

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA MECÂNICA

Estudo do Reaproveitamento da Liga de Alumínio Aeronáutica 7075 T6 Pela
Rota da Metalurgia do Pó Utilizando de Moagem de Alta Energia

Leonardo Albergaria Oliveira

Itajubá
2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA MECÂNICA

Leonardo Albergaria Oliveira

Estudo do Reaproveitamento da Liga de Alumínio Aeronáutica 7075 T6 Pela
Rota da Metalurgia do Pó Utilizando de Moagem de Alta Energia

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação
em Engenharia Mecânica como parte dos
requisitos para obtenção do Título de Doutor em
Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Materiais

Orientador: Prof. Dr. Gilbert Silva
Coorientador: Prof. Dr. Edmilson Otoni Corrêa

Itajubá
2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
ENGENHARIA MECÂNICA

Leonardo Albergaria Oliveira

Estudo do Reaproveitamento da Liga de Alumínio Aeronáutica 7075 T6 Pela
Rota da Metalurgia do Pó Utilizando de Moagem de Alta Energia

Banca Examinadora:
Prof. Dr. Rosinei Batista Ribeiro
Prof. Dr. Jorge Luiz Rosa
Prof. Dr. Tarcísio Goncalves De Brito
Prof. Dr. Antônio A. A. P. Da Silva
Prof. Dr. Edmilson Otoni Correa
Prof. Dr. Gilbert Silva

Itajubá
2018

Resumo

Oliveira, L.A. (2018), Estudo do Reaproveitamento da Liga de Alumínio Aeronáutica 7075 T6 Pela Rota da Metalurgia do Pó Utilizando de Moagem de Alta Energia. 154 p.

O processamento da bauxita para obtenção de Alumínio demanda grande quantidade de energia, o que torna a reciclagem deste metal importante para o campo industrial. A reciclagem envolve insumos energéticos até 95% menores do que os requeridos para a obtenção do alumínio primário. Os processos de reciclagem convencionais, que envolvem fusão da sucata apresentam restrições no processamento das ligas, levam à volatilização de elementos de liga durante a fusão e empobrecimento da liga e perdas de até 40% devido a oxidação. Entre as ligas de alumínio, as ligas de Al-Zn-Mg-Cu (série 7xxx) apresentam maior resistência em relação ao seu peso. Para a fabricação de peças acabadas o processo mais utilizado é usinagem, gerando grande quantidade de cavacos. Uma estratégia seria o processamento destes cavacos no estado sólido, para que não haja perda das propriedades da liga. A rota de processamento baseada na metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia, que envolve as etapas de moagem, prensagem e posterior sinterização obtém-se produtos acabados com mínima produção de resíduos. As principais variáveis destes processos foram: rotação, tempo, relação massa/esfera, para a moagem e força de compressão, tempo e temperatura de sinterização para o processo de densificação. Estas variáveis influenciam diretamente no produto final e devem ser levadas em consideração a fim de se obter resultados reprodutíveis, para análise destas variáveis foi utilizado a técnica de projeto e análise de experimento. Portanto, este trabalho tem por objetivo o reaproveitamento dos cavacos de alumínio 7075T6 utilizando moagem de alta energia para a produção de um compósito, com adição de carbetos (vanádio e nióbio). O planejamento fatorial completo com um experimento de 2^k foi utilizado para verificar a influência dos parâmetros de moagem e de densificação. A sedigrafia a laser e a microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram utilizadas para análise do tamanho e morfologia das partículas. Para avaliação da área superficial foi utilizado BET. Análise Térmica Diferencial (DTA) foi utilizada para avaliar transformações microestruturais. Ensaio mecânicos de dureza HRB, microdureza HV e compressão foram realizados a fim de determinar as propriedades mecânicas do compósito. Os resultados mostram que com a adição de carbetos vanádio (VC) no processo de moagem houve uma redução de 96% no tamanho médio de partícula em comparação com o material sem adição de carbetos. As análises estatísticas revelaram que o fator tempo é o de maior influência no processo de moagem, seguido pela porcentagem de carbetos e a relação de massa esfera, e para a sinterização a temperatura. O compósito apresentou uma porosidade de 8%, sendo que a densidade foi de 95% em relação ao material fundido, a dureza de 72,6HRB e o limite elástico de 171,62 MPa e tensão de escoamento de 196,55 MPa. A partir da análise das propriedades foi verificado que este método é viável, tornando-se uma rota alternativa para o reaproveitamento dos resíduos do alumínio 7075 obtidos por usinagem.

Palavras chave: Alumínio, 7075T6, cavacos, moagem de alta energia, adição de carbetos, planejamento de experimento, Metalurgia do pó.

Abstract

Oliveira, L.A. (2018), Study of the Reutilization of the Aeronautical Aluminum Alloy 7075 T6 by the Route of Powder Metallurgy Using High Energy Milling. 154 p.

The processing of the demand for the import of large amount of energy, which makes the recycling of this metal important for the industrial field. Recycling involves energy inputs up to 95% lower than those required to obtain primary aluminum. Printing processes involving the reduction of capacity are related to the processing of the alloys, lead to the volatility of binding elements during melting and alloying, and losses of up to 40% by oxidation. Among the aluminum alloys, bind Al-Zn-Mg-Cu (7xxx series) and show greater strength in relation to their weight. For the production of finished parts, the machining process, generating large quantity of chips. One strategy would be to destroy these chips in the solid state, so that there is no loss of the properties of the alloy. The filmmaking route is based on powder metallurgy, using high energy grinding, which involves milling, pressing and subsequent sintering stages, obtaining the finished products with minimal waste production. As the key is these movements: speed, time, mass / sphere ratio, movement force, time and sintering temperature for the densification process. These variables directly influence the final product and are taken into account in order to obtain reproducible results, to analyze the variables and to use an experiment design and analysis technique for reusing the 7075T6 aluminum chips using milling of high energy for the production of a composite, with addition of carbides (vanadium and niobium). The complete factorial with a 2k experiment was used to verify the influence of milling and densification parameters. Laser sedigraphy and scanning electron microscopy (SEM) were used to analyze the particle size and morphology. For the evaluation of the surface area and used BET. Differential Thermal Analysis (DTA) was used to evaluate microstructural transformations. Mechanical hardness tests HRB, HV micro hardness and were edited for final as mechanical properties of the composite. The results show that with the addition of sodium carbide (VC) no reduction product of 96% in the average size of comparison with the material without carbide addition. As the statistical analyzes revealed that the time is the one of greater influence, and for the sinterization of temperature. The composite had a porosity of 8%, being 95% in relation to the melt, the hardness of 72,6HRB and the yield strength of 171,62 MPa and yield stress of 196,55 MPa. From the analysis of the properties it was verified that this method is feasible, becoming an alternative to revive these chips.

Keywords: Aluminum, 7075T6, chips, high energy grinding, carbide addition, DOE, powder metallurgy.

Agradecimentos

Ao meu orientador e amigo, Prof. Dr. Gilbert Silva, pela sua paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho, nesses anos de doutorado com sua competência profissional.

A meu coorientador, Prof. Dr. Edmilson Ottoni Correa pelo apoio, paciência, amizade e conhecimentos transmitidos durante a elaboração desse trabalho.

Ao laboratório Nacional de Astrofísica (LNA) pela doação dos cavacos de alumínio.

Aos meus pais, Joaquim e Eliana, e aos meus irmãos, Laurence e Leticia, pelo apoio e incentivo, que eu tanto os amo.

A minha esposa Giuliana, pela paciência, amor e companheirismo nos momentos mais difíceis.

Aos técnicos do laboratório de Metalurgia e Materiais da UNIFEI, pela ajuda e paciência durante a fase experimental.

Aos amigos e colegas, obrigado pelos bons momentos que vivemos juntos nesta caminhada.

A Capes pelo custeio da bolsa de doutorado.

Todos que direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Lista de Figuras

Figura 1. Divisão das ligas de alumínio trabalhadas (DEAN, W. A.,1990).....	19
Figura 2. Esquema dos tratamentos de solubilização e envelhecimento.....	21
Figura 3. Esquema do tratamento de solubilização e envelhecimento.....	22
Figura 4. Evolução da microestrutura e da dureza ao longo do processo.....	22
Figura 5. Micrografia precipitados nos contornos do grão da liga 7075.....	23
Figura 6. Micrografia da liga 7075 fundida, ampliação e 450x.....	25
Figura 7. Micrografia de um lingote, ampliação de 450x.....	25
Figura 8. Micrografia de 7075 lingote com o disperso fino, ampliação de 450X.....	26
Figura 9. Micrografia do 7075-T6, ampliação de 455x.....	26
Figura 10. Representação esquemática das etapas do MP.....	28
Figura 11. Etapas das transformações do processo de moagem de misturas de pós.....	30
Figura 12. Etapas das transformações ocorridas no sistema dúctil-frágil.....	33
Figura 13. Etapas da moagem de alta energia com utilização de cavacos.....	34
Figura 14. Esquema do movimento dos agentes moedores no moinho tipo Planetário.....	35
Figura 15. Etapas do ciclo de prensagem.....	40
Figura 16. Etapas do ciclo de prensagem.....	41
Figura 17. Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial de simples ação.....	42
Figura 18. Esquema da representação da força da ejeção da punção inferior.....	42
Figura 19. Linhas de densidade aparente constante de simples ação (kg/m^3). 10^3	43
Figura 20. Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial de dupla ação.....	44
Figura 21. Linhas de densidade aparente constante de dupla ação (kg/m^3).....	44
Figura 22. Esquema dos vários tipos de sinterização.....	45
Figura 23. Ilustração do molhamento entre um líquido e um sólido.....	46
Figura 24. Ilustração do modelo teórico dos estágios da sinterização em fase líquida.....	47
Figura 25. Ilustração dos mecanismos de acomodação e crescimento de pescoço.....	48
Figura 26. Modelo de transporte de matéria durante a sinterização.....	49
Figura 27. Ilustração do modelo teórico dos estágios da sinterização por fase sólida.....	49
Figura 28. Tensões criadas com adições de carbetos.....	51
Figura 29. Correlação entre variáveis de entrada e saída de um processo.....	53
Figura 30. Gráfico do Efeito Principal Xi com Relação à Resposta yi.....	59
Figura 31. Gráfico de Interação.....	59
Figura 32. Gráfico de Teste de Normalidade.....	60
Figura 33. Micrografia dos cavacos como recebidos.....	61
Figura 34. Micrografia do carbetos de vanádio 1 e do de nióbio 2.....	61
Figura 35. Jarro com a carga para moagem e as esferas.....	62
Figura 36. Moinho planetário e Jarro com controle de atmosfera.....	62
Figura 37. Fluxograma dos experimentos.....	65
Figura 38. Analisador da Quanta–Chrome modelo NOVA 1200e.....	68
Figura 39. Equipamento análise Termográfica.....	68
Figura 40. Equipamento universal de ensaios EMIC.....	71
Figura 41. Fotografia do cavaco obtido por Estereoscópio.....	73
Figura 42. Micrografia do VC (a) e NbC (b) obtido via MEV.....	73
Figura 43. Fotografia do jarro com carga sem agente controlador.....	75
Figura 44. Micrografia dos pós figura A com Metanol e B com Ácido esteárico.....	76
Figura 45. Gráfico de Pareto dos efeitos.....	80
Figura 46. Gráfico de pontos residuais.....	81
Figura 47. Gráfico linear dos efeitos principais.....	81
Figura 48. Gráficos das Interações.....	82

Figura 49. Foto do jarro aberto após a moagem.	82
Figura 50. Foto do jarro com o material que se comportou de maneira pirofórico.	83
Figura 51. Micrografia das partículas embutidas da condição 15 de moagem.	84
Figura 52. Micrografia análise de varredura (a) e análise pontual (b) das partículas da condição 15 de moagem.	84
Figura 53. Micrografia da borda da partícula com a presença de carbetos de vanádio.	85
Figura 54. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 1.	86
Figura 55. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 9.	86
Figura 56. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 3.	87
Figura 57. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 2.	87
Figura 58. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 5.	88
Figura 59. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 7.	88
Figura 60. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 15.	89
Figura 61. Micrografia (a) e o Mapeamento de EDS (b) e o espectro (c) no experimento 15 da moagem.	89
Figura 62. Representação ensaios e classificação BET.	91
Figura 63. DTA Amostra 15.	92
Figura 64. Gráfico de Pareto dos efeitos da densificação.	94
Figura 65. Gráfico dos pontos residuais.	94
Figura 66. Gráfico linear dos efeitos principais.	95
Figura 67. Gráficos das Interações da densificação.	95
Figura 68. Gráfico dos valores médios da densidade a verde e desvio padrão.	96
Figura 69. Gráfico como a comparação da densidade a verde pela densidade aparente.	97
Figura 70. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 8.	99
Figura 71. Difratogramas do experimento 15 de moagem e do ED 8.	100
Figura 72. Difratogramas ampliado entre 44° e 46° do pó (15) e da sinterizada (8).	100
Figura 73. Gráfico da comparação das porosidades.	101
Figura 74. Análise de porosidade por imagem das amostras com 100 vezes de ampliação. .	102
Figura 75. Gráfico das Médias com os desvios das durezas para os experimentos 1 a 9.	103
Figura 76. Gráfico com a comparação entre a densidade e dureza.	104
Figura 77. Mapeamento de EDS no experimento 1.	122
Figura 78. Mapeamento de EDS no experimento 3.	122
Figura 79. Mapeamento de EDS no experimento 5.	123
Figura 80. Mapeamento de EDS no experimento 7.	123
Figura 81. Mapeamento de EDS no experimento 9.	124
Figura 82. Mapeamento de EDS no experimento 11.	124
Figura 83. Mapeamento de EDS no experimento 13.	125
Figura 84. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 1. ..	125
Figura 85. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 2. ..	125
Figura 86. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 3. ..	126
Figura 87. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 4. ..	126
Figura 88. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 5. ..	127
Figura 89. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 6. ..	127
Figura 90. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 7. ..	128
Figura 91. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 9. ..	128
Figura 92. Gráfico tensão x deformação das amostras.	128

Lista de Tabelas

Tabela 1. Séries de ligas trabalhadas e seus principais elementos de liga.....	20
Tabela 2. Com a composição química da liga de alumínio7075.....	24
Tabela 3. Propriedades mecânicas da liga de alumínio7075.....	24
Tabela 4. Com os resumos dos trabalhos mencionados	39
Tabela 5. Mecanismos de transporte de matéria durante a sinterização.....	49
Tabela 6. Propriedades física, mecânica e térmica do VC.....	52
Tabela 7. Principais métodos do Projeto e Análise de Experimentos.....	56
Tabela 8. Matriz de Planejamento de experimento 2 ³	57
Tabela 9. Variáveis do processo de moagem.....	66
Tabela 10. Tabela de experimento fatorial completo da moagem.....	67
Tabela 11. Variáveis do processo de Sinterização.....	69
Tabela 12. Tabela de experimento fatorial completo da Densificação.....	70
Tabela 13. Parâmetros mínimo e máximos.....	74
Tabela 14. Resultado da comparação da utilização de Carbetos.....	75
Tabela 15. Resultado da comparação sem e com ACP com parâmetros 10 h, 250 rpm, relação 1:10 e sem carbetos.....	75
Tabela 16. Parâmetros e valores relativos à distribuição acumulativa e média volumétrica das amostras submetidas ao DOE Principal.....	77
Tabela 17. Parâmetros e valores relativos à distribuição acumulativa e média volumétrica das amostras submetidas ao DOE Replica.....	78
Tabela 18. Tabela de análise de variância	79
Tabela 19. Tabela dos coeficientes codificados.....	80
Tabela 20. Tabela dos experimentos analisadas no MEV e os parâmetros MAE.....	85
Tabela 21. Análise BET.....	90
Tabela 22. Análise Granulométrica D50 e Média Volumetrica	90
Tabela 23. Tabela da análise de variância para a sinterização.....	93
Tabela 24. Tabela dos coeficientes codificados.....	93
Tabela 25. Tabela das densidades do material sinterizado.....	97
Tabela 26. Com os valores obtidos para otimização dos parâmetros da densificação	98
Tabela 27. Média da porosidade para cada parâmetro.....	101
Tabela 28. Tabela com o resultado de todas as análises realizadas nas amostras sinterizadas do DOE.....	104
Tabela 29. Microdureza média das amostras 8.1,8.2 8.3.....	105
Tabela 30. Diâmetro, comprimento e área inicial das amostras 1c-5c.....	105
Tabela 31. Valores de tensão do gráfico tensão x deformação para as amostras de 1c-5c. ...	106
Tabela 32. Valores médios do módulo de elasticidade (E) e alongamento das amostras 1-5.	106

Lista de Abreviaturas

Al – Alumínio

MAE – Moagem de Alta Energia

DOE – Projeto e Análise de Experimentos

MP – Metalurgia do Pó

MEV – Microscopia eletrônica de Varredura

BET – Método Brunauer, Emmett e Teller (Teoria de Adsorção Multimolecular)

EDS – Espectroscopia de Energia Dispersiva

VC – Carbetto de Vanádio

NbC – Carbetto de Nióbio

LNA – Laboratório Nacional de Astrofísica

LMM – Laboratório de Metalurgia de Materiais

LCE – Laboratório de Caracterização Estrutural

DTA – Análise Térmica Diferencial

ED – Experimento de Densificação

MV – Média volumétrica

Sumário

Resumo	19
Abstract	20
Agradecimentos	21
Lista de Figuras	22
1 JUSTIFICATIVA	29
2 OBJETIVOS	30
2.1 Objetivo Geral.....	30
2.2 Objetivo Específico.....	30
3 INTRODUÇÃO.....	16
4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
4.1 Ligas de Alumínio	18
4.1.1 Efeitos dos Elementos de Liga no Alumínio.....	19
4.1.2 Endurecimento nas Ligas de Alumínio	21
4.1.3 Mecanismo de Endurecimento por Precipitação	21
4.1.4 Liga de Serie 7xxx.....	22
4.1.5 A Liga de alumínio 7075	23
4.2 Metalurgia do Pó (MP)	26
4.2.1 - Pós Metálicos	27
4.2.2 Mecanismos de Moagem de Pós	30
4.2.3 Moagem de Alta Energia (MAE)	31
4.2.4 Sistema Dúctil-Dúctil	31
4.2.5 Sistema Dúctil-Frágil.....	32
4.2.6 Sistema Frágil-Frágil	32
4.2.7 Mecanismos de Moagem de Cavacos.....	33
4.2.8 Meios de Moagem	34
4.2.9 Variáveis do Processo de Moagem.....	36
4.2.10 Piroforicidade	39
4.2.11 Compactação	39
4.2.12 Sinterização	44
4.2.13 Tipos de Sinterização.....	45
4.3 Adição de Carbonetos	50
4.3.1 Carbetos de Nióbio (NbC)	51
4.3.2 Carbetos de Vanádio (VC).....	52
4.4 A Técnica do Projeto e Análise de Experimentos (DOE).....	53
4.4.1 Métodos Estatísticos Para a Análises e Modelagem de Experimentos	53
4.4.2 Planejamento Fatorial Completo 2 ^k	55

5	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	61
5.1	Caracterização do Material Precursor	61
5.1.1	Características originais do cavaco de alumínio	61
5.1.2	Características originais do carbetos de vanádio	61
5.2	Moagem dos Materiais.....	62
5.2.1	Composição das Amostras para a Moagem.....	62
5.2.2	Equipamentos de Moagem de Alta Energia.	62
5.2.3	Análise do Tamanho de Partícula.....	63
5.2.4	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	63
5.2.5	Difratometria de Raios X (DRX)	63
5.3	Preparação das Amostras para a Sinterização.....	63
5.3.1	Análise da Densificação	64
5.4	Método:.....	65
5.4.1	Moagem de Alta Energia.....	65
5.4.2	Variáveis estudadas no Projeto e Análise de Experimentos para a Moagem.....	66
5.4.3	Análise de Área Superficial e Porosidade	68
5.4.4	Análises Termogravimétrica.....	68
5.4.5	Parâmetros de Sinterização/Densificação	69
5.4.6	Preparação das Amostras Para As Análises Metalográficas	69
5.4.7	Ensaio Mecânico	70
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
6.1	Caracterização do Material Precursor.....	73
6.2	A Moagem de Alta Energia (MAE).....	74
6.2.1	Avaliação da influência da adição de Carbetos	74
6.2.2	Comparação dos Agentes Controladores do Processo (ACP).....	75
6.2.3	Planejamento Experimental da MAE - Análise de Tamanho de Partículas	76
6.2.4	Caracterização do Pós da MAE.....	82
6.2.5	Análise Metalográfica dos Pós	85
6.2.6	Análise EDS dos Pós	89
6.2.7	Análise BET x Granulometria do MAE	90
6.2.8	Análise Térmica.....	91
6.3	DOE da Densificação.....	92
6.4	Planejamento Experimental da Densificação.....	92
6.4.1	Caracterização do Material Prensado	96
6.4.2	Análise das Amostras Sinterizadas.....	96
6.4.3	Processo de Otimização da DOE da Densificação	98
6.5	Análise de Difração de raios X.	99

6.6	Análise de Porosidade dos Sinterizados.....	101
6.7	Ensaio Mecânico.....	103
6.7.1	Análise de Dureza.....	103
6.7.2	Microdureza.....	105
6.7.3	Ensaio de Compressão.....	105
7	CONCLUSÃO.....	108
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	109
9	SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	117
10	PUBLICAÇÕES REALIZADAS COM PARTE DESTE TRABALHO.....	118
10.1	Publicações em Anais de Congressos Nacionais	118
10.2	Publicações em Congressos Internacionais.....	118
10.3	Patentes Depositadas	119
10.4	Artigos Submetidos para Publicação.....	121
11	Apêndices	122
11.1	Análise de EDS dos Experimentos MAE.....	122
11.2	Análise de EDS dos Sinterizados	125
11.3	Gráficos do Ensaio de Compressão.....	128
12	Anexos.....	130
12.1	A relatórios do Analisador de partícula.....	130
12.2	Relatórios da Análise de EDS do Pó.....	146
12.2.1	Ponto 0 e Ponto 1.....	146
12.2.2	Ponto 2.....	147

1 JUSTIFICATIVA

O Brasil é um dos países com a maior taxa de reciclagem de alumínio do mundo, cerca de 95% de todo alumínio produzido no país é reciclado. No entanto, a reciclagem convencional envolve a fusão da sucata, em que estas apresentam restrições no processamento das ligas de alumínio, pois adquirem boas propriedades mecânicas devido a adição de elementos e tratamentos térmicos. Na reciclagem por fusão as ligas podem apresentar à volatilização de elementos e o empobrecimento, e também perdas de até 40% em consequência da oxidação (PETERSON, RAY D. FLORENCE, 1992).

A reciclagem de cavacos por fundição revela um processo de alto consumo de energia, e alto custo. Além disso, verificou-se que 46 a 48% da massa de cavacos de Alumínio se perde durante a reciclagem usando o processo de fundição (ABD EL AAL; YOO YOON; SEOP KIM, 2013; GRONOSTAJSKI; MARCINIAK; MATUSZAK, 2000; MAHBOUBI SOUFIANI; ENAYATI; KARIMZADEH, 2010; SAMUEL, 2003).

O reaproveitamento do cavaco da liga de alumínio 7075 por meio da metalurgia do pó, é vantajosa, pois durante a sinterização o material não atinge a temperatura de fusão, evitando o risco de volatilização dos elementos ou perdas por oxidação. Desta forma, há possibilidade de reutilização do material mantendo boas propriedades mecânicas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver um compósito a partir dos cavacos da liga Al 7075-T6 com ou sem adição de carbetos por meio da rota metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia.

2.2 Objetivo Específico

- Avaliar as variáveis mais influentes no processo de moagem por meio do Projeto e Análise de Experimentos.

- Verificar a influência da adição ou não de carbetos no processo de moagem.

- Verificar a influência dos agentes controladores de processo.

- Avaliar as variáveis mais influentes no processo de densificação por meio do Projeto e Análise de Experimentos.

- Caracterizar as propriedades mecânicas do compósito obtido pelos ensaios de; dureza, microdureza e compressão.

3 INTRODUÇÃO

Diversos componentes utilizados nas indústrias, nas mais diversas áreas enfrentam desafios constantes em termos de redução de peso e redução de custos de seus produtos. O alumínio (Al) devido ao baixo peso específico e sua possibilidade de ser endurecido por tratamentos térmicos ou mecânicos, apresenta uma importância tecnológica significativa nas indústrias: automobilística, de defesa e aeronáutica devido ao seu baixo peso e alta resistência.

A usinagem é um dos processos utilizados para a fabricação de produtos semiacabados e acabados de ligas Al, removendo o sobre metal da peça, gerando assim cavacos. A quantidade de cavacos produzidos como resultado do processo de usinagem é suficientemente grande para que a reciclagem destes seja necessária por razões industriais e ambientais. A fundição é geralmente o método mais tradicional para a reciclagem. Este método é desfavorável devido a uma significativa perda de metal, devido à oxidação no processo de refusão com perdas de até 48% em peso (ABD EL AAL; YOO YOON; SEOP KIM, 2013; VAROL; CANAKCI; OZSAHIN, 2014; SHAMSUDIN; LAJIS; ZHONG, 2016).

A composição da liga Al 7075 é aproximadamente 5,6 a 6,1% de zinco, 2,1 a 2,5% de magnésio, 1,2 a 1,6% de cobre e menos de meio por cento de silício, ferro, manganês, titânio, cromo e outros metais. São frequentemente utilizadas em aplicações de transporte, incluindo naval, terrestre e aéreo, devido à sua alta relação resistência mecânica e baixa densidade. Também são utilizados para a fabricação de equipamentos esportivos como equipamentos para escalada, componentes para bicicletas e estruturas para asa-delta (Krishnamoorthi et al, 2015).

A liga de alumínio 7075T6 é obtida por processo de fusão e posteriormente passa por tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento artificial com estes o material apresenta aumento da resistência mecânica, estes tratamentos térmicos elevam os custos da obtenção desta liga. Produtos acabados de Al 7075T6 também utilizam o processo de usinagem que consequentemente geram uma grande quantidade de cavacos. Na reciclagem por refusão do Al 7075T6 alguns dos elementos de químicos (Zn, Mg) da liga que são responsáveis por melhorarem as propriedades mecânicas do alumínio perdem sua estequiometria, assim transformando em uma liga de menor resistência mecânica.

Uma rota de reciclagem alternativa seria o processamento destes cavacos no estado sólido para que não houvesse perda de material e dos elementos da liga (SHAMSUDIN et al, 2016). Uma rota baseada na metalurgia do pó (MP), que envolve as etapas de obtenção de pós através de moagem e posteriormente a sinterização em que o material seria processado no estado sólido, uma vez que neste processo o material sofre aquecimento abaixo da temperatura de fusão. Este

material produzido poderia ser utilizado na fabricação de novos produtos no formato final reduzindo assim novos resíduos. O uso da MP para a fabricação de componentes de liga de Al tem sido tema pesquisas (POOL et al., 2011).

A introdução de carbetos de elevada dureza (carbeto de Níóbio e Carbeto de Vanádio) na moagem tem a função de elevar a eficiência na obtenção dos pós, os quais são incorporados na matriz dúctil do Al gerando tensões e facilitando assim a ruptura dos cavacos. Estes pós em contraste com a matriz de Al formam um compósito metal cerâmico. Os compósitos de matriz de metal reforçados com partículas são materiais atraentes porque exibem maior redução de peso devido a maior relação força-peso, estabilidade dimensional e propriedades físicas e mecânicas melhoradas (CABEZA et al., 2017).

Na forma de otimizar os experimentos foi utilizada a técnica de Projeto e Análise de Experimentos (DOE), no processo de moagem e no processo de densificação de forma a obter a melhor condição destes processos.

Neste sentido, este trabalho buscou aproveitar os cavacos de Al 7075T6 de uma forma que fosse possível manter as boas propriedades desta liga sem a necessidade de um novo tratamento térmico por meio da produção de um compósito (Al+Carbetos) utilizando a técnica da metalurgia do pó, via moagem de alta energia.

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 Ligas de Alumínio

As ligas de alumínio são materiais nos quais recebem adições de elementos específicos ao alumínio, com a finalidade de desenvolver ou melhorar propriedades.

Algumas destas ligas apresentam aumento de resistência através de tratamento térmico, estas também podem ter resistência à tração de aproximadamente 700Mpa (ZANGRANDI, 2008).

Quando adicionados os elementos de liga no alumínio, estes provocam modificações em suas propriedades como, aumento de resistência, refinamento de grão (DEAN, W. A.,1990).

Os elementos mais eficazes para melhorar as propriedades mecânicas são manganês e cobre na faixa de 0,5% ou menos. No entanto, manganês normalmente precipita como o Al_6Mn e se dissolve durante o pré-aquecimento do lingote e no processamento a quente de modo que apenas 0,2-0,3% tende a permanecer em solução (POLMEAR et al., 2006).

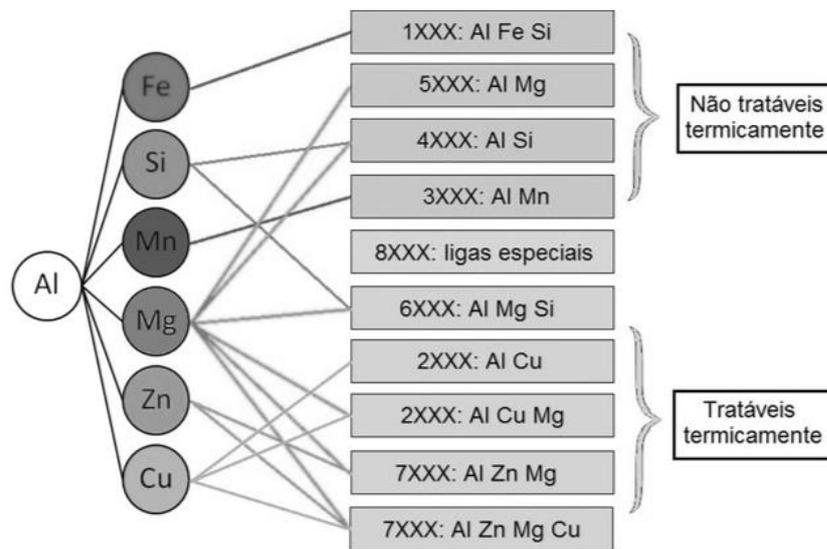
Adições de cobre para as ligas não tratáveis termicamente utiliza-se normalmente um máximo de 0,3%, para evitar uma possível formação de constituintes insolúveis Al-Cu-Fe.

O magnésio é um elemento que atua como forte endurecedor por solução sólida. (POLMEAR et al., 2006).

As ligas de alumínio são classificadas em duas categorias principais: ligas para a fundição e ligas endurecíveis, as ligas endurecíveis ainda apresentam duas subdivisões: tratáveis termicamente e não tratáveis termicamente, figura 1, alumínio comercialmente puro e suas ligas baseadas em Al-Mg e Al-Mn são os exemplos mais comuns que não são endurecíveis. O segundo grupo compreende as ligas, tais como Al-Cu-Mg, Al-Mg-Si e Al-Zn-Mg-Cu que respondem ao envelhecimento ou a precipitação para seu endurecimento (POLMEAR et al., 2006).

Muitas ligas respondem a um tratamento térmico com base em solubilidades de fase. Estes tratamentos incluem solubilização, tratamento térmico, têmpera e envelhecimento (DEAN, W. A.,1990).

Figura 1. Divisão das ligas de alumínio trabalhadas (DEAN, W. A.,1990).



Fonte: Adaptado de (DEAN, W. A.,1990).

4.1.1 Efeitos dos Elementos de Liga no Alumínio

O alumínio sofre grandes modificações nas suas propriedades quando são adicionados elementos de liga em sua matriz os principais elementos e sua influência estão descritos a seguir.

Manganês – É considerado impureza em composições para fundição, sendo assim controlado para se manter em baixos níveis. Na ausência de endurecimento por trabalho a frio, o manganês não oferece benefícios significantes na liga de alumínio para fundição. O Mn também é empregado para alterar a resposta ao tratamento superficial de anodização.

Magnésio – É um endurecedor e aumenta a resistência em ligas de alumínio-silício tratadas termicamente, e é comumente usado em ligas Al-Si contendo cobre, níquel. Algumas composições Al-Si, empregam magnésio na faixa de 0,4 a 0,7%. O magnésio acelera e intensifica o efeito endurecedor, durante o tratamento térmico T6, por meio da precipitação de compostos intermetálicos (Mg_2Si).

Níquel – É comumente empregado com o cobre para melhorar as propriedades em altas temperaturas. Este também reduz o coeficiente de expansão térmica.

Zinco – A adição o zinco ao alumínio sozinho não causa nenhum efeito. Mas se acompanhado da adição de cobre e/ou magnésio, entretanto, o zinco resulta em composições atrativas para tratamento térmico ou envelhecimento artificial.

Titânio – É utilizado para refinar a estrutura de grão das ligas de alumínio, frequentemente em combinações com boro. Também é empregado em concentrações para reduzir a tendência à trinca.

Cobre – Aumenta substancialmente a dureza e a resistência tanto na condição bruta de fusão como tratada termicamente. Ligas contendo teores de cobre entre 4 a 6% respondem fortemente ao tratamento térmico. Porém, o elemento reduz a resistência à corrosão em geral, sob algumas condições específicas como a corrosão sob tensão. Adições de cobre também reduzem a resistência às trincas de contração.

As ligas de alumínio possuem uma nomenclatura desenvolvida pela ‘*Aluminium Association*’, neste sistema a identificação emprega diferentes nomenclaturas para ligas trabalhadas e ligas fundidas, mas as divide em famílias simples. Para as ligas trabalhadas um sistema de quatro dígitos é utilizado para produzir uma lista de famílias de acordo com a composição (ASM HANDBOOK, 1990). As classificações para ligas de trabalho são observadas na Tabela 1.

Tabela 1. Séries de ligas trabalhadas e seus principais elementos de liga.

Série	Principais elementos de liga
1xxx (c)	Alumínio puro, composição controlada (Al 99,0%)
2xxx (a)	Al-Cu:
3xxx (c)	Al-Mn
4xxx (c)	Al-Si
5xxx (c)	Al-Mg
6xxx (a)	Al-Mg-Si
7xxx (a)	Al-Zn
8xxx (b)	Al-Li, Al-Sn, Al-Fe, etc.
9xxx	Série não utilizada
(a) Ligas endurecíveis por precipitação.	
(b) Várias ligas dessa série são endurecíveis por precipitação.	
(c) Ligas endurecíveis por deformação a frio.	

Fonte: Adaptado de Polmear et al 2006.

O alumínio no estado puro e no estado recozido apresenta resistência mecânica na ordem de 7-11 MPa. Quando se deseja usar este material, pode-se aumentar sua resistência por endurecimento por solução sólida. Para que isto seja alcançado, o soluto deve (JOHN E. HATCH, 2005):

- Ter uma solubilidade apreciável no estado sólido à temperatura de recozimento;
- Permanecer em solução sólida após um resfriamento lento;

- Não ser removido por reação com outros elementos para formar fases insolúveis;

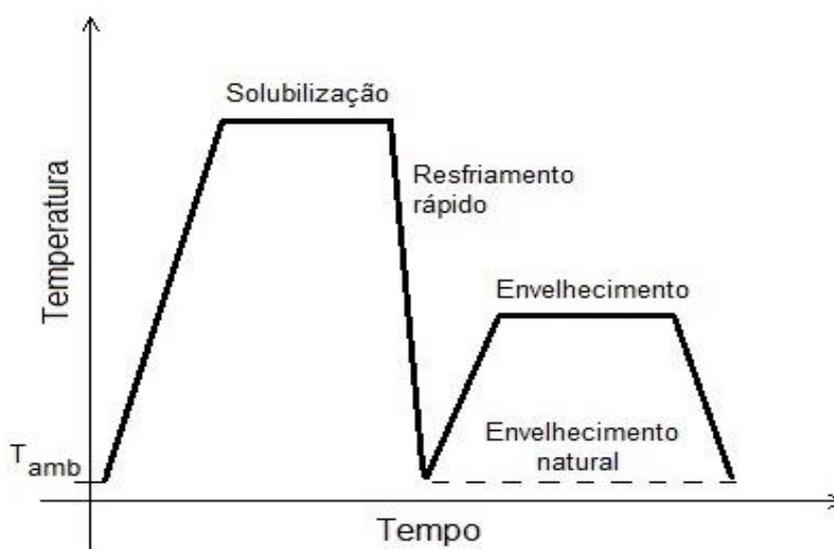
4.1.2 Endurecimento nas Ligas de Alumínio

O método mais eficaz de aumentar a resistência mecânica de ligas de Al é pelo endurecimento por precipitação (ASM HANDBOOK, 1990; SOARES, 2009a). As ligas de alumínio capazes de ser envelhecidas são aquelas onde a solubilidade de um ou mais elementos diminui com a queda da temperatura. Estas pertencem às séries 2XXX, 6XXX, 7XXX e 8XXX (ZANGRANDI, 2008).

Esse processo envolve várias etapas, que são a solubilização, a têmpera e o envelhecimento natural ou artificial, são esquematizadas nas Figura 2 e 3.

Na Figura 3 em “1”, o material é aquecido até a região α , de “1” para “2” sofre um resfriamento brusco, mantendo a estrutura à temperatura ambiente em “2”, na forma de uma solução sólida supersaturada. De “2” para “3” o material ocorre novo aquecimento de temperatura, em “3” formam-se precipitados na matriz que ocasionam o aumento da resistência mecânica no material.

Figura 2. Esquema dos tratamentos de solubilização e envelhecimento.

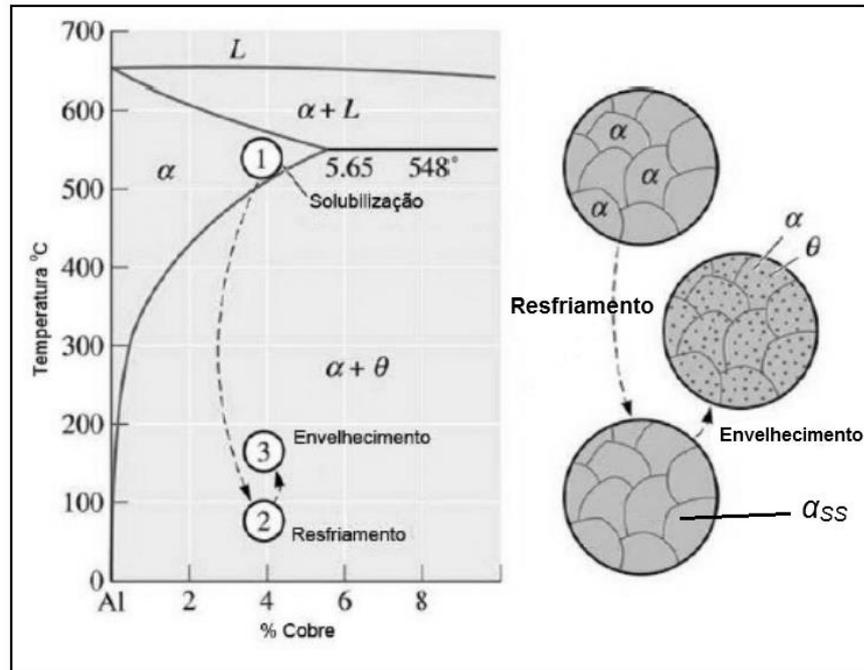


Fonte: Adaptado de (ZANGRANDI,2008).

4.1.3 Mecanismo de Endurecimento por Precipitação

O mecanismo de endurecimento por precipitação é, de forma geral, a precipitação de partículas de segunda fase na matriz, que irão atuar como obstáculos ao movimento das discordâncias, aumentando a dureza e resistência mecânica da liga (SOARES, 2009b). O processo envolve várias transformações na rede cristalina.

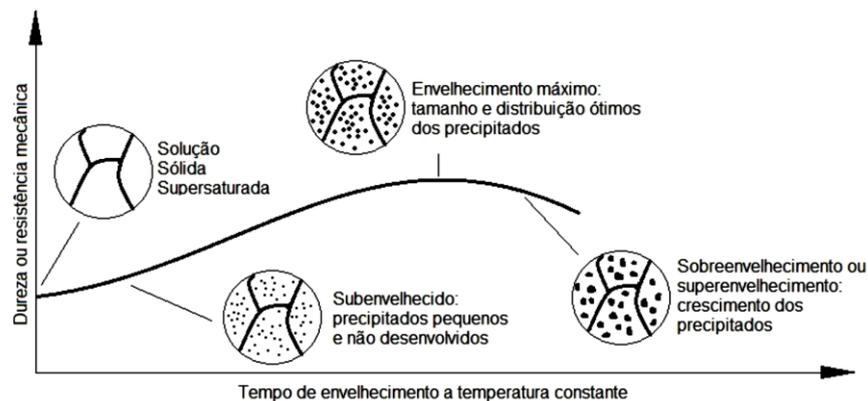
Figura 3. Esquema do tratamento de solubilização e envelhecimento.



Fonte: Adaptado de (FIORAVANTI, 2008).

Na Figura 4 nota-se como a microestrutura do material se comporta no processo de envelhecimento desde a solubilização até o superenvelhecimento e como essas mudanças afetam na dureza do material.

Figura 4. Evolução da microestrutura e da dureza ao longo do processo.



Fonte: Adaptado de (ZANGRANDI, 2008).

Neste trabalho daremos mais atenção para as ligas da série 7xxx, pois sendo a utilizada neste trabalho.

4.1.4 Liga de Serie 7xxx.

As ligas da série 7000 são caracterizadas pela presença de Zinco como elemento principal de liga adicionado em quantidades entre 1 e 8%. O zinco é altamente solúvel na matriz de

alumínio e não exerce influência na microestrutura da liga. No entanto, a classe de liga mais frequentemente encontrada contém magnésio e cobre, bem como outros como cromo, manganês, ou zircônio, e pode conter o ferro e silício. O Cu reduz a solubilidade e a tenacidade. O Cr adicionado até 0,3% tem efeito de melhorar a resistência à corrosão.

Adições de Zinco em conjunto com Mg resultam em ligas tratáveis termicamente, em que ocorre endurecimento por precipitação de fases.

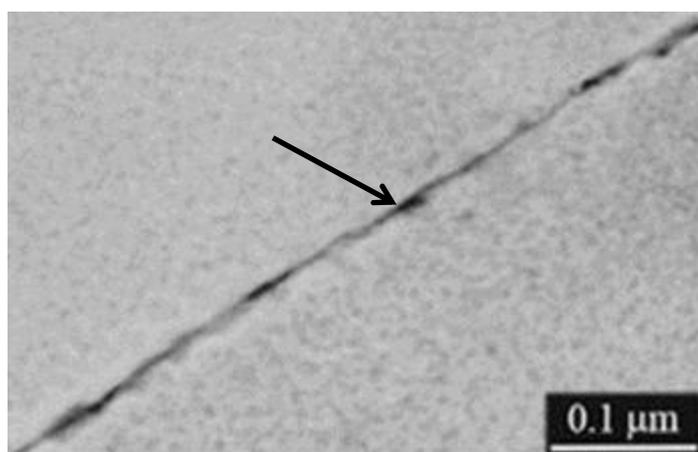
Estas ligas apresentam uma alta plasticidade onde forma um tipo eutético que oferece uma grande possibilidade de aplicação.

A reação eutética desta liga ocorre próximo dos 380°C, com o líquido contendo 94,9% de zinco, que reagem para formar uma outra solução sólida de alumínio, formando assim uma solução sólida com 1,1% de alumínio e 82,8% de zinco.

A solução resultante é uma reação monotetoide que ocorre a 275°C contendo duas fases uma 78% de alumínio e 31,6% de zinco e outra com uma solução sólida de zinco contendo 0,6% alumínio. A diferença de solubilidade desaparece a temperatura de 351°C (JOHN E. HATCH, 2005).

A elevada resistência desta série de ligas de Alumínio é devido aos precipitados finos uniformemente distribuídos, que são formados durante o envelhecimento artificial, conforme podemos observar na Figura 5 (FOOLADFAR; HASHEMI; YOUNESI, 2010).

Figura 5. Micrografia precipitados nos contornos do grão da liga 7075.



Fonte: Adaptado de (FOOLADFAR; H, Y, 2010).

4.1.5 A Liga de alumínio 7075

A composição química desta liga pode ser observada na Tabela 2 e as propriedades mecânicas na Tabela 3. A liga contendo Al-Zn-Mg-Cu tem sido extensivamente usada em componentes estruturais nas indústrias aeroespaciais devido à; sua alta resistência e baixa densidade, alta tenacidade à fratura, excelente resistência à corrosão sob tensão, juntamente

com o aumento da resistência por envelhecimento natural (Chaitanya at. all, 2015). Sendo uma liga de sistema quaternário AL-Cu-Mg-Zn, este sistema é o que apresenta maior resistência das ligas comerciais, caracterizado pelo, zinco o elemento fundamental. Esta liga apresenta a maior resistência em relação ao peso comparado a outras ligas de alumínio.

Tabela 2. Com a composição química da liga de alumínio7075.

Liga	UNS No.	Cr	Mg	Cu	Mn	Fe	Ni	Zn	Al
7075	A97075	0,18-0,28	2,1-2,9	1,2-2,0	0,3	1	0-0,5	5,1-6,1	Restante

Fonte: Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005)

Tabela 3. Propriedades mecânicas da liga de alumínio7075.

Liga	7075 T6
Peso Específico (g/cm ³)	2,8
Módulo de Elasticidade (Mpa)	73000
Módulo de Rigidez (Mpa)	27500
Temperatura de Fusão (°C)	475-630
Calor Específico (0-100°C) (Cal./g°C)	0,23
Coefficiente de Expansão Linear (L/°C)	24x10-6
Condutibilidade Térmica (25°C) (Cal./cm °C)	0,29
Condutibilidade Elétrica (IACS)%	30

Fonte: Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005)

Uma das características das ligas de alumínio-zinco-magnésio é a elevada solubilidade de seus elementos, as composições da matriz de alumínio para as reações são invariantes em níveis elevados de zinco e de magnésio. É raro de serem encontrados estes elementos sem estarem em equilíbrio, (JOHN E. HATCH, 2005).

Na forma de um lingote fundido, a liga 7075 forma uma ou mais variantes de (Fe, Cr)₃SiAl₁₂, Mg₂Si e um eutético pseudo-binário constituído por alumínio e MgZn₂ conforme Figura 6. A última fase a se formar contém alumínio e cobre como substitutos do zinco e tem estequiometria Mg (Zn, Cu, Al)₂.

Com o aquecimento posterior as fases ricas em ferro se transformam em Al₇Cu₂Fe conforme Figura 7. O Mg₂Si não dissolve completamente e tende a esferoidizar. O Mg(Zn,Cu,Al)₂ rapidamente começa a dissolver-se, e ao mesmo tempo precipita-se como Al₂Cu. O Al₂Cu requer temperaturas elevadas e permanência prolongada para se dissolver. O cromo se precipita

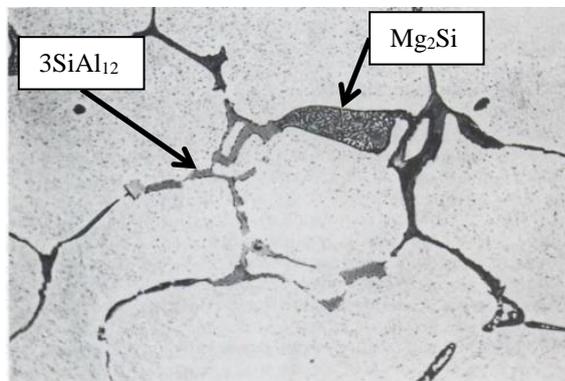
a partir de solução supersaturada com disperso de $\text{Cr}_2\text{Mg}_3\text{Al}_{18}$, concentrado fortemente nas regiões de contorno de grãos conforme a Figura 8.

Uma liga 7075 contém as fases $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $(\text{Fe}, \text{Cr})_3\text{SiAl}_{12}$ e Mg_2Si . Os grãos recristalizados são alongados ou achatados devido à ligação com os dispersos, e as regiões não recristalizadas não são difíceis de serem encontradas pode serem nestas na microestrutura. A

Figura 9 mostra os grãos recristalizados são as regiões claras e fragmentos de grãos não recristalizados são as regiões escura com a utilização do ataque químico Keller.

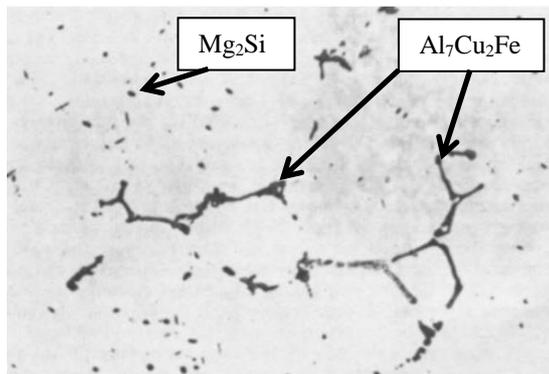
Os dispersos inibem a recristalização e promovem a formação das estruturas de sub-grão finas de ZrAl_3 este que fica coerente com a matriz.

Figura 6. Micrografia da liga 7075 fundida, ampliação e 450x.



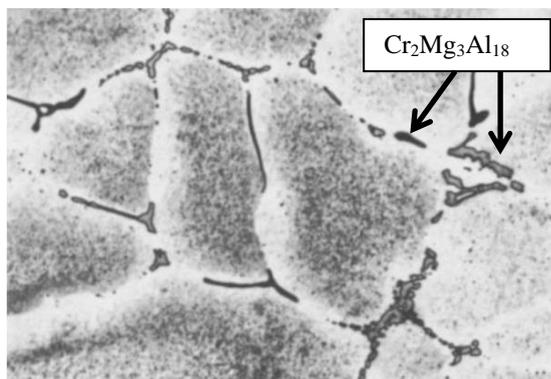
Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005).

Figura 7. Micrografia de um lingote, ampliação de 450x.



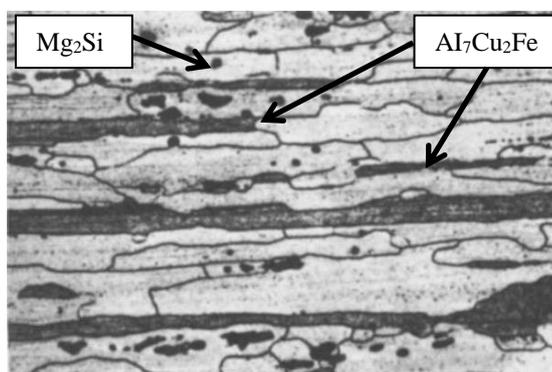
Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005)

Figura 8. Micrografia de 7075 lingote com o disperso fino, ampliação de 450X.



Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005)

Figura 9. Micrografia do 7075-T6, ampliação de 455x.



Adaptado de (JOHN E. HATCH, 2005)

4.2 Metalurgia do Pó (MP)

A metalurgia do pó é uma técnica totalmente consolidada no mundo industrial. O processo de metalurgia do pó é utilizado na produção de peças que apresentam geometria complexa. As peças produzidas por este processo têm menor custo em relação às peças produzidas pelos processos de forjamento de produção em larga escala, e possui um nível de resíduos muito baixo.

A metalurgia do pó é um processo pelo qual um material sólido: metais, cerâmicas, na forma de uma massa de partículas, normalmente com dimensões menores do que 150 microns é convertido num componente de engenharia, possuindo propriedades predeterminadas que permitem que ele seja utilizado na maioria dos casos, sem processamento adicional (THUMMLER; OBERACKER, 1995).

O método de MP constitui-se na prensagem dos pós obtidos por meio da moagem de materiais primas onde há redução de tamanho das partículas, a compactação ou prensagem em moldes metálicos e sinterização, ao fim do processo o produto possuirá a forma final pré-

definida, um bom acabamento superficial, boas propriedades mecânicas, e uma composição química controlada. É aplicado como recurso alternativo a outros métodos que consomem muita energia, como por exemplo: materiais que possuem um alto ponto de fusão a MP se tornando um rota vantajosa (SURYANARAYANA, 2001). As etapas do método MP serão exibidas na Figura 10.

4.2.1 - Pós Metálicos

Os pós utilizados como matéria prima constitui um fator importante, principalmente que se refere à sua uniformidade. Uma boa qualidade dos pós é resultado do processo de sua obtenção. Existem vários métodos que são agrupados por classes conforme segue abaixo (THUMMLER; OBERACKER, 1995).

- Reações Químicas e Decomposição
- Atomização de metais fundidos
- Decomposição Eletrolítica.
- Processamento mecânico no estado sólido.
- Reações químicas é a redução de óxidos metálicos, pelo emprego de um agente redutor gasoso ou sólido.

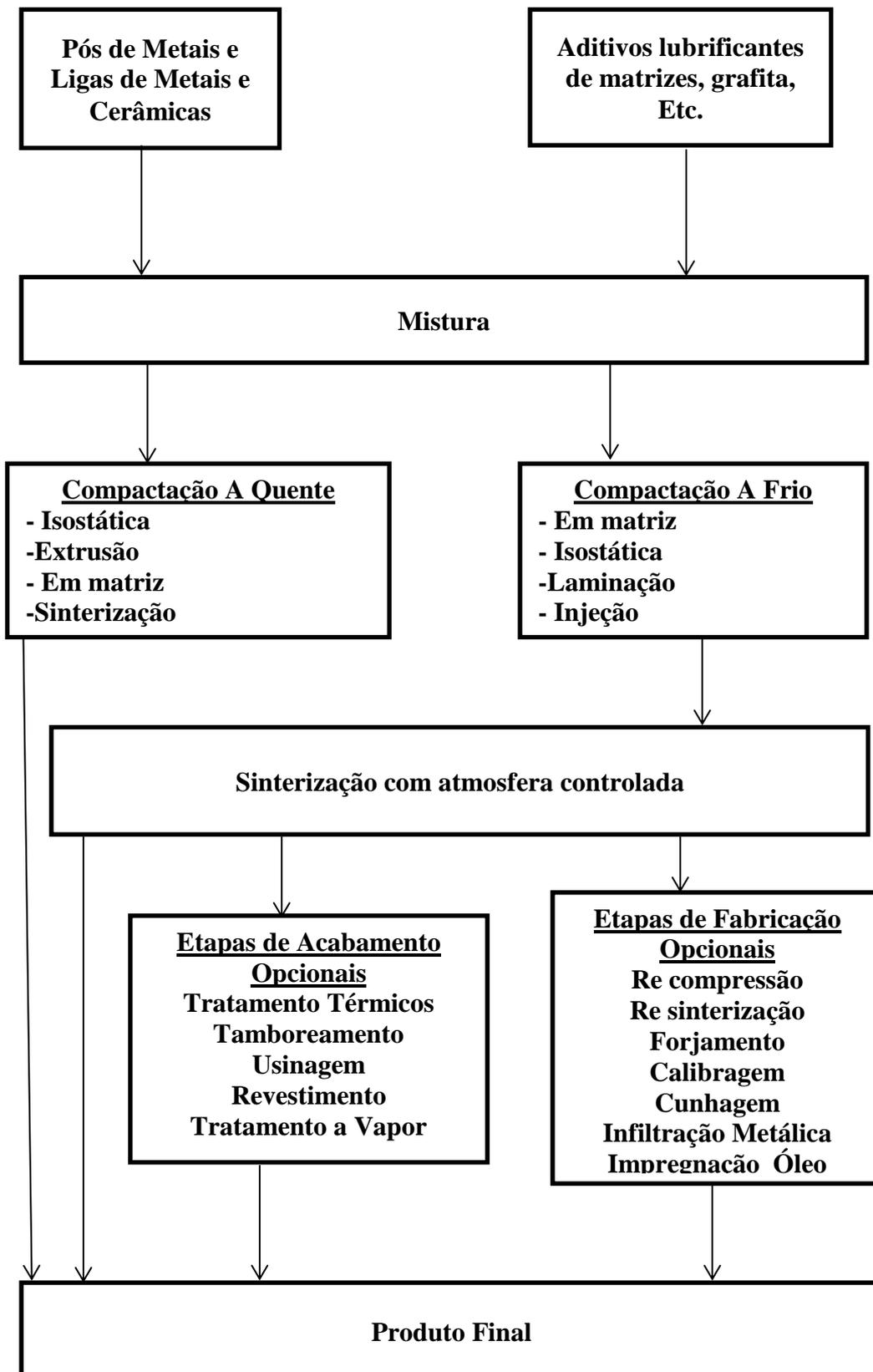
-Decomposição é um processo de decomposição térmica de um composto, a temperaturas elevadas. Parte-se de compostos gasosos, resultando partículas muito finas. Estes compostos são chamados de carbonilas. Os principais pós metálicos produzidos pelo processo de decomposição térmica ou processo de carbonila são ferro e níquel.

-Atomização é um método permite a produção de praticamente qualquer metal ou liga metálica, desde metais e ligas como cobre e latão, ferro, alumínio, até ligas mais nobres, aço inoxidáveis, aços para ferramentas e superligas. O processo consiste de pulverizar um líquido metálico transformando em partículas finas, geralmente no tamanho inferior a 150 microns. O processo consiste na passagem do metal líquido por um orifício, após a passagem a corrente de material líquido recebe um jato de água ou gás direto. O metal se solidifica imediatamente pela ação combinada do jato e do resfriamento natural causado pela expansão do metal a deixar orifício os pós resultantes são recolhidos por meio de sucção.

- Decomposição Eletrolítica este processo permite obter uma grande variedade de pós metálicos. Há dois métodos para obtenção por eletrodeposição são eles (THUMMLER; OBERACKER, 1995):

1- O processo resulta na formação de um depósito esponjoso de pequena aderência o qual pode ser mecanicamente desintegrado em partículas finas.

Figura 10. Representação esquemática das etapas do MP.



Fonte. Adaptado de THUMMLER; OBERACKER, 1995.

2- Ocorre a deposição de uma camada densa, macia e quebradiça no metal, onde está pode ser moída. Os pós resultantes são muito puros, como excelentes propriedades.

- Processos Mecânicos: A pulverização mecânica ou moagem é aplicada em metais duros e quebradiços, como o ferro e bismuto eletrolítico ou em alguns metais reativos como berílio e hidretos metálicos.

Entretanto, esses processos mecânicos, são mais aplicados como operações complementares às produções de pós. Pode se resumir os objetivos desse processo como segue (ASM HANDBOOK, 1998; THUMMLER; OBERACKER, 1995).

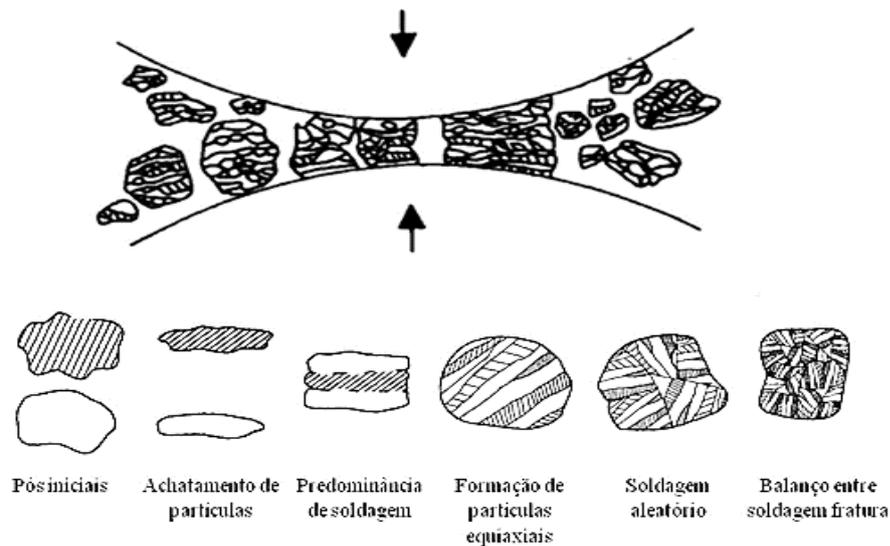
- Redução do tamanho de partícula do pó.
- Modificação da forma da partícula.
- Aglomeração de pó.
- Formação mecânica de ligas.
- Modificação de propriedades, como densidade, velocidade de escoamento, etc.

O princípio da moagem é provocar um choque entre o material a ser reduzido e uma massa dura. Um exemplo é representado pelo moinho de bolas, que consiste em tambores rotativos que contém esferas metálicas resistentes ao desgaste. O material é inserido no tambor, a velocidade da rotação deve ser controlada, para que se tenha um movimento sobre o material e as esferas tenham a velocidade, para que não ocorra centrifugação e nem permaneçam imóveis dentro do tambor.

No decorrer da moagem, as partículas sofrem redução de tamanho devido ao impacto entre elas e com os componentes de moagem, sendo estes, os agentes moedores (esferas), e o recipiente de moagem (jarro) (DUSHKIN, 2010).

As partículas sofrem várias transformações neste processo: Deformação plástica (esmagamento da partícula), soldagem a frio das partículas (formação de partículas compostas), soldagem a frio dos agregados (homogeneização) e refinamento da microestrutura dos agregados, com ilustrado na Figura 11.

Figura 11. Etapas das transformações do processo de moagem de misturas de pós.



Adaptado de (GILMAN; BENJAMIN, 1983; THUMMLER; OBERACKER, 1995)

Composições de materiais frágeis têm pouca predisposição para deformação plástica, causando então a fratura das partículas, elevando a área superficial (STEINIKE; TKÁČOVÁ, 2000).

4.2.2 Mecanismos de Moagem de Pós

O mecanismo de moagem é caracterizado pela soldagem e fratura repetitivas das partículas de pó entre a superfície das esferas de colisão e o jarro durante a moagem. A extensão deste processo é micro forjamento individual e sua influência sobre a síntese no pó depende principalmente do comportamento mecânico dos materiais envolvidos (MOBASHERPOUR; TOFIGH; EBRAHIMI, 2013; POOLE et al., 2009).

A literatura apresenta dois diferentes termos para definir o processamento de partículas de pós em moagem de alta energia – MAE (*High Energy Ball Milling*), desenvolvido a partir da década de 1960: a Síntese Mecânica – SM (*Mechanical Alloying*), é a mistura de pós de diferentes metais ou ligas, disponíveis comercialmente com partículas entre 1 a 200 μm para moagem em conjunto, com transferência de massa para obtenção de uma liga homogênea, e a Moagem Mecânica – MM (*Mechanical Milling*) ou Cominuição, que produz uma composição uniforme dos pós, a partir de metais puros, sucatas, intermetálicos ou ligas, o qual não requer transferência de material para homogeneização (SURYANARAYANA, 2001).

Segundo SURYANARAYANA (2001), ha formação de uma fase metaestável durante o processo de MAE torna possível a obtenção de compósitos com microestruturas semelhantes à de materiais solidificados de maneira convencional com a diferença de que a solidificação

envolve transformações do estado líquido para o sólido e na MAE as transformações acontecem apenas no estado sólido.

4.2.3 Moagem de Alta Energia (MAE)

Ao se realizar a moagem a sua dificuldade ou a sua facilidade deve ser atribuída aos mecanismos de moagem, sendo eles:

- Sistema Dúctil-Dúctil,
- Sistema Dúctil-frágil
- Sistema Frágil-frágil

4.2.4 Sistema Dúctil-Dúctil

Se caracteriza por um sistema contendo dois diferentes pós percussores ou mais, (SURYANARAYANA, 2001).

A repetida ocorrência de fraturas e soldagens nas partículas de ambos as composições, ocasionam várias transformações, são elas: deformação plástica ou encruamento, soldagem a frio das partículas entre si e nas paredes dos recipientes e refinamento da microestrutura dos agregados (GILMAN; BENJAMIN, 1983).

O processo de moagem com componentes dúcteis é dividido em cinco estágios.

No primeiro estágio as partículas dúcteis equiaxiais se encontram achatadas, acontecendo um micro forjamento resultando em partículas com o formato de flocos (*flakes*) (POOLE et al., 2009).

Em um segundo estágio tem-se o aumento do tamanho médio das partículas, o aumento da área de superfície das partículas como resultado de uma soldagem a frio dos pós, resultando em microestrutura sanduiche.

Durante um terceiro estágio com o aumento do tempo de moagem, o tamanho de partícula diminui por causa da fratura, as partículas tendem a se tornar equiaxiais, com este tempo de moagem, as partículas tornam-se mais resistentes, o encruamento ocorre devido ao aumento do número de discordância na microestrutura do material, este aumento dificulta a deformação plástica, conseqüentemente tornando o material cada vez mais frágil até atingir seu limite de ruptura, assim ocorre um aumento da fragilidade, as partículas tornam-se fragmentadas resultando em mais partículas com formato equiaxial (SURYANARAYANA, 2001).

No quarto estágio as partículas apresentam uma orientação aleatória por causa da soldagem na qual um número de orientação aleatória se desenvolve em cada partícula compósita (partícula que já apresenta outras soldagens a frio).

No quinto estágio a dureza e o tamanho da partícula tendem atingir um nível de saturação sugerindo que a frequência de soldagem e fratura são equilibradas. Então ocorre uma diminuição interlamelar em cada partícula com a moagem (GILMAN; BENJAMIN, 1983; SURYANARAYANA, 2001; THUMMLER; OBERACKER, 1995)

4.2.5 Sistema Dúctil-Frágil

Este sistema consiste na moagem de materiais dúcteis e frágeis (óxidos, carbetos, etc.) juntos, nas etapas iniciais do processo de moagem, as partículas do pó metálico de um material dúctil tornam-se achatados pelas colisões entre o pó e a esfera, enquanto que as partículas frágeis ficam fragmentadas/trituradas. As partículas frágeis cominuídas tendem a ser aprisionadas pelas partículas dúcteis. O processamento das matérias dúcteis-frágeis por metalurgia do pó pode ser visualizado na Figura 12, as partículas frágeis tendem a ser fragmentados, tornam-se um constituinte preso nas partículas dúcteis. O componente frágil é aprisionado ao longo do espaçamento interlamelar. (FOGAGNOLO et al, 2003 e THUMMLER; OBERACKER, 1995 e SURYANARAYANA, 2001).

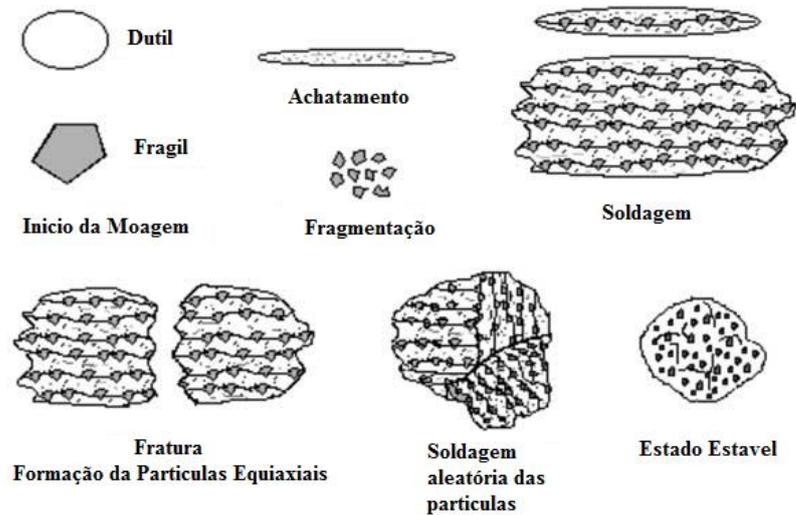
Com o prosseguimento da moagem, ocorre um aumento da dureza das partículas de pó dúctil, e conseqüentemente as lamelas são refinadas. A composição das partículas individuais converge para a composição global da mistura de pó de partida. Com a moagem contínua, as lamelas tornam-se mais refinadas, o espaçamento interlamelar diminui, e as partículas quebradiças ficam uniformemente dispersas, se estes forem insolúveis, na matriz do material. A próxima etapa é a obtenção da estabilidade entre a deformação, soldagem e fratura, que obtém boa homogeneização e finalizando o processo de ligação mecânica (FOGAGNOLO et al., 2003; SURYANARAYANA, 2001; THUMMLER; OBERACKER, 1995).

4.2.6 Sistema Frágil-Frágil

No sistema do tipo frágil-frágil a moagem é feita por meio de choques mecânicos entre as partículas da matriz e os corpos moedores. Durante a moagem de materiais frágeis, onde ocorre à tendência de fragmentar-se mais facilmente o material mais frágil incorporar-se na superfície do material que é menos frágil, este evento é análogo ao do sistema de partículas dúcteis (SURYANARAYANA, 2001).

A moagem ocorre até que as partículas obtenham dimensões tão pequenas que, a partir deste ponto, comportam-se como partículas dúcteis. Esta etapa é denominada como limite de cominuição, e os componentes frágeis não sofrem mais reduções dimensionais (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 12. Etapas das transformações ocorridas no sistema dúctil-frágil



Fonte. Fogagnolo et al 2003.

4.2.7 Mecanismos de Moagem de Cavacos

A maioria dos pós metálicos são produzidos pelo método de solidificação rápida. No entanto, os cavacos são produzidos a partir de metais fabricados pelo método de fundição e depois passam pelo processo de usinagem. Existem diferenças significativas entre as propriedades do pó e do cavaco, tais como microestrutura, propriedades físicas e mecânicas devido ao diferente método de fabricação uma vez que, o cavaco sofreu deformações no processo de usinagem. O cavaco apresenta regiões com maior encruamento que são mais frágeis e regiões com menor encruamento que são mais dúcteis (CANAKCI; VAROL, 2015).

A Figura 13 mostra a evolução de diferentes estágios de MAE para um processo com cavacos. A moagem de cavacos inclui quatro estágios básicos (CANAKCI; VAROL, 2015).

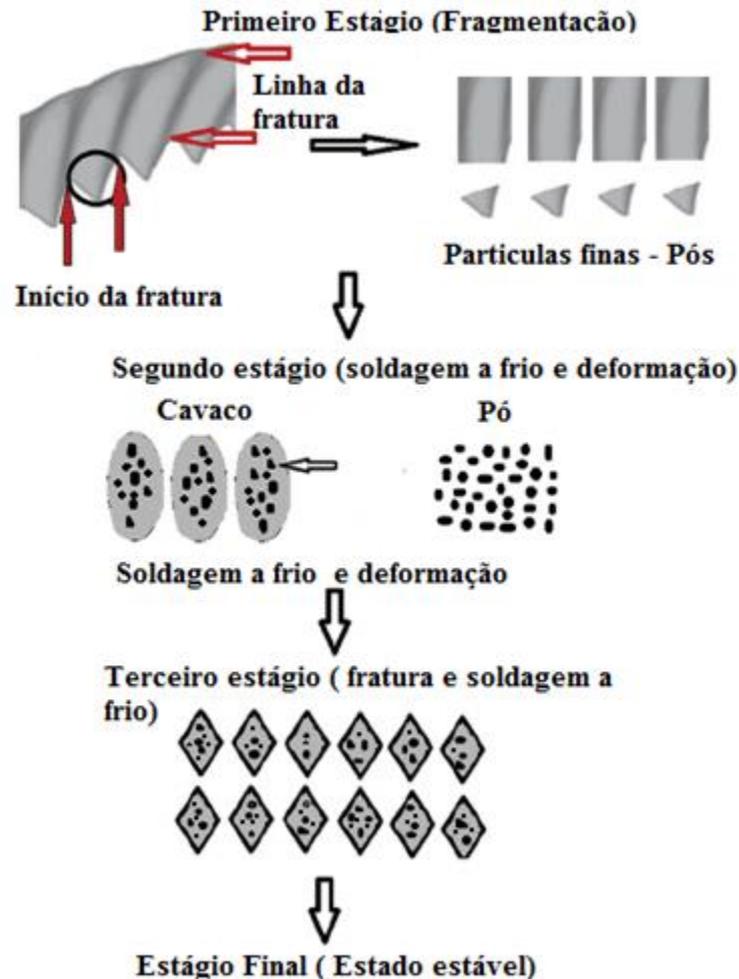
O estágio inicial do processo acontece às colisões entre as esferas e o cavaco iniciando a fragmentação das partes do cavaco que sofrem maior deformação durante o processo de usinagem.

No segundo estágio já com início da redução dos cavacos e há impregnação dos pós (partículas que se desprenderam dos cavacos) nas partículas maiores dos cavacos com o comportamento tipo Dúctil - Frágil, neste estágio são observados a existência de deformação nos pós onde não apresentam a soldagem a frio.

No terceiro estágio ocorrem fraturas reduzindo o tamanho de partículas grandes restantes e todos os cavacos no jarro transformaram em pós, também ocorrem neste estágio as soldagens a frio entre as partículas.

No estágio final o material apresenta um equilíbrio entre as fraturas e as soldagens a frio formando os pós compostos com boa homogeneização. (CANAKCI; VAROL, 2015)

Figura 13. Etapas da moagem de alta energia com utilização de cavacos.



Fonte. Adaptado de Canakci, 2015

Uma forma de avaliar a eficiência da moagem é pela análise de granulometria uma vez que os pós adquirem uma distribuição mais uniforme significando que o processo de moagem atingiu a fase estável.

4.2.8 Meios de Moagem

A moagem pode ser realizada em meio úmido ou seco, este meio influi nos resultados do processamento. A utilização de um meio úmido ocasiona desgaste do conjunto de moagem e pode apresentar contaminação devido ao desprendimento de material do conjunto, porém se a condição de moagem for autógena, quando os corpos moedores são partículas maiores do próprio material a ser moído, a composição apresentara menor grau de impurezas, entretanto, estes elementos a serem moídos oferecem maior facilidade na homogeneização, são geradas

partículas com grande área superficial em menor tempo de moagem, e também as partículas aglomeradas neste processo são separadas com maior facilidade (GROZA et al., 2007).

O efeito da contaminação em meio seco é menor, onde o desgaste dos corpos moedores é muito inferior, porem apresenta re-aglomerações, em função da frequência das fortes cargas elétricas presentes na superfície das partículas (GROZA et al., 2007).

Existem uma variedade de equipamentos de moagem e de moagem de alta energia, tendo como diferença a energia de impacto entre os corpos moedores, controle de atmosfera, variação da capacidade do jarro, a presença ou não de um sistemas de resfriamento, estas diferenças tornam os equipamentos mais eficiente(SURYANARAYANA, 2001).

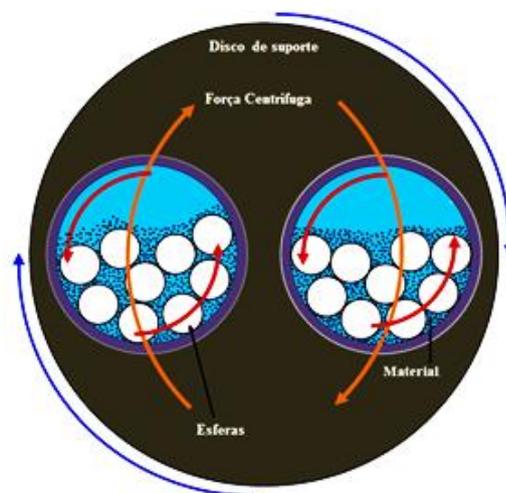
Abordaremos abaixo o tipo de moinho de alta energia utilizado neste trabalho.

4.2.8.1 Moinho Planetário

Este moinho muito comum em laboratório devido a sua maior capacidade de carga, onde é possível inserir centenas de gramas. Onde seu funcionamento é um disco rotativo com um jarro fixado onde este jarro rotaciona em sentido oposto do disco, como um movimento de translação, semelhante ao de um sistema planetário (ASM, 1998).

Este tipo gera uma força centrífuga que ocasiona grandes choques que alternam entre as esferas, o material a ser moído e a parede interna do jarro, provocando o impacto que ocorre dentro dos recipientes moedores conforme é representado na figura 15. Este tipo de moinho apresenta menor energia de moagem em comparação como o moinho Atritor, algumas vantagens deste moinho é a operação em meio seco ou úmido, facilidade de manuseio. (ASM, 1998; SURYANARAYANA, 2001).

Figura 14. Esquema do movimento dos agentes moedores no moinho tipo Planetário.



Fonte: Adaptado de SIVASANKARAN. S, 2014

4.2.9 Variáveis do Processo de Moagem

O processo de moagem envolve várias variáveis tais como: tempo de moagem, velocidade de moagem, temperatura de moagem, atmosfera, relação de massa/esfera e agentes de controle de processo (ACP), o aprimoramento e entendimento destes parâmetros são fundamentais para obter as propriedades que se desejam e também são fundamentais para o processamento ideal do produto desejado (SURYANARAYANA, 2001).

4.2.9.1 Tempo de Moagem

A definição do tempo de moagem tem grande influência no processo, pois o tempo influencia no equilíbrio entre a fratura e a soldagem a frio das partículas, influenciando na mudança do tamanho de partícula. Desta forma é possível definir o tempo adequado para se obter a diminuição desejada. O tempo de moagem é definido em função do tipo de material, do tipo de moinho, da velocidade de moagem, da relação massa/esfera e da temperatura. O excesso de tempo de moagem poderá apresentar contaminação no material uma vez que os corpos moedores poderão se desgastar e também pode ocorrer a presença de fases indesejáveis (MADAVALI et al., 2014a; SURYANARAYANA, 2001).

4.2.9.2 Velocidade ou Frequência de Moagem

A velocidade de moagem ou rotação por minuto do Moinho (Rpm) é um parâmetro importante, pois em uma velocidade muito baixa não ocorre movimentação suficiente da esfera, e muito alta ocorre a centrifugação das esferas, em ambos os casos não ocorre os impactos necessários para que a moagem aconteça, esta é uma das variáveis que gera à eficiência da moagem, ou seja, a frequência e a energia cinética dos choques gerados durante a moagem estão diretamente ligadas ao tempo de moagem, uma vez que a velocidade de choque das esferas de moagem depende do tipo de moinho utilizado (SURYANARAYANA, 2001). O aumento da velocidade tem como resultado um aumento da temperatura podendo até levar o material a temperatura de fusão, o aumento da temperatura é favorável em ocasiões em que a homogeneização e a formação da liga é desejada, mas ao contrário, acelera processo de transformação podendo resultar em soluções sólidas supersaturadas (YANG et al., 2001).

4.2.9.3 Temperatura de Moagem

A temperatura é um parâmetro importante. Uma vez que os processos de difusão estão envolvidos na formação de fases de uma liga independentemente. A temperatura de moagem tem função significativa no processamento de partículas de ligas metálicas, visto que regimes

de difusão são inerentes à formação de fases amorfas, cristalinas, intermetálicas e redução de tamanho de cristalitos (SURYANARAYANA, 2001).

Muitos defeitos cristalinos são gerados durante a moagem de alta energia, tais como discordâncias, vazios, falha de empilhamento e aumento de contornos de grão, todos devido à alta deformação induzida nas partículas. (TORRES; SHAEFFER, 2010).

A moagem por muito tempo apresenta aquecimento dos corpos de moagem, esse aumento de temperatura é em razão do tipo de moinho utilizado e as propriedades do material, tanto que recomendável que se realizar paradas no moinho para que não atinja temperaturas altas ou o ponto de fusão do material. Apenas para trabalhos onde a determinação de ocorrência ou não da formação de fases devido à variação de temperatura durante a moagem é empregado aquecimento ou resfriamento premeditado do conjunto de moagem (BECKER, 1987).

4.2.9.4 Atmosfera de Moagem

O contato com do material com a atmosfera presente no interior do jarro provoca alterações na geometria e na composição do pó resultante, também pode ocorrer oxidação. Quando a presença de O_2 é predominante, pode ocorrer incorporação do mesmo, formando uma camada de óxido que varia em função do nível de contaminação (MADAVALI et al., 2014; SURYANARAYANA, 2001).

O controle da atmosfera do jarro durante a moagem é realizado por meio de introdução de gases inertes, o tipo do gás é inerente ao material. Dependendo do material podem ocorrer reações indesejadas, o uso de argônio de alta pureza tem sido bastante viável nos casos de controle de contaminação (ASM, 1998; SURYANARAYANA, 2001).

4.2.9.5 Relação de Massa/Esferas

A massa de esferas tem relação direta como a energia imposta no material a ser moído, sendo quanto maior a massa de esferas maior a energia imposta. A relação massa/esfera varia de 1:1 até 220:1, sendo 1 grama de material para 10 gramas de esferas, embora a relação usual para jarros com baixa capacidade é de 10:1, e para jarros com maior capacidade a relação normalmente empregada pode variar de 50:1 até 100:1. O tempo de moagem é inversamente proporcional à número de esferas dentro do moinho, pois quanto maior o número de esferas, maior será o número de colisões por unidade sob as partículas do material a ser moído entre as esferas, portanto maior será a energia de impacto. É interessante que o jarro tenha aproximadamente um terço de seu espaço interno livre, para que ocorram de fato as colisões com maior energia (SURYANARAYANA, 2001).

4.2.9.6 Agentes Controladores de Processo (ACP's)

Durante o processo de moagem as partículas de pó se chocam repetidas vezes com as esferas e como as próprias partículas do material, onde podem ocorrer soldagens a frio em função das altas deformações plásticas provocadas pelos corpos moedores, esta reação ocorre com mais frequência nos materiais dúcteis (SURYANARAYANA, 2001).

Para evitar a soldagem a frio são empregados agentes controladores de processos (ACP's), estes são aditivos de superfície que tem como função controlar/equilibrar ou até mesmo reduzir o evento de soldagem e fratura ocorrido durante a moagem (HOSSEINI-GOURAJOUBI et al., 2015; SURYANARAYANA, 2001).

A função específica dos ACP's durante a moagem é a alteração das características físicas superficiais (adsorção) das partículas deformadas, esta impede a conexão perfeita entre os fragmentos, evitando ou reduzindo a soldagem a frio (HOSSEINI-GOURAJOUBI *et al.*, 2015).

Sendo que a energia exigida para o processo de redução de tamanho das partículas é dada pela equação 4-1:

$$E = \gamma * \Delta S \quad 4-1$$

Onde, E é a energia requerida,

γ é a energia superficial específica

ΔS é a variação da área superficial

A redução da energia superficial resulta em produção de menores tamanhos de partículas e menores tempos de moagem (SURYANARAYANA, 2001). Uma grande variedade de ACP's são empregados, variando de 1 à 3 % do total da carga de pó (CANAKCI; VAROL; OZSAHIN, 2013). Os mais utilizados são: ácido esteárico, metanol, acetato etílico e polietileno glicol, hexano, Tolueno (HOSSEINI-GOURAJOUBI et al., 2015). Em pesquisas realizadas os ACP's mais utilizados para a moagem de alumínio são metanol com quantidade de 3,2ml e ácido esteárico com 3% em peso conforme os pesquisadores: KARUNANITHI, BERA e GHOSH (2014), VAROL, CANAKCI e OZSAHIN, (2014), NAEEM et al., (2014), MOBASHERPOUR, TOFIGH e EBRAHIMI (2013), HERNANDEZ-MARTINEZ et al., (2015), RAMEZANI e NEITZERT, (2012), AHAMED e SENTHILKUMAR, (2010), SIVASANKARAN et al., (2011),(SURYANARAYANA, 2001).

A Tabela apresenta o resume os trabalhos mencionados e os parâmetros utilizados na moagem em seus respectivos trabalhos.

Tabela 4. Com os resumos dos trabalhos mencionados

Pesquisador	Ano	Material	Relação	Moagem		
				Tempo (h)	Rpm	Adição
Karunanithi, Bera e Ghosh	2014	AA 7075T6	10	20	200 a 300	TiO ₂
Varol, Canakci e Ozsahin	2014	AA 2024	10	10	400	B ₄ C
Naeem e outros	2014	Al-Zn-Mg-Cu	10	10	350	Níquel
Mobasherpour, Tofigh e Ebrahimi	2013	AA 7075	15	20	250	Al ₂ O ₃
Hernandez-Martinez e outros	2015	AA 7075	20	33-80	120	ZrO ₂
Ramezani e Neitzert	2012	Alumínio	10	0,5 -20	200-250	-
Ahamede Senthilkumar	2010	AA 6063	10	40	300	Y ₂ O ₃
Sivasankaran e outros	2011	AA 6061	10	40	280	TiO ₂

Fonte. Própria autoria.

4.2.10 Piroforicidade

O termo piroforicidade se refere à tendência que uma substância tem de entrar em combustão de forma espontânea quando exposta a atmosfera oxidante. Nos metais, a platina, o aço, o titânio, o magnésio, o cobalto, o níquel e o alumínio são considerados altamente pirofóricos. Partículas finas são mais propensas à ignição e a nuvem de pó gerada por essas partículas tendem a ser explosivas.

Os pós desses materiais são classificados em três categorias diferentes, baseados no risco de combustão. O primeiro grupo, dos altamente explosivos, é constituído pelo magnésio e o alumínio, o segundo grupo é constituído pelo aço e possui perigo médio de explosão e por fim o terceiro grupo é composto pelos demais metais já citados e possuem baixo perigo de explosão (PURI, 2008).

À medida que o tamanho da partícula diminui, a reatividade das partículas é aumentada, uma vez que há o aumento da área superficial do material e a diminuição na escala de tempo de difusão (ou seja, a difusão ocorre de forma mais rápida). Por isso que partículas finas e secas produzidas a partir de técnicas de moagem podem causar combustão iniciadas pela exposição do material não oxidado à atmosfera (J.KONDIS, 1976).

Segundo Glassmanatall 1992, a piroforicidade ocorre quando a energia liberada pela formação de uma camada de oxigênio sobre finas partículas é suficiente para aquecer o metal à sua temperatura de ebulição e vaporiza-lo.

4.2.11 Compactação

A compactação consiste na introdução do pó em uma matriz rígida podendo conter um punção ou dois. A matriz que possui dois é composta por um inferior e outro superior.

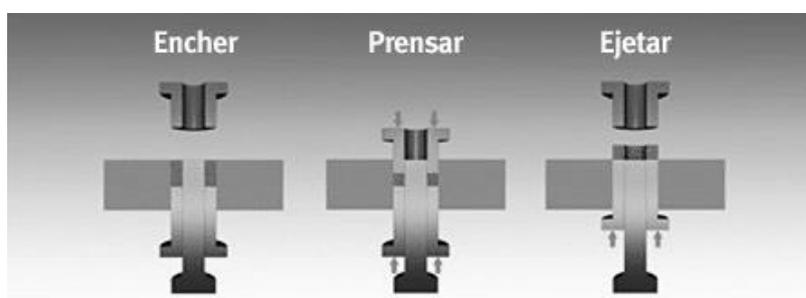
O processo consiste da aplicação de uma pressão, onde é elevada a carga até atingir densidade e resistência mecânica suficiente para a extração do molde. O material após a compactação é conhecido como corpo verde (VAROL; CANAKCI; OZSAHIN, 2014).

A prensagem pode ser dividida em três ciclos como (VAROL; CANAKCI; OZSAHIN, 2014):

- Preenchimento da matriz;
- Aplicação de pressão sobre o punção para se obter densidade;
- Retirada da punção/peça do interior da matriz,

Conforme ilustra a Figura 15 respectivamente observamos cada ciclo.

Figura 15. Etapas do ciclo de prensagem



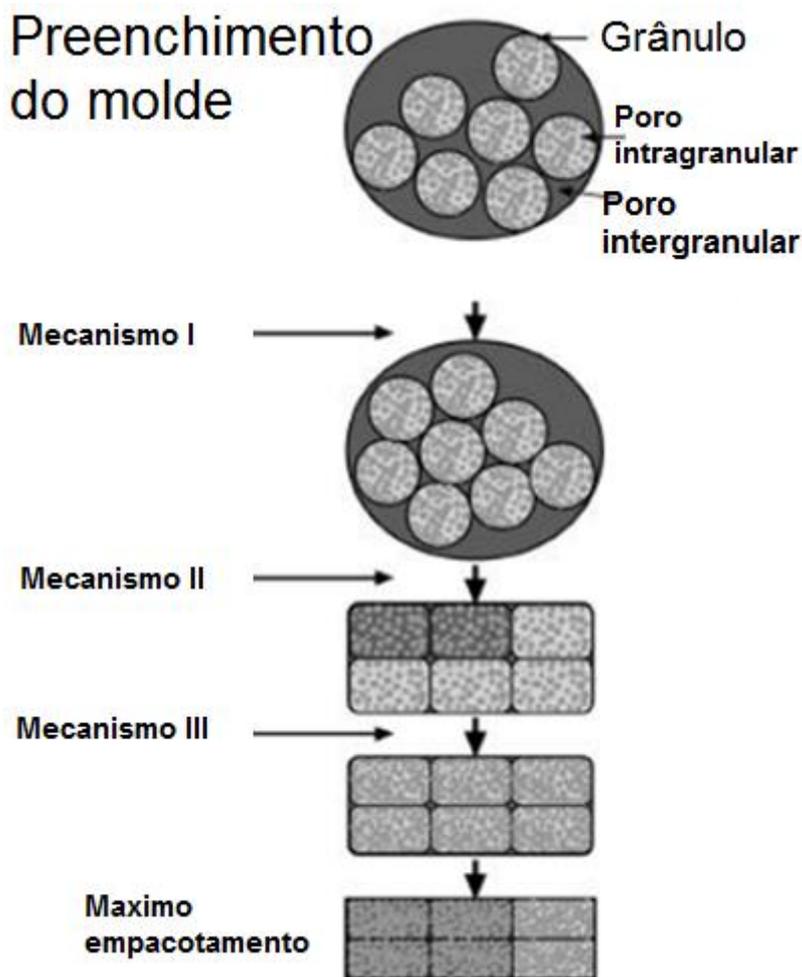
Fonte: Adaptado de GKN SinterMetals (2017).

No processo de prensagem ocorre a diminuição do tamanho e do volume dos poros por meio de três mecanismos (ALBARO, 2000b; ARYANPOUR; FARZANEH, 2015):

- Mecanismo 1: Reordenação e deslocamento das partículas, resultando na redução dos poros e do volume ocupado por eles;
- Mecanismo 2: Redução do volume total da peça e do tamanho dos espaços intergranulares devido à deformação plástica;
- Mecanismo 3: Diminuição do volume e reorganização das partículas visando obter o máximo empacotamento possível.

Para melhor compreensão a Figura 16, esta ilustra os mecanismos citados acima.

Figura 16. Etapas do ciclo de prensagem



Fonte: Adaptado de (ALBARO, 2000b).

Na retirada da peça compactada são gerados defeitos como densificação não homogênea, tensão residual ou trincas. Estes defeitos como tensão residual e as trincas podem surgir após a liberação da carga aplicada em consequência da deformação não uniforme ocorrida durante a compactação, e também o atrito com a parede interna da matriz pode causar trincas de laminação, tais defeitos influenciam também nos processos posteriores, gerando distorções dimensionais e alterações nas propriedades mecânicas (ZHOU *et al.*, 2013). A correta aplicação da pressão de compactação é de grande importância, pois a carga aplicada sob o pó confinado na matriz influencia na característica da porosidade e na resistência mecânica do compactado à verde, ou seja, a compreensão deste aspecto leva controle das propriedades dos compactados (FREIRE *et al.*, 2004).

As técnicas mais comuns de compactação são: a prensagem uniaxial simples e de dupla ação, a prensagem isostática a frio e a quente. Predominando industrialmente a compactação

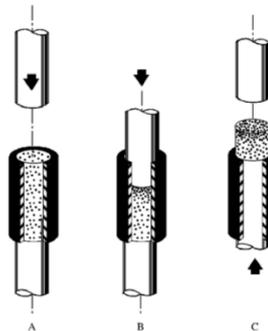
uniaxial e suas variações (LENEL, 1980). A escolha do método mais adequado é em função da aplicação, da escala de produção e do custo da operação (ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008).

4.2.11.1 Prensagem Uniaxial de Simples Ação

A prensagem uniaxial de ação simples, o pó é compactado por meio da aplicação de pressão na direção uniaxial por meio de um ou vários punções, conforme ilustrado na Figura 17 (ALBARO, 2000a; BRISTOT; BRISTOT; GRUBER, 2014; UPADHYAYA, 1997).

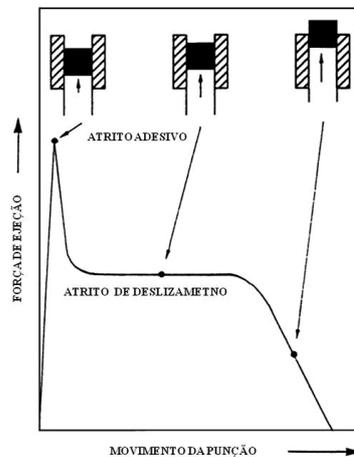
No fim do processo de compactação, o punção superior é retirado e a punção inferior é elevado, realizando assim a retirada da peça já prensada do interior da matriz, porém o atrito gerado pelos componentes: peça, punção e paredes internas da matriz, durante o movimento pode ocasionar trincas, devido aos gradientes de tensão e variação de densidade, conforme demonstra a Figura 18, já a Figura 19 apresenta a heterogeneidade de densidade causada pelo atrito com a parede interna da matriz (BRISTOT; BRISTOT; GRUBER, 2014; UPADHYAYA, 1997; ZHOU *et al.*, 2013).

Figura 17. Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial de simples ação



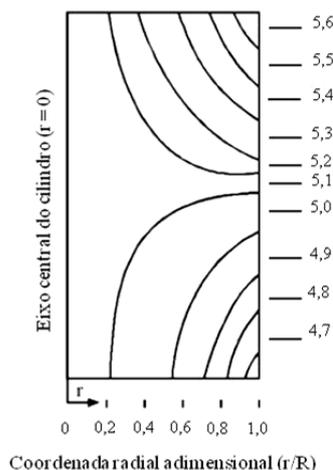
Fonte: (ALBARO, 2000a)

Figura 18. Esquema da representação da força da ejeção da punção inferior.



Fonte: Adaptado de (HÖGANÄS, 2013)

Figura 19. Linhas de densidade aparente constante de simples ação (kg/m^3). 10^3



Fonte: Adaptado de (ALBARO, 2001)

A pressão aplicada é em função do material que está sendo compactado, este material possui limites parciais que definem a densidade que podem ser obtida, tais como geometria das peças, que possuem paredes de seção fina ou punções com saliências na face, situações deste tipo são concentradoras de tensão. (UPADHYAYA, 1997).

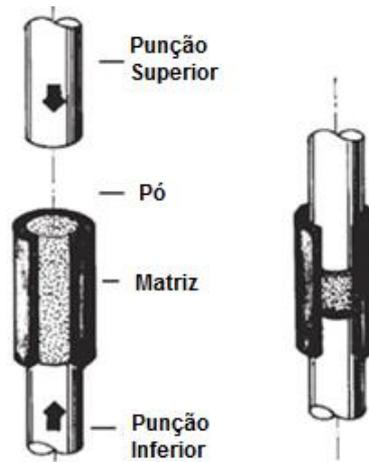
O atrito causado pelo pó nas paredes da matriz durante o momento em que o pó é prensado, gera tensões axiais muito maiores nas extremidades superior e inferior do compactado do que em outra região do compactado, propiciando então uma zona de menor densidade entre as faces extremas, esta região é referida como zona neutra, sendo assim compactados com seções finas e de longa extensão são frágeis antes de serem sinterizados (HÖGANÄS, 2013).

Em pesquisas na atualidade os pesquisadores MOBASHERPOUR; TOFIGH; EBRAHIMI, 2013; NAEEM et al., 2014, SCHAFFER; SERCOMBE; LUMLEY, 2001; PIECZONKA et al., 2012; POOLE et al., 2009; conseguiram bons resultados utilizando forças de 200, 240, 300 e 360 , 590, 620 Mpa.

4.2.11.2 Prensagem Uniaxial de Dupla Ação

Este método é empregado quando a peça a ser fabricada possui espessura maior em relação à prensagem uniaxial de simples ação, neste método há a aplicação de carga simultânea dos punções, onde ambos os punções o superior e o inferior se movimentam durante a aplicação de pressão, a extração da peça é feita por meio de outro movimento do punção inferior, conforme ilustrado na Figura 20 (ALBARO, 2000a; BRISTOT; GRUBER, 2014; UPADHYAYA, 1997).

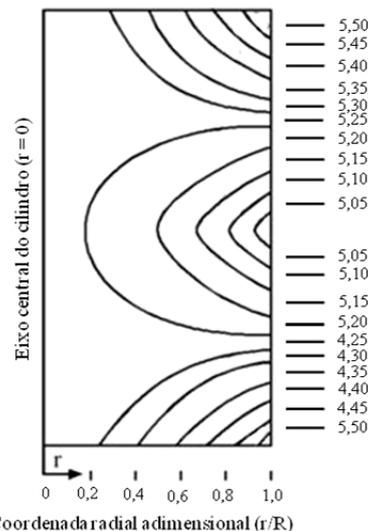
Figura 20. Princípio de funcionamento da prensagem uniaxial de dupla ação.



Fonte: Adaptado de (UPADHYAYA, 1997).

Com este processo a heterogeneidade da densidade é representada pelas linhas de densidade aparente que surgem em ambas as faces a superior e inferior do compactado, como ilustra a Figura 21 (ALBARO, 2001).

Figura 21. Linhas de densidade aparente constante de dupla ação (kg/m^3).



Fonte: Adaptado de (ALBARO, 2001)

4.2.12 Sinterização

O processo de sinterização é utilizado para se obter densidade controlada dos materiais e componentes metálicos ou cerâmicos, por meio de aquecimento, é um processo termodinâmico de não equilíbrio em que o pó compactado, adquire estrutura sólida por meio da redução da área superficial e da massa específica (ASM HANDBOOK, 1998; DUSHKIN, 2010).

A peça final adquire resistência mecânica devido à difusão atômica ocorrida entre as partículas que estão em contato, este processamento pode ser realizado em atmosfera

controlada ou ambiente, pode ser utilizado: vácuo ou em um gás inerte, neste processo o material apresenta uma redução volumétrica após a sinterização, que é devido à eliminação dos vazios encontrados entre as partículas (MOHAMMADI; SIMCHI; GIERL, 2010).

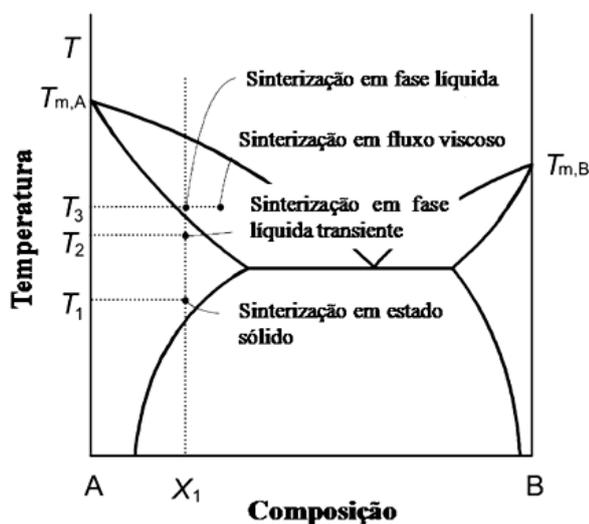
A sinterização tem como objetivo a produção de corpos com densidade próxima dos materiais fundidos, com as vantagens de controle de: tamanho de grão, poros, da distribuição e homogeneização das fases presentes, obtendo peças sinterizadas com reprodutibilidade, tendo como premissa a produção de um corpo totalmente denso, com uma estrutura de grãos refinados (SUK-JOONG L.KANG, 2005).

4.2.13 Tipos de Sinterização

O processo de sinterização pode ser dividido em duas classes: por fase líquida (transiente) ou por fase sólida.

A sinterização por fase líquida acontece quando há a presença de fase líquida no compactado, ou seja, quando esta atinge sua temperatura de fusão que é inferior à do pó compactado. A sinterização em estado sólido se dá quando o pó compactado adquire total densificação na temperatura de sinterização, ou seja, quando todos os elementos do sistema estão em estado sólido, conforme é ilustrado na figura 23 (SUK-JOONG L.KANG, 2005).

Figura 22. Esquema dos vários tipos de sinterização



Fonte: Adaptado de (SUK-JOONG L.KANG, 2005).

4.2.13.1 Sinterização em Fase Líquida

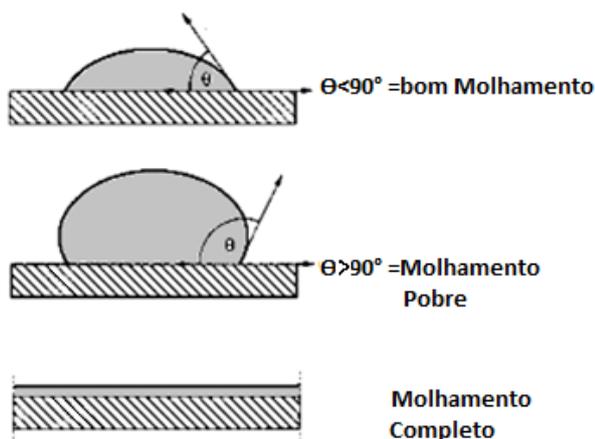
A sinterização por fase líquida acontece devido à presença de líquido na estrutura, esta fase se forma em função da alta temperatura alcançada durante a sinterização, onde a temperatura de sinterização imposta é mais alta que o ponto de fusão, de pelo menos um dos materiais, ou ainda pela reação ocorrida por pelo menos dois componentes do sistema (SUK-JOONG

L.KANG, 2005). A mudança da microestrutura durante a sinterização de fase líquida é mais rápida do que a pôr estado sólido porque o transporte de matéria é mais rápido através do líquido (SUK-JOONG L.KANG, 2005).

Este método é bastante eficaz na densificação de materiais de difícil sinterização por estado sólido e também para produção de materiais compósitos (GILMAN; NIX, 1981; GUO; YANG, 2004) A presença da fase líquida favorece a ligação das partículas metálicas entre si e diminui a porosidade do material.

O molhamento das partículas é imprescindível para a sinterização em fase líquida, para que ocorra tal efeito o líquido deve ter baixa tensão superficial, caso contrário não haverá contato satisfatório do líquido com a partícula. O ângulo formado entre uma gota do líquido e uma superfície plana da partícula deve ser menor do que 90° este fator é levado em consideração devido ao fato de que a boa aderência entre as partículas é em função do grau de molhamento de acordo com a Figura 23 (GUO; YANG, 2004; RAHAMAN, 2003).

Figura 23. Ilustração do molhamento entre um líquido e um sólido



Fonte: Adaptado de (GOMES, 1995; RAHAMAN, 2003).

4.2.13.2 Estágios da Sinterização em Fase Líquida

Os estágios da sinterização são:

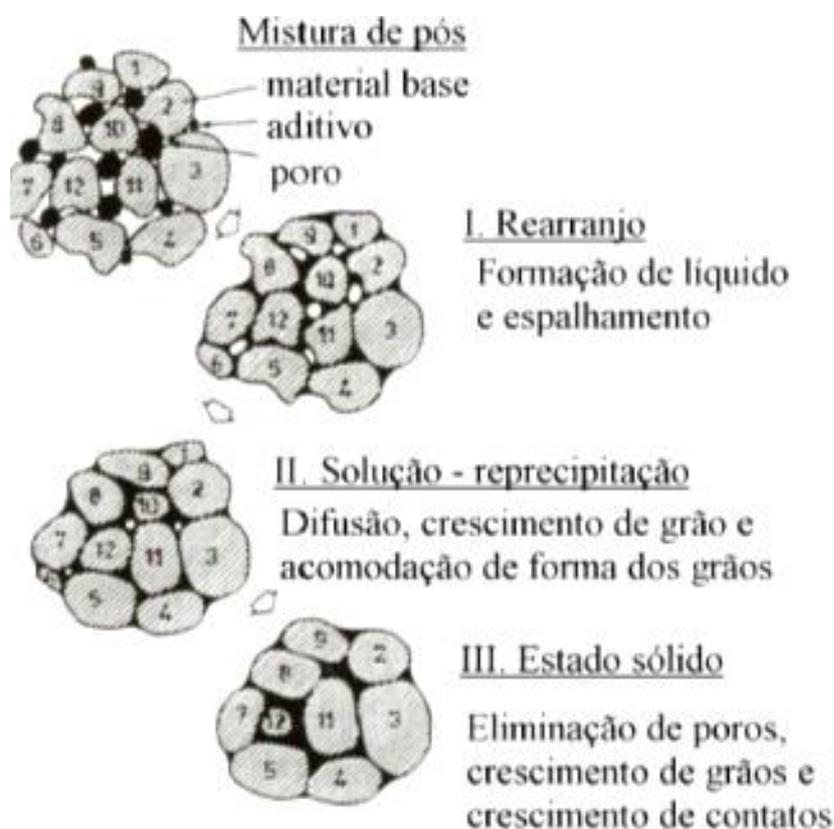
- Misturas dos Pós
- Rearranjo, onde acontece a formação do líquido e do espalhamento
- Re-precipitação, onde acontece à difusão, crescimento de grãos
- Estado sólido

No estágio de rearranjo, as partículas sólidas são adsorvidas pelo líquido recém formado, favorecendo o rearranjo do particulado e densificação da estrutura, desta forma o líquido flui

por capilares, em função da diferença de pressão entre os canais capilares entre as partículas, conforme ilustrado Figura 24 (GERMAN, 1996; SUK-JOONG L.KANG, 2005).

O segundo estágio é de solução/reprecipitação, nesta fase o rearranjo diminui consideravelmente e a solução de precipitação se torna o mecanismo dominante. A densificação e engrossamento ocorrem simultaneamente, e são seguidas da acomodação dos grãos que sucederá apenas com a solubilidade da fase sólida no líquido, também ilustrado na Figura 24 (GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2003).

Figura 24. Ilustração do modelo teórico dos estágios da sinterização em fase líquida



Fonte: Adaptado de (GERMAN, 1996)

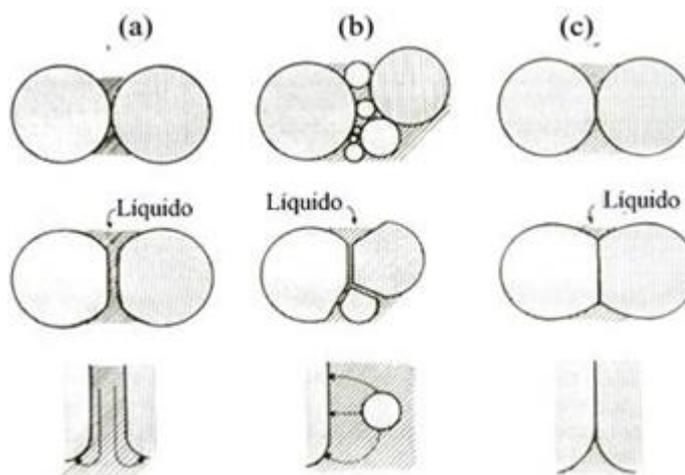
Na sequência, parte das partículas da fase sólida é dissolvida e difundida no líquido formado, precipitando-se em regiões energeticamente favoráveis conforme mostra a Figura 25, onde (a) é o achatamento de contato, é a (b) dissolução de grãos finos e (c) difusão no estado sólido (GERMAN, 1996).

No próximo estágio, parte das partículas da fase sólida é dissolvida e difundida no líquido formado, precipitando-se em regiões energeticamente favoráveis conforme mostra a Figura 25.

No último estágio de sinterização em estado sólido, que ocorre quando a estrutura não está totalmente densificada, consistindo no engrossamento do pescoço entre as partículas em contato

e no fechamento dos poros e ocorre a contração da estrutura. Com contração da estrutura ocorre o fechamento dos poros residuais e a densificação final da estrutura (GERMAN, 1996).

Figura 25. Ilustração dos mecanismos de acomodação e crescimento de pescoço.



Fonte: Adaptado de (GERMAN, 1996).

4.2.13.3 Sinterização em Estado Sólido

Na sinterização em estado sólido acontece uma diminuição da energia relacionada com a superfície do pó, esta redução é devido à redução da área superficial em função do aumento no tamanho médio das partículas, outra maneira é a criação de contorno de grãos o que reduz o contato entre as partículas favorecendo a densificação (BARSOUM; BARSOUM, 2002; GILMAN; BENJAMIN, 1983; HÖGANÄS, 2003).

Várias formas de transporte de materiais são possíveis, como por fluxo viscoso, também por difusão atômica ou por vapor. A densificação é obtida por meio do aumento da área de contato entre as partículas e melhor empacotamento, porém não dependem do tipo de transporte de matéria (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007; GILMAN; BENJAMIN, 1983; UPADHYAYA, 1997).

4.2.13.4 Mecanismo de transporte de Matéria no Estado Sólido

O transporte acontece devido a redução da energia livre do sistema relacionada à superfície dos pós, é em função de fluxo de matéria em resposta ao potencial termodinâmico de sinterização denominado como mecanismo de transporte de matéria no estado sólido (GERMAN, 1996).

Este processo se desenvolve devido à ação simultânea de uma série de mecanismos, que tem como consequência uma condição mais estável e várias mudanças microestruturais. São eles ilustrados na Tabela 5 (GERMAN, 1996).

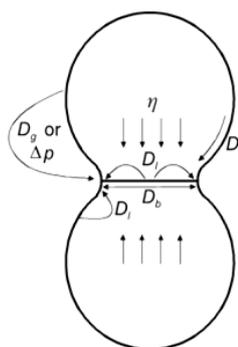
Tabela 5. Mecanismos de transporte de matéria durante a sinterização.

Mecanismos de transporte	Fonte	Dissipador	Parâmetro relacionado
1. Difusão pela rede	Contorno do grão	Pescoço	Parâmetro de difusividade, D_l
2. Difusão pelo contorno de grão	Contorno do grão	Pescoço	Difusividade do contorno de grão, D_b
3. Fluxo de viscosidade	Grão (inteiro)	Pescoço	Viscosidade, η
4. Difusão pela superfície	Superfície do grão	Pescoço	Difusividade da superfície, D_s
5. Difusão pela rede	Superfície do grão	Pescoço	Parâmetro de difusividade, D_l
6. Transporte de fase gasosa:			
6.1. Evaporação/condensação	Superfície do grão	Pescoço	Diferença de pressão do vapor, Δp
6.2. Difusão gasosa	Superfície do grão	Pescoço	Difusividade do gás, D_g

Fonte: Adaptado de (GERMAN, 1996).

A Figura 26 ilustra o empescoçamento entre duas partículas.

Figura 26. Modelo de transporte de matéria durante a sinterização

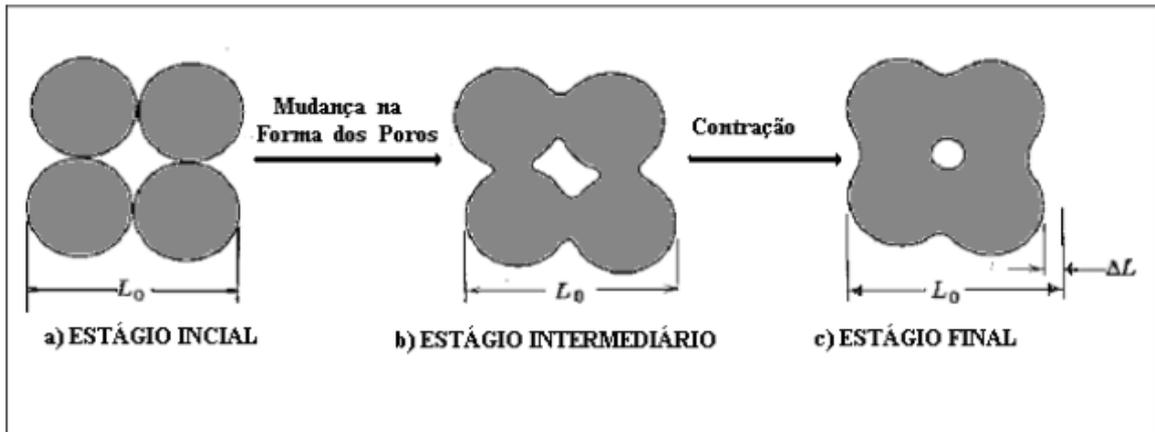


Fonte: Adaptado de (SUK-JOONG L.KANG, 2005)

4.2.13.5 Estágios da Sinterização em Estado Sólido

A sinterização em estado sólido é dividida em três estágios, sendo eles: inicial, intermediário e final, conforme mostra a Figura 27.

Figura 27. Ilustração do modelo teórico dos estágios da sinterização por fase sólida



Fonte: Adaptado de (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2007).

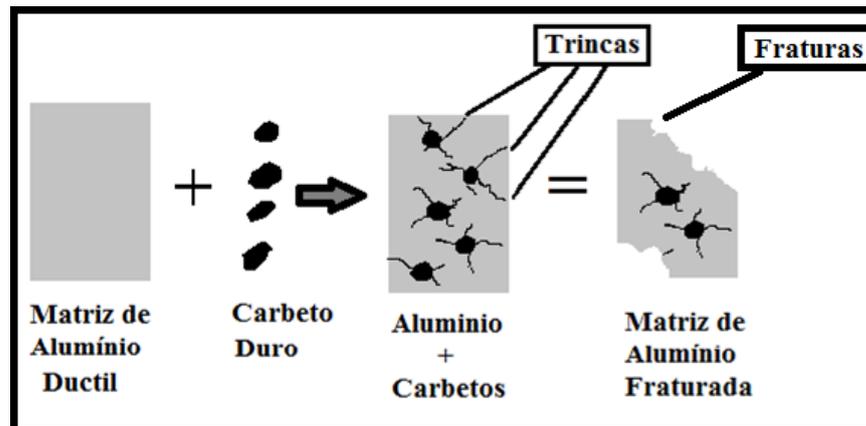
No estágio inicial há a formação de contato inter-partículas seguido pela formação de pescoço até o momento onde estes se interferem. O estágio intermediário é definido pela grande densificação do compactado e pela diminuição do diâmetro dos poros interligados. E por fim o estágio final onde ocorre o isolamento dos poros nos contornos do grão e eliminação gradual da porosidade (GOMES, 1995).

4.3 Adição de Carbonetos

Grande número de pesquisas tem sido realizado com compósitos que possuem uma matriz de metal sinterizado juntamente com partículas cerâmicas incorporadas, estas denominadas óxidos ou carbetos como Al_2O_3 , Vanádio, Nióbio, Tungstênio. Os carbetos possuem o carbono combinado com elementos menos eletronegativos de um metal ou de um semimetal o que ocasiona à melhora das propriedades como a resistência ao desgaste. Os carbetos apresentam boas características: alta dureza e maior resistência do que aços de alta resistência. Tais partículas tem atraído interesse, devido as suas excepcionais propriedades mecânicas, físicas e químicas, com o objetivo de aumentar a eficiência da MAE e a resistência mecânica do material (ANGELO; SUBRAMANIAN, 2008; CABEZA et al., 2017)

Uma melhor eficiência na MAE decorre do fato de que muitas ligas possuem partículas dúcteis, como o próprio alumínio, em contraste com carbetos que possuem alta dureza, formando um sistema Dúctil-Frágil. Durante o processo de moagem, fatores como as colisões ocorridas entre os materiais e esferas e também o fato das partículas duras de carbetos se incorporam a matriz dúctil, criando tensões sobre matriz levando-a a ruptura, figura 28 Tal processo favorece a produção de um particulado com dimensões micro e nanométricas (SURYANARAYANA, 2001).

Figura 28. Tensões criadas com adições de carbetos



Fonte: Propria Autoria

A inserção destes carbetos na matriz do material tem o benefício de aumentar a resistência mecânica do composto barrando o movimento das discordâncias que ficam obrigadas a seguirem trajetórias alternativas ou até se dividirem sendo necessária uma maior energia para superar este obstáculo. Assim, como consequentemente deste processo, a dureza e resistência mecânica do material aumentam devido a maior dificuldade de se deformarem plasticamente (ASM HANDBOOK, 1998; PADILHA, 2000).

Pesquisas realizadas por Abenojar et al 2003, a adição de carbetos na moagem, como NbC e VC, na proporção de 1,5 a 3 % do volume, pode ser uma boa alternativa para o aprimoramento de propriedades mecânicas, corrosivas, tribológicas, está relacionada a sinterização do material, como a densidade. A adição de partículas de cerâmica rígida, tais como óxidos, carbonetos e nitretos, introduzidas na matriz de base de liga de alumínio, aumentam a resistência mecânica, resistência à fadiga e ao desgaste (BERA et al., 2013; KARUNANITHI; BERA; GHOSH, 2014).

Neste sentido abordaremos sobre os carbetos utilizados neste trabalho.

4.3.1 Carbeto de Nióbio (NbC)

O carbeto de nióbio é um metal refratário que apresenta elevado módulo de elasticidade e alto ponto de fusão, acima de 3000°C (SÕMIYA et al., 2003).

O nióbio é um elemento de liga para aços de alta resistência e aços inoxidáveis. Nesses metais, o nióbio forma um agente que controla a microestrutura de forma a melhorar as propriedades mecânicas do material. Muitos estudos são realizados a respeito da sinterização de metais com adições de cerâmicos duros, como NbC, com o objetivo de produzir um composto mais resistente ao desgaste (SÕMIYA et al., 2003; WOYDT; MOHRBACHER, 2013)

4.3.2 Carbeto de Vanádio (VC)

O carbeto de vanádio é um composto inorgânico ou também definida como uma cerâmica refratária extremamente dura. Segundo ASM METALS HANDBOOKS, 1998 é possivelmente, o carbeto metálico conhecido de maior dureza.

O carbeto de vanádio possui excelentes propriedades físicas e mecânicas, tais como dureza elevada, excelente resistência ao desgaste, boa resistência à corrosão, excelente resistência à alta temperatura, alta estabilidade química e estabilidade térmica mesmo em altas temperaturas, é um dos maiores atrativos deste carbeto. É comercialmente usado em brocas e ferramentas de corte, além de aplicado como filme para recobrimento de aços. A boa estabilidade do carbeto de vanádio retarda eficazmente o crescimento de grão. Geralmente, o aumento do teor de vanádio (quando em equilíbrio com carbono) facilita a sinterização (MAHAJAN *et al.*, 2013; KURLOV *et al.*, 2013).

As propriedades físicas, mecânicas e térmicas do VC podem ser vistas na tabela 6 (ASM Engineered Materials, 1994).

Tabela 6. Propriedades física, mecânica e térmica do VC.

Propriedade	Valor
Densidade	5.77 g/cm ³
Peso Molecular	62.953 g/mol
Dureza Rockwell A	91
Microdureza Vickers	2950
Módulo de Elasticidade	268 - 420 GPa
Coefficiente de Poisson	0,22
Módulo de Cisalhamento	157 GPa
Ponto de Fusão	2810°C
Ponto de ebulição	3900°C
Estrutura cristalina	Cúbica

Fonte. ASM Engineered Materials, 1994.

4.4 A Técnica do Projeto e Análise de Experimentos (DOE)

Entre os problemas que um pesquisador/experimentador pode enfrentar um dos mais comuns é a determinação da influência de uma ou mais variáveis sobre uma outra variável de interesse. Na estatística diz-se que há o interesse de descobrir como a resposta é influenciada por fatores, estes chamados de entrada. Isto é demonstrado esquematicamente por meio da Figura 29 que mostra que as variáveis de entrada atuando sobre um sistema em estudo, influenciam nas respostas (variáveis de saída). O sistema ou processo é considerado como uma função que atua sobre as variáveis de entrada (fatores) e produz como saída às respostas observadas. O objetivo do experimentador que realiza os experimentos é descobrir esta função, ou pelo menos obter uma aproximação satisfatória para esta função.

Figura 29. Correlação entre variáveis de entrada e saída de um processo.



Fonte: Propria Autoria.

4.4.1 Métodos Estatísticos Para a Análises e Modelagem de Experimentos

A definição de experimento é: um teste ou uma série de testes em que mudanças são realizadas propositalmente nas variáveis de entrada de um processo, com o intuito de verificar as mudanças provocadas nas variáveis de saída. Desta maneira, a experimentação se caracteriza como uma parte fundamental do método de análise científica, pois contribui para a análise e melhoria das diversas aplicações possíveis (MONTGOMERY, 2009).

A análise utilizando o Projeto e Análise de Experimentos (DOE) ou em inglês '*Design of Experiments – DOE*' tem por definição um processo de planejamento dos experimentos para que os dados sejam coletados e posteriormente analisados por métodos estatísticos, em que se devem encontrar conclusões validas e objetivas.

O método de DOE é de grande utilização nas mais diversas áreas, mostrando se uma ferramenta importante para a melhoria e o desenvolvimento de produtos e processos. Os principais benefícios estão abaixo.

- Redução de custos;
- Redução de variabilidade e maior conformidade com especificações de produtos;

-Redução do tempo de desenvolvimento de processos e produtos;

-Melhoria e otimização dos processos;

De acordo com MONTGOMERY, 2009, os três princípios básicos do Projeto e Análise de Experimentos, são representados por aleatorização, replicação e blocagem, onde abordaremos cada princípio logo abaixo.

A aleatorização consiste na execução dos experimentos em ordem aleatória para que os efeitos desconhecidos dos fenômenos sejam distribuídos entre os fatores, desta forma aumentando a validade da investigação.

A replicação é a repetição de um mesmo teste com as mesmas variáveis várias vezes, criando uma variação na resposta que é utilizada para a avaliação do erro experimental.

A blocagem é utilizada quando não for possível manter uma mesma homogeneidade das condições experimentais. Permite-se avaliar com esta técnica se a falta da homogeneidade interfere nos resultados.

Para a utilização desta técnica estatística, e de grande importância que os envolvidos na realização dos experimentos tenham conhecimento do fenômeno a ser estudado, da maneira com que os dados serão coletados e que apresentem um entendimento sobre as ferramentas de análises que são utilizadas. MONTGOMERY, (2009a) sugeriu que a utilização de DOE seja utilizando as seguintes etapas:

- 1 – Definição do Problema;
- 2 – Escolha dos fatores e definição dos níveis de trabalho;
- 3 – Seleção das variáveis de resposta;
- 4 – Escolha do projeto de experimental;
- 5 – Execução de experimentos;
- 6 – Análise estatística dos dados;
- 7 – Conclusões e recomendações

As técnicas mais utilizadas como relação há o DOE compreendem o planejamento fatorial completo, o planejamento fatorial fracionado, os arranjos de Taguchi, a metodologia de superfície de resposta e os experimentos de misturas (CORNELL, 2002; MYERS; MONTGOMERY; ANDERSON-COOK, 2009). Entre as opções anteriores, o presente trabalho utilizou-se da técnica de planejamento fatorial completo com replicação, para a modelagem e análise da operação de moagem e de sinterização.

Diversos autores, como (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2001; BOX, G E P; HUNTER, J S; HUNTER, 2005; MONTGOMERY, 1997) descrevem matematicamente todas as técnicas citadas anteriormente, baseado nestas fontes, a

Tabela 7 apresenta, de forma resumida, as principais características ligadas a cada técnica.

Este trabalho utilizou do projeto experimental Fatorial Completo, em razão do prévio conhecimento do processo de Moagem, e de sinterização.

O Fatorial, é dado que cada fator experimentado é combinado com todos os níveis dos outros fatores que, para um elevado número de fatores, é estabelecido um nível alto e baixo, com objetivo de conservar a dimensão dos experimentos em padrões satisfatórios (NILO, 2007).

Segundo COX; REID, 2000 utilizar o método Fatorial Completo, é possível obter benefícios tais como: maior eficiência em estimar os efeitos principais dos fatores perante a variável em análise e na definição da interação entre todos os fatores.

Segundo MONTGOMERY, (1997) como fator limitante o método não identifica a variação intermediária por trabalhar em dois níveis (máximo e mínimo), além disso, requer elevado número de experimentos para casos com alto número de variáveis.

Os principais conceitos que fundamentam dessa técnica são apresentados logo à frente.

4.4.2 Planejamento Fatorial Completo 2^k

Em um experimento fatorial com k fatores, cada um deles com dois níveis, é denominado de experimento fatorial 2^k . Considera-se um Planejamento Fatorial como completo quando todas as combinações possíveis entre os fatores são experimentadas (COX; REID, 2000). O arranjo experimental mais comum é o fatorial completo, para o qual o número de experimentos é igual ao número de níveis experimentais elevado ao número de fatores.

No caso típico de fatoriais em dois níveis, o número de experimentos N para se avaliar os k fatores é dado por $N = 2^k$. Os arranjos fatoriais completos podem ser gerados para qualquer quantidade de fatores e os níveis de cada fator se alternam nas colunas segundo uma mesma ordem que para a primeira coluna, os níveis se alteram a cada experimento (2^0); para a segunda coluna, os níveis se alteram a cada (2^1); para a terceira coluna, os níveis se alteram a cada (2^2) e assim por diante.

O procedimento é repetido para tantas colunas quantas forem os k fatores, até a k -ésima coluna. Fatoriais completos cobrem todo o espaço experimental e correspondem ao arranjo experimental mais comum (PAIVA, 2006). Porém, enquanto o número de fatores cresce linearmente, o número de experimentos cresce exponencialmente. Uma quantidade muito grande de fatores pode tornar um processo de experimentação inviável. A tabela 7 apresenta os principais métodos do Projeto e Análise de Experimentos e suas características fundamentais.

Tabela 7. Principais métodos do Projeto e Análise de Experimentos.

Planejamento Experimental	Aplicações	Vantagens	Desvantagens
Fatorial Completo 2^k	Processos em que já se tem um prévio domínio e onde será realização das corridas não demandam maior tempo ou custo.	Possibilita uma varredura completa da região de estudo, pois utiliza todos os fatores e respectivos níveis.	Não identifica variação intermediária, pois apenas trabalha em dois níveis. Requer um alto número de corridas para problemas com grande número de variáveis.
Fatorial Fracionado $2^{(k-1)}$	Processos em que se pretende um pré-conhecimento e onde a literatura é limitada. Em realização de corridas que demandam maior tempo ou custo.	Proporciona uma pré-análise do processo com um número reduzido de corridas.	Não permite a varredura completa da região experimental.
Taguchi	Processos onde há o mínimo ou quase nenhum conhecimento prévio de comportamento. Processos com elevada dispersão ou que as corridas demandem alto custo ou tempo.	Permite a análise de um processo com muitas variáveis de entrada com um número extremamente reduzido de experimentos.	Fornecer uma ideia do processo, entretanto pode apresentar modelos matemáticos não confiáveis.
Metodologia de Superfície de Resposta	Otimização de processos, principalmente bem conhecidos e com baixa dispersão	Propicia a verificação de variações intermediárias do processo.	Pode apresentar erros na extrapolação dos pontos (+2) e (-2) já que são realizadas poucas corridas nestes níveis.

Fonte: Adaptado de Junior 2007.

O processo experimental dessa técnica consiste em realizar testes com cada uma das combinações da matriz experimental. Após esses testes, são determinados e interpretados os efeitos principais e de interações dos fatores investigados e dessa forma pode-se identificar as melhores condições experimentais do produto ou processo de fabricação. Esta técnica pode ser ilustrada considerando-se um experimento com três fatores X_1 , X_2 e X_3 cada um desses com dois níveis (-1; +1).

Esse exemplo é apresentado por pesquisadores que estudam as técnicas de planejamento e análise de experimentos (DEVOR *et al.*, 1992; MONTGOMERY, 1991). Assim a matriz experimental para o experimento fatorial 2^3 é representada pela Tabela 8. A resposta de cada ensaio é descrita pela coluna y_i .

Segundo Devoret *et al.* (1992) o procedimento que pode ser utilizado para construir a matriz genérica do experimento fatorial 2^k . Na matriz de planejamento, as colunas representam o conjunto de fatores investigados ($X_1, X_2, X_3, \dots, X_k$), e as linhas representam os experimentos que devem ser realizados, variando-se os níveis dos fatores nos valores máximo (+1) e mínimo (-1). Esta forma de organizar o experimento é chamada de ordem padrão, conforme definido por Devoret *et al.*, (1992). Pode-se garantir que com esse arranjo todas as colunas da matriz sejam ortogonais entre si. Com esse tipo de planejamento, é possível determinar os efeitos principais da interação, e também as que variáveis independentes produzem nas respostas. Segundo MONTGOMERY, (1997), o modelo estatístico do experimento fatorial 2^3 é dado pela (4-7).

$$y = \beta + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_4 x_1 x_2 + \beta_5 x_2 x_3 + \beta_6 x_1 x_3 + \beta_7 x_1 x_2 x_3 \quad (4-7)$$

Onde:

β = constante

β_i = coeficiente de controle para X_i

X_i = fator de controle

Tabela 8. Matriz de Planejamento de experimento 2^3 .

Número de Experimentos	Fatores			Ordem do Experimento	Resposta (X_i) y_i
	X1	X2	X3		
1	-1	-1	-1	6	Y1
2	+1	-1	-1	8	Y2
3	-1	+1	-1	1	Y3
4	+1	+1	-1	2	Y4
5	-1	-1	+1	5	Y5
6	+1	-1	+1	3	Y6
7	-1	+1	+1	4	Y7
8	+1	+1	+1	7	Y8

Fonte: Propria Autoria.

Este método é generalizado podendo ser utilizado para estimar os efeitos principais e de interação dos fatores, é apresentado a seguir, conforme descrito por Devoret *al.* (1992) e Montgomery (1991). No momento que o nível de um determinado fator é alterado de (-1) para (+1) e os demais fatores são mantidos constantes, a mudança da resposta média observada correspondem aos efeitos principais. É quando se multiplica os resultados da coluna y_i pelos

valores +1 e -1 associados a coluna X_i da matriz experimental correspondente ao efeito principal que se deseja estimar. Em seguida, os valores obtidos devem ser somados e divididos pela metade do número de ensaios realizados, conforme demonstra na equação 4 -8.

$$E = \sum y_i * x_i / \left(\frac{N}{2}\right) \quad (4-8)$$

Sendo que:

E_i o efeito estimado

N o número total de observações

$\sum y_i * x_i$ É a soma dos resultados (y_i) do experimento multiplicados pela coluna x_i

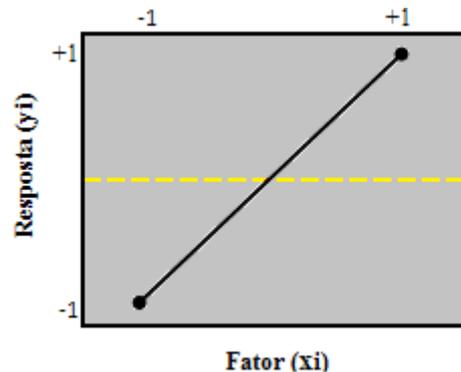
Onde se determina o efeito de interação, o primeiro passo é construir as colunas das interações da matriz de planejamento. Sendo essas colunas, formadas por meio da multiplicação das colunas dos efeitos principais. Para estimar o efeito de interação E12, serão multiplicadas as colunas dos fatores X_1 e X_2 da matriz experimental são utilizados para estimar o efeito de interação.

Conforme descrito por DEVORET *et al.* (1992) e MONTGOMERY, (2009), outros métodos para calcular os efeitos podem ser utilizados. Nesta etapa dos experimentos alguns pesquisadores citam que embora seja simples estimar esses efeitos, muitas vezes é difícil estimar qual é realmente o fator de controle que produz uma diferença significativa nas repostas. Na maioria das vezes necessita-se usar os gráficos lineares e de probabilidade normal. Para representar e interpretar graficamente os efeitos principais de interação é necessário que:

O sinal (- e +) indica a direção do efeito, isto é, se a resposta aumenta ou diminui com a variação do nível. A magnitude indica a intensidade do efeito.

A Figura 31 representa a forma gráfica do efeito principal, este ilustra a variação média das repostas em função da mudança do nível (-1, +1) de um fator (X_1), mantendo os outros fatores constantes.

Figura 30. Gráfico do Efeito Principal X_i com Relação à Resposta y_i



Fonte. Software Minitab

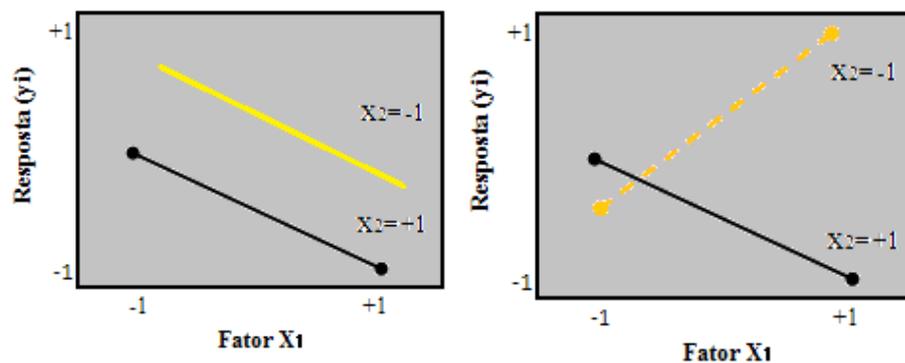
As Figura 31 e Figura 32 apresenta os gráficos dos efeitos de interação. Esses gráficos descrevem a variação média de um fator em função dos níveis de outros fatores.

A Figura 31 demonstra que o efeito provocado pela mudança no nível do fator X_1 na resposta é independente do nível do fator 2 X_2 , portanto, existe interação entre os fatores X_1 e X_2 .

No gráfico de probabilidade normal, Figura 32, é o tipo de gráfico que pode ser utilizado para a análise de experimentos. O uso dos gráficos de probabilidade normal é baseado no fato de que os efeitos principais ou de interação que são desprezíveis se distribuem segundo uma distribuição normal centrada em zero e com variância.

Com esses efeitos tendem a se concentrar ao longo de uma reta normal no gráfico. Entretanto, se os pontos marcados no gráfico parecem desviar-se de algum modo dessa linha imaginária, existem motivos para acreditar que esses dados obtidos não estão distribuídos de maneira normal, portanto, são efeitos significativos

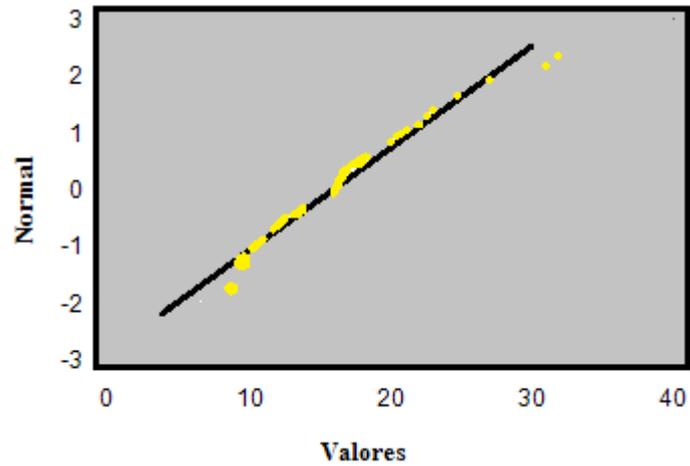
Figura 31. Gráfico de Interação



Fonte. Software Minitab

(a) Inexistência de Interação (b) Presença de Interação

Figura 32. Gráfico de Teste de Normalidade.



MASON at all (2003) diz que esses gráficos são utilizados nas situações em que é importante obter uma estimativa independente do erro experimental para julgar a importância dos efeitos principais e de interação, mas não é possível repetir um experimento fatorial 2^k .

5 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.1 Caracterização do Material Precursor

5.1.1 Características originais do cavaco de alumínio

Os Cavacos de alumínio 7075T6 obtido por fresamento foram doados pelo Laboratório Nacional de Astrofísica (LNA), os cavacos recebidos sem impurezas de fluidos de usinagem, conforme a Figura 33, imagem obtida por estereoscópio Olympus SZ61 do Laboratório de Metalurgia Materiais (LMM) da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI).

Figura 33. Micrografia dos cavacos como recebidos.

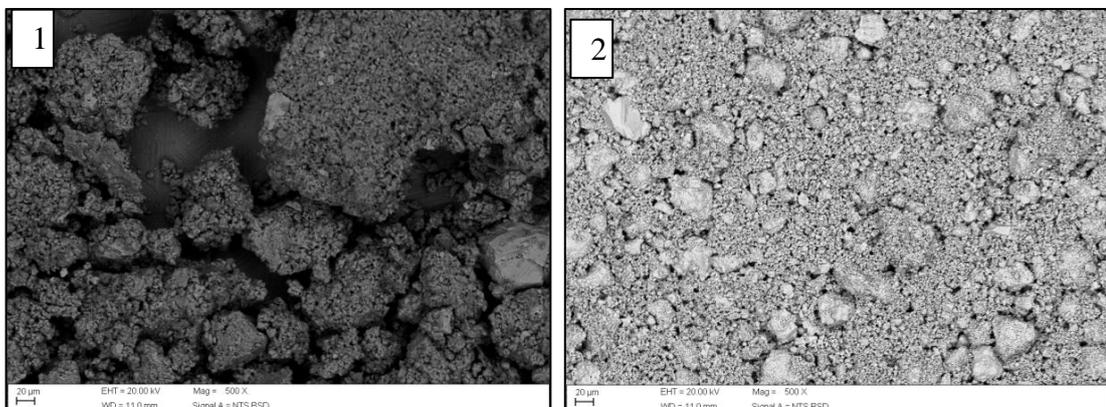


Fonte: Propria Autoria.

5.1.2 Características originais do carbetto de vanádio

O Carbetto de Vanádio (VC), e de Nióbio (NbC) foram fornecidos pela empresa alemã Hermann C. Starck Berlin, com granulometria 3 a 4 μm , e 3 a 6 μm respectivamente, cedido pelo LMM da UNIFEI, Figura 34 dos carbeto obtidas por MEV.

Figura 34. Micrografia do carbetto de vanádio 1 e do de nióbio 2.



Fonte: Propria Autoria.

5.2 Moagem dos Materiais

5.2.1 Composição das Amostras para a Moagem

Para os experimentos foram utilizados 10g de cavacos do alumínio 7075 T6 como recebido devido ao volume do jarro, e a quantidade de carbetos, ACPs, e relação de massa/esfera conforme o Projeto e Análise de Experimento (DOE). Onde estes foram inseridos no jarro de moagem, Figura 35, os materiais foram pesados em uma balança de precisão marca Shimadzu modelo AUY220 com 4 casas decimais do LMM da UNIFEI.

Figura 35. Jarro com a carga para moagem e as esferas.



Fonte: Propria Autoria.

5.2.2 Equipamentos de Moagem de Alta Energia.

Para a realização do processo de moagem de alta energia foi utilizado um moinho planetário de alta energia da marca Noah - Nuoya, modelo NQM 0,2L do LMM da UNIFEI conforme Figura 36, tanto o jarro quanto os agentes moedores são confeccionas de aço inoxidável, os jarros de moagem possuem atmosfera controlada, Figura 36. Utilizou-se o gás argônio nos jarros como atmosfera inerte para evitar oxidação dos pós.

Figura 36. Moinho planetário e Jarro com controle de atmosfera.



Fonte: Propria Autoria.

5.2.3 Análise do Tamanho de Partícula

A preparação dos pós para análise do tamanho de partícula: os pós foram inseridos em um ultrassom, posteriormente foi realizado o banho de ultrassom, na banheira da marca Ecel com a frequência 50Hz com o tempo de 30 minutos utilizando água destilada, as análises granulométricas, foram realizadas no analisador a laser marca MicroTRAC S3500 Particle Size Analyzer, do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI.

Os resultados são dados em distribuições acumulativas (*D values*), D10, D50, D95 onde o D10 indica que 10% de partículas possuem tamanho inferiores a este valor, e sucessivamente os D50 e o D95 com 50%, e 95% das partículas tem valores inferiores a estes valores dados pelo relatório do analisador e a medição da media volumétrica (MV).

5.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a caracterização dos pós e do material sinterizado utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Carls Zeiss modelo EVO MA15 do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) da UNIFEI, com o método de elétrons secundário (SE) e elétron retroespalhado (BSE), objetivando-se avaliar e analisar a distribuição das partículas e a morfologia dos pós. Os pós foram depositados em um suporte e outra amostra sinterizada foi embutida em resina fenólica.

5.2.5 Difratomia de Raios X (DRX)

A difratometria de raios X foi utilizada para a identificação das fases presentes no material nos melhores experimentos de cada processo.

Os parâmetros utilizados para análise foram o tempo de contagem de 0,5s por passo, com varredura de 20 a 120° e passo de 0,02° Θ , para realização da varredura utilizou-se 40kV e 30mA. O difratômetro utilizado foi da marca Panalytical, modelo X Pert PRO do LCE da UNIFEI com radiação $\text{CuK}_{\alpha 1}$ (tubo de cobalto) com comprimento de onda de 0.179026 Å (40 Kv e 40 mA).

5.3 Preparação das Amostras para a Sinterização.

Para a obtenção dos corpos de prova a verde foi utilizada uma prensa uniaxial de capacidade de 10 toneladas do LMM da UNIFEI, para prensagem utilizou-se uma matriz de aço SAE 4340 temperada e revenida com diâmetro interno de 8mm.

Para o cálculo da densidade a verde foi medida a massa (m), o diâmetro (d) e o comprimento (h) de cada corpo de prova. O cálculo da densidade (ρ) foi obtido pela equação 5.1.

$$\rho = \frac{M}{V} \quad 5.1$$

Onde m= massa; V= volume, l = comprimento, d = diâmetro, ρ = densidade

Após a prensagem, dos corpos de prova foram sinterizados com atmosfera inerte (vácuo 10⁻²mbar). Utilizou-se um forno Marca Jung Vulcano EDG 3000 do LMM da UNIFEI. A rampa aquecimento foi de 10°C/min, com patamar de temperatura e o tempo estipulado pelo DOE. As amostras foram resfriadas dentro do forno.

5.3.1 Análise da Densificação

Os corpos de prova após a sinterização foram realizadas as medições de: dimensões, massa, densidade verde, densidade aparente.

Para o cálculo da densidade aparente foi utilizada a equação 5.2 e a balança Shimadyzu.

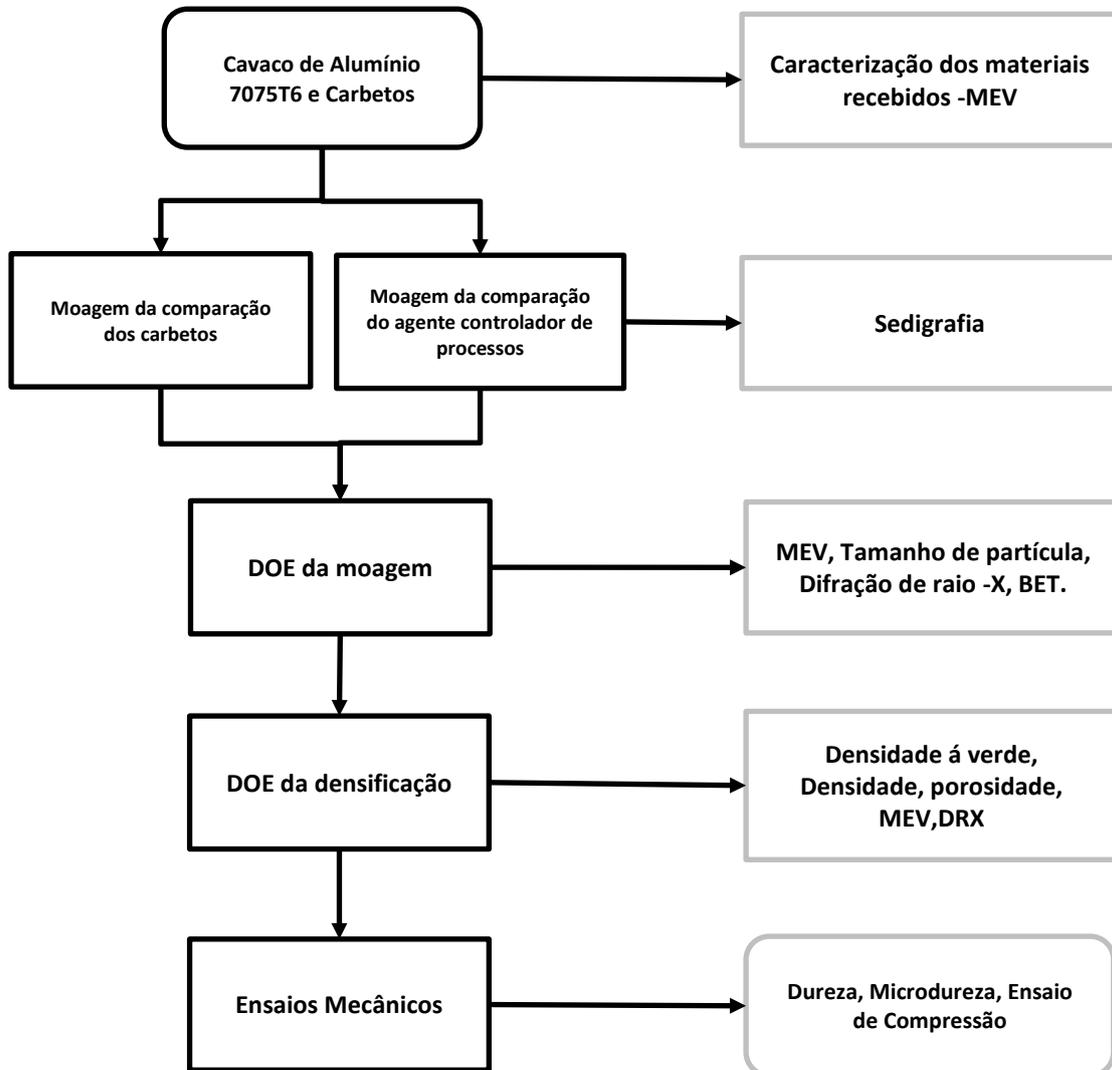
$$\rho_{amostra} = \left(\frac{M_{seca}}{(M_{úmida} - M_{imersa})} \right) * \rho_{agua} \quad (5.2)$$

A análise da porosidade por imagem, a porosidade foi realizada utilizando o microscópio ótico e o software Olympus BX41M-LED do LMM da UNIFEI.

5.4 Método:

Para o melhor entendimento os passos que foram realizados nesta pesquisa são demonstrados no fluxograma na Figura 37.

Figura 37. Fluxograma dos experimentos



Fonte: Propria Autoria.

5.4.1 Moagem de Alta Energia

5.4.1.1 Avaliação das amostras com e sem carbetos

Para a comparação da influência dos carbetos utilizou-se o VC e NbC com 3% em peso, em todas as condições com atmosfera controlada de gás argônio e o ACP foi o metanol com 3,2ml, com o tempo 10 horas, 250rpm, relação massa/esferas 1:10.

A escolha do carbeto a ser utilizado foi relacionado com o menor tamanho de partículas encontrado, após as moagens.

5.4.1.2 Comparação dos Agentes Controladores de Processo

Para a comparação dos ACPs foram adotados os parâmetros utilizados na pesquisa de RAMEZANI; NEITZERT 2012 e outros pesquisadores, com o metanol com 3,2ml e o ácido esteárico com 3% em peso do alumínio, utilizando esferas de aço inox de diâmetro 21mm e 12mm e jarros de aço inox, com 10g de alumínio, com o tempo 10 horas, 250rpm, relação 1:10 e sem carbetos.

A escolha do ACP a ser utilizado está relacionada com o menor tamanho de partículas obtido, após a moagem.

5.4.2 Variáveis estudadas no Projeto e Análise de Experimentos para a Moagem

Segundo SURYANARAYANA (2001), escolha dos parâmetros de moagem é essencial ao rendimento do processo com um todo, dentre os possíveis fatores ou parâmetros, os mais relevantes são a porcentagem de carbetos, o tempo de moagem e a rotação (Rpm), em conjunto com seus níveis máximos (B) e mínimos (A).

As variáveis escolhidas para o projeto experimento são: rotação, tempo de moagem, a porcentagem de carbetos e a relação massa esferas.

O método para o projeto do experimento utilizado será a técnica de fatorial completo, onde variou-se os quatro fatores; porcentagem de carbetos, a relação de massa/esferas, rotação e o tempo de moagem, os parâmetros mínimos e máximos estão conforme a Tabela 9. Obtendo um total de 16 experimentos, para uma maior confiabilidade dos resultados foi feita uma réplica, além da adição de cinco pontos centrais.

Tabela 9. Variáveis do processo de moagem.

Variáveis	Mínimo	Máximo	Ponto central
Rotação (rpm)	250	400	325
Relação	1/10	1/20	1/15
Tempo (h)	10	40	25
Carbetos (%)	1	3	2

Fonte: Propria Autoria.

Neste tipo de análise é possível verificar tanto os fatores principais como suas interações, com a finalidade de verificar os melhores parâmetros para conseguir o menor tamanho de partícula (resposta Y'), foi utilizado o software Minitab 17, em que foi gerado um fatorial completo com os quatro fatores, e cinco pontos centrais. Conforme mostra a tabela 10. Todos os experimentos foram efetuados de maneira aleatória, com replica.

Tabela 10. Tabela de experimento fatorial completo da moagem.

Ordem	Relação	Carbeto %	RPM	Tempo
1	1/10	1	250	10
2	1/20	1	250	10
3	1/10	3	250	10
4	1/20	3	250	10
5	1/10	1	400	10
6	1/20	1	400	10
7	1/10	3	400	10
8	1/20	3	400	10
9	1/10	1	250	40
10	1/20	1	250	40
11	1/10	3	250	40
12	1/20	3	250	40
13	1/10	1	400	40
14	1/20	1	400	40
15	1/10	3	400	40
16	1/20	3	400	40
17	1/10	1	250	10
18	1/20	1	250	10
19	1/10	3	250	10
20	1/20	3	250	10
21	1/10	1	400	10
22	1/20	1	400	10
23	1/10	3	400	10
24	1/20	3	400	10
25	1/10	1	250	40
26	1/20	1	250	40
27	1/10	3	250	40
28	1/20	3	250	40
29	1/10	1	400	40
30	1/20	1	400	40
31	1/10	3	400	40
32	1/20	3	400	40
33	1/15	2	325	25
34	1/15	2	325	25
35	1/15	2	325	25
36	1/15	2	325	25
37	1/15	2	325	25

Fonte: Própria Autoria.

Para a etapa de sinterização utilizou-se a condição de moagem que apresentou o menor tamanho de partícula, para conseguir a melhor densificação.

5.4.3 Análise de Área Superficial e Porosidade

As análises de área superficial foram realizadas utilizando o método BET, em um equipamento marca Quanta-Chrome modelo NOVA 1200 do LCE da UNIFEI, Figura 38. Nas análises foram coletados 20 pontos para absorção e dessorção, ensaio realizado a 70K sob atmosfera Nitrogênio (N₂).

Figura 38. Analisador da Quanta-Chrome modelo NOVA 1200e



Fonte: Site Quanta-Chrome (2017)

5.4.4 Análises Termogravimétrica

A análise de DTA foi realizada no LCE da UNIFEI no equipamento da marca Netzsch modelo Jupiter STA 449 F3, Figura 39. Para essa medida foi utilizada 35mg de pó, o aquecimento foi realizado da temperatura ambiente até aproximadamente 700°C, temperatura está acima da fusão da liga 7075-T6. O ensaio foi realizado com atmosfera de nitrogênio. Esta análise foi realizada com intuito de verificar o ponto de fusão do material e a influência da adição de carvão sobre o ponto de fusão.

Figura 39. Equipamento análise Termográfica.



Fonte: Site fabricante: Netzsch, modelo Jupiter STA 449 F3 (2017).

5.4.5 Paramentos de Sinterização/Densificação

Para este trabalho utilizou-se este valor de 350 MPa como um valor mediano realizando compressões de 200 MPa ou 1 tonelada força e 600 MPa ou 3 toneladas força.

Na temperatura de sinterização foram utilizados os valores encontrado na revisão de 450°C a 550°C como mínimos e máximos, para a sinterização do material.

Para o estudo da densificação utilizou-se um DOE utilizado à técnica de fatorial completo onde foram definidos os fatores conforme a tabela 11.

O DOE da densificação utilizou um fatorial completo, com 3 fatores: força de compressão, temperatura e tempo de permanência, e dois pontos centrais com a finalidade de verificar os melhores parâmetros para conseguir a menor porosidade. Foi utilizado o software Minitab 17, neste foi gerado um fatorial completo com os três fatores, e dois pontos centrais. Conforme segue a Tabela 11.

Logo, pelo experimento fatorial completo, 2ⁿ, obteve-se um total de 8 experimentos:

$$\text{Nº Experimentos} = 2^3 + 2 \text{ CP} = 8.$$

Tabela 12 expõe a matriz de experimentos definida, onde é possível observar os parâmetros determinados junto a seus respectivos “*centers points*” e réplicas conforme estipulado pelo projeto de experimentos, com o total de 18 experimentos.

5.4.6 Preparação das Amostras Para As Analise Metalográficas

Os corpos de prova foram embutidos e preparados, em uma lixadeira automática marca Arotec, Modelo Aropol 2V do LMM da UNIFEI. Utilizou-se lixas de diferentes granulometrias: 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1200 mesh, sucessivamente.

O polimento foi realizado na Politriz mecânica Micron PL01, nas rotações alta e baixa, com alumina (1μ) e OPU, lavadas com água destilada e álcool etílico P.A. e secas com jato de ar conforme a ASTM E3-11.

Tabela 11. Variáveis do processo de Sinterização.

Variáveis	Mínimo	Máximo	Média
Força (Ton)	1	3,5	2
Temperatura °C	450	550	500
Tempo (horas)	1	4	2,5

Fonte: Própria Autoria.

Tabela 12. Tabela de experimento fatorial completo da Densificação.

Condição	Carga na prensagem (tf)	Temperatura de sinterização (°C)	Tempo de permanência (horas)
1	1,5	450	1
2	3,5	450	1
3	1,5	550	1
4	3,5	550	1
5	1,5	450	4
6	3,5	450	4
7	1,5	550	4
8	3,5	550	4
9	1,5	450	1
10	3,5	450	1
11	1,5	550	1
12	3,5	550	1
13	1,5	450	4
14	3,5	450	4
15	1,5	550	4
16	3,5	550	4
17	2,5	500	2,5
18	2,5	500	2,5

Fonte: Propria Autoria.

5.4.7 Ensaios Mecânicos

Para a realização dos ensaios mecânicos foram confeccionados 10 corpos de prova com o melhor resultado do projeto de experimentos da densificação.

5.4.7.1 Ensaio de Dureza

Para o ensaio de dureza foram analisadas as amostras utilizando a dureza Rockwell na escala B. Foi utilizado um durômetro da marca OTTOWOLPERT-WERKE e modelo Testor HT 1a. O ensaio foi conduzido com aplicação de carga de 100 kgf com um indentador 1/16 polegadas. Foram realizadas 5 medidas ao longo dos corpos de prova para determinar a dureza média das amostras sinterizadas, conforme a norma ABNT NBRNM ISO6508-1.

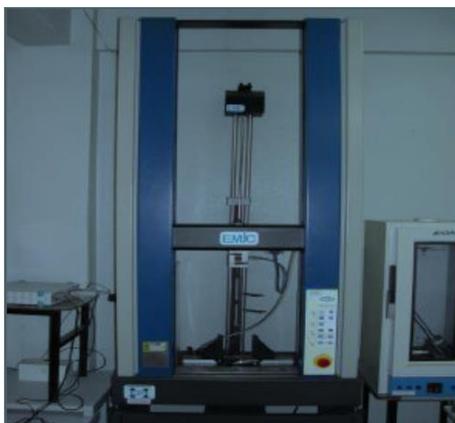
5.4.7.2 Ensaio de Microdureza Vickers

O ensaio foi realizado utilizando um penetrador com ponta de diamante e formato piramidal de base quadrada com ângulo 136° em um microdurômetro da marca TIME e modelo TH 712. A carga utilizada foi de 200gf ou 1,96N com uma média de tempo de indentação de 15 segundos. Foram efetuadas conforme a ASTM E 384 de cada amostra para estimar a microdureza média obtida em cada corpo de prova por meio da média dos valores e o desvio padrão.

5.4.7.3 Ensaio de Compressão

Para o ensaio de compressão foram utilizadas as amostras que obtiveram a melhor densificação. Foram medidos o comprimento e o diâmetro de cada corpo de prova. O ensaio foi realizado em temperatura ambiente 25°C na máquina universal de ensaios da marca EMIC do laboratório de ensaio destrutivos e não destrutivos da UNIFEI, com capacidade 100 KN ilustrado na Figura 40.

Figura 40. Equipamento universal de ensaios EMIC.



Fonte: Propria Autoria.

Foram realizadas a limpeza das faces superiores e inferiores das amostras e lubrificá-las diminuindo o efeito de fricção entre as áreas em contato. As amostras então foram posicionadas de forma a receber carga concêntrica com uma velocidade de solitação de 1mm/min a temperatura ambiente.

A partir dos valores obtidos foi calculado o módulo de elasticidade a partir da Equação 5.3. Onde E é o módulo de elasticidade, Δ_p é a variação de tensão aplicada na região elástica, Δ_c a variação de deformação, A_o a área inicial e L_o o comprimento inicial.

$$E = \left(\frac{\Delta_p}{A_o} \right) / \left(\frac{\Delta_c}{L_o} \right)$$

(5.3)

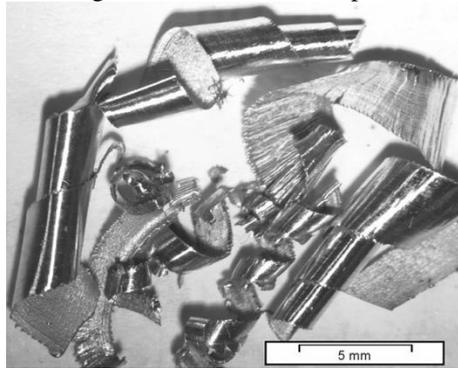
A partir do gráfico foi calculado o ponto de escoamento do material pelo método Offset, que consiste na transposição paralela da reta representante da região elástica do material a 0,2% à direita. Onde encontrou limite elástico e com a interseção da paralela com o gráfico foram obtidos o valor de tensão de escoamento das amostras de acordo com a norma ASTM E111-04 e E9-89a.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 Caracterização do Material Precursor

A análise da morfologia do cavaco, é um importante indicador da estabilidade do processo de usinagem do metal. Essa morfologia depende de vários parâmetros são eles: velocidade de corte, avanço e profundidade de corte, geometria da ferramenta etc. De acordo com esses parâmetros, vários tipos de cavacos podem ser formados, tais como espiras, quebradiços, contínuos, tipo hélice, etc (Kouadri et al, 2013). Basicamente, a formação de cavacos é um processo de cisalhamento envolvendo deformação plástica dentro da zona de cisalhamento do material. A imagem dos cavacos formados na usinagem AA7075, Figura 41. A partir da forma da seção transversal, os cavacos podem ser classificados como cisalhado soltos, com o formato de espiras, possuindo uma ordem de grandeza 1 a 5 cm. (Diniz et al 2000).

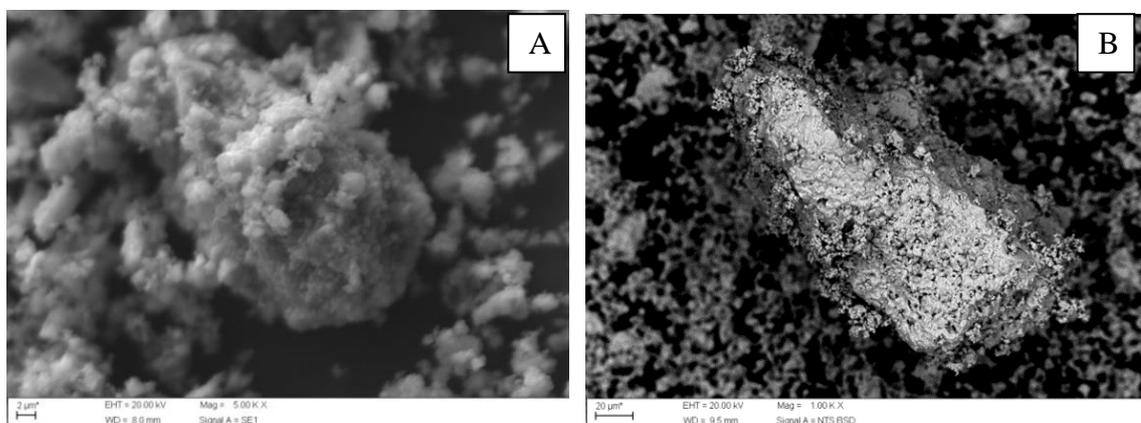
Figura 41. Fotografia do cavaco obtido por Estereoscópio.



Fonte: Autoria própria.

Os VC, NbC conforme figura 42, as partículas apresentam morfologia irregular, com aglomerados, as partículas de VC apresentam-se com uma variação de tamanho de partícula de 2 a 15 μm , as partículas de NbC apresenta uma variação de 10 a 150 μm .

Figura 42. Micrografia do VC (a) e NbC (b) obtido via MEV.



Fonte: Autoria própria.

6.2 A Moagem de Alta Energia (MAE)

Os dados dos parâmetros máximos e mínimos foram reunidos na Tabela 13.

Tabela 13. Parâmetros mínimo e máximos.

Parâmetros	Mínimo	Máximo
Rpm	200	400
Relação	10	20
Tempo (h)	10	40
Ciclo (min)	15	30
Parada (min)	15	

Fonte: Autoria própria.

Estudos preliminares sobre a moagem dos cavacos foram realizados no intuito de saber qual era o comportamento do material mediante variação de alguns parâmetros de moagem:

- Em rotações acima de 450 rpm, observou-se centrifugação.
- Em rotações inferiores a 250 rpm o material não apresentou sinal de moagem.

As MAE deste trabalho foram realizadas com as rotações entre 250 e 400rpm, tempo de 10 a 40 horas, e com a relação de 1/10 até 1/20, com o ciclo de 30 minutos e paradas de 15 minutos, utilizando rotações de sentido alternado.

6.2.1 Avaliação da influência da adição de Carbetos

Na avaliação da utilização dos carbetos realizou o experimento com os parâmetros de 250rpm, tempo de 10 horas, relação de 1/10 com 0 ou 3% de carbeto, com ACP Metanol.

Tabela 14 de comparação da influência dos carbetos evidencia que o VC apresentou menor tamanho de partícula sendo da ordem de 77% menor que com o NbC e 96% menor do que no experimento sem carbeto na medição do D50.

Após executadas as análises relativas ao tamanho de partículas dos pós com e sem a adição de carbetos, foi possível atribuir ao VC um comportamento mais eficaz em relação ao NbC. Tanto os indicativos relacionados à distribuição acumulativa de medidas de tamanhos de partículas, quanto à análise das médias volumétricas, apontam o VC como melhor redutor de partículas em menor tempo de moagem. Segundo TARASOV, 1948 e EWING, 1952 afirmam que VC possui dureza de 2950 HV e o NbC possui dureza de 2000HV. O carbeto mais duro se fragmenta mais durante a moagem, e estes em contato com as partículas de alumínio ocasionam uma maior deformação, acentuando ainda mais o mecanismo dúctil frágil quando comparado aos outros carbetos utilizados. facilitando a fratura dos cavacos (CANAKCI; VAROL; OZSAHIN, 2013).

Tabela 14. Resultado da comparação da utilização de Carbetos.

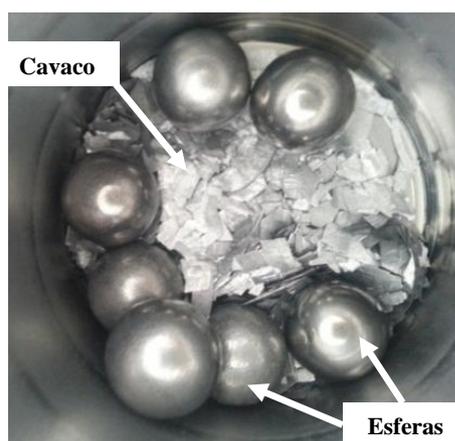
Tamanho de Partículas (μm)				
Carbeto	D10	D50	D95	MV
Sem	18,41	284	1795	699,14
Nióbio	8,57	47,05	1710,9	275,51
Vanádio	4,28	10,47	1236,2	242,6

Fonte: Autoria própria.

6.2.2 Comparação dos Agentes Controladores do Processo (ACP)

Nas moagens realizadas apenas com os cavacos sem ACP e sem carbeto Figura 43, o material não apresentou cominuição, apresentando deformação plástica severa dos cavacos e subsequente soldagem a frio. Impossibilitando assim de realizar as medições de tamanho de partícula.

Figura 43. Fotografia do jarro com carga sem agente controlador.



Fonte: Autoria própria.

O resultado da comparação está na Tabela 15 onde mostram que a utilização do metanol como ACP apresentou a melhor redução no tamanho de partícula para cerca de 50%, sendo menor também em todas as distribuições acumulativas: D10, D50, D95 e na média volumétrica (MV).

Tabela 15. Resultado da comparação sem e com ACP com parâmetros 10 h, 250 rpm, relação 1:10 e sem carbeto.

Tamanho de Partícula (μm)				
A.C.P	D10	D50	D95	MV
Metanol	18,41	284	1795	699,14
Ácido Esteárico	374,6	1697	1955	1342,2

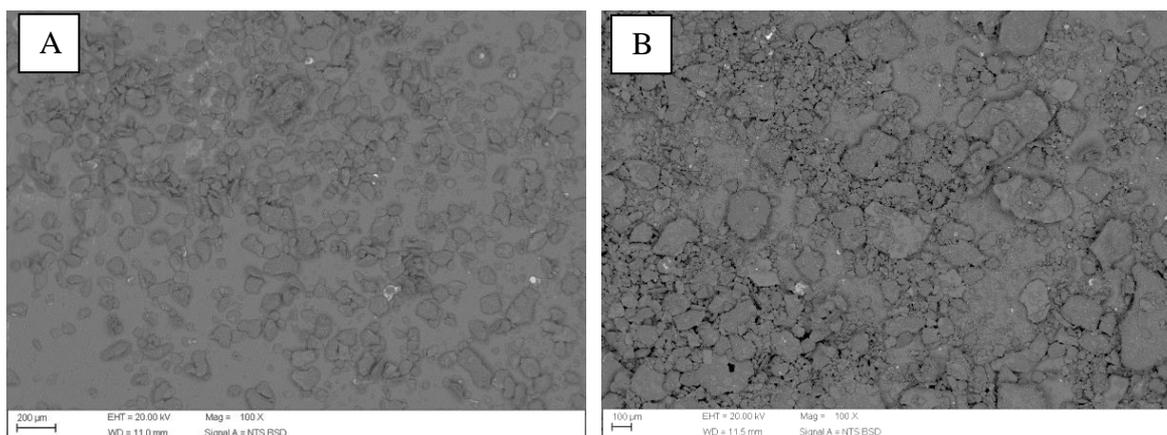
Fonte: Autoria própria.

A micrografia da figura 44 confirma a diferença do tamanho dos pós e também a morfologia irregular de ambas as condições com a presença de aglomerações. Com partículas maiores de 100 microns e partículas menores de 5 microns.

Segundo as pesquisas de Hernández-Martinez (2015), o metanol apresenta o melhor controle do processo, e a razão para este comportamento é devido a molhabilidade superficial das partículas de alumínio, promovendo o processo de fratura e evitando a soldagem a frio, o metanol é melhor para controlar a soldagem a frio e o aumento de temperatura, e também as aglomerações.

Segundo as pesquisas de RAMEZANI & NEITZERT (2012), o experimento que utilizou o Metanol como agente controlador do processo obteve o menor tamanho de partícula, por estes motivos, optou-se por utilizar apenas o metanol no restante dos experimentos, devido à sua melhor eficiência do processo.

Figura 44. Micrografia dos pós figura A com Metanol e B com Ácido esteárico.



Fonte: Autoria própria.

6.2.3 Planejamento Experimental da MAE - Análise de Tamanho de Partículas

A tabela 16 e 17 mostra a matriz de experimentos delineada, onde é possível observar os parâmetros determinados junto a seus respectivos níveis definidos aleatoriamente pelo software estatístico MINITAB 17 e os valores dos tamanhos de partículas obtidos pela medição de D10, D50 e D95 e à Media Volumétrica (MV) para cada condição estipulada no DOE. Este que será utilizado como resultado para inserção no software Minitab a MV que é a média dos tamanhos de partícula pelo seu volume na amostra.

Os gráficos da distribuição granulométrica de todos os experimentos com seus respectivos relatórios podem ser verificados no Anexo 1.

Os resultados foram analisados utilizando o software Minitab 17 e foram realizadas as análises de variância na Tabela 18, a interação entre os coeficientes na tabela 19, foram assim determinados os efeitos principais e as interações entre os fatores. O desvio padrão de cada coeficiente, e de probabilidade para o total de 2^4 modelos fatoriais.

Tabela 16. Parâmetros e valores relativos à distribuição acumulativa e média volumétrica das amostras submetidas ao DOE Principal.

Experimento	Relação	Carbeto %	RPM	Tempo (H)	D10(μm)	D50 (μm)	D95 (μm)	MV (μm)
1	10	1	250	10	4,28	10,47	1236	242,6
2	20	1	250	10	7,686	240,5	571,5	263,7
3	10	3	250	10	9,94	109,5	336,8	139,2
4	20	3	250	10	9,28	86,09	322,9	117,8
5	10	1	400	10	87,09	282,3	999	361,7
6	20	1	400	10	1,075	52,92	330,8	102,3
7	10	3	400	10	82,34	105,9	196,9	116,6
8	20	3	400	10	7,45	12,36	51,33	21,63
9	10	1	250	40	9,2	49,15	200	68,67
10	20	1	250	40	10,16	52,1	122,2	56,19
11	10	3	250	40	11,64	160,7	1379	339,2
12	20	3	250	40	6,55	11,12	40,91	17,12
13	10	1	400	40	4,17	10,8	50,39	19,06
14	20	1	400	40	-	-	-	-
15	10	3	400	40	0,449	7,66	57,62	12,44
16	20	3	400	40	-	-	-	-

Fonte: Autoria própria.

A identificação da influência significativa dos parâmetros, bem como suas interações sobre a redução do tamanho de partículas são mostrados na tabela 20.

Observando os resultados, e considerando-se um intervalo de confiança de 80%, o ‘tempo’, a interação de segunda ordem entre a ‘porcentagem de carbeto e tempo’ e a ‘relação massa/esfera’ e ‘Rpm’, se mostraram significativos na resposta tabela 17.

Desse modo, verificando o valor p (p -value), uma estatística utilizada para sintetizar o resultado do teste de hipóteses para um nível de significância ($\alpha= 0,05$), têm-se os resultados:

- O **Tempo** apresentou um valor de $p = 0,003$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha= 0,05$), sendo um fator significativo.

- A interação de segunda ordem entre a **porcentagem de carbeto e tempo** apresentaram um valor de $p = 0,014$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha= 0,05$), sendo também então um fator significativo.

- A **Relação massa/esferas** apresentou um valor de $p = 0,017$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha = 0,05$), sendo então um fator significativo.

- A **Rpm** apresentou um valor de $p = 0,05$, ou seja, igual ao nível de significância ($\alpha = 0,05$), sendo então um fator significativo.

A tabela 18 mostra a adequação dos modelos através da ANOVA feita pelo software MINITAB 17. Observa-se que os fatores investigados apresentam interações de primeira e de segunda ordem de forma que, a combinação entre os fatores principais significativos, impacta na redução de tamanho de partículas do pó.

Tabela 17. Parâmetros e valores relativos à distribuição acumulativa e média volumétrica das amostras submetidas ao DOE Replica.

Experimento	Relação	Carbeto %	RPM	Tempo (H)	D10(μm)	D50 (μm)	D95 (μm)	MV (μm)
17	10	1	250	10	10,93	182	415	202,9
18	20	1	250	10	105,4	270,1	494,5	274,4
19	10	3	250	10	9,3	162,1	301,4	149,1
20	20	3	250	10	9,52	132,2	270	127,1
21	10	1	400	10	118,6	285,4	534,5	301,7
22	20	1	400	10	9,31	92,81	282,9	119,8
23	10	3	400	10	131,3	301,3	373,9	252,7
24	20	3	400	10	9,45	131,2	283,2	138,1
25	10	1	250	40	5,35	81,5	278,9	113,2
26	20	1	250	40	6,6	13,64	140,5	42,21
27	10	3	250	40	10,2	160,2	504,6	202,1
28	20	3	250	40	5,7	12,38	61,19	22,67
29	10	1	400	40	1.882	11,9	128,9	35,44
30	20	1	400	40	-	-	-	-
31	10	3	400	40	7,74	10,89	35,28	14,06
32	20	3	400	40	-	-	-	-
33	15	2	325	25	63,5	108	174	111,2
34	15	2	325	25	3,27	13,07	94,48	31,54
35	15	2	325	25	0,096	12,75	268,4	79,1
36	15	2	325	25	2.608	11,18	272,5	80,36
37	15	2	325	25	9,61	46,67	414,1	180,6

Fonte: Autoria própria.

A Tabela 19 mostra os resultados do teste de significância. Os diferentes termos utilizados são as seguintes, o termo "Coef" representa os coeficientes utilizados na equação para representar a relação entre o parâmetro de resposta e os fatores. O termo 'SE coeff' indica o erro padrão para os estimados coeficientes, que mede a precisão da estimativa. Os valores de T são

calculados como a razão entre o valor correspondente sob o coeficiente e erro padrão. O valor de T da variável independente pode ser usado para testar se o indicador prevê significativamente a resposta. O valor p é o mínimo valor para um nível pré-estabelecido de significância para o qual a hipótese dos meios iguais a um determinado fator pode ser rejeitada.

Tabela 18. Tabela de análise de variância

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	14	277494	19821,0	8,50	0,000
Linear	4	43544	10886,0	4,67	0,009
RELAÇÃO	1	16226	16225,8	6,96	0,017
CARBETO	1	5012	5012,3	2,15	0,160
RPM	1	10271	10271,3	4,41	0,050
TEMPO	1	28502	28502,2	12,22	0,003
2-Maneiras Interações	6	50006	8334,4	3,57	0,016
RELAÇÃO*CARBETO	1	2146	2146	0,92	0,350
RELAÇÃO*RPM	1	3874	3873,7	1,66	0,214
RELAÇÃO*TEMPO	1	2941	2940,8	1,26	0,276
CARBETO*RPM	1	1116	1115,7	0,48	0,498
CARBETO*TEMPO	1	17100	17100,1	7,33	0,014
RPM*TEMPO	1	7885	7885,4	3,38	0,082
3-Maneiras Interações	4	33140	8285,0	3,55	0,026
RELAÇÃO*CARBETO*RPM	1	8489	8488,9	3,64	0,072
RELAÇÃO*CARBETO*TEMPO	1	4900	4900,0	2,10	0,164
RELAÇÃO*RPM*TEMPO	1	533	533,1	0,23	0,638
CARBETO*RPM*TEMPO	1	3213	3212,9	1,38	0,256
Erro	18	41967	2331,5		
Total	32	319461			

Fonte: Adaptado de MINITAB 17.

(*) Significa que os fatores estão em interação.

Os efeitos estatisticamente significativos podem ser observados na figura 49 com o auxílio do diagrama de Pareto, sendo considerados significativos os fatores ou interações que ultrapassem a linha pontilhada em 2,101.

O tempo foi o fator mais influente, esta variável tem grande influência no processo, pois o tempo influência no equilíbrio entre a fratura e a soldagem a frio das partículas, influenciando na mudança do tamanho de partícula. (MADAVALI et al., 2014a; SURYANARAYANA, 2001). O segundo fator mais importante foi a interação de segunda ordem “tempo e porcentagem de carбето” uma vez que ao aumentar a porcentagem de carбето as partículas necessitam de um tempo menor para reduzirem de tamanho. Esta característica pode ser atribuída ao maior encruamento do material tornado o menos dúctil com o aumento da quantidade de carbetos. O fator ‘relação’(massa/esfera) que por sua vez com o aumento da

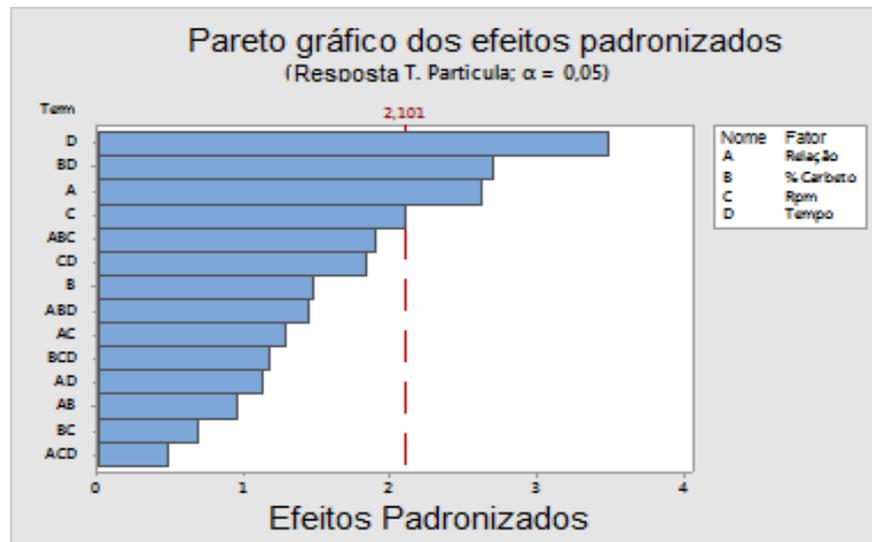
massa de esferas tem-se o aumento da energia interna, o que melhora a eficiência do processo no cisalhamento dos cavacos. (SURYANARAYANA, 2001)

Tabela 19. Tabela dos coeficientes codificados.

Fatores	Efeito	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constante		96,6	21,6	4,47	0,000	
RELAÇÃO	-130,5	-65,3	24,7	-2,64	0,017	7,22
% CARBETO	-35,4	-17,7	12,1	-1,47	0,160	1,75
RPM	-103,8	-51,9	24,7	-2,10	0,050	7,22
TEMPO	-173,0	-86,5	24,7	-3,50	0,003	7,22
RELAÇÃO*%CARBETO	-23,2	-11,6	12,1	-0,96	0,350	1,75
RELAÇÃO*RPM	-63,8	-31,9	24,7	-1,29	0,214	7,22
RELAÇÃO*TEMPO	-55,6	-27,8	24,7	-1,12	0,276	7,22
% CARBETO*RPM	-16,7	-8,4	12,1	-0,69	0,498	1,75
% CARBETO*TEMPO	65,4	32,7	12,1	2,71	0,014	1,75
RPM*TEMPO	-91,0	-45,5	24,7	-1,84	0,082	7,22
RELAÇÃO*%CARBETO*RPM	46,1	23,0	12,1	1,91	0,072	1,75
RELAÇÃO*%CARBETO*TEMPO	-35,0	-17,5	12,1	-1,45	0,164	1,75
RELAÇÃO*RPM*TEMPO	23,7	11,8	24,7	0,48	0,638	7,22
%CARBETO*RPM*TEMPO	-28,3	-14,2	12,1	-1,17	0,256	1,75

Fonte: MINITAB 17.

Figura 45. Gráfico de Pareto dos efeitos.

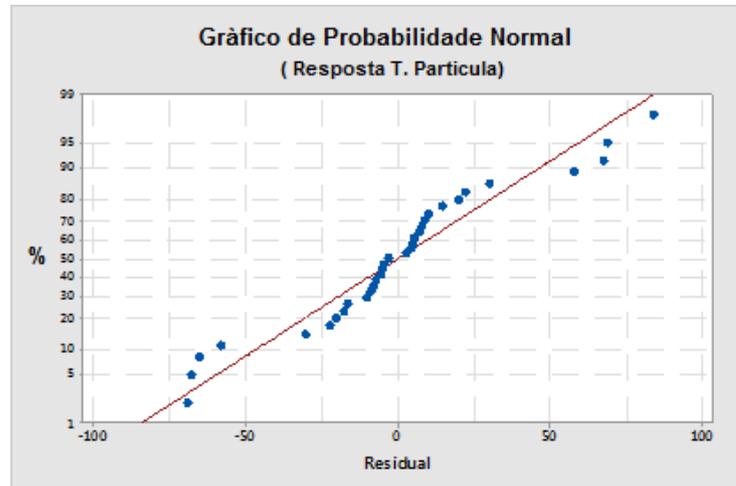


Fonte: MINITAB 17.

Na Figura 46 é apresentado o gráfico de análise de resíduos para a resposta tamanho de partículas, que se caracteriza como um importante procedimento para garantir que os modelos matemáticos desenvolvidos representem de forma coerente às respostas de interesse. Podem-se definir os resíduos como a diferença entre o valor previsto do modelo e o valor experimental observado para certa condição. Portanto, os resíduos relacionados aos modelos reduzidos foram

analisados utilizando novamente software estatístico MINITAB. Pode-se notar que as amostras seguem uma distribuição normal e nenhum ponto está a mais de três desvios padrão da média das amostras.

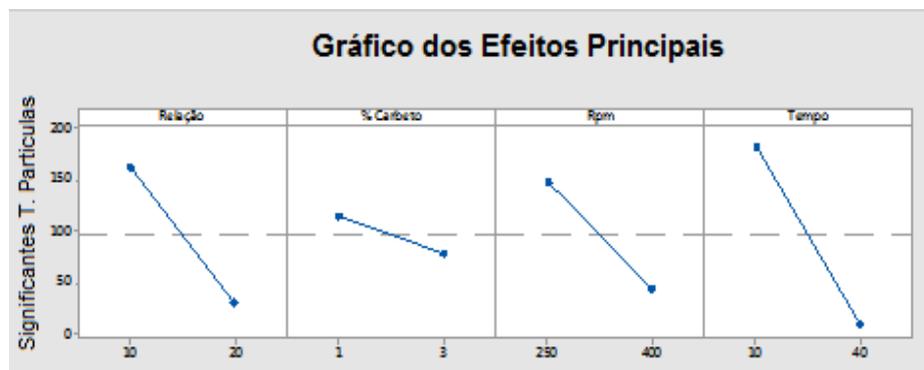
Figura 46. Gráfico de pontos residuais.



Fonte: MINITAB®.

Na figura 51 apresenta os efeitos principais dos fatores para resposta “tamanho de partícula”. Observa-se que o aumento do tempo causa a maior redução de partícula devido a inclinação da reta no gráfico, o aumento da relação massa/esfera, causa o aumento da energia do processo de MAE e, o aumento da rotação ocasiona um maior número de impactos entre agentes moedores e material ocasionando uma redução do tamanho de partícula, o aumento da porcentagem de carbetto também contribui para a redução do tamanho de partícula porem de forma menos significativa.

Figura 47. Gráfico linear dos efeitos principais.

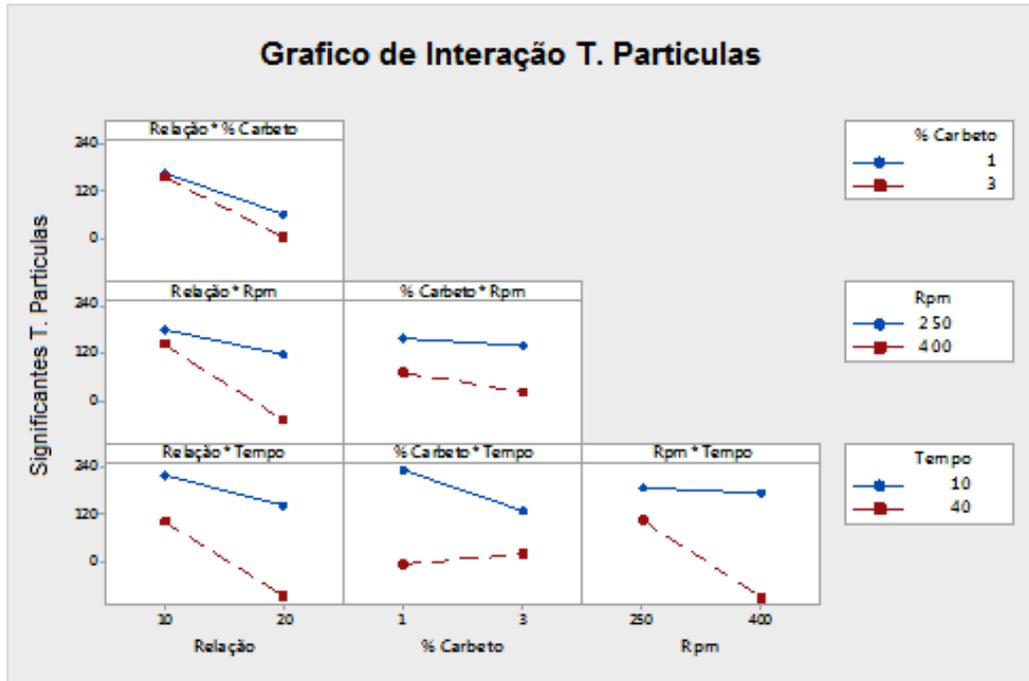


Fonte: MINITAB®.

Uma interação é quando há uma mudança na resposta quanto à elevação dos níveis, de baixos para altos ou vice versa, de forma que um fator se torna dependente de um segundo fator, ou seja, quando as linhas do gráfico de interação não são paralelas (MATHIALAGAN; VIRARAGHAVAN, 2005). Assim, na Figura 48 se mostra significativa a combinação dos

parâmetros ou a interação entre “Relação e porcentagem de carbeto”, “relação e Rpm”, “porcentagem de carbeto e tempo”. “Relação e tempo”, já que as linhas do gráfico de interação não são paralelas. Pelo gráfico da Figura 48, nota-se que há interação entre os fatores rpm e porcentagem de carbeto.

Figura 48. Gráficos das Interações.

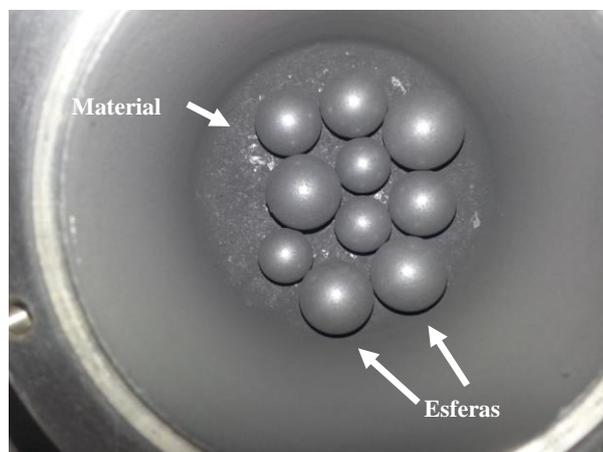


Fonte: MINITAB®.

6.2.4 Caracterização do Pós da MAE

Após moagem, foram verificadas a aparência dos pós e dos agentes moedores, a MAE se mostrou mais eficiente na transformação dos cavacos em pós, Figura 49. Os agentes moedores apresentaram pouca impregnação de pós e ausência da soldagem a frio.

Figura 49. Foto do jarro aberto após a moagem.



Fonte. Autoria própria.

Nas condições de MAE, com o tempo de 40 horas, com relação massa esfera de 1:20 e 400 rpm, estes fizeram com que o material apresentasse comportamento pirofórico, Figura 50. As amostras com estas características foram descartadas. A ocorrência de tal característica foi evidenciada devido ao fino particulado resultante da moagem que, ao entrar em contato com o ar atmosférico, apresentou uma oxidação instantânea liberando uma energia suficiente para aquecer o metal à sua temperatura de fusão (GERMAN, 1996). A piroforicidade do material se deve ao fato de o alumínio ser classificado como um material do primeiro grupo de materiais altamente pirofóricos (PURI, 2008).

Figura 50. Foto do jarro com o material que se comportou de maneira pirofórico.

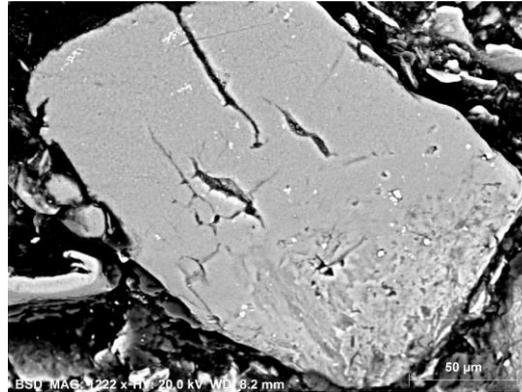


Fonte. Autoria Própria.

As condições que apresentaram o menor tamanho de partículas foram as condições 15 e a 31 ambas realizadas com os parâmetros de tempo de 40 horas, 3% de carbeto, 400 Rpm e relação de 1:10. A condição 31 é a réplica da condição 15. Devido ao melhor desempenho foram utilizadas as amostras da condição 15 para a realização da sinterização e as análises mecânicas.

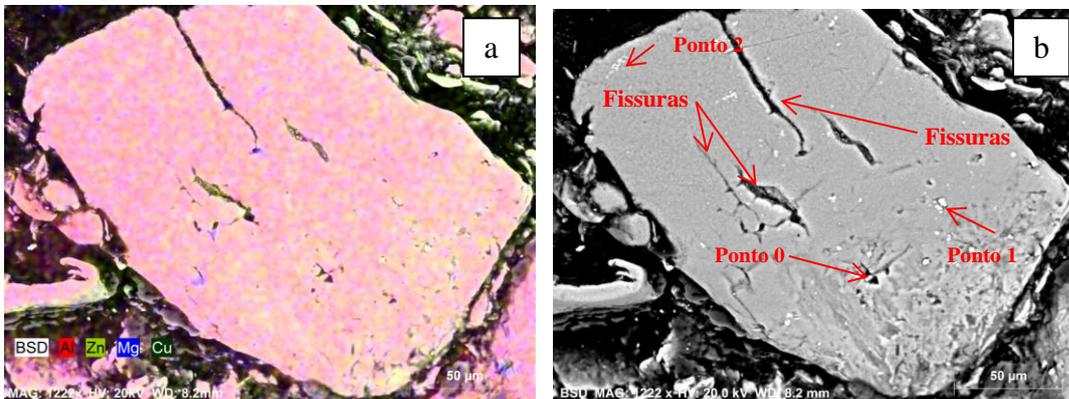
Para a confecção das amostras para análise, os pós da condição 15 foram embutidos em resina fenólica (baquelite), lixados e polidos, sem ataque químico, em seguida metalizados, para que fosse possível observar a superfície do particulado por MEV, a micrografia das partículas dos pós Figura 51, nota-se que não há presença de carbeto de vanádio no centro das partículas. As partículas apresentam fissuras que são características do resultado do processo de moagem. Foram realizadas análises semi-quantitativas por EDS, utilizando a varredura em modo automático de detecção e análise pontual, figura 56, mostrando a morfologia da partícula após a moagem na condição 15.

Figura 51. Micrografia das partículas embutidas da condição 15 de moagem.



Fonte. Autoria Própria.

Figura 52. Micrografia análise de varredura (a) e análise pontual (b) das partículas da condição 15 de moagem.



Fonte. Autoria Própria.

Os Espectros e os relatórios dos pontos de 0 a 2 estão no Anexo 2.

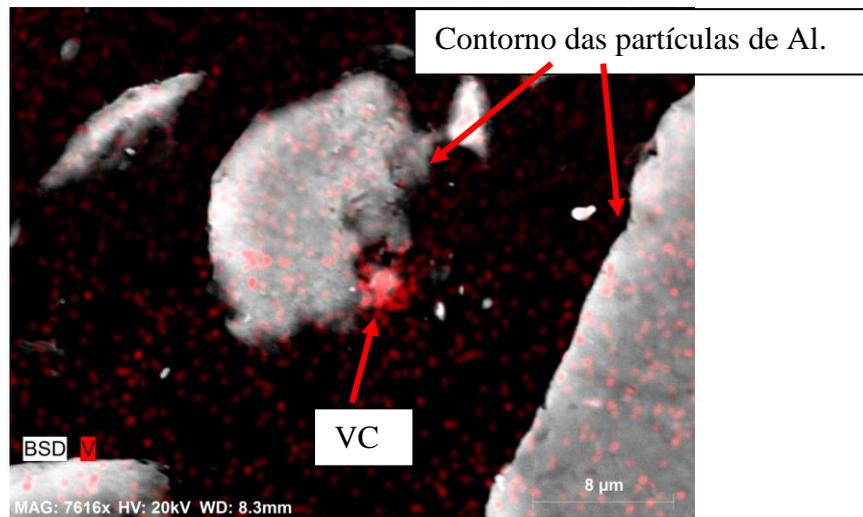
A análise do ponto 0 apresentou os elementos originários da liga de alumínio o que caracteriza com um ponto de retirada de material.

Na análise no ponto 1 o material apresentou uma estequiometria, indicando a presença da fase $Mg_3Zn_3Al_2$ onde está presente maior densidade.

A análise no ponto 2 do material, apresentou uma estequiometria indicando a presença da fase Mg_2Zn_{11} .

Na Figura 53, fica evidente a ação dos carbeto na matriz de alumínio de modo a exercer a função de fragilizar o material de característica dúctil, como mencionado. Segundo SURYANARAYANA 2001 e FOGAGNOLO 2003, a fragilidade do material é devida a formação do sistema dúctil-frágil, que aumenta a eficiência da moagem, uma vez que o carбето, possui elevada dureza, se distribui sobre a superfície dúctil dos cavacos alumínio, fazendo com que se eleve o nível de encruamento pontual facilitando a fratura.

Figura 53. Micrografia da borda da partícula com a presença de carbeto de vanádio.



Fonte. Autoria Própria.

6.2.5 Análise Metalográfica dos Pós

As análises Metalográficas via MEV e análise de tamanho de partícula dos pós foram realizadas nos experimentos de forma a comparar a condição que apresenta os parâmetros mínimos (1) e as outras condições que um dos parâmetros eram máximos, conforme a Tabela 20.

Todos os experimentos foram analisados, e os pós apresentam morfologia de ‘*flakes*’ ou cascas finas com formato irregular e com poucas aglomerações. Os pós em todas os experimentos apresentam uma granulometria variada na ordem de 1 até 1000 microns.

As comparações foram realizadas levando em conta o aumento de um dos parâmetros de moagem, e podemos relacionar as modificações que ocorrem nos pós.

Tabela 20. Tabela dos experimentos analisadas no MEV e os parâmetros MAE

EXPERIMENTO	RELAÇÃO CARBETO	RPM	TEMPO	MV	
1	10	1%	250	10	242,6
2	20	1%	250	10	263,7
3	10	3%	250	10	139,2
5	10	1%	400	10	361,7
7	10	3%	400	10	116,6
9	10	1%	250	40	68,67
15	10	3%	400	40	12,44

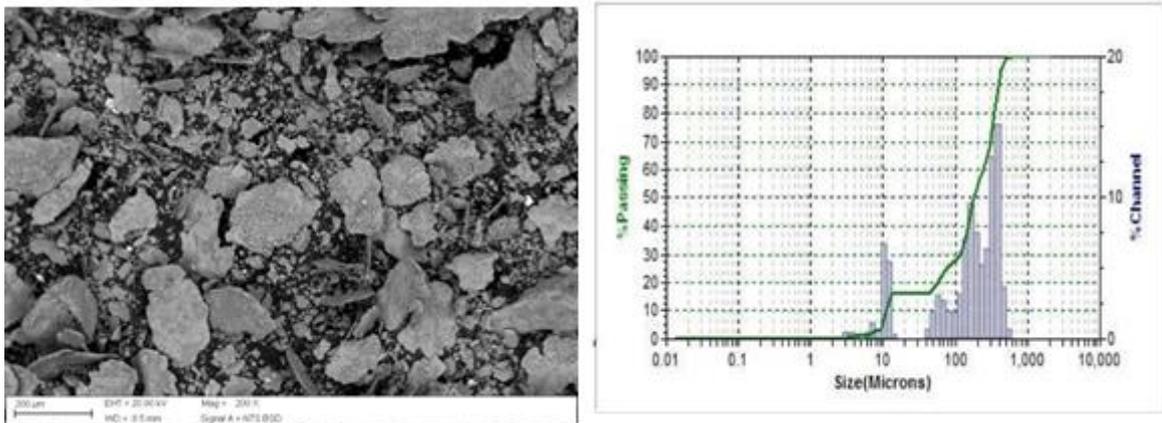
Fonte. Autoria Própria.

A amostra do experimento 1, figura 54a, apresentou uma ausência de partículas de tamanho aproximado de 30 a 50 microns, o que evidencia o mecanismo de moagem dos cavacos,

conforme descrito por Canakci (2015). Os pós deste experimento apresentaram uma maior quantidade de partículas entre 100 e 700 microns.

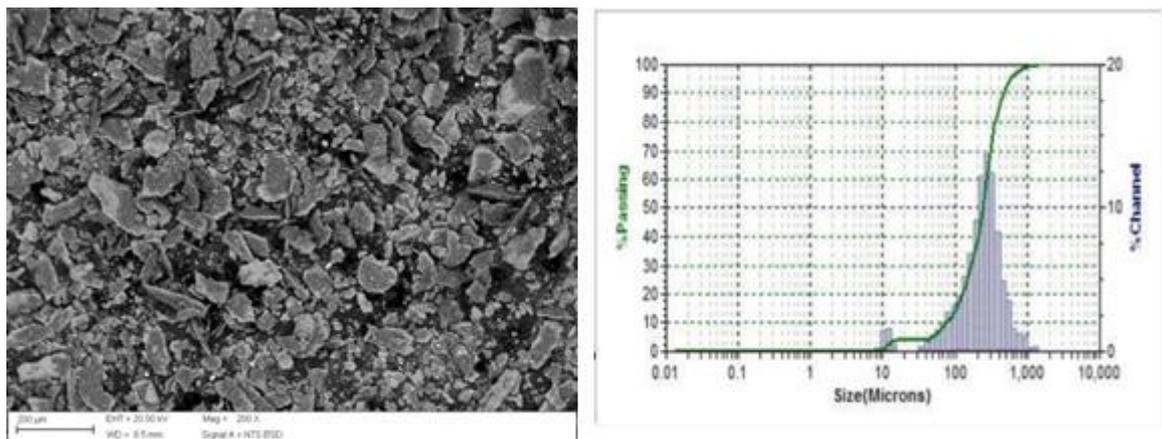
Na comparação entre experimento 1, figura 54, e experimento 9, figura 55, conforme a, o aumento do tempo de 10 para 40 horas apresentou mudanças na distribuição do tamanho de partícula, onde mostra o aumento da quantidade de pós em tamanhos menores que 10 microns. O experimento 9 ainda apresenta grande quantidade de partículas de 500 microns porem ainda ocorre a ausência de partículas de tamanho próximo a 50 microns. Com o aumento do tempo de moagem houve uma redução eficiente no tamanho dos pós. Este resultado corrobora com o o projeto analise de experimento onde a variavel tempo é o fator mais influente.

Figura 54. Micrografia e analise granulométrica dos pós do experimento na condição 1.



Fonte. Autoria Própria.

Figura 55. Micrografia e analise granulométrica dos pós do experimento na condição 9.

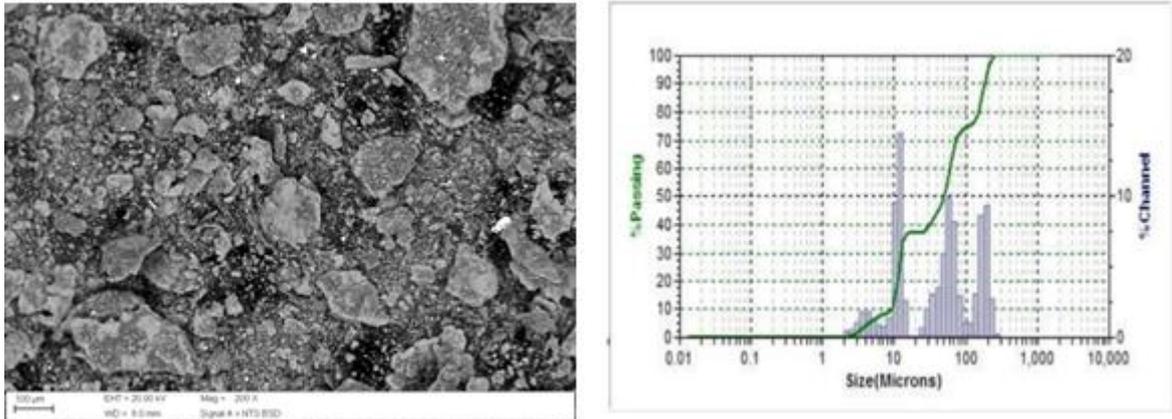


Fonte. Autoria Própria.

Na comparação entre experimento 1 e o experimento 3, Figura 56, o aumento da porcentagem de carvão de 1% para 3%, apresentou uma melhora na distribuição do tamanho de partícula. Pode-se observar que houve uma diminuição acentuada nas partículas de tamanhos próximo a 500 microns, isto se deve ao aumento da porcentagem de carvão que melhora a

eficiência de moagem do sistema dúctil-frágil. No experimento 3 não há ausência de partículas no tamanho aproximando de 50 microns.

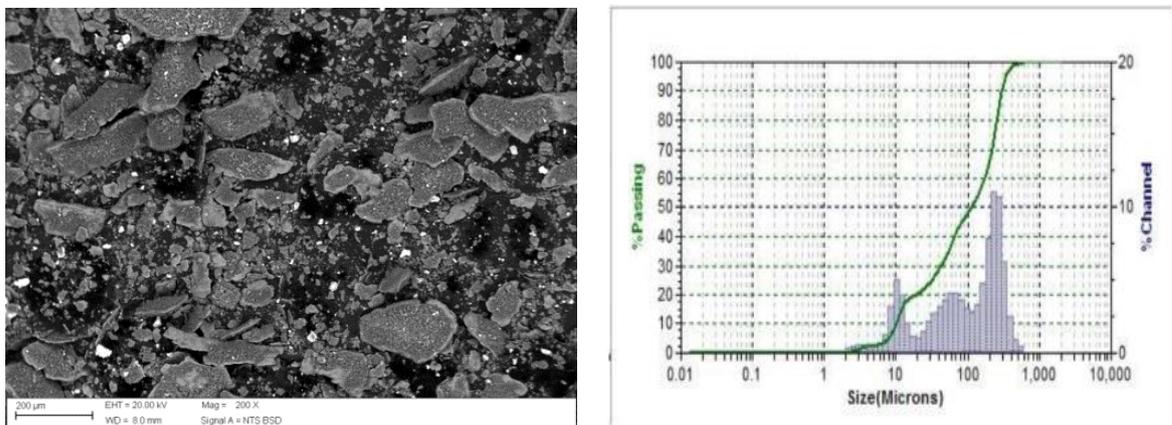
Figura 56. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 3



Fonte. Autoria Própria.

Na comparação entre experimento 1 e experimento 2, Figura 57, nota-se que com o aumento da relação de 1:10 para 1:20, o experimento 2 apresentou pequena quantidade de partículas na faixa de 10 microns em relação ao experimento 1. Contudo apresentou maior homogeneidade na distribuição do tamanho de partículas entre 30 e 1000 microns e a média do tamanho de partículas é menor.

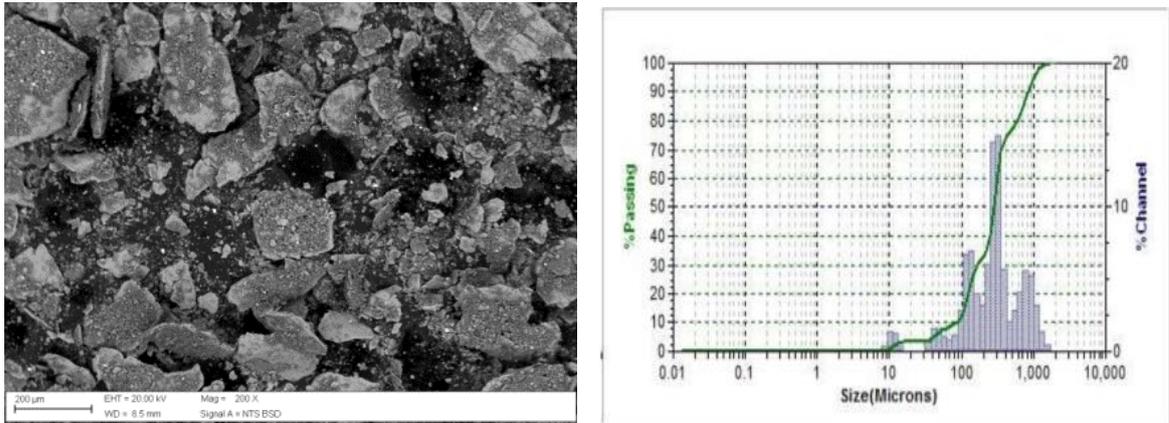
Figura 57. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 2.



Fonte. Autoria Própria.

Na comparação entre o experimento 1 e experimento 5, Figura 58, o aumento da rpm de 250 para 400, apresentou um gráfico tipo tri modal, também apresenta uma redução do tamanho em relação a experimento 1 das partículas porem apresenta uma maior quantidade de partículas próximo ao tamanho de 800 microns, e ainda apresenta ausência de partículas de tamanho próximo a 50 microns.

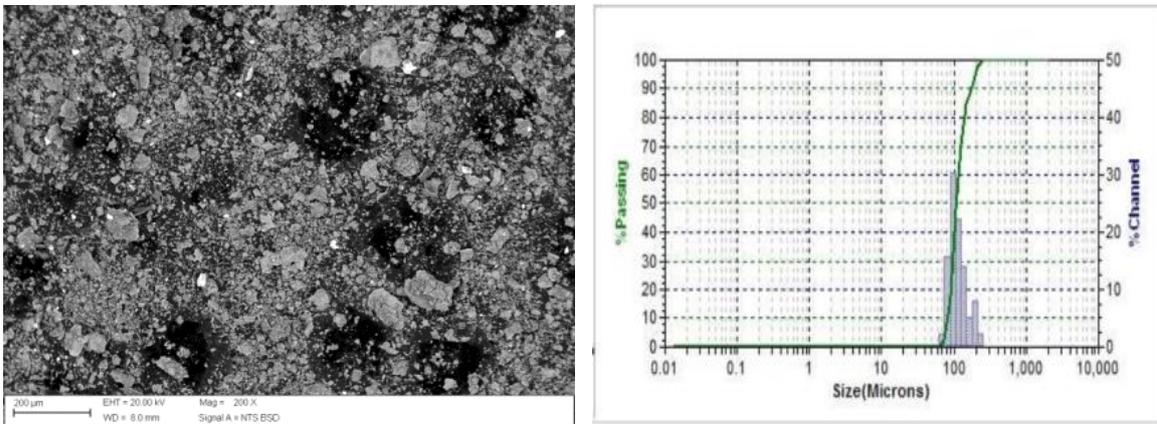
Figura 58. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 5.



Fonte. Autoria Própria.

Na comparação entre experimento 1 e experimento 7, Figura 59, com o aumento da relação de 1:20, porcentagem de carbeto para 3% e do tempo de 40 horas, apresentou uma distribuição unimodal em torno de 100 microns, isto devido certamente a maior quantidade de colisões e energia imposta no processo assim como o aumento da fragilização do alumínio pela maior quantidade de carbetos.

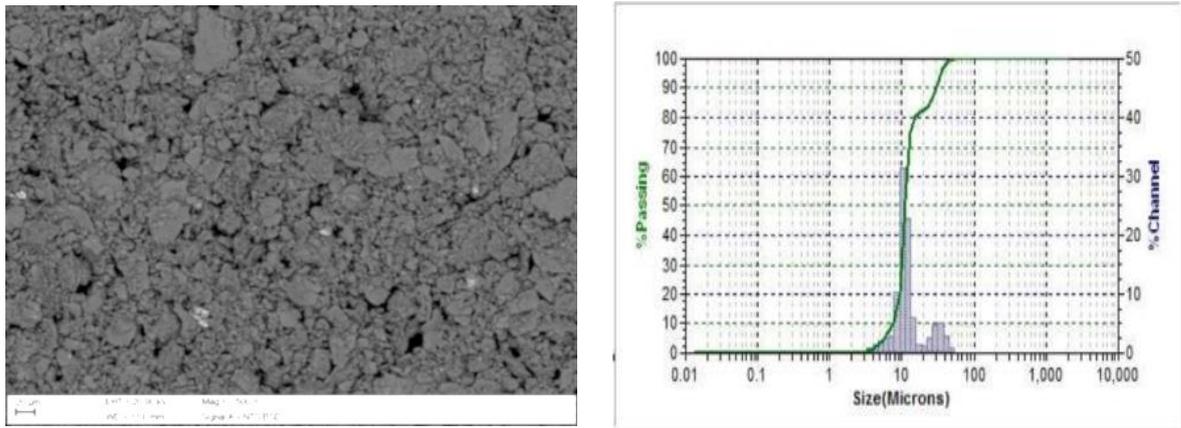
Figura 59. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 7.



Fonte. Autoria Própria.

A comparação entre experimento 1 e experimento 15, Figura 60, que se refere aos experimentos com os parâmetros mínimos e os parâmetros máximos, onde o experimento 15. A elevação para 400Rpm, 3% carbeto e 40 horas de moagem, apresentou boa distribuição granulométrica e maior redução de tamanho de partículas com dimensões próxima de 10 microns sendo o experimento mais agressivo do DOE. Pode-se observar que a Rpm influencia mais que a relação massa/esfera devido certamente a maior quantidade de impactos dos agentes moedores no material de moagem.

Figura 60. Micrografia e análise granulométrica dos pós do experimento na condição 15.



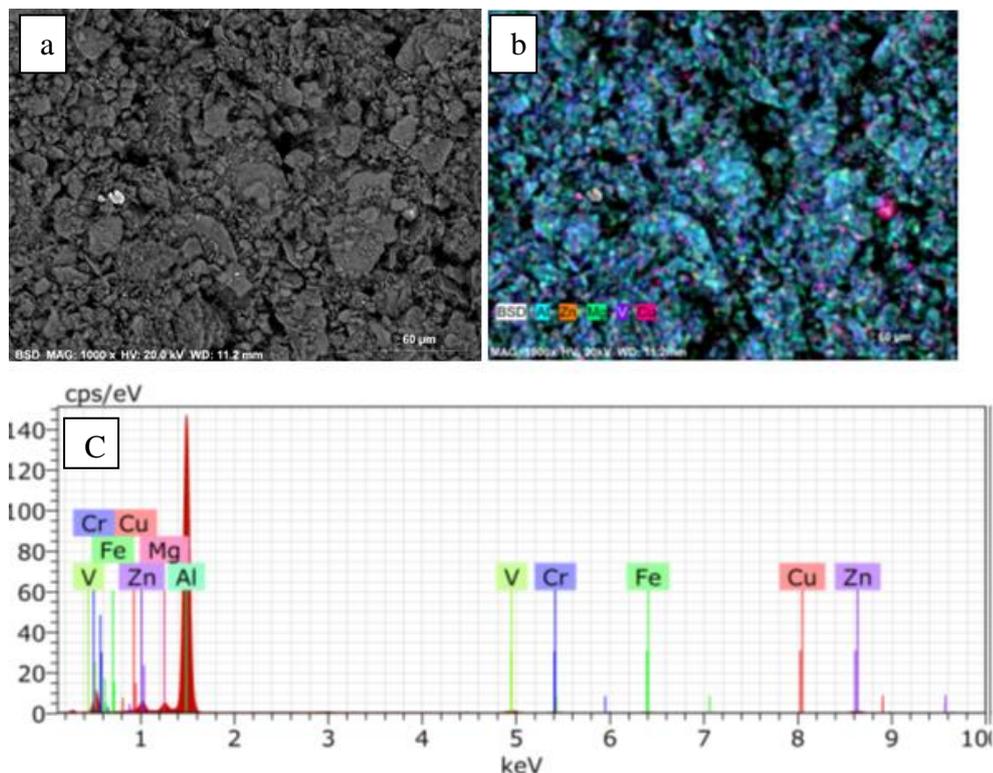
Fonte. Autoria Própria.

6.2.6 Análise EDS dos Pós

As amostras foram analisadas por EDS e foram ampliadas a 2000x utilizando a técnica semi quantitativa, as análises dos experimentos 1,2,3,5,7,9,11 estão Apêndice 11.1 e segue análise do experimento 15.

A figura 61 mostra a distribuição do VC na matriz do alumínio, podemos observar que as partículas de VC estão distribuídas sobre a superfície das partículas do alumínio na condição 15. A posição das partículas de VC foram identificadas pelo espectro somente do V devido ao carbono ser um elemento leve a técnica de MEV não é adequada para a análise deste elemento.

Figura 61. Micrografia (a) e o Mapeamento de EDS (b) e o espectro (c) no experimento 15 da moagem.



Fonte. Autoria Própria.

6.2.7 Análise BET x Granulometria do MAE

Foram analisados no ensaio de BET as amostras da DOE da Moagem, as amostras dos experimentos 1, 15 e 33 nas condições: menos agressiva, mais agressiva e intermediária, onde determinou-se a área superficial, o diâmetro médio dos poros e volume total de poros, os resultados estão apresentados na Tabela 21.

Analisando a Tabela 21 pode-se observar que a amostra que apresentou menor volume de poros foi à amostra obtida na condição 15.

Tabela 21. Análise BET

Amostra	Área superficial específica (m ² /g)	Diâmetro médio dos poros (Å)	Volume total dos poros (cm ³ /g) (HK)
1	23,78	26,04	0,5079
15	149,30	26,89	0,0381
33	94,07	25,35	0,2651

Fonte: Autoria Própria

As curvas obtidas com estes ensaios são mostradas na Figura 62 para os experimentos do DOE da Moagem.

Com os gráficos obtidos no ensaio e as curvas características de BET foi possível classificar os 3 resultados conforme a classificação tipo IV do método BET, Figura 62.

As curvas apresentaram um laço de histerese, condição típica quando as curvas de adsorção e dessorção não coincidem. Este comportamento revela que os materiais são formados por mesoporos, com preenchimento em multicamadas, os quais apresentam dessorção numa pressão menor do que a respectiva adsorção (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938).

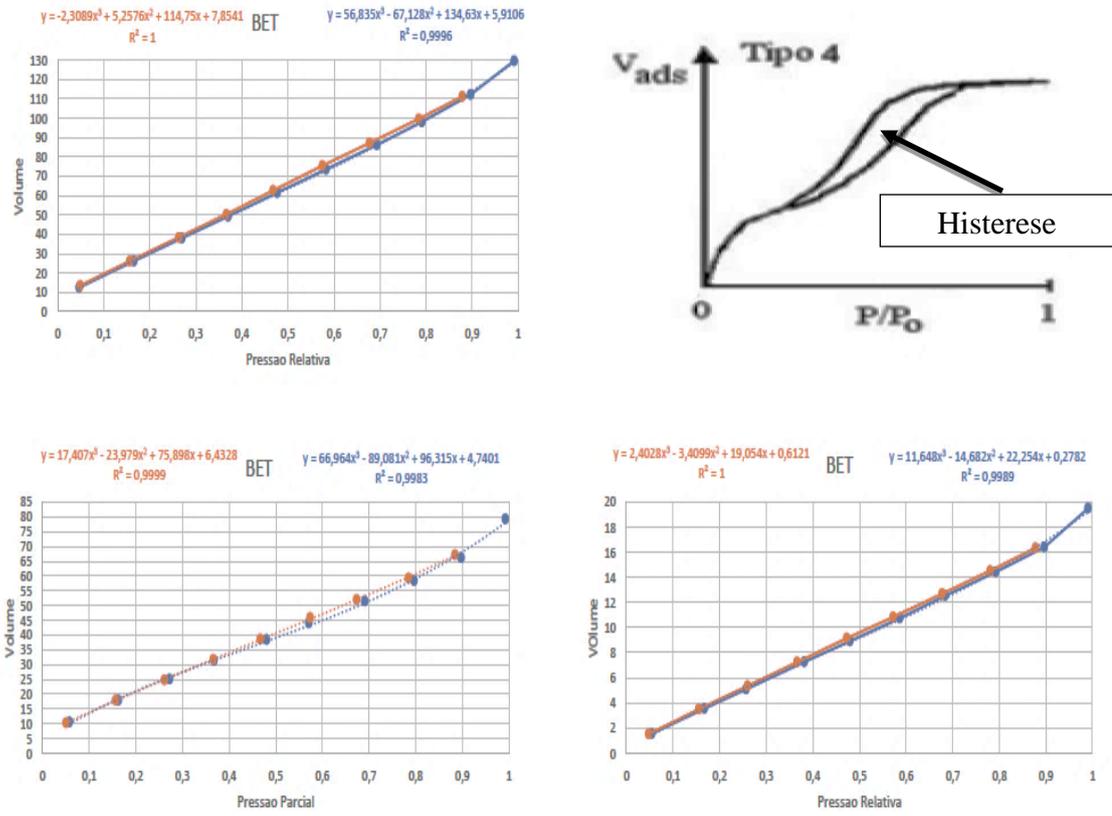
Tabela 22 apresenta a comparação da granulometria a laser e área superficial BET. Observa-se que estes resultados corroboram, pois à medida que se diminui a granulometria das partículas ocorre um aumento na área superficial específica. Neste caso, a amostra que apresentou menor granulometria foi a do experimento 15 que também possui maior área superficial específica, o que favorece o processo de sinterização, devido ao maior contato entre as partículas.

Tabela 22. Análise Granulométrica D50 e Média Volumétrica

Experimento	Relação	Carbeto (%)	RPM	Tempo (h)	MV (µm)	Área Superficial Específica (m ² /g)
1	10	1	250	10	243	23,78
15	10	3	400	40	12,4	149,3
33	15	2	325	25	79,1	94,07

Fonte: Autoria Própria

Figura 62. Representação ensaios e classificação BET.



Fonte: Autoria Própria

6.2.8 Análise Térmica

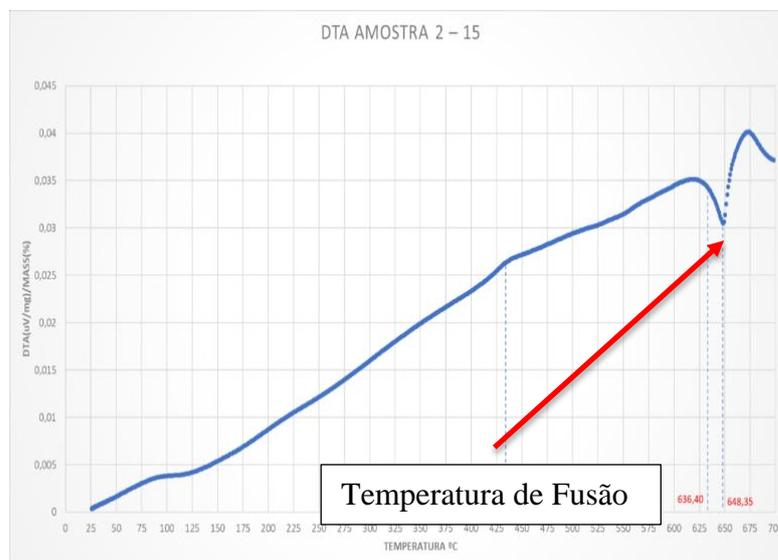
A análise de DTA foi conduzida para estudar as reações de deslocamento de pico no pó do experimento 15. A adição de partículas de reforço na matriz de alumínio não alterou a natureza dos picos exotérmicos observados no pó de liga Al 7075 resultados também encontrado nas pesquisas de AHAMED e SENTHILKUMAR (2010).

A curva da análise DTA mostra somente um pico exotérmico a 645°C que corresponde ao ponto de fusão do sistema da liga Al 7075. Este pico de DTA começou a crescer em torno de 625°C e o sistema começou a mudar para um estado líquido de fase sólida devido à formação eutética de Al-Cu. A temperatura de fusão próxima também encontrada na pesquisa de JOSHI; PRAKASH; DABHADE, 2015.

Os resultados da análise DTA, identificou que a amostra apresenta temperatura de fusão coerente com a da Liga de alumínio 7075T6. Havendo alteração de menos de 5°C do valor referência da liga, onde a adição de VC não alterou a temperatura de fusão. O valor de temperatura encontrado no DTA referente ao pico exotérmico foi também utilizado para escolher a temperatura de sinterização da liga.

O resultado obtido pela análise do DTA da amostra do experimento 15 está representado na Figura 63.

Figura 63. DTA Amostra 15.



Fonte. Autoria Própria.

6.3 DOE da Densificação

6.4 Planejamento Experimental da Densificação

Os resultados foram analisados usando o software Minitab 17 e foram realizadas as análises de variância e realizado o cálculo do modelo, a interação entres os coeficientes, e determinados os efeitos principais e as interações entre os fatores, o desvio padrão de cada coeficiente, e de probabilidade para o total de 2^3 modelos fatoriais, para experimentos realizados com 3% de carbetto de vanádio, e agente controlador do processo metanol.

A identificação da influência significativa dos parâmetros, bem como suas interações sobre a densificação, são mostrados na Tabela 24.

Observando os resultados, e considerando-se um intervalo de confiança aproximadamente 80%, a interação de segunda ordem entre a, compressão e temperatura, o tempo, compressão, a interação de segunda ordem entre a temperatura e tempo, se mostraram significativos na resposta considerada (**negrito**) na Tabela 24.

Desse modo, verificando o valor p (p -value), uma estatística utilizada para sintetizar o resultado do teste de hipóteses para um nível de significância ($\alpha=0,05$), têm os resultados:

- A interação de segunda ordem entre a, **compressão e temperatura** apresentou um valor de $p = 0,001$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha=0,05$), sendo um fator significativo.

-A **tempo** apresentou um valor de $p = 0,007$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha = 0,05$), sendo um fator significativo.

-A **compressão** apresentou um valor de $p = 0,017$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha = 0,05$), sendo um fator significativo.

-A interação de segunda ordem entre a **temperatura e tempo** apresentou um valor de $p = 0,047$, ou seja, menor que o nível de significância ($\alpha = 0,05$), sendo um fator significativo.

A Tabela 23 mostra a adequação dos modelos através da ANOVA feita pelo software *MINITAB*®. Observa-se que os fatores investigados apresentam interações de primeira e de segunda ordem de forma que, a combinação entre os fatores principais significativos, impacta na densificação.

Tabela 23. Tabela da análise de variância para a sinterização.

Fonte	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Modelo	8	0,044696	0,005587	6,68	0,005
Linear	3	0,017547	0,005849	6,99	0,01
Compressão	1	0,007121	0,007121	8,51	0,017
Temperatura	1	0,0001	0,0001	0,12	0,737
Tempo	1	0,010325	0,010325	12,35	0,007
2- Maneiras de Interações	3	0,025119	0,008373	10,01	0,003
Compressão /Temperatura	1	0,020203	0,020203	24,16	0,001
Compressão /Tempo	1	0,000473	0,000473	0,56	0,471
Temperatura/Tempo	1	0,004444	0,004444	5,31	0,047
3- Maneiras de Interações	1	0,000718	0,000718	0,86	0,378
Compressão*Temperatura*Tempo	1	0,000718	0,000718	0,86	0,378
Curvatura	1	0,001312	0,001312	1,57	0,242
Erro	9	0,007527	0,000836		
Total	17	0,052223			

Fonte: MINITAB17.

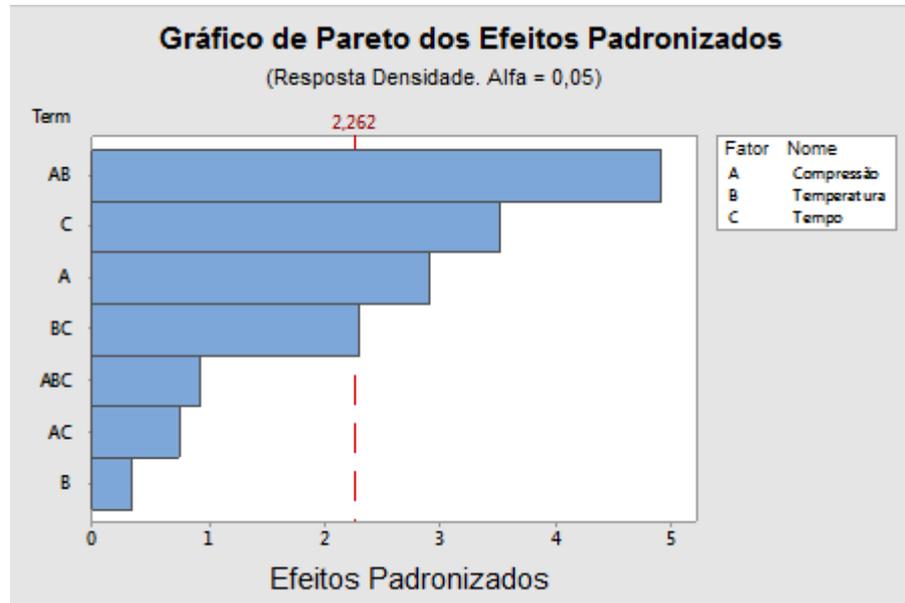
Tabela 24. Tabela dos coeficientes codificados.

Termo	Efeito	Coef	SE Coef	T-Value	P-Value	VIF
Constante		2,48722	0,00723	344,02	0,00	
Compressão	0,04219	0,0211	0,00723	2,92	0,017	1,00
Temperatura	0,00501	0,0025	0,00723	0,35	0,737	1,00
Tempo	0,05081	0,0254	0,00723	3,51	0,007	1,00
Compressão*Temperatura	0,07107	0,03553	0,00723	4,91	0,001	1,00
Compressão*Tempo	0,01087	0,00543	0,00723	0,75	0,471	1,00
Temperatura*Tempo	0,03333	0,01667	0,00723	2,31	0,047	1,00
Compressão*Temperatura*Tempo	0,01339	0,0067	0,00723	0,93	0,378	1,00
Ct Pt		-0,0272	0,0217	-1,25	0,242	1,00

Fonte: MINITAB17.

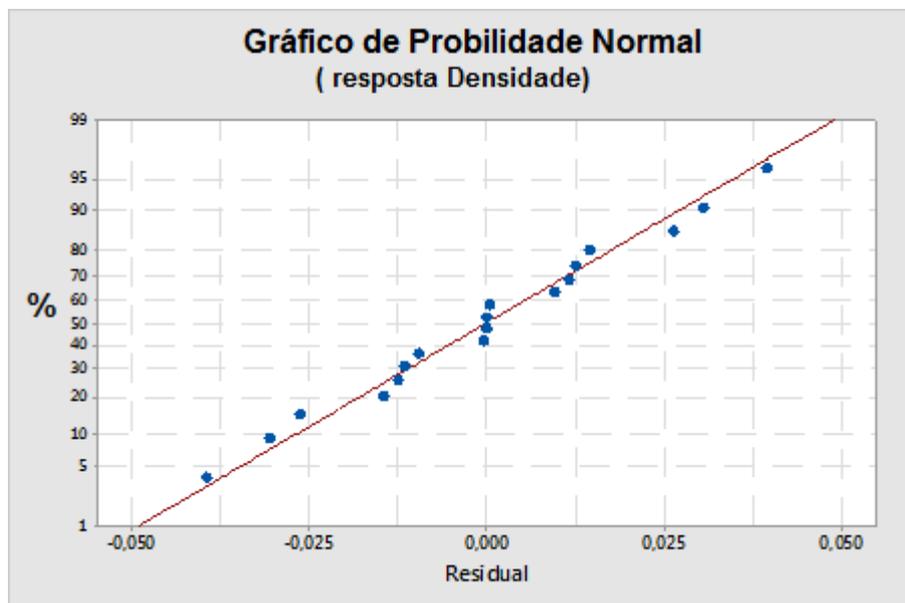
Os efeitos estatisticamente significativos pode ser observadas Figura 64 com o auxílio do diagrama de Pareto, sendo considerados significativos os fatores ou interações que ultrapassem a linha pontilhada em 2,262.

Figura 64. Gráfico de Pareto dos efeitos da densificação.



Fonte: MINITAB 17.

Figura 65. Gráfico dos pontos residuais.



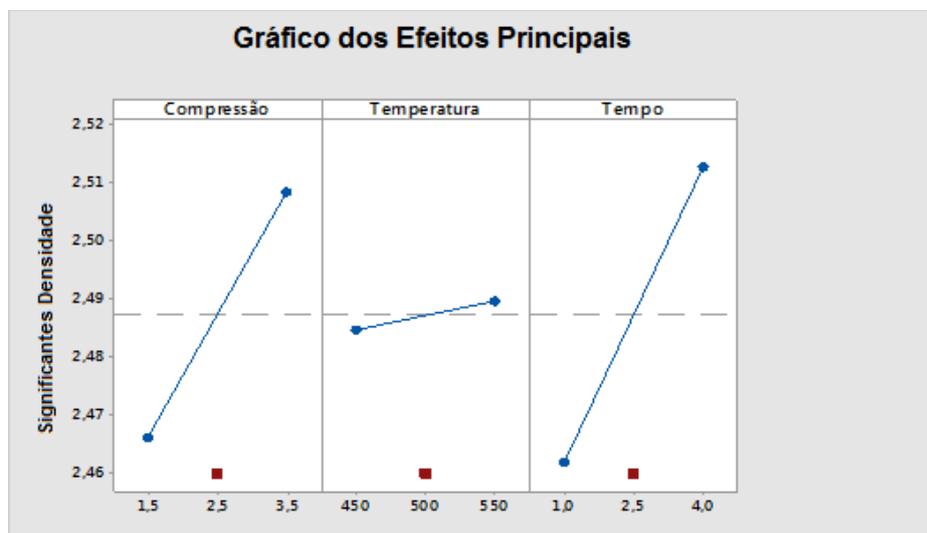
Fonte: MINITAB 17.

A Figura 66 apresenta os efeitos principais dos fatores para resposta densificação. Observa-se que o aumento do tempo causa a maior inclinação da reta no gráfico, o que faz com que aconteça a difusão das partículas, o aumento da compressão causa aumento na área de contatos das

partículas facilitando a difusão, o aumento da temperatura, também contribui para a densificação porem de forma menos significativa.

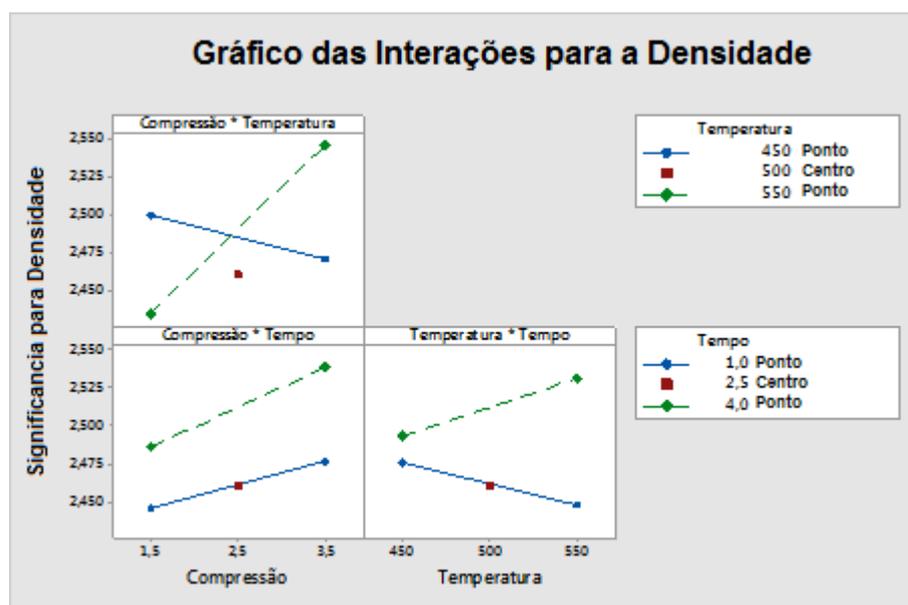
Uma interação é eficaz, quando há uma mudança na resposta quanto à elevação dos níveis, de baixos para altos ou vice versa, de forma que um fator se torna dependente de um segundo fator, ou seja, quando as linhas do gráfico de interação não são paralelas (MATHIALAGAN; VIRARAGHAVAN, 2005). Assim, na Figura 67 se mostra significativa a combinação dos parâmetros ou a interação entre compressão e temperatura, temperatura e tempo, já que as linhas do gráfico de interação não são paralelas.

Figura 66. Gráfico linear dos efeitos principais.



Fonte: MINITAB17.

Figura 67. Gráficos das Interações da densificação.



Fonte: MINITAB17.

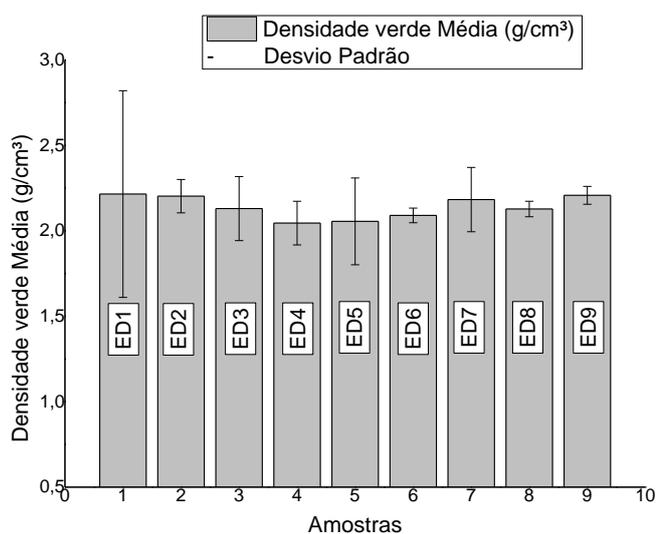
6.4.1 Caracterização do Material Prensado

Previamente a sinterização, calculou-se a densidade verde do material, a fim de comparar com a densidade aparente. Foram realizados 9 experimentos (1 a 9) e uma réplica (10 a 18), que partir deste ponto serão chamados de experimento da densidade 1 (ED1) e assim sucessivamente até a 18(ED18), os valores estão representados na Figura 68. O maior desvio padrão na ED1 pode ser devido a menor força de compressão aplicado na compactação.

6.4.2 Análise das Amostras Sinterizadas

A tabela 25 mostra os resultados da sinterização, pode-se observar que a ED1 se refere a média das amostras na condição 1 sendo a primeira condição imposta pelo DOE da densificação e também a porcentagem em relação ao material fundido.

Figura 68. Gráfico dos valores médios da densidade a verde e desvio padrão.



Fonte. Autoria Própria.

A tabela 25 caracteriza o resultado da média da densidade aparente do DOE e a relação entre a densificação e o material fundido, é possível observar que, dentre as amostras sinterizadas, a que obteve maior densidade foi aquele referente à ED8 e a sua réplica na ED16, onde estes experimentos apresentam a condição mais severa: o maior tempo de sinterização, a maior temperatura e a maior força de compressão. Quando comparada ao bulk, verifica-se que a densidade referente ao experimento ED8, ED16 é de aproximadamente 94,1 %, 95% (em **Negrito**), respectivamente do valor da densidade do material de referência.

Na Figura 69 temos a comparação das densidades a verde em relação à densidade aparente. Nota-se que os experimentos que apresentaram a menor densidade são o ED3 (2,402g/cm³) e ED7 (2,435 g/cm³) ambas possuem as mesmas variáveis força de compressão de força de

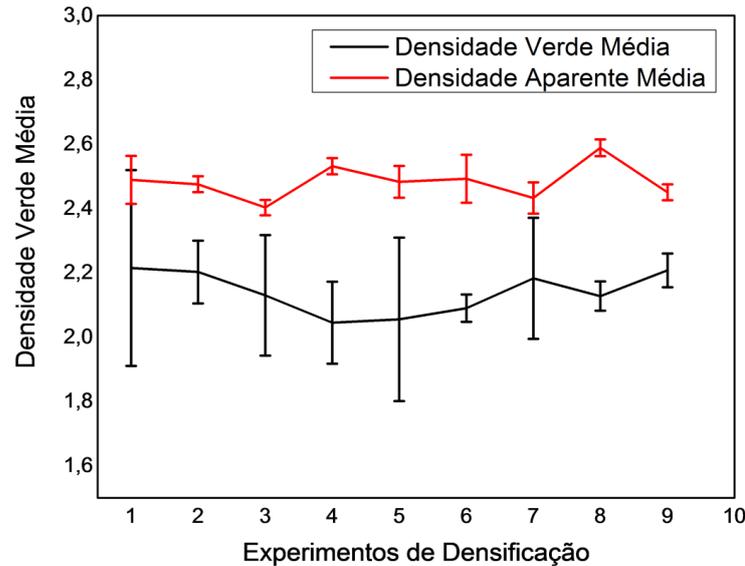
compressão de 1,5T, com temperatura de 550°C a diferença foi o tempo de 1 para 4 horas com aumento da densidade de 2% e ambas possuem a menor força de compressão que podem ter influenciado na baixa densificação. Os experimentos que apresentaram a maior densificação foram o ED **4** e o ED **8** com as mesmas variáveis força de compressão e temperatura com diferença foi o tempo de 1 para 4 horas, onde o aumento do tempo apresenta melhora na densificação e apresenta a maior força de compressão.

Tabela 25. Tabela das densidades do material sinterizado.

Experimentos	Densidade media (g/cm ³)	% em relação ao material fundido
1	2,4892	90,5%
2	2,4752	90,0%
3	2,4028	87,4%
4	2,5315	92,1%
5	2,4828	90,3%
6	2,4923	90,6%
7	2,4326	88,5%
8	2,5890	94,1%
9	2,4892	90,5%
10	2,4504	89,1%
11	2,4035	87,4%
12	2,4528	89,2%
13	2,5355	92,2%
14	2,4632	89,6%
15	2,4935	90,7%
16	2,6121	95,0%
17	2,4697	89,8%
18	2,4504	89,1%

Fonte. Autoria Própria.

Figura 69. Gráfico como a comparação da densidade a verde pela densidade aparente.



Fonte. Autoria Própria.

6.4.3 Processo de Otimização da DOE da Densificação

O objetivo desta etapa experimental é determinar o nível ótimo de ajuste dos parâmetros de entrada para a obtenção do maior valor possível para a densificação. Para se obter a otimização do processo de sinterização utilizou-se a ferramenta do software Minitab denominada “*Response Optimizer*”, cuja condições estabelecidas são mostradas na Tabela 26 para a obtenção do maior densificação:

Tabela 26. Com os valores obtidos para otimização dos parâmetros da densificação

Resposta Otimizada			
Força (ton)	Tempo (horas)	Temperatura (°C)	Densidade obtida (g/cm ³)
3,5	4	550	2,6006

Fonte. Autoria Própria.

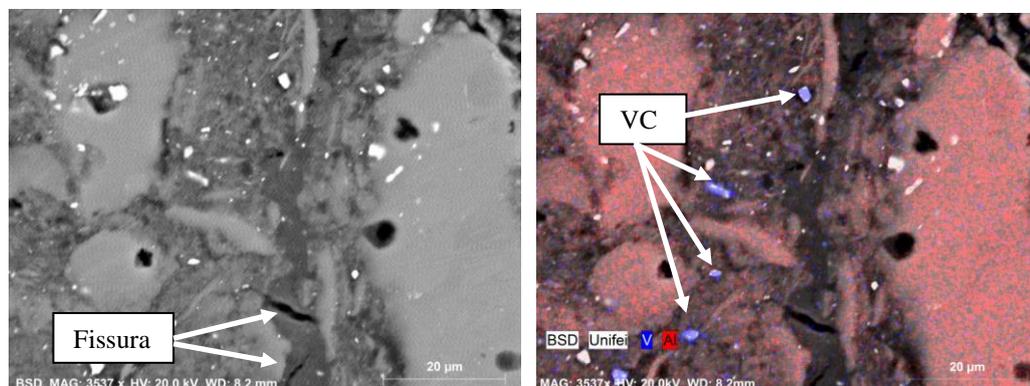
O resultado da ferramenta demonstrou parâmetros que coincidiram com a condição de melhor densificação encontrada o ED8 do DOE da densificação, confirmando a utilização da ferramenta.

6.4.3.1 Análise EDS dos Corpos Sinterizados

As análises das amostras sinterizadas utilizando a MEV por meio da técnica de EDS no restante dos experimentos estão no Apêndice 11.3. A análise do experimento que apresentou a melhor densificação, ED8 nota-se que a distribuição de VC não se apresenta de forma uniforme

sobre a superfície das partículas de Al 7075, e a amostra apresenta pequenas fissuras entre as partículas de Al, Figura 70.

Figura 70. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 8.



Fonte. Autoria Própria.

6.5 Análise de Difração de raios X.

As análises de DRX foram realizadas nas amostras de pós da condição do experimento 15 de moagem e na condição 8 de sinterização, experimentos que obtiveram os melhores resultados em seus processos de DOE.

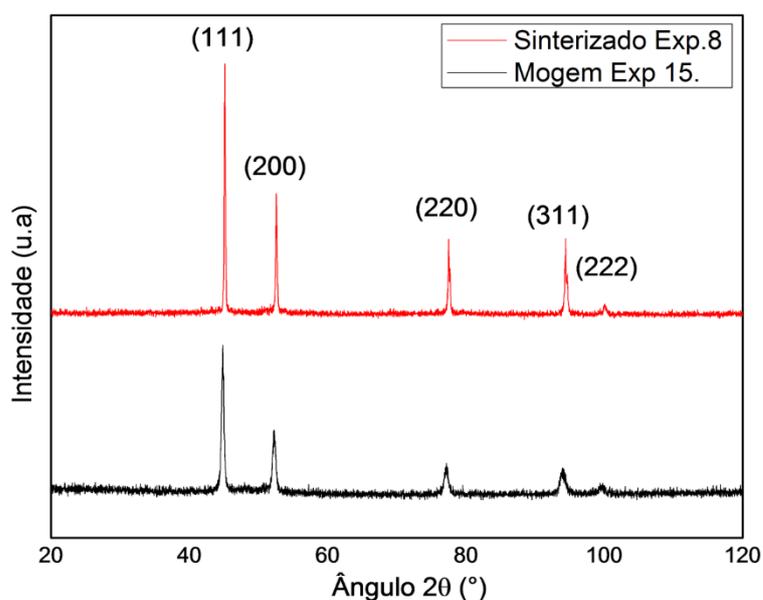
A figura 70 mostra os padrões de difração de raios X do alumínio 7075, do cavaco alumínio submetido ao processo de moagem de alta energia na condição 15 e do material sinterizado. Tanto o pó quanto a amostra sinterizada exibiram picos correspondentes à fase cúbica de face centrada (CFC) do Al. A ausência de outros picos dos elementos da liga pode ser atribuída à limitação do filtro do difratometro de raios X para detectar fases com uma quantidade inferior a 3% de fração volumétrica (CULLITY, 1957; MOBASHERPOUR; TOFIGH; EBRAHIMI, 2013; SURYANARAYANA, 2001).

Nota-se um alargamento nos picos de difração de raios X após moagem do experimento 15, isto devido aos impactos sofridos durante o processo de moagem alta energia em função da deformação plástica não uniforme (microtensão) do reticulado cristalino, provenientes das falhas de empilhamento, planos de cisalhamento, entre outros defeitos cristalinos resultantes da diminuição do tamanho das partículas (CULLITY; STOCK, 2001). A vista ampliada do deslocamento na posição (isto é, ângulos 2θ) do pico Al (1 1 1) é observada na Figura 72. (HERNANDEZ-MARTINEZ et al., 2015; MOBASHERPOUR; TOFIGH; EBRAHIMI, 2013; NAEEM et al., 2014).

Nota-se na Figura 72 que após a sinterização ocorre uma diminuição na largura dos picos e aumento na intensidade e na posição do pico na amostra sinterizada este comportamento

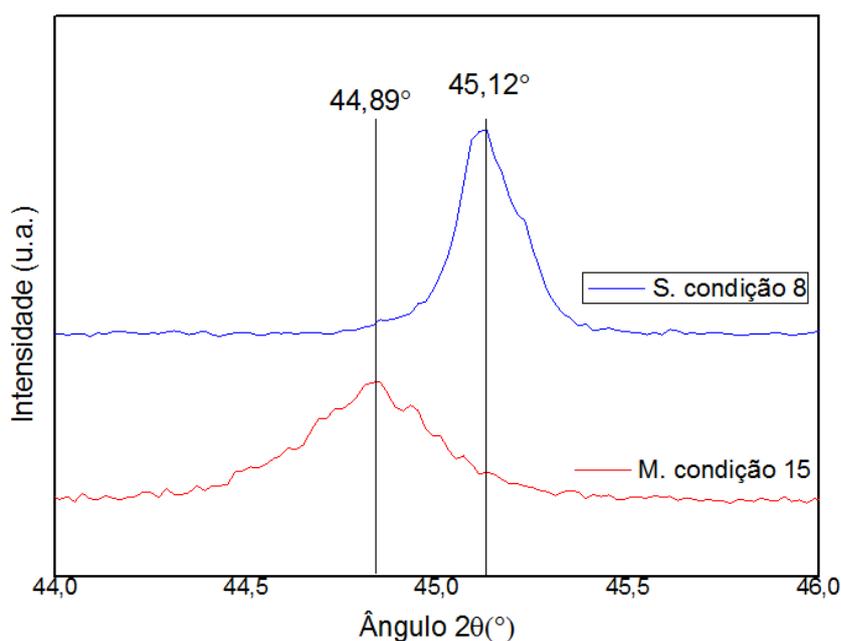
está associado com a diminuição das tensões gerada pela MAE devido ao tratamento térmico de sinterização. Esta mudança se dá devido aos processos de recuperação e recristalização que acontecem no material durante a sinterização(SURYANARAYANA, 2001) . Pode-se observar uma variação do posicionamento do ângulo 2θ a do pico referente ao plano (111), onde este se desloca para esquerda, isto também é atribuído a deformação plástica proveniente do processo de moagem.

Figura 71. Difratogramas do experimento 15 de moagem e do ED 8.



Fonte. Autoria Própria. Ângulo 2θ (°)

Figura 72. Difratogramas ampliado entre 44° e 46° do pó (15) e da sinterizada (8).



Fonte. Autoria Própria.

6.6 Análise de Porosidade dos Sinterizados.

Os resultados das medias das porosidades das amostras com as sinterizadas nas condições do DOE são apresentados na Tabela 27 foram calculadas as densidades geométricas, e analisadas por imagem. Observa-se uma porosidade mais acentuada nas amostras relacionadas ao experimento 1 (ED1), em que as partículas possuem formatos irregulares favorecendo o aparecimento de poros. Com relação à ED8 por apresentar partículas com dimensões menores e uniformes, há uma distribuição mais homogênea dos poros.

O gráfico da Figura 73 tem a comparação das porosidades geométrica e por imagem nota-se que porosidade geométrica apresenta menor variação.

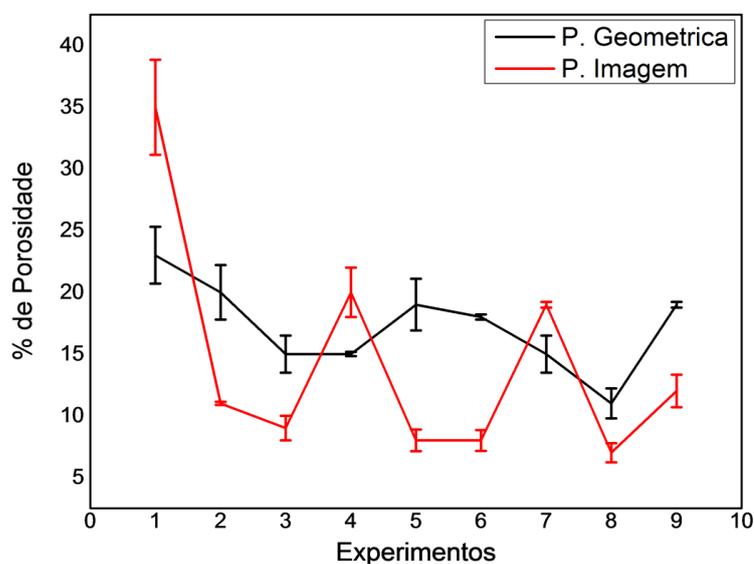
As amostras obtidas após a realização do DOE da densificação foram submetidas a análise de imagem. A parte preenchida com a cor vermelha representa a porosidade após sinterização. Na Figura 74 observa-se por meio de análise em microscopia ótica que as amostras apresentaram uma baixa porosidade residual e concentrada entre os contornos das partículas, e que em algumas regiões observou-se uma sinterização muito intensa, o material torna-se homogêneo. Na Figura 74 apresenta análise do ED1 em *a* e assim por diante; ED2 em *b*, ED3 em *c*, ED4 em *d*, ED5 em *e*, ED6 em *f*, ED7 em *g*, ED8 em *h*, ED9 em *i*.

Tabela 27. Média da porosidade para cada parâmetro.

Tabela de Porosidade Média									
Experimentos (ED)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
P. Geométrica	23%	20%	15%	15%	19%	18%	15%	11%	19%
P. media por imagem	35%	11%	9%	20%	8,9%	7,8%	19%	7%	12%

Fonte. Autoria Própria.

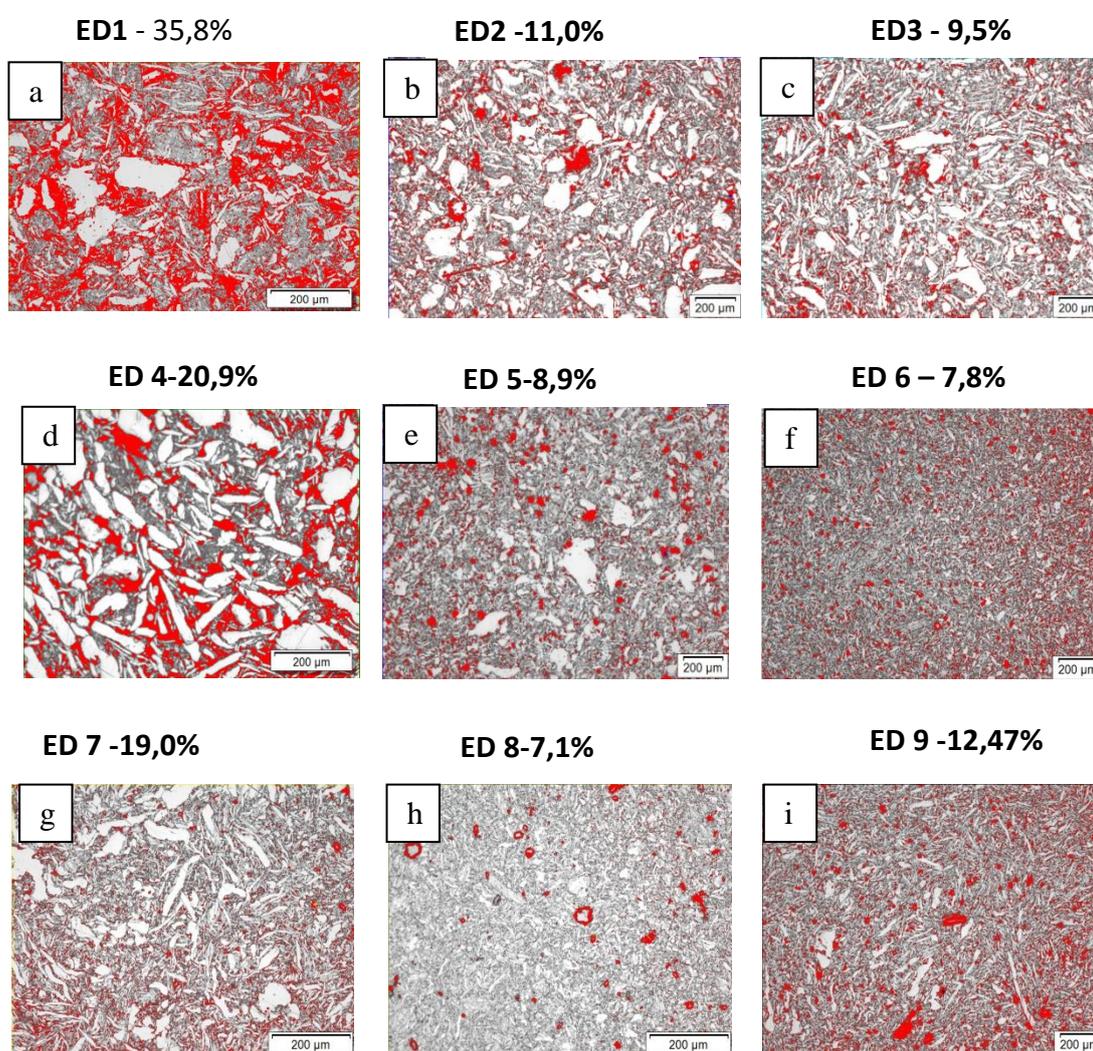
Figura 73. Gráfico da comparação das porosidades.



Fonte. Autoria Própria.

A diferença entre a porosidade geométrica e a poro imagem na Figura 74 onde as partes branca e material e a parte vermelha e a porosidade identificada, devida certamente a diferentes pontos de análise da amostra que não são homogêneos e também por causa da análise de porosidade geométrica levar em conta os poros internos da amostra. Pelas médias apresentadas, podemos notar que os parâmetros que apresentaram menores porosidades são os experimentos ED6 e ED8 que apresentaram porosidade próxima de 7% estes experimentos têm em comum a maior força de compressão (3,5T) e o maior tempo de sinterização (4h) que demonstrou ser melhor para a menor porosidade.

Figura 74. Análise de porosidade por imagem das amostras com 100 vezes de ampliação.



Fonte. Autoria Própria.

6.7 Ensaios Mecânicos

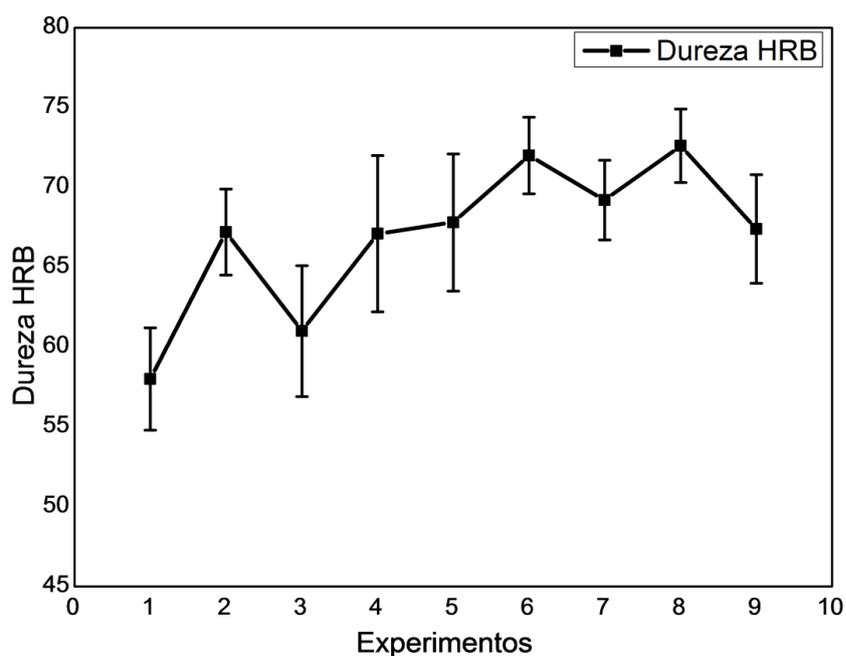
Os ensaios mecânicos foram realizados com o objetivo de identificar as propriedades mecânicas do compósito obtido após a sinterização nas diferentes condições do DOE da sinterização.

6.7.1 Análise de Dureza

A Figura 75 apresenta os resultados das medidas do ensaio de dureza HRB para os experimentos de 1 a 9 do DOE densificação.

É importante mencionar que os melhores valores obtidos no ensaio de dureza correspondem ao ED8, que alcançou a média de 72,6 HRB que corresponde 83% do Al 7075T6 obtido por fusão convencional. Isto certamente é devido à porosidade que é inerente ao processo de metalurgia do pó e tempo de sinterização de 4 horas que ocasiona a perda do tratamento térmico T6.

Figura 75. Gráfico das Médias com os desvios das durezas para os experimentos 1 a 9.



Fonte. Autoria Própria.

A porosidade apresentou grande influência nos valores de dureza isto devido a presença de vazios que é um fator consequente do processo de metalurgia do pó, diferente de peças obtidas por outros processos, o que explica a diminuição da média total da dureza dos nove experimentos com relação à literatura (SURYANARAYANA, 2001).

A dureza varia de acordo com a região da peça, sendo que a porosidade não é distribuída uniformemente. Deste modo, a média de dureza entre as amostras analisadas pode-se obter valores discrepantes. A dureza dos ED6 e ED8 podem ser discutidas também avaliando suas

respectivas porosidades. Verificou-se que o ED8 apresentou menor porosidade e, portanto, maior dureza. Podemos notar que o ED8 apresentou as melhores médias nas análises de: densidade, porosidade e dureza dentre todas as amostras.

Na Tabela 28 podemos observar todas as análises juntas em relação a condição de sinterização.

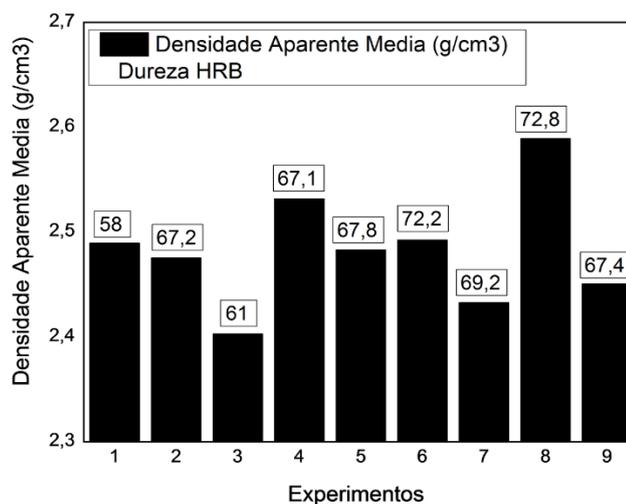
Tabela 28. Tabela com o resultado de todas as análises realizadas nas amostras sinterizadas do DOE.

Amostras	Densidade verde media (g/cm ³)	Densidade media (g/cm ³)	Porosidade geométrica	Porosidade media por imagem	Dureza (Rockwell B)
ED1	2,275	2,4892	23%	35%	58
ED2	2,215	2,4752	20%	11%	67,2
ED3	2,2	2,4028	15%	9%	61
ED4	2,08	2,5315	15%	20%	67,10
ED5	2,06	2,4828	19%	8,4%	67,8
ED6	2,045	2,4923	18%	7,8%	72
ED7	2,155	2,4326	15%	19%	69,2
ED8	2,135	2,589	11%	7%	72,6
ED9	2,12	2,46	19%	12%	67,4

Fonte. Autoria Própria.

Os resultados demonstram que com o aumento da temperatura e do tempo à dureza também aumenta o que indica a boa densificação do material durante a sinterização, podemos observar na Figura 76.

Figura 76. Gráfico com a comparação entre a densidade e dureza.



Fonte. Autoria Própria.

6.7.2 Microdureza

Foram confeccionadas 3 amostras do ED8 e nomeadas como amostra 8.1,8.2 e 8.3 para a realização de ensaio de Microdureza. Os valores analisados foram retirados de 5 regiões das amostras, apresentadas na Tabela 29.

Tabela 29. Microdureza média das amostras 8.1,8.2 8.3.

Amostra	1	2	3	4	5	Média	Desvio padrão
8.1	123,9	100,3	117,8	130,6	125,4	119,60	11,71
8.2	108,7	84,62	151,4	169	123,6	127,46	33,54
8.3	127,7	134,1	92,09	193	139,4	137,26	36,24

Fonte. Autoria Própria.

A partir dos valores obtidos, nota-se que as médias apresentaram um valor de 79% em comparação com a literatura, 175HV, para o material fundido (JOHN & HATCH, 2005). O tipo de processamento via metalurgia do pó possui grande influência de modo que as peças finais são porosas, o que pode levar à diminuição da Microdureza final do material. As amostras 8.1, 8.2 e 8.3 apresentam valores diferentes de Microdureza Vickers, isto certamente devido ao local de indentação que pode estar próximo a um poro o que influencia no resulta final. Esta diferença pode ser verificada pelos valores do desvio padrão.

6.7.3 Ensaio de Compressão

Para realização do ensaio de compressão confeccionou-se 5 amostras do ED8 do DOE da densificação, estes foram nomeados como 1c, 2c, 3c, 4c, 5c.

A Tabela 30 representa as dimensões iniciais das amostras previamente ao ensaio de compressão, e também a área inicial da face em contato com o equipamento para cada corpo de prova.

Tabela 30. Diâmetro, comprimento e área inicial das amostras 1c-5c.

Amostras	Diâmetro (mm)	Comprimento inicial (mm)	Área (mm ²)
1c	7,73	8,60	46,93
2c	7,80	8,45	47,78
3c	7,80	8,50	47,78
4c	7,82	8,41	48,03
5c	7,80	8,40	47,78

Fonte. Autoria Própria.

A partir dos relatórios das amostras os valores obtidos pelos ensaios foi possível plotar gráficos tensão x deformação onde se encontram no apêndice 11.4. Figura 96 representa o

comportamento das amostras 1c a 5c e seus respectivos valores de limite elástico, tensão de escoamento, tensão máxima de compressão e tensão de ruptura.

A partir dos gráficos pode-se notar que há uma sensibilidade à relação de deformação a partir da tensão máxima de compressão. Todas as amostras, exceto a amostra 4c, apresentaram um aumento de resistência à força aplicada devido ao encruamento pela deformação plástica que desvia os planos cristalinos e promove o aparecimento de discordâncias e aumentam a dureza do material previamente à sua fratura. A Tabela 31 e Tabela 32 apresentam os valores de tensão apresentados no gráfico das 5 amostras e seus respectivos módulos de elasticidade e alongamentos.

Tabela 31. Valores de tensão do gráfico tensão x deformação para as amostras de 1c-5c.

Amostra	Tensão Limite Elástico (MPa)	Tensão de Escoamento (MPa)	Tensão Máxima Compressão (MPa)	Tensão de Ruptura (MPa)
1c	174,38	195,85	252,44	209,28
2c	171,65	196,17	253,15	188,23
3c	167,24	194,67	250,25	178,13
4c	182,70	205,31	256,25	153,29
5c	162,16	190,75	248,47	180,29
Média	171,62	196,55	252,11	181,84

Fonte. Autoria Própria.

Pelo estudo BARADESWARAN et al. 2014 o ensaio de compressão da liga de Al 7075 com adições de B₄C via metalurgia do pó, com adição de 5% de B₄C apresentou resistência à compressão de aproximadamente 225 MPa. Os experimentos deste trabalho apresentaram resistência máxima à compressão em torno de 252 MPa, valor relativamente maior devido às diferenças de processamento e composição química dos dois materiais em questão. A adição do carbeto de vanádio à liga também pode ser fator de influência em sua resistência mecânica.

Tabela 32. Valores médios do módulo de elasticidade (E) e alongamento das amostras 1-5.

Amostra	Módulo de Elasticidade E (MPa)	Alongamento (%)
1	523,5124	15,93
2	573,1279	13,24
3	594,6299	12,13
4	561,8786	11,16
5	563,4933	12,92
Média	563,3284	13,08

Fonte. Autoria Própria.

A partir do estudo do ensaio de compressão da liga Al 7075 recozida em forma de chapas e tratamento T6, testada em diferentes temperaturas, observou-se que a 25°C a liga apresentou

uma tensão máxima de compressão aproximado de 790 MPa (LEE et al., 2000). Outro estudo mostra que a resistência de chapas laminadas de Al 7075-T6 no valor de 550 MPa (ASM HANDBOOK, 2001; JOHN .E. HATCH, 1984; OSWALT; LII, 1987). A partir dos estudos realizados, os diferentes tipos de processamentos são determinantes nas propriedades dos materiais.

Segundo KUMAR (2016) ligas fundidas e então conformadas apresentaram resistência à compressão maior em relação às peças produzidas via MP.

Com relação ao limite elástico e tensão de escoamento, o compósito em estudo apresentou valores médios de 172 e 196,5 MPa respectivamente, valores considerados baixos com relação à literatura, que apresenta valor mínimo de limite elástico entre 360-450 MPa (ASM HANDBOOK, 1990) e tensão de escoamento aproximadamente 503 MPa (ASM HANDBOOK, 1998). Em outros estudos com a liga Al 7075-T651, com variação nas taxas de deformação durante os ensaios, as tensões de escoamento obtiveram resultados entre 500-600 MPa (MUKHERJEE et al., 2015). A investigação da resistência à compressão da liga Al 7075 fundida em molde de areia apresentou valor de escoamento em torno de 200 MPa, devido à formação de fases metálicas em equilíbrio formadas em regiões interdendríticas, diminuindo suas propriedades mecânicas

Com relação ao módulo de elasticidade, estudos realizados em ligas Al 2024/2124, 6061 e 7075 adicionados a porcentagens diferentes de carbetos de silício (SiC) demonstraram aumento considerável dos módulos de elasticidade com o aumento da adição de carbetos. Porém o valor do módulo de elasticidade médio deste trabalho apresentou valor de 77% (563,33) MPa em relação ao da literatura que apresenta módulo de elasticidade 730,00 Mpa este valor foi devido ao tipo de processamento onde a amostra apresenta poros e não foi novamente tratada termicamente (JOHN .E. HATCH, 1984; MCDANELS, 2008).

Os estudos mostram que a diferença de valores pode ser relacionada com tipo de processamento, composição química e microestrutura, no qual, a metalurgia do pó e a adição de VC mostraram resultados abaixo do esperado como no estudo de Al 7075-T6 fundido em molde de areia (MCDANELS, 2008).

O alongamento médio, representado na Tabela 32, mostra que as amostras deste trabalho apresentaram valor de alongamento acima do descrito na literatura, alcançando valor de 13% em relação à 11% da liga pela (ASM HANDBOOK, 1990). Valor considerável de acordo com estudos realizados na liga Al 7075, que apresentou aumento da ductilidade com maiores adições de B₄C (BARADESWARAN; ELAYA PERUMAL, 2013).

7 CONCLUSÃO

Por meio da Metalurgia do pó utilizando moagem de alta energia foi possível desenvolver um compósito a partir dos resíduos de usinagem (cavacos) da liga Al 7075-T6.

Verificou-se que o processo de moagem é mais eficiente com adição de carbeto na redução de tamanho de partículas da liga Al 7075-T6. A moagem com adição VC apresentou menor tamanho de partícula sendo da ordem de 77% menor que com o NbC e 96% menor do que no experimento sem carbeto.

Verificou-se que utilização do ACPs aumentou a eficiência da cominuição dos cavacos da liga Al 7075T6 em comparação ao processo sem ACPs. A utilização do Metanol apresentou partículas 50% menores do que as que usaram o ácido esteárico.

Avaliação do projeto e análises de experimentos encontrou os fatores mais significativos para cada processo:

No processo de moagem os fatores são: o Tempo de moagem, interação de segunda ordem entre a “porcentagem de carbeto com tempo de moagem”, a relação massa/esferas e a rotação.

No processo de Densificação os fatores são: as interações de segunda ordem entre “força de compressão e temperatura”, o tempo, a compressão e a interação de segunda ordem entre “tempo e temperatura”.

Os ensaios mecânicos apresentaram valores menores de resistência mecânica em relação Al 7075T6 obtida por fusão convencional, obtendo 83% da dureza (72,6 HRB), 77% do módulo de elasticidade de (563,32MPa) e um alongamento maior com o valor de 13%.

A técnica de reaproveitamento dos resíduos de usinagem por meio da Metalurgia do Pó utilizando Moagem de Alta Energia apresenta-se como um meio de potencial reciclagem minimizando as perdas em comparação ao método de refusão.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABD EL AAL, M. I.; YOO Yoon, E.; SEOP KIM, H. **Recycling of AlSi8Cu3 alloy chips via high pressure torsion**. *Materials Science and Engineering A*, v. 560, p. 121–128, 2013.

AHAMED, H.; SENTHILKUMAR, V. **Role of nano-size reinforcement and milling on the synthesis of nano-crystalline aluminium alloy composites by mechanical alloying**. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 505, n. 2, p. 772–782, 2010.

ALBARO, J. L. A. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial, Parte I : O Preenchimento das Cavidades do Molde**. *Cerâmica Industrial*, v. a, p. 23–28, 2000a.

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

ALBARO, J. L. A. L. A. A. **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte II: A Compactação**. *Cerâmica Internacional*, v. 5, n. 6, p. 14–20, 2000b.

ANGELO, P. C.; SUBRAMANIAN, R. **Powder Metallurgy: Science, Technology and Applications**. 1. ed. Nova Delhi: Prentice-Hall of India Pvt.Ltd, 2008.

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

BAUCCIO, Michael; **ASM Engineered Materials Reference Book**, 2nd Edition, , Ed. ASM International, Materials Park, OH, 1994.

ASM HANDBOOK. **Casting. Technology**, v. 2, p. 3470, 2001.

ASM HANDBOOK. *ASM Handbook, Powder Metal Technologies and Applications*, ASM International, Materials Park 1998.

ASM HANDBOOK. *Asm Handbook: Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, ASM International, Materials Park Vol. 2. p. 1328, 1990.

ASM Metals, Volume 02 - **Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose**, ASM International, Materials Park 1992.

BARADESWARAN, A., ELAYA PERUMAL, A., (2014). **Study on mechanical and wear properties of Al 7075/Al2O3/graphite hybrid composites**. *Composites Part B: Engineering* 56(0): 464-471.

BARADESWARAN, A.; ELAYA PERUMAL, A. **Influence of B4C on the tribological and mechanical properties of Al 7075-B4C composites**. *Composites Part B: Engineering*, v. 54, n. 1, p. 146–152, 2013.

BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **How to do experiments: Research and development in science and industry**.v. 4, p. 110-118,2001.

BARSOUM, M.; **Fundamentals of Ceramics**. Ed. McGraw Hill, Universidade de Michigan, p.254-268, 1997.

BECKER, J. E. **Attrition mill fine grinding of advanced ceramic powders**. INTERCERAM Interceram, v. 36, p. 55, 1987.

BERA, S. et al. **Mechanical Properties of Al7075 Alloy with Nano-Ceramic Oxide Dispersion Synthesized by Mechanical Milling and Consolidated by Equal Channel Angular Pressing**. Journal of Alloys and Compounds, v. 548, p. 257–265, 2013.

BOX, G. E. P., HUNTER, W. G., MACGREGOR, J. F., ERJAVEC, J. **Some Problems Associated With the Analysis of Multiresponse Data**, Technometrics, v 15, n1, pp.33-51.2002

BRISTOT, V. M.; GRUBER, V. BRISTOT, V. M.; GRUBER, V. **Estudio de Utilización y Prensado Uniaxial de Acero Simple Para Compactación de Cuerpos Moedores Utilizados en la Industria de Placas de Revestimientos**. Revista Iberoamericana de Ingeniería Mecánica v. 18, p. 47–55, 2014

BRITO, F. I. G.; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. **Un estudio teórico sobre la sinterización en la metalurgia del polvo**. Holos, v. 3, p. 204–211, 2007.

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. **Adsorption of Gases in Multimolecular Layers**. Journal of the American Chemical Society, v. 60, n. 2, p. 309–319, 1938.

CABEZA, M., Feijoo, I., Merino, P., Pena, G., Pérez, M. C., Cruz, S., Rey, P., **Effect of high energy ball milling on the morphology, microstructure and properties of nano-sized TiC particle-reinforced 6005A aluminium alloy matrix composite**. Powder Technology, v. 321, p. 31–43, 2017.

CANAKCI, A.; VAROL, T. **A novel method for the production of metal powders without conventional atomization process**. Journal of Cleaner Production, v. 99, n. July, p. 312–319, 2015.

CANAKCI, A.; VAROL, T.; OZSAHIN, S. **Analysis of The Effect of a New Process Control Agent Technique on The Mechanical Milling Process Using a Neural Network Model: Measurement and modeling**. Measurement, v. 46, n. 6, p. 1818–1827, 2013.

CAO, G.; WANG, Y. **Nanostructures and Nanomaterials**. World Scientific Series in Nanoscience and Nanotechnology, Singapore, ed.2, V.1 p. 201-218, 2011.

CHAITANYA S. N , D.K. DWIVEDI, P. KUMAR. **Influence of pre-weld temper conditions of base metal on microstructure and mechanical properties of friction stir weld joints of Al–Zn–Mg alloy AA7039**. Materials Science & Engineering, ed. A 602, pg 107 a 119. Indian Institute of Technology, Roorkee, Uttarkhand 247667, India, 2015.

CORNELL, J. **Experiments with mixtures: designs, models, and the analysis of mixture data**. 3 ed. New York: John Wiley & Sons, p. 649, 2002,

COX, D. R.; REID, N. **Theory and design of photon correlation and light-scattering experiments**. v. 36 p.55-72, 2000.

CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. *Physics Today*, v. 10, n. 3, p. 50–51, 1957.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray diffraction**, 3rd edition. Prentice Hall, p. Chapter 1, 2001.

DAVIS, J. R. (Ed.). **Alloy and temper designation systems**. In: ASM specialty handbook: Aluminum and aluminum alloys. Materials Park, Ohio: ASM International, 2002a. p.18-30.

DEAN, W. A. **Effects of alloying elements and impurities on properties**. Metals Park, Ohio: ASM, V5.5, p.200-41,1990.

HATCH, J. E. (Ed.). **Aluminum: properties and physical metallurgy**. Metals Park, Ohio: ASM,1990. ch.6, p.200-41.

DEVOR, R. E.; CHANG, T.; SUTHERLAND, J. W. (1992) – **Statistical Quality Design and Control** – Contemporary Concept and methods. New Jersey, Prentice Hall, Inc. Cap. 15-20, pgs. 503-744, 2015

DINIZ, ANSELMO ; MARCONDES, F.; COPPINI, N.. **Tecnologia da Usinagem Dos Materiais**. 8a Edição ed. São Paulo: Artliber Editora Ltda, 2000.

Dushkin A.V. **Mechanochemical synthesis of organic compounds and rapidly soluble materials : in High-energy ball milling**. Mechanochemical processing of nanopowders. Woodhead Publishing Limited, Oxford,– P. 249-273, 2010.

EWING, L.; *P. A study of microhardness of the major carbides in some high speed steel* Transactions of ASM , v. 44; pp. 349, 1952

FOGAGNOLO, J. **Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders**. Materials Science and Engineering: A, v. 342, n. 1–2, p. 131–143, 2003.

FOOLADFAR, H.; HASHEMI, B.; YOUNESI, M. **The Effect of the Surface Treating and High-Temperature Aging on the Strength and SCC Susceptibility of 7075 Aluminum Alloy**. Journal of Materials Engineering and Performance v. 19, p. 852–859, 2010.

FREIRE, M. N. **Compaction behaviour of clay stones powder waste mix**. Cerâmica, v. 50, p. 50–57, 2004.

GERMAN, R. M. **Sintering Theory and Practice** -. 1. ed. New York: Wiley-Interscience, 1996.

GILMAN BENJAMIN. **The structure and properties of aluminum alloys produced by mechanical alloying: Powder processing and resultant powder structures**, Metallurgical Transactions A, v.12, p.813-824,1981.

GILMAN, P. S.; BENJAMIN, J. S. **Mechanical Alloying**. p. 279–300, 1983.

GOMES, U., “**Tecnologia dos Pós – Fundamentos e Aplicações**” , Natal. UFRN Editora Universitária. Levyn. F., Pardini, L. C.,2006,

GRONOSTAJSKI, J.; MARCINIAK, H.; MATUSZAK, A. **New methods of aluminium and aluminium-alloy chips recycling**. Journal of Materials Processing Technology, v. 106, n. 1–3, p. 34–39, 2000.

GROZA, J. R. et al. **Materials Processing Handbook**, p. 134–147, 2007.

GUO, X.-Z.; YANG, H. **Investigation of compaction and sintering behavior of SiC powder after ultra-fine treatment**. Journal of Zhejiang University. Science, v. 5, n. 8, p. 950–5, 2004.

HERNANDEZ-MARTINEZ, S. E; **Comparative study of synthesis of AA 7075-ZrO metal matrix composite by different mills**. Journal of Alloys and Compounds, v. 643, n. S1, p. S107–S113, 2015.

HÖGANÄS, . **Production of Sintered Components. Höganäs Handbook for Sintered Components**, v. 3, p 25 a 48, 2013.

HOSSEINI-GOURAJOUBI, F.; **Effect of process control agents on synthesizing nano-structured 2Mg–9Ni–Y catalyst by mechanical milling and its catalytic effect on desorption capacity of MgH₂**. Advanced Powder Technology, v. 26, n. 2, p. 448–453, 2015.

INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE. **Dados sobre produção de alumínio**. Disponível em: <http://www.world-aluminium.org/> acessado em 15-02-2018.

ISADARE, A. D. **Effect of heat treatment on some mechanical properties of 7075 aluminium alloy**. Materials Research, v. 16, n. 1, p. 190–194, 2013.

ISO4498. (2005). **Sintered metal materials, excluding hardmetals-Determination of apparent hardness and microhardness**. International Organization for Standardization .

J.KONDIS, T. **Monitoring activation of particulate aluminum.pdf**, 1976. Disponível em: <<http://www.freepatentsonline.com/3986674.html>, acessado em 12-07-2016.

JOHN .E. HATCH. **Aluminum Properties and Physical Metallurgy**. ASM ,Ohio, US, p. 424, 1984.

CÁRDENAS, J. D.V. V. ; HIRATA V. M. L.; OLGUIN C. C. M.; **Assessment of Hardness Based on Phase Diagrams**. Progress in Metallic Alloys, p.5-13, 2016.

JOSHI, T. C.; PRAKASH, U.; DABHADE, V. V. **Microstructural development during hot forging of Al 7075 powder**. Journal of Alloys and Compounds, v. 639, p. 123–130, 2015.

JURAN, J. M.; GODFREY, A. B. **Juran's Quality Control Handbook**. McGraw-Hill ed 5, 1998.

KALKANLI, A.; YILMAZ, S. **Synthesis and characterization of aluminum alloy 7075 reinforced with silicon carbide particulates**. Materials and Design, v. 29, n. 4, p. 775–780, 2008.

KARUNANITHI, R.; BERA, S.; GHOSH, K. S. **Electrochemical behaviour of TiO₂ reinforced Al 7075 composite**. Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology, v. 190, p. 133–143, 2014.

- KRELLING, A. **Metalurgia do Pó**, 2015, Instituto federal de Santa Catarina, Joinville 2015.
- KRISHNAMOORTHY, K.; BALASUBRAMANIAN, P. Review the Properties of Al7075 Matrix Composites. v. 2, n. 1, p. 85–90, 2015.
- KUMAR, G. A. et al. **Properties of Al7075-B 4 C Composite prepared by Powder Metallurgy Route. International Research. Journal of Engineering and Technology (IRJET)** e-ISSN:, v. 3, p. 2315–2319, 2016.
- LEE, W. S. et al. **The strain rate and temperature dependence of the dynamic impact properties of 7075 aluminum alloy.** Journal of Materials Processing Technology, v. 100, n. 1–3, p. 116–122, 2000.
- LENEL, F. V. **Powder metallurgy: principles and applications.** 1. ed. Princeton: Metal Powder Industry, 1980.
- MADAVALI, B. et al. **Effects of atmosphere and milling time on the coarsening of copper powders during mechanical milling.** Powder Technology, v. 256, p. 251–256, 2014a.
- MADAVALI, B. et al. **Effects of atmosphere and milling time on the coarsening of copper powders during mechanical milling.** Powder Technology, v. 256, n. April, p. 205–235, 2014b.
- MAHBOUBI SOUFIANI, A.; ENAYATI, M. H.; KARIMZADEH, F. **Fabrication and characterization of nanostructured Ti6Al4V powder from machining scraps.** Advanced Powder Technology, v. 21, n. 3, p. 336–340, 2010.
- MASON, R. L.; GUNST, R. F.; HESS, J. L. **Statistical Principles in Experimental Design.** In: Statistical Design and Analysis of Experiments. p. 107–139, 2003.
- MATHIALAGAN, T.; VIRARAGHAVAN, T. **Biosorption of Pentachlorophenol by Fungal Biomass from Aqueous Solutions: A Factorial Design Analysis.** Environmental Technology, v. 26, n. 5, p. 571–580, 1 maio 2005.
- MCDANELS, D. L. **Analysis of stress-strain, fracture, and ductility behavior of aluminum matrix composites containing discontinuous silicon carbide reinforcement.** Metallurgical Transactions A, v. 16, n. 6, p. 1105–1115, 2008.
- MOBASHERPOUR, I.; TOFIGH, A. A.; EBRAHIMI, M. **Effect of nano-size Al₂O₃ reinforcement on the mechanical behavior of synthesis 7075 aluminum alloy composites by mechanical alloying.** Materials Chemistry and Physics, v. 138, n. 2–3, p. 535–541, 2013.
- MOHAMMADI, M. S.; SIMCHI, A.; GIERL, C. **Phase formation and microstructural evolution during sintering of Al–Zn–Mg–Cu alloys.** Powder Metallurgy, v. 53, n. 1, p. 62–70, 2010.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments.** America, v. 4, n. January, p. 11–18, 2009a.
- MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments.** John Wiley & Sons Inc, v. 2, n. 1, p. 101–245, 1997.

MUKHERJEE, E. A. et al. **Study of mechanical properties, microstructures and corrosion behavior of al 7075 t651 alloy with varying strain rate.** IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, v. 75, n. 1, 2015.

MYERS, R. H.; MONTGOMERY, D. C.; ANDERSON-COOK, C. **Response Surface Methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments** . Wiley series in probability and statistics, n. June 2015, p. 704, 2009.

NAEEM, H. T. et al. **Characteristics of Al-Zn-Mg-Cu Alloys with Nickel Additives Synthesized via Mechanical Alloying, Cold Compaction, and Heat Treatment.** Arabian Journal for Science and Engineering, v. 39, n. 12, p. 9039–9048, 2014.

NILO, L. P. J. **Otimização de um processo de solda MIG/MAG para aplicação na indústria automobilística através da utilização da técnica do projeto e análise de experimentos.** p. 111, 2007.

OSWALT, K. J.; LII, Y. **Manufacture Methods For Process Effects On Aluminum Casting Allowables.** AD-B096 52 ed. Distribution authorized to U.S. Gov't. agencies only; Test and Evaluation; Aug 1984. Other requests shall be referred to the Air Force Aeronautical Labs., Materials Lab., Wright-Patterson AFB, OH 45433., 1987.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia, microestrutura e propriedades.** 1. ed. Curitiba: Hemus S.A., 2000.

PAIVA, A. P. DE. **Metodologia de Superfície de Resposta e Análise de Componentes Principais em Otimização de Processos de Manufatura** com Múltiplas Respostas Correlacionadas. Universidade Federal de Itajubá, p. 157, 2006.

PEREIRA, T. M. D. M. **Caracterização térmica (TG/DTG,DSC) de hormônios bioidênticos,** Universidade Federal do Rio Grande do Norte, p 89, 2013.

PETERSON, R. D. F. **Method of extracting lithium from aluminum-lithium alloys** USA, 12 abr. 1992.

POLMEAR I.J. - **Light Alloys- From Traditional Alloys to Nanocrystals.** 4 edição p 421 a 425, 2006.

POLMEAR, I. J. et al. **Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals.** v. 1, p 180 a 215, 2006.

POOLE, A. D. et al. **Low Temperature Transient Liquid Phase Sintering of 7075 Aluminium Alloy.** Euro PM2011 – PM Lightweight Materials, v. 3, 2009.

PORTOLAN, E. et al. **Carbon occupancy of interstitial sites in vanadium carbide films deposited by direct current reactive magnetron sputtering.** Thin Solid Films, 517, 2009

PURI, P. **Multi Scale Modeling of Ignition And Combustion of Micro And Nano Aluminum Particles,** v 1. P13-23 2008.

RAHAMAN, M. N. **Ceramic Processing and Sintering.** 2. ed. New York: CRC Press, 2003.

ROUQUEROL, F. et al. **Adsorption by powders and porous solids**. Academic Press, ed. 2 ,p. 378-318, 2013.

SAMUEL, M. **A new technique for recycling aluminium scrap**. Journal of Materials Processing Technology, v. 135, n. 1, p. 117–124, 2003.

SING, K. S. W. **Physisorption of nitrogen by porous materials**. Journal of Porous Materials, v. 2, n. 1, p. 5–8, 1995.

SHAMSUDIN, S.; LAJIS, M.; ZHONG, Z. W. **Evolutionary in Solid State Recycling Techniques of Aluminium: A review**. Procedia CIRP, v. 40, p. 256–261, 2016.

SOARES, M. R. **Efeitos dos ciclos de envelhecimento no comportamento de ligas de alumínio**. p. 3, 2009a.

SŌMIYA, S. Handbook of Advanced Ceramics. ASM International. v. I, p 368-379,1987

STEINIKE, U.; TKÁČOVÁ, K. **Mechanochemistry of Solids—Real Structure and Reactivity**. 2000.

SUK-JOONG L.KANG. **Sintering Densification, Grain Growth, and Microstructure**. Elsevier Butterworth-Heinemann Linacre House, n. ISBN 978-0-7506-6385-4., p. 9–18, 2005.

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

TAVARES, L. M. M. **Processamento de recursos minerais I – Uma introdução aos aspectos teóricos e práticos da preparação de matérias-primas minerais**, v.1 p 17-32, Rio de Janeiro UFRJ, 2005.

THUMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to Powder Metallurgy**. The Institute of Materials. v. 34, 2003.

TARASOV, L. P.; **The Microhardness Of Carbide in Tool Steel** Metal Progress; v. 54; p. 846, 1948

TORRES, C. S.; SHAEFFER, L. **Efeito da moagem de alta energia na morfologia e compressibilidade do compósito WC-NI**. Revista Matéria, p. 88–95, 2010.

TRINDADE, E. **Análise Térmica Diferencial (DTA)**, 2016 disponível em: <https://quimicandovzp.com.br/análise-termica-diferencial-dta>, acessado em 01-06-2017.

UPADHYAYA, G. S. **Powder Metallurgy Technology**. Cambridge Int Science Publishing, v.1 p. 164-182, 1997.

VAROL, T.; CANAKCI, A.; OZSAHIN, S. **Prediction of the influence of processing parameters on synthesis of Al₂₀Zn₄B₄C composite powders in a planetary mill using an artificial neural network**. Science and Engineering of Composite Materials, v. 21, n. 3, p. 411–420, 2014.

WOYDT, M.; MOHRBACHER, H. **Friction and wear of binder-less niobium carbide**. Wear, v. 306, n. 1–2, p. 126–130, 2013.

XIAOFENG XU, YUGUANG ZHAO , BINGDONG MA, MING ZHANG, **Electropulsing induced evolution of grain-boundary precipitates without loss of strength in the 7075 Al alloy**. Materials Characterization, Ed 105, 90-94 2015. Jilin University, Renmin Street, Changchun 130025, PR China.

YANG, Y.; **Mechanical alloying, " Structure And Thermal Decomposition of Nanocrystalline FCC-Fe Cu**. Science And Technology, v. 293, 2001.

ZANGRANDI, A. **Um Estudo Sobre o Endurecimento, o Processamento e Propriedades Mecânicas de uma Liga de Alumínio da Série 3xxx tipo aa 3104 com Adições de Zinco**. v. 1, p. 2-4, 2008.

ZANGRANDI, Aécio. **Alumínio e suas ligas: fundamentos metalúrgicos e tecnológicos**. Primeira edição. Lorena: Instituto Santa Teresa, p. 103, 2008.

ZHOU, R. et al. **Numerical simulation of residual stress field in green power metallurgy compacts by modified Drucker-Prager Cap model**. Transactions of Nonferrous Metals Society of China (English Edition), v. 23, n. 8, p. 2374–2382, 2013.

9 SUJESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar a influência das paradas na moagem.
- Avaliar a influência dos parâmetros na contaminação dos corpos moedores
- Avaliar a resistência do material sinterizado a 450 e da 500°C.
- Realizar a comparação do compósito obtido e outra na mesma condição porem tratamento térmico T6.
- Realizar a comparação do compósito obtido com os outros obtidos em outras temperaturas de sinterização.

10 PUBLICAÇÕES REALIZADAS COM PARTE DESTE TRABALHO.

10.1 Publicações em Anais de Congressos Nacionais

-Influence of The Process Agent in High Energy Milling of AA 7075t6 Chips, CBRAVIC, [http://www3.inpe.br/cbravic2017/ arquivos /LivroResumos CBRAVIC2017](http://www3.inpe.br/cbravic2017/arquivos/LivroResumos%20CBRAVIC2017) , 2017

- Reaproveitamento de Cavacos de Liga de Alumínio Aeronáutico Através de Processo de Moagem de Alta Energia, Utilizando Diferentes Controladores de Processo. CONEM 2016, 2016, fortaleza. Link [http://eventos.abcm.org.br/ conem2016/about/welcome/](http://eventos.abcm.org.br/conem2016/about/welcome/). Rio de Janeiro: abcm, 2016. v. 1. p. 1-7.

- Investigação Sobre Temperatura de Sinterização de Pó da Liga de Alumínio 7075 t6 obtido por moagem de cavacos, com adição de carboneto de vanádio. 22°COBEM 2016, natal. 22°CBCIMAT. São Paulo: metalum, 2016. v. 1. p.1-1.

10.2 Publicações em Congressos Internacionais

- Design and Manufacture of Attritor Laboratory Mill For Low Cost. In: 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering, 2017, Curitiba. 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering. Sao Paulo: ABCM, 2017. v. 1. p. 10-18.

- The Influence of Different Aging on the Hardness of the AA 7075. In: 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering, 2017, Curitiba. 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering. Sao Paulo: ABCM, 2017. v. 1. p. 20-30

- Investigation on Sintering Temperature of Aluminum Bronze Alloy Obtained by powder Metallurgy with of Niobium Carbide. In: XV Brazilian MRS meeting, 2016, Campinas. XV Brazilian MRS meeting. São Paulo: he Brazilian Materials Research Society (B-MRS), 2016. v. 1.

Investigation On Sintering Temperature Of 7075 t6 Aluminum Alloy Obtained By Powder Metallurgy With Addition Of Vanadium Carbide. Identification code B2zy., Area k structure -Properties relationship of advance Metallic Materials [http://sbpmat.org.br/15encontro/anais/area/Brazilian Materials Research Society \(B- MRS\),2016,Campinas](http://sbpmat.org.br/15encontro/anais/area/Brazilian%20Materials%20Research%20Society%20(B-MRS),2016,Campinas) v.k 1. p.1-6.

10.3 Patentes Depositadas



Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2018 002911 8

Dados do Depositante (71)

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: UNIFEI - UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 21040001000130

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Jurídica: Órgão Público

Endereço: Avenida BPS, nº1303

Cidade: Itajuba

Estado: MG

CEP: 37500-903

País: Brasil

Telefone: (35) 3622-6702

Fax:

Email: nit@unifei.edu.br

Natureza Patente: 10 - Patente de Invenção (PI)

Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54): COMPÓSITO DA LIGA DE ALUMÍNIO 7075T6 COM ADIÇÃO DE CARBETOS DE NIOBIO UTILIZANDO RESÍDUOS DO PROCESSO DE USINAGEM

Resumo: A presente invenção trata da obtenção de pós a partir de resíduos de usinagem da liga de alumínio 7075 na forma de cavacos pela rota da metalurgia do pó, via moagem de alta energia com adição de carbetos. O processamento para a obtenção de Alumínio a partir de seu minério bauxita demanda grande quantidade de energia, o que torna a reciclagem deste metal extremamente importante para o campo industrial. A reciclagem envolve insumos energéticos até 95% menores do que os requeridos para a obtenção do Alumínio primário. No entanto, os processos de reciclagem convencionais, que envolvem fusão da sucata apresentam restrições no processamento das ligas, pois podem levar à volatilização de elementos de liga durante a fusão e empobrecimento da liga e perdas de até 40% em consequência da oxidação. O material descartado do processo de usinagem da liga é reaproveitado para moagem de alta energia com adição de carbetos, onde o pó deste resíduo com tamanhos submicrométricos e nanométricos é obtido. Após a caracterização dos pós, via microscopia ótica e eletrônica de varredura, difração de raios-x e análise de granulometria.



Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2017 017091 8

Dados do Depositante (71)

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: UNIFEI - UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 21040001000130

Nacionalidade: Brasileira

Endereço: Avenida BPS, nº1303

Cidade: Itajuba

Estado: MG

CEP: 37500-903

País: Brasil

Telefone: (35) 3622-6702

Fax:

Email: nit@unifei.edu.br

Dados do Pedido

Natureza Patente: 10 - Patente de Invenção (PI)

Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54): COMPÓSITO DA LIGA DE ALUMÍNIO 7075T6 COM ADIÇÃO DE CARBETOS DE VANADIO UTILIZANDO RESÍDUOS DO PROCESSO DE USINAGEM

Resumo: O presente pedido de patente de invenção trata da obtenção de compósito a partir de resíduos de usinagem da liga de alumínio 7075 na forma de cavacos pela rota da metalurgia do pó, via moagem de alta energia com adição de carbeto de vanádio. O pó é útil na fabricação de um componente de engenharia que por método de sinterização pode ser já fabricado no formato final eliminando, o compósito possui partículas na ordem micrométrica. O material descartado do processo de usinagem da liga é reaproveitado para moagem de alta energia com adição de carbeto de vanádio, onde o pó deste resíduo com tamanhos submicrométricos e nanométricos é obtido, é então compactado em prensa uniaxial para ser sinterizado. No processo de sinterização, as amostras obtidas são novamente caracterizadas para que se avaliem suas propriedades mecânicas, sua densidade e porosidade.

10.4 Artigos Submetidos para Publicação

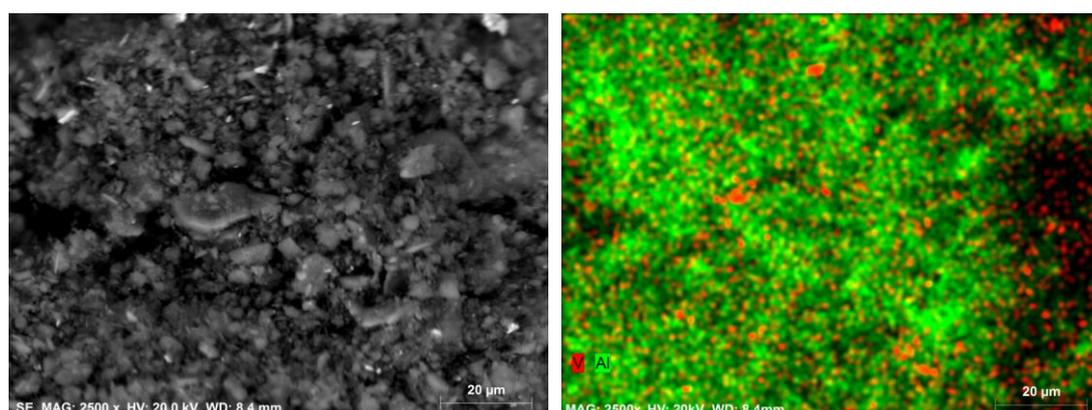
- A new method of the recycling of AA7075T6 Chips
- Investigation on Powder Sintering Temperature of Aluminum Alloy 7075 T6 Obtained by Chip Milling with Addition of Vanadium Carbide .

11 Apêndices

11.1 Análise de EDS dos Experimentos MAE

No experimento 1 observou-se que as partículas de VC estão localizadas de forma homogênea com pequenos aglomerados sobre a superfície do alumínio na condição 1. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, e pelo elemento V.

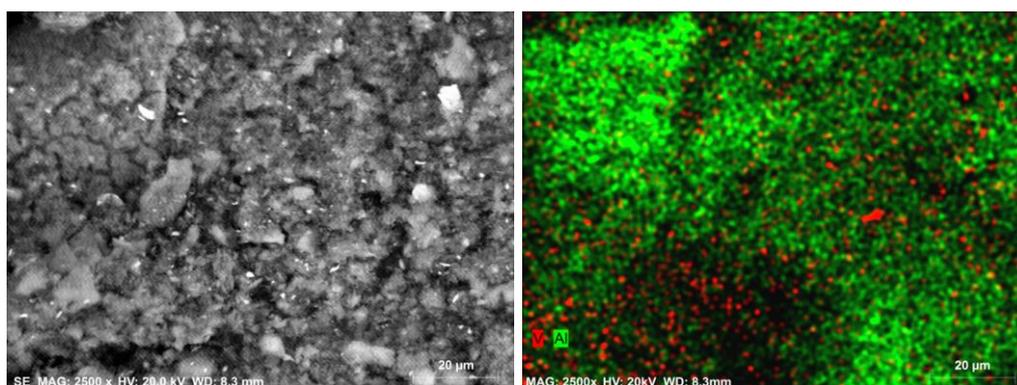
Figura 77. Mapeamento de EDS no experimento 1.



Fonte. Autoria Própria.

Figura 78 a distribuição do carbetos na matriz do material observou-se que as partículas de VC estão localizadas de forma distribuída com pequenos aglomerados sobre a superfície do alumínio na condição 3. As partículas de VC foram identificadas nos pontos vermelhos.

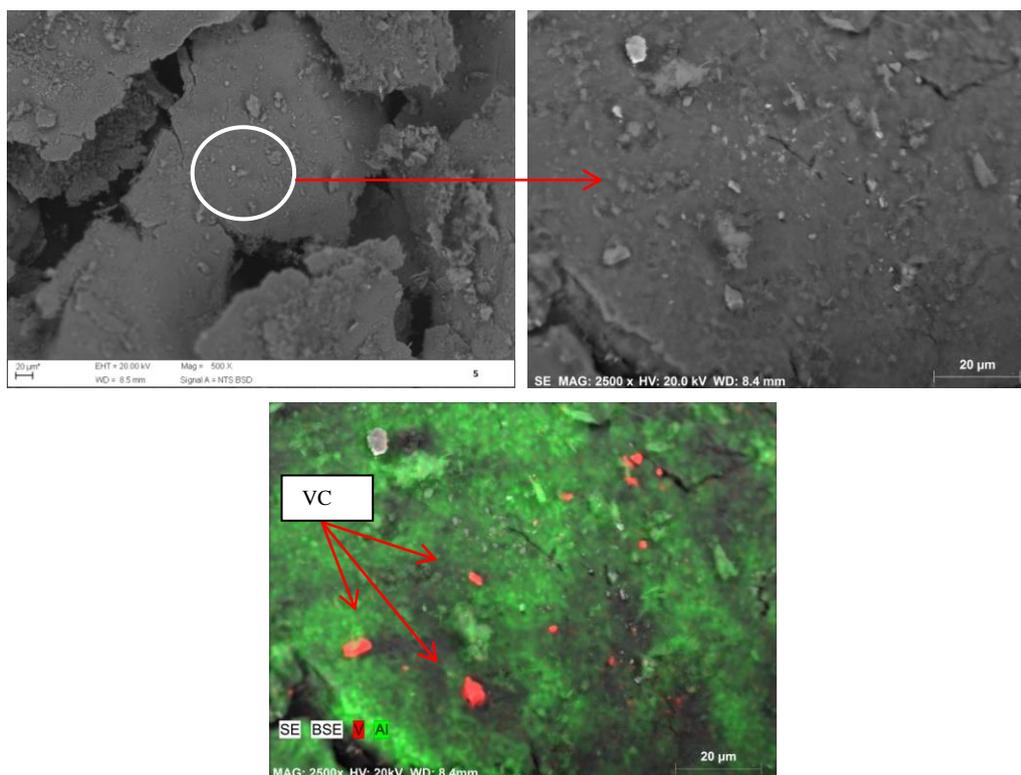
Figura 78. Mapeamento de EDS no experimento 3.



Fonte. Autoria Própria.

Figura 79 a distribuição do carbetos na matriz do material observou-se que as partículas de VC em vermelho estão localizadas de forma distribuída com pequenos aglomerados sobre a superfície do alumínio na condição 5.

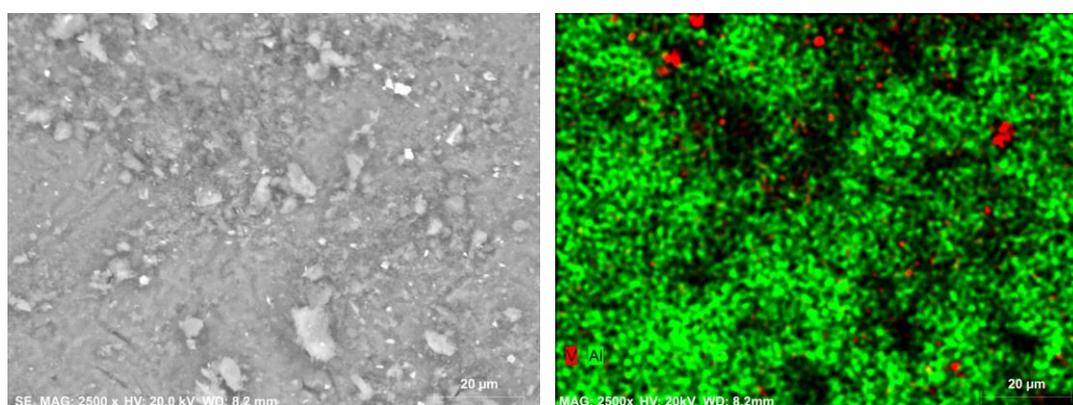
Figura 79. Mapeamento de EDS no experimento 5.



Fonte. Autoria Própria.

Figura 80 a distribuição do carбето na matriz do material observou-se que as partículas de VC estão localizadas em pequenos aglomerados sobre a superfície do alumínio na condição 7. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, pelos elementos V. Os difratogramas utilizados são a partir da base de estruturas cristalinas ICSD.

Figura 80. Mapeamento de EDS no experimento 7.

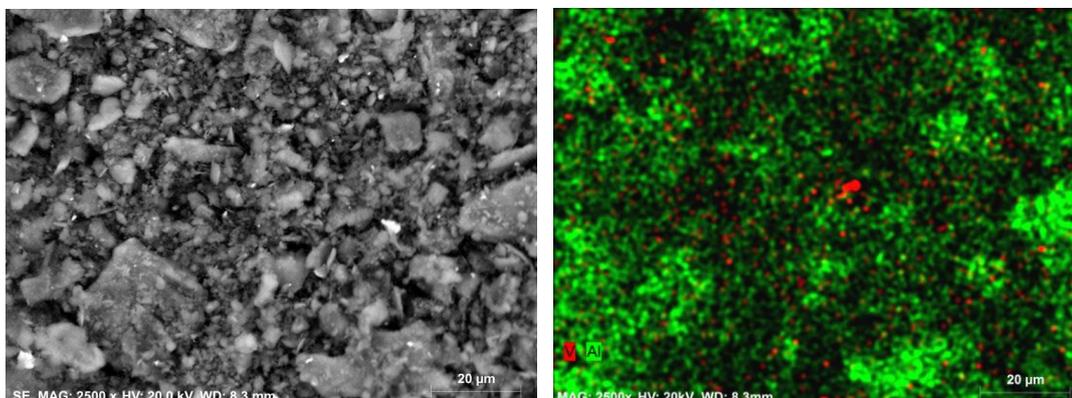


Fonte. Autoria Própria.

A Figura 81 a distribuição do carбето na matriz do material observou-se que as partículas de VC estão distribuídas e em pequenos aglomerados sobre a superfície do alumínio na condição

9. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, pelos elementos V.

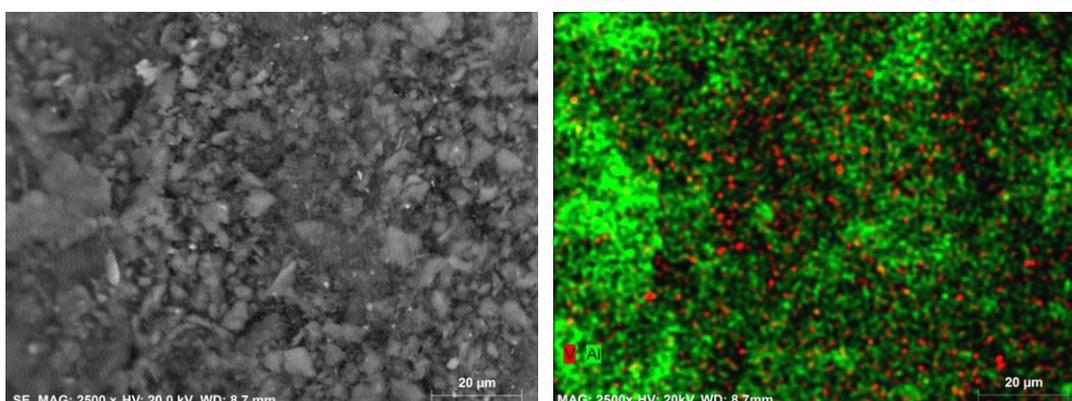
Figura 81. Mapeamento de EDS no experimento 9.



Fonte. Autoria Própria.

A Figura 82 mostra distribuição do carbetto na matriz do material. Observou-se que as partículas de VC estão distribuídas sobre a superfície do alumínio na condição 11. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, pelos elementos V.

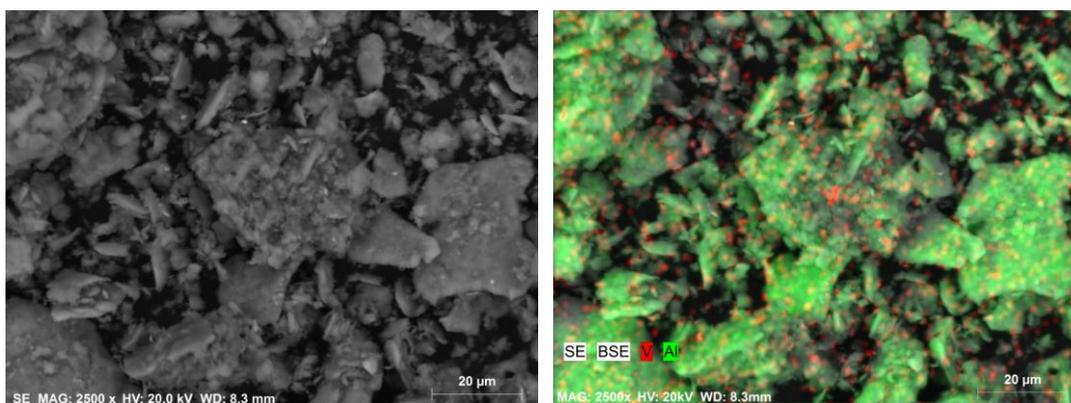
Figura 82. Mapeamento de EDS no experimento 11.



Fonte. Autoria Própria.

A Figura 83 mostra a distribuição do carbetto na matriz do material. Observou-se que as partículas de VC estão distribuídas sobre a superfície das partículas do alumínio na condição 13. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, pelos elementos V.

Figura 83. Mapeamento de EDS no experimento 13.

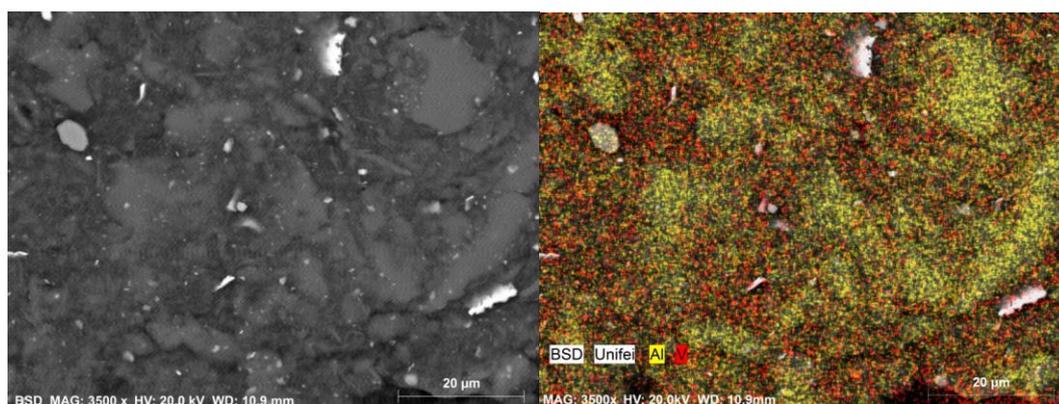


Fonte. Autoria Própria.

11.2 Análise de EDS dos Sinterizados

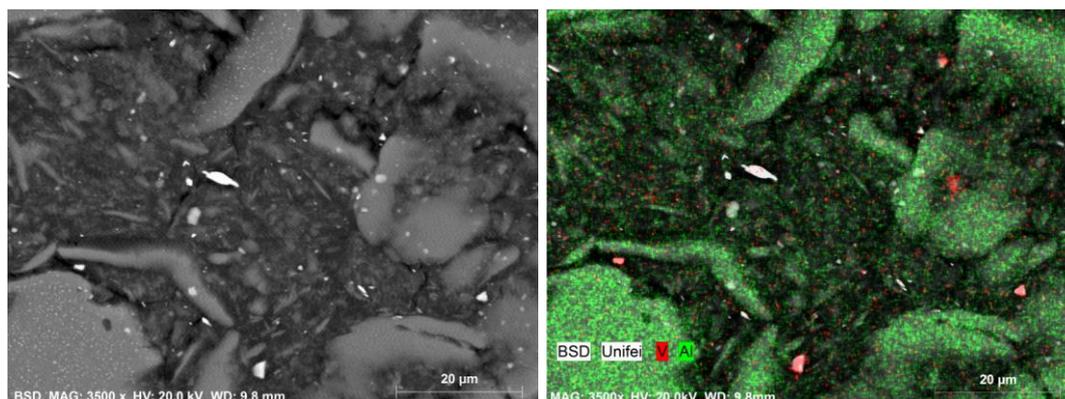
Na figura 87 a distribuição do carbeto na matriz do material observou-se que as partículas de VC estão distribuídas uniformemente sobre a superfície das partículas do alumínio na ED1 e 3. As partículas de VC foram identificadas pelo espectro de acordo com sua composição química, pelos elementos V. Os espectros foram gerados a partir da base de estruturas cristalinas ICSD. Já na condição 2 apresenta uma distribuição como pontos de aglomeração de carbeto Figura 85.

Figura 84. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 1.



Fonte. Autoria Própria.

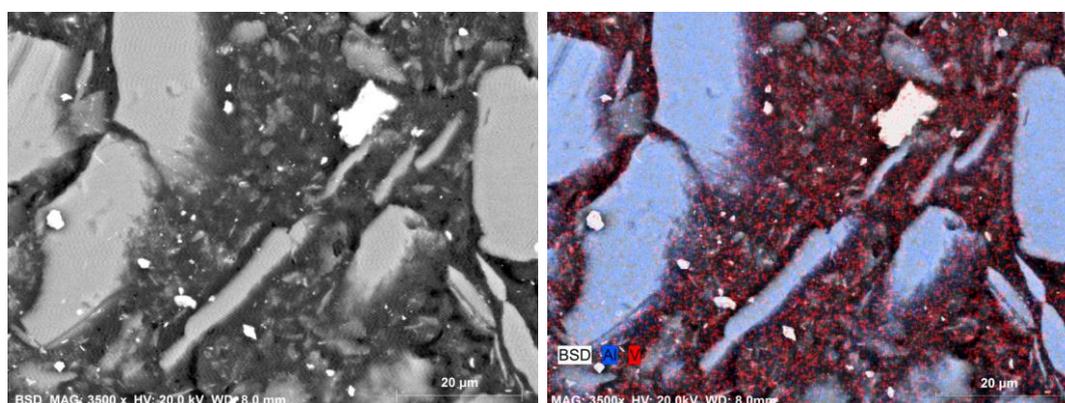
Figura 85. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 2.



Fonte. Autoria Própria.

Já na condição 3 o carbeto de vanádio não se apresenta nas partículas de granulometria maior apenas nas de fina granulometria Figura 86.

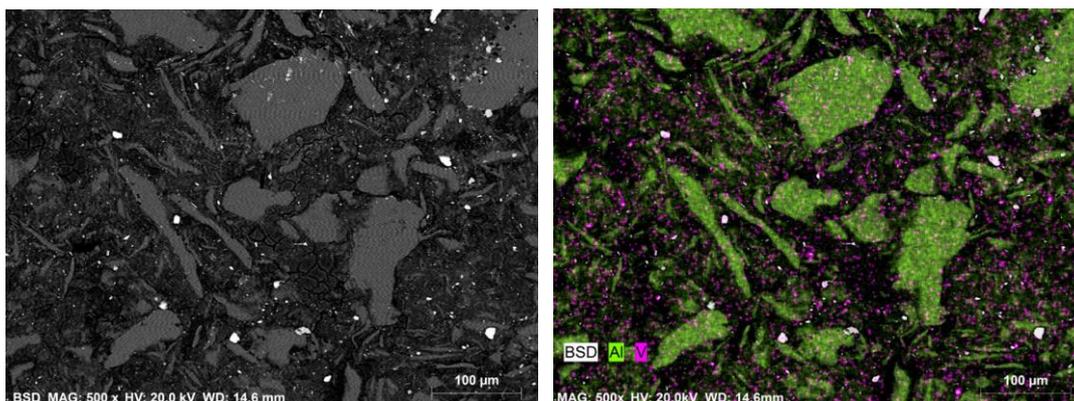
Figura 86. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 3.



Fonte. Autoria Própria.

Na condição 4 de sinterização a distribuição de carbeto se apresenta de forma uniforme sobre a superfície da amostra Figura 87.

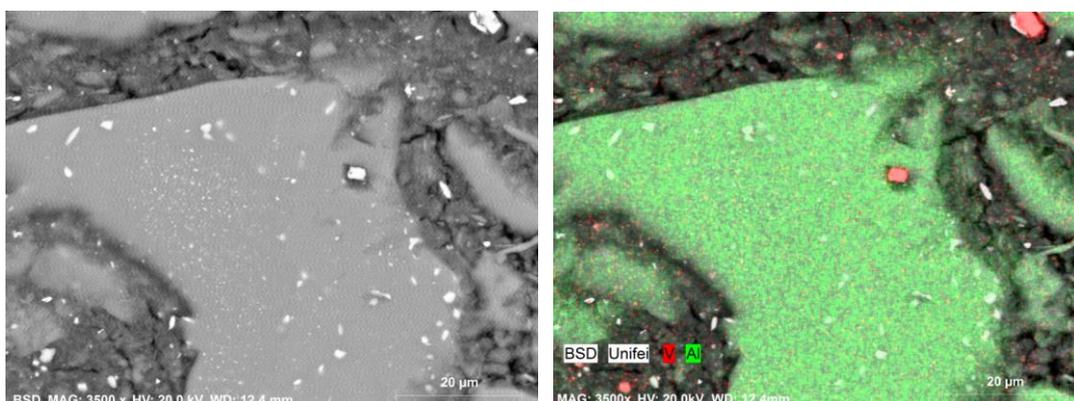
Figura 87. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 4.



Fonte. Autoria Própria.

Na condição 5 de sinterização a distribuição de carbeto se não apresenta de forma uniforme sobre a superfície da amostra também apresenta partículas de carbeto dentro das partículas de alumínio Figura 87.

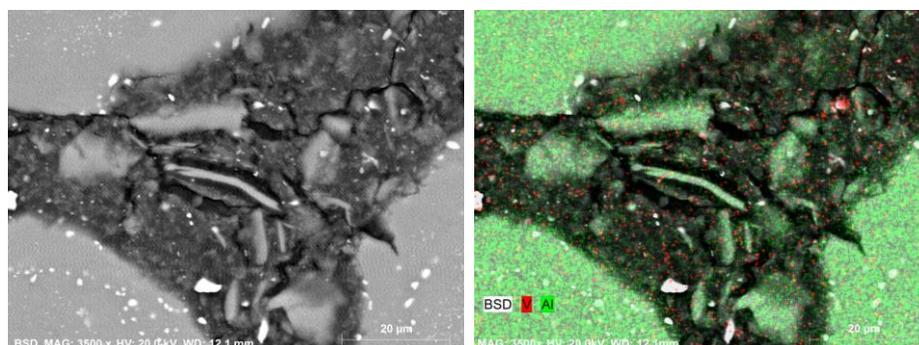
Figura 88. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 5.



Fonte. Autoria Própria.

Na condição 6 de sinterização a distribuição de carbeto não se apresenta de forma uniforme sobre a superfície da amostra, também não apresenta partículas de carbeto dentro das partículas de alumínio e a mostra apresenta fissuras Figura 89.

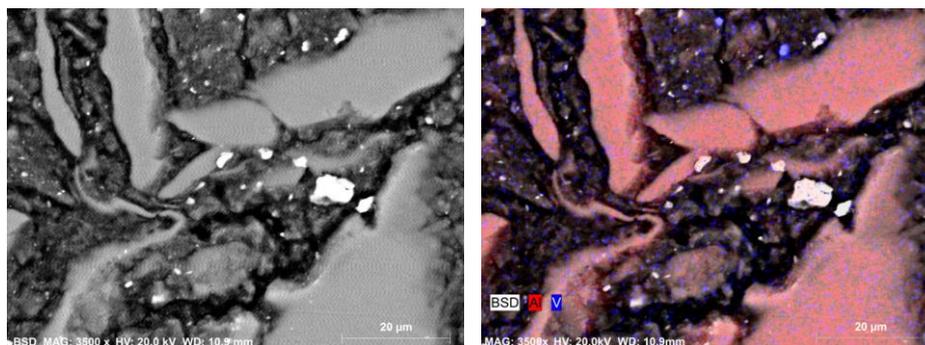
Figura 89. EDS com distribuição dos carbetos no material da condição de sinterização 6.



Fonte. Autoria Própria.

Na condição 7 de sinterização a distribuição de carbeto não se apresenta de forma uniforme sobre a superfície da partícula da amostra, também não apresenta partículas de carbeto dentro das partículas de alumínio.

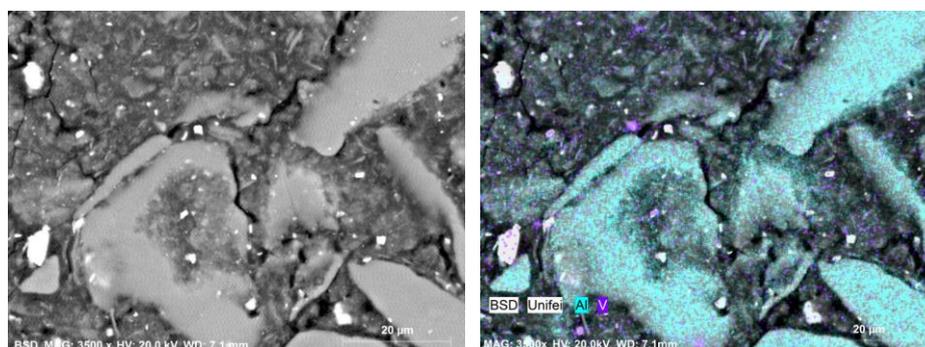
Figura 90. EDS com distribuição dos carbeto no material da condição de sinterização 7.



Fonte. Autoria Própria.

Na condição 9 de sinterização a os carbeto se apresentam no interior e no exterior, e também apresentam pequenas fissuras nos contornos das partículas maiores Figura 91.

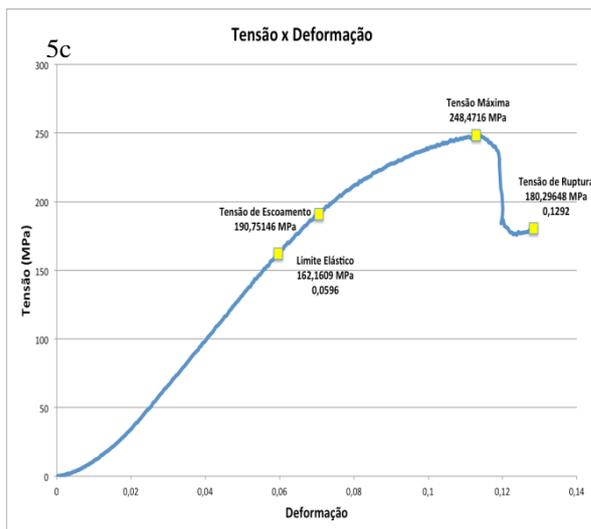
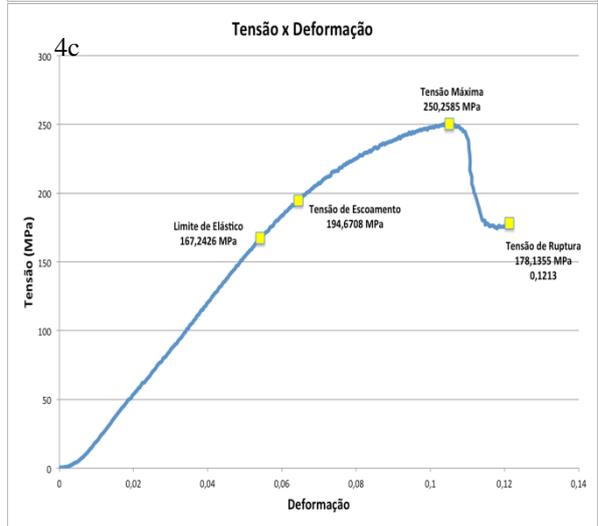
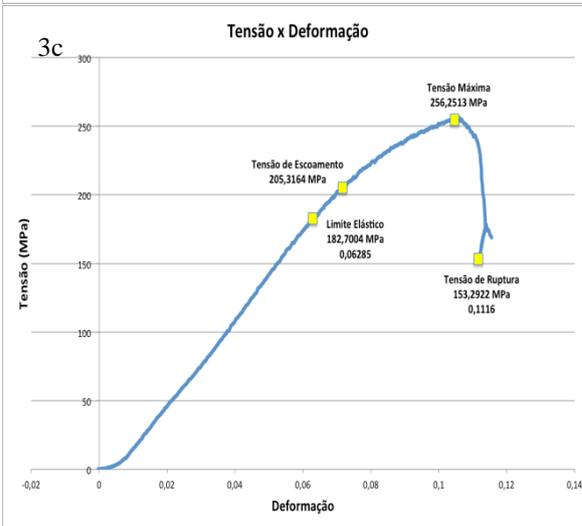
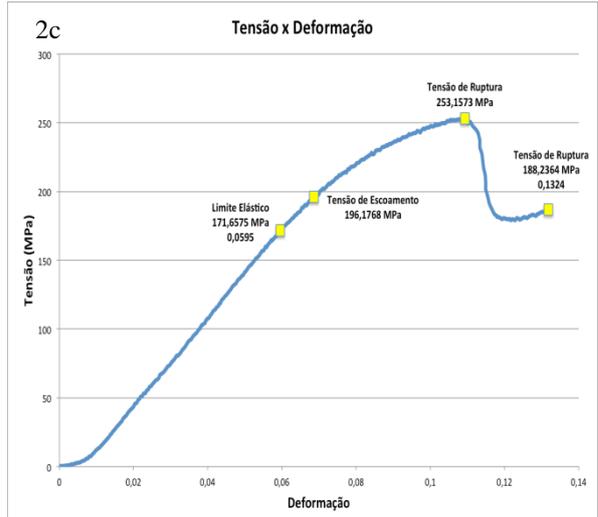
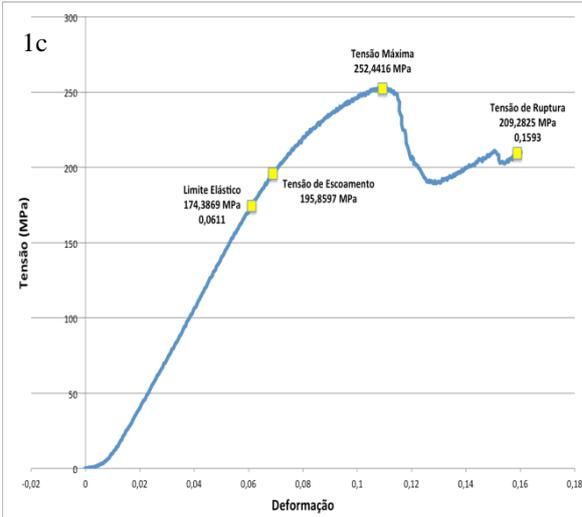
Figura 91. EDS com distribuição dos carbeto no material da condição de sinterização 9.



Fonte. Autoria Própria.

11.3 Gráficos do Ensaio de Compressão

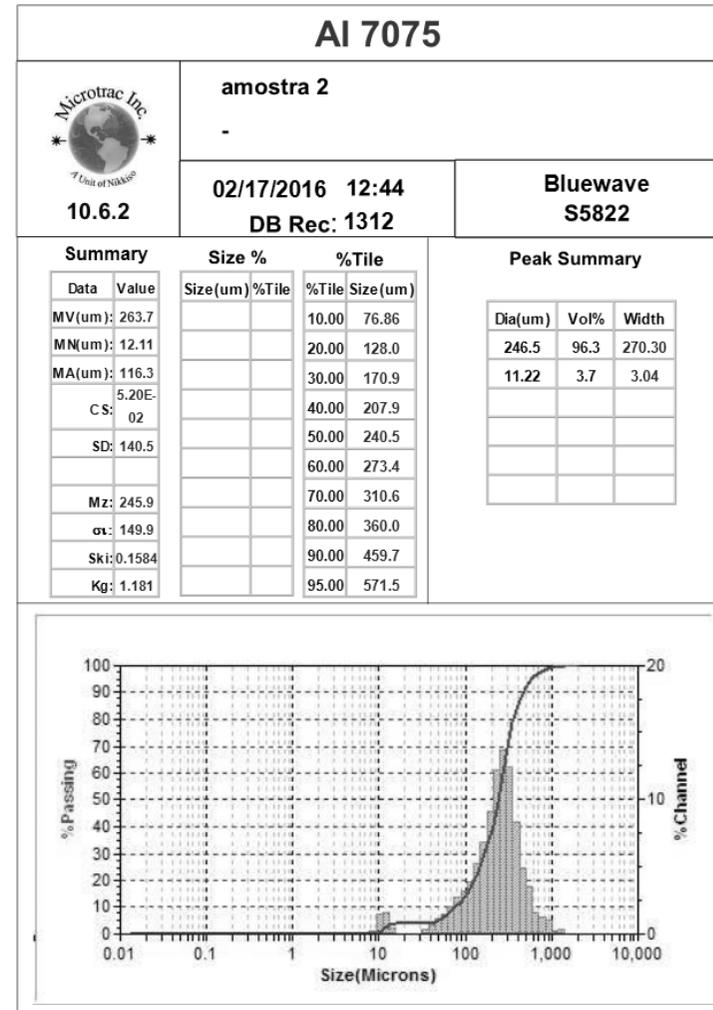
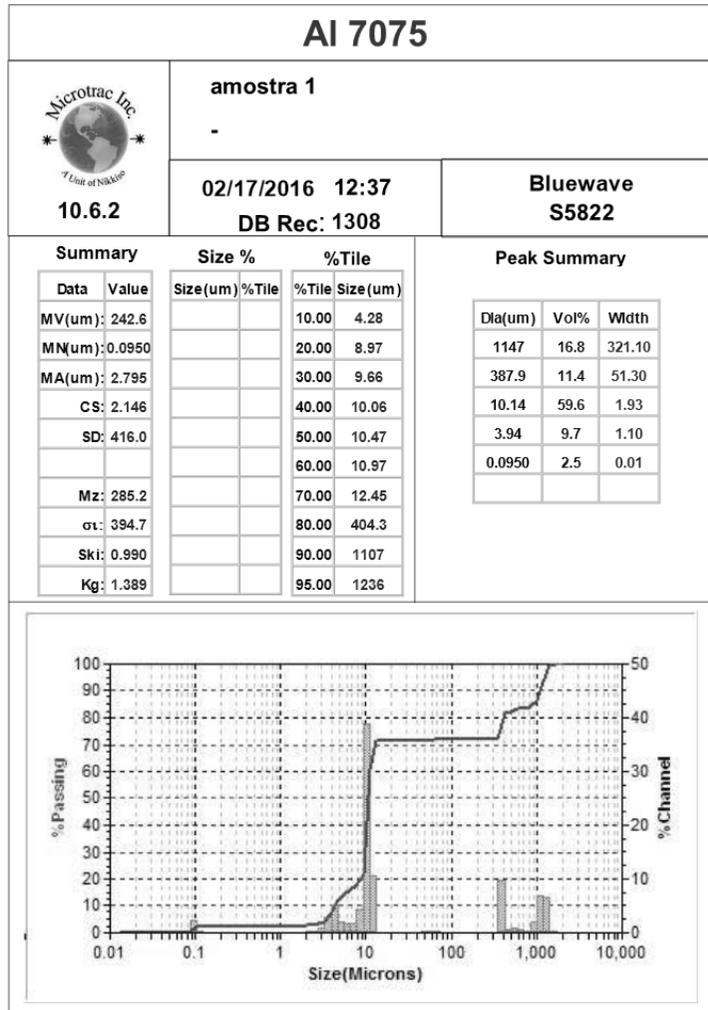
Figura 92. Gráfico tensão x deformação das amostras.

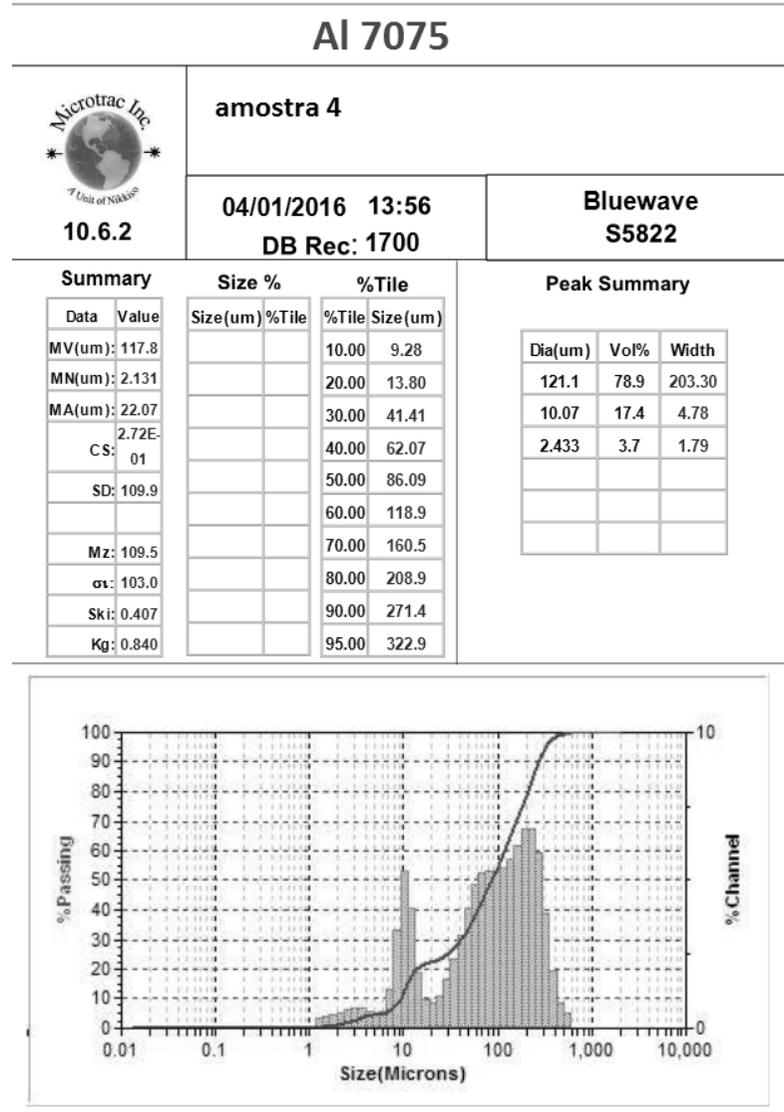
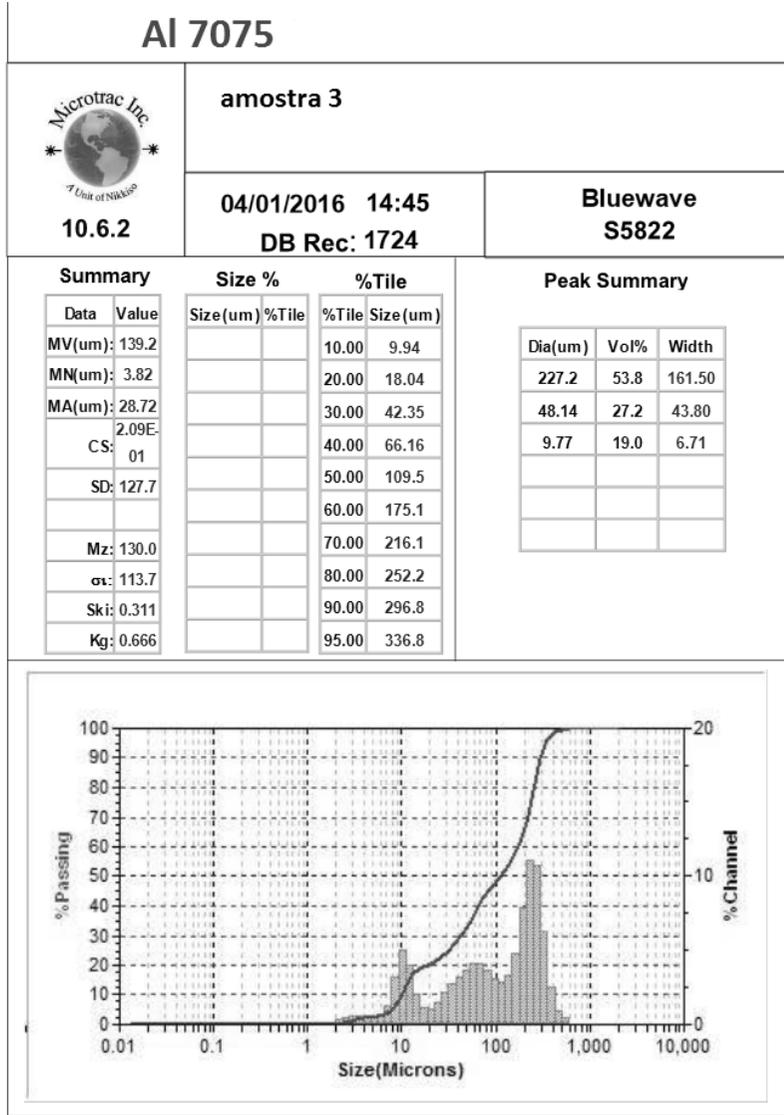


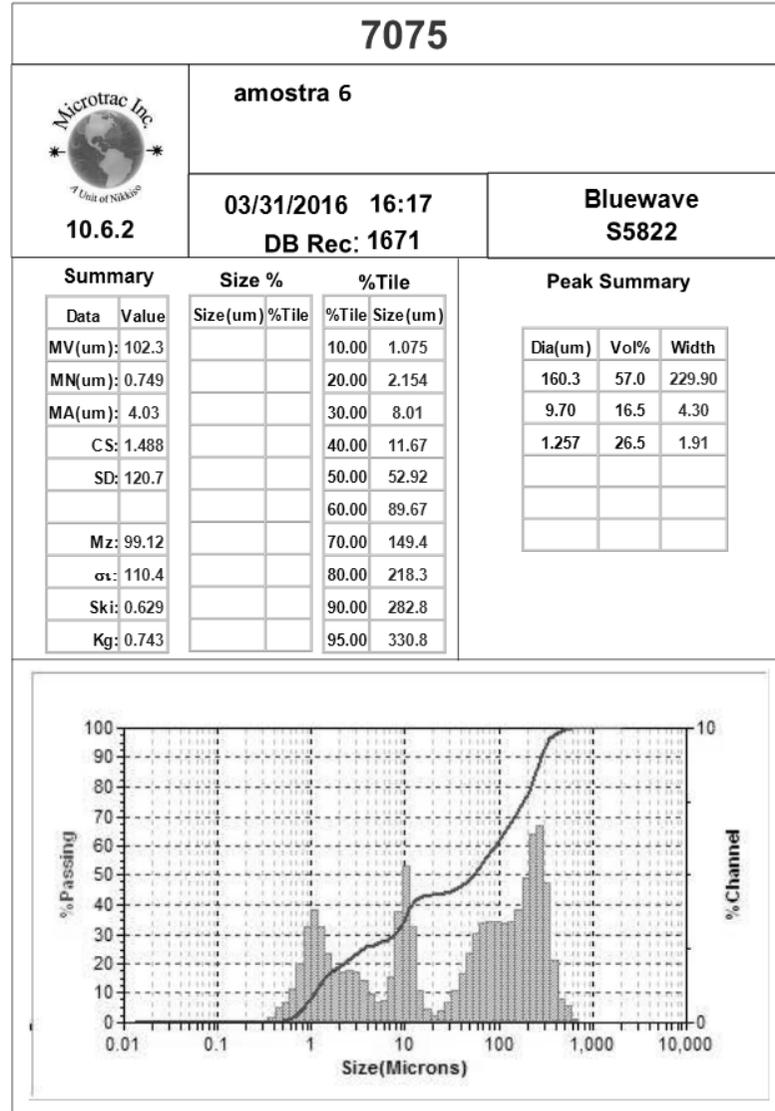
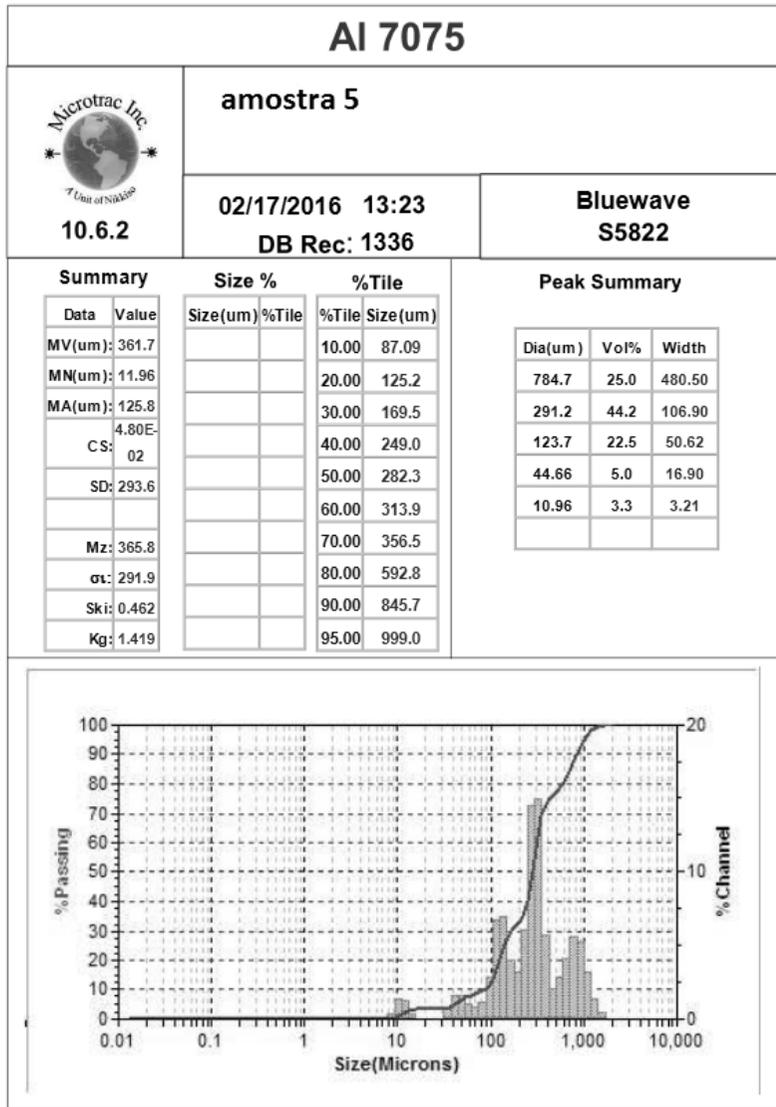
Fonte. Autoria Própria.

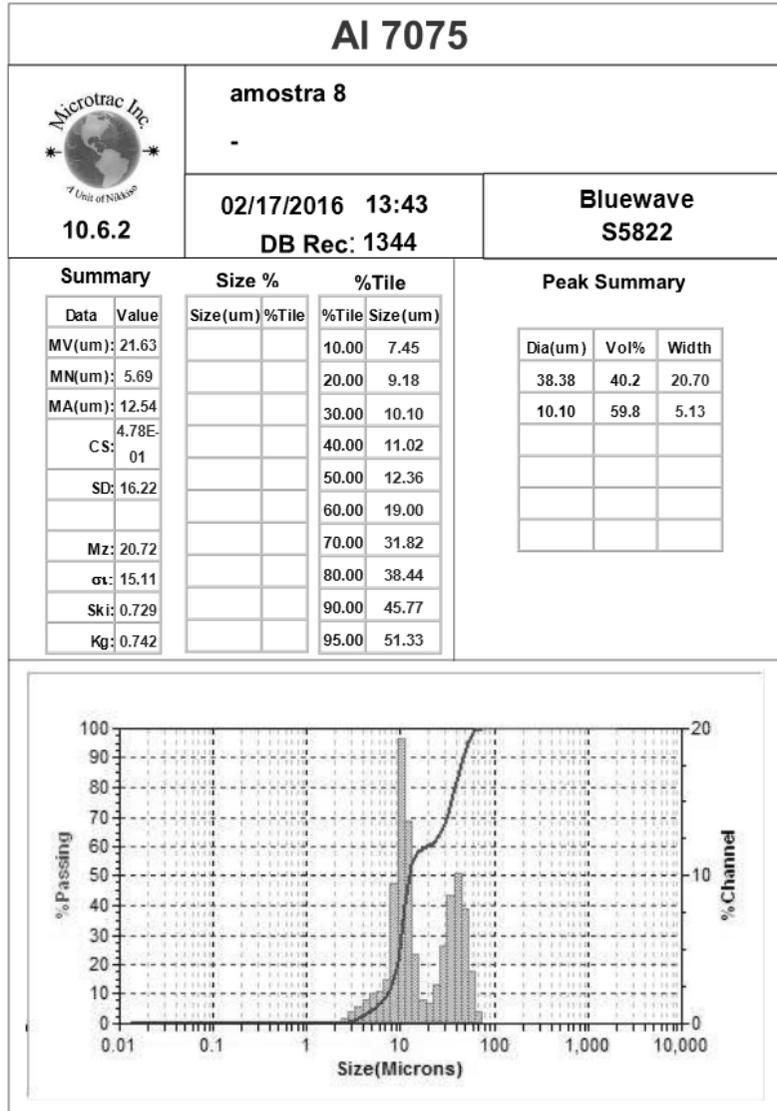
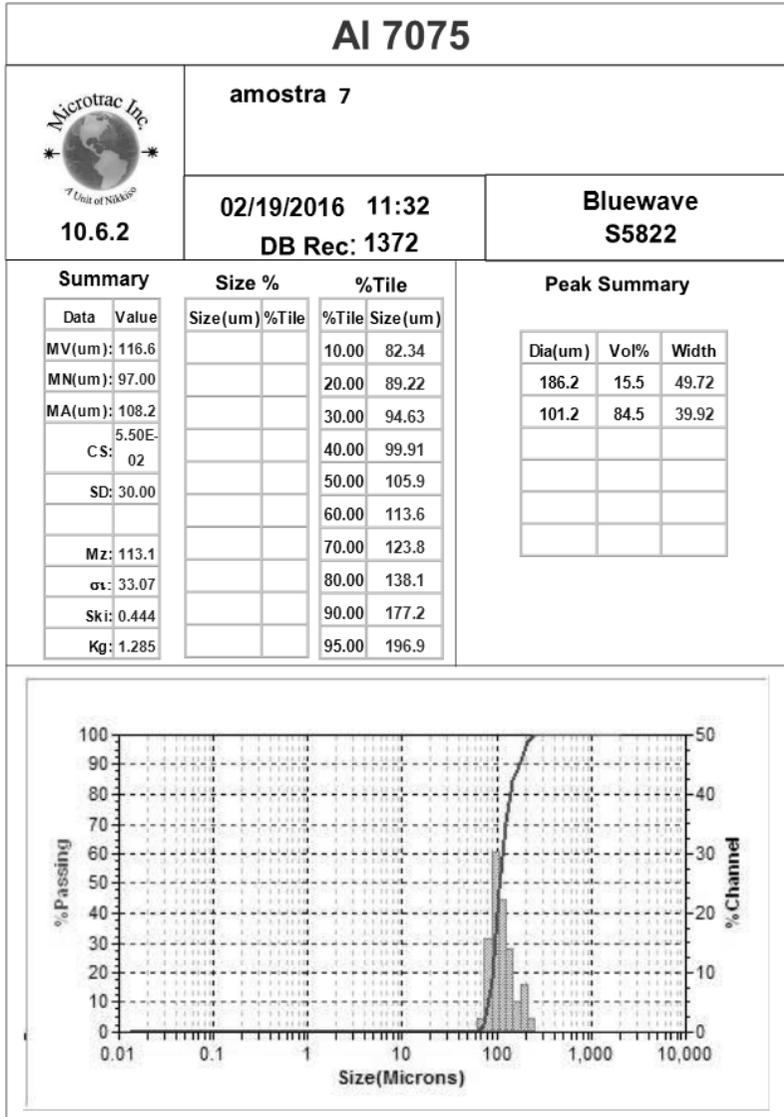
12 Anexos

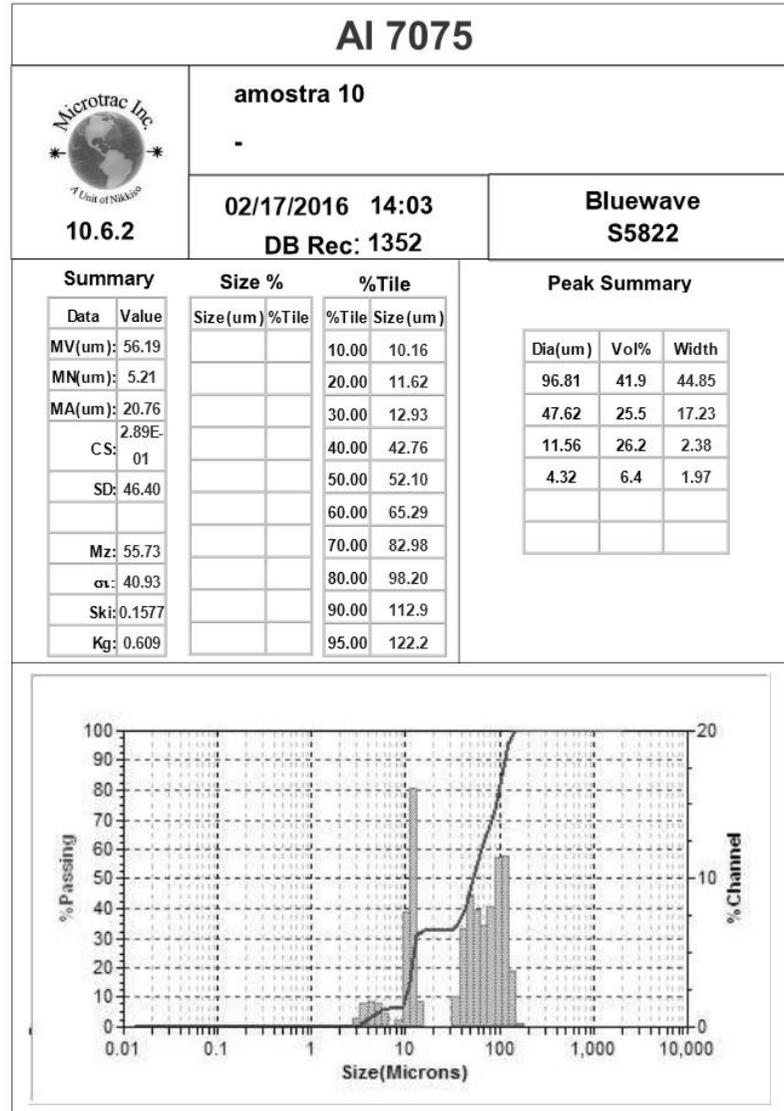
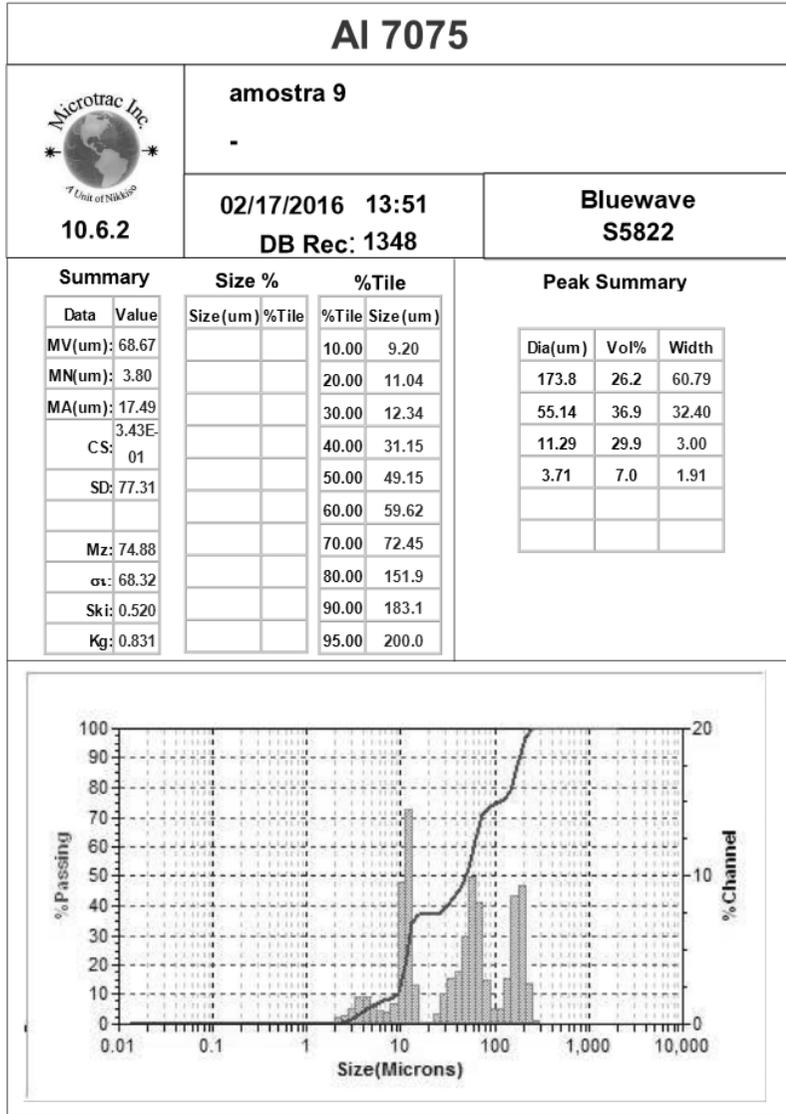
12.1A relatórios do Analisador de partícula.

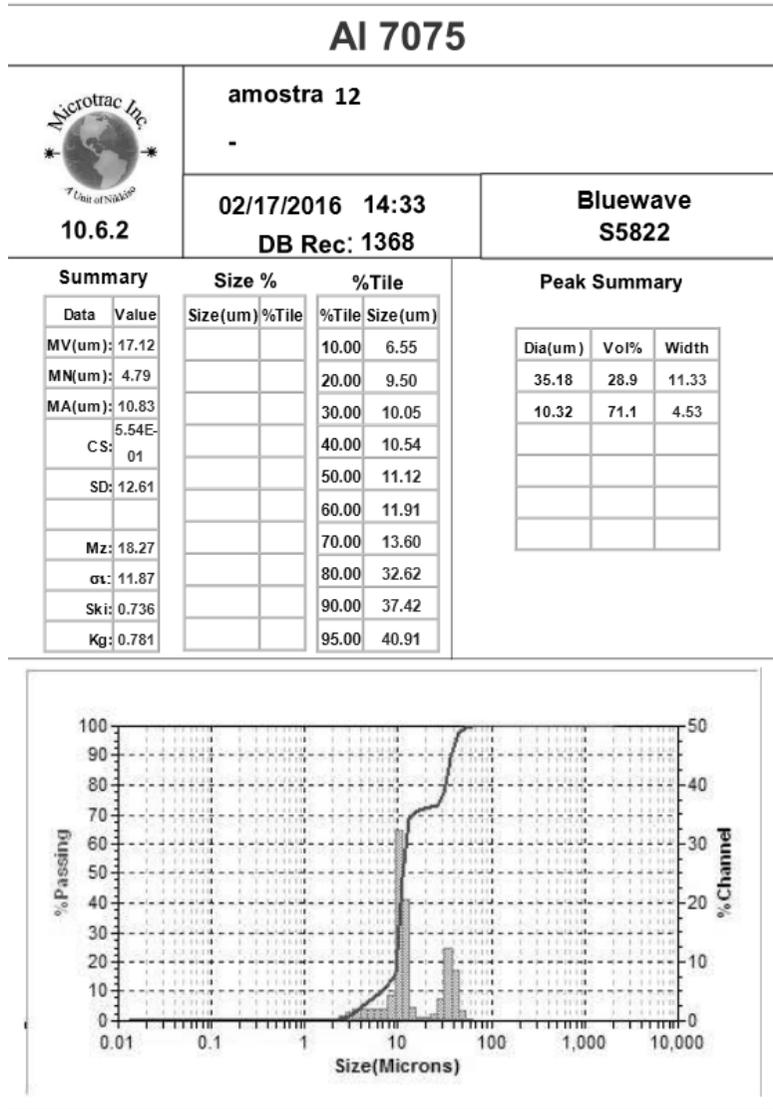
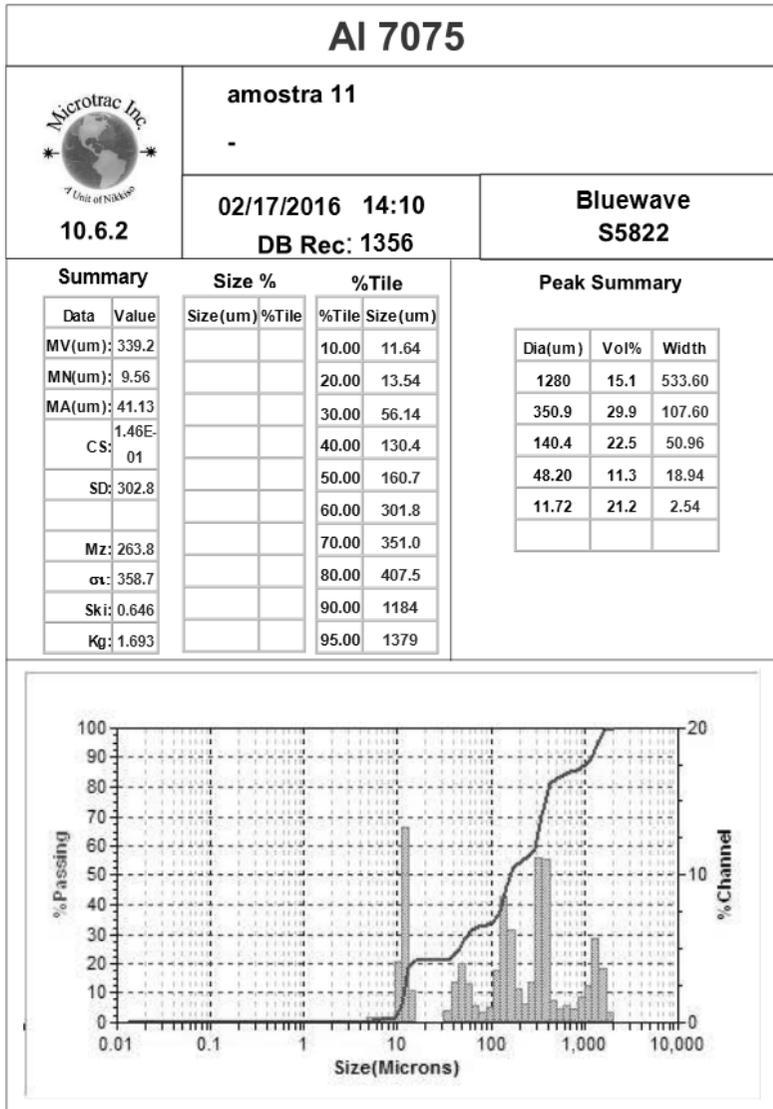


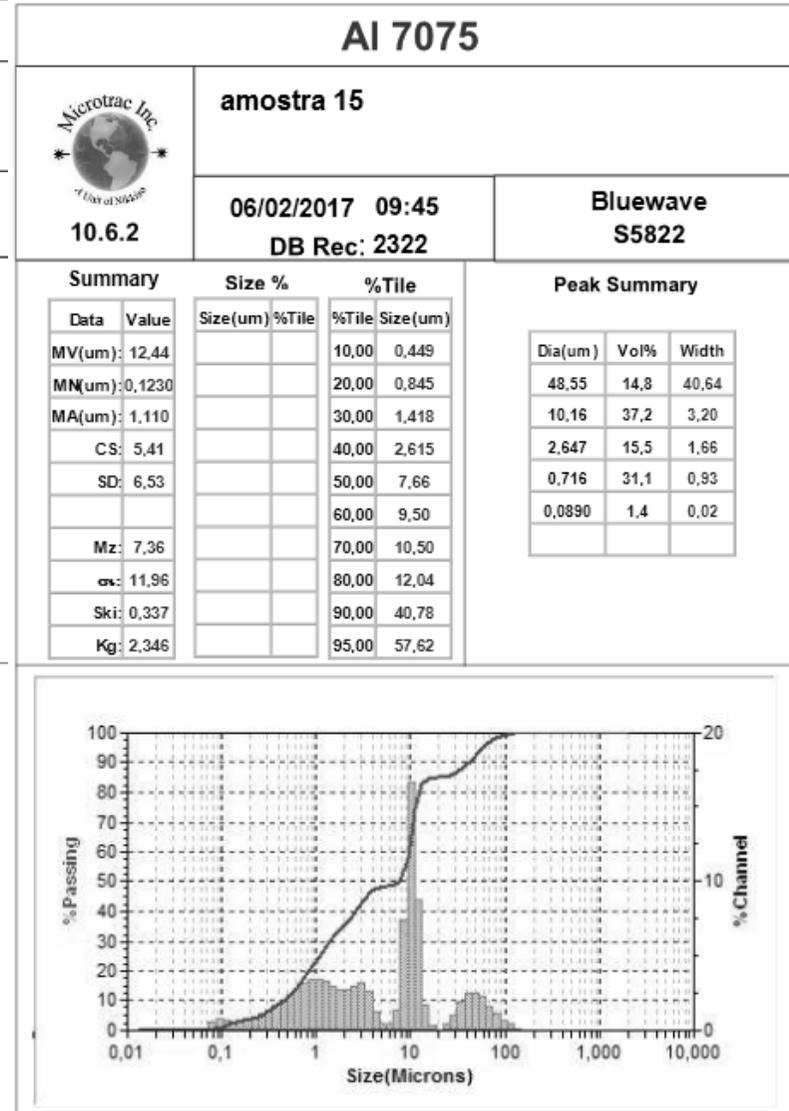
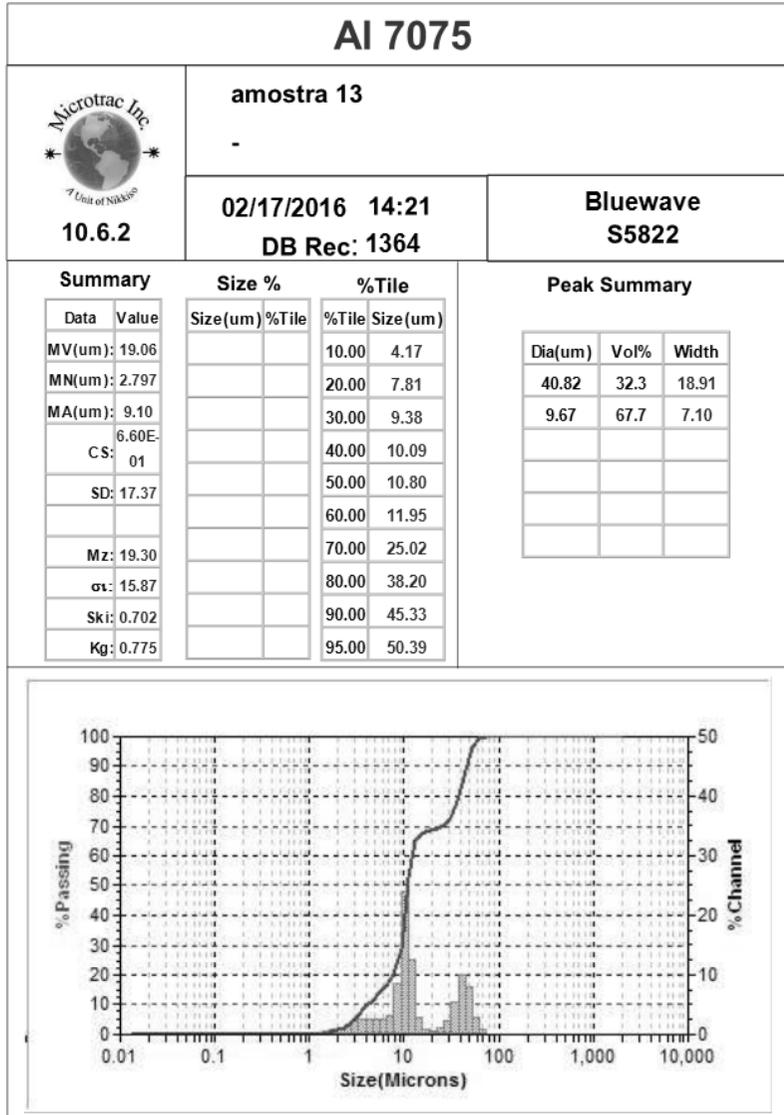


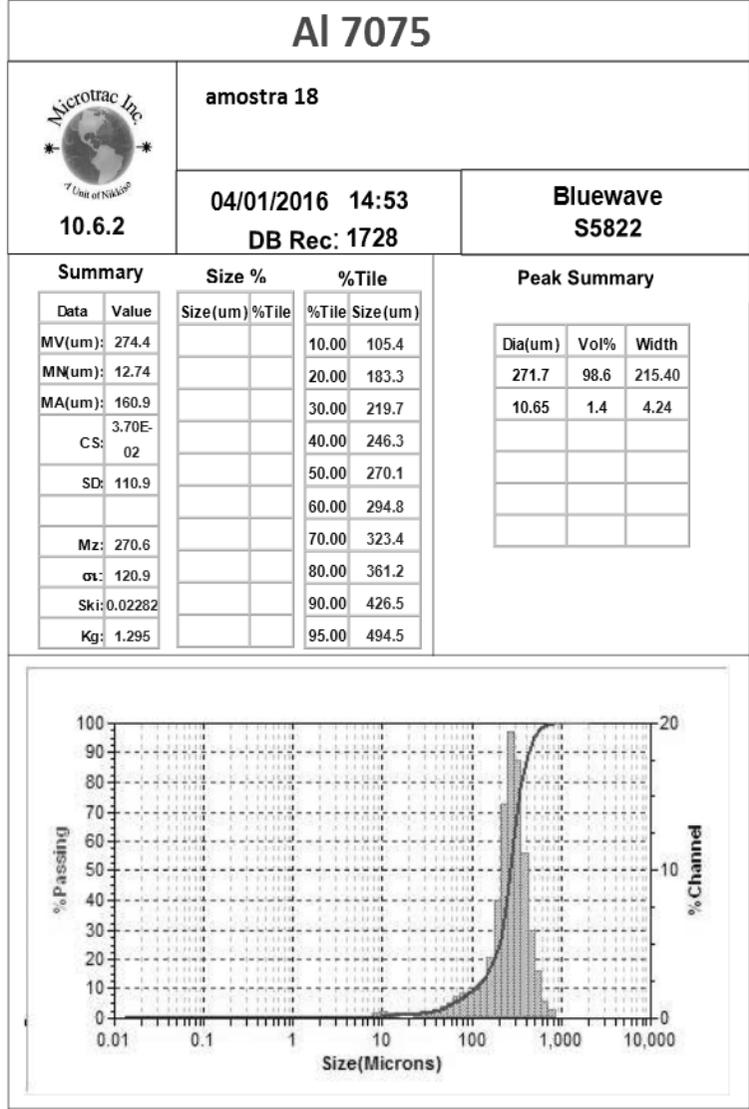
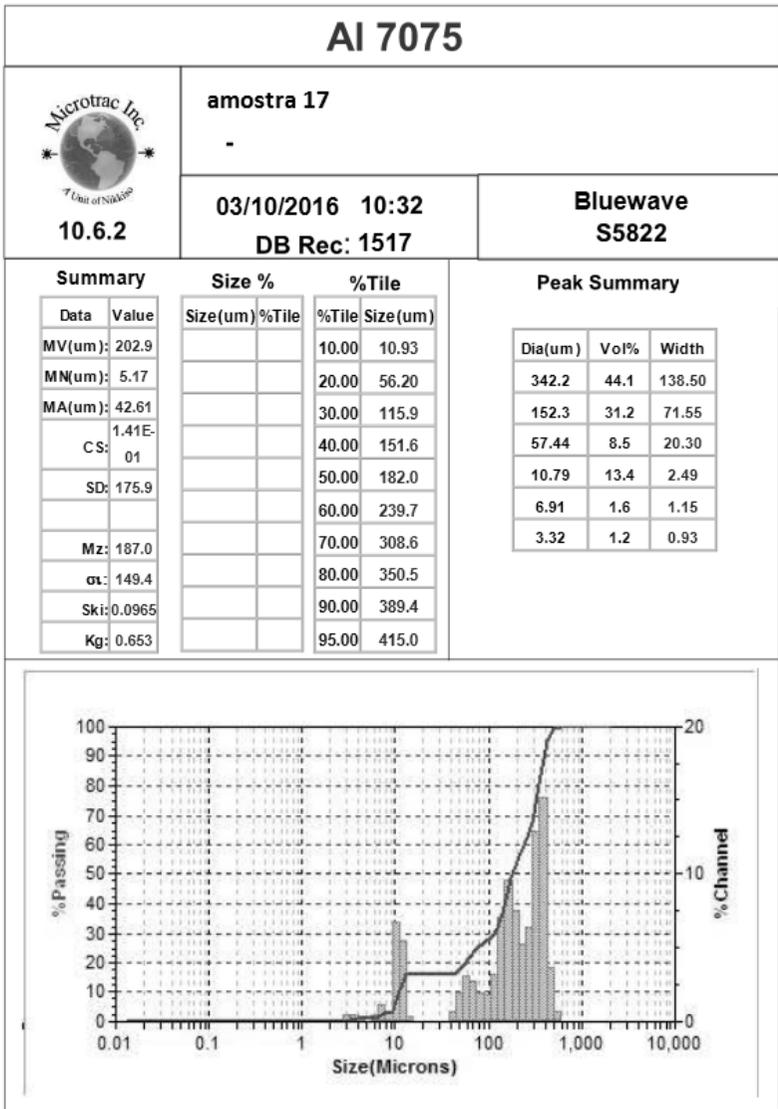


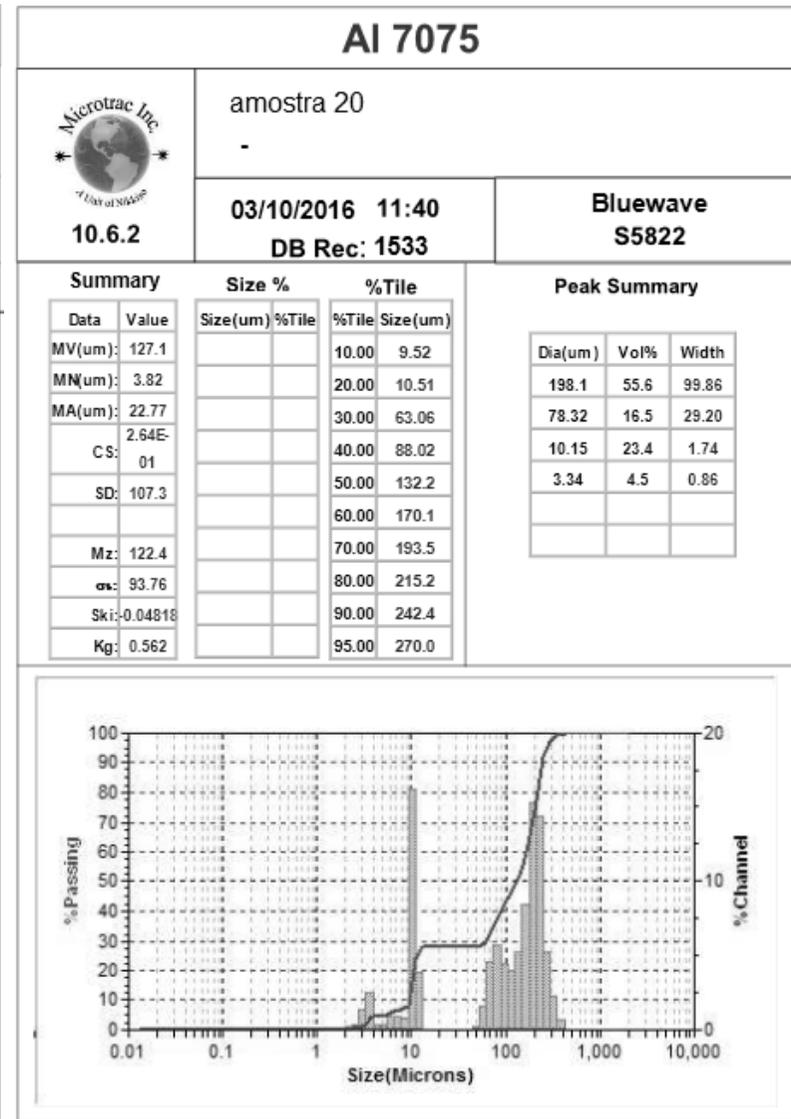
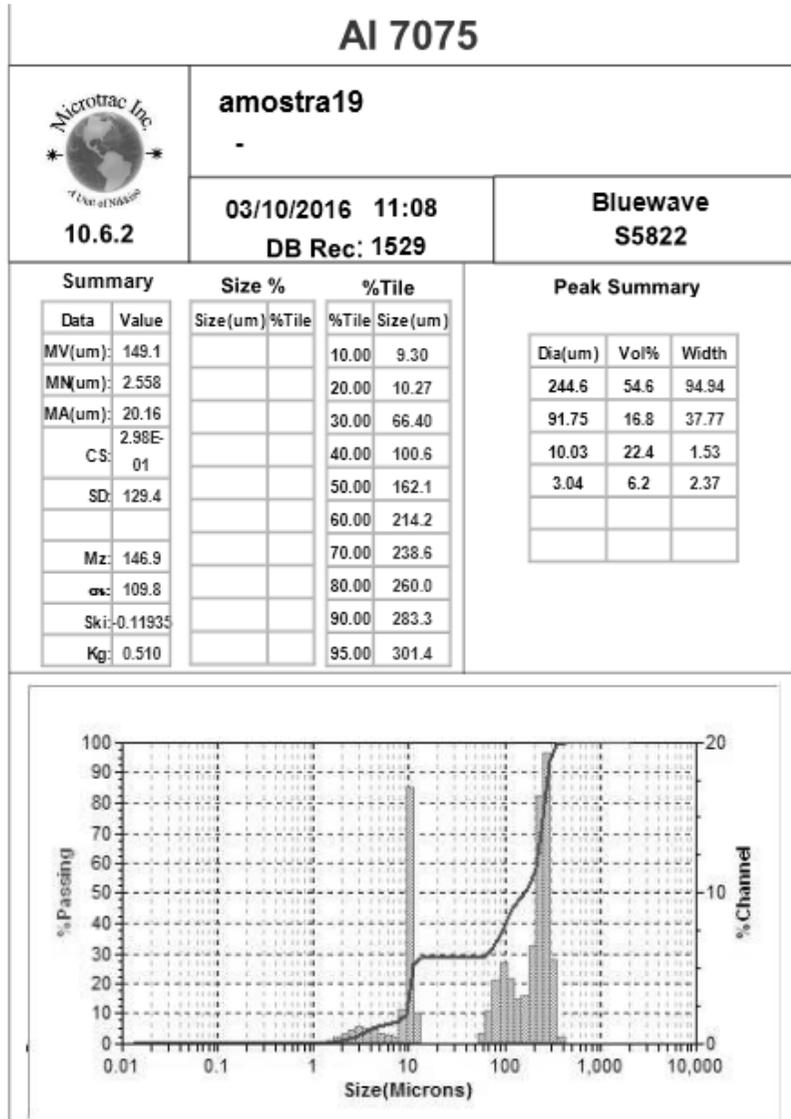


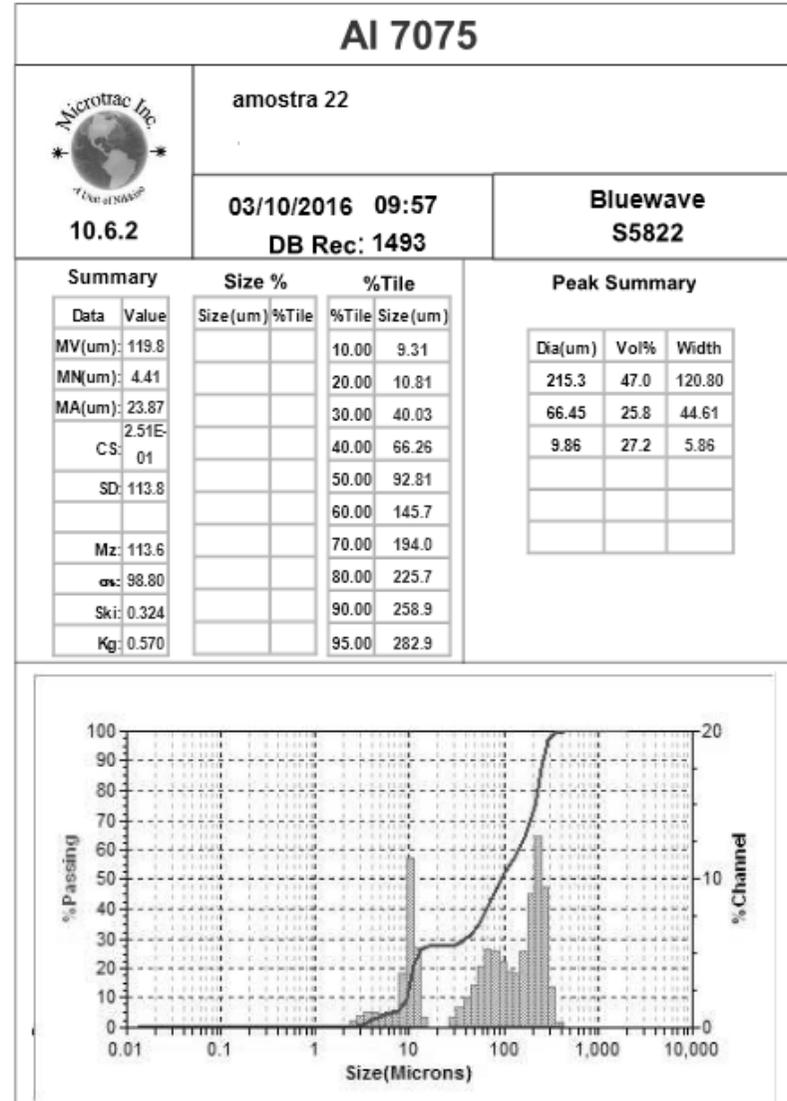
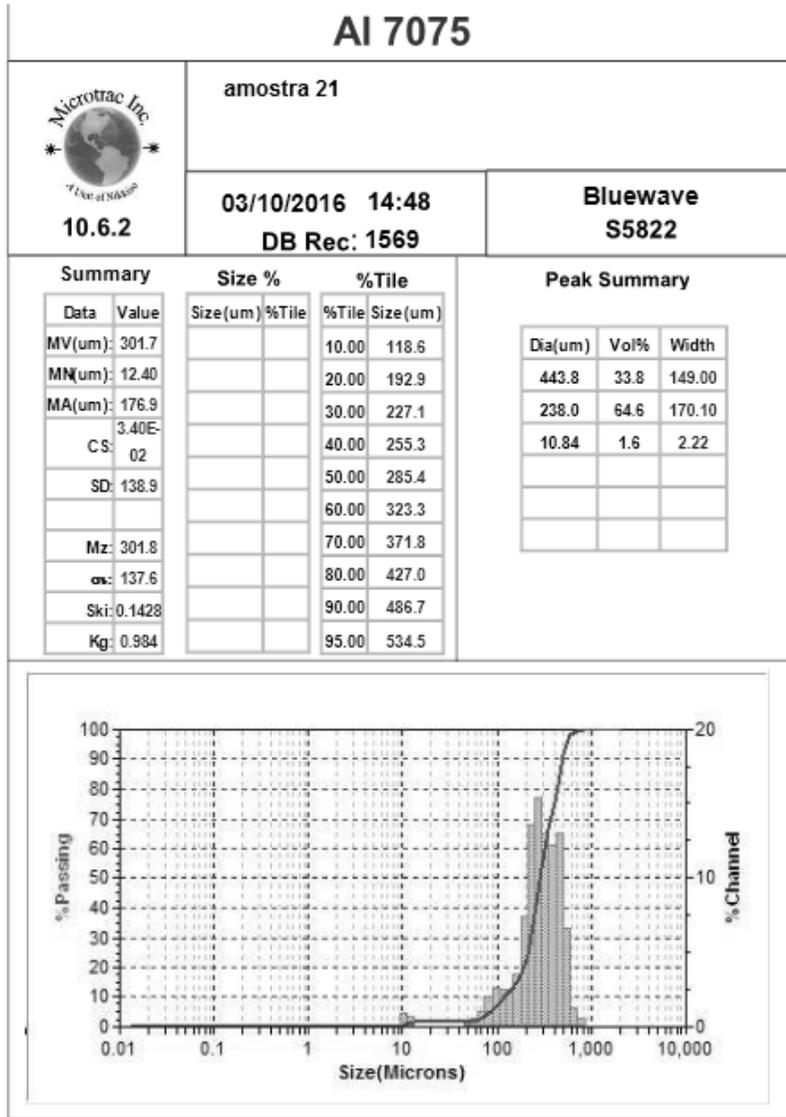


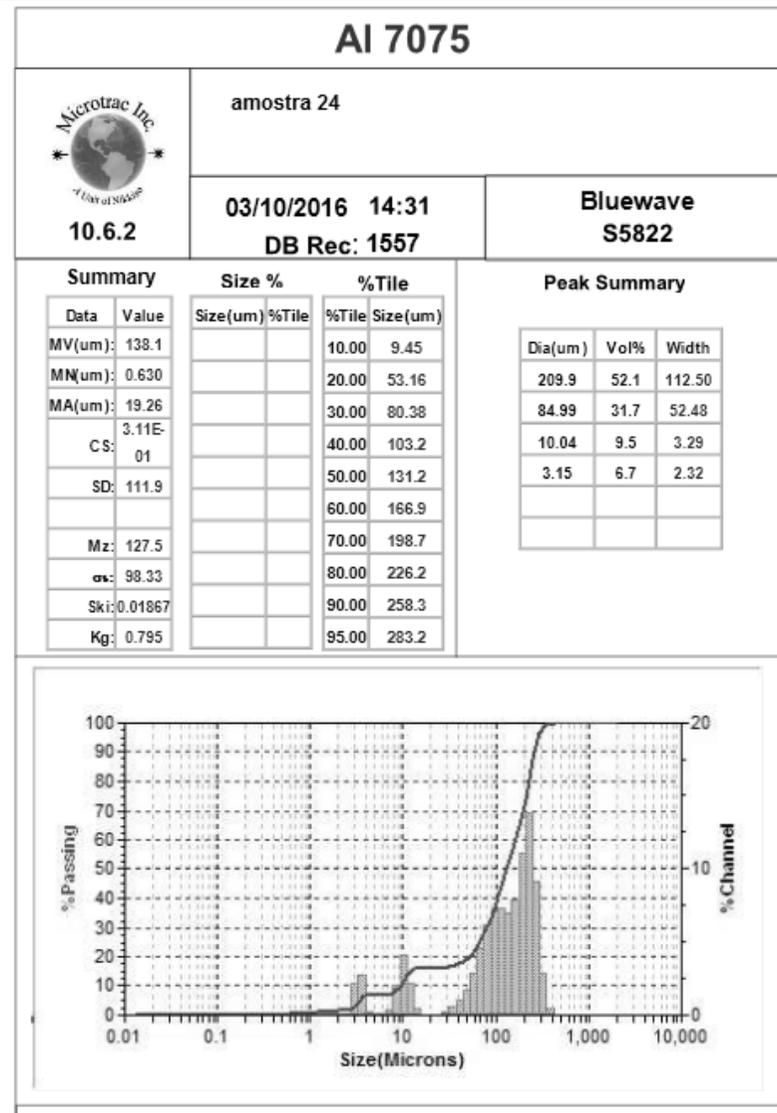
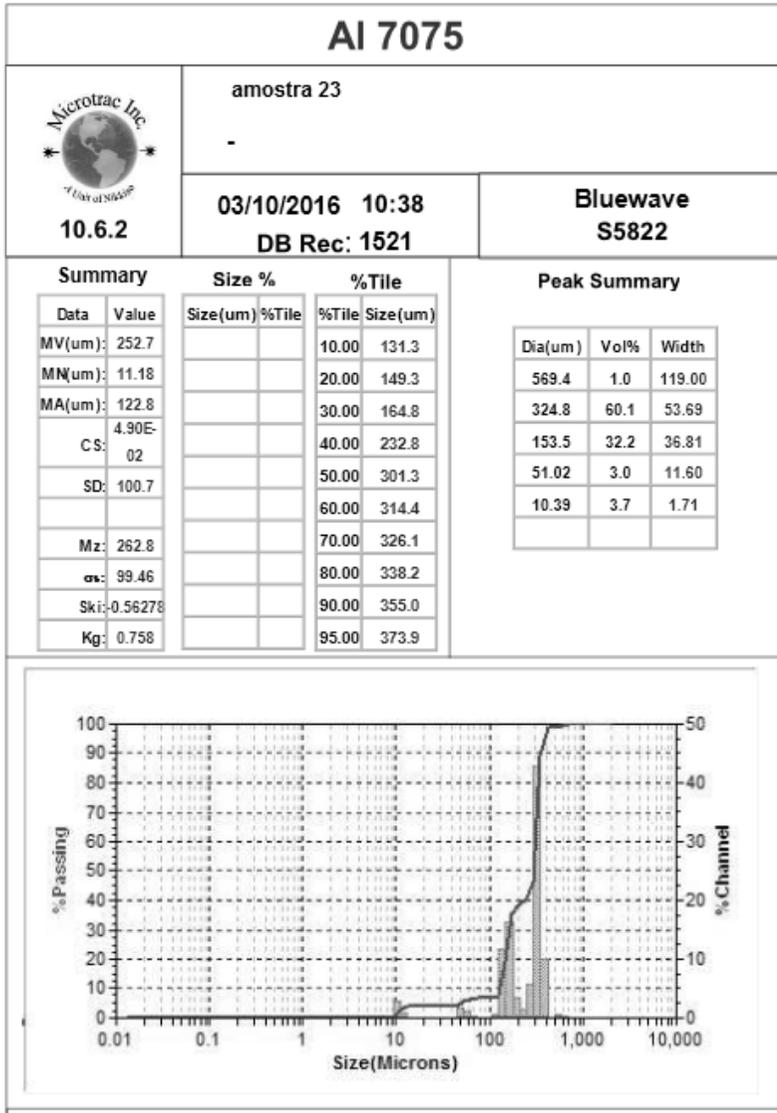


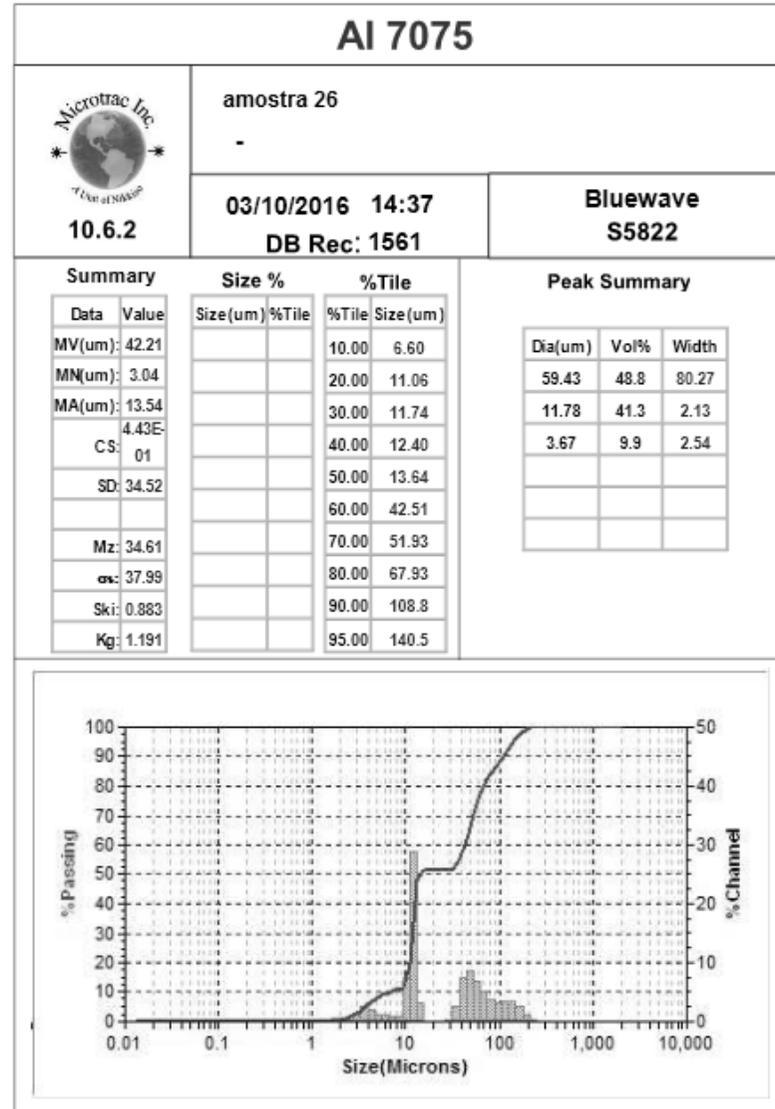
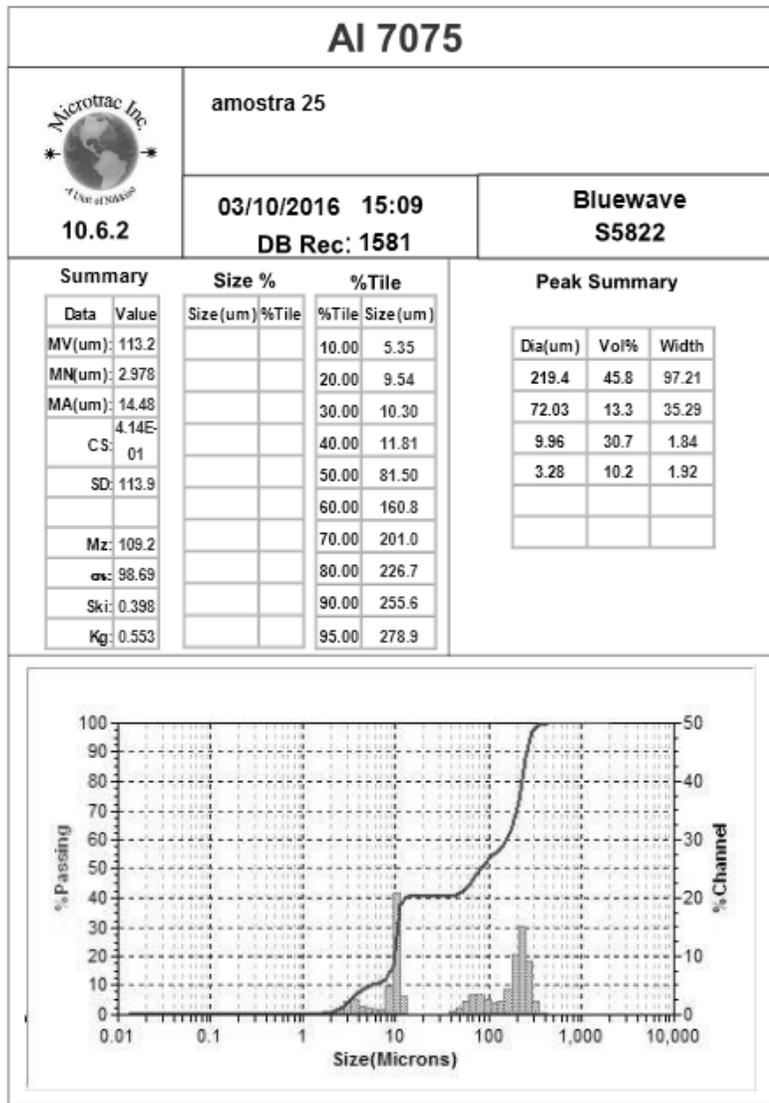


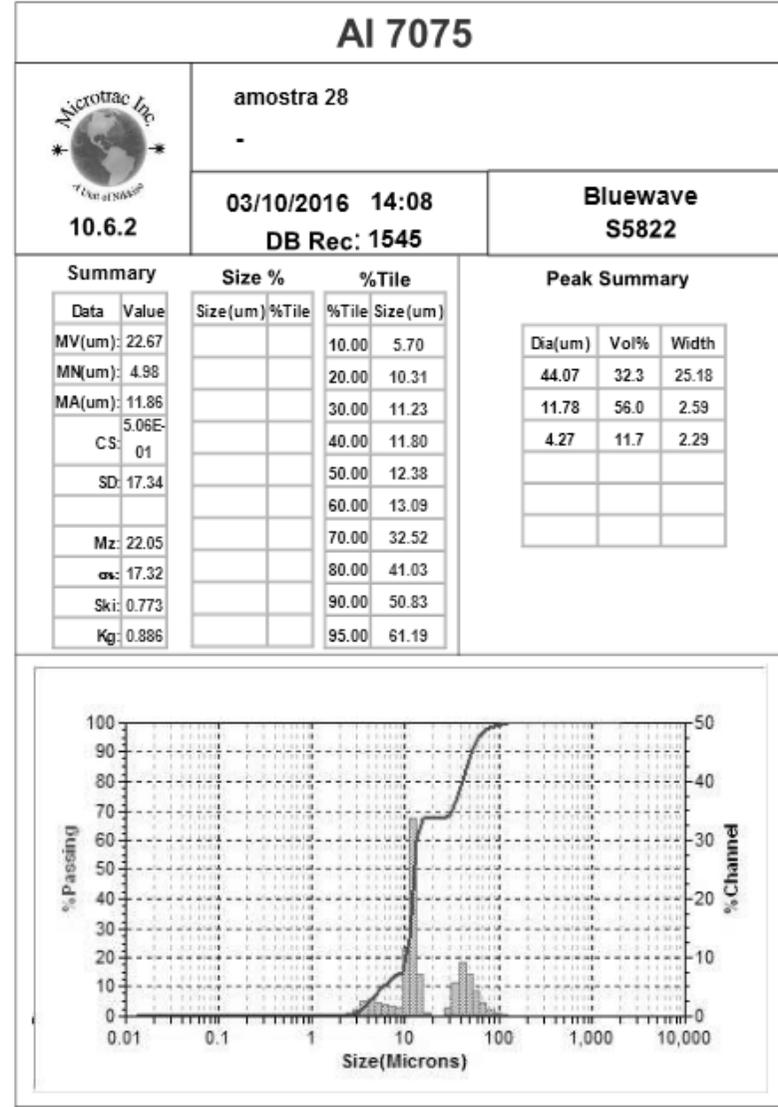
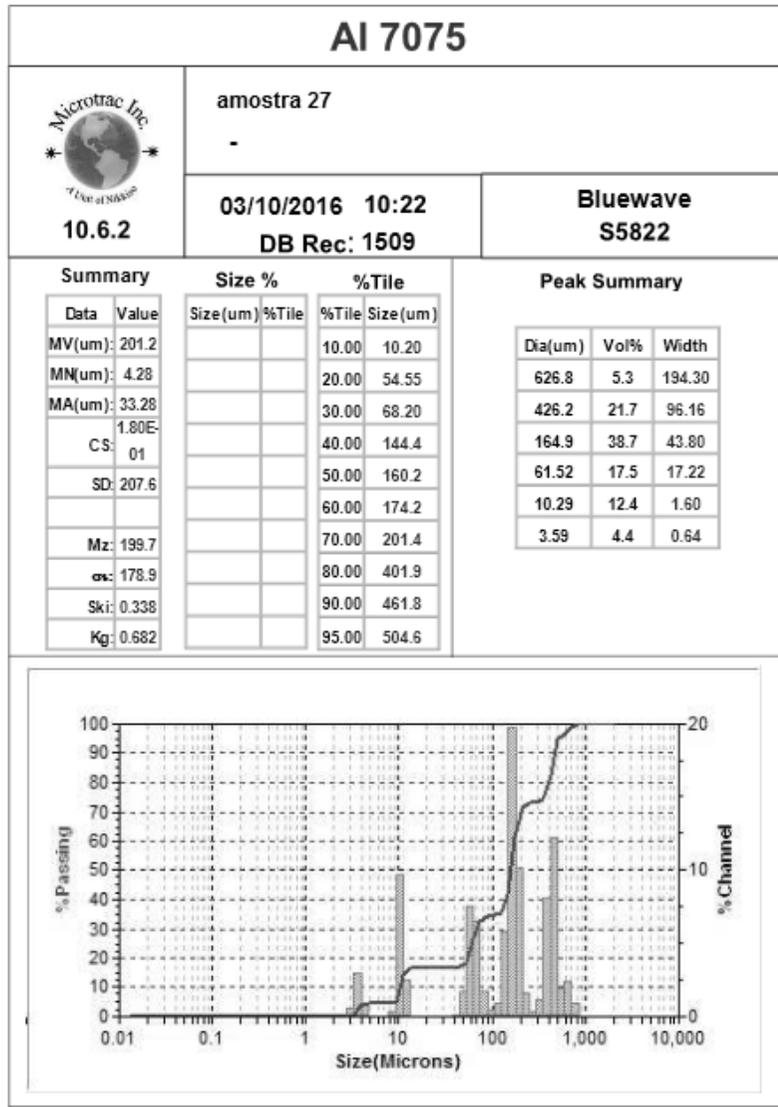


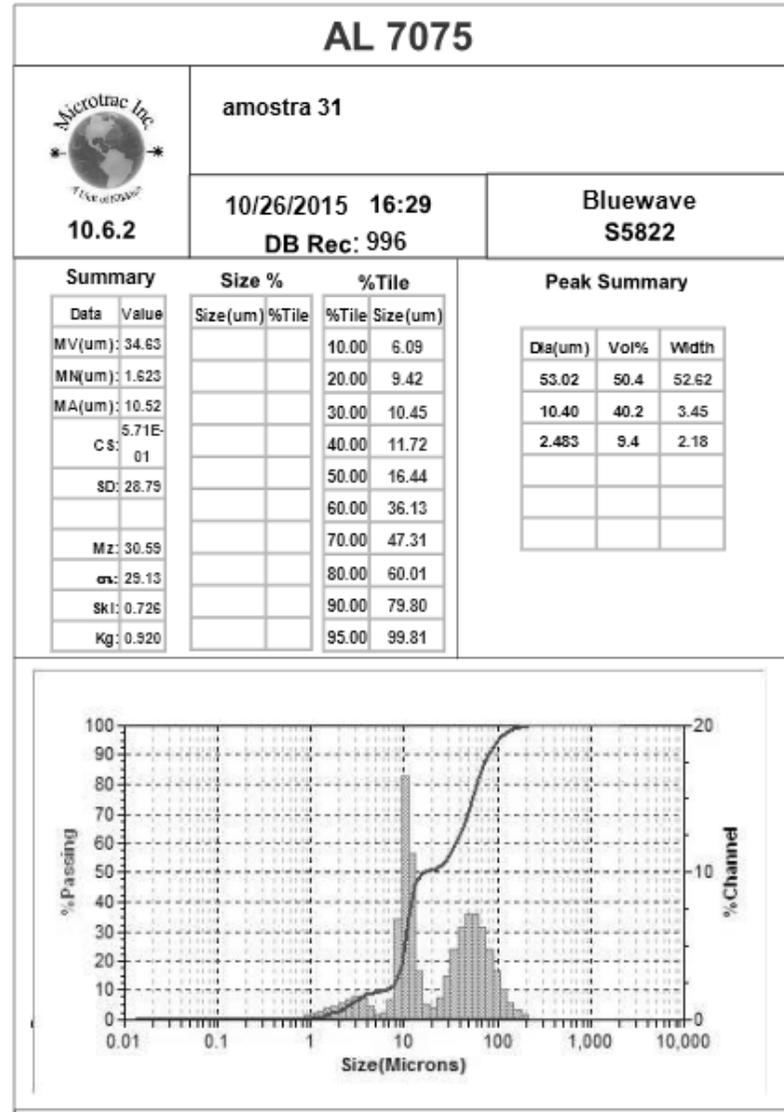
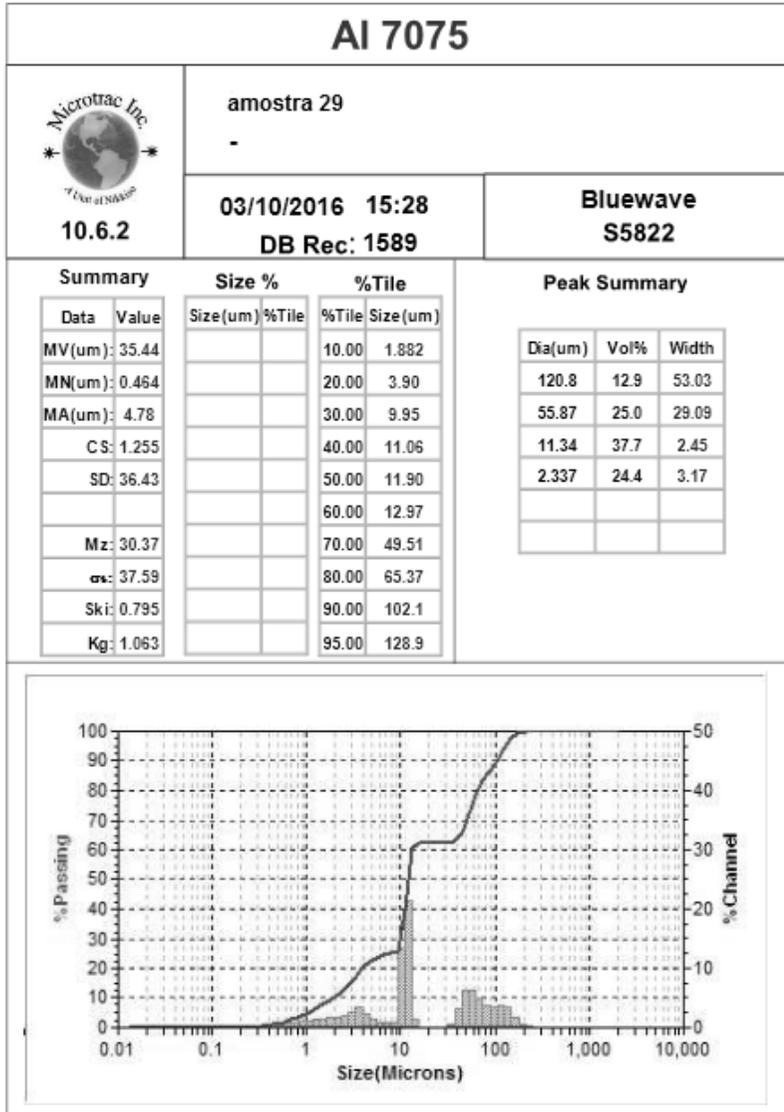


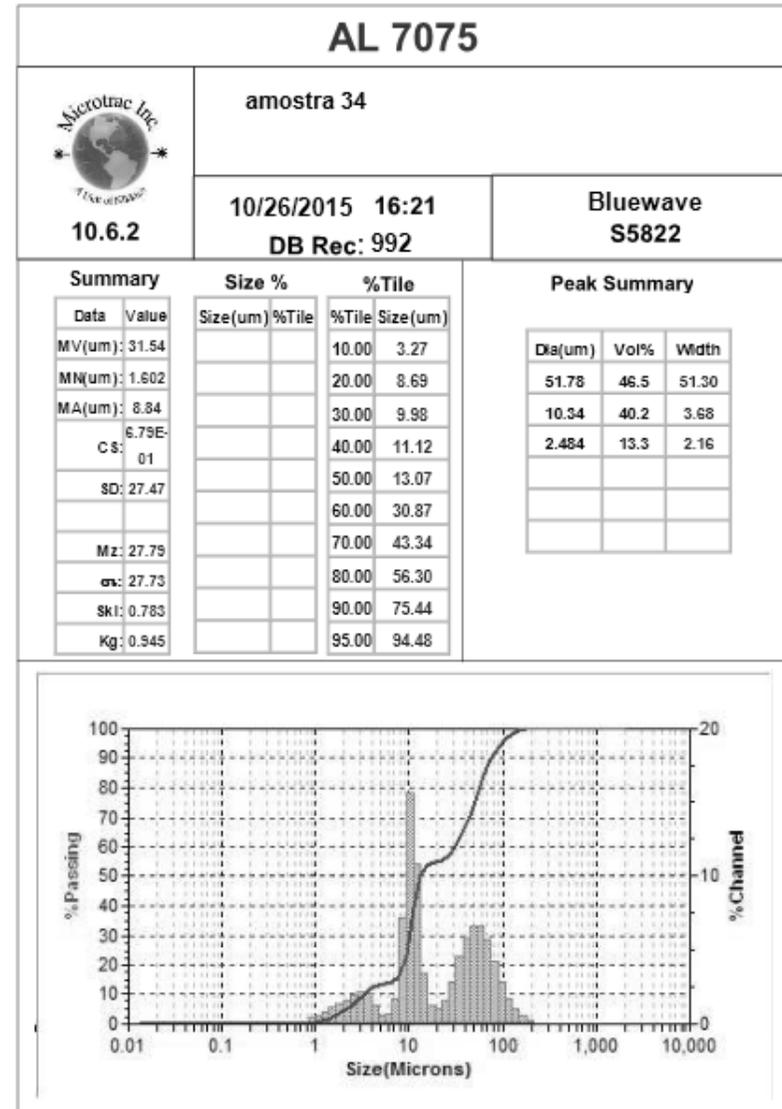
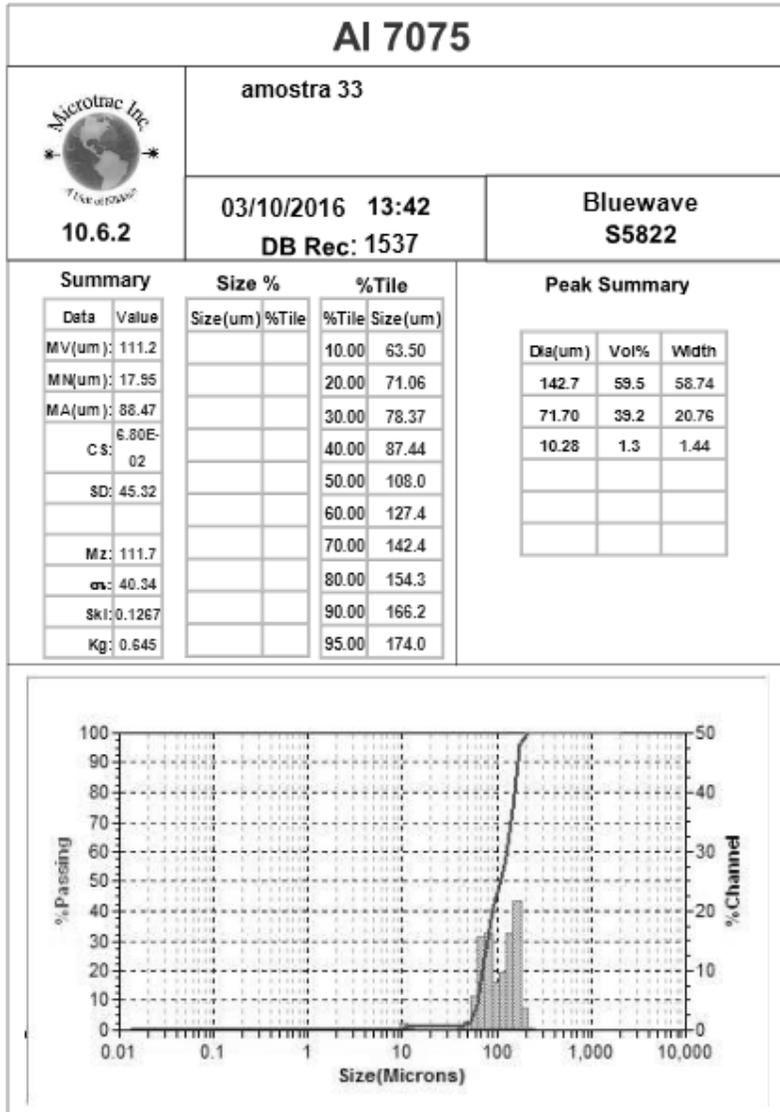


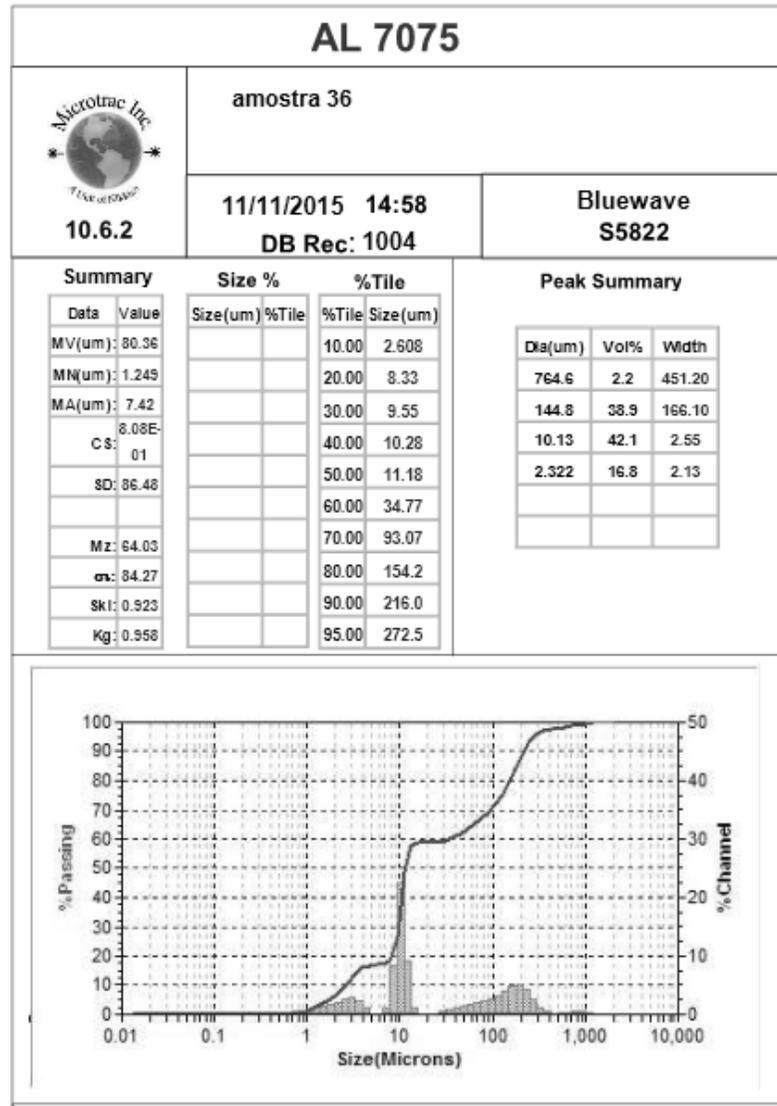
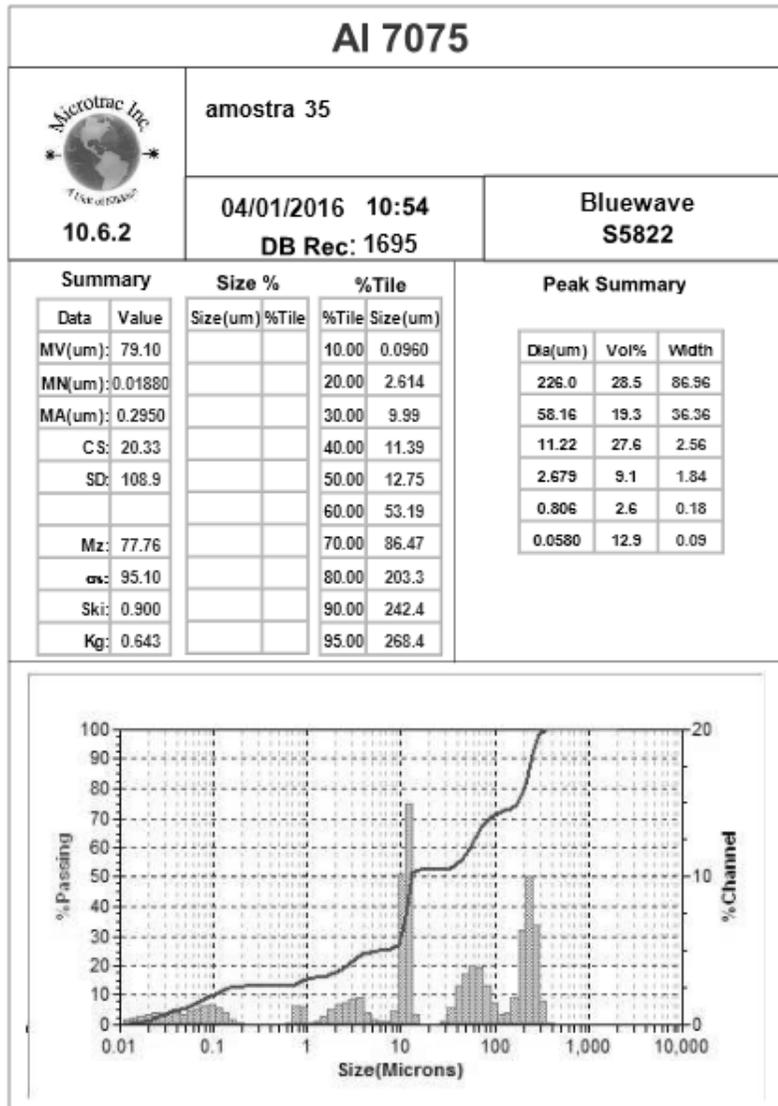








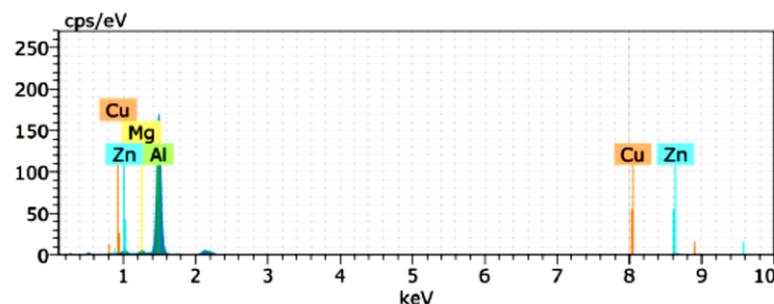




12.2 Relatórios da Análise de EDS do Pó.

12.2.1 Ponto 0 e Ponto 1

EDS Unifei / IEM / LCE

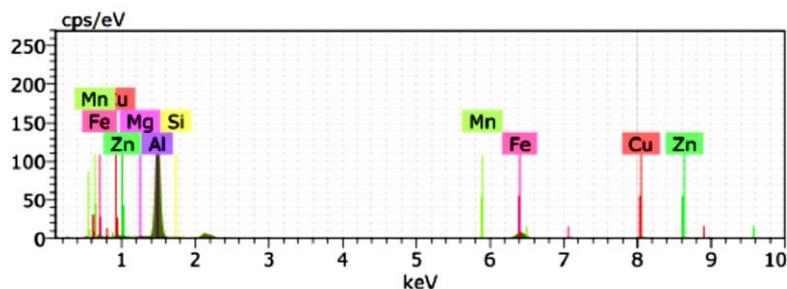


Ponto 0 Date:3/16/2017 4:27:52 PM HV:20.0kV Puls th.:21.14kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	70.70	61.24	65.94	3.40
Au	79	L-series	15.21	13.17	1.94	0.52
C	6	K-series	9.05	7.84	18.96	1.62
Re	75	L-series	6.78	5.87	0.92	0.25
Zn	30	K-series	4.75	4.11	1.83	0.18
O	8	K-series	4.28	3.70	6.72	0.73
Mg	12	K-series	2.10	1.82	2.17	0.14
Cu	29	K-series	1.75	1.52	0.69	0.09
Na	11	K-series	0.68	0.59	0.75	0.07
Cr	24	K-series	0.17	0.15	0.08	0.03

Total: 115.46 100.00 100.00

EDS Unifei / IEM / LCE

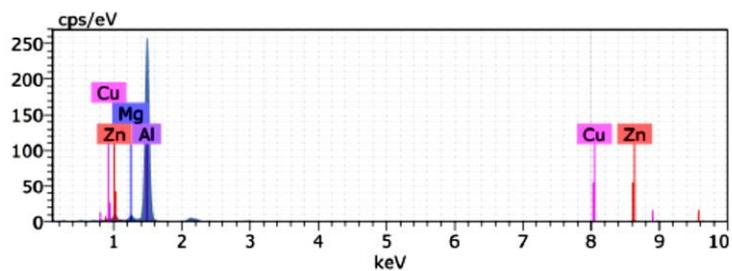


Ponto 1 Date:3/16/2017 4:28:26 PM HV:20.0kV Puls th.:21.98kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	59.87	56.67	68.09	2.88
Fe	26	K-series	16.54	15.66	9.09	0.47
Au	79	L-series	11.67	11.05	1.82	0.41
Cu	29	K-series	5.50	5.21	2.66	0.19
Zn	30	K-series	3.86	3.66	1.81	0.15
O	8	K-series	3.41	3.23	6.55	0.58
C	6	K-series	3.21	3.04	8.21	0.73
Mg	12	K-series	0.96	0.91	1.21	0.08
Si	14	K-series	0.42	0.40	0.46	0.05
Mn	25	K-series	0.20	0.19	0.11	0.04
Ag	47	L-series	0.00	0.00	0.00	0.00

Total: 105.66 100.00 100.00

12.2.2 Ponto 2

EDS
Unifei / IEM / LCE

Ponto 2 Date:3/16/2017 4:29:42 PM HV:20.0kV Puls th.:30.13kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	78.86	70.16	70.56	3.79
C	6	K-series	9.38	8.35	18.86	1.62
Au	79	L-series	9.33	8.30	1.14	0.34
Zn	30	K-series	3.58	3.18	1.32	0.14
Re	75	L-series	3.52	3.14	0.46	0.15
Mg	12	K-series	2.43	2.16	2.41	0.16
O	8	K-series	2.35	2.09	3.55	0.44
Cu	29	K-series	1.30	1.15	0.49	0.07
Na	11	K-series	0.80	0.71	0.84	0.08
Fe	26	K-series	0.74	0.66	0.32	0.05
Cr	24	K-series	0.13	0.11	0.06	0.03
Total:			112.41	100.00	100.00	