Sn promoted higher efficiency of sintering mechanisms in compacts submitted to high pressures, leading to enhanced physical and mechanical properties in those materials.

Key words

aluminum matrix composites, liquid phase sintering, powder aluminum alloy, titanium carbonitride.

Índice

Índice ix
Lista de figuras xiv
Lista de tabelas xxi
Nomenclatura xxiv

Capítulo I - Introdução e Objetivos 1

Capítulo II - Fundamentos teóricos - Materiais compósitos e tecnologia do alumínio via metalurgia do pó.....4

2.1 Materiais compósitos.....4
2.1.1 Classificação de materiais compósitos 5
2.1.2 Materiais compósitos com matriz de alumínio e suas ligas 6
2.2 Tecnologia da metalurgia do pó 7
2.2.1 Vantagens e desvantagens da metalurgia do pó 8
2.2.2 Metalurgia do pó para alumínio e ligas 9
2.2.3 Compósitos de matriz de alumínio fabricados por metalurgia do pó 10
2.3 Etapas do processo de fabricação por metalurgia do pó 10
2.3.1 Obtenção de pós 11
2.3.2 Mistura e homogeneização 12
2.3.3 Compactação de pós 13
2.3.4 Sinterização 18

2.3.4.1 Etapas da sinterização 19
2.3.4.2 Condições termodinâmicas para a sinterização 21
2.3.4.3 Mecanismo de transporte de massa 22
2.3.4.4 Fenômenos que ocorrem durante a sinterização 25
2.4 Tecnologia da sinterização com fase líquida 28
2.4.1 Vantagens da sinterização com fase líquida 29
2.4.2 Etapas de sinterização com fase líquida 29
2.4.3 Parâmetros da sinterização com fase líquida 32
2.4.4 Tipos de sinterização com fase líquida 38
2.4.5 Aplicações da sinterização com fase líquida 40
2.4.6 Propriedades tecnológicas dos materiais obtidos por sinterização com fase líquida ..41
2.5 Variáveis que afetam o processo de sinterização 42
2.5.1 Tamanho de partículas 42
2.5.2 Geometria e distribuição das partículas 42
2.5.3 Microestrutura das partículas 43
2.5.4 Composição química das partículas 43
2.5.5 Densidade a verde do compactado 44
2.5.6 Temperatura de sinterização 44
2.5.7 Pressão de compactação 46
2.5.8 Tempo de sinterização 47
2.5.9 Presença de lubrificantes 48
2.5.10 Atmosfera de sinterização 48
2.5.11 Velocidade de aquecimento 50
2.5.12 Adição de elementos traços ou ativadores na sinterização com fase líquida 50

Capítulo III – Metodologia experimental 53

3.1 Matérias-primas utilizadas e sua caracterização 55
3.1.1 Descrição das matérias primas e justificativas de sua escolha 55
3.1.2 Caracterização das matérias-primas 57
3.1.2.1 Morfologia das partículas dos pós utilizados 57

3.1.2.2 Granulometria dos pós utilizados 58
3.2 Mistura de pós 58
3.2.1 Equipamento utilizado 58
3.2.2 Constituição das misturas 59
3.2.3 Caracterização das misturas 59
3.2.3.1 Velocidade de escoamento.....60
3.2.3.2 Densidade aparente 61
3.2.3.3 Distribuição granulométrica da mistura 62
3.2.3.4 Análise térmica diferencial (ATD) 63
3.3 Compactação dos pós 63
3.3.1 Compressibilidade do pó de alumínio 64
3.3.2 Compactação das misturas de pós 65
3.3.3 Caracterização das propriedades físicas dos compactados obtidos 68
3.3.3.1 Densidade relativa a verde 68
3.3.3.2 Resistência a verde 70
3.4 Sinterização 71
3.4.1 Parâmetros de sinterização 71
3.4.2 Procedimento de sinterização 73
3.5 Caracterização das propriedades físicas dos produtos sinterizados 76
3.5.1 Densificação 76
3.5.2 Variação dimensional 78
3.6 Caracterização da microestrutura dos produtos sinterizados 79
3.7 Caracterização das propriedades mecânicas dos produtos sinterizados 80
3.7.1 Resistência à flexão em três pontos 81
3.7.2 Ensaios de dureza 81

Capítulo IV – Resultados e discussões 82

4.1 Caracterização dos pós utilizados como matérias-primas 82
4.1.1 Morfologia 82
4.1.2 Granulometria 85

4.2 Caracterização da mistura de pós da liga AA6061, com adição de aditivos e dos compósitos produzidos 87
4.2.1 Velocidade de escoamento.....87
4.2.2 Densidade aparente 88
4.2.3 Distribuição granulométrica 92
4.3 Caracterização dos corpos de prova a verde 97
4.3.1 Compressibilidade da liga AA6061 produzida uniaxialmente 97
4.3.1.1 Compressibilidade da liga AA6061 e com adição de aditivos.....98
4.3.1.2 Compressibilidade dos compósitos produzidos com diferentes teores de reforço de TiCN 99
4.3.2 Resistência a verde dos compactados da liga AA6061 e com adição de aditivos.....101
4.3.3 Resistência a verde dos compósitos obtidos com diferentes teores de reforço.....103
4.4 Análise térmica diferencial (ATD).....104
4.5 Caracterização das propriedades físicas dos sinterizados da liga AA6061, com adição de aditivos e dos compósitos produzidos 107
4.5.1 Densificação.....108
a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos.....108
b) Efeito da quantidade de aditivos na liga AA6061 111
c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos 114
d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito 123
e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos 130
4.5.2 Variação dimensional 140
a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos 141
b) Efeito da quantidade de aditivos na liga AA6061 144
c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos.....147
d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito 150
e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos 152

4.5.3 Comparação de densidades a verde e após a sinterização 156
a) Densidade após compactação e após sinterização da liga AA6061 com adição de aditivos 156
b) Densidade após compactação e após sinterização dos compósitos produzidos.....157
c) Densidade após compactação e após sinterização dos compósitos adicionados com aditivos 159
4.6 Caracterização das propriedades mecânicas dos sinterizados produzidos: resistência à flexão e dureza 161
a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061e com adição de aditivos 161
b) Efeito da quantidade de aditivos na liga AA6061 163
c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061com adição de aditivos 166
d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito 169
e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos 172
4.7 Discussão dos resultados obtidos dos compactados sinterizados da liga AA6061, com e sem aditivos e dos reforços cerâmicos 176
4.7.1 Influência dos aditivos 176
4.7.2 Influência da pressão de compactação 184
4.7.3 Influência da temperatura de sinterização 184
4.7.4 Influência do tempo de sinterização 188

Capítulo V – Conclusões e sugestões para trabalhos futuros 189

5.1 Conclusões 189
5.2 Sugestões para trabalhos futuros 192

Referências bibliográficas 193

Lista de figuras

Figura 2.1 Densidade relativa e porosidade relativa de pós compactados em função da pressão de compactação 14

Figura 2.2 Processos de compactação classificados segundo o modo de aplicação da pressão e a temperatura na qual se aplica a pressão 15

Figura 2.3 Tipos de Sinterização 19

Figura 2.4 Esquema mostrando a influência das mudanças de estado na estrutura do poro durante o processo de sinterização, baseado num modelo de partículas esféricas 20

Figura 2.5 Mecanismos de transporte de massa: 1) Difusão superficial, 2) Evaporação-condensação, 3) Difusão em volume, 4) Difusão nos contornos de grão e 5) Fluência plástica 23

Figura 2.6 Esquema mostrando as etapas de sinterização com fase líquida 30

Figura 2.7 Representação gráfica dos ângulos de contato de molhamento 33

Figura 2.8 Representação gráfica do ângulo diedro 34

Figura 2.9 Efeitos da solubilidade mostrando a contração e a dilatação que podem ocorrer num compacto durante a sinterização com fase líquida 38

Figura 2.10 Efeito da temperatura de sinterização nas propriedades dos materiais sinterizados 45

Figura 2.11 Efeito da temperatura e do tamanho de partícula (finos =1-10μm, grossas = 50-200μm) na densificação. O tempo de sinterização e as densidades a verde permanecem constantes 46

Figura 2.12 Efeito da pressão de compactação sobre a densidade relativa dos pós

de diversos materiais 47
Figura 2.13 Efeito do tempo de sinterização sobre a densidade dos pós a diferentes temperaturas de sinterização 48
Figura 3.1 Esquema da metodologia experimental realizada neste trabalho 54
Figura 3.2 Esquema do medidor de vazão Hall (a) e detalhes do funil medidor de vazão (b) 61
Figura 3.3 Corpo de prova retangular produzido por compactação uniaxial 64
Figura 3.4 Força aplicada na compactação uniaxial em função do tempo 67
Figura 3.5 Curva de calibração da temperatura do corpo de prova em relação à do forno para o processo de sinterização 74
Figura 3.6 Ciclo teórico de sinterização programado para a temperatura de 600 ºC mostrando as etapas de aquecimento, de permanência e de resfriamento 75
Figura 3.7 Ciclo real de sinterização dos corpos de prova à temperatura de 600°C apresentando as etapas de aquecimento, de permanência e de resfriamento 75
Figura 3.8 Representação esquemática do corte para retirada de amostras para análise de microestruturas 80
Figura 4.1 Morfologia das partículas de pó da liga AA6061.....83
Figura 4.2 Microestrutura da partícula de pó da liga AA6061 obtida por atomização a água.....83
Figura 4.3 Morfologia das partículas de pó de Pb 84
Figura 4.4 Morfologia das partículas de pó de Sn 84
Figura 4.5 Morfologia das partículas de pó de TiCN 85
Figura 4.6 Distribuição de tamanhos de partículas do pó da liga AA6061 85
Figura 4.7 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de Pb 86
Figura 4.8 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de Sn 86
Figura 4.9 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de TiCN 87
Figura 4.10 Densidade aparente do pó da liga AA6061 e das misturas de pós produzidas com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn 90
Figura 4.11 Densidade aparente das misturas de pó da liga AA6061, com adição de pós aditivos e dos pós compósitos reforçados com TiCN.....91
Figura 4.12 Distribuição do tamanho de partículas do pó da liga AA6061 e da mistura

de pós com os aditivos de Pb e Sn 93
Figura 4.13 Distribuição do tamanho de partículas dos pós compósitos com diferentes teores de reforço e do compósito adicionado com Sn.....94
Figura 4.14 Curva de compressibilidade obtida do pó da liga AA6061 97
Figura 4.15 Curvas de compressibilidade do pó da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn obtidos a diferentes pressões de compactação ... .98
Figura 4.16 Curvas de compressibilidade do pó da liga AA6061 e dos pós compósitos com diversos teores de reforço e aditivos obtidos a diferentes pressões de compactação 100
Figura 4.17 Morfologia da mistura de pós da liga AA6061 adicionada com 10%TiCN de reforço.....100
Figura 4.18 Resistência a verde dos compactados da liga AA6061 e com adição de diversos teores de aditivos obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 101
Figura 4.19 Resistência a verde dos compactados da liga AA6061, com adição de aditivos e reforços cerâmicos obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 103
Figura 4.20 Representação gráfica das curvas de aquecimento obtidas da análise térmica Diferencial (ATD) dos pós produzidos: a) AA6061 e b)AA6061+5%TiCN.....105
Figura 4.21 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 108
Figura 4.22 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 109
Figura 4.23 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 111
Figura 4.24 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn obtidas às pressões de 400 e 800 MPa.....112
Figura 4.25 Densificação dos compactados da liga AA6061 e com diferentes teores de Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 115

Figura 4.26 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.....116
Figura 4.27 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 117
Figura 4.28 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Pb com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400MPa 118
Figura 4.29 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Pb com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 119
Figura 4.30 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400MPa 120
Figura 4.31 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 121
Figura 4.32 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.....124
Figura 4.33 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+5%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 125
Figura 4.34 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+5%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 126
Figura 4.35 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+10%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 127
Figura 4.36 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+10%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.....128
Figura 4.37 Densificação dos compósitos produzidos com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 131
Figura 4.38 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Pb (AA6061+5%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.....132
Figura 4.39 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Sn (AA6061+5%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de

sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 133
Figura 4.40 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Pb (AA6061+10%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 134
Figura 4.41 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Sn (AA6061+10%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 135
Figura 4.42 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5% TiCN adicionado com Pb (AA6061+5%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 137
Figura 4.43 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Sn (AA6061+5%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 138
Figura 4.44 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Pb (AA6061+10%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 139
Figura 4.45 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Sn (AA6061+10%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa 140
Figura 4.46 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 141
Figura 4.47 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 144
Figura 4.48 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 147
Figura 4.49 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 150

Figura 4.50 Variação longitudinal dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 153
Figura 4.51 Densidade relativa após compactação e após sinterização da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn obtidos a diferentes pressões de compactação 155
Figura 4.52 Densidade relativa após compactação e após sinterização da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço obtidos a diferentes pressões de compactação 157
Figura 4.53 Densidade relativa após compactação e após sinterização dos compósitos com diversos teores de reforço e diferentes aditivos obtidos a diferentes pressões de compactação.....159
Figura 4.54 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 161
Figura 4.55 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 164
Figura 4.56 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.....167
Figura 4.57 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga A6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 170
Figura 4.58 Resistência à flexão e dureza dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.....174
Figura 4.59 Representação gráfica da microsegregação do Pb durante a sinterização do alumínio 178
Figura 4.60 Microestrutura do compósito produzidos com 5%TiCN de reforço sinterizado à temperatura 600 ºC e tempo de 45 min. a) Fotografia MEV,

b) Representação da área selecionada para analise de EDS e (c) Gráfico obtido da análise EDS mostrando os elementos presentes no compósito 181
Figura 4.61 Diagrama de fases binário de Al-Mg_2Si extraída do sistema ternário Al-Mg-Si, mostrando a solubilidade sólida do Al+Mg_2Si no alumínio.....184
Figura 4.62 Distribuição estequiométrica da formação de Mg_2Si a partir dos elementos de Mg e Si (% massa), mostrando a relação de composição química da liga AA6061.....185

Lista de tabelas

Tabela 2.1 Tipos de sinterização 19

Tabela 2.2 Aplicações da sinterização com fase líquida nos materiais cerâmicos 40

Tabela 3.1 Composição química do pó da liga AA6061 utilizada 56

Tabela 3.2 Constituição das misturas de pós produzidas experimentalmente 59

Tabela 3.3 Valores de pressão utilizados na compactação uniaxial das misturas de pós 66

Tabela 3.4 Massa especifica dos compactados da liga AA6061 com diversos teores dos aditivos Pb e Sn 69

Tabela 3.5 Massa especifica dos compactados da liga AA6061, com diversos teores de reforço e com diferentes aditivos.....70

Tabela 3.6 Parâmetros de sinterização dos corpos de prova produzidos por compactação uniaxial (Primeira etapa) 72

Tabela 3.7 Parâmetros de sinterização dos corpos de prova produzidos por Compactação uniaxial (Segunda etapa) 72

Tabela 4.1 Densidade aparente do pó da liga AA6061 e das misturas de pós produzidas com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn.....89

Tabela 4.2 Densidade aparente do pó da liga AA6061 adicionada com pós aditivos e dos pós compósitos reforçados com TiCN 90

Tabela 4.3 Temperaturas de sinterização do pó da liga AA6061, com adição de pós Pb e Sn e dos pós compósitos reforçados com TiCN.....106

Tabela 4.4 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.....114

Tabela 4.5 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com

diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.....123
Tabela 4.6 Densificação dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 130
Tabela 4.7 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação às diferentes temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa) 141
Tabela 4.8 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 143
Tabela 4.9 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos a pressões de 400 e 800 MPa.....146
Tabela 4.10 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diversos teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 149
Tabela 4.11 Variação longitudinal dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 152
Tabela 4.12 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação as temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa 160
Tabela 4.13 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação as temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa) 163
Tabela 4.14 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800MPa 166
Tabela 4.15 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de

sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 169
Tabela 4.16 Resistência à flexão e dureza dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos diferentes tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa 173
Tabela 4.17 Propriedades físicas e químicas da estrutura do alumínio e dos traços elementos de chumbo, estanho e outros 177

Nomenclatura

Abreviações

CMM – Compósitos de matriz metálica

TiCN – Carbonitreto de titânio

PVD – Power vapour deposition

MEV – Microscópio eletrônico de varredura

ATD – Análise térmica diferencial

EDS – Espectrometria por energia dispersiva

Capítulo I

Introdução e objetivos

Atualmente vive-se numa sociedade globalizada que demanda um contínuo desenvolvimento científico e tecnológico. Uma das bases deste desenvolvimento está constituída na fabricação de materiais e na sua disponibilidade com as características necessárias para satisfazer as necessidades e exigências do mercado industrial. Assim, por exemplo, a indústria automotiva demanda um consumo maior de peças ou componentes produzidos via metalurgia do pó. Essa demanda originou um grande crescimento do uso desta tecnologia em novas linhas de pesquisa de produção e aplicações de componentes à base de ligas de alumínio. Assim, por exemplo, no ano de 1998 foram produzidas aproximadamente 1.200 toneladas de peças via metalurgia do pó de ligas de alumínio; com o crescimento anual da produção destes materiais, espera-se atingir 25.000 toneladas até o ano de 2008 (BISHOP, D.P, et al., 2000).

Ligas de alumínio da serie 2xxx, 6xxx e 7xxx produzidas via metalurgia do pó são utilizadas comercialmente em relativas quantidades em aplicações industriais no campo de materiais compósitos de matriz metálica, principalmente devido a reduzida massa do alumínio, o qual é um requisito primordial na produção destes materiais, além dos custos reduzidos de produção em comparação com outros materiais leves tais como o titânio e o magnésio. Adicionalmente, estes materiais compósitos de matriz de alumínio apresentam uma excelente resistência, ductilidade e comportamento em relação à corrosão. Muitos trabalhos são encontrados na literatura envolvendo a obtenção de compósitos de ligas de alumínio por técnicas de metalurgia do pó devido à versatilidade destas técnicas, as quais compreendem, em geral, a

mistura de pós, compactação e sinterização. Porém, é sabido que a produção de alumínio por sinterização de pós é mais complexa do que a de outros materiais (por exemplo, o ferro), devido à facilidade de oxidação do alumínio, o que promove a formação de uma camada de óxido superficial nas partículas que impede a difusão e acomodamento de átomos no processo de sinterização. Por este motivo, peças de alumínio são sinterizadas geralmente com a presença de uma fase líquida. A adição de traços elementos tais como o Pb, o Sn, o Zn, o Mg, etc., são adicionadas ao alumínio em pequenas quantidades para ativar a sinterização. Estes elementos apresentam baixos pontos de fusão e, durante a sinterização tendem a reduzir a tensão superficial do líquido formado, provocando uma redução da energia interfacial de equilíbrio sólido-líquido. A diminuição desta energia interfacial promove a diminuição do ângulo de molhamento, melhorando a densificação dos compactados. A fase líquida rica nos elementos presentes das ligas de alumínio, tais como o Cu, o Si, o Mg podem-se difundir e propagar através da camada superficial de óxido nos pontos em que esta sofreu ruptura, devido ao processo de compactação e com isto contribuir a densificação do compactado.

Uma nova alternativa de sinterização das ligas de alumínio surge com a adição de reforços cerâmicos à matriz de alumínio para se formar um compósito. Tais reforços podem ser na forma de partículas ou fibras, entre os mais usados tem-se os carboneto de silício (SiC), nitretos de silício (Si_3N_4) ou óxidos de alumínio (Al_2O_3). Esses reforços, devido à sua alta dureza, podem gerar microtensões internas nos contornos das partículas de pós durante a compactação, promovendo a ruptura da camada superficial de óxidos de alumínio. Essas microfissuras podem contribuir no processo de sinterização, gerando um aumento de difusão em volume dos elementos de liga tais como o cobre e o silício acelerando o processo de sinterização do alumínio.

A presente pesquisa investiga a possibilidade de utilização de um reforço de material cerâmico, denominado carbonitreto de titânio (TiCN) para a produção de materiais compósitos de matriz de alumínio, analisando seu efeito na consolidação final do produto. Este material cerâmico é amplamente utilizado na engenharia avançada de fabricação de materiais compósitos cerâmicos, principalmente na produção de ferramentas de cortes interrompidos como o fresamento por sua elevada dureza, tenacidade e alta resistência ao desgaste. Na metalurgia do

pó, este material cerâmico tradicionalmente é usado como reforço cerâmico na produção de compósitos de matriz de ferro ou aço rápido.

O carbonitreto de titânio é um material inédito para a utilização como partículas de reforço adicionadas a ligas de alumínio AA6061, e pode representar uma interessante alternativa na produção de materiais compósitos de ligas leves.

O objetivo geral desta pesquisa é o estudo do processo de fabricação de compósitos da liga AA6061 reforçadas com partículas de TiCN, e as caracterizações metalúrgicas, físicas e mecânicas do produto.

Utilizou-se como processo básico à mistura de pós, compactação uniaxial a frio e a sinterização com fase líquida.

Os objetivos específicos da pesquisa são:

- análise dos parâmetros de processo (teor de reforço utilizado, pressão de compactação, tempo e temperatura de sinterização) na qualidade do produto obtido;
- análise do efeito da adição de Pb e Sn no processo de sinterização e na qualidade do produto;
- análise dos mecanismos envolvidos nas diferentes etapas de fabricação do compósito;
- Estabelecer relações qualitativas entre variáveis de processo e a qualidade do produto.

Para efeito comparativo, foram também fabricados e analisados produtos não contendo reforço.

Desta forma, com a análise dos materiais obtidos, das variáveis do processo de fabricação e sua correlação com as propriedades finais dos materiais, procura-se aumentar o conhecimento sobre os materiais estudados e as técnicas de fabricação utilizadas via metalurgia do pó, contribuindo assim, para a tecnologia de produção de materiais compósitos de matriz metálica.

Capítulo II

Fundamentos teóricos - Materiais compósitos e tecnologia do alumínio via metalurgia do pó

2.1 Materiais compósitos

Nos últimos anos, a crescente necessidade de dispor de materiais com melhor desempenho no mercado industrial tem favorecido o aumento de número de pesquisas na procura de materiais alternativos. Nestas pesquisas, tem sido dada ênfase especial ao estudo da obtenção e a caracterização de novos materiais compósitos e materiais intermetálicos produzidos via metalurgia do pó (VEDULA H., STEPHENS J.R, 1987; WESTBROOK J.E., FLEISHER R.L. 1994, ALMAN D.E., HAWK J.A. 1994).

Os materiais compósitos resultam da combinação de diferentes materiais; procura-se aliar propriedades características da matriz (fase contínua) com as propriedades do reforço (segunda fase). Um exemplo típico deste grupo de materiais é o metal duro (WC+Co), muito utilizado na fabricação de matrizes e pastilhas de corte. Neste compósito do tipo metal-cerâmica, a matriz metálica (cobalto) é responsável pela tenacidade, ao passo que a segunda fase (constituída pelo carboneto de tungstênio) responde pelas propriedades de desgaste do material. Merece também destaque os compósitos à base de alumínio, que permitem a obtenção de materiais com alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e ao desgaste, com uma excelente relação resistência/ peso (exemplo: Al+SiC).

2.1.1 Classificação dos materiais compósitos

Os materiais compósitos geralmente são classificados por sua origem como natural ou fabricação artificial; no primeiro caso estão aqueles compósitos em que a fase reforçante é parte integrante do material. No segundo, estão os materiais compósitos produzidos pela adição artificial dos constituintes, sendo classificados como compósitos sintéticos.

Na engenharia, os materiais compósitos são classificados principalmente quanto à matriz; entre as principais categorias têm-se os materiais compósitos de matriz cerâmica, materiais compósitos de matriz polimérica e materiais compósitos de matriz metálica.

a) Materiais compósitos de matriz cerâmica

Trata-se de um conjunto de materiais com base cerâmica, que apresentam alto ponto de fusão, alta dureza, alta resistência à corrosão e baixa massa especifica. Estas propriedades fazem classe de materiais interessante para fins estruturais. No entanto, sua inerente fragilidade e conseqüentemente, sua baixa tenacidade e baixa confiabilidade em serviço constituem um sério obstáculo à sua aplicação comercial, além dos elevados custos para sua fabricação.

b) Materiais compósitos de matriz polimérica

Os materiais poliméricos apresentam ponto de fusão, dureza e módulo de elasticidade inferiores em comparação aos materiais compósitos cerâmicos e metálicos, o que dificulta sua aplicação como materiais estruturais. No entanto, estas características tornam os polímeros uma classe de material de amplo potencial para a introdução de reforços. Sua baixa massa especifica e baixo ponto de fusão facilitam seu processo de fabricação, diminuindo os custos de produção e tornam extensiva sua aplicação. As principais desvantagens desta classe de compósitos são a alta sensibilidade à radiação e baixa estabilidade dimensional devido ao alto coeficiente de expansão térmica.

c) Materiais compósitos de matriz metálica

Em comparação com os materiais cerâmicos, os materiais metálicos apresentam uma maior densidade e inferiores módulos de elasticidade, ponto de fusão e resistência à abrasão, enquanto que sua tenacidade é consideravelmente superior. Quando comparados com os materiais poliméricos, os metais apresentam resistência mecânica e ponto de fusão elevados. Estas características fazem com que os metais apresentem uma grande importância para aplicações estruturais, além de serem susceptíveis à otimização de suas propriedades através da adição de reforços cerâmicos. Desta forma, os materiais compósitos de matriz metálica reforçada com materiais cerâmicos apresentam uma temperatura limite de operação mais elevada, maior resistência mecânica e tenacidade, maior resistência à fluência, maior resistência ao desgaste e maior estabilidade térmica, comparados aos mesmos metais utilizados como matriz sem reforços (FOLTZ, J.V. 1998; SMAGORINSKI, M. et al, 1998; GINGU, O., ROSSO, M., UBERTALLI,G. 1998; ROSSI, J.L,1998).

2.1.2 Materiais compósitos com matriz de alumínio e suas ligas (Al-CMMs)

Os compósitos com matriz metálica a base de alumínio (Al-CMMs) e suas ligas têm dominado o ramo de materiais compósitos tanto na área de pesquisa e desenvolvimento, como em várias aplicações industriais. Esse fato se deve primordialmente a reduzida massa especifica do alumínio, o qual é o primeiro requisito na maioria das aplicações dos CMMs atuais. Adicionalmente, o alumínio apresenta reduzido custo em comparação com outros metais leves, como o titânio e o magnésio. Além disso, as ligas de alumínio são amplamente utilizadas comercialmente em grandes quantidades em um grande número de aplicações, desde a indústria automobilística e aeronáutica, até aplicações em artefatos esportivos (ERICH, D.L, 1986; LINDROOS, V.K e TALVITIE, M.J, 1995).

Sua excelente resistência, ductilidade e comportamento em relação à corrosão são bem caracterizados e podem ser modificados para satisfazer os requisitos de inúmeras distintas aplicações. Entre as ligas de alumínio, as ligas endurecíveis por precipitação (Al-Cu-Mg, Al-Si-Mg e Al-Zn-Mg-Cu) são de especial interesse. A mais importante e recente incorporação às ligas de alumínio endurecíveis por precipitação são as ligas de Al-Li. O particular efeito do Li em ligas

de alumínio é a simultânea redução da densidade e aumento do módulo de elasticidade da liga.

No uso dos reforços para se fabricar um material compósito (metal, cerâmico, polímero, etc.), deve-se levar em conta, de forma simultânea, três aspectos diferentes: o índice de funcionamento, que determinada combinação dos componentes isolados pode maximizar as propriedades do compósito; os gráficos de seleção de materiais, nos quais as propriedades de diferentes materiais junto com seus índices de funcionamento podem ser selecionados; e por último o uso de limites para definir o perfil de propriedades acessíveis por um sistema compósito.

De um modo geral, os reforços são classificadas segundo a sua morfologia em três categorias: fibras, "whiskers" e partículas (CLYNE , T. W., WITHERS, P. J., 1993). Os reforços em forma de partículas são os mais utilizados pelas possíveis distintas morfologias, dimensões e pureza que apresentam e seu relativo baixo custo; além disso, são os que permitem uma maior isotropia de propriedades físicas e mecânicas no produto final.

2.2 Tecnologia da metalurgia do pó

A metalurgia do pó é uma técnica de processamento de metais muito empregada na produção industrial de peças ou componentes de elevada precisão dimensional com baixa perda de material, obtendo-se produtos que se caracterizam pela homogeneidade química.

O procedimento básico na fabricação de peças via metalurgia do pó consta das seguintes etapas:

a) mistura e homogeneização do pó ou dos pós;

b) compactação do pó numa matriz ou molde através de uma determinada força de compressão, para a obtenção de um corpo compacto com suficiente coesão para sua manipulação. Denomina-se a este compacto "a verde";

c) sinterização do compacto em verde num forno apropriado, através do aquecimento e controle de atmosfera para a densificação final do produto. Eventualmente, um ou vários dos constituintes minoritários pode se fundir à temperatura de sinterização; neste caso, o processo é chamado de sinterização com fase líquida.

Dependendo do componente ou peça a ser fabricada, os produtos já sinterizados podem ser submetidos a processos opcionais de acabamento tais como: calibragem, etapa mediante a qual é possível obter as tolerâncias dimensionais estreitas do produto com uma nova prensagem;

impregnação, que tem como objetivo impregnar um material poroso com óleo visando evitar a sua corrosão, além de proporcionar autolubrificação, e finalmente tratamentos térmicos se forem necessários.

2.2.1 Vantagens e desvantagens da metalurgia do pó

a) Vantagens

As principais vantagens da metalurgia do pó na produção de peças quando comparada com outros processos convencionais de fabricação, são as seguintes:

- mínima perda de material devido à utilização de matéria prima de forma mais eficiente que nos processos convencionais;
- na maioria dos casos não requer processos de acabamento;
- obtém- se na produção de peças uma boa precisão dimensional com tolerâncias bastante rígidas;
- o custo é relativamente baixo comparado com qualquer outro processo de conformação; os custos de produção por metalurgia do pó podem ser até 20% menores do que os custos de técnicas convencionais;
- o consumo de energia na metalurgia do pó é menor que nos outros processos devido as menores temperaturas envolvidas, não havendo a necessidade de fusão do material;
- pode-se conseguir ligas metálicas e materiais compósitos impossíveis de serem produzidos pelas técnicas convencionais de fundição;
- consegue-se produzir peças com geometrias complexas.

b) Desvantagens

Entre as principais desvantagens da metalurgia do pó comparada com as tecnologias de produção convencionais, podem ser citadas as seguintes:
- impossível de produzir peças de grandes dimensões;
- a presença da porosidade torna o material mais sensível aos efeitos de corrosão do que os obtidos por técnicas convencionais;

- o custo dos equipamentos utilizados na fabricação de peças geralmente são muito elevados.

2.2.2 Metalurgia do pó para alumínio e ligas

O alumínio puro apresenta uma baixa resistência mecânica, porém a presença de algumas impurezas tais como o ferro, o silício e o cobre contribuem para aumentar sua resistência mecânica em mais de 50%. Maiores níveis de resistência à tração para o alumínio podem ser obtidos pela adição de elementos de liga e de reforços, ou pela deformação a frio ou ainda através de tratamentos térmicos específicos.

Metais e ligas podem ser processados aliando técnicas de metalurgia do pó e de conformação mecânica por extrusão; isto é, a matéria prima em pó é misturada e compactada e em seguida o pó compactado é extrudado. Muitos trabalhos encontrados na literatura envolvem a fabricação do alumínio e suas ligas ou CMMs com matriz de alumínio via metalurgia do pó utilizando esta técnica combinada, por apresentar uma grande vantagem e versatilidade na fabricação de geometrias difíceis de se obter com outros métodos. Por esta via, é eliminada a etapa de sinterização e elevadas propriedades podem ser atingidas, uma vez que microestruturas refinadas com baixos ou nulos níveis de segregação podem ser obtidas. Até mesmo a presença de partículas de impurezas, como óxidos ou intermetálicos, normalmente indesejáveis em produtos fundidos, pode ser benéfica como por exemplo o caso de endurecimento por dispersão de sólidos em materiais obtidos por este sistema de processamento, devido à sua morfologia e distribuição dentro da matriz do alumínio (MOURISCO, A., AMBROSIO FILHO, F., GONÇALVES, M. 1998).

É conhecido que a produção de alumínio por sinterização de pós é muito mais difícil do que para muitos outros materiais (por exemplo, o ferro), devido à presença de camada de óxido superficial nas partículas do pó, que impede a difusão de átomos de alumínio. Por esse motivo, a sinterização de alumínio geralmente ocorre com a presença de uma fase líquida. Elementos de liga como o cobre ou silício se difundem no alumínio e formam fases de baixo ponto de fusão, fornecendo assim, uma fase líquida necessária ao processo de sinterização. Durante a sinterização esta fase líquida produzida no interior da partícula penetra na camada superficial de óxidos em pontos em que esta se rompe devido à deformação causada pela compactação, e preenche os espaços interpartículas, promovendo a sua união (SCHATT, W., WIETERS, K. 1997).

2.2.3 Compósitos de matriz de alumínio fabricados por metalurgia do pó

A metalurgia do pó apresenta vários atrativos para a produção de compósitos de matriz de alumínio. Características tais como baixa massa especifica, alta ductilidade, alta conformabilidade, elevada relação resistência/ massa especifica e passividade com relação à corrosão fazem com que o alumínio e suas ligas apresentem uma crescente utilização para a produção de CMMs-Al associando suas propriedades físicas e mecânicas às propriedades de materiais cerâmicos.

Os benefícios da utilização dos compósitos de matriz de alumínio expandiram muito sua aplicação na substituição de peças de ligas ferrosas devido à reduzida massa e aumento de desempenho de componentes, principalmente do setor de transporte, na indústria automobilística e aeronáutica. As principais vantagens destes materiais compósitos de matriz de alumínio na indústria automobilística podem ser resumidas (KEVORKIJAN, V.M., 1999):

- redução de massa, especialmente em partes do motor;
- aumento de resistência mecânica e tenacidade de componentes ou possibilidades de trabalho em condições mais severas;
- aumento na resistência ao desgaste ou características autolubrificantes;
- redução do coeficiente de expansão térmica.

Os reforços descontínuos mais comumente utilizados em CMMs-Al, são as partículas de carboneto de silício (SiC) e alumina. O uso destes tipos de reforço deve-se principalmente ao seu baixo preço, à sua disponibilidade em diferentes gamas de morfologia de partículas e granulometrias, além de propiciar ao compósito produzido altas resistência mecânica e módulo elástico. O aumento da resistência ao desgaste é também um tema a ser considerado.

2.3 Etapas do processo de fabricação por metalurgia do pó

As etapas que geralmente constam num processo de fabricação por metalurgia do pó são as seguintes: a fabricação do pó, a mistura e homogeneização dos pós, a compactação e a sinterização, como já citados.

2.3.1 Obtenção de pós

Os métodos de fabricação de pós podem ser classificados de forma simplificada em três grupos: métodos químicos, métodos físicos e métodos mecânicos.

a) Métodos químicos

O método mais comum dentro deste grupo é a redução de óxidos metálicos pelo emprego de um agente redutor gasoso ou sólido (carbono). Os pós metálicos mais comumente produzidos por este processo são o pó de ferro, de cobre, de tungstênio e de molibdênio. Por exemplo, pós de ferro são obtidos pela redução de óxidos metálicos em forno contínuo sendo aquecidos em atmosfera redutora; obtém-se inicialmente um conjunto de óxidos, que posteriormente são separadas magneticamente, moídas e finalmente peneiradas. É um dos processos mais baratos, porém a qualidade final depende da pureza dos óxidos de partida.

Entre os processos químicos podem ser destacadas as eletrólises. Utiliza-se como anodo o metal que ser dissolvido, submetido a uma corrente elétrica, dissolve depositando um pó muito fino sobre o catodo. Este método foi utilizado durante muito tempo para se obter pós de cobre, cromo e tungstênio e ainda de ferro em produção de pequena escala. O método permite a obtenção de pós de elevada pureza.

b) Métodos físicos

Dentre os métodos físicos destaca-se o processo de atomização, que consiste basicamente na obtenção de um pó a partir do resfriamento de gotas produzidos por um jato de alta energia de gás ou água sobre um fluxo de metal líquido. Os meios atomizadores mais usados são o ar, o nitrogênio ou argônio como gases e a água como líquido. Com a variação de parâmetros de processo como ângulos de injeção, pressão, volume e tipo de fluido atomizador, espessura do jato do metal fundido, etc., é possível controlar dentro de uma certa margem, a distribuição do tamanho de partículas; sua geometria é determinada fortemente pela velocidade de solidificação e pela tensão superficial do material fundido. As partículas fundidas podem ser esféricas quando se emprega um gás de baixa capacidade calorífica, ou irregulares quando se atomiza com água. Esta

técnica é aplicável para metais com altas temperaturas de fusão, ligas metálicas de aplicação comercial como o ferro, o cobre, o bronze e metais de baixo ponto de fusão como o alumínio, o zinco, o chumbo, o estanho, etc.

c) Métodos mecânicos

Dentre os métodos mecânicos destaca-se a moagem de alta energia para a obtenção de pós de ligas, por sua importância na obtenção de novos materiais. As propriedades de uma liga obtida por este método podem ser superiores às obtidas por solidificação rápida ou pela metalurgia do pó convencional.

Durante a moagem de alta energia partículas de pó dos elementos puros são submetidas a contínuas deformações plásticas, processos de fratura e soldagem a frio, o que resulta na formação de novas partículas cuja composição é equivalente à composição percentual da mistura inicial. Isto permite obter ligas com faixa maior de composições e com propriedades químicas e físicas melhoradas em comparação com ligas obtidas por processos convencionais. Outros tipos de processos mecânicos também podem produzir pós metálicos com características especiais.

No caso de alumínio e sua ligas, o processo de endurecimento por dispersão de óxidos é um exemplo. Denominado SAP (sintered aluminum products), pós de ligas de alumínio endurecidas por uma fina dispersão de Al_2O_3 podem ser obtidos a partir da moagem de pó de alumínio puro em atmosfera controlada de oxigênio (WEBER, J.H, SHELLENG, R.D. 1988). Pós de alumínio denominados DISPAL (dispersion strengthened aluminum) são obtidos por moagem reativa, onde o endurecimento é produzido pela dispersão de Al_4C_3, produto formado pela reação do carbono com o alumínio durante a moagem.

2.3.2 Mistura e homogeneização

Dado o grau de desenvolvimento de técnicas de processamento de materiais por metalurgia do pó, na maioria dos casos não são utilizados metais puros na produção de peças devido a grande demanda de materiais ligados; por exemplo, o alumínio apresenta propriedades tecnológicas inferiores com relação a outros materiais tradicionais do mercado e portanto, o uso de um reforço ou aditivo na liga matriz de alumínio o torna mais interessante para aplicações de

engenharia. A mistura de dois ou mais tipos de pós é feita na etapa de mistura e homogeneização.

Nesta etapa são misturados os pós nas proporções finais desejadas e se promove a homogeneização dos materiais para evitar segregação e aglomeração que podem surgir devido as distintas naturezas, tamanhos, distribuição e morfologia dos pós de partida. Também nesta etapa se adicionam aditivos com o propósito de facilitar o processamento. O uso de lubrificantes facilita o movimento das partículas sob a ação de forças externas, reduzindo a fricção entre elas e com as paredes do molde. Uma adequada mistura e homogeneização dos pós podem melhorar algumas propriedades do compacto a verde, de vital importância para se obter as requeridas propriedades do material nas suas posteriores manipulações e durante o processo de sinterização.

Um dos principais parâmetros na etapa da mistura de pós é o tempo utilizado para se atingir uma mistura bem distribuída e homogeneizada. Este tempo pode variar de 5 a 30 minutos, dependendo do tipo de material a ser misturado, tipo de equipamentos e trabalhos de pesquisa de misturas (BRADBURY, S.,1986). No entanto, existe um tempo mínimo para atingir a homogeneização da mistura; se o tempo for excessivo o trabalho mecânico tende a mudar de forma a superfície das partículas de pó, obtendo-se assim uma alta densidade aparente e uma baixa resistência a verde do pó compactado (DOWSON, G.,1990).

Na etapa de mistura e homogeneização deve-se ter em conta a seleção adequada dos pós como matriz e os tipos de reforços a serem incorporados na combinação de materiais compósitos. BHANUPRASAD, V.V. e et al, 1991) reportaram que diminuindo o tamanho das partículas do reforço de 14 para 1,5 μm, por exemplo, pode-se conseguir um aumento da ordem de 30% na resistência à tração para compósitos com matriz de alumínio reforçada com 20% de SiC. Porém quanto menores forem as partículas de reforço e maior a relação entre os tamanhos das partículas do pó da matriz e do reforço, maior será a tendência à aglomeração de partículas de reforço. Assim, a etapa de mistura deve sempre visar uma homogênea distribuição das matérias primas utilizadas, o que nem sempre é alcançado com a utilização de misturadores convencionais.

2.3.3 Compactação de pós

Uma vez obtido o pó ou misturas de pós deve-se passar à etapa de processo de compactação. O objetivo principal da compactação é a aproximação das partículas do pó; em segundo lugar, o aumento da densificação do material compactado, com a finalidade de

minimizar a porosidade do produto final. O processo de compactação de pós, além de garantir estes objetivos, deve produzir uma densificação uniforme em toda a seção transversal do produto e ter a capacidade de produzir uma variedade de geometrias com alta produtividade e baixo custo. Com a compactação se procura fornecer à peça uma determinada geometria e suficiente resistência para ser manipulada e introduzida no forno para sua sinterização. A resistência do material compactado antes da sinterização é denominada resistência a verde.

A compactação pode ser definida como um processo de moldagem de um material na forma de pó realizada em um molde, através da aplicação de uma pressão mecânica ou hidráulica. Com aplicação de pressão às partículas do pó se deformam, aumentando o contato entre si e preenchendo vazios. Neste processo ocorre a quebra da camada de óxido superficial das partículas dos pós, possibilitando o contato de metal com metal em diversos pontos, propiciando deformação por cisalhamento entre as duas superfícies metálicas, o que resulta em um empilhamento a frio. A deformação por cisalhamento ocorre devido à assimetria entre as forças que uma partícula exerce sobre outra partícula vizinha, razão pela qual as partículas com geometrias irregulares são mais facilmente densificadas por compactação do que partículas esféricas (SCHATT, W., WITERS, K, 1997). A aplicação de pressão sobre as partículas de um material resulta em um aumento da área de contato e de adesão entre elas, seu encruamento e redução de porosidade do material. A Figura 2.1 ilustra as relações entre porosidade e densidade relativa de pós compactados e a pressão aplicada.

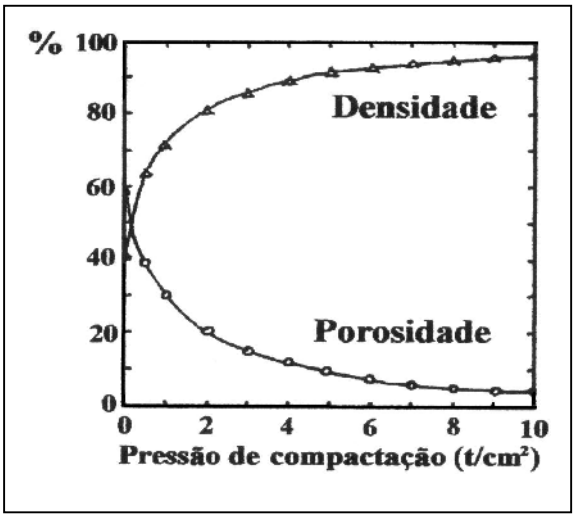


Figura 2.1 Densidade relativa e porosidade relativa de pós compactados em função da pressão de compactação (HOGANAS HANDBOOK FOR SINTERED COMPONENTS, 1997).

O processo de compactação é classificado de acordo com a forma de aplicação de pressão e temperatura na qual se aplica a pressão. Os quatro processos mais comuns são: compactação uniaxial a frio, compactação isostática a frio, compactação uniaxial a quente e compactação isostática a quente. A Figura 2.2 apresenta esquematicamente os quatro tipos de processos de compactação.

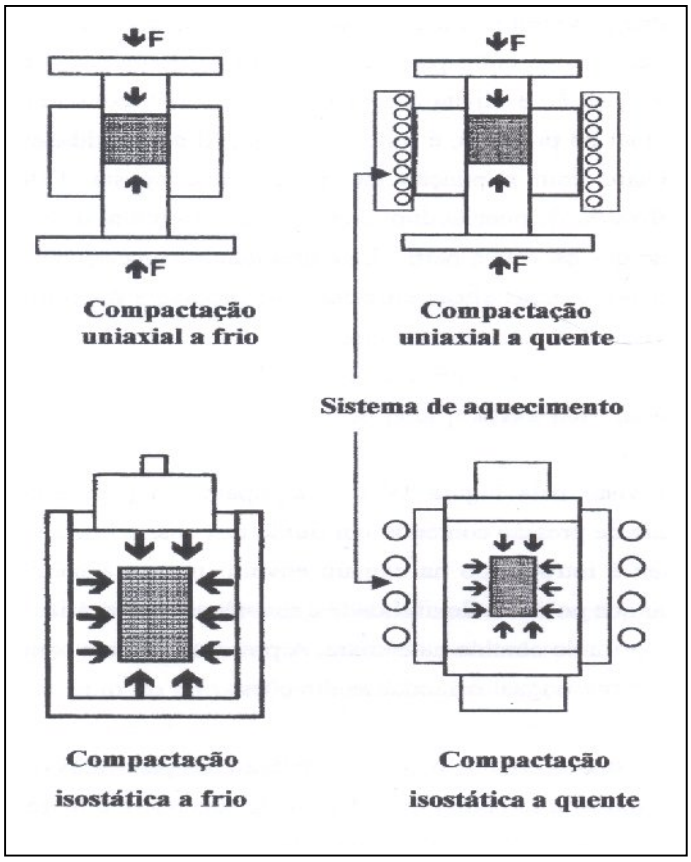


Figura 2.2 Processos de compactação classificados segundo o modo de aplicação da pressão e a temperatura na qual se aplica a pressão (FOGAGNOLO, J.B., 2000).

a) Compactação uniaxial a frio

Na compactação uniaxial a frio o pó é colocado dentro do molde que possui a geometria final da peça a ser produzida, em seguida é exercida pressão sobre o mesmo por meio de punções, um superior e outro inferior, de maneira uniaxial. Existem diferentes maneiras de atuação dos punções:

- *Compactação uniaxial* propriamente dita - a pressão é exercida pelo punção superior dentro da cavidade do molde e comprime o pó contra o punção inferior que permanece fixo a maior parte do ciclo. A extração da peça é realizada pelo punção inferior, enquanto o molde permanece fixo ou o molde desce permanecendo fixo o punção inferior.
- *Compactação biaxial* - a pressão de compactação do pó é exercida de forma simultânea pelos dois punções, o inferior e o superior.
- *Compactação biaxial em molde flutuante* - o punção inferior permanece fixo a maior parte do ciclo e o molde é mantido na sua posição original mediante a ação de pressão de ar, óleo ou molas. O punção superior desce e aplica a pressão ao pó contido no molde, essa pressão provoca forças de fricção entre o pó e a superfície interna da cavidade. Se essas forças superarem a resistência de deslocamento do molde, este desce quando o punção superior se move para abaixo e o pó é compactado.
- *Compactação de múltiplos níveis* - consiste na ação de punções separados em diferentes seções da peça. Geralmente, há dois ou mais punções superiores e inferiores.

O método de compactação uniaxial é simples, porém um dos inconvenientes que apresenta é a heterogeneidade de distribuição de densidades resultantes da fricção entre partículas e a parede do molde. A região mais próxima ao punção estará sujeita a uma maior pressão e conseqüentemente atinge uma maior densidade. Além disso, as espessuras das peças não devem ser elevadas, caso em que zonas com densidades distintas dentro da mesma peça são formadas.

b) Compactação isostática a frio

Esta técnica baseia-se no principio de Pascal, o qual enuncia que a pressão aplicada num fluido em repouso se transmite com igual intensidade em todas as direções. O método consiste em introduzir e encapsular a mistura de pó em um molde flexível que é submerso num líquido, geralmente água, o qual por sua vez é introduzido numa câmara fechada de alta pressão (210 – 410 MPa). A pressão exercida sobre o pó no processo de compactação isostática é igual em todas as direções, obtendo-se uma compactação uniforme do pó. Após a descompressão, o molde retorna o seu tamanho original e o compactado é extraído sendo posteriormente sinterizado.

A compactação isostática elimina o efeito de fricção das partículas com as paredes do

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

As principais vantagens da utilização da compactação isostática a frio comparada com a compactação uniaxial a frio são as seguintes:

- a resistência em verde e a densidade são uniformes em todas as direções, com valores de resistências mais elevadas nas peças fabricadas por compactação isostática;
- consegue-se produzir peças com uma alta relação altura/diâmetro, impossíveis de serem obtidas na compactação uniaxial;
- grande flexibilidade quanto à geometria e dimensões de peças impossíveis de serem obtidas por outros métodos de compactação;
- flexibilidade na produção, em situações que requeiram freqüentes mudanças de geometria das peças. Diferentes tipos de peças podem ser compactadas simultaneamente utilizando diferentes tipos de moldes;
- eficácia na aplicação da pressão; para pós que apresentam baixa compressibilidade devido à sua morfologia ou dureza e que são impossíveis de serem produzidos uniaxialmente, geralmente se opta pela compactação isostática.

c) Compactação uniaxial a quente

No processo de compactação a quente de uma mistura de pós, as etapas de compactação propriamente ditas e de sinterização ocorrem simultaneamente; o processo é especialmente indicado para consolidar pós que apresentam baixa compressibilidade ou para materiais que não sinterizam bem. Neste processo o controle de temperatura é critico, pois a baixas temperaturas não se obtém a densificação desejada e altas temperaturas podem provocar um excessivo crescimento de grãos (JAIN, M.K e et al, 1993).

O uso deste processo é limitado pelo alto custo, pois se requerem moldes especiais para suportar altas temperaturas; em alguns casos deve ser utilizada atmosfera controlada e a produtividade é relativamente muito baixa. No entanto, este processo é usado para se obter

materiais de alta dureza como ferramentas de corte de diamante, caso em que seu elevado custo justifica a utilização do processo devido às propriedades finais obtidas.

d) Compactação isostática a quente

Neste tipo de compactação o pó geralmente é pré-compactado e encapsulado em um molde que é colocado em uma câmara de alta pressão onde é aquecido. A cápsula deve suportar a alta temperatura de prensagem; geralmente se utiliza como fluido pressurizador, um gás inerte.

A compactação isostática a quente ou HIP (hot isostatic pressing) de maneira semelhante à compactação uniaxial a quente, é um processo onde se realiza a compactação (neste caso isostática) e a sinterização de forma simultânea. É uma técnica muito utilizada em escala industrial.

O molde flexível que contém os pós não é o mesmo que os usados na compactação isostática a frio; neste caso utilizam-se vasos metálicos, ou uma peça já compactada e pré-sinterizada sem porosidade, conectada com a superfície, diretamente dentro do fluido (um gás inerte) contido no vaso de pressão. A aplicação do HIP é muito vantajosa para metais de alta dureza e materiais cerâmicos onde a porosidade interna pode ser um fator de prioridade máxima uma vez que altas densidades podem ser atingidas.

As principais vantagens da compactação isostática a quente quando comparada com a compactação uniaxial a quente é a excelente distribuição de pressão no material compactado, uniformidade de propriedades e possibilidade de se obter geometrias mais complexas e diversificadas.

As desvantagens deste processo é o alto custo dos equipamentos, a baixa precisão dimensional do produto e a descontinuidade do processo.

2.3.4 Sinterização

A sinterização é considerada como a etapa de maior importância na fabricação de um produto via metalurgia de pós. Trata-se de um processo complexo, principalmente devido às transformações de fase que se produzem no material. Poderia ser dito que todos os fenômenos que ocorrem durante a sinterização se realizam em estado sólido, porém a sinterização pode se

realizar em presença de fase líquida, transitória ou permanente, o que dificulta a explicação dos fenômenos que intervém na sinterização. A Figura 2.3 apresenta esquematicamente os tipos de sinterização de pó solto, mostrando as diferentes técnicas de sinterização entre o estado sólido e a fase líquida.

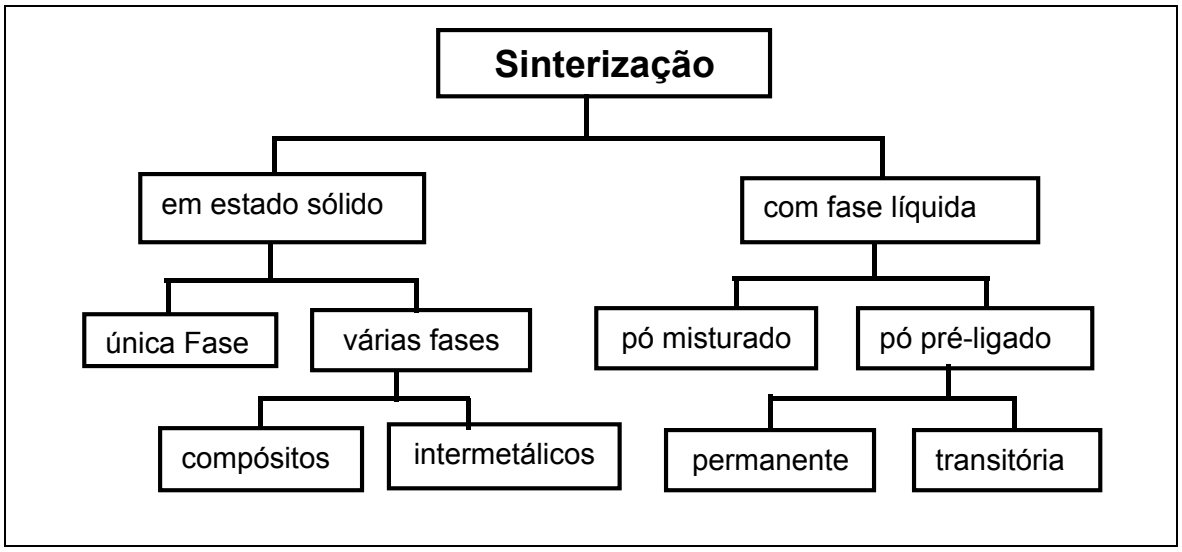


Figura 2.3 Tipos de sinterização (GERMAN, R.M., 1985).

Existem numerosas definições da sinterização encontradas na literatura; (GERMAN, R.M., 1982) definiu a sinterização como um tratamento térmico de partículas individuais ou de um corpo poroso com ou sem a aplicação de uma pressão externa, que permite a união entre partículas para se formar uma estrutura coerente mediante os mecanismos de transporte de massa, que geralmente ocorrem em escala atômica. Estas junções alteram a energia do sistema e introduzem variações em suas propriedades finais.

2.3.4.1 Etapas da sinterização

O processo de sinterização pode ser dividido em várias etapas ou estados que sempre se produz na mesma ordem, ainda que muitas vezes seja difícil de estabelecer os limites entre um estado e o outro (HIRSCHHORN, J.S.,1969; GERMAN, R.M., 1982). Os autores consideram as seguintes etapas de sinterização:

1 – contato e junção inicial das partículas;

2 – crescimento das pontes de enlace e dos pescoços entre partículas;

3 – isolamento dos canais e formação de poros,

4 – arredondamento dos poros;

5 – redução ou contração dos poros;

6 – coalescência de poros.

LENEL, F.V., 1980, classifica em três os estados de sinterização: estado inicial, estado intermediário e estado final, agrupando-os de acordo com os mecanismos de transporte de massa que justificam fisicamente os fenômenos de sinterização, além das condições termodinâmicas que a impulsionam. A Figura 2.4 apresenta um modelo geral de sinterização baseado em partículas de forma esférica, mostrando os distintos estados.

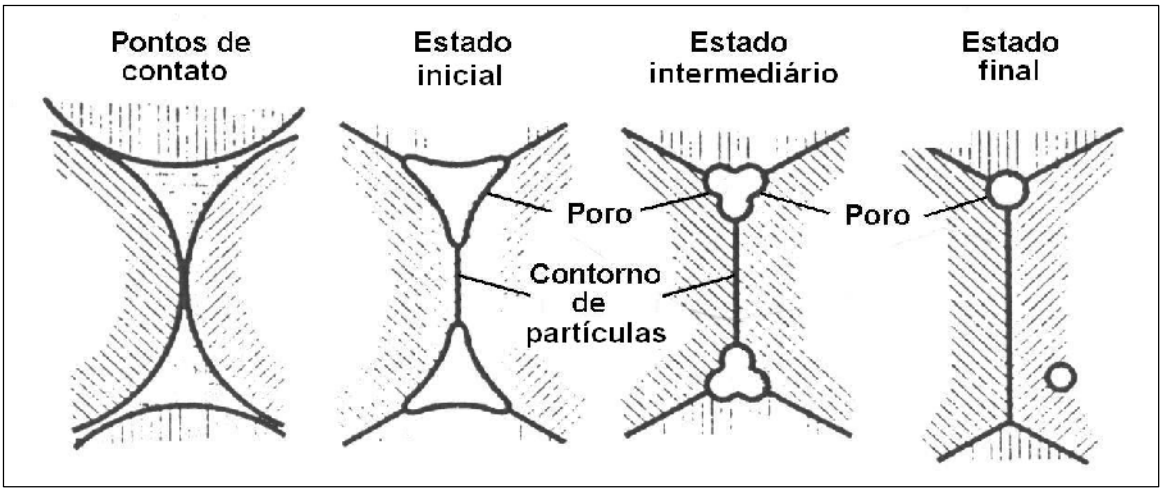


Figura 2.4 Esquema mostrando a influência das mudanças de estado na estrutura do poro durante o processo de sinterização, baseado num modelo de partículas esféricas (LENEL, F.V., 1980).

a) Estado inicial, onde se produzem contatos entre partículas e tem inicio o crescimento de pescoços. Neste estado, se inicia a formação de contornos entre as partículas e os materiais compactados não sofrem ainda importantes modificações de dimensões.

b) Estado intermediário, neste estado se produz o isolamento dos canais entre poros e aparecem os poros fechados e arredondados. Nesta fase, o material começa a se densificar, produzindo-se em qualquer caso uma maior densidade.

c) Estado final, onde se intensifica o isolamento dos poros, os quais atingem geometrias mais arredondadas. A densificação do material continua, porém mais lentamente, e os poros grandes podem crescer a expensas dos poros pequenos. Finalmente, durante este estado se produz o crescimento de partículas, podendo ficar alguns poros no seu interior.

2.3.4.2 Condições termodinâmicas para a sinterização

Levando-se em conta que um material de partida consta de partículas, este apresenta um excesso de energia com relação ao volume do material. Essa energia em excesso se distribui no sistema da seguinte forma:

- energia superficial devido à reduzida relação volume – superfície, por tratar-se de pós;
- energia relacionada com o excesso de defeitos (vacâncias e imperfeições superficiais) existentes em equilíbrio com o excesso de superfície.

A principal força motriz do transporte de massa no processo de sinterização é a diminuição da energia livre de superfícies das partículas. Essa energia promoverá o crescimento das partículas, a contração de poros, a diminuição da energia superficial e por último a contração final do compactado.

Outro importante parâmetro que define a possibilidade de ocorrência de sinterização, é a relação entre a tensão de vapor dos elementos que estão no contorno das partículas do pó e a tensão superficial da partícula. Esta relação é descrita por:

$$\sigma = \frac{\gamma \Omega}{KT} \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \qquad (2.1)$$

Onde σ é a tensão de vapor, γ a tensão superficial do sólido, Ω o volume atômico, K a constante de Boltzman, T a temperatura absoluta e R_1 e R_2 são os raios das superfícies de partículas.

No estado inicial de sinterização, quando são considerados os diferentes tipos de superfície encontrados nas zonas próximas ao pescoço. Pode-se dizer que a tensão superficial do sólido exercida será menor a que estiver mais perto do pescoço (superfície côncava) do que a tensão superficial mais afastada do pescoço (superfície convexa). Esse mecanismo promoverá o crescimento dos pescoços e permitirá que a sinterização avance rapidamente durante os estados iniciais e intermediários.

Por outro lado, a equação de Laplace descreve que na zona de pescoços das partículas, a concentração de vacâncias é maior do que nas zonas mais afastadas delas, constituindo-se dessa forma uma condição termodinâmica, o fato de que a zona do pescoço é um lugar propício para a condução dos átomos.

Dessa forma, como respostas a estas forças motrizes, no material aparecem fluxos de massa que ocorrem por diferentes mecanismos, os quais serão estudados a seguir. Um poro pode ser considerado como um acumulador de vacâncias e sob os efeitos da sinterização, o movimento, a acumulação e a eliminação destas determinam a diminuição, o crescimento ou a eliminação destes poros. As vacâncias podem se mover através da superfície das partículas, através do espaço entre poros (evaporação-condensação), ao longo do contorno de grão e através da rede cristalina (difusão em volume).

2.3.4.3 Mecanismo de transporte de massa

Durante a sinterização ocorre transferência de massa sob influência de forças por diferentes mecanismos: Difusão superficial, evaporação-condensação, difusão em volume, difusão nos contornos de grãos e fluência plástica. Estes mecanismos podem ocorrer de forma simultânea, porém com distintas velocidades, uma vez que dependem de vários fatores, tais como as diversas geometrias do sistema, a temperatura de sinterização e os parâmetros físico-químicos do material. Os conhecimentos destes mecanismos permitem manipular condições de sinterização para se obter o melhor resultado.

Alguns mecanismos possuem como meio de condução de átomos, a superfície do poro, provocando o arredondamento dos mesmos sem causar a diminuição no seu volume, isto é, não provocam a densificação. Entretanto, outros mecanismos possuem como fonte de átomos o núcleo das partículas e sua atuação provoca a diminuição do volume dos poros; nestes casos, a

aproximação entre os centros das partículas e sua atuação provoca a densificação do material.

Os mecanismos de transporte de massa propostos são esquematizados na Figura 2.5 e discutidos a seguir.

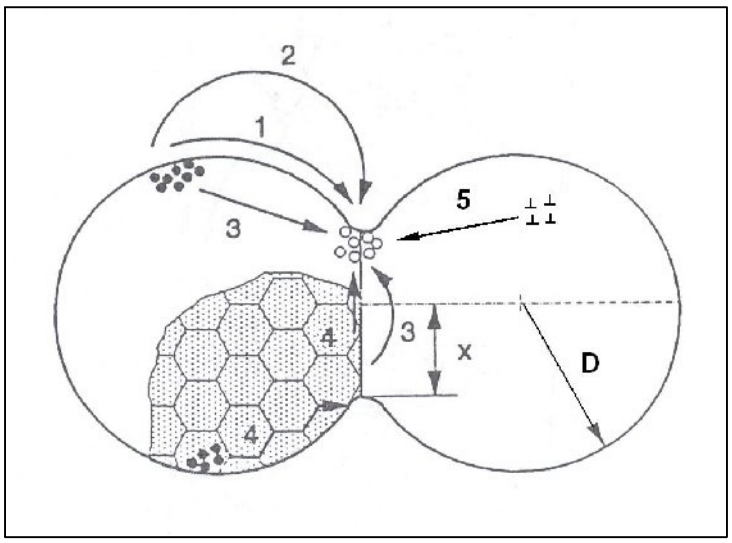


Figura 2.5 Mecanismos de transporte de massa: 1) difusão superficial, 2) evaporação - condensação, 3) difusão em volume 4) difusão nos contornos de grão e 5) fluência plástica (THUMMLER, F., OBERACKER, R., 1993).

1 Evaporação / Condensação, este mecanismo fortemente dependente da temperatura é baseado nas diferenças de pressões do sólido e do vapor a que estão submetidos os átomos que se encontram em diferentes zonas das partículas. Se estes se encontram numa superfície convexa ou plana, a pressão de vapor é ligeiramente superior à da superfície em equilíbrio, o que facilita a sua evaporação. Por outro lado, se a superfície for côncava, como por exemplo, a zona de união entre duas partículas, a pressão de vapor gerada será inferior à do equilíbrio, provocando a condensação sobre esta zona. O resultado final deste mecanismo é o arredondamento das superfícies à medida que a região de pescoço aumenta, sem diminuir a distância entre os centros destas partículas. Portanto, este mecanismo não contribui para a densificação do material. A evaporação-condensação é importante nos sólidos cristalinos que possuem uma alta pressão de vapor próximo no ponto de fusão. Para a maioria dos metais este mecanismo não é muito significativo devido à geralmente baixa pressão de vapor que apresentam próximos ao seu ponto de fusão. Este mecanismo pode ser muito importante em materiais cerâmicos e alguns metais tais

como o zinco e o cádmio.

2 Difusão superficial, a superfície dos sólidos cristalinos geralmente apresenta defeitos puntiformes, vacâncias superficiais e átomos absorvidos. A difusão superficial considera o movimento dos átomos entre superfícies de forma não homogênea. Como todo fenômeno de difusão, é fortemente influenciado pela temperatura e é controlado por uma energia de ativação que normalmente é menor do que a requerida para outros processos de difusão, o que permite que a difusão superficial se inicie a temperaturas mais baixas do que os outros mecanismos de sinterização, principalmente nas primeiras etapas do processo, devido ao excesso de superfície disponível. A difusão de superfície requer um fluxo de massa de uma superfície de menor a outra de maior curvatura; este mecanismo não promove a densificação do material.

3 Difusão em volume, a difusão em volume envolve o movimento de vacâncias através da estrutura cristalina. Três são os fatores dominantes neste processo:

- a temperatura (por um lado, a concentração de vacâncias e por outro a difusividade dos átomos, dependem fortemente da temperatura, numa relação do tipo Arrhenius);
- a composição química dos pós (a presença de elementos pode favorecer ou impedir a difusão);
- a curvatura da superfície (mediante a Equação 2.1 é possível determinar o efeito da curvatura da superfície sobre a concentração).

Também a difusão em volume se produz seguindo dois caminhos: a partir da superfície do poro ou a partir dos contornos de grão no interior das partículas (vistos na Figura 2.5). O primeiro deles não produz contração do compactado porque o mecanismo requer a absorção de átomos que procedem da superfície. O segundo mecanismo promove a densificação do compactado, porque os átomos se movimentam dos contornos de grãos por difusão ao pescoço das partículas.

No último estado da sinterização, pode ocorrer outro processo de difusão em volume que consiste no fluxo de vacâncias a partir dos poros pequenos para a formação de poros de maiores dimensões. Este processo é controlado por uma energia de ativação maior do que a que rege a difusão de superfícies.

4 Difusão em contornos de grãos, o desarranjo cristalino em contornos de grãos permite o

fluxo de massa com uma energia de ativação intermediária entre a requerida para ativar a difusão de superfícies e a requerida para ativar a difusão em volume. Os contornos de grãos dentro das partículas e as regiões interpartículas agem neste caso como absorvedores de vacâncias.

5 Fluência plástica é definida como o transporte de um grande número de átomos que acompanham movimentos de escoamento em um material. Muitas teorias tratam de explicar o mecanismo que provoca a deformação plástica de um sólido sob tensão. MORGAN,C.S.,1973 estudou a movimentação de escoamento de um material que podem ser movimentadas pelas tensões que surgem no pescoço das interpartículas durante o aquecimento. A movimentação de escoamento de um plano diferente para outro plano de encruamento age como fonte de vacâncias procedentes dos poros. Constatou que os escoamentos se produzem durante a sinterização, especialmente em pós que sofreram significativas deformações plásticas durante a compactação. As tensões máximas se acumulam na superfície do pescoço; assim na medida que aumenta o tamanho do pescoço, as tensões diminuem porque simplesmente surgiram nas primeiras etapas de sinterização.

Este mecanismo de transporte de massa adquire uma vital importância nos processos onde atuam de forma simultânea a pressão e a temperatura, por exemplo: compactação a quente, compactação isostática a quente, etc.

2.3.4.4 Fenômenos que ocorrem durante a sinterização

a) Crescimento de grão a tendência ao crescimento de grãos no interior das partículas do pó se deve principalmente ao efeito da temperatura e da diminuição da energia de superfícies. O crescimento do grão pode ser impedido pela presença de poros, impurezas e partículas dispersas. Quanto menor for o tamanho do poro ou da fase dispersa e maior for sua quantidade, mais eficiente sua ação como inibidor do crescimento de grãos.

b) Formação de ligas metálicas geralmente na sinterização emprega-se, para produzir uma liga homogênea, uma mistura mecânica de dois ou mais pós. A ligação das partículas mecânicas se produz por difusão sólida realizada a altas temperaturas. São parâmetros de controle a temperatura, o tempo de sinterização e ainda o tamanho das partículas e a porosidade. A

eficiência da ligação produzida é aumentada com o aumento da temperatura e tempo de sinterização e com a redução das dimensões das partículas e da porosidade.

Na sinterização de metais puros o mecanismo de transporte mais importante é a autodifusão sob a influência do gradiente do potencial químico provocado pelas forças de tensão superficial e interfacial. Na sinterização de ligas metálicas obtidas a partir de mistura de pós atuam simultaneamente a autodifusão, cuja origem são as forças de capilaridade, e a interdifusão originada pelo gradiente de concentração, o que complica mais a análise do processo de sinterização. Quando se produzem peças de ligas metálicas a partir de mistura de pós elementares, a interdifusão entre partículas de pós requer altas temperaturas ou longos tempos de sinterização. Por outro lado, devido ao efeito de endurecimento por solução sólida, a resistência e a dureza da liga são maiores do que a dos metais puros. Por isso, as misturas de pós elementares requerem geralmente uma maior pressão de compactação que os pós pré-ligados para obter uma alta densidade.

c) Homogeneização, durante a sinterização ocorre também homogeneização da composição química. Os parâmetros que controlam a cinética de homogeneização são o tamanho das partículas, a temperatura e tempo de sinterização. O primeiro parâmetro é importante, já que a homogeneização está diretamente relacionada com a distância de difusão; se um material é fabricado a partir de dois pós, o tamanho de partículas do constituinte de menor dimensão é mais importante na determinação da distância de difusão, já que este constituinte estará disperso na matriz mais ou menos contínua do constituinte principal.

A temperatura afeta a velocidade de homogeneização devido à dependência da difusividade (D) com a temperatura, que é expressa na seguinte equação:

$$D = Do \exp^{\frac{-Q}{RT}} \qquad (2.2)$$

Onde:

Do = Fator pó – exponencial independente da temperatura (m^2/s)

Q = Energia de ativação da difusão (Kcal/mol)

R = Constante dos gases (Kcal/mol. K)

T = Temperatura (K)

Esta equação indica que a difusividade (D) cresce rapidamente com a temperatura. Assim, para as temperaturas de sinterização de um material, requer-se que a difusividade seja a mais alta possível para completar a homogeneização (em condições habituais de tempo de sinterização e granulometria dos pós).

O mecanismo de interdifusão entre dois metais está geralmente baseado no intercâmbio de átomos com as vacâncias na rede cristalina. Durante a interdifusão entre os dois constituintes, a velocidade de intercâmbio átomo-vacância não é a mesma para cada constituinte. Um deles difundirá mais rápido que o outro, esse fenômeno chama-se "efeito de kirkendall".

Como resultado se obterá uma desigualdade da velocidade de difusão, os excessos de vacâncias se acumulam no lado do constituinte de maior difusividade; em alguns casos, elas permanecem nos contornos de grãos ou nos deslocamentos de contorno. Uma das formas de eliminar o excesso de vacâncias é por nucleação e crescimento de poros durante a sinterização de misturas de pós compactados, o que significa aumento das dimensões do compactado.

Por outro lado, casos práticos de sinterização foram vistos em que o tamanho das partículas e dos poros fossem muito pequenos, a contração do poro devido à autodifusão normal neutralizará qualquer crescimento do poro provocado pelo efeito de kirkendall.

d) Transformações de fase, as transformações de fases nos componentes das misturas de pós ocorrem na sinterização durante o aquecimento e resfriamento a temperaturas constantes, de maneira semelhante que acorre nos tratamentos térmicos convencionais dos metais e ligas fundidas.

e) Reações químicas, as reações químicas que ocorrem durante a sinterização podem ser provocadas procurando ter um propósito útil ou os indesejados tendo efeitos negativos. O emprego de atmosferas inertes adequadas pode evitar reações químicas ou produzir outras reações de oxidação, nitretação, cementação, etc.

f) Variações dimensionais e de densidade, as causas das variações dimensionais dos compactados são diversas, tais como a contração, a dilatação, a eliminação de poros e gases acumulados, a eliminação de lubrificantes, as reações químicas, as ligações entre diferentes pós e as transformações de fase.

A densidade pode ser afetada pela variação dimensional dos compactados provocados durante a sinterização, tanto pela alteração dos poros do sinterizado, ocasionadas geralmente pelas reações químicas.

2.4 Tecnologia da sinterização com fase líquida

Uma das formas mais tradicionais de favorecer a sinterização de um material é através da presença de uma fase líquida durante toda ou parte do ciclo de sinterização. Esta fase líquida melhora consideravelmente a homogeneização do compactado já que por forças de capilaridade pode penetrar em zonas inacessíveis e também através dela aumenta-se à difusividade do elemento base da liga.

A sinterização com fase líquida pode ser dividida em dois processos; a sinterização com fase líquida transitória e a sinterização com fase líquida permanente. No primeiro caso, o líquido aparece no material compactado quando este é aquecido à temperatura de sinterização e desaparece por interdifusão, enquanto o compactado permanece à temperatura de sinterização. Como por exemplo, podem ser citadas a sinterização do bronze, as ligas de alumínio com cobre, magnésio, etc. No segundo caso, a fase líquida está presente durante todo o tempo em que o compactado permanece à temperatura de sinterização, a qual é mantida entre as temperaturas de *solidus* e *liquidus* da liga. É o caso de ligas de metal pesado (W+10%Ni-Cu, ou Ni+Fe), carbonetos ou metais duros.

Na sinterização com fase líquida , alguns tópicos devem ser levados em consideração:

- a composição química da liga deve ser escolhida segundo o diagrama de equilíbrio correspondente; é imprescindível a presença de uma fase sólida e uma líquida durante um determinado tempo na temperatura de sinterização escolhida;
- a fase sólida deve ter solubilidade limitada na fase líquida;
- a quantidade de fase líquida a ser formada deve ser suficientemente pequena para que a geometria do compactado em verde se mantenha durante a sinterização e, além disso, sofra uma densificação apreciável;
- o tamanho da partícula da liga que permanece em fase sólida deve ser relativamente pequeno para facilitar a rápida densificação;
- a sinterização deve garantir a densificação dos compactados, controlando a pressão de

compactação pode-se evitar os problemas de controle dimensional;

- na maioria dos casos, a microestrutura obtida no produto é das partículas que permanecem no estado sólido, porém durante a sinterização são totalmente envolvidas por uma fase líquida.

2.4.1 Vantagens da sinterização com fase líquida

Entre as vantagens do processo de sinterização com fase líquida podem ser citadas:

- possibilidade da completa eliminação da porosidade, sob adequadas condições de controle;
- alta velocidade de difusão através da fase líquida, a qual acelera o transporte de massa e a homogeneização do compactado;
- possibilidade de sinterizar metais de alto ponto de fusão.

2.4.2 Etapas de sinterização com fase líquida

A Figura 2.6 apresenta esquema das etapas de sinterização com fase líquida, sendo três as etapas principais: reordenamento, solução e re-precipitação e coalescência.

a) Reordenamento, inicialmente ao aquecer os pós compactados à temperatura de sinterização forma-se uma fase líquida. A formação deste líquido produz uma rápida densificação inicial devido às forças de capilaridade exercidas pelo "molhamento" do líquido sobre as partículas sólidas. Durante esta etapa as partículas estão em suspensão no líquido e se deslizam umas sobre outras provocando uma reordenação. Quanto maior for a quantidade de fase líquida maior será a reordenação e as partículas se movimentaram com maior facilidade; assim o compacto comporta-se como um sólido viscoso. A eliminação de poros faz incrementar a viscosidade do compactado diminuindo continuamente a velocidade de densificação.

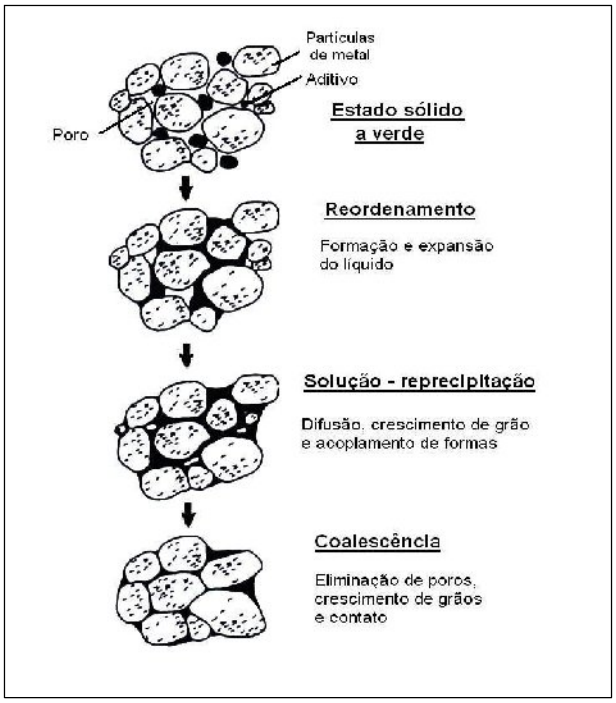


Figura 2.6 Esquema mostrando as etapas de sinterização com fase líquida (POWDER METALLURGY DESIGN MANUAL, 1995).

O reordenamento das partículas é controlado especialmente pelos fatores geométricos, no caso de partículas esféricas, estas oferecem a possibilidade de uma densificação completa para uma porcentagem próxima de 35% em volume de fase líquida. Gases acumulados no compactado podem se difundir borbulhando através do líquido.

A força motriz desta etapa de sinterização é a variação da energia livre de superfícies, a qual depende da sua molhabilidade pelo líquido. O sólido deve ser molhado pela fase líquida e a variação da energia livre quando isto ocorre é descrita pela seguinte equação:

$$\Delta F = \gamma sl - (\gamma sv - \gamma lv) \qquad (2.3)$$

Onde:

ΔF = Variação de energia livre.

γsl = Tensão superficial sólido- líquido.

γsv = Tensão superficial sólido-vapor.

γlv = Tensão superficial líquido-vapor.

A equação 2.3 descreve, que quanto mais negativa for a variação de energia livre, maior será a tendência do líquido que molhe ao sólido. Isso promoverá uma maior densificação no compactado. Uma fase líquida formada que não molha o sólido tenderá a exudar no compactado sinterizado. A quantidade de fase líquida presente durante a sinterização podem ser alteradas, devido a diferença de solubilidade entre as fases presentes alterando os pontos de fusão das fases sólida e líquida.

Basicamente, a densificação obtida nesta etapa depende da quantidade de líquido formado, do tamanho das partículas e da solubilidade do sólido que possa conter no líquido. As partículas mais finas se comportam melhor no reordenamento. A densidade absoluta (porosidade zero) pode ser obtida mediante a reordenação das partículas quando é formada a partir de uma quantidade suficiente de 35% de líquido a qual é suficiente para se obter uma densidade absoluta. No entanto, os fenômenos de reordenamento podem ser obstruídos por uma excessiva densidade a verde ou pela presença de partículas muito irregulares. Durante a compactação, os efeitos da pressão podem provocar um número maior de contatos de interpartículas aumentando, assim as uniões sólidas durante o aquecimento, esse fato pode obstruir o reordenamento das partículas.

b) Solução e re-precipitação nesta etapa se produz a solução e a re-precipitação das partículas, para que isso aconteça se requer, no mínimo, de uma pequena solubilidade do sólido presente na fase líquida, caso contrario não se produzira esta etapa durante a sinterização. A densificação do compactado é mais lenta do que a etapa de reordenamento, devido a que o transporte de massa se realiza através da solução e difusão do líquido. Então, os grãos pequenos de curvaturas bem convexas se dissolvem e logo desaparecem. Enquanto, que os grãos maiores tendem a crescer adquirido uma geometria mais arredondada. O transporte de massa ocorrerá pelo aparecimento das maiores tensões de compreensão, do maior potencial químico e da maior solubilidade nas zonas de contato. Dessa forma, as partículas sólidas são empurradas aos pontos de menor tensão, onde de novo podem se precipitar.

O fenômeno de solução e re-precipitação não simplesmente contribui para o engrossamento de grãos senão que também ajuda a densificação dos compactados. A alteração de geometrias das partículas pode conduzir a empacotamentos mais interligados e diminuição de poros. Isto é, se

produz uma melhor reordenação das partículas e uma aproximação maior das interpartículas dessa forma pode-se contribuir para a contração do compactado.

c) Coalescência é a última etapa da sinterização com fase líquida, a fase sólida remanescente se sinteriza tal qual em um processo com fase sólida. A coalescência das partículas sólidas é resultados da difusão sólida. A principal característica desta terceira etapa é a formação de um corpo sólido rígido que estabelece a densificação. Nesta etapa deve-se ter em conta o crescimento da partícula, particularmente no caso de um molhamento incompleto e a presença de poros fechados no compactado a verde podem impedir a densificação da sinterização com fase líquida.

Os poros residuais podem crescer devido à oclusão de gases provocando uma dilatação na densificação. Geralmente, na maioria dos casos as propriedades dos materiais obtidos por sinterização com fase líquida, podem ser prejudicadas com etapas finais prolongadas, por esse motivo na prática costuma-se utilizar menores tempos de sinterização.

2.4.3 Parâmetros da sinterização com fase líquida

O comportamento e as propriedades de um material sinterizado estão condicionados com sua microestrutura; alguns fatores de tipo termodinâmico, condições de sinterização, tratamentos térmicos, características dos pós, cinética do processo, etc. Estes podem afetar um processo de sinterização com fase líquida e por sua vez alterar a microestrutura do material.

Entre os parâmetros de sinterização que devem ser levados em conta podem ser citados: as variáveis microestruturais e as variáveis cinéticas e termodinâmicas.

a) *Variáveis microestruturais*

O comportamento dos materiais está intimamente ligado a sua microestrutura, por isso que depende das transformações de fases que apresentam a quantidade, a distribuição e a composição química. No caso de uma sinterização com fase líquida, a microestrutura final é descrita por seu tamanho e morfologia de partículas, de grãos, de poros, de pescoços de união, etc., e pela relação entre as fases de contatos, de separação média dos grãos.

As variáveis que podem afetar a microestrutura final de um material sinterização, são descritas a seguir:

a) ângulo de contato quando o líquido é formado durante a sinterização, a microestrutura pode apresentar três fases, o sólido, o líquido e o gás. A magnitude do molhamento descreve o equilíbrio de energias interfaciais de tensão superficial sólido-líquido (γsl), tensão superficial sólido-vapor (γsv) e tensão superficial líquido-vapor (γlv) como são apresentados na Figura 2.7c, que mostra o equilíbrio de energias de interfaces representado pelas tangentes traçadas num mesmo ponto as superfícies de uma fase sólida e uma fase líquida em contato. O ângulo de contato formado é uma característica física que depende do balanço desta energia de interfaces e não de seus valores absolutos. A Figura 2.7a mostra a representação de um sólido quando é molhado por um líquido, e quando um sólido não é molhado pelo líquido são apresentados na Figura 2.7b.

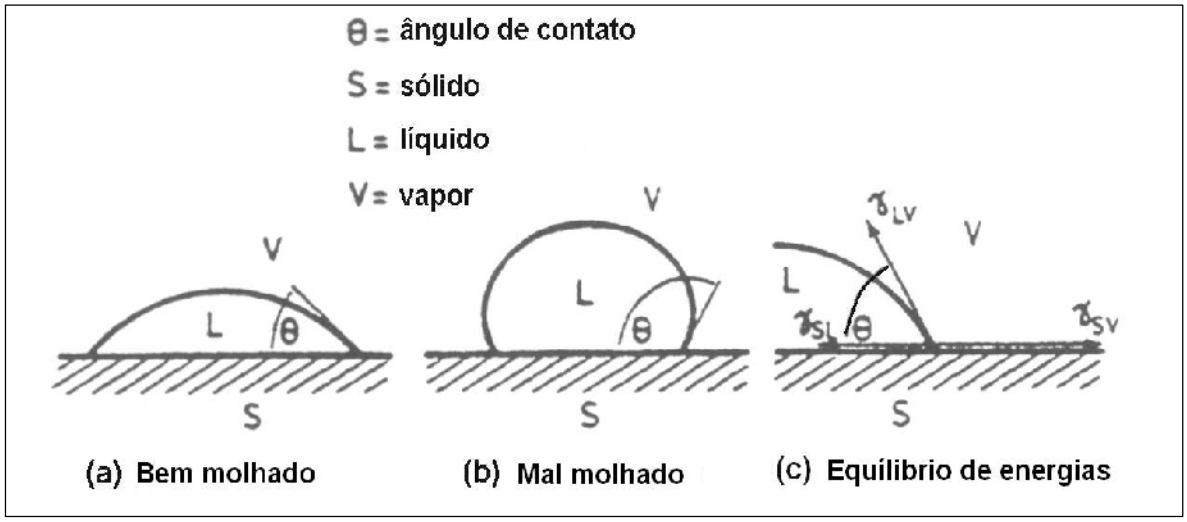


Figura 2.7 Representação gráfica dos ângulos de contato de molhamento (GERMAN, R.M., 1985).

A equação de Young descreve o ângulo de molhamento (Θ) com relação as energias interfaciais de tensão superficial do sólido, líquido e vapor, sendo a seguinte:

$$\theta = arc.\cos(\frac{\gamma sv - \gamma sl}{\gamma lv}) \qquad (2.4)$$

A equação 2.4 descreve que, ângulos menores que 90º caracterizam um bom molhamento, isto é, que o sólido é molhado pelo líquido. A diminuição da tensão superficial sólido-líquido ou líquido-vapor no sistema de equilíbrio de energias das interfaces sólido-líquido contribuirá a obtenção de ângulos menores de molhamento. Entretanto, para muitos materiais o ângulo de contato e as energias interfaciais dependem da pureza das superfícies. O molhamento está associado com as reações químicas de interfaces, a formação de compostos intermediários e a interdifusão.

b) ângulo diedro, o ângulo diedro Φ forma-se principalmente no contorno de união entre duas partículas sólido-sólido que se encontra com um líquido, como são mostrados na Figura 2.8. O ângulo diedro tem uma grande influência sobre a microestrutura dos grãos policristalinos e os contatos entre as partículas na fase líquida. O estado de equilíbrio das energias superficiais e o ângulo diedro entre as partículas sólidas e a fase líquida são representados através da equação de Young:

$$\gamma ss = 2\gamma sl(\cos\frac{\phi}{2}) \qquad (2.5)$$

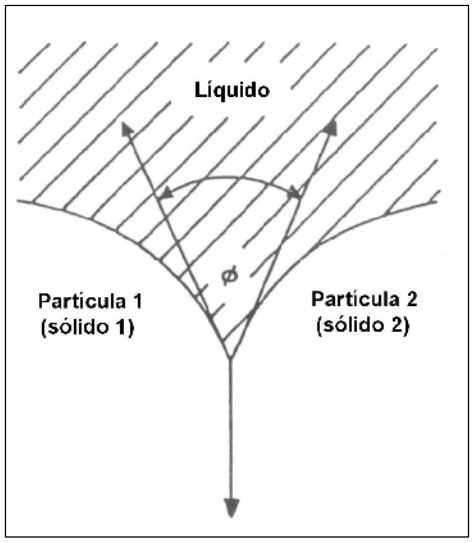


Figura 2.8 Representação gráfica do ângulo diedro (GERMAN, R.M., 1985).

O ângulo diedro é uma característica do sistema sólido-líquido, que depende da energia das partículas e das superfícies sólido-líquido.

A densificação durante a sinterização com fase líquida depende tanto do ângulo de contato assim como do ângulo diedro. Resumindo, para se obter uma boa sinterização deve-se procurar valores menores entre os dois ângulos.

c) Morfologia e tamanho das partículas, a partícula que é sólida durante a sinterização com a fase líquida possui uma geometria diferente que depende da fração volumétrica do sólido, dos ângulos diedros, da energia de superfícies, etc. As partículas maiores crescem a expensas das menores. A dissolução destas fará com que as partículas menores tendam a ser mais esféricas.

d)Tamanho e morfologia de grão, o tamanho de grão é um parâmetro difícil de ser medido, por exemplo, numa seção de duas dimensões, o tamanho de grão obtido é menor do que seu tamanho original. A explicação é que todos os grãos cortados não podem ter as mesmas dimensões. Geralmente, para evitar esse erro mede-se o número de grãos por uma unidade de comprimento. A geometria dos grãos dependera basicamente da medição dos ângulos diedros.

e) Contato de partículas, é a quantidade de contatos de partículas sólido-sólido em um material sinterizado com fase líquida. O contato partículas está muito ligada à fração volumétrica e dos ângulos diedros. O número de contatos das partículas sólido-sólido podem ser medidas metalograficamente por uma unidade de comprimento.

b) Variáveis cinéticas e termodinâmicas

Estas variáveis são as que controlam a molhabilidade, a extensão do líquido formado durante a sinterização, a existência de forças capilares, as possibilidades de segregação, etc. Entre elas temos:

a) Energia superficial, o fator mais determinante do comportamento de um material durante a sinterização com fase líquida. Assim como, todos os fenômenos que ocorrem durante a sinterização que conduzem a uma diminuição da energia superficial das partículas. Poderia definir-se à energia superficial como o trabalho necessário para que uma superfície possa expandir-se seguindo a mesma direção.

b) Molhabilidade, um líquido com boas características de molhamento, trata de ocupar as regiões de menor energia livre, de preferência o líquido fluirá para os pequenos capilares, que possuem uma maior energia por unidade de volume. Quando o líquido formado for insuficiente para preencher os poros, o líquido por difusão trata de unir às partículas entre si, para minimizar a energia livre. Esse efeito faz que a etapa de reordenamento das partículas cresça e a densificação aumente nas etapas iniciais da sinterização com fase líquida. No entanto, a pouca molhabilidade do sólido fará com que o líquido exude dos poros possibilitando a dilatação do compacto.

c) Processo de extensão do líquido, a extensão de um líquido é um processo cinético associado ao molhado. Esta extensão é importante no sólido nas primeiras etapas da fase de sinterização com fase líquida. Pode inclusive separar uniões intergranulares formadas durante o aquecimento, o que conduziria a uma maior homogeneidade das microestruturas e inclusive pode afetar ao grau de reordenamento das partículas. A extensão do líquido fará diminuir a energia superficial do sistema, para que isso aconteça deve cumprir-se o seguinte enunciado:

$$\gamma lv - \gamma sv + \gamma sl \leq 0 \qquad (2.6)$$

Cabe indicar que o comportamento do líquido ao estender-se sobre as superfícies sólidas dependerá de vários fatores tais como as orientações cristalográficas, as segregações, as contaminações, etc.

*d) Efeitos da segregação***,** O mesmo fenômeno que ocorre em todo processo de solidificação, pode acontecer na sinterização de um material, as impurezas tendem a segregar-se à superfície diminuindo a variação de energia livre. A segregação de impurezas tem um grande efeito sobre a sinterização com fase líquida. Nos sistemas metálicos, o molhamento e a penetração do líquido pelos contornos de grão dependem na maioria dos casos das espécies segregadas. Nos sistemas cerâmicos, isso se tornou mais evidente já que o fenômeno se produz nas cerâmicas técnicas com tamanho de impurezas de 100 μm. A diminuição ou aumento de penetração do líquido nos contornos de grão está muito ligado com o tamanho de abertura ou fechamento dos ângulos diedros e que depende por sua vez da segregação nos contornos de grão.

e) Efeitos da capilaridade, o molhamento de um líquido se produz através de um tubo fino capilar denominado efeito capilar. A quantidade de líquido que penetra através deste tubo e do efeito de gravidade depende do ângulo de contato, o diâmetro do tubo e da energia de interfaces. A atração capilar se incrementa com diâmetros menores de tubos capilares. As microestruturas típicas dos compactos a verde não são homogêneas; diferenças no empacotamento dos pós e no tamanho dos poros conduzem a diferentes gradientes na penetração do líquido. Se o líquido se forma a partir de uma partícula de maior tamanho, ao fundir-se este fluirá para a poros vizinhos, esse mecanismo por sua vez criará poros maiores. Estes poros serão muito mais fáceis de serem eliminadas, se a fase líquida foi formada a partir das partículas de menor tamanho. Portanto, partículas de menor tamanho produzem poros menores, melhor homogeneidade e melhor efeito de capilaridade.

*f) Solubilidade***,** deve-se ter conta duas solubilidades: a do líquido no sólido e a do sólido no líquido. Geralmente, uma alta solubilidade do líquido no sólido não é recomendável já que pode conduzir a uma fase líquida transitória que afete todo o processo. Além disso, em função das velocidades de difusão, uma solubilidade desigual pode formar os poros tipo Kirkendall, provocando uma dilatação do compacto durante a sinterização (ALDINGER, F., 1974). No entanto, uma alta solubilidade do sólido no líquido é favorável, para se evitar fortes variações dimensionais do sinterizado. A Figura 2.9. mostra um diagrama esquemático dos efeitos de solubilidade de um compactado, mostrando a contração e dilatação durante a sinterização. A maior solubilidade do sistema é representada pela solubilidade da liga-base (Sb) e a solubilidade do aditivo adicionado é representada por (Sa). Se o índice de solubilidade entre os dois componentes for menor que a unidade ($Sb/Sa<1,0$); o aditivo não permite o reordenamento das partículas da liga-base, esse efeito produzirá uma dilatação do compactado com a formação de poros. Porém, se o índice de solubilidade for superior que a unidade ($Sb/Sa>1,0$), o aditivo não só permite o reordenamento das partículas da liga-base senão que também facilita à contração do compacto diminuindo os poros, sendo está a mais apropriada para a densificação do compactado em verde.

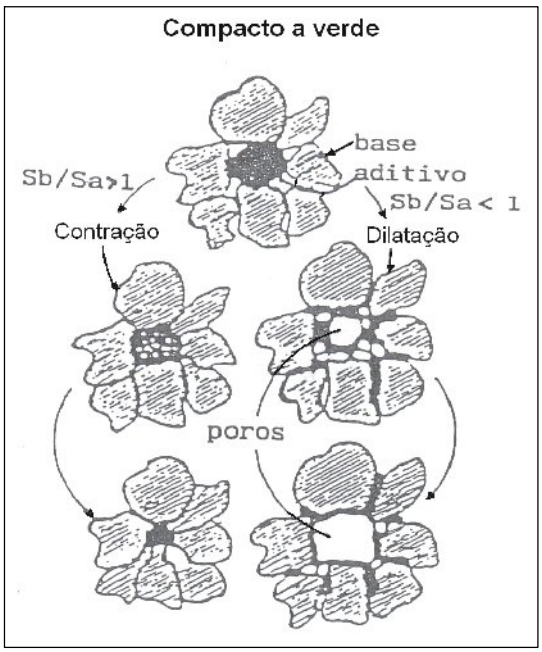


Figura 2.9 Efeitos da solubilidade mostrando a contração e a dilatação que podem ocorrer num compactado durante a sinterização com fase líquida (GERMAN, R.M., 1985).

2.4.4 Tipos de sinterização com fase líquida

Existem diversas alternativas ao processo tradicional de sinterização com fase líquida. As vantagens dessas alternativas facilitam uma melhora na densificação e nas composições químicas do material, além das microestruturas que se obtém como produto final. Entre os diferentes tipos de sinterização com fase líquida tem-se:

*a) Sinterização ativada ou reativa***,** neste tipo de sinterização entra em reação duas ou mais componentes de uma liga formando uma fase líquida, para formar um novo composto totalmente distinto das anteriores. Caracteriza-se pela grande capacidade de liberação de calor (reação exotérmica) devida a reação gerada entre os pós que o constituem para se obter um composto final. Neste processo é de vital importância ter-se um bom controle da composição do material e da temperatura do sistema. Este tipo de sinterização é muito utilizado na obtenção de reforços tais como: carbonetos de titânio, nitretos de titânio ou nitretos de alumínio. Uma grande parte das denominadas cerâmicas técnicas utiliza este tipo de sinterização.

b) Sinterização "Supersolidus", é uma sinterização com fase líquida realizada em pós pré-ligados. A temperatura de sinterização é realizada entre a temperatura do solidus e a do liquidus do material, com a finalidade de promover a fase líquida. Dessa forma, ativa-se uma fusão parcial da fase sólida provocando uma maior fragmentação, uma melhor distribuição do líquido, um maior reordenamento das partículas conseqüentemente se favorecerá a uma maior densificação do compactado. Este tipo de sinterização é realizado na fabricação de superligas a base níquel, aços ferramentas e ligas-base de cobalto.

c) Sinterização com fase líquida transitória, neste caso a fase líquida promovida durante a sinterização desaparece por difusão um dos componentes de menor fusão do material no outro componente. Para que isso ocorra é imprescindível de que exista nas composições presentes, uma total intersolubilidade entre os elementos presentes da liga. A desvantagem desta técnica é a necessidade de realizar um controle exaustivo dos parâmetros de sinterização. A aplicação mais conhecida deste tipo de sinterização é a dos bronzes porosos muito utilizados na fabricação de mancais autolubrificantes.

*d) Infiltração***,** este processo realiza-se em duas etapas; na primeira etapa se obtém um compacto rígido pre-sinterizado, realizado mediante a sinterização convencional no estado sólido com a finalidade de obter uma estrutura porosa sólida. Na segunda etapa, incorpora-se um líquido entre a temperatura de ponto de fusão do infiltrado e da liga base. O preenchimento dos poros é realizado pelo efeito de capilaridade. Para isso, se requer que os poros estejam bem abertos e interconectados entre si. As principais vantagens desta infiltração é o bom controle dimensional e eliminação de poros e, as desvantagens deste tipo de sinterização são:

- a contaminação superficial pode dificultar o molhamento do líquido;
- o preenchimento do líquido pode formar crateras geradas pela erosão;
- a penetração pelos ângulos diedros é nula ou próxima de zero, podem produzir dilatações;
- a quantidade excessiva de líquido, pode produzir o fenômeno de segregação ou fenômenos de porosidade residual.

2.4.5 Aplicações da sinterização com fase líquida

Este tipo de processo apresenta muitas aplicações e inumeráveis vantagens que se destacam é a alta velocidade de sinterização e maior densificação atingida no estado final. Entre

as desvantagens da sinterização com fase líquida, é a falta de um bom controle do processo em todo seu percurso, além de ser muito complexo o processo existe a dificuldade de poder estabelecer parâmetros de controle rigorosos. A Tabela 2.1 apresenta algumas aplicações da sinterização com fase líquida no campo dos materiais cerâmicos ou dos cermets.

Tabela 2.2 Aplicações da sinterização com fase líquida nos materiais cerâmicos

Aplicação	Composição
Ferramentas de corte	WC-Co, TiC-Mo-Ni, e aços de ferramenta
Condutores elétricos	$BaTiO_3$-LiF-MgO, $SrTiO_3$-SiO_2
Materiais de perfuração	Diamante-metal, WC-Co, Al_2O_3-vidro
Materiais de alta temperatura	Si_3N_4-MgO, SiC-B
Deformação de metais	Si_3N_4-Y_2O_3, WC-TiC-Co
Engenharia nuclear	UO_2-Al, UO_2-Al_20_3, W-Ni-Fe
Refratários	MgO-CaO- SiO_2, Al_20_3- MgO-SiO_2

2.4.6 Propriedades tecnológicas dos materiais obtidos pela sinterização com fase líquida

As propriedades de um material obtido por sinterização com fase líquida dependem de vários fatores, tais como: as características dos pós, as condições de sinterização, a microestrutura, etc. Geralmente, um material fabricado por sinterização com fase líquida está constituído por uma matriz (aquela fase que foi líquida à temperatura de sinterização) que lhe confere ductibilidade e tenacidade e uma fase dispersa (aquela que permaneceu sólida à temperatura de sinterização) que lhe oferece dureza e resilência. Portanto, as propriedades de um material não só depende das propriedades de cada uma das fases que apresentam, senão que também de sua relação entre elas.

Entre as propriedades tecnológicas dos materiais que devem ser controladas tem-se:

a) Propriedades físicas

Os controles das propriedades físicas são muito importantes para os produtos sinterizados,

dois propriedades delas devem ser levadas em conta: a densidade do sinterizado e a variação dimensional ambas estão estreitamente relacionadas entre si. A variação da densidade entre os compactado a verde com relação aos sinterizados se deve em primeiro lugar a variação dimensional que dependem em grande parte de muitos fatores, tais como: a solubilidade entre os diversos elementos, a molhabilidade, os ângulos diedros, etc.

b) Propriedades mecânicas

Uma das propriedades a ser controlada é a dureza, ela aumenta com a elevação percentual da fase mais dura, geralmente a fase dispersa (fase sólida à temperatura de sinterização). Existem fatores que podem influenciar estas propriedades, como distância média entre os grãos. A dureza depende diretamente da fração volumétrica de sólido (Vs) e do contato de grãos (Css) e da fase dispersa (sólida à temperatura de sinterização). Como descreve a seguinte equação:

$$H = H_1(1 - CssVs) + HsCssVs \qquad (2.7)$$

Onde :

H_l e Hs: são as durezas da matriz e da fase dispersa.

A resistência à tração dos materiais sinterizados com fase líquida dependem de vários fatores tais como: a fração volumétrica, o tamanho de grão, o contato entre grãos, a coesão entre as fases, os poros, etc.

O módulo elástico depende primordialmente da quantidade de "fase dura" existente e de seu contato e crescimento entre os grãos e a resilência da matriz.

c) Análise de fratura

No estudo do comportamento da análise de fratura deste tipo de materiais sinterizados com fase líquida se deve ter em conta as diversas possibilidades de propagação das fissuras. Geralmente são quatro: primeira, fissura provocada na fase sólida (alta dureza); segunda, fissura gerada na fase que foi líquida (alta resilência); terceira, fissura produzida entre ambas fases sólido

e líquido (separação de caráter variável) e quarta, fissura provocada entre os grão de uma mesma fase (muito frágil). Os pontos mais frágeis de uma fratura podem ser considerados os poros e as uniões de sólido-sólido.

Para aumentar a resistência da fratura deve-se ter em conta alguns fatores: ter um baixo número de contato entre os grãos, maior separação entre os grãos da fase sólida e menor tamanho de grãos.

2.5 Variáveis que afetam o processo de sinterização

Os processos de sinterização com fase sólida ou líquida sempre serão afetados por diferentes parâmetros, sejam estes os operacionais de manuseio e os mecânicos e entre as mais importantes tem-se:

2.5.1 Tamanho de partículas

Geralmente, diminuindo o tamanho das partículas de um material compactado se promove a sinterização. A minimização do tamanho das partículas produz um aumento na área de interfaces poro-sólido o que acarreta um aumento da força impulsora dos mecanismos de sinterização. Além disso, a diminuição do tamanho de partículas ativa os mecanismos de transporte de massa como resultado da existência de um número maior de contatos entre partículas (número de pescoços), conseqüentemente, isto produzirá um aumento maior do número de canais ou trajetórias para se produzir a difusão em volume.

2.5.2 Geometria e distribuição das partículas

Ambos fatores influem diretamente no contato entre as partículas, primeiro no material que será sinterizado e logo quando é modificado sua área superficial interna. Existem alguns fatores que favorecem a um maior contato e aumento da área superficial que podem melhorar a sinterização, entre elas tem-se, o distanciamento da geometria esférica e o aumento da microrrugosidade e macrorrugosidade.

2.5.3 Microestrutura das partículas

Uma microestrutura de grãos finos nas partículas de pós pode contribuir o processo de sinterização produto de seu efeito favorável sobre os diversos mecanismos de transporte de massa. A presença de imperfeições na rede cristalina, assim como as discordâncias produzidas pelas deformações plásticas em quantidades superiores do normal, pode contribuir a sinterização mediante a ativação do processo de difusão.

Também, os poros internos das partículas podem contribuir na sinterização, através do aumento da força impulsora produto do aumento de superfícies entre elas pelo aumento de poros bem pequenos. De igual forma, o aumento de tensões no sólido pode promover o crescimento dos pescoços e seu arredondamento seguido pela contração dos poros. Além disso, deve-se levar em conta que os poros pequenos podem impedir a movimentação e o crescimento dos contornos de grãos podendo afetar a distribuição do material no interior das partículas.

As alterações microestruturais também podem afetar os produtos sinterizados devido às diversas difusividades das mesmas que apresentam, mesmo que a composição química não seja alterada. Por exemplo, alguns compostos experimentam transformações alotrópicas, isto é, podem existir com diferentes estruturas cristalinas com diferentes intervalos de temperatura, tendo em conta que a difusividade aumenta com a diminuição da massa especifica de empacotamento e, em alguns casos essas transformações podem melhorar a sinterização dos compactados.

2.5.4 Composição química das partículas

A força impulsora de sinterização pode ser afetada pela adição dos elementos de liga ou pelo aumento ou diminuição de impurezas nas partículas. Geralmente, a contaminação superficial reduz a energia superficial do material e esta por sua vez interfere no transporte de massa. Além disso, o transporte de massa por difusão também é afetado pela inclusão de átomos da liga ou impurezas na rede cristalina, se bem que as fases isoladas no interior da matriz podem promover a sinterização fechando a movimentação dos contornos de grão. De igual forma, as altas temperaturas de sinterização podem produzir reações químicas entre material base e as impurezas ou elementos de liga.

2.5.5 Densidade a verde do compactado

Do ponto de vista da sinterização, a diminuição da densidade a verde (aplicação de uma pressão menor de compactação) implica um aumento da área de superfícies livres, conseqüentemente, irá a precisar de uma maior força impulsora. Dessa forma, pode-se dizer, que tanto a velocidade de sinterização assim como as diferentes alterações resultantes produzidas durante a sinterização, podem-se incrementar nos compactados produzidos com densidade a verde bem baixas.

A densidade do produto sinterizado, comumente é a formulação mais usada para avaliar o seguimento do processo de sinterização. Assim, os valores de densidade do produto sinterizado serão maiores, sempre quando a densidade dos compactados a verde forem elevados.

2.5.6 Temperatura de sinterização

A temperatura de sinterização é um dos fatores de vital importância na sinterização dos compactados. A escolha da temperatura deve ser a mais apropriada de tal forma que favoreça a formação de uniões entre partículas para se conseguir um corpo rígido com as mínimas alterações dimensionais do compactado. As altas temperaturas aumentam a difusão dos átomos acelerando o processo de sinterização, diminuindo o tempo de sinterização, além disso, possibilita novas reações químicas com os elementos de liga. Da mesma forma, o sobreaquecimento do material poderá promover o aumento dos tamanhos de grãos e o aparecimento de poros grandes, conseqüentemente irá a diminuir as propriedades do material sinterizado. Esse problema é evitado realizando um bom controle do tempo e da composição química do material quando se trabalha a altas temperaturas.

Estudos realizados por vários pesquisadores (SCHATT, W.; WIETERS, K.P, 1997) mostraram que as propriedades mecânicas dos elementos sinterizados, geralmente melhoram com o aumento da temperatura de sinterização. Entretanto, o excesso de temperatura poderá criar problemas na sua estrutura interna e a variação dimensional do material sinterizado.

A Figura 2.10 mostra o comportamento geral dos produtos sinterizados que experimentam algumas propriedades mecânicas com o aumento da temperatura de sinterização.

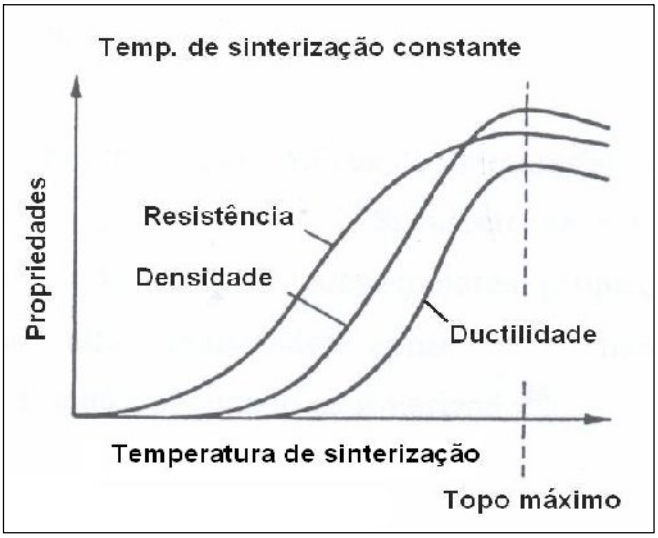


Figura 2.10 Influência da temperatura de sinterização nas propriedades dos materiais sinterizados (SCHATT, W., WITERS, K., 1997).

Por outro lado, a Figura 2.11 mostra que a temperatura de sinterização depende do tamanho das partículas de pós. Nela pode-se ver que para temperaturas baixas de sinterização e pós com tamanhos de partículas grosseiras produzem menor densificação do material. Porém, ocorre algo diferente quando se utiliza pós com partículas finas, o número de contato entre as partículas será maior entre elas, favorecendo muito à densificação do material sinterizado, inclusive quando são utilizadas temperaturas baixas de sinterização.

2.5.7 Pressão de compactação

A pressão de compactação ótima para os pós ou misturas de pós de um material é determinada através das curvas de compressibilidade. Seu efeito manifesta-se ao aumentar a densidade a verde com a qual se conseguirá melhores propriedades físicas e mecânicas, principalmente na resistência e a ductilidade. Além, das altas densidades obtidas pode-se minimizar as variações dimensionais que sofre um material compactado quando é sinterizado (THUMMLER, F., OBERACKER, R.,1993).

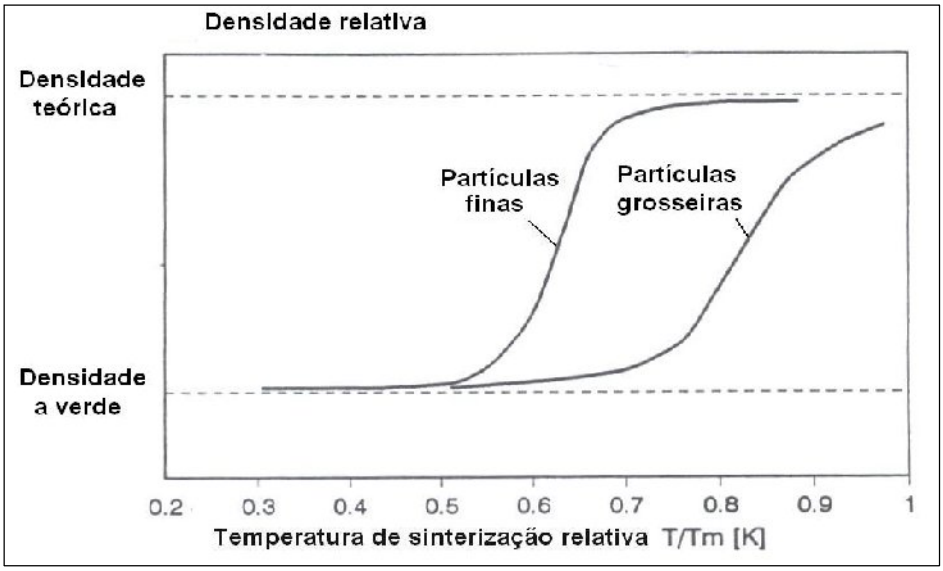


Figura 2.11 Densificação dependendo da temperatura e do tamanho de partícula (finas = 1-10 µm, grossas = 50-200 µm), o tempo de sinterização e as densidades a verde permanecem constantes (THUMMLER, F., OBERACKER, R., 1993).

A densidade a verde obtida com uma pressão de compactação estabelecida dependerá do tamanho e da geometria das partículas, isto é, do ponto de vista de seu processo de obtenção. A Figura 2.12 apresenta a influência da pressão de compactação de diversos materiais produzidos em pós com relação à densidade relativa dos compactados a verde, pode-se observar que estes materiais são favorecidas com a elevação da pressão de compactação.

Na medida que se aumenta a pressão de compactação incrementa-se a densidade relativa dos materiais. Principalmente, quando são utilizados pós de tamanhos de partículas finas que facilitam à compactação obtendo-se altas densidades relativas (SCHATT, W., WITERS, K., 1997).

2.5.8 Tempo de sinterização

O tempo de sinterização tem uma grande influência nos compactados a verde, principalmente nas densidades do produto final do sinterizado. Estas podem aumentar com a elevação da temperatura de sinterização.

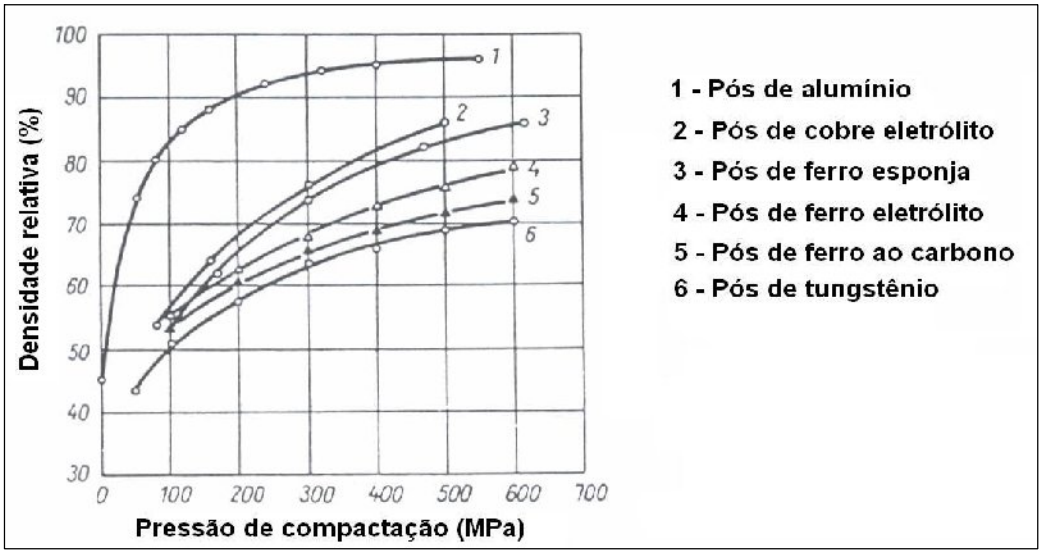


Figura 2.12 Influência da pressão de compactação sobre a densidade relativa dos pós de diversos materiais (SCHATT, W., WITERS, K., 1997).

A Figura 2.13 mostra que aumentando o tempo no processo de sinterização, a densidade do material se aproxima gradativamente à densidade teórica. Esse fato ocorre pela contração dos compactados que se inicia principalmente no primeiro estagio do tempo de sinterização, especialmente quando a temperatura de sinterização é elevada e os pós utilizados são muito pequenos (THUMMLER, F., OBERACKER, R., 1993).

O tempo de sinterização também influi diretamente na resistência dos materiais compactados, estas melhoram com o aumento gradativo do tempo, os poros no compactado ficam mais arredondados e de menor tamanho.

2.5.9 Presencia de lubrificantes

A utilização de lubrificantes nos compactos é usada para se conseguir uma maior uniformidade da pressão na compactação dos pós e para diminuir os poros do material a ser obtido. O lubrificante reduz a fricção interna entre as partículas, assim como a fricção externa, isto é, a relação que existe entre o material a ser compactado e o molde, dessa forma é favorecida a extração dos compactados diminuindo o tempo do processo de compactação e aumentando a

produtividade do equipamento (HALLHAGEN, K., THORNEBLAND, O., 1997).

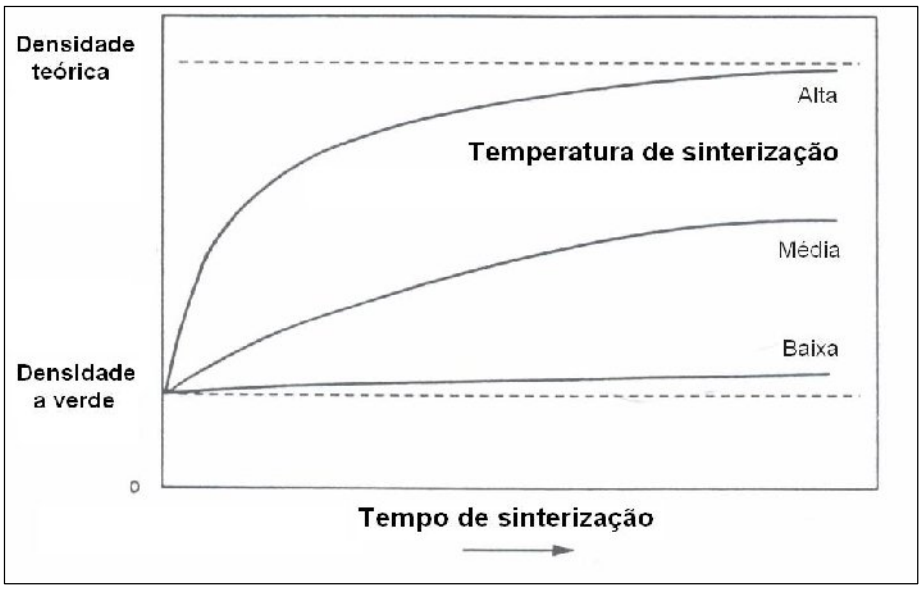


Figura 2.13 Influência do tempo de sinterização sobre a densidade relativa dos pós a diferentes temperaturas de sinterização (THUMMLER, F., OBERACKER, R., 1993)

Os lubrificantes podem ter alguns efeitos negativos, quando estes materiais são utilizados em quantidades superiores de 0,5% em massa, chegaram a diminuir notavelmente a densidade do sinterizado. Além disso, afetou suas propriedades mecânicas, como a resistência. Por esse motivo o lubrificante deve ser eliminado no pré-aquecimento do material antes de iniciar-se a formação de pescoços entre as partículas do material compactado.

2.5.10 Atmosfera de sinterização

A atmosfera utilizada durante o processo de sinterização de um material tem como objetivo principal duas funções; primeiro, é o controle das reações químicas entre o compactado e o ambiente que inibem ou interferem no processo de sinterização. Segundo, é a eliminação dos produtos de decomposição do lubrificante que se produzem na zona de preaquecimento do forno. Além disso, a atmosfera de sinterização tem a função de limpar e purificar o compactado

retirando as impurezas que reagem com a atmosfera, assim como também podem introduzir elementos químicos que estiverem ligados com o compactado promovendo a sinterização ou melhorando as propriedades do material sinterizado. A importância do controle das reações é evidente já que a maioria dos compactados a verde são porosos. Os gases na atmosfera de sinterização podem reagir não só com a superfície externa dos compactados, senão que também podem penetrar a estrutura porosa reagindo com a parte interna das mesmas. Se a reação química for com as partes internas do compactado podem ser prevenidas sem a presença de uma atmosfera protetora. Por exemplo, os componentes de pós de alumínio possuem uma grande afinidade pelo oxigênio, no possível deve-se evitar a presença de água ou oxigênio na atmosfera de sinterização. Por esse motivo, o alumínio não pode ser sinterizado numa atmosfera redutora devido a alta diferença de entalpias que há entre o alumínio e seu óxido, geralmente na prática se utiliza uma atmosfera inerte de gás de nitrogênio seco para sinterizar os compactados de alumínio (NEUBING, H.C., JANG, G. , 1987).

As reações mais importantes que devem ser controladas num processo de sinterização são:

- redução de óxidos sobre a superfície das partículas de pós no compactado;
- carbonetação ou descarbonetação dos compactados, especialmente em ligas de aço ou ferro.

Os tipos de atmosfera de sinterização comercialmente as mais utilizadas são os seguintes:

- o hidrogênio puro, diferencia-se dos outros gases poder seu alto poder de redução de óxidos, além de ser muito leve e é um excelente condutor de calor. Porém, é inflamável e caro;
- o nitrogênio puro, tem a desvantagem de não ser redutor e pode reagir com vários elementos formando soluções sólidas ou precipitados de nitretos. Por exemplo, emprega-se a mistura de gases H_2-N_2 mesmo que estas não sejam tão redutoras como o hidrogênio porém são manipuláveis. Além de ser economicamente barato;
- os gases inertes de argônio e hélio, estes gases são muito utilizados nos laboratórios químicos, sendo limitado seu uso nas aplicações industriais por seu elevado custo. O fato de ser inerte inclusive com os metais mais reativos, muitas vezes seu uso pode ser vantajoso;
- os hidrocarbonetos são muito utilizados na sinterização de ligas de aço ou compactados de ferro e carbono por seu baixo custo.

2.5.11 Velocidade de aquecimento

A velocidade de aquecimento dos pós mais finos é maior do que os pós mais grosseiros, o que permite uma maior difusão em volume. Um rápido aquecimento em materiais de pó que apresentam uma baixa difusão em volume podem ser beneficiados para atingir rapidamente altas temperaturas de aquecimento, o aquecimento reduz a aglomeração dos grãos, já que a formação de grãos grosseiros está em função dos mecanismos de transporte e difusão superficial do compactado. Assim mesmo, o rápido aquecimento em alguns materiais pode ajudar a conservar as tensões provocadas durante a compactação até atingir uma temperatura elevada, contribuindo dessa forma a aceleração dos sinterizados. Entretanto, muitas pesquisas realizadas mostraram que a velocidade de aquecimento pode produzir reações positivas, como as fases líquidas transitórias, que promovem a densificação dos produtos sinterizados. Por outro lado, as reações negativas, podem produzir nos produtos sinterizados uma possível dilatação pela excessiva velocidade de aquecimento.

2.5.12 Adição de elementos traços ou ativadores na sinterização com fase líquida

A adição de pequenas concentrações de outros elementos ou compostos a mistura de pós é uma prática comum usada para ativar ou melhorar algumas propriedades físicas ou mecânicas dos produtos sinterizado. Os efeitos de adição dos elementos traços sobre as propriedades da liga e sua composição ainda é um fenômeno de investigação na ciência dos materiais. Alguns aditivos estão presentes como fase sólida, como solução sólida, como segregação nas interfaces entre partículas ou como fase líquida. É possível que através da adição de um aditivo ou elemento traço se produza uma fusão antes da temperatura de sinterização, o qual pode acelerar o processo de união entre as partículas e logo sua posterior densificação nos compactados.

A seguir são detalhados alguns trabalhos realizados por pesquisadores que estudaram a adição de elementos traços ou aditivos às ligas de alumínio.

SCHAFFER G.B., HUO S.H., et al., 2001 em seus trabalhos realizados comprovaram que certos elementos traços, tais como o Sn, o In e o Cd em pequenas adições de 0,05% em massa sobre as ligas de Al-Cu, observaram um efeito natural destes elementos que estimulavam e

promoviam uma reação artificial sobre a liga base quando os compactados foram sinterizados na presença de uma fase líquida. Esses elementos traços mostraram ter uma alta difusão no alumínio e com formações de altas vacâncias capazes de reduzir a difusividade do Cu da matriz do Al. Observaram que adicionando o Sn na proporção de 0,05% em massa à liga base de Al, apresentaram uma leve reação acima da linha *solidus* no diagrama de equilíbrio de fase de Al-Cu e como resultado os compactados apresentaram uma melhora na resistência mecânica. Esse efeito, se deve a que o Sn apresentaram uma alta difusão de vacâncias na liga do alumínio do que nos átomos de Cu e que as vacâncias do Sn formadas produziram uma taxa de difusão formando um líquido remanescente na liga Al-Cu. Dessa forma, se poderia retardar a precipitação ou a dissolução do Cu durante esta reação, o líquido formado poderia permanecer um tempo maior no sistema. Porém, esse efeito não sempre é benéfico quando a reação se apresenta abaixo da linha *solidus* da liga Al-Cu, a resistência final dos compactados caíram para um mesmo teor de Sn.

SERCOMBE T.B., SCHAFFER G.B, 1,999 pesquisaram os efeitos da adição de elementos traços ou aditivos sobre o sistema das ligas Al-Cu. Utilizaram os elementos traços, tais como o Sn, o Pb, o Bi, o Sb, o In, o Zn , o Ni e o Si com o propósito de sinterizar a liga Al-4Cu-0,15Mg com presença de fase líquida. Adicionaram estes elementos na proporção de 0,05% em massa, conseguiram aumentar a densidade do sinterizado passando de 88 para 92% de densidade teórica. Assim mesmo, reportaram que elevando a concentração dos elementos traços para 0,1% em massa sobre a liga Al-4Cu-0,15Mg, à temperatura de 620ºC e 30 min de sinterização, encontraram valores positivos na densificação (contração dos sinterizados) quando foram adicionados os elementos de Pb, Sn, Bi, Sb e In. Comentaram, assim mesmo que estes elementos se comportavam melhor na densificação dos sinterizados de ligas de Al-Cu. Porém, não tiveram o mesmo efeito os elementos adicionados de Zn, Ni e Si, estes mostraram valores negativos na densificação (dilatação dos sinterizados), a mais prejudicada destes elementos foi o Si caiu rapidamente na densificação dos compactados.

Os autores desta pesquisa concluíram que a difusão realiza-se dentro das partículas de alumínio encabeçado pelo Cu e pelas vacâncias produzidas pelos elementos traços. Estes elementos contribuíram a reduzir a taxa de difusão do Cu dentro da matriz do alumínio retardando a dissolução do Cu. Os elementos traços tendem a diminuir a tensão superficial do líquido, apoiados pelos fenômenos de molhamento, diminuindo o ângulo de contato no sistema de equilíbrio de energias do sólido e do líquido. A fase líquida formada poderia permanecer um

tempo maior pela ação de equilíbrio das forças modificadoras de tensão superficial do líquido remanescente. Dessa forma, a fase líquida poderia se difundir e propagar pelas partículas de alumínio promovendo a densificação dos compactados.

SERCOMBE, T.B, 2003 relatou em suas pesquisas o efeito da adição dos elementos traços na sinterização de ligas de alumínio. Estudo sobre o efeito do Mg na sinterização com fase líquida mostrando o resultado através das curvas de dilatometria e de análise microestrutural, comentou que adicionando 0,15%Mg em massa a liga base obteve nos compactados uma contração. Porém, se o teor de magnésio for adicionado acima de 1,0% Mg surgia a formação de um líquido, sendo neutralizado pela contração diminuindo a densificação. Além disso, comentou que a sinterização sem adição de Mg acontecia simplesmente em regiões isoladas. A vantagem de acrescentar o Mg era de se obter altas densidades e microestruturas homogêneas.

Concluiu que a contração acontece quando o Mg reage com a camada de óxido alumínio forma um espinel. Essa mudança de volume provocaria a formação de trincas nas camadas de óxidos de alumínio, facilitando assim o molhamento do líquido, melhorando a sinterização com fase líquida. No entanto, a quantidade de líquido formado também dependia da quantidade de óxidos , a qual poderia ser determinada pelo tamanho de partículas e pela condição de fabricação por atomização (LUMLEY, R.N., SERCOMBE, T.B., SCHAFFER,G.B.,1999; LUMLEY, R.N., SCHAFFER,G.B.,1996; NYBORG, L., NYLUND, A. OLEFJORD, I., 1988).

DELGADO, M.L, RUIZ-NAVAZ, E.M. et al, 2005, estudaram os efeitos de elementos traços de uma concentração de $Al_{12}Si$ liga eutética adicionados sobre os sistemas da serie 2xxx da liga AA2014 e Alumix 123, com o propósito de melhorar a sinterização dos compactos com presença de fase líquida e suas propriedades tecnológicas. As proporções de adição do $Al_{12}Si$ foram de 0,15 ate 0,9% em massa com intervalos de 0,15% de aditivos. Os resultados mostraram que a adicionando entre 0,45 e 0,60% em massa de $Al_{12}Si$ sobre as ligas Alumix 123 e A2014 respectivamente ajudaram a aumentar a densificação tanto em suas propriedades físicas e mecânicas destas duas ligas.

Capítulo III

Metodologia Experimental

Neste trabalho foram produzidas e caracterizadas, metalúrgica, física e mecânicamente compósitos da liga AA6061+TiCN fabricados por metalurgia do pó envolvendo a sinterização com fase líquida. Foram produzidos compósitos com diferentes teores de TiCN e, para efeitos comparativos, foram produzidos e caracterizados sinterizados da liga AA6061 sem adição de aditivos e de reforços, através das seguintes etapas:

- mistura de pós da liga AA6061 e de carbonitreto de titânio (TiCN) como reforço, em distintas frações (% massa); na mistura destes pós foram incorporados diferentes teores de Pb e Sn;
- caracterização das propriedades físicas da mistura (velocidade de fluxo, densidade aparente e análise granulométrica);
- caracterização de temperaturas de transformações de fases das misturas de pós para determinação de temperaturas de sinterização;
- conformação das misturas de pós por compactação uniaxial a frio em diferentes pressões;
- caracterização de propriedades físicas do compactado a verde (compressibilidade, densidade relativa, resistência em verde);
- sinterização com presença de fase líquida;
- caracterização de propriedades dos produtos sinterizados: físicas (densificação, variação dimensional), metalúrgicas (microestruturas) e mecânicas (resistência à flexão em três pontos e dureza).

A Figura 3.1 apresenta o esquema geral dos experimentos realizados no trabalho.

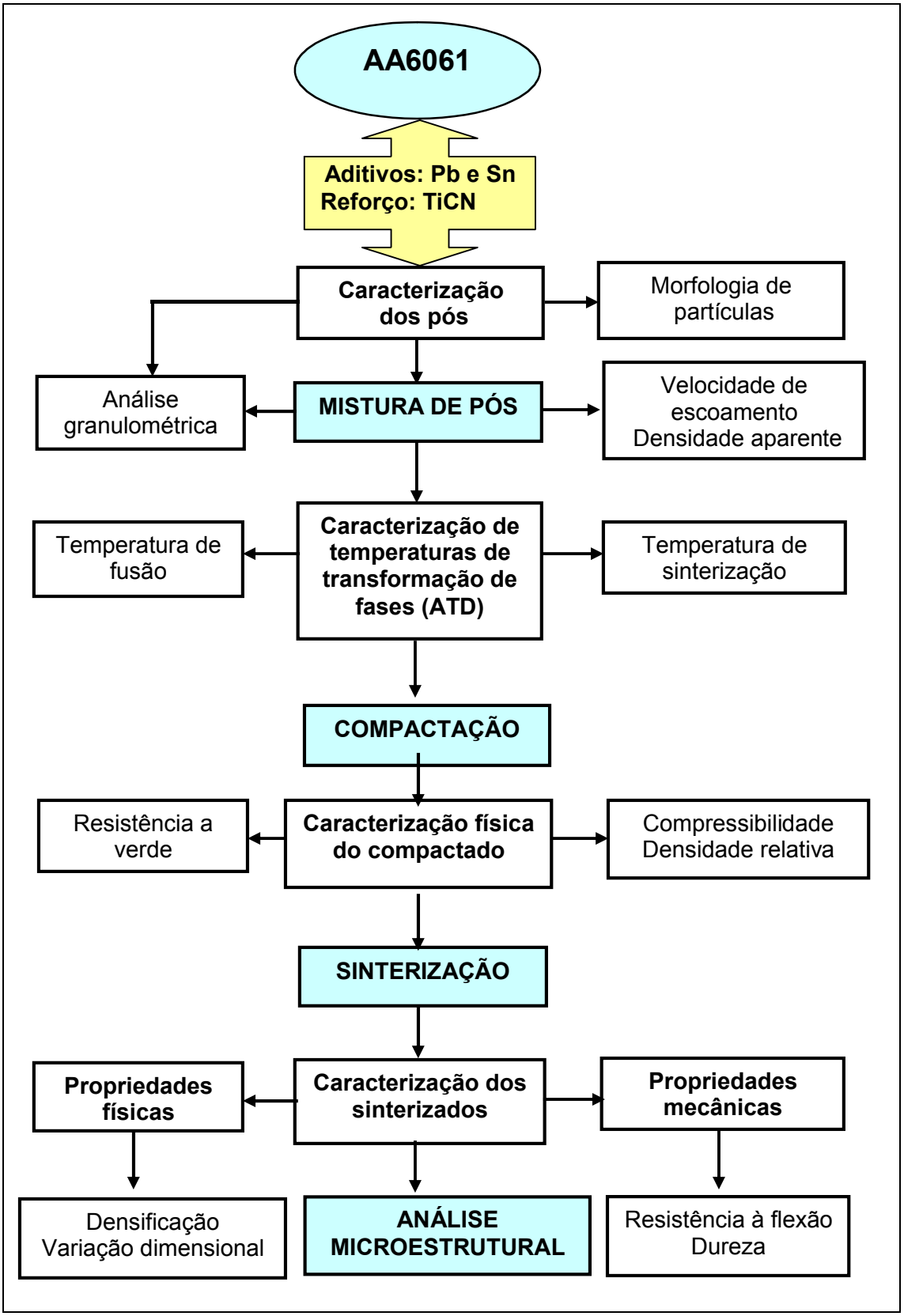


Figura 3.1 Esquema da metodologia experimental realizada neste trabalho.

3.1 Matérias-primas utilizadas e sua caracterização

3.1.1 Descrição das matérias-primas e justificativa de sua escolha

A maior parte das pesquisas sobre inovação na área de materiais, quer com relação ao desempenho do material, quer com relação a processos de fabricação, está relacionada com a indústria automotiva ou aeronáutica. Nos últimos anos, ênfase especial tem sido dada à obtenção e à caracterização de novos materiais, com evidente destaque para as famílias de materiais compósitos centrados em ligas à base de alumínio. Atualmente a tecnologia do alumínio via metalurgia do pó vem desenvolvendo novas técnicas de produção de ligas de alumínio tais como: a série 2000 (Al-Cu-Mg), a série 6000 (Al-Si-Mg) e a série 7000 (Al-Zn-Mg-Cu). Uma destas técnicas de produção de peças de ligas de alumínio utiliza o processo de sinterização com a presença de fase líquida; a adição de elementos traços de baixo ponto de fusão auxilia o processo, bem como a adição de elementos de reforços na liga matriz contribui reduzindo a camada de óxidos que recobre as partículas favorecendo a sinterização.

Esta pesquisa busca estudar o processo de fabricação do compósito específico formado pela liga AA6061 e partículas de TiCN.

a) Liga matriz

Para a realização deste trabalho utilizou-se a liga de alumínio AA6061 fornecida pela empresa *Alpaco – The Aluminum Powder Company Limited* - (Inglaterra). Esta liga é muito empregada na fabricação de materiais compósitos de matriz alumínio (CMMs-Al), apesar de não ser uma liga de alta resistência mecânica, devido à sua alta conformabilidade de maneira geral e extrudabilidade em particular. Uma outra característica interessante desta liga é sua elevada resistência à corrosão.

A Tabela 3.1 mostra a especificação de composição química da liga AA6061 fornecida pelo fabricante para este trabalho experimental.

Tabela 3.1 Composição química do pó da liga AA6061utilizada (%massa)

Elemento químico	Composição (%)
Al	97,86
Fe	0,18
Si	0,52
Cu	0,43
Mn	0,09
Mg	0,8
Cr	0,07
Outros	< 0,05

O pó da liga AA6061 foi fabricado pelo processo de atomização a água

b) Aditivos

Os materiais escolhidos como aditivos neste trabalho foram os pós de chumbo (Pb) e de estanho (Sn). Estes pós foram fornecidos pelo fabricante *Goodfellow Cambridge Limited* (Inglaterra), apresentando pureza de 99,5% e 99,9% respectivamente.

Estes elementos também foram fabricados pelo processo de atomização. Os pós de Pb e Sn apresentam ponto de fusão aproximadamente de 330º C e 230º C e densidades de 11,40 g/cm^3 e 7,30 g/cm^3, respectivamente.

Muitos trabalhos de pesquisa na área de metalurgia de pó comprovaram a eficiência destes elementos quando adicionados em pequenas ou mínimas concentrações (%massa) em ligas de alumínio, na ativação de sinterização de peças. Tanto o Pb como o Sn possuem baixos pontos de fusão, altas difusividades térmicas, baixas tensões superficiais no estado líquido e, portanto, alta molhabilidades, sendo estas propriedades de grande importância no processo de sinterização. A eficiência do processo de sinterização significa apropriada densificação e redução da quantidade de poros, resultando em produtos sinterizados com boas propriedades físicas e mecânicas.

c) Reforço cerâmico

Utilizou-se como reforço cerâmico o carbonitreto de titânio (TiCN); o material em pó foi fornecido pelo fabricante *ABCR* – Alemanha. Comercialmente este reforço é denominado como TiCN 50:50, composto quimicamente de: C_{total} = 10,1%, C_{livre} = 0,1%, Fe = 0,1%, O_2 = 0,6%, e

N_2 = 10,2% (% massa). Este tipo de reforço foi escolhido por ser um material cerâmico de ampla aplicação para recobrimentos por PVD (*Powder vapour deposition*) de ferramentas de corte e de conformação de chapas devido a sua elevada dureza e baixo coeficiente de atrito. Também é muito utilizado na fundição contínua de aços recobrindo moldes e melhorando sua resistência à oxidação.

A massa especifica do TiCN de 5,14 g/cm^3 foi obtida entre a relação de sua massa especifica e as composições químicas fornecidas comercialmente para o TiCN.

3.1.2 Caracterização das matérias-primas

O comportamento dos pós metálicos e cerâmicos durante as diversas operações de conformação e sinterização dependem das propriedades individuais das partículas, como sua morfologia, dimensões e distribuição de tamanhos. Os pós usados neste trabalho foram analisados com relação à sua morfologia e distribuição de dimensões de partículas (análise granulométrica).

3.1.2.1 Morfologia das partículas dos pós utilizados

a) Equipamento utilizado

Para a observação da geometria das partículas dos pós das matérias primas, tanto da liga AA6061 quanto dos aditivos e do reforço cerâmico, utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV).

b) Técnicas da análise

Pequenas porções dos pós foram recobertas com camada fina de ouro para permitir a observação de suas dimensões e morfologia no MEV. A morfologia dos pós tem uma íntima relação com o processo de sua fabricação, o qual pode gerar pós com partículas unidimensionais (aciculares ou irregulares), bidimensionais (dendríticas ou escamosas) e tridimensionais (esféricas, arredondadas, irregulares, porosas ou angulares).

3.1.2.2 Granulometria dos pós utilizados

a) Equipamento utilizado

Utilizou-se para a determinação do tamanho médio e a distribuição de tamanhos de partículas, um difratômetro a luz LASER.

b) Técnicas de avaliação

O procedimento consiste em determinar o tamanho médio e a distribuição de tamanhos de partículas dos pós através da dispersão de feixes de raios LASER promovida pela sua difração ao passar pela amostra. A incidência de luz em partículas menores é dispersa ou submetida à difração através de ângulos que são inversamente proporcionais ao tamanho da partícula. A varredura de dispersão angular do fluxo de luz dispersa fornece informações sobre o tamanho de partícula e a distribuição de tamanhos. Os resultados obtidos são fornecidos de forma automática pelo equipamento; para uma melhor interpretação estes dados são apresentados mediante uma curva de distribuição de Gauss.

Foram analisadas duas amostras para cada mistura de pós. Os valores obtidos foram extraídos da média de dois ensaios realizados.

3.2 Mistura dos pós

O objetivo principal do processo de mistura é a obtenção de uma distribuição uniforme de partículas de pós dos diferentes materiais empregados, para a obtenção de um produto o mais homogêneo possível. A heterogeneidade na mistura de pós pode afetar a microestrutura final resultante no produto e como conseqüência suas características físicas e mecânicas.

3.2.1 Equipamento utilizado

Para a mistura de pós da liga, dos aditivos e dos reforços cerâmicos foi utilizado um misturador de laboratório convencional, com uma velocidade de rotação de 100 RPM e um tempo

de mistura de 30 min, para todos os materiais produzidos. Para a pesagem dos pós utilizou-se uma balança digital com uma precisão de ±0,01 g.

3.2.2 Constituição das misturas

O processo de mistura de pós foi dividido em duas etapas experimentais: na primeira etapa preparou-se uma série de misturas de pós da liga matriz com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn, a saber: 0,1; 0,15; 0,2 e 0,4% em massa.

Na segunda etapa, preparou-se uma série de misturas contendo pós da liga matriz, do reforço cerâmico TiCN nas concentrações de 5,0 e 10,0% em massa e dos aditivos de Pb e Sn com concentrações de 0,1% em massa as quais que foram escolhidas na etapa anterior. A Tabela 3.2 apresenta a constituição das misturas produzidas.

Tabela 3.2 Constituição das misturas de pós produzidas experimentalmente

Etapas	***Material***	***Composição do aditivo e do reforço (%massa)***
Primeira	AA6061	0
	AA6061+Pb	0,1, 0,15, 0,2 e 0,4
	AA6061+Sn	0,1, 0,15, 0,2 e 0,4
Segunda	AA6061	0
	AA6061+ Pb	0,1
	AA6061+Sn	0,1
	AA6061+TiCN	5,0 e 10,0
	AA6061+TiCN+Pb	5,0+0,1 e 10,0+0,1
	AA6061+ TiCN+Sn	5,0+0,1 e 10,0+0,1

Observação: A composição indicada com 0% se refere à liga AA6061 sem adição de aditivos e de reforços cerâmicos na mistura de pós.

3.2.3 Caracterização das misturas

As análises realizadas para a caracterização da mistura de pós foram as seguintes:

- velocidade de escoamento,
- densidade aparente,
- distribuição granulométrica,

- análise térmica diferencial.

3.2.3.1 Velocidade de escoamento

A velocidade de escoamento de uma mistura é uma característica que depende da morfologia, dimensão média e distribuição de dimensões dos pós que a constituem. Esta característica é importante porque a produtividade das prensas compactadoras de pós, medida como número de ciclos de compactação por unidade de tempo, depende do volume que a mistura ocupa introduzida na matriz. Na indústria de produção de peças a partir de pós metálicos é requerido um rápido e uniforme preenchimento dos moldes; a capacidade de fluência do pó pode afetar consideravelmente a produtividade das prensas de compactação, assim como a qualidade da peça compactada.

a) Equipamento utilizado

Para medida do escoamento das misturas produzidas foi utilizado um medidor de vazão Hall. Este equipamento é apresentado esquematicamente na Figura 3.2, bem como um detalhe do medidor de vazão. Para a pesagem do pó utilizou-se uma balança digital com uma precisão de ± 0,01 g.

b) Técnicas de avaliação

A técnica para determinação da velocidade de escoamento das misturas de pós seguiu a norma "*MPIF Standard 03 (1985), Determination of Flow Rate of Free-Flowing Metal Powder Using The Hall Apparatus*". O procedimento consiste em medir o tempo de passagem de 50 g de pó através de um pequeno orifício do funil do medidor de vazão. Para cada mistura de pó ensaiada realizaram-se duas medidas.

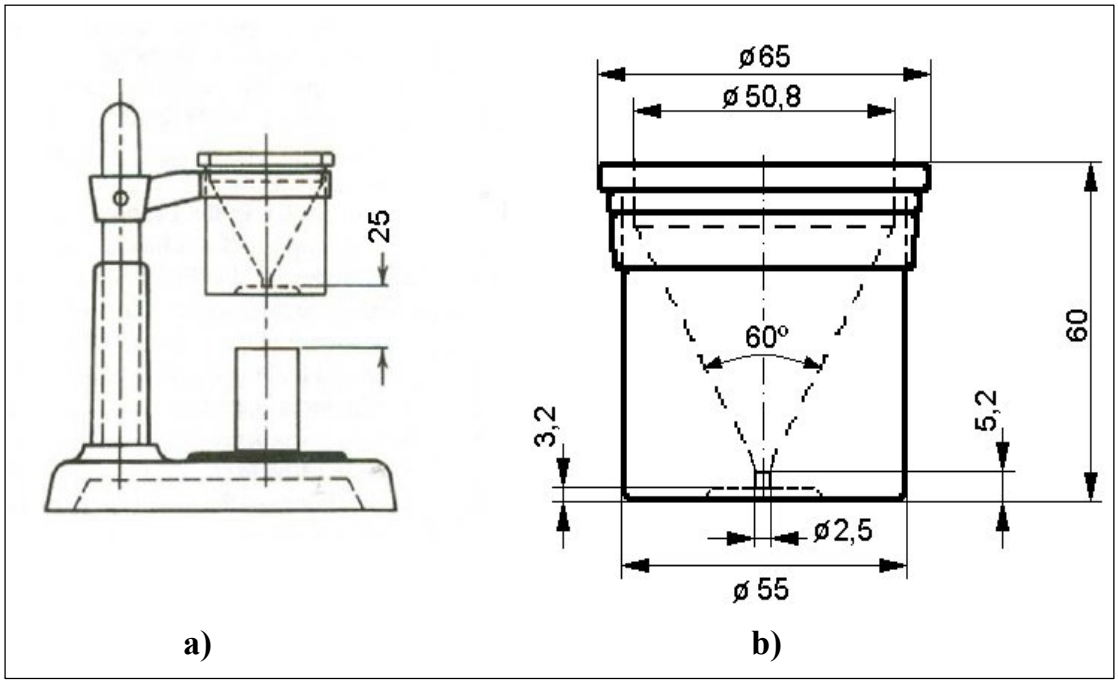


Figura 3.2 Esquema do medidor de vazão Hall (a) e detalhes do funil medidor de vazão (b).

3.2.3.2 Densidade aparente

A densidade aparente de um pó metálico é definida pela relação de massa de um pó solto pelo volume que ocupa. É uma das características mais úteis e importantes da metalurgia do pó, já que determina o volume real ocupado por uma unidade de pó solto, o que determina a profundidade da cavidade da matriz de compactação e o comprimento do curso da prensa necessário para se compactar e densificar o pó solto.

a) Equipamento utilizado

Utilizou-se, para a determinação da densidade aparente das misturas de pós, o mesmo aparelho empregado na determinação da velocidade de escoamento apresentado na Figura 3.2. Também neste caso foi utilizada a mesma balança de precisão utilizada para a pesagem de mistura de pós.

b) Técnica de avaliação

A técnica utilizada para a determinação da densidade aparente das misturas de pós seguiu a norma *MPIF Standard 04 (1985), Determination of Apparent Density of Free-Flowing Metal Powder Using The Hall Apparatus*. O procedimento do ensaio estabelece que uma determinada massa de pó deve passar pelo funil do medidor de vazão até preencher o recipiente de 25 cm^3, sem a utilização de nenhum tipo de pressão externa. O pó que passa pelo funil é pesado cuidadosamente em uma balança de precisão. A densidade aparente do pó ou mistura de pós é determinada pela expressão:

$$\rho_a = 0{,}04\ W \qquad (3.1)$$

Onde :

W = Massa do pó que passa pelo funil

0,04 = Fator de cálculo

A densidade aparente das misturas de pós foi obtida a partir da média de três medições efetuadas para cada tipo de mistura produzido.

3.2.3.3 Distribuição granulométrica da mistura

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para análise granulométrica das misturas foi o mesmo empregado para análise dos pós individualmente, isto é, difratômetro de raios LASER, conforme descrito no item anterior.

b) Técnicas de avaliação

Mediante esta análise se obtém as freqüências dos diferentes tamanhos de partículas presentes na mistura de pós, resultando em um perfil de distribuição de tamanhos de partículas.

3.2.3.4 Análise térmica diferencial (ATD)

As misturas produzidas foram submetidas à análise térmica diferencial para a determinação de temperaturas de transformações de fase. Estas informações são necessárias para a determinação de parâmetros de sinterização.

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para realizar a análise térmica diferencial das misturas de pó foi uma termobalança, na presença de uma atmosfera de gás inerte N_2-5%H_2. O mesmo gás foi utilizado para a proteção da atmosfera na etapa de sinterização. A termobalança é ligada a um computador e programada por um software para a coleta de dados, o qual fornece automaticamente todos os pontos e valores obtidos representados mediante gráficos. Dessa forma, foram programados os ciclos de aquecimento, de permanência e de resfriamento das amostras durante ensaio.

b) Parâmetros do ensaio

Os parâmetros utilizados nos ensaios para análise térmica das misturas de pós foram os seguintes:

- taxa de aquecimento: velocidade de 5 °C/min até a temperatura 700 °C.
- permanência no patamar: 30 min à temperatura de 700 ºC.
- taxa de resfriamento: 5 °C/min até a temperatura ambiente 25 °C.

3.3 Compactação dos pós

Para a determinação das condições ideais de compactação das misturas produzidas, foi necessário inicialmente se determinar a compressibilidade do pó base – pó da liga AA6061.

3.3.1 Compressibilidade do pó da liga AA6061

a) Equipamento utilizado

Para os ensaios de compressibilidade foi utilizada prensa pneumática, com capacidade de força máxima de 1000 kN equipada com um sistema automatizado de controle de taxa de aplicação de forças. Utilizou-se um paquímetro digital com precisão de ±0,01 mm, para medir as dimensões dos corpos de prova após a compactação.

b) Técnicas de ensaio

Os ensaios foram efetuados segundo a norma MPIF Standart 45 (1988) *Determination of Compactability of Powders*. Amostras de 4,0 g do pó foram pesadas em uma balança digital com precisão ±0,01g e compactadas nas seguintes pressões: 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700 e 800 MPa.

O corpo de prova final obtido apresenta geometria retangular (a x b x c) de dimensões variáveis de acordo com a pressão aplicada. A Figura 3.3 apresenta esquema do corpo de prova produzido por compactação uniaxial a frio.

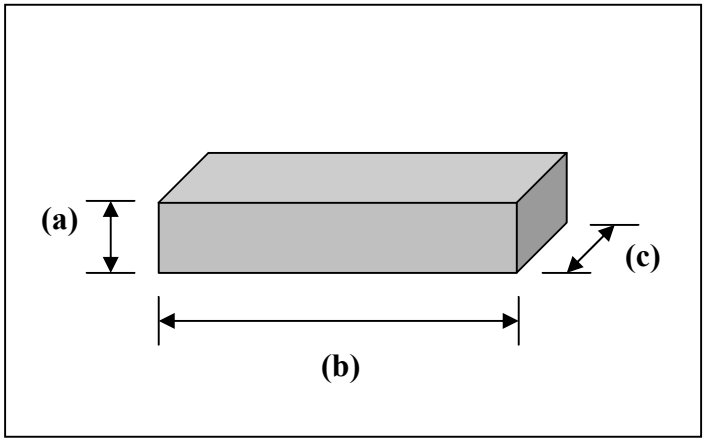


Figura 3.3 Corpo de prova retangular produzido por compactação uniaxial.

Nos corpos de prova compactados foram medidas suas dimensões finais para a determinação de sua massa especifica real em cada situação de compactação. A massa especifica real considerada foi a média de três medições realizadas em cada corpo de prova.

A compressibilidade do pó é dada pelo comportamento da densidade relativa em função da pressão de compactação.

A densidade relativa é determinada pela relação entre a massa especifica real do corpo de prova (ρ) e a massa especifica teórica do material (ρt), dada pela seguinte expressão:

$$\rho_r = \frac{\rho}{\rho_t} x100 \qquad (3.2)$$

Onde :

ρ_r = Densidade relativa do corpo de prova (%)

ρ = Massa especifica real do corpo de prova

ρ_t = Massa especifica teórica do material

Para efeitos de esclarecimento, a massa especifica teórica (ρ_t) da liga AA6061 se refere ao material que não apresenta nenhum tipo de poro na sua estrutura interna sendo considerado o valor de 2,70 g/cm3 (segundo ASM HANDBOOK, 1992).

Determinada a curva de compressibilidade da liga AA6061, foram escolhidos os valores de pressão de 400, 600 e 800 MPa para a compactação das misturas produzidas.

3.3.2 Compactação das misturas de pós

Todas as misturas de pós produzidas foram consolidadas por compactação uniaxial a frio para a obtenção de compactados em verde para posterior sinterização.

a) Equipamento e técnicas utilizados

Foi utilizado o mesmo equipamento e técnicas de ensaio já descritas no item 3.3.1 para os ensaios de compressibilidade do pó de alumínio.

b) Parâmetros de compactação

Os valores de pressão de compactação para a obtenção de corpos de prova a verde foram 400, 600 e 800 MPa. Foram feitos três corpos de prova em cada condição de ensaio. Os experimentos de compactação foram realizados como indicados na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 Valores de pressão utilizados na compactação uniaxial das misturas de pós.

Etapas	***Pressão (MPa)***	***Mistura de pós***	***Teor do aditivo e do reforço (% massa)***
Primeira	400	AA6061	0
		AA6061+Pb	0,1, 0,15, 0,2 e 0,4
		AA6061+Sn	0,1, 0,15, 0,2 e 0,4
Segunda	400, 600 e 800	AA6061	0
		AA6061+Pb	0,1
		AA6061+Sn	0,1
		AA6061+TiCN	5,0 e 10,0
		AA6061+TiCN+Pb	5,0+0,1 e 10,0+0,1
		AA6061+TiCN+Sn	5,0+0,1 e 10,0+0,1

Observação: A composição indicada com 0% se refere à liga AA6061 sem adição dos aditivos e dos reforços cerâmicos na mistura de pós.

No primeiro grupo de ensaios de compactação foi utilizada pressão de 400 MPa com o objetivo de selecionar o teor dos elementos Pb e Sn a serem incorporados na liga matriz AA6061. Após a sinterização destas misturas e avaliação das microestruturas e caracterização das propriedades físicas e mecânicas obtidas, foram selecionados os valores de 0,1% de Pb e 0,1%Sn (em massa) a serem adicionados às misturas contendo o reforço TiCN. Portanto, estas foram compactadas numa segunda etapa, conforme indicado na Tabela 3.3.

A segunda etapa de compactação foi realizada a pressões de 400, 600 e 800 MPa. Foi incorporado o reforço cerâmico TiCN nas proporções de 5,0 e 10,0% (em massa) à liga AA6061 para a produção de compósitos.

c) Procedimento de compactação

As misturas de pós previamente homogeneizadas e pesadas foram introduzidas no molde flutuante sendo a seguir exercida uma pressão de compactação de forma uniaxial por meio de um punção simples, até a pressão previamente programada.

Para facilitar a extração dos corpos de prova e evitar o desgaste do molde flutuante utilizou-se estearato de zinco em pó como lubrificante. Foram produzidos três corpos de prova para cada uma das condições de ensaio.

O corpo de prova final obtido apresenta geometria retangular (a x b x c) de dimensões variáveis de acordo com as densidades das misturas de pós e a pressão exercida durante a compactação.

A Figura 3.4 apresenta a variação típica da força aplicada x tempo na compactação uniaxial a uma de pressão de 800 MPa com velocidade de 2000 N/s. Pode-se observar um aumento linear nos estágios iniciais do processo e o pequeno tempo necessário para atingir a pressão requerida; em seguida a força é reduzida lentamente até atingir o valor da força de extração. O processo é controlado automaticamente.

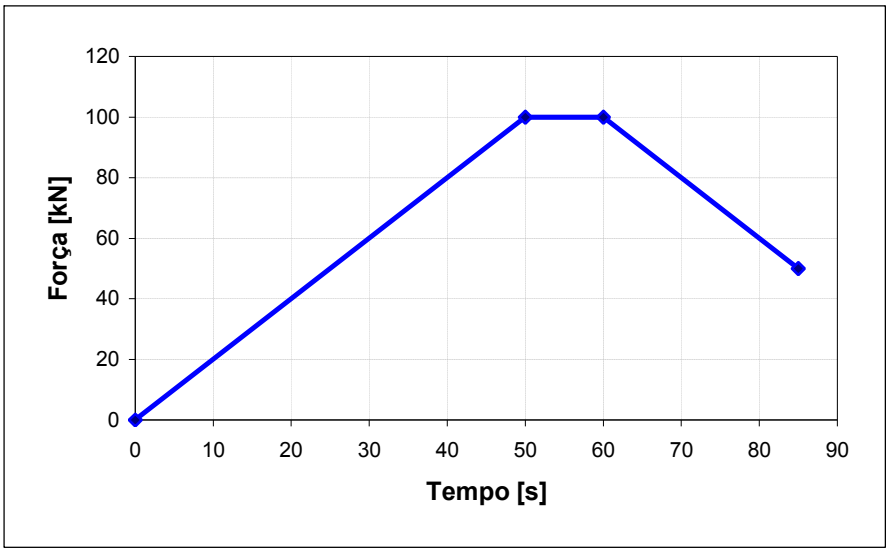


Figura 3.4 Força aplicada na compactação uniaxial em função do tempo.

3.3.3 Caracterização das propriedades físicas dos compactados obtidos

As propriedades avaliadas dos corpos de prova em verde foram as seguintes:

- Densidade relativa
- Resistência a verde

3.3.3.1 Densidade relativa a verde

A densidade relativa (ρr) alcançada pelos corpos de prova após a compactação é dada pela relação entre a massa especifica real do corpo de prova e a massa especifica teórica da mistura (Equação 3.3).

A massa especifica real é determinada pela relação entre a massa da amostra (conhecido e igual a 4,0 g) e o volume final que ocupa um corpo de prova produzido (calculado a partir da medida de suas dimensões). O número de medições de cada corpo de prova foram três para obter-se uma média mais representativa dos valores obtidos de cada material.

Para a determinação da massa especifica teórica é processo levar em consideração a massa de cada elemento que compõe a mistura, e suas frações em volume incorporadas para formar a mistura de pós.

A massa especifica teórica é determinada pela seguinte expressão:

$$\rho_t = \sum_{i=1}^{t} \rho i \frac{ni}{n} \qquad (3.3)$$

Onde :

t = Número de elementos na liga,

ρi = Massa especifica do elemento i,

ni = % massa do elemento i,

n = Número de moles.

A massa (ni) é divido pela massa molar (Mi), isto é:

$$ni = \frac{Wi}{Mi} \qquad (3.4)$$

n = Número total de moles, é calculado pela seguinte expressão:

$$n = \sum_{i=1}^{t} ni \qquad (3.5)$$

A seguir as Tabelas 3.4 e 3.5 apresentam as massas especificas teóricas das diferentes misturas produzidas.

Tabela 3.4 Massa especifica teórica dos compactados da liga AA6061 e com diversos teores dos aditivos Pb e Sn

Material	***Massa especifica teórica (g/cm^3)***
AA6061	2,70
AA6061 + 0,1%Pb	2,70
AA6061 + 0,15%Pb	2,70
AA6061 + 0,2%Pb	2,70
AA6061 + 0,4%Pb	2,71
AA6061 + 0,1% Sn	2,70
AA6061 + 0,15%Sn	2,70
AA6061 + 0,2%Sn	2,70
AA6061 + 0,4%Sn	2,71

Pode-se observar que a presença dos aditivos têm insignificante influência na massa especifica teórica do pó de alumínio, enquanto os maiores teores de reforço levaram às variações sensíveis na massa especifica das misturas.

Estes valores calculados da Tabela 3.5 e 3.6 foram utilizados para determinar as densidades relativas dos compactados a verde das diferentes misturas.

Tabela 3.5 Massa especifica teórica dos compactados da liga AA6061, com diversos teores de reforço e com diferentes aditivos.

Material	*Massa especifica teórica (g/cm^3)*
AA6061+5%TiCN	2,77
AA6061+5%TiCN+0,1%Pb	2,77
AA6061+5%TiCN+0,1%Sn	2,77
AA6061+10%TiCN	2,83
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	2,83
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	2,83

3.3.3.2 Resistência a verde

Este ensaio é de vital importância na metalurgia do pó, sua determinação permite verificar a capacidade do compactado a verde manter sua forma e dimensões antes do processo de sinterização.

A resistência a verde de um compactado é medida através de testes de flexão com apoio em três pontos.

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para determinar a resistência a verde foi uma máquina universal de ensaios de tração com controle automatizado, adaptado para ensaios de flexão. A carga aplicada foi de 1 kN e com uma velocidade de descida do punção de 10 mm/min.

b) Técnicas de ensaio

Para determinar a resistência a verde de um corpo de prova de geometria retangular, este é apoiado nas extremidades do acessório de ensaio deixando um vão livre entre extremidades, de 23,8 mm. Uma força é aplicada no centro da face oposta até a ruptura do material. O ensaio foi

realizado segundo a norma ASTM B312- MFPI Standard 15. O número de corpos de provas testados foram três para cada condição de mistura de pós.

O valor da resistência à flexão é determinado pela seguinte formulação:

$$TRS = \frac{3PL}{2Wt^2} \qquad (3.6)$$

Onde:

TRS = Resistência à flexão (MPa)

P = Força aplicada (N)

L = Distância entre os suportes (23,8 mm)

W= Largura da amostra (mm)

t = Espessura da amostra (mm)

3.4 Sinterização

A etapa de sinterização é a parte mais importante no processo de consolidação de um material compactado. O objetivo é promover a união de suas partículas e a formação de um corpo coerente no seu estado final. Mediante a sinterização pode-se aumentar sua resistência e melhorar suas propriedades tanto físicas como mecânicas.

3.4.1 Parâmetros de sinterização

As diferentes misturas de pós preparados e compactadas foram submetidas à sinterização em diferentes condições de temperatura e tempo, conforme indicadas nas Tabelas 3.7 e 3.8.

Tabela 3.6 Parâmetros de sinterização dos corpos de prova produzidos por compactação uniaxial (primeira etapa).

	Pressão(MPa)	*Temperatura (ºC)*				*Tempo (min)*	
MATERIAL	**400**	**590**	**600**	**610**	**620**	**30**	**60**
AA6061	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+0,1%Pb	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+0,15%Pb	x	x	x	x	-	x	-
AA6061+0,2%Pb	x	x	x	x	-	x	-
AA6061+0,4%Pb	x	x	x	x	-	x	-
AA6061+0,1%Sn	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+0,15%Sn	x	x	x	x	-	x	-
AA6061+0,2%Sn	x	x	x	x	-	x	-
AA6061+0,4%Sn	x	x	x	x	-	x	-

Tabela 3.7 Parâmetros de sinterização dos corpos de prova produzidos por compactação uniaxial (segunda etapa).

		Pressão de compactação (MPa)									
	Temperatura (°C)	**400**				**600**		**800**			
		Tempo (min)				*Tempo (min)*		*Tempo (min)*			
MATERIAL	**600**	**15**	**30**	**45**	**60**	**30**	**60**	**15**	**30**	**45**	**60**
AA6061	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+0,1%Pb	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+0,1%Sn	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+5%TiCN	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Pb	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Sn	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+10%TiCN	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Pb	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Sn	600	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x

Os corpos de prova produzidos pela compactação uniaxial foram sinterizados em duas etapas:

- na primeira etapa, foram sinterizados somente os compactados com pressão de 400 MPa, variando-se a temperatura e tempos conforme indicados na Tabela 3.6, para avaliação da melhor temperatura a ser utilizada.

- na segunda etapa, os corpos de prova compactados às pressões de 400, 600 e 800 MPa foram sinterizados a temperatura de 600 °C com tempos de permanência de 15, 30, 45 e 60 min.

3.4.2 Procedimento de sinterização

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para sinterizar os corpos de prova a verde foi um forno cilíndrico tubular tipo horizontal com revestimento metálico aquecido eletricamente. Utilizou-se uma atmosfera de mistura de gases inertes (N_2-5%H_2) durante todo o ciclo de sinterização.

b) Procedimento do ensaio

Os corpos de prova a verde obtidos a partir da compactação uniaxial foram colocados em uma bandeja metálica isolada com lâminas de manta de vidro para evitar o contato entre eles e a bandeja, que foi em seguida introduzida na zona de maior aquecimento do forno.

c) Condições do ensaio

Previamente à realização da sinterização foi efetuada a calibração da temperatura do corpo de prova em relação ao forno. Para tanto, um termopar foi posicionado junto à bandeja dos corpos de prova por sua vez colocada na região de maior aquecimento do forno. A Figura 3.5 apresenta a curva de variação de temperaturas do corpo de prova em relação à temperatura do forno determinada pelo termopar de controle do forno.

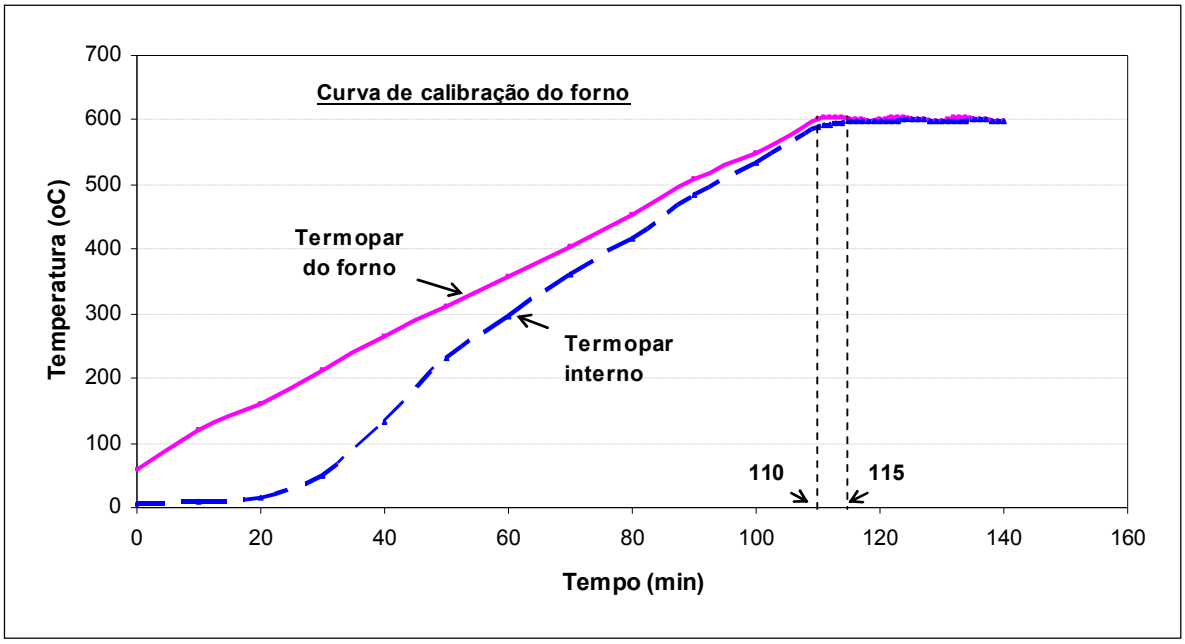


Figura 3.5 Curva de calibração da temperatura do corpo de prova em relação à do forno para o processo de sinterização.

Analisando esta curva, determinou-se uma diferença de temperatura do corpo de prova em relação à temperatura real do forno no patamar de permanência, de aproximadamente 5 ºC, e um tempo de 5 min para a estabilização da temperatura a 600 ºC.

Para o procedimento de sinterização foi programado um ciclo constituído de aquecimento, permanência e resfriamento, mantido constante em todos os ensaios. As taxas de aquecimento e resfriamento utilizadas foram de 5 ^{o}C/min. A Figura 3.6 apresenta um esquema do ciclo teórico utilizado para a sinterização dos corpos de prova em verde mostrando a taxa de aquecimento de 5 ºC/min até uma temperatura de 600 ºC, com 30 min de permanência e resfriamento até a temperatura ambiente de 25 ºC, também com taxas de 5 ^{o}C/min.

No entanto, o ciclo de sinterização ocorrido na prática foi um tanto distinto do programado, conforme apresentado na Figura 3.7. Observou-se que a taxa de resfriamento real é menor do que a prevista porque o forno não tem a capacidade de dissipar o calor a temperaturas mais baixas tão rapidamente quanto às temperaturas altas. Além disso, o forno não possui um sistema de refrigeração, resultando em uma taxa de resfriamento não linear. O tempo de permanência é curto em relação aos tempos de aquecimento ou resfriamento; um ciclo real completo de sinterização teve uma duração de aproximadamente 6 horas.

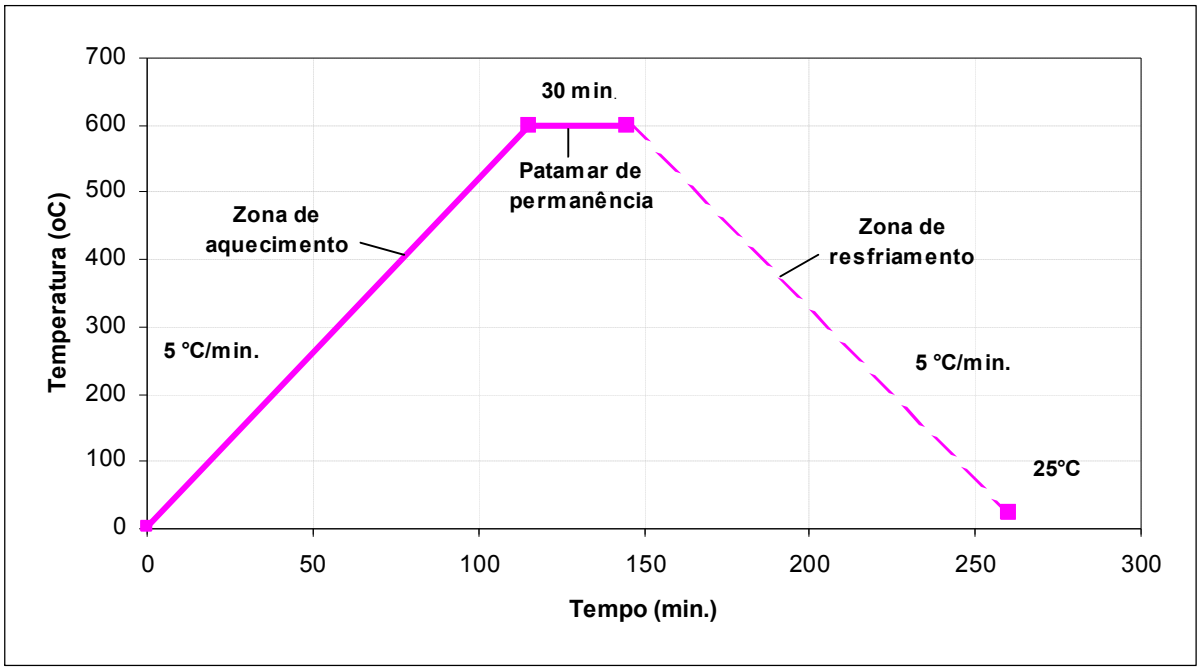


Figura 3.6 Ciclo teórico de sinterização programado para a temperatura de 600 ºC mostrando as etapas de aquecimento, de permanência e de resfriamento.

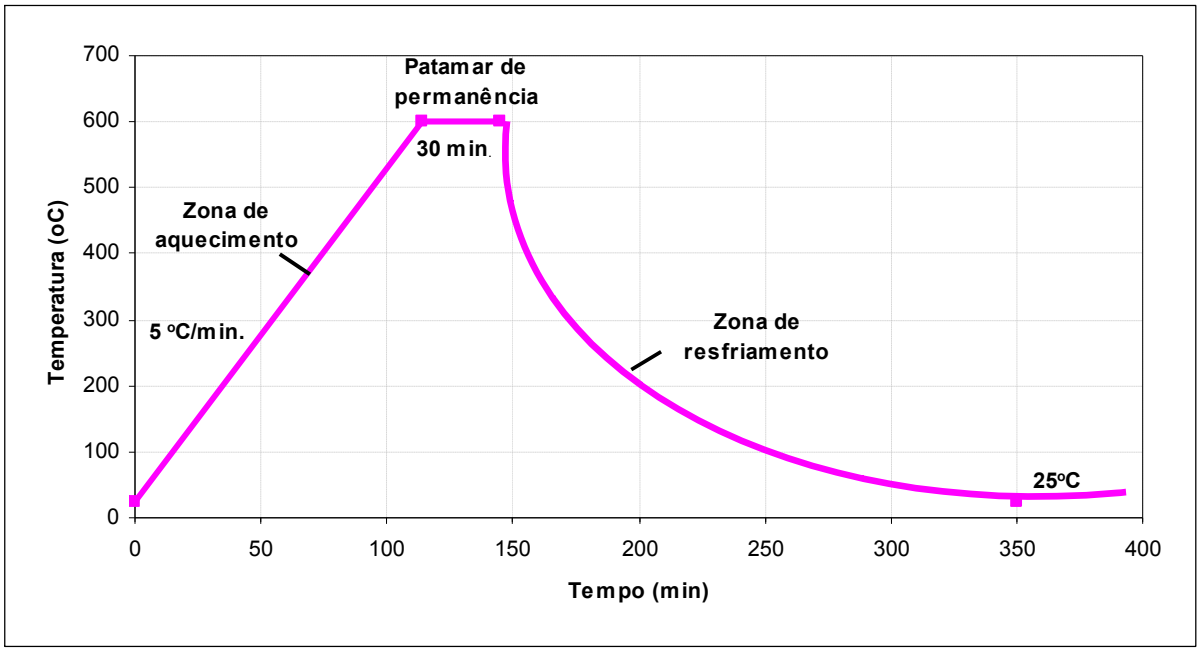


Figura 3.7 Ciclo real de sinterização dos corpos de prova à temperatura de 600 °C apresentando as etapas de aquecimento, de permanência e de resfriamento.

3.5 Caracterização das propriedades físicas dos produtos sinterizados

As propriedades físicas avaliadas dos sinterizados obtidos foram as seguintes:

- Densificação
- Variação dimensional

3.5.1 Densificação

A densificação (D) é um parâmetro que indica a variação de massa especifica de um compactado produzida pela sinterização, a qual pode ser obtida a partir da seguinte expressão:

$$D = \frac{\rho_S - \rho_V}{\rho_t - \rho_V} \qquad (3.7)$$

Onde:

D = Densificação

ρ_s = Densidade do sinterizado (g/cm³)

ρ_v = Densidade a verde (g/cm³)

ρ_t = Massa especifica teórica (g/cm³)

O valor do parâmetro de densificação (D) representa uma variação relativa na massa especifica de um material, produzida por variações em suas dimensões devidas à sinterização, as quais podem estar relacionadas aos efeitos de dilatação ou de contração do material. (LUMLEY, R.N, SERCOMBE, T.B.e SCHAFFER, G.B., 1,999) relatam em suas experiências que valores de (D) positivos ou maiores que zero indicam uma contração do material em suas dimensões originais após a sinterização; enquanto que valores de (D) negativos ou menores que zero indicam uma dilatação no material em suas dimensões originais. Por outro lado, valores de (D) próximos à unidade indicam que o material atingiu sua máxima densidade de sinterização.

Portanto:

$D \geq 0$, indica *contração* do material sinterizado;

$D \leq 0$, indica *dilatação* do material sinterizado.

Os valores de densidade a verde dos corpos de prova e a massa especifica teórica dos materiais em pó, foram calculadas e medidas conforme indicado anteriormente;

ρ_v = massa especifica real dos corpos de prova compactados em verde, item 3.3.3.2 ;

ρ_t = massa especifica teórica das misturas em pó, segundo a equação 3.3 e as Tabelas 3.5 e 3.6.

A massa especifica real dos corpos de prova sinterizados (ρ_s) foram determinadas pelo método de Arquimedes, descrito a seguir:

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para realizar a pesagem dos corpos de prova sinterizados foi uma balança digital com precisão 0,0001 g.

b) Procedimento do ensaio

A massa especifica dos corpos de prova sinterizados foi determinada pelo o método de Arquimedes, seguindo a norma MPFI Standard 42, 1985 *Determination of Sintered Density of Compacted or Sintered Metal Powder Products*. O método consiste de, em primeiro lugar, pesagem do corpo de prova a seco; em seguida é recoberto com uma fina camada de cobertura impermeável (laca) com o propósito de recobrir os poros, sendo em seguida novamente pesado a seco e imerso em água. A densidade do sinterizado é calculado pela seguinte equação:

$$\rho = \frac{m_{seca}}{\left(\frac{m_{recoberta} - m_{molhada}}{\rho_{água}}\right) - \left(\frac{m_{recoberta} - m_{seca}}{\rho_{mat.cobertura}}\right)} \qquad (3.8)$$

Observação: A massa especifica da água foi considerada como 0,977g/cm^3 e a massa especifica do material de recobrimento como 1,2 g/cm^3.

Onde:

ρ = Densidade do material sinterizado (g/cm³)

m_{seca} = Massa da amostra sinterizada sem recobrimento, seca (g)

$m_{recoberta}$ = Massa da amostra com recobrimento, seca (g)

$m_{molhada}$ = Massa da amostra com recobrimento, molhada (g)

$\rho_{mat.cobertura}$ = Massa especifica do material de cobertura (g/cm³)

$\rho_{água}$ = Massa especifica da água (g/cm³)

Foram calculadas as densidades do sinterizado a partir de três corpos de prova em cada condição de sinterização, com o propósito de obter uma média mais representativa dos valores obtidos.

Finalmente, foi avaliada a eficiência da sinterização na densificação dos corpos de prova com relação à massa especifica teórica das misturas originais. A densidade relativa do corpo de prova sinterizado é determinada pela seguinte expressão:

$$\rho_r = \frac{\rho_{real}}{\rho_t} \text{ x } 100 \qquad (3.9)$$

Onde:

ρ_{real} = massa especifica real do sinterizado, calculada segundo a equação 3.8;

ρ_t = massa especifica teórica das misturas em pó, Tabelas 3.4 e 3.5.

3.5.2 Variação dimensional

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para se determinar a variação dimensional dos corpos de prova antes e após a sinterização foi um paquímetro digital de precisão ± 0,05 mm.

b) Técnicas de avaliação

Os corpos de prova compactados foram avaliados em suas dimensões longitudinais antes e após sinterização, por serem estas as mais representativas no processo de compactação uniaxial. As medições dos corpos de prova foram realizadas segundo a norma "MPIF Standard *44* (1992) *Determination of Dimensional Change from Die Size of Sintered Metal Powder Specimens Standard Test Method for Metal Powder and PM Products"*.

O número de corpo de provas para a medição de suas dimensões nos compactos foi três para cada condição de ensaio. A variação longitudinal de suas dimensões foi obtida pela expressão:

$$Vd\ (\%)\ = \frac{l_{final} - l_0}{l_0} \times 100 \qquad (3.10)$$

Onde :

Vd = Variação dimensional (%)

l_{final} = Comprimento da amostra sinterizada (mm)

l_o = Comprimento da amostra a verde (mm)

3.6 Caracterização da microestrutura dos produtos sinterizados

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para a caracterização microestrutural dos corpos de prova sinterizados obtidos a partir da compactação uniaxial foi um microscópio eletrônico de varredura, dotado de sistema de microanálise por energia dispersiva.

b) Procedimento de análise

Para preparo de amostras para análise de microestruturas foram utilizadas técnicas convencionais de metalografia.

As amostras para embutimento foram retiradas por corte com disco de rebolo a partir de amostras fraturadas em ensaios mecânicos. Foram retiradas amostras retangulares, na seção transversal do corpo de prova e distantes da região fraturada, como indicado na Figura 3.8.

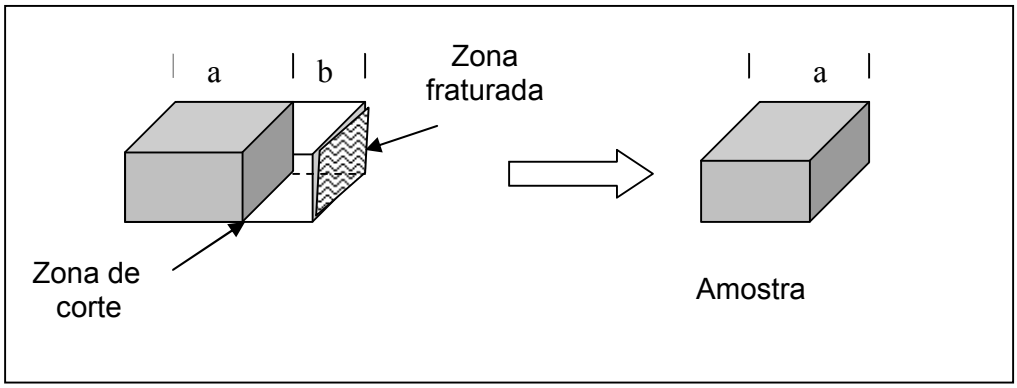


Figura 3.8 Representação esquemática do corte para retirada de amostras para análise de microestruturas.

As amostras retiradas dos corpos de prova foram embutidas em resina de cura a quente, lixadas com lixas de granas 180, 320, 400 e 1000. Para o polimento utilizou-se alumina de 3,0 μm e 1,0 μm. As amostras polidas foram limpas com água e etanol e secadas.

Para uma melhor visualização das partículas não foi utilizado nenhum tipo de reagente químico.

As amostras polidas foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV); a composição das fases presentes foi determinada por espectrometria de energia dispersiva (EDS).

3.7 Caracterização das propriedades mecânicas dos produtos sinterizados

Os produtos sinterizados foram caracterizados mecânicamente por meio de dois tipos de ensaios:

- Resistência à flexão
- Dureza

3.7.1 Resistência à flexão em três pontos

a) Equipamento utilizado

O equipamento utilizado para determinar a resistência à flexão em três pontos dos corpos de prova sinterizados foi a mesma máquina universal de tração adaptada para ensaios de flexão; a carga aplicada foi de 1 kN e uma velocidade de descida do punção de 10 mm/min.

b) Procedimento de ensaios

Os ensaios de flexão dos corpos de prova sinterizados foram feitos seguindo o mesmo procedimento e normas utilizados nos ensaios de resistência à flexão dos compactados a verde, descritos no item 3.3.3.2. O número de corpos de provas ensaiados foram três em cada condição de sinterização.

3.7.2 Ensaios de dureza

a) Equipamento utilizado

Para a determinação da dureza dos corpos de prova sinterizados foi utilizado um durômetro universal, ao qual foi incorporado como acessório de ensaios um penetrador de geometria piramidal de diamante.

Para medidas de dureza utilizou-se o método Vickers (Hv). Foi utilizada uma carga de 30 kg em todos os ensaios, os quais foram efetuados segundo a norma "MPIF Standard 43, 1992 *Determination of Hardness of Powder Metallurgy Product Standard Test Method for Metal Powder and PM Products"*. Foram feitas seis medidas em cada condição de sinterização.

Capítulo IV

Resultados e discussões

Nesta etapa apresentam-se os resultados obtidos no estágio experimental de cada um dos ensaios efetuados no estudo da liga AA6061 com adição de aditivos e dos pós compósitos produzidos via metalurgia do pó, visando a obtenção e otimização dos corpos de prova fabricados através do método convencional, fazendo um controle minucioso de suas propriedades tecnológicas, referentes a caracterização morfológica e microestrutural dos pós, formas de compactação e técnicas de sinterização dos materiais envolvidos na obtenção de peças metálicas como produtos finais.

4.1 Caracterização dos pós utilizados como matérias-primas

4.1.1 Morfologia

Os resultados obtidos de caracterização morfológica das partículas de pós utilizados neste trabalho são mostrados nas Figuras 4.1 a 4.5.

A morfologia obtida das partículas de pó da liga AA6061 mostra uma estrutura predominante de geometrias irregulares de tamanhos maiores que 50 μm (Figura 4.1). Assim mesmo, realizado um corte seccional das partículas de pó da liga AA6061 (Figura 4.2) observa-se a microestrutura obtida deste material, uma fina estrutura dendrítica, resultado típico de um processo de resfriamento rápido, quando as partículas de pós foram submetidas no seu processo

de fabricação por atomização a água.

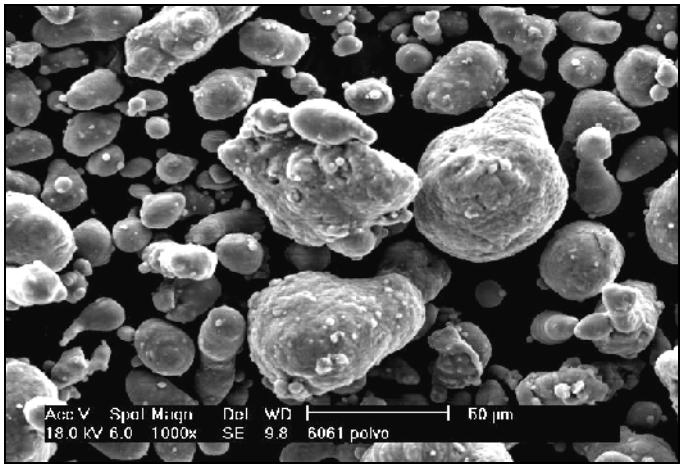


Figura 4.1 Morfologia das partículas de pó da liga AA6061.

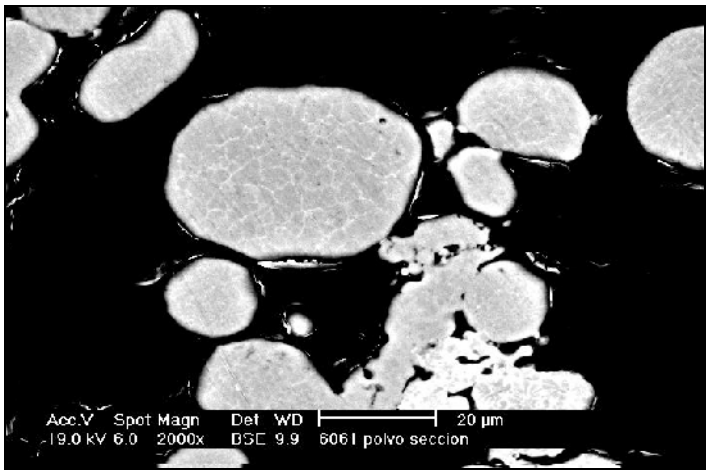


Figura 4.2 Microestrutura da partícula de pó da liga AA6061 obtida por atomização a água.

As Figuras 4.3 e 4.4 apresentam as morfologias obtidas das partículas de pós de Pb e Sn que foram utilizadas como aditivos. Observa-se que a morfologia das partículas do pó de Pb apresenta uma maior quantidade de partículas irregulares de tamanhos menores que 50 µm. Enquanto que, a morfologia das partículas do pó de Sn apresentou uma estrutura com maior predominância de partículas arredondas de tamanhos menores que 50 µm. Também estes pós

foram fabricadas pelo processo de atomização a água.

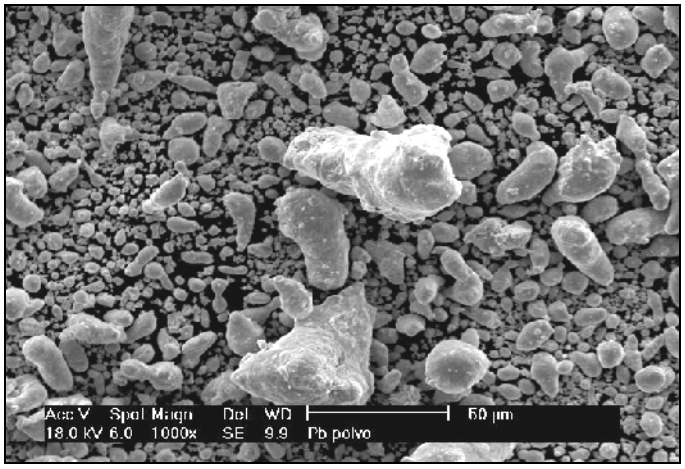


Figura 4.3 Morfologia das partículas do pó de Pb.

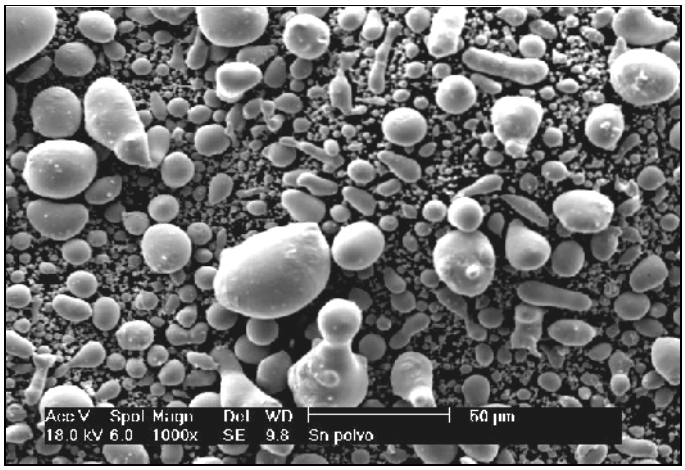


Figura 4.4 Morfologia das partículas do pó de Sn.

Finalmente, a Figura 4.5 mostra a morfologia das partículas do pó do reforço cerâmico denominado carbonitreto de titânio (TiCN). Observa-se que o reforço apresenta uma quantidade maior de partículas geométricas poligonais menores que 10 µm, também este pó foi fabricado pelo processo de atomização a água.

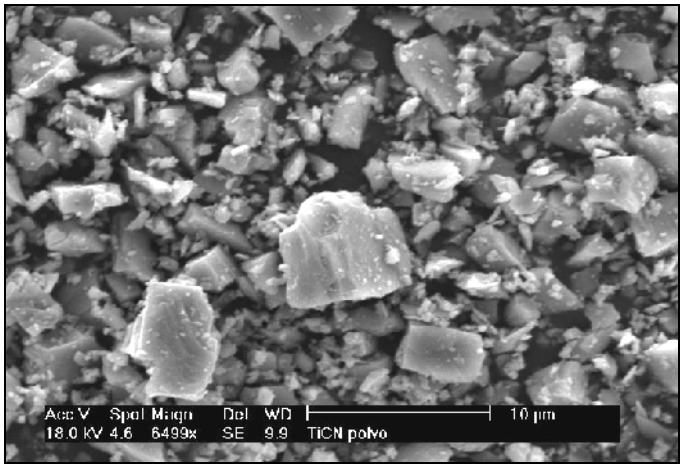


Figura 4.5 Morfologia das partículas do pó de TiCN.

4.1.2 Granulometria

Os resultados de distribuição granulométrica de tamanhos de partículas dos pós obtidos utilizados neste trabalho por difração de raios LASER são apresentados nas Figuras 4.6 a 4.9.

A representação da curva de distribuição granulométrica de partículas de pó da liga AA6061 é mostrada na Figura 4.6. Observa-se que este material apresenta uma distribuição normal, com um tamanho médio de partículas de 30 µm e com uma assimetria resultante de uma presença maior de partículas de pó com tamanhos menores que 100 µm.

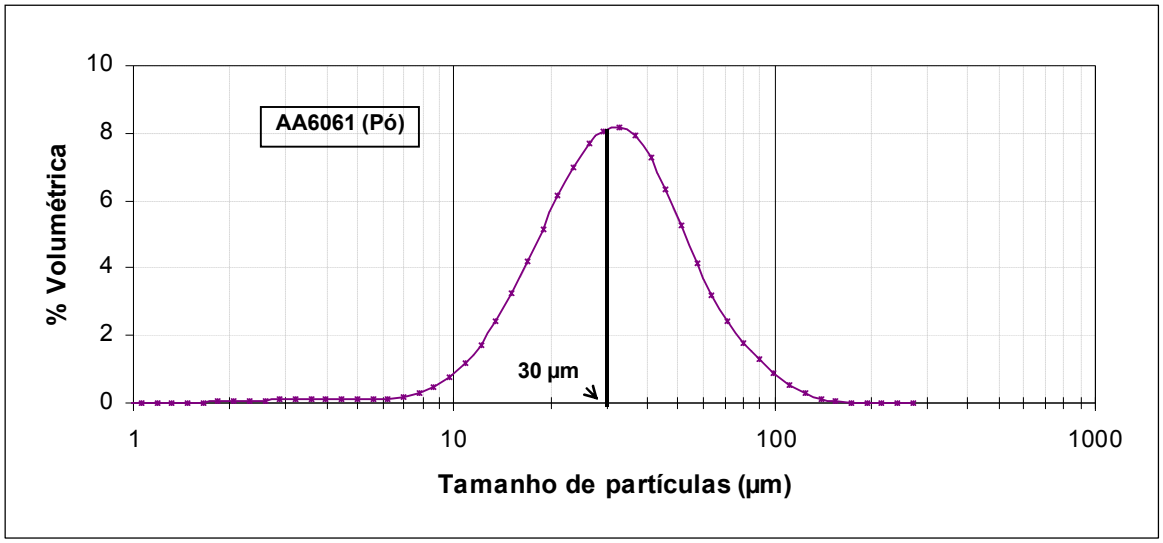


Figura 4.6 Distribuição de tamanhos de partículas do pó da liga AA6061.

As Figuras 4.7 e 4.8 apresentam as curvas de distribuição granulométrica de tamanhos de partículas dos pós de Pb e Sn utilizados como aditivos. Pode-se observar que estes pós mostram uma curva de distribuição normal deslocadas para o lado esquerdo, quando são comparados com os resultados obtidos da liga AA6061. A distribuição granulométrica de tamanhos do pó de Sn encontra-se entre os valores meios obtidos das partículas dos pós da liga AA6061 e de Pb respectivamente.

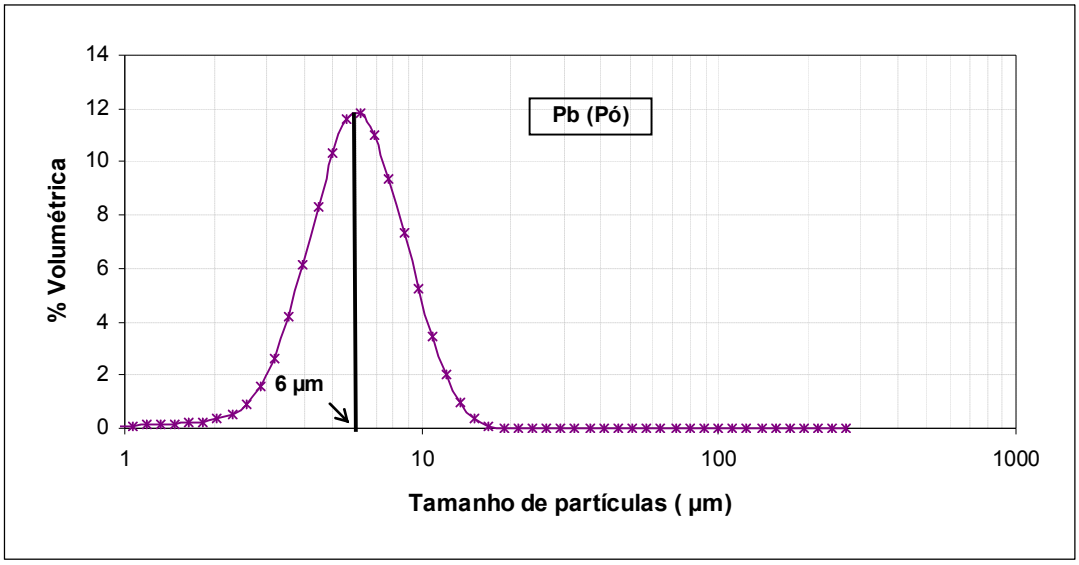


Figura 4.7 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de Pb.

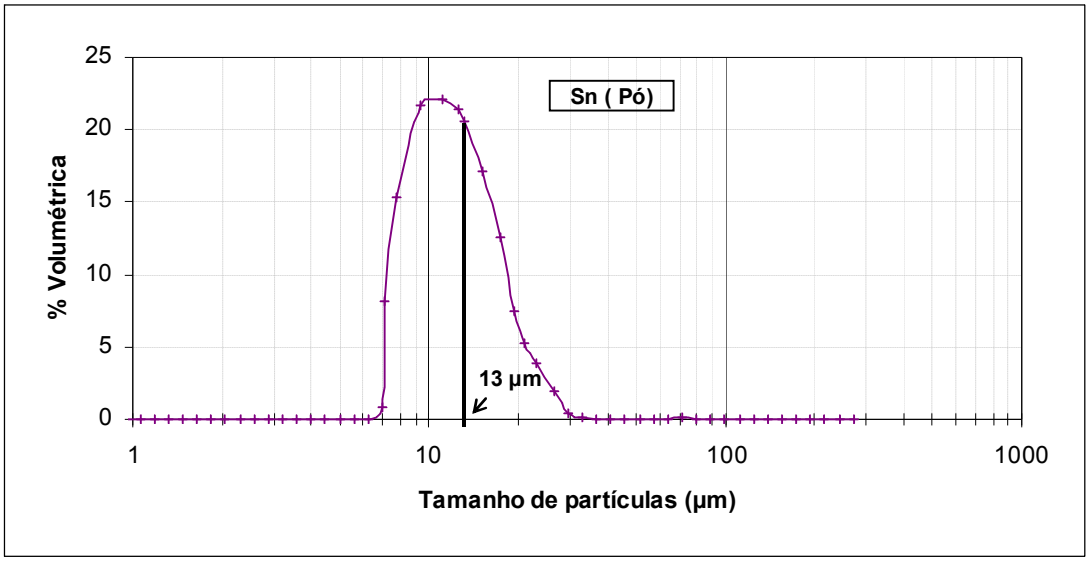


Figura 4.8 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de Sn.

Com relação, ao tamanho médio das partículas destes pós, encontrou-se para o Pb de 6,0 µm. Enquanto, que para o pó de Sn o tamanho médio das partículas obtidas foi o dobro dos valores obtidos do pó de Pb. Além disso, estes pós apresentaram uma assimetria resultante de partículas menores que 10 µm.

Por último, a Figura 4.9 apresenta a distribuição granulométrica de tamanhos de partículas do reforço cerâmico de TiCN. Pode-se observar que este reforço mostra uma curva de distribuição granulométrica normal bem aguda, bem deslocada para o lado esquerdo quando é comparado com os valores obtidos da liga AA6061 e dos aditivos de Pb e Sn respectivamente. O tamanho médio das partículas do pó de TiCN encontrado foi 8,0 µm. Também, este pó apresentou uma assimetria resultante de tamanho de partículas menores que 10 µm.

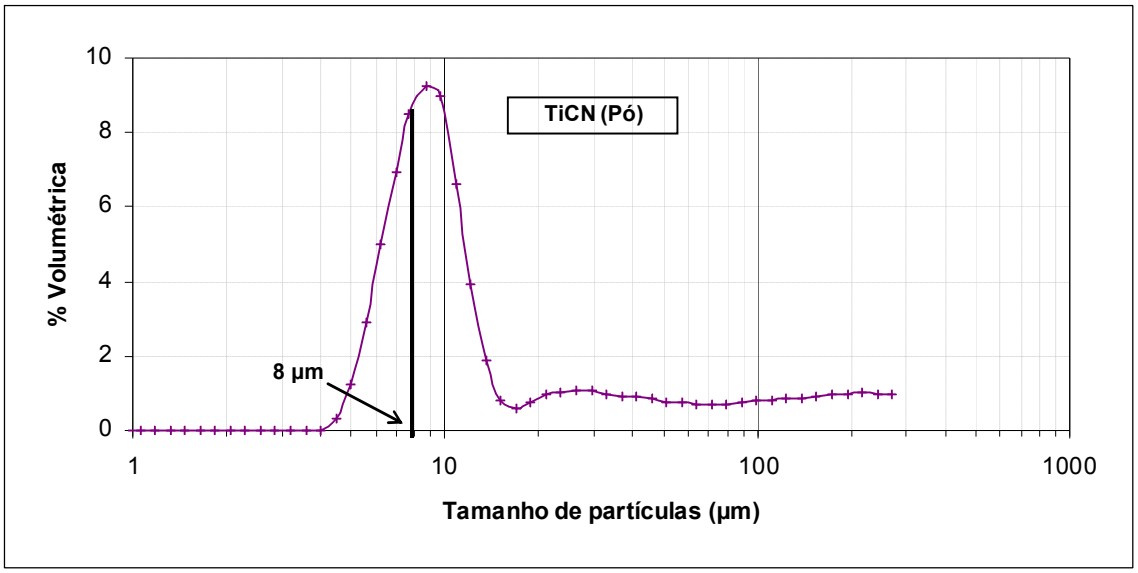


Figura 4.9 Distribuição de tamanhos de partículas do pó de TiCN.

4.2 Caracterização da mistura de pós da liga AA6061 com adição de aditivos e dos compósitos produzidos

4.2.1 Velocidade de escoamento

Tanto a liga AA6061 como as diferentes misturas de pós obtidas neste trabalho

apresentaram escoamentos nulos. A resistência ao escoamento depende da interferência de movimentação em que algumas partículas podem ocasionar em relação às outras, principalmente sendo esta uma conseqüência do coeficiente de atrito entre as partículas. As partículas ficam impedidas de se movimentar de forma separada e por aderência temporária ou por entrelaçamentos. Ocorre como, que uma formação de aglomerados de pós, pode ocupar um volume considerável impedindo ou atrasando a movimentação das partículas.

Entretanto, muitos trabalhos de pesquisa ressaltaram o efeito da adição dos pós relativamente bem finos, pós com tamanho de partículas inferiores a 44 μm, estes apresentaram baixas velocidades de escoamento ou nulas de escoamento. Sendo está uma grande desvantagem na obtenção de peças de pós compósitos com prensas de compactação automáticas devido à dificuldade que apresentariam no enchimento das cavidades do molde.

CHIAVERINI,V., 1992 comentou no seus trabalhos de pesquisa, que as características de escoamento de mistura de pós podem ser afetados por diversas variáveis, tais como o atrito entre as partículas, tamanho e geometria das partículas, tipo de material e fatores ambientais. Assim como também, a mistura de diferentes tipos de material de liga pode afetar a velocidade de escoamento do pó em função de sua massa especifica teórica ou de outras características, tais como propriedades superficiais adesivas ou coesivas e interações magnéticas ou eletrostáticas. Além disso, a umidade do pó pode reduzir a velocidade de escoamento.

4.2.2 Densidade aparente

A Tabela 4.1 e a Figura 4.10 apresentam os resultados obtidos de densidade aparente do pó da liga AA6061 e das misturas de pós com diferentes teores de aditivos Pb e Sn, sendo eles: AA6061+0,1%Pb, AA6061+0,15%Pb, AA6061+0,2%Pb, AA6061+0,4%Pb, AA6061+0,1%Sn, AA6061+0,15%Sn, AA6061+0,2%Sn e AA6061+0,4%Sn utilizadas na etapa inicial do ensaio. A Tabela 4.2 e Figura 4.11 mostram as diferentes densidades aparentes obtidas das misturas de pós com aditivos Pb e Sn (AA6061+0,1%Pb e AA6061+0,1%Sn) e dos compósitos reforçados AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN e dos mesmos compósitos adicionados com aditivos Pb e Sn respectivamente.

Para todos os pós utilizados, a densidade aparente e a razão entre o desvio padrão não ultrapassou o valor de 1,0%, justificando o número apenas de três amostras analisadas.

Tabela 4.1 Densidade aparente do pó da liga AA6061 e das misturas de pós produzidas com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn

Material	*Densidade aparente (g/cm³)*	*Desvio padrão (g/cm³)*
AA6061	1,09	0,0015
AA6061+0,1%Pb	1,08	0,0009
AA6061+0,1%Sn	1,08	0,0031
AA6061+0,15%Pb	1,07	0,0021
AA6061+0,15%Sn	1,07	0,0016
AA6061+0,2% Pb	1,08	0,0016
AA6061+0,2% Sn	1,07	0,0028
AA6061+0,4% Pb	1,08	0,0026
AA6061+0,4% Sn	1,08	0,0015

Analisando a Tabela 4.1 e a Figura 4.10 pode-se observar que a adição de Pb e Sn causaram a diminuição das densidades aparentes em comparação ao material de partida da liga AA6061. A densidade aparente de um pó depende da morfologia, da forma e da distribuição do tamanho de partículas. Assim, quanto menor for à densidade aparente de um material, maior deverá ser o volume da cavidade do molde da matriz de compactação necessário para se compactar uma quantidade em massa. As adições destes aditivos Pb e Sn em pequenas proporções sobre a matriz da liga AA6061 diminuíram a densidade aparente da mistura de pós. Esse fato se deve principalmente a alteração no arranjo das partículas de alumínio na matriz, no sentido de promover uma distância maior entre elas e conseqüentemente, reduziram a densidade aparente.

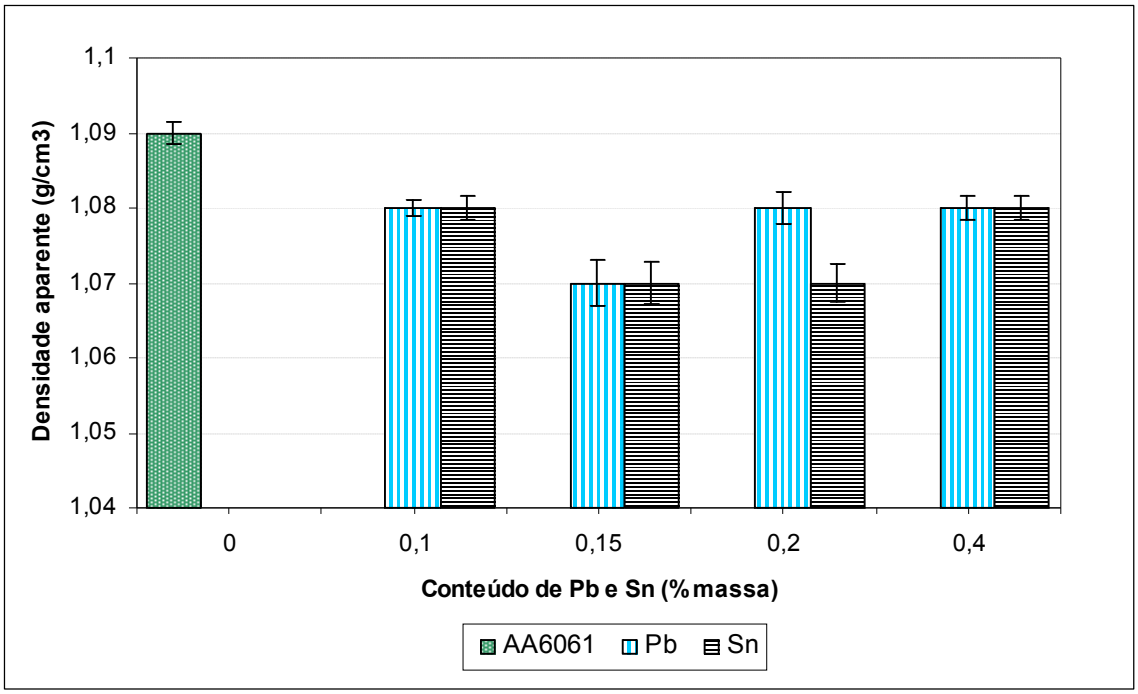


Figura 4.10 Densidade aparente do pó da liga AA6061 e das misturas de pós produzidas com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn.

Tabela 4.2 Densidade aparente do pó da liga AA6061 adicionada com pós aditivos e dos pós compósitos reforçados com TiCN.

Material	*Densidade aparente (g/cm³)*	*Desvio padrão (g/cm³)*
AA6061	1,09	0,0015
AA6061+0,1%Pb	1,08	0,0009
AA6061+0,1%Sn	1,08	0,0017
AA6061+5%TiCN	1,12	0,0023
AA6061+5%TiCN+0,1%Pb	1,12	0,0014
AA6061+5%TiCN+0,1%Sn	1,12	0,0017
AA6061+10%TiCN	1,11	0,0014
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	1,12	0,0017
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	1,12	0,0014

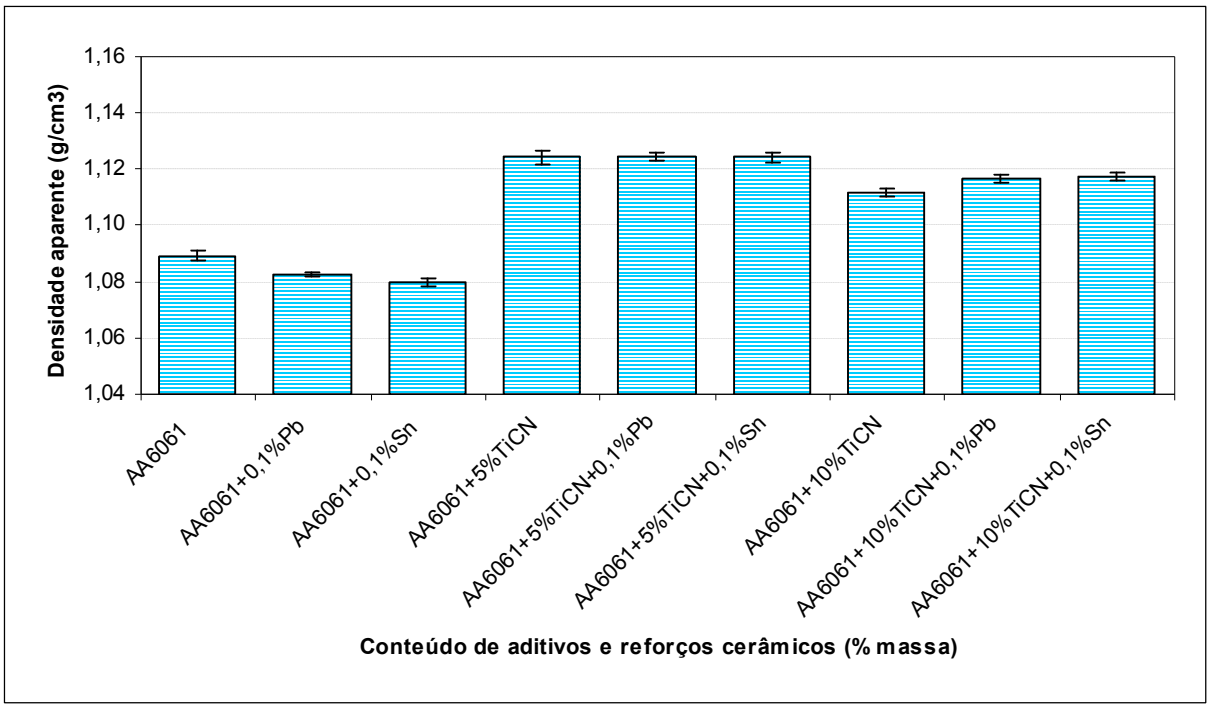


Figura 4.11 Densidade aparente das misturas de pós da liga AA6061, com adição dos pós aditivos e dos pós compósitos reforçados com TiCN.

Analisando a Tabela 4.2 e a Figura 4.11 pode-se ver os diferentes valores obtidos de densidades aparentes da liga AA6061 e com adição de aditivos AA6061+0,1%Pb e AA6061+0,1%Sn e dos compósitos com teores de reforço de AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN e além dos compósitos adicionados com os aditivos Pb e Sn, sendo eles: AA6061+5%TiCN+0,1%Pb; AA6061+5%TiCN+0,1%Sn; AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e AA6061+10% TiCN+0,1%Sn, respectivamente.

A adição dos reforços cerâmicos com teores de 5%TiCN e 10%TiCN sobre a liga AA6061 na produção de misturas de pós compósitos mostraram um aumento significativo nos resultados obtidos de densidade aparente aproximadamente de 3% comparado-os com os valores obtidos da liga AA6061 e das misturas de pós com os aditivos de AA6061+0,1%Pb e AA6061+0,1%Sn. Estas últimas misturas de pós mostraram uma diminuição em valores obtidos de densidade aparente do que o material de partida da liga AA6061. Pode-se dizer que os aditivos Pb e Sn tendem aumentar a área superficial de atrito das partículas de pó conseqüentemente, diminuíram a capacidade de empacotamento das misturas de pó.

Os compósitos reforçados aumentaram resultados de densidade aparente com relação aos outros materiais, porque foi adicionada uma porcentagem maior de reforços na liga base, além disso, os reforços mostraram ser materiais mais densos. Durante a homogeneização os pós do reforço cerâmico devido a sua massa maior tende-se a acomodar e de ocupar os espaços vazios ou intergranulares das partículas de alumínio. Assim mesmo, pode-se ver nos compósitos produzidos com diferentes teores de reforço que a adição de Pb e Sn, não alterarão ou modificarão de forma significativa os valores finais de densidade aparente dos compósitos.

HISCHHORN, J.S., 1969 relatou que a homogeneização e a mistura de um material em pó podem ser alterados na densidade aparente ou velocidade de escoamento dos pós, eventualmente, alterar outras propriedades, porque durante esta operação de homogeneização pode ocorrer uma certa redução do tamanho de partículas, e um certo arredondamento de sua geometria e ainda, eventualmente, um certo amaciamento de sua superfície. Além disso, salientou que o tempo correto deveria ser determinado mediante experiências com uma determinada mistura de pó, num determinado misturador. A densidade aparente tende a aumentar, geralmente com o tempo de mistura.

4.1.3 Distribuição granulométrica

As Figuras 4.12 e 4.13 mostram as diferentes curvas obtidas de distribuição do tamanho de partículas e do tamanho mediano (D_{50}) das partículas das diferentes misturas de pós produzidas, tanto da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn e dos pós compósitos com 5% e 10% TiCN de reforço e dos mesmos compósitos reforçados adicionados com os aditivos Pb e Sn. As linhas verticais apresentadas com (D_{50}) em cada um dos gráficos representa o diâmetro mediano de partículas equivalente aos 50% em volume das partículas que estão abaixo deste valor.

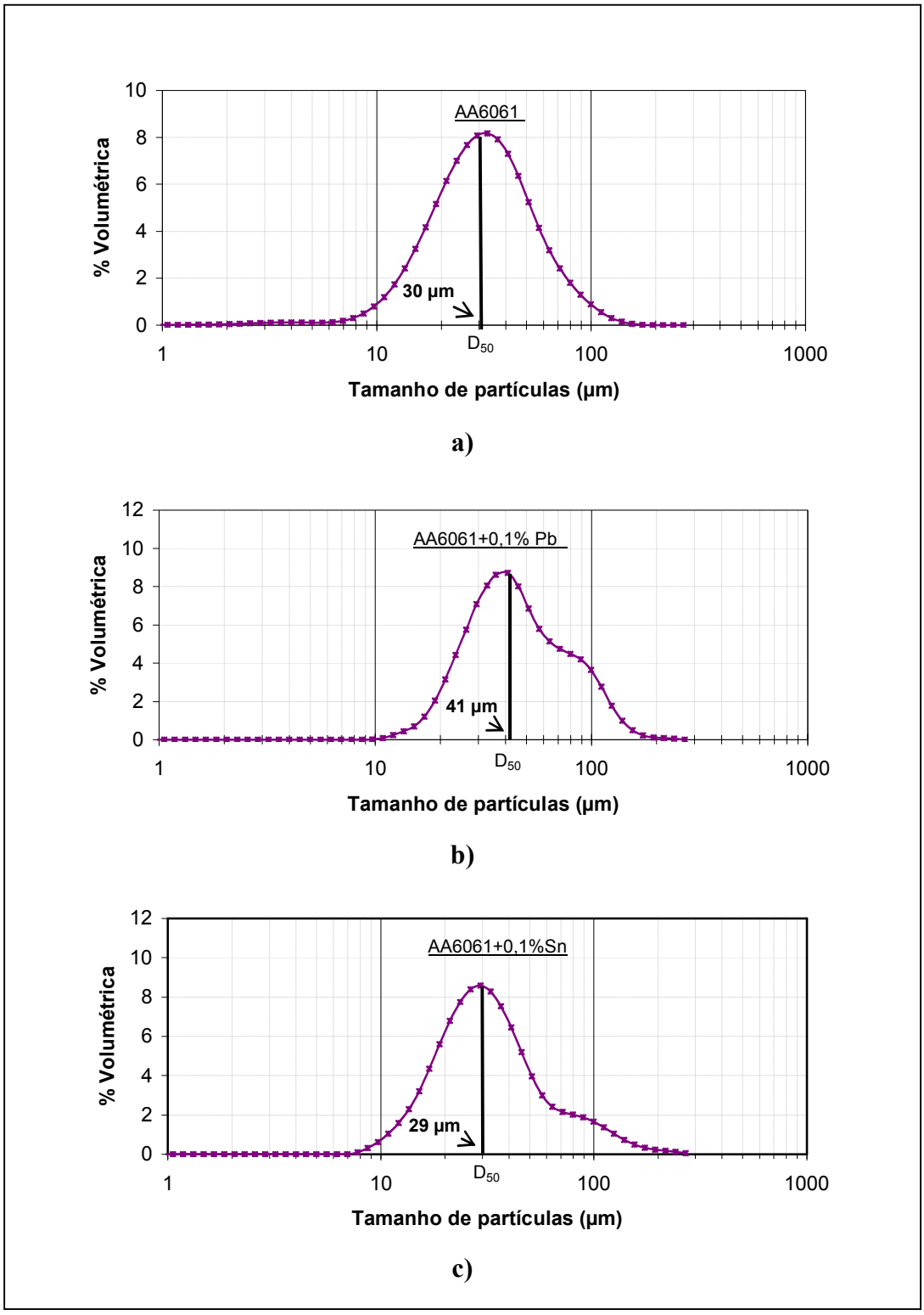


Figura 4.12 Distribuição do tamanho de partículas do pó da liga AA6061 e da mistura de pós com os aditivos de Pb e Sn.

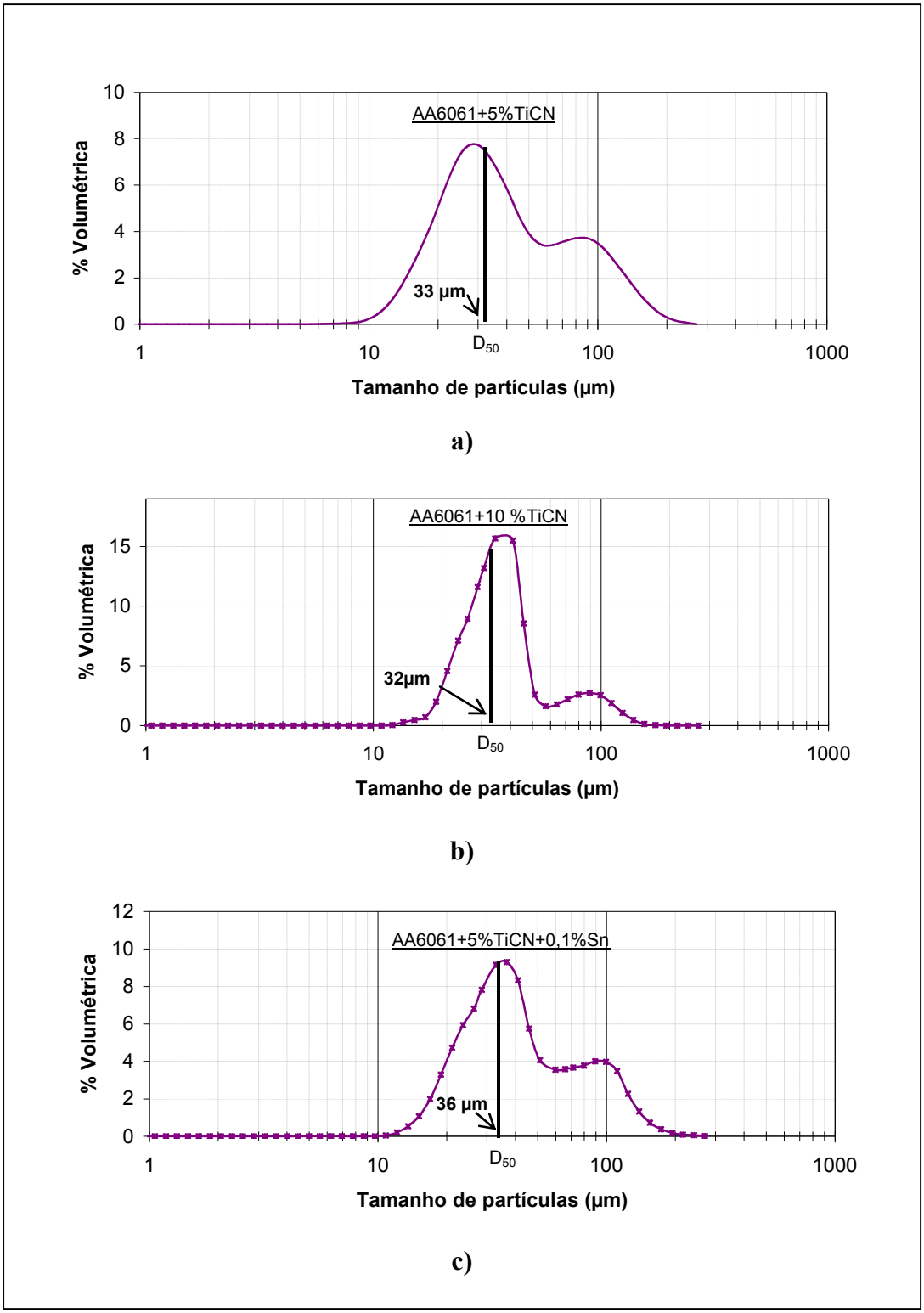


Figura 4.13 Distribuição do tamanho de partículas dos pós compósitos com diferentes teores de reforço e do compósito adicionado com Sn.

Analisando a Figura 4.12 pode-se ver que as curvas obtidas de distribuição do tamanho de partículas do pó da liga AA6061 e da mistura de pós com os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn, apresentam curvas de distribuição de tamanho de partículas diferente do que as obtidas da liga AA6061 (Figuras 4.12b e c), elas mostram uma pequena alteração na curva normal de distribuição do tamanho de partículas deslocadas para o lado direito quando são comparadas com a curva da liga AA6061. Os resultados obtidos destes materiais mostram nas curvas de distribuição do tamanho de partículas e no tamanho mediano (D_{50}) um aumento de 40% no valor obtido da mistura de pós contendo o aditivo de 0,1%Pb do que a adição de 0,1%Sn. O tamanho mediano de partículas (D_{50}) destes materiais produzidos está muito relacionado com o tamanho mediano de partículas dos pós de Pb e Sn (matéria-prima), tanto nas suas dimensões e geometrias delas obtidas nos ensaios de caracterização. O (D_{50}) destes elementos encontrados foram de 6,0 e 13,0 μm respectivamente.

A adição de Pb e Sn tiveram um efeito significativo na liga base AA6061, principalmente na mistura de pós contendo 0,1% Sn, este material não sofreu nenhuma alteração significativa, tanto na curva normal de distribuição do tamanho de partículas e no D_{50} quando são comparadas com a mistura de pós contendo 0,1%Pb. A curva de distribuição do tamanho de partículas deste último material apresentou uma deslocação para o lado direito com relação à curva da liga AA6061. Dessa forma pode-se dizer, que na mistura de pós produzidos destes materiais houve uma pequena aglomeração de partículas finas.

Finalmente, a Figura 4.13 mostra as curvas obtidas de distribuição do tamanho de partículas dos compósitos com 5% e 10%TiCN de reforço e do compósito adicionado com o aditivo de Sn. Também são apresentados em cada um dos gráficos o tamanho mediano de partículas D_{50} (linha vertical).

Pode-se observar que a presença de um teor elevado de reforço de 10%TiCN na mistura dos pós compósitos (Figura 4.13b) alterou a curva de distribuição de partículas sendo muito mais aguda quando é comparado com o compósito reforçado com 5%TiCN (Figura 4.13a). Este compósito apresenta uma curva normal de distribuição do tamanho de partículas com uma pequena aglomeração de partículas finas do reforço. Assim mesmo, observou-se que a adição destes reforços cerâmicos à liga matriz AA6061 não alterarão de forma significativa o tamanho mediano das partículas (D_{50}) dos pós compósitos. Porém, o que se variou foi o formato das curvas de distribuição de partículas sendo esta mais aguda quando são aumentados os teores de

reforço para 10%TiCN.

Também, foram observadas a influência dos aditivos Pb e Sn utilizadas na mistura dos pós compósitos. A Figura 4.13c mostra as misturas de pós dos compósitos reforçado com 0,1%Sn. Pode-se observar neste compósito que houve uma pequena alteração na curva de distribuição de partículas, sendo esta uma curva mais aguda, porém mantive-se sua forma original quando são comparados com as curvas dos compósitos reforçados de 5% e 10%TiCN. Cabe assinalar, que o mesmo fato aconteceu em todas as misturas dos pós compósitos quando foram adicionados à mistura os aditivos Pb e Sn. Enquanto que, o D_{50} da mistura dos compósitos não sofreram alterações significativas nos valores encontrados que oscilavam de 32 a 36 μm em todos os ensaios realizados.

A adição dos reforços cerâmicos na mistura de pós provocaram uma maior aglomeração de partículas finas, principalmente quando se elevou o teor de reforço na mistura de pós para 10%TiCN. Pode-se dizer que os reforços devido a sua morfologia e geometria poligonal tiveram uma melhor distribuição na matriz da liga AA6061, por esse motivo não foram vistas alterações significativa no D_{50} das misturas dos compósitos produzidos. Entretanto, a adição dos aditivos em pequenas proporções de Pb e Sn sobre as misturas dos compósitos reforçados, ajudaram a aumentar a aglomeração das partículas finas na matriz da liga AA6061 sem produzir alterações significativas na curva de distribuição dos tamanhos de partículas e no D_{50} destes compósitos produzidos.

4.3 Caracterização dos corpos prova a verde

4.3.1 Compressibilidade da liga AA6061 produzidas uniaxialmente

A Figura 4.14 apresenta a curva de compressibilidade obtida da liga AA6061 a partir de diversas pressões de compactação uniaxial de 100 até 800 MPa com intervalos de 100 MPa. Também são mostradas as três condições de pressão utilizadas neste trabalho sendo estes de 400, 600 e 800 MPa.

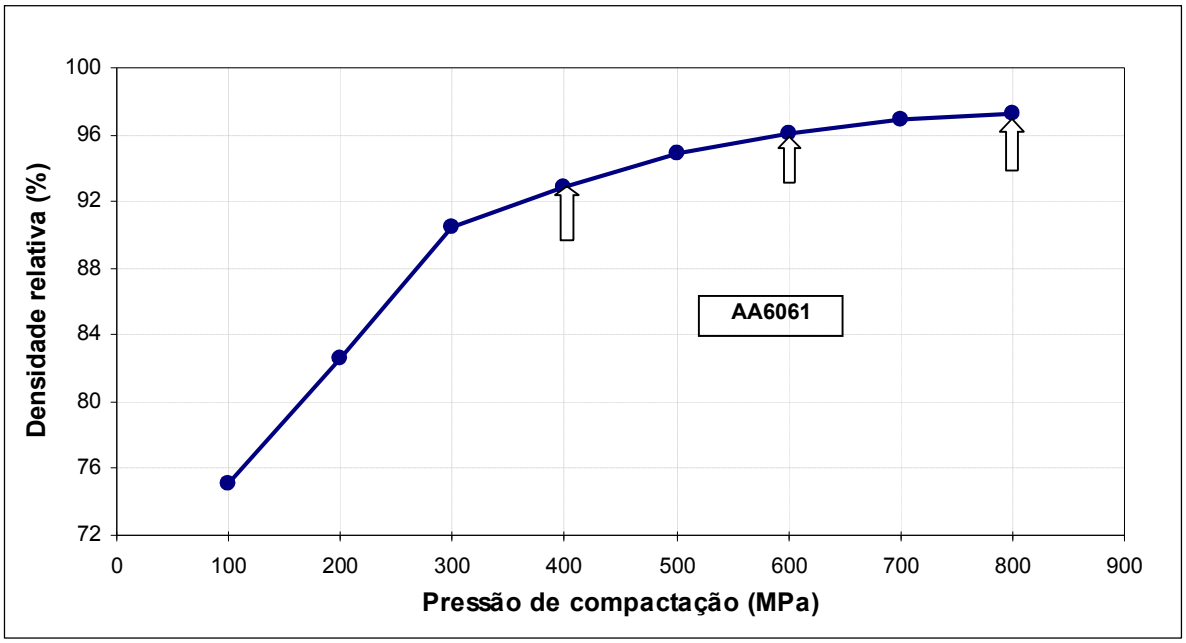


Figura 4.14 Curva de compressibilidade obtida do pó da liga AA6061.

Pode-se observar que a curva de densidade relativa do pó com a pressão aplicada apresenta um comportamento típico de compressão de pós metálicos, isto é, à medida que se aumenta a pressão de compactação às partículas do pó resultam num aumento da área de contato entre elas e deformação a través da quebra da camada de óxido superficial, possibilitando a união das partículas por encruamento do material entre as duas superfícies metálicas, conseqüentemente se produziu um maior empacotamento em frio e redução de vazios até atingir um limite máximo de densificação. Mesmo que, a maiores pressões de compactação permite-se obter maiores deformações das partículas, também são incrementados as forças de fricção entre as partículas de pós, já que a maioria dos metais se endurece por deformação a frio. Dessa forma, o excesso da pressão de conformação pode dificultar na densificação. De fato, a melhor eficiência da pressão aplicada sobre um material será quando se utilizam pressões médias de conformação. Assim, as partículas de pós podem aumentar sua área de contato entre elas e atingir sua deformação plástica.

4.3.1.1 Compressibilidade dos materiais adicionados com os aditivos Pb e Sn

A Figuras 4.15 apresenta as curvas de compressibilidade obtida as pressões selecionadas de 400, 600 e 800 MPa tanto para a liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn respectivamente.

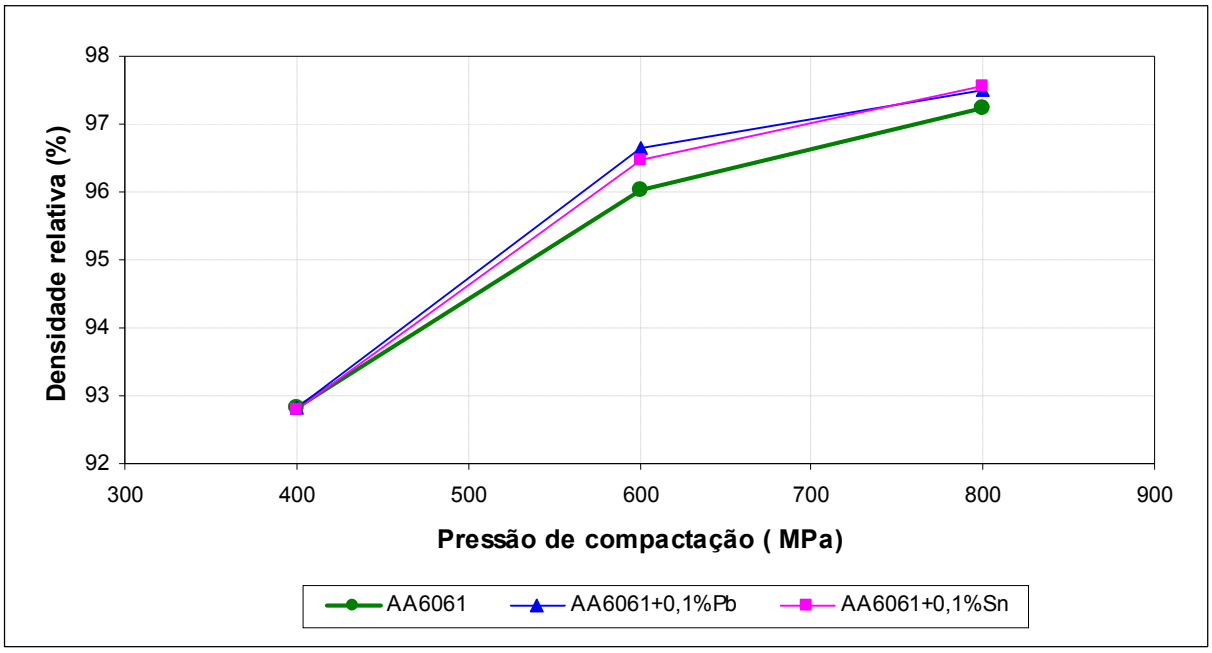


Figura 4.15 Curvas de compressibilidade do pó da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn obtidos a diferentes pressões de compactação.

Pode-se observar que as curvas de compressibilidade obtidas mostram uma tendência crescente com a elevação da pressão de compactação. De um modo geral, os melhores resultados obtidos de densidades foram encontradas acima de 600 MPa. Os aditivos adicionados sobre a liga AA6061 nas proporções de 0,1% Pb e 0,1%Sn ajudaram significativamente a elevar a densidade dos corpos de prova. Para efeitos de comparação entre os corpos de prova produzidos com adição de Pb e Sn sobre as misturas de pós, observou-se que os corpos de prova de 0,1%Pb tiveram um melhor comportamento na sua densidade com relação aos compactados produzidos de 0,1%Sn e da liga AA6061, principalmente a altas pressões de compactação. O aumento da pressão de compactação nestes materiais elevou a densidade dos compactados aproximadamente em 5,0% à

pressão de 800 MPa com relação à pressão de 400 MPa. Esse fato, se deve a que as pressões elevadas de compactação dos pós produziram uma maior fricção e acomodamento entre as partículas com uma redução de poros o que facilitou a obtenção de altas densidades nos corpos de prova compactados.

Por outro lado, as pressões menores de compactação agiram sobre as partículas de pó provocando uma menor conformação, devido a que as mesmas não se deformarem significativamente e sua capacidade de adesão entre elas é mínima obtendo-se corpos de prova com baixas densidades.

4.3.1.2 Compressibilidade dos compósitos produzidos com diferentes teores de reforço de TiCN

A Figura 4.16 mostra as diferentes curvas de compressibilidade obtidas às pressões de 400, 600 e 800 MPa da liga AA6061 e dos compósitos produzidos com 5% e 10%TiCN de reforço e dos compósitos adicionados com os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn.

Analisando as diversas curvas de compressibilidade obtidas destes compósitos produzidos podem-se ver que há um aumento progressivo da densidade relativa dos compósitos com a elevação da pressão de compactação, principalmente acima de 600 MPa. Observou-se, que as densidades relativas destes materiais aumentaram aproximadamente em 2% acima do valor obtido da liga AA6061.

A densidade dos corpos de prova está muito relacionada com a morfologia e o tamanho de partículas de reforço, observou-se que o TiCN possui uma curva de distribuição de tamanho de partículas bem aguda com relação as do alumínio (vista na Figura 4.13). Esse efeito pode ter favorecido à movimentação entre partículas de pós durante a compactação. O fato é que a densidade a verde depende principalmente do contato entre as partículas entre si e sua movimentação de acomodamento durante a compactação.

A Figura 4.17 apresenta a morfologia de tamanho de partículas da mistura de pó da liga AA6061 adicionada com teor de reforço de 10%TiCN. Nota-se, claramente que as partículas do TiCN são muito menores com relação à liga AA6061. Desta forma, a aplicação de uma elevada pressão de compactação na mistura de pós agiu de forma direta entre elas, devido a sua tamanho e geometria poligonal do TiCN, os reforços ajudaram a se distribuir e movimentar por fricção de

forma mais homogênea preenchendo os espaços vazios ou poros dentro do molde, conseqüentemente, obtiveram-se uma elevação na densidade dos corpos de prova .

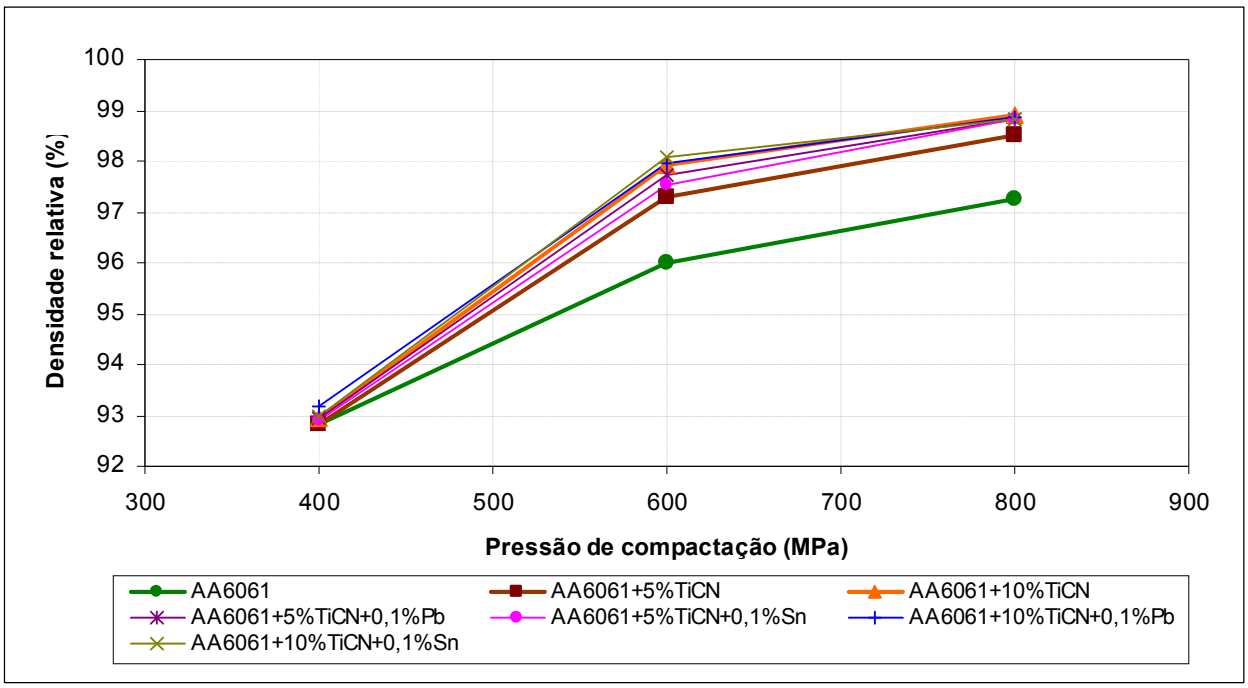


Figura 4.16 Curvas de compressibilidade do pó da liga AA6061 e dos pós compósitos com diversos teores de reforço e aditivos obtidos a diferentes pressões de compactação.

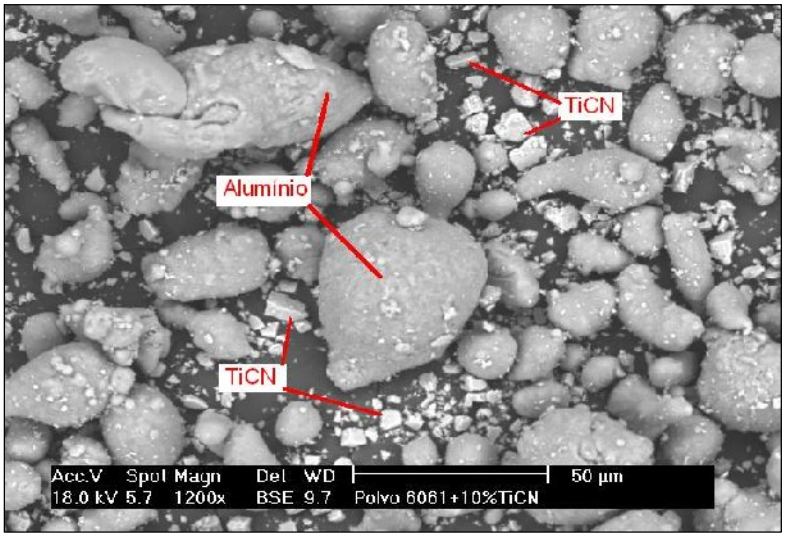


Figura 4.17 Morfologia da mistura de pós da liga AA6061 adicionada com 10%TiCN de reforço.

4.3.2 Resistência a verde da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn.

A Figura 4.18 apresenta os resultados obtidos de resistência em verde dos corpos de prova da liga AA6061 e dos compactados adicionados com os aditivos Pb e Sn sendo eles: 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,2%Pb, 0,4%Pb, 0,1%Sn, 0,15%Sn, 0,2%Sn e 0,4%Sn que foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa.

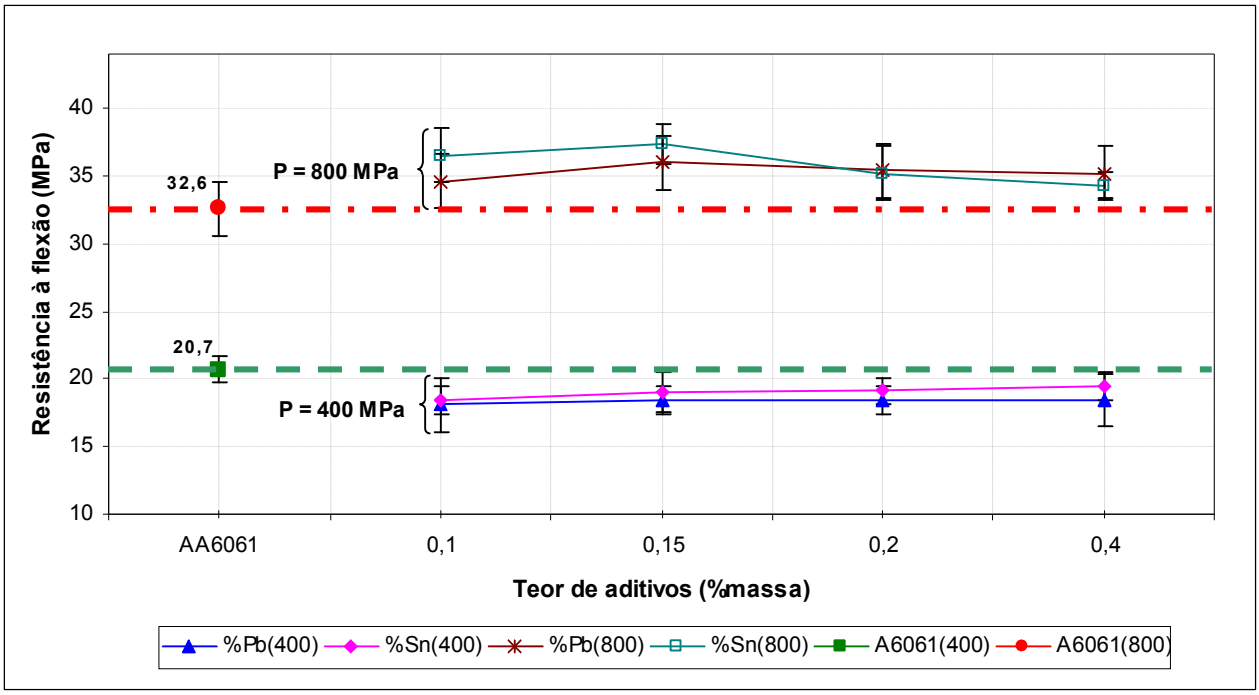


Figura 4.18 Resistência a verde dos compactados da liga AA6061 e com adição de diversos teores de aditivos obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Analisando as curvas obtidas de resistência a verde da liga AA6061 e dos compactados produzidos com diferentes teores de aditivos Pb e Sn. Podem-se observar que os valores de resistência da liga AA6061 obtidos à pressão de compactação de 800 MPa independente da quantidade de teores de aditivos, os valores obtidos foram superiores aproximadamente em 55% comparadas com à pressão de 400 MPa. Nota-se, que para a pressão de compactação de 800 MPa, a adição dos aditivos Sn em proporções de 0,1% e 0,15% Sn tiveram uma grande influência na resistência dos corpos de prova, estes aumentaram entre 10% e 12 % na sua resistência quando

são comparados com os valores obtidos da liga AA6061. Porém, acima de 0,2% Sn os corpos de prova diminuíram levemente sem afetar sua resistência original. Entretanto, o Pb utilizado como aditivo teve um efeito diferente com relação ao Sn, estes aumentaram aproximadamente em 6% o valor de resistência e se mantiveram constantes com a adição dos aditivos de 0,1%Pb até 0,4%Pb quando estes são comparados com valores obtidos da liga AA6061.

Por outro lado, pode-se observar a resistência dos corpos de prova produzidos à pressão de 400 MPa, tanto da liga AA6061 e com a adição dos aditivos de Pb e Sn nas proporções de 0,1%Pb até 0,4% Pb e de 0,1%Sn até 0,4%Sn respectivamente. Os valores encontrados tiveram um efeito contrário do que os obtidos à pressão de 800 MPa. As adições destes aditivos afetaram os valores da resistência a verde dos corpos de prova, estes diminuíram aproximadamente em 10% de seu valor obtido em todas as condições de ensaio quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061.

O efeito causado pela pressão de compactação na obtenção dos corpos de prova está intimamente relacionado ao coeficiente de fricção exercida entre as partículas, este será maior com o aumento da pressão de aplicação nos pós. Durante a compactação ocorre um maior empacotamento das partículas de pós, além disso, a distribuição do tamanho de partículas pode modificar os esforços dos pós diminuindo a quantidade de poros, e o número de contato entre as partículas, conseqüentemente, isso facilitaria a se obter uma maior de resistência a verde.

Por outro lado, foram vistos que a elevadas pressões de compactação a presença dos aditivos Pb e Sn adicionadas nas misturas de pós ajudaram a aumentar a união ou coesão pelo aumentou de fricção entre as partículas, o que provocaria um aumento na resistência dos corpos de prova a verde. Enquanto, que a baixa pressão de compactação, as partículas de pó são dificultadas pela falta de união ou contato entre elas, o que diminui a capacidade de acomodamento e de densificação das partículas presentes nas misturas de pós.

4.3.3 Resistência a verde dos corpos de prova compósitos produzidos

A Figura 4.19 apresenta os valores de resistência em verde obtidos da liga AA6061 e de todos os materiais compósitos produzidos as pressões de 400 e 800MPa.

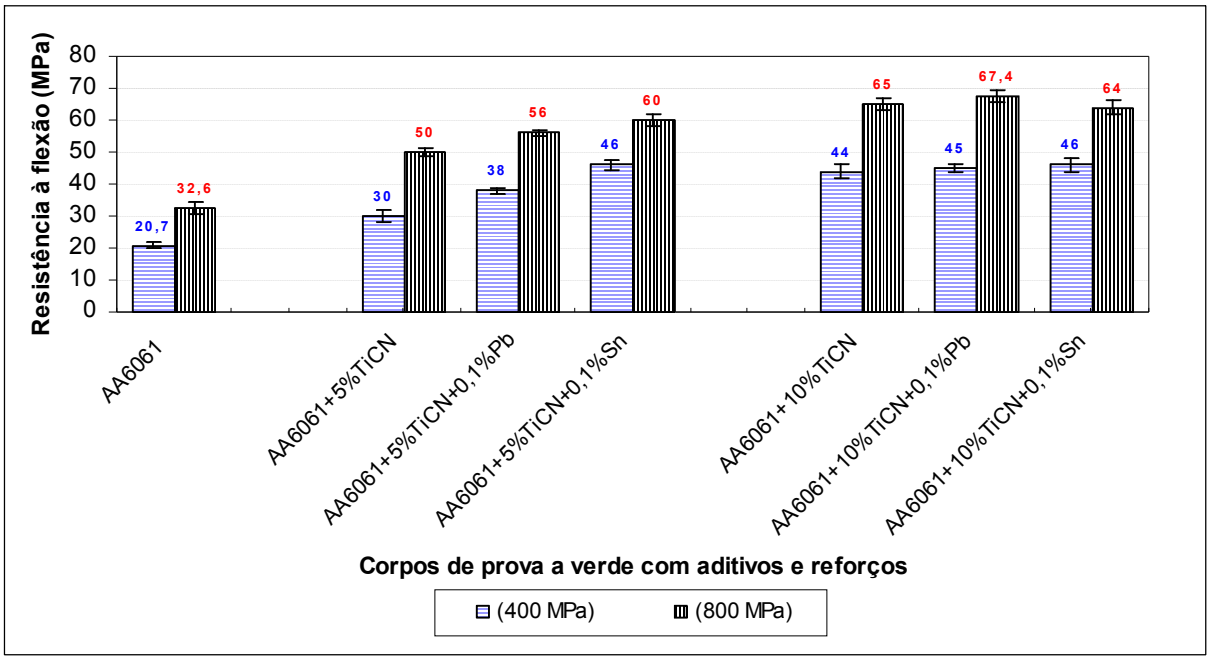


Figura 4.19 Resistência a verde dos compactados da liga AA6061, com adição de aditivos e reforços cerâmicos obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Foram observadas para as duas pressões de 400 e 800 MPa, a grande eficiência que mostraram os compósitos produzidos com diferentes teores de reforço de 5%TiCN e 10%TiCN, os compactos produzidos aumentaram na sua resistência em verde com a elevação de pressão de 400 para 800 MPa entre 50% e 100% do seu valor inicial quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061.

A adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn em massa sobre os compósitos obtidos às pressões de 400 e 800 MPa. Notou-se um pequeno aumento na resistência a verde, principalmente naqueles compósitos produzidos com 10%TiCN (AA6061+10%TiCN+0,1%Pb, AA6061+10%TiCN+0,1%Sn) do que os compósitos reforçados com 5%TiCN (AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn) quando são comparados com os valores obtidos dos compósitos sem adição de aditivos de 5%TiCN e 10%TiCN de reforço.

O aumento da resistência a verde dos compósitos produzidos a partir da adição dos reforços cerâmicos está intimamente relacionado ao aumento de união e coesão mecânica de irregularidades nas superfícies das partículas, exercida pela pressão de compactação. Além disso, também é favorecido pela morfologia, tamanho e distribuição de partículas presentes na mistura de pós. O TiCN devido a sua forma poligonal e mais fina que a liga base AA6061, exerceu uma

melhora na distribuição e homogeneização das partículas finas, a elevação do teor de reforço acima de 5%TiCN utilizado na mistura dos pós, possibilitou a melhoria no acomodamento e preenchimento dos espaços vazios entre partículas facilitando a deformação plástica dos corpos de prova pelo aumento de contato e de fricção entre as partículas durante a compactação, o que provocou um aumento na resistência a verde e a densidade relativa do compactado.

4.4 Análise térmica diferencial (ATD)

Os resultados obtidos da análise térmica diferencial (ATD) das diferentes misturas de pós produzidas neste trabalho são apresentados mediante as curvas de aquecimento e de resfriamento obtidas a partir da programação dos ciclos de temperatura. As amostras em pó foram aquecidas até a temperatura de 700 ºC com uma taxa de aquecimento de 5 ºC/min, em uma atmosfera de gás inerte de N_2-5%H_2. Para todos os ensaios de ATD da mistura de pós escolheu-se a representação gráfica obtida da curva de aquecimento (curva 1). A temperatura de sinterização das amostras em pó submetidas à análise foi extraída do pico mais alto do ciclo de aquecimento, momento antes de iniciar-se a fusão total do material analisado. A formação de picos exotérmicos e endotérmicos das amostras em pó corresponde à liberação de energia, representada pela derivada da taxa de calor (curva 2).

A Figura 4.20 mostra as curvas do ciclo de aquecimento e a derivada da taxa de calor no pó da liga AA6061 e do compósito obtido com 5%TiCN de reforço. E a Tabela 4.3 apresenta o resumo das temperaturas de sinterização obtidas das misturas de pós utilizadas neste trabalho.

Analisando a Figura 4.20a e a Tabela 4.3 pode-se observar que temperatura de início de fusão da liga AA6061 se produz à temperatura de 610 ºC e a fusão total deste material acontece a temperatura de 644ºC. O ciclo de aquecimento da liga AA6061 se realiza num processo normal com pouco ruído de interferência de agentes externos. Para efeitos de comparação de temperaturas possíveis de sinterização das amostras em pós foram analisadas tanto para os materiais adicionadas com 0,1%Pb e 0,1%Sn e para os pós compósitos obtidos com 5%TiCN e 10%TiCN de reforço e os mesmos compósitos adicionados com os aditivos Pb e Sn. Para todos os casos, as amostras analisadas termicamente não apresentaram ruídos significativos durante o ciclo de aquecimento programado que pudessem alterar os valores da curva do processo de aquecimento das misturas de pós.

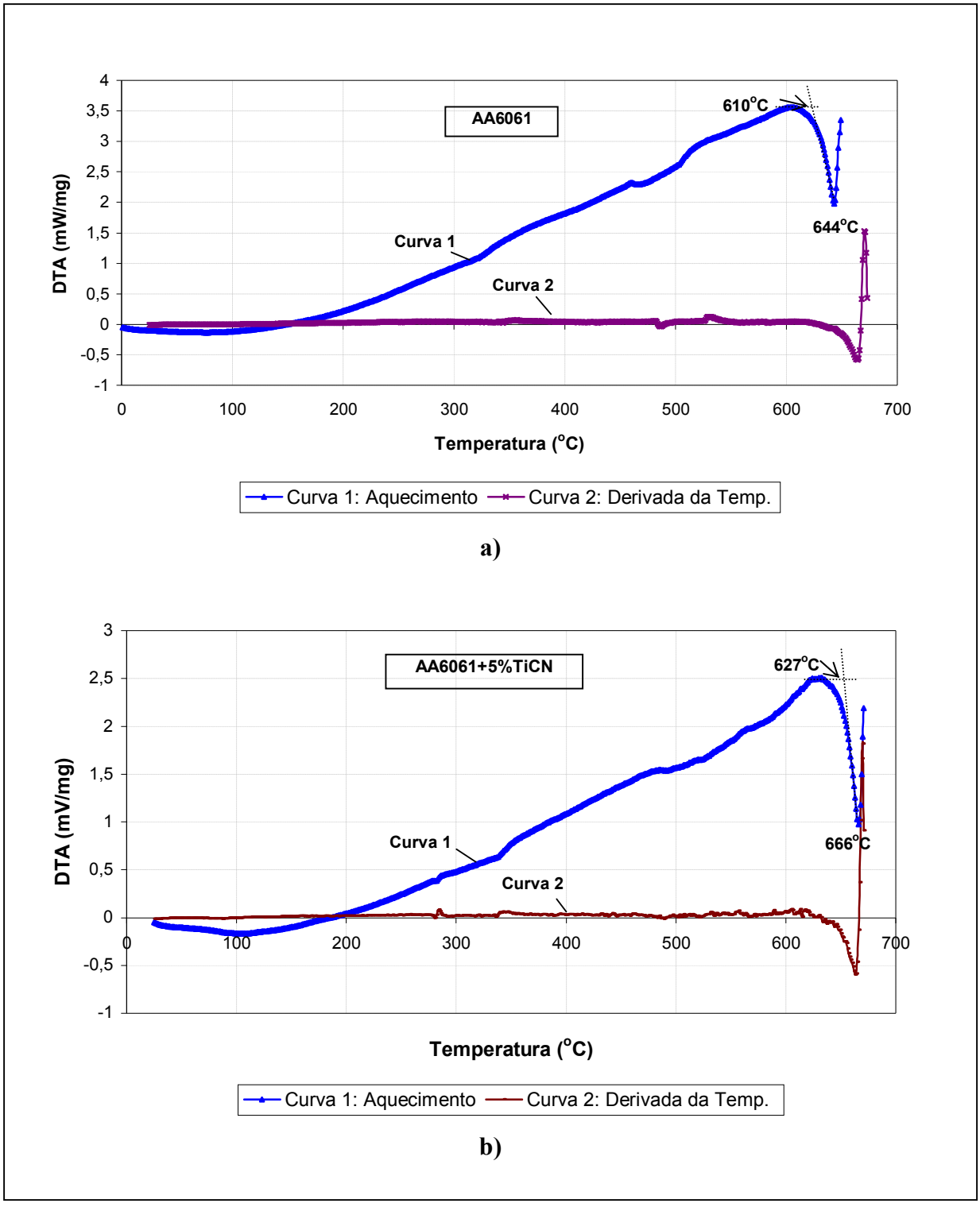


Figura 4.20 Representação gráfica das curvas de aquecimento obtidas da análise térmica diferencial (ATD) dos pós produzidos: a) AA6061 e b)AA6061+5%TiCN.

Tabela 4.3 Temperaturas de sinterização do pó obtidas da liga AA6061, com adição de pós Pb e Sn e dos pós compósitos reforçados com TiCN.

Material	Inicio de fusão (ºC)	Fusão total (ºC)	Intervalo de temp. (ºC)
AA6061	610	644	34
AA6061+0,1%Pb	620	657	37
AA6061+0,1%Sn	620	658	38
AA6061+5%TiCN	627	666	39
AA6061+5%TiCN+0,1%Pb	625	667	42
AA6061+5%TiCN+0,1%Sn	626	667	41
AA6061+10%TiCN	624	667	43
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	625	666	41
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	622	658	36

Para as amostras adicionadas com 0,1%Pb e 0,1%Sn sobre a liga AA6061, pode-se observar que estes elementos influenciaram na mistura de pós retardando o processo de inicio de fusão aproximadamente em 10ºC, além disso, prolongaram a temperatura de fusão total destes materiais em 14ºC a mais do que a temperatura obtida da liga AA6061.

Assim mesmo, analisando a Figura 4.20b e os dados da Tabela 4.3 foram observadas o efeito do reforço cerâmico de TiCN na produção dos compósitos. A adição dos teores de reforço de 5%TiCN e 10%TiCN contribuíram a retardar a temperatura de início de fusão destes materiais em 15 ºC mais do que a temperatura obtida da liga AA6061. Além disso, os reforços prolongaram a temperatura de fusão total dos compósitos aproximadamente em 22 ºC. Entretanto, observou-se que a adição de Pb e Sn nos compósitos reforçados com 5%TiCN e 10%TiCN não afetaram de forma significativa na temperatura de início de fusão e a fusão total destes compósitos.

Para todos estes materiais utilizados, as temperaturas de sinterização obtidas foram bem diferentes. A adição de aditivos e dos reforços cerâmicos à liga AA6061 mostraram na mistura de pós um pequeno retardo na temperatura inicial de fusão do que a liga AA6061. Alem destas informações, as diferentes densidades a verde dos compactados contribuiria na extração de dados sobre os mecanismos de sinterização e as possíveis formas de ativação de sinterização.

4.5 Caracterização das propriedades físicas dos sinterizados obtidos da liga AA6061, com adição de aditivos e dos compósitos produzidos.

Após a produção dos corpos de prova mediante a compactação uniaxial, estes foram sinterizados e avaliados por suas propriedades físicas tais como: a densificação e variação longitudinal.

4.5.1 Densificação

Uma das grandes metas que se persegue com os materiais sinterizados é conseguir densidades relativamente elevadas à menor temperatura possível ou um método de compactação que facilite a obter-se densidades apropriadas nos corpos de prova após a sinterização.

a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

A Figura 4.21 apresenta os resultados obtidos dos corpos de prova sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn que foram produzidos à pressão de compactação de 400 MPa com relação às temperaturas de 590, 600,610 e 620 ºC e tempo de sinterização de 30 min.

Para todos os materiais e temperaturas utilizadas, o desvio padrão ficou abaixo de 0,05% das médias das três medidas. Isso confirma que as densidades obtidas tiveram poucas alterações significativas o que justifica apenas de três amostras efetuadas.

Analisando graficamente a Figura 4.21 podem-se ver as diferentes curvas obtidas de densidades relativas da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn. Nota-se, que a densidade relativa destes materiais aumentaram com a temperatura sinterização até 600ºC, acima desta temperatura ou mais caíram rapidamente no seus valores de densidade.

A adição de Pb e Sn ajudaram a elevar os valores de densidades dos corpos de prova sinterizados, principalmente a temperatura de 600 ºC os compactados adicionados com Pb mostraram uma maior eficiência de ativação na sinterização do que os compactados adicionados com Sn quando estes materiais são comparados com os valores obtidos da liga AA6061. A elevação ou diminuição de ± 10 ºC podem ajudar ou piorar a densificação dos corpos de prova

tendo em conta que outros fatores físicos ou químicos podem influenciar na sinterização.

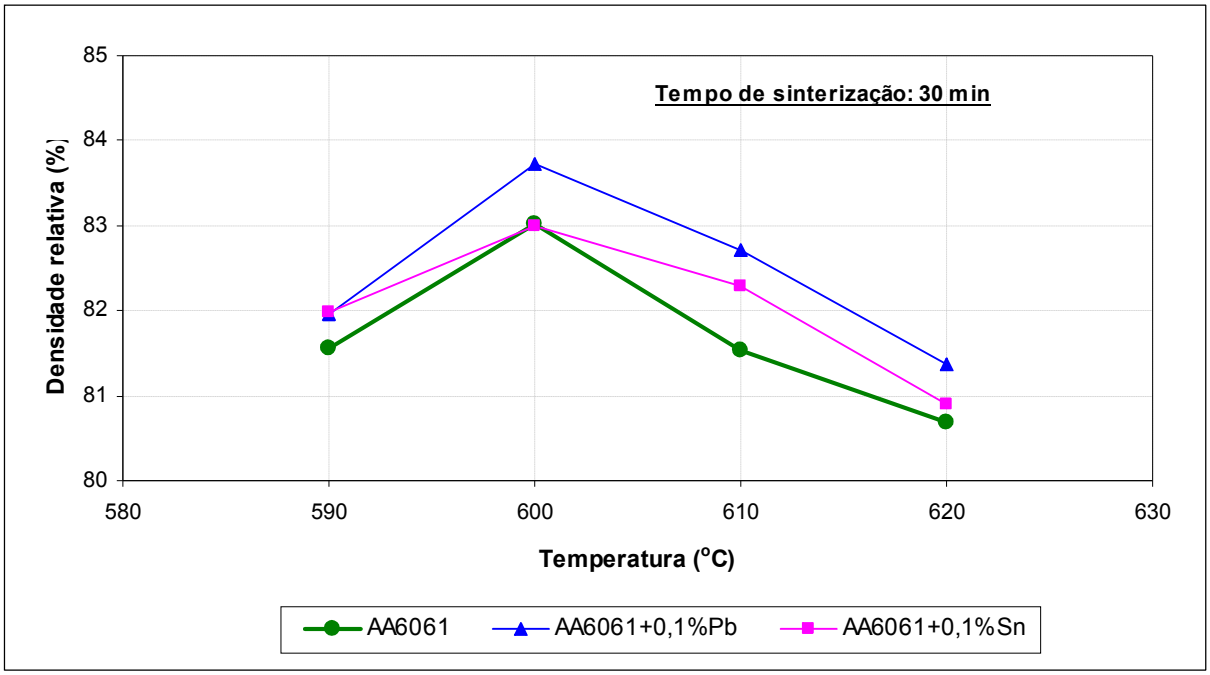
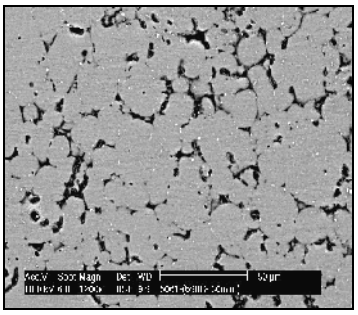


Figura 4.21 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

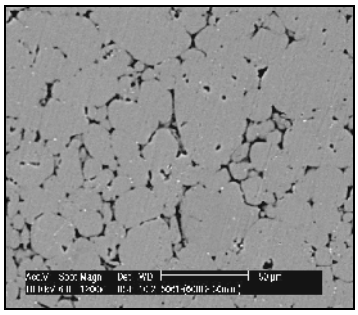
Os aditivos utilizados Pb e Sn tiveram uma pequena eficiência na sinterização dos compactados com a elevação da temperatura, principalmente a 600º C, pode-se ter produzido um maior contato das interpartículas de alumínio, o qual acelerou o processo de sinterização. Porém, não foram suficientes para se obter compactados bem sinterização e diminuição de poros. Provavelmente, esse fato se deva a ineficiente pressão de compactação submetida nos corpos de prova, obtendo-se densidades a verde muito baixas, esse efeito pode ter influenciado durante o aquecimento e sinterização dos compactados a se obter uma ineficiente densificação dos sinterizados.

A Figura 4.22 mostra as microestruturas obtidas dos compactados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação às temperaturas de sinterização de 590, 600 e 610ºC.

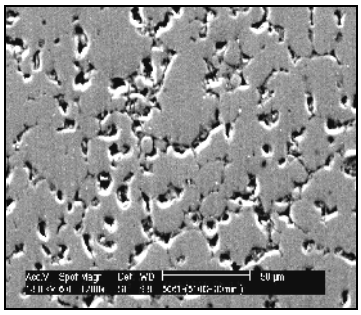
AA6061



a) 590 ºC

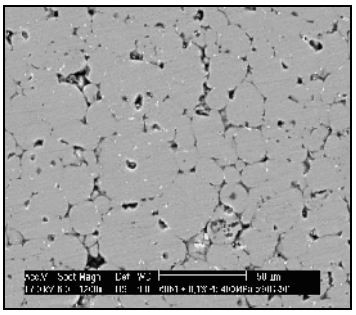


b) 600 º C

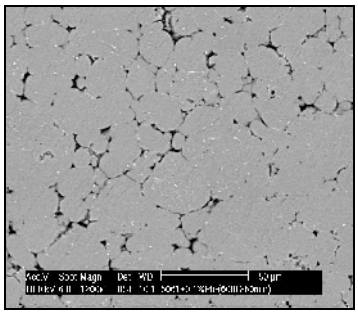


c) 610 ºC

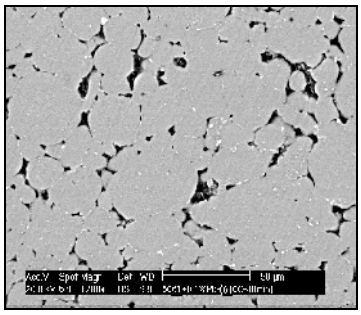
AA6061+0,1%Pb



a) 590 ºC

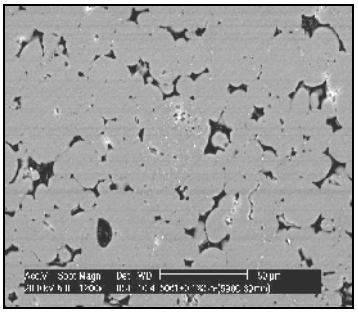


b) 600 º C

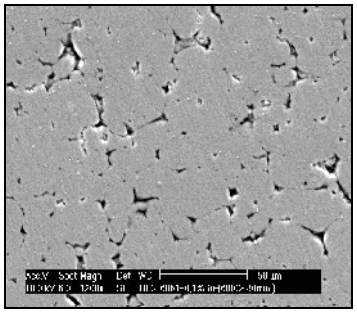


c) 610 ºC

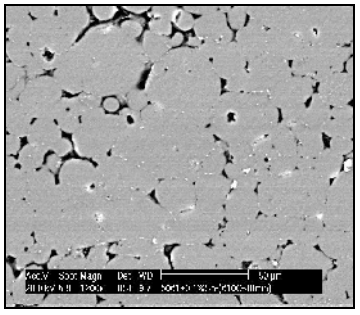
AA6061+0,1%Sn



a) 590 ºC



b) 600 º C



c) 610 ºC

Figura 4.22 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Pode-se ver claramente que em todas as microestruturas apresentadas, uma ineficiente sinterização destes materiais, as áreas cinzentas, são as partículas de alumínio e as áreas de cor preta são mostradas os poros. Estes poros apresentam geometrias irregulares de diversas dimensões, algumas delas são alargadas e outras arredondas, típicas de má densificação, ou seja, não houve sinterização dos compactados. Porém, observou-se que a temperatura de 600 ºC nas microestruturas obtidas tanto na liga AA6061 e com adição de Pb e Sn, estes mostraram uma pequena diminuição de poros quando são comparadas com as microestruturas obtidas destes materiais as temperatura de 590 e 610 ºC.

b) Efeito da quantidade de aditivos na liga AA6061

Através da análise de densificação dos materiais sinterizados é possível avaliar e determinar a quantidade ótima de teor de aditivos de que poderiam ser incorporadas na liga metálica de menor massa especifica que estes. Os aditivos teriam um papel muito importante no processo de sinterização, promovendo a ativação de uma fase líquida nos produtos sinterizados.

A Figura 4.23 mostra os resultados obtidos de densidade relativa da liga AA6061 e os diferentes teores de aditivos Pb e Sn utilizados na produção dos corpos de prova tais como: 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,2%Pb, 0,4%Pb, 0,1%Sn, 0,15%Sn, 0,2%Sn e 0,4%Sn com relação as temperaturas de sinterização de 590, 600 e 610 ºC respectivamente e tempo de 30 min de sinterização.

Para todos os materiais analisados e temperaturas utilizadas, o desvio padrão ficou abaixo de 0,05% das médias das três medidas efetuadas em todos os ensaios realizados neste trabalho.

Analisando a Figura 4.23 pode-se observar que os melhores resultados de densidades relativas destes materiais foram encontrados à temperatura de 600 ºC independente da quantidade dos teores de aditivos e traços elementos adicionados à liga base. Também foram vistos após a sinterização nestes materiais de que não houve densificação nos corpos de prova nesta temperatura e pressão de compactação de 400 MPa.

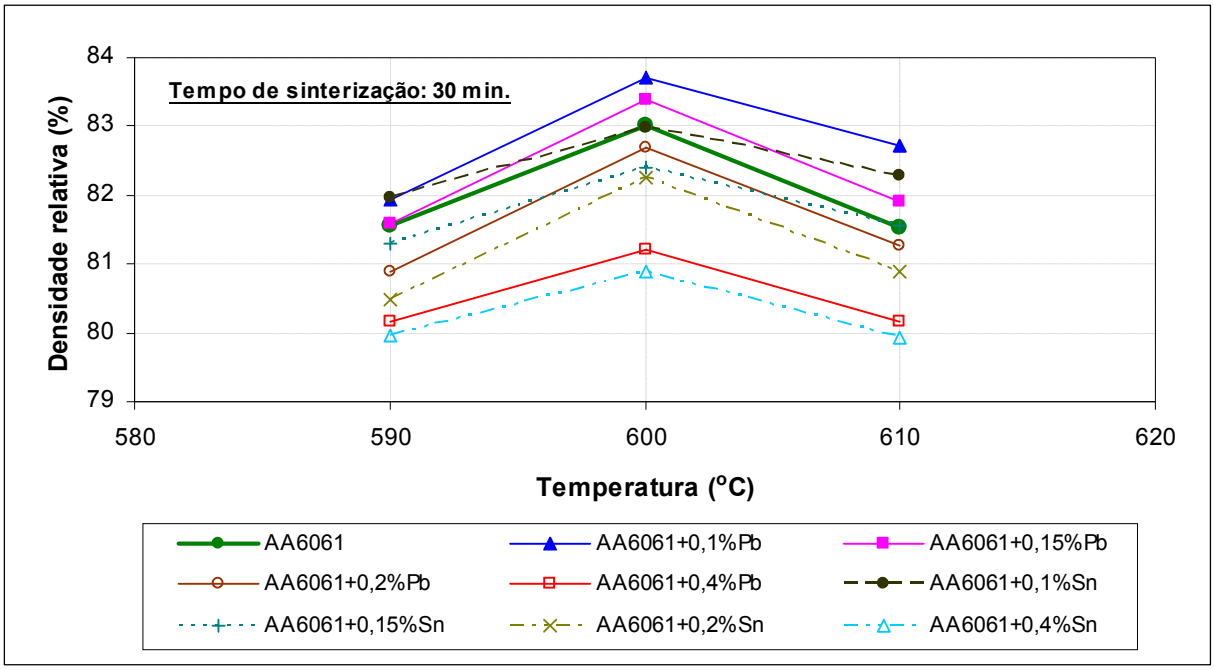


Figura 4.23 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Para efeitos de comparação de densidades relativas obtidas entre estes dois materiais adicionados com os teores de aditivos Pb e Sn, foram analisadas de forma separada na produção dos corpos de prova. Em primeiro lugar, pode-se ver que a adição do Pb na mistura de pós em pequenas proporções de 0,1 e 0,15%Pb tiveram um efeito significativo na densidade relativa, estes ajudaram a elevar a densidade dos corpos de prova quando são comparadas com os valores obtidos da liga AA6061 a longo de todas temperaturas analisadas. Nota-se que a adição de uma quantidade mínima de 0,1%Pb nos corpos de prova resultou num aumento maior na densidade dos sinterizados do que os outros teores de aditivos incorporados sobre a mesma liga base, principalmente a temperatura de 600 ºC. Assim mesmo, observou-se acima de 0,15%Pb ou mais destes aditivos causaram uma rápida queda na densidade dos compactados sinterizados.

Por outro lado, analisando a adição do aditivo de Sn na liga AA6061, pode-se ver que a adição de uma quantidade mínima de 0,1%Sn obteve-se um aumento significativo na densidade dos sinterizados em todas as temperaturas analisadas. Acima deste teor de aditivo ou mais causaram uma diminuição na densidade relativa dos compactados sinterizados podendo estes ser prejudicadas com a elevação da temperatura de 610 ºC. Também, foram observados que as

densidades obtidas destes materiais adicionados com os aditivos de Sn sempre foram menores do que os compactos adicionados com os aditivos de Pb.

A queda dos valores de densificação dos corpos de prova adicionados com diferentes teores de aditivos Pb e Sn à liga AA6061 está intimamente relacionada com a aplicação da pressão de compactação e pela distribuição dos tamanhos de partículas, conseqüentemente, essas variáveis podem alterar a densidade dos sinterizados.

A Figura 4.24 mostra os diferentes gráficos de densidades relativas dos compactados sinterizados obtidos à temperatura de 600 ºC com diferentes teores de aditivos sendo eles: 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,2%Pb, 0,4%Pb, 0,1%Sn, 0,15%Sn, 0,2%Sn e 0,4%Sn que foram produzidos as pressões de compactação de 400 e 800MPa respectivamente. Os resultados obtidos destes materiais mostraram os efeitos da pressão de compactação aplicada nos corpos de prova, encontraram-se uma grande diferença de valores de densidades relativas aproximadamente de 10% entre estas duas pressões de compactação independente da quantidade de teores de aditivos e traços elementos utilizados na produção destes materiais.

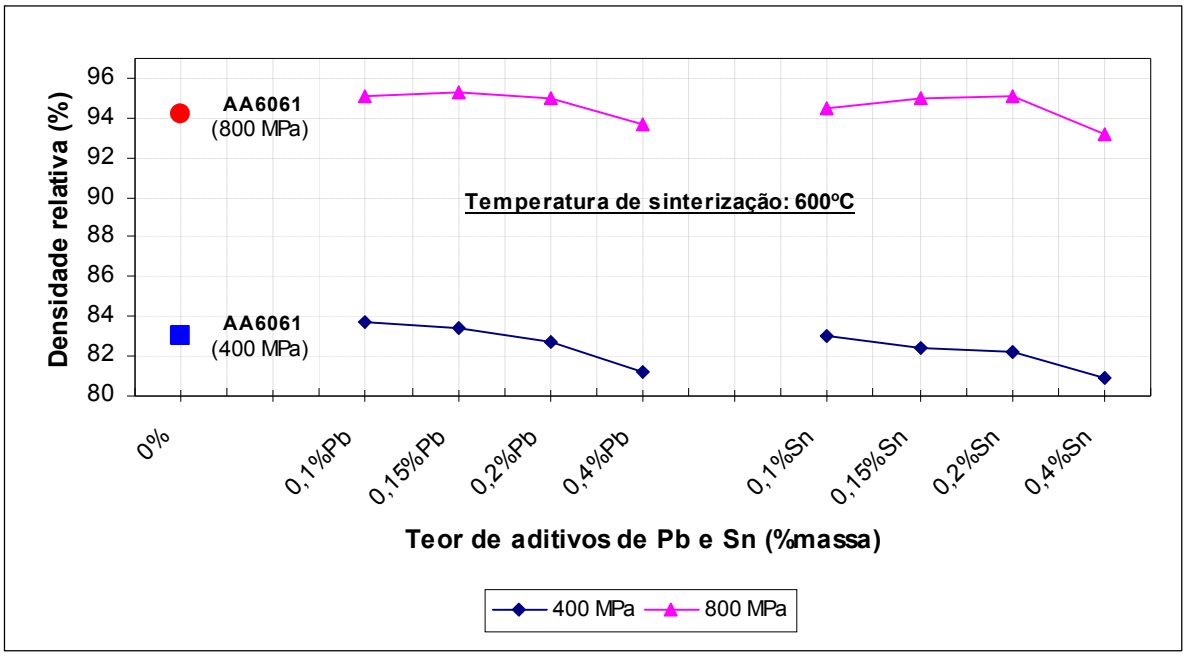


Figura 4.24 Densidade relativa dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

As curvas de densidade relativa destes compactados mostram certa semelhança e tendência nos valores obtidos. Nota-se que a densidade relativa destes materiais caiu com o aumento dos teores de aditivos seja de Pb ou Sn. Os valores de densidade são muito mais estáveis nos compactados contendo 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,1%Sn e 0,15%Sn. Porém, acima de 0,2%Pb ou 0,2%Sn, as densidades relativas destes materiais começaram a cair levemente em seus valores finais quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061. Esse efeito demonstra a eficiência de compactação entre as duas pressões estabelecidas de 400 e 800 MPa. A densidade dos sinterizados aumentou devido ao acréscimo da pressão aplicada nos compactados independente da concentração de aditivos adicionados na liga AA6061. Esse aumento da pressão de compactação favoreceu a se ter um contato maior entre as partículas de pós e uma melhora no empacotamento do tamanho de partículas dentro da mistura de pós, provocando uma maior deformação plástica e de fratura favorecendo o aumento da densidade e de resistência em verde antes do processo de sinterização (vista na Figura 4.18).

c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

Através da densificação de sinterização é possível de determinar o tempo apropriado de sinterização da liga AA6061 e dos compactos contendo os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn. A Tabela 4.4 e as Figura 4.25, 4.26, 4.27, 4.28, 4.29, 4.30 e 4.31 apresentam os resultados obtidos de densificação destes materiais sinterizados a temperatura de 600 ºC com relação aos tempos de: 15, 30, 45 e 60 min quando foram produzidos os compactados as pressões de 400 e 800 MPa respectivamente.

Para todos os materiais analisados e tempos de sinterização utilizados como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,5% da média das três medidas. Isso confirma que os valores de densificação não tiveram alterações significativas em todas as condições de ensaio.

Analisando os dados da Tabela 4.4 e graficamente na Figura 4.25 podem-se ver as diferentes curvas obtidas de densificação dos sinterizados da liga AA6061 e dos corpos de prova adicionados com os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn. Nota-se que a densificação dos sinterizados são apresentadas com valores negativos, isso mostra de que os compactados sofreram uma dilatação em suas dimensões originais após a sinterização, devido ao efeito da temperatura de sinterização ou esforço da pressão de compactação. Assim, os valores negativos que mais se aproximam à

linha de partida zero com relação à variação do tempo de sinterização do ponto de vista teórico, são as que deveriam apresentar melhores resultados na densificação dos sinterizados.

Para efeitos de comparação entre as duas pressões utilizadas na obtenção dos compactados observou-se uma grande variação nos resultados obtidos de densificação. Para uma pressão de 800 MPa, os valores obtidos de densificação foram muito maiores do que as obtidas a uma pressão de 400 MPa independente dos materiais produzidos e do tempo de sinterização.

Tabela 4.4 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e com aditivos dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão de compactação (MPa)	Tempo de sinterização (min)	Densificação	Desvio padrão
AA6061	400	15	-1,98	0,169
		30	-1,70	0,145
		45	-2,03	0,130
		60	-2,00	0,191
AA6061 + 0,1%Pb	400	15	-1,80	0,154
		30	-1,75	0,186
		45	-2,07	0,202
		60	-2,06	0,186
AA6061 + 0,1%Sn	400	15	-2,00	0,168
		30	-1,82	0,194
		45	-2,01	0,157
		60	-2,05	0,236
AA6061	800	15	-0,73	0,158
		30	-0,63	0,166
		45	-0,61	0,110
		60	-0,77	0,084
AA6061 + 0,1%Pb	800	15	-0,62	0,137
		30	-0,32	0,126
		45	-0,44	0,043
		60	-0,44	0,160
AA6061 + 0,1%Sn	800	15	-0,74	0,159
		30	-0,36	0,137
		45	-0,54	0,083
		60	-0,58	0,185

Para a liga AA6061, pode-se ver que a densificação aumentou com a elevação de pressão

de compactação de 800 MPa quase no triplo dos valores obtidos, estes se aproximam mais a linha zero quando são comparadas com os valores obtidos à pressão de 400 MPa. O tempo de sinterização 30 min contribuiu a densificação dos compactados que foram produzido a 800 MPa. Enquanto, que para compactos produzidos à pressão de 400 MPa, o aumento do tempo não ajudou, em nenhum dos casos, a elevar a densificação dos compactados, os valores obtidos são altamente negativos.

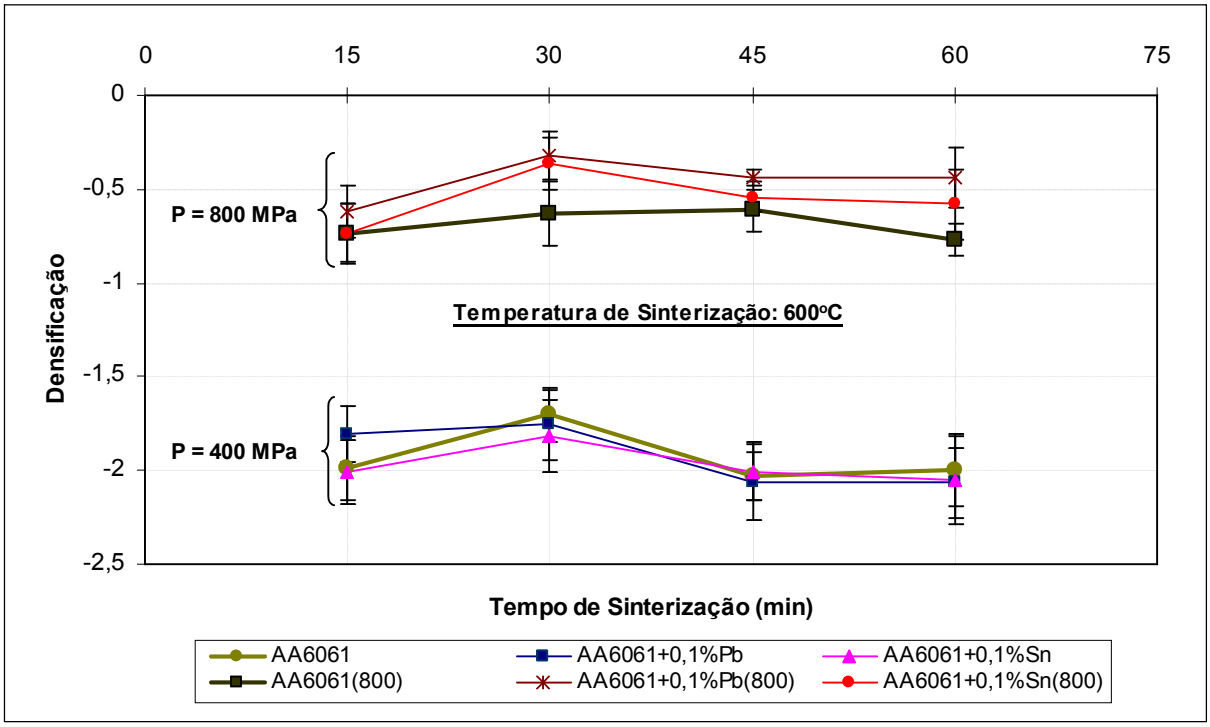
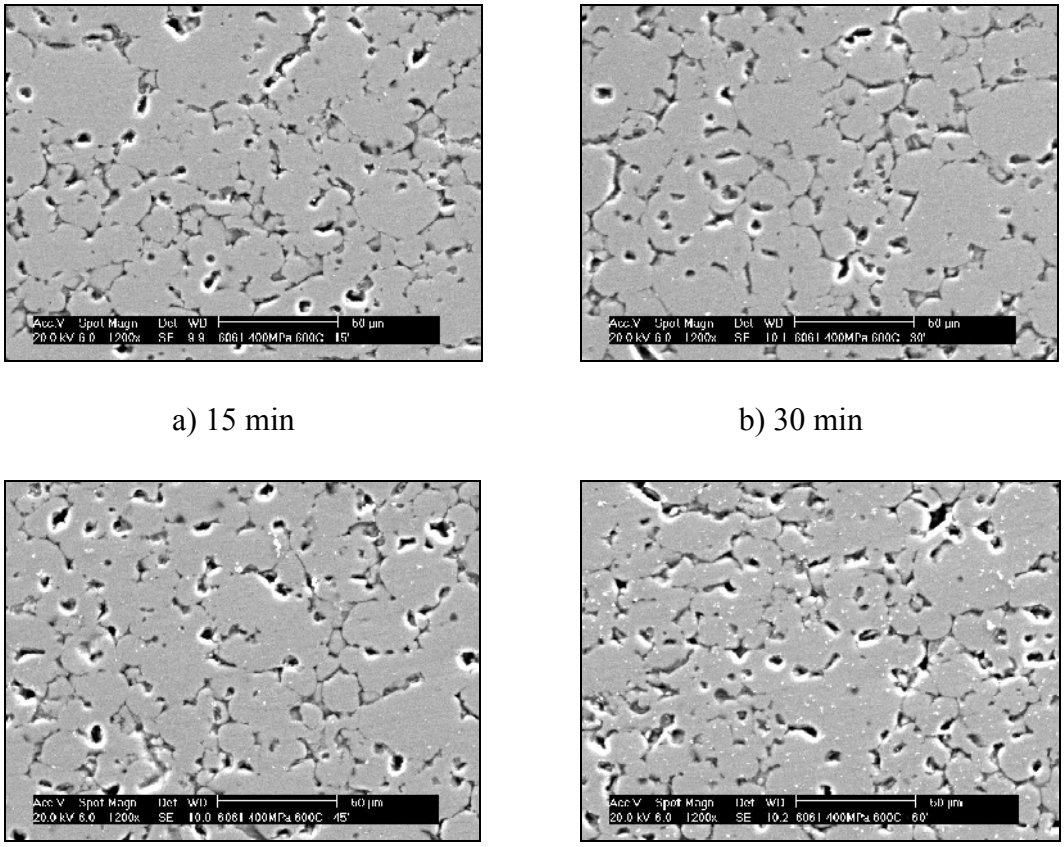


Figura 4.25 Densificação dos compactados da liga AA6061 e com diferentes teores de Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

As Figuras 4.26 e 4.27 apresentam com mais detalhes as diferentes microestruturas obtidas da liga AA6061 com relação aos tempos de sinterização quando foram produzidas as pressões de 400 e 800 MPa e sinterizadas a temperatura 600 ºC.

Na Figura 4.26, pode-se ver em todas as microestruturas obtidas um número bem elevado de poros (regiões escuras), de geometrias irregulares e arredondadas em diversos pontos de contato das interpartículas de alumínio que são representadas pelas áreas de cor cinza. Isso demonstra claramente de que não houve uma densificação dos corpos de prova nesta temperatura.



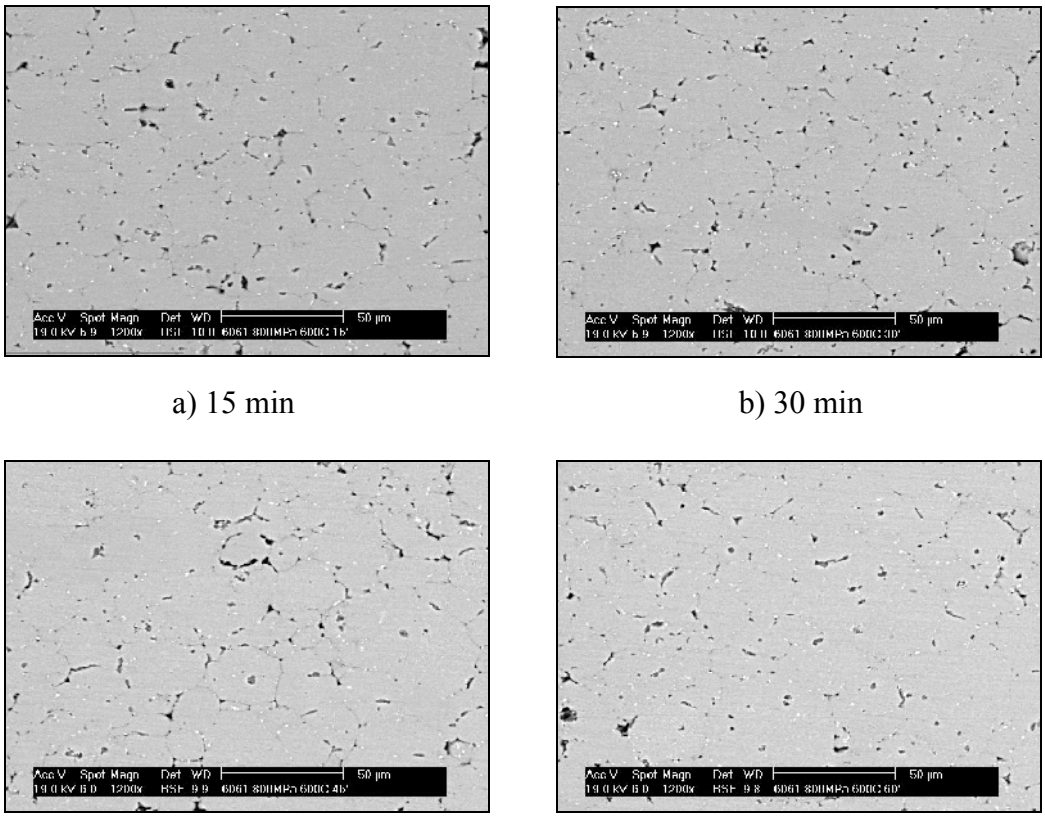
a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

Figura 4.26 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Por outro lado, com pressão de 800 MPa (Figura 4.27) das microestruturas obtidas da liga AA6061 observa-se uma melhora na sinterização dos corpos de prova com relação aos tempos de sinterização quando são compactadas a 400 MPa (Figura 4.26). Para todos os casos, as microestruturas mostram a presença de um número menor de poros. Além disso, pode-se observar um maior número de contato das interparticulas de alumínio, produto da temperatura de sinterização de 600ºC e da pressão exercida sobre as partículas de alumínio, isso favoreceu ao rompimento das camadas de óxidos de alumínio. Porém a falta de difusão dos elementos de liga que ativam a fase líquida na formação do composto de Al+Mg_2Si, que é elemento endurecedor desta liga, não conseguiram se propagar no contorno das partículas de alumínio nesta

temperatura. O aumento do tempo de sinterização de 30 min ou mais, ajudou a diminuir os poros dos compactados. Além disso, contribuiu na densificação reduzindo a dilatação dos sinterizados.



a) 15 min b) 30 min

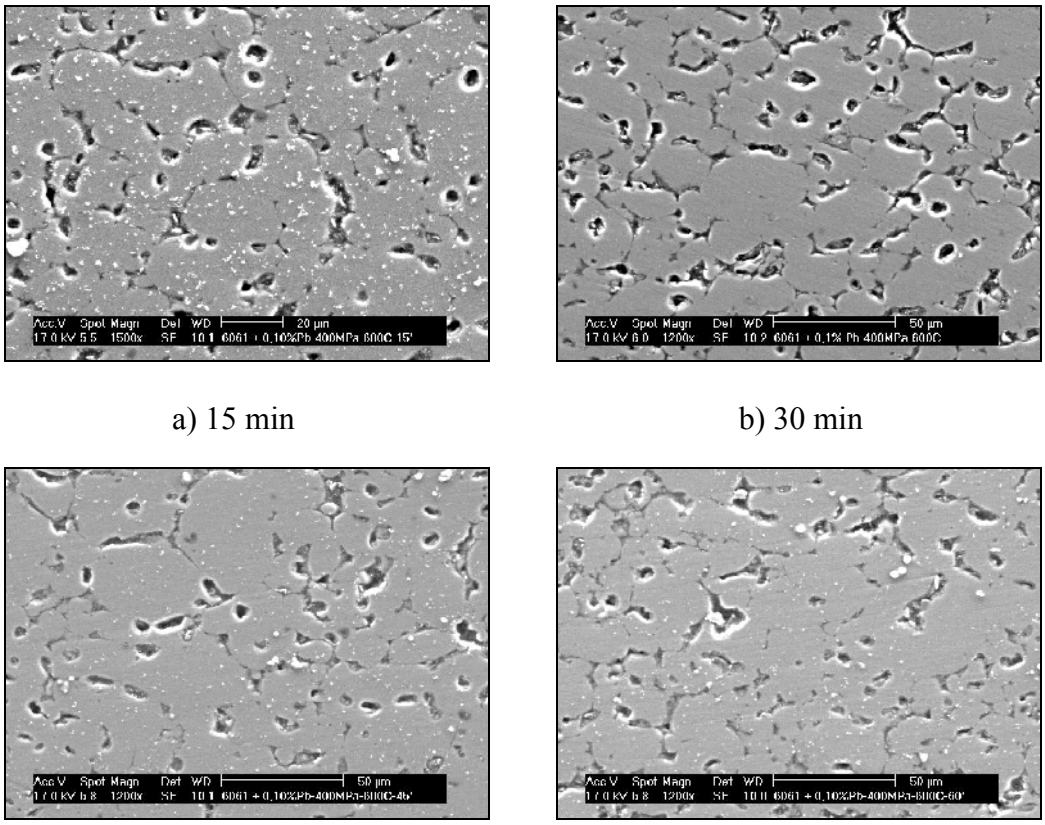
c) 45 min d) 60min

Figura 4.27 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061 com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

Novamente observando a Figura 4.25, pode-se ver que a adição dos aditivos de 0,1%Pb e 0,1%Sn ajudaram a elevar a densificação dos corpos de prova principalmente a pressões elevadas de 800 MPa, conseguiu-se minimizar a dilatação quase no dobro de seus valores obtidos quando são comparados com a liga AA6061 para um tempo de 30 min de sinterização. Enquanto que, para uma pressão de 400 MPa, a adição destes aditivos de 0,1%Pb e 0,1%Sn não ajudaram a ativar a sinterização em todos os tempos de sinterizados analisados. Também, pode-se observar que a adição do Pb teve um melhor comportamento na ativação de sinterização do que a adição

de Sn em todas as condições de ensaios realizados.

As Figuras 4.28 e 4.29 apresentam com detalhe as diferentes microestruturas obtidas da liga adicionada com 0,1%Pb, obtidas às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizadas à temperatura 600ºC.



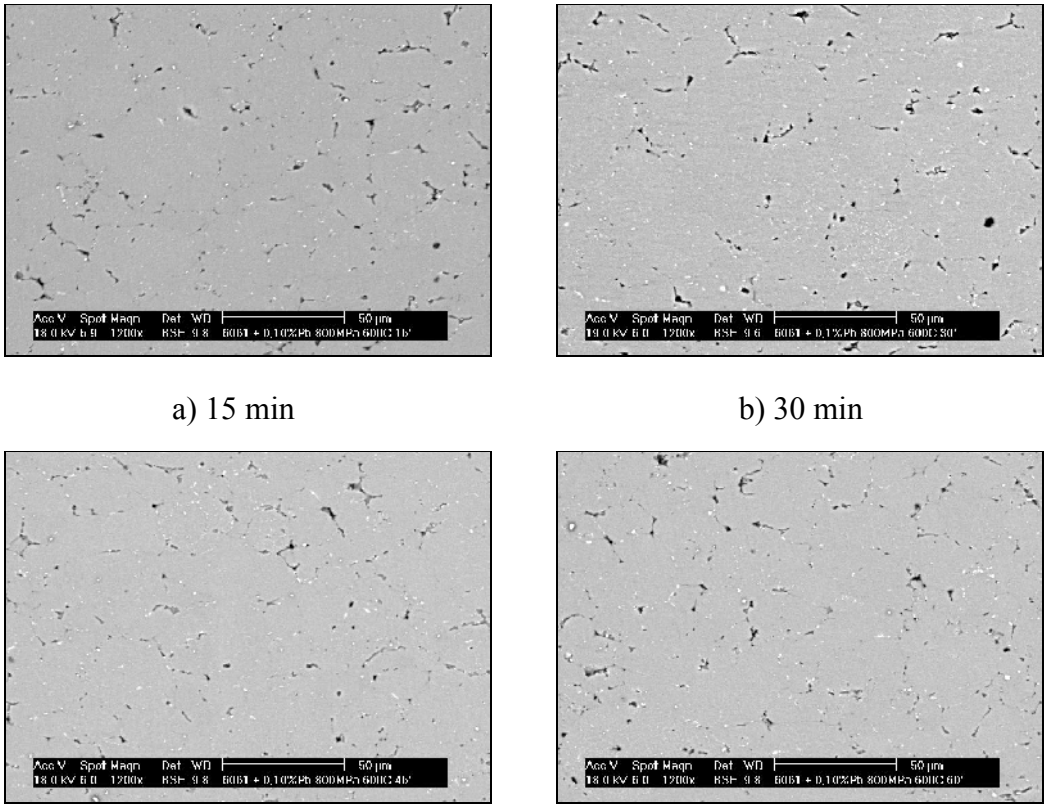
a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

Figura 4.28 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+ 0,1%Pb com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Realizando-se uma comparação de microestruturas dos compactados adicionados com 0,1%Pb produzidos à pressão de 400 MPa (Figura 4.28) com as microestruturas obtidas à pressão de 800 MPa (Figura 4.29). Pode-se observar uma evolução na sinterização dos compactados destes últimos com o tempo de sinterização acima de 30 min (ver Figura 4.29b). Nota-se, uma elevada diminuição do tamanho dos poros para tamanhos menores de geometrias arredondadas quando são comparadas com os obtidos à pressão de 400 MPa (Figura 4.28b). A microestrutura

obtida deste material apresentou um elevado número de poros, isto é não houve sinterização dos compactados.



a) 15 min b) 30 min

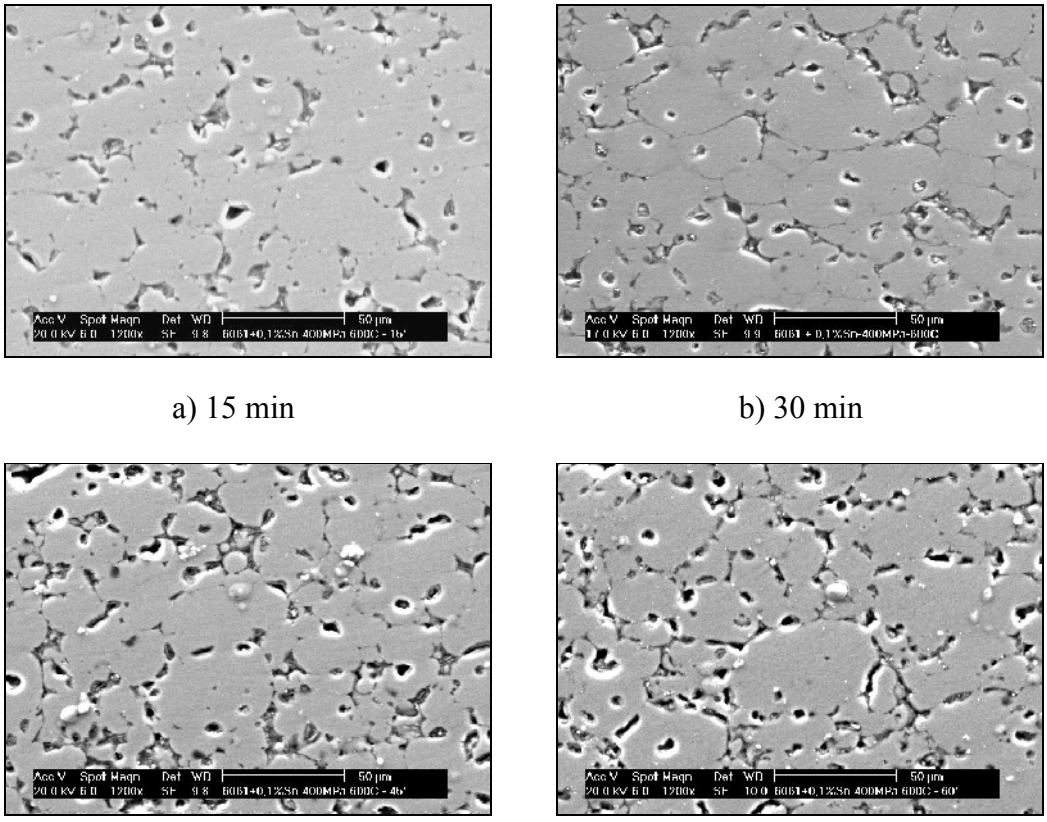
c) 45 min d) 60min

Figura 4.29 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Pb com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

Assim mesmo, fazendo uma comparação das microestruturas obtidas dos compactados contendo 0,1%Pb (Figura 4.29) com as obtidas da liga AA6061 (Figura 4.27) dos compactados produzidos a 800 MPa. Pode-se ver um pequeno aumento na união de contatos de interpartículas de alumínio o que promoveu a diminuição do tamanho dos poros para tamanhos menores e arredondadas, com o aumento do tempo de sinterização de 30 min. Também são mostrados em algumas áreas da matriz do alumínio, pequenas pontos de cor branco, indicando a presença da fase líquida do intermetalico Al+Mg_2Si. Esse mecanismo se deve principalmente, a temperatura de sinterização de 600ºC. O Pb adicionado à liga AA6061 alterou o molhamento da fase líquida

diminuindo o ângulo de molhabilidade promovendo uma maior difusão da fase líquida de Al+Mg_2Si. O aumento do tempo de sinterização de 30 min, contribuiu na elevação de densificação do material sinterizado quando são comparados com as microestruturas da liga AA6061. Também cabe indicar, que a adição do Pb à liga AA6061 quando foram produzidos à pressão de 400 MPa, não ajudou a promover a densificação deste material. Quando são comparadas com as Figuras 4.26 e 4.28. Pode-se ver de que não houve muita diferença nas microestruturas obtidas, todas apresentaram um número bem elevado de poros, isto quer dizer, que a sinterização dos compactados não foi efetiva nestes materiais.

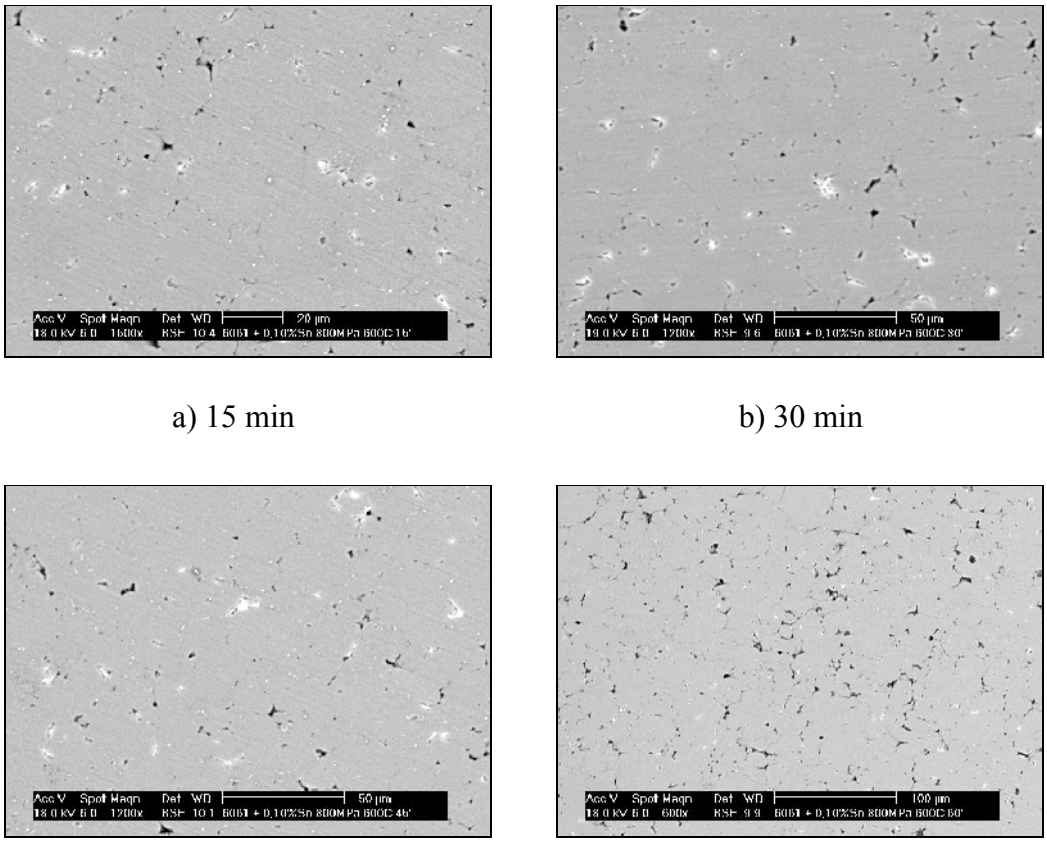
As Figuras 4.30 e 4.31 apresentam as diferentes microestruturas obtidas dos compactados contendo 0,1%Sn produzidos às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados à temperatura 600 ºC.



a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

Figura 4.30 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+0,1%Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.



a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60min

Figura 4.31 Microestrutura dos sinterizados da liga AA6061+ 0,1%Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

Como foi visto anteriormente nos corpos de prova adicionados com 0,1%Pb, também ocorreu o mesmo comportamento com os compactos adicionados com 0,1%Sn quando foram obtidos à pressão de 400 MPa. Estes materiais mostraram na sua microestrutura um número elevadíssimo de poros em todas as condições de tempo de sinterização, consequentemente isso agravou a densificação, altos valores negativos (vistos anteriormente na Figura 4.25).

Por outro lado, quando são comparadas as microestruturas obtidas à pressão de 800 MPa entre as duas condições de adição de aditivos de 0,1%Sn (Figura 4.31) e de 0,1%Pb (Figura 4.29), pode-se ver a grande evolução da microestrutura obtida deste último material sinterizado com a elevação do tempo de sinterização de 45 min. Além disso, a presença de fase líquida Al+Mg_2Si podem ser observados em diversos pontos de contato das partículas de alumínio. Nesta temperatura de sinterização, pode-se dizer que a adição do Sn promoveu à liga AA6061 na

formação da fase líquida. Este aditivo provocou uma alteração na molhabilidade do líquido e permitiu sua difusão e distribuição pelos contornos das interpartículas do alumínio, consequentemente, isso ajudou a elevar a densificação deste material.

Entretanto, o aumento do tempo de sinterização até 60 min afetou nos compactados adicionados com Sn, mostraram uma severa elevação de poros pequenos escuros na sua microestrutura obtida (Figura 4.31d), consequentemente diminuiu a densificação quando são comparadas com a microestrutura dos compactados adicionados de Pb (vistos anteriormente na Figura 4.29d).

d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito

A Tabela 4.5 e as Figuras 4.32, 4.33, 4.34, 4.35, 4.36 apresentam os valores obtidos de densificação dos corpos de prova da liga AA6061 e dos compósitos sinterizados com 5%TiCN e 10%TiCN de reforço à temperatura 600 ºC com relação aos tempos de 15, 30, 45 e 60 min que foram produzidos a partir das pressões de compactação de 400 e 800 MPa.

Para todos os materiais e tempos de sinterização escolhidos como parâmetros de ensaio, a razão e o desvio padrão ficaram abaixo de 0,5% das médias das três medidas realizadas. Isso confirma que as densidades não sofrerão alterações significativas em todos os ensaios realizados.

Analisando os dados da Tabela 4.5 e a Figura 4.32 podem-se ver as diferentes curvas de densificação obtidas da liga AA6061 e dos compósitos sinterizados com teores de reforço de 5% e 10%TiCN. Nota-se, que a densificação dos materiais sinterizados são apresentados com valores negativos e positivos. As curvas de densificação que apresentam valores negativos mostram de que os corpos de prova sofreram uma dilatação após da sinterização. Enquanto que, os valores positivos obtidos mostram a contração dos compactados sinterizados, produto do efeito da temperatura de sinterização ou do esforço da pressão de compactação.

Também, pode-se ver que os valores obtidos de densificação destes materiais compósitos reforçados com 5%TiCN e 10%TiCN são muito maiores quando foram produzidos à pressão de 800 MPa do que uma pressão menor de 400 MPa independente dos tempos de sinterização.

Tabela 4.5 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos diversos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão de compactação (MPa)	Tempo de sinterização (min)	Densificação	Desvio padrão
AA6061	400	15	-1,98	0,169
		30	-1,70	0,145
		45	-2,03	0,130
		60	-2,00	0,191
AA6061+5%TiCN	400	15	-0,31	0,085
		30	-0,30	0,158
		45	-0,16	0,103
		60	-0,16	0,121
AA6061+10%TiCN	400	15	-0,22	0,134
		30	-0,16	0,091
		45	-0,13	0,046
		60	-0,16	0,034
AA6061	800	15	-0,73	0,158
		30	-0,63	0,166
		45	-0,61	0,110
		60	-0,77	0,084
AA6061+5%TiCN	800	15	0,60	0,151
		30	0,61	0,084
		45	0,61	0,117
		60	0,63	0,149
AA6061+10%TiCN	800	15	0,69	0,046
		30	0,66	0,044
		45	0,70	0,070
		60	0,71	0,109

Para efeitos de comparação da eficiência de ativação dos reforços cerâmicos nos sinterizados foram analisadas entre as duas pressões de fabricação de 400 e 800 MPa. Pode-se ver grande capacidade de ativação de sinterização que mostraram os reforços cerâmicos com teores de 5% e 10%TiCN quando adicionados na matriz de alumínio. Para uma pressão de 400 MPa, estes reforços adicionados ajudaram a elevar a densificação dos corpos de prova aproximadamente entre 6 e 9 vezes com o aumento do tempo de sinterização de 30 min, estes valores estão bem próximos de zero quando são comparados com a densificação da liga AA6061.

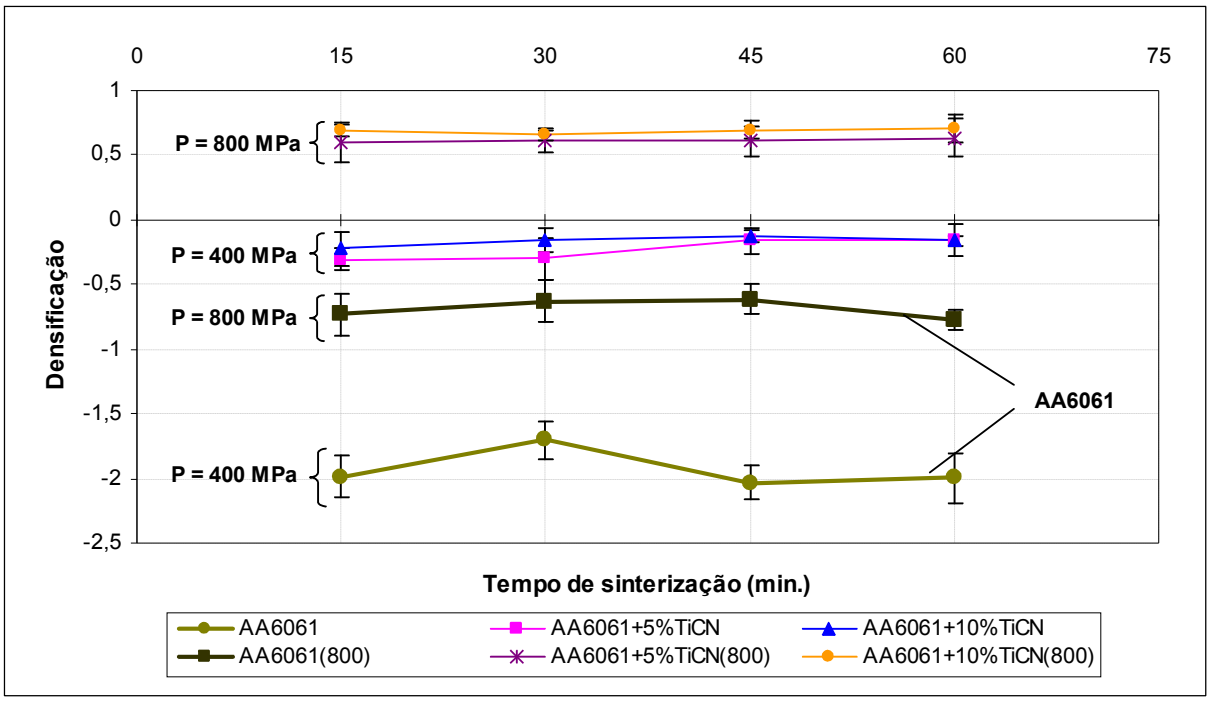
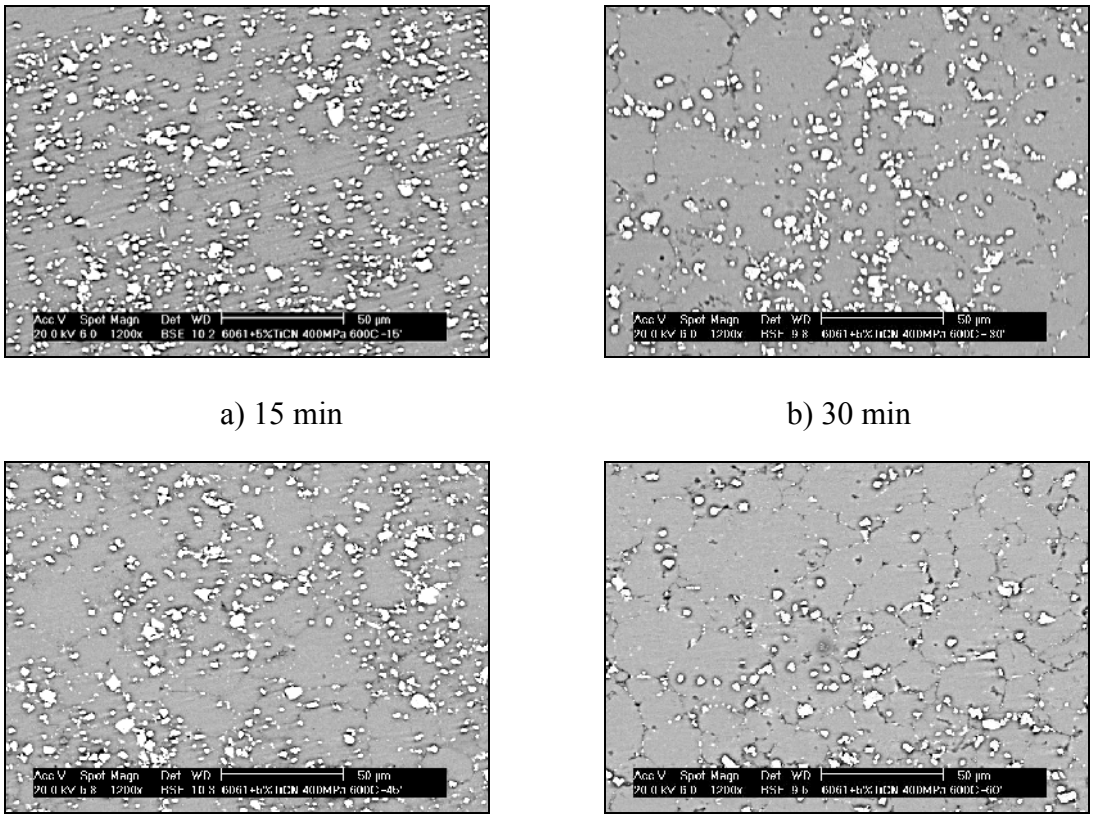


Figura 4.32 Densificação dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Por outro lado, para a pressão de 800 MPa, pode-se ver que a adição dos reforços à liga AA6061, tiveram um efeito diferente com relação aos compactados sinterizados, os reforços promoveram nos compactados a contração, isso permitiu o aumento nos valores de densificação (valores positivos) para ambos teores de reforço de 5% e 10% TiCN quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061 em todos os tempos de sinterização.

As Figuras 4.33 e 4.34 apresentam imagens das diversas microestruturas obtidas dos compósitos obtidos com 5%TiCN de reforço quando foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados à temperatura 600 ºC.

Nota-se, que a elevação de pressão de 400 MPa para 800 MPa na produção dos compósitos com 5%TiCN contribuiu na evolução microestrutural dos compactados sinterizados (Figura 4.34) sendo estas mais compactas e refinadas.



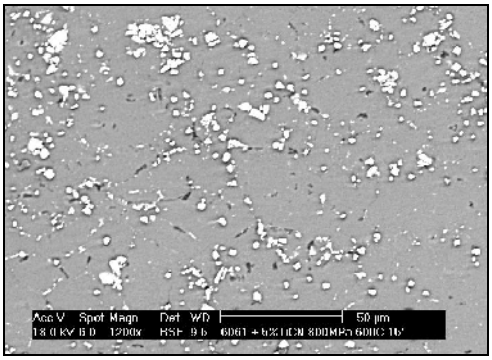
a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

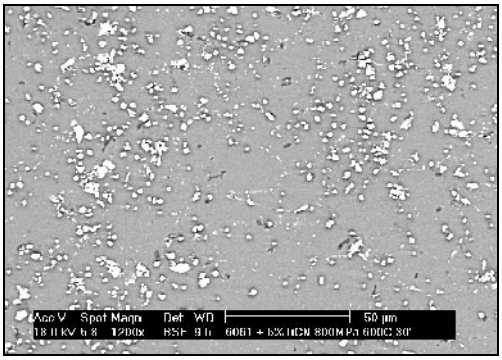
Figura 4.33 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+5%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Por outro lado, para as pressões de 400 e 800 MPa (Figuras 4.33 e 4.34) as microestruturas obtidas dos compósitos com 5%TiCN de reforço são comparadas com as microestruturas dos compactados obtidos da liga AA6061 (Figuras 4.26 e 4.27 vistos anteriormente) observou-se uma grande evolução nas microestruturas obtidas destes compósitos para as duas pressões citadas. A adição de 5% TiCN à matriz do alumínio modificou a microestrutura dos corpos de prova, os reforços se encontram bem distribuídos e aderidos no contorno das partículas de alumínio, são identificadas como pequenas áreas brilhantes de cor branca. A matriz do alumínio é representada pelas áreas de cor cinzenta e a presença dos poros de geometrias arredondadas e irregulares aparece como pequenas áreas escuras. Além disso, podem-se observar a presença da fase líquida dentro das partículas de alumínio como pontos de cor branca. Também, são

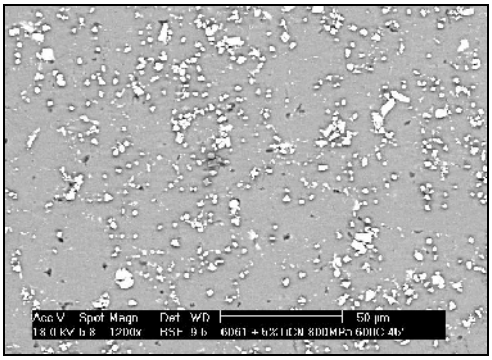
observadas nas microestruturas destes compósitos com 5%TiCN de reforço uma boa melhora na sinterização com os tempos de sinterização entre 30 e 45 min (Figura 4.34b e c), principalmente nos compósitos produzidos a 800 MPa, estes mostram microestruturas mais homogêneas e compactas com uma presença mínima de poros escuros do que as microestruturas obtidas a uma pressão menor de 400 MPa (Figuras 4.33 b e c).



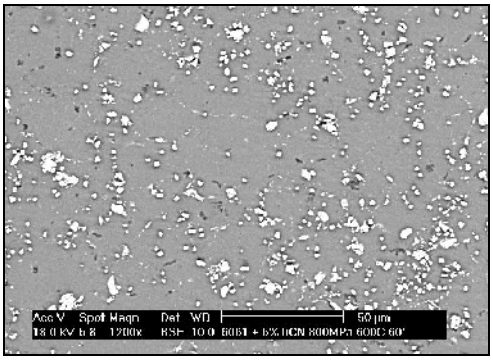
a) 15 min



b) 30 min



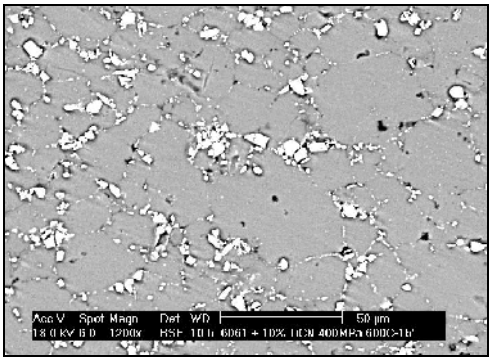
c) 45 min



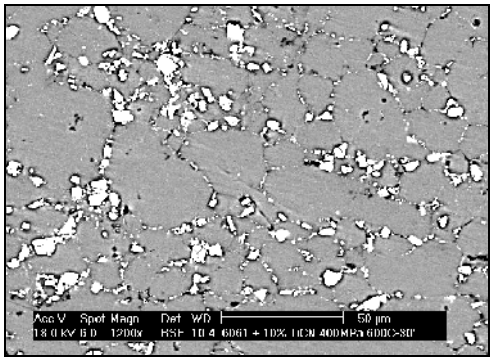
d) 60 min

Figura 4.34 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+5%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

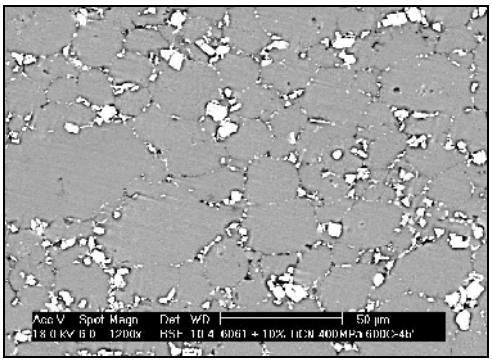
As Figuras 4.35 e 4.36 mostram as diversas microestruturas obtidas dos compósitos produzidos com 10%TiCN de reforço que foram obtidos as pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados à temperatura 600ºC.



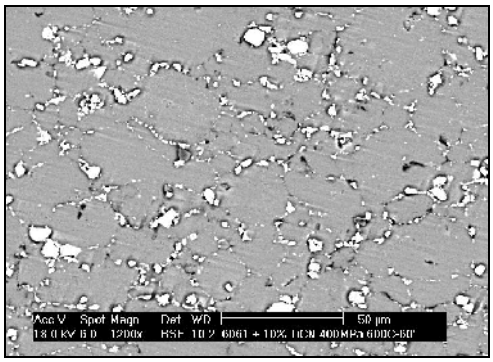
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min

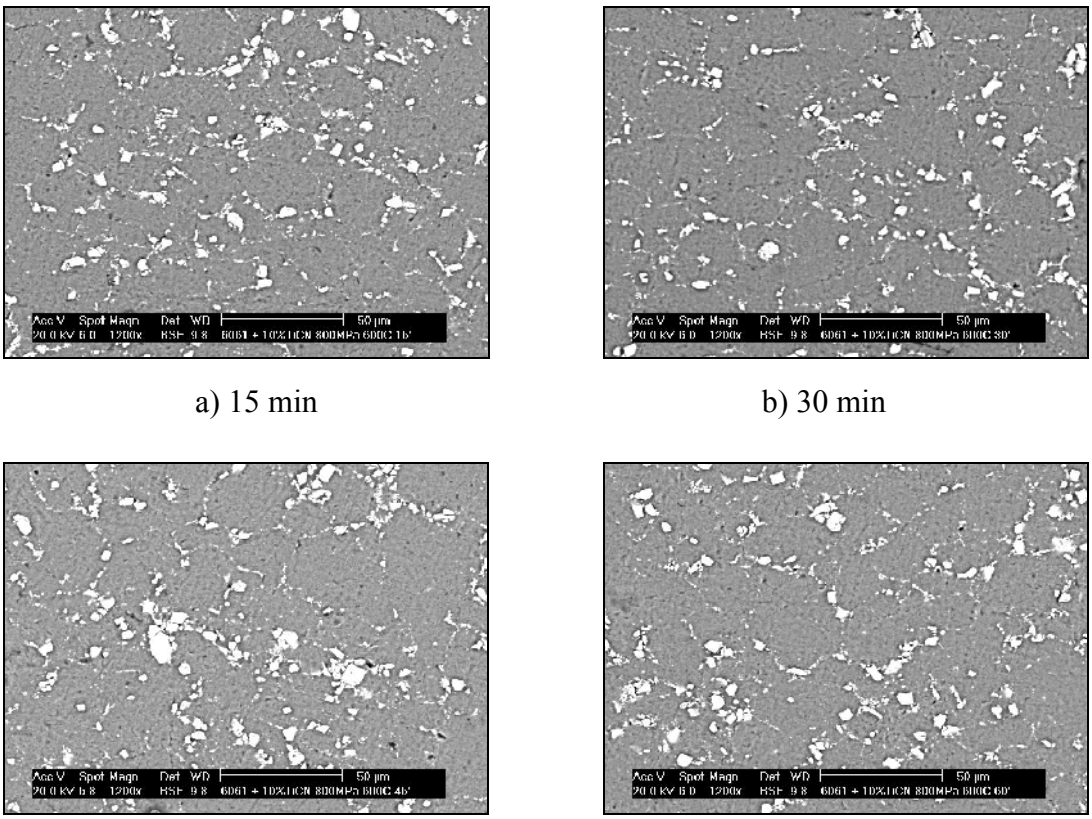


d) 60 min

Figura 4.35 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+10%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Analisando, a pressão de 800 MPa (Figura 4.36) das microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN independente dos tempos de sinterizados dos compósitos compactados de 400 MPa (Figura 4.35). Observou-se entre estas duas pressões de compactação, uma grande evolução microestrutural dos compósitos sinterizados. Nota-se, que no primeiro caso, a pressão de 800 MPa, os compósitos apresentam microestruturas mais refinadas e com menor presença de poros, os reforços se encontram bem distribuídos e fortemente aderidos às partículas de alumínio (áreas brancas brilhante). Também são vistos em maior proporção a fase líquida remanescente de Al+Mg_2Si em alguns casos aparecem nas partículas de alumínio, como pequenos pontos ou áreas de cor branca. No segundo caso, para os compósitos produzidos à pressão de 400 MPa. Podem-se observar microestruturas mais homogêneas, com uma relativa

presença de poros arredondados. Também, os reforços se encontram bem distribuídos e em maior quantidade no contorno das partículas de alumínio. A presença da fase líquida de Al+Mg_2Si formada dentro das partículas são mais visualizadas como pequenos pontos de cor branca.



a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

Figura 4.36 Microestrutura dos compósitos reforçados AA6061+10%TiCN com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

Realizando uma comparação entre as microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN (Figura 4.36) com os compósitos reforçados de 5%TiCN (Figura 4.34) que foram obtidos à pressão de 800 MPa e diversos tempos de sinterização. Podem-se observar as diferentes microestruturas obtidas destes dois materiais compósitos. O acréscimo do teor de reforço diminuiu a incidência de poros, além disso, os reforços se encontram bem distribuídos e fortemente aderidos no contorno das partículas de alumínio, mostradas como áreas de cores

brancas e brilhantes, em alguns casos, estes reforços ocupam os espaços vazios interpartículas. Também, as microestruturas mostram a presença da fase líquida de Al+Mg_2Si como pequenos pontos de cor branca dentro das partículas de alumínio. Tudo indica, que a combinação da alta pressão de compactação e a não molhabilidade do TiCN no líquido a temperatura de 600º C provocou a formação da fase líquida formada pelo Al+Mg_2Si; elemento principal endurecedor da liga AA6061e por difusão propagou-se no contorno das partículas de alumínio. Esse mecanismo pode ter ajudado a elevar a densificação dos sinterizados.

Por outro lado, para uma pressão menor de 400 MPa, observou-se que aumentando o teor de reforço de 5%TiCN para 10%TiCN elevou-se a densificação dos compactados com o aumento do tempo de sinterização maiores que 45 min. As Figuras 4.33 e 4.35 vistos anteriormente, mostram as diversas microestruturas obtidas nestes dois compósitos. O aumento do teor de reforço ajudou a ocupar espaços vazios interpartículas, além disso, conseguiu-se minimizar a presença dos poros de tamanhos grandes para menores em varias regiões da matriz do alumínio. Uma pressão menor ou inadequada quando é submetida nos compactados limita a deformação dos óxidos de alumínio, porém neste caso, os reforços contribuíram de forma eficiente a gerar algumas microtrincas e por sua vez ajudados pela não molhabilidade do TiCN promoveu a ativação e difusão da fase líquida de Al+Mg_2Si na propagação nos contornos das partículas de alumínio. Dessa forma, pode-se ter elevado a densificação (próximo da linha de zero) obtendo-se uma boa sinterização dos compósitos à temperatura de 600 ºC.

e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos.

A Tabela 4.6 e as Figura 4.37, 4.38, 4.39, 4.40, 4.41, 4.42, 4.43, 4.44, 4.45 mostram os resultados obtidos de densificação dos compósitos sinterizados com 5% e 10%TiCN e dos compósitos adicionados com os aditivos Pb e Sn sendo eles: AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn, AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e AA6061+10%TiCN+0,1%Sn obtidos à temperatura de 600ºC com relação aos tempo de: 15, 30, 45 e 60 min. que foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa respectivamente.

Para todos os materiais e os tempos de sinterização utilizados como parâmetros de ensaio. O desvio padrão e a razão ficaram abaixo de 0,2% da média das três medidas. Isso confirma que as densidades não sofrerão alterações significativas em todos os ensaios realizados.

Tabela 4.6 Densificação dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforços e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Densificação	Desvio padrão
AA6061+5%TiCN	400	15	-0,31	0,085
		30	-0,30	0,158
		45	-0,16	0,103
		60	-0,16	0,121
AA6061+5%TiCN+0,1%Pb	400	15	-0,24	0,041
		30	-0,36	0,136
		45	-0,29	0,057
		60	-0,14	0,020
AA6061+5%TiCN+0,1%Sn	400	15	-0,47	0,047
		30	-0,49	0,081
		45	-0,43	0,081
		60	-0,17	0,041
AA6061+10%TiCN	400	15	-0,22	0,134
		30	-0,16	0,091
		45	-0,13	0,046
		60	-0,16	0,034
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	400	15	-0,02	0,052
		30	-0,01	0,103
		45	-0,02	0,031
		60	-0,16	0,050
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	400	15	-0,07	0,089
		30	-0,17	0,128
		45	-0,25	0,077
		60	-0,24	0,122
AA6061+5%TiCN	800	15	0,60	0,151
		30	0,61	0,084
		45	0,61	0,117
		60	0,63	0,149
AA6061+5%TiCN+0,1%Pb	800	15	0,63	0,113
		30	0,62	0,125
		45	0,65	0,068
		60	0,67	0,084
AA6061+5%TiCN+0,1%Sn	800	15	0,64	0,051
		30	0,67	0,102
		45	0,77	0,186
		60	0,64	0,084
AA6061+10%TiCN	800	15	0,69	0,046
		30	0,66	0,044
		45	0,70	0,070
		60	0,71	0,109
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	800	15	0,73	0,096
		30	0,80	0,063
		45	0,76	0,091
		60	0,77	0,157
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	800	15	0,72	0,072
		30	0,77	0,109
		45	0,74	0,115
		60	0,72	0,082

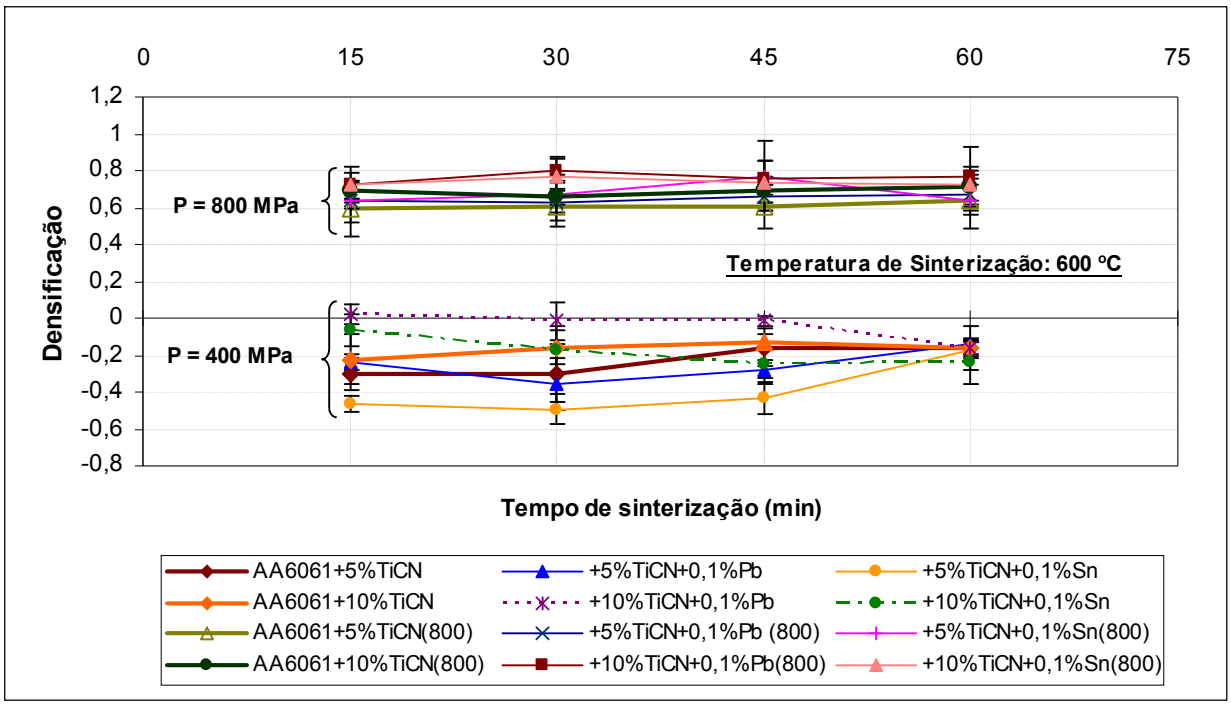


Figura 4.37 Densificação dos compósitos produzidos com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

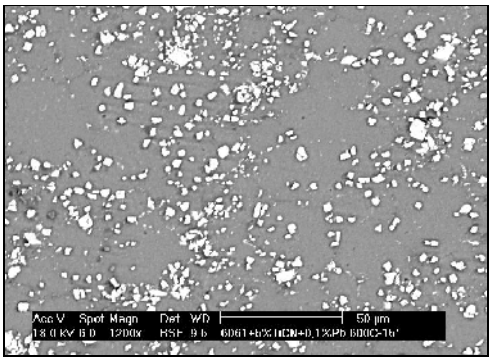
Analisando os dados da Tabela 4.6 e graficamente a Figura 4.37 podem-se ver as diferentes curvas de densificação obtidos destes compósitos reforçados e adicionados com aditivos Pb e Sn. Nota-se que os valores obtidos de densificação destes materiais que foram produzidos as pressões de 800 MPa são muito maiores do que os valores obtidos a uma pressão de 400 MPa.

Analisando as curvas de densificação obtidos dos compósitos reforçados adicionados com os aditivos Pb e Sn, sendo eles; AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn, AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e AA6061+10%TiCN+0,1%Sn que foram obtidos à pressão de 400 MPa. Observou-se, que a adição Pb e Sn ajudaram a aumentar os valores de densificação dos compósitos reforçados de 5%TiCN e 10%TiCN com o tempo de sinterização de 60 min. Entretanto, para tempos menores que 60 min, a adição Pb e Sn não tiveram a mesma eficiência na sinterização dos compactados, estes caíram nos valores de densificação quando são comparados com os compósitos sem adição de aditivos (AA6061+5%TiCN). Além disso, observou-se que os valores de densificação obtidos destes materiais a longo de todas as condições de sinterização, que a adição do Pb nestes compósitos levaram a valores maiores de densificação do que

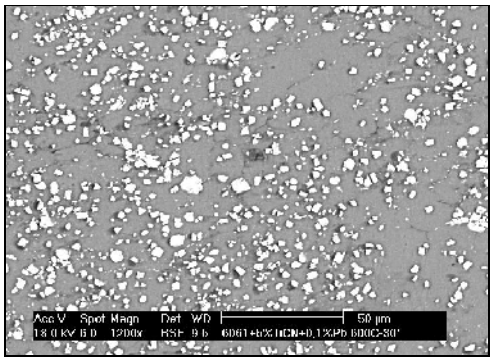
compósitos adicionados com Sn.

A adição de Pb e Sn nos compósitos reforçados com 10%TiCN aumentaram os valores de densificação com o tempo de sinterização de 30 min, com exceção dos compósitos adicionados com Sn. Estes caíram rapidamente no seus valores de densificação com a elevação do tempo de sinterização quando são comparados com os valores obtidos dos compósitos adicionados com Pb. Além disso, a adição do aditivo Pb nos compósitos reforçados com 10%TiCN mostraram uma maior eficiência na densificação do que os compósitos adicionados com Sn em todas variações do tempo de sinterização.

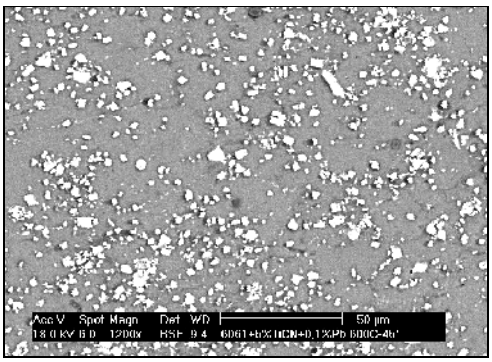
As Figura 4.38 e 4.39 apresentam as microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn com relação aos diversos tempos de sinterização, quando foram produzidos à pressão de 400 MPa e sinterizados à temperatura 600ºC.



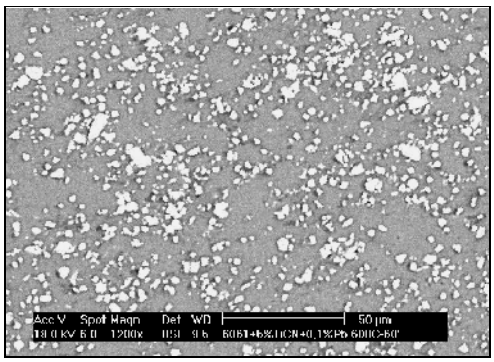
a) 15 min



b) 30 min

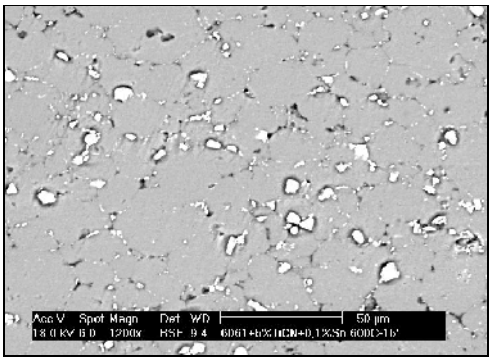


c) 45 min

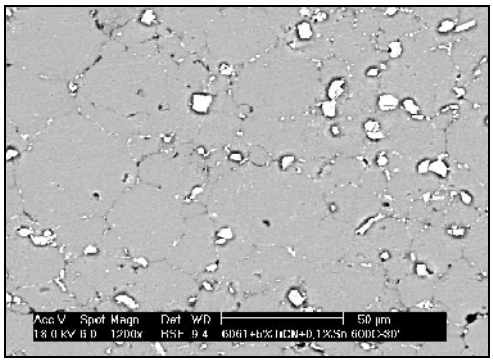


d) 60 min

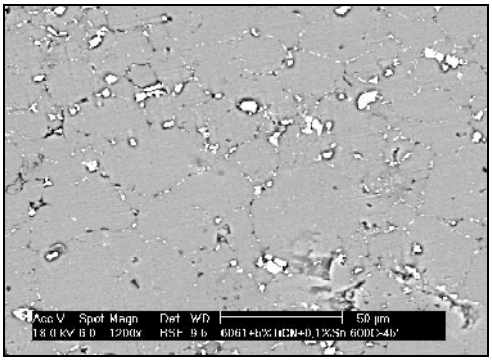
Figura 4.38 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Pb (AA6061+5%TiCN+0,1%Pb)com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.



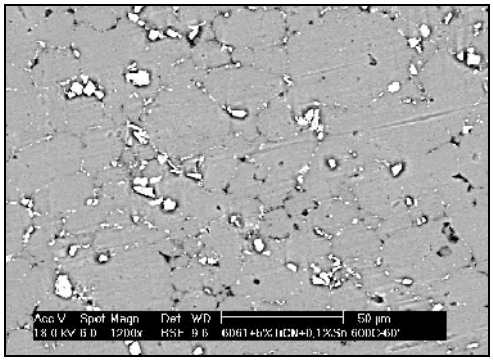
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min



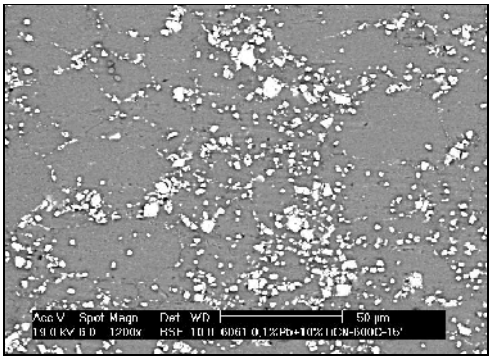
d) 60 min

Figura 4.39 Microestrutura dos compósitos produzidos com 5%TiCN adicionado com Sn (AA6061+5%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

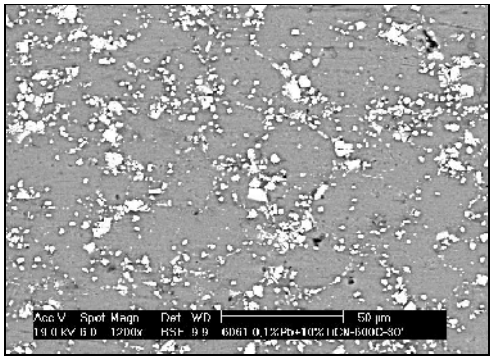
Analisando as Figuras 4.38 e 4.39 e comparando a diferença de microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn obtidos à pressão de 400 MPa. Podem-se ver nas microestruturas obtidas dos compósitos adicionados com 0,1%Pb uma maior homogeneidade e distribuição dos reforços (áreas de cor brancas e brilhantes) no contorno das partículas do alumínio, representado pela área de cor cinzenta, com presença mínima de poros em varias regiões da matriz. A variação de tempos de sinterização não alterou as microestruturas destes compósitos. Enquanto, que para os compósitos adicionados com 0,1%Sn, observou-se a pouca presença dos reforços na matriz do alumínio, áreas de cor brancas e brilhantes. Além disso, estes não se encontram bem aderidas às partículas do alumínio. A

presença de poros arredondadas e outras irregulares mostradas como áreas escuras aumentaram em muitas regiões da matriz, podendo aumentar ainda mais os poros com o tempo de sinterização de 60 min.

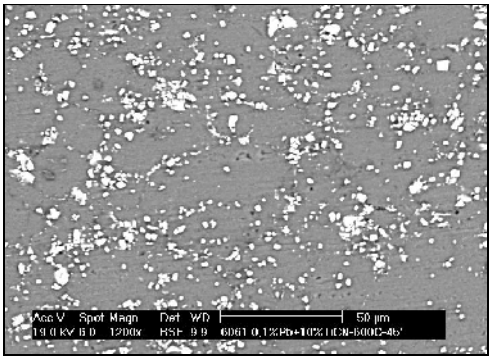
As Figura 4.40 e 4.41 apresentam as microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização, quando foram produzidos à pressão de 400 MPa e sinterizados a temperatura de 600 ºC.



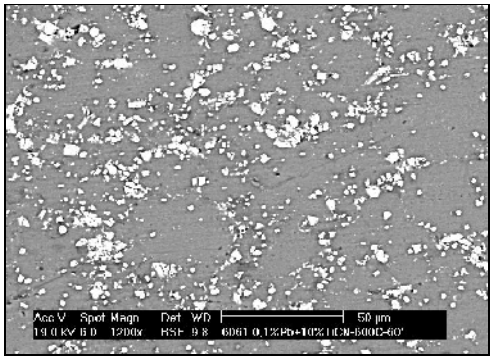
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min

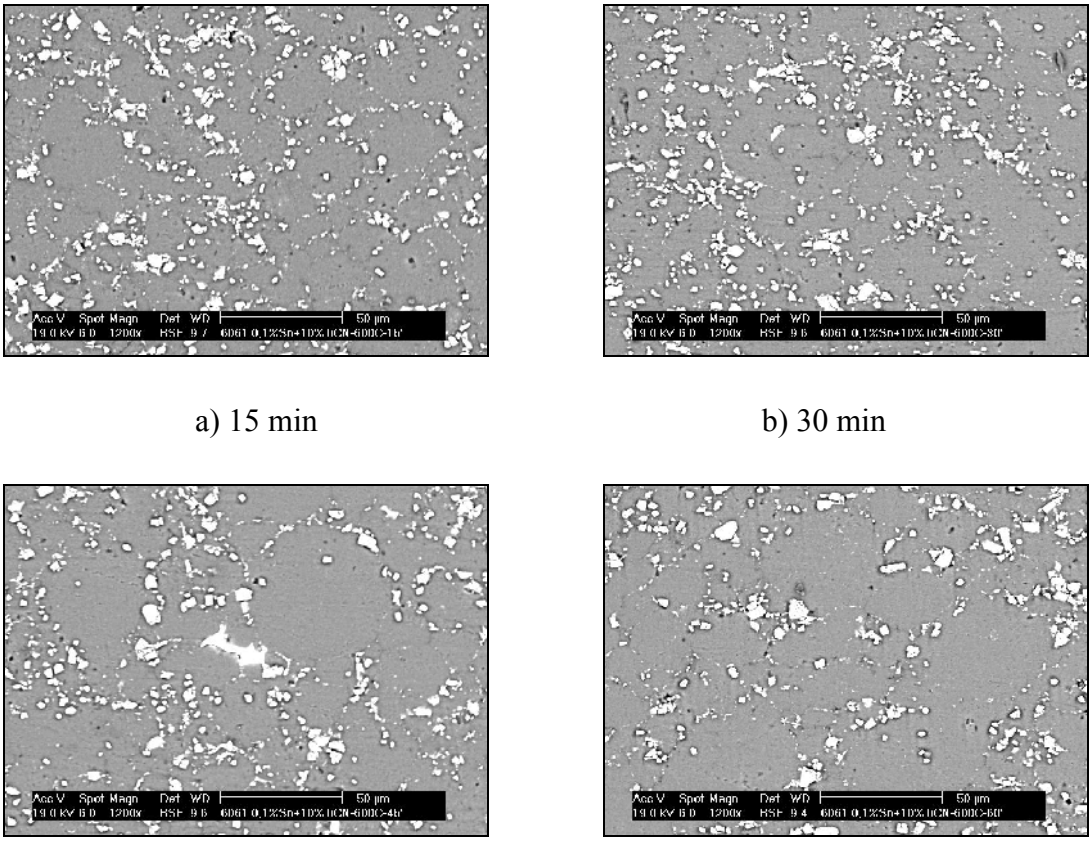


d) 60 min

Figura 4.40 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Pb (AA6061+10%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Fazendo uma comparação das diferentes microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn obtidos à pressão de 400MPa (Figuras 4.40 e

4.41). Elas apresentaram uma microestrutura mais homogênea com uma quantidade mínima de poros arredondados, que vão diminuindo com o aumento do tempo de sinterização de 45 min. Os reforços adicionados (maior quantidade de áreas brancas brilhantes) se encontram bem distribuídos e fortemente aderidos às partículas de alumínio e em diversas regiões da matriz. Além disso, mostram uma pequena formação de fase líquida nas partículas do alumínio como pequenos pontos de cores brancas.



a) 15 min b) 30 min

c) 45 min d) 60 min

Figura 4.41 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Sn (AA6061+10%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Por outro lado, comparando as microestruturas obtidas das Figuras 4.40 e 4.38 (vistos anteriormente) dos compósitos reforçados com 10%TiCN e 5%TiCN adicionados com 0,1%Pb obtidos à pressão de 400 MPa. Pode-se ver, que a adição do Pb, em ambos os materiais

compósitos obtidos não foram afetados de forma significativa. As microestruturas obtidas destes compósitos são muito semelhantes, elas mostram uma tendência mínima de poros.

De igual forma, analisando e comparando as Figuras 4.41 e 4.39 dos compósitos reforçados com 10%TiCN e 5%TiCN adicionados com 0,1%Sn obtidos à pressão de 400 MPa. Podem-se ver, que a adição do Sn ajudou a diminuir a incidência de poros obtendo-se microestruturas mais homogêneas, principalmente nos compósitos produzidos com 10%TiCN do que os compósitos contendo 5%TiCN. Nota-se, a diferença de microestruturas obtidas entre as Figuras 4.41d e 4.39d, de como o aumento do tempo de 45 min, ajudou a diminuir a incidência de poros, para se obter uma microestrutura mais homogênea e com uma maior presença de fase líquida de Al+Mg_2Si nas partículas de alumínio.

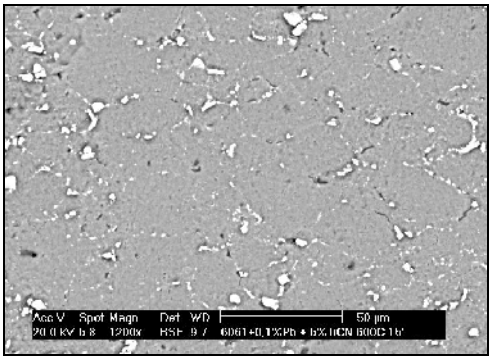
Observando de novo a Figura 4.37 e analisando os valores obtidos de densificação dos compósitos reforçados com 5%TiCN e 10%TiCN adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn que foram obtidos as pressões de 800 MPa. Pode-se ver que os aditivos Pb e Sn contribuíram no aumento da densificação dos sinterizados em ambos compósitos com a elevação do tempo de sinterização maiores que 30 min. Assim mesmo, quando são comparadas a influência dos aditivos Pb e Sn adicionados nestes dois materiais compósitos, observou-se, que os valores obtidos de densificação dos compósitos adicionados com Pb foram relativamente maiores do que os compositos adicionados com Sn em todos os diversos tempos de sinterização.

As Figuras 4.42 e 4.43 apresentam as microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn com relação aos diversos tempos de sinterização, quando foram obtidos à pressão de 800 MPa e sinterizados à temperatura de 600 ºC.

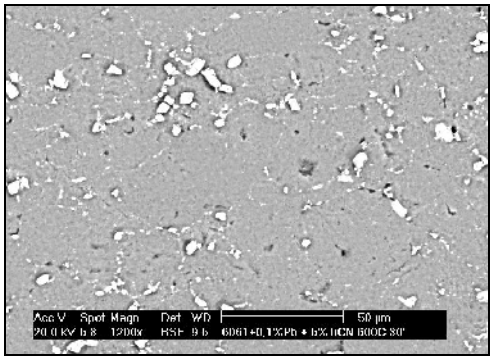
Fazendo-se uma comparação das microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionados com aditivos 0,1%Pb e 1%Sn (Figuras 4.42 e 4.43). Pode-se ver que a adição de Pb e Sn diminuíram a incidência de poros em todas as microestruturas obtidas. Além disso, estes compósitos apresentam uma microestrutura mais homogênea, a presença dos reforços mostrando as áreas de cores brancas se encontra bem distribuídos em toda a matriz do alumínio.

Por outro lado, quando as microestruturas obtidas destes mesmos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionados com Pb e Sn obtidos à pressão de 800 MPa são comparados com a pressão mais baixa de 400 MPa (vistos anteriormente nas Figuras 4.38 e 4.39). Podem-se ver uma evolução das microestruturas obtidas nos compósitos adicionados com Sn, elas apresentam uma ampla diminuição de poros e com uma estrutura mais homogênea. Além disso, a presença do

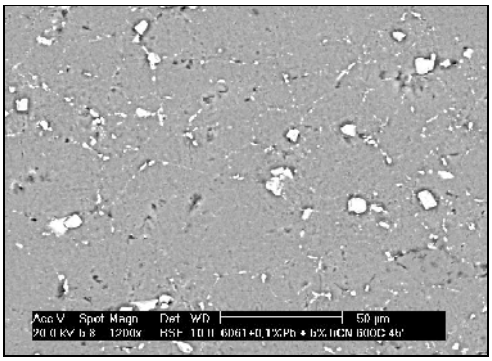
resultado da fase líquida Al+Mg_2Si nas partículas de alumínio são mais visíveis como pequenos pontos de cores brancas. Com exceção dos compósitos adicionados de Pb, estes materiais apresentaram certa semelhança em todas suas microestruturas obtidas; diminuição de poros estrutura mais homogênea e presença maior de reforços na matriz do alumínio.



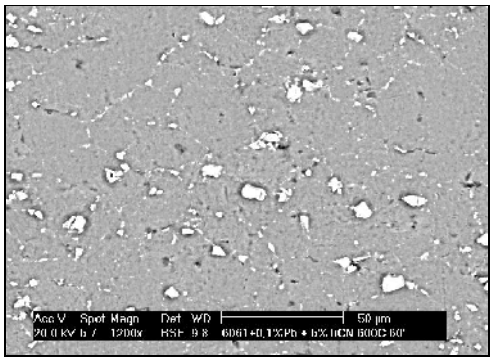
a) 15 min



b) 30 min



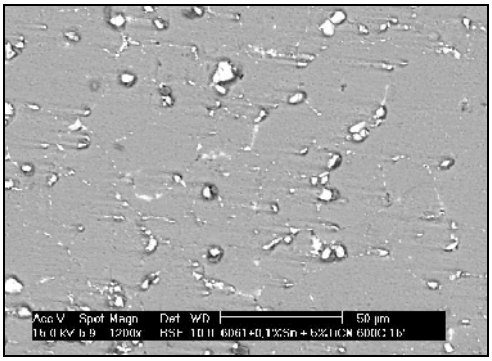
c) 45 min



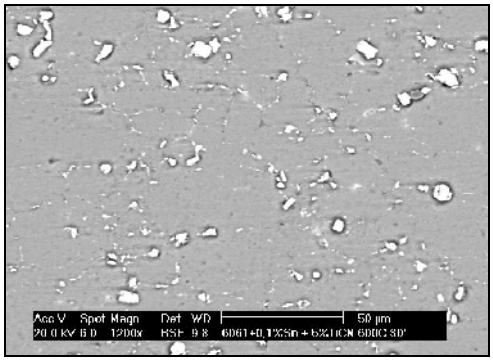
d) 60 min

Figura 4.42 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Pb (AA6061+5%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

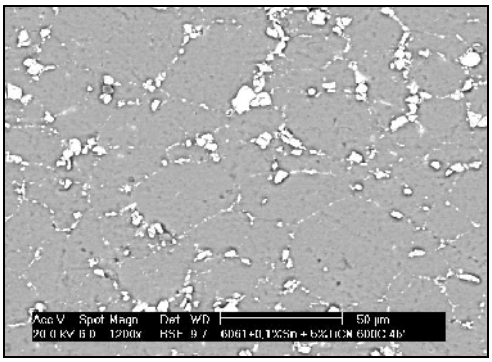
As Figuras 4.44 e 4.45 apresentam as microestruturas obtidas dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn com relação aos diversos tempos de sinterização, quando foram produzidos à pressão de 800 MPa e sinterizados à temperatura de 600 ºC.



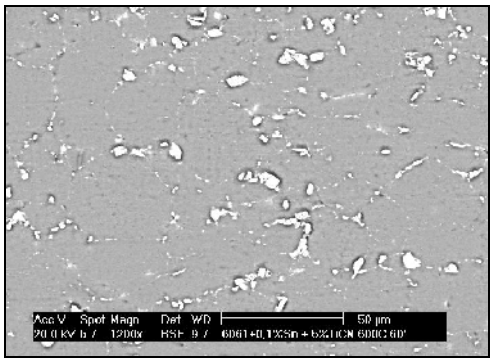
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min



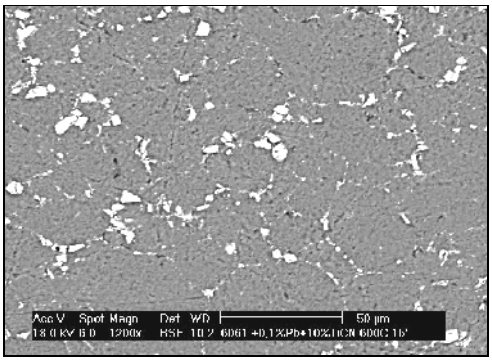
d) 60 min

Figura 4.43 Microestrutura dos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionado com Sn (AA6061+5%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

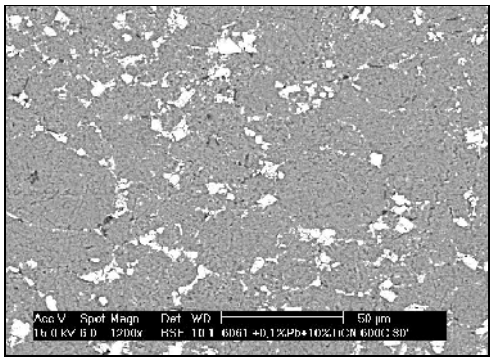
Pode-se ver que a adição de Pb e Sn, em ambos compósitos para uma mesma pressão de 800 MPa, estes ajudaram eficientemente a melhorar a densificação dos compactados obtendo-se uma microestrutura mais fina e homogênea com pouquíssima presença de poros. Além de apresentar a fase líquida de Al+Mg_2Si em muitas regiões da matriz do alumínio.

Por outro lado, quando são comparados as microestruturas obtidas destes mesmos compósitos adicionados com aditivos Pb e Sn com os compactados obtidos a uma pressão menor de 400 MPa (vistas nas Figuras 4.40 e 4.41). Observou-se uma grande evolução das microestruturas obtidas destes materiais compósitos. Sendo estas mais homogêneas e refinadas na

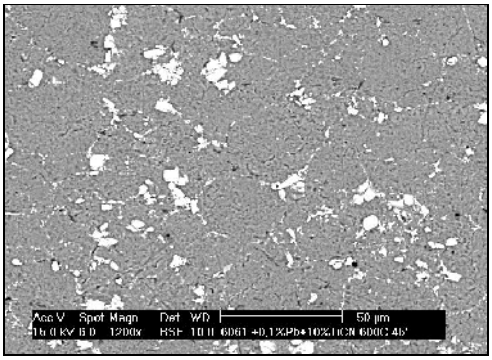
sua estrutura, com presença maior de fase liquida nas partículas do alumínio.



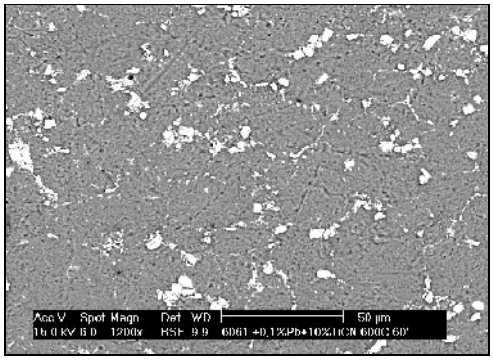
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min



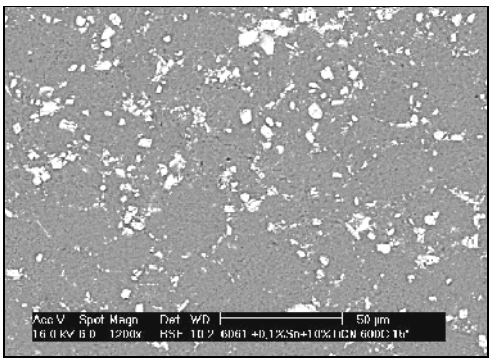
d) 60 min

Figura 4.44 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Pb (AA6061+10%TiCN+0,1%Pb) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

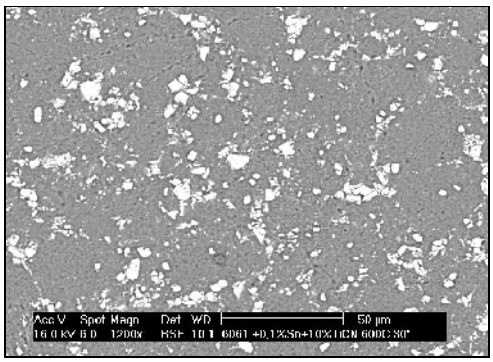
4.5.2 Variação dimensional

Mediante a análise dimensional dos compactos sinterizados é possível avaliar a variação de suas dimensões e volume como produto final tenha sofrido após a sinterização. Isto é afetados pelas variáveis do processo, tais como a temperatura, a pressão, o tempo, etc. A densidade a verde é um parâmetro de grande importância que pode afetar a variação dimensional de um material compactado após a sinterização. Assim por exemplo, para um mesmo material em pó, uma baixa densidade a verde poderá afetar fortemente a contração diminuindo as dimensões

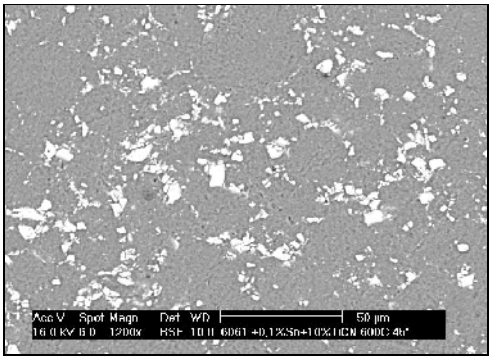
finais do compactado.



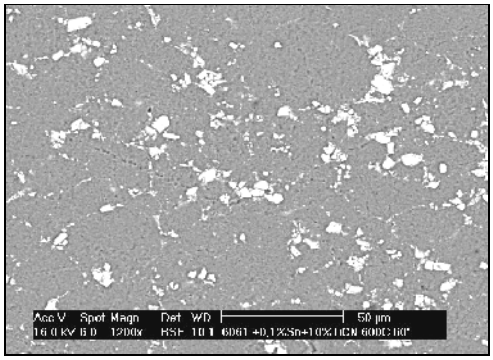
a) 15 min



b) 30 min



c) 45 min



d) 60 min

Figura 4.45 Microestrutura dos compósitos reforçados com 10%TiCN adicionado com Sn (AA6061+10%TiCN+0,1%Sn) com relação aos tempos de sinterização obtidos à pressão de 800 MPa.

a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

A Tabela 4.7 e a Figura 4.46 mostram os resultados obtidos da variação longitudinal dos compactados sinterizados da liga AA6061 e com adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação às temperaturas de 590 até 620 ºC com intervalos de 10 ºC e tempo de 30 min. Os corpos de prova foram compactados uniaxialmente à pressão de 400 MPa.

Para todos os materiais analisados e valores obtidos de variação longitudinal, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% das médias das três medidas. Isso confirma e justifica que os sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Tabela 4.7 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Material	Temperatura (ºC)	Variação longitudinal (%mm)	Desvio padrão (%mm)
AA6061	590	2,63	0,018
	600	2,54	0,037
	610	3,16	0,019
	620	3,43	0,037
AA6061+0,1%Pb	590	2,41	0,048
	600	2,21	0,019
	610	2,88	0,049
	620	3,05	0,066
AA6061+0,1%Sn	590	2,58	0,048
	600	2,45	0,081
	610	3,15	0,032
	620	3,36	0,019

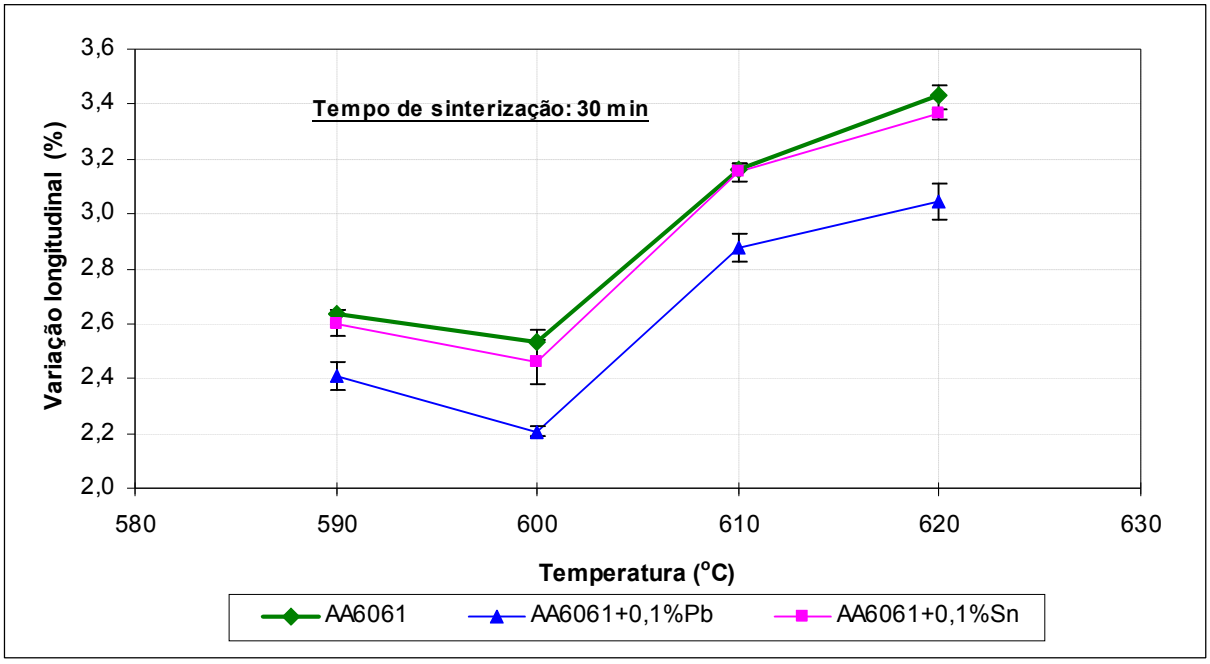


Figura 4.46 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Analisando os valores da Tabela 4.7 e graficamente a Figura 4.46 pode-se observar o comportamento da variação longitudinal da liga AA6061e com aditivos de 0,1%Pb e 0,1%Sn

com relação as diferentes temperaturas de sinterização. Estes materiais apresentaram resultados altamente positivos na variação longitudinal acima de 2,0%. Isso demonstra que os corpos de prova foram afetados pela forte dilatação de suas medidas originais com a elevação da temperatura de sinterização.

A adição de Pb e Sn quando são comparados com a liga AA6061, pode-se ver que estes aditivos tiveram um comportamento razoável na variação longitudinal, principalmente nos compactados com 0,1%Pb conseguiu-se relativamente diminuir a dilatação dos corpos de prova mais do que os compactos contendo 0,1%Sn em todos os parâmetros de temperatura. A redução mais significativa da variação longitudinal destes materiais foram encontrados à temperatura 600 ºC.

Um fato importante que deve ser levado em conta é que a variação dimensional de um compactado está intimamente relacionada com a densidade a verde. De maneira geral, a capacidade de contração de um compactado é inversamente proporcional à densidade a verde. Assim por exemplo, elevando a densidade a verde de um material pode-se aumentar a densidade do sinterizado.

Provavelmente, uma baixa pressão de compactação, isto é menor densidade a verde tenha influenciado na obtenção de elevadas variações dimensionais dos compactados. A Figura 4.22 vistos anteriormente, mostra claramente a eficiência de compactação dos compactados a verde com relação as diversas temperaturas de sinterização, estes atingiram valores entre 80 e 83% de densidade relativa. Os corpos de prova durante seu aquecimento e sinterização devido a sua baixa densidade obtida, estes contribuíram na densificação dos sinterizados para se obter elevadas variações longitudinais de suas dimensões finais.

Assim mesmo, a Figura 4.25 mostra os valores de densificação obtida dos sinterizados à temperatura 600 ºC e tempo de 30 min, observou-se que os compactados atingiram valores muito negativos na densificação, isso tem contribuído para se obter compactados mal sinterizados e com uma elevada dilatação de suas medidas finais.

b) Análise da quantidade de aditivos na liga AA6061

A Tabela 4.8 e a Figura 4.47 mostram os resultados obtidos da variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compactados adicionados com diferentes teores de aditivos Pb

e Sn, sendo eles: 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,2%Pb, 0,4%Pb, 0,1%Sn, 0,15%Sn, 0,2%Sn e 0,4%Sn que foram produzidas à pressão de 400 MPa e sinterizados às temperaturas de 590, 600 e 610 ºC.

Tabela 4.8 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Material	Temperatura (ºC)	Variação longitudinal (%mm)	Desvio padrão (%mm)
AA6061	590	2,63	0,018
	600	2,54	0,037
	610	3,16	0,019
AA6061+0,1%Pb	590	2,41	0,048
	600	2,21	0,019
	610	2,88	0,049
AA6061+0,15%Pb	590	2,82	0,018
	600	2,56	0,037
	610	3,35	0,066
AA6061+0,2%Pb	590	2,88	0,049
	600	2,87	0,032
	610	3,23	0,081
AA6061+0,4%Pb	590	3,08	0,049
	600	2,96	0,031
	610	3,72	0,065
AA6061+0,1%Sn	590	2,58	0,048
	600	2,45	0,081
	610	3,15	0,032
AA6061+0,15%Sn	590	3,07	0,049
	600	2,66	0,018
	610	3,50	0,056
AA6061+0,2%Sn	590	3,26	0,067
	600	2,91	0,036
	610	3,39	0,067
AA6061+0,4%Sn	590	3,35	0,037
	600	3,21	0,049
	610	3,83	0,067

Para todos os materiais utilizados e os valores obtidos de variação longitudinal dos compactados, o desvio padrão ficou abaixo de 0,20% da média das três medidas realizadas. Isso confirma e justifica que os compactos sinterizados tiveram pouca variação nos resultados apresentados.

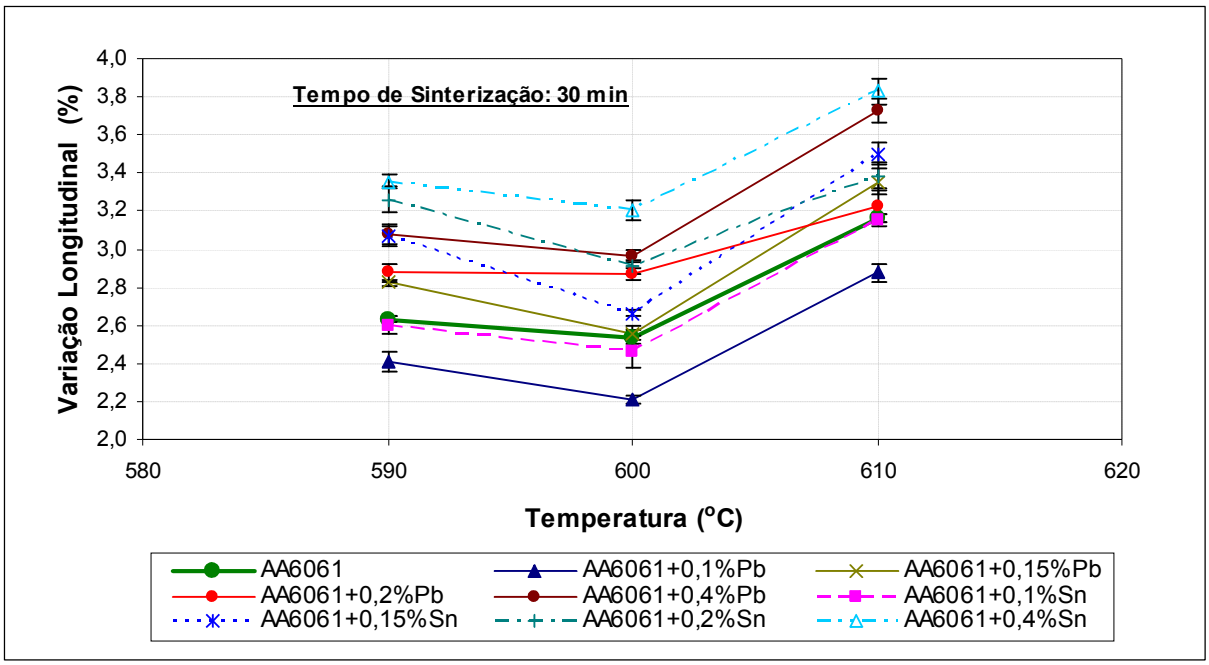


Figura 4.47 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Analisando os dados da Tabela 4.8 e graficamente a Figura 4.47, pode-se ver as diferentes curvas de variação longitudinal obtidas destes materiais. Elas mostram valores positivos acima de 2,0% com relação às diversas temperaturas de sinterização. Esses valores demonstram que todos os corpos de prova sofreram uma forte dilatação de suas medidas originais após a sinterização. A adição dos diferentes teores de Pb à liga AA6061 mostraram uma boa melhora e eficiência na redução da variação longitudinal dos compactados, principalmente à temperatura de 600 ºC quando são comparados com os valores obtidos dos compactados adicionados de Sn em todas as condições analisadas. Acima desta temperatura, os compactados mostraram uma elevadíssima variação longitudinal de suas dimensões finais.

A adição de 0,1%Pb à liga AA6061 com o aumento da temperatura de 600 ºC promoveram nos compactados sinterizados uma boa diminuição na variação longitudinal, conseguiu-se reduzir em 15% de seus valores obtidos quando são comparados com a liga AA6061. Entretanto, o acréscimo do teor de aditivos acima de 0,15%Pb ou mais mostraram ser ineficientes na

diminuição da variação longitudinal dos compactados sinterizados.

De igual forma, a adição de 0,1%Sn à liga AA6061 com o aumento da temperatura afetou na diminuição da variação longitudinal. Porém, sendo estes menores do que os compactados adicionados com 0,1%Pb. Também, a adição de Sn acima de 0,15%Sn ou mais, tiveram o mesmo efeito que o aditivo de Pb, pois este não ajudou a diminuir a variação longitudinal dos corpos de prova e tiveram um comportamento inferior do que os aditivos adicionados com Pb em todas as condições de sinterização.

Resumindo, mediante a análise dos resultados obtidos destes materiais adicionados com diferentes teores Pb e Sn, conseguiu-se estabelecer, que a melhor condição de adição de aditivos fossem de 0,1%Pb e 0,1%Sn, devido a que estes aditivos tiveram um bom comportamento de ativação de sinterização à temperatura de 600 ºC mesmo que os valores de suas variações longitudinais apresentadas mostraram uma tendência elevada de dilatação. Cabe indicar, que acima destes teores de aditivos Pb e Sn prejudicariam seriamente o acabamento final e as dimensões dos compactados sinterizados.

Tudo indica, que a pouca pressão de compactação submetida na produção dos corpos de prova foi um fator determinante para obtenção de compactados com baixas densidades a verde. Para estes mesmos materiais com diferentes teores de Pb e Sn (vistos anteriormente na Figura 4.19), mostra a diferença obtida de valores de resistência a verde dos compactados as pressões de 400 e 800 MPa. Observou-se, que elevando a pressão até 800 MPa obtiverem-se compactados com resistência a verde acima de 55% a mais do que os valores obtidos para uma pressão de 400 MPa.

A pouca resistência a verde destes materiais mostraram claramente a pouca densidade relativa a verde que tiveram antes do processo de sinterização, a qual afetou a densificação dos sinterizados obtendo-se uma densidade relativa menor que 80% (Figura 4.26, vistos anteriormente) conseqüentemente, obtiveram-se compactados mal sinterizados com elevadas variações dimensionais no seu acabamento final.

c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

Os dados da Tabela 4.9 e as curvas da Figura 4.48 apresentam os resultados das variações

longitudinais obtidas dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos de 0,1%Pb e 0,1%Sn obtidos as pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados a temperatura de 600 ºC com relação aos tempos de 15, 30, 45 e 60 min. respectivamente.

Tabela 4.9 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão de compactação (MPa)	Tempo de sinterização (min)	Variação longitudinal (%mm)	Desvio padrão (%mm)
AA6061	400	15	2,56	0,049
		30	2,54	0,037
		45	2,76	0,049
		60	2,89	0,049
AA6061 + 0,1%Pb	400	15	2,12	0,037
		30	2,21	0,019
		45	2,60	0,018
		60	2,67	0,055
AA6061 + 0,1%Sn	400	15	2,34	0,067
		30	2,46	0,081
		45	2,72	0,037
		60	2,81	0,049
AA6061	800	15	0,70	0,032
		30	0,42	0,018
		45	0,32	0,032
		60	0,58	0,018
AA6061 + 0,1%Pb	800	15	0,81	0,037
		30	0,36	0,049
		45	0,27	0,037
		60	0,55	0,049
AA6061 + 0,1%Sn	800	15	1,01	0,049
		30	0,39	0,049
		45	0,35	0,055
		60	0,67	0,055

Para todos os materiais e os tempos utilizados como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% das médias das três medições realizadas. Isso confirma que os compactados sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos nas três medições efetuadas.

Analisando os dados da Tabela 4.9 e graficamente na Figura 4.48, podem-se observar as

diferentes curvas obtidas da variação longitudinal da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação aos diferentes tempos de sinterização. Nota-se a grande diferença de valores obtidos da variação longitudinal dos compactados que foram produzidas as pressões de 800 MPa são muito menores do que as obtidas a pressão de 400 MPa.

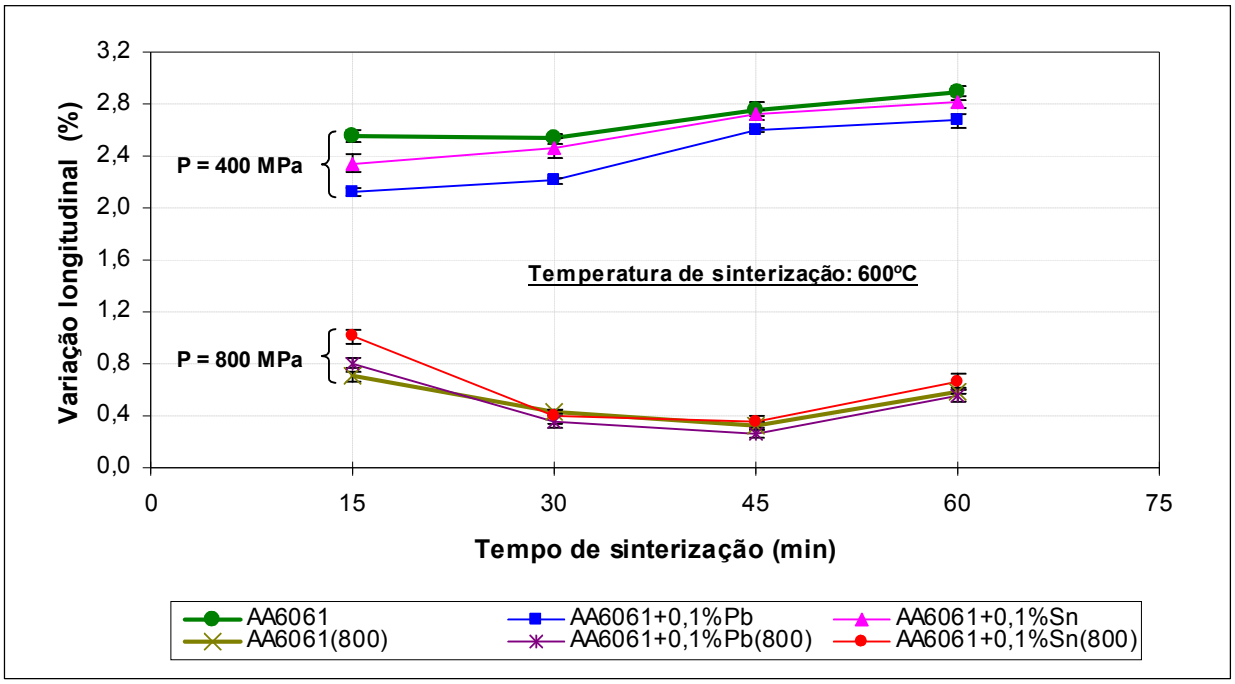


Figura 4.48 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Fazendo-se uma comparação de variação longitudinal obtida dos compactados que foram produzidas às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados à temperatura 600ºC com relação aos diferentes tempos de sinterização, constatou-se que para uma pressão de 400 MPa, a adição de 0,1%Pb mostrou uma maior diminuição da variação longitudinal dos compactados chegando a diminuir em 15% após a sinterização. Enquanto que, a adição do Sn foi um pouco menor do que os compactados adicionados com 0,1%Pb, estes diminuíram aproximadamente em 5% de suas variações longitudinais. Em ambas as condições, para um tempo de sinterização de 30 min. Acima deste tempo ou mais, os compactados se tornaram sensíveis aumentaram em seus valores de dimensões finais após a sinterização, quando estes materiais são comparados com os valores

obtidos da liga AA6061.

Assim mesmo, para uma pressão de 800 MPa, a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn contribuíram nos sinterizados diminuindo a variação longitudinal. Com exceção dos compactos adicionados com Sn, pois estes tiveram um comportamento menor do que os corpos de prova adicionados com Pb. Os resultados obtidos mostraram que aumentando o tempo de sinterização de 30 a 45 min chegou-se a diminuir os valores de variação longitudinal abaixo de 0,40%mm. Porém, tempos menores ou maiores que os citados prejudicaram a variação longitudinal dos compactados sinterizados quando são comparados estes materiais com os valores obtidos da liga AA6061.

Esse efeito da diminuição da variação longitudinal dos compactados com relação à elevação de pressão de compactação está intimamente relacionado com a densidade a verde. A Figura 4.15 (vista anteriormente) mostraram claramente a densidade relativa obtida dos sinterizados da liga AA6061 adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação à pressão de compactação. Pode-se ver que aumentando a pressão de compactação de 400 para 800 MPa chegou-se a elevar em 5% o valor da densidade a verde dos compactados. Durante o aquecimento e sinterização, os corpos de prova com maiores densidades a verde tiveram um bom comportamento na densificação após a sinterização com o aumento do tempo de sinterização. Da mesma forma, a Figura 4.25 (vista anteriormente) mostrou que a densificação dos sinterizados destes materiais, que os corpos de prova obtidos com alta densidade a verde (pressão de 800 MPa) mostraram uma boa densificação com uma elevada diminuição de dilatação dos compactados, principalmente com o aumento de tempo de 30 min de sinterização. Enquanto que, para os compactados obtidos com menores densidades a verde (pressão de 400 MPa) se obtiveram compactados mal sinterizados e com uma elevada dilatação de suas dimensões finais após a sinterização.

d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito

A Tabela 4.10 e a Figura 4.49 apresentam os resultados obtidos das variações longitudinais da liga AA6061 e dos compósitos AA6061+5%TiCN e AA6061+10% TiCN produzidos às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados a temperatura de 600 ºC com relação aos tempos de sinterização de 15, 30, 45 e 60 min respectivamente.

Para todos os materiais compósitos e os tempos utilizados como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% das médias das três medidas realizadas. Isso confirma que os compactos sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Tabela 4.10 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diversos teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão de compactação (MPa)	Tempo de sinterização (min)	Variação longitudinal (%mm)	Desvio padrão (%mm)
AA6061	400	15	2,56	0,049
		30	2,54	0,037
		45	2,76	0,049
		60	2,89	0,049
AA6061+5%TiCN	400	15	0,81	0,037
		30	0,63	0,049
		45	0,65	0,037
		60	0,69	0,019
AA6061+10%TiCN	400	15	0,61	0,064
		30	0,36	0,018
		45	0,42	0,067
		60	0,62	0,049
AA6061	800	15	0,70	0,032
		30	0,42	0,018
		45	0,32	0,032
		60	0,58	0,018
AA6061+5%TiCN	800	15	0,08	0,037
		30	0,06	0,032
		45	0,06	0,032
		60	0,12	0,018
AA6061+10%TiCN	800	15	0,06	0,018
		30	0	0
		45	0	0
		60	0,06	0,032

Analisando os dados da Tabela 4.10 e graficamente na Figura 4.49 pode-se observar as diversas curvas obtidas de variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN com relação aos diversos tempos de sinterização. Nota-se que os melhores resultados de variação longitudinal destes materiais foram encontradas

quando obtidos a uma elevada pressão de 800 MPa em relação aos compactados obtidos a uma pressão baixa de 400 MPa.

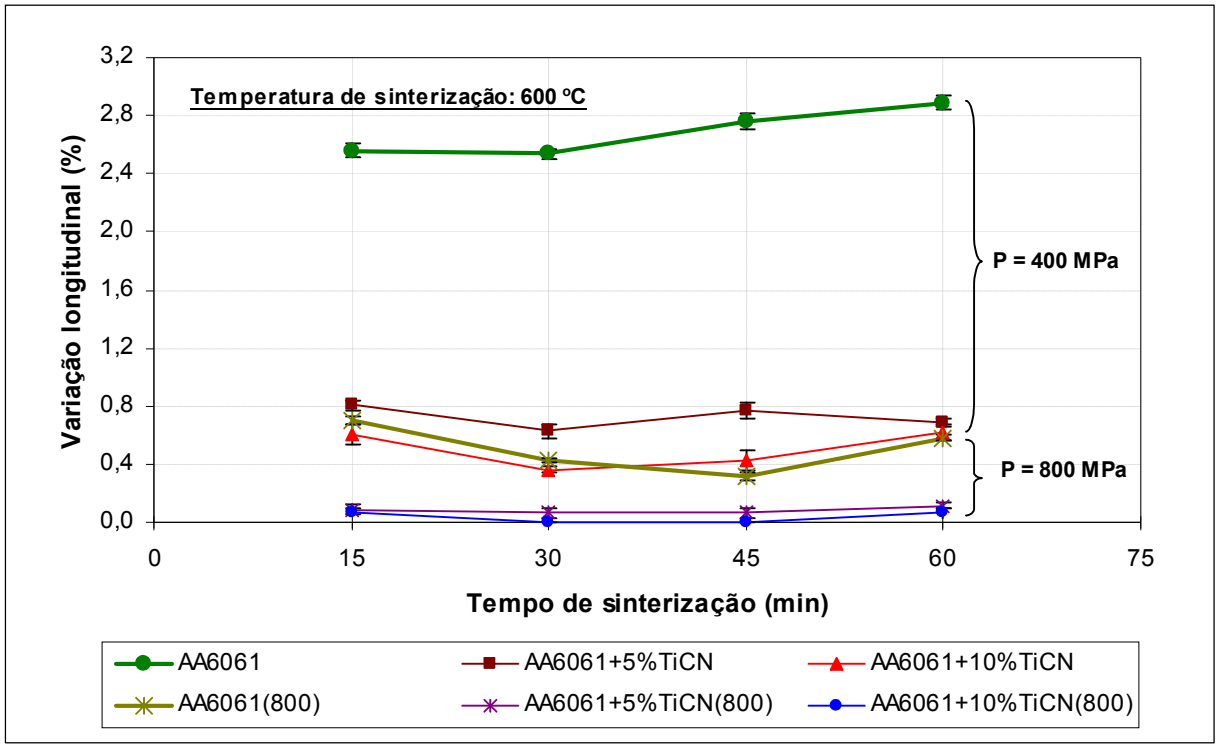


Figura 4.49 Variação longitudinal dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Observou-se para a pressão de 400 MPa, a adição de reforços de 5% e 10% TiCN à liga AA6061. Estes ajudaram a diminuir os valores das variações longitudinais entre 3,0 e 6,0 vezes de suas dimensões finais dos compósitos citados com o aumento do tempo de sinterização de 30 min quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061. Tempos maiores que 30 min de sinterização podem aumentar a variação dimensional dos sinterizados, porém sem prejudicar seu acabamento final.

Por outro lado, para a pressão de 800 MPa adicionando os mesmos teores de reforço de 5% e 10%TiCN nos compósitos obtidos. Os reforços diminuíram drasticamente a variação longitudinal dos sinterizados. Para ambos compósitos sinterizados observou-se uma tendência

mínima de dilatação de suas variações longitudinais (valores quase nulos). Além disso, as variações dos tempos de sinterização não alteraram significativamente os valores obtidos das variações longitudinais destes materiais em todas as condições de sinterização, quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061.

O efeito da diminuição das variações longitudinais dos compactos sinterizados com a adição dos teores de reforço de 5% e 10%TiCN se deve principalmente a elevação da densidade a verde que apresentaram estes materiais com o aumento da pressão de compactação. A Figura 4.16 apresentada anteriormente, mostrou as diferenças de densidades a verde dos compactados destes mesmos materiais quando foram produzidas as diversas pressões de compactação. Observou-se, que aumentando a pressão de 400 para 800 MPa elevou-se a densidade a verde dos compactados aproximadamente em 6% o valor da densidade relativa. Além disso, a Figura 4.32 vistos anteriormente, mostrou a influência dos teores de reforço com 5% e 10%TiCN na densidade a verde quando foram obtidas às pressões de 400 e 800 MPa. Observaram-se, para ambos os teores de reforço e apoiados pela pressão de 800 MPa nos compactados produzidos, que estes tiveram um efeito relevante após a sinterização. Conseguiu-se elevar a densificação dos compactados (valores próximos de zero) a qual promoveu a contração dos compactados diminuindo a variação dimensional a valores bem baixos (quase nulos).

e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos

A Tabela 4.11 e a Figura 4.50 apresentam os resultados obtidos de variações longitudinais dos compósitos contendo 5% e 10%TiCN de reforço e adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn, sendo eles: AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn, AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e AA6061+10%TiCN+0,1%Sn que foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa, sinterizados à temperatura de 600ºC com relação aos diversos tempos de sinterização de 15, 30, 45 e 60 min.

Para todos os materiais e tempos utilizados como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% das médias das três medidas realizadas. Isso demonstra que os compactados sinterizados não tiveram alterações significativas nos resultados obtidos.

Tabela 4.11 Variação longitudinal dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800MPa.

Material	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Var. longitudinal (% mm)	Desvio Padrão (%mm)
AA6061 + 5%TiCN	400	15	0,81	0,037
		30	0,63	0,049
		45	0,65	0,037
		60	0,69	0,019
AA6061+5%TiCN + 0,1%Pb	400	15	0,92	0,032
		30	0,96	0,032
		45	0,69	0,049
		60	0,68	0,049
AA6061+5%TiCN + 0,1%Sn	400	15	1,23	0,049
		30	1,20	0,019
		45	1,13	0,049
		60	0,77	0,049
AA6061 + 10%TiCN	400	15	0,61	0,064
		30	0,36	0,018
		45	0,42	0,067
		60	0,62	0,049
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	400	15	0,59	0,018
		30	0,58	0,018
		45	0,48	0,032
		60	0,52	0,018
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	400	15	0,87	0,049
		30	0,87	0,049
		45	0,73	0,032
		60	0,74	0,049
AA6061 + 5%TiCN	800	15	0,08	0,037
		30	0,06	0,032
		45	0,06	0,032
		60	0,12	0,018
AA6061+5%TiCN + 0,1%Pb	800	15	0,06	0,032
		30	0	0
		45	0,05	0,037
		60	0	0
AA6061+5%TiCN + 0,1%Sn	800	15	0,06	0,032
		30	0,07	0,037
		45	0,02	0,018
		60	0	0
AA6061 + 10%TiCN	800	15	0,06	0,018
		30	0	0
		45	0	0
		60	0,06	0,032
AA6061+10%TiCN+0,1%Pb	800	15	0,04	0,018
		30	0,06	0,032
		45	0	0
		60	0,05	0,037
AA6061+10%TiCN+0,1%Sn	800	15	0	0
		30	0,07	0,037
		45	0	0
		60	0,04	0,018

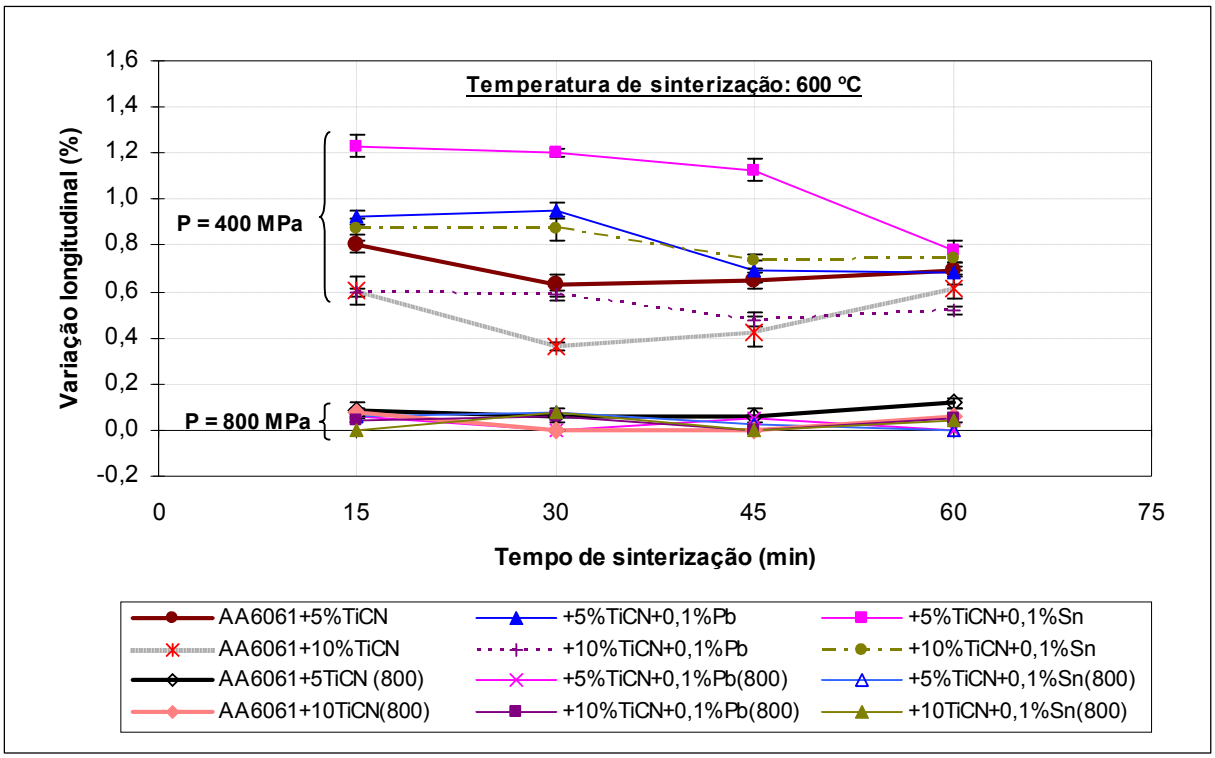


Figura 4.50 Variação longitudinal dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Analisando os dados da Tabela 4.11 e graficamente na Figura 4.50 pode-se ver as diversas curvas obtidas de variação longitudinal dos compósitos sinterizados com teores de reforços de 5% e 10%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn com relação aos diversos tempos de sinterização. Na parte superior do gráfico, encontram-se as curvas de variação longitudinal dos compactados às pressões de 400 MPa, e na parte inferior bem próximo a linha zero, encontram-se os valores obtidos de variação longitudinal dos compactados à pressão de 800 MPa.

Analisando em primeiro lugar, os compósitos produzidos à pressão de 400 MPa, pode-se observar que as adições de Pb e Sn tiveram um efeito diferente no comportamento da variação longitudinal dos compactados quando são comparados com os compósitos sem adição de aditivos (AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN). Observou-se que a adição de Sn nos compósitos com teores de reforço de 5% e 10%TiCN foram afetadas na variação longitudinal dos compactos sinterizados com aumento do tempo de sinterização em todas as condições de sinterização, com

exceção do Pb, este ajudou a diminuir a variação longitudinal dos compactados com o aumento do tempo de sinterização de 60 min. Entretanto, para tempos menores que 60 min, observou-se nestes compósitos um aumento maior da variação longitudinal, sendo a mais prejudicada o compósito adicionado com Sn do que o compósito com Pb.

Por último, analisando os resultados obtidos de variação longitudinal dos sinterizados que foram produzidos à pressão de 800 MPa, Pode-se ver que a adição de Pb e Sn nos compósitos reforçados com 5%TiCN e 10%TiCN não foram afetadas significativamente na variação longitudinal dos corpos de prova em todas as condições de tempo de sinterização quando são comparados com os valores obtidos dos compósitos sem adição de aditivos (AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN). Além disso, os valores de variação longitudinal destes materiais se encontram bem próximos da linha zero. Isso indica que os compactados não tiveram alterações significativas nos seus valores dimensionais após a sinterização.

O aumento da variação longitudinal destes mesmos compósitos reforçados adicionados com Pb e Sn, se deve primordialmente, a baixa densidade relativa em verde obtida à pressão de 400 MPa quando são comparados com a densidade a verde à pressão de 800 MPa (vista na Figura 4.16). A pouca pressão de compactação pode ter influenciado nos compactados, os aditivos Pb e Sn não contribuíram na sinterização e melhorar a distribuição dos reforços entre as partículas de alumínio. Possivelmente, devido a esse fato se obtiveram valores baixos na densificação dos sinterizados (vista na Figura 4.37). No entanto, o aumento do tempo sinterização de 60 min apoiada pela temperatura de 600 ºC ajudaram a recuperar a densificação destes materiais, ainda que os valores obtidos fossem menores que os valores obtidos dos compósitos reforçados sem aditivos.

Por outro lado, para a pressão de compactação de 800 MPa, a adição Pb e Sn nos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN, tiveram um efeito diferente na ativação de sinterização dos compactados. Estes aditivos adicionados não alteraram os valores obtidos de variação longitudinal destes materiais em todas as condições de tempos de sinterização quando são comparados com os valores obtidos dos compósitos reforçados sem aditivos (AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN).

4.5.3 Comparação de densidades a verde e após a sinterização

a) Densidade após compactação e após sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

A Figura 4.51 apresenta os valores obtidos de densidades relativa dos compactados a verde e dos compactados sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn que foram obtidos às pressões de 400, 600 e 800 MPa, sinterizados a temperatura de 600 ^{o}C e tempo de 30 min respectivamente.

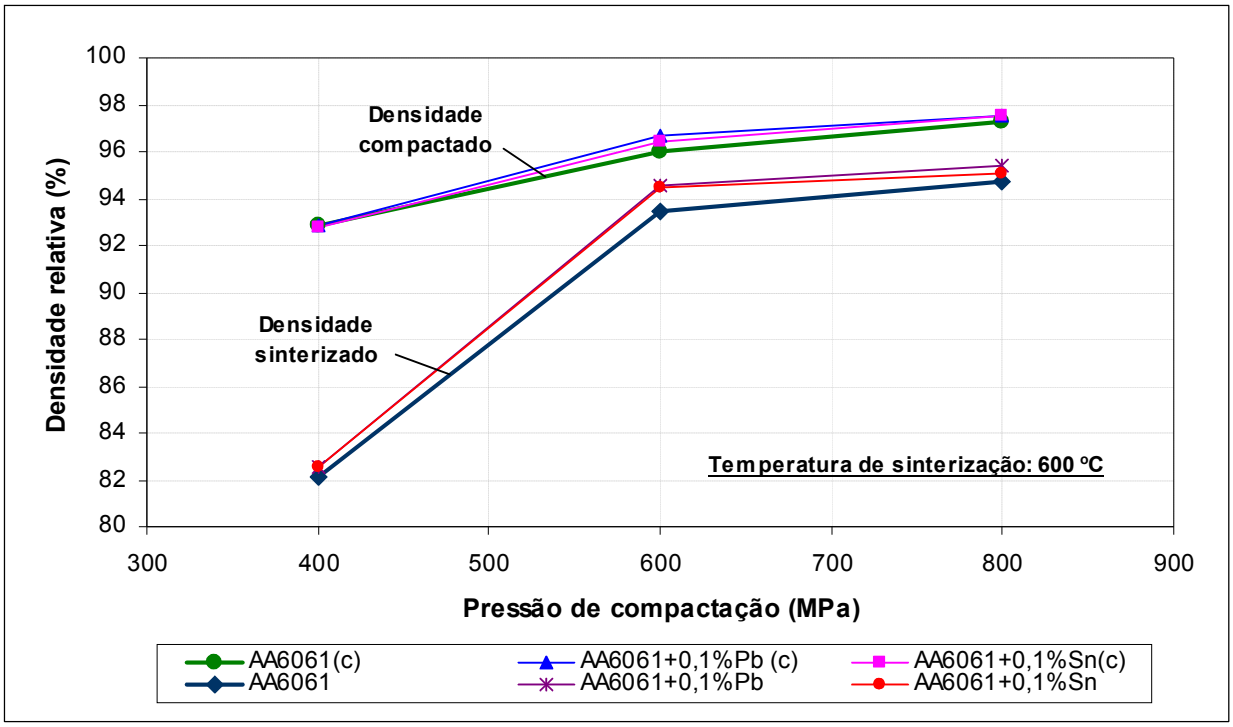


Figura 4.51 Densidade relativa após compactação e após sinterização da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn obtidos a diferentes pressões de compactação.

Para todos os materiais e as pressões de compactação utilizada como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% da média das três medidas. Isso confirma e justifica que as densidades obtidas dos compactados a verde e após a sinterização tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Analisando a Figura 4.51 podem-se ver as diferentes curvas ascendentes das densidades relativas obtidas com o aumento da pressão de compactação, tanto nos compactados a verde, assim como nos sinterizados da liga AA6061 e contendo os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn. Nota-se que os valores obtidos de densidades dos compactados a verde são superiores aos dos compactados sinterizados. A adição Pb e Sn ajudaram a elevar os valores de densidades relativa dos compactados a verde e dos sinterizados aproximadamente em 2% a mais do que os valores obtidos da liga AA6061, para uma pressão de compactação de 800 MPa.

Pode-se ver para uma pressão de compactação de 400 MPa, a enorme diferença de valores obtidos entre as densidades a verde com relação as densidades dos compactados sinterizados. Os valores encontrados de densidade a verde mostraram ser maiores em 10% a mais de sua densidade relativa do que os valores obtidos nos sinterizados. Isso demonstra de que houve dilatação nas dimensões dos compactados após a sinterização para uma mesma pressão de compactação. Portanto, pode-se dizer de que maior será a dilatação dos compactados a pressões menores pela baixa compactação que foi submetida. Por outro lado, observou-se que é possível minimizar a dilatação dos sinterizados e aumentar sua eficiência, elevando a pressão de compactação acima de 600 MPa ou mais.

b) Densidade após compactação e após sinterização dos compósitos produzidos

A Figura 4.52 apresenta os valores obtidos de densidades dos compactados a verde e dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos sinterizados contendo 5% e 10%TiCN de reforço que foram produzidos às pressões de 400, 600 e 800 MPa, sinterizados à temperatura de 600 ºC e tempo de 30 min respectivamente.

Para todos os materiais e as pressões de compactação utilizados como parâmetros de ensaio, o desvio padrão ficou abaixo de 0,10% da média das três medidas. Isso confirma que a densidade obtida dos compactados a verde e após a sinterização, teve pouca variação nos resultados obtidos.

Analisando graficamente a Figura 4.52 podem-se ver as diferentes curvas de densidades relativas obtidas dos compactados a verde e dos compactados sinterizados tanto da liga AA6061 e dos compósitos contendo 5% e 10%TiCN de reforço obtidos a diferentes pressões de compactação. Nota-se que os valores obtidos de densidade relativa a verde são maiores do que as

densidades relativas dos sinterizados em todas as condições de compactação.

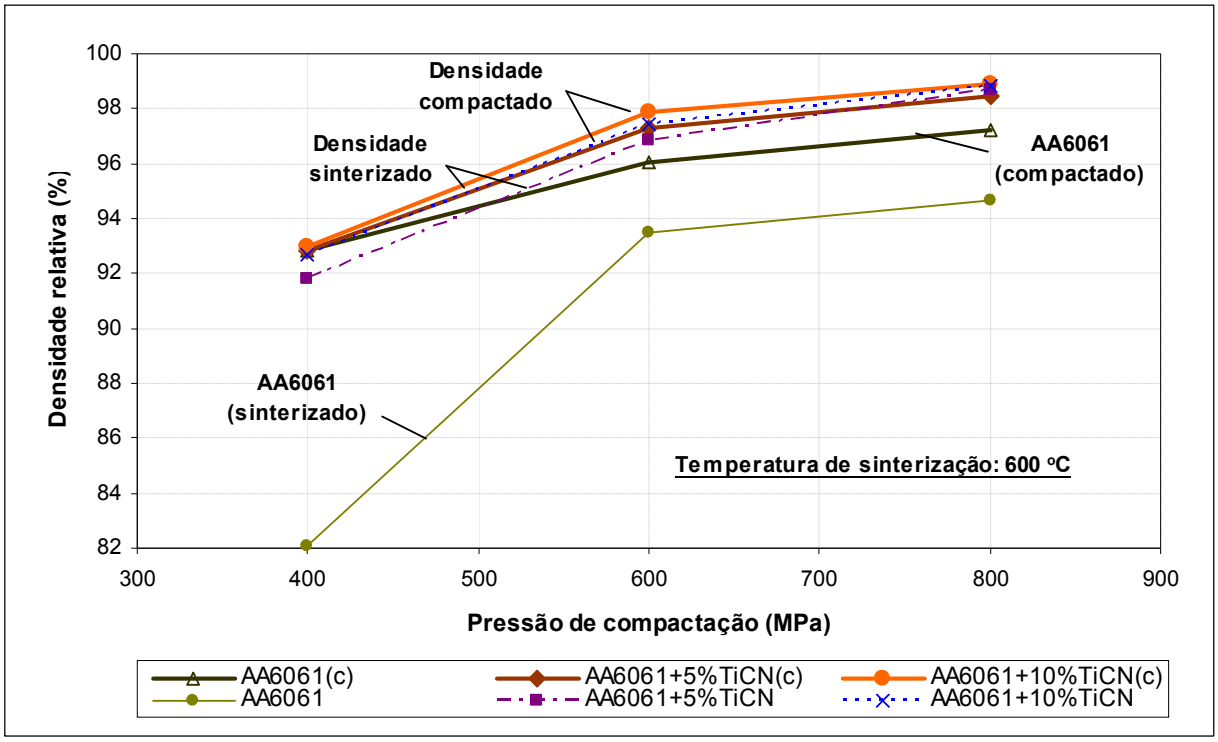


Figura 4.52 Densidade relativa após compactação e após sinterização da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço obtidos a diferentes pressões de compactação.

Fazendo-se uma comparação de densidades relativas obtidas entre os compactados a verde e dos compactados sinterizados. Pode-se ver que os valores obtidos para as duas densidades citadas, que a adição dos teores de reforço de 5% e 10%TiCN à liga AA6061 aumentaram as densidades do material aproximadamente em 6% a mais de sua densidade relativa com a elevação da pressão de compactação de 400 para 800 MPa. Nota-se, que os valores obtidos dos compósitos contendo 5%TiCN de reforço são menores do que os compósitos reforçados com 10%TiCN nas mesmas condições de compactação. Entretanto, observou-se que para uma mesma pressão de compactação de 400 MPa, a adição dos reforços com 5% e 10%TiCN mostraram sua eficiência de ativação após a sinterização, aumentaram acima de 10% em seus valores de densidade relativa. Enquanto, que para à pressão de 800 MPa, o aumento da densidade relativa do sinterizado foi apenas de 4% em seus valores obtidos quando estes materiais são comparados

com as densidades relativas do sinterizado da liga AA6061.

O fato de ter valores superiores de densidade relativas de compactação com relação a densidade do sinterizado para uma mesma pressão de compactação, se deve principalmente a densidade inicial do compactado a verde. Assim, para a pressão de compactação de 400 MPa, os compactados são menos favorecidos pela força submetida de pressão e contato de fricção entre as partículas de alumínio e do reforço. Após a sinterização dos compactados com teores de reforço de 5%TiCN mostraram uma dilatação maior em suas dimensões finais do que os compósitos com teores de reforço de 10%TiCN.

Por outro lado, elevando a pressão de compactação até 800 MPa, conseguiu-se nos compósitos com teores de reforço de 5% e 10%TiCN diminuir por totalidade a variação de densidades entre do compactado em verde e do sinterizado, as forças submetidas de pressão, favoreceram a um maior contato e de coesão entre as partículas do alumínio e dos reforços, o qual favoreceu a um diminuição dos espaços vazios de interpartículas. Esse efeito resulta após a sinterização na obtenção de compactados com elevadas densidades e com uma mínima variação de suas dimensões finais.

c) Densidade após compactação e após sinterização dos compósitos adicionados com aditivos

A Figura 4.53 mostra os resultados obtidos de densidades dos compactados a verde e dos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN e adicionados com os aditivos Pb e Sn, sendo eles, AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn, AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e AA6061+10%TiCN+0,1%Sn que foram produzidos às pressões de 400, 600 e 800 MPa, sinterizados à temperatura de 600 ºC e tempo de 30 min.

Analisando as diferentes curvas obtidas de densidades relativas dos compactados a verde e dos sinterizados destes materiais compósitos contendo 5% e 10%TiCN de reforço e adicionados com Pb e Sn com relação as diversas pressões de compactação. Pode-se ver a tendência crescente de todas as curvas de densidades relativas com a elevação da pressão de compactação independente da quantidade de reforços e dos aditivos utilizados na obtenção dos compósitos.

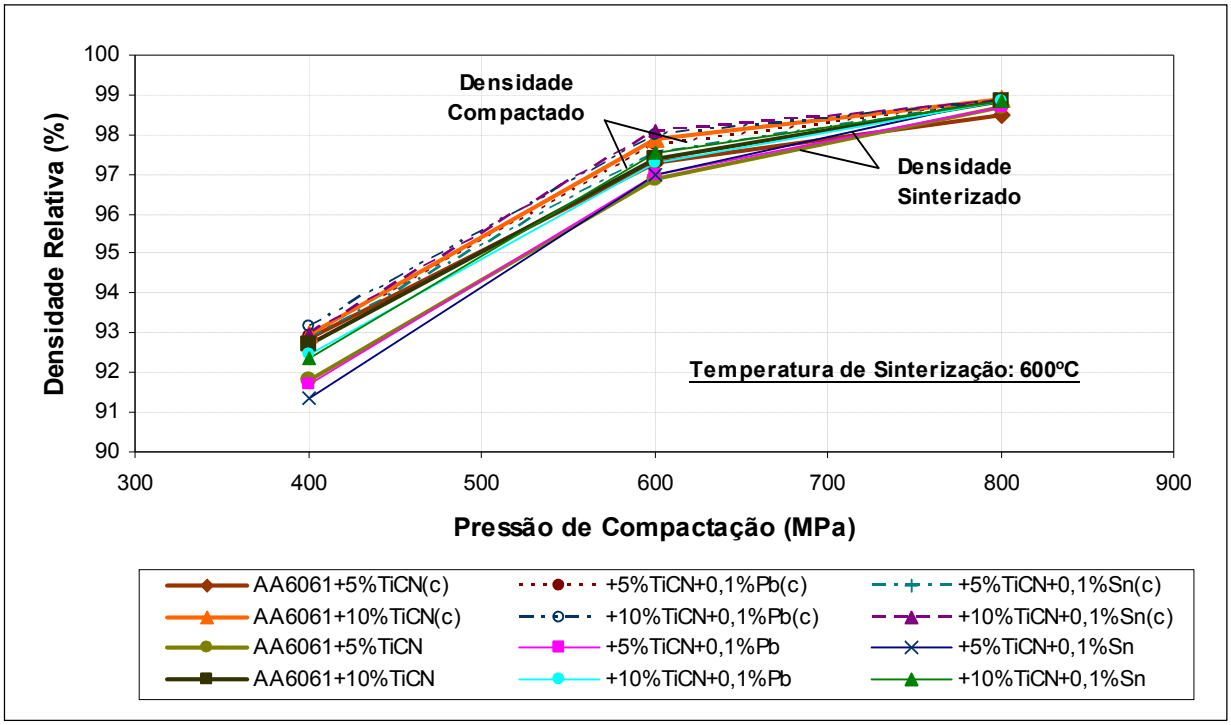


Figura 4.53 Densidade relativa após compactação e após sinterização dos compósitos com diversos teores de reforço e diferentes aditivos obtidos a diferentes pressões de compactação.

A adição separada dos aditivos Pb e Sn em cada um dos compósitos reforçados com 5%TiCN e 10%TiCN, mostraram que as densidade relativas obtidas dos compactados a verde são maiores do que os sinterizados. Além disso, os aditivos não ajudaram a minimizar a dilatação dos compactados sinterizados, principalmente quando foram obtidos a pressão de 400 MPa.

Por outro lado, a adição de Pb e Sn não tiveram o mesmo efeito na densidade dos sinterizados à pressão de 800 MPa. Absolutamente, a adição destes aditivos não alteraram os valores obtidos de densidades relativas dos compactados a verde e dos sinterizados quando estes materiais são comparados com valores obtidos dos compósitos reforçados sem adição de aditivos de AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN.

4.6 Caracterização das propriedades mecânicas dos sinterizados produzidos: resistência à flexão e dureza

a) Efeito da temperatura de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

A Tabela 4.12 e a Figura 4.54 apresentam os resultados obtidos de resistência à flexão e dureza dos compactados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação às temperaturas de 590, 600, 610 e 620ºC.

Os valores de resistência a flexão e dureza obtida destes materiais com relação as temperaturas selecionadas, mostraram que os desvios padrão ficaram abaixo de 5% e 2% respectivamente, da média das três amostras analisadas. Isso confirma que os compactados sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Tabela 4.12 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Material	Temperatura (ºC)	Resist. à flexão (MPa)	Desvio padrão	Dureza (Hv30)	Desvio padrão
AA6061	590	104,5	4,9	72,0	1,3
	600	113,0	3,2	75,5	1,4
	610	108,0	5,5	75,0	2,2
	620	106,0	5,9	72,6	0,8
AA6061+0,1%Pb	590	117,0	5,9	84,0	1,0
	600	116,0	5,2	85,5	1,2
	610	104,0	4,8	77,0	1,8
	620	99,0	4,9	72,0	0,8
AA6061+0,1%Sn	590	112,0	3,2	83,0	0,6
	600	110,0	3,2	82,7	1,0
	610	101,0	3,2	72,4	1,3
	620	96,0	4,3	70,8	0,9

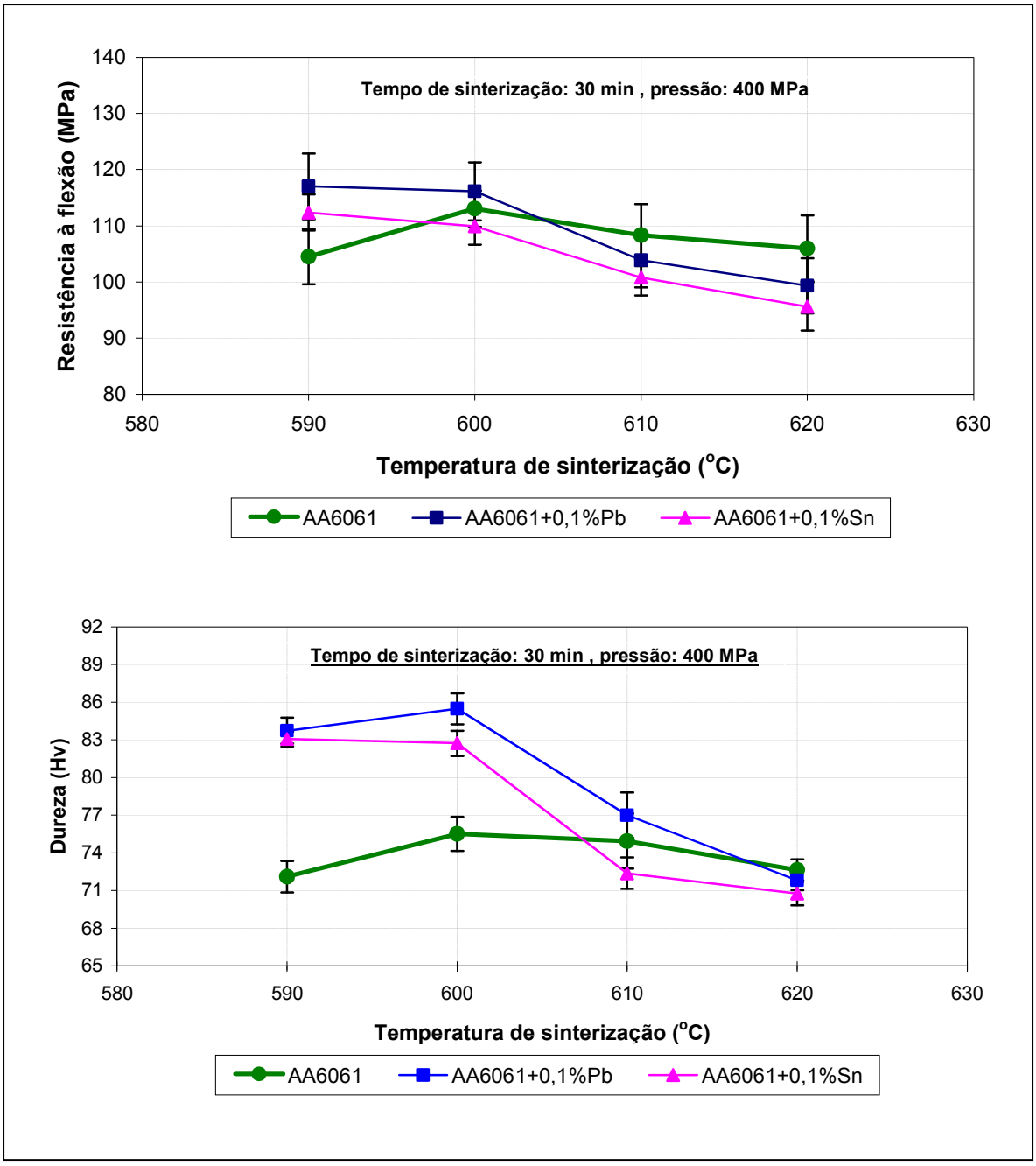


Figura 4.54 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Analisando os dados da Tabela 4.12 e graficamente na Figura 4.54, pode-se ver as diversas curvas obtidas da resistência à flexão e dureza dos compactados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn. Estes materiais aumentaram suas propriedades mecânicas com a

elevação da temperatura de sinterização, porém caíram rapidamente acima de 610 ºC ou mais. A adição de Pb e Sn nos compactados produziram uma rápida queda em suas propriedades mecânicas com a elevação da temperatura, principalmente nos compactados contendo 0,1%Sn. Estes se tornaram muito sensíveis à temperatura em todas as condições de sinterização quando são comparados com os compactados adicionados com 0,1%Pb. Enquanto, que para os compactados da liga AA6061 a diminuição de suas propriedades mecânicas foram muito mais lentas com a elevação da temperatura.

Realizando uma análise comparativa dos resultados obtidos de propriedades mecânicas com propriedade físicas obtidas da liga AA6061 e com adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn, vistas anteriormente na Figura 4.21, que a densidade relativa dos sinterizados, mostrou a mesma tendência dos resultados de resistência à flexão e dureza. Assim, para ambas as propriedades tanto físicas como mecânicas observou-se que os melhores resultados encontrados foram à temperatura de 600 ºC para todos os materiais analisados.

Entretanto, o alto número de poros e a forte dilatação que apresentaram os compactados em suas dimensões finais devido a pouca pressão de compactação, não simplesmente afetaram à densificação e a variação longitudinal dos materiais sinterizados (vistas nas Figuras 4.21 e 4.46) senão que também, influenciaram muito em suas propriedades mecânicas, afetando a resistência à flexão e dureza destes materiais com a elevação da temperatura de sinterização.

b) Efeito da quantidade de aditivos na liga AA6061

A Tabela 4.13 e a Figura 4.55 mostram os resultados obtidos de resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de diferentes teores dos aditivos Pb e Sn sendo eles: 0,1%Pb, 0,15%Pb, 0,2%Pb, 0,4%Pb, 0,1%Sn, 0,15%Sn, 0,2%Sn e 0,4%Sn (%massa) com relação às temperaturas de sinterização de 590, 600 e 610 ºC respectivamente.

Para todos os valores de resistência à flexão e dureza e as temperaturas selecionadas, os desvios padrão destas propriedades ficaram abaixo de 5% e 2% respectivamente das três amostras analisadas. Isso confirma e justifica que os compactados sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Tabela 4.13 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Material	Temperatura (ºC)	Resistência à flexão (MPa)	Desvio padrão	Dureza (Hv30)	Desvio padrão
AA6061	590	104,5	4,9	72,0	1,3
	600	113,0	3,2	75,5	1,4
	610	108,0	5,5	75,0	2,2
AA6061+0,1%Pb	590	117,0	5,9	84,0	1,0
	600	116,0	5,2	85,5	1,2
	610	104,0	4,8	77,0	1,8
AA6061+0,15%Pb	590	114,0	5,0	84,0	1,0
	600	118,0	4,0	85,0	2,0
	610	106,0	3,0	74,0	1,3
AA6061+0,2%Pb	590	107,0	6,0	82,0	1,5
	600	114,0	5,5	85,0	2,0
	610	105,0	6,0	79,0	1,5
AA6061+0,4%Pb	590	104,5	6,0	72,0	0,8
	600	105,0	4,0	74,0	1,3
	610	94,0	3,0	71,5	1,2
AA6061+0,1%Sn	590	112,0	3,2	83,0	0,6
	600	110,0	3,2	82,7	1,0
	610	101,0	3,2	72,4	1,3
AA6061+0,15%Sn	590	108,0	6,0	78,0	2,0
	600	107,0	5,0	80,5	1,5
	610	98,0	3,5	69,0	1,2
AA6061+0,2%Sn	590	102,5	4,0	81,0	2,0
	600	108,5	3,0	79,0	1,0
	610	100,0	3,5	78,5	1,0
AA6061 + 0,4%Sn	590	98,0	5,0	73,0	1,7
	600	96,0	3,0	70,0	1,2
	610	93,0	5,0	69,0	0,8

Pode-se ver que os valores obtidos tanto da resistência à flexão e a dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn aumentaram com a elevação da temperatura de sinterização até 600ºC, acima desta temperatura os valores encontrados começaram a cair rapidamente independente da quantidade dos teores de aditivos e traços elementos utilizados.

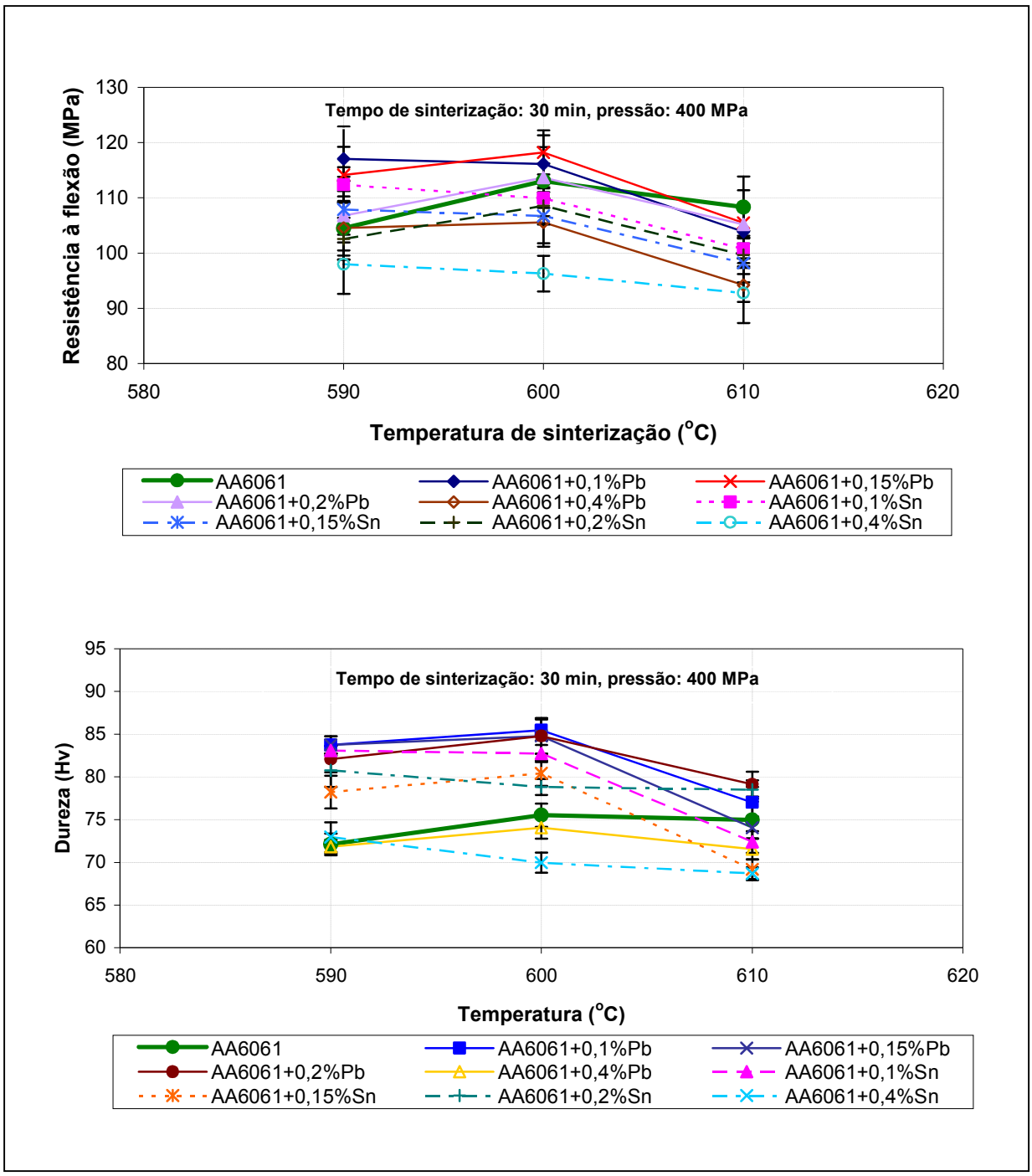


Figura 4.55 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn com relação às temperaturas de sinterização obtidos à pressão de 400 MPa.

Realizando-se uma comparação dos sinterizados produzidos com diferentes quantidades de aditivos Pb e Sn adicionadas à liga AA6061 foram vistos que a presença de Pb nos compactados sinterizados teve uma maior eficiência no aumento de suas propriedades mecânicas com relação aos compactados adicionados de Sn em todas as condições de sinterização.

Da mesma forma, fazendo-se uma análise comparativa entre os resultados obtidos de suas propriedades mecânicas com suas propriedade físicas da liga AA6061 e com diferentes teores dos aditivos Pb e Sn (vistas na Figura 4.24). Mostram as densidades relativas obtidas destes materiais e as curvas obtidas apresentam a mesma tendência dos valores obtidos da resistência à flexão e dureza. Também, constatou-se que a adição dos teores de aditivos 0,1%Pb e 0,15%Pb ou dos aditivos 0,1%Sn e 0,15%Sn à liga AA6061 a temperatura de 600 ºC foram suficientes para ajudar ativar a sinterização dos compactados, além de elevar suas propriedades mecânicas. Acima de 0,2%Pb ou 0,2%Sn ou mais quantidade de aditivos não ajudaram na ativação de sinterização dos compactados, pelo contrário, diminuíram drasticamente suas propriedades físicas e mecânicas com o aumento da temperatura. Tudo indica, que uma das causas seja a pouca pressão de compactação submetida na obtenção dos compactados tenha sido uns dos fatores para a obtenção de compactados altamente porosos e com uma elevada dilatação de suas dimensões finais (vistas na Figura 4.47) devido a todos esses fatores, os compactados foram prejudicadas seriamente em suas propriedades mecânicas .

c) Efeito do tempo de sinterização da liga AA6061 e com adição de aditivos

A Tabela 4.14 e a Figura 4.56 apresentam os resultados obtidos da resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn quando foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa e sinterizados a temperatura de 600 ºC com relação aos diversos tempos de sinterização de 15, 30, 45 e 60 min respectivamente.

Para todos os valores de resistência à flexão e de dureza obtida e os tempos de sinterização utilizados, os desvios de padrão ficaram abaixo de 5% e 2% respectivamente da média das três amostras analisadas. Isso mostra que os sinterizados tiveram pouca alteração nos resultados obtidos.

Tabela 4.14 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão (MPa)	Tempo (min)	R. à flexão (MPa)	Desvio padrão	Dureza (Hv30)	Desvio padrão
AA6061	400	15	102,0	4,0	77,0	1,8
		30	113,0	3,0	75,5	1,4
		45	109,0	4,0	78,0	1,0
		60	104,0	6,0	73,5	0,9
AA6061+0,1%Pb	400	15	115,0	4,0	84,0	1,6
		30	115,5	6,0	86,0	1,6
		45	110,0	5,0	79,5	2,0
		60	105,0	5,0	77,0	1,4
AA6061+0,1%Sn	400	15	108,0	4,5	81,0	2,0
		30	110,0	3,0	83,0	0,6
		45	108,0	2,0	76,5	2,0
		60	103,0	4,5	74,0	1,3
AA6061	800	15	208,0	4,5	145,0	2,5
		30	209,5	4,5	149,0	1,5
		45	227,0	4,5	153,0	1,5
		60	209,0	2,0	144,0	2,7
AA6061+0,1%Pb	800	15	201,0	6,0	132,0	2,0
		30	218,5	4,0	154,5	2,6
		45	232,0	8,0	152,0	2,5
		60	214,0	8,0	147,0	2,4
AA6061+0,1%Sn	800	15	188,5	8,0	128,0	2,0
		30	229,0	7,0	149,5	2,5
		45	235,0	10,0	151,0	3,0
		60	212,0	9,0	140,0	2,2

Analisando os resultados obtidos dos dados da Tabela 4.14 e graficamente a Figura 4.56. Pode-se ver que os valores obtidos de resistência à flexão e dureza destes materiais que foram obtidos à pressão de 800 MPa são muito maiores, aproximadamente quase o dobro dos valores obtidos à pressão de 400 MPa em todas condições de sinterização. A adição de Pb e Sn para estas duas pressões de compactação mostraram uma pequena elevação de suas propriedades mecânicas com o aumento do tempo de sinterização entre 30 e 45 min, quando são comparados com os valores obtidos da liga AA6061.

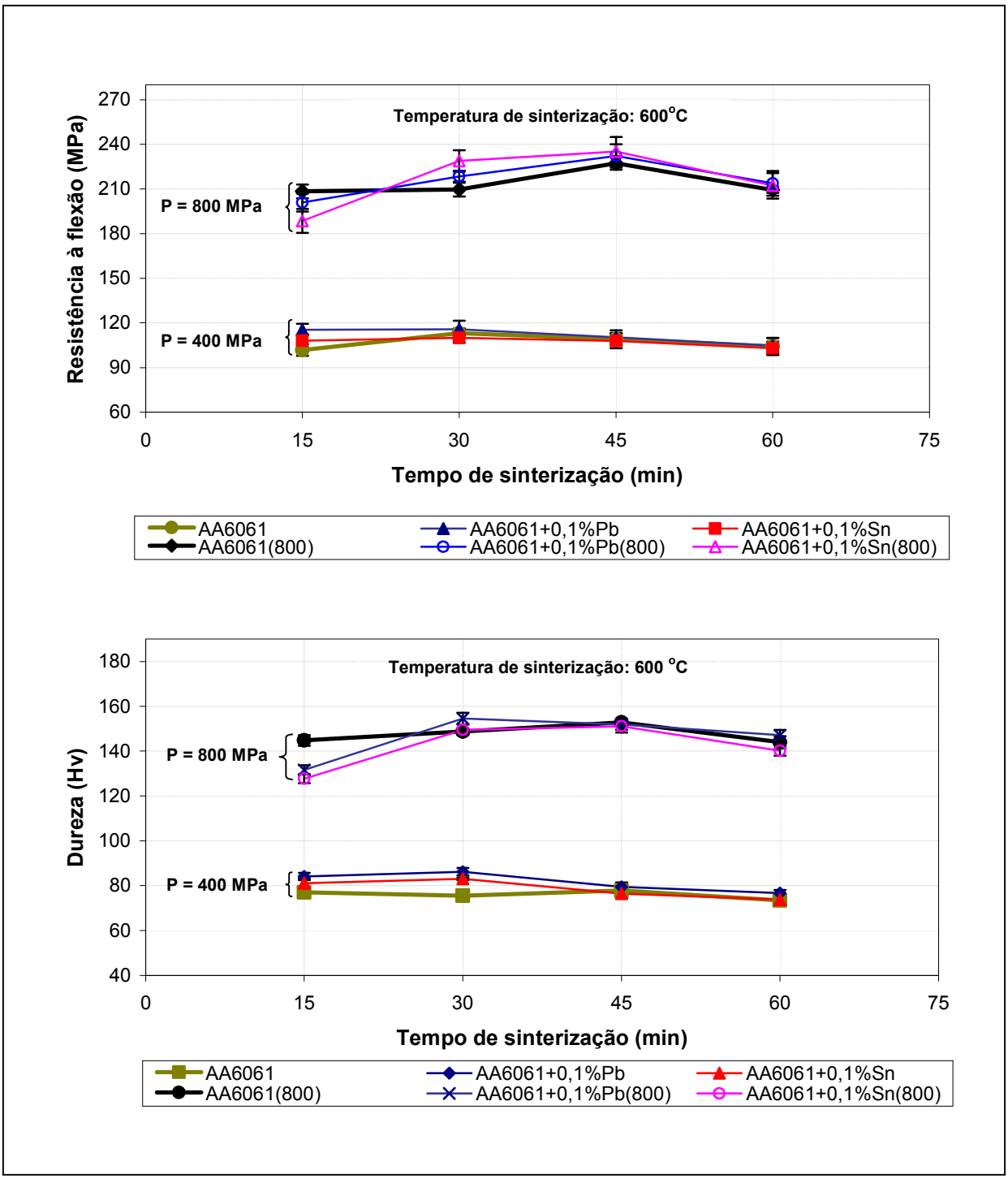


Figura 4.56 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 com adição dos aditivos Pb e Sn com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Fazendo-se uma comparação entre os resultados obtidos de suas propriedades físicas e as mecânicas destes materiais. Pode-se observar que há uma semelhança na tendência das curvas obtidas para as duas pressões de 400 e 800 MPa (vistas na Figura 4.25). Observou-se que as adições de 0,1%Pb e 0,1%Sn à liga AA6061 ajudaram a ativar a sinterização dos corpos de prova, melhorando suas propriedades físicas (densificação e variação dimensional), principalmente quando foram obtidas à pressão de 800 MPa com o aumento do tempo de sinterização de 30 min. O Pb e Sn, também ajudaram a melhorar a tendência de dilatação e controlar a variação dimensional dos corpos de prova (vistas na Figura 4.48). Também, foi observada uma grande evolução das microestruturas obtidas destes materiais. Elas mostram estruturas mais homogêneas com presença de fase líquida de Al+Mg_2Si, apresentou também uma diminuição de poros com o tempo de 30 min de sinterização (vistas nas Figuras 4.29 e 4.31). Conseqüentemente, nessas condições de pressão e temperatura, os compactados melhoraram em suas propriedades mecânicas.

Por outro lado, para os compactados da liga AA6061 e com adição de Pb e Sn, obtidos à pressão de 400 MPa, constatou-se através dos resultados valores péssimos em suas propriedades físicas, de densificação e variação dimensional (vistas nas Figuras 4.25 e 4.48). Após a sinterização foram observados nas microestruturas destes materiais, uma estrutura altamente porosas e mal sinterizadas (vistas nas Figuras 4.26, 4.28 e 4.30) que influenciou diretamente nas propriedades mecânicas, tanto na resistência à flexão e dureza. Devido a este fato, foi impossível de sinterizar os compactados nestas condições de pressão, temperatura e tempo de sinterização.

d) Efeito do tempo de sinterização do material compósito

A Tabela 4.15 e a Figura 4.57 mostram os resultados obtidos da resistência à flexão e dureza da liga AA6061 e dos compósitos sinterizados reforçados com 5% e 10%TiCN que foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa, sinterizados à temperatura de 600ºC com relação aos tempos de sinterização de 15, 30, 45 e 60 min respectivamente.

Para todos os valores obtidos de resistência à flexão e dureza destes materiais compósitos e tempos de sinterização, os desvios padrão ficaram abaixo de 5% e 2% respectivamente da média das três amostras analisadas. Isso confirma e justifica que os compactados sinterizados tiveram

pouca variação nos resultados obtidos.

Tabela 4.15 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Res. à flexão (MPa)	Desvio padrão	Dureza (Hv30)	Desvio padrão
AA6061	400	15	102,0	4,0	77,0	1,8
		30	113,0	3,0	75,5	1,4
		45	109,0	4,0	78,0	1,0
		60	104,0	6,0	73,5	0,9
AA6061+5%TiCN	400	15	141,0	5,0	123,5	1,0
		30	138,0	6,0	127,0	3,0
		45	139,0	5,0	124,0	1,9
		60	140,0	5,0	126,0	1,9
AA6061+10%TiCN	400	15	156,0	3,0	136,0	2,0
		30	160,0	6,7	137,0	1,0
		45	159,5	5,0	136,0	2,0
		60	160,0	4,5	131,0	3,0
AA6061	800	15	208,0	4,5	145,0	2,5
		30	209,5	4,5	149,0	1,5
		45	227,0	4,5	153,0	1,5
		60	209,0	2,0	144,0	2,7
AA6061+5%TiCN	800	15	227,5	9,0	177,5	3,0
		30	230,8	6,5	174,0	3,0
		45	232,5	8,0	176,0	1,8
		60	242,0	8,0	172,0	1,8
AA6061+10%TiCN	800	15	261,0	7,5	185,0	2,0
		30	258,0	6,7	182,0	1,9
		45	272,5	6,0	188,0	2,0
		60	244,0	9,0	181,0	3,0

Analisando os dados da Tabela 4.15 e graficamente a Figura 4.57 pode-se observar as diversas curvas obtidas de resistência à flexão e de dureza da liga AA6061 e dos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN. Nota-se, que nestes materiais os valores obtidos de suas propriedades mecânicas foram muito maiores quando estes foram produzidos à pressão de 800 MPa do que os valores obtidos à pressão de 400 MPa.

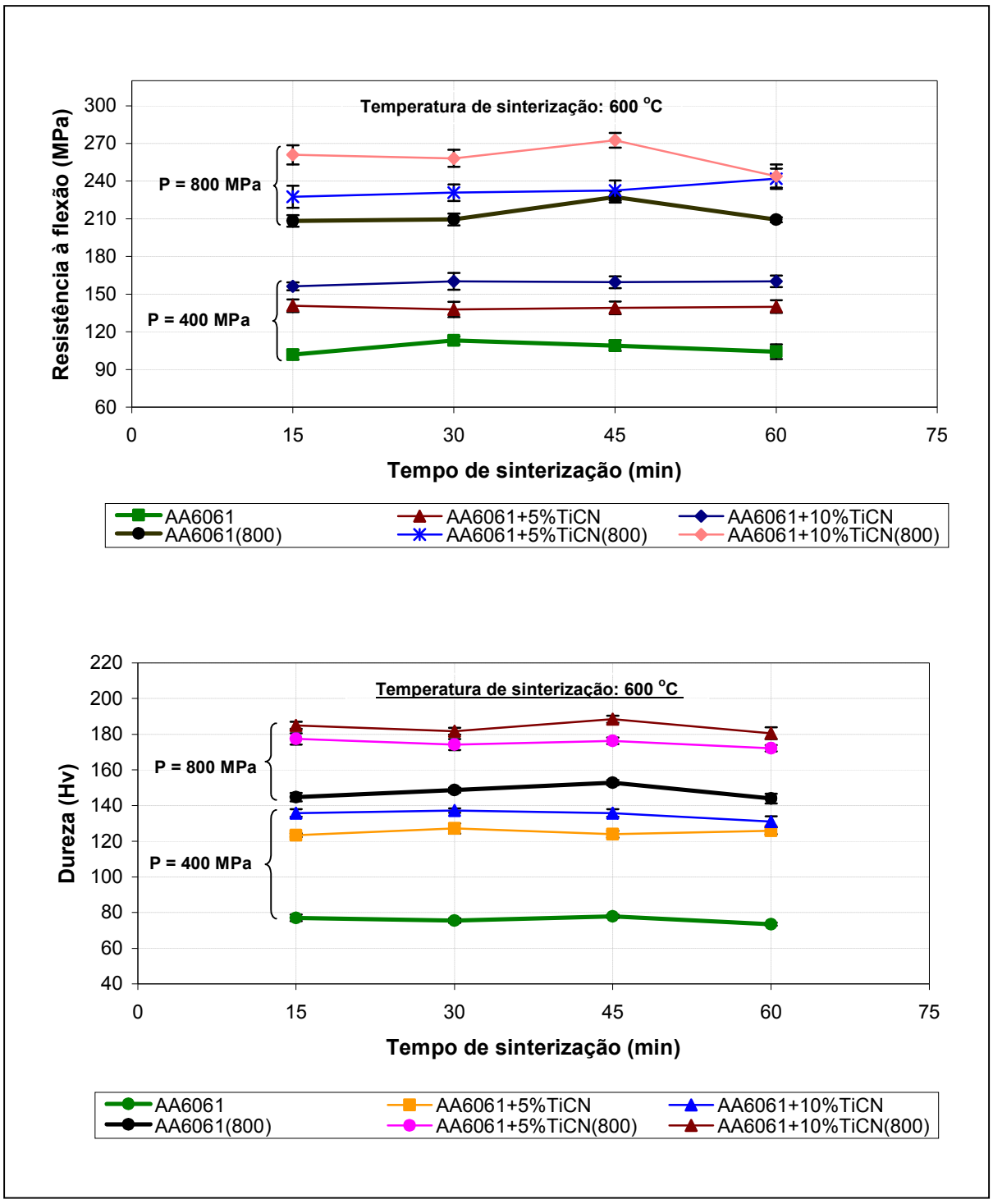


Figura 4.57 Resistência à flexão e dureza dos sinterizados da liga AA6061 e dos compósitos com diferentes teores de reforço com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Para as duas pressões utilizadas de 400 e 800 MPa, a adição dos reforços de 5%TiCN e 10%TiCN à liga AA6061 ajudaram a elevar suas propriedades de resistência à flexão e de dureza com o aumento do tempo de sinterização entorno de 30 min quando comparados com os valores obtidos da liga AA6061. Também, observou-se nos compósitos produzidos à pressão de 400 MPa, aumentando o teor de reforço para 10%TiCN conseguiu-se aumentar os valores de resistência à flexão e dureza em 50% a mais do que os valores obtidos nos compósitos reforçados com 5%TiCN. Enquanto que, para os compósitos produzidos à pressão de 800 MPa, o aumento do teor de reforço de 5% para 10%TiCN chegou-se a elevar suas propriedades mecânica acima de 25% os valores obtidos com o aumento de tempo de 30 min de sinterização.

Finalmente, realizando-se uma análise comparativa destes materiais compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN entre os resultados obtidos de suas propriedades físicas e mecânicas obtidos às pressões de 400 e 800 MPa. Observou-se que a tendência das curvas obtidas de densificação dos sinterizados (Figura 4.32 vista anteriormente) são muito semelhantes as curvas de suas propriedades mecânicas em todas as condições de sinterização. Assim mesmo, a adição destes reforços à liga AA6061 ajudaram a promover a sinterização dos compactados com uma redução enorme na dilatação para os compósitos produzidos à pressão de 400 MPa. Enquanto, que para os compactados produzidos à pressão de 800 MPa, conseguiu-se obter nos sinterizados uma contração nas dimensões finais (vista na Figura 4.49).

A pressão utilizada de 800 MPa associada a não molhabilidade do TiCN com o líquido formado de Al+Mg_2Si podem ter promovido em ambos casos, uma grande evolução dos sinterizados, obtendo-se microestruturas mais homogêneas com uma quantidade mínima de pequenos poros, principalmente com o aumento de tempo de 30 min (vistas nas Figuras 4.34 e 4.36) quando comparados com as microestruturas obtidas a uma pressão menor de 400 MPa (vistas nas Figuras 4.33 e 4.35).

e) Efeito do tempo de sinterização do material compósito adicionado com aditivos

A Tabela 4.16 e a Figura 4.58 mostram os resultados obtidos de resistência à flexão e dureza dos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN adicionados com os aditivos Pb e Sn sendo: AA6061+5%TiCN+0,1%Pb, AA6061+5%TiCN+0,1%Sn, AA6061+10%TiCN+0,1%Pb e

AA6061+10%TiCN+0,1%Sn quando foram produzidos às pressões de 400 e 800 MPa, sinterizados à temperatura de 600 ºC e tempos de 15, 30, 45 e 60 min respectivamente.

Para todos os valores de resistência à flexão e de dureza obtidas e tempos de sinterizações selecionadas, os desvios padrão ficaram abaixo de 5% e 2% respectivamente da média das três amostras analisadas. Isso confirma e justifica que os sinterizados tiveram pouca variação nos resultados obtidos.

Analisando graficamente a Figura 4.58, pode-se ver as diversas curvas obtidas de resistência à flexão e dureza dos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN adicionados com os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn com relação aos diferentes tempos de sinterização. Nota-se, que as propriedades mecânicas obtidos dos compactados produzidos à pressão de 800 MPa são maiores do que os valores encontrados à pressão de 400 MPa em todas as condições de sinterização.

Realizando-se uma comparação dos valores obtidos entre as propriedades físicas e mecânicas destes materiais, para as duas pressões de 400 e 800 MPa observou-se uma semelhança na tendência das curvas de densificação (vista na Figura 4.37) com as curvas de suas propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza. Separadamente, a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn aos compósitos com diversos teores de reforço de 5% e 10%TiCN, estes mostraram ser ineficiente na ativação dos sinterizados para os compósitos produzidos à pressão de 400 MPa. Possivelmente, seja pela pouca pressão de compactação e da quantidade de aditivo que tenha influenciado na variação dimensional dos compactados após a sinterização (vista anteriormente na Figura 4.50). Devido a todos esses fatores, os sinterizados foram afetados na resistência à flexão e dureza obtendo-se valores menores, principalmente para tempos de 30 e 45 min. Entretanto, para tempos de 60 min, estes materiais mostraram uma pequena recuperação de suas propriedades mecânicas ficando muito próximo aos valores encontrados dos compósitos reforçados sem aditivos (AA6061+5%TiCN e AA6061+10%TiCN). Assim mesmo, as microestruturas obtidas destes materiais compósitos adicionados com os aditivos Pb e Sn, mostraram uma grande evolução na sinterização dos compactados com tempos de sinterização de 60 min, obtendo-se microestruturas mais homogêneas com uma presença maior de fase líquida de Al+Mg_2Si e de maior quantidade de pequenos poros e arredondados (vistas nas Figuras 4.38, 4.39, 4.40 e 4.41).

Tabela 4.16 Resistência à flexão e dureza dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

Material	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Res. à flexão (MPa)	Desvio padrão	Dureza (Hv30)	Desvio Padrão
AA6061+5%TiCN	400	15	141,0	5,0	123,5	1,0
		30	138,0	6,0	127,0	3,0
		45	139,0	5,0	124,0	1,9
		60	140,0	5,0	126,0	1,9
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Pb	400	15	154,5	6,0	115,0	2,5
		30	145,0	6,0	114,0	3,5
		45	151,0	5,0	122,0	2,0
		60	166,0	6,0	126,0	2,0
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Sn	400	15	140,5	5,5	127,0	3,0
		30	142,0	8,0	113,0	2,5
		45	141,0	3,0	113,5	2,0
		60	159,5	5,0	125,0	1,0
AA6061+10%TiCN	400	15	156,0	3,0	136,0	2,0
		30	160,0	6,7	137,0	1,0
		45	159,5	5,0	136,0	2,0
		60	160,0	4,5	131,0	3,0
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Pb	400	15	148,0	7,0	134,0	2,0
		30	147,0	4,5	129,0	1,0
		45	147,5	2,5	131,0	1,0
		60	146,0	7,0	126,0	2,0
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Sn	400	15	140,5	6,0	130,0	2,0
		30	136,0	7,0	128,5	3,0
		45	136,0	4,0	125,0	2,0
		60	132,5	4,5	123,0	2,8
AA6061+5%TiCN	800	15	227,5	9,0	177,5	3,0
		30	230,8	6,5	174,0	3,0
		45	232,5	8,0	176,0	1,8
		60	242,0	8,0	172,0	1,8
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Pb	800	15	257,0	7,0	176,0	1,8
		30	256,5	8,5	175,0	1,8
		45	257,5	6,5	175,0	1,8
		60	255,5	7,0	175,0	1,8
AA6061+5%TiCN+ 0,1%Sn	800	15	243,0	7,0	174,0	3,0
		30	260,0	10,0	176,0	1,8
		45	254,0	9,0	182,0	2,0
		60	272,0	8,0	177,5	3,0
AA6061+10%TiCN	800	15	261,0	7,5	185,0	2,0
		30	258,0	6,7	182,0	1,9
		45	272,5	6,0	188,0	2,0
		60	244,0	9,0	181,0	3,0
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Pb	800	15	239,0	8,5	187,0	3,5
		30	234,0	8,0	186,0	2,0
		45	242,0	7,0	190,0	2,0
		60	234,5	8,0	181,0	3,0
AA6061+10%TiCN+ 0,1%Sn	800	15	246,0	7,0	188,5	2,0
		30	239,0	9,0	185,0	2,0
		45	244,0	8,5	186,0	2,0
		60	226,0	8,5	180,0	2,0

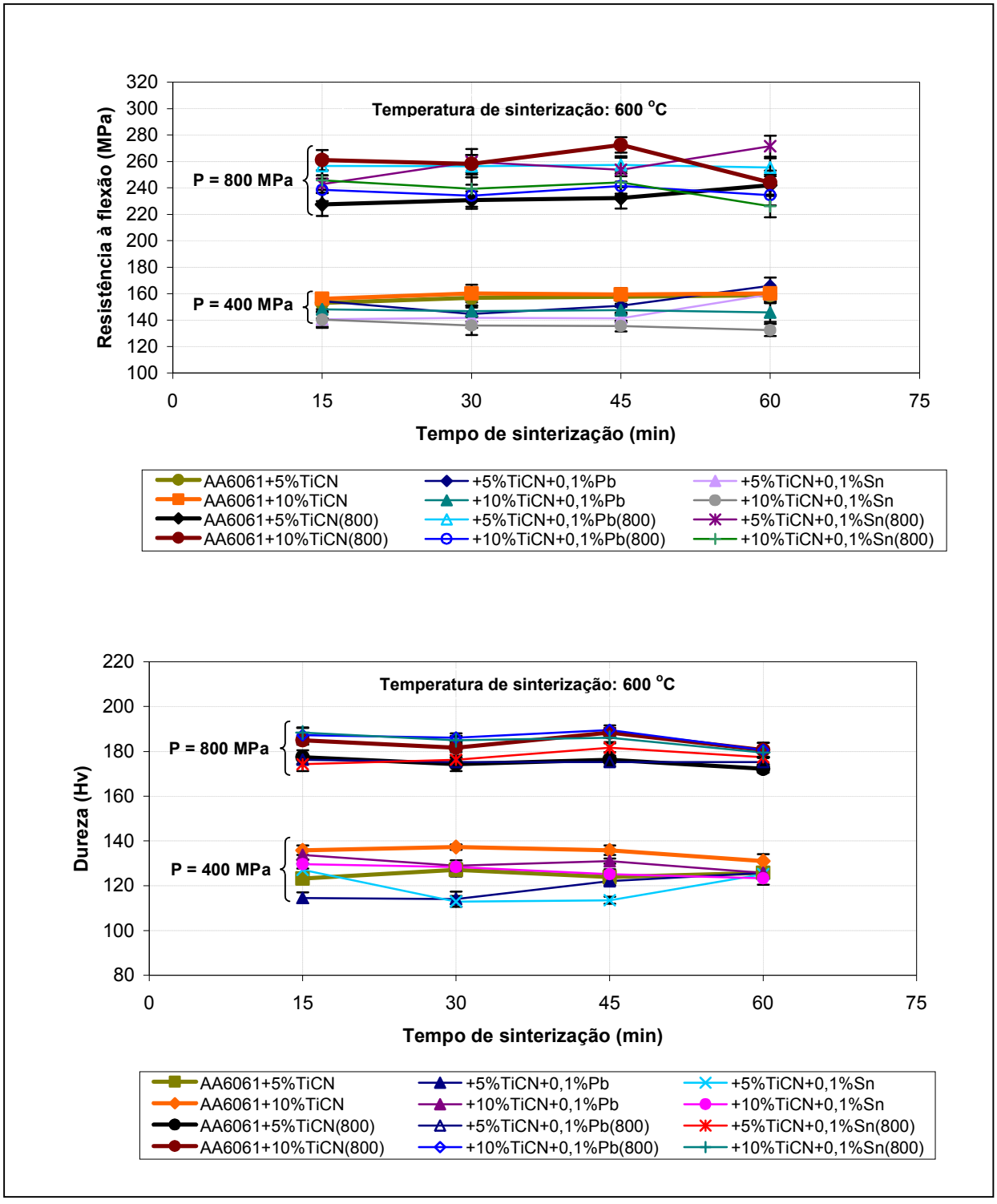


Figura 4.58 Resistência à flexão e dureza dos compósitos sinterizados com diversos teores de reforço e diferentes aditivos com relação aos tempos de sinterização obtidos às pressões de 400 e 800 MPa.

A adição 0,1%Pb e 0,1%Sn de forma separada nos compósitos reforçados com 5% e 10%TiCN, quando foram produzidos à pressão de 800 MPa. Observaram-se, nas curvas obtidas de densificação e variação dimensional destes materiais (vistas nas Figuras 4.37 e 4.50), que a variação dos tempos de sinterização não alteraram de forma significativa os valores obtidos de suas propriedades físicas. Esse mesmo fato, aconteceu nos resultados obtidos de propriedades mecânicas, a presença dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn nos sinterizados não ajudaram a elevar a resistência à flexão e dureza. Porém, nestes materiais obtive-se compactados sinterizados com excelentes microestruturas, elas são mais homogêneas e com pouca presença de poros pequenos (vistas nas Figuras 4.42, 4.43, 4.44 e 4.45) quando estes materiais são comparados com as microestruturas obtidas dos compactados produzidos à pressão de 400 MPa (vistas anteriormente nas Figuras 4.38, 4.39, 4.40 e 4.41)

4.7 Discussão dos resultados obtidos dos compactados sinterizados da liga AA6061, com e sem aditivos e dos reforços cerâmicos.

4.7.1 Influência dos aditivos

a) Efeito nos produtos obtidos da liga AA6061 e com adição dos aditivos

Para poder explicar como os aditivos Pb e Sn podem afetar na densificação de um material e por sua vez tenham a suficiente capacidade de poder alterar as propriedades físicas e mecânicas, muitos trabalhos mencionam o efeito de esses aditivos, principalmente em ligas de alumínio da serie 2xxx e 6xxx (SERCOMBE, T.B. e SCHAFFER, G.B, 1999; LUMLEY, R.N. e SCHAFFER, G.B, 1998; SERCOMBE ,T.B., 2003; SCHAFFER.G.B, HUO S.H et al, 2001).Estes autores relataram que adicionando os aditivos Pb e Sn às ligas de alumínio AA2124 e AA6061 melhoraram a sinterização desses materiais, os mecanismos que explicam esse efeito, se deve a redução da tensão superficial da fase líquida. Assim, de alguma forma os aditivos Pb e Sn podem promover alterações na distribuição e a difusão do líquido formado através das partículas de alumínio durante a sinterização. Além disso, quando estes elementos são fundidos

na fase líquida (pontos de fusão do Pb e Sn; 330 ºC e 230 ºC) não se molham, por possuírem tensões superficiais menores as do alumínio. Assim, o Pb e o Sn são segregados por difusão à superfície do líquido. As razões principais para que estes elementos fundidos sejam segregados à superfície do líquido, está intimamente relacionado com a molhabilidade do líquido e do ângulo de contato. Assim, para melhorar a sinterização com fase líquida deve-se ter em conta a difusão do líquido entre as partículas do alumínio. A difusão do líquido é determinada pelo ângulo de molhamento (θ), enunciada pela equação de Young (vistas anteriormente na Equação 2.14, capitulo II).

$$\theta = arc.\cos(\frac{\gamma sg - \gamma sl}{\gamma \lg}) \qquad (2.14)$$

Onde: γ_{sg} tensão superficial sólido-gás, γ_{sl} tensão superficial sólido-líquido e γ_{lg} tensão superficial líquido-gás. Para que o líquido molhe um sólido, requer-se que o ângulo de molhamento seja <90º, que a tensão superficial sólido-líquido ou líquido-gás seja o menor possível, dessa forma pode-se reduzir o ângulo de molhamento, conseqüentemente se obterá uma boa difusão do líquido e densificação melhorando a sinterização do compactado.

Analisando os resultados obtidos constatou-se que adicionando os aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn à liga AA6061 foram suficientes para promover a ativação de sinterização com presença de fase líquida nos compactados produzidos à pressão de 800 MPa quando são comparados com os valores obtidos dos compactados produzidos à pressão de 400 MPa. Assim mesmo, a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn mostraram uma maior eficiência na ativação de sinterização, melhoraram os valores de suas propriedades físicas (densificação e variação dimensional) e as propriedades mecânicas. Observou-se, que os compactados adicionados com o Pb tiveram um melhor comportamento na sinterização obtendo-se valores maiores do que os compactados adicionados com o Sn em todas as condições de sinterização.

Os mecanismos que envolveram a obtenção de compactados bem sinterizados devem-se, principalmente, à diminuição da tensão superficial da fase líquida de Al+Mg_2Si. A adição de Pb e Sn conseguiram promover alterações na distribuição e difusão do líquido através das partículas de alumínio durante a sinterização. Além disso, é de vital importância levar em conta a tensão superficial dos materiais envolvidos na sinterização. Como são mostrados na Tabela 4.17. Pode-

se observar que a tensão superficial do Pb líquido é menor do que a tensão superficial do Sn líquido. Assim mesmo, a tensão superficial destes dois elementos são muito menores, quase o dobro ao do alumínio.

Tabela 4.17 Propriedades físicas e químicas da estrutura do alumínio e dos traços elementos de chumbo, estanho e outros (ASM HANDBOOK, 1992, BARRET,C., MASSALSKI, T.B, 1980)

Elemento	Solubilidade sólida no Al (%massa)	Tensão superficial (mNm^{-1})	Ponto de fusão (^oC)	Pressão de vapor a 620º C (Pa)
Al	-	914	660	$1,1x10^{-7}$
Zn	83,1	782	420	$2,6x10^{3}$
Pb	0	468	328	$1,1x10^{-1}$
Sn	0,13	544	232	$9,9x10^{-8}$
In	0,19	556	157	$3.2x10^{-4}$
Se	<0,009	106	221	$4,2x10^{4}$
Bi	<0,23	378	271	$1,3x10^{-1}$
Sb	0	367	631	$1,6x10^{1}$

Entretanto, a Figura 4.59, mostra a representação gráfica da microsegregação do Pb quando é adicionado como aditivo nas partículas de alumínio. Pode-se ver que a microsegregação do Pb é realizada a partir de uma camada rica deste elemento, principalmente na interface sólido-líquido, líquido-gás e sólido-gás das partículas de alumínio. A menor tensão superficial do Pb tende a reduzir a tensão superficial do líquido formado, provocando uma diminuição da energia interfacial de equilíbrio sólido-líquido. Essa diminuição de energia interfacial promove a diminuição do ângulo de molhamento < 90º. A quantidade de fase líquida dependerá da formação de Al+Mg_2Si. O Al+Mg_2Si é o elemento responsável que proporciona o aumento da resistência à tração e dureza da liga AA6061. Assim, a difusão deste líquido formado e sua respectiva distribuição entre as partículas de alumínio são realizadas através das camadas de óxidos microtrincadas. Dessa forma, é possível de melhorar a densificação dos compactados sinterizados.

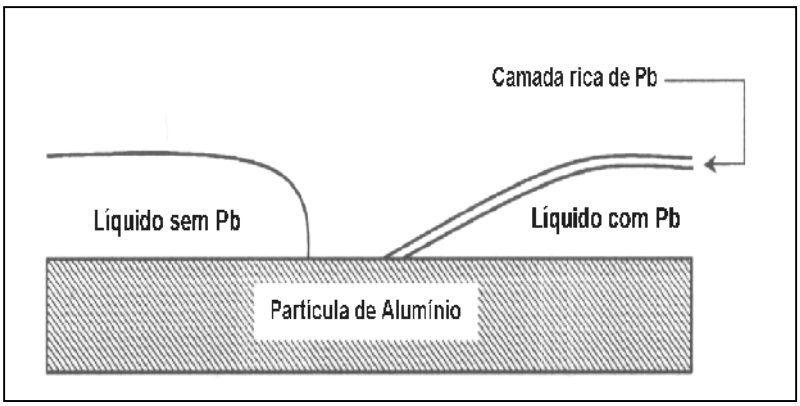


Figura 4.59 Representação gráfica da microsegregação do Pb durante a sinterização do alumínio (SCHAFFER.G.B, HUO S.H et al, 2001).

b) Efeito nos produtos sinterizados dos compósitos reforçados com TiCN

Para poder explicar a adição do reforço de TiCN à liga AA6061 e suas respectivas influências que pudessem alterar ou afetar tanto no comportamento de suas propriedades físicas e mecânicas na produção dos compósitos obtidos. Alguns trabalhos relataram o efeito dos reforços cerâmicos de SiC e TiCN adicionados à ligas de alumínio da serie 2000.

SRINIVASA RAO, C., UPADHYAYA G.S., 1996 reportaram no seu trabalho de investigação o uso do reforço de carboneto de silício (SiC) na forma de partículas (SiC_p) e de fibras continuas (SiC_f) com teores de reforço de 10% em volume na produção de compósitos de matriz de alumínio das ligas A2014 e AA6061. Para consolidar os compactados a verde utilizaram um forno à vácuo e adotaram a sinterização com a presença de fase líquida à temperatura de 635 ºC.

As adições dos reforços SiC_p e SiC_f à liga matriz de A2014 e AA6061 foram com o propósito de melhorar a densificação e suas propriedades mecânicas. Os autores comentaram, para ambas ligas de alumínio que durante a sinterização a penetração do líquido eutético formado, se difundia melhor entre as partículas adjacentes do que mais afastadas entre si. Principalmente, esse fato acontecia quando o ângulo diedro entre as partículas era bem pequeno. Além disso, atribuíram que as durezas dos reforços de SiCp e SiCf provocaram algumas microfissuras nas camadas de óxidos que recobriam as partículas de alumínio. Desse modo, a

densificação do compactados foi atribuída à difusão do líquido em volume, ressaltando de que houve uma maior difusão do líquido eutético em volume na liga A2014 do que a liga AA6061. Esse fato se deve a que o líquido eutético formado no sistema da liga A2014 possuía uma melhor molhabilidade e afinidade na difusividade com relação ao sistema da liga AA6061.

RUIZ-NAVAS, E.M; DELGADO, M.L e TORRALBA, J.M, 2006, relataram em seus trabalhos de pesquisa que o uso do reforço cerâmico de carbonitreto de titânio(TiCN) com teor de reforço de 5% em massa e além dos elementos traços 0,15%Pb e 0,15%Sn na produção de compósitos de matriz da alumínio AA2014. A consolidação dos compactados a verde foram realizadas mediante a sinterização com fase líquida à temperatura de 570 ºC. A adição deste reforço foi com objetivo de melhorar a densificação e suas propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza.

A principal diferença que encontraram nos compósitos sinterizados AA2014+5%TiCN com relação aos tempos de sinterização que aumentando o tempo até 60 min, foi que conseguiram obter microestruturas mais homogênea com áreas brancas na forma de rios, ricas de cobre totalmente incorporadas dentro das partículas de alumínio e entre os contornos de grão do alumínio. Enquanto, que para os mesmos compósitos reforçados com 5%TiCN adicionados com Pb e Sn, microestruturalmente, não foram detectadas esse tipo de microestruturas citadas. É possível, que as partículas de TiCN ajudaram a difusão do líquido dentro das partículas de alumínio. De tal modo, que permitiram com certa facilidade a difusão do líquido entre os contornos de grão. Também, comentaram que durante a compactação, as partículas de TiCN ajudaram a romper as camadas de óxidos que recobriam as partículas de alumínio.

Por outro lado, atribuíram, que o efeito derivado da falta de molhabilidade entre o alumínio fundido com o TiCN tenham ajudado a sinterização deste material. Dessa forma, quando o compactado é aquecido durante a sinterização, a fase líquida já formada tende-se a difundir com maior facilidade através das camadas de óxidos trincadas para o interior das partículas de alumínio, conseqüentemente melhoraram a densificação e propriedades mecânicas dos compósitos produzidos com teor de reforço de 5%TiCN, com relação aos outros materiais sinterizados.

Analisando os resultados obtidos neste trabalho, a adição dos teores de reforço de 5% e 10% TiCN à liga AA6061 na obtenção dos compósitos, constatou-se a grande evolução dos sinterizados contendo 10%TiCN de reforço com relação aos compósitos reforçados com

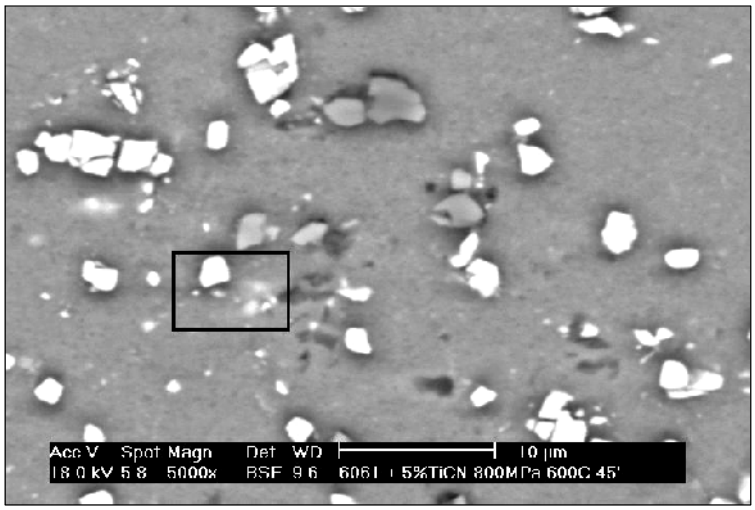
5%TiCN. Quando são observados microestruturalmente, encontraram-se microestruturas mais homogêneas com maior presença de fase líquida de Al+Mg_2Si que se encontram entre as partículas de alumínio e com uma ampla diminuição de poros, quando comparadas as microestruturas da liga matriz AA6061. Para a obtenção destas microestruturas atribui-se de que o TiCN devido a sua morfologia poligonal e alta dureza durante a compactação, podem ter induzido a formação de algumas microtrincas na camadas de óxidos de alumínio que recobriam às partículas de alumínio. Além disso, é de vital importância ressaltar o efeito da molhabilidade entre o alumínio fundido com o TiCN na sinterização dos compósitos produzidos.

LEVI, G., BAMBERGER, M. e KAPLAN, W.D., 1999; LEVI, G., KAPLAN, W.D. e BAMBERGER, M., 2002 investigaram a molhabilidade de seis ligas diferentes do sistema Al-Mg-Si, além do Al e Mg puro. Para as experiências de molhamento utilizaram o modelo de formação de uma gota sobre o substrato de TiCN poroso. A formação dos ângulos de contato destas ligas foram medidas em função das temperaturas. Concluíram, que o Al puro não molha ao TiCN, porque o ângulo de contato do alumínio líquido sobre o TiCN encontra-se acima de 90º para as faixas de temperaturas de 720-900ºC. Do mesmo modo, para as outras ligas utilizadas nestas experiências estas não foram molhadas dentro dessa faixa de temperaturas. Também, observaram que a adição do Si e do Mg ao alumínio não ajudaram a melhorar a molhabilidade do alumínio sobre o substrato do TiCN.

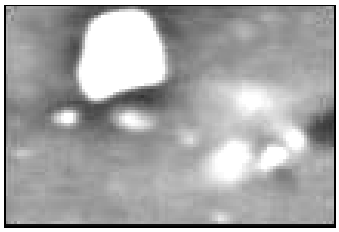
Dessa forma, a partir dos dados obtidos da pressão de compactação e as diversas variáveis analisadas que envolvem a sinterização na obtenção dos compósitos. Pode-se atribuir que durante o aquecimento e a sinterização, as microtrincas formadas na superfície dos óxidos de alumínio, devido à compactação submetida facilitaram para que o líquido formado de Al+Mg_2Si pudesse difundir e se distribuir através das partículas do alumínio. Além disso, a falta de molhabilidade do alumínio líquido sobre as partículas do TiCN ajudou à fase líquida difundir-se no contorno das partícula de alumínio, a qual contribuiu para melhorar a densificação dos sinterizados.

A Figura 4.60 mostra a microestrutura de um compósito adicionado com 5%TiCN e a área selecionada para a análise de espectrometria por energia dispersiva (EDS) mostrando a representação gráfica dos elementos químicos presentes no compósito. Podem-se observar nesta pequena área, os diferentes picos obtidos dos elementos químicos encontrados num corpo de prova sinterizado. O pico mais alto representado graficamente, pertence à composição do alumínio na matriz AA6061(Figura 4.41c), os outros picos menores mostram os elementos de Mg

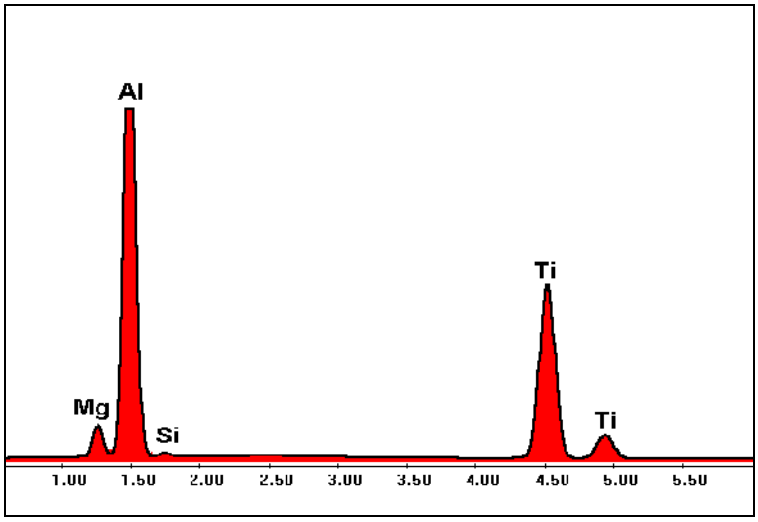
e Si que estaria representado pela formação de Al+Mg_2Si, seguindo o mesmo curso da análise um pouco mais afastadas dos elementos iniciais, podem ser apreciados outros picos de tamanho médio do Ti que pertencem ao reforço de TiCN, mostrando que estes encontram-se no contorno das partículas do alumínio.



a)



b)



c)

Figura 4.60 Microestrutura do compósito contendo 5%TiCN de reforço, sinterizado à temperatura 600 ºC, tempo de 45 min. a) Fotografia MEV, b) Representação da área selecionada para análise de EDS e (c) Gráfico obtido da análise EDS mostrando os elementos presentes em um compósito reforçado.

4.7.2 Influência da pressão de compactação

a) Efeito nos compactados obtidos da liga AA6061 e com adição de aditivos

Os efeitos da pressão de compactação na produção dos corpos de prova da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn foram avaliadas pela comparação de densidades relativas entre o material obtido após compactação e após sinterização com as diversas pressões de compactação. Constatou-se que, à medida que foi elevada a pressão de compactação, aumentou-se a densidade relativa dos compactados a verde. Porém, para uma mesma pressão de 400 MPa, a densidade relativa após compactação foi muito maior do que a densidade relativa após sinterização. Isso confirma que houve uma maior dilatação dos compactados afetando suas dimensões originais após a sinterização. Essa variação de densidade relativa entre o material compactado e do material sinterizado foi minimizada com o aumento da pressão de compactação de 800 MPa.

Assim mesmo, analisando os resultados obtidos da liga AA6061 e com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn nos compactados produzidos às pressões de 400 e 800 MPa. Concluiu-se, através das microestruturas obtidas destes materiais produzidos à pressão de 800 MPa, de que houve uma grande evolução na sinterização dos compactados obtiveram-se microestruturas mais homogêneas com presença de fase líquida em varias regiões da matriz do alumínio. Além disso, os poros grandes diminuíram implicando em uma boa densificação dos compactados. Por outro lado, para os compactados produzidos à pressão de 400 MPa, a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn não ajudaram na ativação de sinterização, os resultados microestruturais mostraram uma péssima densificação.

Portanto, a pouca pressão de compactação submetida na obtenção dos compactados está intimamente ligada à densidade a verde do material em pó. É de grande importância ressaltar, que a capacidade de contração de um mesmo material compactado é inversamente proporcional à densidade a verde. Se a densidade a verde for muito baixa se obterá uma forte contração com uma altíssima diminuição de suas dimensões iniciais. Para evitar esse comportamento atípico dos compactados, na maioria dos casos é determinada pela pressão de compactação. Isto é, aumentando a pressão se obterá maiores deformações plásticas, conseqüentemente se obterá altas densidades a verde. Porém, neste caso a dilatação obtida nos compactados após a sinterização,

parecem evidenciar a pouca capacidade densificação do material para se obter uma apropriada sinterização, já que muitos dos mecanismos que governam este processo estão associados às alterações de densidade dos compactados que pudessem alterar as dimensões finais.

b) Efeito nos compactados produzidos dos compósitos reforçados com TiCN

Os efeitos da pressão de compactação na produção dos compósitos adicionados com teores de reforço de 5% e 10%TiCN está associado à densidade relativa dos compactados a verde. Constatou-se, que elevando a pressão dos compactados de 400 para 800 MPa, a adição dos reforços de TiCN à liga AA6061 ajudaram a elevar a densidade relativa a verde obtendo-se valores bem altos, próximos de 99% da densidade relativa. Além disso, observou-se que para uma mesma pressão de compactação de 400 MPa a diferença de densidades do material após compactação foi um pouco superior ao material após sinterização. Enquanto, que para a pressão de 800 MPa, essa diferença de valores obtidos entre as duas densidades foram completamente reduzidas ao mínimo.

De fato, as forças submetidas de pressão nos compósitos obtidos com teores de reforço de 5% e 10%TiCN, favoreceram a um maior contato de adesão entre as partículas de alumínio e do reforço, obtendo-se altas densidades relativas a verde, conseqüentemente, após a sinterização os compósitos mostraram uma boa densificação com uma mínima variação dimensional.

Analisando, os resultados das microestruturas obtidas dos compósitos adicionados com teores de reforço de 5% e 10%TiCN, observou-se para os compactados produzidos à pressão de 800 MPa uma grande evolução na microestrutura sendo estas mais homogêneas com uma presença maior de fase líquida de Al+Mg_2Si em varias regiões da matriz e com uma ampla diminuição de poros quando comparados com as microestruturas dos compósitos produzidos à pressão de 400 MPa em todas as condições de sinterização.

4.7.3 Influência da temperatura de sinterização

a) Efeito nos sinterizados da liga AA6061 e com adição de aditivos

Para poder explicar a influência da temperatura de sinterização dos compactados

produzidos, analisou-se no diagrama de seção binária Al-Mg_2Si, extraída do sistema ternário Al-Mg-Si. A combinação do magnésio e silício forma o composto intermétalico Al+Mg_2Si, que antes de atingir o equilíbrio no superenvelhicemento. Este composto é responsável de proporcionar à liga AA6061 a resistência final. A solubilidade da fase Al+Mg_2Si (β) na matriz rica em alumínio (α) aumenta com a elevação da temperatura. O tratamento de solubilização e envelhecimento artificial controlado permite a precipitação da segunda fase (β) a partir de uma solução sólida supersaturada. Isso favorece a formação de precipitados finos e bem distribuídos, que acarreta a um substancial aumento na dureza do material (HATCH, J.E., 1990, BARBOSA, C., BASTIAN, F. E ACSELRAD, O, 1991).

A Figura 4.61 mostra no diagrama de seção binária Al-Mg_2Si a formação do composto intermétalico de Al+Mg_2Si solúvel no alumínio em 1,85% à temperatura de 595 ºC.

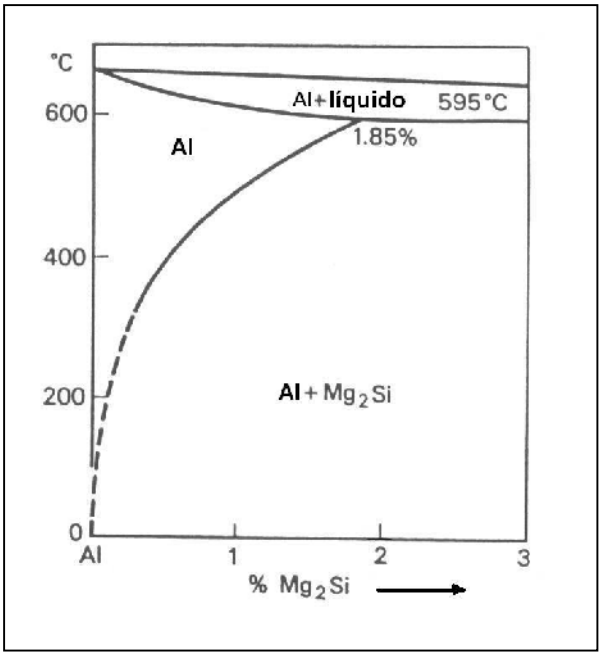


Figura 4.61 Diagrama de fases binário de Al-Mg_2Si extraída do sistema ternário Al-Mg-Si, mostrando a solubilidade sólida do Al+Mg_2Si no alumínio.

Analisando os resultados obtidos da análise térmica diferencial (ATD) destes materiais, mostraram que a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn ajudaram a retardar a temperatura inicial de fusão acima de 10ºC comparadas com a temperatura da liga AA6061. Quando os compactados foram sinterizados a diversas temperaturas, encontrou-se que a temperatura de sinterização apropriada

era de 600 ºC. Segundo o diagrama Al-Mg_2Si, observa-se que nesta temperatura já se tinha formado a fase líquida rica de Al+Mg_2Si. Temperaturas acima de 610ºC existem a possibilidade de se ter uma maior formação da fase Al+líquido. Talvez, por esse motivo os compactados com menor densidade a verde mostraram uma rápida queda na densificação pela falta de união de contato entre partículas durante a sinterização.

Se bem que toda reação química requer de um balanço de massas, de íons, etc. Os elementos químicos de Mg e Si requerem de um balanço estequiométrico para a formação de ligas da serie 6000. Assim, para a obtenção da liga A6061 em condições de equilíbrio, requer-se que a relação Mg/Si seja igual a 1,73 (%massa). Essa relação indica que todos os precipitados de Mg e Si contribuíram a formação da fase intermetálica de Mg_2Si. Este composto formado fornece a dureza deste material. Agora bem, se a relação Mg/Si for maior que 1,73 se obteria a formação da fase Mg_2Si (β). Entretanto, se a relação Mg/Si for menor que 1,73 teria a possibilidade no equilíbrio o "excesso de Si" na obtenção desta liga. EDWARD et al, 1994, estudou a relação estequiométrica dos elementos de Mg e Si, demonstrou que para se obter uma fase metaestável a composição apropriada da liga deve-se ter uma relação em equilíbrio de 1:1.

A Figura 4.62 mostra a relação estequiométrica da liga AA6061 escolhida a partir de sua composição química de Mg e Si (%massa).

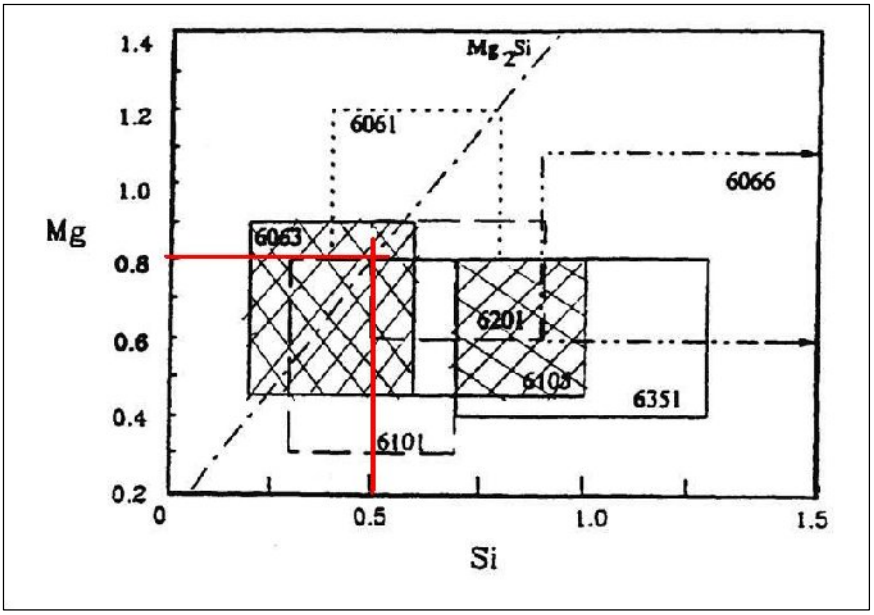


Figura 4.62 Distribuição estequiométrica da formação de Mg_2Si a partir dos elementos de Mg e Si (% massa), mostrando a relação de composição química da liga AA6061.

Realizou-se uma interseção de linhas entre os dois elementos de Mg e Si para se verificar a formação do Mg_2Si (Figura 4.62). A pouca presencia de Mg e sendo maior do Si neste equilíbrio estequiométrico obteve uma relação de Mg/Si menor que 1,73 mostrando que o excesso de Si ajudaria a equilibrar a formação desta liga, além de ser este elemento um grande promotor no acréscimo da resistência mecânica dos compactados sinterizados.

OZAWA, E., KIMURA, H., 1970, LENDVAI, J. et al., 1974, THOMAS, G., 1961, KOVACS, J. et al., 1974, reportaram que a adição do teor de Si nas ligas Al-Mg não deveria ultrapassar 0,5% em massa deste elemento para formação do composto Mg_2Si. Dessa forma, tendo em conta que a solubilidade do Si no alumínio é menor do que o Mg. Então, o Si passaria a ser o elemento responsável para equilibrar a relação dos precipitados de Mg e Si na formação da liga Al-Mg.

b) Efeito nos produtos sinterizados dos compósitos reforçados com TiCN

Analisando os resultados obtidos da temperatura de sinterização segundo os dados fornecidos de ATD dos materiais compósitos, foram observados que a adição dos teores de reforços de 5% e 10%TiCN à liga AA6061 ajudaram a retardar a temperatura de sinterização aproximadamente em 15 ºC a mais do que liga AA6061. Além disso, os reforços conseguiram prolongar o tempo de fusão total entorno de 10 ºC a mais do que os materiais adicionados com 0,1%Pb e 0,1%Sn. Comprovou-se para os materiais compósitos que a temperatura de sinterização apropriada foi de 600 ºC. Nesta temperatura atingiu-se uma elevada evolução de sinterização dos compactados, principalmente nos compósitos obtidos a pressão de 800 MPa. Os resultados microestruturais destes compósitos mostraram microestruturas homogêneas e refinadas com uma boa distribuição dos reforços em toda a matriz do alumínio. Além de isso, a presença da fase líquida de Al+Mg_2Si é mostrada em varias regiões da matriz com pouquíssima quantidade de poros, conseqüentemente se obtiveram elevadas propriedades físicas e mecânicas.

SCHATT, W., WIETERS, K.P., 1997 mostraram que as propriedades mecânicas de um material sinterizado em pó, geralmente são melhorados com a elevação da temperatura de sinterização. Entretanto, o excesso de temperatura também pode acarretar problemas na microestrutura interna e afetar a variação dimensional dos sinterizados.

4.7.4 Influência do tempo de sinterização

a) Efeito nos produtos sinterizados da liga AA6061 com adição de aditivos

Para poder explicar a influência dos tempos de sinterização dos compactados adicionados com 0,1% Pb e 0,1%Sn à liga AA6061, observou-se que estes materiais tiveram um efeito diferente na sinterização. Os resultados obtidos de ATD mostraram que o Pb e Sn afetaram indiretamente na temperatura de sinterização retardando o início de fusão destes materiais em torno de 10 ºC a mais do que a temperatura obtida da liga AA6061.

Observando de novo a Figura 4.61 (diagrama de seção binária Al-Mg_2Si) pode-se ver que à temperatura de 595ºC inicia-se a formação do Al+Mg_2Si solúvel em 1,85% do alumínio. Pode-se, dizer que os compactados adicionados com aditivos Pb e Sn precisariam de um tempo maior para ativação da fase líquida de Al+Mg_2Si nos compactados produzidos com menor densidade a verde, porque o líquido formado seria prejudicado na sua propagação e difusão no contorno das interpartículas de alumínio. Os resultados obtidos nestes materiais adicionados com aditivos Pb e Sn mostraram que aumentando o tempo de sinterização de 45 min ou mais se obtiveram boas densificações com elevadas propriedades mecânicas de resistência à flexão e dureza, principalmente nos compactados obtidos com altas densidades a verde (pressão de 800 MPa), pois estes se aproximam mais a massa especifica teórica destes materiais.

b) Efeito dos produtos sinterizados dos compósitos reforçados com TiCN

A adição dos reforços de 5% e 10%TiCN à liga AA6061 na obtenção dos compósitos, estes ajudaram a retardar a temperatura de sinterização em 15ºC a mais que a temperatura obtida da liga AA6061. Devido a esse fato, estes materiais compósitos simplesmente precisaram de um tempo menor para ativação e difusão da fase líquida de Al+Mg_2Si propagando-se pelas interpartículas do alumínio. Os resultados obtidos microestruturalmente mostraram para os compósitos com 5% e 10%TiCN de reforço que a variação dos tempos de sinterização não alteraram de forma significativa as microestruturas obtidas destes materiais, principalmente, nos compósitos produzidos à pressão de 800 MPa.

Além disso, poder-se-ia dizer que o tempo de sinterização está condicionado à densidade a verde dos compactados, a eficiência do tempo aumentou com a elevação da pressão de compactação, devido a que densidade a verde se aproxima progressivamente à massa especifica teórica do material. Esse fato acontece porque a diminuição de dilatação do material ocorre no primeiro estagio do tempo de sinterização e o líquido formado por difusão pode contribuir à união das interpartículas do alumínio. Dessa forma, é possível de se obter uma boa densificação dos compactado com um tempo menor de sinterização.

Capítulo V

Conclusões e sugestões para trabalhos futuros

5.1 Conclusões

Os resultados gerais obtidos neste trabalho confirmam a eficácia da técnica da metalurgia do pó para a produção de materiais compósitos com matriz de alumínio, envolvendo sinterização com fase líquida. Foram obtidos produtos sinterizados com propriedades físicas e mecânicas adequadas à sua aplicação em engenharia.

Com relação aos parâmetros de processo estudados e seu efeito tanto no próprio processo como na qualidade do produto, os resultados obtidos permitem concluir:

1 Com relação à caracterização das misturas de pós produzidos, constatou-se que a adição dos aditivos de pós de Pb e de Sn reduziram, enquanto a adição de partículas do reforço TiCN aumentaram a densidade aparente da mistura de pós quando comparada com a densidade aparente da liga AA6061 sem aditivos ou reforços.

2 A adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn à liga AA6061 retardaram o início de formação do líquido durante a sinterização, enquanto que a adição dos reforços de TiCN acelerou o início da formação do líquido, a qual ocorreu à temperatura de 600ºC.

3 Quanto à relação entre a densificação do compactado a verde e do sinterizado da liga

AA6061 com adição dos aditivos 0,1%Pb e 0,1%Sn, observou-se para uma mesma pressão de compactação (400 MPa), uma diferença de valores de densidades relativas, sendo maiores após compactado a verde com relação ao do sinterizado, devido à dilatação destes últimos após a sinterização. Essa diferença de densidades foi minimizada com o aumento da pressão de compactação de 800 MPa.

4 Nos compósitos produzidos com adição de 5% e 10%TiCN de reforço conseguiram minimizar a diferença de densidades relativas entre o material compactado a verde e do sinterizado sendo mínima em todas as condições de compactação.

5 Quanto ao efeito na sinterização, verificou-se que a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn à liga AA6061 foram suficiente para ativar a sinterização dos compactados com presença de fase líquida, principalmente nos compactados produzidos a altas pressões de compactação.

6 Constatou-se através de suas propriedades físicas e mecânicas que os compactados adicionados com os aditivos Pb mostraram uma maior eficiência de ativação na sinterização com relação aos compactados incorporados dos aditivos Sn, em todas as condições de sinterização estudadas.

7 Quanto à adição dos teores de reforço de 5% e 10%TiCN à liga AA6061, constatou-se que os reforços mostraram uma grande eficiência de ativação na sinterização dos compósitos, devido à combinação de dois fatores: durante a compactação os reforços provocaram microfissuras nas camadas de óxidos de alumínio durante a compactação e pela não molhabilidade do TiCN pelo líquido formado na etapa de sinterização. Dessa forma, a fase líquida formada de Al+Mg_2Si conseguiu sua difusão a través destas microfissuras para se distribuir no contorno das partículas de alumínio. Esse efeito levou a um aumento na densificação, diminuição da variação dimensional e melhoria de suas propriedades mecânicas.

8 Para a obtenção de produtos sinterizados com boas propriedades físicas e mecânicas dos compósitos produzidos com 5% e 10%TiCN de reforço foi suficiente a aplicação de uma

pressão de 400 MPa e temperatura de sinterização de 600ºC.

9 Com relação às microestruturas dos compósitos produzidos com 5% e 10%TiCN de reforço, constatou-se uma melhor sinterização dos compactados produzidos à pressão de 800 MPa quando comparada à sinterização dos compactados à pressão de 400 MPa. Os resultados obtidos mostraram microestruturas mais homogêneas, com maior presença de fase líquida nos contornos das partículas de alumínio e pouca quantidade de poros, no primeiro caso. Estes fatores levaram a uma melhor densificação, com menor variação dimensional, além de melhores propriedades mecânicas, tais como a resistência à flexão e dureza.

10 Com relação aos tempos de sinterização para uma mesma temperatura de 600ºC, constatou-se que a adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn à liga AA6061 elevou os tempos de sinterização até 45 min. A presença desses elementos levou a uma melhoria da microestrutura e um aumento das propriedades físicas e mecânicas da liga, principalmente nos compactados produzidos à pressão de 800 MPa.

11 Com respeito aos tempos apropriados de sinterização dos compósitos produzidos com 5 e 10%TiCN de reforço, observou-se que mesmo reduzidos tempos de sinterização (15 min) acarretam produtos com boas propriedades físicas e mecânicas. As microestruturas dos compósitos obtidos em diferentes tempos de sinterização não apresentam alterações significativas, principalmente para os compactados produzidos para uma mesma pressão de compactação.

12 Quanto à adição de 0,1%Pb e 0,1%Sn nos compósitos produzidos com diferentes teores de reforço TiCN, observou-se que estes aditivos não apresentaram efeito nas propriedades físicas e mecânicas do produto, quando comparados com compósitos reforçados sem adição de aditivos.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Como sugestões para trabalhos futuros, podem ser destacadas a importância dos seguintes temas:

▪ Estudar e verificar a morfologia e caracterização da mistura de pós vinculadas às etapas de compactação para outros materiais e outros sistemas de compósitos

▪ Caracterizar os materiais obtidos neste trabalho em relação às propriedades de desgaste e de corrosão.

▪ Estudar a influência da temperatura de sinterização dos materiais compósitos sobre os mecanismos envolvidos no tratamento térmico das ligas de alumínio, isto é, processo de solubilização e a cinética de envelhecimento.

▪ Comparar os compósitos sinterizados a partir dos pós compósitos produzidos com 5%TiCN de reforço, a qual apresentou boas propriedades físicas e mecânicas quando produzido a partir de compactados a pressão de 400 MPa, com outros compósitos reforçados de partículas de SiC e de Si_3N_4 de igual processamento. Esta comparação pode determinar ou confirmar a vantagem da utilização do TiCN como reforço para compósitos metálicos de matriz de alumínio mediante o processo de sinterização com fase líquida.

▪ Analisar e comparar a influência do Pb e Sn com outros aditivos que possibilitem a melhora da molhabilidade na sinterização com fase líquida no sistema de ligas de alumínio.

▪ Estudar e comparar o método de compactação entre a isostática a frio e a uniaxial a frio na produção de compósitos a partir da mistura de pós, utilizando as mesmas variáveis de processamento e análise de suas propriedades obtidas.

Referências Bibliográficas

ALMAN D.E., HAWK J.A. 1994 – "Processing Intermetallic Composites by Self-Propagating High Temperature". Journal of Materials, March, p.31-35.

ALDINGER, F., 1974 – "Controlled Porosity by an Extreme Kirkendall Effect", Act. Met. Vol.22 , p. 923-928.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS HANDBOOK, 1992. vol.7, Ed. ASM.

ASM HANDBOOK, 1992 – "Alloy Phase Diagrams", vol. 3, American Society for Metals International, Materials Park, OH.

BAILEY , J.A., TUNDERMANN, J.H, 1966 – Transactions Metallurgy Society AIME 1966, vol. 236, p.1031.

BARBOSA, C., BASTIAN, F. E ACSELRAD, O, 1991 – "Efeito do Tratamento Térmico na Microestrutura e Dureza da Liga 6063 (Al-Mg-Si)", Anais do 46º Congresso anual da ABM, v.3, set,1991, p.177-188.

BARRET, C., MASSALSKI, T.B, 1980 – " Strutures of Metals", 3a Ed. Pergamon.

BENJAMIN, J.S.,1970 - "Dispersion Strengthened Superalloys by Mechanical Alloying", Metallurgy Transactions, vol. 1, octuber 1970, p.2943-2951.

BHANUPRASAD, V. V. e co-autores, 1991 - "Powder Metallurgy Processing of Al-SiC Composites", The international Journal of Powder Metallurgy, vol.27, No 3, p.227-234.

BISHOP, D.P, et al., 2000 – "On Enhancing the Mechanical Properties of Aluminum PM Alloy", Materials Science and Engineering, A290, p.16-24.

BRADBURY, S., 1986 - "Powder Metallurgy Equipment Manual", Metal Powder Industries Federation.

CAMEL, D., EUSTATHOPOULUS, N e DESRE P.-1980 Acta Metallurgy ,vol.28, p.239.

CHIAVERINI,V., 1992 – "Metalurgia do Pó – Técnicas e Produtos", Associação Brasileira de Metais, 3ª ed. São Paulo.

CLYNE, T. W., WITHERS, P. J., 1993 – "An Introduction to Metal Matrix Composites", Cambridge University Press, Cambridge, UK.

DELGADO, M.L, RUIZ-NAVAZ, E.M. et al, 2005 - "Enhancement of liquid phase sintering through Al-Si additions to Al-Cu Systems", Journal of Material Processing Technology, vol. 162-163, p.280-285.

DOWSON, G., 1990 - "Powder Metallurgy: The process and its products". The Adam Hilger Series on New Manufacturing Processes and Materials. Series Editor John Wood.

EDWARD et al, 1994 – "Investigation of the Optimization of Fase and Alloy Compositions of Al-Cu-Si-Mg Alloy", Z. Metallkd, v.83, p.762-765

ERICH, D.L, 1986 – "Metal-Matrix Composites: Problems, Applications and Potential in the P/M Industry" Progress in Powder Metallurgy, vol.46, p.45-65.

FOGAGNOLO, J.B., 2000 – "Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó, via Moagem de Alta Energia e Extrusão", Tese

de doutorado apresentada a Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas.

FOLTZ, J.V. 1998 – "Metal Matrix Composites", Advanced Materials & Process, vol.154, No 6, p.19-23.

GERMAN, R.M., 1985 – "Liquid Phase Sintering", New York, NY: Plenum, p.240.

GERMAN, R.M., MUNIR, Z.A., 1982 – "Activate Sintering of Refractory Metals by Transition Metal Addition", Rev. Powder Metallurgy Physical Ceramic, vol. 2, p.9-43.

GINGU, O., ROSSO, M., UBERTALLI, G. 1998 – "Comparative Analysis of the Structure and Properties of Al/SiC Composites Materials as a Function of PM Processing Route", Proceeding of the 1998 Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol.5, p.162-167.

HALLHAGEN, K., THORNEBLAND, O., 1997 - "The Influence of Lubricants in Powder Compaction", European Conference of Advances in Structural P/M Components, p.59-69, Munich.

HATCH, J.E., 1990 - Aluminum: "Properties and Physical Metallurgy", ASM, Metals Park, USA.

HIRSCHHORN, J.S., 1969 - "Introduction to Powder Metallurgy". American Powder Metallurgy Federation.

HOGANAS HANDBOOK FOR SINTERED COMPONENTS,1997 - " Productions of Sintered Components", vol. 2, Ed. Hoganas A.B.

JAIN, M.K. BHANUPRASAD, V.V, KAMAT, S.V, PANDEY, A.B VARMA,V.K., BHAT,B.V.R., 1993 - "Processing Microstructure and Properties of 2124 Al-SiC Composites" The International Journal of Powder Metallurgy, vol.29, p. 267-275.

KEVORKIJAN, V.M., 1999 – "Aluminum-base Composites", Advanced Materials & Processes, vol.5, p.27-29.

KOVACS, J. et al., 1974 – " The Effect of Pre-aging at Room Temperature on the Ageing Process of Al-Mg-Si Alloys", Aluminum, v.50, Nº 9, p.578-581.

LENDVAI, J. et all., 1974 – " The Effect of the Temperature of Solution Treatment and Quenching on the Zone formation Process in Al-Mg-Si Alloy" Materials Science and Engineering, v.16, p.85-89.

LENEL, F.V., 1980 - "Powder Metallurgy: Principles and Application". Metal Powder Metallurgy Federation.

LEVI, G., BAMBERGER, M. e KAPLAN, W.D., 1999 – "Wetting of Porous Titanium Carbonitride by Al-Mg-Si Alloys", Acta Mater. v.47, Nº14, p.3927- 3934.

LEVI, G., KAPLAN, W.D. e BAMBERGER, M., 2002 – "Interfacial Phenomena and Microestructure Evolution During Solidification of Binary and Ternary Al-Mg-Si Alloys Cast with Titanium Carbonitride", Materials Science and Engineering, A326, p.288-296.

LINDROOS, V.K., TALVITIE, M.J, 1995 – "Recent Advances in Metal Matrix Composites", Journal of Materials Processing Technology, vol.53, p.273-284.

LUMLEY, R.N., SCHAFFER,G.B.,1996 - "The effect of Solubility and Particle Size on Liquid Phase Sintering", Scripta Materialia, Vol.35 No5, p.589-595.

LUMLEY, R.N., SERCOMBE, T.B., SCHAFFER,G.B.,1999 - "Surface Oxide and the Role of Magnesium During the Sintering of Aluminum", Metallurgical and Materials Transactions A, vol.30A, p. 457-463.

MORGAN, C.S., 1973 – "Materials Transport by Dislocation Motion in Sintering. Physics of

Sintering", vol.5, p. 31-40.

MOURISCO, A., AMBROSIO FILHO, F., GONÇALVES, M. 1998 – "TEM Study of SiC and Second Phase Particles in PM Aluminum Matrix Composites", Proceedings of the 1998, Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol.5, p.130-135.

MPFI Standard 42, 1985 - "Determination of Sintered Density of Compacted or Sintered Metal Powder Products", Metal Powder Industries Federation.

MPIF Standard 03, 1985 - "Determination of Flow Rate of Free-Flowing Metal Powder Using the Hall Apparatus", Metal Powder Industries Federation.

MPIF Standard 04, 1985 - "Determination of Apparent Density of Free-Flowing Metal Powder Using the Hall Apparatus", Metal Powder Industries Federation.

MPIF Standard 43, 1992 – "Determination of Hardness of Powder Metallurgy Product Standard Test Method for Metal Powder and PM Products", Metal Powder Industries Federation.

MPIF Standard 4*4,* 1992 – "Determination of Dimensional Change from Die Size of Sintered Metal Powder Specimens Standard Test Method for Metal Powder and PM Products", Metal Powder Industries Federation.

MPIF Standard 45, 1988 - "Determination of Compactability of Powders", Metal Powder Industries Federation.

MPIF, 1995 – "Powder Metallurgy Design Manual", Metal Powder Industries Federation.

NEUBING, H.C., JANG, G. , 1987 - "Sintering of Aluminum Parts: The State of Art", MPR, May. 1987, p.354-358.

NYBORG, L., NYLUND, A. OLEFJORD, I. 1988 - "Surface and Interface Analysis"vol.12, p. 110-115.

OZAWA, E., KIMURA, H., 1970 - "Excess Vacancies and the Nucleation of Precipitates in Aluminum-Silicon", Act Metallurgical, v.18, sep.1970, p.995-1004.

ROSSI, J.L., 1998 – "Reinforcements for Metal matrix Composites Produced by Powder Metallurgy" Proceeding of the 1998, Powder Metallurgy World Congress and Exhibition, Granada, Espanha, vol.5, p.157-161.

RUIZ-NAVAS, E. M., DELGADO, M.L., TORRALBA, J.M., 2006 – "2014 Based MMCs: Properties Improvement by (TiCN)p and Trace Additions", J. Mater Science, v.41, p.3735-3541.

SCHAFFER G.B., HUO S.H., et al., 2001 –" The effect of trace elements on the sintering of and AL-Zn-Mg-Cu Alloy", Acta Materialia vol. 49, p. 2671-2678.

SCHATT, W., WITERS, K., 1997 - "Powder Metallurgy – Processing and Materials", ed. European Powder Metallurgy Association, Shrewsbury, UK.

SERCOMBE T.B., SCHAFFER G.B, 1,999 - "On the Use of Trace Additions of Sn to Enhance Sintered 2xxx series Al Powder Alloys, Materials Science and Engineering, A268, p.32-39.

SERCOMBE, T.B, 2003 - "On the Sintering of Uncompacted, Pre-alloy Al Powder Alloys", Materials Science and Engineering, A341, p.163-168.

SMAGORINSKI, M. e co-autores 1998 – "The Properties and Microstructure of Al-based Composites Reinforced with Ceramic Particles", Materials Science and Engineering A, vol. A224, p. 86-90.

SRINIVASA RAO, C., UPADHYAYA G.S., 1996 – "2014 and 6061 Aluminium Alloy-based Powder Metallurgy Composites Containing Silicon Carbide Particles-Fibres", Materials and Design, v.16, N° 6, p.359- 366.

THOMAS, G., 1961 – " The Ageing Characteristics of Aluminum Alloys – Electro Transmission Studies of Al-Mg-Si Alloys", Journal of the Institute of Metals, v. 90, out. 1961, part 2, p.57-63.

THUMMLER, F., OBERACKER, R., 1993 – "Introductions to powder Metallurgy" The Institute of Materials Series on Powder Metallurgy.

VEDULA H., STEPHENS J.R. 1987 – "Powder Metallurgy of Aluminide Intermetallics". Metal Powder Report, February, p.84-89.

WEBER, J.H, SHELLENG, R.D. 1988 - "Mechanical Alloying of Dispersion Strengthened Aluminum: A Retrospective Review", Dispersion Strengthening of Aluminum Alloys, p.467-481, Ed.by Y-W. Kim and W.M Griffith, TMS.

WESTBROOK, J.E., FLEISHER R.L. 1994 – "Intermetallic Compounds: Principles and Practice". England – John Wiley & Sons Ltd.