

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

SUSIANE APARECIDO MACHADO

**UTILIZAÇÃO DO PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS PARA ANÁLISE DA
INFLUÊNCIA DO FERRO NO PROCESSAMENTO DE CAVACOS DA LIGA 7075
VIA MOAGEM DE ALTA ENERGIA E METALURGIA DO PÓ**

ITAJUBÁ

2023

SUSIANE APARECIDO MACHADO

**UTILIZAÇÃO DO PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS PARA ANÁLISE DA
INFLUÊNCIA DO FERRO NO PROCESSAMENTO DE CAVACOS DA LIGA 7075
VIA MOAGEM DE ALTA ENERGIA E METALURGIA DO PÓ**

Dissertação de Mestrado apresentada como requisito para obtenção de título de mestre em Engenharia Mecânica pela Universidade Federal de Itajubá.

Orientador: Prof. Dr. Antonio Augusto Araújo Pinto da Silva

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo

ITAJUBÁ

2023

AGRADECIMENTO

Agradeço primeiramente aos meus pais que sempre me apoiaram e estiveram ao meu lado nas minhas jornadas, sempre me deixando livre para voar. Aos meus irmãos por serem exemplos a serem seguidos de determinação e esforço. Ao meu marido que conheci na Universidade e sempre compartilhamos momentos de alegrias e batalhas juntos. Ao meu orientador por ter aceitado o desafio de me orientar e auxiliar nas etapas do projeto. A minha coorientadora por me auxiliar sempre que precisava. Aos meus colegas de laboratório que me auxiliaram e fizeram companhia, principalmente a Tatiane e a Agata que se tornaram minhas amigas e indispensáveis durante o mestrado. Aos técnicos que sempre me auxiliaram nos ensaios e aos professores pelas aulas e conhecimento. A UNIFEI pela oportunidade de realizar meu mestrado e a FAPEMIG pelo auxílio com a bolsa pesquisa.

RESUMO

As ligas de alumínio são amplamente empregadas nas indústrias aeronáuticas, automobilísticas, construção civil e bens de consumo, principalmente devido a sua baixa densidade e alta resistência a corrosão. As pesquisas visando a reciclagem e reutilização vêm aumentando ao longo dos anos, inclusive se encontram dentro dos objetivos 9 e 12 da ODS. Porém uma das grandes dificuldades encontradas durante a reciclagem é a impureza do elemento ferro, que quando presente forma fases ricas neste elemento, sendo estas grosseiras e deletérias, que prejudicam as propriedades mecânicas. Portanto, este trabalho visa analisar o efeito de diferentes teores de ferro na densidade e na microdureza da liga 7075 produzida pelo processo de moagem de alta energia/metalurgia do pó a partir de cavacos. Para isto, cavacos da liga 7075-T6 foram moídos por 40 horas a 400 rpm, depois peneirados e misturados em moinho por 2 horas a 250 rpm com 2, 4 e 6% em peso de ferro. Para compactação foram utilizados os valores de 400 MPa e 700 MPa em prensa uniaxial e 250 MPa em prensa isostática, já o tempo de sinterização utilizado foram de 60 e 120 minutos para as temperaturas de 500°C e 600°C. Os resultados de densidade e microdureza foram medidos e analisados usando o planejamento de experimento (DOE) no *software* Minitab®, por meio dele foi possível verificar os parâmetros ótimos para cada condição de adição de ferro e criar fórmulas matemáticas para a densidade e microdureza, bem como avaliar o efeito de cada parâmetro nas respostas. A melhor amostra foi produzida com adição de 4% de ferro, pressão de 700 MPa na prensa uniaxial e 250 MPa na prensa isostática, a temperatura e tempo de sinterização utilizadas foram de 600 °C e 60 minutos respectivamente, sendo nesta condição obtido uma microdureza média de 107,5 HV e densidade de 2,58 g/cm³.

Palavras chave: Liga 7075; Metalurgia do pó; Reciclagem; Adição de ferro; DOE; ODS.

ABSTRACT

Aluminum alloys are widely used in the aeronautical, automobile, construction and consumer goods industries, mainly due to their low density and high resistance to corrosion. Research aimed at recycling and reuse has increased over the years, and is within SDG objectives 9 and 12. However, one of the greatest difficulties encountered during recycling is the impurity of the iron element, which when present forms phases rich in this element, which are coarse and harmful, which impair the mechanical properties. Therefore, this work aims to analyze the effect of different iron contents on the density and microhardness of alloy 7075 produced by the high-energy grinding/powder metallurgy process from chips. For this, 7075-T6 alloy chips were ground for 40 hours at 400 rpm, then sieved and mixed in a mill for 2 hours at 250 rpm with 2, 4 and 6% by weight of iron. For compaction, values of 400 MPa and 700 MPa were used in a uniaxial press and 250 MPa in an isostatic press, while the sintering time used was 60 and 120 minutes for temperatures of 500°C and 600°C. The density and microhardness results were measured and analyzed using the planning of experiment (DOE) in the Minitab® software, through which it was possible to verify the optimal parameters for each iron addition condition and create mathematical formulas for the density and microhardness, as well how to evaluate the effect of each parameter on the responses. The best sample was produced with the addition of 4% iron, pressure of 700 MPa in the uniaxial press and 250 MPa in the isostatic press, the temperature and sintering time used were 600°C and 60 minutes respectively, with this condition obtaining an average microhardness. of 107.5 HV and density of 2.58 g/cm³.

Keywords: Alloy 7075; Powder metallurgy; Recycling; Addition of iron; DOE; ODS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Diagrama de fase binário do sistema alumínio e ferro: (a) Detalhe com até 0,5 %p. de Fe (b) completo.....	19
Figura 2: Micrografia (MEV/ERE) da microestrutura com as fases (a) Al_6Fe (b) $Al_{13}Fe_4$	20
Figura 3: Micrografia (MO) mostrando os efeitos da adição do Fe na microestrutura de ligas da série 319 (a) $Al-6,5\%Si-3,5\%Cu$ e (b) $Al-6,5\%Si-3,5\%Cu + 0,8\%Fe$	21
Figura 4: Tomografia de raios X mostrando a morfologia em 3D da fase $\beta-Al_5FeSi$ formada em um eutético com (Al) em uma liga $Al-8\%Si-4\%Cu-0,8\%Fe$ (%p.).....	21
Figura 5: Micrografia (MEV/ERE) indicando a microestrutura de uma liga A356-T6 (a) 0,06 %p. Fe (b) 0,57 %p. As legendas A e B indicam respectivamente os intermetálicos ricos em Fe e os ricos em Si.....	22
Figura 6: Microestrutura (MO) de liga de alumínio 356 contendo 0,98 %p. de ferro produzida por fundição em cadinho de aço.....	23
Figura 7: Micrografia (MEV/ERE) mostrando fase Al_7Cu_2Fe (região clara) alinhadas em uma matriz da liga 7075-T651.....	24
Figura 8: Efeito dos teores de ferro e silício na resistência ao impacto de lingotes de alumínio 7075 testados a 20 °C.....	25
Figura 9: Difratoograma da liga (a) 7075-T651 conforme recebida e (b) 7075 fundida em molde de areia.....	26
Figura 10: (a) Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075-T6 no estado bruto de fusão e (b) em detalhes na região eutética.....	27
Figura 11: Micrografia (MET) da liga 7075-T6 no estado (a) bruto de fusão e (b) após tratamento T7.....	27
Figura 12: Micrografia (MEV/ERE) de barras 7075 recicladas após (a) extrusão (b) Tratamento T6 (c) tratamento T73.....	28
Figura 13: Microestrutura (MO) da liga 7075 (a) puro e com adição de 0,5% em peso de Y_2O_3 com tempo de moagem (b) 1h (c) 1,5h e (d) 2h.....	30
Figura 14: Difratoograma da liga 7075 reforçada com 1,5 % em peso de grafite moído por 5 e 10 horas.....	31
Figura 15: Diagrama indicando os parâmetros empregados (pressão, temperatura e tempo) para processamento da liga de alumínio 7075 utilizando MAE, em trabalhos encontrados na literatura nos últimos três anos.....	33

Figura 16: Fluxograma indicando as etapas do trabalho da metodologia utilizada no presente trabalho.....	36
Figura 17: Fotografia dos cavacos de usinagem da liga 7075-T6 após limpeza em ultrassom	38
Figura 18: Distribuição granulométrica do pó de ferro utilizado no presente trabalho.....	38
Figura 19: Fotografia de uma amostra e suas réplicas após compactação em prensa uniaxial.	43
Figura 20: Desenho esquemático do sistema de vácuo utilizado na etapa de sinterização das amostras.....	44
Figura 21: Balança equipada com os dispositivos para o ensaio de Arquimedes.....	46
Figura 22: Máquina de corte <i>Isomet</i> de rotação baixa com disco diamantado.....	47
Figura 23: Fotografia para exemplificação do modelo de embutimento da amostras e suas réplicas após o corte.....	48
Figura 24: Modelo esquemático das posições de realização das medidas no ensaio de microdureza Vickers.....	48
Figura 25: Difractogramas dos pós da liga 7075 após moagem de alta energia com adições de 0%, 2%, 4% e 6% de ferro.....	52
Figura 26: Distribuição granulométrica dos pós da liga 7075 (a) sem adição de ferro e com adição de (b) 2% de ferro (c) 4% de ferro e (d) 6% de ferro.....	54
Figura 27: Gráfico de Pareto padronizado indicando os fatores e suas interações significantes para a densidade.....	57
Figura 28: Gráfico dos efeitos para os fatores concentração, pressão, temperatura e tempo na resposta de densidade.....	58
Figura 29: Gráfico de Pareto padronizado indicando os fatores e suas interações significantes para a microdureza.....	61
Figura 30: Gráfico dos efeitos para os fatores concentração, pressão, temperatura e tempo na resposta de microdureza.....	62
Figura 31: Micrografia (MEV/ERE) das amostras produzida (a,b) sem adição de ferro e com (c,d) 2% (e,f) 4% e (g,h) 6% de ferro adicionado das amostras com os parâmetros otimizados	65
Figura 32: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 sem adição de ferro produzida com os parâmetros próximos ao otimizados pelo DOE indicando as regiões existentes.....	67
Figura 33: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 com adição de (a) 2% e (b) 6% de ferro produzida com os parâmetros otimizados pelo DOE indicando as regiões existentes.....	68
Figura 34: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 com adição de 4% de ferro produzida com os parâmetros otimizados pelo DOE indicando as regiões existentes.....	70

Figura 35: Mapeamento dos elementos (a) Alumínio (b) Ferro da liga 7075 com adição de 4% de ferro produzida com os parâmetros próximos ao otimizados pelo DOE.....71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Informações cristalográficas das fases intermetálicas do sistema Fe-Al.....	19
Tabela 2: Informações Cristalográficas das fases intermetálicas ternárias estabilizadas por ferro em ligas 7075.....	24
Tabela 3: Composição química em peso da liga 7075 encontrada em norma.....	25
Tabela 4: Valores dos parâmetros dos artigos aceitos na revisão sistemática realizada na base <i>Scopus</i> para os últimos três anos em pesquisa realizada em 2023.....	32
Tabela 5: Composição química em peso dos cavacos da liga 7075-T6 utilizado como matéria-prima e os valores esperados por norma.....	37
Tabela 6: Valores adotados para os parâmetros de pressão, temperatura e tempo no planejamento de experimento.....	39
Tabela 7: Combinação de valores para confecção das amostras nas etapas de compactação e sinterização para cada concentração de ferro.....	40
Tabela 8: Valores para a realização da moagem de alta energia dos cavacos da liga 7075-T6	41
Tabela 9: Valores para a realização de <i>Mechanical Alloy</i> da liga 7075 com adição de ferro...	42
Tabela 10: Intensidade absoluta e relativa dos picos de DRX para todas as amostras de pó...	52
Tabela 11: Valores dos ensaios de granulometria dos pós da liga 7075 e com adições de 2%, 4% e 6% de ferro.....	54
Tabela 12: Valores de densidade determinado por Arquimedes para as amostras e as réplicas A1, A2 e A3 para todas as condições.....	55
Tabela 13: Valores de densidade da mistura e a relativa para a liga 7075 e as com adições de 2%, 4% e 6% de ferro.....	57
Tabela 14: Resultados do teste de <i>Grubbs</i> para todas as amostras da liga 7075 com adição de 2% de ferro, demonstrando os valores de <i>p-value</i>	59
Tabela 15: Valores indicados como <i>outliers</i> para as amostras da liga 7075 com adição de 2% de ferro.....	59
Tabela 16: Valores de microdureza média para as amostra e as réplicas A1, A2 e A3 em todas as condições depois da retirada dos <i>outliers</i>	60
Tabela 17: Parâmetros ótimos para a liga 7075 e com adições de 2%, 4% e 6% de ferro.....	63
Tabela 18: Parâmetros ótimos do projeto para a liga 7075 para maior densidade e microdureza	64
Tabela 19: Composição das amostras otimizadas com adições de 0%, 2%, 4% e 6% de adição de ferro realizada por MEV/EDS.....	67

Tabela 20: Composição química encontrada em cada região da liga 7075 sem adição de ferro	68
Tabela 21: Composição dos elementos encontrados em cada região da liga 7075 das amostras otimizadas com adição de 2% e 6% de ferro.....	69
Tabela 22: Composição dos elementos encontrados em cada região da liga 7075 com adição de 4% de ferro.....	70
Tabela 23: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 sem adição de ferro, demonstrando os valores de p-value.....	80
Tabela 24: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 sem adição de ferro	80
Tabela 25: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 com adição de 4% de ferro, demonstrando os valores de p-value.....	81
Tabela 26: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 com adição de 4% de ferro.....	81
Tabela 27: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 com adição de 6% de ferro, demonstrando os valores de p-value.....	82
Tabela 28: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 com adição de 6% de ferro.....	82

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DOE - Design of experiments

DRX - Difractometria de raio X

EDS - Espectroscopia de energia dispersiva

ERE - Elétrons retroespalhados

LCE - Laboratório de Caracterização Microestrutural

MAE - Moagem de alta energia

MEV - Microscopia eletrônica de Varredura

MET - Microscopia eletrônica de transmissão

MO - Microscopia óptica

ODS - Objetivos de Desenvolvimento Sustentável

PCA - Agente controlador de processo

UNIFEI - Universidade Federal de Itajubá

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
1.1 OBJETIVOS.....	16
1.1.1 Objetivo Geral.....	16
1.1.2 Objetivos específicos.....	16
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	17
2.1 AS LIGAS DE ALUMÍNIO E SUA RECICLAGEM.....	17
2.2 INTERMETÁLICOS ESTABILIZADOS POR FERRO EM LIGAS DE ALUMÍNIO....	18
2.3 A LIGA 7075.....	23
2.4 MOAGEM DE ALTA ENERGIA E METALURGIA DO PÓ.....	28
2.4.1 PARÂMETROS DE METALURGIA DO PÓ PARA A LIGA 7075.....	32
2.4.2 Adição de partículas a liga 7075 processadas por moagem de alta energia/metalurgia do pó.....	33
2.5 MICRODUREZA E DENSIFICAÇÃO DA LIGA 7075.....	34
3 DESENVOLVIMENTO.....	36
3.1 FLUXOGRAMA.....	36
3.2 MATÉRIA PRIMA.....	37
3.3 PROCESSAMENTO/CONFECÇÃO DAS LIGAS.....	39
3.3.1 Planejamento de experimento.....	39
3.3.2 Produção do pó da liga via moagem de alta energia.....	41
3.3.3 Compactação e Sinterização.....	42
3.4 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DA LIGA 7075 COM E SEM ADIÇÃO DE FERRO.	44
3.4.1 Caracterização por difratometria de raios X (DRX).....	44
3.4.2 Caracterização por granulometria a Laser.....	45
3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS.....	45

3.5.1 Determinação da densidade.....	45
3.5.2 Ensaio de Microdureza Vickers.....	47
3.5.3 Análise da densidade e microdureza utilizando o planejamento de experimento... 	49
3.5.4 Caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	51
4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANTES DA COMPACTAÇÃO / SINTERIZAÇÃO (PÓS).....	51
4.1.1 Difratomia de raios X (DRX).....	51
4.1.2 Granulometria.....	52
4.2 CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS APÓS COMPACTAÇÃO / SINTERIZAÇÃO	55
4.2.1 Densidade.....	55
4.2.2 Microdureza.....	58
4.2.3 Otimização dos parâmetros.....	62
4.2.4 Análise microestrutural via MEV/ERE-EDS das amostras otimizadas.....	64
5 CONCLUSÃO.....	72
REFERÊNCIAS.....	73
APÊNDICE.....	80

1 INTRODUÇÃO

O alumínio é o material metálico mais abundante na crosta terrestre, e o terceiro elemento ficando apenas atrás do silício e do oxigênio. Em termos de produção (toneladas) o alumínio é o segundo metal mais utilizado, sendo o aço em primeiro lugar. Em diversas aplicações, o alumínio pode substituir o aço sem prejudicar o desempenho e, com a vantagem de um peso reduzido (UNGUREANU; DAS; JAWAHIR, 2007; USGS, 2021).

Além das já comumente conhecidas aplicações das ligas de alumínio na aeronáutica, cada vez mais elas encontram espaço na indústria automobilística, devido à redução de peso e por consequência a melhora da eficiência do consumo de combustível. Outro setor muito utilizado é indústria alimentícia, para criação de embalagens mais leves e assépticas, mantendo assim a qualidade dos alimentos. Já na construção civil, o alumínio tem sido muito utilizado nas chamadas construções verdes por ser leve, resistente estruturalmente e à corrosão, e por poder ser fabricado em vários formatos (ABAL, 2017).

Com isto o consumo deste material vem sendo cada vez mais requisitado, sendo que no ano de 2021 o consumo de alumínio no Brasil foi de 1.583,9 mil toneladas, destas, 88% da produção foram realizadas no país (ABAL, 2022). Porém, o processo de transformação do minério bauxita em alumina, chamado de processo Bayer, demanda 7,27 GJ de energia e 2,15 m³ de água para produzir uma tonelada, já o processo Hall-Héroult para transformação de alumina em alumínio primário gasta 80,85 GJ e 3,11 m³ de água para produção de 1 tonelada (ABAL, 2017). A produção do alumínio primário em larga expansão possui grande gasto de energia e água, isto é indesejável em um cenário que se deseja a redução de CO₂ e dos impactos ambientais do presente e futuro (MEDINA, 2007; UNGUREANU; DAS; JAWAHIR, 2007; WONG; LAVOIE, 2019).

A organização das nações unidas (ONU) a fim de buscar o desenvolvimento alinhado a qualidade de vida da população e do meio ambiente, criou os objetivos do desenvolvimento sustentável (ODS) que são 17 objetivos ambiciosos a serem atingidos até 2030. Este trabalho se enquadra dentro dos objetivos 9 e 12 da ODS, onde o objetivo 9 diz respeito a construir industrialização inclusiva e sustentável, fortalecendo a pesquisa científica e incentivando a inovação, enquanto o 12 assegura padrões de produção e consumo sustentáveis, sendo que até 2030 deseja-se reduzir a geração de resíduos através da prevenção, redução, reciclagem e reuso (NAÇÕES UNIDAS, 2015).

O alumínio quando reciclado economiza aproximadamente 95% de energia necessária para produção primária e 90 milhões de toneladas de CO₂ anualmente (ABAL,

2017). A maior vantagem da reciclagem é a reutilização de um material que seria descartado seja novamente utilizado como matéria-prima secundária, permitindo fechar um ciclo (MEDINA, 2007).

O processo mais usual para reciclagem de alumínio é a fundição, mas neste processo, devido ao uso de sucata de aço juntamente com a de alumínio, pode ocorrer uma contaminação do elemento ferro, que, dependendo dos teores pode levar a formação de fases intermetálicas que se solidificam antes da solução sólida rica em alumínio e podem crescer livremente formando fases grosseiras (MORAES, TENÓRIO, 2003). Além disto, elas são frágeis, influenciam na ductilidade do material, atuam com concentradores de tensão e dificultam a conformação posterior do material (TIMELLI; FIORESE, 2011; PUNCREOBUTR *et al.*, 2014). Como alternativa para a reciclagem de alumínio surge a metalurgia do pó, que é uma técnica de processamento de materiais no estado sólido, ou seja, não envolve fusão da liga (SURYANARAYANA, 2001; BRAGA; FERREIRA; CAIRO, 2007), além disto ela produz peças definitivas, geralmente sem necessidade de usinagem ou outro acabamento (CHIAVERINI, 2001).

O processo de metalurgia do pó possui muitos parâmetros e vários níveis sendo necessários numerosos experimentos, tornando a experimentação cara (OLIVEIRA *et al.*, 2020). Para evitar o excesso de experimentos ou ainda a tentativa e erro, o planejamento de experimento (DOE) surge como ferramenta, pois com um número adequado de experimentos é possível um número máximo de informações (NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001). Ela vem sendo cada vez mais aplicada na indústria brasileira, por ser uma ferramenta para melhoria da qualidade e produtividade e conseqüentemente, de custos (SILVA; SILVA, 2008).

Na literatura não existem muitos trabalhos de reciclagem por moagem de alta energia/metalurgia do pó aplicado a liga 7075, especialmente levando em consideração a contaminação com ferro. Quando considerado a otimização por meio de planejamento de experimento não foi encontrado nenhum trabalho até o momento. Portanto, este estudo visa avaliar a influência do elemento ferro e a possibilidade de reciclar a liga por esta técnica. Para isto, os cavacos da liga 7075 processados por moagem de alta energia (MAE) para a produção do pó, posteriormente adicionados diferentes concentrações de ferro, já na forma de pó, ao material já produzido. Os corpos de prova foram produzidos com diferentes pressões de compactação, temperaturas e tempos de sinterização, posteriormente realizadas análises microestruturais (MEV/EDS e DRX), ensaios de microdureza e de densidade. Com o uso do planejamento de experimentos os parâmetros de processamento foram otimizados.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Aplicação do DOE para avaliar o impacto dos teores de ferro, em uma faixa de até 6%, nas propriedades da liga 7075 produzida através do processo de reciclagem de cavacos por moagem de alta energia e metalurgia do pó.

1.1.2 Objetivos específicos

- Investigar os efeitos de adições de teores de até 6 %p. de pó de ferro na granulometria e na formação de fases em pós da liga 7075 submetidas a moagem de alta energia;
- Avaliar, através do planejamento de experimentos, os parâmetros (teor de ferro, pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização) que são mais significativos nas respostas de microdureza e densidade em peças da liga de 7075 sintetizadas;
- Otimizar o processo visando identificar a combinação ótima dos parâmetros (teor de ferro, pressão de compactação, temperatura e tempo de sinterização) a maximização da densidade e microdureza;
- Avaliar a viabilidade técnica da utilização da moagem de alta energia e metalurgia do pó para reciclagem de cavacos da liga 7075.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 AS LIGAS DE ALUMÍNIO E SUA RECICLAGEM

Entre as principais características para a seleção do alumínio e suas ligas como material está sua baixa densidade, alta resistência à corrosão, boa relação resistência/peso e alta condutividade elétrica e térmica (ROZHBIANY; JALAL, 2019). Sendo os principais segmentos as embalagens (40,8%), a indústria e eletricidade (16,1%), transportes (13,2%), construção civil (9,6%), bens de consumo (9,6%), máquinas e equipamentos (2,6%) e outros (8,1%) (ABAL, 2020; USGS, 2021).

Para a transformação do minério (bauxita) em alumina é utilizado o processo Bayer, criado em 1888 por Karl Josef Bayer. Dependendo da qualidade do minério são necessários entre 1,9 e 3,6 toneladas de bauxita para extrair uma tonelada de alumina. Durante o processo na etapa de lixiviação o resíduo sólido chamado de lama vermelha é produzido e, em geral, ela é composta por metais tóxicos como o arsênio e chumbo (PONTIKES, 2005). Depois a alumina é reduzida em alumínio pelo processo Hall-Héroult, onde duas toneladas de alumina transformam em uma tonelada do metal primário (PINHO, 2010).

É esperado que o consumo de alumínio primário até 2050 aumente em até 40% e que o uso de sucata triplique, isto em um cenário onde a indústria deseja reduzir as emissões de CO₂ em cerca de 80% (INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE, 2021). Dentre as três formas de reduzir este gás na indústria de alumínio se encontram a descarbonização da eletricidade, pois 60% das emissões do dióxido de carbono são provenientes da produção de eletricidade para o processo de fundição, em segundo lugar está a reciclagem e a eficiência dos recursos, que pode reduzir até 300 milhões de toneladas de CO₂ por ano, e em último lugar ficam as emissões diretas com queima de combustível, sendo 15% das emissões da indústria (INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE, 2021).

Além de reduzir as emissões de CO₂, a reciclagem vem como uma forma de prolongar a vida útil do material, evitando que seja necessária a produção de nova matéria-prima e que as já existentes possam ser reutilizadas (MEDINA, 2007). Porém, estes materiais secundários precisam ser competitivos no mercado, sendo necessários muitos estudos ainda para garantir a qualidade e o preço se comparados com os materiais primários (ASHKENAZI, 2019). A principal desvantagem da reciclagem de materiais é a existência de impurezas em relação à liga primária (CAPUZZI; TIMELLI, 2018), entre as impurezas das ligas de alumínio

o ferro é a mais crítica delas, por ser difícil de ser removido, distinguindo muito bem a liga primária da secundária, além disso, ele ainda pode formar fases ricas neste elemento que tende a fragilizar o material prejudicando as propriedades mecânicas (TIMELLI; FIORESE, 2011).

A rota de reciclagem tradicional é a fundição, que normalmente se utiliza de sucatas que já chegaram ao final da sua vida útil, algumas delas possuem impurezas que são difíceis ou impossíveis de ser retiradas. Atualmente a forma mais usual de lidar com estas impurezas é a diluição do material primário, porém isto não é bom ambientalmente e encarece o processo (GAUSTAD; OLIVETTI; KIRCHAIN, 2012). Outra forma é a adição de sucatas de uma liga que se assemelhe ao material a ser reciclado e que, ao mesmo tempo, equilibre o elemento que se deseja ajustar (ZHOU *et al.*, 2021; LIN *et al.*, 2022).

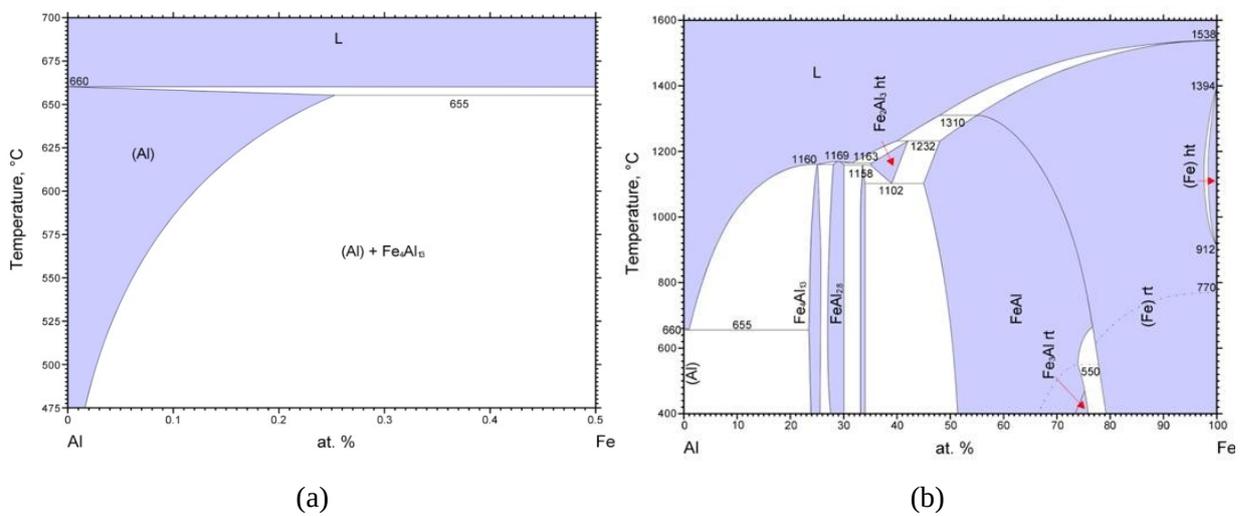
A moagem de alta energia/metalurgia do pó é um modelo de reciclagem ainda não muito convencional, mas que vem aumentando atualmente, ela se utiliza de material no estado sólido, principalmente de cavacos. Este processo é ambientalmente melhor e possui custos menores (ABD RASHID *et al.*, 2014; XAVIER *et al.*, 2019). A moagem de alta energia reduz o cavaco a pó a partir repetidas fraturas e soldagens, que com o tempo tende a reduzir o tamanho das partículas (BHOURI; MZALI, 2020; SARTOR *et al.*, 2022). O pó produzido por este processo normalmente possui morfologia irregular e achatada, ao invés da comumente partícula arredondada característica dos pós-comerciais produzidos por atomização (XAVIER *et al.*, 2019).

2.2 INTERMETÁLICOS ESTABILIZADOS POR FERRO EM LIGAS DE ALUMÍNIO

Diversos trabalhos relatam problemas gerados pela presença de teores elevados de ferro em ligas de alumínio e alguns deles serão discutidos nessa seção. Isto ocorre, principalmente, pela baixa solubilidade desse elemento no alumínio, que é de no máximo ~0,25 %at. (ou ~0,51 %p.), conforme pode ser observado no detalhe do diagrama de fases da Figura 1a, quando ultrapassado esse limite, o excedente de ferro não dissolvido formará fases intermetálicas. A Figura 1b apresenta o diagrama de fases completo para o sistema ferro alumínio, indicando as fases intermetálicas estáveis para este sistema, dentre elas, a fase Fe_4Al_{13} (ou também reportada como $FeAl_3$) que entra em equilíbrio com a fase (Al) e é uma das principais fases deletérias durante a reciclagem de ligas de alumínio. Na Tabela 1 se

apresenta a estrutura cristalográfica das fases estáveis no sistema Fe-Al. Por serem fases duras e frágeis em uma matriz de alumínio dúctil, segundo a morfologia e o tamanho destas fases as propriedades mecânicas (especialmente tenacidade) podem ser reduzidas (CAMPBELL, 2003; MBUYA; ODERA; NG'ANG'A, 2003). Em sistemas contendo mais elementos (como cobre, manganês, magnésio, etc.) é possível haver o aparecimento de fases ternárias, mas geralmente a identificação precisa destas fases na microestrutura, só é possível utilizando técnicas como EBSD + EDS.

Figura 1: Diagrama de fase binário do sistema alumínio e ferro: (a) Detalhe com até 0,5 %p. de Fe (b) completo



Fonte: Villars; Okamoto; Cenzual (2006)

Tabela 1: Informações cristalográficas das fases intermetálicas do sistema Fe-Al

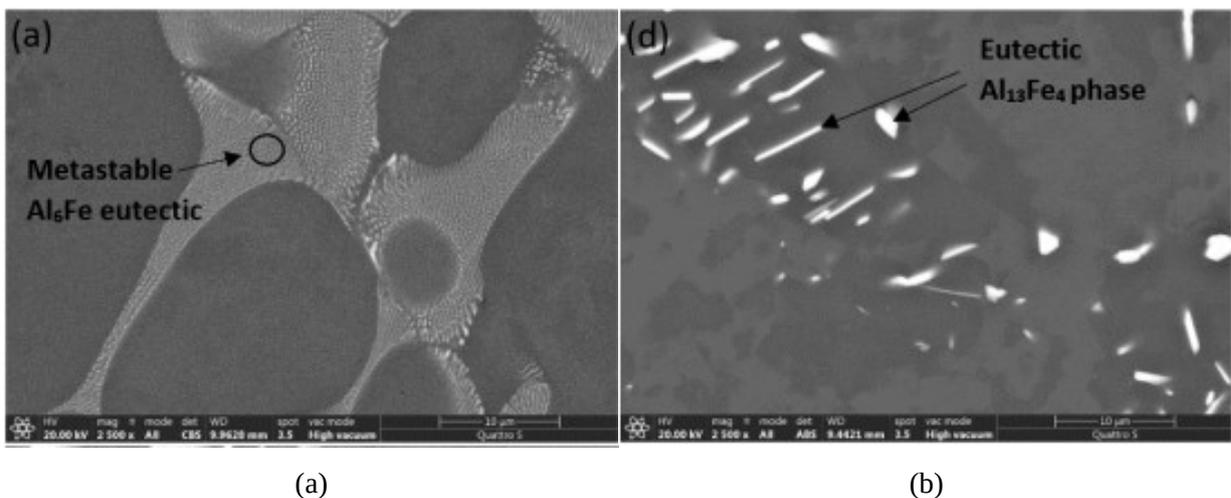
Fase	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Protótipo
FeAl ₂	aP18	P1	FeAl ₂
Fe ₂ Al ₅	oC16	Cmcm	-
Fe ₄ Al ₁₃ /FeAl ₃	mC102	C2/m	-
FeAl ₆ (Metaestável)	oS28	Cmc2 ₁	FeAl ₆

Fonte: Villars; Calvert (1991)

Estudos em ligas de alumínio contendo como elementos de liga apenas o ferro mostraram que a fase FeAl₃ (estável), pode ser suprimida dando lugar a fase FeAl₆ (metaestável) quando se aumenta a velocidade de resfriamento durante a solidificação (GOULART *et al.*, 2009; ARBEITER *et al.*, 2021). Arbeiter *et al.* (2021) indicou que taxas de resfriamento de 30 a 40 K/s foram as mais adequadas para produzir este efeito. A fase Fe₄Al₁₃ (FeAl₃) quando presente na microestrutura de uma liga de alumínio causa a nucleação

de trincas prejudicando a conformação e reduzindo a resistência a fadiga devido ao seu formato de agulhas/placas (GOULART *et al.*, 2009). A Figura 2a mostra a micrografia (MEV/ERE) de uma liga de Al-1,1%p. Fe no estado bruto de solidificação indicando a presença da fase metaestável FeAl₆. Já a Figura 2b mostra uma micrografia (MEV/ERE) de uma liga semelhante, mas que após a solidificação passou por um tratamento térmico 600 °C por 24 horas, nela é possível notar a fase Fe₄Al₁₃ com formato agulhado e morfologia mais grosseira quando comparada com a fase FeAl₆, uma vez que ambas imagens estão com mesma escala de ampliação.

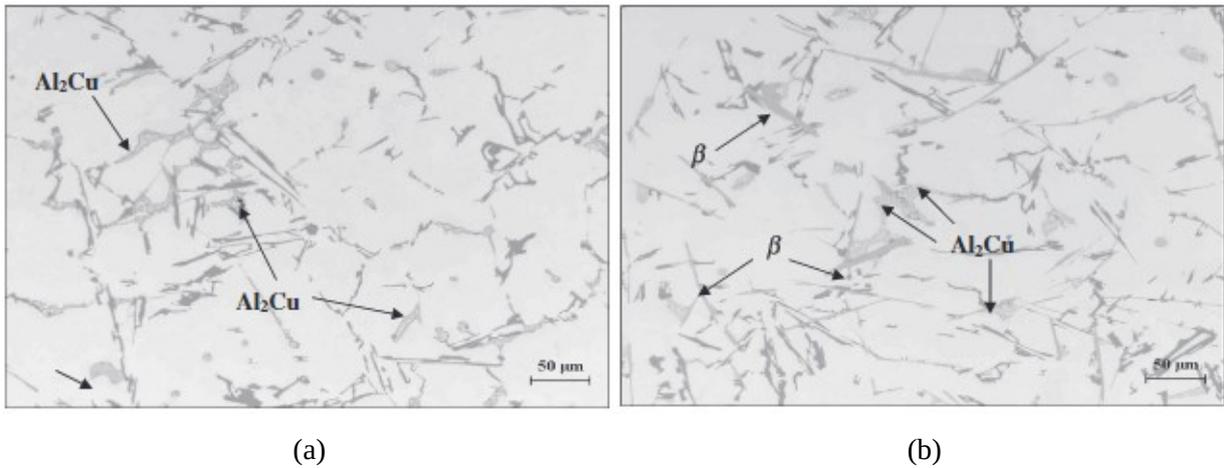
Figura 2: Micrografia (MEV/ERE) da microestrutura com as fases (a) Al₆Fe (b) Al₁₃Fe₄



Fonte: Arbeiter *et al.* (2021)

Em ligas de alumínio da série 3XX a presença de ferro pode induzir a formação da fase β -Al₅FeSi, considerada também, prejudicial para as propriedades mecânicas (PUNCREOBUTR *et al.*, 2014; FERREIRA, 2021). Segundo Ferreira (2021) são reportadas duas estruturas cristalinas para esta fase, uma monoclinica (C2/c) e outra ortorrômbica (Cmcm), no segundo caso, ela seria isoestrutural com a fase binária Fe₂Al₅. A Figura 3 apresenta a micrografia (MO) de duas ligas de alumínio com composições (a) Al-6,5%Si-3,5%Cu e (b) Al-6,5%Si-3,5%Cu-0,8%Fe, as micrografias indicam a formação de volumes significativos da fase β -Al₅FeSi com o aumento da adição de ferro. A fase β -Al₅FeSi também é a considerada prejudicial, pois seu formato, assim como a fase binária Fe₄Al₁₃, é geralmente de agulhas/placas, o que apesar do aumento de dureza provocado pela presença dessa fase, provoca uma redução da tenacidade do material, pois gera pontos concentradores de tensão (MBUYA; ODERA; NG'ANG'A, 2003).

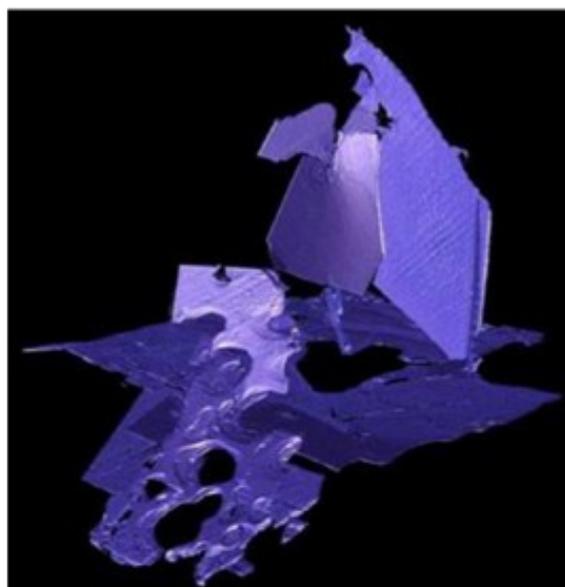
Figura 3: Micrografia (MO) mostrando os efeitos da adição do Fe na microestrutura de ligas da série 319 (a) Al-6,5%Si-3,5%Cu e (b) Al-6,5%Si-3,5%Cu + 0,8%Fe



Fonte: Elsebaie *et al.* (2011)

A Figura 4 mostra a morfologia em 3D obtida por micro tomografia de raios X da fase β -Al₅FeSi em uma liga com a composição Al-8%Si-4%Cu-0,8%Fe (%p.) (TERZI *et al.*, 2010), confirmando as observações das micrografias. A presença desta fase pode ser, ainda, uma fonte geradora de poros, pois durante a solidificação destas ligas, as placas desta fase atuam bloqueando fisicamente o fluxo de líquido interdendrítico (PUNCREOBUTR *et al.*, 2014).

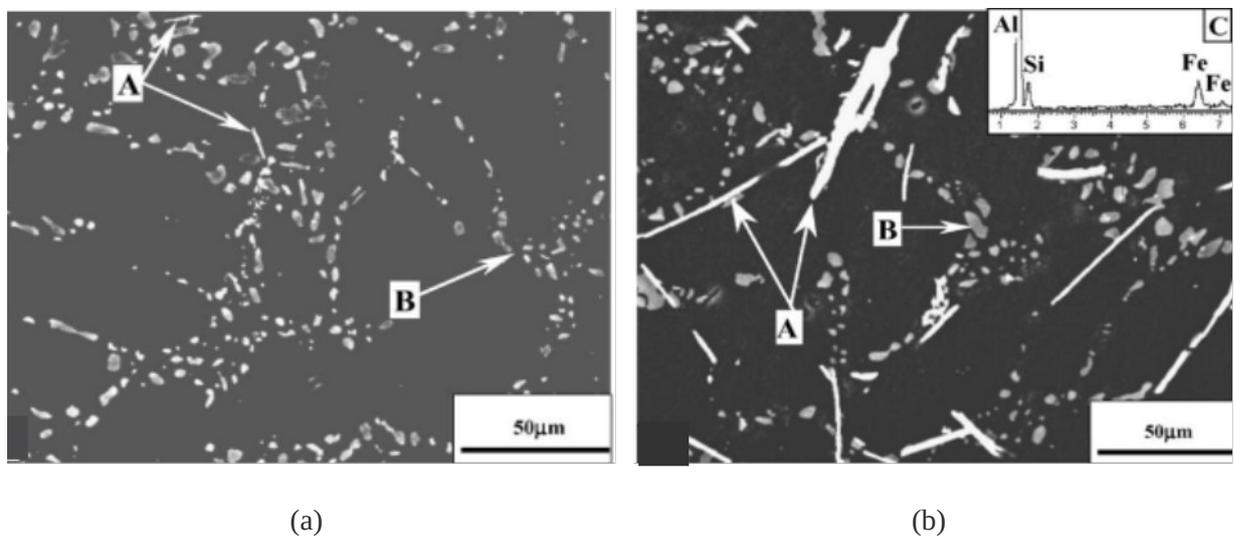
Figura 4: Tomografia de raios X mostrando a morfologia em 3D da fase β -Al₅FeSi formada em um eutético com (Al) em uma liga Al-8%Si-4%Cu-0,8%Fe (%p.)



Fonte: Terzi *et al.* (2010)

Ligas A356-T6 fundidas com diferentes teores de ferro (0,06 e 0,57 %p.) foram ensaiadas e estudadas por simulação de elementos finitos, indicando uma redução significativa da vida em fadiga, especialmente de longo ciclo, nas ligas com os maiores teores de ferro. O motivo destes resultados fica claro na Figura 5, quando se observa fases ricas em ferro semelhantes a agulhas e com dimensões grosseiras (os autores indicam que possivelmente é a fase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) que demonstram aumentar nas ligas com maiores quantidades de ferro (YI *et al.*, 2004).

Figura 5: Micrografia (MEV/ERE) indicando a microestrutura de uma liga A356-T6 (a) 0,06 %p. Fe (b) 0,57 %p. As legendas A e B indicam respectivamente os intermetálicos ricos em Fe e os ricos em Si



Fonte: Yi *et al.* (2004)

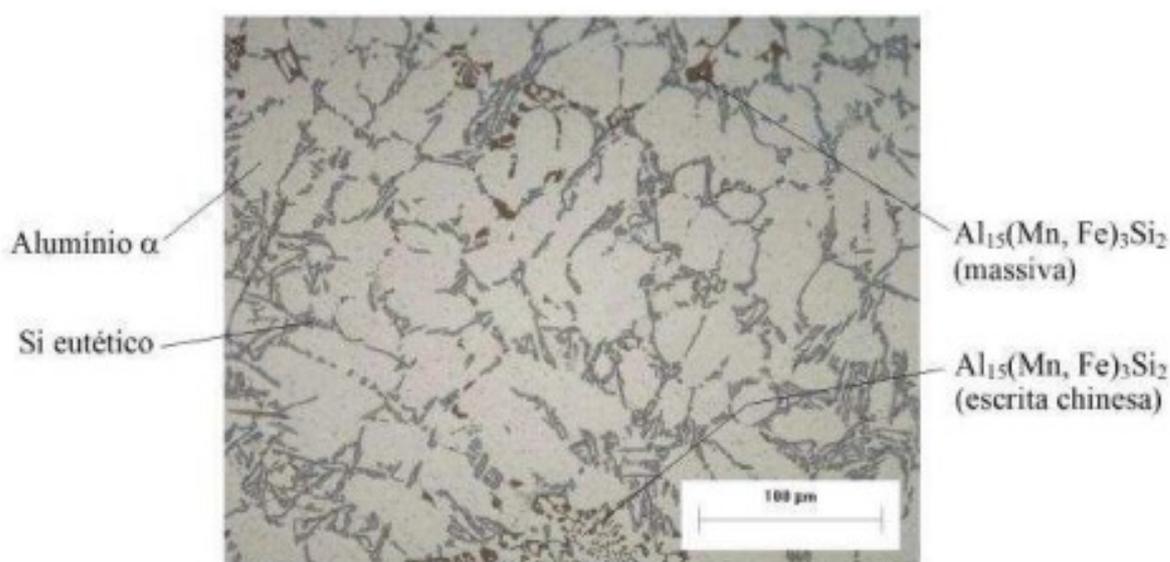
A adição de manganês evita a formação dos intermetálicos $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$, pois favorece o surgimento da fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn},\text{Fe})_3\text{Si}_2$. Em estudos de ligas secundárias com composição Al-6,5%Si-3%Cu-1,2%Fe, utilizando o software *ThermoCalc*®, Ferreira (2021) indica que, a partir de uma pequena adição de Mn (0,3 %p.), ocorre uma supressão da formação das placas da fase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ e a fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn}, \text{Fe})_3\text{Si}_2$ se forma diretamente do líquido.

Outra fase deletéria com presença de ferro reportada, desta vez em ligas AA6061, é a $\beta\text{-Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$. A estequiometria desta fase é próxima da apresentada nas ligas da série 3XX ($\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$) e com estrutura cristalina também com rede monoclinica, o que pode indicar que se trata da mesma fase. Pereira *et al.* (2018) reportam que é possível suprimir a presença desta fase, em ligas AA6061 modificadas contendo 1,4 %p. de ferro aumentando a velocidade de resfriamento. Utilizando a técnica de *Spray forming*, ocorre à formação da fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn}, \text{Fe})_3\text{Si}_2$ com morfologia poliédrica ao invés da $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ que se forma em solidificação

convencional (em molde de grafite ou cobre). A existência da fase poliédrica com distribuição homogênea de ferro tornou o material mais dúctil (PEREIRA *et al.*, 2018).

Duarte e Oliveira (2012) relatam a fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}_2$ também com morfologia de escrita chinesa em ligas de alumínio 356 produzida por fundição contendo 0,98 %p. de ferro, o principal fator para este tipo de morfologia seria o resfriamento rápido, além do teor de Mn. A Figura 6 indica a fase $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}_2$ com a morfologia massiva / poliédrica e de escrita chinesa.

Figura 6: Microestrutura (MO) de liga de alumínio 356 contendo 0,98 %p. de ferro produzida por fundição em cadinho de aço



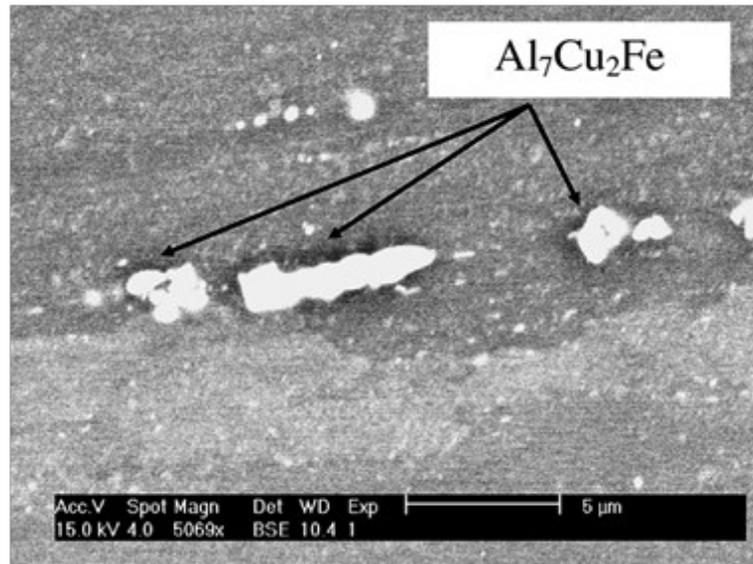
Fonte: Duarte; Oliveira (2012)

2.3 A LIGA 7075

Para a liga 7075, estudada neste trabalho, também são reportados problemas relacionados à presença de fases deletérias estabilizadas pela presença de ferro (DOROSHENKO *et al.*, 2005; BIRBILIS; CAVANAUGH; BUCHHEIT, 2006). Para estas ligas, é recomendado que a presença de ferro seja limitada a 0,15 %p, valor máximo para impureza (DAVIS, 2001). A Tabela 2 apresenta algumas das fases reportadas por serem estabilizadas por ferro nessas ligas, onde a fase $(\text{Cu,Fe})\text{Al}_6$ é apenas uma variação composicional da fase metaestável FeAl_6 , já citada anteriormente (MONDOLFO, 1979). Outra fase importante estabilizada por ferro nas ligas 7075 é a $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ que é formada ao ter quantidades maiores 0,5 %p. de ferro na liga, ela reduz a quantidade de cobre disponível para

um posterior tratamento térmico (DAVIS, 2001). Além disto, elas são conhecidas por fraturarem durante a fabricação destas ligas (conformação) reduzindo de tamanho e ficando alinhada com a direção do trabalho (BIRBILIS; CAVANAUGH; BUCHHEIT, 2006). A Figura 7 abaixo mostra esta fase presente na microestrutura de uma liga 7075-T651

Figura 7: Micrografia (MEV/ERE) mostrando fase Al_7Cu_2Fe (região clara) alinhadas em uma matriz da liga 7075-T651



Fonte: Birbilis *et al.* (2006)

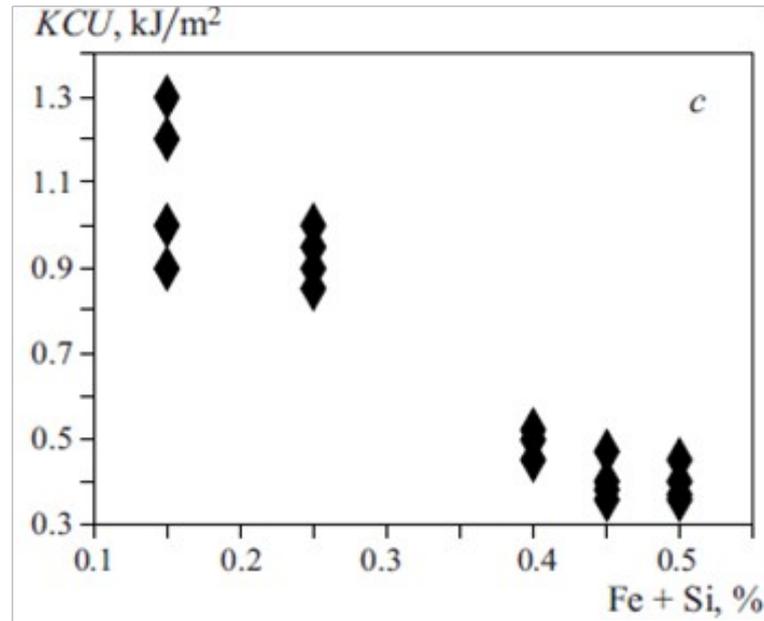
Tabela 2: Informações Cristalográficas das fases intermetálicas ternárias estabilizadas por ferro em ligas 7075

Fase	Símbolo Pearson	Grupo espacial	Protótipo
$(Cu,Fe)Al_6$	oS28	Cmcm (Cmc2)	$MnAl_6$
Al_7Cu_2Fe	tP40	P4/mnc	Al_7Cu_2Fe

Fonte: Mondolfo (1979)

Assim como nas ligas anteriores já discutidas, um dos principais efeitos destas fases deletérias na microestrutura das ligas é a redução da tenacidade, por agirem como pontos nucleadores de trincas (DOROSHENKO *et al.*, 2006). A Figura 8 mostra o efeito dos teores de ferro e silício na resistência ao impacto de ligas 7075, medidas em temperatura ambiente mostrando a clara redução da energia de absorção de impacto.

Figura 8: Efeito dos teores de ferro e silício na resistência ao impacto de lingotes de alumínio 7075 testados a 20 °C



Fonte: Adaptado de Doroshenko *et al.* (2006)

A Tabela 3 apresenta a composição química típica para a liga 7075 produzida pela rota tradicional de fundição, que possui como elementos de liga principais o zinco, magnésio e cobre. As maneiras mais comuns para aumento de resistência destas ligas são os tratamentos de solubilização/envelhecimento artificial (T6), solubilização/trabalho a frio/envelhecimento artificial (T651) ou duplo envelhecimento (GHOSH; GHOSH, 2018). Em termos microestruturais, a maior contribuição para o aumento de resistência vem de precipitados da fase metaestável $MgZn_2$ (SOUZA; PADILHA, 2017; AZARNIYA; TAHERI; TAREHI, 2019). Além desta, as fases intermetálicas $Al_2Mg_3Zn_3$, Al_2CuMg , Al_2Cu , Al_7Cu_2Fe , Mg_2Si e $FeAl_3$, podem ser encontradas nesta liga, em dimensões maiores, especialmente após a solidificação (SOUZA; PADILHA, 2017; GHOSH; GHOSH, 2018).

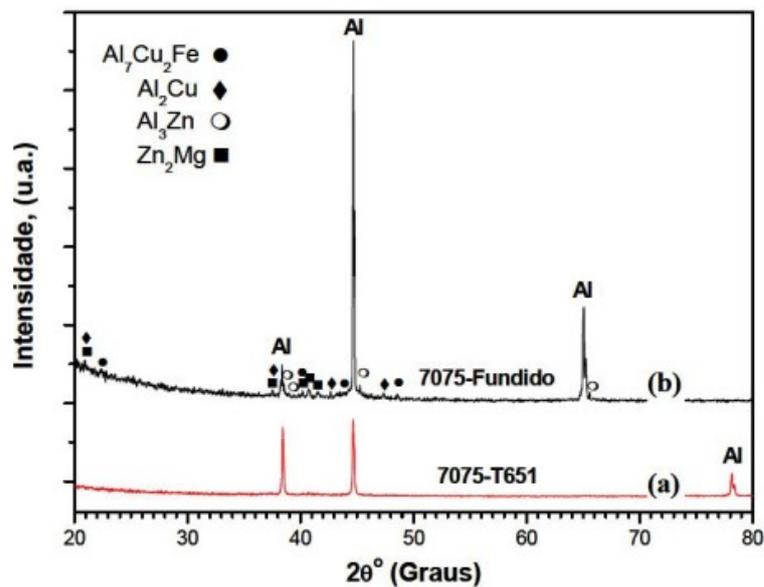
Tabela 3: Composição química em peso da liga 7075 encontrada em norma

Composição química (% em peso)								
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
≤0,40	≤0,50	1,2-2,0	≤0,30	2,1-2,9	0,18-0,28	5,1-6,1	≤0,20	Restante

Fonte: European Committee for Standardization (2007)

Rios e Lima (2010) ao refundirem uma liga 7075 em molde de areia, encontraram, através da DRX, além das fases Al_2Cu e $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$, a fase ZnAl_3 , os difratogramas deste trabalho estão apresentados na Figura 9, que mostra o resultado obtido para a liga após fundição bem como no estado T651. Para a liga na condição T651, apenas picos da fase (Al) foram encontrados, isto foi reportado também em outros trabalhos que realizaram análises de DRX em ligas de alumínio 7075 tratadas termicamente (DEAQUINO-LARA *et al.*, 2013; ALAM *et al.*, 2021).

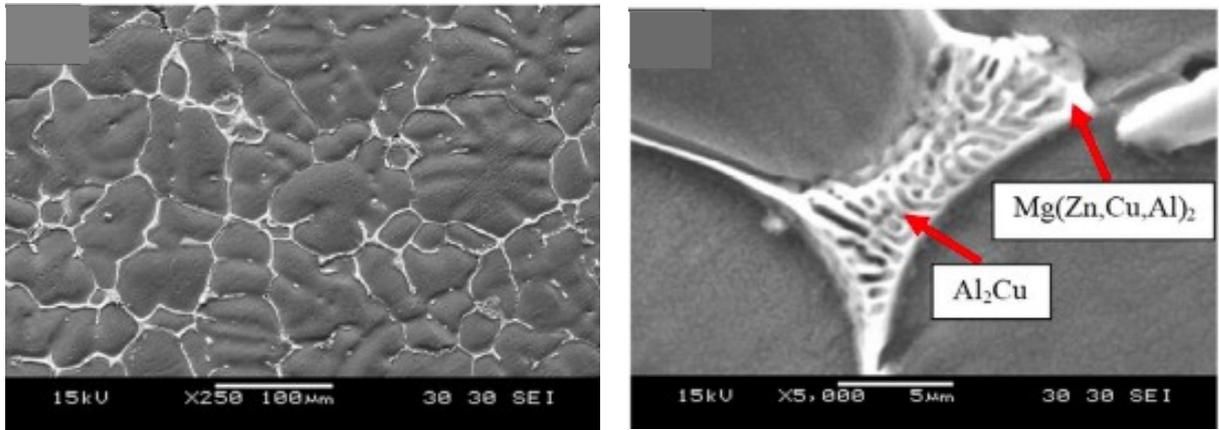
Figura 9: Difratograma da liga (a) 7075-T651 conforme recebida e (b) 7075 fundida em molde de areia



Fonte: Rios; Lima (2010)

A Figura 10 (a e b), apresenta a micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 no estado bruto de fusão com a formação das fases Al_2Cu e $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$ com morfologia tipo eutética nas regiões interdendríticas (GHOSH; GHOSH, 2018). A Figura 11a apresenta a micrografia (MET) da liga 7075 após envelhecimento artificial (T6) e a Figura 11b após superenvelhecimento com os precipitados de MgZn_2 metaestáveis em dimensões nanométricas. Vale ressaltar que a microscopia eletrônica de transmissão (MET) é necessária para observação da fase MgZn_2 , pois estas são submicrométricas e, portanto, não são observáveis por microscopia eletrônica convencional.

Figura 10: (a) Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075-T6 no estado bruto de fusão e (b) em detalhes na região eutética

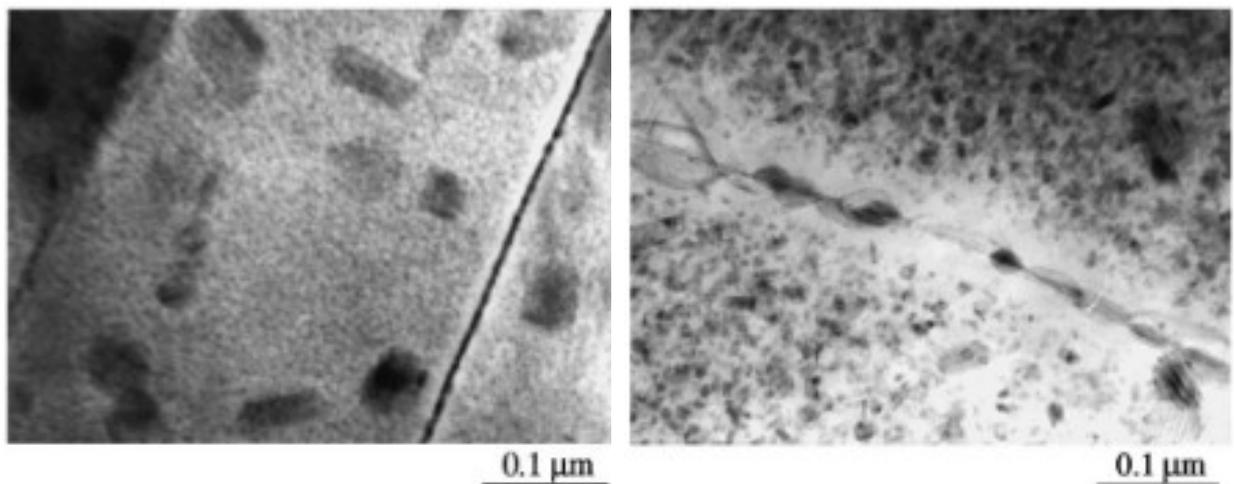


(a)

(b)

Fonte: Ghosh, Ghosh (2018)

Figura 11: Micrografia (MET) da liga 7075-T6 no estado (a) bruto de fusão e (b) após tratamento T7



(a)

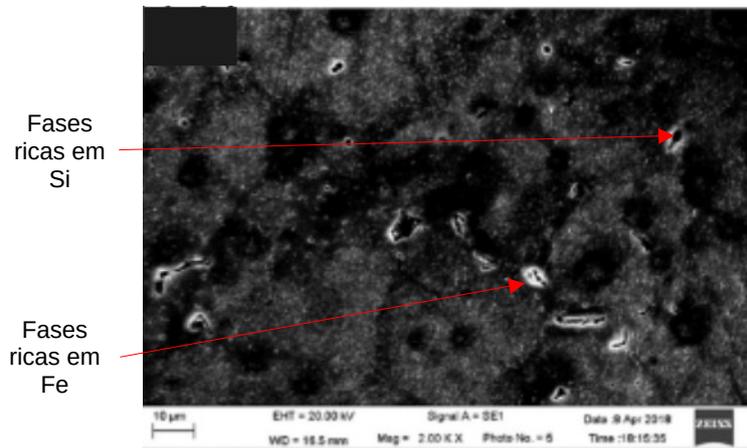
(b)

Fonte: Viana *et al.* (1999)

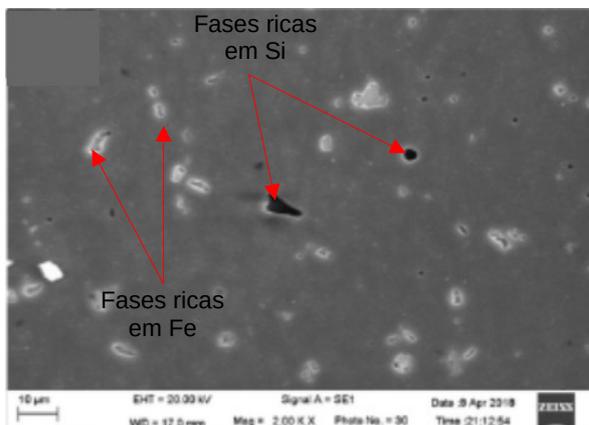
Na reciclagem de sucatas de ligas aeronáuticas 7075 por fundição apresentaram-se as fases Al_2Cu , $\text{Al}_6(\text{Mn,Cr})$, Al_3Fe e SiO_2 , sendo que apenas a primeira fase se dissolveu após o tratamento de homogeneização e o Al_3Fe se transformou em $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$. A Figura 12 mostra que após o tratamento T6 as fases secundárias se distribuíram uniformemente, enquanto as com tratamento T73, que possui temperatura maior no segundo estágio, os grãos cresceram e se tornam grosseiros. Algumas destas fases grosseiras são ricas em ferro e são prejudiciais às

propriedades mecânicas, fazendo com que as ligas com tratamento T73 tenham resistência inferior à submetida a tratamento T6 (LIN *et al.*, 2022).

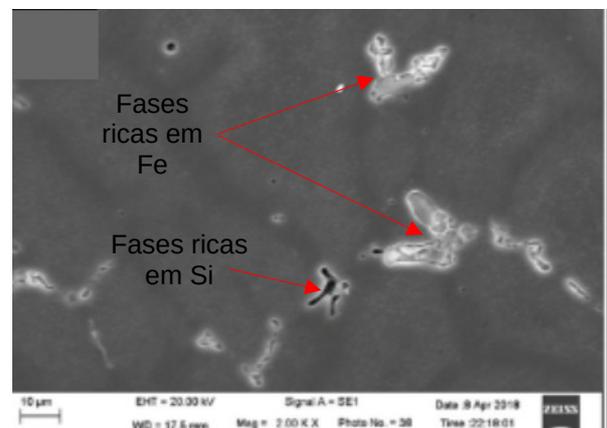
Figura 12: Micrografia (MEV/ERE) de barras 7075 recicladas após (a) extrusão (b) Tratamento T6 (c) tratamento T73



(a)



(b)



(c)

Fonte: Adaptados Lin *et al.* (2022)

2.4 MOAGEM DE ALTA ENERGIA E METALURGIA DO PÓ

A metalurgia do pó se divide em três etapas principais: obtenção do pó, compactação e sinterização. A moagem de alta energia é uma das alternativas para obtenção dos pós cujas

variáveis de estudos costumam ser a velocidade de rotação, o tempo de moagem, o tempo do ciclo e da parada, a relação massa/bola, a escolha do PCA e do tipo de moinho (OLIVEIRA, 2018). Na etapa de compactação costuma ter variações de valores na pressão de compactação, na escolha do tipo de prensa e no tempo no qual a pressão será mantida na amostra. Por fim durante a sinterização costuma se variar a temperatura e o tempo da amostra dentro do forno. A seguir serão citados trabalhos que demonstram a importância de alguns destes parâmetros.

Para se obter uma melhor dureza e densidade é importante a existência de partículas de diferentes tamanhos, porque durante o rearranjo as partículas pequenas preenchem os poros deixados pelas partículas grandes (BHOURI; MZALI, 2019). Uma das formas de reduzir o tamanho de partículas é o tempo de moagem que além da redução, modifica também a sua morfologia, porém a escolha certa se faz necessário uma vez que em tempos pequenos pode ocorrer soldagem a frio e em tempos maiores pode acontecer o estreitamento da curva de distribuição de partículas, dificultando assim a etapa posterior de compactação (MENDONÇA *et al.*, 2018a; ROJAS-DÍAZ *et al.*, 2020). Já o aumento da velocidade gera mais energia para o processo, fazendo com que ocorram mais colisões entre as bolas e o material, ajudando também na redução de partículas, porém em uma velocidade muito alta os materiais podem aderir à parede do jarro devido à força centrípeta, portanto sua escolha se faz necessária (SURYANARAYANA, 2001).

A eficiência do processo de metalurgia do pó também depende da pressão de compactação, do tempo e temperatura utilizados na etapa de sinterização (DIAS *et al.*, 2019; SILVEIRA *et al.*, 2022). Valores maiores reduzem a porosidade do material, cria uma microestrutura mais consolidada, aumentando assim a densidade e melhora as propriedades mecânicas (BHOURI; MZALI, 2020; SURYA; GUGULOTHU, 2021 SILVEIRA *et al.*, 2022). Ding *et al.* (2022) demonstra que em compostos produzidos pela M/P com pós da liga 7075 e polímeros, o aumento de 40°C na temperatura de sinterização melhora a microdureza em 24,7 HV, já com o aumento de 80 minutos no tempo de sinterização a melhora foi de 18,6 HV, demonstrando assim que a microdureza é proporcional ao aumento da temperatura de sinterização e do tempo.

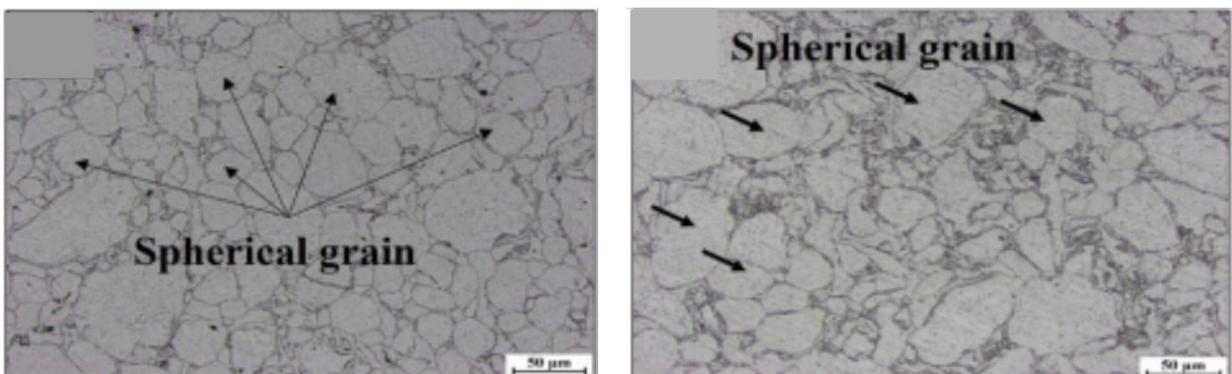
Além do pós-elementares, na moagem pode ser utilizado também cavacos e sucatas como material de partida, uma vez que o processo reduz o tamanho médio de partícula (BHOURI; MZALI, 2020; SARTOR *et al.*, 2022). A redução no tamanho ocorre devido a repetidos impactos, compressão e atritos durante o processo (MEDINA, 2007; FIGUEIRA; LUZ; ALMEIDA, 2010). Estes materiais que serão reciclados podem ser considerados novos quando provém de aparas e sobras de outros processos de produção, por exemplo, usinagem

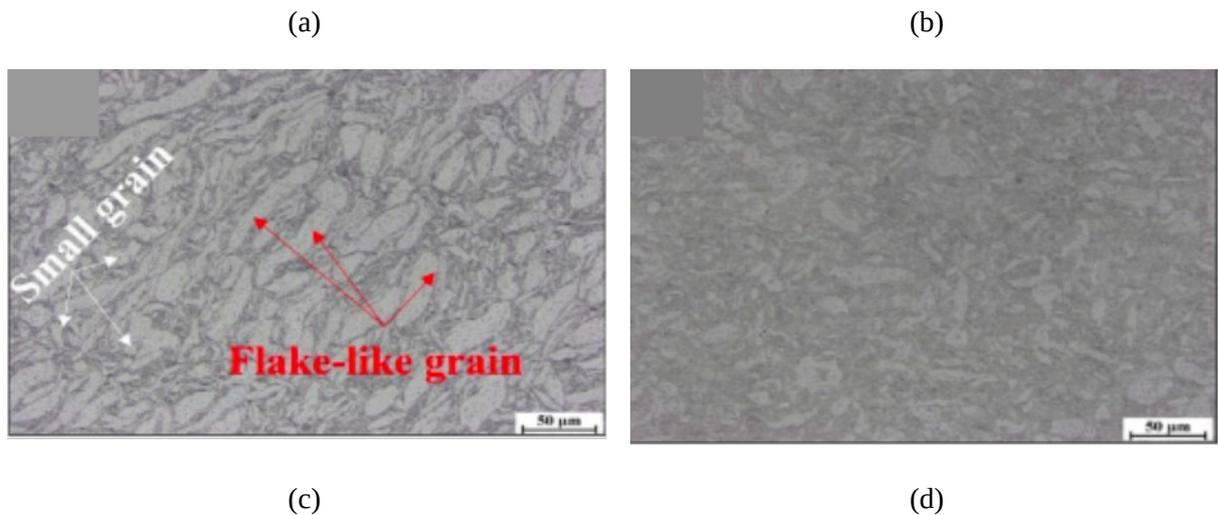
de ligas primárias, ou ainda considerados velhas oriundas de produtos no final da sua vida útil (CAPUZZI; TIMELLI, 2018).

Diversos trabalhos investigando a viabilidade técnica do uso de moagem de alta energia para a reciclagem de cavacos de materiais metálicos podem ser encontrados na literatura. Por exemplo, Dias, Silva e Silva (2021) reciclam cavacos de Cu-Al com adição de carbeto de vanádio (VC) usando DOE para as entradas tempo de moagem, velocidade de rotação e concentração de carbeto de vanádio em dois níveis, o resultado mostrou que a concentração de VC e o tempo são fatores significantes, assim como a interação dos dois. Matos *et al.* (2022) utilizam cavacos da liga $X_{22}CrMoV_{12-1}$ e pó carbeto de vanádio, realizando a moagem com velocidade de 350 rpm por 10, 30 e 60 horas, seguido de tratamento térmico, após 10 horas de moagem as partículas tinham formatos irregulares e após 30 horas se tornaram esféricas, foi possível produzir amostras com uma boa densificação. Mendonça *et al.* (2018b) utilizaram cavacos de aço inoxidável duplex UNS S31803 e carbeto de Nióbio, para moagem utilizaram velocidade de rotação de 350 rpm por 20 horas, demonstrando que o uso de carbeto torna-se mais eficiente, porém também é possível a redução sem o uso deles. O mesmo foi concluído por Barbedo *et al.* (2021) que produziu amostras provenientes de cavaco do material Vanadis 8 por 12 horas a uma velocidade de 350 rpm.

Quando se trata de moagem de alta energia, a microestrutura se apresenta de forma totalmente diferente daquela obtida por fundição, uma vez que se tratam de processos diferentes. Na Figura 13 é possível observar os efeitos de diferentes tempos de moagem na microestrutura da liga 7075 produzida com adição de pó de Y_2O_3 . Nela é possível observar que inicialmente os grãos possuem um formato esférico e com o passar do tempo os grãos vão diminuindo de tamanho e adquirindo o formato de flocos (SALUR *et al.*, 2021).

Figura 13: Microestrutura (MO) da liga 7075 (a) puro e com adição de 0,5% em peso de Y_2O_3 com tempo de moagem (b) 1h (c) 1,5h e (d) 2h

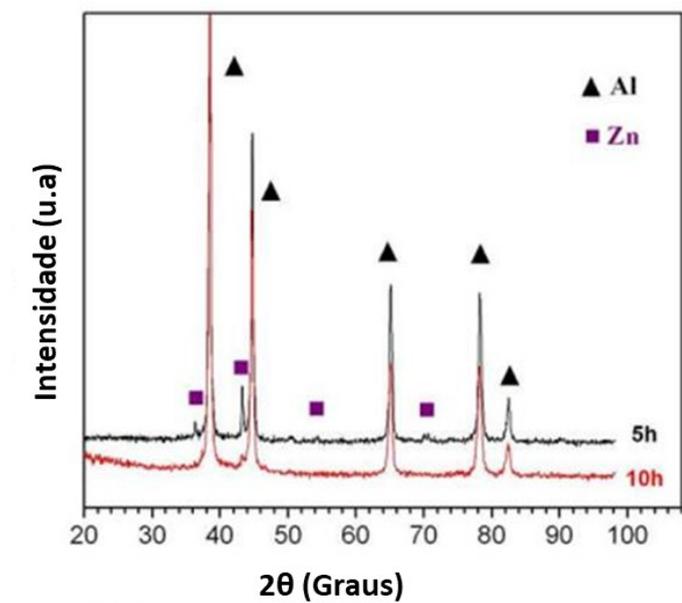




Fonte: Adaptado Salur *et al.*(2021)

Na Figura 14 se apresenta um difratograma da liga 7075 com adição de 1,5 %p de grafite produzida pelo processo de metalurgia do pó por 5 e 10 horas de moagem, nele é possível verificar os mesmos picos presentes na liga produzida por fundição mostrada na Figura 9. Apesar de possuir a adição de grafite, apenas os picos de Al e Zn se demonstraram presentes, não apresentando outro elemento de liga ou nova fase. Além disso, em tempos de moagem maiores, os sinais de zinco quase desaparecem, indicando uma redução do tamanho de partículas e dissolução do elemento na matriz de alumínio (DEAQUINO-LARA *et al.*, 2013).

Figura 14: Difratograma da liga 7075 reforçada com 1,5 % em peso de grafite moído por 5 e 10 horas



Fonte: Deaquino-Lara *et al.*(2013)

2.4.1 Parâmetros de metalurgia do pó para a liga 7075

Para se encontrar os parâmetros mais utilizados na liga 7075 produzidas por metalurgia do pó realizou-se uma revisão sistemática na *Scopus* com as palavras-chave “aluminium 7075” e “powder metallurgy”, o retorno foi de 175 artigos demonstrando a relevância deste estudo, pois existem diversos autores pesquisando sobre o assunto. A fim de filtrar-se ainda mais os artigos, consideraram-se apenas os últimos três anos, totalizando assim 44 artigos, que dentre eles foram descartados cinco artigos sem acesso e um de revisão. Para este trabalho é importante conter as etapas de compactação e sinterização, então após leitura do resumo e procedimento, foram descartados também os artigos que não continham as duas etapas simultaneamente. Desta forma a busca final chegou ao total de 20 artigos que se encontram na Tabela 4, nela se apresenta os valores usados na etapa de compactação e sinterização para cada autor, além da indicação se a compactação foi feita a quente ou a frio.

Para a melhor visualização os valores foram inseridos na Figura 15, onde os pontos verdes indicam os valores usados para a pressão de compactação, e os pontos roxos e azuis os valores de temperatura e tempo de sinterização respectivamente.

No próximo tópico alguns artigos levantados nesta revisão serão discutidos mais profundamente.

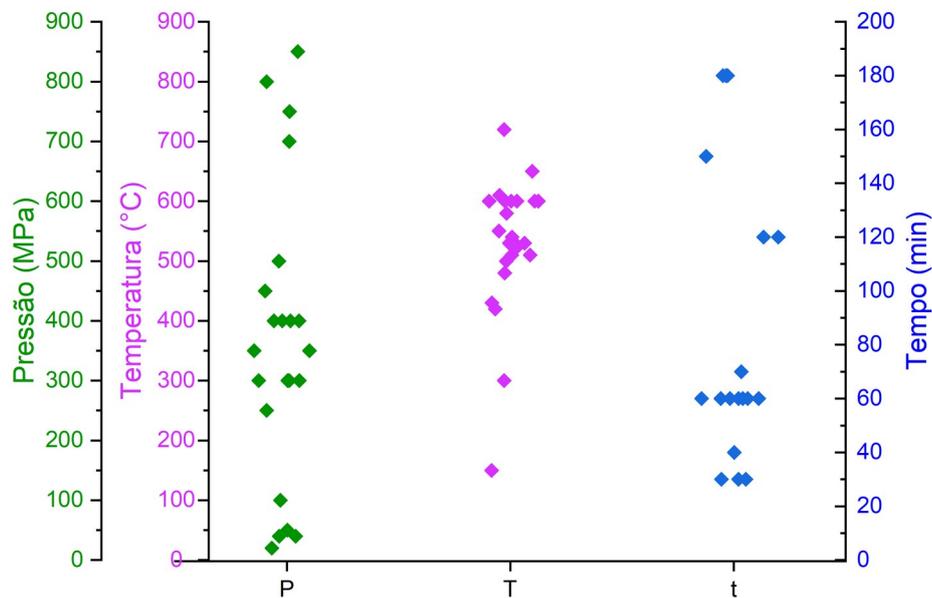
Tabela 4: Valores dos parâmetros dos artigos aceitos na revisão sistemática realizada na base *Scopus* para os últimos três anos em pesquisa realizada em 2023

Autor (es), Ano	Etapa de compactação		Etapa de sinterização	
	Tipo	Pressão (MPa)	Temperatura(°C)	Tempo(min)
AASHIKKHA <i>et al.</i> , 2023	Quente	300	510	60
SRIDHAR; LAKSHMI; RAJU, 2022	Fria	800	600	180
DING <i>et al.</i> , 2022	Quente	20	580-600-620	20-60-100
JOSHI <i>et al.</i> , 2022	Fria	350	610	40
ANAND <i>et al.</i> , 2022	Fria	400	720	180
SHRIVASTAVA <i>et al.</i> , 2022	Fria	400	600	-
SURYA; PRASANTHI, 2022	Fria	450	510	120
SURYA; GUGULOTHU, 2021	Fria	500	480	-
SURYA <i>et al.</i> , 2021	Fria	300	530	180
SALUR <i>et al.</i> , 2021	Quente	400	430	30

ALAM <i>et al.</i> , 2021	Fria	250-350	500-600	60
ARSUN; AKGUL; SIMSIR, 2021	Quente	40	550	60
SURYA; PRASANTHI; GUGULOTHU, 2021	Fria	300	530	-
SHRIVASTAVA <i>et al.</i> , 2021	Fria	400	420-600	30-60
AYDIN, 2021	Quente	50	525	70
SRIDHAR; LAKSHMI, 2021	Fria	750	580-600	120-150
SRIDHAR; LAKSHMI, 2020	Fria	700	-	-
CABALLERO <i>et al.</i> , 2020	Fria	850	650	60
ZHANG <i>et al.</i> , 2020	Quente	40	540	60
DURMUS, 2020	Quente	100-300	600	60

Fonte: Próprio Autor

Figura 15: Diagrama indicando os parâmetros empregados (pressão, temperatura e tempo) para processamento da liga de alumínio 7075 utilizando MAE, em trabalhos encontrados na literatura nos últimos três anos.



Fonte: Próprio Autor

2.4.2 Adição de partículas a liga 7075 processadas por moagem de alta energia/metalurgia do pó

A adição de diversas partículas são relatadas em trabalhos a fim de melhoras as propriedades das ligas, estas partículas são melhores distribuídas nas ligas com o uso de

metalurgia do pó, criando se uma distribuição mais homogênea (SRIDHAR; LAKSHMI, 2021).

Nas ligas 7075 as principais adições são de carbeto de silício (SiC), mostrando que uma adição de até 15% traz uma distribuição homogênea, melhora a dureza e a resistência ao desgaste (SURYA; GUGULOTHU, 2021). Juntamente com ele também pode ser adicionado o grafite que torna o material autolubrificante com maior resistência ao desgaste e melhora o coeficiente de atrito, porém a dureza e densidade são reduzidas (SRIDHAR; LAKSHMI; RAJU, 2022). Já a adição de magnésio e óxido de alumínio (Al_2O_3) juntamente com SiC aumenta a dureza e a resistência à corrosão (VELAVAN *et al.*, 2021; AASHIKKHA *et al.*, 2023).

O óxido de alumínio (Al_2O_3) também é utilizado sozinho criando uma distribuição uniforme, gerando uma melhora de 40% na dureza e um aumento de 2,4 vezes na resistência a compressão com a adição de 2% destas nanopartículas (SHRIVASTAVA *et al.*, 2022). Porém, adições maiores de 0,5% de Al_2O_3 causam redução da resistência à corrosão, sendo que adições superiores de 2,5% tornam até piores das ligas de alumínio 7075 puras (SHIVASTAVA *et al.*, 2021).

Outras partículas adicionadas relatadas em trabalhos da liga 7075 produzida por MP são os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) (FEIJOO *et al.*, 2022) nanotubos de carbono (CNTs) com tratamento de envelhecimento (ZHANG *et al.*, 2020). Além destes, outros menos comuns, porém mais *eco-friendly* são os carbonos hidrotermais (HTCs) e sementes de tâmaras. Os HTCs produziram ligas homogêneas com melhores durezas, resistência ao desgaste e a corrosão, tornando uma alternativa para os reforços a base de carbono (ARSUN; AKGUL, SIMSIR, 2021).

2.5 MICRODUREZA E DENSIFICAÇÃO DA LIGA 7075

Em relação à dureza vickers da liga 7075 pode-se encontrar vários valores na literatura, estes valores podem variar dependendo da forma como a amostra que foi produzida, se houve tratamento e/ou elementos adicionados. A liga com tratamento T6 (solubilizada e envelhecida artificialmente) possui valor de dureza de 180 HV (SOUZA; PADILHA, 2017), já se forem produzidas por metalurgia do pó com posterior tratamento T6 este valor cai para 168 HV e sem tratamento se pode adquirir valores de 58 HV (JOSHI *et al.*, 2022) e 64 HV (AASHIKKHA *et al.*, 2023).

Quando elas são reforçadas com 2, 4 e 6% de SiC as microdurezas obtidas foram 60, 65 e 70 HV respectivamente (SURYA *et al.*, 2021), se reforçadas com óxido de polietileno e polipropileno teve uma microdureza de 74,1 HV (DING *et al.*, 2022) e com 7% de adição de TiC foi possível uma dureza de 82,2 HV (ALAM *et al.*, 2021).

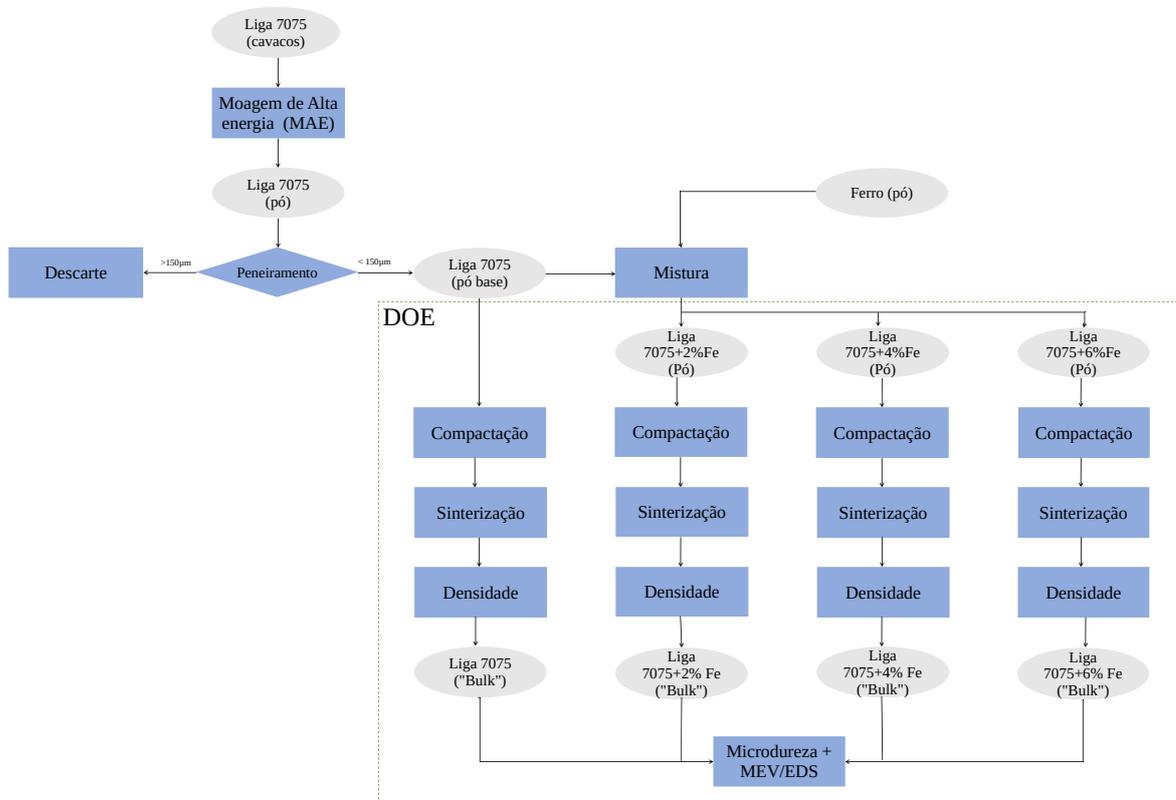
Já a densidade esperada da liga 7075 fundida é $2,81\text{g/cm}^3$ (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2012), por metalurgia do pó é possível adquirir amostras com densidade de $2,33\text{ g/cm}^3$ sendo 83% da densidade teórica (DING *et al.*, 2022) e $2,09\text{ g/cm}^3$ sendo 74% da teórica (AASHIKKHA *et al.*, 2023). Com adições de 2, 4 e 6% de SiC as densidades atingidas são 2,79, 2,815, $2,826\text{ g/cm}^3$ respectivamente, sendo 99% da teórica calculada pela regra da mistura (SURYA *et al.*, 2021).

3 DESENVOLVIMENTO

3.1 FLUXOGRAMA

O projeto conta com várias etapas, testes e ensaios, para representá-las um fluxograma esquemático se encontra na Figura 16. Os cavacos da liga 7075-T6 foram moídos para obtenção de pós e peneirados, as partículas menores que 150 μm foram então misturadas com 2%, 4% e 6% em peso de pó de ferro. Amostras das misturas e apenas do pó peneirado foram analisados por difração de raios X e ensaio granulométrico, depois os pós foram compactados em prensa uniaxial e isostática, foi posteriormente realizado a sinterização. Para a densidade foi realizado o ensaio de Arquimedes e em seguida as amostras foram preparadas metalograficamente para os ensaios de microdureza, após isto elas foram analisadas por MEV/ERE e todos os resultados então foram discutidos.

Figura 16: Fluxograma indicando as etapas do trabalho da metodologia utilizada no presente trabalho



Fonte: Próprio Autor

3.2 MATÉRIA PRIMA

Para o experimento foram utilizados cavacos de usinagem do alumínio 7075-T6 doados pelo laboratório nacional de astrofísica (LNA), sua composição se encontra na Tabela 5 que foi determinada a partir de MEV/EDS, para comparação também se encontra os valores por norma citada na Tabela 3. Os cavacos foram inicialmente limpos em ultrassom com aquecimento, para isto utilizou-se um béquer com água e detergente. Este processo foi repetido duas vezes com tempo de permanência de 10 minutos, depois se utilizou álcool por 5 minutos na mesma lavadora sem aquecimento, ao fim do processo os materiais foram secos a luz. Na Figura 17 contém a fotografia dos cavacos após a limpeza.

Tabela 5: Composição química em peso dos cavacos da liga 7075-T6 utilizado como matéria-prima e os valores esperados por norma

Composição (%p.)	Cavaco (%p.)	Norma (%p.)
Zn	5,4	5,1-6,1
Mg	3,0	2,1-2,9
Cu	1,2	1,2-2,0
Cr	x	0,18-0,28
Fe	x	≤0,50
Si	x	≤0,40
Mn	x	≤0,30
Ti	x	≤0,20
Al	87,5	Restante
Ag	3,0	x

Fonte: Próprio Autor

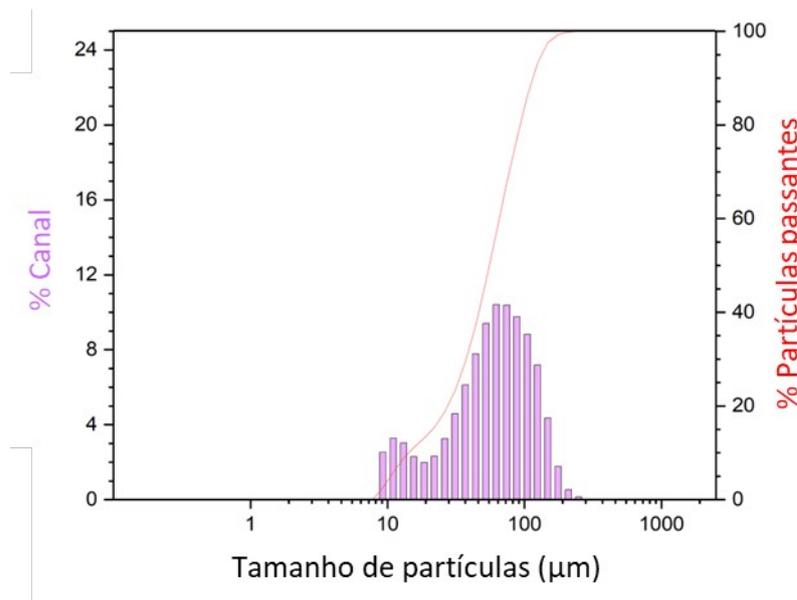
Figura 17: Fotografia dos cavacos de usinagem da liga 7075-T6 após limpeza em ultrassom



Fonte: Próprio Autor

O pó de ferro adicionado na segunda parte da moagem foi obtido por atomização a água com pureza de 99,50%p. e doado pela empresa Höganäs. Na Figura 18 é possível verificar a distribuição granulométrica deste pó que possui tamanho médio de partícula em volume (MV) de 84,92 μm .

Figura 18: Distribuição granulométrica do pó de ferro utilizado no presente trabalho



Fonte: Próprio Autor

3.3 PROCESSAMENTO/CONFECÇÃO DAS LIGAS

3.3.1 Planejamento de experimento

Na seção de revisão bibliográfica a Figura 15 apresenta um gráfico com três grupos de valores de pressão, porém o menor são trabalhos onde se realiza a compactação a quente e por isto estes valores foram descartados. Para a temperatura se escolheu a faixa de maior incidência de valores e para o tempo foram evitados valores mais altos devido ao consumo de energia e maiores riscos de oxidação do alumínio. Os valores adotados para este trabalho se encontram na Tabela 6, juntamente com a quantidade de níveis de cada parâmetro. Na etapa de compactação também foi utilizada em uma prensa isostática com pressão de 250 MPa, sendo este valor o mesmo para todas as amostras, portanto não entrou no planejamento de experimentos.

Tabela 6: Valores adotados para os parâmetros de pressão, temperatura e tempo no planejamento de experimento

Parâmetros	Nível			
	1	2	3	4
Pressão de compactação (MPa)	400	700	-	-
Temperatura de sinterização (°C)	500	600	-	-
Tempo de sinterização (min)	60	120	-	-
Concentração de ferro adicionado (%p)	0	2	4	6

Fonte: Próprio Autor

No software *Minitab*® com a ferramenta DOE foi elaborado a Tabela 7, que consta todas as condições para a produção de cada amostra, para isto se utilizou o modelo fatorial multinível com um nível de confiança de 95%, a fim de reduzir os erros foram produzidas três amostras para cada combinação de fatores.

Tabela 7: Combinação de valores para confecção das amostras nas etapas de compactação e sinterização para cada concentração de ferro

Experimento	Concentração de ferro adicionado (%)	Etapa de compactação		Etapa de sinterização	
		Pressão em prensa uniaxial (MPa)	Pressão em prensa isostática (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	0	400	250	500	60
2	0	400	250	500	120
3	0	400	250	600	60
4	0	400	250	600	120
5	0	700	250	500	60
6	0	700	250	500	120
7	0	700	250	600	60
8	0	700	250	600	120
9	2	400	250	500	60
10	2	400	250	500	120
11	2	400	250	600	60
12	2	400	250	600	120
13	2	700	250	500	60
14	2	700	250	500	120
15	2	700	250	600	60
16	2	700	250	600	120
17	4	400	250	500	60
18	4	400	250	500	120
19	4	400	250	600	60
20	4	400	250	600	120
21	4	700	250	500	60
22	4	700	250	500	120
23	4	700	250	600	60
24	4	700	250	600	120
25	6	400	250	500	60
26	6	400	250	500	120
27	6	400	250	600	60
28	6	400	250	600	120
29	6	700	250	500	60
30	6	700	250	500	120
31	6	700	250	600	60
32	6	700	250	600	120

Fonte: Próprio Autor

3.3.2 Produção do pó da liga via moagem de alta energia

- Moagem de alta energia dos cavacos da liga 7075-T6

Os cavacos foram reduzidos em moinho de alta energia da marca Noah-Nuoya, modelo NQM, sendo os jarros e as esferas de aço inoxidável, em cada jarro colocou-se 40 g de cavacos de alumínio, pesados em balança da marca Shimadzu modelo AUY220. Também foi adicionado 3 ml de metanol e usado a relação massa bola de 1:10, sendo distribuídas entre os quatro diâmetros diferentes de esfera disponíveis, o gás argônio foi adicionado a fim de evitar oxidação do alumínio. A velocidade de rotação utilizada foi de 400 rpm, com tempo de moagem de 40 horas, sendo ciclos de 60 minutos e tempo de parada de 10 minutos, todos os parâmetros de moagem se encontram na Tabela 8.

Tabela 8: Valores para a realização da moagem de alta energia dos cavacos da liga 7075-T6

Parâmetro	Valor
Massa do material (g)	40
Relação massa/bola	1:10
Metanol (ml)	3
Atmosfera	Argônio
Velocidade de rotação (rpm)	400
Tempo de moagem (h)	40
Tempo do ciclo (min)	60
Tempo de parada (min)	10

Fonte: Próprio Autor

Os valores usados durante esta moagem foram baseados no trabalho de Oliveira (2018) e assim como ocorreu no trabalho citado, este trabalho também teve comportamento pirofórico. Para evitar perdas do material após a moagem o mesmo ficava em geladeira por 24 horas antes da abertura do jarro, após isto era realizada a abertura e o material ficava mais 24 horas refrigerado, para só depois poder ser manipulado.

- *Mechanical Alloy* da liga 7075 com adição de ferro

Após moído o material foi selecionado utilizando peneira de 150 μm e o pó foi caracterizado por DRX e granulômetro a laser. Então os pós da liga 7075 com partículas

menores que 150 μm foram misturados com 2%, 4% e 6% em peso de pós de ferro, para isto utilizou-se o mesmo moinho com velocidade de rotação de 250 rpm por 2 horas, sendo os ciclos de 30 minutos, tempo de parada de 10 minutos, a relação massa bola utilizado foi de 1:10 e houve adição do gás de argônio, os parâmetros se encontram na Tabela 9. Cada condição foi caracterizada por DXR e granulômetro a laser.

Tabela 9: Valores para a realização de *Mechanical Alloy* da liga 7075 com adição de ferro

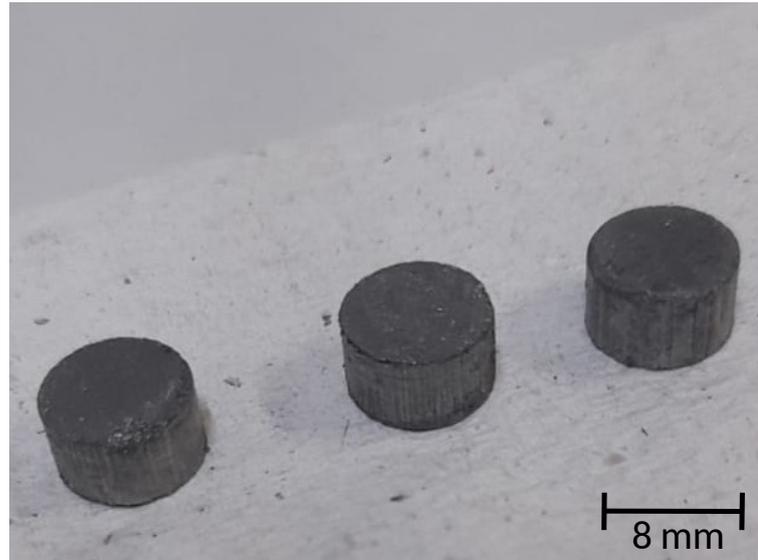
Parâmetros	Valor
Relação massa/bola	1:10
Metanol (ml)	3
Atmosfera	Argônio
Velocidade de rotação (rpm)	250
Tempo de moagem (h)	2
Tempo do ciclo (min)	30
Tempo de parada (min)	10

Fonte: Próprio Autor

3.3.3 Compactação e Sinterização

Para cada concentração de ferro foi realizada a compactação nas pressões de 2 toneladas (400 MPa) e de 3,5 toneladas (700 MPa) utilizando prensa hidráulica, Schulz, com carga máxima de 15 toneladas. Para cada amostra foi utilizado 0,5 g de pó da mistura, que foi adicionado em um molde cilíndrico de 8mm de diâmetro, após ter atingido a pressão desejada aguardava-se um minuto antes de soltar a carga e retirar a amostra. Algumas amostras quebravam-se após o processo e nestes casos eram refeitas até que no total se obtivesse 24 amostras/réplicas para cada concentração de ferro, sendo metade a prensadas a 400 MPa e a outra metade a 700 MPa, as amostras após este processo podem ser vistas na Figura 19.

Figura 19: Fotografia de uma amostra e suas réplicas após compactação em prensa uniaxial

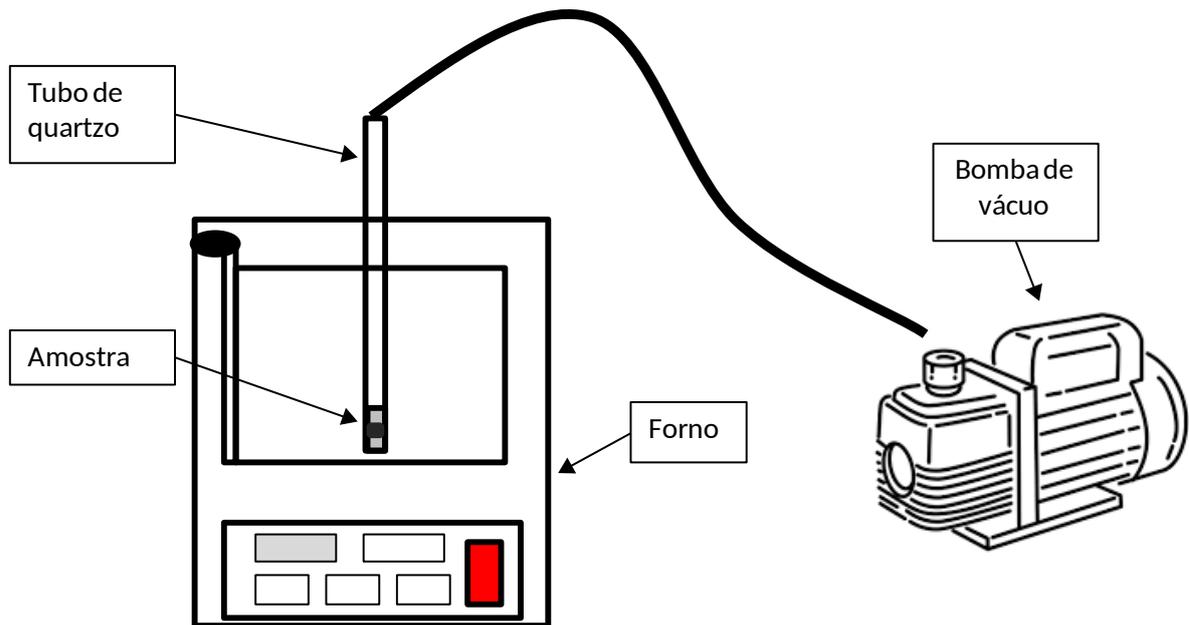


Fonte: Próprio Autor

Cada amostra foi colocada individualmente em material nitrílico com vácuo, amarradas e inseridas na prensa isostática da marca WT Indústria modelo IDWTI 404-17, para este processo de compactação foi utilizado a pressão de 2500 bar (250 MPa) para todas as amostras, após atingir este valor a prensa era mantida pressurizada por 10 minutos.

Para a sinterização as amostras juntamente com o pó de nióbio foram dispostas no interior de um tubo de quartzo fechado em uma das extremidades, e na outra foi acoplado a uma bomba de vácuo mecânico. O pó de nióbio foi utilizado para evitar o contato entre a amostra de alumínio e o tubo de quartzo (SiO_2), uma vez que este metal reduz o óxido de silício. A parte fechada do tubo foi inserida no interior do forno elétrico da marca EDG modelo 3000, enquanto a extremidade oposta foi acoplada a bomba de vácuo mecânico alojada ao lado de fora do forno, conforme é demonstrado no desenho da Figura 20.

Figura 20: Desenho esquemático do sistema de vácuo utilizado na etapa de sinterização das amostras



Fonte: Próprio Autor

Nesta etapa quatro combinações de parâmetros foram utilizadas conforme determinado anteriormente, foram então sinterizadas amostras a 500°C por 60 min, 500°C por 120 min, 600°C por 60 min e 600°C por 120 min, estas condições foram realizadas nas duas pressões da etapa anterior para cada concentração, todas as amostras estão especificadas na Tabela 7 na seção 3.3.1. A taxa de aquecimento do forno era de 10°C/min e as amostras foram inseridas quando o forno estava entre 100°C e 200°C, após o processo as amostras eram resfriadas dentro do próprio forno.

3.4 CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS DA LIGA 7075 COM E SEM ADIÇÃO DE FERRO

3.4.1 Caracterização por difratometria de raios X (DRX)

Após cada moagem o pó também foi analisado por difratometria de raios X, pelo equipamento panalytical modelo X pert PRO com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,15405 \text{ nm}$) do laboratório de caracterização estrutural (LCE) da UNIFEI, os parâmetros utilizados foram tempo de contagem de 1s por passo, passo de $0,02^\circ\theta$ a 40kV e 30mA e com ângulo de varredura entre 10-90°.

3.4.2 Caracterização por granulometria a Laser

Uma porção de pó após cada moagem foi caracterizado por granulômetro a laser da marca Microtec Flex S3500 do laboratório de caracterização estrutural (LCE) da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI). O equipamento possui um software que cria uma distribuição das partículas e informa os valores cumulativos de D10, D50 e D90, onde D10 significa que 10% das partículas são menores que o valor dado, o mesmo ocorre para D50 e D90 sendo que 50% e 90% são menores que os valores dados respectivamente. Além disso, fornece também o valor de MV que é o tamanho médio das partículas em volume, valor este geralmente utilizado para comparar diferentes comportamentos de pós.

3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS SINTERIZADAS

3.5.1 Determinação da densidade

Após a sinterização os corpos de provas eram colocados submersos em água destilada por 48 horas para posterior determinação da densidade pelo princípio de Arquimedes. Inicialmente era inserida na balança a densidade da água contida no manual que leva em consideração a temperatura marcada no termômetro. Depois a amostra que estava há 48 horas em água destilada era seca em papel e colocada na balança de cima para obter sua massa úmida, em seguida ela é colocada na balança em contato com a água para calcular sua densidade que era mostrado na balança dedicada. Como algumas amostras eram muito porosas existia uma instabilidade no valor, portanto foi estipulado adotar o tempo de 30 minutos para a leitura da medida. Este procedimento foi realizado uma única vez para cada amostra e suas réplicas pela balança mostrada na Figura 21 com os seus aparatos para a análise de Arquimedes.

Figura 21: Balança equipada com os dispositivos para o ensaio de Arquimedes



Fonte: Próprio Autor

Como foram adicionadas diferentes concentrações de ferro, a densidade também se difere. Portanto, para se achar a densidade esperada para cada liga produzida foi utilizado a Equação 1, onde é multiplicado a densidade da liga 7075 pela sua concentração e do elemento ferro pela sua concentração, com a soma dos dois se obtém a densidade esperada. Já para a densidade relativa foi dividido o valor da maior densidade medida pela densidade da esperada da liga em questão, o resultado então foi multiplicado por 100 para dar em porcentagem, conforme mostrado na Equação 2.

$$d_{espliga} = d_{7075} \times \%7075 + d_{Fe} \times \%Fe \quad (\text{eq.1})$$

$$d_{rel.} = \frac{d_{medida}}{d_{esperada}} \times 100 \quad (\text{eq.2})$$

3.5.2 Ensaio de Microdureza Vickers

As amostras sinterizadas foram cortadas no sentido longitudinal em máquina de corte de velocidade baixa com disco diamantado na *Isomet* da marca Büeller (Figura 22).

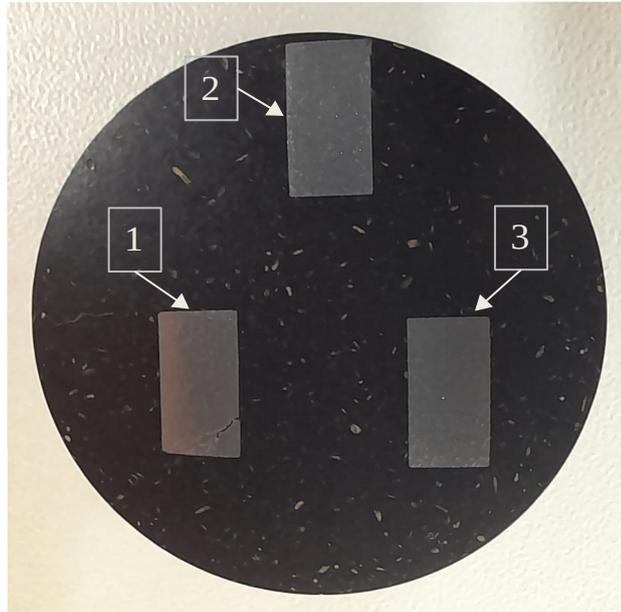
Figura 22: Máquina de corte *Isomet* de rotação baixa com disco diamantado



Fonte: Próprio Autor

Depois as amostras e suas réplicas foram embutidas padronizadas nas posições determinadas conforme a Figura 23, para evitar perdas de dados de ensaios realizados anteriormente, sendo 1 a amostra principal e 2 e 3 as réplicas. Para isto usou-se uma embutidora da marca FORTEL modelo EFD 30 e baquelite. Em seguida foi realizado o lixamento com granulometrias de 220, 400, 600 e 1200 na lixadora automática da marca AROTEC, modelo Aropol2V. Depois se usou uma politriz automática da marca Alcrisa, modelo ALP2/4 para o polimento com pano próprio e alumina.

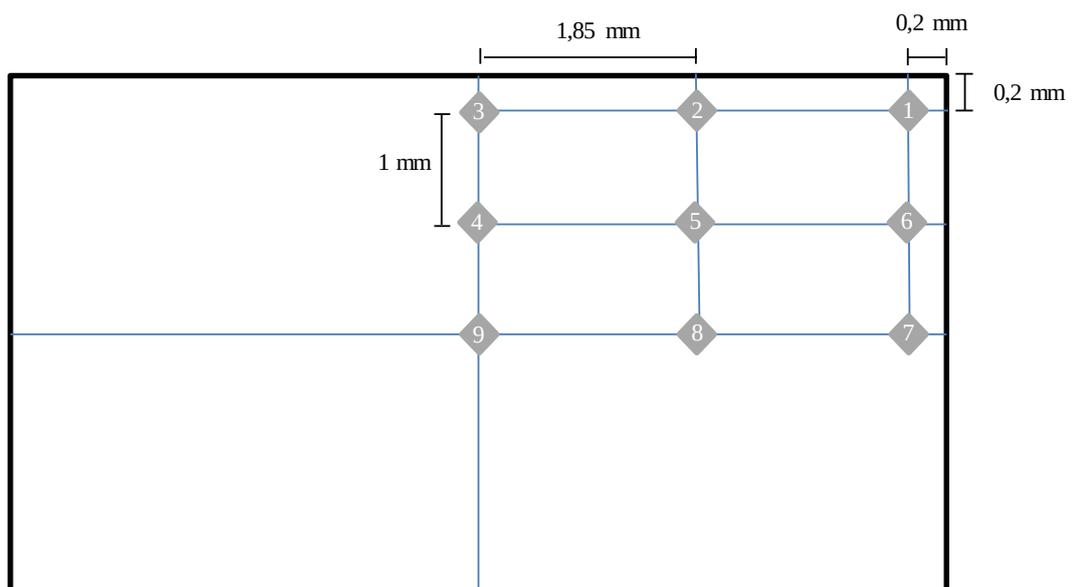
Figura 23: Fotografia para exemplificação do modelo de embutimento da amostras e suas réplicas após o corte



Fonte: Próprio Autor

Então nas amostras e réplicas foram realizadas nove medidas de microdureza em cada uma, as medições foram distribuídas conforme a Figura 24 para manter uma varredura por toda a amostra. Para o ensaio foi utilizado o microdurômetro digital da marca TIME, modelo TH721/721Z com carga de 1,98 N (200 g) e a carga era mantida por 10 segundos.

Figura 24: Modelo esquemático das posições de realização das medidas no ensaio de microdureza Vickers



Fonte: Próprio Autor

3.5.3 Análise da densidade e microdureza utilizando o planejamento de experimento

- Análise da densidade

No software gerou-se o gráfico de Pareto para analisar os fatores ou as combinações deles que são significantes, para isto utilizou as medidas de densidade de cada amostra A1, A2 e A3 de cada condição. Também foram analisados os resultados pelo gráfico dos efeitos principais, que verifica qual o efeito de cada parâmetro na resposta densidade.

- Análise da microdureza

No caso da microdureza em cada amostra A1, A2 e A3 foram realizadas nove medidas, então antes foi preciso verificar a existências de *outliers*, ou seja, valores que não pertencem à população das medidas. Para isto, utilizou-se a ferramenta *outlier test* para o teste de *Grubbs*, cujo o objetivo é identificar por um teste de hipótese se os valores encontrados são provenientes de uma mesma população ou não. Assim, elabora-se o seguinte teste de hipótese:

H0: Os valores extremos são dados provenientes da mesma população

H1: Os valores extremos serão considerados *outliers*

Se o valor de *p-value* for maior que 0,05 aceita a hipótese nula (H0), que significa que não tem *outliers* neste grupo de medidas. Já se o valor de *p-value* for menor ou igual a 0,05, nestes casos rejeita a hipótese nula (H0) e aceita a hipótese alternativa, ou seja, possuem medidas consideradas *outliers*. O próprio teste também indica quais são os valores de *outliers* e para a retirada deles da população de valores é necessário existir uma motivação para isto.

Com os dados restantes é feito a média da microdureza que será o valores finais de A1, A2 e A3, com estes então será elaborado o gráfico de Pareto e dos efeitos principais para verificar os fatores ou as combinações são significativos e como os parâmetros principais influenciam na microdureza.

- Otimização dos parâmetros

Primeiro realizou-se a otimização em cada concentração de ferro separadamente, a fim de que fosse possível verificar os melhores parâmetros em cada concentração. Portanto, o modelo utilizado foi o fatorial completo 2^k , com k valendo três, sendo os fatores pressão, temperatura e tempo com dois níveis cada. Com isto é possível determinar os parâmetros ótimos para produzir a amostra com melhores resultados naquela condição de adição de ferro, além de disponibilizar formulas onde é possível inserir valores dentro dos limites utilizados e adquirir a resposta esperada para aquela condição.

Em seguida inseriu-se também na análise o parâmetro concentração de ferro, para isto utilizou se o modelo fatorial 2^k4^1 , sendo que pressão, temperatura e tempo possuem dois níveis cada e a concentração com quatro níveis. Neste caso os parâmetros são otimizados para produzir a melhor amostra dentre todas.

3.5.4 Caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras com os parâmetros otimizados foram analisadas por microscopia eletrônica para tentar entender a motivação delas serem as consideradas com melhores resultados. Para isto, utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura Carl Zeiss EVO MA15 do laboratório de caracterização estrutural (LCE) da UNIFEI, as análises de composição foram realizadas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) acoplada ao MEV.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS ANTES DA COMPACTAÇÃO / SINTERIZAÇÃO (PÓS)

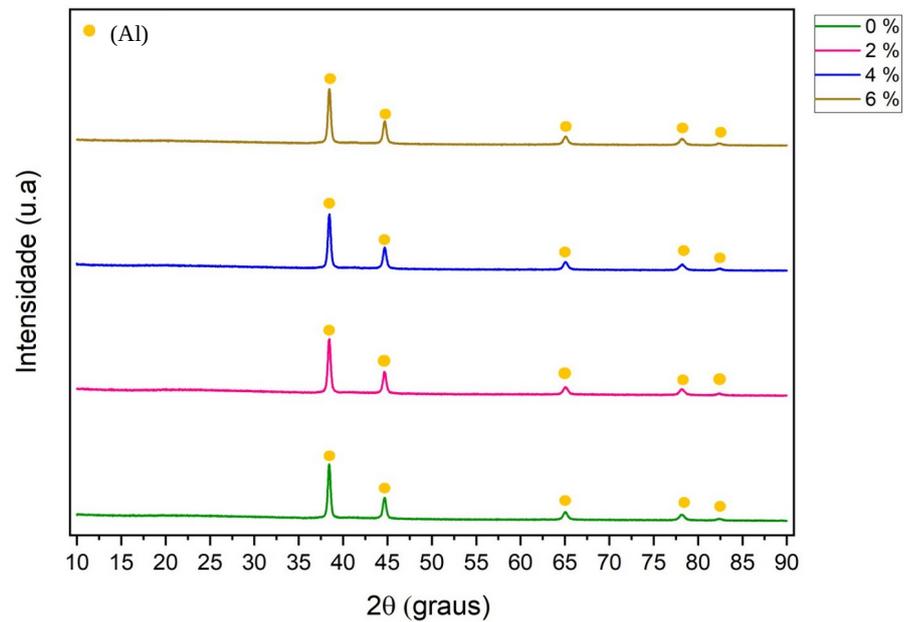
4.1.1 Difratometria de raios X (DRX)

Durante o processo de moagem, além da redução do tamanho de partículas, outro fenômeno que pode ocorrer são as mudanças na estrutura cristalina, por exemplo, alteração do parâmetro de rede devido ao encruamento ou transformações de fases. Geralmente, quando isto ocorre, o processo de compactação é dificultado, pois a resistência a verde diminui. Portanto, o ideal é que após o processo o material mantenha os parâmetros da sua estrutura cristalina, ou seja, que os picos do DRX se assemelhem ao material de origem, significando que a sua estrutura foi mantida, pouco alterada ou recuperada (SILVEIRA, 2022).

A Figura 25 e Tabela 10 mostram o resultado do DRX para os pós da liga 7075 após moagem de alta energia nas seguintes condições: apenas o pó gerado pela moagem dos cavacos (sem adição de ferro) e subsequente moagem desses pós com adições de 2, 4 e 6% de ferro. Os difratogramas da Figura 25 indicam a presença apenas dos picos relativos à fase (Al) sem alteração do parâmetro de rede (posição 2θ) entre as condições. Na intensidade dos picos não houve também diferença significativa em nenhuma posição 2θ para as quatro condições, como demonstra a intensidade relativa da Tabela 10.

Estes resultados sugerem que ou o ferro está em solução sólida com o alumínio e por possuírem raios atômicos semelhantes causaria pouca alteração no parâmetro de rede ou que este elemento está na forma de (Fe), mas em uma concentração insuficiente para ser detectada, conforme já relatado em outros trabalhos (RIOS; LIMA, 2010; DEQUINO-LARA *et al.*, 2013; FEIJOO *et al.*, 2022). Também é possível observar que nenhum outro intermetálico relatado na revisão de literatura foi detectado no teste.

Figura 25: Difratogramas dos pós da liga 7075 após moagem de alta energia com adições de 0%, 2%, 4% e 6% de ferro



Fonte: Próprio Autor

Tabela 10: Intensidade absoluta e relativa dos picos de DRX para todas as amostras de pó

Liga	Pico 1 ($2\theta \sim 38,4$)	Pico 2 ($2\theta \sim 44,7$)	Pico 3 ($2\theta \sim 65$)	Pico 4 ($2\theta \sim 78,2$)	Pico 5 ($2\theta \sim 82,4$)
	Intensidade [u.a]	Intensidade [u.a]	Intensidade [u.a]	Intensidade [u.a]	Intensidade [u.a]
	(relativa [%])	(relativa [%])	(relativa [%])	(relativa [%])	(relativa [%])
7075+0%Fe	6026 (100)	2604 (43,2)	1140 (18,9)	871 (14,5)	459 (7,6)
7075+2%Fe	5399 (100)	2376 (44,0)	1114 (20,6)	828 (15,3)	435 (8,1)
7075+4%Fe	6091 (100)	2655 (43,6)	1140 (18,7)	905 (14,9)	466 (7,7)
7075+6%Fe	6431 (100)	2958 (46,0)	1262 (19,6)	1014 (15,8)	508 (7,9)

Fonte: Próprio Autor

4.1.2 Granulometria

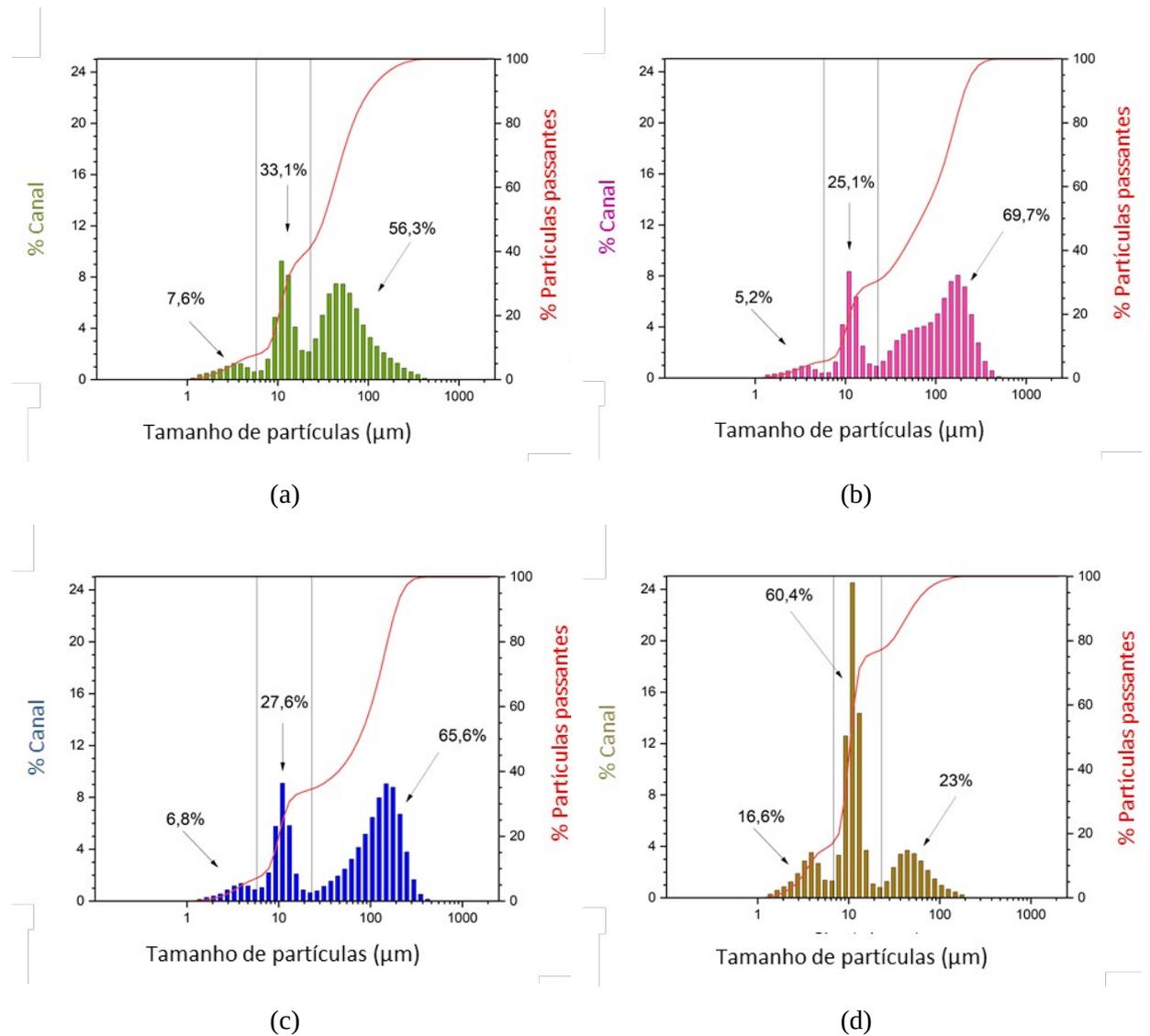
Assim como na análise por DRX, o ensaio de granulometria foi feito para os pós da liga 7075 e para os pós da liga 7075 com adições de 2, 4 e 6% de ferro. A Figura 26 apresenta os gráficos de distribuição granulométrica assim como as curvas acumulativas para os quatro casos. Já a Tabela 11 apresenta os valores de D10, D50, D90 e MV, bem como o menor e

maior tamanho de partícula encontrado no ensaio. As quatro distribuições de pós são trimodais, porém as com 0%, 2% e 4% de ferro possuem faixas de partículas parecidas, aproximadamente entre 1,2 e 450 μm , além disto, aproximadamente 65% das suas partículas se encontram na faixa de 26 a 450 μm , 27% na faixa de 5,5 a 26 μm e o restante entre 1,2 e 5,5 μm . Já a amostragem com 6% de ferro possuem partículas com uma faixa menor entre 1,3 a 176 μm , além disto, 60,4% das partículas se encontram entre 7,8 e 26 μm , 23% entre 26 e 176 μm e o restante entre 1,3 e 7,8 μm .

Considerando uma melhor compactação é interessante que o pó tenha uma população maior de partícula e que sejam polimodais, pois as partículas menores espalham entre as maiores e mantêm mais contatos que ajudam na etapa de sinterização (SILVEIRA, 2022). Portanto, apesar da amostra de 6% possuir partículas com tamanho médio em volume (MV) menor de 19,20 μm , não necessariamente será a que terá a melhor compactação, pois a maioria se encontra em partículas médias, depois em partículas pequenas e grandes. As demais amostragens são constituídas de sua grande maioria de partículas grandes, depois um pouco de médias e menos de 7% de partículas pequenas.

Vale ressaltar que, apesar do pó base da liga 7075 ter sido peneirado (conforme Figura 16) com abertura para partículas de 150 μm e o pó de ferro adicionado, também possuir granulometria menor do que 150 μm , em todos os gráficos é possível verificar uma pequena quantidade de partículas acima deste valor. Isto possivelmente ocorreu devido a uma aglomeração dos pós durante o experimento ou soldagem durante a moagem. Em ambos os casos, não deve haver comprometimento nas etapas posteriores do processo, uma vez que ocorreu em uma porção pequena e em todas as amostras.

Figura 26: Distribuição granulométrica dos pós da liga 7075 (a) sem adição de ferro e com adição de (b) 2% de ferro (c) 4% de ferro e (d) 6% de ferro



Fonte: Próprio Autor

Tabela 11: Valores dos ensaios de granulometria dos pós da liga 7075 e com adições de 2%, 4% e 6% de ferro

Liga	Menor tamanho de partícula (μm)	Maior tamanho de partícula (μm)	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)	MV (μm)
7075	1,16	418,60	7,84	32,10	102,60	45,66
7075 + 2%Fe	1,38	497,80	8,97	68,50	207,90	91,30
7075 + 4%Fe	1,38	418,60	7,74	74,82	188,00	84,99
7075 + 6%Fe	1,38	176,00	3,65	10,45	49,22	19,20

Fonte: Próprio Autor

4.2 CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS APÓS COMPACTAÇÃO / SINTERIZAÇÃO

4.2.1 Densidade

Para a identificação das amostras irá se utilizar Fe para a concentração de ferro adicionado, P para a pressão de compactação, T para a temperatura de sinterização e t para o tempo de sinterização. A frente de cada letra irá estar o valor utilizado para aquela amostra específica, por exemplo, a amostra Fe2-P400-T600-t60 foi produzida com adição de 2% de ferro, compactada a pressão de 400 MPa, com temperatura de 600 °C e tempo de 60 minutos na sinterização. A pressão de compactação na isostática não entrou, pois é a mesma em todos os casos.

Na tabela 12 se encontram as indicações de cada amostra com a descrição de cada parâmetro usado e os valores do ensaio de Arquimedes para a amostra A1, A2 e A3 de cada condição, sendo A1 a amostra principal e A2 e A3 as réplicas.

Tabela 12: Valores de densidade determinado por Arquimedes para as amostras e as réplicas A1, A2 e A3 para todas as condições

Amostra	Concentração de Fe adicionado (%)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Densidade (g/cm ³)		
					A1	A2	A3
Fe0-P400-T500-t60	0	400	500	60	2,44	2,34	2,36
Fe0-P400-T500-t120	0	400	500	120	2,37	2,39	2,29
Fe0-P400-T600-t60	0	400	600	60	2,07	2,45	2,49
Fe0-P400-T600-t120	0	400	600	120	2,27	2,24	2,44
Fe0-P700-T500-t60	0	700	500	60	2,36	2,35	2,42
Fe0-P700-T500-t120	0	700	500	120	2,43	2,24	2,44
Fe0-P700-T600-t60	0	700	600	60	2,31	2,43	2,38
Fe0-P700-T600-t120	0	700	600	120	2,43	2,47	2,50
Fe2-P400-T500-t60	2	400	500	60	2,30	2,42	2,39
Fe2-P400-T500-t120	2	400	500	120	2,35	2,47	2,17
Fe2-P400-T600-t60	2	400	600	60	2,49	2,31	2,47
Fe2-P400-T600-t120	2	400	600	120	2,24	2,30	2,29
Fe2-P700-T500-t60	2	700	500	60	2,45	2,41	2,47
Fe2-P700-T500-t120	2	700	500	120	2,49	2,43	2,40
Fe2-P700-T600-t60	2	700	600	60	2,41	2,37	2,28

Fe2-P700-T600-t120	2	700	600	120	2,49	2,47	2,42
Fe4-P400-T500-t60	4	400	500	60	2,46	2,46	2,40
Fe4-P400-T500-t120	4	400	500	120	2,38	2,43	2,46
Fe4-P400-T600-t60	4	400	600	60	2,37	2,39	2,48
Fe4-P400-T600-t120	4	400	600	120	2,48	2,52	2,49
Fe4-P700-T500-t60	4	700	500	60	2,51	2,37	2,50
Fe4-P700-T500-t120	4	700	500	120	2,51	2,43	2,41
Fe4-P700-T600-t60	4	700	600	60	2,61	2,55	2,61
Fe4-P700-T600-t120	4	700	600	120	2,43	2,50	2,49
Fe6-P400-T500-t60	6	400	500	60	2,45	2,40	2,43
Fe6-P400-T500-t120	6	400	500	120	2,40	2,49	2,50
Fe6-P400-T600-t60	6	400	600	60	2,32	2,41	2,34
Fe6-P400-T600-t120	6	400	600	120	2,37	2,37	2,30
Fe6-P700-T500-t60	6	700	500	60	2,46	2,43	2,43
Fe6-P700-T500-t120	6	700	500	120	2,55	2,19	2,32
Fe6-P700-T600-t60	6	700	600	60	2,49	2,47	2,43
Fe6-P700-T600-t120	6	700	600	120	2,55	2,45	2,36

Fonte: Próprio Autor

A densidade teórica da liga 7075 é de 2,81 g/cm³ enquanto que do ferro é 7,88 g/cm³ (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2012). Na Tabela 13 é possível verificar as densidades esperadas para as amostras da liga 7075 e das ligas 7075 com adições de 2, 4 e 6% de ferro, calculadas conforme a Equação 1, descrita na seção 3.5.1. Também é expresso nela o maior valor de densidade adquirida na Tabela 12 para condição de adição de ferro. Para a densidade relativa foi utilizada a Equação 2 também descrita na seção anterior.

Como exemplo foi calculado para a liga 7075+2%Fe, onde possui 98 %p da liga 7075 e 2 %p de ferro, como resultado obtém-se a densidade esperada de 2,91 g/cm³ para este caso. A densidade relativa é encontrada dividindo o maior valor obtido para a concentração de ferro, que foi de 2,49 g/cm³ pela densidade esperada da liga, que resultou em 85,64%.

$$d_{7075+2\%Fe} = 2,81 \times 0,98 + 7,88 \times 0,02 = 2,91 \frac{g}{cm^3}$$

$$d_{rel.} = \frac{2,49}{2,91} \times 100 = 85,64 \%$$

Na literatura se encontram valores entre 74 e 99 % de densidade relativa, portanto os valores encontrados estão dentro do esperado.

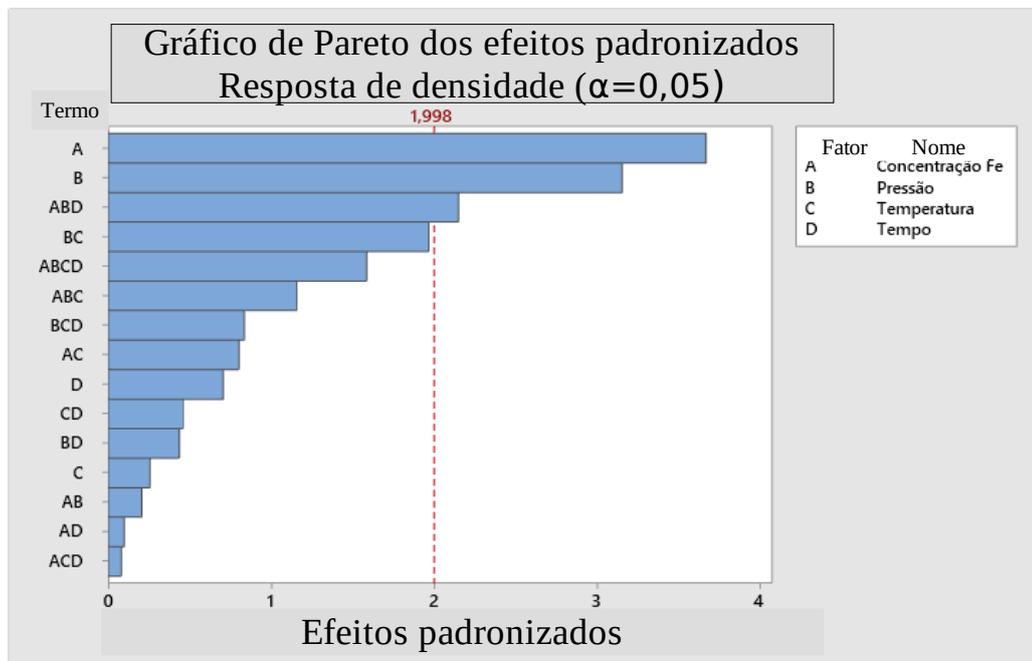
Tabela 13: Valores de densidade da mistura e a relativa para a liga 7075 e as com adições de 2%, 4% e 6% de ferro

Liga	Densidade mistura (g/cm ³)	Densidade medida maior (g/cm ³)	Densidade relativa (%)
7075	2,81	2,50	88,93
7075+2%Fe	2,91	2,49	85,64
7075+4%Fe	3,01	2,61	86,64
7075+6%Fe	3,11	2,55	81,96

Fonte: Próprio Autor

A Figura 27 indica quais fatores ou interações são estatisticamente significativos, sendo que todos que estão ao lado direito da linha tracejada são significativos para o processo, nela foi analisada a resposta densidade e se mostrou significantes a concentração de ferro, a pressão e a interação da concentração+pressão+tempo, sendo o com maior efeito a concentração do ferro.

Figura 27: Gráfico de Pareto padronizado indicando os fatores e suas interações significantes para a densidade

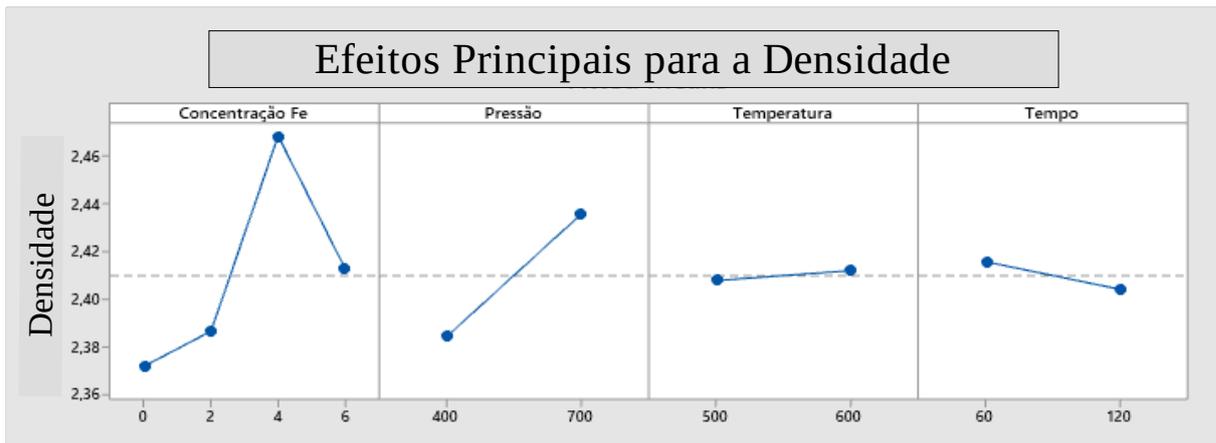


Fonte: Próprio Autor

Na Figura 28 se apresenta separadamente a interação de cada fator com a densidade, como neste trabalho se busca uma amostra mais densa, as retas crescentes têm efeitos

positivos e as retas decrescentes negativos. A concentração de ferro foi analisada em quatro níveis, portanto não se comportou como uma reta, porém é possível observar um aumento até 4% de adição de ferro e depois uma queda, mostrando a melhor condição neste valor. A pressão tem um efeito positivo e relevante, já os parâmetros temperatura e tempo têm um efeito quase zero nos experimentos.

Figura 28: Gráfico dos efeitos para os fatores concentração, pressão, temperatura e tempo na resposta de densidade



Fonte: Próprio Autor

4.2.2 Microdureza

Para a demonstração da análise de *outliers* foi selecionada a condição com adição de 2% de ferro, o mesmo processo foi feito para as demais concentrações e as Tabelas se encontram no apêndice. Na Tabela 14 se encontram a quantidade de medidas avaliadas, os valores das médias, desvio padrão, os valores máximos e mínimos, valor do teste de *Grubbs* e o *p-value* para todas as condições e suas réplicas.

Na maior parte das amostras o *p-value* é superior que 0,05, aceitando desta forma a hipótese nula (H_0), que significa que não tem *outliers* neste grupo de medidas. Porém, em três amostras da Tabela 14 possuem valores de *p-value* menor ou igual a 0,05, nestes casos rejeita a hipótese nula (H_0) e aceita a hipótese alternativa, ou seja, possuem medidas consideradas *outliers*. Os valores indicados como *outliers* se encontram na Tabela 15 juntamente com a descrição da amostra que obteve este valor.

Tabela 14: Resultados do teste de *Grubbs* para todas as amostras da liga 7075 com adição de 2% de ferro, demonstrando os valores de *p-value*

Amostra	Quantidade	Média	Desvio	Valor Mínimo	Valor Máximo	<i>Grubbs</i>	<i>P-value</i>
Fe2-P400-T500-t60-A1	9	101,54	10,50	90,37	126,90	2,42	0,01
Fe2-P400-T500-t60-A2	9	99,47	7,24	87,11	108,70	1,71	0,57
Fe2-P400-T500-t60-A3	9	96,68	10,77	77,48	108,20	1,78	0,44
Fe2-P400-T500-t120-A1	9	74,75	18,03	48,72	103,70	1,61	0,78
Fe2-P400-T500-t120-A2	9	94,28	10,40	79,04	108,20	1,47	1,00
Fe2-P400-T500-t120-A3	9	74,61	23,05	41,75	105,20	1,43	1,00
Fe2-P400-T600-t60-A1	9	88,96	15,30	55,58	106,40	2,18	0,06
Fe2-P400-T600-t60-A2	9	48,07	10,08	34,67	64,00	1,58	0,83
Fe2-P400-T600-t60-A3	9	84,13	17,09	47,90	101,60	2,12	0,09
Fe2-P400-T600-t120-A1	9	43,11	13,23	23,36	59,06	1,49	1,00
Fe2-P400-T600-t120-A2	9	69,32	23,64	37,85	101,00	1,34	1,00
Fe2-P400-T600-t120-A3	9	80,45	20,53	58,23	112,70	1,57	0,86
Fe2-P700-T500-t60-A1	9	95,42	10,15	72,93	106,10	2,22	0,05
Fe2-P700-T500-t60-A2	9	93,89	5,42	85,63	101,20	1,52	0,97
Fe2-P700-T500-t60-A3	9	89,42	4,90	81,80	97,46	1,64	0,70
Fe2-P700-T500-t120-A1	9	83,26	18,61	60,86	115,50	1,73	0,53
Fe2-P700-T500-t120-A2	9	77,92	12,70	60,29	97,27	1,52	0,97
Fe2-P700-T500-t120-A3	9	92,80	7,07	81,40	101,60	1,61	0,76
Fe2-P700-T600-t60-A1	9	100,21	12,79	80,80	121,00	1,63	0,73
Fe2-P700-T600-t60-A2	9	87,87	7,01	77,20	97,27	1,52	0,98
Fe2-P700-T600-t60-A3	9	89,58	11,72	76,37	116,20	2,27	0,03
Fe2-P700-T600-t120-A1	9	83,14	10,30	64,74	95,90	1,79	0,44
Fe2-P700-T600-t120-A2	9	97,76	22,85	69,72	127,50	1,30	1,00
Fe2-P700-T600-t120-A3	9	59,44	16,23	40,67	90,19	1,89	0,29

Fonte: Próprio Autor

Tabela 15: Valores indicados como *outliers* para as amostras da liga 7075 com adição de 2% de ferro

Amostra	Linha	<i>Outlier</i>
Fe2-P400-T500-t60-A1	9	126,90
Fe2-P700-T500-t60-A1	4	72,93
Fe2-P700-T600-t60-A3	7	116,20

Fonte: Próprio Autor

Os *outliers* foram retirados, pois como será visto no MEV nas sessões posteriores as amostras possuem em sua maior parte alumínio, mas também existem regiões ricas em ferro e

poros, portanto uma medida de microdureza muito alta ou baixa pode ter sido destas regiões respectivamente. Depois da retirada dos *outliers*, foi realizada a média e os valores estão expressos na Tabela 16, sendo que A1 é a amostra principal e A2 e A3 suas réplicas.

Tabela 16: Valores de microdureza média para as amostra e as réplicas A1, A2 e A3 em todas as condições depois da retirada dos *outliers*

Amostra	Concentração de Fe adicionado (%)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Microdureza (HV)		
					A1	A2	A3
Fe0-P400-T500-t60	0	400	500	60	100,5	102,9	95,9
Fe0-P400-T500-t120	0	400	500	120	72,8	94,7	62,9
Fe0-P400-T600-t60	0	400	600	60	97,3	80,6	104,7
Fe0-P400-T600-t120	0	400	600	120	62,1	40,1	77,6
Fe0-P700-T500-t60	0	700	500	60	96,2	95,0	93,1
Fe0-P700-T500-t120	0	700	500	120	103,6	102,5	103,1
Fe0-P700-T600-t60	0	700	600	60	62,6	98,6	92,7
Fe0-P700-T600-t120	0	700	600	120	73,0	82,0	98,6
Fe2-P400-T500-t60	2	400	500	60	98,4	99,5	96,7
Fe2-P400-T500-t120	2	400	500	120	74,8	94,3	74,6
Fe2-P400-T600-t60	2	400	600	60	89,0	48,1	84,1
Fe2-P400-T600-t120	2	400	600	120	43,1	69,3	80,5
Fe2-P700-T500-t60	2	700	500	60	98,2	93,9	89,4
Fe2-P700-T500-t120	2	700	500	120	83,3	77,9	92,8
Fe2-P700-T600-t60	2	700	600	60	100,2	87,9	86,4
Fe2-P700-T600-t120	2	700	600	120	83,1	97,8	59,4
Fe4-P400-T500-t60	4	400	500	60	87,0	101,4	107,1
Fe4-P400-T500-t120	4	400	500	120	86,5	95,0	96,3
Fe4-P400-T600-t60	4	400	600	60	72,5	78,2	98,7
Fe4-P400-T600-t120	4	400	600	120	106,1	118,5	83,1
Fe4-P700-T500-t60	4	700	500	60	99,0	102,5	99,2
Fe4-P700-T500-t120	4	700	500	120	81,6	60,5	69,6
Fe4-P700-T600-t60	4	700	600	60	120,2	90,5	111,8
Fe4-P700-T600-t120	4	700	600	120	79,9	88,2	83,7
Fe6-P400-T500-t60	6	400	500	60	90,0	49,2	96,8
Fe6-P400-T500-t120	6	400	500	120	99,2	99,2	74,7
Fe6-P400-T600-t60	6	400	600	60	58,7	68,9	68,3
Fe6-P400-T600-t120	6	400	600	120	88,4	61,4	90,9
Fe6-P700-T500-t60	6	700	500	60	83,9	92,2	74,2
Fe6-P700-T500-t120	6	700	500	120	63,7	92,2	59,4
Fe6-P700-T600-t60	6	700	600	60	63,6	65,3	70,0

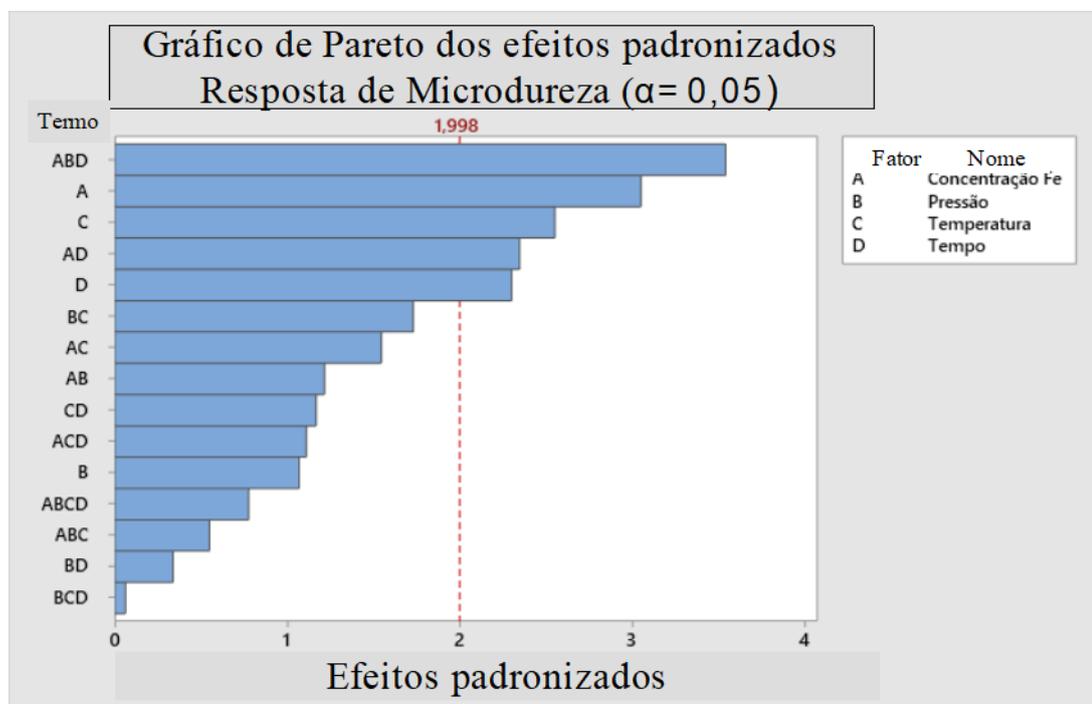
Fe6-P700-T600-t120	6	700	600	120	95,1	66,3	96,5
--------------------	---	-----	-----	-----	------	------	------

Fonte: Próprio Autor

Na literatura os valores encontrados estão entre 58 HV (JOSHI *et al.*, 2022) apenas para o pó da liga 7075 produzida por metalurgia do pó e 82,2 HV (ALAM *et al.*, 2021) para as ligas produzidas com adição de 7 %p de TiC. Em trabalho realizado com a mesma matéria-prima e com adição de carbeto de vanádio obteve-se microdureza de até 137,26 HV (OLIVEIRA, 2018). Neste trabalho os valores durezas média foram 87,96 HV para ligas sem adição de ferro, 83,59 HV, 92,78 HV e 77, 64 HV para adições de 2, 4 e 6% de ferro, sendo estes valores comparáveis o trabalho com adição de TiC que é uma partícula dura.

Com os dados da Tabela 16 foi elaborado o gráfico de Pareto para a microdureza representado na Figura 29, sendo que os fatores e interações ao lado direito da linha tracejada são significativos. Nele temos os fatores concentração de ferro, temperatura e tempo como significantes, assim como as interações de concentração+tempo e concentração+pressão+tempo, com este último sendo o fator com maior impacto.

Figura 29: Gráfico de Pareto padronizado indicando os fatores e suas interações significantes para a microdureza

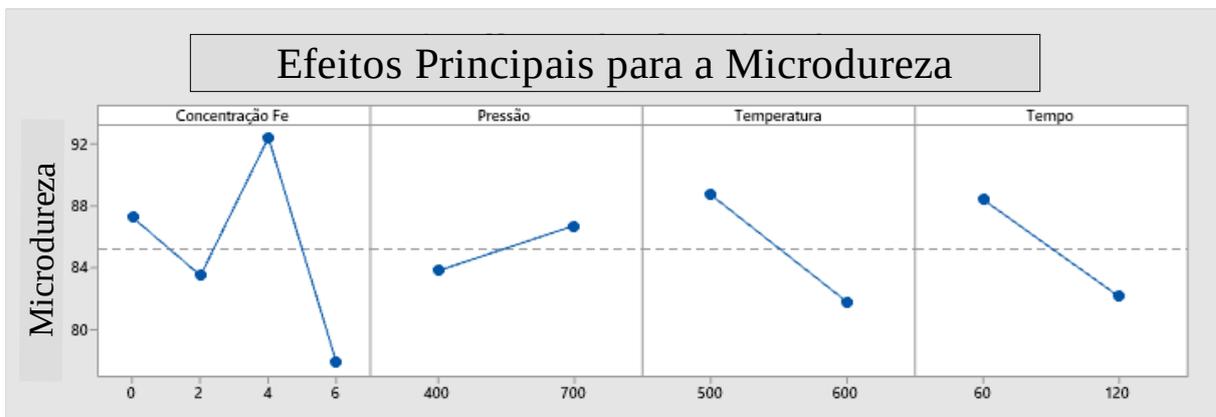


Fonte: Próprio Autor

Já os gráficos da Figura 30 demonstram os efeitos dos fatores separadamente, como se deseja uma maior microdureza, as retas crescentes têm efeitos positivo na microdureza e as decrescentes efeito negativo. A concentração de ferro demonstra uma grande variação, mas novamente o pico de dureza ocorre com adições de 4% de ferro, seguida de uma grande queda após isto. Na pressão o efeito novamente é positivo, porém menos relevante para a resposta de microdureza, já a temperatura e o tempo possuem um efeito negativo e relevante. Era esperado que o aumento de todos os parâmetros trouxesse uma melhora na microdureza, o que não foi confirmado para o tempo e temperatura, isto pode ser uma indicação da formação de fases prejudiciais à dureza do material pelo longo tempo e temperatura de sinterização.

A pressão teve um efeito crescente tanto para densidade como para a microdureza, o que demonstra que mesmo com a aplicação da mesma pressão na prensa isostática em todas as amostras, os valores utilizados na compactação na prensa uniaxial deram diferença nos resultados.

Figura 30: Gráfico dos efeitos para os fatores concentração, pressão, temperatura e tempo na resposta de microdureza



Fonte: Próprio Autor

4.2.3 Otimização dos parâmetros

O processo foi otimizado para maximizar as respostas de dureza e densidade simultaneamente, a fim de conseguir uma amostra mais resistente e menos porosa ao mesmo tempo, e se optou por adquirir apenas um valor otimizado.

Na Tabela 17 são demonstrados os parâmetros ótimos para cada condição de adição de ferro, também para cada caso foi possível adquirir uma fórmula para as respostas microdureza e densidade (equações de 3 a 10). Com elas são possíveis inserir valores dentro dos limites dos fatores e adquirir a resposta esperada para aquela condição. Vale ressaltar que

o modelo de regressão escolhido não deu ajuste, talvez modelos mais complexos consigam ajustar melhor os resultados.

Tabela 17: Parâmetros ótimos para a liga 7075 e com adições de 2%, 4% e 6% de ferro

Amostra	Concentração de Fe adicionada (%)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Densidade (g/cm ³)	Microdureza (HV)
Fe0P700T500t120	0	700	510	120	2,38	101,2
Fe2P700T500t60	2	700	500	60	2,44	93,9
Fe4P700T600t60	4	700	600	60	2,59	107,5
Fe6P400T500t120	6	400	500	120	2,46	91,0

Fonte: Próprio Autor

- Equação de microdureza e densidade para as amostras sem adição de ferro

$$\text{Microdureza} = 93 + 0,002 \times P + 0,156 \times T + 0,18 \times t - 0,00025 \times P \times T + 0,0095 \times P \times t - 0,00252 \times T \times t + 0,000002 \times P \times T \times t \quad R^2 = 43,92\% \quad (\text{eq. 3})$$

$$\text{Densidade} = 2,29 + 0,00086 \times P + 0,0003 \times T + 0,0092 \times t - 0,000002 \times P \times T - 0,000025 \times P \times t - 0,000020 \times T \times t \quad R^2 = 0,00\% \quad (\text{eq. 4})$$

- Equação de microdureza e densidade para as amostras com 2% de adição de ferro

$$\text{Microdureza} = 503 - 0,570 \times P - 0,744 \times T - 2,16 \times t + 0,00106 \times P \times T + 0,00313 \times P \times t + 0,00341 \times T \times t - 0,000005 \times P \times T \times t \quad R^2 = 22,95\% \quad (\text{eq. 5})$$

$$\text{Densidade} = -0,84 + 0,00610 \times P + 0,00641 \times T + 0,0319 \times t - 0,000012 \times P \times T - 0,000059 \times P \times t - 0,000067 \times T \times t \quad R^2 = 25,75\% \quad (\text{eq. 6})$$

- Equação de microdureza e densidade para as amostras com 4% de adição de ferro

$$\text{Microdureza} = 553 - 0,613 \times P - 0,965 \times T - 3,82 \times t + 0,001396 \times P \times T + 0,00402 \times P \times t + 0,00849 \times T \times t - 0,000011 \times P \times T \times t \quad R^2 = 44,05\% \quad (\text{eq. 7})$$

$$\text{Densidade} = 5,56 - 0,00611 \times P - 0,00623 \times T - 0,0328 \times t + 0,000012 \times P \times T - 0,000060 \times P \times t + 0,000065 \times T \times t \quad R^2 = 49,45\% \quad (\text{eq. 8})$$

- Equação de microdureza e densidade para as amostras com 6% de adição de ferro

$$\begin{aligned} \text{Microdureza} = & -111 + 0,641 \times P + 0,278 \times T + 3,74 \times t - 0,00109 \times P \times T - 0,00936 \times P \times t \\ & - 0,00600 \times T \times t + 0,000016 \times P \times T \times t \quad R^2 = 3,30\% \end{aligned} \quad (\text{eq. 9})$$

$$\begin{aligned} \text{Densidade} = & 2,17 + 0,00085 \times P + 0,00008 \times T + 0,0204 \times t - 0,000001 \times P \times T - 0,00004 \times P \times t \\ & - 0,000034 \times T \times t \quad R^2 = 8,08\% \end{aligned} \quad (\text{eq. 10})$$

O processo também foi otimizado para todos os fatores juntos, considerando desta forma também as concentrações de ferro. Conforme mostrado na Tabela 18 a melhor amostra foi a produzida com 4% de ferro, com a compactação realizada na pressão de 700 MPa, na temperatura de sinterização de 600°C e tempo de 60 minutos. Este resultado era esperado, pois as análises anteriores estavam indicando para isto e também os pós produzidos a 4% de ferro tinham uma melhor facilidade empírica na etapa de compactação do experimento.

Tabela 18: Parâmetros ótimos do projeto para a liga 7075 para maior densidade e microdureza

Amostra	Concentração de Fe adicionada (%)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Densidade (g/cm ³)	Microdureza (HV)
Fe4P700T600t60	4	700	600	60	2,59	107,5

Fonte: Próprio Autor

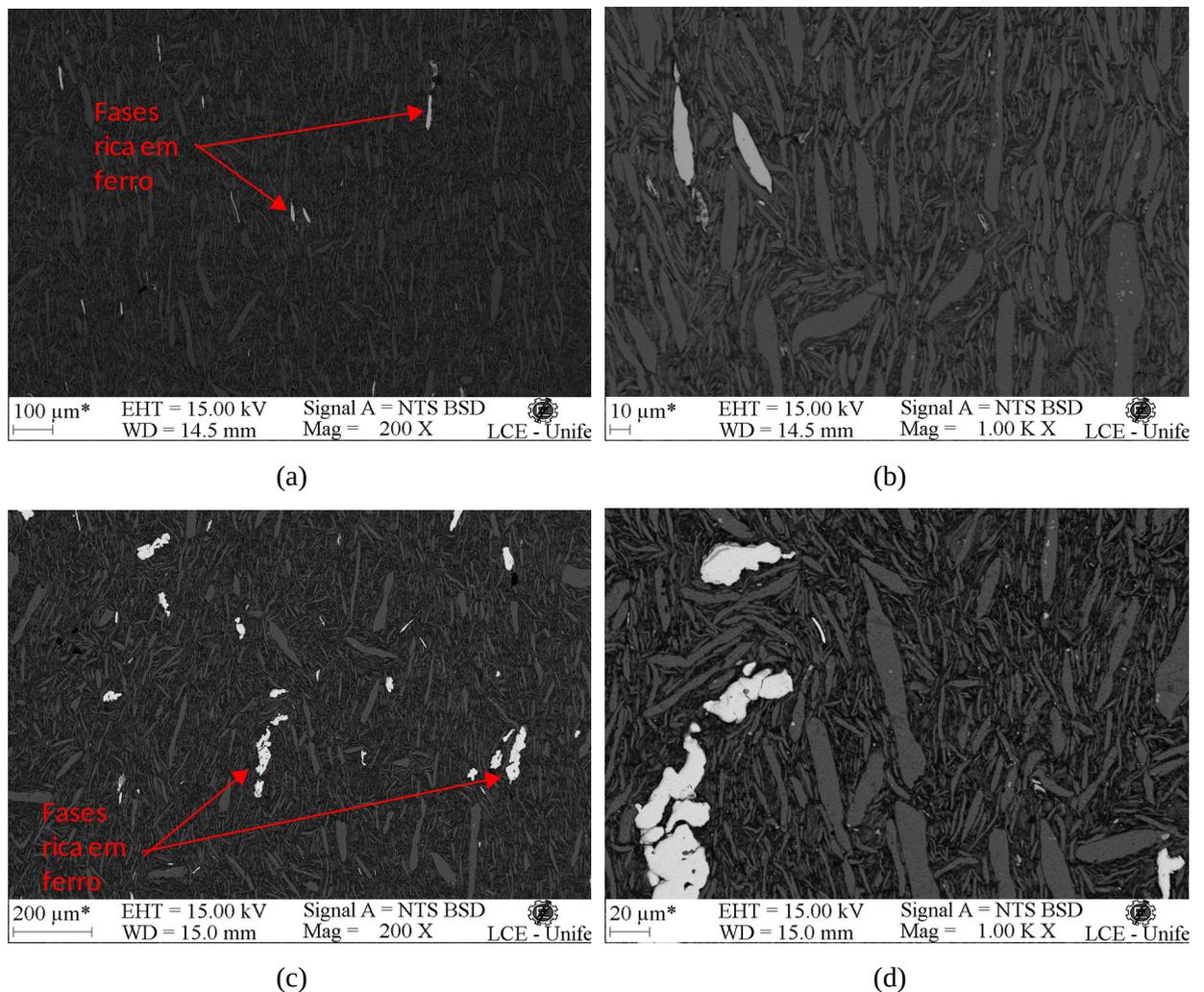
4.2.4 Análise microestrutural via MEV/ERE-EDS das amostras otimizadas

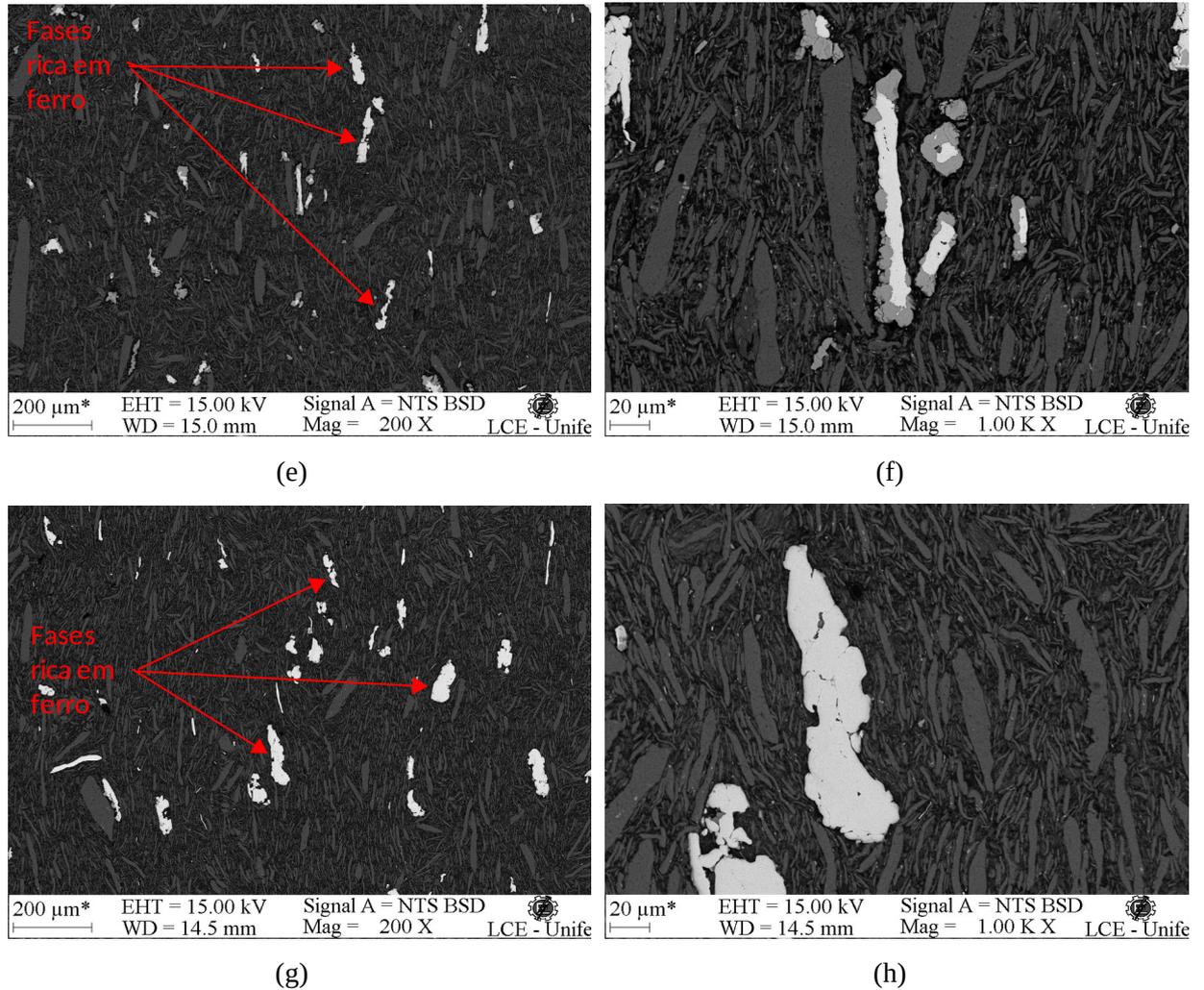
As quatro amostras com parâmetros otimizadas em cada concentração de adição de ferro (Fe0P700T500t120; Fe2P700T500t60; Fe4P700T600t60; Fe6P400T500t120) foram analisadas pelo laboratório de caracterização microestrutural (LCE) para verificação da sua microestrutura e a sua composição pelo EDS. No caso da amostra sem adição de ferro o valor de temperatura ótima era de 510°C, como não havia esta amostra confeccionada, optou-se por analisar a mais próxima que seria a produzida com temperatura de 500°C. Na Figura 31 é possível visualizar a microestrutura adquirida pelo MEV das amostras sem adição de ferro e com 2%, 4% e 6% em duas ampliações distintas. A microestrutura se apresenta parecida com

a encontrada no trabalho de Salur *et al.* (2021) com grãos alongados e distribuição uniforme (Figura 13).

As partículas claras indicadas pelas setas vermelhas, que conforme será demonstrado posteriormente por EDS se trata de partículas ricas em ferro, algumas delas possuem formato grosseiros e alongado com tamanhos próximos a 150 μm , enquanto as encontradas na literatura estão entre 10 e 100 μm (ELSEBAIE *et al.*, 2011; ARBEITER *et al.*, 2021; LIN *et al.*, 2022).

Figura 31: Micrografia (MEV/ERE) das amostras produzida (a,b) sem adição de ferro e com (c,d) 2% (e,f) 4% e (g,h) 6% de ferro adicionado das amostras com os parâmetros otimizados





Fonte: Próprio Autor

A Tabela 19 apresenta as composições para a liga 7075 esperada por norma e as encontradas por MEV/EDS nas amostras analisadas, em todas foram constatadas a presença de prata, que não é um elemento da liga 7075. Porém, o mesmo elemento foi encontrado em análise composicional de MEV/EDS realizado no cavaco, demonstrando que possivelmente este elemento foi inserido intencionalmente, como descreve Xu *et al.* (2015) adições de até 0,4 %p de Ag em ligas 7075-T6 acelera o processo de endurecimento por envelhecimento, sendo este um possível motivo para a adição de prata da liga em estudo.

Os elementos Si, Mn e Ti não se mostraram presentes e o cromo só se apresentou na amostra com adição de 2% de ferro, os demais elementos estão dentro do esperado. Apesar da Figura 31 apresentar um aumento de partículas ricas em ferro indicadas pelas setas, a Tabela 19 demonstra que os teores de ferro nas três amostras com adições deste elemento estão praticamente iguais.

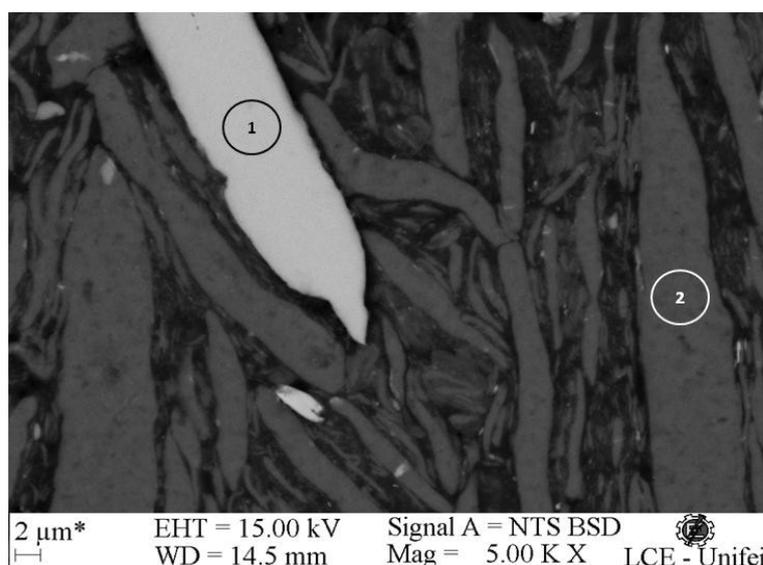
Tabela 19: Composição das amostras otimizadas com adições de 0%, 2%, 4% e 6% de adição de ferro realizada por MEV/EDS

Composição (%p.)	Norma	Fe0P700T500t120	Fe2P700T500t60	Fe4P700T600t60	Fe6P400T500t120
Zn	5,1-6,1	6,0	5,9	5,9	5,9
Mg	2,1-2,9	2,8	2,8	2,8	2,8
Cu	1,2-2,0	1,6	1,5	1,4	1,4
Cr	0,18-0,28	x	0,2	x	x
Fe	≤0,50	0,7	2,5	2,9	2,9
Si	≤0,40	x	x	x	x
Mn	≤0,30	x	x	x	x
Ti	≤0,20	x	x	x	x
Al	Restante	86,8	85,2	85,0	85,0
Ag	x	2,1	2,0	2,2	2,2

Fonte: Próprio Autor

A amostra Fe0P700T500t120 quando analisado por MEV/ERE apresentou duas regiões distintas conforme representado na Figura 32, a primeira é constituída principalmente de ferro, cromo e níquel como pode ser comprovado pela Tabela 20. Esta composição é característica de aço inoxidável e como o jarro e as bolas são deste material, é possível ter ocorrido uma pequena contaminação. Já na segunda região é constituída em sua maioria de alumínio conforme é possível verificar pela Tabela 20.

Figura 32: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 sem adição de ferro produzida com os parâmetros próximos ao otimizadas pelo DOE indicando as regiões existentes



Fonte: Próprio Autor

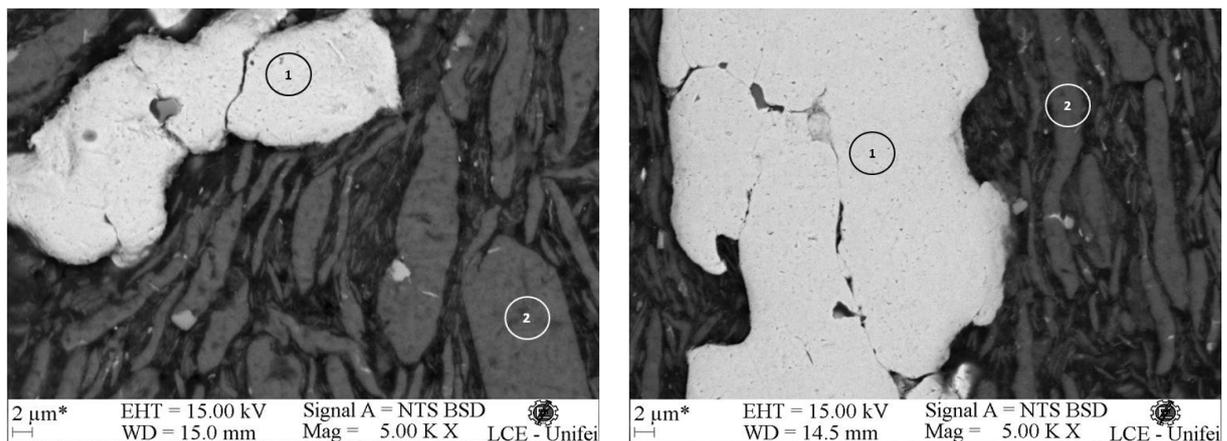
Tabela 20: Composição química encontrada em cada região da liga 7075 sem adição de ferro

Fe0P700T500t120		
Composição (% at.)	Região 1	Região 2
Zn	0,6	2,6
Mg	0,7	0,9
Cu	x	0,6
Cr	17,1	0,1
Fe	70,3	0,0
Si	1,3	x
Al	2,2	95,8
Ag	x	x
Ni	7,8	x

Fonte: Próprio Autor

A Figura 33 indica as amostras Fe2P700T500t60 e Fe6P400T500t120 com adições de 2 e 6% de ferro respectivamente. Duas regiões se mostram presentes para ambas as amostras, sendo uma mais clara constituída em sua maioria de ferro conforme mostra a Tabela 21, onde se apresenta todos os elementos presentes em % at. A outra região é de um tom cinza-escuro e é constituída predominantemente de alumínio em ambos os casos.

Figura 33: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 com adição de (a) 2% e (b) 6% de ferro produzida com os parâmetros otimizados pelo DOE indicando as regiões existentes



(a)

(b)

Fonte: Próprio Autor

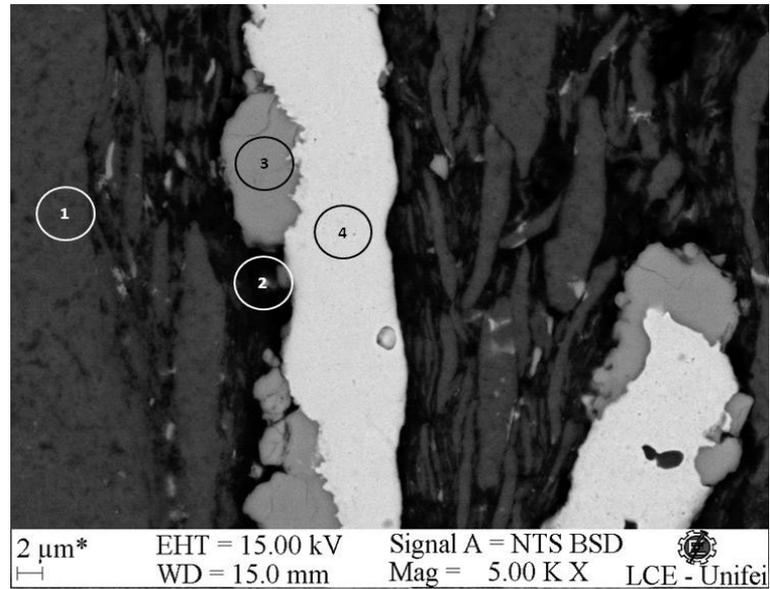
Tabela 21: Composição dos elementos encontrados em cada região da liga 7075 das amostras otimizadas com adição de 2% e 6% de ferro

Composição (% at.)	Fe2P700T500t60		Fe6P400T500t120	
	Região 1	Região 2	Região 1	Região 2
Zn	0,3	2,6	x	2,3
Mg	1,0	1,1	x	3,5
Cu	0,0	0,5	x	1,1
Cr	0,0	x	x	x
Fe	97,1	0,1	98,9	0,5
Si	0,3	x	x	x
Al	1,3	94,5	1,1	91,8
Ag	x	1,2	x	0,8
Ni	0,15	x	x	x

Fonte: Próprio Autor

Já no MEV da amostra Fe4P700T600t60 exibido na Figura 34 é possível observar quatro diferentes regiões. Para entender melhor foi realizado o EDS pontual com quatro pontos e os valores de cada elemento são dispostos na Tabela 22. Pela análise da Tabela percebe-se que a região um é em sua maior parte constituída de alumínio e a região quatro de ferro. Ainda existe uma região intermediária com ferro e alumínio como é possível verificar com maior clareza no mapeamento da Figura 35. Outra região que se demonstrou presente e é indicada como região 2, possui como elementos significantes o alumínio, ferro e magnésio.

Figura 34: Micrografia (MEV/ERE) da liga 7075 com adição de 4% de ferro produzida com os parâmetros otimizados pelo DOE indicando as regiões existentes



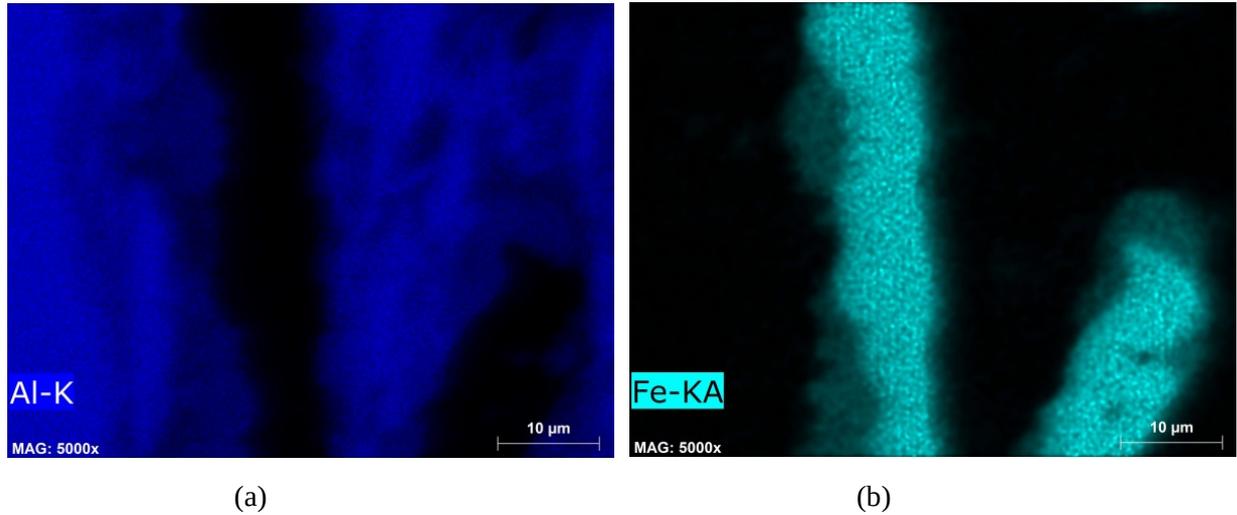
Fonte: Próprio Autor

Tabela 22: Composição dos elementos encontrados em cada região da liga 7075 com adição de 4% de ferro

Composição (%at)	Região 1	Região 2	Região 3	Região 4
Zn	2,7	2,0	2,1	0,3
Mg	0,9	6,5	0,8	0,7
Cu	0,5	0,5	0,5	0,0
Cr	0,1	x	x	x
Fe	0,2	28,2	26,7	92,2
Si	x	3,2	x	6,0
Al	94,8	59,7	69,8	0,8
Ag	0,8	x	0,2	x
Ni	x	x	x	x

Fonte: Próprio Autor

Figura 35: Mapeamento dos elementos (a) Alumínio (b) Ferro da liga 7075 com adição de 4% de ferro produzida com os parâmetros próximos ao otimizados pelo DOE



Fonte: Próprio Autor

Com os resultados do MEV/EDS foi possível verificar as microestruturas das amostras com adições de 0, 2, 4 e 6% de ferro com os parâmetros otimizados, foram encontrados regiões ricas em ferro e outras em alumínio. Já na amostra sem adição de ferro além das duas anteriores também foi encontrada uma com cromo e níquel, possivelmente oriunda da contaminação do jarro e esferas, estas partículas também podem estar presente nas demais amostras em uma pequena concentração, já que no mapeamento não se encontrou Cr e Ni expressivos. A amostra com adição de 4% de ferro foi a que mais se afastou das demais, criando uma fase intermediária de combinação Al-Fe que tudo indica ser a fase Al_3Fe . Outra região que se torna mais perceptível nesta amostra, porém que também deve estar presente nas demais foi uma combinação de Al-Fe-Mg, que após análise de estequiometria seria a fase formada Al_3Fe_4Mg . Por outro lado, as fases $MgZn_2$, Al_2CuMg e Al_2Cu comuns da liga 7075 não foram encontradas. Com estes resultados não foi possível concluir o porquê as amostras tiveram desempenhos diferentes entre si, porém é possível verificar que realmente a amostra de 4% se diferencia das demais e para mais esclarecimento necessita de técnicas mais aprofundadas.

5 CONCLUSÃO

O trabalho demonstrou que é possível a produção de amostras com até 6% de ferro pela metalurgia do pó, sendo uma alternativa para o reaproveitamento de cavacos provenientes da usinagem. Apesar dos pós com 6% de ferro possuírem um menor tamanho de partícula, não foram as amostras que demonstraram maiores microdurezas e densidades, isto foi devido ao tipo de população de partículas que dificultaram a compactação. Neste trabalho foi possível obter valores de microdureza média de 87,9 HV para ligas sem adição de ferro, 83,6 HV, 92,8 HV e 77,6 HV para adições de 2, 4 e 6% de ferro e densidades relativas entre 81 e 88%, sendo valores bons quando comparado com outros trabalhos que também utilizam metalurgia do pó.

O parâmetro pressão se mostrou influente positivamente tanto para densidade como microdureza, já a temperatura e tempo só foram significativos no resultado de microdureza e de forma negativa, era esperado que os aumentos dos valores melhorasse a densidade e dureza, o que não ocorreu. Já a adição de ferro houve uma grande variação e obteve seu maior valor à 4% de ferro. Na otimização do processo a amostra com melhor resultado foi produzida com 4% de ferro, com a pressão de compactação de 700MPa na prensa uniaxial e 250MPa em prensa isostática, e sinterizada a temperatura de 600°C e tempo de 60 minutos, obtendo microdureza média de 107,5 HV e densidade de 2,58 g/cm³ ($d_{rel.}=85\%$).

O DOE mostrou que os fatores mais influentes durante o ensaio foram a concentração de ferro e a pressão de compactação, sendo uma indicação para trabalho futuro um estudo com a variação apenas destes dois fatores, bem como o uso de tratamentos térmicos posteriores nas amostras com melhores resultados, ou o uso de técnicas mais aprofundadas para análise dos resultados.

REFERÊNCIAS

- AASHIKKHA, S.; NISHA, S.; ANANDHI, S. S.; SUDHA, J.; SENTHILKUMAR, N. **Study on the influence of manganese and silicon carbide in Al7075 metal matrix composite produced by P/M route.** Materials Today: Proceedings, v. 72, p. 2335-2343, 2023.
- ABAL-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Alumínio Brasileiro: Soluções para uma vida sustentável.** Associação brasileira do alumínio, São Paulo, 2017.
- ABAL - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO. **Consumo doméstico por segmento,** 2020. Disponível em: <<https://abal.org.br/estatisticas/nacionais/transformados/consumo-domestico-por-setor/>>. Acesso em: 30/08/22.
- ABAL-ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO (ABAL). **Consumo de produtos de alumínio no Brasil cresce 10,9% em 2021 e registra o maior volume da história,** 2022. Disponível em: <<https://abal.org.br/noticia/consumo-de-produtos-de-aluminio-em-2021-registra-o-maior-volume-historico/>>. Acesso em: 09/02/23.
- ABD RASHID, M. W.; YACOB, F. F.; LAJIS, M. A.; MOHD ABID, M. A. A.; MOHAMAD, E.; ITO, T. **A Review: The Potential of Powder Metallurgy in Recycling Aluminum Chips (Al 6061 & Al 7075).** 24th Design Engineering Systems Division JSME Conference Japan Society of Mechanical Engineers, n. 14, 2014.
- ABDULKAREEM, S.; ISHOLA, S.; KOLAWOLE, M. Y.; AJIBOYE, T. K. Powder metallurgy processing and characterization of recycled aluminium alloy/date seed composite for motorcycle lever application. Engineering and Applied Science Research, v.48, p. 112-120, 2021.
- ALAM, M. A.; YA, H. H.; YUSUF, M.; SIVRAJ, R.; MAMAT, O. B.; SAPUAN, S. M.; MASOOD, F.; PARVEEZ, B.; SATTAR, M. **Modeling, Optimization and Performance Evaluation of TiC / Graphite Reinforced Al 7075 Hybrid Composites Using Response Surface Methodology.** Materials, v. 14, p. 4703, 2021.
- ANAND, P.; RAJESH, D.; BALAJI, V.; PRAKASH, D. S.; KARTHICK, M. **Investigation on mechanical and Tribological properties of Al7075 reinforced with silicon carbide and graphite particulates.** Materials Today: Proceedings, v. 54, p. 858-865, 2022.
- ARBEITER, J.; VONCINA, M.; BATIC, B. S.; MEDVED, J. **Transformation of the Metastable Al₆Fe Intermetallic Phase during Homogenization of a Binary Al-Fe Alloy.** Materials, v. 14, 2021.
- ARSUN, O.; AKGUL, Y.; SIMSIR, H. **Investigation of the properties of Al7075-HTC composites produced by powder metallurgy.** Journal of composite materials, v. 55, p. 2339-2348, 2021.
- ASHKENAZI, D. **How aluminum changed the world: A metallurgical revolution through technological and cultural perspectives.** Technological Forecasting & Social Change, v. 143, p. 101-113, 2019.
- AZARNIYA, A.; TAHERI, A. K.; TAHERI, K. K. **Recent advances in ageing of 7XXX series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective.** Journal of Alloys and Compounds, n. 781, p. 945-983, 2019.

- AYDIN, F. **The investigation of the effect of particle size on wear performance of AA7075 / Al₂O₃ composites using statistical analysis and different machine learning methods.** *Advanced Powder Technology*, v. 32, p. 445-463, 2021.
- BARBEDO, E. L.; GONÇALVES, P. H.; LAMOGLIA, M. S.; PONTES, A. M. P.; KUFFNER, B. H. B.; GOMES, G. F.; SILVA, G. **Analysis of Milling Efficiency of the Vanadis® 8 Tool Steel with Additions of Vanadium and Molybdenum Carbides.** *Materials Research*, V. 24, 2021.
- BHOURI, M.; MZALI, F. **The effect of milling and hot compaction processes on the microstructural and physical properties of recycled 2017 aluminium alloy powders.** *Materials research express*, v 6, 2019.
- BHOURI, M.; MZALI, F. **Analysis of thermo-elastic and physical properties of recycled 2017 Aluminium Alloy / Gp composites: thermal management application.** *MaterialsResearch Express*, v. 7, 2020.
- BIRBILIS, N.; CAVANAUGH, M. K.; BUCHHEIT, R. G. **Electrochemical behavior and localized corrosion associated with Al₇Cu₂Fe particles in aluminum alloy 7075-T651.** *Corrosion Science*, v. 48, p. 4202-4215, 2006.
- BRAGA, N. A.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. S. **Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó.** *Química Nova*, v. 30, n. 2, p. 450-457, 2007.
- CABALLERO, E.S.; TERNERO, F.; URBAN, P.; CUEVAS, F. G.; CINTAS, J. **Influence of Temperature on Mechanical Properties of AMCs.** *Metals*, v. 10, 2020.
- CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução.** Editora LTC, 8º Ed., 2012.
- CAMPBELL, J. **The new metallurgy of cast metals.** Elsevier Science, second edition. Reino Unido, 2003.
- CAPUZZI, S.; TIMELLI, G. **Preparation and Melting of Scrap in Aluminum Recycling: A Review.** *Metals*, v. 8, n. 249, 2018.
- CHIAVERINI, V. **Metalurgia do pó.** Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 4º Ed., São Paulo, 2001
- DAVIS, J. R. **Alloying: understanding the basics.** ASM International, p. 351-416, 2001.
- DEAQUINO-LARA, R.; GUTIÉRREZ-CASTAÑEDA, E.; ESTRADA-GUEL, I.; HINOJOSA-RUIZ, G.; GARCIA-SÁNCHEZ, E.; HERRERA-RAMÍREZ, J. M.; PÉREZ-BUSTAMANTE, R.; MARTÍNEZ-SÁNCHEZ, R. **Structural characterization of Aluminum alloy 7075 - graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion.** *Materials and Design*, v. 53, p. 1104-1111, 2013.
- DIAS, A. N. O.; RODRIGUES, G.; MENDONÇA, C. S. P.; SILVA, G. **Analysis of the densification of a composite obtained by sintering process of aluminum bronze powders with different carbides.** *Metallurgy and materials, REM - Internacional Engineering Journal*, v. 72, p. 461-467, 2019.
- DIAS, A. N. O.; SILVA, M. R.; SILVA, G. **Influence of ball milling parameters on microstructure and magnetic properties of aluminum bronze chips reinforced with vanadium carbide.** *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, v. 115, p. 2205-2218, 2021.

- DING, H.; ZENG, C.; RAUSH, J.; MOMENI, K.; GUO, S. **Developing Fused Deposition Modeling Additive Manufacturing Processing Strategies for Aluminum Alloy 7075: Sample Preparation and Metallographic Characterization.** *Materials*, v.15, p.1340, 2022.
- DOROSHENKO, N. M.; OVSYANNIKOV, B. V.; ZAMYATIN, V. M.; POPOV, V. I. **Effect of admixtures of iron and silicon on the structure and cracking of near-edge volumes in rolling of large flat ingots from alloy 7075.** *Metal Science and Heat Treatment*, v. 47, 2005.
- DUARTE, I. R.; OLIVEIRA, C. A. S. O. **Estudo da liga AlSi₇Mg após fundição em coquilha e tratamento térmico de solubilização e envelhecimento.** Aranda editora técnica e cultural. São Paulo, 2012.
- DURMUS, H.; GÜL, C.; ÇÖMEZ, N.; UZUN, R. **From Metal Chips to Composite: Effect of Age-Hardening on Mechanical and Wear Properties of Al₂O₃ Reinforced AA7075 Composites.** *Science of Sintering*, v. 52, p. 177-186, 2020.
- ELSEBAIE, O.; MOHAMED, A. M. A.; SAMUEL, A. M.; SAMUEL, F. H.; AL-AHMARI, A. M. A. **The role of alloying additives and aging treatment on the impact behavior of 319 cast alloy.** *Materials and Design*, v.32, p. 3205-3220, 2011.
- EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **Aluminium and aluminium alloys – Chemical composition and form of wrought products - Part3: Chemical composition and form of products (DIN EN 573-3:2007).** Bruxelas, Bélgica: DIN EN 573-3, 2007
- FEIJOO, I.; PENA, G.; CRISTÓBAL, M. J.; CABEZA, M.; REY, P. **Effect of Carbon Nanotube Content and Mechanical Milling Conditions on the Manufacture of AA7075 / MWCNT Composites.** *Metals*, v. 12, p. 1020, 2022.
- FERREIRA, T. **Desenvolvimento de ligas de alumínio recicladas contendo a fase primária Al(Fe,TM)Si aproximante de quasicristal: controle da microestrutura visando aplicações tribológicas e mecânicas.** Tese de doutorado em ciências e engenharia de materiais da Universidade de São Carlos. São Carlos, 2021.
- FIGUEIRA, H. V. O.; LUZ, A. B.; ALMEIDA, S. L. M. **Britagem e Moagem.** Tratamento de Minérios, 5º ed., Centro de tecnologia mineral (CETEM). Rio de Janeiro, 2010.
- GAUSTAD, G.; OLIVETTI, E.; KIRCHAIN, R. **Improving aluminum recycling: A survey of sorting and impurity removal technologies.** *Resources, Conservation and Recycling*, v. 58, p. 79-87, 2012.
- GERMAN, R. M. **Sintering Theory and Practice.** 1. ed. New York: Wiley - Interscience, 1996.
- GHOSH, A.; GHOSH, M. **Microstructure and texture development of 7075 alloy during homogenisation.** *Philosophical Magazine*, v. 98, p. 1470-1490, 2018.
- GOULART, P. R.; LAZARINE, V. B.; LEAL, C. V.; SPINELLI, J. E.; CHEUNG, N., GARCIA, A. **Investigation of intermetallics in hypoeutectic Al-Fe alloys by dissolution of the Al matrix.** *Intermetallics*, v. 17, p. 753-761, 2009.
- INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE. **Aluminium Sector Greenhouse Gas Pathways to 2050**, 2021. Disponível em: <https://international-aluminium.org/resource/aluminium-sector-greenhouse-gas-pathways-to-2050-2021/>. Acesso em: 31/01/2023.

- JOSHI, T. C.; KULKAMI, H.; DABHADE, V. V.; PRAKASH, U. **Influence of Nanometric and Micrometric Reinforcement on Machining of Powder-Forged Al-7075 / Y2O3 Composites.** Journal of Materials Engineering and Performance, 2022.
- LIN, R.; LIU, B.; ZHANG, J.; ZHANG, S. **Microstructure evolution and properties of 7075 aluminum alloy recycled from scrap aircraft aluminum alloys.** Journal of Materials Research and Technology, v. 19, p. 354-367, 2022.
- MATOS, R. A. G.; MENDES, J.; KUFFNER, B. H. B.; MELO, M. L. N. M.; SILVA, G. **Evaluation of X₂₂CrMoV₁₂₋₁ Alloy with Vanadium Carbide Addition Submitted to Powder Metallurgy.** Materials Research, v. 26, 2023.
- MBUYA, T. O.; ODERA, B. O.; NG'ANG'A, S. P. **Influence of iron on castability and properties of aluminium silicon alloys: literature review.** International Journal of Cast Metals Research, vol. 16, n. 5, 2003.
- MEDINA, H. V. **Reciclagem de materiais: tendências tecnológicas de um novo setor.** Tendências tecnológicas Brasil 2015: geociências e tecnologia mineral. CETEM/MCT, p.277-305, Rio de Janeiro, 2007.
- MENDONÇA, C. S. P.; OLIVEIRA, V. D.; OLIVEIRA, A. F.; SILVEIRA, L. R., ANDRADE, B. G.; SILVA, G. **Comparison of the effect of carbide addition on particle size reduction on UNS S31803 steel chip millings.** The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 98, p. 1755-1761, 2018a.
- MENDONÇA, C. S. P.; OLIVEIRA, A. F.; OLIVEIRA, L. A.; SILVA, M. R., MELO, M. L. N. M. M ; SILVA, G. **Structural and Magnetic Properties of Duplex Stainless steel (UNS S31803) Powders Obtained by high Energy Milling of Chips with Additions of NbC.** Materials Research, v. 21, 2018b.
- MONDOLFO, L. F. **Aluminum Alloys: Structure and properties.** Butterworth, London, p. 366, 1976.
- MORAES, H. L.; TENÓRIO, J. A. S. **Remoção de ferro do banho de alumínio de sucata por filtragem.** REM; Revista Escola de Minas, v. 56, n. 4, p. 271-279, 2003.
- NAÇÕES UNIDAS. **Sobre o nosso trabalho para alcançar os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável no Brasil,** 2015. Disponível em: <<https://brasil.un.org/pt-br/sdgs>>. Acesso em: 15/09/2023.
- NETO, B.B.; SCARMÍNIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria.** Editora da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Campinas, 2001.
- OLIVEIRA, L. A. **Estudo do Reaproveitamento da Liga de Alumínio Aeronáutica 7075 T6 Pela Rota da Metalurgia do Pó Utilizando de Moagem de Alta Energia.** Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI). Itajubá, 2018.
- OLIVEIRA, L. G; AQUILA, G; BALESTRASSI, P. P; PAIVA, A. P; QUEIROZ, A. R.; PAMPLONA, E, O; CAMATTA, U. P. **Evaluating economic feasibility and maximization of social welfare of photovoltaic projects developed for the Brazilian northeastern coast: An attribute agreement analysis.** Renewable and Sustainable Energy Reviews, Elsevier, v.123, 2020.

- PEREIRA, L. H.; ASATO, G. H.; OTANI, L. B.; JORGE JR, A. M.; KIMINAMI, C. S.; BOLFANI, C.; BOTTA, W. J. **Changing the solidification sequence and the morphology of iron-containing intermetallic phases in AA6061 aluminum alloy processed by spray forming.** *Materials Characterization*, v. 145, p. 507-515, 2018.
- PINHO, I. P. R. **Emissões de gases de efeito estufa nos processos industriais - Produção de Metais.** Segundo inventário Brasileiro de emissões e remoções antrópicas de gases de efeito estufa (Relatório de referência). Ministério da Ciência e Tecnologia, Brasília, 2010.
- PONTIKES, Y. **Production.** Red Mud Project, 2005. Disponível em: <https://redmud.org/red-mud/production/>. Acesso em:03/02/2023.
- PUNCREOBUTR, C.; LEE, P.D.; KAREH, K.M.; CONNOLEY, T.; FIFE, J.L.; PHILLION, A.B. **Influence of Fe-rich intermetallics on solidification defects in Al-Si-Cu alloys.** *Acta Materialia*, v. 68, p. 42-51, 2014.
- PURI, P. **Multi Scale Modeling of Ignition And Combustion of Micro And Nano Aluminum Particles**, v 1. P13-23 2008.
- RIOS, C. T.; LIMA, R. L. **Avaliação da liga 7075 - T651 fundida em molde de areia.** VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM 2010). Campina grande, 2010.
- ROJAS-DÍAZ, L. M.; VERANO-JIMÉNEZ, L.E.; MUÑOZ-GARCÍA, E.; ESGUERRA-ARCE, J.; ESGUERRA-ARCE, A. **Production and characterization of aluminum powder derived from mechanical saw chips and its processing through powder metallurgy.** *Powder Technology*, v. 360, p. 301-311, 2020.
- ROZHBIANY, F.A.R.; JALAL, S.R. **Influence of reinforcement and processing on aluminum matrix composites modified by stir casting route.** *Advanced Composites Letters*, v.28, p.1-8, 2019.
- SALUR, E.; ASLAN, A.; KUNTOGLU, M.; ACARER, M. **Effect of ball milling time on the structural characteristics and mechanical properties of nano-sized Y₂O₃ particle reinforced aluminum matrix composites produced by powder metallurgy route.** *Advanced Powder Technology*, v. 32, p. 3826-3844, 2021.
- SARTOR, B. A.; RODRIGUES, E. N. M.; BRUNEL, G. G.; GEREMIAS, L.; ELIAS, L.; ROSA, M. E. S.; SAVI, S. R.; BAESSO, V. S.; BARRETO, P.; BÓ, M. D. **Otimização do processo de moagem em moinho planetário.** *Cerâmica Industrial Revista do Técnico Cerâmico Brasileiro*. v.27, 2022.
- SHRIVASTAVA, V.; SINGH, P.; GUPTA, G. K.; SRIVASTAVA, S. K.; SINGH, I. B. **Synergistic effect of heat treatment and reinforcement content on the microstructure and corrosion behavior of Al-7075 alloy based nanocomposites.** *Journal of Alloys and Compounds*, v. 857, 2021.
- SHRIVASTAVA, V.; GUPTA, G. K.; JAIN, H.; MANGAL, D. V.; SINGH, P.; SINGH, I. B. **Novel synthesis approach of making efficient nanocomposite via powder metallurgy route: Study of microstructure and mechanical properties.** *Manufacturing Letters*, v. 31, p. 36-39, 2022.
- SILVA, H. A; SILVA, M. B. **Aplicação de um projeto de experimentos (DOE) na soldagem de tubos de zircaloy-4.** *Revista Eletrônica Produção & Engenharia*, v.1, n.1, p. 41-52, 2008.
- SILVEIRA, L. R.; LAMOGLIA, M. S.; GONÇALVES, P. H.; KUFFNER, B. H. B.; SILVA, G. **Obtainment of a new metal matrix composite from the recycling of UNS S31803**

- duplex stainless steel by powder metallurgy.** REM – International Engineering Journal, v. 75, n. 3, p. 235-244, 2022.
- SOUZA, S. H.; PADILHA, A. F. **Recozimento da Liga de Alumínio AA 7075 após Laminação a frio.** 72º Congresso Anual da ABM. Anais do congresso anual da ABM, v. 72, n. 1, 2017.
- SRIDHAR, A.; LAKSHMI, K. P. **Investigation of graphite effect on the mechanical and tribological properties of Al 7075-SiC-graphite hybrid metal matrix composites.** Tribologia – Finnish Journal of Tribology, v. 37, 2020.
- SRIDHAR, A.; LAKSHMI, K. P. **Evaluation of mechanical and wear properties of aluminum 7075 alloy hybrid nanocomposites with the additions of SiC / Graphite.** Materials Today: Proceedings, v. 44, p. 2653-2657, 2021.
- SRIDHAR, A.; LAKSHMI, K. P.; RAJU, C. V. S. **Microstructure, Mechanical and Tribological Properties of Al7075 / SiC / Graphite Hybrid Metal Matrix Composites.** Journal of Bio- and Tribo- corrosion, v. 8, n. 84, 2022.
- SURYA, M. S.; GUGULOTHU, S. K. **Fabrication, Mechanical and Wear Characterization of Silicon Carbide Reinforced Aluminium 7075 Metal Matrix Composite.** Silicon, v. 14, p. 2023-2032, 2021.
- SURYA, M. S.; PRASANTHI, G. **Physical and Mechanical Characterisation of Al7075 / SiC Functionally Graded Materials Fabricated by Powder Metallurgy Route.** Advances in Materials and processing technologies, v. 8, n. 1. P. 1007-1022, 2022.
- SURYA, M. S.; PRASANTHI, G.; GUGULOTHU, S. K. **Investigation of Mechanical and Wear Behaviour of Al7075 / SiC Composites Using Response Surface Methodology.** Silicon, v. 13, p. 2369-2379, 2021.
- SURYA, M. S.; PRASANTHI, G.; KUMAR, A. K. SHIDHAR, V. K.; GUGULOTHU, S. K. **Optimization of Tribological Properties of Powder Metallurgy-Processed Aluminum 7075 / SiC Composites Using ANOVA and Artificial Neural Networks.** Journal of Bio- and Tribo- corrosion, v. 7, n. 161, 2021.
- SURYANARAYANA, C. **Mechanical alloying and milling.** Progress in Material Science v. 46, p. 1-184, 2001.
- TERZI, S.; TAYLOR, J. A.; CHO, Y. H.; SALVO, L.; SUÉRY, M.; BOLLER, E.; DAHLE, A. K. **In situ study of nucleation and growth of the irregular α -Al / β -Al₅FeSi eutectic by 3-D synchrotron X-ray microtomography.** Acta Materialia, v. 58, 5370-5380, 2010.
- TIMELLI, G.; FIORESE, E. **Methods to neutralize the effects of iron in Al-Si foundry alloys.** La Metallurgia Italiana, v.103, n. 3, p. 9-23, 2011.
- UNGUREANU, C. A.; DAS, S. K.; JAWAHIR, I. S. **Life-cycle Cost Analysis: Aluminum versus Steel in Passenger Cars.** Aluminum Alloys for Transportation, Packaging, Aerospace, and Other Applications, 1º ed.; Das, K.S., Yin, W., Eds.; TMS: Pittsburgh, PA, USA, 2007.
- USGS. **Statistics and information on the world wide supply of, demand for, and flow of the mineral commodity aluminum.** National Minerals Information Center, 2021. Disponível em: <[AluminumStatisticsandInformation \(usgs.gov\)](https://www.usgs.gov/statistics-and-information)>. Acesso 29/08/2022.
- VELAVAN, K.; MOHAN, B.; ANBUCHAZHIYAN, G.; SENTHILKUMAR, N.; **Implications of SiC / Al₂O₃ Reinforced Al-Mg-Zn Alloy Hybrid Nano Composites Using Vacuum Sintering Method.** Silicon, v. 13, p. 3639-3647, 2021.

- VIANA, F.; PINTO, A. M. P.; SANTOS, H. M. C.; LOPES, A. B. **Retgression and re-ageing of 7075 aluminium alloy: microstructural characterization.** Journal of Materials Processing Technology, p. 54-59, 1999.
- VILLARS, P.; CALVERT, L. D. **Pearson's handbook of crystallographic data for intermetallic compounds**, 1991.
- VILLARS, P.; OKAMOTO, H.; CENZUAL, K. **ASM Alloy Phase Diagram Database.** OH, 44073, USA, 2006.
- XAVIER, E. I. V.; FERNANDES, L. E.; NASCIMENTO, D. M.; JÚNIOR, M. E. S.; ZARZAR, S. T.; ARAÚJO, E. R.; FILHO, O. O. A. **Reaproveitamento de cavacos de usinagem através de moagem de alta energia para a fabricação e caracterização de pós metálicos da liga de alumínio AA6061.** 74 ° Congresso Anual da ABM, São Paulo, 2019.
- ZHANG, H. B.; WANG, B.; ZHANG, Y. T.; LI, Y.; HE, J. L.; ZHANG, Y. F. **Influence of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of CNTs/7075 Al composites.** Journal of Alloys and Compounds, v.814, 2020.
- ZHOU, B.; LIU, B.; ZHANG, S.; LIN, R.; JIANG, Y.; LAN, X. **Microstructure evolution of recycled 7075 aluminum alloy and its mechanical and corrosion properties.** Journal of Alloys and Compounds, v. 879, 2021.
- WONG, D. S.; LAVOIE, P. **Aluminum: Recycling and environmental footprint.** The Minerals, metals & Materials Society, v. 71, n. 9, p. 2926-2927, 2019.
- YI, J. Z.; GAO, Y. X.; LEE, P. D.; LINDLEY, T. C. **Effect of Fe-content on fatigue crack initiation and propagation in a cast aluminum–silicon alloy (A356–T6).** Materials Science and Engineering A, v. 386, p. 396-407, 2004.

APÊNDICE

Tabela 23: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 sem adição de ferro, demonstrando os valores de p-value

Amostra	Quantidade	Média	Desvio	Valor Mínimo	Valor Máximo	Grubbs	P-value
Fe0-P400-T500-t60-A1	9	100,52	19,15	62,45	122,60	1,99	0,19
Fe0-P400-T500-t60-A2	9	102,88	10,95	89,15	118,60	1,44	1,00
Fe0-P400-T500-t60-A3	9	95,90	14,96	75,69	118,60	1,52	0,99
Fe0-P400-T500-t120-A1	9	72,79	18,09	56,88	112,20	2,18	0,07
Fe0-P400-T500-t120-A2	9	94,65	10,43	71,79	106,80	2,19	0,06
Fe0-P400-T500-t120-A3	9	62,94	12,18	49,71	84,66	1,78	0,44
Fe0-P400-T600-t60-A1	9	97,25	24,95	69,48	138,90	1,67	0,64
Fe0-P400-T600-t60-A2	9	80,64	14,74	49,86	97,86	2,09	0,11
Fe0-P400-T600-t60-A3	9	104,71	15,18	88,63	130,20	1,68	0,62
Fe0-P400-T600-t120-A1	9	66,51	14,94	53,04	101,60	2,35	0,02
Fe0-P400-T600-t120-A2	9	40,09	9,65	27,96	53,84	1,43	1,00
Fe0-P400-T600-t120-A3	9	77,56	10,87	59,43	94,57	1,67	0,65
Fe0-P700-T500-t60-A1	9	96,15	10,19	85,79	113,20	1,67	0,64
Fe0-P700-T500-t60-A2	9	99,63	16,61	85,31	136,90	2,24	0,04
Fe0-P700-T500-t60-A3	9	93,06	14,22	75,42	116,50	1,65	0,69
Fe0-P700-T500-t120-A1	9	107,47	13,52	90,02	138,20	2,27	0,03
Fe0-P700-T500-t120-A2	9	102,51	18,33	82,62	139,90	2,04	0,15
Fe0-P700-T500-t120-A3	9	103,12	18,88	73,84	125,80	1,55	0,91
Fe0-P700-T600-t60-A1	9	62,57	15,07	44,54	88,98	1,75	0,49
Fe0-P700-T600-t60-A2	9	98,57	22,74	49,64	122,60	2,15	0,08
Fe0-P700-T600-t60-A3	9	92,68	20,70	66,05	126,90	1,65	0,68
Fe0-P700-T600-t120-A1	9	78,35	16,78	65,94	121,30	2,56	0,00
Fe0-P700-T600-t120-A2	9	82,03	21,62	51,72	116,70	1,60	0,78
Fe0-P700-T600-t120-A3	9	98,55	16,27	80,06	117,50	1,16	1,00

Fonte: Próprio Autor

Tabela 24: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 sem adição de ferro

Amostra	Linha	Outlier
Fe0-P400-T600-t120-A1	9	101,60
Fe0-P700-T500-t60-A2	3	136,90
Fe0-P700-T500-t120-A1	9	138,20
Fe0-P700-T600-t120-A1	4	121,30

Fonte: Próprio Autor

Tabela 25: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 com adição de 4% de ferro, demonstrando os valores de p-value

Amostra	Média	Desvio	Quantidade	Valor Mínimo	Valor Máximo	Grubbs	P-value
Fe4-P400-T500-t60-A1	86,99	19,35	9	61,95	111,70	1,29	1,00
Fe4-P400-T500-t60-A2	101,35	5,75	9	94,57	110,30	1,56	0,89
Fe4-P400-T500-t60-A3	107,11	8,48	9	90,19	114,70	2,00	0,18
Fe4-P400-T500-t120-A1	86,47	7,83	9	71,92	97,66	1,86	0,33
Fe4-P400-T500-t120-A2	95,03	10,77	8	82,93	115,20	1,87	0,24
Fe4-P400-T500-t120-A3	96,28	19,11	9	72,04	125,20	1,51	1,00
Fe4-P400-T600-t60-A1	72,46	7,30	9	60,19	83,87	1,68	0,62
Fe4-P400-T600-t60-A2	78,18	16,75	9	49,57	102,80	1,71	0,57
Fe4-P400-T600-t60-A3	98,68	18,03	9	64,21	121,50	1,91	0,27
Fe4-P400-T600-t120-A1	106,10	16,37	9	80,21	129,00	1,58	0,83
Fe4-P400-T600-t120-A2	118,48	18,08	9	90,19	146,90	1,57	0,85
Fe4-P400-T600-t120-A3	83,06	15,13	9	62,66	107,70	1,63	0,73
Fe4-P700-T500-t60-A1	98,96	17,78	9	65,40	120,00	1,89	0,30
Fe4-P700-T500-t60-A2	102,49	11,26	9	87,16	120,40	1,59	0,81
Fe4-P700-T500-t60-A3	99,20	12,41	9	80,07	114,50	1,54	0,93
Fe4-P700-T500-t120-A1	81,62	20,75	9	43,41	106,80	1,84	0,36
Fe4-P700-T500-t120-A2	64,03	12,94	9	49,14	92,71	2,22	0,05
Fe4-P700-T500-t120-A3	69,56	9,69	9	56,45	86,61	1,76	0,48
Fe4-P700-T600-t60-A1	120,21	12,06	9	102,20	135,60	1,49	1,00
Fe4-P700-T600-t60-A2	96,79	20,67	9	80,50	147,30	2,44	0,01
Fe4-P700-T600-t60-A3	111,79	14,85	9	91,26	132,10	1,38	1,00
Fe4-P700-T600-t120-A1	79,89	18,73	9	47,42	113,20	1,78	0,45
Fe4-P700-T600-t120-A2	88,22	14,70	9	59,90	108,40	1,93	0,25
Fe4-P700-T600-t120-A3	83,66	21,24	9	44,18	111,20	1,86	0,33

Fonte: Próprio Autor

Tabela 26: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 com adição de 4% de ferro

Amostra	Linha	Outlier
Fe4-P700-T500-t120-A2	7	92,71
Fe4-P700-T600-t60-A2	7	147,30

Fonte: Próprio Autor

Tabela 27: Resultados do teste de Grubbs para todas as amostras da liga 7075 com adição de 6% de ferro, demonstrando os valores de p-value

Amostra	Quantidade	Média	Desvio	Valor Mínimo	Valor Máximo	Grubbs	P-value
Fe6-P400-T500-t60-A1	9	89,99	7,21	82,62	100,50	1,46	1,00
Fe6-P400-T500-t60-A2	9	49,19	9,50	37,23	64,64	1,63	0,73
Fe6-P400-T500-t60-A3	9	92,28	16,14	56,27	112,50	2,23	0,04
Fe6-P400-T500-t120-A1	9	99,24	10,93	79,92	113,20	1,77	0,47
Fe6-P400-T500-t120-A2	9	99,23	9,21	85,79	118,60	2,10	0,10
Fe6-P400-T500-t120-A3	9	74,67	11,24	56,71	97,66	2,05	0,14
Fe6-P400-T600-t60-A1	9	58,71	12,07	45,41	85,14	2,19	0,06
Fe6-P400-T600-t60-A2	9	68,92	9,76	54,83	83,40	1,48	1,00
Fe6-P400-T600-t60-A3	9	68,33	8,73	57,50	82,93	1,67	0,64
Fe6-P400-T600-t120-A1	9	88,43	16,73	59,71	107,00	1,72	0,55
Fe6-P400-T600-t120-A2	9	61,36	9,95	47,29	80,06	1,88	0,31
Fe6-P400-T600-t120-A3	9	90,85	17,07	57,50	114,20	1,95	0,22
Fe6-P700-T500-t60-A1	9	83,91	16,57	52,56	110,10	1,89	0,29
Fe6-P700-T500-t60-A2	9	92,23	15,10	68,31	115,20	1,58	0,83
Fe6-P700-T500-t60-A3	9	74,23	16,47	55,75	107,00	1,99	0,19
Fe6-P700-T500-t120-A1	9	63,69	9,43	47,49	79,04	1,72	0,55
Fe6-P700-T500-t120-A2	9	92,18	11,65	76,78	106,60	1,32	1,00
Fe6-P700-T500-t120-A3	9	59,35	14,18	42,65	80,80	1,51	1,00
Fe6-P700-T600-t60-A1	9	63,62	11,30	46,83	77,62	1,49	1,00
Fe6-P700-T600-t60-A2	9	65,26	11,85	47,16	81,40	1,53	0,96
Fe6-P700-T600-t60-A3	9	69,98	9,57	56,45	82,77	1,41	1,00
Fe6-P700-T600-t120-A1	9	95,06	10,20	82,16	111,70	1,63	0,72
Fe6-P700-T600-t120-A2	9	66,26	18,04	42,94	95,90	1,64	0,69
Fe6-P700-T600-t120-A3	9	96,49	12,93	74,49	116,00	1,70	0,58

Fonte: Próprio Autor

Tabela 28: Valores indicados como outliers para as amostras da liga 7075 com adição de 6% de ferro

Amostra	Linha	Outlier
Fe6-P400-T500-t60-A3	1	56,27

Fonte: Próprio Autor