

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,**  
**METALÚRGICA E DE MATERIAIS – PPGE3M**

**SANDRO LUÍS ARENHARDT**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DO ALUMÍNIO COM A ADIÇÃO**  
**DE COBRE OBTIDO POR METALURGIA DO PÓ ATRAVÉS DA**  
**SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL E**  
**ASSISTIDA A PLASMA**

**Porto Alegre**

**2017**

**SANDRO LUÍS ARENHARDT**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DO ALUMÍNIO COM A ADIÇÃO DE  
COBRE OBTIDO POR METALURGIA DO PÓ ATRAVÉS DA  
SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL E ASSISTIDA A PLASMA**

**Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia, modalidade Acadêmica.**

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha, PPGE3M – UFRGS**

**Porto Alegre  
2017**

**SANDRO LUÍS ARENHARDT**

**ESTUDO DO COMPORTAMENTO DO ALUMÍNIO COM A ADIÇÃO DE  
COBRE OBTIDO POR METALURGIA DO PÓ ATRAVÉS DA  
SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL E ASSISTIDA A PLASMA**

**Esta dissertação de mestrado foi analisada e julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Processos de Fabricação, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora designada pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.**

---

**Orientador: Prof. Dr. Alexandre da Silva Rocha**

---

**Coordenador: Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann**

**Aprovado em: 29/09/2017**

**BANCA EXAMINADORA**

**Prof. Dr. Antônio Shigueaki Takimi, UFRGS-RS \_\_\_\_\_**

**Prof. Dr. Eduardo Cristiano Milke, IFSUL – Sapucaia do Sul – RS. \_\_\_\_\_**

**Prof. Dr. Vinícius Martins, IFSUL – Pelotas – RS. \_\_\_\_\_**

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, pois sem Ele nada é possível.

Depois, ao professor e competente orientador Prof<sup>o</sup>: **Dr. Alexandre da Silva Rocha**, pela crença na capacidade do pós-graduando, pelo apoio em todos os momentos dos estudos e pesquisas.

Aos professores que participaram da banca, Prof. **Dr. Antônio Shigueaki Takimi**, Prof. **Dr. Eduardo Cristiano Milke** e Prof. **Dr. Vinicius Martins** pelas valiosas colaborações e pelo empenho em avaliar o trabalho.

A UFRGS – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, por disponibilizar o Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM) para a realização das pesquisas, dos ensaios do trabalho e de todos os recursos necessários para a obtenção deste título.

Ao IFSUL – Instituto Federal Sul-Rio-Grandense – Campus de Sapucaia do Sul, por disponibilizar seus laboratórios para realizar alguns dos ensaios do trabalho.

Ao SENAI de Eletromecânica de Sapucaia do Sul, local onde atuo como profissional da educação, pelo apoio do Gestor e Coordenador da unidade, prof. **Roberto Stahnke** e prof. **Alexandre Costa**, por entender da necessidade de minha ausência em alguns momentos para o cumprimento de meus estudos. Com certeza sem este incentivo e apoio não conseguiria ter chego até aqui.

Ao colega de Mestrado e amigo **Magnos Marinho da Silva**, pelo apoio incondicional em todas as etapas deste processo, que ajudou na compactação dos corpos de prova, na preparação metalográfica, na análise dos corpos de prova e em vários outros ensaios deste trabalho, sua ajuda foi de fundamental importância para meu objetivo ser alcançado.

A todos os colegas do Laboratório de Transformação Mecânica - LdTM, especialmente ao **Msc. Guilherme Santos Garcia** e ao **Msc. Gilceu dos Santos Cardoso** que contribuíram no processo de pesquisa do equipamento a Plasma e realizaram a sinterização a plasma das amostras deste trabalho. E a **Msc. Alini Diehl Camacho** da Universidade do Vale do Rio dos Sinos pela valorosa contribuição na interpretação dos resultados da difração de raios-X desta pesquisa.

*Dedico este trabalho a minha família, as minhas três filhas, **Raíssa, Raiana e Sofia Maria**, que em todos os momentos sempre estiveram a meu lado, nas alegrias e tristezas me apoiando e me dando forças para que jamais desistisse deste meu objetivo. E, principalmente a minha esposa, **Marilene Machado Arenhardt**, que jamais deixou de me apoiar em todos os momentos de dificuldades, turbulências, ausências, sempre me ajudando, incentivando e por diversas vezes me empurrando nesta busca para alcançar esta conquista.*

*Sandro Luís Arenhardt*

## RESUMO

Nos últimos anos a indústria como um todo vem sofrendo grandes transformações em seus processos produtivos e na área da metalurgia do pó, não são diferentes. Processos novos são criados, analisados e testados. Avanços recentes da aplicação de ligas de alumínio na indústria aeroespacial e automotiva se fazem presentes. Vantagens como resistência à corrosão, condutividade térmica e elétrica, fazem das ligas de alumínio uma excelente matéria-prima para uso comercial. Neste trabalho foi realizado um estudo teórico-experimental do processo de metalurgia do pó de amostras sinterizadas pelo processo Convencional e a Plasma. O processamento de materiais em plasma mostra-se uma técnica inovadora na metalurgia do pó. É possível realizar a sinterização e extração de ligantes/lubrificantes, bem como realizar a deposição de camadas metálicas e tratamentos termoquímicos. A escolha da atmosfera de sinterização se torna um papel fundamental, sendo que a quebra da camada de óxido dos pós e consequente contração das amostras é fortemente influenciada pela presença de nitrogênio. Foram compactadas e testadas amostras de alumínio com 1%, 2%, 3% 4% e 5% em peso de cobre. A sinterização convencional consiste no uso de equipamentos de aquecimento resistivo e atmosfera controlada. Já a sinterização a plasma foi feita em uma câmara de vácuo onde foi aplicado um potencial elétrico no gás de trabalho. Em ambos os processos a temperatura de trabalho foi de 500°C em atmosfera de nitrogênio com duração de 60min. Após a sinterização as amostras foram caracterizadas quanto a densificação, microdureza, rugosidade, difração de Raios-X, metalografia e compressão. Embora, que a maioria dos resultados encontrados foram melhores na sinterização a plasma comparados com a sinterização convencional, foi evidenciado um aumento significativo nos valores da rugosidade neste processo, a difração de raios-x indicou a formação de fase e a compressão mostrou um comportamento bem superior das amostras sinterizadas a plasma.

**Palavras-chave:** Alumínio, Cobre, Metalurgia do Pó e Sinterização a Plasma.

## ABSTRACT

In recent years the industry as a whole has undergone major changes in its production processes and in the area of powder metallurgy this is not different. New processes are created, analyzed, and tested. Recent advances in the application of aluminum alloys in the aerospace and automotive industries are present. Advantages such as corrosion resistance, thermal and electrical conductivity, make aluminum alloys an excellent raw material for commercial use. In this work a theoretical-experimental study of the powder metallurgy process of samples sintered by the Conventional and Plasma processes was carried out. The plasma processing of materials is an innovative technique in powder metallurgy. It is possible to perform the sintering and extraction of binders / lubricants, as well as to perform the deposition of metallic layers and thermochemical treatments. The choice of the sintering atmosphere is an important aspect for the oxide layer breaking of the powders and consequently the samples density is strongly influenced by the presence of nitrogen. Aluminum samples were compacted and tested with 1, 2, 3, 4 and 5 wt-% of copper. Conventional sintering consists of the use of resistive heating and controlled atmosphere equipment. Plasma sintering was done in a vacuum chamber where an electric potential was applied to the working gas. In both processes the working temperature was 500 ° C in nitrogen atmosphere with a duration of 60min. After sintering, the samples were characterized for densification, microhardness, roughness, X-ray diffraction, metallography and compression. Although, most of the results found were better in plasma sintering compared to conventional sintering, a significant increase in the roughness values was evidenced in this process, the x-ray diffraction indicated phase formation and better properties in compression tests for samples sintered by plasma.

**Keywords:** Aluminum, Copper, Powder Metallurgy, Plasma Sintering.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|  |    |
|--|----|
| Figura 1 - Representação esquemática da compactação da amostra de pó metálico em matriz uniaxial de duplo efeito.....  | 17 |
| Figura 2 - (a) Formação da linha neutra e representação do gradiente de densidade em compactação de duplo efeito e (b) representação da formação de poros alongados durante a compactação..... | 18 |
| Figura 3 - Parte do diagrama de fase Al-Cu evidenciando a região monofásica $\alpha$ onde os átomos de cobre são dissolvidos na matriz de alumínio durante a solubilização.....                | 22 |
| Figura 4 - Curva de compressibilidade para várias ligas de alumínio.....   | 24 |
| Figura 5 - Desenho esquemático do sistema de sinterização em descarga luminescente anormal.....  | 26 |
| Figura 6 - Diagrama de blocos das etapas do trabalho .....   | 28 |
| Figura 7 - Ferramental utilizado para o processo de compactação.....   | 30 |
| Figura 8 - Curva de compressibilidade do Al puro e com 1%, 3% e 5% Cu. ....  | 31 |
| Figura 9 - Ciclo térmico Tempo x Temperatura.....  | 32 |
| Figura 10 - Desenho esquemático do forno resistivo.....  | 33 |
| Figura 11 - Desenho esquemático do forno a plasma.....   | 34 |
| Figura 12 - Amostras verdes antes da sinterização (a), amostras sendo sinterizadas (b) e amostras sinterizadas (c).....  | 35 |
| Figura 13 (a) - Usinagem amostra-Al 1% Cu e (b) Amostras quebradas-Al 4% e 5%...   | 38 |
| Figura 14 - Imagem em MEV do pó de alumínio.....   | 39 |
| Figura 15 - Imagem em MEV do pó de cobre.....  | 40 |
| Figura 16 - Granulometria a laser do pó de Alumínio.....   | 40 |
| Figura 17 - Granulometria a laser do pó de cobre.....  | 41 |
| Figura 18 - Densidade pelo processo convencional.....  | 41 |
| Figura 19 - Densidade pelo processo a plasma.....  | 42 |
| Figura 20 - Densidade pelo processo convencional x plasma. ....  | 42 |
| Figura 21 - Média das Microdurezas pelo processo convencional.....   | 44 |
| Figura 22 - Média das Microdureza pelo processo a plasma.....  | 44 |
| Figura 23 - Média das Microdurezas - processo convencional x plasma .....  | 45 |
| Figura 24- Média das Rugosidades pelo processo convencional .....  | 46 |
| Figura 25 - Média das Rugosidades pelo processo a Plasma. ....   | 47 |



|  |    |
|--|----|
| Figura 26 - Média das Rugosidades pelo processo convencional x plasma.....                   | 47 |
| Figura 27 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 1% Cu..... | 49 |
| Figura 28 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 2% Cu..... | 49 |
| Figura 29 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 3% Cu..... | 50 |
| Figura 30 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 4% Cu..... | 50 |
| Figura 31 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 5% Cu..... | 51 |
| Figura 32 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 1% Cu.....     | 52 |
| Figura 33 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 2% Cu.....     | 52 |
| Figura 34 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 3% Cu.....     | 53 |
| Figura 35 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 4% Cu.....     | 53 |
| Figura 36 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 5% Cu .....    | 54 |
| Figura 37 - Al 1% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 1% Cu Plasma sem ataque (b) .          | 55 |
| Figura 38 - Al 2% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 2% Cu Plasma sem ataque (b) .          | 55 |
| Figura 39 - Al 3% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 3% Cu Plasma sem ataque (b) .          | 56 |
| Figura 40 - Al 4% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 4% Cu Plasma sem ataque (b) .          | 57 |
| Figura 41 - Al 5% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 5% Cu Plasma sem ataque (b) .          | 57 |
| Figura 42 - Al 1% Cu Convencional com ataque (a) e Al 1% Cu Plasma com ataque (b) .          | 58 |
| Figura 43 - Al 2% Cu Convencional com ataque (a) e Al 2% Cu Plasma com ataque (b) .          | 58 |
| Figura 44 - Al 3% Cu Convencional com ataque (a) e Al 3% Cu Plasma com ataque (b) .          | 59 |
| Figura 45 - Al 4% Cu Convencional com ataque (a) e Al 4% Cu Plasma com ataque (b) .          | 60 |
| Figura 46 - Al 5% Cu Convencional com ataque (a) e Al 5% Cu Plasma com ataque (b) .          | 60 |
| Figura 47 - Gráfico de compressão para o processo a Plasma .....                             | 61 |

## LISTA DE TABELAS

|   |    |
|---|----|
| Tabela 1 - Sistema de designação das ligas de alumínio para fundição.....                   | 21 |
| Tabela 2 - Composições das ligas convencionais obtidas por MP (% em peso).....              | 23 |
| Tabela 3 - Dados de Análise do Alumínio conforme o fabricante.....                          | 29 |
| Tabela 4 - Dados de Análise do Cobre conforme o fabricante.....                             | 29 |
| Tabela 5 - Massa dos materiais ensaiados.....   | 29 |
| Tabela 6 - Quantidade de lotes produzidos para cada processo de sinterização realizado..... | 31 |
| Tabela 7 - Parâmetros utilizados na sinterização convencional.....                          | 33 |
| Tabela 8 - Parâmetros utilizados na sinterização a Plasma.....                              | 35 |
| Tabela 9 - Valores médios de densificação das amostras.....                                 | 43 |
| Tabela 10 - Valores de microdurezas das amostras.....                                       | 46 |
| Tabela 11 - Valores das rugosidades das amostras.....                                       | 48 |

## **LISTA DE SIGLAS**

|       |                                       |
|-------|---------------------------------------|
| AISI  | Instituto Americano do Ferro e do Aço |
| DRX   | Difração de raios-x                   |
| LAMEF | Laboratório de Metalurgia Física      |
| MP    | Metalurgia do pó                      |
| MEV   | Microscopia eletrônica de varredura   |
| SAE   | Sociedade dos Engenheiros Automotivos |

## LISTA DE SÍMBOLOS

|               |                          |
|---------------|--------------------------|
| Å             | Angstrom                 |
| $\lambda$     | Comprimento de onda      |
| gf            | Gramma-força             |
| °C            | Graus celsius            |
| °C/min        | Graus celsius por minuto |
| MPa           | Megapascal               |
| #             | Mesh                     |
| $\mu\text{m}$ | Micrometro               |
| mbar          | Milibar                  |
| Vp            | Potencial do plasma      |
| Vcátodo       | Potencial do cátodo      |
| KN            | Quilonewton              |
| KV            | Quilovolt                |
| Ta            | Temperatura ambiente     |
| HV            | Dureza Vickers           |

## SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO</b> .....                                      | <b>12</b> |
| 1.1 OBJETIVO GERAL .....                                       | 12        |
| 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....                                | 14        |
| <b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....                           | <b>15</b> |
| <b>2.1 METALURGIA DO PÓ</b> .....                              | <b>15</b> |
| 2.1.1 Produção e mistura dos pós .....                         | 15        |
| 2.1.2 Compactação dos pós .....                                | 16        |
| 2.1.3 Sinterização do compactado .....                         | 18        |
| 2.1.4 Atmosfera de sinterização .....                          | 19        |
| 2.1.5 Ligas de Alumínio .....                                  | 20        |
| 2.1.6 Obtenção de ligas de alumínio via metalurgia do pó ..... | 22        |
| <b>2.2 SINTERIZAÇÃO ASSISTIDA A PLASMA</b> .....               | <b>24</b> |
| 2.2.1 Descarga luminescente anormal .....                      | 25        |
| 2.2.2 Limpeza superficial .....                                | 26        |
| <b>3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b> .....                       | <b>28</b> |
| <b>3.1 MATERIAL</b> .....                                      | <b>28</b> |
| <b>3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS</b> .....                       | <b>29</b> |
| 3.2.1 Compactação das amostras .....                           | 30        |
| <b>3.3 SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS</b> .....                     | <b>32</b> |
| 3.3.1 Sinterização Convencional .....                          | 32        |
| 3.3.2 Sinterização a Plasma .....                              | 34        |
| <b>3.4 CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS</b> .....                  | <b>36</b> |
| 3.4.1 Análise da Granulometria a Laser .....                   | 36        |
| 3.4.2 Análise da Densidade das amostras .....                  | 36        |
| 3.4.3 Análise de Microdureza Vickers (HV) .....                | 36        |
| 3.4.4 Análise da Rugosidade média (Ra) .....                   | 37        |
| 3.4.5 Análise por Difração de Raios-x .....                    | 37        |
| 3.4.6 Análise da Metalografia .....                            | 37        |
| 3.4.7 Análise de Compressão .....                              | 38        |
| <b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....                          | <b>39</b> |
| 4.1 MEV DOS PÓS .....  | 39        |
| 4.2 GRANULOMETRIA A LASER .....                                | 40        |
| 4.3 DENSIDADE RELATIVA .....                                   | 41        |
| 4.4 MICRODUREZA .....  | 43        |
| 4.5 RUGOSIDADE SUPERFICIAL .....                               | 46        |
| 4.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (CONVENCIONAL) .....                   | 48        |
| 4.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (PLASMA) .....                         | 51        |
| 4.8 METALOGRAFIAS .....  | 55        |
| 4.9 COMPRESSÃO .....   | 61        |
| <b>5 CONCLUSÕES</b> .....                                      | <b>63</b> |
| <b>6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....                | <b>65</b> |
| <b>7 REFERÊNCIAS</b> .....                                     | <b>66</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos a obtenção de peças através do processo da Metalurgia do pó (MP) tornou-se uma técnica interessante para a fabricação de componentes mecânicos com elevada qualidade e controle dimensional, uma vez que através deste processo os custos de produção foram reduzidos devido o aumento do número de peças a serem fabricadas, se tornando uma alternativa atraente para a produção de grandes lotes de peças (BRUNATTO, 2000).

Por outro lado, o interesse da indústria pelo uso de materiais assistido pelo processamento a plasma foi fortemente alavancado pelo uso da técnica de nitretação a plasma para aplicações no setor metal-mecânico, houve um grande crescimento nos últimos anos devido aos benefícios associadas ao uso da descarga elétrica de corrente contínua pulsada em regime anormal (BRUNATTO, 1993, 2000; KLEIN, 2013).

A aplicação do plasma na metalurgia do pó permite o uso de novas tecnologias com o objetivo de ampliar a fabricação de peças sinterizadas de forma mais econômica e eficaz. Existem etapas importantes neste processo, são elas: Mistura dos pós com lubrificante sólido, compactação, remoção do lubrificante, sinterização, calibração e tratamento térmico e/ou termoquímico (quando necessário). Um tempo menor despendido em parte destas etapas pode ser o segredo para a viabilização da tecnologia do plasma. Assim, poder remover o lubrificante e realizar a sinterização utilizando o mesmo forno pode resultar em custos menores de processamento (BINDER, 2006).

A metalurgia do pó via aplicação da tecnologia do plasma se torna uma opção muito interessante de processamento, pois ela possui características singulares de aplicação em um único equipamento, tais como: elevado potencial de limpeza, extração dos lubrificantes, sinterização e tratamento termoquímico. Isto pode resultar em um menor consumo de energia, de insumos e redução em gastos com mão de obra (BINDER, 2006).

O plasma já é bem conhecido no ramo industrial como uma excelente fonte de aquecimento, é muito usado em componentes mecânicos e ferramentas de conformação que necessitam de revestimentos superficiais. O processo acontece através da implantação de íons de nitrogênio na superfície do material, mas também é possível utilizar outros gases no processo. Ao todo as etapas do processo são quatro: evacuação da câmara até a pressão de vácuo, aquecimento até a temperatura de tratamento (também envolvendo um período de limpeza da superfície do material, chamado *sputtering*, onde há a remoção de óxidos da superfície do material), abertura do plasma e efetivo início do processo e resfriamento (CHAPMAN, 1980), (DAVIS, 2002).

No processamento a plasma de peças metálicas que são realizadas via corrente direta, as características geradas são diretamente ligadas ao efeito do bombardeamento de espécies ativas, tais como: remoção de lubrificantes, limpeza superficial (*sputtering*) e aquecimento (e consequente sinterização) (BRUNATTO, 2010).

Outro fator importante na sinterização a plasma é a escolha da atmosfera de sinterização, pois a presença de nitrogênio tem grande influência na quebra da camada de óxido dos pós e consequente contração das amostras, o hidrogênio, por exemplo, mostrou-se prejudicial à sinterização e consequente contração do compactado (SCHAFFER e HALL, 2002).

Na indústria atual o alumínio tem aplicação de destaque, principalmente por possuir uma excelente combinação de propriedades físico-químicas, isto se deve pelo fato de suas propriedades serem muito atrativas, possui apenas 1/3 da densidade do aço, possui alta condutividade térmica e elétrica, alta resistência a corrosão sob vários ambientes e, além disso, sua infinita reciclagem. Estas combinações, aliadas a seu baixo custo, fazem do alumínio e suas ligas um dos materiais de grande aceitação no mercado atual (LUMLEY, 2011).

Uma das principais razões para se produzir ligas de alumínio através da metalurgia do pó é a facilidade com o qual são adicionados elementos químicos que aprimoram as propriedades mecânicas do compactado e como resultado disso, contribui para uma melhor sinterização das amostras. Ao adicionar-se cobre no alumínio, por exemplo, é possível se obter componentes com maior resistência mecânica (SCHAFFER, 2004).

Trabalhos envolvendo a obtenção de compósitos de ligas de alumínio por técnicas de metalurgia do pó convencional, já são conhecidos, é uma técnica versátil nas quais compreendem em geral, a mistura de pós, compactação e sinterização. Mas quando se trata de trabalhos relacionados com a técnica de sinterização por plasma do alumínio com a adição de cobre, ainda é pouco estudado, e este trabalho vem ao encontro destes estudos.

## 1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é avaliar o comportamento do alumínio com a adição de cobre obtido através da metalurgia do pó empregando o processo convencional de sinterização e comparando os resultados obtidos com o processo de sinterização assistido a plasma.

## 1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar através de um comparativo a sinterização em forno resistivo convencional e a sinterização em forno assistido por plasma;
- Avaliar a influência do tipo de processo na densidade aparente das amostras;
- Avaliar a evolução da microdureza em relação ao tipo de processo de sinterização;
- Avaliar a morfologia superficial das amostras após tratamento de sinterização;
- Avaliar a formação de possíveis fases formadas na microestrutura das amostras após a sinterização nos dois processos;
- Caracterizar os compostos quanto à sua microestrutura;
- Caracterizar o composto quanto sua propriedade mecânica-resistência à compressão.



## 2 REVISÃO DE LITERATURA

Visando a compreensão dos conceitos aqui apresentados, neste capítulo são apresentados os fundamentos teóricos de todo o processo de metalurgia do pó, da tecnologia do plasma e as técnicas utilizadas para a realização deste trabalho.

### 2.1 METALURGIA DO PÓ

Segundo German (1994), para a obtenção dos produtos obtidos via metalurgia do pó, deve-se seguir as etapas básicas de processamento:

- produção dos pós;
- escolha e mistura dos pós;
- compactação/moldagem dos pós;
- sinterização do compactado.

Após realizada a sinterização dos componentes, as mesmas já se encontram com as características desejadas para sua utilização, no entanto, se for necessário, os componentes podem ser submetidos a outros processos após a sinterização como o forjamento, calibração ou tratamentos térmicos e/ou termoquímicos como têmpera, ferroxidação, cementação, nitratação, carbonitratação e usinagem.

#### 2.1.1 Produção e mistura dos pós

A fabricação dos pós-utilizados na compactação do processo tem atraído bastante interesse na última década. A habilidade para produzi-los com um custo razoável é um importante desafio na área da Engenharia de materiais. Existem três categorias básicas que são: Métodos mecânicos (atomização de metal fundido, quebra e moagem), métodos químicos (reações de redução) e métodos eletrolíticos (deposição eletrolítica). O método de utilização para a obtenção do pó tem influência direta na qualidade do produto final da MP, pois cada tipo de processo da origem a um tipo de particulado (MORO; AURAS, 2007).

A variação das características dos pós que se deseja obter tem relação direta com o estado do componente compactado antes da sinterização. Havendo nestes pós distribuição de tamanho de partículas, superfície livre e escoabilidade adequadas, é possível adquirir um compactado com propriedades otimizadas para após a sinterização ser possível obter os

componentes finais com as características desejadas e com um baixo custo no consumo de energia (KLEIN, 2001).

Para facilitar o movimento entre as ferramentas e a extração das amostras compactadas é comum utilizar junto com os pós escolhidos a mistura de um lubrificante sólido. Normalmente a porcentagem do lubrificante varia entre 0,5 e 1,5% em peso. Na fabricação de componentes a partir de pós-metálicos os lubrificantes mais utilizados são pós de estearato baseados em Al, Zn, Li, Mg ou Ca. Dentre os apresentados, o lubrificante mais utilizado é o estearato de zinco, consistindo numa cadeia molecular relativamente curta ( $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-COO)}_2\text{Zn}$ , derivada de gordura animal (GERMAN, 1994).

Após obtido os pós desejados para a compactação devidamente caracterizados, os mesmos são encaminhados para a mistura, sendo esta a primeira operação realizada para se obter peças mecânicas através da metalurgia do pó. Esta operação é muito importante, pois sua principal função é garantir a homogeneidade dos vários componentes da massa em pó com relação aos seguintes aspectos: distribuição granulométrica, densidade aparente, escoabilidade e composição química. Para realizar esta operação faz-se necessário o uso de misturadores, que são equipamentos compostos por um compartimento, onde são inseridos os materiais, que é acoplado a um eixo que rotaciona com a ajuda de um motor. Existem vários tipos de misturadores, mas os mais usuais são o tipo “Y” (duplo cone) e o tipo cilindro rotativo (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

### **2.1.2 Compactação dos pós**

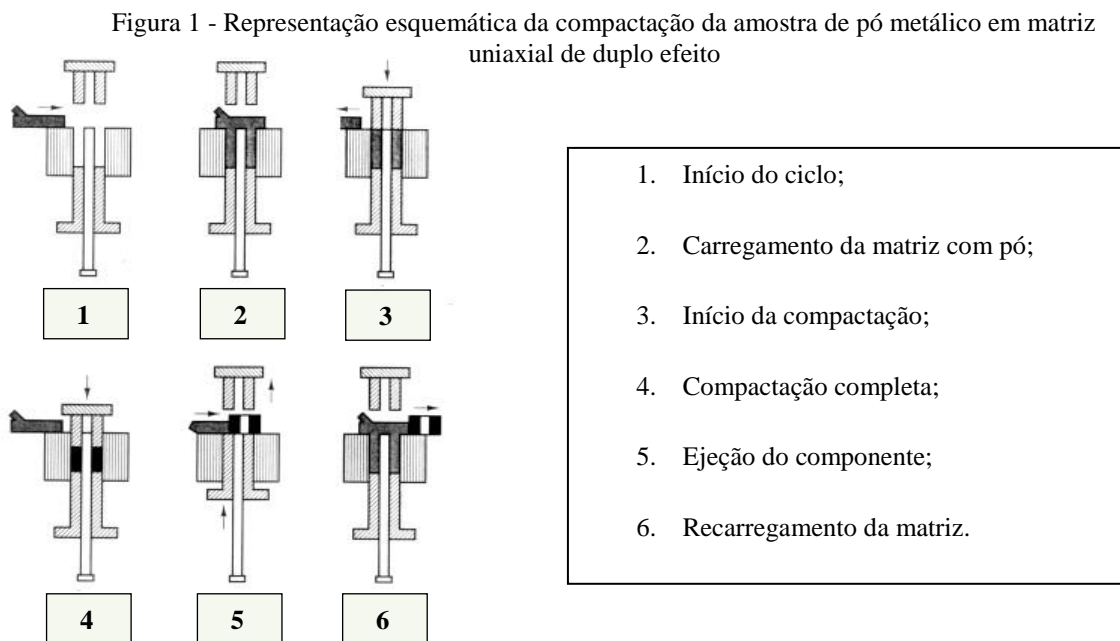
A compactação é outra etapa muito importante do processo, pois é nela que ocorre a densificação da massa do pó dos materiais que se deseja fabricar e é nesta etapa que se obtém a forma final do produto, a geometria desejada. A pressão de compactação e a ductibilidade dos pós utilizados terá influência direta na densidade a verde alcançada. Existem algumas técnicas utilizadas para a conformação destes pós, entre elas: compactação uniaxial em matrizes, compactação isostática, injeção de pós, laminação de pós e extrusão de pós (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

O material prensado na compactação chama-se compactado a verde e é originado pela interação mecânica que acontece entre as irregularidades das superfícies das partículas. Para se ter maior resistência mecânica a verde de um compactado é necessário o aumento de pressão de compactação ou pela maior rugosidade superficial das partículas, este último acaba

criando mais sítios de interação mecânica e por consequência gera maior área de interação entre essas partículas (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

Além disso, segundo Albaro (2001), existindo uma falta de uniformidade na compactação, caracterizada pela presença de gradientes de densidade a verde, pode acabar acarretando prejuízos excessivos nas deformações na subsequente etapa de sinterização. As principais causas dos gradientes são atrito entre as partículas e as paredes do molde, preenchimento não uniforme do molde e a baixa fluidez dos pós.

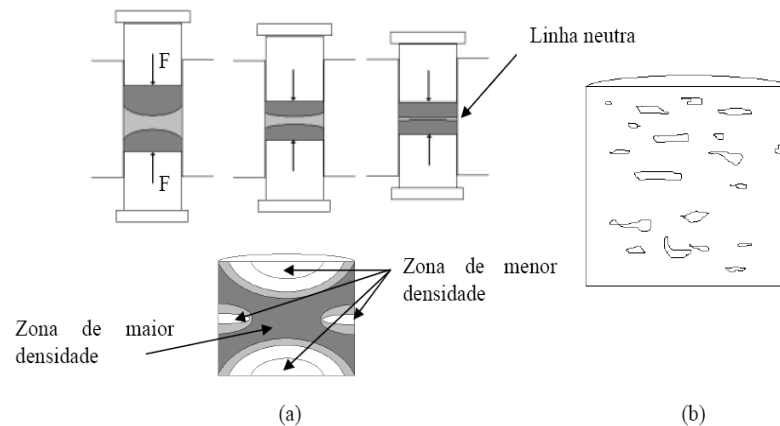
Uma das técnicas mais usadas para a compactação de componentes é o da uniaxial de duplo efeito (Figura 1), esta técnica é muito utilizada para a prensagem de pós com geometria simples. Neste tipo de processo ocorre o preenchimento do pó que ocorre pela cavidade de uma matriz presa a uma base flutuante e então é compactado pelos punções superior e inferior (GERMAN, 1994).



Fonte: (adaptado de *Powder Metallurgy Design Solutions, 1999, MPIF*).

Devido ao atrito que ocorre com as paredes da matriz, o que acaba resultando em retração anisotrópica durante a sinterização (Figura 2a), gradientes de densidade são introduzidos no compactado. O compactado também pode apresentar poros achatados em relação a direção de compactação e alongados na direção perpendicular (Figura 2b), isto também se deve ao processo de compactação (GERMAN, 1994).

Figura 2 – (a) Formação da linha neutra e representação do gradiente de densidade em compactação de duplo efeito e (b) representação da formação de poros alongados durante a compactação.



Fonte: GERMAN, 1994.

Este compactado é gerado com o formato final muito próximo ao que se deseja na manufatura, porém, é muito frágil e seu incorreto manuseio pode acabar esfarelando toda a peça (MORO; AURAS, 2007).

### 2.1.3 Sinterização do compactado

Após realizada a compactação das peças, a próxima etapa é o da operação fundamental da técnica de metalurgia do pó: a sinterização. É neste momento que é consolidada a fase final do ciclo dos pós-metálicos. Para ocorrer a sinterização é necessário o aquecimento dos compactados a verde a elevadas temperaturas, porém, abaixo do ponto de fusão do metal base ou da principal liga metálica constituinte. Também é necessário total controle da atmosfera utilizada, pois isto previne reações químicas não desejadas entre as peças compactadas e o ambiente atmosférico, evitando principalmente a oxidação do compactado. Impurezas podem ser removidas ou transformadas em fases inibidas (NASLAUSKY, 2002).

Quando se trata de sinterização, existem rigorosamente dois tipos básicos: a sinterização por estado sólido e a sinterização por fase líquida. Para que qualquer tipo de sinterização aconteça é necessária a aplicação de uma força motora que atue na diminuição da energia livre superficial do conjunto de partículas. Esta diminuição ocorre por meio do desaparecimento da interface material/poro, que é substituída pela interface material/material, quando a porosidade desaparece. Com a sinterização no estado sólido é possível conseguir uma estrutura com porosidade controlada, já a sinterização por fase líquida é possível conseguir o fechamento total das porosidades (SILVA, A.G.P., ALVES JUNIOR, C., 1998).

A sinterização é definida como um tratamento térmico com condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera, e velocidade de aquecimento e resfriamento em que uma massa de pós ou compactado poroso perde a sua identidade pela formação de continuidade de matéria entre as partículas e adquire as propriedades desejadas de densidade, dureza e resistência mecânica. A sinterização é tipicamente um processo de difusão no estado sólido, porém, podendo correr em fase sólida e líquida (ASM HANDBOOK, 1998).

Na sinterização por fase sólida a temperatura promove a união das partículas do pó com temperaturas abaixo do ponto de fusão do material, porém, suficiente para criar um “pescoço” de ligação entre as partículas do pó. É um tratamento térmico que visa conferir o formato final desejado, atingindo propriedades químicas e mecânicas através da ligação atômica entre as partículas vizinhas. Já, na ocorrência da fase líquida, o material é sinterizado utilizando elementos com pontos de fusão diferentes e o material com menor ponto de fusão se liquefaz e interconecta a partícula do outro material (ASM HANDBOOK, 1998).

O processo clássico de sinterização é dividido em três estágios: Formação de contatos, densificação e isolamento, arredondamento e coalescimento dos poros. E para que ocorra um típico ciclo de sinterização do alumínio são necessárias três etapas:

- A queima do lubrificante;
- Um estágio de sinterização à alta temperatura;
- E o arrefecimento no interior do forno (THÜMMLER; OBERACKER, 1993).

#### **2.1.4 Atmosfera de sinterização**

A escolha da atmosfera de sinterização se torna muito importante, como no caso do alumínio e suas ligas, pois se espera um efeito significativo nas propriedades finais e obtenção de boa precisão dimensional do sinterizado. Para que haja sinterização dos componentes mecânicos é necessária a utilização de gases na atmosfera do processo. Mas existe uma razão para o uso destes gases, os mesmos protegem os componentes contra a oxidação e re-oxidação dos pós-metálicos sinterizados (CARDOSO, 2016).

O alumínio e suas ligas podem ser sinterizados em várias atmosferas como nitrogênio, amônia dissociada, hidrogênio, argônio e vácuo. O hidrogênio não é o gás mais recomendado para a sinterização do alumínio e suas ligas devido às baixas propriedades dos sinterizados (TOTTEN & MACKENZIE, 2003).

A aplicação do nitrogênio se torna interessante pelo fato do mesmo ser inerte para a maioria dos metais e ligas comuns, uma vez que não é um gás inflamável e também é utilizado como purga de segurança para atmosferas inflamáveis (UPADHYAYA, 2001).

Utilizando atmosfera de nitrogênio durante a sinterização do alumínio, o mesmo pode difundir-se para o interior da peça, facilitando a formação de nitretos de alumínio. O nitreto de alumínio que se forma pelo calor liberado durante reação do alumínio com o nitrogênio, pode melhorar a sinterização por induzir uma fusão local nos componentes sinterizados (SCHAFFER & HALL, 2002).

### **2.1.5 Ligas de Alumínio**

Alumínio é o material metálico não-ferroso com ampla variedade de utilização e o mais consumido no mundo. O alumínio puro possui algumas propriedades atrativas como a densidade baixa, cerca de 2,7 g/cm<sup>3</sup>, aproximadamente 35% do peso do aço e 30% do peso do cobre. Possui alta resistência à corrosão inclusive em ambientes como água salgada, ótima condutibilidade térmica e elétrica o que leva as mais diversas aplicações como trocadores de calor, evaporadores, aquecedores, entre outros. Sua principal limitação é a baixa temperatura de fusão (660 °C) o que restringe a sua aplicação a altas temperaturas (ASM HANDBOOK, 1992).

O alumínio é um metal que possui muita afinidade com o oxigênio, por esta razão ele é permanentemente recoberto por camada de óxidos, onde a temperatura que foi usada sob determinada atmosfera de exposição tem relação direta com a espessura da camada formada (LUMLEY, 2011).

O alumínio se torna um metal tão atrativo a ponto dele ter uma facilidade muito grande de se combinar com a maioria dos metais de engenharia, são os chamados elementos de liga, o que acaba formando as ligas de alumínio usadas na indústria de hoje. Com todas estas combinações, o alumínio se ajusta com facilidade para a maioria de suas aplicações no produto final. As ligas de alumínio têm como principal função aumentar a resistência mecânica sem prejudicar as outras propriedades dos materiais. Desta forma, as novas ligas desenvolvidas estão combinando as propriedades adequadas às aplicações específicas (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO ALUMÍNIO, 2013).

A tabela 1 apresenta a designação das ligas de alumínio para fundição, conforme (AA) *Aluminum Association* (KAUFMAN, J.G. 2004).

Tabela 1- Sistema de designação das ligas de alumínio para fundição

| <b>Designação da série</b> | <b>Indicação da composição</b>            |
|----------------------------|---|
| 1XX.X                      | Alumínio puro (99,00% pureza mínima)      |
| 2XX.X                      | Cobre                                     |
| 3XX.X                      | Silício com adição de cobre e/ou magnésio |
| 4XX.X                      | Silício                                   |
| 5XX.X                      | Magnésio                                  |
| 7XX.X                      | Zinco                                     |
| 8XX.X                      | Estanho                                   |
| 9XX.X                      | Outros                                    |

Fonte: Kaufman, 2004.

Ligas de alumínio são usadas nos projetos em geral por possuir boas propriedades mecânicas e possibilidade de produzir peças fundidas com geometrias complexas com elevadas propriedades em serviço (KAUFMAN, 2004).

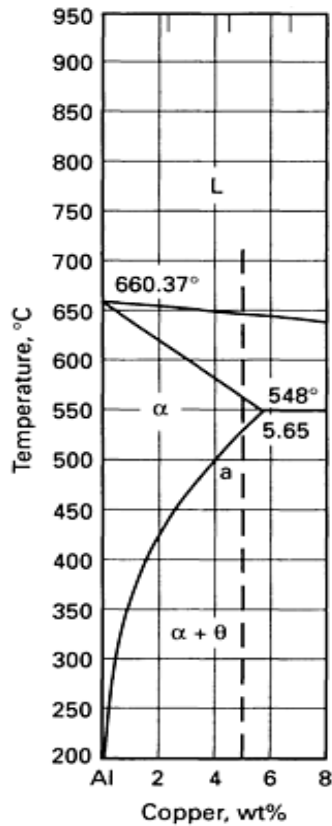
Elementos de liga são muito utilizados nas ligas de alumínio, o cobre é um dos elementos mais utilizados por possuir algumas características muito importantes para a aplicação na indústria, dentre elas: resistência à corrosão e muitos meios (algumas atmosferas industriais, água do mar, soluções salinas em geral, solos, ácidos orgânicos, etc). O cobre é bastante dúctil tendo uma temperatura de fusão de 1083 °C e densidade de 8,94 g/cm<sup>3</sup>, possui como sua maior aplicação na condução elétrica, desde cabos e eletrônicos e seus componentes. Também é um metal apropriado para certos tipos de tubulações e trocadores de calor, por sua facilidade de soldagem e/ou resistência a corrosão (ANDRADE *et al.*, 1997).

A resistência do alumínio aumenta consideravelmente adicionando-se o cobre como elemento de liga, também melhora substancialmente a resistência mecânica e a dureza da liga, tanto antes como após o tratamento térmico. Por isso, o cobre torna as ligas tratáveis termicamente (endurecimento por precipitação). Outro fator importante é que o cobre reduz a resistência à corrosão e também as trincas de contração na fundição (ASM HANDBOOK, 2002).

As ligas Al-Cu, particularmente as ligas da série 2xxx, são aplicadas com grande êxito na construção de peças que devem ter uma grande resistência ao calor e dureza em estado quente, como por exemplo, no caso de pistões para motores de combustão. De acordo com o diagrama de fase do sistema Al-Cu, a solubilidade máxima no estado sólido é de 5,65% em peso de cobre à temperatura de 548 °C (ASM HANDBOOK, 1990).

Pode-se observar na Figura 3, parte do diagrama de fases Al-Cu onde é possível verificar a região onde é realizada a solubilização (fase  $\alpha$ ).

Figura 3: Parte do diagrama de fases Al-Cu evidenciando a região monofásica  $\alpha$  onde os átomos de cobre são dissolvidos na matriz de alumínio durante a solubilização.



Fonte: ASM HANDBOOK, 1990.

### 2.1.6 Obtenção de ligas de alumínio via metalurgia do pó

A aplicação das ligas de alumínio vem se tornando uma prática cada vez mais comum no ramo industrial, principalmente na indústria aeroespacial onde as aplicações incluem componentes estruturais e fuselagem das aeronaves, para as quais incluem o uso de ligas de lítio e titânio. Mas o uso das ligas de alumínio não se limita apenas para a aplicação aeroespacial, é utilizada principalmente pelo fato de seu baixo peso e da boa resistência mecânica, que acabam contribuindo para o seu uso em veículos, na construção civil, embarcações, entre outros equipamentos (SMITH, 2001; LORETTO, 2001).

Para as composições produzidas via metalurgia do pó é importante destacar as ligas eutéticas e hipereutéticas de Al-Si, onde são aplicadas basicamente em componentes que necessitem de uma boa resistência ao desgaste. Já as ligas de Al-Fe são largamente aplicadas em componentes que necessitem suportar altas temperaturas e os compósitos com matriz de alumínio e particulados dispersos de SiC e Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, não menos importantes, são aplicadas em



componentes onde é necessária resistência ao desgaste e resistência à fadiga de alto ciclo em temperaturas elevadas (HUNT, 2000; RAMAKRISHNAN, 2013; SCHUBERT *et al.*, 2004).

Ao se produzir ligas de alumínio através da metalurgia do pó, normalmente apresentam diferenças em sua composição química quando comparadas com as ligas produzidas pelo processo convencional como a fundição, por exemplo. Isto se deve pelo fato que na metalurgia do pó são inseridos elementos químicos para aprimorar as propriedades mecânicas do compactado e por consequência favorecer a sinterização. Os elementos mais utilizados são: Cobre, silício, magnésio e o estanho. O cobre aumenta a resistência mecânica, o silício é usado em componentes submetidos ao desgaste, o magnésio reage com o óxido de alumínio formando o composto  $3MgAl_2O_4$  e o estanho na promoção de sinterização com fase líquida (SCHAFFER, 2004).

A Tabela 2 lista um número de ligas no qual são baseados nas ligas forjadas da série 6xxx ou 2xxx, no qual a nomenclatura e composições destas ligas estão dispostas conforme ASM HANDBOOK (1998).

Tabela 2 - Composições das ligas convencionais obtidas por MP (% em peso).

|       | <b>Cu</b> | <b>Mg</b> | <b>Zn</b> | <b>Si</b> |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 601AB | 0,25      | 1,0       |           | 0,6       |
| 602AB |           | 0,6       |           | 0,4       |
| 201AB | 4,4       | 0,5       |           | 0,8       |
| 202AB | 4,0       |           |           |           |
| MD-22 | 2,0       | 1,0       |           | 0,3       |
| MD-24 | 4,4       | 0,5       |           | 0,9       |
| MD-69 | 0,25      | 1,0       |           | 0,6       |
| MD-76 | 1,6       | 2,5       | 5,6       |           |

Fonte: adaptado de (ASM HANDBOOK, 1998).

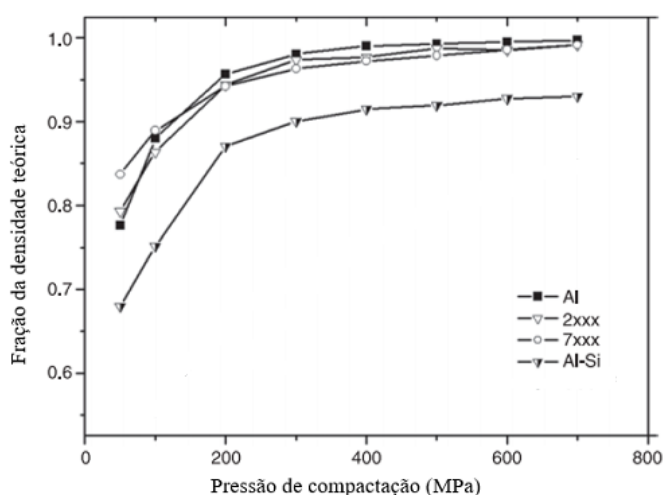
As ligas 601AB e MD-69 são muito similares entre si, inclusive apresentando as mesmas quantidades de cobre, magnésio e silício em suas composições e tendo como principais propriedades boa resistência, ductibilidade e boa resistência a corrosão, podem ser anodizadas e também estão relacionadas com a liga 6061. A liga 202AB por possuir apenas o cobre em sua composição é designada para o forjamento, sendo especialmente utilizada para o forjamento a frio. Já as ligas 201AB e MD-24 estão relacionadas com a liga 2014, possuem apenas uma diferença de 0,1% na concentração de silício e podem apresentar uma resistência relativamente alta e uma resistência a corrosão moderada. E por fim, a liga MD-76 baseia-se na 7075, o que a faz apresentar uma boa condição para o tratamento térmico T6 (ASM HANDBOOK, 1998).

Através do uso da moagem de alta energia ou de uma rápida solidificação é possível obter ligas avançadas de pós pré-ligados. São elas: Ligas de alta resistência a corrosão (série 7000), ligas de alumínio-silício de baixa densidade, ligas de altas temperaturas, normalmente utilizando Fe, Mo e Ni e ligas de alumínio-silício com resistência ao desgaste (TOTTEN & MACKENZIE, 2003).

O alumínio é um material que possui ótima compressibilidade, sendo assim, ele é capaz de ser densificado a até 90% de sua densidade teórica com pressões de compactação muito baixas, em torno de 165 MPa. Já para se conseguir estes mesmos resultados para materiais ferrosos, são necessárias pressões superiores a 700 MPa (HUO *et al.*, 2011).

A Figura 4 apresenta a curva de compressibilidade de várias ligas de alumínio em função de sua densidade teórica.

Figura 4: Curva de compressibilidade para várias ligas de alumínio



Fonte: adaptado de HUO *et al.* (2011).

Estes resultados vêm de encontro às pesquisas realizadas por ARENHARDT *et al* (2016), onde tem se para o composto de alumínio e cobre uma pressão de compactação em torno de 600 MPa. Ainda, segundo ARENHARDT *et al* (2016), não há necessidade de compactar acima deste valor, pois não há maiores mudanças na densificação deste composto, ou seja, esforço desnecessário do equipamento.

## 2.2 SINTERIZAÇÃO ASSISTIDA A PLASMA

Existem diversas técnicas para o desenvolvimento dos processos de sinterização assistida a plasma. Dentre as mais importantes destaca-se a sinterização ativada (*plasma*

*activated sintering* - PAS e *spark plasma system* - SPS), sinterização em microondas, sinterização com laser seletivo e sinterização em descarga luminescente anormal. Esta última técnica é a utilizada no presente estudo e segue com uma breve revisão.

É de conhecimento que na sinterização convencional o aquecimento gerado pelo forno é transferido para o corpo sinterizado por radiação e convecção, e quando se trata do plasma, na descarga luminescente ele é produzido localmente pela colisão das partículas do plasma com a superfície (SINKA, 2005 *apud* CARDOSO, 2016).

Para acontecer a técnica de sinterização a plasma, as amostras são posicionadas em um dos eletrodos (cátodo ou ânodo). Se for posicionada no cátodo, a fonte principal de aquecimento é o bombardeamento da amostra pelos íons e/ou neutros rápidos na bainha catódica e se a amostra for posicionada no ânodo, o aquecimento da mesma é gerado a partir da radiação de calor proveniente do cátodo, sem o bombardeamento iônico (LAWALL, 2001 *apud* CARDOSO, 2016).

Para o uso do processamento de amostras metálicas, o plasma também é conhecido e chamado de plasma a frio ou pouco ionizado, ou seja, é realizado com um gás parcialmente ionizado, este formato é utilizado quando se aplica uma tensão DC entre dois eletrodos inseridos numa câmara contendo gás a baixa pressão (ALVES JÚNIOR, 2001).

O processamento assistido a plasma tem vantagem sobre o processo convencional de sinterização pelo fato de além de ter a pressão de capilaridade agindo sobre o material, também tem uma força magnética que influencia na recristalização, tamanho e formato dos grãos (LOURENÇO, 2004).

### **2.2.1 Descarga luminescente anormal**

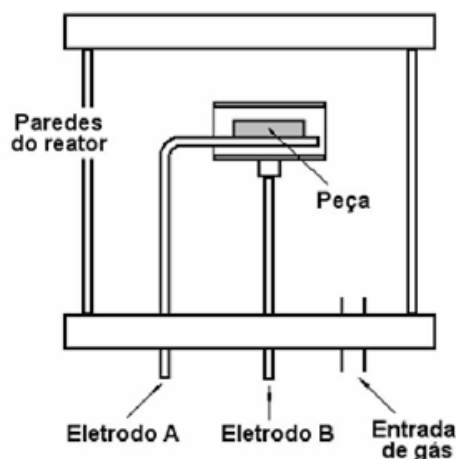
A configuração usada na sinterização a plasma deste trabalho foi a Descarga Luminescente Anormal. Este é um regime que se mostra muito eficiente nos tratamentos termoquímicos a plasma de peças, em ferramentas de conformação, em componentes mecânicos e corte, sendo que o processo mais conhecido é o da Nitretação a Plasma. Os primeiros estudos foram realizados no fim dos anos 90, fazendo-se a sinterização de ferro puro utilizando a configuração do cátodo (BATISTA *et al.*, 1998).

As peças normalmente se encontram no cátodo, onde a tensão é aplicada e o plasma gerado entre o cátodo e o ânodo (no caso, a carcaça da câmara) possui a distribuição de potencial. Este tipo de plasma é muito conhecido como descarga luminescente anormal em corrente direta, ou plasma DC (KLEIN *et al.*, 2013).

Ainda, segundo Fernandes (2014), ocorre a formação de um forte campo elétrico entre o cátodo e a região luminescente, e com isto, a amostra sofre o bombardeamento de íons e átomos neutros rápidos, o que provoca uma série de reações, dentre elas o aquecimento da amostra a temperaturas usuais de sinterização. Este resultado, comparado ao modo por aquecimento em forno resistivo, provoca o selamento parcial da porosidade superficial, o que é citado como uma das características principais.

A Figura 5 mostra o desenho esquemático do sistema, a amostra funciona como cátodo da descarga (eletrodo A), polarizado negativamente, enquanto as paredes do reator e/ou um eletrodo envolvente (eletrodo B) atuam como ânodo aterrado.

Figura 5 - Desenho esquemático do sistema de sinterização em descarga luminescente anormal



Fonte: Fernandes, 2014.

Reações químicas podem acabar acontecendo na superfície do material devido o bombardeamento de íons e partículas neutras, provocando implantação iônica e/ou rearranjo estrutural. Pode-se ainda destacar a redução de óxidos devido à reação com hidrogênio a qual possui grande importância na realização de tratamentos termoquímicos, uma vez que esta ação permite que a superfície esteja propriamente limpa para a reação com as espécies ativas do gás de tratamento (como o nitrogênio na nitretação, por exemplo) (KLEIN *et al.*, 2013).

### 2.2.2 Limpeza superficial

Uma das etapas mais importantes do processo a plasma é a limpeza dos componentes. Esta operação é realizada antes do processamento e em muitos casos se torna indispensável porque impurezas se fazem presentes na superfície, tais como: sujeira, óleo, óxidos, resíduos

metálicos e orgânicos podem acabar prejudicando a eficácia dos diferentes tipos de tratamentos superficiais. A utilização de descargas elétricas para a limpeza superficial de materiais metálicos normalmente utiliza O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> ou uma mistura destes (BELKIND *et al.*, 1995; SANTOS *et al.*, 2005).

A etapa de limpeza anterior a sinterização é praticamente um processo obrigatório para a fabricação via metalurgia do pó. Para facilitar a compactação dos pós, lubrificantes são geralmente inseridos e necessitam de uma etapa preliminar de extração que antecede a sinterização. Logo, na sinterização a plasma, a limpeza via descarga elétrica se torna especialmente útil, já que neste processo a limpeza pode ser realizada em um mesmo ciclo térmico sem a necessidade de uma extração prévia (em um forno resistivo, por exemplo) (GERMAN, 1997 *apud* GARCIA, 2016).

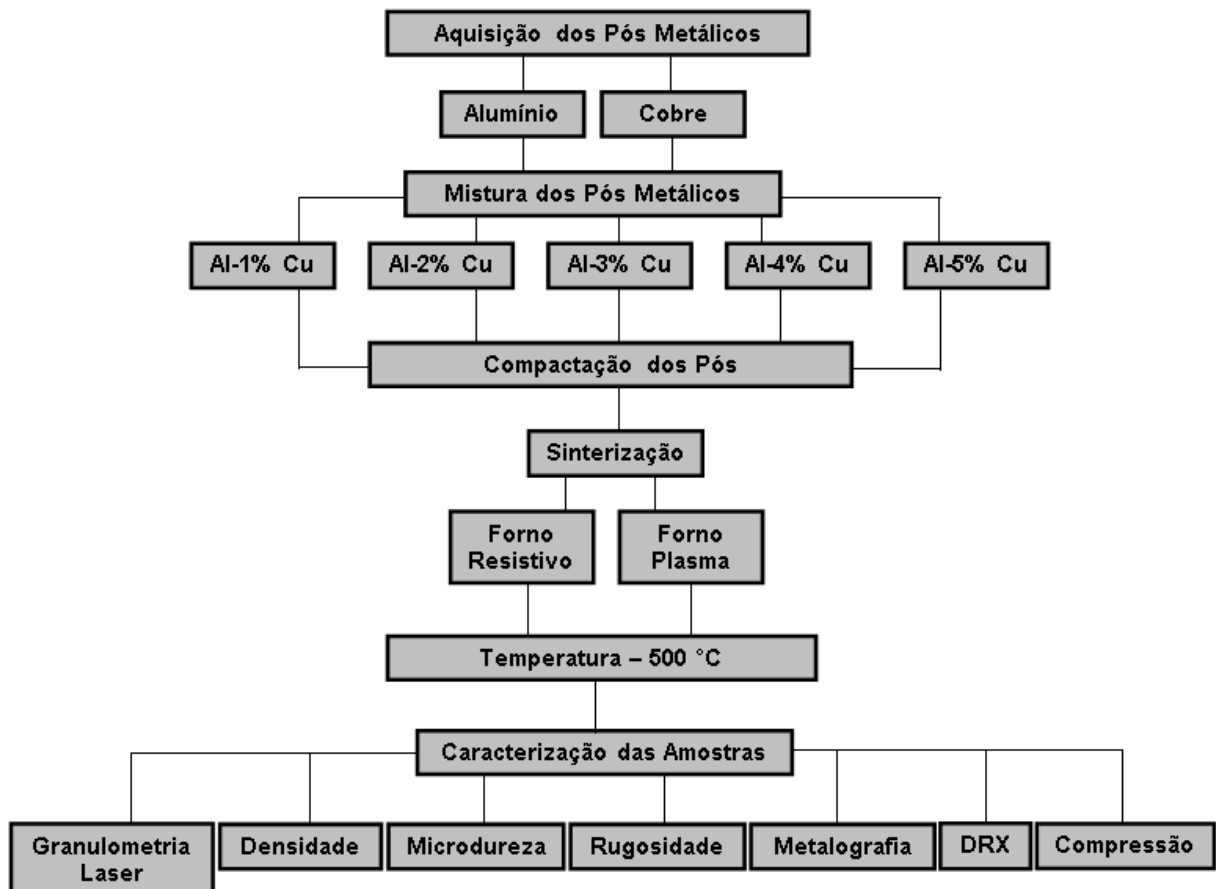
Com o uso da descarga elétrica luminescente em regime anormal, muitas técnicas de limpeza se mostraram ser eficientes na remoção dos resíduos e com muitas vantagens no que diz respeito à redução do tempo de limpeza e redução na emissão de poluentes (PAVANATI, 2005).

A remoção do lubrificante que necessita ser inserido nas amostras, que serve para reduzir o atrito entre a matriz de compactação e as partículas do pó e a limpeza das superfícies das amostras obtidas via metalurgia do pó, torna-se interessante a utilização de descargas elétricas. Além do alto aquecimento gerado pelo bombardeamento iônico na superfície do material, o que acaba degradando o lubrificante devido a alta temperatura, o fenômeno de “*sputtering*” tem a função de promover a limpeza residual destas superfícies. Quando a limpeza é gerada por aquecimento, ocorre a evaporação dos contaminantes de origem orgânica, como óleos e graxas a temperaturas da ordem de 400°C, enquanto que, a limpeza por plasma se torna muito mais atrativa por ser de baixo impacto ambiental (MAFRA, 2008).

### 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo são escritos em detalhes os materiais e procedimentos utilizados na compactação das amostras, os parâmetros utilizados nas sinterizações convencionais e a plasma e os métodos de análise utilizados, conforme exibe o diagrama de blocos utilizado na Figura 6.

Figura 6: Diagrama de blocos das etapas do trabalho



Fonte: Própria

#### 3.1 MATERIAL

A matéria-prima base deste trabalho para a confecção das amostras foi o pó de alumínio e o material secundário utilizado no experimento foi o pó de cobre. O pó base de alumínio utilizado é fabricado pela empresa Alcoa e possui teor de pureza de 99,7%. A Tabela 3 apresenta os dados de análise química do alumínio fornecido pelo fabricante.

Tabela 3: Dados de Análise do Alumínio conforme o fabricante

| % Alumínio (Al) | % Ferro (Fe) | % Silício (Si) | % Outros Metais | Total (%) |
|-----------------|--------------|----------------|-----------------|-----------|
| 99,7            | 0,21         | 0,05           | 0,04            | 100       |

Fonte: Própria

Conforme a Tabela 3, o pó base de alumínio possui um índice de pureza muito alto, contendo apenas 0,3% de elementos residuais ou impurezas. E a Tabela 4 exibe os dados de análise química do pó de cobre que foi fornecido pela empresa BRUTT Indústria Metalúrgica. Observe que o cobre usado no trabalho como elemento secundário possui um teor de pureza de 99,5% e contendo apenas 0,5% de outros metais.

Tabela 4: Dados de Análise do cobre conforme o fabricante

| % Cobre (Cu) | % Ferro (Fe) | % Silício (Si) | % Outros Metais | Total (%) |
|--------------|--------------|----------------|-----------------|-----------|
| 99,5         | -            | -              | 0,5             | 100       |

Fonte: Própria

### 3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

Com o objetivo de diminuir o atrito entre as partículas de pó e a parede da matriz de compactação, utilizou-se 1,5% de estereato de zinco da massa total da mistura em suas devidas porcentagens. O uso do lubrificante facilita o processo de compactação, evitando a adesão das partículas de pó nas paredes da matriz reduzindo os esforços de compactação sobre as ferramentas. A Tabela 5 apresenta as massas correspondentes dos materiais utilizados nos ensaios.

Tabela 5: Massa dos materiais ensaiados

| Amostras | % Cobre | Massa (Al) (g) | Massa (Cu) (g) | Total (g) | Lubrificante (g) |
|----------|---------|----------------|----------------|-----------|------------------|
| I        | 1       | 35,64          | 0,36           | 36        | 0,54             |
| II       | 2       | 35,28          | 0,72           | 36        | 0,54             |
| III      | 3       | 34,92          | 1,08           | 36        | 0,54             |
| IV       | 4       | 34,56          | 1,44           | 36        | 0,54             |
| V        | 5       | 34,2           | 1,80           | 36        | 0,54             |

Fonte: Própria

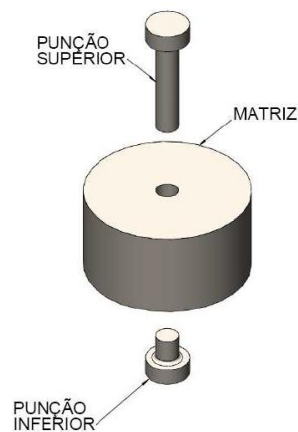
As amostras foram produzidas em cinco (5) lotes de seis (6) peças cada, totalizando trinta (30) amostras e distribuídas de acordo com a porcentagem de cobre correspondentes.

Os pós foram pesados na balança Marte AL 500 com capacidade máxima de 500 g e mínima de 0,02 g, a fim de obter os resultados de suas massas para os cálculos de percentual de cada elemento na mistura como mostra à Tabela 5.

### 3.2.1 Compactação das amostras

As amostras deste trabalho foram compactadas em uma prensa hidráulica da marca EKA com capacidade de 40 toneladas, utilizando um conjunto de matrizes em aço AISI D6 temperado e revenido. A matriz utilizada no processo apresentava um diâmetro de 13mm e uma altura de 52,50 mm aproximadamente. Dois punções, um superior e outro inferior configuraram o ferramental completo de compactação. A Figura 7 apresenta o ferramental utilizado para a compactação das amostras.

Figura 7: Ferramental utilizado para o processo de compactação



Fonte: Própria

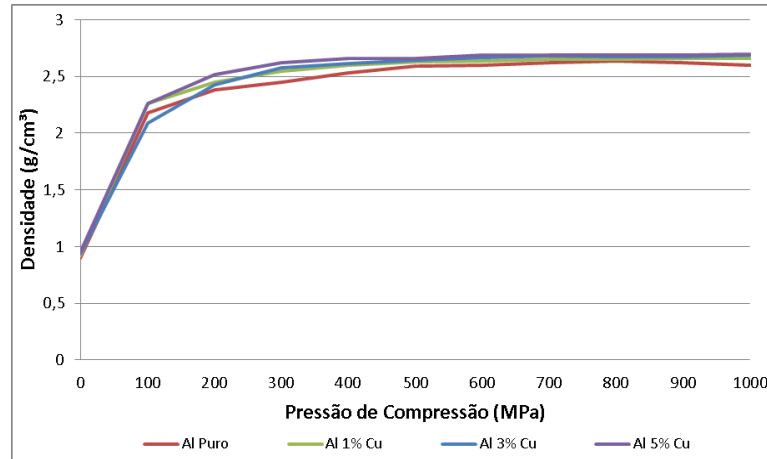
O resultado da compactação foram amostras a “verdes”, cilíndricas com o diâmetro de 10 mm e altura de 13 mm aproximadamente.

A compactação ocorreu de forma uniaxial com punção de ação simples, e a montagem experimental utilizada foi: contrapunção, matriz e punção. O pó de alumínio e cobre juntamente com o lubrificante foram misturados previamente em um recipiente com a utilização de uma espátula até que a mistura estivesse homogênea. Nas paredes internas da matriz e na superfície do punção também foi aplicado o lubrificante para facilitar o movimento entre as ferramentas e a extração das amostras.



Foi utilizada pressão de compactação de 600 MPa, a qual foi definida em função da curva de densificação a verde versus pressão de compactação (curva de compressibilidade) determinada previamente, conforme mostra a Figura 8.

Figura 8: Curva de compressibilidade do Al puro e com 1%, 3% e 5% Cu



Fonte: ARENHARDT et al, 2016.

Ainda, de acordo com ARENHARDT *et al.* (2016), nas pressões de compactação entre 400 MPa e 600 MPa a densidade das amostras começam a se estabilizar e pressões acima destes valores torna-se desnecessário a compactação por não se ter melhores resultados da densidade, ou seja, esforço desnecessário empregado no equipamento já que não há mudança específica no resultado da compressibilidade.

Tabela 6: Quantidade de lotes produzidos para cada processo de sinterização realizado

| % Cobre | Processo     | Atmosfera  | Amostras por lote |
|---------|--------------|------------|-------------------|
| 1       | Convencional | Nitrogênio | 3                 |
|         | Plasma       |            | 3                 |
| 2       | Convencional | Nitrogênio | 3                 |
|         | Plasma       |            | 3                 |
| 3       | Convencional | Nitrogênio | 3                 |
|         | Plasma       |            | 3                 |
| 4       | Convencional | Nitrogênio | 3                 |
|         | Plasma       |            | 3                 |
| 5       | Convencional | Nitrogênio | 3                 |
|         | Plasma       |            | 3                 |

Fonte: Própria

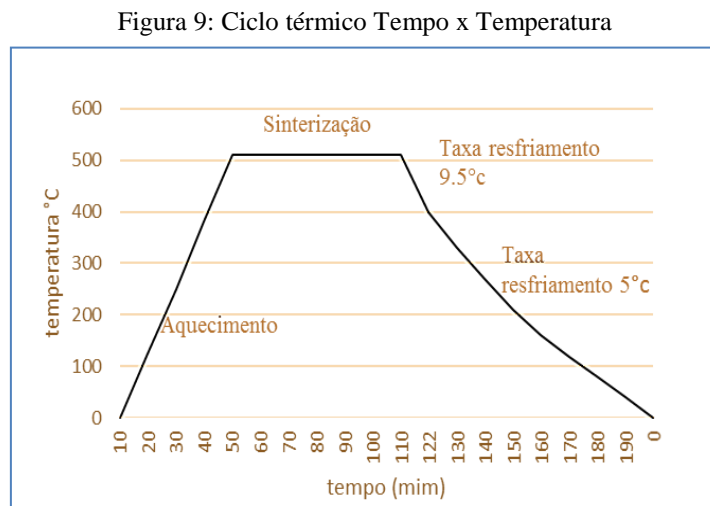
As amostras foram produzidas em lotes e estes distribuídos de acordo com o processo de sinterização a ser realizado. Conforme exibe a Tabela 6, para cada porcentagem de cobre, foram confeccionadas seis (6) amostras, três (3) para a sinterização convencional e três (3) para a sinterização a plasma. Como são cinco (5) teores diferentes de cobre, o total de amostras chega a trinta (30) peças. A Tabela ainda indica que o gás utilizado para a sinterização de ambos os processos foi o nitrogênio.

### 3.3 SINTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

A sinterização das amostras foi realizada em dois processos, inicialmente utilizou-se o método convencional, ou seja, em um forno resistivo tipo mufla da marca Sanchis, modelo ESP, e depois em processo a plasma utilizando uma câmara de vácuo construída no Laboratório de Transformação Mecânica da UFRGS. Para ambos os processos foram utilizados atmosfera com nitrogênio. Segundo literatura pesquisada o uso deste gás melhora a sinterização devido às reações que acontecem com o alumínio, bem como melhora as propriedades mecânicas através da formação de nitretos. O tempo de sinterização para ambos os experimentos foi de 60 minutos.

#### 3.3.1 Sinterização Convencional

A Figura 9 exibe as variáveis de tempo versus temperatura do ciclo térmico para a sinterização convencional.

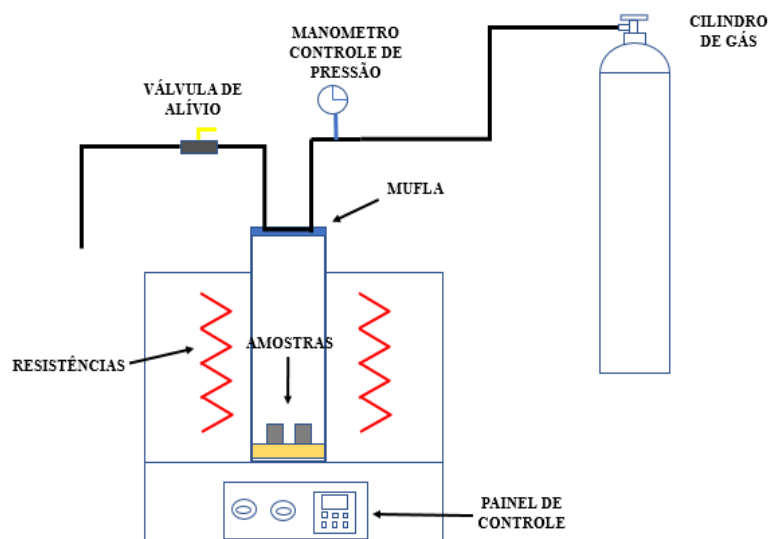


Fonte: Própria

O ciclo iniciou-se em temperatura ambiente e teve um aumento gradativo com a taxa de 10 °C/min até alcançar o patamar térmico de sinterização com temperatura aproximada de 500 °C, onde permaneceu durante 60 minutos, realizando assim a sinterização completa e união das partículas metálicas. Após uma hora de exposição das amostras à temperatura de 500 °C, ainda mantendo as peças no interior do forno deu-se início o resfriamento destas amostras. O resfriamento atuou com uma taxa média decrescente de 9,5 °C/min até atingir 200 °C, onde a temperatura passou a diminuir a uma taxa média de 5 °C/min até a temperatura ambiente, quando foram retiradas do forno.

E a Figura 10 apresenta o desenho esquemático do forno resistivo usado na sinterização convencional.

Figura 10: Desenho esquemático do forno resistivo



Fonte: Própria

Os parâmetros usados na sinterização convencional no forno de aquecimento resistivo são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7: Parâmetros utilizados na sinterização convencional.

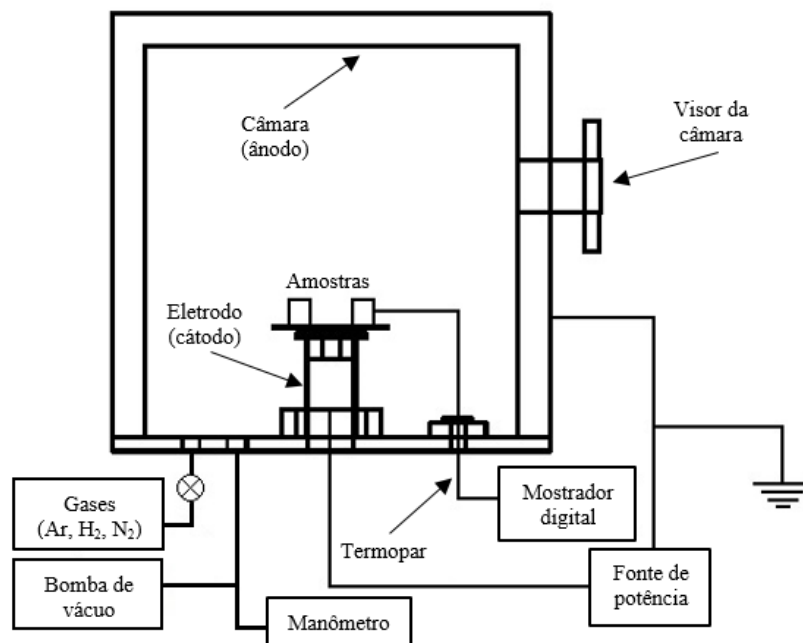
| Processo                  | Etapa        | Tempo (min) | Temperatura (°C) | Taxa de Aquecimento/Resfriamento (°C/min) | Atmosfera  |
|---------------------------|--------------|-------------|------------------|---|------------|
| Sinterização Convencional | Aquecimento  | 43,5        | 25-500           | 10  | Nitrogênio |
|                           | Sinterização | 60          | 500              | -   | Nitrogênio |
|                           | Resfriamento | 80          | 200-25           | 9,5-5,0                                   | Nitrogênio |

Fonte: Própria

### 3.3.2 Sinterização a Plasma

No processo de sinterização a plasma foi utilizado um reator cilíndrico de aço inoxidável AISI 310, de 260 mm de diâmetro e 280 mm de altura, sob o regime de descarga luminescente anormal. A fonte de tensão utilizada foi a do tipo semi-pulsada com acionamento manual. A Figura 11 apresenta o desenho esquemático do forno a plasma utilizado na sinterização.

Figura 11: Desenho esquemático do forno a plasma



Fonte: CARDOSO, 2016.

Os parâmetros e condições aplicadas na sinterização a plasma deste trabalho foram definidos através de pesquisas realizadas por pesquisadores como CARDOSO (2016) e GARCIA (2016), onde seus trabalhos basearam-se no desenvolvimento de processos, parâmetros e atmosferas utilizadas na sinterização a plasma para o alumínio e que estes parâmetros agora estão sendo aplicados e testados na sinterização a plasma do alumínio e do cobre.

Uma atmosfera de hidrogênio foi utilizada para a etapa de limpeza no processo. O hidrogênio é usualmente utilizado no *sputtering* de superfícies metálicas em tratamentos termoquímicos a plasma.

Neste caso, espera-se que ao realizar a etapa de limpeza com este gás quaisquer resíduos do estearato de zinco degradado, assim como resíduos de outros materiais metálicos e/ou orgânicos, sejam removidos da superfície das amostras. Isto permitirá maior ação do bombardeamento iônico na etapa de sinterização e consequente promoção da densificação das amostras. Os parâmetros utilizados nesta etapa constam na Tabela 8.

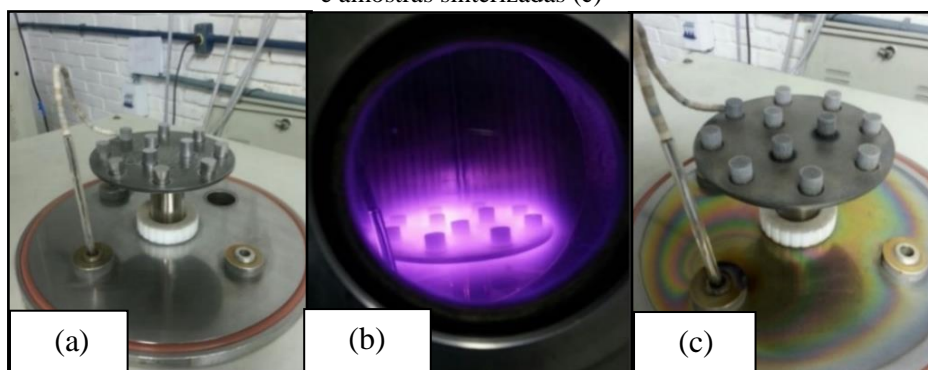
Tabela 8: Parâmetros utilizados na sinterização a Plasma

| Processo              | Etapa        | Tempo (min) | Temperatura (°C) | Taxa de Aquecimento (°C/min) | Pressão (Pa) | Atmosfera  |
|-----------------------|--------------|-------------|------------------|------------------------------|--------------|------------|
| Sinterização a Plasma | Aquecimento  | 55          | 25-280           | 5                            | 5-100        | Hidrogênio |
|                       | Limpeza      | 90          | 280              | -                            | 100          | Hidrogênio |
|                       | Aquecimento  | 22          | 280-500          | 10                           | 100-250      | Nitrogênio |
|                       | Sinterização | 60          | 500              | -                            | 250          | Nitrogênio |

Fonte: Própria

Conforme é observado na Figura 12, as amostras foram posicionadas no cátodo mostrando o antes, o durante e o depois do processo de sinterização a plasma e por consequência apresenta suas respectivas mudanças de aparências superficiais (morfologia).

Figura 12: Amostras verdes antes da sinterização (a), amostras sendo sinterizadas (b) e amostras sinterizadas (c)



Fonte: Própria.

Observe que a Figura 12 (a) apresenta as amostras a verde sendo preparadas para o processo de sinterização. A Figura 12 (b) apresenta as amostras em pleno processo de sinterização, se destaca nesta etapa a cor azulada pelo visor do equipamento, isto se deve ao bombardeamento iônico que as amostras estão sendo expostas e a Figura 12 (c) as amostras já sinterizadas.

Após o fim da sinterização, as amostras foram resfriadas no interior da câmara, sob a mesma atmosfera de trabalho até a temperatura ambiente.

### 3.4 CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS

Com o objetivo de avaliar os resultados que foram obtidos através do processo de sinterização convencional e a plasma nas amostras, foram realizadas análises de MEV dos Pós, análises de granulometria a laser, análise de densificação, análise de microdureza, análise de rugosidade média (Ra), análise de metalografia, análise de difração de raios-x e análise de compressão.

#### 3.4.1 Análise da Granulometria a Laser

Para determinação das partículas dos pós de alumínio e cobre utilizados neste trabalho, foi empregada a análise de granulometria a laser no equipamento de marca CILAS, modelo 1180. Para realização das análises, as amostras foram submetidas ao ultrassom do próprio aparelho por 60 s. A varredura foi realizada entre 0,04 - 2500  $\mu\text{m}$ . Pelo software, foram calculados os valores da frequência da distribuição das porcentagens do D10, D50 e D90. Tais valores referem-se à média dos diâmetros de partículas nos intervalos abaixo de 10%, 50% e 90% na curva de distribuição de tamanho.

#### 3.4.2 Densidade das amostras

Para a análise da densidade a verde as amostras foram pesadas em uma balança digital de precisão da marca Ohaus com carga máxima de uso de 4100 g e resolução de 0,01 g e suas dimensões medidas com um paquímetro digital com resolução de 0,01 mm. As amostras a verde foram pesadas antes da sinterização e calculadas através das dimensões das amostras após a compactação. Após realizada a sinterização, o volume das amostras foi medido através do Método de Arquimedes, o qual consiste em submergir a peça em um recipiente com água posicionado sobre uma balança e, através deste método, é possível relacionar o volume de água deslocado com o volume total da peça conforme norma de medição MPIF-95.

#### 3.4.3 Análise de Microdureza Vickers (HV)

Os ensaios de Microdureza foram realizados utilizando o microdurômetro ISH-TDV1000. Através da análise da Microdureza Vickers, com carga de 50 gf, foi possível observar as amostras que apresentaram as melhores condições mecânicas, levando em consideração a pressão de 600 MPa utilizada durante o processo de compressibilidade. Para tal utilizou-se o procedimento de lixamento e polimento anterior à medição. O ensaio foi realizado utilizando cinco identificações aleatórias em cada uma das amostras sinterizadas.

#### **3.4.4 Análise da Rugosidade média (Ra)**

Para medição dos valores de rugosidade foi utilizado um rugosímetro portátil digital, modelo SJ 201, marca Mitutoyo. Esse modelo é apropriado para medição de rugosidade, forma e perfil, possui drive de medição destacável o que facilitou a análise das rugosidades após os ensaios. O parâmetro utilizado foi o de medição por Ra, o qual este equipamento possui capacidade de medição de até 25  $\mu\text{m}$ , em função da geometria impressa e do espaço disponível para verificação de rugosidade o *cut-off* selecionado foi de 0,8 mm com multiplicador de 5 vezes.

#### **3.4.5 Análise de Difração de Raios-X**

Para a caracterização das fases que poderiam ser formadas nas amostras durante a sinterização, foi realizada a análise por difração de raios-x (DRX). O equipamento utilizado foi o difratômetro da marca SIEMENS - modelo TIPO D500, com velocidade do goniômetro de 1°/min, utilizando de tubo de raios-x de cobre ( $\lambda = 1.541874 \text{ \AA}$ ).

#### **3.4.6 Análise da Metalografia**

Para a realização da metalografia através da microscopia óptica as amostras foram submetidas ao procedimento de lixamento, realizado em uma politriz metalográfica onde foram utilizadas lixas de papel com abrasivo tipo SiC com granulometrias de número 120, 280, 320, 400, 600 e 1200, sempre trabalhando as amostras em 90° de uma lixa para outra até desaparecerem os traços da lixa anterior. As amostras foram submetidas ao polimento com pano de feltro e com abrasivo de Óxido de Alumínio para deixar a superfície das amostras espelhadas. A princípio, investigou-se o material observando-se as amostras polidas sem ataque. E após, foram realizados os ataques químicos com reagente 0,5% HF e 99,5% H<sub>2</sub>O

destilada durante 10 segundos e em seguida feita a limpeza com água corrente e também com álcool. Na sequência, as imagens foram analisadas no microscópio ótico da marca OLIMPUS GX51 no LdTM, laboratório de transformação mecânica da UFRGS.

### 3.4.7 Análise de Compressão

Para determinar o comportamento dos materiais quando submetido a uma solicitação, para avaliar a curva de escoamento ou determinar o limite entre a região elástica e a região plástica, são realizados ensaios de compressão. Os ensaios deste trabalho foram submetidos a uma carga de 28 KN, além disso, este ensaio permite determinar a força máxima que o material pode suportar antes que comece a se deformar ou chegar à ruptura. O equipamento utilizado foi uma máquina de Ensaio Instron Modelo 3367 com célula de carga de 30 KN.

Os corpos de prova foram usinados com o  $\varnothing$  de 8,2 mm por 12,5 mm de altura atendendo os requisitos da Norma ASTM E9-89.

A Figura 13 (a) apresenta a usinagem das amostras com 1% de cobre sinterizadas com nitrogênio pelo processo de sinterização convencional e a Figura 13 (b) apresenta as amostras com 4% e 5% de cobre também sinterizados pelo processo convencional com nitrogênio e quebradas.

Figura 13: Usinagem da amostra com Al 1% Cu (a) e Amostras quebradas de Al 4% e 5% Cu (b)



Fonte: Própria

Fonte: Própria

Observe nas Figuras 13 (a) e 13 (b) que não foi possível realizar a usinagem nas amostras apresentadas, pois as mesmas se quebraram durante o processo. Sendo assim, optou-se por não usinar as amostras com 2% e 3% de cobre. Com relação às amostras que foram sinterizadas pelo processo a plasma, a usinagem ocorreu conforme Norma ASTM E9-89.



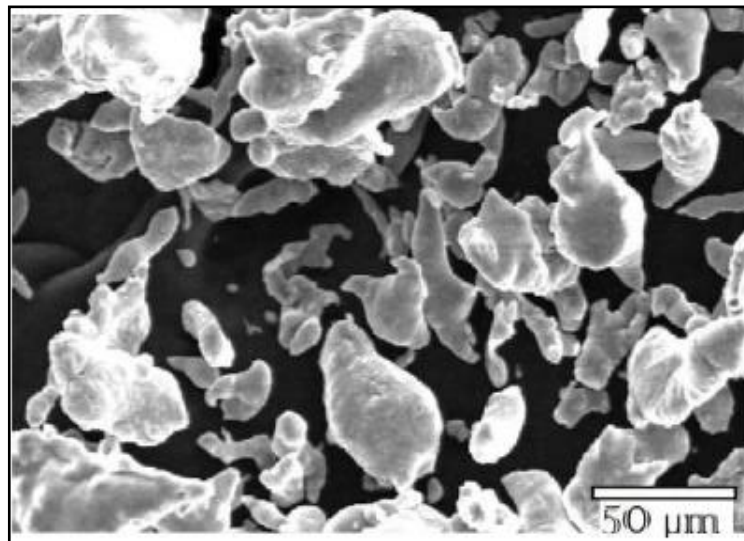
## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os dados de microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos pós de alumínio e cobre, os dados da granulometria a laser de ambos os materiais, os resultados da densificação e microdureza, seguidos pelas análises de rugosidade e difração de raios-X, e por fim, metalografias e compressão.

### 4.1 MEV DOS PÓS

A Figura 14 apresenta o resultado do MEV para o pó de alumínio. Observa-se que o pó de Alumínio apresenta diversos tamanhos, desde partículas com 10  $\mu\text{m}$  a menores que 80  $\mu\text{m}$  em diversos formatos, na sua grande maioria com formas irregulares.

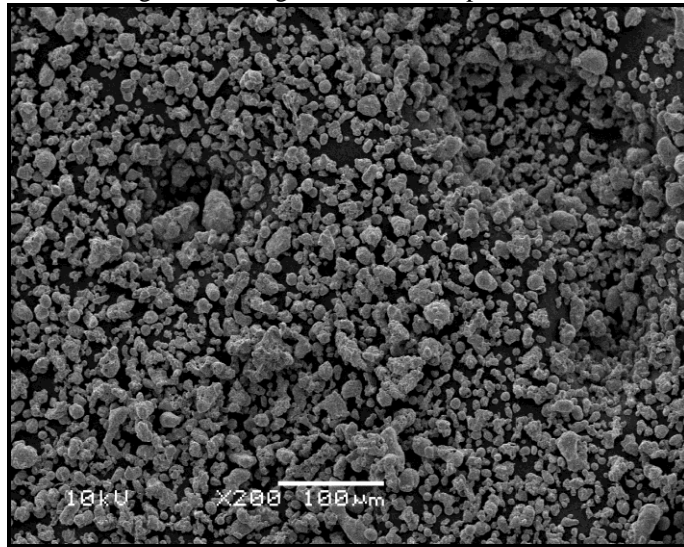
Figura 14: Imagem em MEV do pó de alumínio



Fonte: Própria

E a Figura 15 apresenta o resultado do MEV para o pó de cobre que foi adicionado no alumínio para a confecção das amostras. Notam-se partículas com tamanho próximas de 10  $\mu\text{m}$  até 40  $\mu\text{m}$  e formato arredondados. Para efeito dos testes foram inseridos teores de 1%, 2%, 3%, 4% e 5% de cobre no alumínio.

Figura 15: Imagem em MEV do pó de Cobre

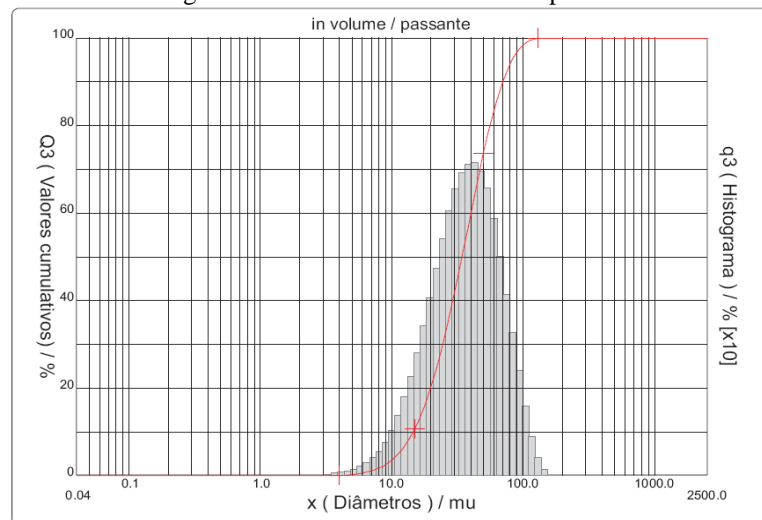


Fonte: Própria

## 4.2 GRANULOMETRIA A LASER

A granulometria a laser permite mensurar os tamanhos das partículas do pó de alumínio e cobre deste trabalho. A Figura 16 apresenta o tamanho da partícula do pó de alumínio.

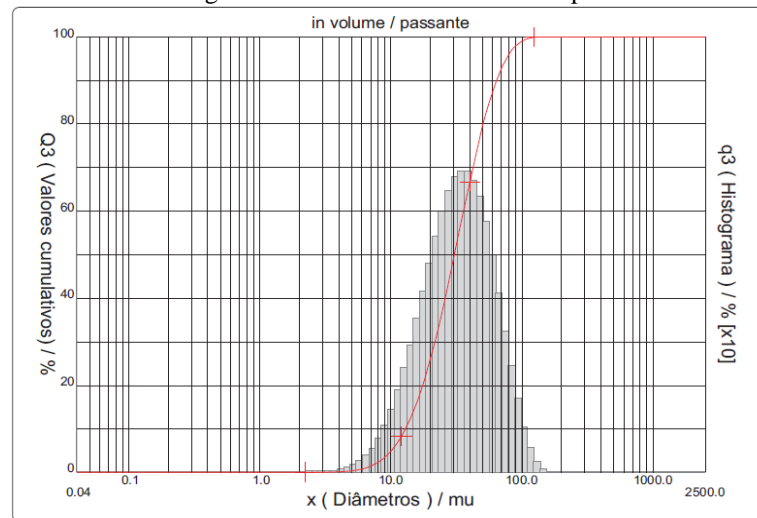
Figura 16: Granulometria a laser do pó de Alumínio



Fonte: Própria

Observa-se que o diâmetro a 10% é de 14,58  $\mu\text{m}$ , o diâmetro a 50% é de 34,36  $\mu\text{m}$  e o diâmetro a 90% é de 70,20  $\mu\text{m}$ . Portanto, o tamanho de partícula médio possui o diâmetro de 39  $\mu\text{m}$ . A Figura 17 mostra a granulometria do pó de cobre que foi adicionado ao alumínio.

Figura 17: Granulometria a laser do pó de cobre



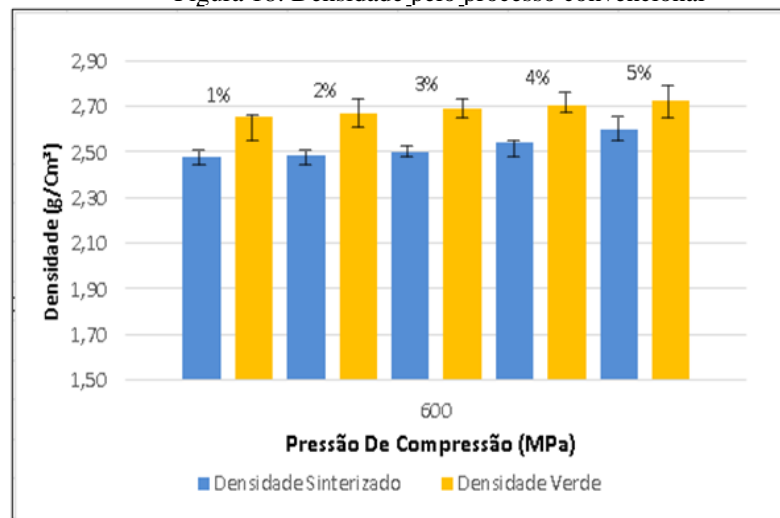
Fonte: Própria

Para o pó de cobre, observa-se que o diâmetro a 10% é de 12,88  $\mu\text{m}$ , o diâmetro a 50% é de 30,56  $\mu\text{m}$  e o diâmetro a 90% é de 63,97  $\mu\text{m}$ . Portanto, o tamanho de partícula médio possui o diâmetro de 35,16  $\mu\text{m}$ .

### 4.3 DENSIDADE RELATIVA

A Figura 18 apresenta os valores de densidade obtidos para as amostras a verde e sinterizadas pelo processo convencional.

Figura 18: Densidade pelo processo convencional

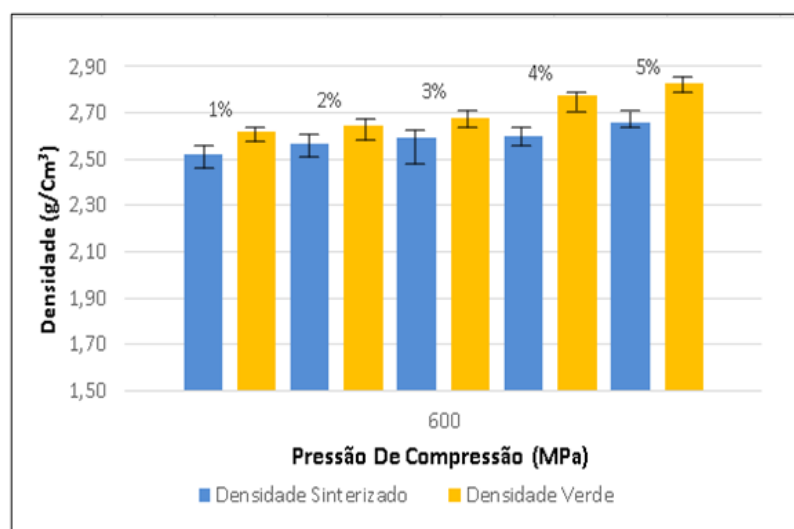


Fonte: Própria.

Conforme aumenta a porcentagem de cobre no alumínio, tanto para as amostras a verde quanto para as sinterizadas ocorre aumento em suas densidades, onde foi encontrada uma média de 2,66 g/cm<sup>3</sup> para as amostras a verde e 2,52 g/cm<sup>3</sup> para as amostras sinterizadas.

A Figura 19 apresenta os valores de densidades para as amostras a verdes e sinterizadas pelo processo a plasma. Observe que nesta situação também ocorre aumento em suas densidades conforme aumenta a porcentagem de cobre no alumínio.

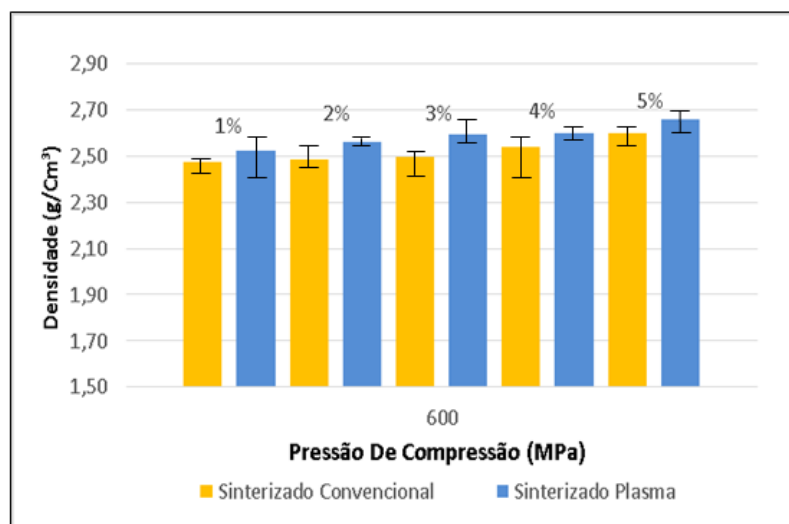
Figura 19: Densidade pelo processo a plasma



Fonte: Própria.

Já a Figura 20 apresenta os valores das densidades para as amostras sinterizadas pelo processo convencional comparados com os valores de densidades pelo processo a plasma.

Figura 20: Densidade pelo processo convencional x plasma



Fonte: Própria

Observe que não houve grande diferença na densificação entre as amostras utilizadas. O que houve foi uma pequena vantagem ao se utilizar o processo a plasma, visto que no processo convencional as médias das densificações ficaram em 2,52 g/cm<sup>3</sup> e percentual total de 90,59% e no processo a plasma a média das densificações ficaram em 2,57 g/cm<sup>3</sup> e percentual total de 92,40%. Ainda, de acordo com GARCIA, *et al*, (2015), a sinterização em atmosfera de nitrogênio sob um ambiente a plasma à baixa pressão mostrou-se mais eficaz, pois foi capaz de conceder uma maior densificação nas amostras. Também, de acordo com PIECZONKA, (2005) e SCHAFFER, (2002), o uso da atmosfera de nitrogênio em amostras de alumínio quebra parcialmente a camada de óxidos, o que acaba auxiliando na densificação final dos sinterizados.

A Tabela 9 apresenta os valores médios das densidades para cada uma das amostras analisadas, além de informações sobre a porcentagem de cobre, tipo de processo e a amostragem utilizada nos ensaios.

Tabela 9: Valores médios das densidades das amostras

| Cobre (%) | Processo     | Média densidades (g/cm <sup>3</sup> ) | Amostragem |
|-----------|--------------|---------------------------------------|------------|
| 1         | Convencional | 2,47                                  | 3          |
|           | Plasma       | 2,54                                  | 3          |
| 2         | Convencional | 2,48                                  | 3          |
|           | Plasma       | 2,56                                  | 3          |
| 3         | Convencional | 2,50                                  | 3          |
|           | Plasma       | 2,58                                  | 3          |
| 4         | Convencional | 2,55                                  | 3          |
|           | Plasma       | 2,59                                  | 3          |
| 5         | Convencional | 2,58                                  | 3          |
|           | Plasma       | 2,60                                  | 3          |

Fonte: Própria

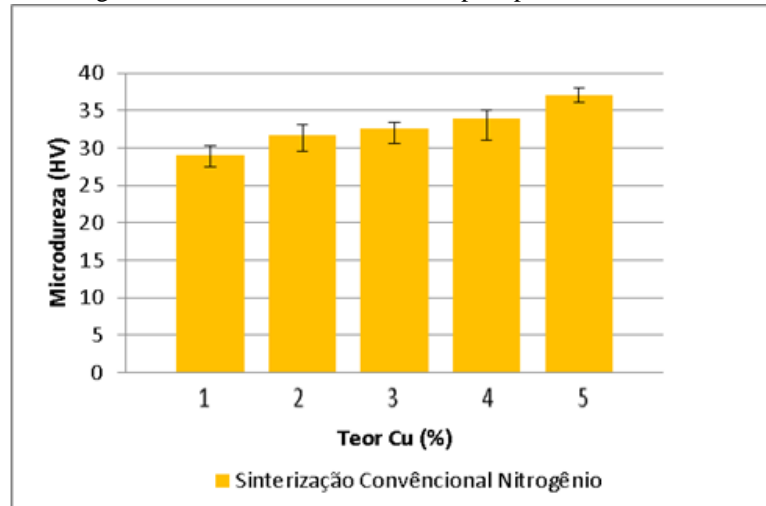
#### 4.4 MICRODUREZA

A Figura 21 apresenta os valores médios das microdurezas obtidos para as amostras sinterizadas pelo processo convencional com os percentuais de cobre propostos para o estudo. O método utilizado foi o da medição de Microdureza Vickers com carga de 50 gf.

Observe na Figura 21 que os valores das médias das microdurezas cresceram conforme ocorreu o aumento de cobre nas amostras. Na amostra com 1% de Cu o resultado foi de 29,08 HV0,05, para a amostra de 3% foi de 32,53 HV0,05 e para a amostra de 5% foi

de 37,00 HV0,05. Portanto, observa-se que quanto maior for a concentração de cobre no alumínio, maior será o valor de sua microdureza.

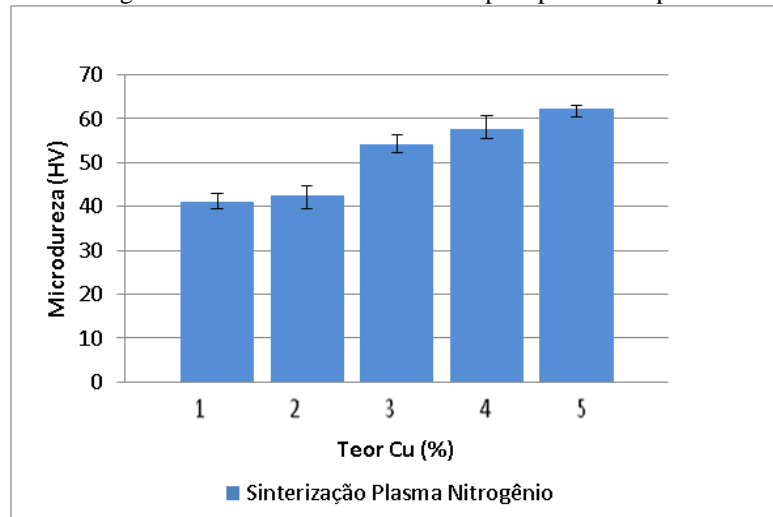
Figura 21: Média das Microdurezas pelo processo convencional



Fonte: Própria

Já a Figura 22 apresenta os valores médios das microdurezas obtidos para as amostras sinterizadas pelo processo a plasma.

Figura 22: Média das Microdurezas pelo processo a plasma



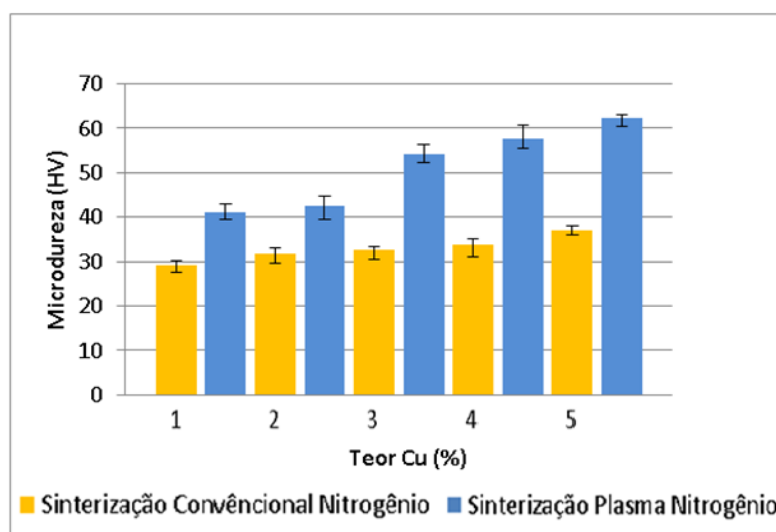
Fonte: Própria

Neste caso, também é observado que aumentando a porcentagem de cobre no alumínio, tem-se o aumento das microdurezas, porém, os resultados finais foram muito superiores aos encontrados na sinterização convencional. Para as amostras com 1% de Cu o

resultado foi de 41,14 HV0,05, para as amostras com 3% de Cu foi de 54,25 HV0,05 e para as amostras com 5% de Cu o resultado foi de 62,18 HV0,05.

A Figura 23 apresenta os valores de microdurezas obtidos para as amostras sinterizadas pelo processo convencional comparados com os valores de microdurezas obtidos pelo processo a plasma.

Figura 23: Média das Microdurezas - processo convencional x plasma



Fonte: Própria

Analisando a Figura 23, verifica-se que dentro da faixa pesquisada, tanto na sinterização convencional, quanto na sinterização a plasma, conforme aumenta o teor de cobre no alumínio, aumenta o valor da microdureza. Conforme (ASM HANDBOOK, 2002), a resistência do alumínio aumenta consideravelmente adicionando-se o cobre como elemento de liga, também melhora substancialmente a resistência mecânica e a dureza da liga. Também é possível observar, que os valores da microdureza na sinterização a plasma são bem superiores aos encontrados na sinterização convencional. Enquanto que na sinterização convencional obteve-se uma média de 32,87 HV0,05, na sinterização a plasma o valor foi de 51,32 HV0,05, ou seja, um aumento de 56,2% na microdureza encontrada. Ainda de acordo com (ASM HANDBOOK, 1998), (UPADHYAYA, 2002), este fato já é bem concebido, uma vez que o nitrogênio possui afinidade química com o alumínio, é capaz de quebrar parcialmente a camada de óxido das partículas de pó e, conseqüentemente, aumenta a resistência mecânica do compactado. Também é importante destacar que o bombardeamento direto de íons de nitrogênio pode modificar a superfície das amostras aumentando conseqüentemente sua dureza (CARDOSO, 2016).

A Tabela 10 apresenta os valores médios das microdurezas, além de informações sobre a porcentagem de cobre, tipo de processo e a amostragem utilizada nos ensaios.

Tabela 10: Valores de microdurezas das amostras

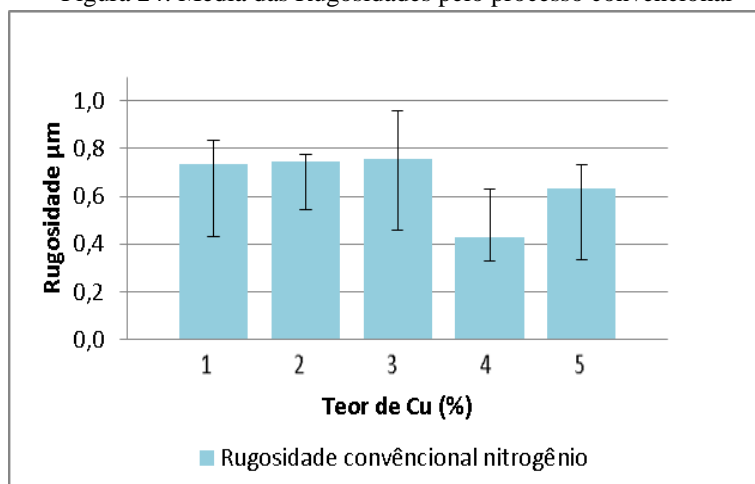
| Cobre (%) | Processo     | Médias das Microdurezas (HV) | Amostragem |
|-----------|--------------|------------------------------|------------|
| 1         | Convencional | 29,08±1,52                   | 3          |
|           | Plasma       | 41,14±2,58                   | 3          |
| 2         | Convencional | 31,78±1,82                   | 3          |
|           | Plasma       | 42,61±3,18                   | 3          |
| 3         | Convencional | 32,53±1,25                   | 3          |
|           | Plasma       | 54,25±2,79                   | 3          |
| 4         | Convencional | 33,96±1,48                   | 3          |
|           | Plasma       | 57,78±2,92                   | 3          |
| 5         | Convencional | 37,00±1,46                   | 3          |
|           | Plasma       | 62,18±1,29                   | 3          |

Fonte: Própria

#### 4.5 RUGOSIDADE SUPERFICIAL

A Figura 24 apresenta os valores médios das rugosidades superficiais obtidos para as amostras sinterizadas pelo processo convencional. Observe que de forma geral os valores de rugosidade encontrados para todos os teores de cobre são valores muito baixos, comparados aos valores que foram encontrados na sinterização a plasma, acarretando ainda em valores mais baixos na porcentagem de cobre entre 4% e 5%. Para as amostras com 4% de Cu a média das rugosidades foi de 0,429  $\mu\text{m}$ , ou seja, o menor valor entre todas as composições. E as maiores médias foram encontradas nas amostras com 3% de Cu com 0,758  $\mu\text{m}$ .

Figura 24: Média das Rugosidades pelo processo convencional

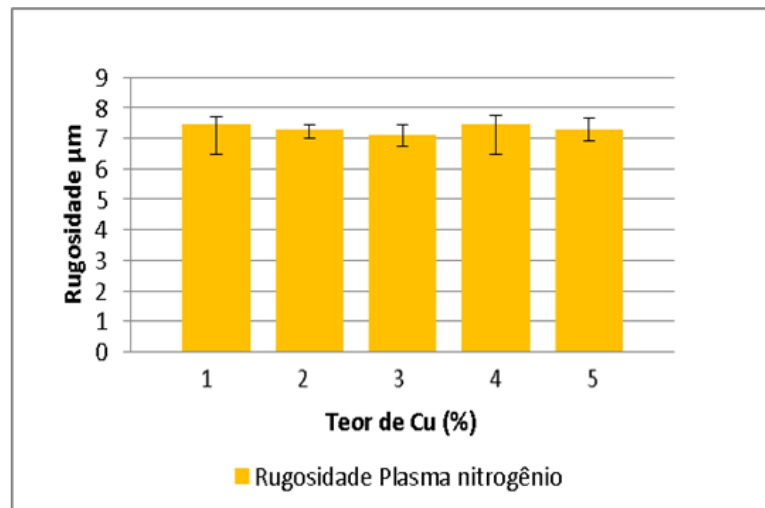


Fonte: Própria



Já a Figura 25 apresenta os valores médios das rugosidades obtidos com as amostras sinterizadas pelo processo a plasma. Neste caso, também é observado pouca variação nos valores encontrados, porém em comparação com o processo convencional, os valores de rugosidades são muito mais altos.

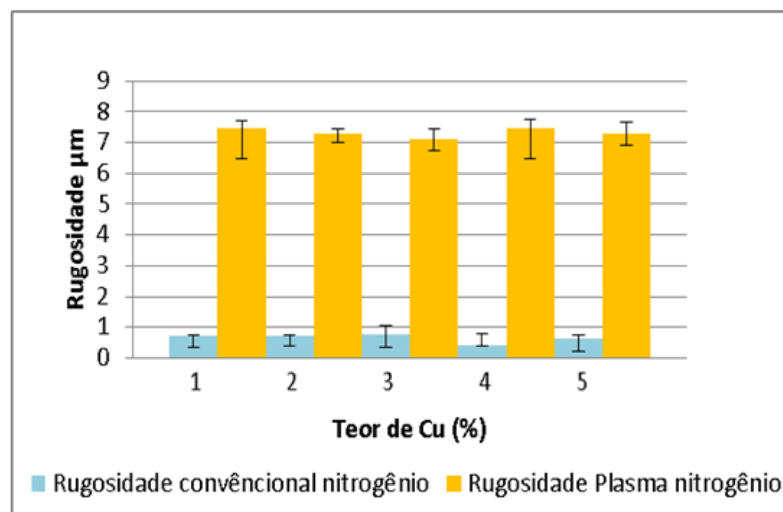
Figura 25: Médias das Rugosidades pelo processo a Plasma



Fonte: Própria

E a Figura 26 apresenta os valores médios das rugosidades obtidos para as amostras sinterizadas pelo processo convencional comparados com os valores médios de rugosidades obtidos pelo processo a plasma.

Figura 26: Média das Rugosidades pelo processo convencional x plasma



Fonte: Própria

Analisando a Figura 26, observe que na sinterização convencional os valores de rugosidade são muito inferiores aos obtidos com o processo a plasma. Para as amostras com 1% de Cu obteve-se uma média de 7,482  $\mu\text{m}$  e para as amostras com 4% de cobre o resultado foi de 7,453  $\mu\text{m}$ . O menor valor encontrado no processo a plasma foi na composição com 3% de Cu que teve uma média de 7,100  $\mu\text{m}$ , ainda assim, muito mais alto dos que os maiores valores encontrados para o processo de sinterização convencional, ou seja, a qualidade do acabamento no processo de sinterização convencional é muito superior ao medido pelo processo a plasma. Isto se deve ao fato de que as superfícies mais rugosas foram geradas em decorrência dos efeitos do bombardeamento iônico que tende a causar uniformidades na superfície das peças. Ainda, segundo GARCIA (2016), para amenizar tais efeitos, a utilização de um aparato que proteja as amostras dessa incidência direta pode ser uma alternativa interessante, visto que, o uso de tal aparato envolvendo as amostras, apresentaram efeitos benéficos, promovendo amostras sinterizadas com melhor acabamento superficial ou menor rugosidade superficial.

A Tabela 11 apresenta os valores médios das rugosidades, além de informações sobre a porcentagem de cobre, tipo de processo e a amostragem utilizada nos ensaios.

Tabela 11: Valores das rugosidades das amostras

| Cobre (%) | Processo     | Médias das Rugosidades (Ra) | Amostragem |
|-----------|--------------|-----------------------------|------------|
| 1         | Convencional | 0,732 $\mu\text{m}$         | 3          |
|           | Plasma       | 7,482 $\mu\text{m}$         | 3          |
| 2         | Convencional | 0,745 $\mu\text{m}$         | 3          |
|           | Plasma       | 7,283 $\mu\text{m}$         | 3          |
| 3         | Convencional | 0,758 $\mu\text{m}$         | 3          |
|           | Plasma       | 7,100 $\mu\text{m}$         | 3          |
| 4         | Convencional | 0,429 $\mu\text{m}$         | 3          |
|           | Plasma       | 7,453 $\mu\text{m}$         | 3          |
| 5         | Convencional | 0,634 $\mu\text{m}$         | 3          |
|           | Plasma       | 7,283 $\mu\text{m}$         | 3          |

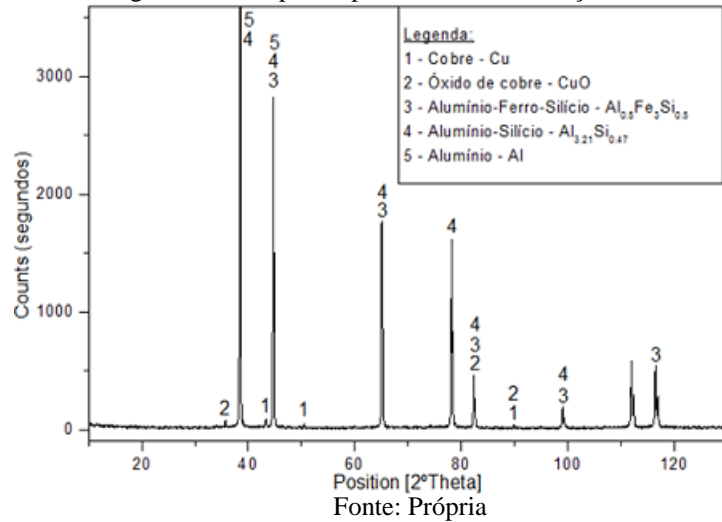
Fonte: Própria

#### 4.6 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (CONVENCIONAL)

A Figura 27 apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada pelo processo convencional com 1% de cobre. Analisando o gráfico é possível identificar que

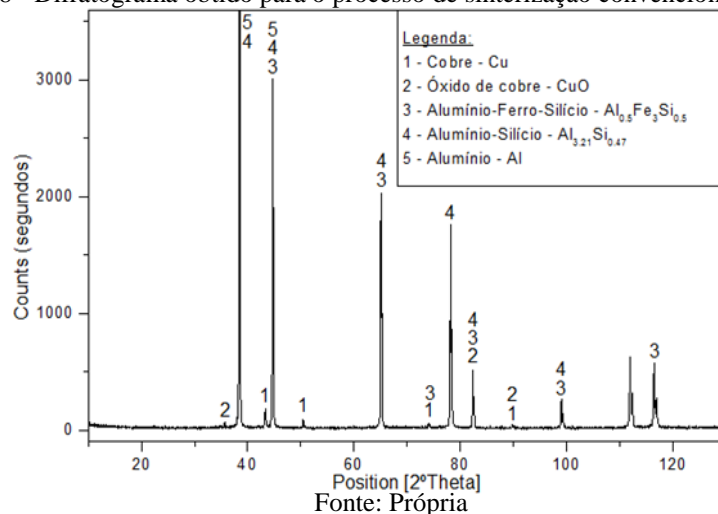
não houve a formação de nenhuma fase na região analisada. Para que isto aconteça é necessária a formação de fase característica contendo alumínio e cobre, o que não aconteceu com esta amostra. Foram identificados apenas picos de alumínio, cobre, alumínio-ferrosilício, alumínio-silício e pequenos picos de óxido de cobre.

Figura 27 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 1% Cu



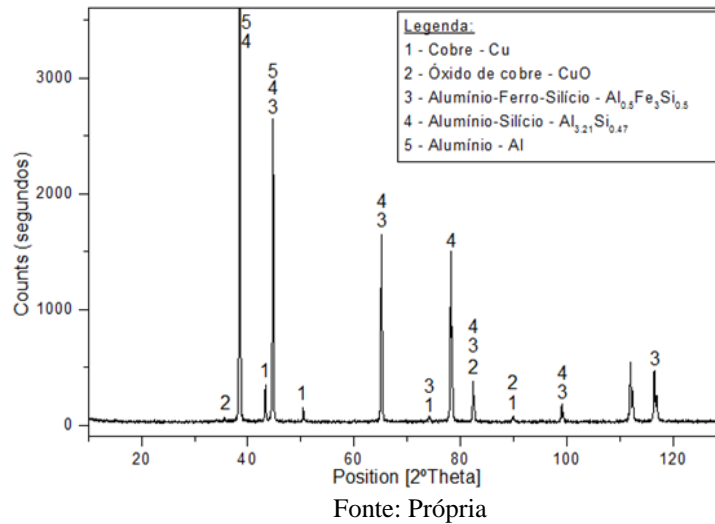
A Figura 28 apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada com 2% de cobre. Observa-se que nesta amostra também não ocorreu a formação de nenhuma fase na região analisada. O que ocorreu foi o aumento do número de picos do cobre, que passou de três para quatro picos, sendo o primeiro pico a aproximadamente  $43^\circ$  e o último pico a aproximadamente  $90^\circ$ , o que se explica pela maior concentração de cobre na amostra.

Figura 28 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização convencional com 2% Cu



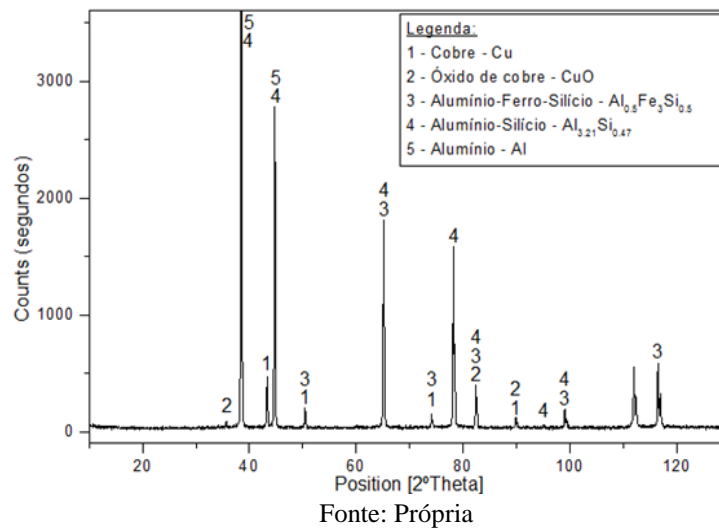
Na Figura 29 é apresentado o difratograma gerado pela análise da amostra com 3% de cobre. O resultado desta amostra não foi diferente das anteriores, também não houve a formação de nenhuma fase na região analisada e foram encontrados os mesmos picos de alumínio, cobre, alumínio-ferro-silício, alumínio-silício e picos de óxido de cobre.

Figura 29 - Difratograma obtido para o processo de sinterização convencional com 3% Cu



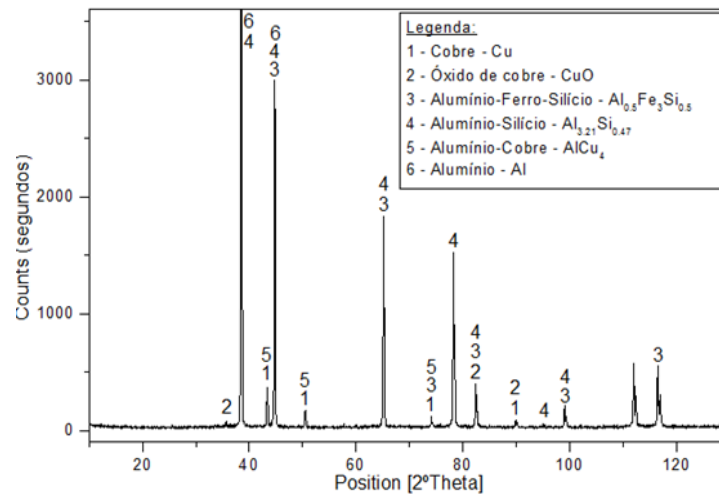
Já, a Figura 30 apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada convencionalmente com 4% de cobre. Nesta amostra também não ficou configurada a formação de nenhuma fase na região analisada. Continuam sendo encontrados os mesmos picos de alumínio, cobre, alumínio-ferro-silício, alumínio-silício e óxido de cobre.

Figura 30 - Difratograma obtido para o processo de sinterização convencional com 4% Cu



Na Figura 31 é apresentado o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada com 5% de cobre. Observe no gráfico que nesta amostra formou-se picos característicos de uma fase ( $\text{AlCu}_4$ ) na região analisada, sendo que o primeiro pico ocorreu a aproximadamente  $43^\circ$ , o segundo a  $51^\circ$  e o último pico a  $75^\circ$  aproximadamente. Também é observado que a formação dos picos de alumínio, cobre, alumínio-ferro-silício, alumínio-silício e óxido de cobre se mantiveram inalteradas.

Figura 31 - Difratograma obtido para o processo de sinterização convencional com 5% Cu



Fonte: Própria

Os difratogramas que foram gerados pela análise de difração de raios-X, nas Figuras 27, 28, 29 e 30 com 1%, 2%, 3% e 4% de cobre não apresentaram na região analisada a formação de fase que comprovasse a interdifusão do cobre no alumínio ou vice-versa. O que foi evidenciado foi o aparecimento de picos de Alumínio, ferro e silício, o que já era esperado pelo fato do pó não ser totalmente puro, o ferro e o silício fazem parte da constituição do pó de alumínio utilizado neste trabalho, conforme informado no laudo técnico fornecido pelo fabricante do pó do alumínio.

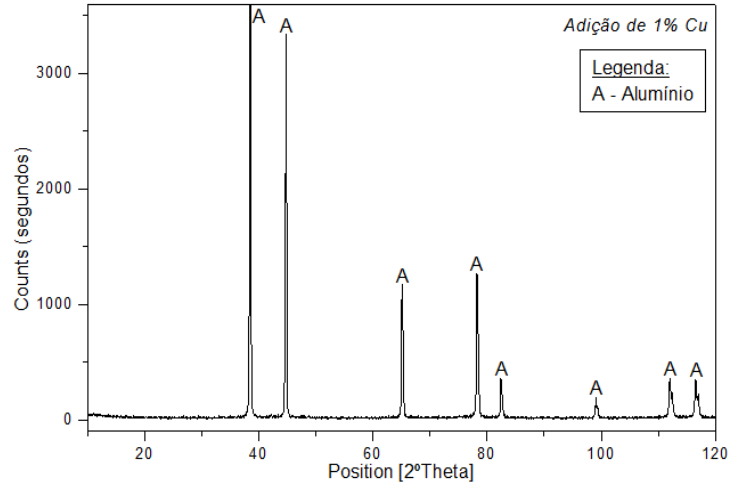
Já, para a amostra com 5% de cobre o difratograma apresentado pela Figura 31, também indica os mesmos resultados já citados nas composições anteriores, porém, com esta porcentagem de cobre, ocorreu a formação de uma fase ( $\text{AlCu}_4$ ).

#### 4.7 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (PLASMA)

A Figura 32 apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada a plasma com 1% de cobre. A análise do gráfico nos indica que não foi possível identificar a

formação de fase na microestrutura da amostra, foi percebido apenas picos característicos do alumínio puro. Para que ocorra a formação de fase é necessária a formação de picos característicos de alumínio e de cobre, o que não ocorreu nesta amostra.

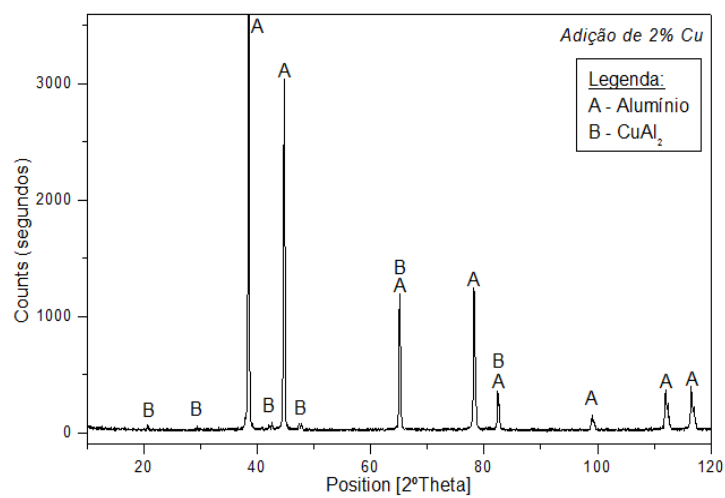
Figura 32 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 1% Cu



Fonte: Própria

A Figura 33 nos apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada com 2% de cobre. Observe no gráfico que nesta amostra aconteceu a formação dos picos característicos de uma nova fase ( $\text{CuAl}_2$ ), sendo que o primeiro pico ocorreu a aproximadamente  $22^\circ$  e o último pico a  $83^\circ$  aproximadamente.

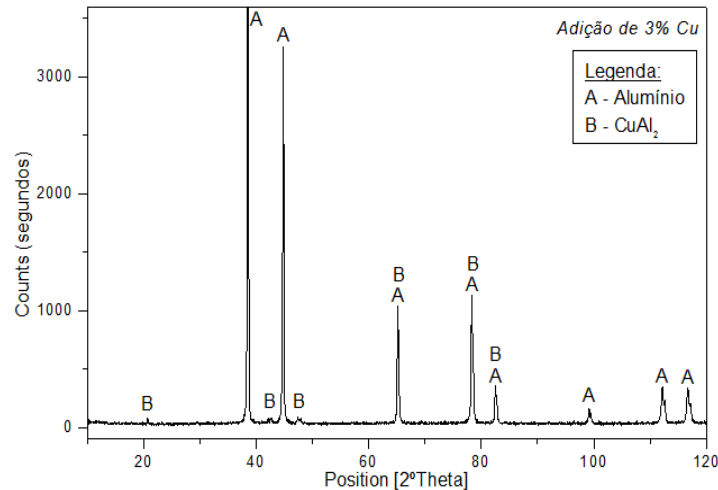
Figura 33 - Difratoograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 2% Cu



Fonte: Própria

Já a Figura 34 apresenta o difratograma da análise DRX da amostra sinterizada com 3% de Cobre. Observa-se que nesta amostra também ocorreu a formação dos picos característicos de fase ( $\text{CuAl}_2$ ), sendo o primeiro pico a aproximadamente  $20^\circ$  e o último pico a aproximadamente  $83^\circ$ . Ainda destaca-se neste difratograma a formação dupla de três picos, ou seja, picos de alumínio e de ( $\text{CuAl}_2$ ) entre  $65^\circ$  e  $83^\circ$  aproximadamente.

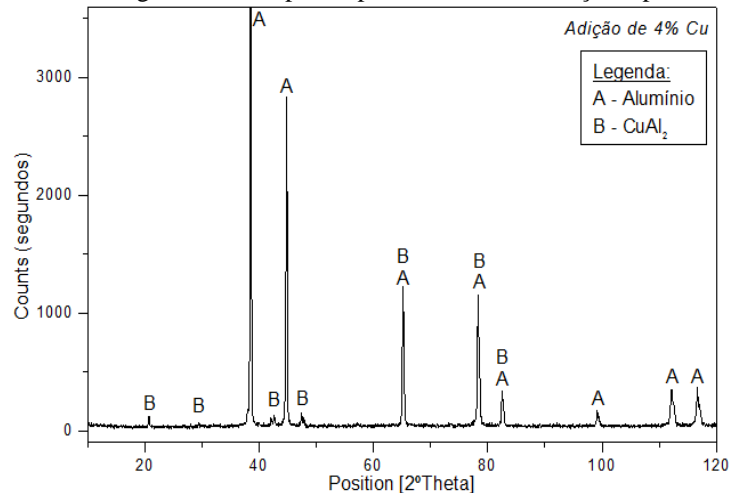
Figura 34 - Difratograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 3% Cu



Fonte: Própria

Na Figura 35 é apresentado o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada com 4% de cobre. Também ocorreu a formação de fase nesta amostra. Observe que com 4% de cobre foi obtido ainda mais picos cristalinos característicos da fase ( $\text{CuAl}_2$ ) e os mesmos três picos de formação dupla que ocorreu na amostra com 3% de cobre.

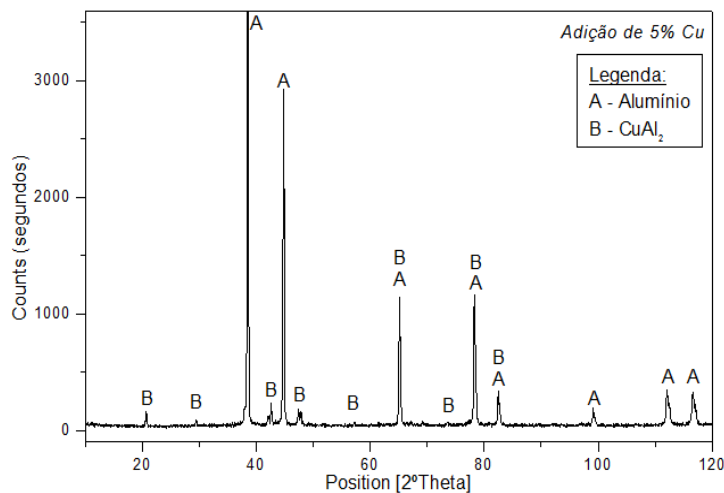
Figura 35 - Difratograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 4% Cu



Fonte: Própria

A Figura 36 apresenta o difratograma gerado pela análise DRX da amostra sinterizada com 5% de cobre. Nesta amostra destaca-se ainda mais a presença dos picos cristalinos característicos da formação da fase ( $\text{CuAl}_2$ ) e também os picos de formação dupla, comprovando que houve a interdifusão do cobre no alumínio para a formação da fase ( $\text{CuAl}_2$ ) no estudo proposto.

Figura 36 - Difratograma obtido para o processo de sinterização a plasma com 5% Cu



Fonte: Própria

Sendo assim, os difratogramas gerados pela análise de difração de raios-X, nas Figuras 33, 34, 35 e 36 com 2%, 3%, 4% e 5% de cobre mostraram a formação da fase ( $\text{CuAl}_2$ ). Na Figura 32 com 1% de cobre não foi identificada a formação de nenhuma fase.

Pelos resultados dos difratogramas apresentados nas amostras deste trabalho, é possível afirmar que no processo de sinterização a plasma foi identificada a formação de fase a partir de 2% de cobre, o que na sinterização convencional, esta identificação só foi possível a partir de 5% de cobre.

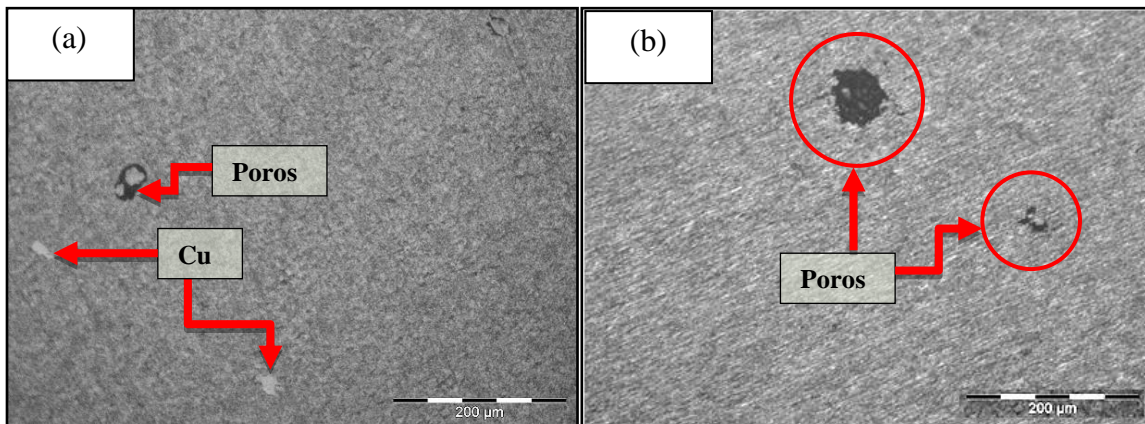
Segundo o diagrama de fase Al-Cu (ASM HANDBOOK, 1990), para que ocorra a formação da fase ( $\text{CuAl}_2$ ), a solubilidade máxima no estado sólido é de 5,65% em peso de cobre à temperatura de  $548^\circ\text{C}$ , com posterior resfriamento brusco, ocorrendo a formação da mesma. Na sinterização a plasma deste trabalho, foi obtida a mesma fase com menos concentração de cobre, 2% e menor temperatura,  $500^\circ\text{C}$ , ou seja, houve uma redução da quantidade de cobre e de temperatura, comprovando que o processo pode ser tecnicamente viável. Na amostra com 1% de cobre não foi identificada a formação de fase, muito provavelmente pela baixa concentração de cobre, mas são necessários maiores estudos para chegarmos a uma conclusão mais definitiva para esta composição.



## 4.8 METALOGRAFIAS

São apresentadas as metalografias obtidas das amostras sinterizadas pelo processo convencional e pelo processo a plasma com 1%, 2%, 3%, 4% e 5% de cobre. Com o objetivo inicial de análise da porosidade, segue as metalografias sem ataque químico de ambos os processos. As Figuras 37 (a) e (b) apresentam as metalografias das amostras com 1% de Cu.

Figura 37: Al 1% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 1% Cu Plasma sem ataque (b)

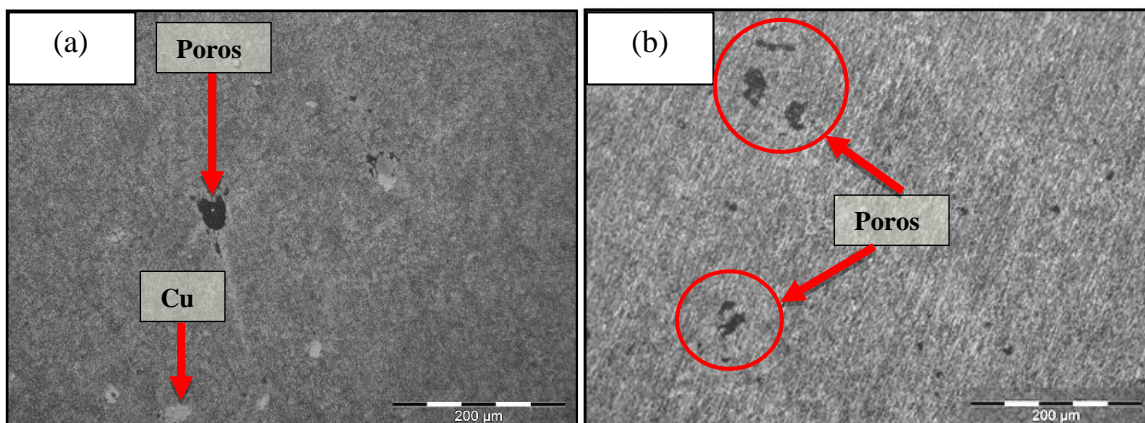


Fonte própria

Na Figura 37 (a) é possível observar que houve interação entre o alumínio e o cobre, mas não houve interdifusão entre os elementos constituintes, justificado pelo difratograma apresentado no tópico anterior. Observa-se partículas de cobre entre 20 a 40 µm e poros ao redor de algumas destas partículas. Na Figura 37 (b) não são observados partículas de cobre, porém existem poros com tamanho maiores, na ordem de 100 µm.

As Figuras 38 (a) e (b) apresentam as metalografias das amostras com 2% de cobre.

Figura 38: Al 2% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 2% Cu Plasma sem ataque (b)

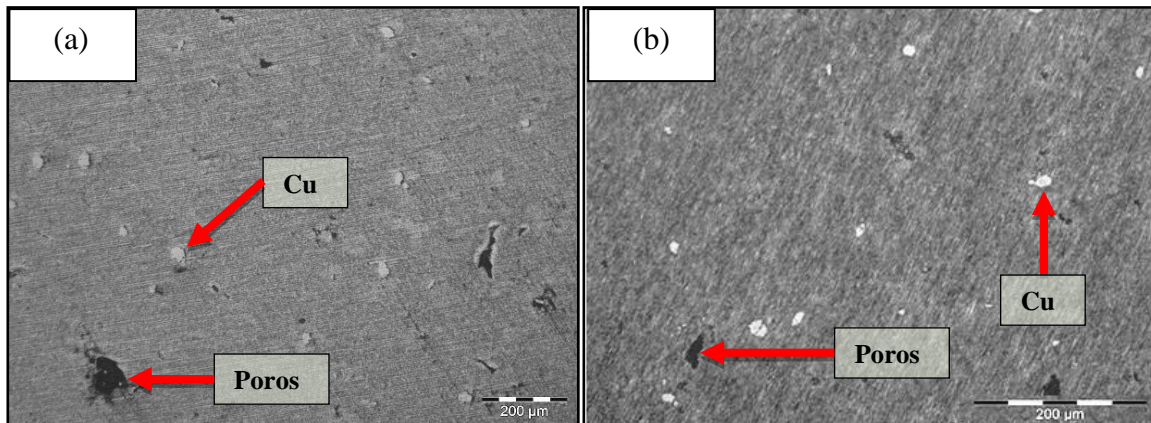


Fonte própria

Na Figura 38 (a) também ocorreu interação entre os elementos constituintes, mas não a interdifusão dos mesmos. Observa-se as mesmas partículas de cobre na faixa de 20 a 40  $\mu\text{m}$  da composição anterior e poucos poros distribuídos na matriz. Na Figura 38 (b) não são observados partículas de cobre, porém, houve uma quantidade maior de poros, apresentando tamanhos entre 10 a 80  $\mu\text{m}$ . Conforme resultado do difratograma deste trabalho, a partir desta composição de cobre pelo processo a plasma, ocorreu formação de fase, que não ficou evidenciado na microestrutura.

As Figuras 39 (a) e (b) apresentam as metalografias das amostras com 3% de cobre.

Figura 39: Al 3% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 3% Cu Plasma sem ataque (b)



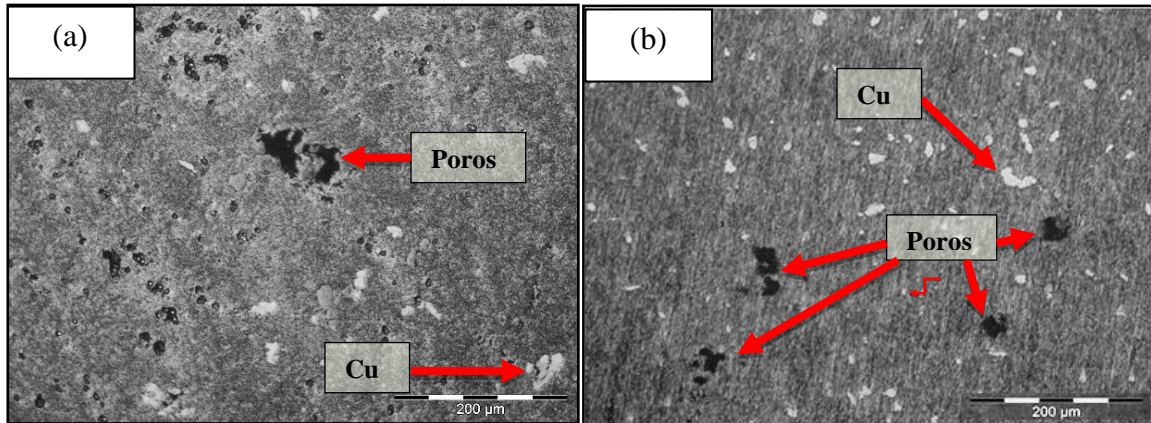
Fonte própria

Na análise da Figura 39 (a), continua não havendo interdifusão entre os elementos constituintes, as partículas de cobre apareceram em maior quantidade e com tamanhos que variam entre 10 a 40  $\mu\text{m}$  e os poros estão variando com tamanhos entre 20 a 120  $\mu\text{m}$ . Já na Figura 39 (b), há uma quantidade de cobre muito similar ao processo convencional com tamanhos variando entre 5 a 30  $\mu\text{m}$  e poros variando entre 20 a 60  $\mu\text{m}$ . Também ocorreu nesta amostra, segundo difração de raios-x a formação de fase, que não ficou evidenciado na microestrutura.

As Figuras 40 (a) e (b) apresentam as metalografias das amostras com 4% de cobre.

Na Figura 40 (a) os resultados encontrados para esta composição não são muito diferentes aos encontrados na composição anterior. Apresenta um aumento do aparecimento de partículas de cobre com tamanhos que variam entre 10 a 50  $\mu\text{m}$  distribuídas heterogeneamente na metalografia e com falta de interdifusão total da amostra analisada. Destaca-se o aumento da quantidade de poros e bem irregulares com tamanhos que variam entre 5 a 100  $\mu\text{m}$ .

Figura 40: Al 4% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 4% Cu Plasma sem ataque (b)

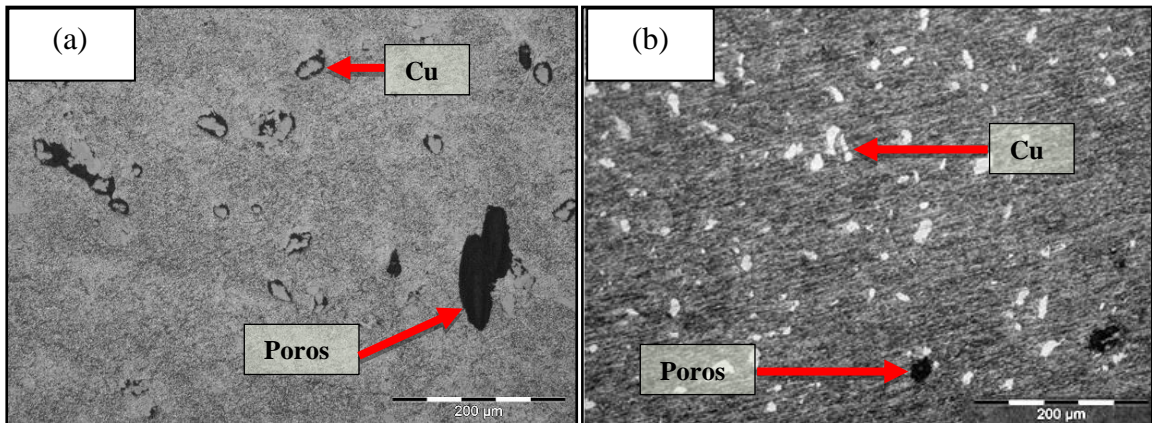


Fonte própria

Já a Figura 40 (b) apresenta igualmente porosidades irregulares e partículas de cobre na faixa de 5 a 40 µm. Os resultados da difração de raios-x exibem que ocorreu a formação de fase com a interdifusão dos átomos de cobre no alumínio que não ficou evidenciado na microestrutura da amostra.

E as Figuras 41 (a) e (b) apresentam as metalografias das amostras com 5% de cobre.

Figura 41: Al 5% Cu Convencional sem ataque (a) e Al 5% Cu Plasma sem ataque (b)



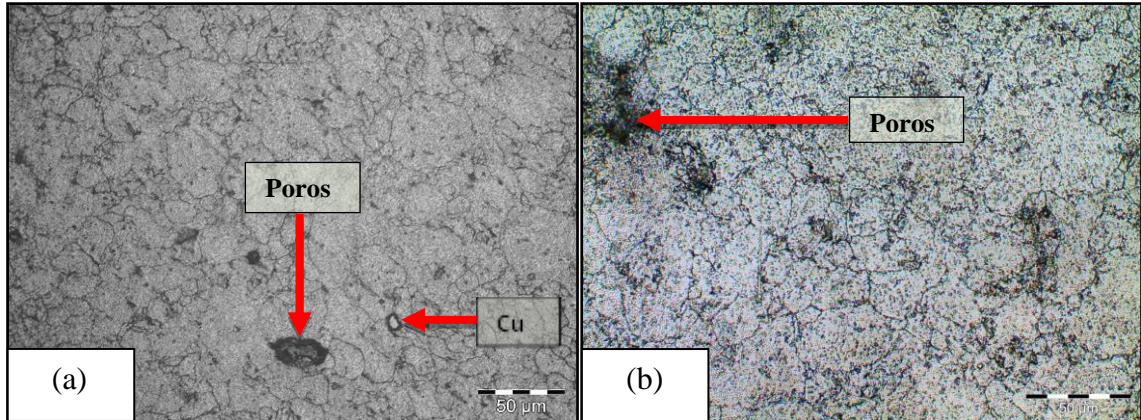
Fonte própria

A Figura 41 (a) para a amostra com 5% de cobre exibe porosidade com tamanhos entre 40 a 160 µm, algumas delas se apresentaram ao redor dos grãos de cobre. O resultado da difração apresentou uma fase,  $AlCu_4$  que não destaca-se na Figura 41 (a).

Na Figura 41 (b) os poros possuem tamanhos entre 20 a 50 µm e apresenta várias partículas de cobre de tamanhos que variam entre 5 a 50 µm. Os resultados da difração de raios-x ilustram a formação de uma nova fase,  $CuAl_2$  com a interdifusão entre o cobre e o alumínio que não é possível identificar na metalografia apresentada.

Com o objetivo de analisar a estrutura da formação dos grãos das amostras apresentadas, as Figuras 42 (a) e (b) apresentam as metalografias com 1% de Cu pelo processo convencional e a Plasma com ataque químico.

Figura 42: Al 1% Cu Convencional com ataque (a) e Al 1% Cu Plasma com ataque (b)

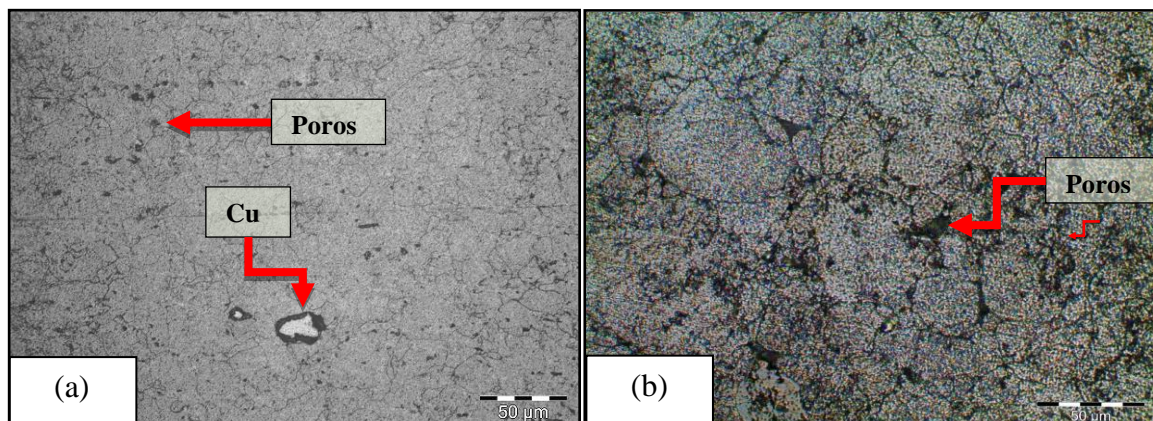


Fonte própria

Através da metalografia da Figura 42 (a) e pelo resultado da difração apresentado no tópico anterior, é possível observar que houve interação, mas não houve total interdifusão entre os elementos constituintes, partículas de cobre com 10  $\mu\text{m}$  e poros com variação entre 5 a 40  $\mu\text{m}$  são observados. O contorno de grão do alumínio ficou entre 10 a 50  $\mu\text{m}$ . Já na Figura 42 (b) também é observado que não houve a total interdifusão, mas a sua distribuição na matriz de alumínio está mais uniforme e que a porosidade está heterogeneamente espalhada sobre a matriz com contorno de grão de 20 a 50  $\mu\text{m}$ .

As Figuras 43 (a) e (b) apresentam as metalografias pelo processo convencional e a plasma com 2% de cobre.

Figura 43: Al 2% Cu Convencional com ataque (a) e Al 2% Cu Plasma com ataque (b)

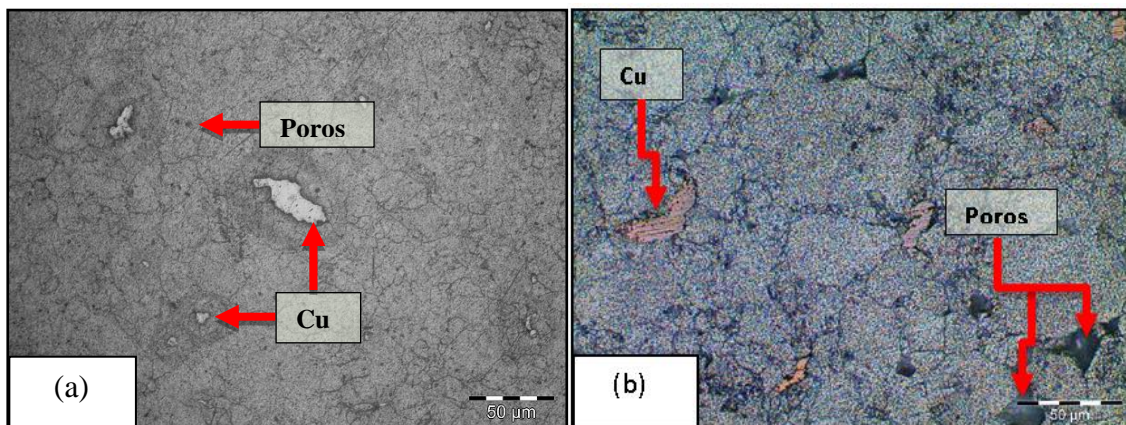


Fonte: Própria

Nas Figuras 43 (a) e (b) é possível visualizar os contornos dos grãos formados nas estruturas devido o ataque químico realizado e que também não houve total interdifusão entre os elementos constituintes. Nota-se na Figura 43 (a) o tamanho de grão de 5  $\mu\text{m}$ , sendo poucos distribuídos pela matriz e a grande maioria de grãos numa faixa de tamanho de 10 a 50  $\mu\text{m}$ . Já a faixa dimensional do tamanho de grãos da Figura 43 (b) está entre 20 a 80  $\mu\text{m}$  com uma grande quantidade de poros entre o contorno de grãos.

As Figuras 44 (a) e (b) apresentam as metalografias pelo processo convencional e a plasma com 3% de cobre.

Figura 44: Al 3% Cu Convencional com ataque (a) e Al 3% Cu Plasma com ataque (b)



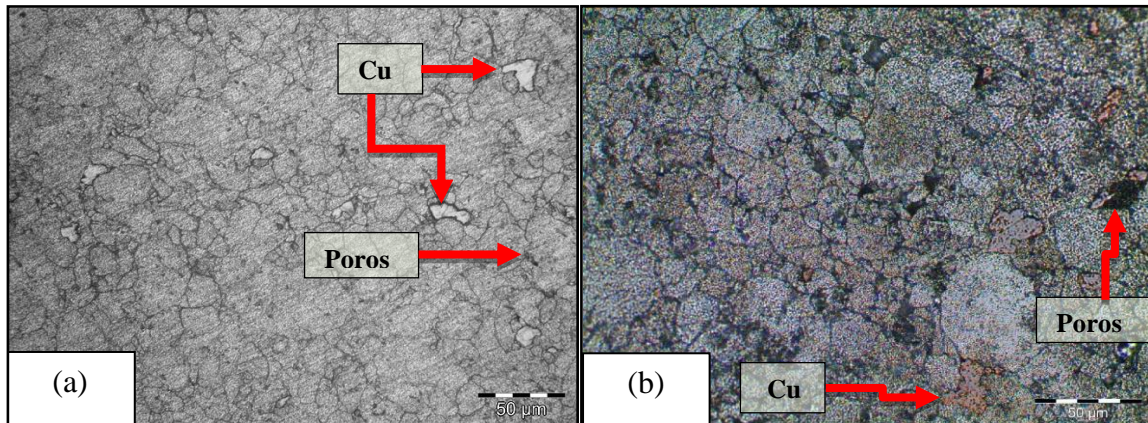
Fonte: Própria

A Figura 44 (a) apresenta o contorno dos grãos bem definidos, que também não aconteceu a interdifusão total da amostra analisada evidenciando partículas de cobre com tamanho entre 10 e 50  $\mu\text{m}$  com poros entre os contornos de grãos. Já na Figura 44 (b) as porosidades se apresentaram heterogêneas com tamanho variado entre 10 e 25  $\mu\text{m}$  espalhado sobre a matriz de alumínio, embora a faixa de tamanhos de grãos varie entre 20 a 80  $\mu\text{m}$ . Segundo resultados de difração de raios-x apresentados neste trabalho ocorreu a formação de fase nesta composição que não ficou evidenciado na microestrutura.

As Figuras 45 (a) e (b) apresentam as metalografias pelo processo convencional e a plasma com 4% de cobre.

Na Figura 45 (a) os resultados encontrados para esta composição são muito parecidos aos encontrados na composição anterior. Apresenta o contorno dos grãos bem definidos, com falta de interdifusão total da amostra analisada evidenciando partículas de cobre com tamanho entre 10 e 30  $\mu\text{m}$  distribuídas heterogeneamente na metalografia evidenciando poros de 5  $\mu\text{m}$  no interior dos grãos.

Figura 45: Al 4% Cu Convencional com ataque (a) e Al 4% Cu Plasma com ataque (b)

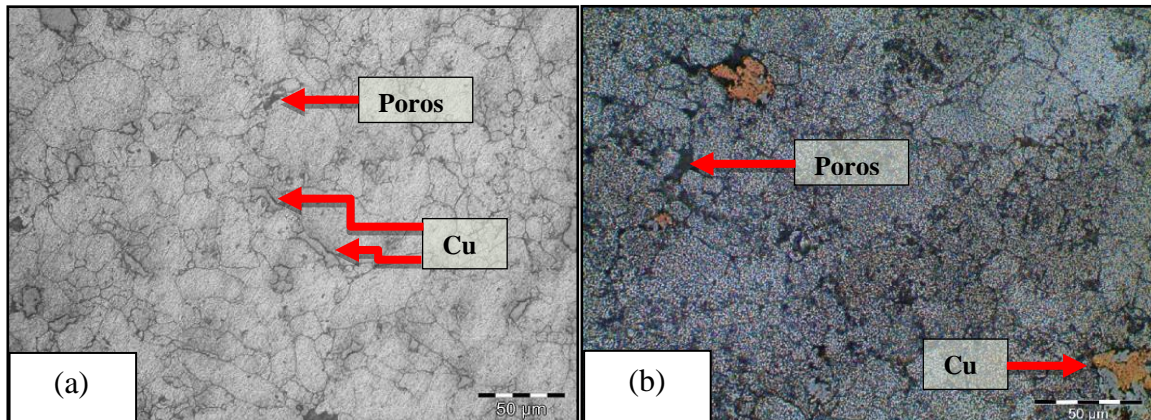


Fonte: Própria

Já a Figura 45 (b) apresenta porosidades irregulares, contornos de grãos bem definidos entre 10 e 50  $\mu\text{m}$  e partículas de cobre na faixa de 10 a 20  $\mu\text{m}$ . Os resultados da difração de raios-x exibem que ocorreu a formação de fase com a interdifusão dos átomos de cobre no alumínio que não ficou evidenciado na microestrutura da amostra.

E as Figuras 46 (a) e (b) apresentam as análises com as amostras contendo 5% de cobre pelo processo convencional e a plasma.

Figura 46: Al 5% Cu Convencional com ataque (a) e Al 5% Cu Plasma com ataque (b)



Fonte: Própria

A Figura 46 (a) para a amostra com 5% de cobre exibe pouquíssima porosidade com tamanho de 4  $\mu\text{m}$  e se mantiveram homogêneas dentro dos grãos de cobre. Os grãos ficaram com duas distribuições de tamanho, sendo a primeira na faixa de 10 a 20  $\mu\text{m}$  e a segunda com dimensão de 40 a 80  $\mu\text{m}$ . A difração de raios-X apresentou uma fase de  $\text{AlCu}_4$  que não destaca-se na Figura 46 (a). Na Figura 46 (b) a porosidade é mais homogênea sobre toda a

amostra realçando os tamanhos de grãos de duas faixas dimensionais, sendo a primeira com 10 a 20  $\mu\text{m}$  e a segunda com 20 a 50  $\mu\text{m}$ . Os resultados da difração de raios-x ilustram a formação de uma nova fase de  $\text{CuAl}_2$  com a interdifusão entre o cobre e o alumínio que não destaca-se ao redor das partículas de Cobre.

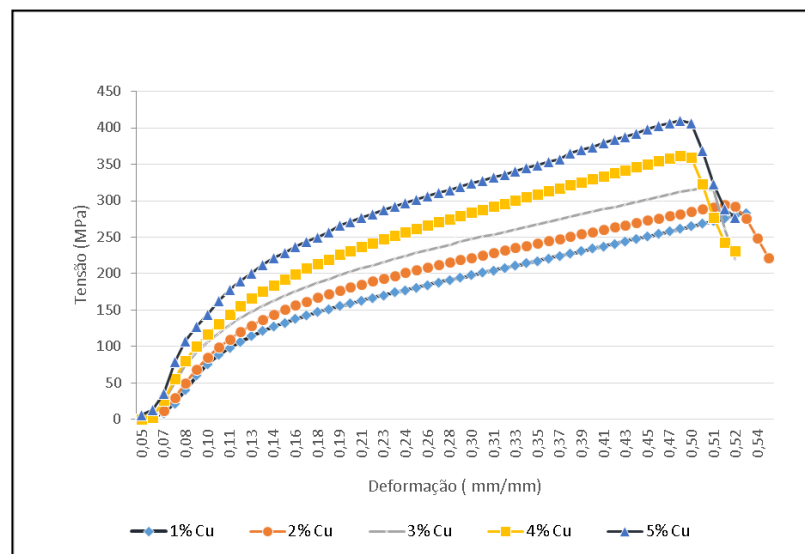
#### 4.9 COMPRESSÃO

Conforme escrito na sessão do procedimento experimental, não foi possível realizar a usinagem nas amostras sinterizadas pelo processo convencional, pois as mesmas se quebraram durante o torneamento. Tais quebras podem ter ocorrido devido a fragilidade que as amostras se encontravam após sinterizadas com nitrogênio.

Ainda, segundo PIECZONKA, (2005) e SCHAFFER, (2002), os benefícios relatados na literatura a respeito da sinterização de alumínio na presença de nitrogênio já são conhecidos, podendo este gás melhorar a sinterização pela reação com o alumínio, bem como melhorar as propriedades mecânicas do material. Mas, além disso, mudanças de parâmetros de processo de sinterização (temperatura, tempo, taxa de aquecimento) são imprescindíveis para se obter resultados mais conclusivos, por isso, maiores investigações necessitam serem realizadas para evidenciar os efeitos deste gás sobre elas.

Desta forma, foram apresentados apenas os resultados para a compressão das amostras sinterizadas pelo processo a plasma. A Figura 47 apresenta os resultados obtidos para o ensaio de compressão das amostras sinterizadas a plasma com 1%, 2%, 3%, 4% e 5% de cobre.

Figura 47: Gráfico de compressão para o processo a Plasma



Fonte: Própria

Da análise da Figura 47 é possível observar que em todas as amostras as deformações apresentaram um comportamento muito parecido, a exceção foi na composição com 2% Cu que teve um deslocamento aproximado de 0,52mm/mm, um pouco maior que nas demais composições. Também é observado que houve um aumento gradativo no valor da tensão de ruptura das amostras conforme aumenta o teor de cobre nas mesmas. Para a amostra de 2% Cu a ruptura ocorreu a aproximadamente 289 MPa, para a amostra de 3% Cu a 320 MPa, para a amostra de 4% Cu a 362 MPa e para a amostra de 5% Cu a aproximadamente 410 MPa. Para a amostra com 1% Cu observe que não ocorreu a ruptura do material, o equipamento chegou em sua carga máxima sem a mesma ter se rompido. Acredita-se que isto ocorreu devido a porcentagem de cobre ser muito baixa, a amostra se encontra muito dúctil não ocorrendo a fratura da mesma.



## 5 CONCLUSÕES

Através deste trabalho foi possível avaliar o comportamento do alumínio com a adição de diferentes teores de cobre obtido pela metalurgia do pó através da sinterização a plasma e também foi possível comparar seus resultados com os obtidos pelo processo de sinterização convencional em forno resistivo.

A densificação final das amostras apresentaram resultados muito parecidos, com uma pequena vantagem para as amostras sinterizadas pelo processo a plasma. As médias das densificações ficaram em  $2,52 \text{ g/cm}^3$  e percentual total de 90,59% para o processo convencional e  $2,57 \text{ g/cm}^3$  e percentual total de 92,40% para o processo a plasma.

Com relação às microdurezas das amostras, dentro da faixa pesquisada, tanto na sinterização convencional, quanto na sinterização a plasma, conforme aumenta o teor de cobre no alumínio, aumenta o valor da microdureza. Também foi observado que os valores das microdurezas na sinterização a plasma são bem superiores aos encontrados na sinterização convencional, ou seja, com maior dureza superficial. A média das microdurezas na sinterização convencional foi de 32,87 HV, enquanto, na sinterização a plasma o valor foi de 51,32 HV, um aumento médio de 56,2% nas microdurezas encontradas.

De acordo com os resultados de rugosidade encontrados nas amostras, para a sinterização convencional, média de  $0,66 \mu\text{m}$  e para a sinterização a plasma, média de  $7,32 \mu\text{m}$ , observa-se que não se torna viável a utilização do processo a plasma para este requisito, pois na sinterização convencional os valores de rugosidade são muito melhores aos obtidos com o processo de sinterização a plasma.

Os difratogramas gerados pela difração de raios-x das amostras sinterizadas pelo processo convencional não apresentou a formação de nenhuma fase até a composição com 4% de cobre. A formação da única fase encontrada ( $\text{AlCu}_4$ ) ocorreu com a amostra de 5% de cobre. Já os difratogramas gerados pela difração de raios-x das amostras sinterizadas pelo processo a plasma indicou que ocorreu a formação da fase ( $\text{CuAl}_2$ ) a partir do incremento de 2% de cobre. Esta mesma formação também ocorreu para as amostras com 3%, 4% e 5% de cobre, o que acaba comprovando a eficiência do processo de sinterização a plasma nos moldes estudados.

No processo de sinterização convencional e a plasma as metalografias sem ataque químico destacaram o aparecimento de poros com tamanhos variados e bem irregulares em todas as composições. Não foi possível observar os contornos de grãos, mas apenas as partículas de cobre distribuídas na matriz de alumínio. Já para as amostras atacadas, na

sinterização convencional as metalografias apresentaram contornos de grãos bem definidos, que não ocorreu a interdifusão total entre elas e que a formação de poros ocorreu de forma mais homogênea. E para as amostras sinterizadas a plasma a porosidade ocorreu de forma mais heterogênea, contornos de grãos bem definidos e que não foi possível identificar a interdifusão entre o cobre e o alumínio conforme resultados dos difratogramas.

Para os ensaios de compressão nas amostras sinterizadas a plasma, os valores das deformações ficaram muito próximos, em torno de 0,50mm/mm. Também foi observado que conforme aumenta o teor de cobre no alumínio, maior é a resistência gerada pela amostra. Para a amostra com 2% Cu foi obtido uma tensão aproximada de 289 MPa na região de sua ruptura e para a amostra com 5% Cu uma tensão de 410 MPa, uma diferença de 42% entre estas composições. Para a amostra com 1% Cu não aconteceu a ruptura do material, a concentração de cobre é muito pequena, o que contribuiu para a baixa ductibilidade do material não acontecendo a fratura da mesma. E para as amostras sinterizadas pelo processo convencional, devido a fragilidade evidenciada, as mesmas se quebraram durante a usinagem não sendo possível a realização do ensaio.

## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Após concluído os estudos sobre o comportamento da adição de cobre no alumínio obtido pela metalurgia do pó através da sinterização a plasma, segue sugestões para que outros pesquisadores possam dar continuidade nesta linha de pesquisa:

- Utilizar gaiola catódica que tem a função de impedir o bombardeamento direto de íons da atmosfera na superfície das amostras;
- Investigar outros parâmetros de processo, como composição, tempo, temperatura e atmosfera;
- Avaliar a sinterização a plasma de outras ligas de alumínio como, por exemplo: magnésio, silício e estanho;
- Investigar a aplicabilidade de tratamentos termoquímicos concomitantes com a sinterização a plasma;
- Realizar compactação à quente do pó de alumínio e cobre;
- Explorar a realização de tratamentos térmicos superficiais, após a sinterização, para obtenção de melhores propriedades em geral;
- Investigar a utilização de outros lubrificantes, bem como a compactação e sinterização sem o auxílio de lubrificação.

## 7 REFERÊNCIAS

- ABAL. **Fundamentos e Aplicações do Alumínio**. Associação Brasileira do Alumínio. 2013. Disponível em: <<http://www.abal.org.br/site/pdf/fundamentos-do-aluminio/001.pdf>>. Acesso em: 13 Outubro 2016.
- ALBARO, J. L. A. **A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial**. Parte V: Descrição da etapa de prensagem. *Cerâmica Industrial*, v. 6, n. 3, p. 26-32, 2001.
- ALVES JR, C. **Nitretação a Plasma, Fundamentos e Aplicações**. Rio Grande do Norte: EDUFRN, 2001.
- ANDRADE, M.L.A. VIEIRA, J.R.M., CUNHA, L.M.S., KELLER, M.C., FULDA, R.S. **Indústria do cobre – Área de operações industriais**. BNDS, 1997.
- ARENHARDT, S. L. *et al.* **Estudo do comportamento do alumínio (Al) puro e com adição de 1%, 3% e 5% de cobre (Cu) obtido pela metalurgia do pó convencional**. 6th Conference of Powder Metallurgy. 6ª Conferência Internacional de Metalurgia do Pó e 12º Encontro de Metalurgia do Pó. UFRGS -. Porto Alegre RS. Brasil (2016).
- ASM – AMERICAN SOCIETY FOR METALS. *Metals Handbook: Casting*. 4ed. Ohio, O.H.: ASM International, v.15, 2002 p., 1998.
- ASM Handbook. Powder Metal Technologies and Application. ASM International, v, 1998. 1146 p.
- ASM International Handbook Committee. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. vol. 2. 10 ed. 1990.
- ASTM E9-89a AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature 2000.
- BATISTA, V. J., BINDER, R., KLEIN, A. N., and MUZART, J. L. R., 1998, “**Sintering Iron Using an Abnormal Glow Discharge**”, *Inter. J. of Powder Metal*. Ed. APMI International, Princeton, ISSN: 0888-7462, Vol. 34, No. 8, pp. 55-62.
- BELKIND, A. *et al.* Oil removal from metals by linear multi-orifice hollow cathode. **Surface and Coatings Technology**, v. 76, p. 738–743, 1995.
- BINDER, C. **Avaliação do desempenho de componentes de ferro sinterizado nitretados por plasma em reator de escala industrial**. Florianópolis: UFSC, 2006.
- BRUNATTO, S. F. **Estudo e desenvolvimento do processo de sinterização de compactados de ferro com enriquecimento superficial simultâneo de elementos de liga em descarga elétrica de cátodo oco**. Tese de Doutorado, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, UFSC, 2000.
- BRUNATTO, S. F. **Nitretação por plasma de ferro sinterizado**. 1993. Dissertação de Mestrado-Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico.
- BRUNATTO, S. F. **Plasma Assisted Parts’ Manufacturing: Sintering and Surface Texturing – Part I – Influence of Sintering Time and Temperature**. ABCM, Vol XXXII, No. 2, 128-135, 2010.

- CARDOSO, G. S. **Desenvolvimento de um processo de sinterização a plasma para o alumínio com avaliação da influência da atmosfera gasosa**. Porto Alegre: UFRGS, 2016.
- CHAPMAN, B. **Glow Discharge Process: Sputtering and Plasma Etching**. New York: J. Wiley & Sons, 1980. 406 p.
- DAVIS, J. R. **Surface Hardening of Steels: understanding the basics**. ASM International, 2002.
- DIETER, G.E., *Mechanical Metallurgy. USA*, 1981. Traduzido por Msc. Antônio Sérgio de Souza e Silva, Msc. Luiz Henrique de Almeida e Msc. Paulo Emílio Valadão de Miranda, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Segunda Edição.
- FERNANDES, M.R.P.; Compósito de Matriz Metálica à base de Níquel com Adição de TaC e NbC Produzidos via Metalurgia do Pó. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos materiais) – Natal – RN, Universidade Federal do rio Grande do Norte – UFRN, 2014.
- GARCIA, G. S. **Desenvolvimento de um processo de sinterização a plasma do alumínio utilizando a técnica Active Screen**. Porto Alegre: UFRGS, 2016.
- GARCIA, G. S. *et al.* **Estudo da influência da atmosfera na sinterização a plasma do alumínio puro**. 4º Seminário de Inovação e Tecnologia do IFSul - Sapucaia do Sul – RS – Brasil, 2015.
- GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy Science**. 2nd. ed. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1994. 472 p.
- GERMAN, R.M. **Powder Metallurgy Science**, 2nd ed., Metal Powder Industries, Federation, Princeton, 1997.
- HUNT, W. H. New automotive directions for Al-based PM. **Metal Powder Report**, v. 55, n. 5, p. 28–36, maio 2000.
- HUO, S. H. *et al.* Aluminium powder metallurgy. In: LUMLEY, R. (Ed.). **Fundamentals of Aluminium Metallurgy**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2011. p. 655–701.
- KAUFMAN, J.G.; ROOY, E.L. **Aluminum alloy casting: properties, processes, and applications**. Ohio, O.H.: ASM International, 2004.
- KLEIN, A. N. **Metalurgia do Pó** [Notas de Aula da Disciplina Processamento de Materiais a Partir do Pó], Florianópolis, 2001. Digitalizado.
- KLEIN, A. N.; CARDOSO, R. P.; PAVANATI, H. C.; BINDER, C.; MALISKA, A. M.; HAMMES, G.; FUSÃO, D.; SEEGER, A.; BRUNATTO, S. F; and MUZART, J. L. R. **DC Plasma Technology Applied to Powder Metallurgy: an Overview**, Plasma Science and Technology 15 (2013) 1-12.
- LAWALL, I.T. **Estudo do Processo de Sinterização de Compactados de Ferro em Descarga Elétrica na Configuração Ânodo-Cátodo Confinado**. 2001. 110 f. Tese (Doutorado em Engenharia). Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.
- LORETTO, M. TiAl-based alloys for aeroengine applications. In: CANTOR, B.; ASSENDER, H.; GRANT, P. (Eds.). **Aerospace Materials**. Series in Material Science and Engineering. Bristol: IOP Publishing Ltd, 2001. p. 229–240.

- LOURENÇO, J.M. **Evolução Microestrutural de Ferro Puro e Ligas Ferrosas Sinterizadas por Plasma**. 2004. 149 f. Tese (Doutorado em Engenharia). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2004.
- LUMLEY, R. **Fundamentals of aluminium metallurgy: Production, processing and applications**. First ed. Oxford: Woodhead Publishing Limited, 2011.
- MAFRA, M. **Estudos dos Mecanismos de Limpeza por Plasma: Interação Pós-Descarga Ar-O<sub>2</sub> e Hexatriacontano**. 2008. 142 f. Tese (Doutorado em Engenharia). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2008.
- MISHRA, R. S., *et al.*. Severe Plastic Deformation Processing and High Strain Rate Superplasticity in na Aluminum Matrix Composite. **Scripta Materialia**, v. 40, n 10, 1151–55, 1999.
- MORO, N., & AURAS, A.P. **Processos de Fabricação – metalurgia do pó e o futuro da indústria**. Florianópolis: Centro Federal de Educação Tecnológica de Santa Catarina. 2007.
- NASLAUSKY, A. L. O. **Influência do Processo de Mistura na Homogeneização da Liga Ti-6Al-7Nb Obtida por Metalurgia do Pó**. 2002. Monografia – Divisão de Engenharia Mecânica - Aeronáutica, Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos.
- PAVANATI, H. C. **Sinterização de Ferro Puro com Enriquecimento Superficial Simultâneo de Cromo em Descarga Elétrica em Regime Anormal**. Florianópolis: UFSC, 2005.
- PIECZONKA, T. *et al.* **Sintering Behaviour of Aluminium in Different Atmospheres**. Fraunhofer Institute, 2005.
- RAMAKRISHNAN, P. Automotive applications of powder metallurgy. In: CHANG, I.; ZHAO, Y. (Eds.). . **Advances in Powder Metallurgy**. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2013. p. 493–519.
- SANTOS, M. A. *et al.* Oil removal and nitriding of sintered parts using a DC discharge. **Surface and Coatings Technology**, v. 195, n. 2, p. 198–203, 2005.
- SCHAFFER, G. B. Powder Processed Aluminium Alloys. **Materials Forum**, v. 28, p. 65–74, 2004.
- SCHAFFER, G. B., HALL, B. J. **The Influence of the Atmosphere on the Sintering of Aluminum**. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Vol. 33A, 3279-3284, 2002.
- SCHUBERT, T. *et al.* **P/M aluminium structural parts for automotive application**. Euro PM 2004. **Anais...**Viena: European Powder Metallurgy Association, 2004.
- SILVA, A.G.P., ALVES JUNIOR, C.; **A sinterização rápida: sua aplicação, análise e relação com as técnicas inovadoras de sinterização**, 1998).
- SINKA, V. **Sintering in Glow Discharge (Plasma Sintering)**. Powder Metallurgy Progress. Vol.1. N°2, 2005.
- SMITH, A. **Aluminium-lithium alloys in helicopter airframes**. In: CANTOR, B.; ASSENDER, H.; GRANT, P. (Eds.). . **Aerospace Materials**. Series in Material Science and Engineering. Bristol: IOP Publishing Ltd, 2001. p. 38–46.

THÜMMLER, F.; OBERACKER, R. **Introduction to Powder Metallurgy**. Published in 1993 by The Institute of Materials 1 Carlton House Terrace London SW1Y5DB.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. **Physical Metallurgy and Processes. Handbook of Aluminum**, vol 1, Cap 24, Dekker. New York, 2003.

UPADHYAYA, G.S. **Some Issues in Sintering Science and Technology, Materials Chemistry and Physics**, v. 67, p. 1-5, 2001.