



UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
MATERIAIS PARA ENGENHARIA



PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ALUMÍNIO
SINTERIZADO EM MICRO-ONDAS COM REFORÇO DE
ESFERAS DE CARBONO OU PARTÍCULAS DE VIDRO

Marcos Cirilo dos Santos

Itajubá, Maio de 2022

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

Marcos Cirilo dos Santos

**PROPRIEDADES MECÂNICAS DE ALUMÍNIO
SINTERIZADO EM MICRO-ONDAS COM REFORÇO DE
ESFERAS DE CARBONO OU PARTÍCULAS DE VIDRO**

**Dissertação submetida ao Programa de Pós-
Graduação em Materiais para Engenharia
como parte dos requisitos para obtenção do
Título de Mestre em Ciências em Materiais
para Engenharia.**

Orientador: Prof.^a Dra. Maria Virginia Gelfuso

Coorientador: Prof. Dr. Daniel Thomazini

Itajubá, Maio de 2022.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus amigos, família e em especial meu filho e esposa pela paciência e pelos incentivos para que eu alcançasse mais este objetivo em minha vida.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pela força e perseverança e proteção todos os dias, me permitindo mais esta conquista;

Aos meus familiares pelo apoio e compreensão;

Aos meus orientadores, Prof.^a Dr.^a. Maria Virginia Gelfuso e Prof. Dr. Daniel Thomazini pela dedicação e orientação na execução deste trabalho;

A todos os professores da Unifei com os quais aprendi muito nas aulas do programa de Materiais para Engenharia;

Aos técnicos Jonas Mendes e Ângelo de Souza pelo auxílio nos ensaios e caracterizações das minhas amostras;

A todos meus amigos que participaram direta ou indiretamente na execução do trabalho com incentivos e apoio nas horas mais difíceis;

Agradeço a Unifei pelo espaço e equipamentos concedidos para o avanço dos estudos e realização dos ensaios.

“A persistência é o menor caminho para o êxito”.

Charles Chaplin

RESUMO

O alumínio é um material muito estudado e empregado nos mais variados projetos e setores da economia devido a um conjunto de propriedades interessantes que atribuem a esse material, facilidade em processos de usinabilidade, fundição e até mesmo de reciclagem. A metalurgia do pó é uma metodologia muito eficiente empregada tanto na produção de compósitos de alumínio, visando obter propriedades mecânicas significativas, que possam atender às diversas aplicações requeridas pela indústria, tais como altos valores de dureza, módulo de elasticidade e limite de resistência. Pesquisadores vêm estudando tanto a inserção de materiais de reforços quanto metodologias alternativas para a sinterização de produtos à base de pós de alumínio, com o objetivo de controlar suas propriedades mecânicas. O grande desafio é atingir esse objetivo empregando metodologias que sejam sustentáveis e amigáveis ao meio ambiente. Neste contexto, com foco no reaproveitamento de rejeitos e resíduos oriundos de materiais descartados, foram utilizados neste trabalho, materiais de reforço obtidos a partir de partículas de vidro, produzidas por meio da moagem de vidrarias descartadas em laboratórios e/ou microesferas de carbono, produzidas a partir de resíduos de fibra de coco. A utilização desses reforços na produção de compósitos à base de alumínio, utilizando a metalurgia do pó e a sinterização em micro-ondas, passa a ser uma alternativa altamente promissora. Assim, neste trabalho, o método de sinterização em micro-ondas foi utilizado para produzir compósitos baseados em matriz de alumínio contendo reforços de partículas de vidro borossilicato e microesferas de carbono, produzidas a partir de fibra de coco pelo método hidrotermal assistido por micro-ondas. Os materiais de reforços, obedecendo a proporções que variaram entre 0,1 e 10,0% em massa, foram misturados ao pó de alumínio comercial puro, utilizando moinho de jarro convencional. As esferas de carbono utilizadas apresentavam diâmetros médios de 4,0 μm e o diâmetro médio das partículas do pó de vidro eram 8,9 μm . O estudo sobre a otimização do tempo utilizado para as misturas os pós de alumínio aos pós de esferas de carbono (AL-EC) e, os pós de alumínio aos pós de partículas de vidro (AL-PV) foram realizados, revelando que a mistura feita em moinho de bolas horizontal, a seco, por 9 horas leva à obtenção das misturas mais homogêneas. Os pós obtidos a partir das misturas, AL-EC e AL-PV, foram compactados, por prensagem uniaxial, em formato de discos utilizando uma matriz metálica. Posteriormente, os discos foram sinterizados a 600°C durante 60 minutos em forno de micro-ondas. Para estudos comparativos, amostras de alumínio puro foram sinterizadas em micro-ondas nas mesmas condições que as amostras contendo os reforços, e foram sinterizadas em forno convencional. Medidas de densificação, bem como análises de difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizadas nas amostras estudadas. A caracterização das propriedades mecânicas foi conduzida por meio de medidas de microdureza e ensaios de resistência à flexão, ou à ruptura transversal (TRS). As amostras de AL puro apresentaram microdureza de 65,50 HV e TRS de 103,4 Mpa. As amostras de AL-PV e AL-EC apresentaram melhorias em suas propriedades mecânicas com relação ao alumínio puro. As amostras contendo 1% de reforço de pó de vidro apresentaram microdureza de 99,29 HV e resistência à flexão de 105,0 MPa, enquanto as amostras contendo de 1% de esferas de carbono apresentaram microdureza de 75,52 HV e resistência a flexão de 82,3 MPa obtendo importantes alterações nas propriedades mecânicas dos compósitos produzidos.

Palavras-chave: Reaproveitamento, Alumínio, Metalurgia do pó, reforço, Sinterização, forno de micro-ondas.

ABSTRACT

Aluminum is a material widely studied and used in the most varied projects and sectors of the economy due to a set of interesting properties that attribute to this material, ease in machinability, casting and even recycling processes. Powder metallurgy is a very efficient methodology used both in the production of aluminum composites, aiming to obtain significant mechanical properties that can meet the various applications required by the industry, such as high values of hardness, modulus of elasticity and resistance limit. Researchers have been studying both the insertion of reinforcement materials and alternative methodologies for the sintering of aluminum powder-based products, in order to control their mechanical properties. The great challenge is to achieve this objective using methodologies that are sustainable and friendly to the environment. In this context, focusing on the reuse of tailings and residues from discarded materials, reinforcement materials obtained from glass particles, produced by grinding discarded glassware in laboratories and/or carbon microspheres, produced from coconut fiber waste. The use of these reinforcements in the production of aluminum-based composites, using powder metallurgy and microwave sintering, becomes a highly promising alternative. Thus, in this work, the microwave sintering method was used to produce aluminum matrix-based composites containing borosilicate glass particle reinforcements and carbon microspheres, produced from coconut fiber by the microwave-assisted hydrothermal method. . The reinforcement materials, in proportions that varied between 0.1 and 10.0% by mass, were mixed with pure commercial aluminum powder, using a conventional pitcher mill. The carbon spheres used had an average diameter of 4.0 μm and the average diameter of the glass powder particles was 8.9 μm . The study on the optimization of the time used for the mixtures of aluminum powders to carbon sphere powders (AL-EC) and, aluminum powders to glass particle powders (AL-PV) were carried out, revealing that the mixture made in a horizontal ball mill, dry, for 9 hours leads to obtaining the most homogeneous mixtures. The powders obtained from the mixtures, AL-EC and AL-PV, were compacted, by uniaxial pressing, in the shape of discs using a metallic matrix. Subsequently, the discs were sintered at 600°C for 60 minutes in a microwave oven. For comparative studies, samples of pure aluminum were sintered in microwave under the same conditions as the samples containing the reinforcements, and were sintered in a conventional oven. Densification measurements, as well as X-ray diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM) analyzes were performed on the studied samples. The characterization of the mechanical properties was carried out by means of microhardness measurements and tests of flexural strength, or transverse rupture (TRS). The pure AL samples showed a microhardness of 65.50 HV and TRS of 103.4 Mpa. The AL-PV and AL-EC samples showed improvements in their mechanical properties compared to pure aluminum. The samples containing 1% of glass powder reinforcement had a microhardness of 99.29 HV and a flexural strength of 105.0 MPa, while the samples containing 1% of carbon spheres had a microhardness of 75.52 HV and flexural strength. of 82.3 MPa, obtaining important changes in the mechanical properties of the composites produced.

Keywords: Reuse, Aluminum, Powder metallurgy, reinforcement, Sintering, microwave oven.

LISTAS DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema representando as etapas de fabricação via metalurgia do pó	10
Figura 2 - Etapas das transformações do processo de moagem de misturas de pós dúcteis	11
Figura 3 - Esquema do método de moagem / mistura convencional	12
Figura 4 - (a) moinho planetário de alta energia, (b) diagrama do movimento dos agentes moedores	13
Figura 5 - Etapas do ciclo de prensagem uniaxial.....	14
Figura 6 - Modelo de transporte de matéria durante a sinterização	16
Figura 7 - Equipamento utilizado para sinterizar as amostras em micro-ondas.....	28
Figura 8 – Distribuição (volume) de tamanho de partículas do alumínio puro (A), das esferas de carbono (B) e do pó de vidro (C).....	33
Figura 9 – Distribuição (volume) de tamanho de partículas das misturas AL+1%EC e AL+1PV	34
Figura 10 – Evolução do aspecto do pó AL+1%PV em função do tempo de mistura de AL e PV como recebido (A), 1h (B), 3h (C), 5h (D), 7h (E), e 9 h (F) observação em Microscópio Óptico (45X)	35
Figura 11 - Alumínio puro conforme recebido (A e B), EC (C e D), PV borossilicato (E e F)	36
Figura 12 - Difratomogramas das amostras de pó de vidro borossilicato PV e esferas de carbono EC.....	37
Figura 13 - Difratomogramas dos pós de AL puro, AL+1% EC e AL+1% PV.....	39
Figura 14 - Difratomogramas das amostras sinterizadas.....	40
Figura 15 - Difrátograma da amostra AL+10% EC sinterizada.....	41
Figura 16 - Micrografia do AL puro, sinterizado em (A) forno convencional e em (B) forno de micro-ondas	42
Figura 17 – Micrografia da amostra AL + 1% EC	43
Figura 18 - Micrografia da amostra AL+1% PV.....	43
Figura 19 - Amostra da mistura de AL+1% EC. (A e B).....	44
Figura 20 - Amostra de AL + 1% PV (A e B).....	45
Figura 21 - Microestruturas das amostras de AL puro (A e B), de AL+1%EC (C e D) e de AL + 1%PV (E e F) após sinterização.....	47
Figura 22 - Microestruturas das amostras de AL puro sinterizado em forno convencional (A e B).....	48

Figura 23 - Densidades geométrica, aparente e Densificação para amostras de AL puro; AL-EC e AL- PV	50
Figura 24 - Valores de microdureza para as amostras de AL puro, AL+1%EC e AL+1%PV	52
Figura 25 - Resistência à ruptura transversal TRS e densidade aparente.....	53
Figura 26 - Módulo de Elasticidade e densidade aparente	55

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais propriedades do alumínio puro	5
Tabela 2 - Porcentagem atômica de cada amostra obtida por EDS	45

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

SCL	Líquido super-resfriado
Unifei	Universidade Federal de Itajubá
LCE	Laboratório de Caracterização Estrutural
AL	Alumínio
EC	Esfera de carbono
PV	Pó de vidro
BSE	Back scattering electron (Elétrons retro espalhado)
CFC	Cúbico de face centrada
CG	Contorno de grão
DRX	Difração de raios X
EDS	Energy dispersive x- ray spectrometer
HV	Hardness Vickers
MA	Mechanical alloying
MAE	Moagem de alta energia
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MM	Mechanical milling
MO	Microscopia óptica
MP	Metalurgia do pó
RPM	Rotações por minuto
SE	Secondary elétron (elétrons secundários)
WC	Carbeto de tungstênio
TRS	Transverse Rupture Strength (Tensão à ruptura transversal)
CMM	Compósito de matriz metálicas

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
2	OBJETIVOS.....	2
2.1	Objetivo geral.....	2
2.2	Objetivos específicos.....	3
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
3.1	O Alumínio.....	3
3.2	Metalurgia do pó	6
3.2.1	Metalurgia do pó e suas etapas.....	9
3.2.1.1	Obtenção de pós metálicos	10
3.2.1.2	Moagem.....	11
3.2.1.2.1	Moinho convencional	11
3.2.1.2.2	Moinho planetário de Alta Energia	12
3.2.1.3	Compactação uniaxial	13
3.2.1.4	Sinterização	15
3.2.1.4.1	Sinterização em forno de micro-ondas	16
3.3	Melhoria da resistência mecânica do alumínio	18
3.4	Reforços na Matriz Metálica-Características Gerais.....	20
3.4.1	Vidros e Esferas de Carbono como reforço.....	20
3.4.1.1	Vidros	20
3.4.1.2	Esferas de carbono.....	21
4	MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1	Produção dos reforços particulados-PV e EC	23
4.1.1	Pós de Vidro-PV.....	23
4.1.2	Esferas de carbono-EC	24
4.2	Preparação das misturas dos pós- AL-PV e AL-EC.....	25
4.3	Caracterização dos pós	26
4.3.1	Granulometria e MEV dos pós.....	26
4.4	Produção das amostras	27
4.4.1	Compactação uniaxial	27
4.4.2	Sinterização	27
4.5	Caracterizações das amostras	28
4.5.1	Densidade à verde	28

4.5.2	Densidade das amostras sinterizadas.....	28
4.5.3	Caracterização estrutural	29
4.5.4	Caracterização microestrutural.....	30
4.6	Caracterização das Propriedades Mecânicas dos Compósitos	30
4.6.1	Microdureza Vickers	30
4.6.2	Ensaio de Flexão em três pontos	30
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	32
5.1	Caracterização dos pós: Granulométrica, Morfológica e Estrutural	32
5.1.1	Caracterização dos pós: Granulômetro.....	32
5.1.2	Morfologia das partículas dos pós de partida.....	36
5.1.3	Caracterização Estrutural	37
5.2	Caracterização das amostras compósitas sinterizadas.....	39
5.2.1	Caracterização Estrutural	39
5.2.2	Caracterização Micrográfica	41
5.2.2.1	Microscopia óptica	41
5.2.2.2	Micrografias dos compósitos, AL+1% EC e AL+1% PV à verde	43
5.2.2.3	Microestruturas dos corpos de AL, AL-EC e AL-PV sinterizados.....	45
5.2.3	Densidade dos compósitos	48
5.3	Propriedades Mecânicas	50
5.3.1	Microdureza.....	50
5.3.2	Flexão em três pontos.....	52
5.3.3	Módulo de Elasticidade	54
6	CONCLUSÕES.....	55
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	57
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58

1 INTRODUÇÃO

Uma combinação única de propriedades faz do alumínio um dos materiais mais importantes da engenharia e da indústria. O alumínio é o metal mais utilizado depois do aço, devido às suas propriedades singulares de leveza, resistência, maleabilidade, altamente reciclável, fácil usinagem, excelente resistência à corrosão, ótima condutividade térmica e elétrica. Além disso, o alumínio é o terceiro metal mais abundante da crosta terrestre (SAIF WAKEEL AND ATEEB AHMAD KHAN, 2017).

Entretanto, para atender à indústria aeroespacial e automobilística, por exemplo, as propriedades mecânicas do alumínio necessitam ser melhoradas constantemente (SAIF WAKEEL AND ATEEB AHMAD KHAN, 2017), uma vez que, o valor de limite de resistência é baixo, 48 MPa comparado ao do aço SAE 1020, 380 MPa (CALLISTER, 2016; LIMA *et al.*, 2020). Além de fazer adições de elementos de liga, para empregar o alumínio na forma de ligas, diversas alternativas têm sido propostas para aumentar as propriedades mecânicas deste material, e os compósitos de matriz metálicas vem sendo uma ótima alternativa.

A necessidade por compósitos de matriz metálica, vem aumentando em todo o mundo devido às suas altas aplicações. As indústrias estão constantemente procurando desenvolver materiais cada vez mais leves e mais fortes, que possuam alto desempenho, alta eficiência que ainda possuam leveza, boa resistência e menor custo, os compósitos de matriz metálica de alumínio vem demonstrando cada vez mais ser uma ótima opção para atender a estas aplicações (ARUNKUMAR *et al.*, 2020).

A produção de compósitos com matriz de alumínio constitui uma das formas extensivamente utilizadas pela indústria mundial, principalmente, pelas suas propriedades mecânicas (FENG *et al.*, 2008).

A adição de sistemas particulados oriundos de cerâmicas sólidas e duras, como carvão de silício, grafite, alumina, em matrizes metálicas de alumínio vem demonstrando ser uma ótima solução para obter propriedades como baixa densidade, alta capacidade de amortecimento, alta condutividade térmica, alto módulo elasticidade, alta resistência ao desgaste (PRASAD; KRISHNA, 2011).

(REDDY *et al.*, 2018), relatam em seus estudos melhoras significativas nas propriedades mecânicas de Al reforçado com liga amorfa ($\text{Cu}_{50}\text{Ti}_{50}$) processadas por aquecimento por micro-ondas. Comparando sinterização por micro-ondas com os métodos tradicionais de sinterização, apresentaram algumas vantagens, dentre elas a eficiência

energética e ambiental, proporcionando uma melhor densificação, devido a taxas de aquecimento mais rápida e menor temperatura de sinterização.

Além disso, as condições de processamento inerentes à metodologia da metalurgia do pó, comumente utilizada na produção dos compósitos de alumínio, ainda são desafiadoras, uma vez que, a oxidação do alumínio durante as etapas de mistura e/ou moagem e sinterização são frequentes, gerando materiais com propriedades mecânicas desprezíveis, como baixos valores de dureza e resistência mecânica inferiores às do alumínio puro. Nesta linha de desenvolvimento, alguns trabalhos têm sugerido utilizar a metalurgia do pó associada à tecnologia de aquecimento por radiação de micro-ondas (ASHWATH; XAVIOR, 2018). Essa é uma proposta muito interessante porque este método de sinterização emprega, simultaneamente, altíssimas taxas de aquecimento (~ 1000 °C/min.), bem como parâmetros de tempo e temperatura inferiores àqueles usados em tratamentos térmicos convencionais. Porém para efeito de comparação neste trabalho foram usados temperatura de 600°C para sinterização tanto em forno de micro-ondas quanto convencional. Assim, é alcançada uma alta eficiência na densificação de corpos, com microestrutura refinada, e ainda, se observa a redução de energia disponível para os processos de oxidação da matriz metálica. Como resultado final é promovida a melhoria das propriedades mecânicas do material (GHASALI *et al.*, 2016).

No contexto apresentado, este trabalho propõe o estudo das propriedades mecânicas de compósitos de matriz metálica de alumínio preparado a partir da metalurgia do pó, sinterizados em forno de micro-ondas, contendo partículas de reforço obtidas a partir de reaproveitamento de resíduos (de vidros e fibra de coco), quase inexplorados na literatura para essa finalidade, visando avaliar as propriedades mecânicas deste material. Para isso, foi também objeto de estudo o desenvolvimento de um método que viabilizasse o processo de produção, dispersão e incorporação das partículas dos materiais de reforço, esferas de carbono ou partículas de vidro de borossilicato, à matriz metálica de alumínio puro.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar as propriedades mecânicas de compósitos a base de AL/pó de vidro borossilicato e AL/esferas de carbono, produzidos a partir do processo de metalurgia do pó, utilizando alternativamente a radiação de micro-ondas para a sinterização dos compósitos.

2.2 Objetivos específicos

- a) Produzir e caracterizar o material de reforço a ser inserido nos compósitos a base de alumínio, sendo eles, esferas de carbono produzidas a partir de fibra de coco e pós de vidro, obtidos a partir da moagem em alta energia de vidrarias comerciais (vidros borossilicato);
- b) Desenvolver uma metodologia de mistura que maximizasse a dispersão e a incorporação dos materiais de reforço (quantidades que variaram entre 0,1 e 10,0 %, em massa) ao pó de alumínio puro comercial, produzindo os pós AL-PV e AL-EC;
- c) Sinterizar corpos compactados obtidos a partir das misturas AL-PV e AL-EC utilizando forno de micro-ondas, identificando as condições de tempo e temperatura de sinterização que levassem à produção de compósitos densos (> 90% da densidade teórica do Al);
- d) Realizar a caracterização microestrutural dos compósitos por meio de Microscópio Óptico e Microscópio Eletrônico de Varredura;
- e) Realizar a caracterização mecânica dos compósitos por meio de ensaios de flexão em 3 pontos, microdureza, para identificar a correlação entre as propriedades físicas, microestruturais e mecânicas dos compósitos produzidos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O Alumínio

O alumínio é o terceiro elemento mais abundante na crosta terrestre, porém, não há relatos da ocorrência de alumínio metálico na natureza, sendo encontrado na forma combinada com outros elementos, compondo o minério bauxita. Assim, a história do alumínio está entre as mais recentes no âmbito das descobertas minerais, sendo, muitas vezes, conhecido como o metal mais jovem a ser usado em escala industrial. Devido ao fato de não se encontrar alumínio metálico em estado nativo, sua produção ocorre a partir de processos químicos, e pode-se dizer que tais processos só foram desenvolvidos recentemente, com início em meados de 1880 (ALVES, 2011).

A história deste jovem metal começa em 1825, quando Hans Christian Orsted isolou pela primeira vez o alumínio metálico, mas, somente em 1886 foi desenvolvido um processo industrial, economicamente viável, para a obtenção deste metal. Dois cientistas trabalharam de forma independente: Charles Martin Hall, nos Estados Unidos, e Paul Louis Toussaint Héroult, na França, e desenvolveram o mesmo processo eletrolítico para transformar o óxido de

alumínio, previamente obtido a partir da dissolução da criolita (Na_3AlF_6), em alumínio metálico (ALVES, 2011).

O preço do alumínio despencou para uma fração do custo que vigorava na época. Dois anos depois, Karl Bayer desenvolveu o processo de extração do óxido de alumínio do mineral bauxita, possibilitando uma produção estável de alumina, ao invés de extrair um sal de alumínio e cloreto de sódio ($\text{AlCl}_3 \cdot \text{NaCl}$), desenvolvido pelo professor de química Henri Étienne Sainte-Claire Deville. Cinco anos depois, o processo de Deville era obsoleto. Em 1888, juntamente com Alfred E. Hunt, Charles Hall fundou a Pittsburgh Reduction Company, que agora é conhecida como a Aluminum Company of América, ou Alcoa (ALCOA, 2022). Essa metodologia de obtenção de alumínio metálico, utilizada até hoje, pode ser dividida em três etapas: mineração de bauxita, refino para a obtenção do óxido de alumínio e o processo eletrolítico para a obtenção do alumínio metálico. Esse é chamado de produção de alumínio primário, para fazer a distinção da fabricação de alumínio a partir da reciclagem, que é denominada de produção de alumínio secundário (ALVES, 2011).

Desde, então, o significativo aumento da utilização do alumínio nos mais distintos segmentos da economia e indústria, segue em um crescente avanço, com o desenvolvimento de novos produtos e processos até os dias atuais (RUNGE, 2018).

No Brasil, a consolidação da indústria de alumínio só ocorreu com a chegada, no país, da Aluminium Limited of Canada (Alcan), uma das empresas líderes mundiais da produção de alumínio, que, em 1950, comprou as instalações da Elquisa e, em 1951, iniciou a produção regular em Minas Gerais (ALVES, 2011). Outro marco importante nesse cenário foi a entrada em operação da Companhia Brasileira de Alumínio (CBA), empresa ligada ao grupo Votorantim, implantada no município de Alumínio, em São Paulo, e que se destaca como única empresa de produção de alumínio primário de capital exclusivamente nacional até os dias de hoje. A Alcan e a CBA dominaram o mercado de alumínio primário até 1970, quando entrou em operação uma fábrica da Aluminum Company of America (Alcoa), no município de Poços de Caldas, Minas Gerais. Assim, o Brasil é referência no mercado mundial quando se trata de produção de alumínio, uma vez que, possui grandes reservas do minério bauxita, distribuídas entre os estados de Minas Gerais e Pará (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009).

Atualmente, o alumínio puro e suas ligas podem ser produzidos utilizando-se métodos de fabricação como a fundição para a produção de lingotes ou tarugos. O alumínio pode, então, ser conformado por meio de processos mecânicos que envolvem laminação, extrusão,

forjamento, trefilação e usinagem. Esses métodos podem ser realizados a frio ou com um leve aquecimento, moldando o material até adquirir a forma desejada utilizando laminadores produzindo peças com acabamento superficial de boa qualidade. O processo de fundição é mais destinado para a produção de peças complexas com partes ocas ou tubulares e contornos complexos.

Nesse caso, não há necessidade de acabamentos nem limitações de geometria e tamanho, sendo utilizados fornos e moldes de areia para a produção das peças (ASM, 1992). Todos esses processos de fabricação envolvem metodologias ditas convencionais, já bem estabelecidas no mercado mundial. No entanto, a área de desenvolvimento da produção de alumínio segue ainda avançando no setor de alumínio metálico, alavancando, definitivamente, a Metalurgia do Pó e a mais recente tecnologia, a de produção de peças por impressão em 3D.

Nesta linha, ocorre uma escalada tecnológica trazida para a indústria aeroespacial, de ferramentas e uma produção rápida de peças exclusivas. Para atender à crescente demanda por pós metálicos de alumínio e aditivos, a Alcoa anunciou uma expansão de US\$ 60 milhões para criar um dos maiores centros de pesquisa do mundo em metais leves o Centro Técnico da Alcoa (ALCOA, 2015). Há, portanto, um cenário favorável para o desenvolvimento de produtos à base de pós de alumínio. Todo esse interesse e esforços direcionados para a produção de alumínio se justificam pela favorável combinação de suas propriedades, o que promove uma infinidade de aplicações deste metal.

O alumínio apresenta baixa densidade, baixo ponto de fusão, alta resistência mecânica, alta condutividade térmica e elétrica é durável, atóxico, versátil, pode ser facilmente reciclado e é economicamente viável (ASM, 1992). A Tabela 1 apresenta as principais propriedades do alumínio puro.

Tabela 1 - Principais propriedades do alumínio puro

Propriedades	Valor	Unidade
Limite de resistência à tração	76	MPa
Limite de escoamento	28	MPa
Temperatura de fusão	660	°C
Módulo de Elasticidade	70000	MPa
Massa específica	2,7	g/cm ³
Coefficiente de expansão térmica (20 a 100 °C)	23,6	µm /m.K
Condutividade térmica (a 20 °C)	231	W/m.K
Resistividade elétrica (a 20 °C)	27,8	nΩ m

Fontes: Adaptado de ASM (1992)

O alumínio pode sofrer corrosão, porém, uma camada passiva de óxido de alumínio é rapidamente formada em sua superfície, conferindo a este material uma elevada resistência à corrosão (ZHANG *et al.*, 2019b).

Apesar das excelentes propriedades mencionadas, o alumínio puro apresenta baixos valores de limite de resistência mecânica e baixa dureza, comparativamente ao aço (CALLISTER, 2016), provocando interesse no desenvolvimento de formas alternativas de produção de produtos à base de alumínio que possam apresentar propriedades melhoradas.

Neste contexto, e dependendo das propriedades desejadas para o produto final deste material, é comum a inserção de manganês (Mn), silício (Si), magnésio (Mg), zinco (Zn), formando, assim, ligas de alumínio que serão, atualmente, produzidas e largamente consumidas na forma de ligas fundidas ou utilizando o processo de metalurgia do pó (FOGAGNOLO *et al.*, 2004; ZHANG *et al.*, 2019a).

3.2 Metalurgia do pó

A metalurgia do pó consiste em um conjunto de processos que promovem a mistura de pós metálicos (ou ligas) metálicas e, às vezes, também pós de materiais não metálicos, transformando-as em peças resistentes, sem recorrer-se à fusão, mas apenas pelo emprego de conformação e calor (CHIAVERINI, 1986).

A produção de componentes por metalurgia do pó (MP) é uma realidade na indústria, sendo muito empregada na manufatura de peças que possuem geometrias complexas, porque o custo para serem processadas, neste caso, é menor, em relação a processos convencionais em produção de grandes quantidades.

Após a segunda guerra mundial houve uma grande expansão da metalurgia do pó para atender à demanda da indústria automobilística. Nos dias atuais, muitas indústrias fazem uso dessa técnica para as mais variadas aplicações, a qual se tornou viável por razões tecnológicas e econômicas, sendo sua principal utilização na produção de peças que apresentam formas complexas que utilizam um material de base com alto ponto de fusão.

A metalurgia do pó segue uma sequência de processos e metodologias que visam chegar ao produto final, sendo suas principais etapas, a obtenção e moagem do pó, a compactação e sinterização. Muito importante também é a composição química, o tamanho médio e morfologia das partículas que compõem o pó (CHIAVERINI, 1992; KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

Utilizando a MP, é possível obter o produto final, reduzindo processos de usinagem, e/ou de ajustes comuns e ainda, facilitando a automação do processo. Todos esses aspectos tornam a MP uma técnica muito utilizada para produção de peças em inúmeros ramos da indústria automobilística, de informática, aeroespacial, de material eletroeletrônico, de equipamentos e implementos agrícolas, têxtil e tantos outros. Entretanto, nem todos os produtos podem ser produzidos por metalurgia do pó, pois algumas limitações ainda não superadas tornam a MP inviável em algumas situações que envolvam a produção de peças com alto peso, com grande tamanho e complexidade (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

A metalurgia do pó apresenta algumas variações no processo de compactação do corpo, dando origem a diferentes métodos de prensagem como é o caso da compactação a frio, compactação a quente, prensagem uniaxial e isostática ou ainda, moldagem por injeção do pó (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

No que concerne à obtenção do pó, existem várias técnicas que podem ser utilizadas, sendo as mais usadas: métodos físico-químico/atomização, decomposição, eletrólise, moagem, entre outros (CARNEY; GUMP; WEIMER, 2006; LAGUTKIN *et al.*, 2004; LIU; LI; SONG, 2018; NIKOLIĆ; MAKSIMOVIĆ; AVRAMOVIĆ, 2021). A moagem feita em moinhos convencionais, de rotação horizontal, entretanto, é sem dúvida, a mais empregada na indústria, dada sua simplicidade e baixo custo (CHIAVERINI, 1992).

A moagem é baseada em técnicas ou métodos mecânicos que realizam a quebra das partículas, de materiais com alta fragilidade. Uma vez que, os metais, em geral, não apresentam a fragilidade necessária para serem quebrados durante a moagem, uma técnica muito utilizada é o *cold-stream* (corrente fria), a qual aumenta a fragilidade dos metais utilizando baixas temperaturas, por redução química (KIM; SEO; SON, 2014). Neste caso, os metais, adicionados a agentes redutores gasosos ou sólidos, podem ser transformados em finas partículas.

Outra técnica, não menos importante, é o processo de eletrólise, que apresenta como vantagens o fato de que equipamentos e produtos envolvidos no processo são de baixo custo, além de gerar produtos de alta pureza, obtidos por um processo ambientalmente amigável (NIKOLIĆ; MAKSIMOVIĆ; AVRAMOVIĆ, 2021).

O pó metálico, dependendo do processo utilizado em sua obtenção, pode apresentar partículas com formato irregular, sendo elas classificadas em: acicular, arredondado, angular, dendrítico, escamoso, esférico ou poroso. Outro aspecto importante é o tamanho e a distribuição de tamanhos das partículas. O tamanho irá influenciar na formação da microestrutura final do corpo e uma distribuição larga do tamanho de partículas facilita os processos de compactação,

levando à alta densificação a verde do corpo, o que, conseqüentemente, facilita o processo de redução da porosidade da peça durante a etapa de sinterização do material (CHIAVERINI, 1992).

Na atualidade, são inúmeras as aplicações industriais de peças processadas via metalurgia do pó. Esse processo possibilita a produção de peças com controle preciso da composição química desejada do produto final, redução ou eliminação das operações de usinagem, apresentando um bom acabamento superficial, grande nível de pureza dos produtos obtidos e também a facilidade de automação do processo produtivo são motivos que tornaram a metalurgia do pó muito atraente para produção de componentes para todos os setores da indústria (ASM, 1998).

Trata-se de um processo de fabricação que permite a produção de componentes com características físicas e microestruturais muito difíceis de serem obtidas através de outro processo metalúrgico (GROOVER, 2017), sendo, portanto, um processo viável para a produção em larga escala de certos tipos de produtos (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009).

A metalurgia do pó mostra-se como uma ótima opção dentre outros processos de fabricação, sendo sua viabilidade decorrente de fatores como: o formato e tamanho da peça, tolerâncias geométricas, composição do material, sua aplicação e ambiente de trabalho, propriedades mecânicas necessárias bem como o tamanho do lote a ser fabricado. Estes fatores são importantes para o processo e indicam se a MP é mais adequada para a produção, pois há várias maneiras de se fazer a compactação dos pós (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009). Este aproveitamento impacta na redução do custo de fabricação do produto, garantindo uma vantagem econômica considerável em relação a outros processos de fabricação (LIU *et al.*, 2018).

Do ponto de vista ambiental, a MP é um processo pouco poluente e, assim, contribui com a manutenção da saúde do meio ambiente, pois utiliza baixos recursos energéticos, podendo ser considerada uma metodologia ecologicamente correta (CHERIAN *et al.*, 2001).

Comparativamente a outras técnicas de fabricação convencionais, a MP é a técnica mais barata em relação aos métodos comuns para a produção de materiais compósitos e elementos com alto ponto de fusão.

A MP, por meio da moagem de alta energia (mechanical alloying, MA), pode ser aplicada para a síntese, à temperatura ambiente, de materiais como carbetos nanocristalinos

(SLAMA; ABDELLAOUI, 2016), ligas de Mg-Ni, ligas de Fe-Si₂, multicomponentes à base de Zr e Mg, ligas do sistema Ni-Nb, dentre outros (SURYANARAYANA, 2001). Esse método tem como resultado uma mistura homogênea com elevado grau de dispersão e a presença de defeitos cristalinos, uma vez que, durante a moagem de alta energia, uma alta deformação é produzida nas partículas e pode ocasionar a presença de vários defeitos cristalinos tais como: discordância, lacunas, falha de empilhamento e aumento de contornos de grão.

Este procedimento foi desenvolvido por Benjamin em 1966, com o intuito inicial de obter dispersão de partículas de óxidos em ligas metálicas, produzindo materiais que pudessem ser aplicados em altas temperaturas, tal como o Ni₃Al, por exemplo (KOCH, 1998).

3.2.1 Metalurgia do pó e suas etapas

A metodologia de MP constitui-se na prensagem dos compostos de matriz metálico previamente misturado em misturadores ou em moinhos de alta ou baixa energia, depois prensagem em moldes metálicos e sinterização, ao final deste processo tem-se um material com forma definida com bom acabamento superficial, composição química e propriedades mecânicas controladas prontas para testes de comprovação das propriedades esperadas (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

A MP é aplicada como recurso alternativo a outros métodos que consomem muita energia, pois alguns materiais têm alto ponto de fusão e estes são necessários a aplicações específicas (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008).

De acordo com a complexidade de metodologias empregadas, a MP pode ser classificada em: métodos convencionais de compactação e sinterização em fase sólida e os processos de completa densificação, contemplando a prensagem a quente e o uso de aditivos para a realização da sinterização em fase líquida (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008). As etapas básicas que envolvem o método convencional de compactação e sinterização são exibidas na Figura 1.

Figura 1 - Esquema representando as etapas de fabricação via metalurgia do pó



Fonte: Silva *et al.*, 2017

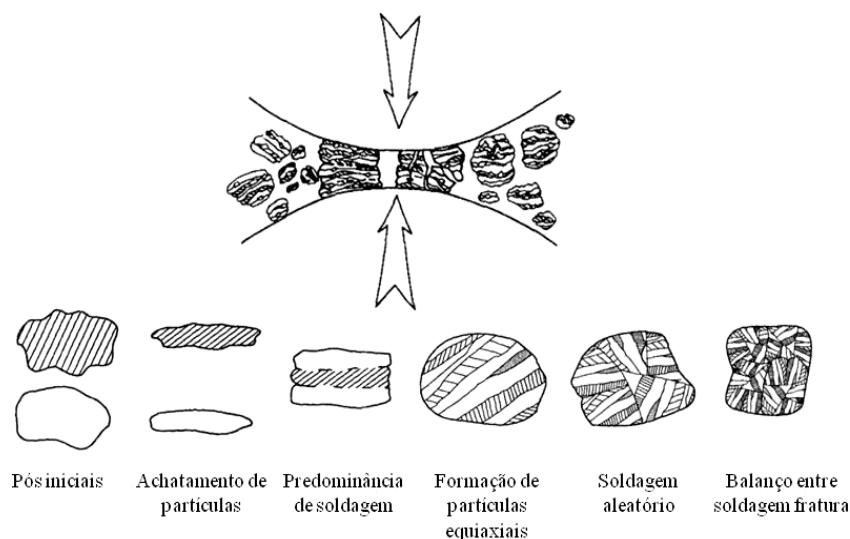
3.2.1.1 Obtenção de pós metálicos

Para obtenção de pós metálicos, o processamento necessita de controle preciso da composição química e física e também atender a requisitos inerentes a aplicação e custo, são geralmente produzidos por meio de métodos químicos ou mecânicos. Principais técnicas são: processos mecânicos (redução em estado sólido), processos físicos (atomização a água ou a gás), processos químicos (redução de óxidos) e cominuição mecânica, ainda que esta seja limitada para a produção de pós metálicos em função da ductilidade da maioria dos metais (ASM, 1998). No decorrer da moagem, as partículas sofrem redução de tamanho devido ao impacto entre os componentes de moagem (CALKA; RADLINSKI, 1991).

Várias transformações ocorrem com as partículas no processo: deformação plástica (esmagamento da partícula), soldagem a frio das partículas (formação de partículas compostas), soldagem a frio dos agregados (homogeneização) e refinamento da microestrutura dos agregados, como ilustrado na Figura 2 (GILMAN; BENJAMIN, 1983). Neste trabalho foi

utilizada a técnica de processos mecânicos (redução em estado sólido) para produção do pó de vidro utilizando a moagem de alta energia.

Figura 2 - Etapas das transformações do processo de moagem de misturas de pós dúcteis



Fonte: Adaptado de (GILMAN; BENJAMIN, 1983; SURYANARAYANA, 2019)

3.2.1.2 Moagem

3.2.1.2.1 Moinho convencional

É composto por um moinho de jarro posicionado horizontalmente contendo em seu interior as esferas e o material a ser moído. Devido ao giro no seu eixo de revolução (posicionado no eixo horizontal) as esferas colidem com o material, devido à queda livre proporcionada pela ação da gravidade. A redução do tamanho das partículas é em função do impacto entre as esferas, o material a ser moído e a parede interna do jarro. A centrifugação das esferas juntamente com o material a ser reduzido a pó é evitada pelo controle da velocidade de rotação denominada velocidade crítica, conforme ilustrado na Figura 3 (CALKA; RADLINSKI, 1991; HWANG *et al.*, 2011). Em outras palavras, pode se afirmar que a velocidade crítica, V_c , é aquela na qual a esfera consegue atingir o ponto mais elevado do moinho sem se desprender da parede. É calculada conforme a Equação 1 (HWANG *et al.*, 2011).

$$V_c = \frac{42,2}{\sqrt{D - d}}$$

1

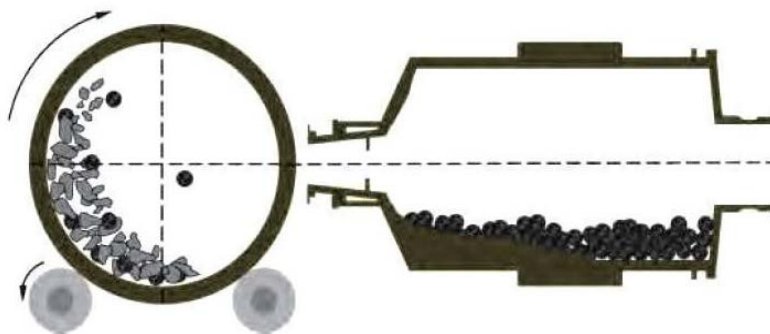
onde:

D = diâmetro interno do moinho (m);

d = diâmetro máximo das bolas (m);

V_c = velocidade crítica, em rotações por minuto (RPM).

Figura 3 - Esquema do método de moagem / mistura convencional



Fonte: Adaptado de (HWANG *et al.*, 2011)

O moinho de bolas convencional é muito eficiente para mistura e dispersão de materiais de reforços para produção de compósitos de matriz de alumínio, consiste em um processo simples e de baixo custo. Compósitos de AL/grafeno foram produzidos pela metalurgia do pó, onde a mistura foi realizada em moinho convencional, apresentaram dispersão uniforme contribuindo para o produto final que apresentou propriedade térmicas e mecânicas aprimoradas de (ZHANG *et al.*, 2018).

3.2.1.2.2 Moinho planetário de Alta Energia

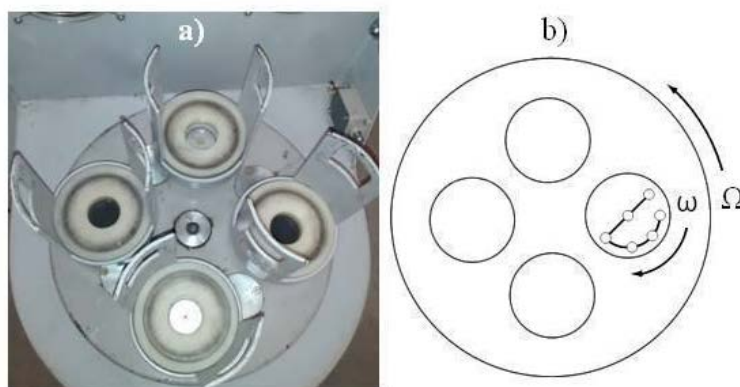
Dentre vários tipos de moinhos, o planetário é muito usado em experimentos laboratoriais e também na indústria, este modelo possui capacidade de carga maior que o moinho vibratório. Composto por um conjunto de jarros fixados sob um disco. O funcionamento do equipamento faz com que o disco gire em seu próprio eixo e fazendo com que o sistema de jarros se mova no sentido de rotação e translação com alta velocidade, em um movimento semelhante ao de um sistema planetário, o que confere a sua nomenclatura, ilustração na Figura 4 (ASM, 1998; LUZ; FRANÇA; BRAGA, 2010).

Uma grande força centrípeta causa vários choques alternados entre as esferas, o material a ser moído e a parede interna do jarro, provocando alta frequência de impacto entre os meios de moagem e o material dentro dos recipientes moedores. Possui maior movimento linear do que o moinho vibratório, porém a sua frequência de impacto ainda é menor, apesar de ser um sistema de moagem de alta energia, ele ainda possui menor energia de moagem do que o moinho vibratório (ASM, 1998; SURYANARAYANA, 2001).

Apresentam propriedades importantes, tais como, a operação a seco ou a úmido, fácil manuseio e custos moderados. Utilizado em desenvolvimento de processos em diversas indústrias, incluindo produtos farmacêuticos e de desenvolvimento de novos materiais (ROSENKRANZ; BREITUNG-FAES; KWADE, 2011). Moinho planetário de alta energia é muito utilizado pela indústria tanto para moagem e redução de partículas, como para mistura e homogeneização de compósitos, devido sua alta eficiência.

Stalin *et. al.*, 2019, produziram compósitos a base de AlN com diferentes porcentagens de latão utilizando o moinho planetário de alta energia para mistura e homogeneização, o resultado do produto final foi aumento nas propriedades mecânicas e da dureza, devido a distribuição homogênea de partículas proporcionadas pelos meios de moagem.

Figura 4 - (a) moinho planetário de alta energia, (b) diagrama do movimento dos agentes moedores



Fonte: (a) Autor, (b) Adaptado de (ASM, 1998) a

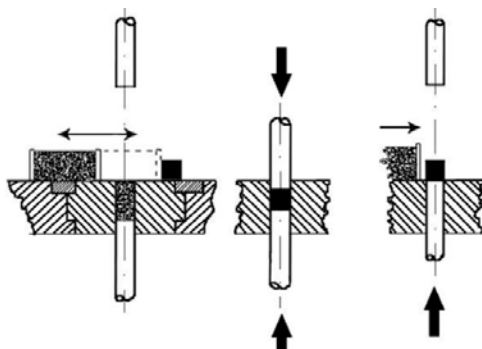
3.2.1.3 Compactação uniaxial

A compactação uniaxial é um procedimento utilizado para conformação, que consiste na compactação do material composto ou puro em forma de pó confinado no interior de uma matriz rígida (esta é composta por dois punções, uma inferior e outra superior, e uma matriz) ou em molde flexível utilizando uma pressão isostática, para atingir densidade e resistência mecânica suficiente até que possa ser retirada do molde, manuseio e medições em seguida a

sinterização (ALBARO, 2001; D. TORIKAI, B. BARAZANI, E. ONO, M. F. M. SANTOS, 2011; KOLAH; JAHANI; SEIFPANAHI, 2020).

A prensagem pode ser dividida em ciclos como: preenchimento da matriz, aplicação de pressão sobre a punção para obter a densidade exigida e a retirada da punção/peça do interior da matriz, conforme ilustra a Figura 5, respectivamente (GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ, 2009).

Figura 5 - Etapas do ciclo de prensagem uniaxial



Fonte: Adaptado de (LARSSON; KNUTSSON, 2017)

Nessa etapa, o material adquire certa resistência que é em resultado da ancoragem mecânica entre as partículas, ocasionando assim, redução do tamanho das partículas e redução da área superficial (EKPY; SARITAP, 2002). Na prensagem acontece também a diminuição do tamanho e volume dos poros por meio de três mecanismos (ALBARO, 2001; ARYANPOUR; FARZANEH, 2015).

- a) Mecanismo I: Reordenação e deslocamento das partículas, resultando na redução dos poros e do volume ocupado por eles;
- b) Mecanismo II: Redução do volume total da peça e do tamanho dos espaços entre os grãos devido à deformação plástica;
- c) Mecanismo III: Diminuição do volume e reorganização das partículas visando obter o máximo empacotamento possível.

Para produção das amostras de AL/PV e AL/EC foi utilizado à prensagem uniaxial, por ser o único equipamento de prensagem disponível nos laboratórios.

Este tipo de processo é muito utilizado pela indústria de peças produzidas por metalurgia do pó, e tem como vantagem a viabilidade econômica e simplicidade dos processos. Porém, apresenta limitações como fabricação de peças com geometria complexa, outra desvantagem é

causar regiões com diferentes densidades na amostra, estudos sobre a compactação de cerâmicas e metais, indicam que a região de baixa densidade se encontra na base da peça, e regiões com alta densidade estão no topo da peça onde teve contato com a parte móvel da matriz.

Esta diferença de densidade em uma peça compactada em prensagem uniaxial, ocorre devido às perdas de carga durante o processo de compactação, essas perdas são atribuídas ao atrito entre as partículas. Este fenômeno acontece devido a diferença de pressão aplicada no pó e a que é transmitida por toda a matriz (GOMES, 2009).

3.2.1.4 Sinterização

Sinterização é descrita como um processo físico, ativado termicamente, que faz com que um aglomerado de partículas de algum material, previamente unido por compactação, adquira resistência mecânica. Para uma sinterização bem-sucedida, a porosidade do corpo deve ser fechada, e para que isto aconteça, o transporte de material deve ocorrer para que haja o preenchimento dos espaços vazios. A força motriz para que a sinterização ocorra é a redução da energia livre de superfície, devido ao excesso de energia associado à alta área específica das partículas do pó (KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976). O modelo do transporte de material pode ser ilustrado na Figura 6. Dentre as formas de sinterização podem ser citadas a sinterização por fase sólida, fase líquida, sinterização ativada, sinterização reativa (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008).

A sinterização pode ser dividida em: sinterização com métodos tradicionais (ou convencionais) e métodos inovadores. Inovadoras no sentido de serem criadas recentemente, que apresentam alguns efeitos que não são percebidos na sinterização tradicional. As técnicas tradicionais são mais comumente utilizadas como sinterização em forno resistivo, sendo a mais utilizada na indústria e em pesquisas realizadas em laboratório. Como exemplos de técnicas inovadoras pode-se citar a sinterização assistida por micro-ondas, a sinterização à laser e por plasma (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008).

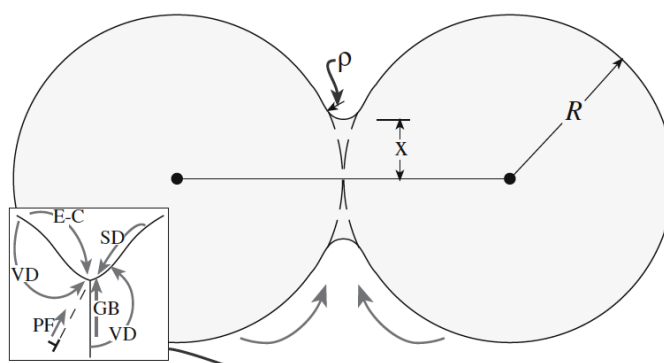
Durante a sinterização ocorrem fenômenos que são divididos em três estágios distintos: no primeiro estágio a área de contato entre as partículas (de raio R) são ampliadas, formando os “pescoços” com raios de curvatura, ρ (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018). Nesse estágio, os poros mudam de forma tornando-se arredondados, causando assim, o aumento da

densidade do compactado devido à diminuição do volume de vazios e da distância de centro a centro das partículas.

Mesmo com o aumento dos pescoços (X), as partículas originais não mudam de forma, sendo possível ainda as distinguir dentro do agregado, modelo de transporte de matéria, ilustrado na Figura 6. No segundo estágio de sinterização, já não é mais possível distinguir as partículas individualmente, e agora se observa que elas deram origem aos grãos. Os poros começam a ser fechados, mas continuam a formar um labirinto através do material compactado. Já no terceiro estágio os poros se tornam isolados.

Durante os três estágios da sinterização ocorrem o transporte de massa, são eles difusão superficial (do inglês SD), difusão volumétrica (VD), evaporação e condensação (E-C) e difusão no contorno (GB). Em uma peça de boa qualidade produzida por metalurgia do pó a porosidade remanescente fica em torno de 4 a 8% (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

Figura 6 - Modelo de transporte de matéria durante a sinterização



Fonte: Adaptada (GÓMEZ; HOTZA, 2018; KINGERY; BOWEN; UHLMANN, 1976)

3.2.1.4.1 Sinterização em forno de micro-ondas

As micro-ondas trabalham em faixas de frequência entre 1 e 300 GHz, sendo uma radiação eletromagnética que é utilizada em uma ampla variedade de aplicações, dentre elas encontram-se os fornos de micro-ondas domésticos que operam com frequência de 2,45 GHz. Mas, para fins de pesquisas, a faixa de frequência de trabalho para sua utilização como fornos para processamento de matérias, o intervalo usado está entre 915 MHz a 18 GHz. As faixas de frequência de aplicação das micro-ondas são regulamentadas pela Comissão Federal de Comunicações (SINGH *et al.*, 2015).

A necessidade de métodos de processamento não convencionais cresce a cada dia, no entanto, os obstáculos a serem superados são basicamente o consumo de energia e tempo de processamento. Portanto, a utilização de radiações de micro-ondas é considerada vantajosa em termos de qualidade atribuída aos materiais do ponto de vista físico, mecânico, metalúrgico entre outros (SINGH *et al.*, 2015).

Na sinterização em forno convencional, o aquecimento acontece na superfície do material e em seguida o calor se move para seu interior, por meio do mecanismo de condução e radiação e convecção (dentro dos poros), gerando um gradiente de temperatura entre a superfície e o interior da peça. Diferente de um forno convencional, o forno de micro-ondas não é uma fonte de calor, ele produz apenas micro-ondas. O material absorve essas micro-ondas, converte em energia térmica e a temperatura do material aumenta. Por essa razão, o aquecimento por micro-ondas também é chamado de efeito não térmico (ASKARNIA *et al.*, 2021; AYVAZ, 2021).

Uma das principais vantagens da sinterização por micro-ondas é a possibilidade de utilizar altíssimas taxas de aquecimento, as quais proporcionam um tratamento térmico de curta duração que inibe o crescimento anormal dos grãos, fato que ocorre na sinterização de longa duração, em fornos convencionais (ASKARNIA *et al.*, 2021). Assim, sendo, a energia de micro-ondas está associada ao aquecimento volumétrico do material, razão pela qual se verifica a redução do gradiente térmico que, geralmente, é notado em processos de aquecimento convencionais. Com isso, o processamento de materiais, utilizando energia de micro-ondas, acarreta uma considerável diminuição no tempo do processamento, consumo de energia mínima, baixo crescimento de grão e, conseqüentemente, propriedades superiores, especialmente as propriedades mecânicas (AGRAWAL, 2006; OGHBAEI; MIRZAEI, 2010; RAGHAVENDRA PAI *et al.*, 2020).

A produção de compósitos de óxido de AL-Grafeno (AL-GO) com diferentes proporções de GO, obtidos por meio de sinterização por micro-ondas, têm sido alvo de várias pesquisas. A adição de frações entre 0,5 e 2% de GO levou à formação de um CMM, com uma resistência mecânica, consideravelmente elevada (aproximadamente 200%, comparada ao AL). No entanto, as propriedades de resistência à corrosão foram afetadas negativamente (ASKARNIA *et al.*, 2021).

Guirong *et al.*, (2021), fez o estudo das características microestruturais e propriedades mecânicas de compósitos de FeCoNi_{1,5}CrCu com matriz de alumínio sinterizado em micro-

ondas em diferentes temperaturas de sinterização, e como resultado obteve resultados promissores das propriedades mecânicas, dos compósitos sinterizados a 480 °C.

Kumar *et al.*, (2022), em seu estudo, relatam resultados bastante promissores, maiores em relação ao AL puro, em termos de microdureza (~2 vezes maior), nanodureza (~3,5 vezes) e módulo de elasticidade (~1,9 vezes). A sinterização por micro-ondas reduziu o tempo total de processamento em ~95% do tempo de ciclo. O consumo de energia relatado foi significativamente reduzido (~85%) quando comparado à sinterização convencional.

3.3 Melhoria da resistência mecânica do alumínio

Devido à grande tendência de incorporação de materiais mais leves, resistentes e econômicos para produção de compósitos de matrizes metálicas (CMM) e também devido ao rápido desenvolvimento tecnológico, a necessidade e aplicação de tais materiais são sempre crescentes (ARUNKUMAR *et al.*, 2020).

Os compósitos são materiais multifásicos obtidos pela mistura que resulta em uma forte união entre dois ou mais constituintes, obtendo a junção das propriedades de ambas as fases pelo princípio da ação combinada, resultando em características que não são encontradas nas fases isoladas (CALLISTER, 2016; YOLSHINA *et al.*, 2016). A parte contínua do compósito é a matriz, ela envolve toda a fase dispersa, sua função principal é transmitir os esforços sofridos para a parte dispersa. A matriz é, geralmente, constituída por materiais dúcteis, tais como o alumínio, enquanto que o reforço é constituído por partículas ou fibras que possuem propriedades mecânicas como rigidez e resistência mecânica (CALLISTER, 2016; YOLSHINA *et al.*, 2016).

Os reforços particulados podem ser cerâmicos como boretos, carbetos, nitretos e também nanotubos de carbono, apresentando excelentes características mecânicas e de resistência ao desgaste devido a estabilidade das partículas. Para consolidação do CMM é utilizado o processo de metalurgia do pó, onde pós da matriz metálica e do reforço são misturados até que seja obtida uma mistura homogênea que, em seguida, são prensadas e sinterizadas (SAMAL *et al.*, 2020).

Ghasali *et al.*, (2015) sinterizaram em micro-ondas compósitos de matriz de alumínio com reforços de B₄C. Os pesquisadores encontraram valores de resistência à flexão em torno de 238 ± 10 MPa e compressão de 330 ± 10 MPa para os compósitos sinterizados entre 950 e

750 °C, respectivamente. Valores de dureza de 112 Vickers, para AL-20 % em peso, foram obtidos para os compósitos sinterizados a 850 °C.

Em outro trabalho, Ghasali *et al.*, (2016) relataram em seus estudos sobre compósitos de matriz (SULISTYA *et al.*, 2020) metálica de AL-WC (10, 15 e 20% em peso) preparados por processos de micro-ondas, vantagens da sinterização em micro-ondas em relação à sinterização convencional, ambos com um tempo de 1 hora testando várias temperaturas, entre 650-950 °C. Os pesquisadores relataram que a maior densidade relativa, obtida após a sinterização convencional foi de $97,4 \pm 1,2\%$ e $98,6 \pm 0,8\%$ por micro-ondas. Os melhores resultados de resistência à flexão das amostras convencionais e sinterizadas por micro-ondas foram 223 ± 12 e 256 ± 12 MPa, respectivamente.

Compósitos reforçados com carbetos de silício (SiC) e cinza de casca de arroz, adicionadas entre 2,5 até 7,5 %, a matriz de alumínio da classe AL6082 estão sendo desenvolvidos com materiais novos a fim de se obter compósitos com propriedades mecânicas melhoradas, especialmente com melhoria da resistência ao desgaste (REDDY; SRINIVAS, 2018).

Atualmente, pesquisas utilizando materiais formados por variações de carbono como grafeno, nanotubos e fibras, têm sido usados como reforço para CMM com matriz de alumínio, (ZHANG *et al.*, 2019b) relata que foi obtida significativa melhoria no processo de extrusão a quente de um compósito de AL reforçado com nanotubos de carbono (entre 0 e 2,0% em peso).

Feijoo *et al.*, (2021), sintetizou uma liga de alumínio 7075 contendo, 1% em peso e 0,5% em peso de nanotubos de carbono multifoliados, processada via metalurgia do pó, como resultado obteve mais de 80% de aumento na dureza e 91% de aumento na resistência à tração para o reforço de 0,5% em peso de nanotubos de carbono em comparação ao alumínio 7075. Estes resultados podem ser explicados pela distribuição mais homogênea do compósito de 0,5%. As seleções das proporções de reforço foram embasadas na literatura, porém, o resultado dependerá do tipo de reforço usado, do tipo de processamento, do tipo de sinterização, entre outros parâmetros.

3.4 Reforços na Matriz Metálica-Características Gerais

3.4.1 Vidros e Esferas de Carbono como reforço

3.4.1.1 Vidros

Vidros são utilizados há muitos séculos, estima-se que em 4000 a.C., já se conhecia esse material, porém, sua utilidade limitava em pequenos adornos e enfeites. Por cerca de 1500 A.C. iniciou-se no Egito uma utilização mais prática fazendo recipientes com o vidro utilizando moldes de argila. No entanto, por volta de 300 A.C. uma grande descoberta revolucionária mudou para sempre o processo de fabricação e consequentemente a utilização do vidro, o sopro. Que tão importante é utilizado até os dias atuais (AKERMAN *et al.*, 2009).

Na fabricação do vidro ou corpos vítreos está compreendida uma grande variedade de substâncias que, em temperatura ambiente, têm a aparência de corpos sólidos proporcionada por sua rigidez mecânica e também apresentam estabilidade de forma. Para a ASTM (sociedade americana de padronização) a definição do vidro é: “Vidro é um produto inorgânico de fusão que foi esfriado até uma condição rígida sem cristalização”. Para muitos estudiosos a melhor definição é: “Vidro é um sólido, não cristalino, que apresenta o fenômeno de transição vítrea” (AKERMAN *et al.*, 2009). A definição do vidro pode ser entendida como: “O vidro é um estado da matéria condensado, não cristalino, sem equilíbrio, que exibe uma transição vítrea”. A estrutura dos vidros é semelhante à de seus líquidos super-resfriados (SCL), e eles relaxam espontaneamente em direção ao estado do SCL. O destino final deles, no limite do tempo infinito, é cristalizar (ZANOTTO; MAURO, 2017).

Dentre os diversos tipos de vidros, o vidro alumínio-borossilicato tem propriedades interessantes, pois, contendo a adição de alumina (óxido de alumínio), este vidro tem resistência a altas temperaturas sem sofrer deformação, por isso, são utilizados em tubos de combustão, fibras de reforços, vidros com alta resistência química e vitro-cerâmicos (LEE *et al.*, 2010).

O vidro-borossilicato 3.3, cuja composição química média é: 81 % de SiO₂; 13 % de B₂O₃; 4 % de Na₂O e 2 % de Al₂O₃ em peso conforme (ASTM E438-92, 2001). Esse vidro é muito utilizado em laboratórios de química devido as suas características físicas apropriadas com: resistência a altas temperaturas em torno de 821 °C, baixo coeficiente de dilatação cerca de $3,2 \times 10^{-6} (\text{°C})^{-1}$ densidade de 2,23g/cm³, boa resistência ao choque térmico e boa resistência a ataques químicos provocados por ácidos (AKHIL, 2018).

Por ser um material de alto consumo em laboratórios químicos e de pesquisas, em geral, o vidro-borossilicato é encontrado em grandes quantidades como uma vidraria de laboratório danificada, constituindo, portanto, um tipo de resíduo que precisa ser constantemente descartado. Por essa razão, neste trabalho, utilizou-se o vidro-borossilicato visando dar uma destinação aos resíduos de vidrarias laboratoriais, bem como, aproveitar as interessantes propriedades deste material, sendo uma solução que aplica partículas de vidro como reforço em matriz metálica, e, ao mesmo tempo, reutiliza resíduos.

3.4.1.2 Esferas de carbono

Novas formas de carbono têm sido de grande interesse de pesquisadores, por apresentarem variadas aplicações e propriedades que podem ser modificadas (VENKATESAN *et al.*, 2005).

Desde a descoberta dos fulerenos na década de 1980, abriu muitos estudos de materiais de carbono. Nos últimos anos inúmeras pesquisas surgiram demonstrando um grande interesse nas esferas de carbono, bem como esferas núcleo-casca e esferas de carbono ocas. Muitos nomes foram dados para materiais de carbono que tem formato esférico. São chamados de nanoesferas de carbono, bolas de carbono, microesferas de carbono, microesferas mesoporosas, negros de fumo etc.

Apesar de possuírem propriedades, tamanhos e morfologia das esferas diferentes umas das outras, ainda não há uma nomenclatura consistente para nomear tais materiais. Foi utilizada nesta revisão a caracterização das esferas em função da síntese de produção da mesma (DESHMUKH; MHLANGA; COVILLE, 2010).

De acordo com (LI *et al.*, 2015), a carbonização hidrotermal de carboidratos é uma tecnologia sustentável para sintetizar micro ou nanoesferas de carbono. Tanto o tamanho quanto a distribuição de tamanho das esferas de carbono podem ser alterados conforme as condições da síntese, como a temperatura, o tempo, a porcentagem de materiais de partida e também o tipo de precursores. Os mecanismos que envolvem processo hidrotermal da glicose são hidrólise, desidratação, polimerização, condensação e aromatização. Mesmo que o mecanismo da glicose hidrotermal esteja quase confirmado, ainda estão sendo investigados os mecanismos para a conversão da biomassa, devido às propriedades desconhecidas da lignina, proteína e lipídio.

Ye *et al.*, (2021) relatam em seus estudos que sacarídeos, como glicose, sacarose, agarose e celulose são os precursores de carbono mais comuns usados na produção de esferas de carbono pelo método hidrotermal. Apresentando como produto final esferas de carbono de tamanho micrométrico e bem dispersas. Usando diretamente a biomassa bruta como precursor de carbono, torna o processo econômico e ecológico. Carboidratos solúveis e não estruturais são mais propícios a converter em carbonos hidrotermais com formato esférico, portanto a dissolução do bagaço é importante para a preparação das esferas de carbono.

Atualmente, as esferas de carbono vêm sendo empregadas em vários campos, tais como:

- Dessalinização da água, utilizando eletrodos compostos por esferas de carbono derivados de glicose, esses eletrodos são obtidos por processos hidrotérmicos (MOHAMED *et al.*, 2020);
- Nanorreatores, devido suas características particulares, sendo aplicadas na produção de energia sustentável (TIAN; LIANG; LIU, 2019).
- Separação de poluentes tóxicos residuais de processos químicos, usado como absorvente (SIVARANJANEE; KUMAR, 2021).
- Eletrodos de supercondutores com alto desempenho atuando no revestimento do supercondutor, para esta aplicação as esferas são carbono derivados de sabugos de milho (XU *et al.*, 2021).
- Papel composto antibacteriano com esferas de carbono à base de talos de milho (JIANG *et al.*, 2020).

Há muitos métodos para produção destes materiais avançados, sendo um deles o método hidrotérmico. Atualmente, este método tem sido empregado em processos para a produção de materiais nanoestruturados e nanocristalinos (MI *et al.*, 2008).

O método hidrotérmico é muito eficaz para a síntese de esferas de carbono, nanotubos de carbono e materiais híbridos de carbono. A síntese é fácil e de baixo custo, o método hidrotérmico para produzir esferas de carbono, foi utilizado pela primeira vez em 2001, foram sintetizadas na época esferas de carbono com superfície lisas e com tamanhos entre 0,25 e 5,5 μm , usando sacarose como fonte de carbono (SŌMIYA; ROY, 2000).

Lv *et al.*, (2020), sintetizou esferas de carbono com diâmetro de 400 nm com uma solução de glicose 0,5 ml colocada em uma autoclave selada com Teflon de 50 ml e mantida a 180 °C por 4h. Os sólidos formados foram separados por centrifugação, limpos com água e álcool e secos a 80°C por mais de 6 horas.

Neste trabalho, foi utilizado um método semelhante, diferenciando-se pelo fato de que no presente estudo, foram utilizadas fibras de coco como fonte de carbono e a fonte de energia foi fornecida por meio de um forno hidrotermal assistido por micro-ondas modificado. Recentes pesquisas (HONG *et al.*, 2020; NAKHATE; YADAV, 2018) evidenciaram aplicações de microesferas de carbono como partículas de reforços incorporadas a materiais com óxido de cobre para formar catalisadores, mas não foram encontrados trabalhos de microesferas de carbono como reforço em compósitos de alumínio.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram produzidos corpos de materiais compósitos constituídos de matriz metálica de alumínio reforçado com partículas de vidro borossilicato (AL-PV) ou esferas de carbono (AL-EC). O pó metálico de alumínio utilizado foi fornecido pela Alcoa, com fórmula química dada por AL-97.9% Mg-1% Si-0.6% Fe-0.4% Cu-0.28% e densidade de 2,70 g/cm³ (ALCOA, 2022). A este pó de Al metálico foram adicionadas quantidades de 0,1; 0,25; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 e 10% em massa, dos pós de PV e EC, a fim de fazer um estudo buscando identificar qual quantidade de reforço apresentariam melhoras nas propriedades mecânicas, de modo a obter os pós, AL-EC e AL-PV.

Para a obtenção dos pós compósitos, as atividades foram segmentadas em etapas, sendo elas: a) Obtenção dos pós de reforço, ou seja, pós de vidro borossilicato e de esferas de carbono; b) Otimização do tempo de mistura dos pós de AL aos pós de PV e EC e c) Caracterização dos pós obtidos. Estas etapas foram detalhadas, a seguir, em tópicos subsequentes.

4.1 Produção dos reforços particulados-PV e EC

O detalhamento sobre a metodologia seguida para a produção dos pós que foram inseridos como reforços na matriz de AL está apresentado a seguir.

4.1.1 Pós de Vidro-PV

Béqueres de laboratório danificados da marca Sanai Lab. da China modelo, BORO 3.3 de 600 ml, foram utilizados para obter os pós de vidro (PV) que foram utilizados no presente trabalho para atuarem como reforço da matriz de alumínio. Os cacos de vidros dos béqueres foram submetidos à moagem de alta energia durante 30 minutos com rotação de 350 rpm, utilizando moinho planetário, o qual emprega jarros e esferas de alumina. O tamanho das esferas

de alumina utilizadas foi definido com base em frações de tamanhos, divididas em partes iguais de 100g de: 5 mm; 10 mm; 15 mm e 21 mm de diâmetro, respeitando a ocupação de metade do frasco com meio de moagem. Após a produção do pó de vidro, foram feitas caracterizações descritas no item a seguir (4.1.2).

4.1.2 Esferas de carbono-EC

As esferas de carbono, EC, foram produzidas a partir de fibra de coco. O método foi, anteriormente, desenvolvido no Grupo de Desenvolvimento de Materiais Funcionais, e foi sistematicamente investigado neste trabalho, procurando determinar a metodologia que levasse ao melhor rendimento de produção das esferas. O processo inicia com fibras de coco oriundas do aproveitamento de cascas dos cocos consumidos em Fortaleza-CE (GELFUSO *et al.*, 2014).

As fibras foram selecionadas e separadas para que ficassem livres de impurezas (terra, pedaços de cascas, etc.) e, em seguida, foram devidamente lavadas em água corrente. Depois de secas, em estufa (70 °C/24 h), 8 g desta fibra foram colocadas em um reator cilíndrico, construído em PEEK, com 50 mm de diâmetro e 150 mm de profundidade juntamente com 80 ml de água destilada. O reator foi colocado em um forno de micro-ondas adaptado, no qual é possível monitorar a temperatura, o tempo e a pressão, internas ao reator. O sistema foi aquecido a 200 °C e mantido nesta temperatura durante 1h, atingindo uma pressão entre 15 e 20 bar.

Ao final, um caldo marrom foi coletado e armazenado. Em continuidade ao processo de produção das esferas de carbono, o caldo foi colocado no mesmo reator cilíndrico juntamente com um pedaço de vidro retangular comum, de dimensões de 26 mm por 76 mm por 1,2 mm para atuar como catalisador, o qual induz à formação das esferas de carbono a partir do caldo. Após permanecer durante 2 horas sob uma temperatura de 220 °C e pressão de 25 bar, o material resultante (caldo de fibra e esferas de carbono) foi colocado em uma centrífuga para promover a separação do material sólido (esferas de carbono) do líquido. As EC que foram separadas permaneceram em estufa a 70 °C por 2 horas, ao ar, para secagem.

Nesta etapa do desenvolvimento do trabalho, houve uma ponderação sobre a eficiência de produção de EC que esta metodologia era capaz de prover. A metodologia aqui apresentada produz 0,1 g de esferas de carbono a cada 80 ml de água destilada e 8 g de fibra, sendo o melhor resultado obtido em termos de eficiência na produção de esferas de carbono, até o momento. Foram realizados outros procedimentos na tentativa de aumentar esta eficiência trabalhando

com outros catalisadores como: cobre, níquel e aço inox, e serão objeto de outros estudos, posteriores.

Após estas etapas de produção, tanto os pós de PV quanto de EC foram submetidos às caracterizações, ensaio de granulometria para determinar a distribuição do tamanho de partículas. Os pós também foram submetidos à caracterização estrutural por meio de análises de Difração de Raios -X (DRX) e à observação em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) assistido pela microanálise química (Espectroscopia de Energia Dispersiva). Tais caracterizações serão detalhadas posteriormente, em tópicos subsequentes.

4.2 Preparação das misturas dos pós- AL-PV e AL-EC

O pó de alumínio puro comercial (Alcoa, pureza >97%) e os pós de reforços, PV e EC foram pesados em balança de precisão (0,0001 g) da marca Marte modelo AY220. Foram preparadas formulações contendo 5 g de alumínio acrescidas de quantidades equivalentes entre 0,1 e 10 % em massa de PV e EC, sendo nominadas como AL+1% PV para amostras de AL contendo 1% em massa de pó de vidro, AL+1% EC para amostras de AL contendo 1 % em massa de EC e assim, sucessivamente.

Para obter uma mistura homogênea que garantisse uma distribuição uniforme do reforço (PV e/ou EC) ao pó de alumínio, os pós foram colocados em um jarro cilíndrico de aço carbono temperado com dimensões internas de diâmetro e profundidade de 100 mm e 150 mm, respectivamente. O jarro foi levado ao moinho de bolas convencional para a realização da mistura.

Os parâmetros de moagem utilizados no processamento foram baseados em informações da literatura (ABUCHENARI; NAZARIYAN KHOZANI, 2021; ANGERS *et al.*, 1999) e assim, inicialmente foi empregada a rotação de 41 rpm, equivalente a 89% da velocidade crítica de rotação do jarro. Manteve-se uma relação massa-bola na proporção de 1/100 com esferas de carbeto de tungstênio (WC) de diferentes diâmetros, sendo eles: 1/3 de esferas com diâmetro de 8 mm; 1/3 com 14 mm e 1/3 com 19 mm, totalizando 500 g de esfera. Diâmetros diferentes dos meios de moagem garantem uma melhor mistura bem como redução dos tamanhos de partículas devido à diferença dos raios das esferas.

No entanto, para definir o tempo de duração das misturas, fez-se um estudo específico, buscando obter a mistura mais homogênea possível do AL aos pós de reforço, EC e PV. Para tanto, em intervalos de tempo de 1, 3, 5, 7 e 9 horas, foi recolhida do cilindro de moagem uma

amostra para ser observada em estereoscópico, a qual foi observada procurando visualizar a evolução da redução granulométrica. Só foi feito para AL-PV porque as esferas de carbono são de produção mais complexa, são mais caras, levam mais tempo para serem produzidas. Portanto, o procedimento que foi decidido para realizar a mistura de AL-PV foi, conseqüentemente, usado para a mistura AL-EC. No capítulo Resultados e Discussões esses resultados serão detalhados.

4.3 Caracterização dos pós

A caracterização dos pós de AL puro, dos pós de reforços EC e PV, bem como os pós compósitos, AL-EC e AL-PV foram submetidos à caracterização em granulômetro para determinação do tamanho e distribuição do tamanho de partículas, e em difratômetro de raios X, para a caracterização estrutural das amostras. Os detalhamentos sobre os procedimentos experimentais seguidos para as caracterizações estruturais dos pós serão apresentados em tópico posterior, juntamente com as descrições das caracterizações estruturais das amostras sinterizadas, uma vez que a metodologia seguida para as análises dos pós e das amostras é semelhante.

4.3.1 Granulometria e MEV dos pós

Para as medidas de granulometria as amostras em pó de AL, PV e EC foram selecionadas aleatoriamente e colocadas em microtubos plásticos de 3 ml juntamente com água e defloculantes a base de detergente neutro, em seguida foram acondicionadas em aparelho de ultrassom da marca ALFA MARE modelo ALTsonic Clean por um tempo de 15 minutos (tempo adotado como padrão pelo LCE), para garantir que os pós não ficassem aglomerados.

Em seguida, o material foi avaliado no granulômetro a laser da marca Microtrac SDC modelo S3500 Bluewave o qual fornece um relatório dos resultados de tamanho de partícula e a curva de distribuição granulométrica.

A morfologia das partículas dos pós de AL e dos reforços, EC e PV foram avaliadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), da marca ZEISS modelo EVO MA15, utilizando dois detectores: sendo um detector de elétrons Secundário (SE) e outro detector de Elétrons retro espalhado (BSD). Para a obtenção das imagens dos pós, os mesmos foram aderidos em suporte próprio utilizando fita dupla face de carbono. Por meio desta caracterização as partículas foram medidas utilizando uma ferramenta do MEV, sendo medidas

aproximadamente, 100 partículas. O resultado foi dado pelos valores máximos e mínimos obtidos a partir das medições.

4.4 Produção das amostras

4.4.1 Compactação uniaxial

Para a compactação uniaxial das amostras, fez-se uso de um molde metálico cilíndrico de diâmetro de 20 mm e de uma prensa uniaxial hidráulica manual da marca Ribeiro com capacidade de aplicação de uma carga de 15 tf.

Os pós AL-PV e AL-EC, foram compactados por prensagem uniaxial em forma de discos com diâmetro de 20 mm, altura de 3 mm e massa aproximadamente de 2,0 g. Para a execução da técnica de compactação foi aplicada uma carga de 12 tf ou 357 MPa, que foi mantida por 60 segundos e, em seguida, foi aliviada. Posteriormente, os discos foram desmoldados, aferidos quanto a massa e dimensões, utilizando balança analítica da marca Marte modelo AY220 e paquímetro da marca MTX e destinados para a sinterização.

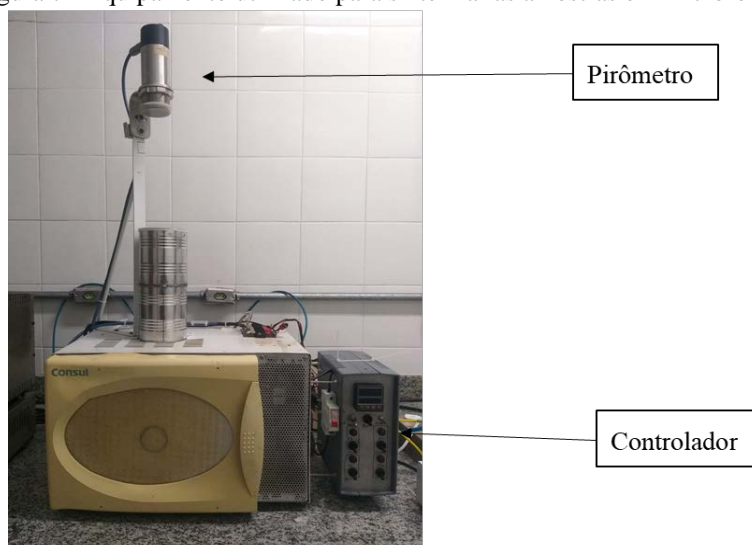
4.4.2 Sinterização

O processo de sinterização foi realizado em forno de micro-ondas, ilustrado na Figura 7. A sinterização das amostras foi realizada utilizando-se uma taxa de aquecimento de 600 °C/min para atingir a temperatura de 600 °C a qual foi mantida durante 1 hora. Tanto o tempo de uma hora quanto a temperatura foram definidos através de resultados de outras pesquisas realizadas pelo grupo de desenvolvimento de materiais funcionais.

As amostras foram posicionadas juntamente com os materiais absorvedores de micro-ondas produzidos pela Saint Gobain, em uma caixa refratária composta por manta refratária resistente a alta temperatura (1700 °C), em forma cúbica com 50 mm de profundidade e 50 mm nas laterais internas. Essa caixa foi posicionada dentro do forno de micro-ondas, o qual está adaptado com controlador de tempo e temperatura.

Xiong *et al.*, (2020) apresenta em suas pesquisas algumas temperaturas de aquecimento para compósitos de matriz de AL reforçados com nanoplacas de grafeno produzidos por sinterização a plasma, dentre elas o melhor resultado foi o da sinterização a 600 °C, portanto, neste trabalho os discos foram sinterizados a 600 °C. O resfriamento das amostras foi feito dentro do forno (aproximadamente 70 °C/min, visualizado por meio de pirômetro até 450 °C).

Figura 7 - Equipamento utilizado para sinterizar as amostras em micro-ondas



Fonte: Autor

Para efeito de comparação, amostras de alumínio puro foram sinterizadas em forno convencional a temperatura de 600 °C durante 1 hora, utilizando a máxima taxa de aquecimento do forno, ou seja, 15 °C/min.

4.5 Caracterizações das amostras

4.5.1 Densidade à verde

A massa das amostras foi medida com o auxílio de uma balança analítica (precisão 0,0001 g) da marca Marte e modelo AY220. As dimensões dos corpos de provas foram obtidas utilizando-se de um paquímetro digital da marca MTX com resolução de 0,01 mm. Com estes dados, os valores da densidade à verde dos discos foram calculados levando em consideração a relação entre a massa dos corpos de prova e o seu volume, utilizando a Equação 2.

$$\rho = w/v \quad 2$$

Sendo w é a massa da amostra em gramas (g), v , é o volume em centímetros cúbicos (cm^3) e ρ é a densidade da amostra em gramas por centímetro cúbico (g/cm^3).

4.5.2 Densidade das amostras sinterizadas

Para verificação de uma possível retração volumétrica, as densidades geométricas das amostras foram medidas. Os valores de densidade geométrica (descrita em 4.5.1) e aparente das

amostras foram determinados. A densidade aparente foi determinada utilizando o princípio de Arquimedes, seguindo a norma (ASTM C20 – 00, 2015), a qual fornece Equação 3:

$$\rho = \frac{M_a}{M_a - M_l} \times \rho_l \quad 3$$

sendo ρ a densidade aparente da amostra (g/cm^3), ρ_l a densidade do líquido, água no caso (g/cm^3), M_a massa da amostra medida ao ar e M_l a massa da amostra imersa em água. Para a obtenção das medidas de massa imersa e massa úmida foi utilizada uma balança analítica da marca Shimadzu modelo AY220 devidamente montada com os acessórios que permite realizar as medições das massas imersas e úmidas.

A densidade relativa foi calculada a partir da razão entre os resultados de densidade aparente e da densidade teórica do alumínio ($2,7 \text{ g/cm}^3$), (ASM, 2022). Essa consideração foi realizada, uma vez que, as densidades dos reforços adicionados (PV e EC) à matriz de alumínio apresentam valores de densidade menores do que as do alumínio puro.

4.5.3 Caracterização estrutural

Análises de difração de raios X foram realizadas nos pós de partida, AL puro, pós de PV e de EC, e nos pós resultantes das misturas, AL-PV e AL-EC, e nas amostras obtidas após a sinterização. Estas análises permitiram identificar as possíveis fases presentes nos pós, bem como nas amostras do material compósito sinterizado.

A identificação das fases foi realizada utilizando como referência as fichas cristalográficas do banco de dados PDF2 (2013) e o aplicativo High Score Plus 3.0. As análises de difração de raios X foram realizadas no difratômetro de raios X da marca PANalytical, modelo XPert Pro alocado no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do Instituto de Engenharia Mecânica (IEM) da Universidade Federal de Itajubá (Unifei). As medidas foram realizadas a temperatura ambiente, utilizando tubo que emite radiação de cobre ($\text{CuK}\alpha$, $\lambda=1,54 \text{ \AA}$), corrente de 40 mA e tensão de 40 kV.

O passo utilizado foi $0,02^\circ$ e tempo de integração de 1 segundo por ponto, fazendo uma varredura entre 30° e 120° . Para a apresentação dos difratogramas dos pós, no capítulo *Resultados e Discussão*, foi definido que só seriam apresentados os resultados para as amostras contendo 1% em massa de reforços, ou seja, AL+1% PV e AL+1% EC, e uma amostra contendo 10% em massa de EC para investigar a possível presença da fase Al_4C_3 , pois estes difratogramas são suficientes para ilustrar as fases presentes nesta e nas demais misturas uma vez que a

amostra com maior percentual de EC. Esta investigação é necessária uma vez que a literatura relata a presença da formação desta fase em compósitos de AL/C sinterizados em temperaturas próximas a 600 °C.

4.5.4 Caracterização microestrutural

Amostras sinterizadas foram observadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), da marca ZEISS modelo EVO MA15, no LCE- Unifei utilizando dois detectores: sendo um detector de elétrons Secundário (SE) e outro detector de Elétrons retro espalhado (BSD). Para as amostras já sinterizadas foi feito embutimento aquecido com resina fenólica (baquelite preta) em uma embutidora da marca Arotec modelo PRE30.

A preparação metalográfica consistiu em: lixamento, seguindo a sequência de lixa 200, 300, 400, 600 e 1200; polimento manual em feltro usando alumina 0,5 µm; e finalizada com polimento realizado com Sílica Coloidal OPU 0.4 µm da marca Struers. O polimento foi efetuado em uma politriz da marca Struers e modelo AP2. Em seguida para a revelação dos contornos de grãos, as amostras foram atacadas quimicamente com a solução metalográfica conhecida como Keller composta de 95 ml água destilada, 25 ml ácido nítrico, 15 ml ácido clorídrico, 10 ml ácido fluorídrico pelo tempo de 60 segundos, em temperatura ambiente.

Um microscópio óptico da marca Zeiss modelo Jenavert alocado no LMM (Laboratório de Metalurgia e Materiais) da Unifei foi utilizado para analisar a microestrutura dos compósitos sinterizados. A medida dos tamanhos de grão foi realizada com auxílio do programa de análise de imagens *Analisis Document* para determinar o tamanho médio de grão das amostras conforme norma ASTM E112-10, 2010, a qual descreve o *Método dos Interceptos*.

4.6 Caracterização das Propriedades Mecânicas dos Compósitos

4.6.1 Microdureza Vickers

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers das amostras utilizando um microdurômetro da marca TIME e modelo Digital Microhardness Tester utilizando para os testes a aplicação de uma carga de 0,1 kgf durante 15 segundos. As medidas foram realizadas nas superfícies das amostras lixadas e polidas, foram 20 medidas para cada amostra.

4.6.2 Ensaio de Flexão em três pontos

Os ensaios de flexão em três pontos, em acordo com a Norma ASTM B528 – 16, (ASTM 2020), foi realizado para a determinação dos valores de Resistência à Ruptura Transversal (do

inglês Transverse Rupture Strength -TRS). Os ensaios foram realizados nas amostras, em forma de paralelepípedo, cortadas a partir dos discos sinterizados. Os paralelepípedos apresentavam 12,00 mm de comprimento, 3,50 mm de altura e 3,00 mm de largura, aproximadamente. Os cortes foram realizados utilizando uma cortadeira metalográfica da marca Biopdi modelo CO 1200 utilizando disco diamantado de 0,50 mm de espessura. Os ensaios de flexão em três pontos foram realizados em uma máquina universal de ensaios da marca EMIC modelo DL3000 a uma velocidade de 5 mm/min.

Conforme a norma ASTM B528 – 16 (ASTM, 2020), os cálculos foram realizados utilizando a Equação 4 para serem obtidos os valores de TRS:

$$TRS = \frac{3 \times P \times L}{2 \times t^2 \times w} \quad 4$$

Onde:

TRS: resistência à ruptura transversal da amostra, (MPa);

P: força necessária para romper a amostra, (N);

L: distância entre os 02 apoios do suporte (25,4 mm);

w: largura da amostra (mm);

t: espessura da amostra (mm).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização dos pós: Granulométrica, Morfológica e Estrutural

5.1.1 Caracterização dos pós: Granulômetro

A Figura 8 apresenta os resultados das análises feitas no granulômetro para os pós de alumínio puro, AL, de esferas de carbono, EC, e do pó de vidro, PV. Observa-se que os pós de AL, das esferas de carbono e dos pós de vidro apresentaram resultados de D_{50} correspondentes aos valores de $41,19\mu\text{m}$, $19,22\mu\text{m}$ e $8,96\mu\text{m}$, respectivamente.

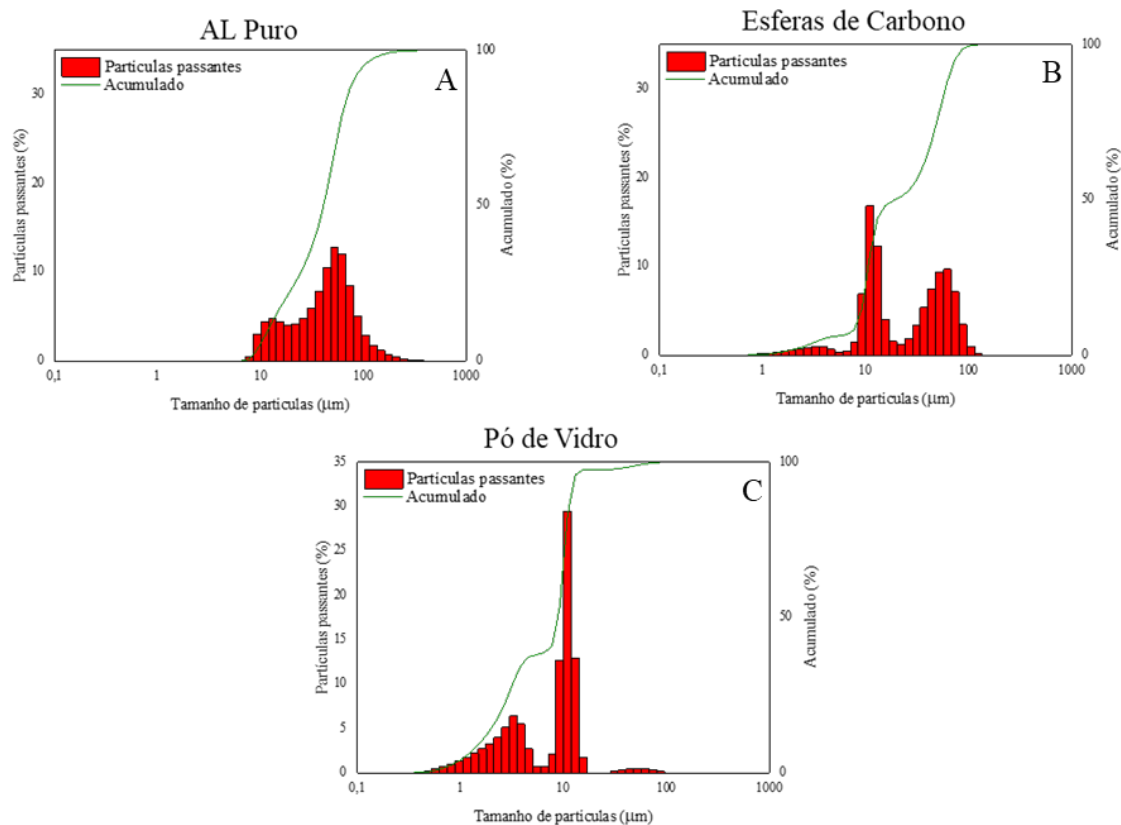
Os valores de D_{50} e D_{90} iguais a $41,19$ e $79,29\mu\text{m}$, respectivamente, foram obtidos para o pó de AL puro, sendo compatível com a granulometria de pós de AL comerciais que apresentam, aproximadamente, $60\mu\text{m}$ (SIGMA-ALDRICH, 2019). Este pó apresenta uma granulometria mais grosseira, comparativamente, aos pós dos materiais de reforço, distribuição unimodal evidenciando que o defloculantes e ultrassom foram eficientes para evitar a aglomeração das partículas.

É uma condição favorável à obtenção de uma mistura homogênea, para a qual se busca uma boa dispersão e incorporação das partículas de reforço às partículas metálicas (KIMINAMI; CASTRO; OLIVEIRA, 2018).

Para as amostras de pó de EC e PV observou-se um comportamento diferente, ou seja, uma distribuição bimodal característica de aglomeração das partículas.

A análise feita em granulômetro envolve a imersão das partículas em água, e mesmo com a ação do defloculante, é possível que algumas partículas ainda permaneçam aglomeradas (OLIVEIRA *et al.*, 2000) de PV e EC. Notadamente, essa aglomeração pode ser visualizada nas Figura 9 B e C, respectivamente. A literatura que trata sobre a inserção de reforços a base de NTC ou EC, relata que essa aglomeração é tipicamente decorrente das forças de ligação de Van der Waals entre as partículas (K. CHU, 2013). Além, disso, conforme serão discutidos no item posterior (5.1.2 Morfologia das partículas dos pós de partida), os resultados referentes às observações em MEV evidenciaram que as partículas têm diâmetros equivalentes menores, comprovando assim, que os resultados obtidos no granulômetro estariam revelando o diâmetro de aglomerados e, por isso, valores de diâmetros superiores foram obtidos.

Figura 8 – Distribuição (volume) de tamanho de partículas do alumínio puro (A), das esferas de carbono (B) e do pó de vidro (C)

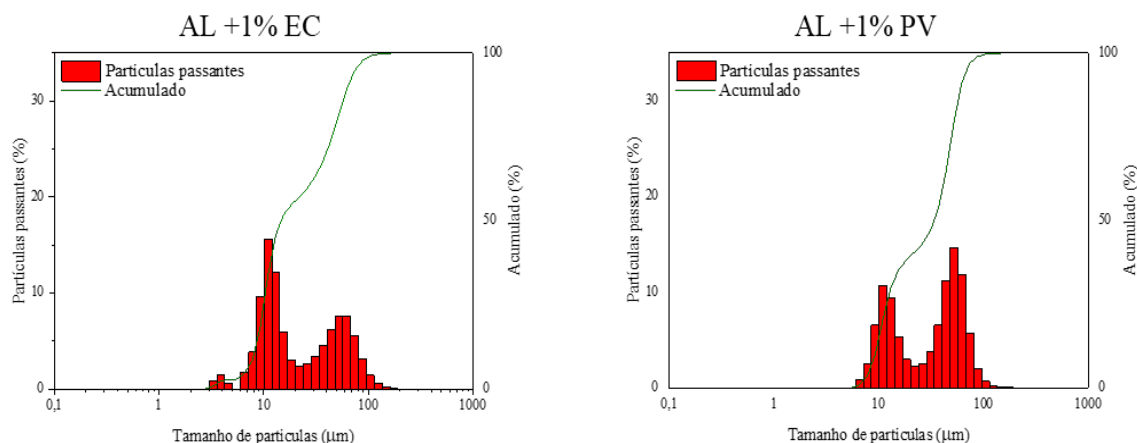


Fonte: Autor

Os pós AL+1%EC e AL+1%PV foram misturados por 9 horas, este tempo promoveu a melhor homogeneização entre as partículas da matriz e dos reforços, e aparentemente, promoveu alguma redução do tamanho das partículas de AL. Esse efeito pode ser causado, provavelmente, em decorrência de uma penetração das partículas de reforço nas partículas de AL causando alguma fragilização dessas partículas metálicas tendo como consequência a redução observada do tamanho das partículas da mistura (ANGERS *et al.*, 1999).

O pó de alumínio reforçado com 1% de esferas de carbono apresentou valores de 14,52 µm e 63,85 µm como resultados de D₅₀ e D₉₀, respectivamente. O composto com reforço de 1% de pó de vidro apresentou resultados granulométricos de 34,23 µm e 68,52 µm para D₅₀ e D₉₀, respectivamente, conforme Figura 9, ambos apresentaram distribuição bimodal no tamanho das partículas, que podem ser benéficas para o processo de compactação, pois partículas de diferentes tamanhos preenchem melhor os vazios produzindo amostras com melhores resultados de densidade a verde.

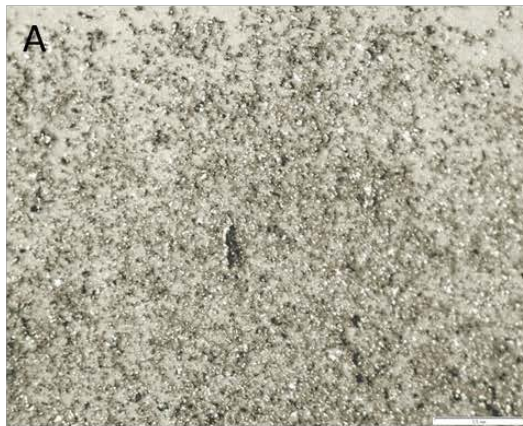
Figura 9 – Distribuição (volume) de tamanho de partículas das misturas AL+1%EC e AL+1PV



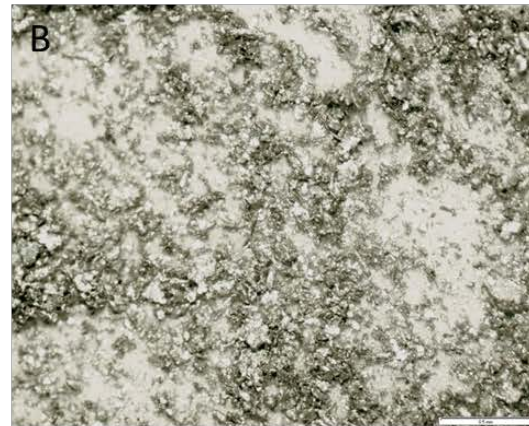
Fonte: Autor

Esse efeito de homogeneização das partículas de AL com PV e EC podem também ser confirmadas pelos resultados apresentados na Figura 10 na qual apresenta imagens obtidas em Microscópio Óptico, das amostras retiradas do frasco de moagem em intervalos de tempos de 1, 3, 5, 7, e 9 horas. Pode-se observar a redução granulométrica da mistura, bem como uma evolução do aspecto da mistura evidenciando a interação mais íntima entre as partículas de AL com EC e AL com PV. Observa-se que com o aumento do tempo de mistura, a visualização das partículas de AL separadas das partículas do PV vai desaparecendo até que na Figura 10 F, percebe-se que a mistura está homogênea.

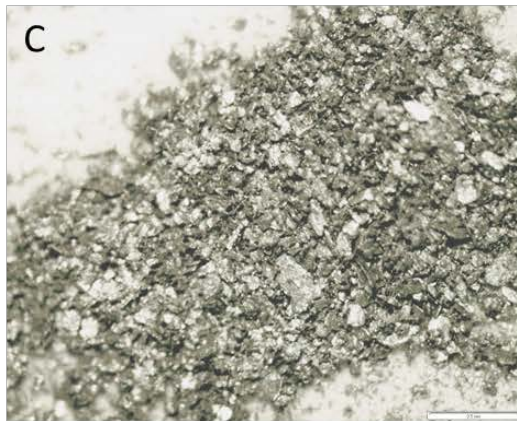
Figura 10 – Evolução do aspecto do pó AL+1%PV em função do tempo de mistura de AL e PV como recebido (A), 1h (B), 3h (C), 5h (D), 7h (E), e 9 h (F) observação em Microscópio Óptico (45X)



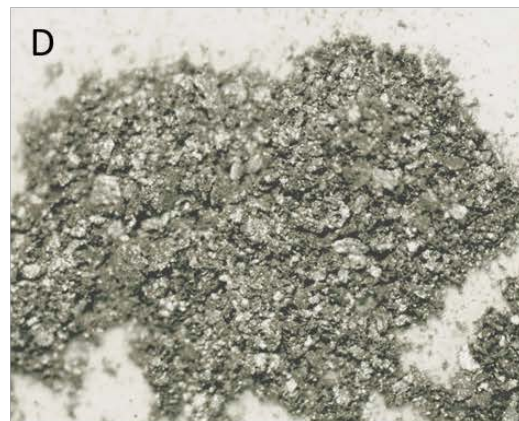
AL Puro como recebido



AL+1% PV após 1 hora de mistura



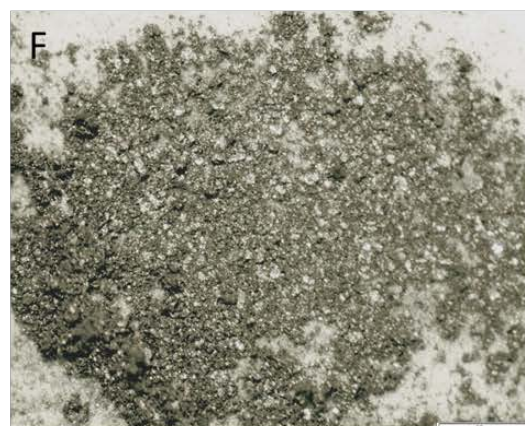
AL+1% PV após 3 hora de mistura



AL+1% PV após 5 hora de mistura



AL+1% PV após 7 hora de mistura



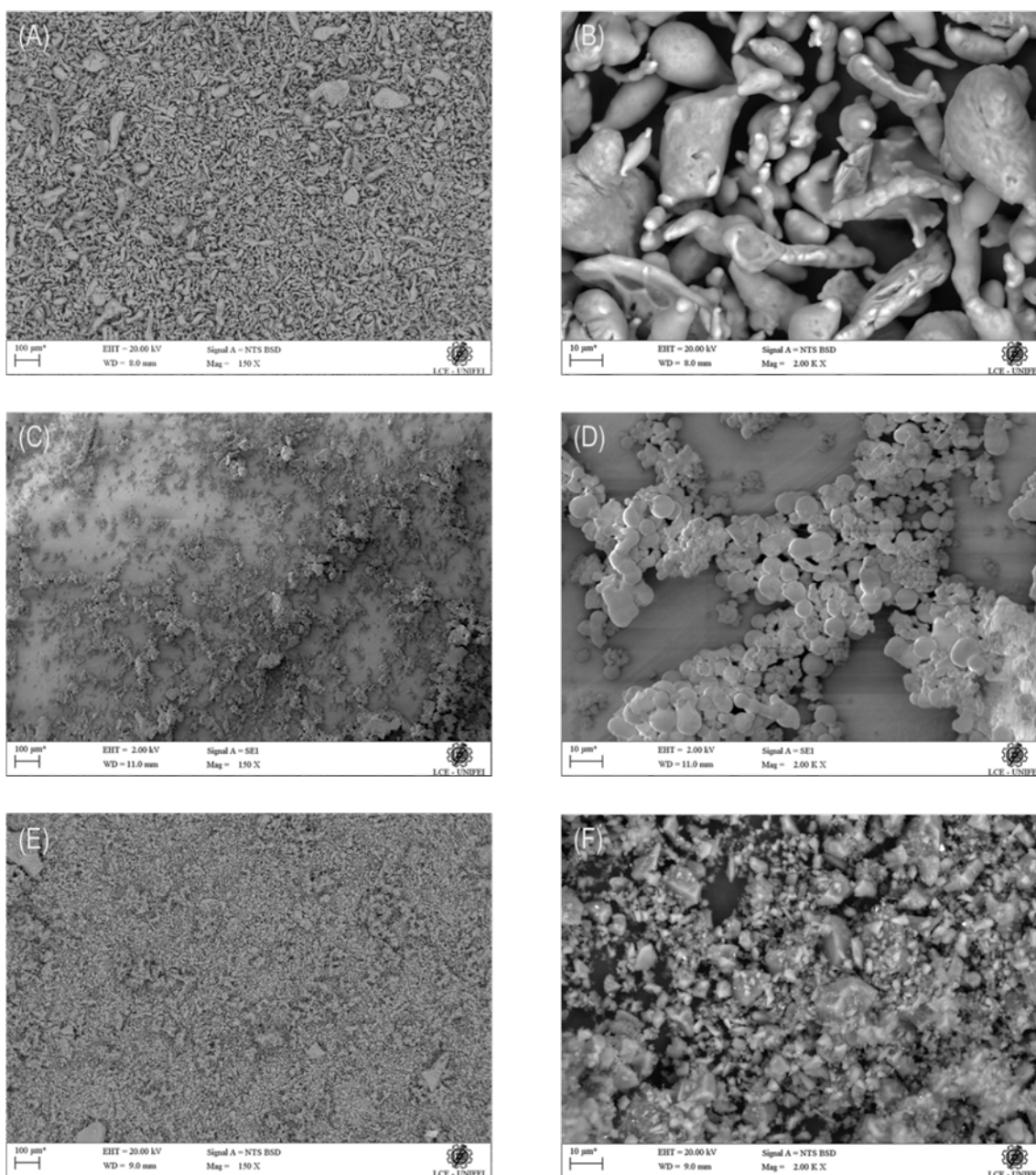
AL+1% PV após 9 hora de mistura

Fonte: Autor

5.1.2 Morfologia das partículas dos pós de partida

A Figura 11 apresenta a micrografias de amostras dos pós de partida, ou seja, de alumínio puro fornecido pela Alcoa (Figura 11 A e B); Esfera de Carbono (Figura 11 C e D) e de pó de vidro (Figura 11 E e F). A Figura 11 A e B apresenta partículas com morfologias arredondadas, irregulares e com tamanho variado.

Figura 11 - Alumínio puro conforme recebido (A e B), EC (C e D), PV borossilicato (E e F)



Fonte: Autor

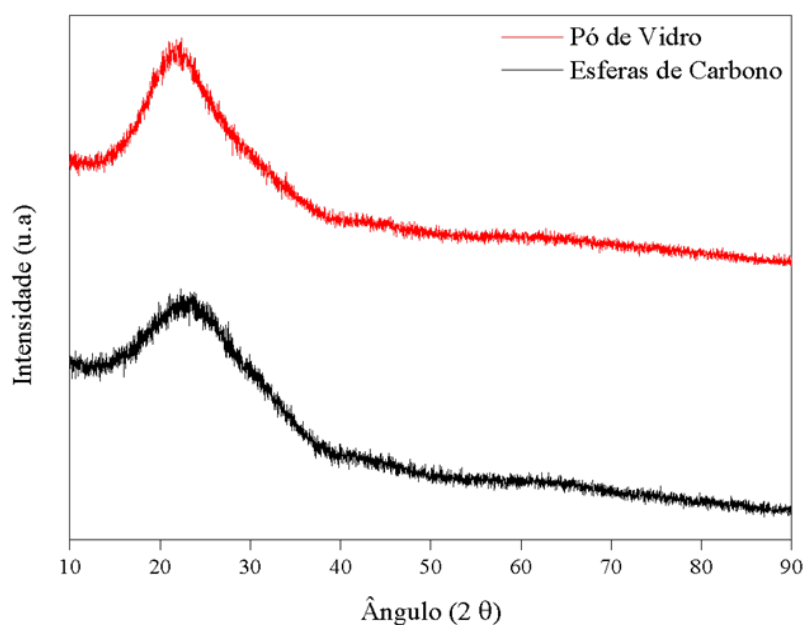
As EC produzidas a partir fibras de coco exibem morfologia uniforme, apresentando-se como esferas perfeitas, superfícies lisas e arredondadas, conforme pode ser observado na Figura 11 C e D. Porém, algumas esferas se apresentam unidas umas às outras com tamanhos variando entre 1,0 e 7,0 μm , apresentando valor médio de 4,0 μm .

O pó de vidro borossilicato apresenta partículas, predominantemente, com morfologia de flocos e tamanhos variados (Figura 11 E e F). Com uma baixa tendência a se aglomerarem, as partículas de vidro medidas no MEV apresentaram valores mais próximos daqueles obtidos na caracterização por granulômetro ($D_{50} = 8,96 \mu\text{m}$), ou seja, as medições das partículas de PV obtidas por meio de MEV resultaram em valores entre 0,8 μm e 12,0, apresentando valor médio de 8,9 μm .

5.1.3 Caracterização Estrutural

Os resultados das caracterizações estruturais dos pós, PV e EC são mostrados na Figura 12. Observa-se que se ambos apresentam padrão de difração de materiais não-cristalinos, não revelando nenhum pico de difração de raios X característico de alguma fase cristalina que poderia ter sido formada durante as etapas de obtenção dos pós de reforço. Tanto o difratograma do pó de vidro, quanto o das esferas de carbono apresentaram um padrão característico daqueles apresentados por materiais sólidos não cristalinos. Yolshina (2016), estudando filmes de grafeno sobre superfícies de titânio encontrou difratogramas idênticos aos encontrados neste trabalho, para o pó PV e EC.

Figura 12 - Difratogramas das amostras de pó de vidro borossilicato PV e esferas de carbono EC



Fonte: Autor

O padrão de difração observado para o pó de PV também apresenta semelhança com aqueles baseados no estudo de partículas não-cristalinas de SiO_2 por (MUSICÍ, 2011), no qual esse largo e amplo pico, próximo a 22° característico de materiais amorfos, é registrado. Acharyulu, (2020), obtiveram difratogramas semelhantes ao observado para o pó de EC, revelando padrão de DRX com elevação da linha do difratograma a 20° (2θ) ao fazer análise de nanoesferas de carbono, indicando que o material apresenta uma característica não-cristalina.

Os difratogramas de raios X das amostras de pós de AL puro, AL+1% EC e AL+1% PV são mostrados na Figura 13. Os picos de alumínio conforme ficha cristalográfica: (03-065-2869) revelaram um difratograma compatível com aquele observado na literatura, correspondendo a uma estrutura cristalina CFC com simetria Fm-3m (YOLSHINA *et al.*, 2016).

Nos difratogramas obtidos para os pós compósitos AL-EC não foram identificados picos diferentes daqueles encontrados nos difratogramas do alumínio puro. Isso indica que não houve processos de oxidação, uma vez que, não foram encontrados picos referentes à presença da fase Al_2O_3 , devido à baixa energia fornecida pela moagem em moinho convencional. Como se sabe, o alumínio pode ser oxidado e em presença de O_2 formando o óxido de alumínio (ASKARNIA *et al.*, 2021; MADAVALI *et al.*, 2014).

Também não se observou a presença de carbeto de alumínio (Al_4C_3), pois segundo a literatura são formados apenas em sinterização acima de 600°C . Muitos trabalhos apontam o efeito de endurecimento da matriz de alumínio quando há a presença de carbeto de alumínio. A formação de uma fina camada de carboneto de alumínio na interface C-AL pode ser benéfica para o desempenho geral dos compósitos de matriz de AL, pois melhora a força de ligação entre o agente de reforço e a matriz metálica (BHATTA *et al.*, 2021).

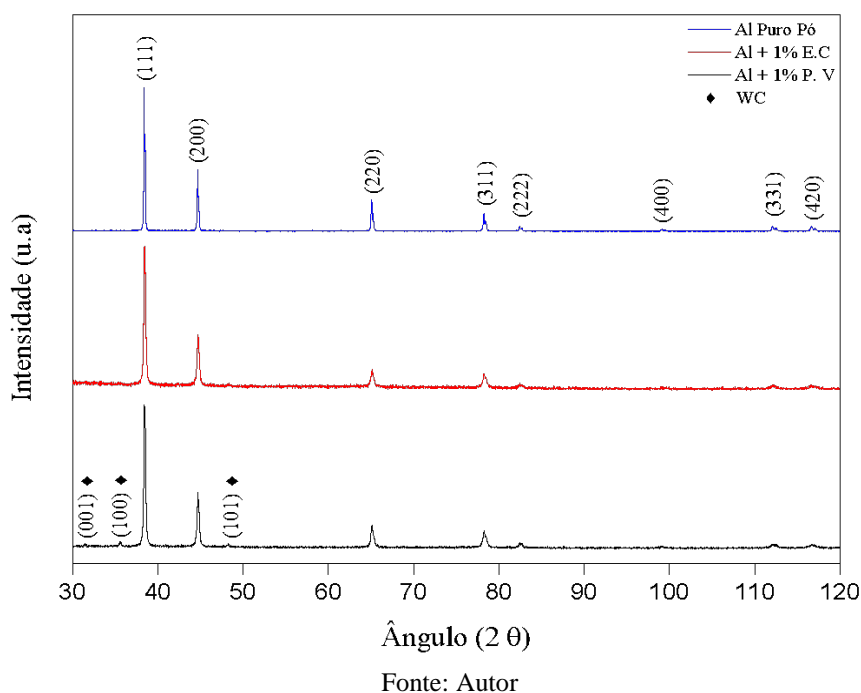
Em contraste, outros trabalhos afirmam que mesmo pequenas adições de carbeto de alumínio (~2% massa) a resistência à corrosão é prejudicada, tanto em ambientes agressivos quanto em condições de corrosão atmosférica, devido à corrosão não uniforme e por pite. Isso limita o uso prático dos materiais compósitos de alumínio-C (YOLSHINA *et al.*, 2016).

Assim, atualmente, muitos métodos confiáveis e produtivos de obtenção de compósitos de alumínio-C, com distribuição uniforme de carbono (seja grafite, grafeno, NTC, etc.) em matriz de alumínio, visam à mitigação da presença de carboneto de alumínio. Principalmente, porque, mesmo em quantidades muito pequenas, a presença de carbeto de alumínio impacta negativamente nas propriedades de resistência à corrosão dos materiais compósitos metálicos com matriz de AL.

O difratograma de raios X dos pós de AL- PV apresentaram picos referentes à fase de carbeto de tungstênio, WC, evidenciados nos ângulos 31,49°, 35,61° e 48,41°, sendo ambos identificados conforme ficha cristalográfica: (00-051-0939). Possivelmente, este fato é decorrente da ação abrasiva verificada entre as bolas de moagem entre si (abrasão bola-bola) e delas com as partículas de PV, uma vez que os meios de moagem utilizados têm em sua composição o WC.

É fundamental saber se durante a etapa de preparação dos pós compósitos houve ou não a formação de fases e quais seriam elas para que, posteriormente, não houvessem dúvidas sobre em quais etapas de produção das amostras tais fases estariam sendo formadas, tendo o completo controle das etapas de produção dos compósitos.

Figura 13 - Difratogramas dos pós de AL puro, AL+1% EC e AL+1% PV



5.2 Caracterização das amostras compósitas sinterizadas

5.2.1 Caracterização Estrutural

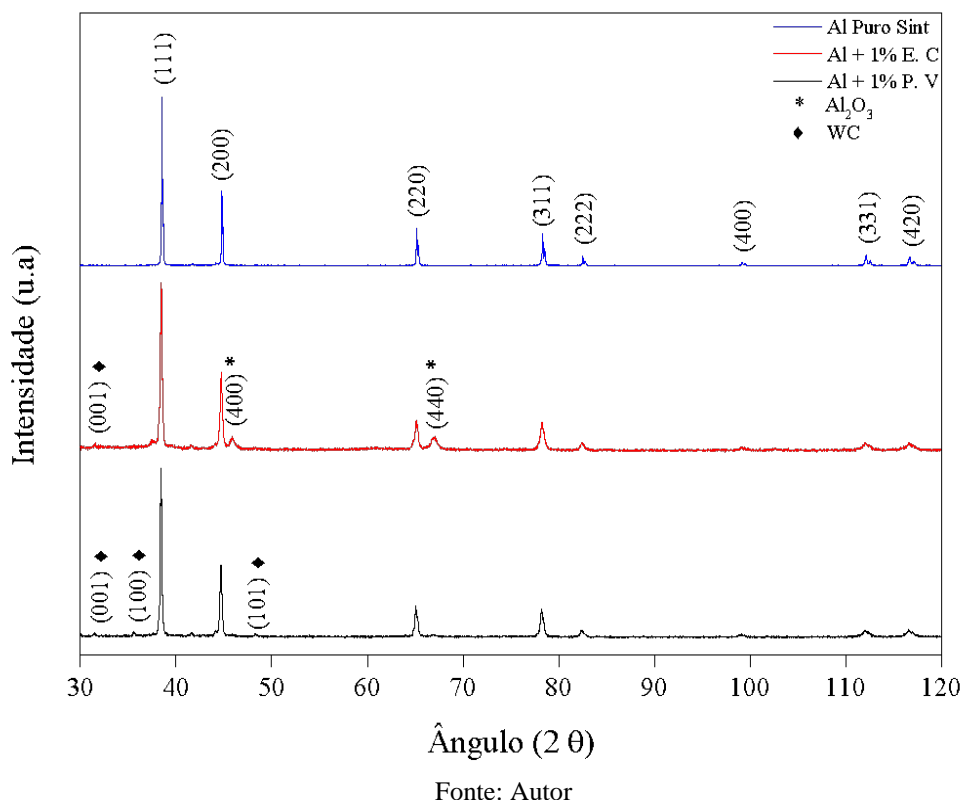
Os difratogramas de raios X das amostras sinterizadas de AL puro, AL+1% EC e Al+1% PV são mostrados na Figura 14. O DRX da amostra de alumínio puro revela picos semelhantes aos obtidos nas análises de DRX das amostras em pó, comprovando que não houve alteração após a sinterização. Porém a amostra de AL+1% EC revela picos diferentes que os encontrados

na amostra de alumínio puro, picos referentes à fase de Al_2O_3 , observados nos (ângulos $45,88^\circ$ e $67,02^\circ$) identificados conforme ficha cristalográfica: (01-074-2206).

Evidenciando assim que houve oxidação no processo de sinterização. As presenças das EC provavelmente favoreceram a formação da camada de óxido devido à aglomeração nas interfaces das partículas, interferindo na formação de novos grãos expondo assim as partículas de AL ao O_2 presente na atmosfera do forno (ASKARNIA *et al.*, 2021). Também apresenta um pico referente à fase de WC (observado no ângulo $31,49^\circ$), identificados conforme ficha cristalográfica: (00-051-0939), possivelmente, contaminação dos agentes moedores.

Os difratogramas de raios X da amostra de AL+1% PV após a sinterização apresentaram picos referentes à fase de WC (observados nos ângulos $31,49^\circ$, $35,61^\circ$ e $48,41^\circ$), ambos identificados conforme ficha cristalográfica: (00-051-0939). Justificados também como contaminação do processo de moagem. Conforme observado nos resultados de DRX a quantidade de contaminação por WC foi pequena, provavelmente não interferindo nas propriedades mecânicas dos AL+1%PV.

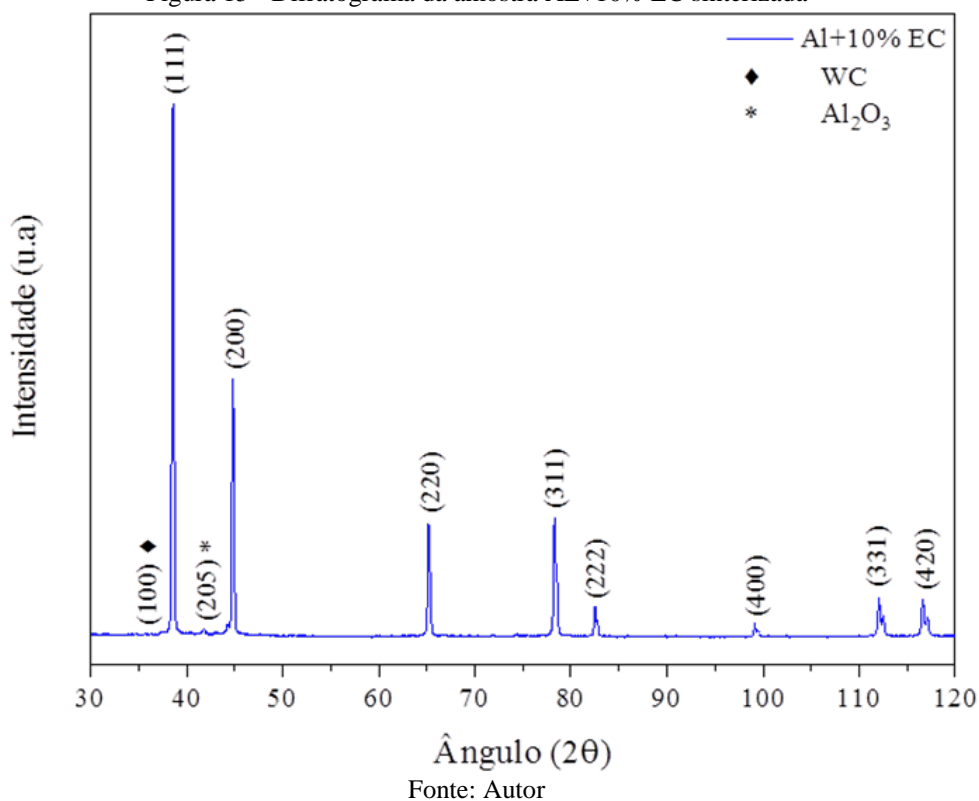
Figura 14 - Difratogramas das amostras sinterizadas



Para uma confirmação da presença da fase Al_4C_3 , foi feita a difratometria de raios X em uma amostra de AL+10% EC. O difratograma da Figura 15 não apresenta picos referentes à

fase Al_4C_3 , que pode ser prejudicial às propriedades do alumínio conforme já explicado no item 5.1.3, comprovando assim que não houve formação dessa fase. O DRX mostra picos referentes ao alumínio puro conforme ficha cristalográfica: (03-065-2869), e um pico referente à fase carbeto de tungstênio, WC, observado nos ângulos ($35,61^\circ$) conforme ficha cristalográfica (00-051-0939), e um pico referente à fase Al_2O_3 presenciado no ângulo ($41,79^\circ$) pertencente à ficha cristalográfica (00-051-0769) possivelmente, alguma oxidação do AL, verificada durante a sinterização. Embora muitos autores alegam que a formação da fase Al_4C_3 em compósitos de AL/C em temperaturas acima de $575^\circ C$, não foi detectado a presença desta fase nas amostras.

Figura 15 - Difratoograma da amostra AL+10% EC sinterizada



5.2.2 Caracterização Micrográfica

5.2.2.1 Microscopia óptica

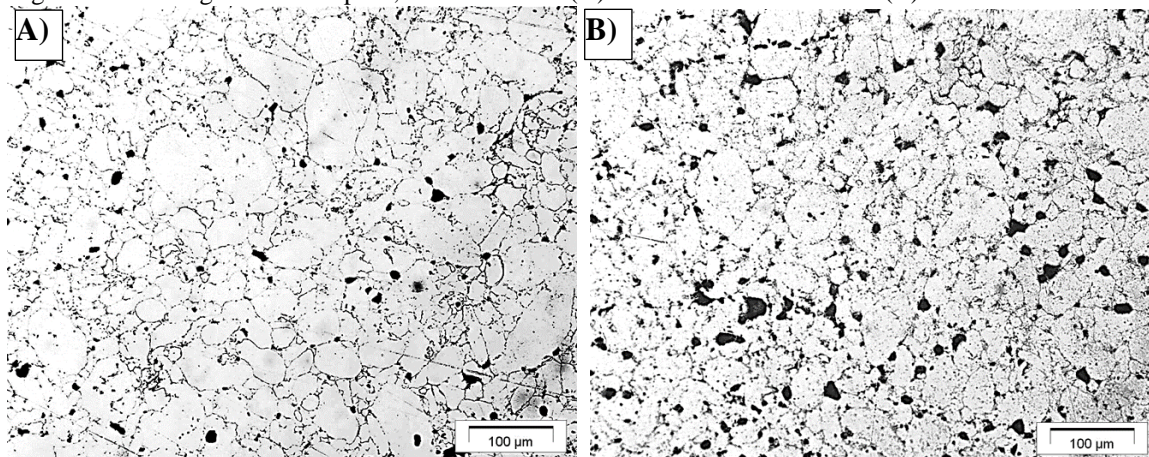
A Figura 16 apresenta as micrografias obtidas por Microscopia Óptica (MO) das amostras de AL puro sinterizadas em forno convencional (Figura 16 A), a $600^\circ C/1 h$ e em micro-ondas, sinterizadas a $600^\circ C/1 h$ (Figura 16 B). Observa-se uma microestrutura homogênea e grãos com formato poligonal, com porosidade residual em ambas as amostras. Os tamanhos médios de $40,0 \mu m$ e de $33,6 \mu m$ foram obtidos para as amostras sinterizadas em

forno convencional e em micro-ondas, respectivamente, confirmando resultados onde a microestrutura formada em forno convencional é ligeiramente mais grosseira que aquelas obtidas em micro-ondas (OGHBAEI; MIRZAEI, 2010).

As taxas de aquecimento aplicadas às sinterizações em micro-ondas são superiores às aplicadas nas sinterizações convencionais, o que, naturalmente, acarreta em tempos de tratamentos térmicos mais rápidos diminuindo o tempo necessário para que ocorra a difusão das espécies químicas, componentes deste material. No entanto, apesar da aplicação destas maiores taxas de aquecimento, microestruturas mais grosseiras foram observadas em compactos de ligas de alumínio 6711 (AL-1Mg-0.8Si-0.25Cu) sinterizados por micro-ondas.

Os poros são isolados e restritos aos contornos de grão em ambos os modos de aquecimento (PADMAVATHIA, 2011).

Figura 16 - Micrografia do AL puro, sinterizado em (A) forno convencional e em (B) forno de micro-ondas

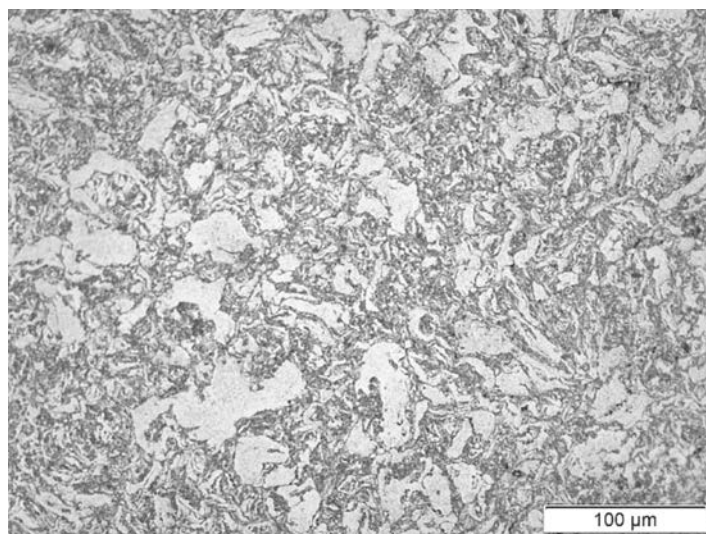


Fonte: Autor

A Figura 17 apresenta a micrografia da amostra AL+1% EC para a qual o tamanho médio de grão encontrado foi de 28,3 µm. Observa-se que os contornos dos grãos se encontram com difícil visualização e tamanho de grãos muito menores quando comparados com a micrografia do AL puro sinterizado, tanto em micro-ondas (Figura 16 B) quanto em forno convencional (Figura 16 A).

Essa característica é devido à concentração de esferas de carbono na superfície dos grãos, o que interfere na difusão atômica, nos estágios de sinterização, resultando em maior volume de porosidade, variação da morfologia dos grãos e menor dureza, conforme apresentado nas pesquisas de Gürbüz; Can Şenel; Koç, (2018).

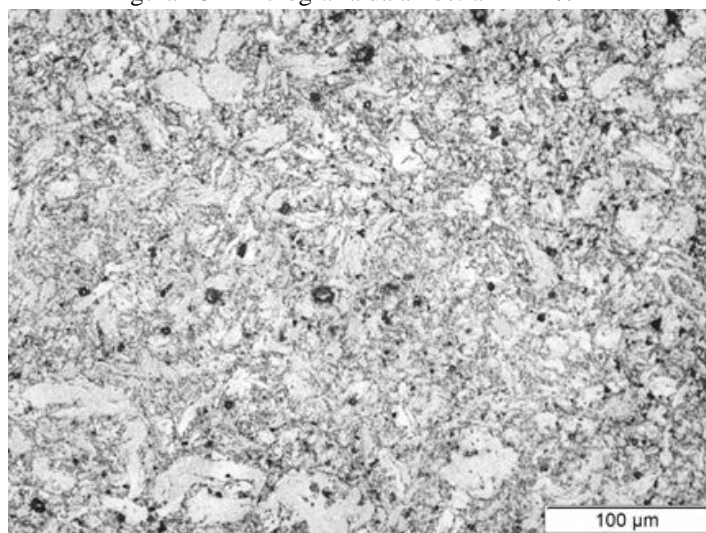
Figura 17 – Micrografia da amostra AL + 1% EC



Fonte: Autor

A Figura 18 apresenta a micrografia da amostra AL+1% PV com tamanho médio de grão de 28,0 μm . Observa-se maior dificuldade para visualização dos contornos dos grãos, uma vez que, estes acumulam a maior parte do material de reforço, justamente, nesta região. Uma microestrutura similar foi observada para a amostra AL+1% EC.

Figura 18 - Micrografia da amostra AL+1% PV



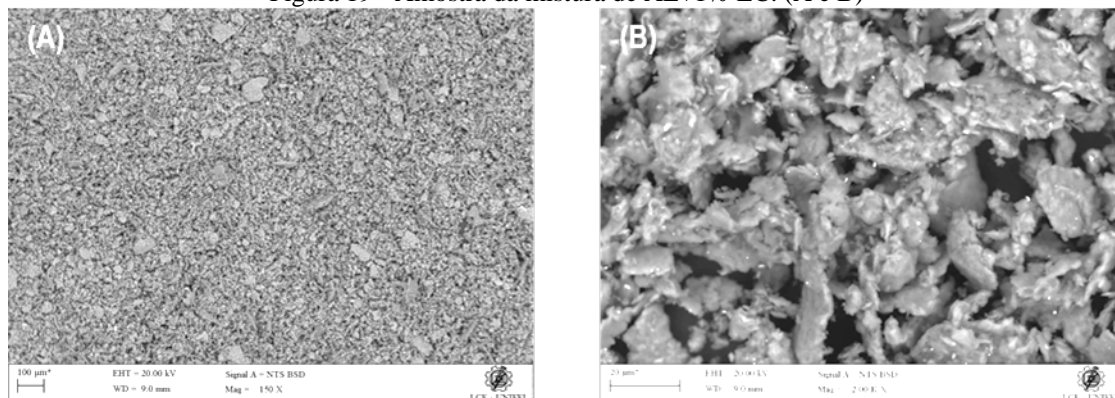
Fonte: Autor

5.2.2.2 Micrografias dos compósitos, AL+1% EC e AL+1% PV à verde

A amostra de pó AL+1% EC, após sua mistura em moinho de bolas convencional, resultou em tamanho de partículas (D_{50}) de 14,52 μm , evidenciando, assim, a real mistura dos materiais, bem como sua respectiva moagem, pois as partículas de AL, como recebidas, apresentaram valores de tamanho de partículas maiores (41,19 μm). A mistura se mostrou

homogênea contendo partículas de AL que apresentam morfologia em forma de flocos, algumas partículas maiores com formato achatado, estando aderidas às EC, as quais se encontram com algum grau de aglomeração, dispostas sobre as partículas de AL conforme se observa na Figura 19 (A e B).

Figura 19 - Amostra da mistura de AL+1% EC. (A e B)



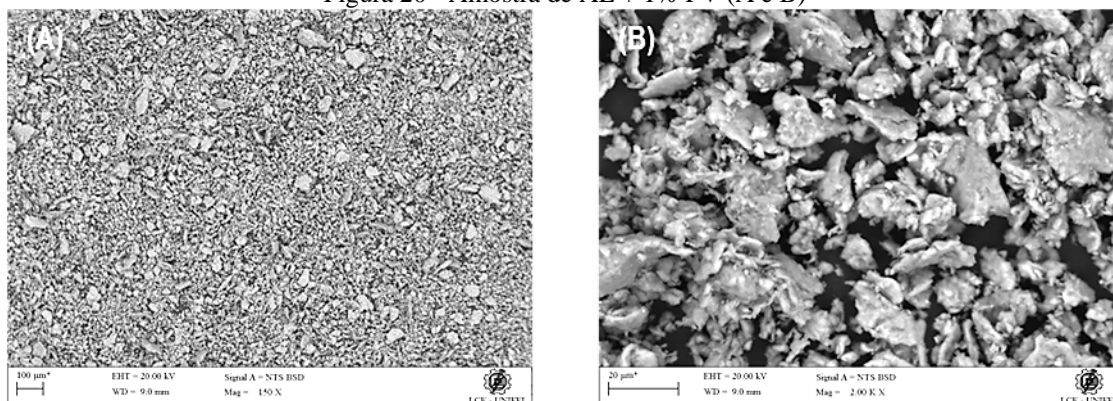
Fonte: Autor

De acordo com Khanna *et al* (2021), as EC favorecem a soldagem a frio durante a moagem, promovendo a quebra das partículas de AL em partículas menores, o que contribui com uma boa dispersão e homogeneidade da mistura, resultando em tamanhos reduzidos de partículas em comparação com o reforço de PV.

Já a amostra de pó AL + 1% PV após a mistura, apresentou tamanho de partículas (D_{50}) de 34,23 µm, sua granulometria se apresentou bastante heterogênea com morfologia irregular em que várias partículas apresentam o formato achatado e algumas regiões mostram aglomerações de partículas de PV, conforme observado na Figura 20.

Neste processo, as partículas de AL, dúcteis, são simultaneamente encruadas e compactadas, as partículas de vidro se agregam a essas partículas (de AL), tornando-as cada vez mais frágeis a ponto de serem fraturadas, formando novas partículas com novo formato (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 20 - Amostra de AL + 1% PV (A e B)



Fonte: Autor

5.2.2.3 Microestruturas dos corpos de AL, AL-EC e AL-PV sinterizados

Nas análises por MEV juntamente com EDS foi possível analisar as diferenças de microestrutura entre o alumínio puro, com 1% em massa de EC e 1% em massa de PV das amostras após sinterização. Nos CPs de AL + 1% EC foi possível perceber a presença do carbono no CP sinterizado e para AL+1% PV também foi possível perceber a presença de alguns dos elementos que compõem o vidro borossilicato conforme Figura 21. Na Figura 21 A e na Figura 21B está o alumínio puro sinterizado.

A verificação da composição química das amostras, realizada por meio de EDS, apresenta a análise semi-quantitativa, mostrando a proporção dos elementos presentes nas amostras de AL puro de AL+1%EC e de AL+1%PV (Tabela 2). Foram encontradas maiores porcentagens de Si, Na e O na amostra AL+1%PV devido ao fato de que estes elementos compõem o vidro, e para a amostra AL+1%EC, foi identificada a presença de carbono.

Tabela 2 - Porcentagem atômica de cada amostra obtida por EDS

	Mg	Al	Si	Ti	Fe	Cu	Zn	Na	O	C
AL Puro	0,71	97,87	0,60	0,02	0,53	0,17	0,10	-	-	-
AL + 1% PV	0,60	93,73	2,64	0,05	0,99	0,16	0,05	0,28	1,00	-
AL + 1% EC	0,65	97,46	0,89	0,02	0,67	0,18	0,13	-	-	1,00

Fontes: Autor

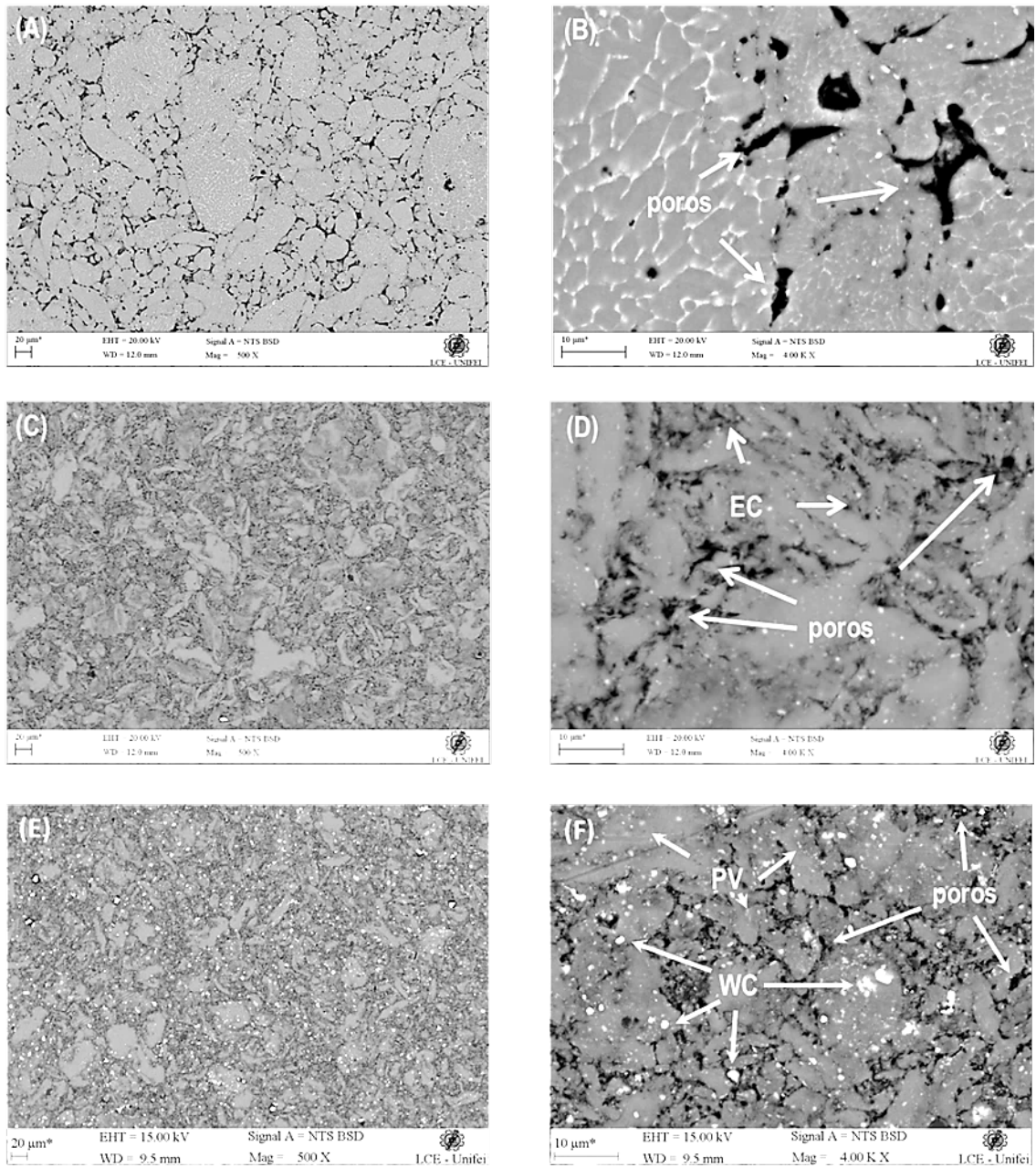
Na Figura 21 A é possível ver as microestruturas das amostras de AL puro (A e B), de AL+1%EC (C e D) e de AL + 1%PV (E e F), após sinterização em micro-ondas. A microestrutura da amostra de AL puro apresenta alguns grãos com morfologia equiaxial e outros com formato mais alongado, compatível com microestruturas de compactos

convencionalmente sinterizados (PADMAVATHI, 2011). Essa morfologia já conhecida também foi observada na amostra de AL puro sinterizado convencionalmente (Figura 22 A e B). Uma menor quantidade de poros foi observada na amostra sinterizada em micro-ondas, mas poros isolados e grandes foram visualizados (Figura 21 B). Um detalhe interessante a ser ressaltado é que nas condições da sinterização, realizada no modo convencional, 600°C durante 1 hora, a presença de poros com morfologia relativamente circulares foram observados, marcando o término das etapas de sinterização, que é um aspecto tipicamente observado para as sinterizações convencionais de AL, nas citadas condições de tempo e temperatura (MORTEZA and MIRZAEI, 2010).

Na Figura 21 C e D as micrografias das amostras de AL + 1% EC revelam uma distribuição homogênea das EC, localizadas especialmente nos contornos de grãos do alumínio. O mesmo comportamento se observa na microestrutura das amostras de AL + 1% PV (Figura 21E e F). A Figura 21E e 22F apresentam também uma microestrutura com uma distribuição bem homogênea das partículas do reforço de PV. A Figura 21F mostra em detalhes a presença de porosidade aberta, semelhante ao que foi observado para as outras amostras (AL puro e AL + 1% EC). Desta forma, a densificação após sinterização em micro-ondas das amostras compósitas estudadas não foi completa, resultando em densidades entre 85 e 94% da densidade teórica do AL. Na Figura 21F também se observa poros entre as partículas do AL e presença das partículas de PV e contaminação de WC dispersas pela matriz.

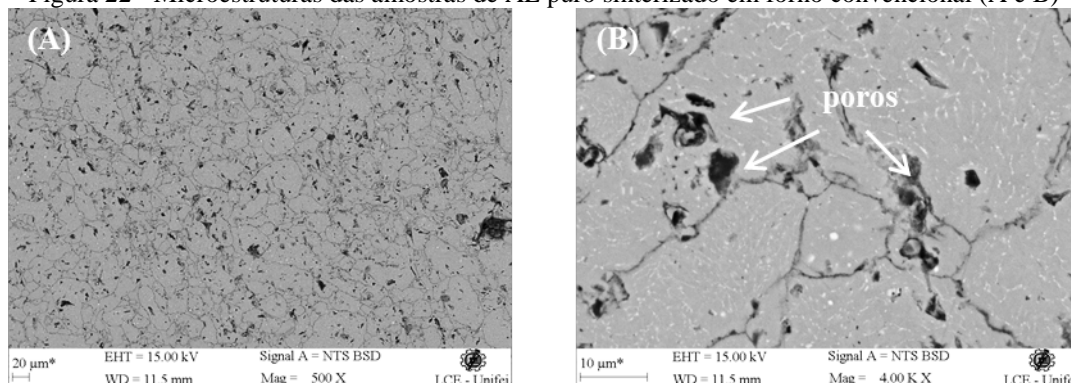
Os tamanhos de grãos das amostras de AL + 1% EC e AL + 1% PV, sendo 28,3 μm e 28,0 μm , respectivamente, revelam que em ambos os casos a presença do material de reforço dificultou a difusão inter-grãos do alumínio, evitando o crescimento de grãos da matriz metálica.

Figura 21 - Microestruturas das amostras de AL puro (A e B), de AL+1%EC (C e D) e de AL + 1%PV (E e F) após sinterização



Fonte: Autor

Figura 22 - Microestruturas das amostras de AL puro sinterizado em forno convencional (A e B)



Fonte: Autor

5.2.3 Densidade dos compósitos

Os resultados de densidade geométrica, aparente e a densidade relativa (densificação aparente) das amostras sinterizadas em micro-ondas são apresentados na Figura 23.

Os erros experimentais, calculados a partir da média dos valores das densidades aparentes de 3 amostras não excederam 2%.

Neste trabalho, também não foram feitas análises das densidades em função das frações volumétricas dos reforços adicionados, pois, as densidades das fases dos reforços, ou seja, a densidade do PV é fornecida na literatura com sendo aproximadamente 2,23 g/cm³ (SOUZA, 2013) e a das EC se encontra entre 0,99 g/cm³ e 0,83 g/cm³¹. São valores de densidade menores que a densidade teórica do alumínio, o que não compromete a avaliação das densidades finais dos compósitos.

Os resultados da densidade aparente e densidade geométrica são apresentados conjuntamente buscando avaliar o comportamento da densificação dos corpos em função das quantidades de reforços acrescentados à matriz de AL.

Para amostras contendo entre 2 e 10 % de EC, as densidades aparentes ficaram maiores que as densidades geométricas, que por sua vez, ficaram abaixo de 2,2 g/cm³, indicando que para estes compósitos, foi mais pronunciada a quantidade de porosidade aberta.

De fato, a literatura reporta que a adição de partículas cerâmicas ou materiais a base de carbono podem gerar prejuízos à densificação de compósitos de matriz de AL, sendo o efeito sobre a densificação dependente da quantidade e granulometria das partículas inseridas como reforço (SWEET *et al.*, 2019).

¹ Valor obtido experimentalmente por imersão das esferas em álcool etílico e água destilada. A verificação foi de que as esferas ficam sobrenadantes na superfície da água destilada e afundam completamente em álcool etílico.

Com o desenvolvimento do trabalho e as caracterizações mecânicas, de fato, observou-se que essas amostras se apresentavam com uma tendência a se fraturarem com facilidade, mostrando que inserções superiores a 2% de EC constituem um volume excessivo interferindo negativamente nas propriedades mecânicas do produto final.

Os maiores valores de densidade foram observados para as amostras de AL + 1% EC medidos com o método de Arquimedes (94% da densidade teórica), este comportamento pode ter sido influenciado pelo tamanho das esferas o formato esférico que auxilia na compactação. Para as amostras com reforço de PV também se observou um decréscimo nos resultados das densidades com o aumento da porcentagem de reforço. Os menores valores foram observados para a amostra AL+1 % PV e 2%PV, sendo 91 e 88% da densidade teórica, respectivamente. Possivelmente, este fato está relacionado à geometria irregular das partículas de PV e ainda às características próprias do vidro, inerte e química e fisicamente, considerando a temperatura de sinterização (AKHIL, 2018).

No tocante à natureza da fonte térmica usada na sinterização de micro-ondas, as respostas que os materiais têm, frente a essa radiação, podem ser decisivas no efeito de densificação final do corpo. As características de aquecimento por micro-ondas de materiais à base de metal são diferentes de materiais dielétricos, uma vez que nenhum campo elétrico interno é induzido em metais devido à alta condutividade (MISHRA; SHARMA, 2016). O que se observa é que para materiais metálicos totalmente consolidados como fundidos, a reflexão de micro-ondas é notória (ROY; AGRAWAL; CHENG, 1999).

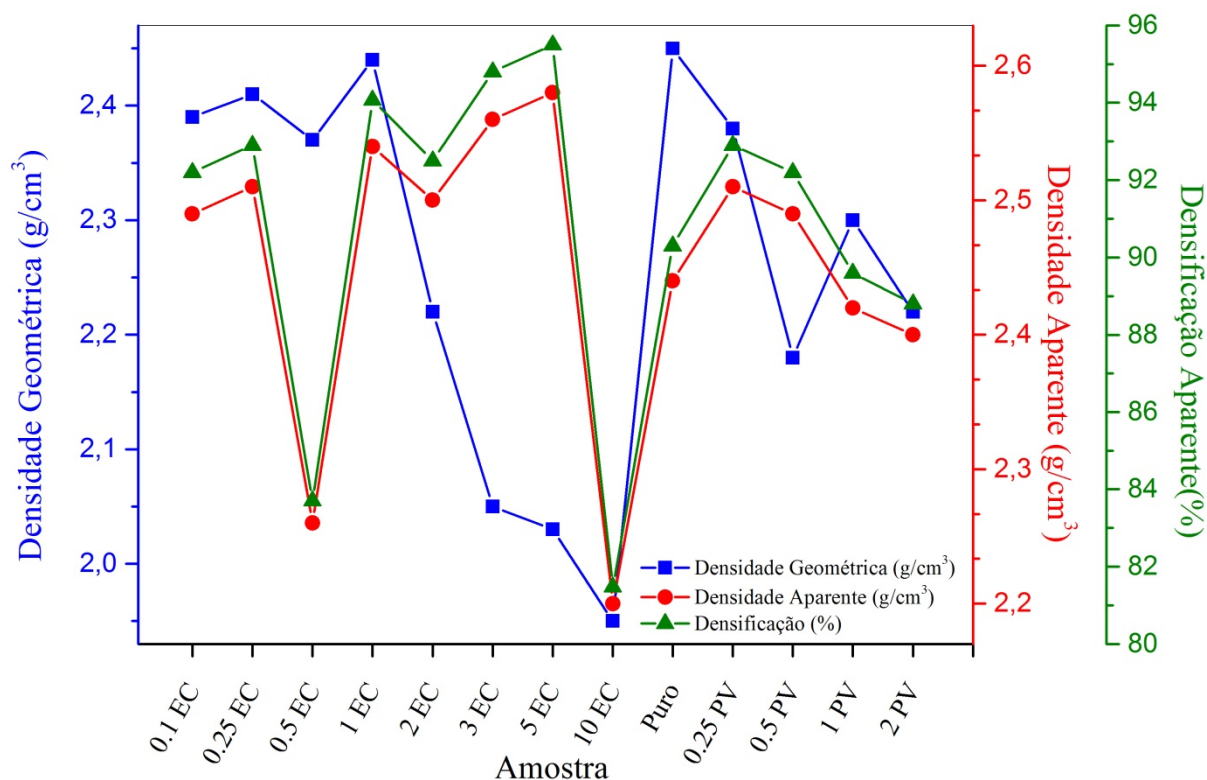
Assim, os materiais com maior condutividade elétrica têm profundidades de penetração das micro-ondas mais baixas. Pode se entender, então, que, a profundidade de penetração das micro-ondas é muito pequena para materiais à base de metal, pelo fato de serem bons condutores elétricos. No entanto, metais na forma de pó são multifásicos, podendo absorver micro-ondas e serem aquecidos de forma muito eficaz e rápida.

Neste caso, a condutividade desses materiais é significativamente alta; conseqüentemente, o campo se atenua rapidamente dentro do material que induz uma grande corrente elétrica. Assim, um induzido campo magnético é desenvolvido na direção oposta do campo magnético dentro do material. O campo magnético induzido gera uma força sobre os elétrons em movimento que os empurra na direção reversa com alta velocidade. Assim, uma energia cinética é transmitida aos elétrons e o movimento do elétron é restringido por forças de interação inercial, elástica, de atrito e molecular. O campo elétrico oscilante repete esse

fenômeno rápido e repetidamente gerando aquecimento volumétrico e uniforme dentro do material (MISHRA; SHARMA, 2016).

Toda essa consideração deve ser levada em conta uma vez que as EC são mais condutoras que as partículas de vidro (isolantes) e esse fato poderiam explicar a razão de uma discreta, mas superior densificação das amostras compósitas contendo EC.

Figura 23 - Densidades geométrica, aparente e Densificação para amostras de AL puro; AL-EC e AL- PV



Fonte: Autor

5.3 Propriedades Mecânicas

5.3.1 Microdureza

Os ensaios de microdureza foram feitos para as amostras de alumínio puro sinterizado em forno de micro-ondas e forno convencional, alumínio reforçado com esferas de carbono e pó de vidro. Com a adição das partículas de reforços, as amostras apresentaram um aumento significativo nos valores de microdureza comparado ao alumínio puro. A Figura 24 apresenta um gráfico da microdureza média dos compósitos com seus respectivos desvios.

Mesmo sendo considerada uma propriedade pontual e, sujeita a variações devido às heterogeneidades, comumente encontrada em materiais compostos fabricados por MP, está se mostrou bastante uniforme (pequenos desvios), indicando assim que o processo de mistura/moagem se mostrou eficiente, indicando uma boa homogeneidade.

Os resultados de microdureza foram bem expressivos, apresentando para o alumínio puro, sinterizado em forno de micro-ondas, valores médios de 65,5 HV e desvio padrão de 0,955. O composto de alumínio reforçado com esferas de carbono, a microdureza média de 93,52 HV e desvio padrão de 0,69 e o composto de alumínio com reforço de pó de vidro borossilicato a média de microdureza foi 99,29 HV e desvio padrão de 0,85.

Já a mostra de alumínio puro sinterizado em forno convencional apresentou valores de microdureza menores que o AL puro sinterizado em micro-ondas, a média foi 37,76 HV e desvio padrão de 2,66, isso pode ser explicado pelo maior tempo total de sinterização em forno convencional, (aquecimento, patamar e resfriamento), possivelmente ocasionou um refinamento na estrutura do alumínio pode ser observado (comparando as Figura 21 A e B com a Figura 22 A e B), e conseqüentemente dureza menor.

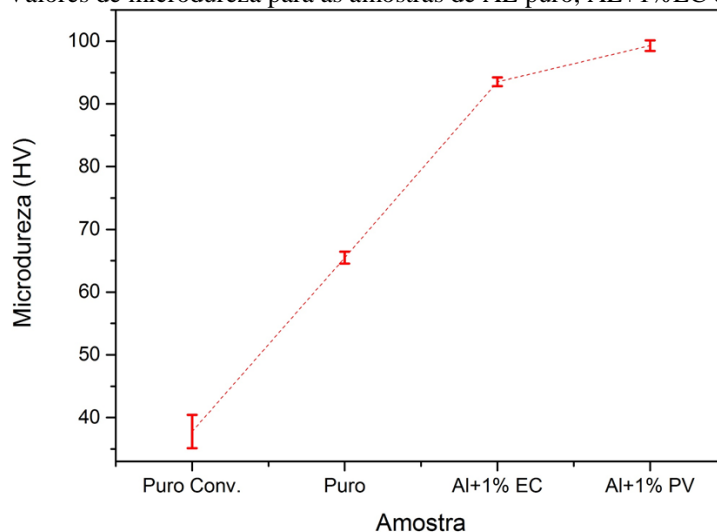
O aumento da microdureza no alumínio puro sinterizado em micro-ondas pode ser atribuído ao menor tempo de sinterização evitando assim o crescimento de grão (PADMAVATHIA, 2011).

Esse aumento da propriedade microdureza, para os compósitos pode ser relacionado ao refinamento de tamanho de grãos, com a distribuição e tamanho das fases de reforço, uma vez que é afetada localmente (medida pontual) (ZHANG, 2018). Além disso, a porosidade residual tem sido reportada como responsável por algum ancoramento de discordâncias, endurecendo o compósito (PADMAVATHIA, 2011).

Os reforços de esferas de carbono e de pó de vidro foram eficazes para o aumento da dureza do produto final, com apenas 1% em massa de adição houve um aumento expressivo do valor de microdureza do produto final, pois ocasionaram uma moagem do AL no processo de mistura, ocasionando uma diminuição dos tamanhos das partículas, e conseqüentemente diminuição do tamanho de grão após sinterização aumentando assim a microdureza do produto.

Os resultados obtidos foram semelhantes aos encontrados em trabalhos publicados recentemente, trazendo estudos de corpos de alumínio contendo adição de 1,5% em massa de AL, de nanotubos de carbono. No estudo, os pesquisadores apresentaram valores de microdureza de 102 HV como melhor resultado (ABDULLAHI, U.; MALEQUE, M. A.; NIRMAL, U, 2013).

Figura 24 - Valores de microdureza para as amostras de AL puro, AL+1%EC e AL+1%PV



Fonte: Autor

5.3.2 Flexão em três pontos

A Figura 25 apresenta os resultados de tensão à ruptura transversal TRS relacionado com densidade aparente, obtidos no ensaio de flexão em três pontos para as amostras compósitas. É possível observar que a adição dos reforços ao alumínio, produziu um aumento na resistência à flexão das amostras contendo 1% PV em relação às outras formulações testadas.

O AL sinterizado em forno convencional apresentou valor de TRS menor que o AL sinterizado em micro-ondas, isso pode ser justificado pela maior exposição a altas temperaturas prejudicando as propriedades mecânicas observadas.

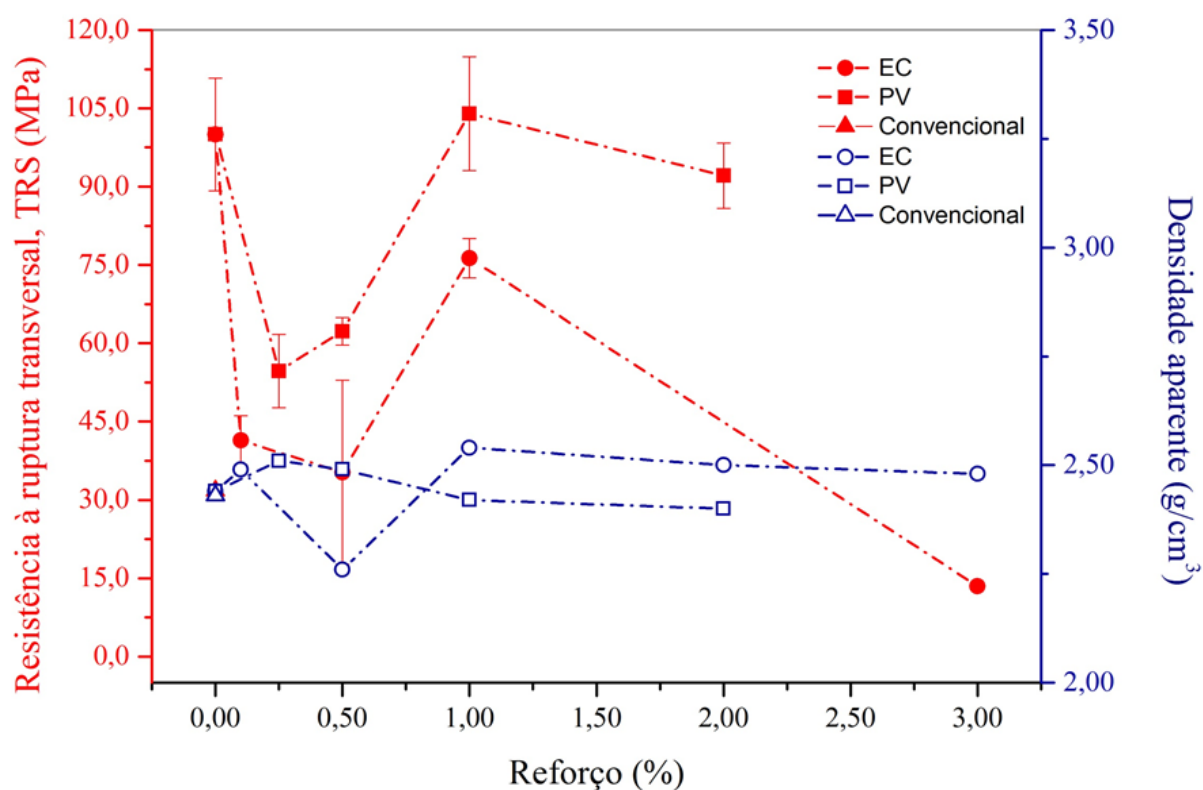
A amostra de AL+1% PV apresenta um aumento da resistência à flexão TRS em relação ao AL puro, este aumento da resistência à flexão TRS do material provocado pela adição de PV pode ser explicado pela presença do reforço particulado fino (PV) gerar distorções na rede cristalina, dificultando a movimentação das discordâncias provocando o enrijecimento do material. Para o compósito de AL+2% PV os resultados não foram maiores ao do alumínio puro, provavelmente foram prejudicados pela menor densidade dos compósitos, uma vez apresentaram densidades menores que o AL puro. As amostras tanto de 0,25 e 0,5 de reforço de PV apresentaram valores menores que as outras formulações, a quantidades menores que 1% de reforços de PV não causaram alterações significativas para o aumento da TRS.

As amostras de AL-EC demonstraram uma redução nos resultados de flexão TRS em relação ao AL puro para todas as formulações, as amostras de 0,1 e 0,5% de EC apresentam valores menores tanto para densidade aparente quanto TRS, porém para a amostra de 1% a

densidade aumenta devido a melhor compactação e sinterização ocasionando o aumento da TRS. As amostras de 1 e 2% EC apresentaram valores iguais de densidades, porém a amostra de 1% com valores de TRS bem maiores que a de 2%, isso pode ser explicado pelo excesso de reforço pode prejudicar a sinterização causando fragilização no contorno de grão devido carbono residual. Os valores encontrados para esta propriedade foram baixos para todas as amostras, quando comparados à resistência à flexão da liga AA6061 fabricada pelo processo de fusão que apresenta uma flexão de 200 MPa (DAS, 1997).

Este resultado pode ser justificado pela oxidação prévia do pó do alumínio utilizado. Esta oxidação é um filme de óxido de alumínio que se encontra nas superfícies das partículas e dificulta a difusão atômica durante a sinterização. Essa é uma das dificuldades para fabricação de compósitos de alumínio por processo de MP (DAS; DUTTA; RAY, 2010).

Figura 25 - Resistência à ruptura transversal TRS e densidade aparente



Fonte: Autor

5.3.3 Módulo de Elasticidade

A Figura 26 apresenta os resultados de módulo de elasticidade relacionados à densidade aparente para as diferentes amostras compósitas. O maior valor de módulo de elasticidade 4,5 GPa foi obtido para o AL puro, em comparação com os compósitos estudados e também em relação ao AL puro (3,0 GPa) sinterizado em forno convencional.

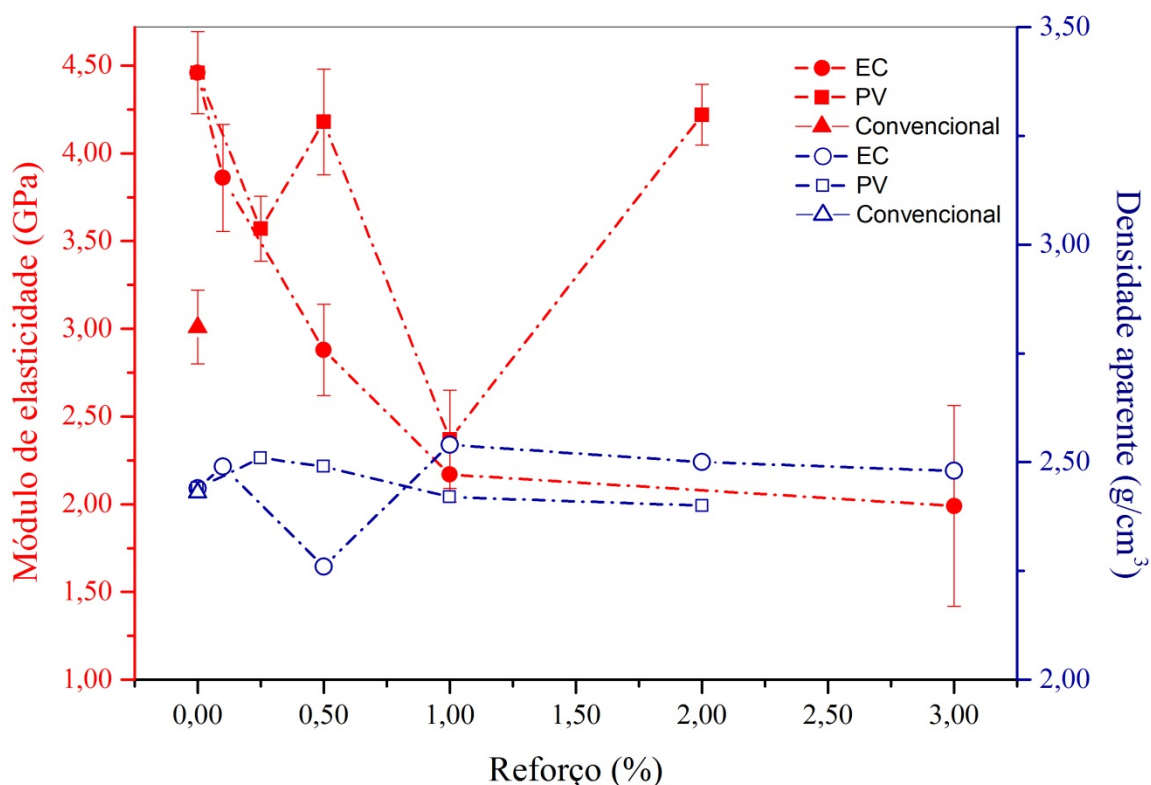
Desta forma, a adição dos reforços contribuiu para o decréscimo do módulo. Como explicado anteriormente, o material de reforço, EC ou PV, se localizaram, preferencialmente, nos contornos de grãos e, interferindo no processo de sinterização, causaram a fragilização das amostras compósitas, uma vez que, justamente por se localizarem nos contornos dificultam a difusão entre os grãos de alumínio. A não conectividade entre os grãos da matriz metálica impede a transferência homogênea da carga ao longo de todo o compósito e ao invés de gerarem aumento do módulo elástico, causaram a fragilização do corpo.

Efeito semelhante foi observado por Kuz'min, estudando as propriedades mecânicas de compósitos de alumínio reforçados com nanotubos (NTC) de carbono. Os autores observaram que o aumento da concentração de NTC prejudicou os resultados de módulo de elasticidade. Somente para amostras contendo baixíssimas concentrações do reforço, ou seja, 0,01 %NTC (em peso) foram verificados aumentos significativos do módulo de elasticidade, e neste caso, os autores obtiveram valores de 2,35GPa (KUZ'MIN; KUZ'MINA; KUZ'MINA, 2019). Segundo o estudo, a presença de quantidades acima de 0,01% NTC favorece a aglomeração deste material, impedindo a dispersão homogênea dos NTC na matriz de alumínio, formando pontos propícios para causarem falhas, que fragilizam o compósito.

Possivelmente a presença de Al_2O_3 encontradas nas amostras AL-EC após sinterização, também podem ter contribuído para os baixos valores do módulo de elasticidade, pois também poderiam causar fragilização dos compósitos.

Para as amostras contendo reforço de PV, os resultados foram próximos ao apresentado pela amostra de AL puro, e mostra uma tendência contrária quanto maior a quantidade de reforço, maior foi o resultado do módulo, este resultado é percebido nas amostras contendo 0,25, 0,5 e 2% de PV.

Figura 26 - Módulo de Elasticidade e densidade aparente



Fonte: Autor

6 CONCLUSÕES

O estudo sobre a mistura dos pós de AL aos pós de reforço, EC e PV revelou que a mistura mais homogênea foi obtida utilizando o método de mistura a seco em moinho de bolas convencional. As misturas realizadas em meio aquoso não foram eficientes, pois durante a secagem em estufa os materiais se separavam devido à diferença entre as densidades, dos compósitos, gerando uma mistura não homogênea.

A sinterização das amostras compósitas em forno de micro-ondas teve o papel fundamental nos resultados, pois deve-se a esta metodologia de sinterização o fato dos grãos de alumínio puro (sem adição de reforço) terem ficado com tamanhos ligeiramente menores (33,6 μm) comparativamente ao AL puro sinterizado convencionalmente (40,0 μm).

A presença do material de reforço, EC ou PV nas amostras de AL, sinterizadas em micro-ondas, foi verificada especialmente nos contornos de grãos de AL. Esse efeito foi significativamente prejudicial para a densificação das amostras contendo proporções de reforço acima de 3% de EC e superiores a 2% de PV, uma vez que, nestas quantidades, as EC ou PV

localizados nos contornos, deixaram os compósitos quebradiços, dificultando o corte e a preparação metalográfica das amostras. Por essa razão, as amostras contendo quantidades superiores a 2% de reforços não foram caracterizadas.

Amostras de AL+1%EC e AL+1%PV apresentaram tamanhos de grãos de 28,3 μ m e 28,0 μ m, respectivamente. Independentemente do tipo de reforço usado, o processo de difusão entre as partículas de alumínio durante a sinterização foi desfavorecido, impedindo o crescimento de grãos de AL dos compósitos. Uma vez que, não houve crescimento de grãos durante a sinterização, e associado ao fato dos reforços ocuparem, predominantemente, os contornos de grãos, foram registrados valores de microdureza elevados para as amostras contendo 1% de reforço, EC ou PV.

As densidades das amostras sinterizadas em micro-ondas não interferiram de maneira expressiva na microdureza, uma vez que, as amostras AL + 1% PV apresentaram menor valor de densificação (85% da densidade teórica) e os maiores valores de dureza, enquanto que as amostras AL + 1% EC apresentaram os melhores valores de densificação (94%) e valores de dureza próximos do AL + 1% PV.

Comparativamente à amostra sinterizada em micro-ondas de AL puro, a adição de quantidades de reforço, inferiores a 0,5%, tanto de EC quanto de PV, causaram um decréscimo das propriedades mecânicas avaliadas, gerando diminuição dos resultados de TRS e módulo de elasticidade. As adições de 1% de EC ou PV resultaram em amostras cujos resultados de caracterização das propriedades mecânicas se aproximaram daqueles obtidos para as amostras de AL puro, sinterizadas em micro-ondas. Os resultados de TRS para as amostras de AL puro, AL-1%EC e AL+1% PV se mantiveram em torno de 103,4Mpa, 82,3Mpa e 105,0Mpa, respectivamente.

As amostras de AL puro, sinterizadas em micro-ondas demonstraram os melhores resultados de módulo de elasticidade. Dentre as amostras com reforço de EC o maior valor encontrado foi para amostra de 0,1% EC 3,86GPa, apresentaram um decréscimo dos valores do módulo com o aumento do reforço, evidenciando assim que as esferas de carbono não contribuíram de forma positiva para o aumento do módulo de elasticidade. Para amostras com reforço de PV, os melhores resultados foram obtidos para as de 0,5 e 2,0%.

As propriedades de resistência à flexão transversal TRS e módulo de elasticidade foram afetadas pela presença de porosidade residual e, fragilização a partir dos contornos de grão devido à concentração dos materiais de reforço.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A sinterização via micro-ondas de pós de alumínio mostrou ser eficiente para aumentar as propriedades mecânicas do material, comparativamente à sinterização em forno convencional. Porém, a adição de outros materiais de reforços, que sejam melhores absorvedores de micro-ondas podem ser objeto de estudo visando à melhoria das propriedades mecânicas de compósitos de matriz de alumínio.

Obter amostras de compósitos de Al contendo os reforços PV e EC pelo método de Spark Plasma (parceria DF-UFSCar) e realizar suas caracterizações mecânicas.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABUCHENARI, A.; NAZARIYAN KHOZANI, B. Effects of Mg and MgO Nanoparticles on Microstructural and Mechanical Properties of Aluminum Matrix Composite Prepared via Mechanical Alloying, **Journal of Composites and Compounds**, v. 3, n. 7, p. 91-98, 2021.

ACHARYULU, N. P. S.; SRINIVASU, C.; BABAVALI, S. K. F. Synthesis of carbon nano spherical structures and nano composite oxide [tio₂/sno₂ (2:1)] hollow spheres by hydrothermal method and study of characterization with photo catalytic activity. **Materials Today: Proceedings**, v. 27, p. 1282–1288, 2020.

AGRAWAL, D. Microwave sintering of ceramics, composites and metallic materials, and melting of glasses. **Transactions of the Indian Ceramic Society**, v. 65, n. 3, p. 129–144, 2006.

AKERMAN, M. et al. Reciclagem de vidro como alternativa para concreto Glass recycling as an alternative to concrete El reciclado de vidrio como una alternativa al concreto Maximiliano dos Anjos Azambuja. **Revista Concreto & Construções**, v. 51, n. 53, p. 397–408, 2009.

ABDULLAHI, U.; MALEQUE, M. A.; NIRMAL, U. Wear mechanisms map of CNT-Al nano-composite. *Procedia Engineering*, v. 68, p. 736-742, 2013.

AKHIL, R. Wear Behavior of LM6 – Borosilicate Glass Reinforced Metal Matrix Composite. **International Journal of Research in Engineering, Science and Management**, v. 1, n. 11, p. 572–578, 2018.

ALBARO, J. L. A. A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial, Parte V: Descrição da Etapa de Prensagem. **Cerâmica Internacional**, v. 6, n. 3, p. 26–32, 2001.

ALCOA. Investment. **Annual Report**, 2015. Disponível em: <https://www.arconic.com/global/en/investment/pdfs/2015_Annual_Report.pdf>. Acesso em: 19 maio. 2022.

ALVES, C. G. DE S. M. Análise comparativa dos impactos ambientais e dos aspectos tecnológicos da produção de alumínio primário em Minas Gerais. **Universidade Federal de Ouro Preto**, 2011.

ANGERS, R. et al. Characterization of SiCp/2024 aluminum alloy composites prepared by mechanical processing in a low energy ball mill. **Materials Science and Engineering A**, v. 262, n. 1–2, p. 9–15, 1999.

ARUNKUMAR, S. et al. A review on aluminium matrix composite with various reinforcement particles and their behaviour. **Materials Today: Proceedings**, v. 33, p. 484–490, 2020.

ARYANPOUR, G.; FARZANEH, M. Application of a piston equation to describe die compaction of powders. **Powder Technology**, v. 277, p. 120–125, 2015.

ASHWATH, P.; XAVIOR, M. A. Effect of ceramic reinforcements on microwave sintered metal matrix composites. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 33, n. 1, p. 7–12, 2018.

ASKARNIA, R. et al. Fabrication of high strength aluminum-graphene oxide (GO) composites using microwave sintering. **Advanced Composite Materials**, v. 30, n. 3, p. 271–285, 2021.

ASM. Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys. In: **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. v. 2p. 1143–1144, 1990.

ASM. History of Powder Metallurgy. In: **Powder Metal Technologies and Applications**. v. 7, 1998.

ASTM B528 – 16. Standard Test Method for Transverse Rupture Strength of Cemented Carbides. **ASTM IB528 – 16**, v. 96, p. 1-3, 2020.

ASTM B962-13. Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle. **ASTM B962-13**, v. i, p. 1–7, 2013.

ASTM C20 – 00. Standard Test Methods for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity, and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shapes by Boiling Water. **ASTM**, v. i, p. 1–3, 2015.

ASTM E438-92. Standard Specification for Glasses in Laboratory Apparatus. **ASTM E438-92(2018)**, v. 15, n. Reapproved, p. 2–3, 2001.

AYVAZ, M. Microstructure and Dry Sliding Wear Behaviors of Microwave-Sintered Al-4.4Cu-0.7 Mg-0.6Si-B4C/nGr Hybrid Composites. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 74, n. 6, p. 1397–1408, 2021.

BHATTA, G. et al. Microstructure and mechanical properties of solid state recycled 4Cr5MoSiV (H11) steel prepared by powder metallurgy. **Results in Materials**, v. 10, n. March, p. 100184-100192, 2021.

BRITO, F. I. G. DE; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um Estudo Teórico Sobre a Sinterização Na Metalurgia Do Pó. **Holos**, v. 3, p. 204-211, 2008.

CALKA, A.; RADLINSKI, A. P. Universal high performance ball-milling device and its

application for mechanical alloying. **Materials Science and Engineering A**, v. 134, n. C, p. 1350–1353, 1991.

CALLISTER Jr, W. D.. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução LTC** (Ed.) 5. ed. Rio de Janeiro, 2002.

CARNEY, C. S.; GUMP, C. J.; WEIMER, A. W. Rapid nickel oxalate thermal decomposition for producing fine porous nickel metal powders. Part 3: Mechanism. **Materials Science and Engineering A**, v. 431, n. 1–2, p. 26–40, 2006.

CHERIAN, R. P. et al. Knowledge based and adaptive computational techniques for concurrent design of powder metallurgy parts. **Advances in Engineering Software**, v. 32, n. 6, p. 455–465, 2001.

CHIAVERINI, V. Tecnologia Mecânica Materiais De Construção Mecânica, **McGraw-Hill**, v. 2, p. 250-258, 1986.

CHIAVERINI, V. **Metalurgia do Pó: Técnicas e produtos**. In: 3. ed. São Paulo, p. 1-358, 1992.

D. TORIKAI, B. BARAZANI, E. ONO, M. F. M. SANTOS, C. K. S. Relação Entre Variáveis De Processo E As Curvas De Compactação E Microestruturas Obtidas. **Anais do 55º Congresso Brasileiro de Cerâmica 29 de maio a 01 de junho de 2011, Porto de Galinhas, PE, Brasil**, v. d, p. 1695–1707, 2011.

DAS, D.; DUTTA, A. K.; RAY, K. K. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 9, p. 2182–2193, 2010.

DESHMUKH, A. A.; MHLANGA, S. D.; COVILLE, N. J. Carbon spheres. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 70, n. 1–2, p. 1–28, 2010.

ALUMINUM 6061 ALLOY POWDER. **American Elements**. Disponível em: <<https://www.americanelements.com/aluminum-6061-alloy>>. Acesso em: 20 junho. 2022.

EKPY, A.; SARITAP, S. Effects of powder hardness and particle size on the densification of cold isostatically pressed powders. **Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences**, v. 26, n. 5, p. 377–384, 2002.

FEIJOO, I. et al. Mwcnt-reinforced aa7075 composites: Effect of reinforcement percentage on mechanical properties. **Metals**, v. 11, n. 6, p. 969-988, 2021.

FENG, Y. C. et al. Fabrication and characteristic of Al-based hybrid composite reinforced with tungsten oxide particle and aluminum borate whisker by squeeze casting. **Materials and Design**, v. 29, n. 10, p. 2023–2026, 2008.

FOGAGNOLO, J. B. et al. Aluminium matrix composites reinforced with Si₃N₄, AlN and ZrB₂, produced by conventional powder metallurgy and mechanical alloying. **KONA Powder and Particle Journal**, v. 22, n. March, p. 143–150, 2004.

GELFUSO, M. V. et al. Vibrational analysis of coconut fiber-PP composites. **Materials Research**, v. 17, n. 2, p. 367–372, 2014.

GHASALI, E. et al. Investigation on microstructural and mechanical properties of B₄C-aluminum matrix composites prepared by microwave sintering. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 4, n. 4, p. 411–415, 2015.

GHASALI, E. et al. Microwave sintering of aluminum-ZrB₂ composite: Focusing on microstructure and mechanical properties. **Materials Research**, v. 19, n. 4, p. 765–769, 2016.

GILMAN, P. S.; BENJAMIN, J. S. Mechanical alloying. **Journal of Japan Institute of Light Metals**, v. 13, n. 11, p. 279–300, 1983.

GROOVER, M. P. **Fundamentos da Moderna Manufatura**. 5. ed. LTC, 2017. v. 1

GRUPO SETORIAL DE METALURGIA DO PÓ. Grupo Setorial de Metalurgia do Pó. In: **A Metalurgia do Pó**. 1. ed. METALLUM EVENTOS TÉCNICOS E CIENTÍFICOS, 2009.

GUIRONG, L. et al. Microstructural characteristics and mechanical behavior of microwave-assisted sintered ferromagnetic FeCoNi_{1.5}CrCu HEAp/Al matrix composites. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 861, p. 158439-158452, 2021.

GÜRBÜZ, M.; CAN ŞENEL, M.; KOÇ, E. The effect of sintering time, temperature, and graphene addition on the hardness and microstructure of aluminum composites. **Journal of Composite Materials**, v. 52, n. 4, p. 553–563, 2018.

HONG, W. et al. Boosting the electrocatalysis of nitrate to nitrogen with iron nanoparticles embedded in carbon microspheres. **Chemical Communications**, v. 56, n. 93, p. 14685–14688, 2020.

HWANG, S.-H. et al. Smart Materials and Structures Based on Carbon Nanotube Composites. **Carbon Nanotubes - Synthesis, Characterization, Applications**, n, p. 371-396, 2011.

JIANG, Q. et al. Antibacterial composite paper with corn stalk-based carbon spheres

immobilized AgNPs. **Materials Science Engineering: C**, v. 113, n. August, p. 111012-111022, 2020.

KHANNA, V.; KUMAR, V.; BANSAL, S. A. Mechanical properties of aluminium-graphene/carbon nanotubes (CNTs) metal matrix composites: Advancement, opportunities and perspective. **Materials Research Bulletin**, v. 138, n. June, p. 111224-111243, 2021.

KIM, S.; SEO, B.; SON, S. H. Dissolution behavior of cobalt from WC-Co hard metal scraps by oxidation and wet milling process. **Hydrometallurgy**, v. 143, p. 28–33, 2014.

KIMINAMI, C. S.; CASTRO, W. B. DE; OLIVEIRA, MARCELO F. DE. **Introdução aos Processos de Fabricação de Produtos Metálicos**. 2. Ed. São Paulo, Blucher, 236 p., 2018.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. **Introduction to Ceramics**. 2. ed. Wiley-Interscience, 1032 p. 1976.

KOCH, C. C. Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying - A review. **Materials Science and Engineering A**, v. 244, n. 1, p. 39–48, 1998.

KOLAH, S.; JAHANI, M.; SEIFPANAHI, K. Investigation of the effect of industrial ball mill liner type on their comminution mechanism using, DEM. **International Journal of Mining and Geo-Engineering**, v. 55, n. 2, p. 97-107, 2020.

KUMAR BHOI, N. et al. Zinc oxide nanorods effect in micro structural and mechanical characteristics of aluminum composite material. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**, v. 278, n. January, p. 115641-115653, 2022.

KUZ'MIN, M. P.; KUZ'MINA, M. Y.; KUZ'MINA, A. S. Production and properties of aluminum-based composites modified with carbon nanotubes. **Materials Today: Proceedings**, v. 19, p. 1826–1830, 2019.

LAGUTKIN, S. et al. Atomization process for metal powder. **Materials Science and Engineering A**, v. 383, n. 1 SPEC. ISS. p. 1–6, 2004.

LARSSON, M.; KNUTSSON, P. Warm die compaction of high density PM components. **Proceedings Euro PM 2017: International Powder Metallurgy Congress and Exhibition**, p. 1–6, 2017.

LEE, H. K. et al. Glass-ceramics and composites containing aluminum borate whiskers. **Ceramics International**, v. 36, n. 5, p. 1589–1596, 2010.

LI, J. et al. Microstructure and thermal conductivity of Cu/diamond composites with Ti-coated

diamond particles produced by gas pressure infiltration. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 647, p. 941–946, 2015.

LIMA, H. R. M. et al. Efeito de Diferentes Tratamentos Térmicos Na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Ligas Al-Si Fundidas por Gravidade. **Brazilian Journal of Development**, v. 6, n. 4, p. 18681–18696, 2020.

LIU, C. et al. New method for preparing micron porous aluminium via powder metallurgy. **Materials Science and Technology**, v. 34, p. 1295–1302, 2018.

LIU, S.; LI, Q.; SONG, J. Study on the grinding kinetics of copper tailing powder. **Powder Technology**, v. 330, p. 105–113, 2018.

LUZ, A. B. DA; FRANÇA, S. C. A.; BRAGA, P. F. A. **Tratamento de Minérios**. 5.ed. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, p. 932, 2010.

LV, X. et al. Lubricating behavior of Submicrometer carbon spheres as lubricant additives. **Particulate Science and Technology**, v. 38, n. 5, p. 568–572, 2020.

MADAVALI, B. et al. Effects of atmosphere and milling time on the coarsening of copper powders during mechanical milling. **Powder Technology**, v. 256, p. 251–256, 2014.

MI, Y. et al. Synthesis of carbon micro-spheres by a glucose hydrothermal method. **Materials Letters**, v. 62, n. 8–9, p. 1194–1196, 2008.

MISHRA, R. R.; SHARMA, A. K. Microwave-material interaction phenomena: Heating mechanisms, challenges and opportunities in material processing. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 81, p. 78–97, 2016.

OGHBAEI, Morteza; MIRZAEI, Omid. Microwave versus conventional sintering: A review of fundamentals, advantages and applications. **Journal of alloys and compounds**, v. 494, n. 1-2, p. 175-189, 2010.

NAKHATE, A. V.; YADAV, G. D. Cu₂O nanoparticles supported hydrothermal carbon microspheres as catalyst for propargylamine synthesis. **Molecular Catalysis**, v. 451, n. July 2017, p. 209–219, 2018.

NIKOLIĆ, N. D.; MAKSIMOVIĆ, V. M.; AVRAMOVIĆ, L. Correlation of morphology and crystal structure of metal powders produced by electrolysis processes. **Metals**, v. 11, n. 6, p. 859-881, 2021.

OGHBAEI, M.; MIRZAEI, O. Microwave versus conventional sintering: A review of

fundamentals, advantages and applications. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 494, n. 1–2, p. 175–189, 2010.

OLIVEIRA, I. et al. **dispersão e empacotamento de partículas: princípios e aplicações em processamento cerâmico**. Fazenda Arte Editorial, 2000.

PADMAVATHI, C.; UPADHYAYA, A.; AGRAWAL, D. Effect of microwave and conventional heating on sintering behavior and properties of Al–Mg–Si–Cu alloy. **Materials chemistry and physics**, v. 130, n. 1-2, p. 449-457, 2011.

PRASAD, D. S.; KRISHNA, A. R. Production and Mechanical Properties of A356 . 2 / RHA Composites. **International Journal of Advanced Science and Technology**, v. 33, p. 51–58, 2011.

RAGHAVENDRA PAI, K. et al. Study of tribological properties on aluminium based hybrid composite developed through microwave energy. **Materials Today: Proceedings**, v. 44, p. 4245–4250, 2020.

REDDY, B. R.; SRINIVAS, C. Fabrication and Characterization of Silicon Carbide and Fly Ash Reinforced Aluminium Metal Matrix Hybrid Composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 2, p. 8374–8381, 2018.

REDDY, M. P. et al. Microstructure and Mechanical Behavior of Microwave Sintered Cu₅₀Ti₅₀ Amorphous Alloy Reinforced Al Metal Matrix Composites. **Jom**, v. 70, n. 6, p. 817–822, 2018.

ROSENKRANZ, S.; BREITUNG-FAES, S.; KWADE, A. Experimental investigations and modelling of the ball motion in planetary ball mills. **Powder Technology**, v. 212, n. 1, p. 224–230, 2011.

ROY, R.; AGRAWAL, D.; CHENG, J. Full sintering of powdered-metal bodies. **Nature**, v. 399, n.6737, p. 668-670, 1999.

RUNGE, J. M. The Metallurgy of Anodizing Aluminum - A Brief History of Aluminum and Its Alloys. In: **The Metallurgy of Anodizing Aluminum**. Springer Int, p. 1–63, 2018.

SAIF WAKEEL AND ATEEB AHMAD KHAN. A Review on the Mechanical Properties of Aluminium Based Metal Matrix Composites (MMCs). **International Journal of Engineering Science Invention**, v. 6, n. 12, p. 12- 15, 2017.

SAMAL, P. et al. Recent progress in aluminum metal matrix composites: A review on

processing, mechanical and wear properties. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 59, n. September, p. 131–152, 2020.

SIGMA-ALDRICH. **Ficha de dados de segurança**. Disponível em: <<https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/sds/aldrich/gf04572750>>. Acesso em: 19 maio. 2022.

SINGH, S. et al. Microwave processing of materials and applications in manufacturing industries: A Review. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 30, n. 1, p. 1–29, 2015.

SIVARANJANEE, R.; KUMAR, P. S. A review on cleaner approach for effective separation of toxic pollutants from wastewater using carbon Sphere's as adsorbent: Preparation, activation and applications. **Journal of Cleaner Production**, v. 291, p. 125911-125927, 2021.

SLAMA, C.; ABDELLAOUI, M. Microstructure characterization of nanocrystalline (Ti_{0.9}W_{0.1})C prepared by mechanical alloying. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 54, n. 2016, p. 270–278, 2016.

SÕMIYA, S.; ROY, R. Hydrothermal synthesis of fine oxide powders. **Bulletin of Materials Science**, v. 23, n. 6, p. 453–460, 2000.

SOUZA, L. C. DE. **Estudos das propriedades ópticas e estruturais dos vidros borossilicatos dopados com érbio e prata** Juiz de Fora Universidade Federal de Juiz de Fora, 2013.

STALIN, B. et al. Synthesis and characterization of brass-AlN composites synthesized by ball milling. **Materials Today: Proceedings**, v. 22, p. 2573–2581, 2019.

SULISTYA, E. et al. Hydrothermal synthesis of carbon microspheres from sucrose with citric acid as a catalyst: physicochemical and structural properties. **Journal of Taibah University for Science**, v. 14, n. 1, p. 1042–1050, 2020.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, v. 46, n. 1–2, p. 1–184, 2001.

SWEET, G. A. et al. Powder metallurgical processing of a 2xxx series aluminum powder metallurgy metal alloy reinforced with AlN particulate additions. **Materials Science and Engineering A**, v. 755, n. April, p. 10–17, 2019.

TIAN, H.; LIANG, J.; LIU, J. Nanoengineering Carbon Spheres as Nanoreactors for Sustainable Energy Applications. **Advanced Materials**, v. 31, n. 50, p. 1–30, 2019.

VENKATESAN, N. et al. Liquid filled nanoparticles as a drug delivery tool for protein therapeutics. **Biomaterials**, v. 26, n. 34, p. 7154–7163, 2005.

XIONG, B. et al. Microstructure and mechanical properties of graphene nanoplatelets reinforced Al matrix composites fabricated by spark plasma sintering. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 837, p. 155495, 2020.

XU, Z. et al. Synthesis of Fe/N Co-doped Porous Carbon Spheres Derived from Corncob for Supercapacitors with High Performances. **Energy and Fuels**, v. 35, n. 17, p. 14157–14168, 2021.

YE, W. et al. Nitrogen-doped bagasse carbon spheres/graphene composite for high-performance supercapacitors. **Biomass and Bioenergy**, v. 145, n. December 2020, p. 105949-105960, 2021.

YOLSHINA, L. A. et al. Novel aluminum-graphene and aluminum-graphite metallic composite materials: Synthesis and properties. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 663, p. 449–459, 2016.

ZANOTTO, E. D.; MAURO, J. C. The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 471, n. April, p. 490–495, 2017.

ZHANG, J. et al. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 35, n. 2, p. 270–284, 2019a.

ZHANG, L. et al. Aluminum/graphene composites with enhanced heat-dissipation properties by in-situ reduction of graphene oxide on aluminum particles. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 748, p. 854–860, 2018.

ZHANG, X. et al. Regulation of interface between carbon nanotubes-aluminum and its strengthening effect in CNTs reinforced aluminum matrix nanocomposites. **Carbon**, v. 155, p. 686–696, 2019b.