

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

COMPONENTES DE ALUMÍNIO SINTERIZADO: TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO
E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICO-MICROESTRUTURAL

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

MÁRCIO CELSO FREDEL

FLORIANÓPOLIS, MARÇO DE 1990.

COMPONENTES DE ALUMÍNIO SINTERIZADO: TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO
E CARACTERIZAÇÃO MECÂNICO-MICROESTRUTURAL

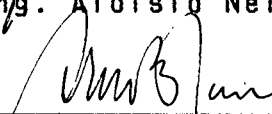
ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE

MESTRE EM ENGENHARIA

ESPECIALIDADE ENGENHARIA MECÂNICA, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
FABRICAÇÃO MECÂNICA, APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO CURSO DE
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA.



Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein - Orientador

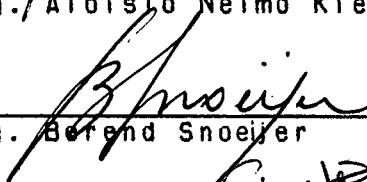


Prof. Ph.D. Arno Blass - Coordenador do Curso

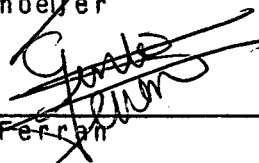
BANCA EXAMINADORA:



Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein - Presidente



Prof. Dr. Ing. Berend Snoeijer



Prof. Dr. Ing. Gustavo Ferraz



Prof. Dr. Eng. Orestes Estevam Alarcon

Aos meus pais, Ingo e Hella
e a minha noiva, Sandra.

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Aloísio Neimo Klein a proposição do tema, orientação e empenho na busca de recursos para a realização desta dissertação.

Agradeço, igualmente, ao Prof. Orestes Estevam Alarcon pela co-orientação, sugestões e auxílio na realização de ensaios e medidas.

Agradeço o auxílio do Prof. Waldemar Monteiro, do IPEN-SP, na análise realizada no microscópio eletrônico de transmissão, que muito contribuiu para discutir os resultados e interpretar o comportamento do material.

Agradeço a EMBRACO pelo suporte financeiro e pela oportunidade da utilização de suas instalações e, aos colaboradores do Laboratório de Novos Materiais, agradeço pelo auxílio na obtenção de materiais e literatura e na realização de inúmeros ensaios.

Agradeço à ALCOA S.A. do Brasil, pelo fornecimento do indispensável pó de alumínio e à METALPÓ, pelo fornecimento de pó de cobre.

Agradeço, em especial, à Sandra Cristina Lívio de Buone, pelo auxílio e dedicação prestados na elaboração e confecção desta dissertação.

Agradeço também aos colegas do LABMAT/EMC - UFSC, pela atenção e auxílio na realização de ensaios, em particular a Rene Dorow, Paulo Borges e Pedro Novaes.

Agradeço, igualmente, ao colega Henrique Bordin Roos, pela discussão, acompanhamento dos resultados obtidos e pelo trabalho conjunto desenvolvido.

Agradeço à Sula pelo eficiente trabalho de datilografia e ao Augusto, pela realização dos desenhos.

Enfim, agradeço a todas as pessoas com as quais mantive contato enquanto aluno de Pós Graduação e que colaboraram para o sucesso desta etapa vencida.

Agradeço, finalmente, ao CNEN pela bolsa de estudos concedida.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
2. TECNOLOGIA E APLICAÇÕES DE ALUMÍNIO SINTERIZADO.....	3
2.1 Introdução.....	3
2.2 Metalurgia do pó - Processo convencional.....	4
2.3 Ligas de alto desempenho.....	11
3. SINTERIZAÇÃO DE COMPONENTES DE ALUMÍNIO.....	19
3.1 Fundamentos da tecnologia de sinterização.....	19
3.2 Fornos e ciclos de sinterização.....	30
3.3 Atmosferas de sinterização e propriedades.....	34
3.3.1 Sinterização em atmosferas inertes.....	35
3.3.2 Sinterização ao ar.....	41
3.4 Operações secundárias.....	45
4. SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA.....	50
4.1 Introdução.....	50
4.2 Molhabilidade de sólidos por metais líquidos.....	52
4.3 Tipos de sinterização com fase líquida.....	56
4.4 Estágios de sinterização com fase líquida.....	63
5. MATÉRIA PRIMA E METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	68
5.1 Material.....	68
5.2 Características dos pós utilizados.....	68
5.2.1 Pó de alumínio.....	68
5.2.2 Pó de cobre.....	70
5.2.3 Pó de silício.....	70

5.2.4	Pó de magnésio.....	71
5.2.5	Lubrificante.....	73
5.3	Mistura dos pós.....	73
5.4	Compactação.....	74
5.5	Sinterização.....	77
5.5.1	Processo de sinterização.....	77
5.5.2	Ensaio de dilatométrica.....	80
5.6	Tratamento térmico.....	80
5.7	Propriedades mecânicas.....	82
5.7.1	Ensaio de tração.....	82
5.7.2	Dureza.....	82
5.8	Propriedades físicas.....	82
5.8.1	Densidade.....	82
5.8.2	Variação dimensional.....	83
5.9	Caracterização microestrutural.....	84
5.9.1	Microscopia ótica.....	84
5.9.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	85
5.9.3	Microscopia eletrônica de transmissão (MET)....	87
6.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	88
6.1	Tecnologia de fabricação.....	88
6.1.1	Características dos pós.....	89
6.1.2	Compactação.....	94
6.1.3	Sinterização.....	95
6.2	Estudo do material.....	101
6.2.1	Microestrutura.....	101
6.2.2	Mecanismos de sinterização.....	115
6.2.3	Comportamento mecânico.....	120
6.2.4	Mecanismos de fratura.....	124

7. CONCLUSÕES E SUGESTÕES.....	136
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	141

APÊNDICE I - Resultados dos ensaios de tração.

APÊNDICE II - Resultados de variação dimensional.

APÊNDICE III - Resultados de análise de fases por microsonda.

APÊNDICE IV - Histogramas do tamanho de partícula.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Componentes dinâmicos de máquinas.
- Figura 2** - Peças produzidas por Metalurgia do Pó utilizadas em automóveis.
- Figura 3** - Produtos típicos da Metalurgia do Pó de Alumínio.
- Figura 4** - Esquema do processo de atomização por centrifugação (a) disco rotativo; (b) cadinho rotativo e; (c) molde rotativo.
- Figura 5** - Processo de atrição mecânica.
- Figura 6** - Processos de consolidação.
- Figura 7** - Diagrama esquemático do processo de sinterização de componentes de alumínio.
- Figura 8** - Resistência a verde dos compactados em função do teor de lubrificante.
- Figura 9** - Curva de compressibilidade.
- Figura 10** - Representação esquemática da mudança estrutural de compactados Al-Cu durante a sinterização.
- Figura 11** - Comportamento dilatométrico de pós elementares e pré-ligados durante a sinterização de componentes de alumínio.
- Figura 12** - Diagrama de equilíbrio alumínio-cobre.
- Figura 13** - Diagrama esquemático mostrando a dependência da tensão de ruptura e alongamento em função da densidade do sinterizado.
- Figura 14** - Ciclo de sinterização em fornos intermitentes.
- Figura 15** - Ciclo de sinterização em fornos contínuos.
- Figura 16** - Ciclo de sinterização em fornos à vácuo.

- Figura 17** - Influência da atmosfera de pré-sinterização nas propriedades mecânicas da liga 201 AB-T4.
- Figura 18** - Influência da atmosfera de sinterização sobre a variação dimensional de componentes de alumínio - liga 201AB (Alcoa).
- Figura 19** - Influência do ponto de orvalho na variação dimensional e tensão de ruptura da liga Al-4.4%Cu-0.5%Mg.
- Figura 20** - Variação dimensional do sinterizado em função do tamanho de partícula.
- Figura 21** - Influência do ponto de orvalho sobre a tensão de ruptura de ligas de alumínio.
- Figura 22** - Influência da temperatura de sinterização sobre a variação dimensional de ligas de alumínio.
- Figura 23** - Efeito da densidade e condição térmica na tensão de ruptura da liga 201AB (Alcoa).
- Figura 24** - Modelo de homogeneização possível para sistemas com boa molhabilidade.
- Figura 25** - Definição do ângulo de contato.
- Figura 26** - Ângulo de contato: (a) $\theta = 8^\circ$; (b) $\theta = 85^\circ$.
- Figura 27** - Interface metal líquido-óxido, de acordo com o modelo de Naidich.
- Figura 28** - Diagrama de fases indicando a presença de fase líquida.
- Figura 29** - Diagrama de fases com características adequadas à sinterização com fase líquida permanente.
- Figura 30** - Sinterização super-sólida.
- Figura 31** - Diagrama de fases com condições favoráveis à sinterização com fase líquida transiente.
- Figura 32** - Etapas previstas durante a sinterização ativada.

- Figura 33** - Sinterização reativa.
- Figura 34** - Estágios envolvidos na sinterização com fase líquida.
- Figura 35** - Forma e distribuição das partículas de alumínio.
- Figura 36** - Morfologia das partículas de cobre.
- Figura 37** - Pó de silício moído.
- Figura 38** - Pó de magnésio elementar (fração -325 mesh).
- Figura 39** - Morfologia do portador AlMg37.
- Figura 40** - Misturador em Y.
- Figura 41** - Influência da adição de esferas na distribuição de lubrificante.
- Figura 42** - Dimensões nominais de matriz para ensaios de tração.
- Figura 43** - Câmara e demais acessórios utilizados na sinterização de ligas de alumínio.
- Figura 44** - Ciclo de sinterização.
- Figura 45** - Dilatômetro eletrônico para altas temperaturas.
- Figura 46** - Corpos de prova utilizados na determinação da variação dimensional.
- Figura 47** - Análise por microscopia ótica: (a) Resultado mascarado pelo fechamento dos poros na preparação metalográfica; (b) Condição real do corpo de prova.
- Figura 48** - Comportamento dimensional da liga de alumínio durante o processo de sinterização com lubrificação interna e externa.
- Figura 49** - Curva de compressibilidade da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.
- Figura 50** - Microestruturas resultantes em função do ponto de orvalho.
- Figura 51** - Ciclos de sinterização: (a) utilizado; (b) otimizado.
- Figura 52** - Distribuição do tamanho de partícula inicial.

- Figura 53** - Distribuição do tamanho de grão no corpo sinterizado.
- Figura 54** - Microestrutura da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0,5%Mg após sinterização em N_2 - 400 MPa.
- Figura 55** - Diagramas de equilíbrio do sistema Al-Cu-Si-Mg.
- Figura 56** - Porosidade resultante em componentes da liga Al-4.4%-Cu-0.8%Si-0.5%Mg.
- Figura 57** - Diferença de porosidade entre núcleo e periferia dos corpos sinterizados.
- Figura 58** - Forma dos poros - 90% densidade verde.
- Figura 59** - Evolução da dureza no envelhecimento natural - T4.
- Figura 60** - Micrografia da liga sinterizada, obtida em MET, mostrando condensação de lacunas. Condição T4 - 400 MPa.
- Figura 61** - Micrografias da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0,5%Mg, na condição T6 - 400 MPa, obtidas em MET, contendo: (a) distribuição de precipitados na matriz, em campo escuro; (b) distribuição de precipitados em contornos de grão.
- Figura 62** - Dilatograma da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg, indicando a variação dimensional x temperatura.
- Figura 63** - Micrografia da liga sinterizada, na condição T6 - 400 MPa, obtida em MET, mostrando a presença de contornos de grão.
- Figura 64** - Micrografia da liga sinterizada na condição T4 - 400 MPa, obtida em MET, mostrando fragmentos óxidos nos contornos de partícula.
- Figura 65** - Tensão de ruptura e alongamento da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.

- Figura 66** - Micrografia da liga sinterizada, obtida sobre a superfície lateral do corpo de prova, na condição T6: (a) 250 MPa; (b) 400 MPa.
- Figura 67** - Micrografia da liga sinterizada, na condição T4: (a) 250 MPa; (b) 400 MPa - Bandas de deslizamento.
- Figura 68** - Micrografia de região próxima à fratura com alta concentração de poros: (a) 250 MPa - T4; (b) 400 MPa - T4.
- Figura 69** - Micrografia de região próxima à fratura indicando presença de óxidos e fase eutética.
- Figura 70** - Micrografia da liga sinterizada, obtida em MET, na condição T6 - 400 MPa, mostrando traços de deslizamento
- Figura 71** - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando o modo de fratura intergranular. 400 MPa-T6.
- Figura 72** - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando a presença de fase eutética. 400 MPa - T6.
- Figura 73** - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando a presença de poros. 400 MPa - T6.
- Figura 74** - Micrografias obtidas em MEV mostrando "dimples" contendo óxidos fragmentados em seu interior. 400 MPa - T6.
- Figura 75** - Micrografias do corpo sinterizado, obtidas em MEV, mostrando "microdimples" associados aos precipitados de equilíbrio θ . 400 MPa - T6.

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1** - Ligas à base de alumínio disponíveis no mercado.
- Tabela 2** - Propriedades mecânicas de alumínio e outros materiais obtidos via Metalurgia do Pó.
- Tabela 3** - Reações invariantes para ligas binárias de alumínio.
- Tabela 4** - Distribuição do tamanho de partícula.
- Tabela 5** - Lubrificantes utilizados e suas características.
- Tabela 6** - Influência do nível de vácuo nas propriedades mecânicas.
- Tabela 7** - Propriedades mecânicas da liga 201AB-Alcoa em diversas atmosferas de sinterização.
- Tabela 8** - Propriedades mecânicas de ligas de alumínio sinterizadas ao ar.
- Tabela 9** - Tipos de tratamentos térmicos utilizados em ligas de alumínio.
- Tabela 10** - Propriedades de sinterizados - forjados a frio.
- Tabela 11** - Propriedades de sinterizados - forjados a quente.
- Tabela 12** - Mecanismos envolvidos na etapa de dissolução - reprecipitação da sinterização com fase líquida.
- Tabela 13** - Distribuição do tamanho de partícula do pó de alumínio.
- Tabela 14** - Distribuição do tamanho de partícula do portador AlMg 37.
- Tabela 15** - Variação dimensional dos componentes de alumínio em função da densidade verde.
- Tabela 16** - Composição química da fase eutética, determinada a partir de microsonda eletrônica.

Tabela 17 - Fração volumétrica presente em função da densidade verde.

Tabela 18 - Densidade de corpos sinterizados em função da densidade verde.

Tabela 19 - Comparação dos valores de porosidade em função da densidade verde.

Tabela 20 - Propriedades mecânicas da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.

Tabela 21 - Propriedades mecânicas da liga de alumínio - Valores de literatura.

Tabela 22 - Influência do tamanho de partícula e forma de introdução de magnésio.

RESUMO

Os componentes de alumínio sinterizado foram estudados em dois níveis distintos: (i) **tecnologia de fabricação** e; (ii) **estudo do material**. Para tal, foi construída uma câmara de sinterização visando atender aos rígidos controles impostos ao ciclo, no que diz respeito à variação de temperatura e ponto de orvalho.

O material produzido foi uma liga de composição similar à forjada 2014, contendo adições de 4.4% Cu-0.8% Si-0.5% Mg. Os parâmetros microestruturais como tamanho de grão, fração volumétrica de segunda fase e poros, foram determinados através de microscopia ótica, enquanto os precipitados endurecedores, contornos de grão e óxidos, foram observados em microscópio eletrônico de transmissão. Determinou-se os valores de resistência e ductilidade nas pressões de compactação de 180, 250 e 400 MPa e nas condições de tratamento térmico T4 e T6. Os mecanismos de fratura foram discutidos a partir de observações em microscópio ótico e eletrônico de varredura.

Os resultados da análise microestrutural mostraram que, durante a sinterização, ocorreu crescimento do grão associado ao coalescimento de partículas, desde que a distribuição do tamanho de partícula, na faixa de 50 a 120 μm , evoluiu de 25% para aproximadamente 55%. A fração volumétrica de segunda fase mostrou níveis crescentes com o aumento da porosidade inicial, indicando a ocorrência de maior quantidade de fase líquida nos corpos com menor densidade verde.

O mecanismo de sinterização, associado à formação de fase líquida, promoveu o rearranjo e mudança de forma das partículas, densificando o material através da formação de "necks", ruptura e distribuição de óxidos e, preenchimento dos poros. Em relação ao comportamento mecânico, verificou-se que enquanto a tensão de ruptura apresentou um pequeno acréscimo com o aumento da pressão de compactação, a ductilidade aumentou em até 70%, mostrando uma dependência linear para a resistência e exponencial para a ductilidade.

O modo de fratura dos corpos de prova foi predominantemente intergranular, sendo sua origem associada à concentração de deformação em poros, gerando trincas, e à presença de fase eutética e óxidos nos contornos de partícula, os quais foram responsáveis pela propagação das mesmas.

foi

ABSTRACT

The study of sintered aluminium parts was divided into two different levels: (i) **fabrication technology**; (ii) **study of the material**. A sintering chamber was built to allow for rigorous control of the sintering cycle, considering temperature variation and furnace dew point.

The material produced was an alloy of similar composition to the forging alloy 2014, with 4.4% Cu - 0.8% Si - 0.5% Mg additions. The microstructural parameters, like grain size, second phase and pores volumetric fraction, were determined by optical microscopy, while hardening precipitates, grain boundaries and oxides were observed by electronic transmission microscopy. The resistance and ductility values at compacting pressures of 180, 250, 400 MPa and T4 and T8 heat treatment conditions, were determined. The fracture mechanisms were discussed from optical and scanning electronic microscopy observations.

The results of microstructural analyses have shown that, during sintering, grain growth related to particle coalescence was observed, explained by the evolution of 25% to 55% of grain size distribution in the 50 to 120 μm zone. The second phase volumetric fraction presented an increasing behavior with respect to increases in porosity, indicating a greater liquid phase quantity in the lower green density specimen.

The sintering mechanism, associated to liquid phase formation, causes rearrangement and shape change of the particles, densifying the material through neck formation,

fragmentation and distribution of the oxides and pore filling. In respect to mechanical properties, it was verified that, while the tensile strength showed a little increment with increases in compacting pressure, the ductility increase in 70%, showing a linear dependence for strength and an exponential dependence for ductility.

The fracture behavior of the specimen was predominantly intergranular, and it was related to the strain concentration in the pores and cracks generation, and to the presence of eutectic phase and oxides in the particle boundaries, which induced the crack propagation.

CAPITULO 1

INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

As características inerentes do alumínio no que diz respeito às propriedades mecânicas, físicas, químicas, térmicas e elétricas, tornou este material alvo de intensas pesquisas, visando adequá-lo a um processo igualmente atrativo e vantajoso, como a Metalurgia do Pó. Iniciando em 1946 com os estudos de Irman e Zeerleder, desenvolvendo o processo S.A.P. (Sintered Aluminum Products), os metalurgistas do pó, somente em meados da década de 60, venceram dois grandes desafios: a fina e estável camada óxida que reveste todas as partículas de alumínio seria fragmentada e distribuída por uma fase líquida, enquanto a problemática extração das peças do interior da matriz foi resolvida através do uso de lubrificantes especialmente desenvolvidos, adicionados à mistura.

Movida pelo interesse da indústria automobilística e de eletrodomésticos, a Metalurgia do Pó de componentes de alumínio, apesar de incipiente, desponta como forte concorrente no mercado de peças estruturais à base de cobre e aço inoxidável. Devido a sua baixa densidade, o custo por unidade de volume é similar ao do pó de ferro, abrindo assim um vasto campo de aplicações para peças de alumínio, que se torna ainda mais vantajoso, quando os componentes exigirem elevada tolerância dimensional, face à excelente ductilidade do alumínio.

O rígido controle de temperatura e atmosfera imposto ao ciclo de sinterização de componentes de alumínio, induz à idéia de uma tecnologia sofisticada, restringindo o seu emprego, em escala comercial, aos Estados Unidos, Canadá e continente europeu. Entretanto, o atual estágio de desenvolvimento da indústria brasileira já viabiliza a utilização do processo convencional de compactação e sinterização de componentes de alumínio, tanto pelo volume da produção industrial como pela disponibilidade de pós e demais equipamentos necessários à implementação da tecnologia de sinterização. A racionalização no emprego de matéria-prima e consumo de energia pode, igualmente, contribuir para introduzir e consolidar o mercado de componentes sinterizados à base de alumínio no Brasil, aliando às propriedades inerentes de material, as vantagens características da Metalurgia do Pó.

O objetivo central do presente trabalho é o domínio da tecnologia de fabricação de componentes de ligas de alumínio, via Metalurgia do Pó. Em particular estuda-se a liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg, de composição similar à liga fundida e trabalhada 2014, que é comercializada na forma de mistura de pós pela Alcoa, Alcan e Eckart-Werke. Este trabalho envolve diversas etapas, das quais podem ser definidos os seguintes objetivos específicos:

- 1 - Desenvolvimento do processo de fabricação de ligas de alumínio;
- 2 - Caracterização microestrutural;
- 3 - Estudo dos mecanismos de sinterização;
- 4 - Avaliação do comportamento mecânico e;
- 5 - Análise dos mecanismos de fratura.

CAPÍTULO 2

TECNOLOGIA E APLICAÇÕES DE ALUMÍNIO SINTERIZADO

2.1 INTRODUÇÃO

As vantagens técnicas e econômicas do processo de Metalurgia do Pó vêm atraindo um número crescente de pesquisas visando, além da substituição do processo convencional de fundição para diversos sistemas de liga, o desenvolvimento e otimização de materiais obtidos através de técnicas únicas, características da própria Metalurgia do Pó.

No caso particular das ligas de alumínio, duas áreas se destacam: a dos componentes obtidos pelo processo convencional de compactação e sinterização, onde o fator econômico normalmente é o determinante do seu emprego, e a das ligas de alto desempenho, onde as propriedades desejadas para o material desempenham o fator fundamental.

Vencidos os primeiros desafios, que iam desde explosões nas fábricas produtoras do pó, até a dificuldade de extrair o compactado da matriz, a Metalurgia do Pó do alumínio é empregada hoje, inclusive, na produção de componentes aeroespaciais de alto desempenho, prometendo reduzir o consumo de combustível em até 50% nos aviões convencionais. Abre-se assim, um mercado enorme para aplicações que requeiram resistência mecânica, baixo peso, resistência à corrosão, estreitas tolerâncias dimensionais e excelente usinabilidade, caracterís-

ticas inerentes ao alumínio.

2.2 METALURGIA DO PÓ - PROCESSO CONVENCIONAL

A produção de componentes de alumínio, obtidos via compactação e sinterização de misturas de pós de alumínio e elementos de liga, apresenta problemas específicos relacionados à camada óxida, sempre presente em todas as partículas de alumínio, e ao uso de lubrificantes adicionados à mistura que, eventualmente, podem se decompor ou combinar, resultando em produtos que atrasam a consolidação dos contatos e, conseqüentemente, a sinterização.

Com o desenvolvimento do S.A.P. (Sintered Aluminum Products) por R. Irmann e A. Zeerleder nos anos 40 [1], que consiste numa moagem de pó de alumínio com um teor elevado de alumina (aproximadamente 15% Al_2O_3), seguido de um processo de conformação com alto grau de deformação, como extrusão, iniciou-se o desenvolvimento de uma nova geração de materiais para a Metalurgia do Pó, de futuro bastante promissor.

A possibilidade de economia de energia devido à baixa densidade, à fácil usinabilidade, além das propriedades mecânicas, tornaram o alumínio um alvo de intensos estudos e pesquisas dos metalurgistas do pó, visando seu emprego, em especial, nas indústrias automobilística, de eletrodomésticos, têxtil e de computadores [3,6,9].

Na década de 60, Dudas e Storchheim [2], desenvolveram o processo de sinterização, através da adição de elementos de liga formadores de fase líquida, fragmentando a camada óxida e assim, permitindo uma boa ligação entre as

partículas. Entretanto, a aceitação comercial do processo só ocorreu com o desenvolvimento de lubrificantes sólidos adequados que, adicionados à mistura, impedem a soldagem das partículas de pó nos punções e paredes da matriz, e pouco interferem na sinterização. Assim, desenvolveu-se um processo de baixo custo, competitivo com muitos produtos fundidos, extrudados ou usinados e que requeiram operações caras de acabamento [4, 7]. Além disso, componentes de alumínio sinterizado podem substituir outros materiais obtidos pela Metalurgia do Pó, utilizando suas características de baixa densidade, resistência à corrosão, excelente ductilidade permitindo fácil calibração em estreitas tolerâncias dimensionais, elevada condutibilidade térmica e elétrica, entre outras, otimizando a aplicação.

Basicamente, são utilizadas três composições químicas de pós de alumínio, variando o teor de cobre: 0,25; 2,5 e 4,5% em peso, sendo comercializadas na forma de misturas prontas por várias empresas, como Alcoa e Alcan nos Estados Unidos e Eckart-Werke na Europa.

O alumínio é um elemento singular, visto que somente oito elementos de liga apresentam solubilidade sólida maior que 1% at., contrastando com a situação do níquel e titânio, onde 29 e 49 elementos de liga, respectivamente, tem solubilidade no equilíbrio, maior que 1% at. [5]. Daí, os elementos de liga utilizados estarem restritos ao cobre, silício, magnésio e zinco, com os teores dos diversos elementos sendo praticamente os mesmos empregados na metalurgia da fusão. Assim, a liga 201 (Alcoa), Alumix 123 (Eckart-Werke), MD-24 (Alcan) tem composição similar à liga 2014, enquanto a MD-76 (Alcan) tem

composição similar à forjada 7075.

A tabela 1 apresenta as composições das ligas utilizadas para a produção de componentes de alumínio sinterizado.

TABELA 1 - Ligas à base de alumínio disponíveis no mercado [4,6,8]

Grade	Cu	Mg	Si	Mn	Cr	Zn	Outros	Lubríf.
201AB ¹	4.4	0.5	0.8	-	-	-	-	1.5
202AB ¹	4.0	-	-	-	-	-	-	1.5
601AB ¹	0.25	1.0	0.6	-	-	-	-	1.5
602AB ¹	-	0.6	0.4	-	-	-	-	1.5
Alumix123 ²	4.5	0.5	0.7	-	-	-	0.3	1.5
Alumix321 ²	0.2	1.0	0.5	-	-	-	0.3	1.5
Alumix13 ²	4.5	0.5	0.2	-	-	-	0.3	1.5
MD22 ³	2.0	1.0	0.3	-	-	-	-	1.5
MD24 ³	4.4	0.5	0.9	0.4	-	-	-	1.5
MD69 ³	0.25	1.0	0.6	-	0.10	-	-	1.5
MD76 ³	1.6	2.5	-	-	0.20	5.6	-	1.5
Sinteral ⁴	4.0	0.6	-	-	-	-	-	1.5
Rolamento ⁵	3.5	0.65	0.1	-	-	-	5	-
MD4160 ⁶	1.0	-	1.0	-	-	-	-	-
MD4090 ⁶	-	-	2.0	-	-	-	-	-

1. Alcoa - disponíveis sem lubrificante - AC.

2. Eckart-Werke - Disponíveis sem lubrificantes - L.

3. Alcan.

4. Powder Metallurgy Inc.; Lubrificante especial.

5. Chrysler Amplex - contém 2,5-2,8% Sn e 1,75-2,25% Pb.

6. Alcan - pré-ligados para componentes porosos.

Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas dos componentes sinterizados dependem além, obviamente, da composição química, de outros parâmetros como densidade verde, temperatura, tempo e atmosfera de sinterização. Por exemplo, um ponto de orvalho elevado da atmosfera diminui sensivelmente a resistência da peça, devido à oxidação que ocorre ao longo dos canais de poros existentes. Somente o uso de pontos de orvalho inferiores a -40°C garantem boas propriedades aos compactados, resultando em valores de tensão de ruptura similar ou superior às de bronze, latão e níquel-prata, bem como, do aço carbono de baixa-média densidade.

A tabela 2 apresenta um quadro comparativo de propriedades mecânicas de alumínio e outros materiais obtidos pela Metalurgia do Pó. Os valores de alongamento são similares àqueles do bronze e aço inox 316, porém inferiores aos do latão ou da liga níquel-prata. A liga de alumínio sinterizada mais utilizada é a que contém adições de 4.4%Cu, 0.8%Si e 0.5%/Mg. Com o tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, a tensão de ruptura desta liga, compactada a 95% DT, sobe de 209 MPa para 262 MPa, se envelhecida naturalmente, e atinge 327 MPa, quando do envelhecimento artificial, o que representa aproximadamente 70% da liga similar forjada. Assim, de um modo geral, as propriedades encontradas nos materiais de alumínio sinterizado são satisfatórias para aplicações estruturais, substituindo componentes à base de cobre e aço inoxidável.

TABELA 2 - Propriedades mecânicas de alumínio e outros materiais obtidos via Metalurgia do Pó [4].

Material	ρ (g/cm ³)	σ_R (MPa)	ϵ (%)
bronze 90-10	6,4-7,2	95-135	1-3
latão 80-20	7,2-8,0	135-260	0-21
inox 316	6,2-6,6	260-410 ¹	2-10
aço carbono	6,2-7,0	115-320 ¹	0,5-1
ligas de alumínio	2,42-2,64	136-327 ¹	2-6

¹ tratados termicamente

Aplicações

O uso de componentes de alumínio sinterizado é crescente em um grande número de aplicações, [2-4,6,9-15], sendo que o mercado de componentes da indústria de máquinas de escritório [10-12] é o que emprega a maior variedade de peças. Outros mercados que indicam um potencial crescente de utilização, são o automobilístico [3,6,13], o de utensílios eletrodomésticos [14], de máquinas de costura [29] e outras aplicações estruturais.

Na indústria de máquinas de escritório [10-12] os maiores esforços estão concentrados no aumento de velocidade das operações, bem como, na redução de força e níveis de

TABELA 3 - Reações invariantes para ligas binárias de alumínio
[32].

Elemento	Temperatura °C	Solubilidade líquida		Solubilidade sólida	
		peso (%)	atômico (%)	peso (%)	atômico (%)
Ag	579	72.5	60.9	55.6	23.8
B	660	0.022	0.054	<0.001	<0.002
Be	645	0.87	2.56	0.063	0.188
Bi	660(b)	3.4	0.45	<0.1	<0.01
Cd	650(b)	6.7	1.69	0.47	<0.10
Co	660	1.0	0.46	<0.02	<0.01
Cr	660(c)	0.41	0.21	0.77	0.40
Cu	550	33.15	17.39	5.67	2.48
Fe	655	1.87	0.91	0.052	0.025
Ga	30	98.9	97.2	20.0	8.82
Ge	425	53.0	29.5	6.0	2.30
In	640	17.5	4.65	0.17	0.04
Li	600	9.9	30.0	4.0	13.9
Mg	450	35.0	37.34	14.9	16.26
Mn	660	1.95	0.97	1.82	0.90
Mo	660(c)	0.1	0.03	0.25	0.056
Nb	660(c)	0.01	0.003	0.22	0.064
Ni	640	6.12	2.91	0.05	0.023
Pb	660	1.52	0.20	0.15	0.02
Sb	660	1.1	0.25	<0.1	<0.02
Si	580	12.6	12.16	1.65	1.59
Sn	230	99.5	97.83	<0.01	<0.002
Sr	655	-	-	-	-
Ti	665(c)	0.15	0.084	1.00	0.57
Tm	645	10.0	1.74	<0.1	<0.01
V	665(c)	0.25	0.133	0.6	0.32
Y	645	7.7	2.47	<0.1	<0.03
Zn	380	95.0	88.7	82.8	66.4
Zr	606(c)	0.11	0.033	0.28	0.085

(a) Reações eutécticas, exceto (b) Reações monotéticas;
(c) Reações peritéticas.

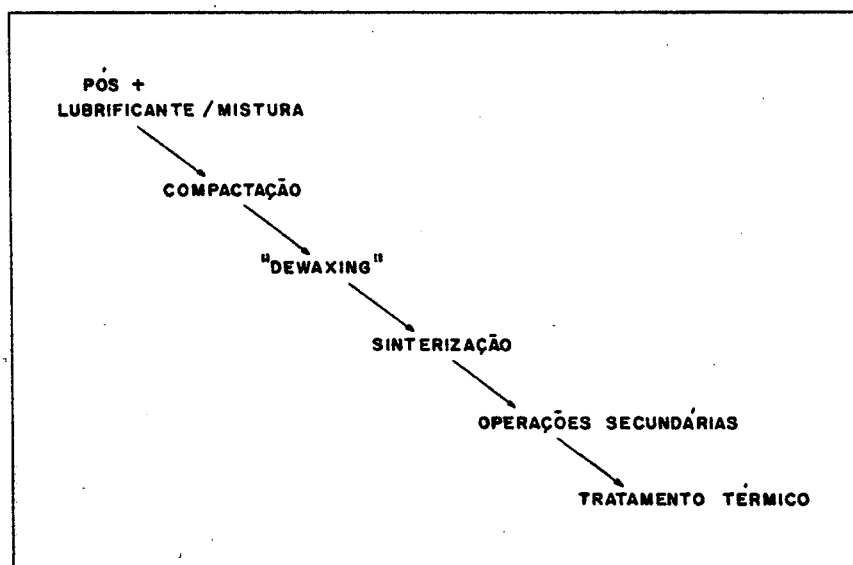


Figura 7 - Diagrama esquemático do processo de sinterização de componentes de alumínio.

A distribuição do tamanho e forma das partículas visa atender, basicamente, aos requisitos de escoabilidade e compressibilidade exigidos, já que homogeneidade de mistura e alta densidade verde são parâmetros fundamentais para a obtenção de propriedades otimizadas dos componentes sinterizados. A tabela 4 apresenta a distribuição de tamanho de partícula normalmente empregada para as misturas de pós à base de alumínio.

TABELA 4 - Distribuição de tamanho de partícula [36].

Malha (mesh)	Faixa típica (%)
+ 50	restante
- 50 + 100	10-20
- 100 + 200	20-30
- 200 + 325	15-25
- 325	30-40

A fina camada óxida ($\approx 30\text{Å}$) que reveste todas as partículas de alumínio é facilmente rompida durante a compactação. Daí, a tendência das partículas de alumínio a soldar a frio nas paredes da matriz e punções, exigindo o emprego de um lubrificante, que pode estar nas áreas de contato (lubrificação externa) ou ser adicionado à mistura (lubrificação interna) [2, 9, 10, 34, 35].

Ao contrário do que ocorre na produção de peças de ferro e metal duro, onde o lubrificante auxilia na agregação das partículas, na compactação de pós de alumínio a resistência a verde dos compactados diminui com a adição de lubrificantes (figura 8), o que pode ser atribuído à redução do número de contatos metálicos durante a compactação porém, apresentando ainda boas características de manuseabilidade [49].

Na figura 8 ainda, verifica-se que a resistência dos compactados é aumentada após o tratamento de "dewaxing", indicando que ocorre a sinterização de contatos de partículas em temperaturas relativamente baixas, provavelmente nos locais das soldas a frio. Por outro lado, os compactados com lubrificante diminuem sua resistência após o "dewaxing", sugerindo que a expansão térmica, associada ao fenômeno de vaporização e saída do lubrificante, rompa contatos feitos na compactação.

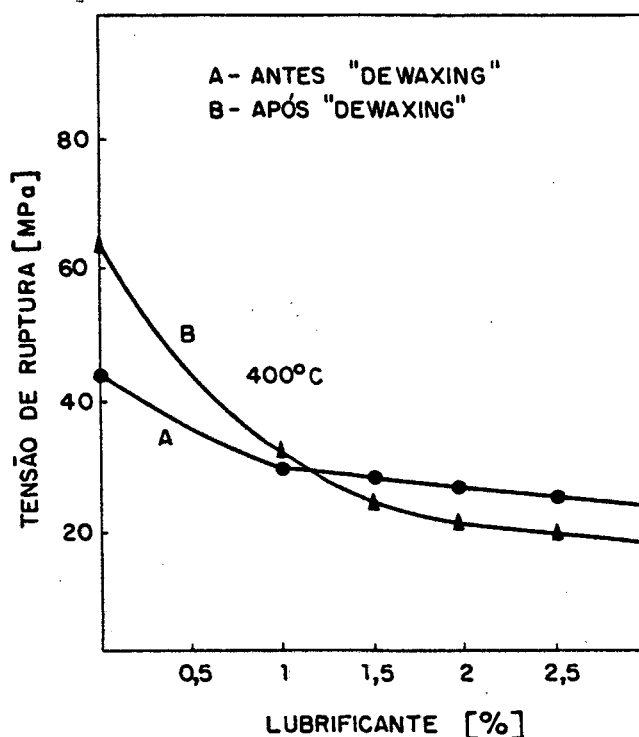


Figura 8 - Resistência a verde dos compactados em função do teor de lubrificante [34].

Para minimizar os efeitos negativos que a introdução de lubrificação acarreta, foram desenvolvidas ceras orgânicas e ácidos graxos especiais, com baixos teores de umidade (devido a possibilidade de formação de bolhas de hidrogênio) e cinzas residuais, visto que aproximadamente 10% do lubrificante introduzido permanece após a operação de "dewaxing" [34]. A tabela 5 apresenta alguns destes lubrificantes e suas principais características.

Comumente, a compactação é feita em matriz de duplo efeito de carregamento uniaxial, preferencialmente de metal duro com as misturas contendo entre 1 e 2% de lubrificante, o que evita as soldas a frio e aumenta a vida útil do ferramental [9,10,29,34,36]. Porém, o teor ótimo de lubrificante na mistura, depende da geometria e do peso do compactado, sendo função ainda da distribuição do tamanho de partícula [9].

TABELA 5 - Lubrificantes utilizados e suas características [2,35,36].

Lubrificante	Umidade e teor de voláteis a 105°C	Teor de cinzas residuais (%)	Fabricante
Sterotex	0.01	0,02	Cap.City - USA
Acrawax C.	0.08	0,00	Glyco Ch. - USA
Mikropulver C	-	0,005	Hoechst - RFA
Nopcowax 22	0.09	0,02	Nopco Ch. - USA

Devido a sua elevada ductilidade, na compactação de pós de alumínio utilizam-se baixas pressões para atingir elevada densidade verde. Considerando a massa de lubrificante adicionada, atinge-se 90% da densidade teórica com menos de 200 MPa, sendo que são necessários aproximadamente 700 MPa para a maioria dos pós metálicos atingirem este mesmo percentual da densidade teórica [4,10]. A figura 9 compara a compressibili-

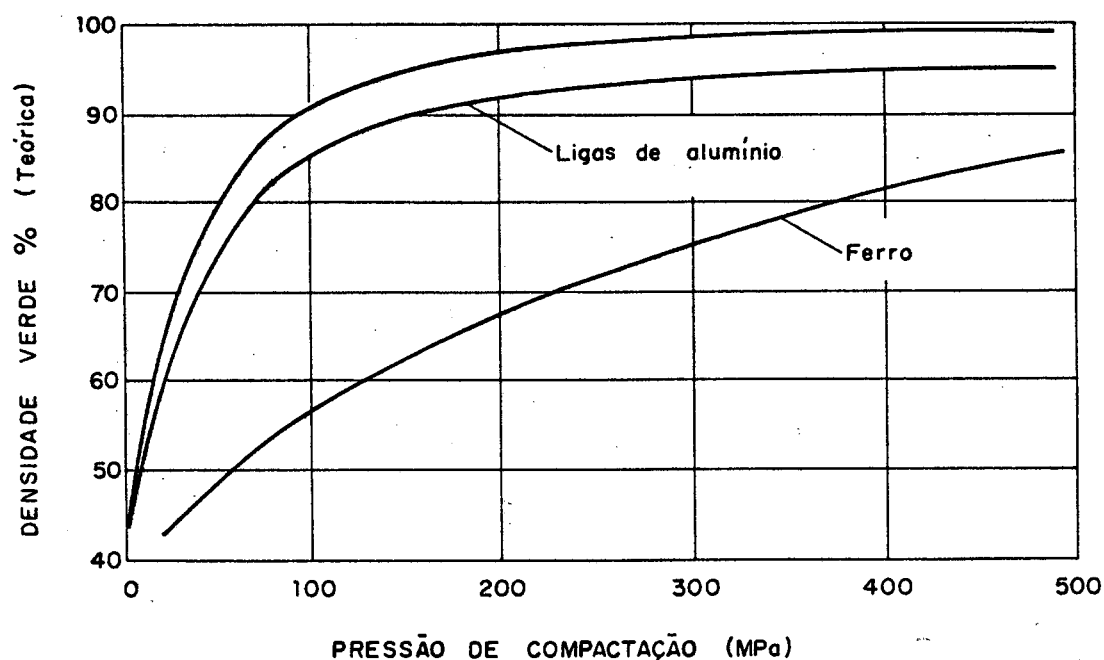


Figura 9 - Curva de compressibilidade [4].

dade de pós de alumínio e pó de ferro, indicando um potencial em relação ao tamanho de peças que podem ser produzidos com as prensas existentes e mesmo a utilização de prensas de múltipla impressão.

A sinterização dos compactados à base de alumínio torna-se possível devido à formação de fase líquida, que pode penetrar o fino, mas altamente estável, filme óxido que rompeu durante a compactação.

O líquido eutético, tendo baixa energia interfacial com o alumínio e com o óxido [9,34,37-39], espalha-se tanto pela superfície óxida das partículas, como por entre o óxido e o metal base, garantindo assim uma boa ligação entre as partículas, como mostra esquematicamente a figura 10.

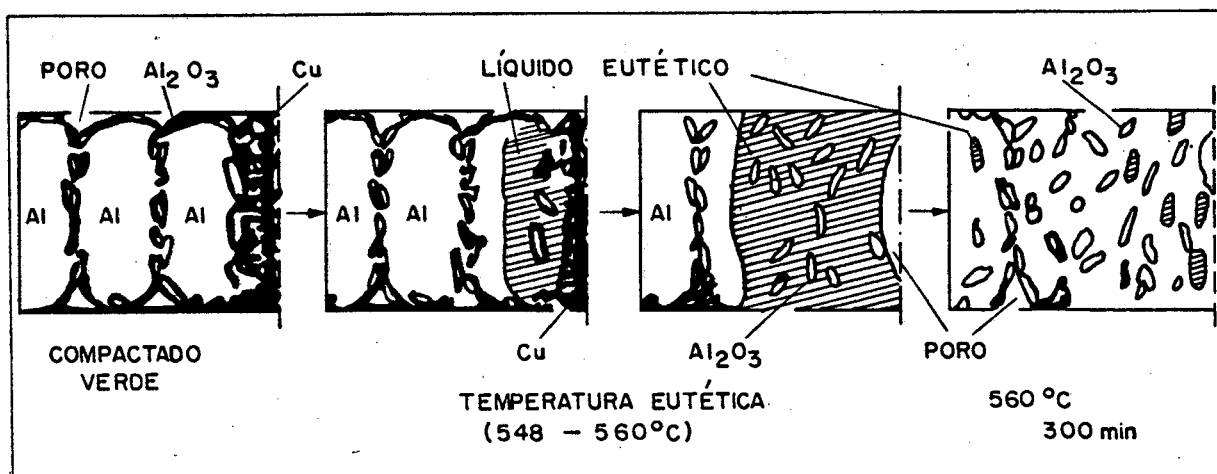


Figura 10 - Representação esquemática da mudança estrutural de compactados Al-Cu durante a sinterização [40].

A adição dos elementos de liga como cobre, silício, zinco e magnésio, entre outros, pode ser feita na forma de pós elementares ou de pós pré-ligados, obtidos via atomização. A figura 11 mostra o comportamento dilatométrico de algumas ligas de alumínio, onde se verificam fortes efeitos de expansão nas temperaturas de formação de eutéticos. Por outro lado, pós pré-ligados, como AlMg 50/50, AlSi 12 ou AlCu 33, quando da formação de fase líquida nas correspondentes temperaturas eutéticas, difundem mais rapidamente para a matriz em virtude de melhor molhabilidade, causando menor inchamento [1,9].

O brusco inchamento que se processa durante a sinterização (figura 11) é atribuído a duas causas básicas [34,37]: devido à formação da fase líquida e à entrada dos elementos de liga em solução sólida, embora outros fenômenos tem sido descritos na literatura [38,39]. O rápido encolhimento que se segue é, provavelmente, devido ao mecanismo de dissolução-reprecipitação, comum à sinterização com fase líquida, que será discutido no capítulo 4.

É a fase líquida também, fundamentalmente, responsável pelo rígido controle de temperatura que se impõe ao processo de sinterização de componentes de alumínio. Devido à suave inclinação da linha "liquidus" do sistema alumínio-cobre, mínimas alterações da temperatura implicam em grandes variações de quantidade e composição do líquido eutético, podendo gerar distorções que inutilizem os componentes.

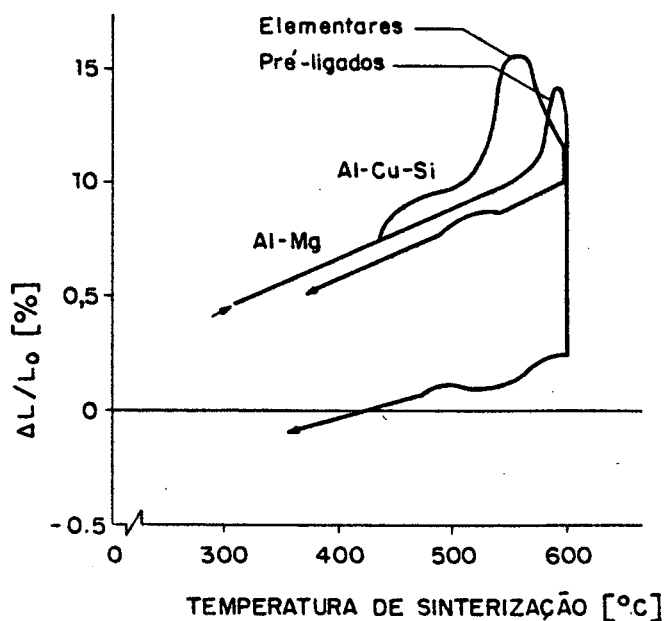


Figura 11 - Comportamento dilatométrico de pós elementares e pré-ligados durante a sinterização de componentes de alumínio [11].

A figura 12 mostra o diagrama de equilíbrio alumínio-cobre, onde se verifica que, por exemplo, para a composição Al-4%Cu, a 620°C, tem-se $\approx 12\%$ de fase eutética com 15%Cu dissolvido, enquanto que a 630°C, a quantidade de fase líquida é de $\approx 23\%$ (12%Cu), praticamente o dobro, podendo causar distorções acentuadas e exigindo, portanto, um controle de $\pm 5^\circ\text{C}$ da temperatura de sinterização [4, 6, 28, 34, 35, 37, 42, 44].

A quantidade de fase líquida formada e sua molhabilidade são essenciais para a obtenção de uma baixa porosidade, permitindo assim atingir níveis razoáveis de propriedades mecânicas. A figura 13 apresenta, de modo esquemático, a dependência da tensão de ruptura e de alongamento em função da porosidade, indicando uma relação aproximadamente linear para a

função tensão de ruptura vs. poros e exponencial para alongamento vs. poros [89].

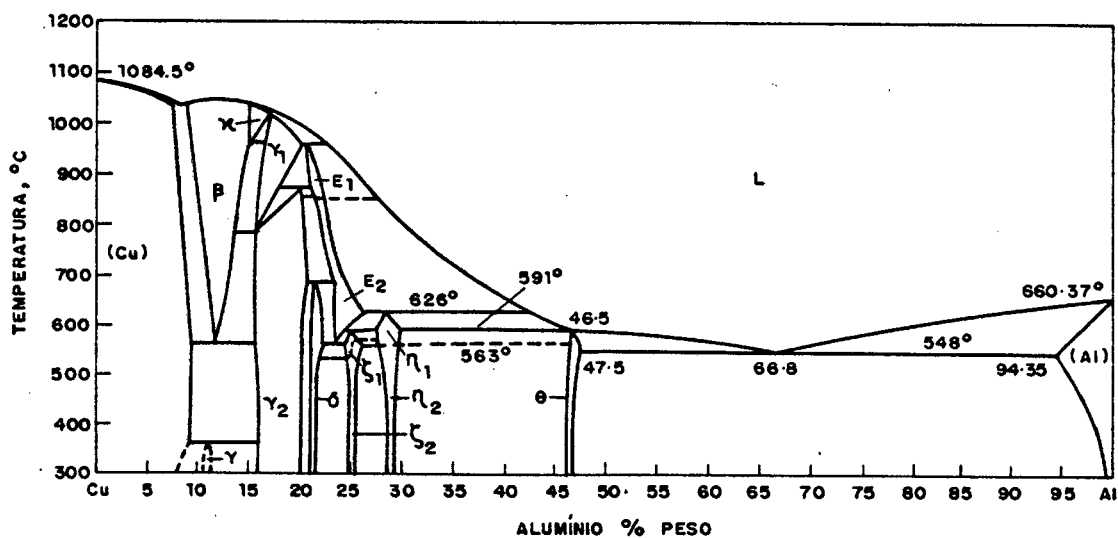


Figura 12 - Diagrama de equilíbrio alumínio-cobre [37].

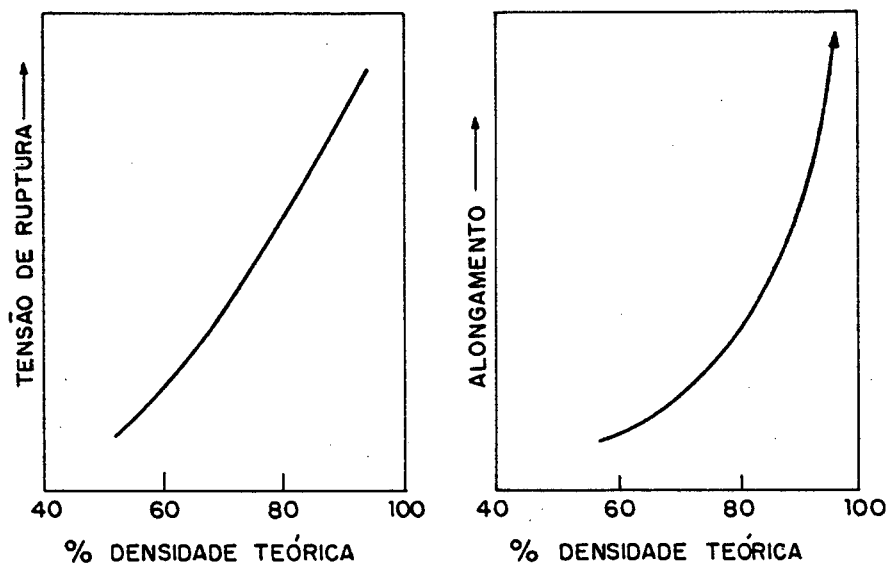


Figura 13 - Diagrama esquemático mostrando a dependência da tensão de ruptura e alongamento em função da densidade do sinterizado [29].

Com o processo convencional de compactação e sinterização, a porosidade residual é de aproximadamente 7% para corpos compactados a 90% de densidade verde (180 MPa) e 3% para compactados a 95% de densidade verde (400 MPa) [4].

3.2 FORNOS E CICLOS DE SINTERIZAÇÃO

Os fornos utilizados na sinterização de componentes de alumínio devem atender aos seguintes requisitos: (i) prever a retirada do lubrificante; (ii) ter condições de manter a pureza necessária da atmosfera, isto é, ponto de orvalho $< -40^{\circ}\text{C}$ e; (iii) permitir o uso de taxas de resfriamento adequadas.

Basicamente, existem três categorias de fornos: intermitentes, contínuos e fornos a vácuo. Apesar dos fornos intermitentes e a vácuo exigirem menor investimento inicial e menor consumo de gases, a taxa de produção permanece entre baixa e média (capacidade de até 45 kg alumínio/hora). Por outro lado, fornos contínuos apresentam altas taxas de produção, exigindo porém maiores investimentos em equipamentos e controles, além de um maior fluxo de gases protetores da atmosfera, em virtude do ponto de orvalho requerido ($< -40^{\circ}\text{C}$) [41, 42].

Fornos intermitentes

Com a vedação das portas, o consumo de gás nos fornos intermitentes é radicalmente reduzido, sendo que fluxos entre 28 e 47 l/min são empregados em câmaras com volume de até 40 l [41, 42], com o ponto de orvalho na entrada dos gases, entre -57°C e -62°C (equivalente a 120 ppm de água e oxigênio [43]), man-

tendo o mesmo adequado no interior da câmara, isto é, na faixa de -40 a -45°C (entre 72 e 128 ppm [43]).

A figura 14 apresenta o ciclo de aquecimento para estes fornos, com o lubrificante sendo retirado paralelamente ao aquecimento, na faixa entre 350 e 420°C , quando então a taxa de aquecimento é aumentada até a temperatura de sinterização situada entre 590 e 630°C , visando minimizar distorções [9]. O tempo de permanência na temperatura é função das características dimensionais desejadas, sendo que após sinterização, as peças são resfriadas até 425°C , através de um jato de ar lançado externamente à câmara. Os componentes são então removidos do forno e resfriados ao ar até a temperatura ambiente.

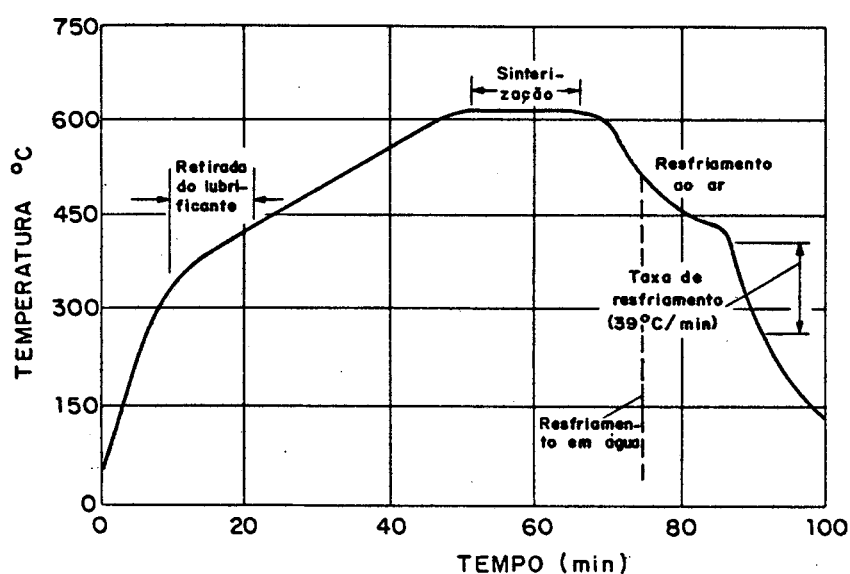


Figura 14 - Ciclo de sinterização em forno intermitente [42].

Fornos contínuos

Nestes fornos as peças são transportadas em bandejas de alumínio anodizado (por exemplo, de 150×100 mm), com velocidades variando entre 50 e 200 mm/min, sendo injetados gases

Inertes em todas as aberturas, no sentido de formar uma cortina protetora, impedindo a entrada de ar e garantindo assim o ponto de orvalho adequado ($< -40^{\circ}\text{C}$).

A figura 15 ilustra um ciclo de sinterização para fornos contínuos de atmosfera à base de nitrogênio ou amônia dissociada.

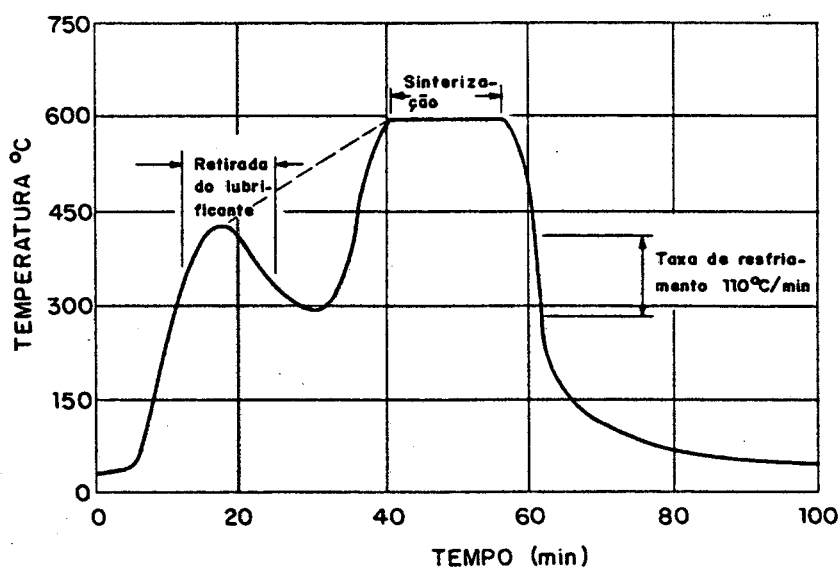


Figura 15 - Ciclo de sinterização para fornos contínuos [42].

Após a eliminação do lubrificante, as peças sofriam resfriamento até aproximadamente 300°C , ao se movimentarem entre as zonas de pré-aquecimento e de alta temperatura. Desenvolvimentos posteriores mostraram que o aquecimento contínuo (linha tracejada na figura 15) não acarretava em danos às propriedades dos sinterizados, sendo portanto vantajoso. Nesses fornos são empregados elementos de aquecimento do tipo Níquel-Cromo, sendo que controles de temperatura com variações de até $\pm 2,8^{\circ}\text{C}$ são obtidos através do ajuste de vários transformadores de núcleo saturado que controlam proporcionalmente cada elemento ao longo das zonas de aquecimento. As peças são resfriadas rapidamente até 150°C em uma zona refrigerada a água

e daí sofrem lento resfriamento até 65°C em uma região mais fria do forno [41, 42].

A taxa de produção de componentes de alumínio sinterizado em fornos contínuos depende da largura e velocidade da correia transportadora, como também da forma e tamanho do compactado. Devido à baixa densidade e à baixa temperatura de sinterização dos componentes de alumínio, não existem limitações relacionadas com a capacidade de carga das correias transportadoras. São encontrados fornos contínuos com largura de bandeja de 950 mm, com capacidade de até 225 kg/h de componentes de alumínio, o que equivale, tendo como base o número de peças, a 775 kg/h em componentes de ferro sinterizado [42].

Fornos a vácuo

A sinterização de componentes de alumínio também pode ser realizada em vácuo, resultando em propriedades mecânicas bastante similares às aquelas obtidas em atmosfera de nitrogênio. O nível de vácuo requerido, cerca de 27 Pa (200 $\mu\text{m Hg}$) é facilmente atingido com bombas rotativas, dispensando maiores cuidados em relação à atmosfera de sinterização.

O ciclo de sinterização para peças de alumínio em fornos a vácuo, mostrado na figura 16, foi obtido em um forno de 205 mm de diâmetro, no qual os compactados foram pré-sinterizados separadamente para remoção do lubrificante. Assim, o aquecimento é feito diretamente até a temperatura de sinterização, após um nível mínimo de vácuo ser atingido. Após a sinterização, as peças são resfriadas no forno até $\approx 260^{\circ}\text{C}$, quando então o vácuo é desligado, e o restante do resfriamento prossegue ao ar.

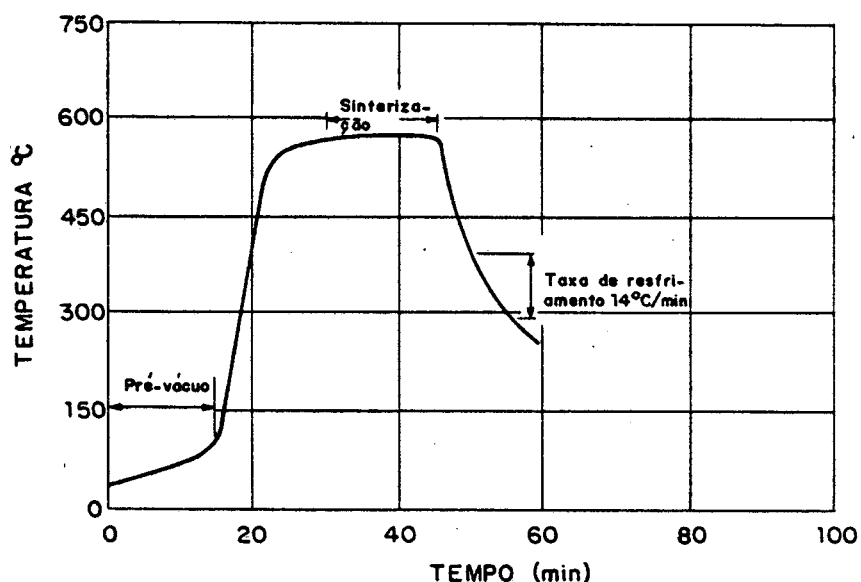


Figura 16 - Ciclo de sinterização em fornos a vácuo [42].

3.3 ATMOSFERAS DE SINTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES RESULTANTES

A seleção da atmosfera de sinterização influe em praticamente todas as etapas do ciclo de sinterização, causando profundas alterações desde a escolha do forno, tipo de lubrificação, composição química, densidade verde mínima, tempo e temperatura de sinterização, e obviamente até as propriedades mecânicas dos componentes sinterizados.

Basicamente, foram desenvolvidos dois processos: o de sinterização em atmosfera controlada [2, 4, 9, 35, 38, 42, 44], o qual exige rígido controle da temperatura e pureza da atmosfera, permitindo a adição de lubrificantes à mistura; e o processo de sinterização ao ar [9, 44-46], onde taxas de aquecimento elevadas e curtos tempos de sinterização permitem alcançar valores razoáveis para as propriedades mecânicas, exigindo porém, o uso de lubrificação externa, processo de pouca aceitação comercial.

3.3.1 SINTERIZAÇÃO EM ATMOSFERAS INERTES

São mais comumente utilizadas as atmosferas à base de nitrogênio super seco (ss), com teores de umidade e oxigênio inferiores a 10 ppm, embora também possam ser empregadas amônia dissociada ou vácuo. O uso do nitrogênio está, basicamente, associado aos resultados obtidos em termos de propriedades mecânicas elevadas do sinterizado, bem como, a inexistência de perigos relacionados a explosões: isto pode, eventualmente, ocorrer quando do emprego de amônia dissociada, devido ao percentual de hidrogênio (75%) que, combinando com oxigênio pode resultar em misturas explosivas [13, 20, 41, 42].

As propriedades mecânicas um pouco inferiores, obtidas com amônia dissociada, aparentam estar relacionadas com a presença de hidrogênio ou de amônia não-dissociada na atmosfera de sinterização [47]. Durante o processo, o nível de amônia pode crescer novamente, sendo que, juntamente com o hidrogênio livre, podem ser fontes de absorção de hidrogênio pela fase líquida na temperatura de sinterização, levando a níveis crescentes de porosidade quando do resfriamento, reduzido assim as propriedades mecânicas dos sinterizados [42].

Já a utilização de vácuo como atmosfera de sinterização, implica na redução em aproximadamente 15°C da temperatura de sinterização, no sentido de evitar distorções excessivas ou mesmo fusão parcial dos compactados. A figura 17 mostra a influência da atmosfera de pré-sinterização ("dewaxing") na tensão de ruptura e alongamento, indicando melhores propriedades com o uso do nitrogênio quando a densidade verde é de 85% da teórica, e propriedades bastante

similares quando são empregadas elevadas densidades verdes.

Idêntica é a influência do nível de vácuo, atingindo-se propriedades superiores com a pressão de 1,3 mPa (0,01 μ m Hg), quando se utiliza menores pressões de compactação (85% DT), enquanto propriedades similares são encontradas em pressões de 1,3 mPa e 27 Pa, no caso de maiores densidades verdes (90% DT) (tabela 6). Assim, além de eliminar a necessidade de bombas de difusão, consegue-se minimizar o tempo de pré-vácuo do forno [41, 42].

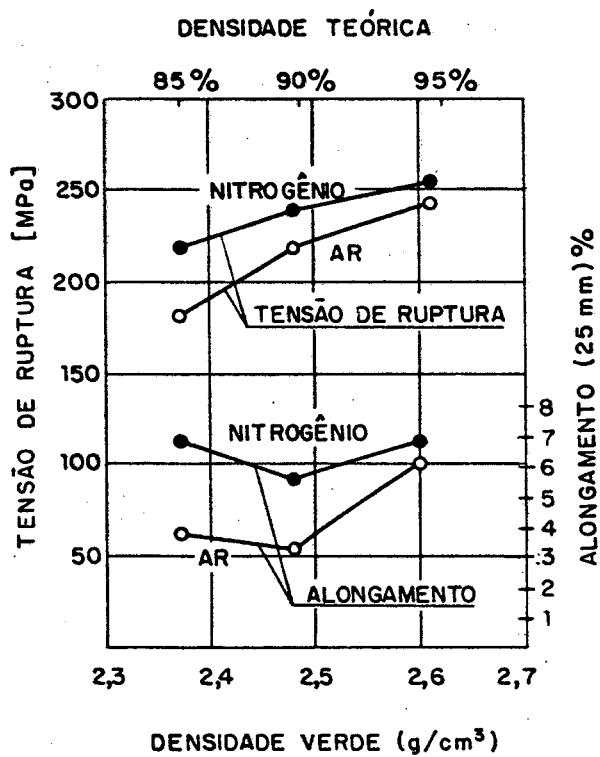


Figura 17 - Influência da atmosfera de pré-sinterização nas propriedades mecânicas de liga 201AB (T4), sinterizados 20 min sob vácuo a 580°C [42].

TABELA 6 - Influência do nível de vácuo nas propriedades mecânicas [55].

Liga	Densidade (% DT)	Tensão de ruptura ¹ σ_R (MPa)	Tensão de Ruptura ² σ_R (MPa)
201AB-T6 (Alcoa)	85	186	263
	90	303	304
601AB-T6 (Alcoa)	85	176	208
	90	223	225
	95	227	245

(1) nível de vácuo: 27 Pa;

(2) nível de vácuo: 1,3 mPa.

A tabela 7 apresenta os valores de tensão de ruptura e alongamento para a liga 201AB (Alcoa), sinterizadas nas diversas atmosferas. No vácuo, são obtidas propriedades similares às em nitrogênio, para 90% de densidade verde e, somente pouco inferiores a 95%, sendo que os valores de alongamento sempre foram os maiores quando do uso de vácuo.

As propriedades ligeiramente inferiores obtidas na maioria das peças sinterizadas em vácuo, quando comparadas com os sinterizados em N_2 advém, provavelmente, da perda de magnésio por vaporização a temperaturas elevadas, bem como, da maior porosidade resultante nos componentes sinterizados a vácuo. Análises químicas realizadas em peças sinterizadas a vácuo [41] indicam perdas entre 25 e 50% do teor de magnésio na superfície. Esta perda pode ser reduzida com o uso de pressões parciais de nitrogênio ou argônio durante a sinterização [41].

TABELA 7 - Propriedades mecânicas da liga 201AB - Alcoa em diversas atmosferas de sinterização [4,41,42].

Atmosfera de sinterização	Densidade verde (%)	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de ruptura [MPa]	Alongamento (25 mm) (%)
Nitrogênio ($T_s = 595^\circ\text{C}$)	T1	170(124) ¹	201(138) ¹	3,0 (1,5) ¹
	90 T4	205(131) ¹	245(165) ¹	3,5 (2,0) ¹
	T8	-	323(221) ¹	-
	T1	181	209	3,0
	95 T4	214	262	5,0
	T6	327	332	2,0
Amônia dissociada ($T_s = 595^\circ\text{C}$)	T1	141	161	2,0
	90 T4	163	198	2,5
	T6	-	247	0,5
Vácuo ($T_s = 580^\circ\text{C}$)	T1	152	174	2,0
	95 T4	180	221	3,0
	T6	287	288	1,0
Vácuo ($T_s = 580^\circ\text{C}$)	T1	143	185	4,0
	90 T4	187	241	5,5
	T6	287	296	2,0
Vácuo ($T_s = 580^\circ\text{C}$)	T1	146	184	4,0
	95 T4	185	250	6,5
	T6	290	312	2,0

¹ valor mínimo garantido

Variações dimensionais durante a sinterização

Normalmente, a variação dimensional (preferencialmente negativa) e a reprodutibilidade dimensional das peças produzidas, são os fatores que determinam a seleção dos parâmetros densidade verde, temperatura e tempo de sinterização, a despeito dos valores de resistência mecânica e alongamento máximos [9]. A figura 18 mostra a influência da atmosfera de sinterização sobre a variação dimensional das peças, em função da densidade verde.

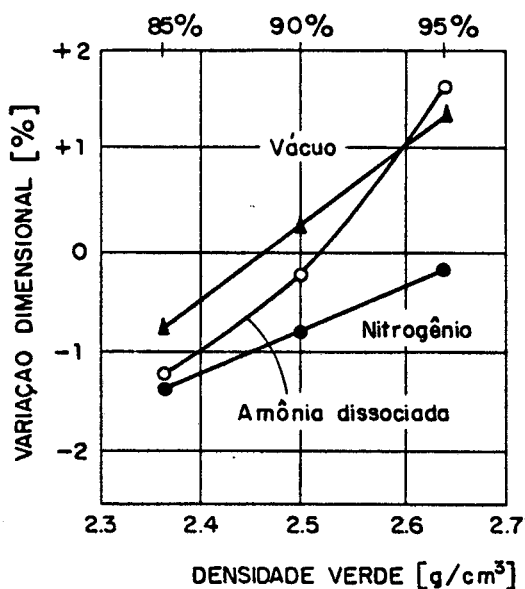


Figura 18 - Influência da atmosfera de sinterização sobre a variação dimensional de componentes de alumínio liga 201AB (Alcoa) [42].

Na mesma figura, verifica-se que componentes sinterizados em nitrogênio encolhem para quaisquer densidades verdes usadas, sendo estes resultados válidos somente enquanto o ponto de orvalho é mantido inferior a -40°C e a temperatura é mantida constante ($\pm 5^{\circ}\text{C}$) durante toda a etapa de sinterização. O uso de temperaturas acima da adequada resultam em excessivo encolhimento associado a distorções, enquanto que em temperaturas abaixo da adequada, as peças incham e são menos resistentes. Já atmosferas com ponto de orvalho superiores a -40°C , resultam na expansão dos componentes e redução de propriedades mecânicas [9,44,48] (figura 19).

O tamanho de partícula dos elementos de liga têm importância limitada na resistência mecânica dos componentes de alumínio sinterizado [56], porém é de fundamental importância para o controle e alteração da variação dimensional dos corpos sinterizados.

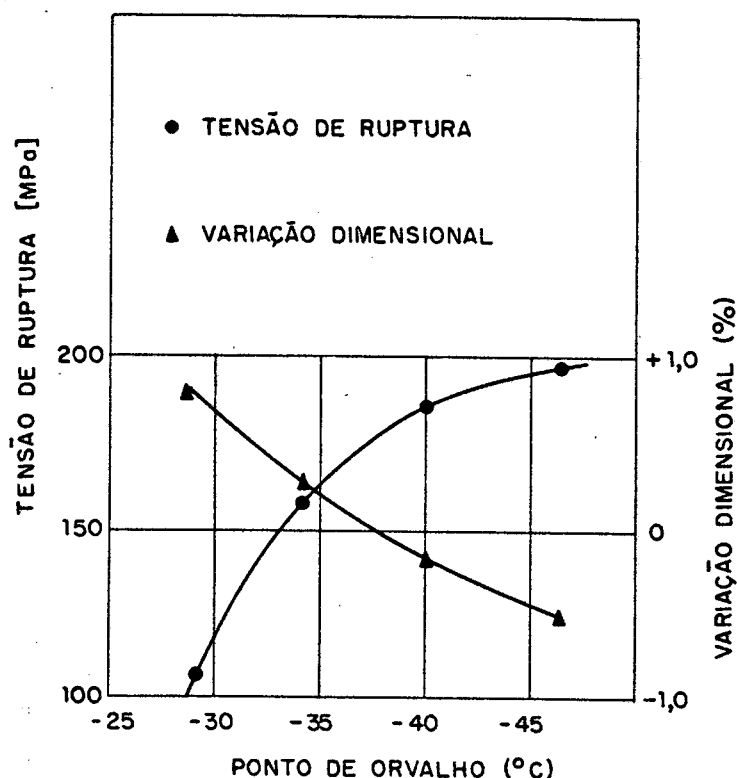


Figura 19 - Influência do ponto de orvalho na variação dimensional e tensão de ruptura da liga Al-4.4%Cu-0.5%Mg [44].

A figura 20 mostra a influência do tamanho de partícula do cobre, para duas frações distintas de pós de alumínio, na variação dimensional resultante, indicando que somente pós de cobre com tamanho de partícula aproximadamente inferior a 250 mesh ($\approx 65 \mu\text{m}$), resultam no e colhimento dos sinterizados, isto para o pó de alumínio mais fino, enquanto o pó de alumínio de $250 \mu\text{m}$ não apresenta possibilidade de gerar componentes com variação dimensional negativa.

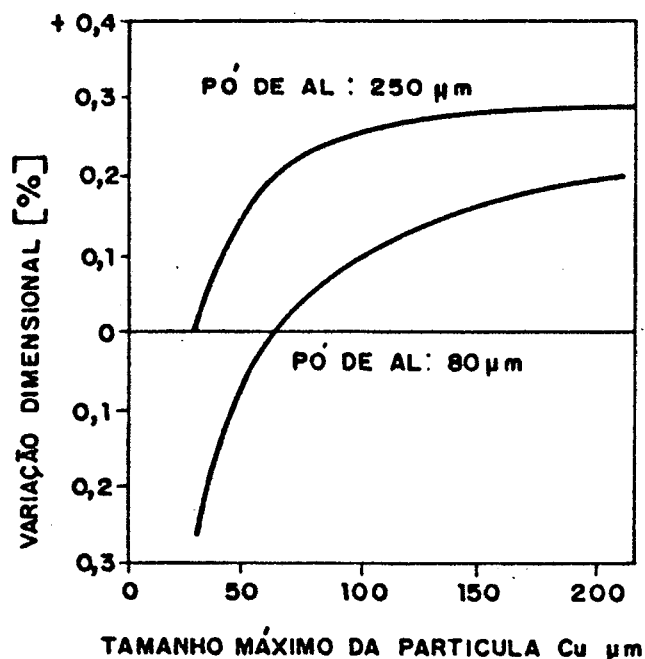


Figura 20 - Variação dimensional do sinterizado em função do tamanho de partícula [9].

3.3.2 SINTERIZAÇÃO AO AR

Estudos relacionados com a produção de componentes de alumínio sinterizados ao ar foram publicados há quase 50 anos por Cremer e Cordiano [49] num processo que utilizava pós de alumínio puro ou ligado (alumínio-cobre), sendo compactados entre 550 e 820 MPa e sinterizados durante 30 minutos ao ar. No início dos anos 70, Storchheim [45,46] desenvolveu um método de produção de componentes de precisão à base de alumínio sinterizados ao ar visando diminuir custos de operação e de

controle de qualidade, reduzir investimentos em equipamentos e mão-de-obra altamente qualificada, e assim expandir o mercado para peças de alumínio sinterizado.

O principal obstáculo no emprego desta tecnologia é a impossibilidade do uso de lubrificantes junto à mistura, obrigando ao desenvolvimento da técnica de lubrificação das paredes das matrizes e punções. Os melhores resultados foram obtidos com óleo de silicone, depositado através de "spray" nas cavidades da matriz, a cada nova operação de compactação.

A necessidade de ativar e acelerar a sinterização conduziu a duas alterações em relação à sinterização em atmosferas protetoras: (i) aumento do teor de silício e magnésio, que geram camadas óxidas protetoras na faixa entre 400 - 475°C; (ii) o emprego de taxas de aquecimento mais elevadas, de no mínimo 40°C/min. Ao lado disso, o tempo de sinterização deve ser diminuído, até no máximo 10 minutos, visto que as propriedades deterioram em tempos mais longos [44-46].

Os parâmetros críticos da sinterização em atmosferas controladas, como temperatura e ponto de orvalho, praticamente nenhuma influência exercem sobre as propriedades mecânicas, bem como, sobre as variações dimensionais, quando da sinterização ao ar. A figura 21 mostra a influência do ponto de orvalho sobre a tensão de ruptura da liga Al-4% Cu-0.6% Mg, sinterizada ao ar, comparando-a com a liga Al-4.4% Cu-0.5% Mg sinterizada em nitrogênio, evidenciando que, para ligas sinterizadas ao ar, a tensão de ruptura independe do ponto de orvalho.

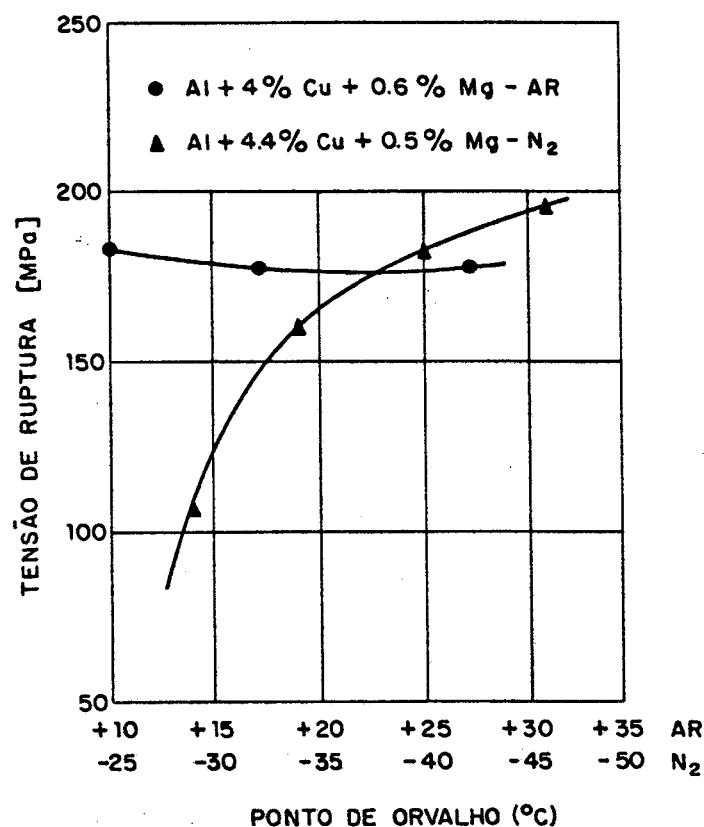


Figura 21 - Influência do ponto de orvalho sobre a tensão de ruptura de ligas de alumínio [44].

O mesmo ocorre em relação à influência da temperatura sobre a variação dimensional das peças. A figura 22 mostra que componentes de alumínio sinterizados ao ar permitem grandes flutuações da temperatura de sinterização ($\pm 15^{\circ}\text{C}$) sem alteração dimensional.

A tabela 8 apresenta propriedades de duas composições de ligas à base de alumínio sinterizadas ao ar, mostrando o potencial desta tecnologia. Resultados similares foram obtidos por Ramasamy et al., para ligas Al-Cu-Mg sinterizadas e forjadas, mostrando forte dependência apenas da densidade verde [50].

Apesar dos resultados obtidos com a sinterização ao ar, esta tecnologia não foi absorvida pelo mercado, o qual utiliza

o processo de sinterização em atmosfera de nitrogênio na maioria das aplicações.

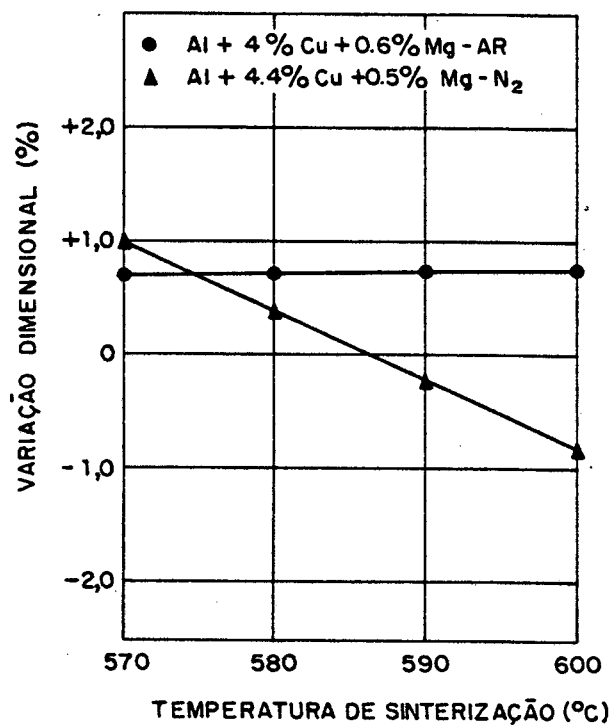


Figura 22 - Influência da temperatura de sinterização sobre a variação dimensional de ligas de alumínio [44].

TABELA 8 - Propriedades mecânicas de ligas de alumínio sinterizadas ao ar [44].

Liga	Tratamento térmico	Tensão de ruptura [MPa]	Dureza [HB]	Alongamento [%]
Alumínio Cu: 3,5-4,5 Mg: 0,5-1,0	T4	230-250	75-80	5
	T6	250-280	85-90	2
Alumínio Cu: 0,25máx Mg: 0,8-1,2 Si: 0,5-1,0	T4	130-150	45-50	6
	T6	160-180	55-60	4

3.4 OPERAÇÕES SECUNDÁRIAS

Os componentes de alumínio sinterizado podem sofrer as mesmas operações pós-sinterização que os demais produtos obtidos pela Metalurgia do Pó, incluindo calibração, tratamentos térmicos, deformação a frio e a quente, usinagem e tratamentos superficiais, entre outros.

Devido às distorções que normalmente ocorrem durante a sinterização, a calibração é uma etapa quase que obrigatória na produção de peças de alumínio sinterizado, atingindo-se estreitas tolerâncias dimensionais devido a sua excelente ductilidade, com pressões entre 300 e 600 MPa, dependendo da liga e da quantidade de deformação plástica imposta [4,7,42,53].

Os componentes de alumínio obtidos via Metalurgia do Pó, permitem a realização dos mesmos tratamentos térmicos que são aplicados às ligas fundidas e forjadas. As peças são aquecidas ao ar na faixa de 504 à 538°C (função da composição química) durante 30 minutos e em seguida resfriadas rapidamente em água. A tabela 9 apresenta os principais tratamentos térmicos aos quais os componentes de alumínio são submetidos [2,4,10,54].

A figura 23 apresenta a tensão de ruptura em função da densidade verde para os diversos tratamentos térmicos possíveis. O tratamento térmico T4 (envelhecimento natural) é o mais empregado, em virtude de aliar boa resistência mecânica com máxima ductilidade.

TABELA 9 - Tipos de tratamentos térmicos utilizados para ligas de alumínio [42].

Tipo	Descrição
0	- 1h a 410°C, resfriamento no forno com taxa de 30°C/h até 260°C ou menos.
T1	- Resfriamento sob N ₂ até 430°C (alto cobre) ou 260°C (baixo cobre), seguindo resfriamento ao ar até temperatura ambiente.
T2	- Tratamento T1, seguido de forjamento a frio.
T4	- Aquecimento por 30 minutos ao ar a temperaturas entre 504 e 538°C, resfriamento rápido em água e envelhecimento de no mínimo 4 dias na temperatura ambiente.
T6	- Aquecimento por 30 minutos ao ar a temperaturas entre 504 e 538°C (função da composição química), resfriamento rápido em água e envelhecimento artificial (18 horas a temperaturas entre 180 e 220°C, função das propriedades desejadas).
T8	- Solubilizar, recompactar e envelhecer artificialmente conforme tratamento T6.

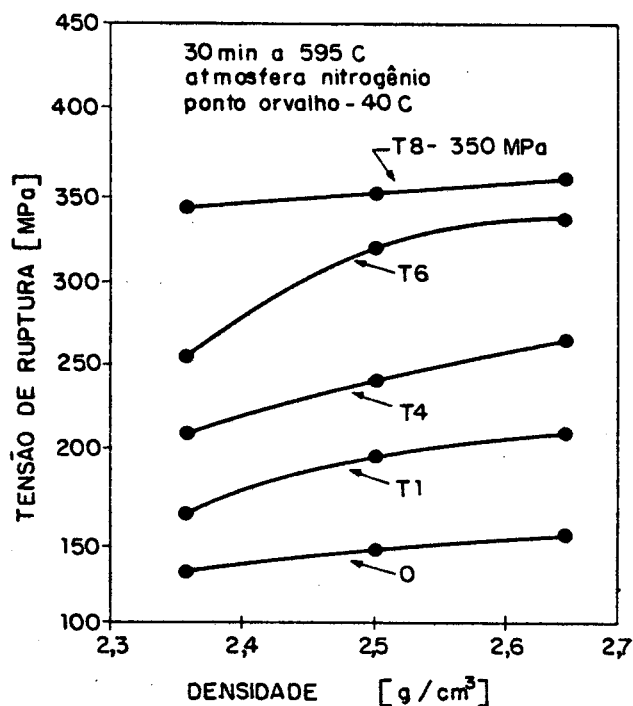


Figura 23 - Efeito da densidade e condição térmica na tensão de ruptura da liga 201AB (Alcoa) [51].

As propriedades das peças sinterizadas são aumentadas pela combinação dos efeitos de endurecimento por deformação, densificação e ligação entre partículas, através do escoamento de material que ocorre no forjamento à frio, aumentando em até 50% o valor da tensão de ruptura sem afetar a ductilidade do material [4,10]. A tabela 10 apresenta os valores das propriedades em diversas condições de tratamentos, para uma liga especialmente desenvolvida para o processo de forjamento a frio [4].

TABELA 10 - Propriedades de sinterizados forjados à frio [4,48].

Liga	Condição térmica e de deformação	Tensão de escoamento $\sigma_{0,2}$ [MPa]	Tensão de ruptura σ_R [MPa]	Alongamento 25 mm (%)
Al-4.0%Cu 202AB (Alcoa)	Sinterizado ¹ T1	75	160	10.0
	Forj. a frio ² T2	216	134	2.3
	Forj. a frio ² T4	148	237	8.0
	Forj. a frio ² T6	173	274	8.7
	Forj. a frio ² T8	250	280	3.0

¹ Estado T1 - 90% DT.

² Deformação: 19 a 23%

Para a obtenção de valores máximos de propriedades mecânicas e físicas, torna-se necessária a operação de forjamento a quente em matrizes fechadas, em que as pré-formas sinterizadas são aquecidas ao ar entre 200 e 450°C, dependendo da composição química e do escoamento de metal necessário para atingir as propriedades requeridas. A tabela 11 apresenta valores de propriedades mecânicas para a liga 201AB (Alcoa), indicando o incremento de resistência e ductilidade com o forjamento a quente.

TABELA 11 - Propriedades de sinterizados forjados [4,55].

Liga	Condição térmica e de deformação	Tensão de escoamento $\sigma_{0,2}$ [MPa]	Tensão de ruptura σ_R [MPa]	Alongamento 25 mm (%)
Al-4.4%Cu	Sinterizada ¹	181	209	3.0
0.8%Si-0.5Mg 201AB (Alcoa)	Forjada ² T4	255	400	18.0
	Forjada ² T6	413	455	8.0

¹ Estado T1 - 90% DT.

² Forjamento: 50% de redução na altura

Engrenagens, polias e biebas, que são elementos com geometria adequada para o processo de Metalurgia do Pó, e envolvem movimentos relativos, tornam a resistência ao desgaste um importante critério na seleção de processos e materiais. Testes realizados com diversas ligas sinterizadas e com a liga fundida A-380 (Al-8,5% Si-3,5% Cu e mais Zn, Fe), frequentemente empregada em aplicações que envolvem desgaste, indicam um grande potencial para os componentes sinterizados, sendo que moderada resistência ao desgaste é conseguida apenas com tratamentos térmicos, enquanto que em condições severas de desgaste, a anodização dura [51] e a nitretação iônica [52] podem ser empregadas, resultando em proteções superficiais similares ou mesmo superiores às desenvolvidas pela carbonetação ou nitretação de peças ferrosas.

CAPITULO 4

MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO

4.1 INTRODUÇÃO

Um compactado obtido a partir da mistura de pós encontra-se afastado de seu equilíbrio químico, sendo este atingido somente durante a sua sinterização. Em determinado instante, na temperatura de sinterização, todas as fases presentes no diagrama de equilíbrio dos constituintes podem ser geradas no material, permitindo então, inclusive, o surgimento de fase líquida. No caso dos constituintes de menor quantidade serem completamente solúveis na matriz, a fase líquida permanece apenas no estágio inicial da sinterização, tornando-se termodinamicamente instável e solidificando.

A ocorrência de fase líquida permanente ou transiente depende do tipo de diagrama de fase [56,57] e da composição química do sistema. Sua atuação no processo de homogeneização química dos constituintes de menor quantidade depende da distribuição do líquido dentro do esqueleto sinterizado, através de forças capilares. No caso do completo preenchimento dos poros primários e dos contornos de grão pela fase líquida [58,59], a máxima distância de homogeneização via difusão no estado sólido é a metade do maior tamanho de grão da matriz.

Por outro lado, no caso de sinterização através da total difusão no estado sólido (sinterização sem fase líquida)

esta distância é a metade do maior grão das partículas dos elementos de liga que, em muitos casos é maior que o da matriz. Assim, a distribuição dos elementos secundários na matriz (grau de homogeneização) depende fortemente da molhabilidade do líquido na matriz sólida. [60-64]. Com suficiente molhabilidade o transporte de massa ocorre através dos canais do esqueleto, se a pressão capilar nesses canais (p_p) for maior que a pressão capilar que retém as partículas dos elementos de liga no lugar onde seriam formados os poros secundários (p_s), isto é, se o raio dos poros primários for menor que dos secundários.

Se $\gamma_{ss} > 2\gamma_{sl}$ (onde γ_{ss} é a energia livre de interface sólido-sólido e γ_{sl} é a energia livre de interface sólido-líquido), o transporte de material também é possível através dos contornos de grão [61], com estes dois mecanismos sendo responsáveis pela distribuição de massa em escala macroscópica, e a homogeneização dependendo da difusividade e temperatura, além do caminho de difusão, que é meio grão da matriz (vide figura 24).

Ocorrendo $\gamma_{ss} < 2\gamma_{sl}$, as interfaces disponíveis para a difusão dos elementos de liga do líquido para a matriz são restritas às dos poros primários, sensivelmente menores do que no caso do transporte via contornos de grão.

Já no caso de molhabilidade insuficiente, $\gamma_{ss} < 2\gamma_{sl}$ e $p_p < p_s$, não ocorre penetração nos contornos e a fase líquida permanece nos locais originais dos elementos de liga, significando que a homogeneização ocorre, principalmente, via difusão no estado sólido diminuindo assim, as vantagens da sinterização com fase líquida [60, 61].

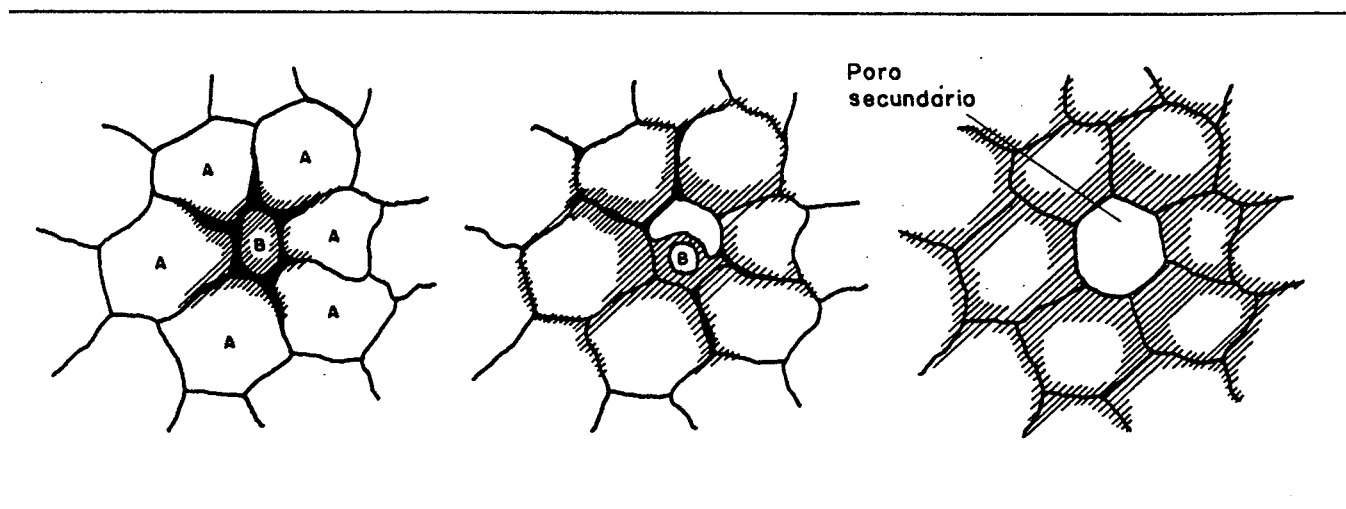


Figura 24 - Modelo de homogeneização possível para sistemas com boa molhabilidade [61].

4.2 MOLHABILIDADE DE SÓLIDOS E ÓXIDOS POR METAIS LÍQUIDOS

A molhabilidade de um sólido por um líquido pode ser interpretada através do "ângulo de contacto", conforme definido na figura 25. Este ângulo está relacionado com as três tensões superficiais envolvidas, γ_{sg} , γ_{sl} e γ_{lg} , das interfaces sólido-gás, sólido-líquido e líquido-gás, respectivamente, através da equação formulada por Young em 1805 [66]:

$$\gamma_{lg} \cos\theta = \gamma_{sg} - \gamma_{sl} \quad (1)$$

Esta equação foi mais tarde demonstrada por Gibbs [67] baseada em conceitos termodinâmicos e, mais recentemente, por Johnson [68].

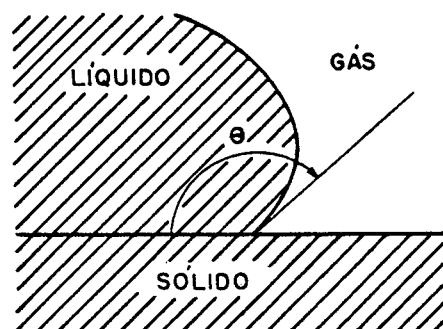


Figura 25 - Definição do ângulo de contato [65].

O líquido molha a superfície do sólido quando $\cos\theta > 0$, isto é, quando $\gamma_{sg} > \gamma_{sl}$. Assim, pode-se definir a força motora da molhabilidade, D_f , como:

$$D_f = \gamma_{sg} - \gamma_{sl} \quad (2)$$

Quando $D_f \geq \gamma_{lg}$, $\theta = 0$ e o líquido flui espontaneamente sobre a superfície sólida. A figura 26 mostra a influência do ângulo de contato θ na sinterização, com o total preenchimento dos poros quando o ângulo é próximo a zero e a permanência dos mesmos quando a molhabilidade é diminuída.

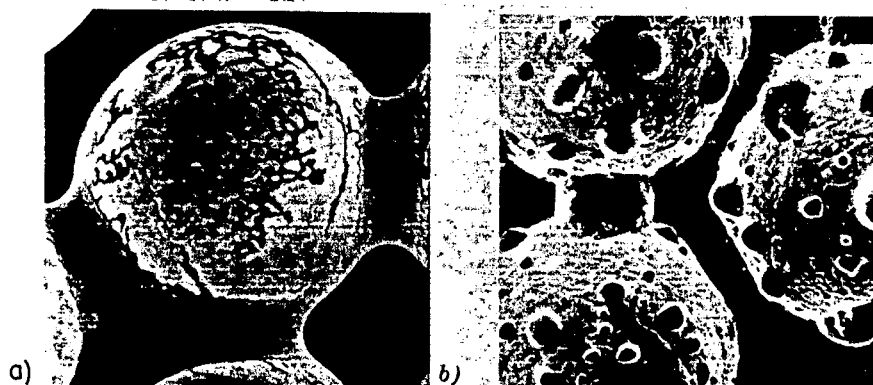


Figura 26 - Ângulo de contato: (a) $\theta = 8^\circ$; (b) $\theta = 85^\circ$ [62].

No caso de interfaces sólido-líquido, muitas vezes é conveniente pensar na tensão interfacial γ_{sl} com referência às tensões de superfícies da fase sólida e líquida no vácuo. Com esta finalidade, Dupre [69] definiu o "trabalho de adesão", W_a :

$$W_a = \gamma_{sv} + \gamma_{lv} - \gamma_{sl} \quad (3)$$

onde W_a tem a dimensão de energia por unidade de área superficial. Isto é igual ao trabalho que precisa ser efetuado no sentido de separar duas fases de área superficial unitária no vácuo. Portanto, o trabalho de adesão é uma medida da resistência da ligação entre duas fases. Sob vácuo e na ausência de adsorção de componentes do líquido na superfície do sólido (ou $\gamma_{sg} = \gamma_{sv}$), pode-se reescrever

$$W_a = \gamma_{lv} (1 + \cos \theta) \quad (4)$$

Assim, quando a tensão superficial da fase líquida γ_{lv} é conhecida, o trabalho de adesão pode ser experimentalmente determinado, a partir da medição do "ângulo de contato".

Das equações anteriores, verifica-se que a força motora da molhabilidade é afetada por dois fatores: a tensão superficial do líquido e a resistência das ligações sólido-líquido, W_a .

$$D_f = - (\gamma_{lv} - W_a) \quad (5)$$

Dessa equação, verifica-se que ocorre molhabilidade quando $W_a > \gamma_{lv}$.

Isto significa que o líquido molha a superfície sólida somente se a energia das ligações que estão sendo criadas é maior que a tensão superficial do líquido.

No caso de interfaces metal líquido-óxido, é amplamente aceito o modelo de Weyl [70], onde assume-se que a adesão com óxidos é, essencialmente, governada pelas interações de átomos do metal somente com os ânions oxigênio.

Humenik e Kingery [70] foram os primeiros a avaliar que o trabalho de adesão de metais líquidos em superfícies óxidas aumenta com afinidades crescentes do metal por oxigênio, isto é, com o aumento da energia livre de formação do óxido. Naidich [71], obteve em seus experimentos evidências de que o trabalho de adesão aumenta também com o decréscimo da resistência da ligação oxigênio-metal no estado sólido.

Um outro resultado interessante está relacionado com o drástico aumento do trabalho de adesão com maiores concentrações de oxigênio ou enxofre em solução no líquido [72,73]. Naidich [71] atribui ao oxigênio em solução no líquido, a formação de um complexo $Me^{2+}O^{2-}$ com o metal vizinho, sendo este absorvido na interface em função de atração eletrostática do cátion Me^{2+} com a camada aniônica da superfície sólida. Assim, o trabalho de adesão, ou seja, a resistência destas ligações, tornar-se-ia aproximadamente igual à energia para romper a ligação entre dois óxidos. A presença do oxigênio é fundamental, visto que átomos neutros não se ligariam aos ânions oxigênio da superfície sólida (figura 27).

No sistema alumínio-alumina, estudado por Condurier et al [74], o trabalho de adesão é de aproximadamente 100 mJ/m^2 na temperatura de fusão do alumínio, aumentando drasticamente

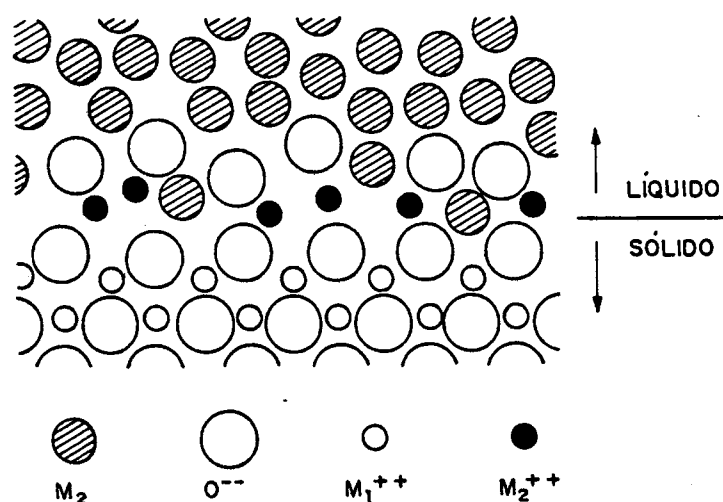


Figura 27 - Interface metal líquido-óxido de acordo com o modelo de Naldich [71].

com a temperatura, até atingir 1000 mJ/m^2 acima de 950°C , que é a temperatura limite na qual o alumínio líquido pode penetrar a camada óxida. A penetração da camada óxida pode ser facilitada também, através de elementos de liga [75], que sendo mais eletropositivos que o alumínio, como por exemplo lítio e magnésio, provavelmente substituem-no ao longo da camada óxida, levando ao enfraquecimento do filme, porém aumentando a molhabilidade da fase líquida. Complementando, Kimura et al [76] concluíram que adições de índio, chumbo e tântalo diminuem a tensão superficial γ_{lv} do alumínio líquido, facilitando a deposição de ligas de alumínio em esqueletos de fibra de carbono, via vaporização no vácuo.

4.3 TIPOS DE SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA

A utilização da fase líquida como mecanismo de

densificação e homogeneização, a temperaturas mais baixas e tempos mais curtos de sinterização, para obtenção de microestruturas que ofereçam propriedades físicas e mecânicas superiores às sinterizadas no estado sólido, exige que determinados critérios sejam obedecidos, no sentido de otimizar a sinterização. Assim, pode-se citar [61, 63]: (i) a fase sólida deve ser solúvel no líquido, mas a solubilidade do líquido na matriz deve ser baixa; (ii) as linhas "solidus" e "liquidus" devem ser decrescentes; (iii) boa molhabilidade ($\gamma_{ss} > 2\gamma_{sl}$); (iv) grande diferença entre a temperatura de formação da fase líquida e a de fusão da fase sólida.

Basicamente, o tempo de permanência da fase líquida está associado à composição média da liga (\bar{c}). Na figura 28 verifica-se que a fase líquida estará sempre presente até a homogeneização, se \bar{c} for menor que c_L , estará temporariamente, se maior que c_L .

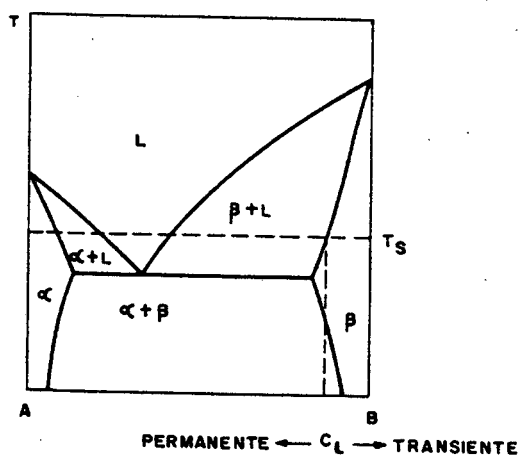


Figura 28 - Diagrama de fase indicando a presença de fase líquida [61].

Fase líquida permanente

Para a otimização da sinterização com fase líquida permanente devem ser satisfeitos critérios distintos. Enquanto que com pós elementares, a temperatura é aumentada até atingir a formação da fase líquida, com pós pré-ligados pode-se trabalhar com a temperatura super-sólida, acelerando a sinterização. A presença de eutéticos, boa molhabilidade e solubilidade do sólido no líquido, são requisitos importantes para a obtenção de sistemas com fase líquida permanente, conforme visto na figura 29, onde estão listados os parâmetros que otimizam cada processo [63].

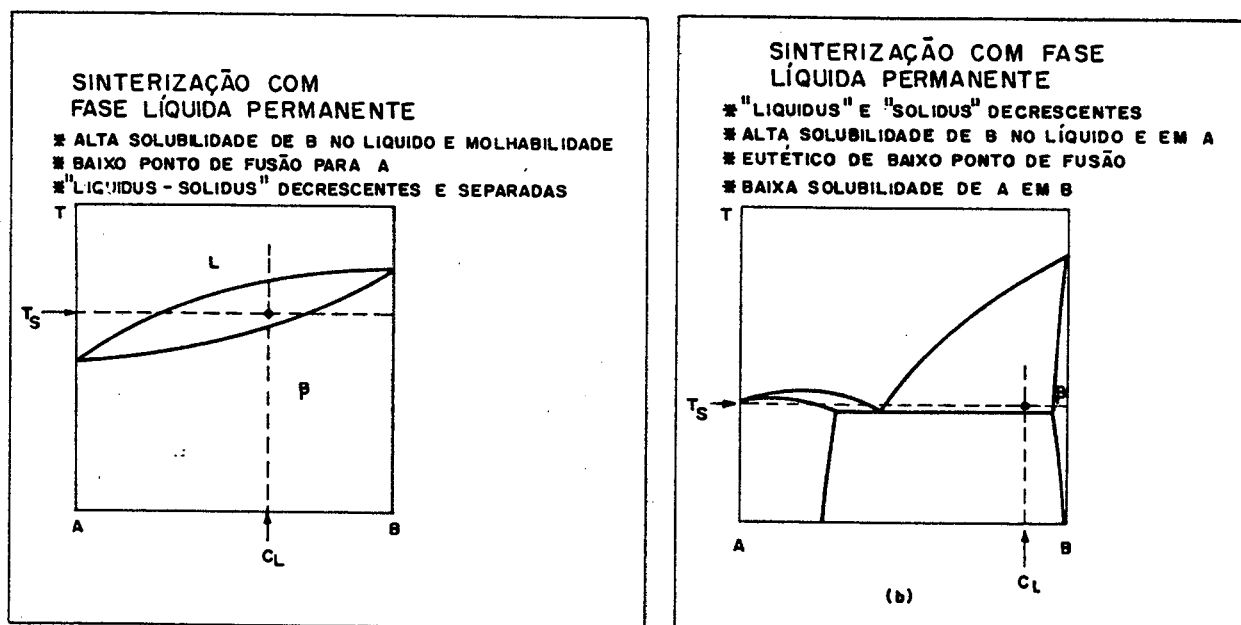


Figura 29 - Diagramas de fases com características adequadas à sinterização com fase líquida permanente no caso (a) pós pré-ligados e (b) pós elementares [63].

A figura 29.b, de um típico comportamento eutético, mostra as características desejadas para a sinterização de pós elementares, com formação de fase líquida permanente, tais como

[61, 63, 78]: baixa solubilidade do aditivo na matriz, para evitar inchamento durante o aquecimento; elevada solubilidade da matriz no aditivo e no líquido; linhas "solidus" e "liquidus" decrescentes e; baixa temperatura do eutético. Sistemas nos quais o líquido se forma a partir de reações peritéticas, apresentam sensibilidade à taxa de aquecimento e outros parâmetros de processo, sendo portanto de menor interesse quando é visada a otimização do processo.

O conceito de sinterização super-sólida [63, 77] está ligado ao aquecimento dos pós pré-ligados até uma temperatura entre as linhas "solidus" e "liquidus", quando então ocorre a formação de fase líquida dentro de cada partícula, resultando na sua fragmentação e levando a uma melhor homogeneização do que no caso de partículas elementares. A densificação ocorre rapidamente com a formação da fase líquida e aumenta à medida que a quantidade de líquido fica maior. A figura 30 mostra esquematicamente a ruptura e o rearranjo das partículas associados com a sinterização super-sólida.

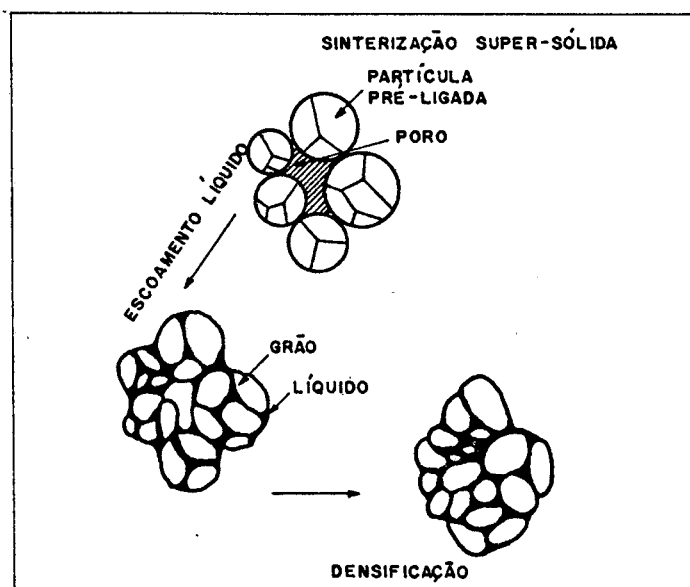


Figura 30 - Sinterização super-sólida [63].

Fase líquida transiente

Embora menos efetiva em relação a densificação, a fase líquida transiente apresenta benefícios relacionados à excelente sinterização que é obtida sem as dificuldades de controle de crescimento de grão, comuns à sinterização com fase líquida permanente, sendo porém, bastante sensível a flutuações no processamento dos pós e mistura, como também aos parâmetros de processo.

As exigências para ocorrência de fase líquida transiente incluem intersolubilidade mútua entre os componentes, com a composição média ficando numa região de única fase. Na figura 31 a reação eutética conduz à formação de líquido, através de interdifusão durante a sinterização. O líquido deve ter alta solubilidade no sólido, sendo que ele desaparece com o tempo de sinterização, o que pode levar ao inchamento e formação de poros, o que é indesejado para materiais com função estrutural. O líquido precisa molhar o sólido e ter alta taxa de difusão no mesmo, sendo que estes critérios são satisfeitos através do decréscimo da temperatura de fusão com a adição de elementos de liga e pela intersolubilidade de componentes [61, 63].

O controle das variáveis de processo inclui tamanho de partícula, composição química, taxa de aquecimento e temperatura máxima, sendo que a densificação está associada à quantidade e tempo de duração da fase líquida. Sistemas que apresentam a formação de compostos intermediários, geralmente de alto ponto de fusão, que inibem a interdifusão e a formação do líquido eutético, empregam o aditivo na forma do composto intermediário como pó inicial, para obter as vantagens da sinterização com fase líquida [61, 63].

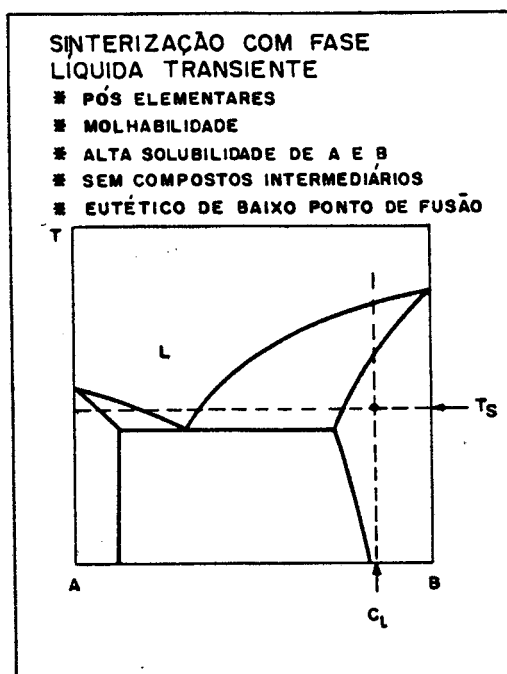


Figura 31 - Diagrama de fases com condições favoráveis à sinterização com fase líquida transiente.

Sinterização ativada

Ainda em estágio de desenvolvimento, este tipo de sinterização, similar àquela com fase líquida transiente, é utilizado na fabricação de alguns intermetálicos, cerâmicos e vários outros compósitos [79]. Valendo-se da adição de pós que reagem entre si liberando calor, o processo resulta em uma sinterização rápida devido à formação de fase líquida.

A figura 32 apresenta esquematicamente as etapas previstas na sinterização ativada. O compactado inicialmente é constituído por pós elementares que difundem durante o aquecimento, dando origem a um composto o qual, neste tempo, libera calor suficiente para ser atingida a temperatura do eutético (figura 33), o que auxilia o espalhamento do líquido e a produção de um componente homogêneo. O controle da reação exotérmica é essencial para a manutenção das dimensões e evitar

danos à microestrutura, sendo o inchamento um problema frequente, devido à rapidez da reação.

Devido ao limitado conhecimento do processo, atualmente é necessária uma etapa de consolidação após a formação do composto, existindo porém, um grande potencial para a consolidação direta durante a sinterização ativada, em especial, quando combinada com pressões externas [80].

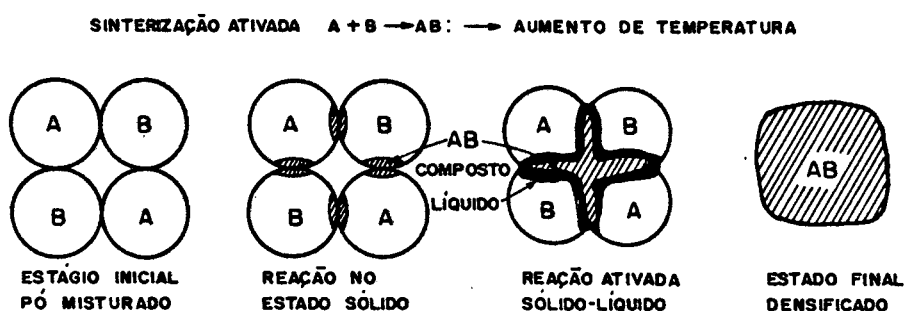


Figura 32 - Etapas previstas durante a sinterização ativada.

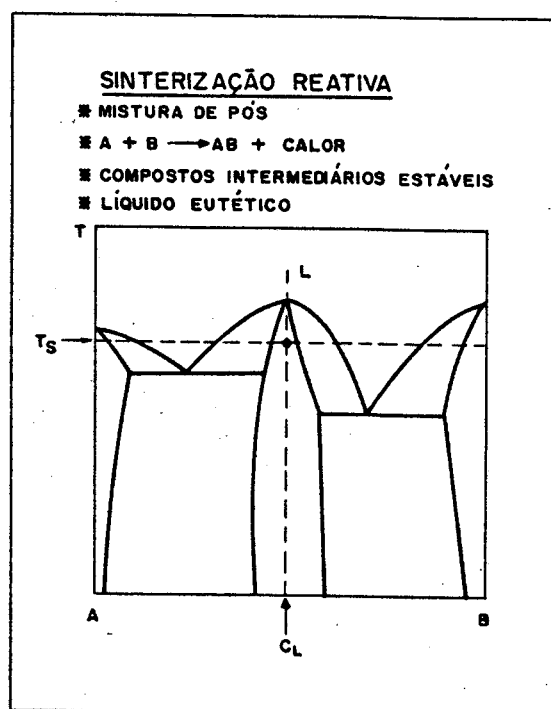


Figura 33 - Sinterização reativa.

4.4 ESTÁGIOS DE SINTERIZAÇÃO COM FASE LÍQUIDA

Os mecanismos básicos da sinterização com fase líquida, que levam às mudanças no tamanho, forma e continuidade das partículas, estão todos associados à dissolução de material sólido na fase líquida, que reprecipita em locais de menor potencial químico, resultado de diferentes estados de tensões ou diferentes atividades dos componentes [60-62, 64]. Entretanto, já durante o aquecimento, movimentos mecânicos controlados por forças capilares, através do líquido formado por partículas de baixo ponto de fusão ou áreas onde se formam ligas eutéticas, provocam o fluxo de líquido, levando as partículas sólidas a se rearranjarem, auxiliando efetivamente na densificação dos compactados.

A sinterização com fase líquida pode então ser dividida em três estágios distintos [60, 64, 81]: (i) escoamento líquido - rearranjo primário; (ii) dissolução/reprecipitação - rearranjo secundário e; (iii) sinterização no estado sólido, conforme mostrado na figura 34, a qual indica a densificação em função do tempo e a superposição dos estágios.

Na etapa inicial de sinterização, se a rigidez do compactado não for muito grande, as forças capilares promovem o escoamento do líquido, destruindo os contatos previamente formados e rearranjando as partículas através do deslizamento de umas sobre as outras [60]. Isto pode gerar a formação de poros secundários nos locais onde se encontravam as partículas de baixo ponto de fusão, se estas forem muito grandes comparativamente aos contatos das partículas e poros primários.

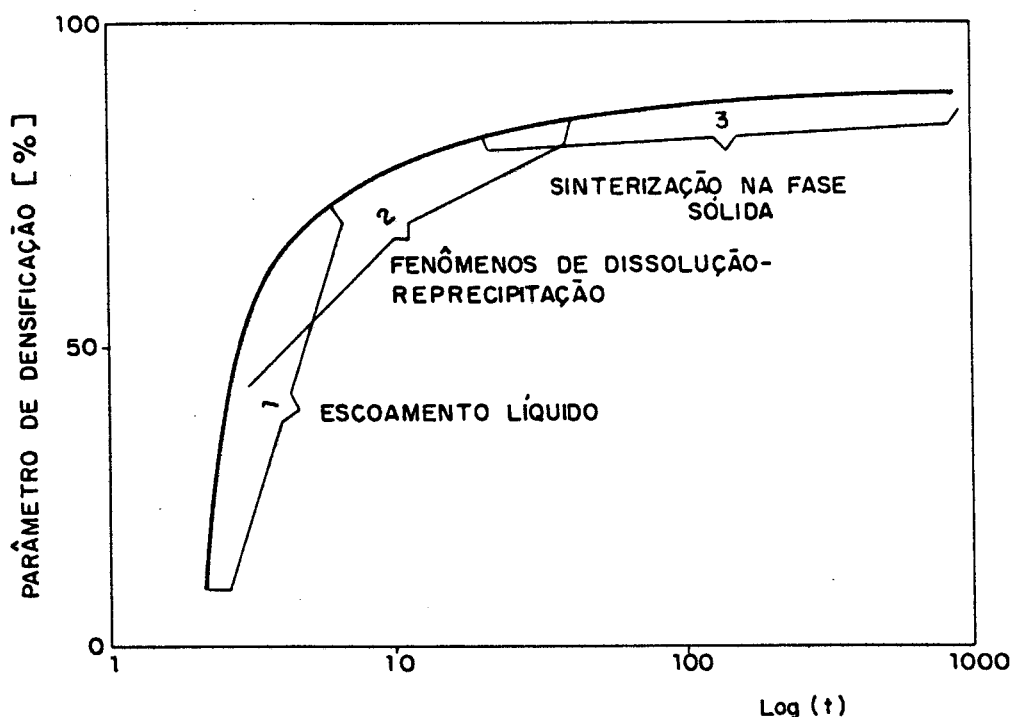


Figura 34 - Estágios envolvidos na sinterização com fase líquida [81].

Após esta etapa de rearranjo primário, o material sólido é dissolvido na fase líquida, reprecipitando em interfaces de menor potencial químico. Tendo como potencial termodinâmico a redução de interfaces sólido-líquido e sólido-sólido, os mecanismos básicos, como "Ostwald ripening", desintegração de partículas e coalescimento, atuam também no sentido de promover o rearranjo secundário e a mudança de forma das partículas, de modo a induzir à densificação do material. Na tabela 12 são apresentados os mecanismos envolvidos na etapa de dissolução-reprecipitação, indicando a sua contribuição na densificação através de rearranjo secundário e mudança de forma das partículas sólidas [64].

TABELA 12 - Mecanismos envolvidos na etapa de dissolução-reprecipitação da sinterização com fase líquida [64].

Mecanismo	Contribuição na ¹ densificação	
	Rearranjamento	Mudança de forma
- "Ostwald ripening"	0	-
- "Ostwald ripening" com acomodação de forma	0	+
- Achatamento dos contatos	-	+
- Eliminação de poros por escoamento líquido	0	+
- Eliminação de poros por escoamento de mistura líquido-grãos	+	0
- Crescimento direcional de grãos	0	0
- Desintegração de partículas	+	-
- Coalescimento	0	-

¹ + essencial; 0 modesto; - desprezível

O achatamento dos contatos e a eliminação dos poros através do escoamento de líquidos e da mistura líquido-grãos, são função somente da existência de pressões capilares [64], enquanto o crescimento direcional de grãos é causado

pela variação da energia livre que ocorre devido a dissolução e reprecipitação de constituintes sólidos, que por sua vez independe de forças capilares. Em sistemas porosos, o fenômeno de "Ostwald ripening" está ligado à diminuição de energia livre que ocorre com a redução da área total de interface, através da acomodação das partículas sólidas [60].

O início da homogeneização microestrutural ocorre preferencialmente através da precipitação a partir do líquido nas interfaces líquido-sólido. Com a mudança de forma das partículas uma menor quantidade de líquido é requerida para preencher os finos capilares, podendo o restante do líquido ser utilizado para preencher poros [61,63]. Com isto, as partículas próximas aos poros podem ser desprendidas da rede pelo mecanismo de desintegração de partículas, escoando em direção aos canais líquidos, acelerando a homogeneização. Este último mecanismo ocorre devido ao ataque do contorno de grão pelo líquido, removendo material do interior da partícula e substituindo-o por um filme líquido. À medida que a penetração avança, as partículas são desintegradas e o rearranjo secundário conduz à densificação.

Em suma, a acomodação de forma durante o crescimento de grão parece ser a principal razão da mudança de forma das partículas durante a sinterização, enquanto o rearranjo secundário, resultante da dissolução de partículas menores, aparenta ser o mecanismo dominante na densificação [64].

O estágio final da sinterização com fase líquida consiste, basicamente, no coalescimento de grãos e fechamento de poros e, conseqüentemente, na obtenção de uma microestrutura mais homogênea. Nesta etapa a taxa de densificação é bem menor

que nas anteriores e a sinterização ocorre através de difusão de material dos contornos de grãos (que substituem a fase líquida) para as regiões de contato, fenômeno característico da sinterização no estado sólido.

CAPITULO 5

MATERIA-PRIMA E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

5.1 MATERIAL

Através da Metalurgia do Pó, produziu-se corpos de prova à base de alumínio contendo adições de 4,4% cobre, 0,8% silício e 0,5% magnésio, resultando em uma liga de composição similar às ligas forjadas 2014. Tal liga é produzida comercialmente pela Aluminum Company of America, Alcoa-201AB, pela Eckart-Werke, ALUMIX 123 ECKA AS 91/S, e pela Aluminum Company of Canadá, Alcan-MD 24, esta com adição de 0,4% de manganês.

Os pós foram adicionados na forma elementar, exceto o pó de magnésio, que também foi utilizado na forma combinada AlMg 37. Utilizou-se ainda, pequena quantidade de lubrificante sólido adicionado à mistura, para permitir a extração das peças da cavidade da matriz.

5.2 CARACTERÍSTICAS DOS PÓS UTILIZADOS

5.2.1 PÓ DE ALUMÍNIO

Utilizou-se pó de alumínio fornecido pela Alcoa Alumínio S.A. - Brasil, sendo feita uma mistura de 86% do tipo 120 e 14% do tipo 123, para atender recomendações da literatura [18, 33, 35], resultando nos valores apresentados na tabela 13.

TABELA 13 - Distribuição do tamanho de partícula do pó de alumínio

Granulometria mesh	[μm]	Tipo 120 (%)	Tipo 123 (%)	Resultante (%)
+40	$d > 354$	0,0	0,0	0,0
- 40+100	$354 > d > 149$	10,1	0,0	8,7
-100+200	$149 > d > 74$	29,9	0,0	25,7
-200+325	$74 > d > 44$	32,0	7,0	28,5
-325	$d < 44$	27,9	92,6	37,0
teores % de:				
Si		0,053	0,046	
Fe		0,100	0,070	
Al ₂ O ₃		0,5 max	0,5 max	

A dispersão do tamanho de partículas, bem como, a morfologia das mesmas encontra-se na figura 35.

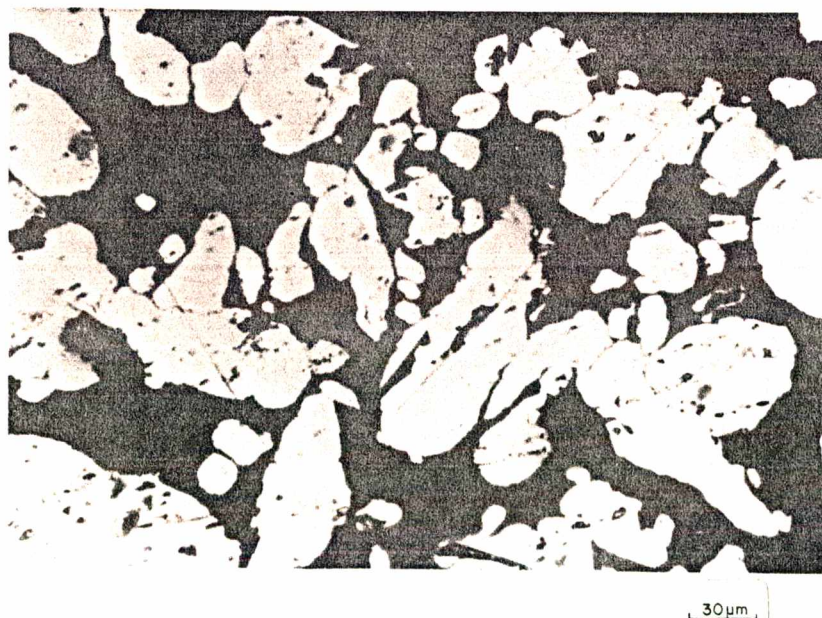


Figura 35 - Forma e distribuição das partículas de alumínio.

Determinou-se ainda, o tamanho médio das partículas de alumínio através do método Fisher (ASTM B-300) [82].

5.2.2 PÓ DE COBRE

Em todos os experimentos foi utilizado pó de cobre atomizado, de granulometria -325 mesh, fornecido pela Metalpó. A morfologia das partículas está mostrada na figura 36.

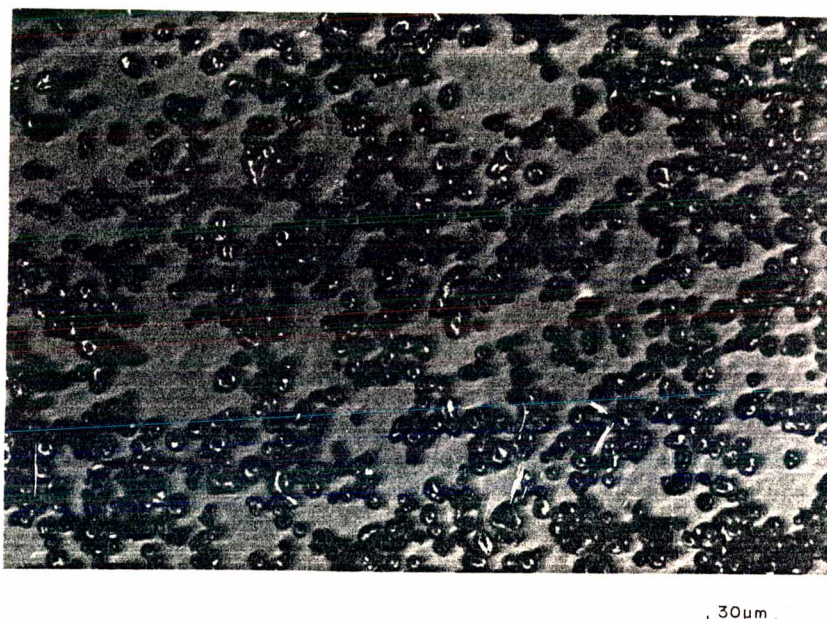


Figura 36 = Morfologia das partículas de cobre.

5.2.3 PÓ DE SILÍCIO

Utilizou-se pó de silício de granulometria -325 mesh, obtido através de moagem sob líquido inerte (1h, HEPTANO) de partículas mais grossas de silício de alta pureza, cuja composição química foi analisada após moagem. A figura 37 mostra a forma das partículas de silício empregadas na mistura, que foram separadas por peneiramento após a moagem, utilizando-se a fração -325 mesh.

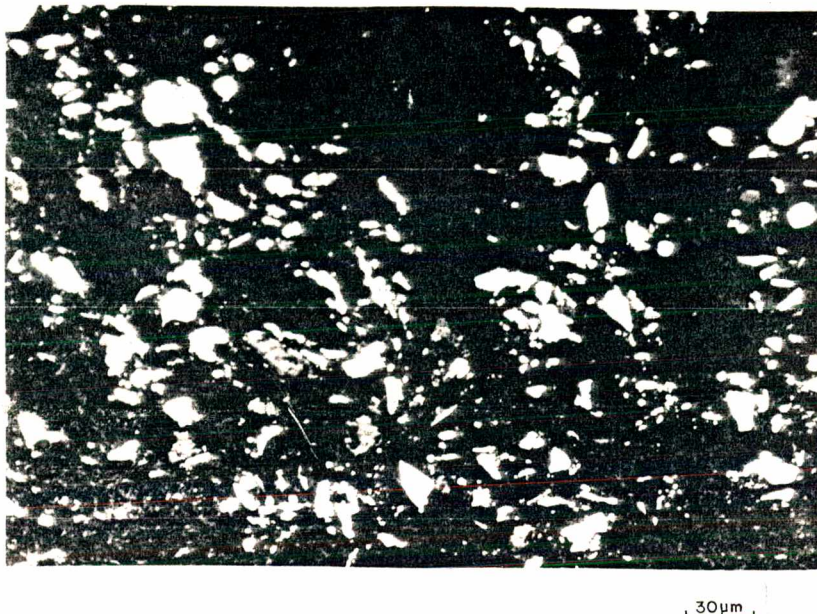


Figura 37 - Pó de silício moído.

5.2.4 PÓ DE MAGNÉSIO

O magnésio foi empregado sob duas formas: elementar e na forma do portador Mg_5Al_8 (AlMg37). O magnésio elementar empregado (Reagen) foi peneirado, sendo utilizadas três frações distintas: -170 + 250 mesh; -250 + 325 mesh e; -325 mesh.

A figura 38 mostra a forma das partículas de magnésio elementar utilizada nas misturas.

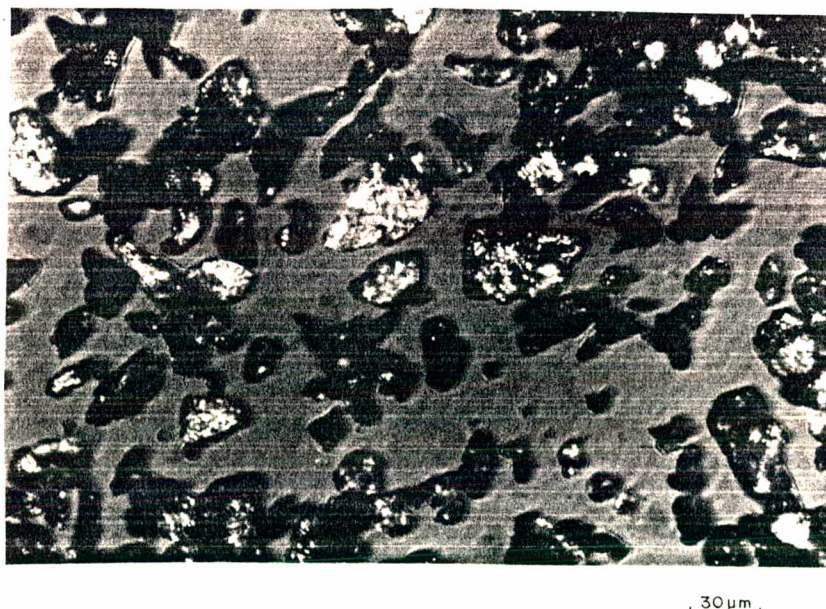


Figura 38 - Pó de magnésio elementar (fração -325 mesh).

Sendo o magnésio um material de custo elevado e de difícil obtenção nas granulometrias finas, desenvolveu-se um processo para a produção de um portador à base de alumínio.

O diagrama alumínio - magnésio apresenta um eutético, líquido \rightarrow Al + $Mg_{35}Al_{65}$, com 35% de magnésio a 723 K, de elevada dureza, variando de 2000 a 3400 HV MPa [83]. Assim, compactou-se dois cilindros de 17 mm de diâmetro e 60 mm de comprimento, com 40% em peso de magnésio (+ 170 mesh, Reagen) e 60% de alumínio (Alcoa tipo 120), à 300 MPa, lubrificando a parede da matriz com estereamida dissolvida em acetona. Os compactados foram posteriormente condicionados num cadinho de carbono [88], e aquecidos em câmara sob vácuo até 650°C, permanecendo 10 minutos, e então resfriados até a temperatura ambiente, com a câmara fora da zona quente do forno.

A análise química resultou em uma liga com 37,65% de magnésio. Este material foi moído, sob Heptano, em um moinho tipo Mortar, durante 1/2 hora, apresentando a distribuição de tamanho de partícula dada pela tabela 14 e a morfologia característica mostrada na figura 39.

TABELA 14 - Distribuição do tamanho de partícula do portador AlMg37.

Granulometria [mesh]	Fração percentual [%]
+ 170	13,7
- 170 + 250	23,8
- 250 + 325	27,5
- 325	35,0



Figura 39 - Morfologia do portador AlMg 37.

5.2.5 LUBRIFICANTE

Para a retirada dos compactados do interior da matriz, optou-se pela lubrificação interna do pó de alumínio, adicionando-se 1,5% em peso de cera orgânica, abaixo especificada:

Lubrificante: Acrawax G

Teor de umidade e voláteis a 105°C: 0,08%

Cinzas residuais a 800°C: 0,00%

Fabricante: Glyco Chemicals, Inc. N.Y.

5.3 MISTURA DOS PÓS

Para efetuar a mistura dos pós, construiu-se um misturador em Y, de alumínio, com capacidade de aproximadamente 100 g de pó (\approx 40% do volume interno [84]), com possibilidade de controle de atmosfera (figura 40).

A mistura foi realizada sob vácuo, durante 30 minutos a

30 rpm, observando-se frequentemente a presença de pequenos aglomerados de lubrificante (provavelmente devido à umidade), cuja eliminação foi possível através da adição à mistura de pequena quantidade de esferas de aço 52100 de 4 mm de diâmetro, que destruíam esses aglomerados, resultando em misturas de boa homogeneidade. A figura 41 mostra a mistura antes e depois da introdução de esferas.

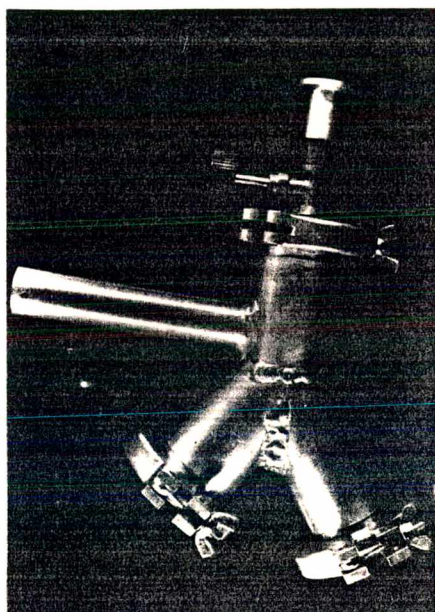
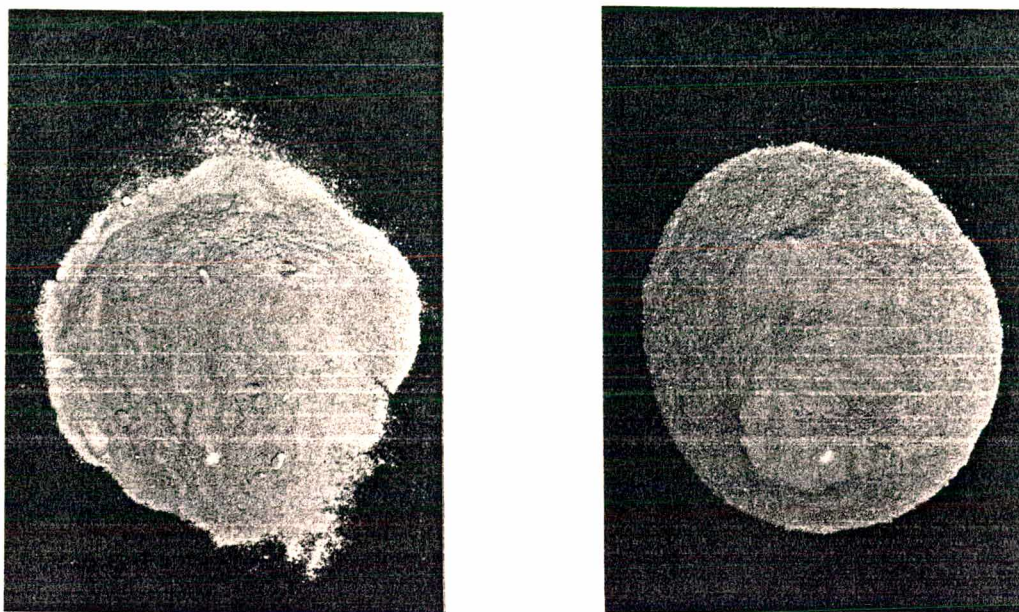


Figura 40 - Misturador em Y.

5.4 COMPACTAÇÃO

A etapa de compactação envolveu a confecção de três diferentes tipos de corpos de prova com a finalidade de determinar: (a) a compressibilidade dos pós; (b) realizar ensaios dilatométricos e; (c) avaliar as propriedades mecânicas dos sinterizados de alumínio.



(a) sem esferas

(b) com esferas

Figura 41 - Influência da adição de esferas na distribuição de lubrificante.

(a) Compressibilidade dos pós

A compressibilidade do pó da liga de alumínio foi determinada de acordo com a norma ISO 3927 - 1977 [85], alterando-se as dimensões básicas para 50,05 mm x 10,05 mm, em função das dimensões da matriz disponível.

A densidade verde foi determinada nas pressões de 110, 180, 250 e 400 MPa, resultando em uma curva pressão de compactação [MPa] vs. % da densidade teórica. A densidade teórica da liga é $2,774 \text{ g/cm}^3$ [41].

A compactação foi realizada em uma máquina de ensaios WPM com capacidade de 300 kN, de acionamento hidráulico.

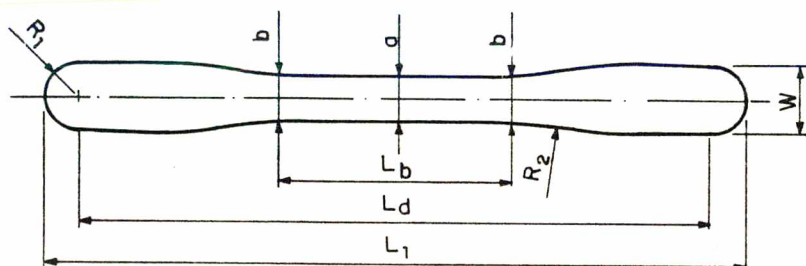
(b) Ensaio de dilatometria

Para estes ensaios foram compactados corpos de prova cilíndricos 10 mm x 10 mm, numa matriz bi-partida, de dupla ação, com pressão de 400 MPa.

Utilizou-se uma prensa manual Kolben, modelo PW10 com capacidade de 130 kN, produzindo-se corpos com e sem adição de lubrificante (lubrificação de parede, com cera orgânica dissolvida em acetona).

(c) Ensaios de tração

Na compactação dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração foi empregada uma matriz de duplo efeito, sendo as dimensões dos corpos de prova especificados pela norma ISO 2740 [85] (figura 42).



a	b	L_b	L_d	L_t	W	R_1	R_2
5,70	a+	32	81,0	89,7	8,7	4,35	25
$\pm 0,02$	0,25		$\pm 0,5$	$\pm 0,5$	$\pm 0,2$		

(mm)

Figura 42 - Dimensões nominais da matriz para ensaios de tração.

A compactação foi realizada na máquina de ensaios WPW, descrita anteriormente.

5.5 SINTERIZAÇÃO

5.5.1 PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO

Para a sinterização dos corpos de prova de alumínio foi construída uma câmara cilíndrica de 170 mm de diâmetro e 400 mm de comprimento, em aço inox 304, acoplável a um forno convencional Heraeus, tipo mufla (figura 43).

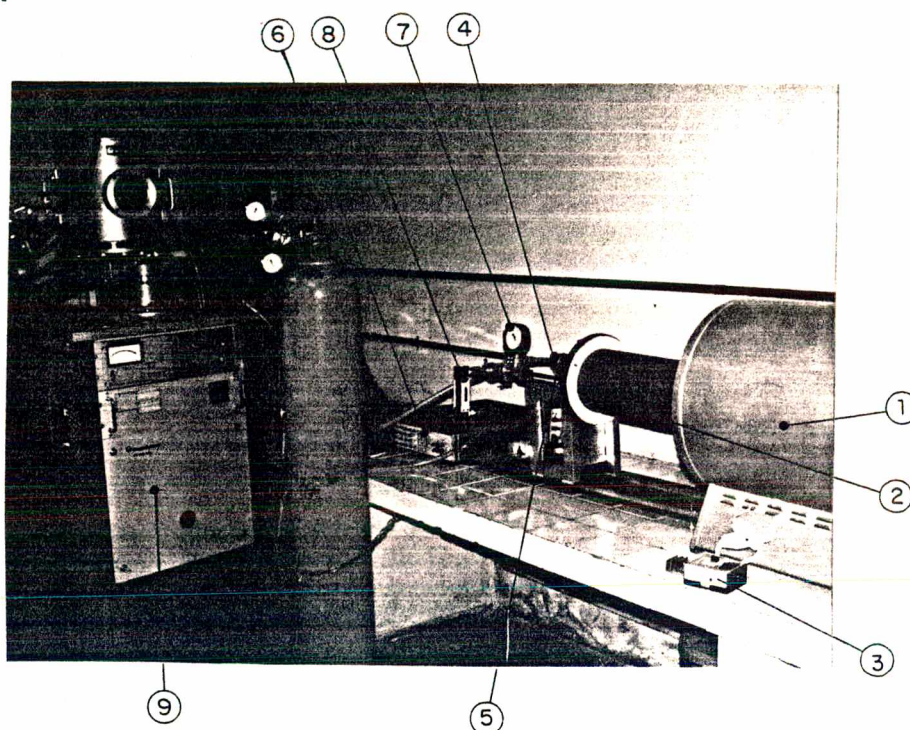
Foram realizados ensaios preliminares no sentido de se determinar o tamanho da zona útil do forno, resultando em doze, o número adequado de corpos de prova para cada lote.

Como atmosfera de sinterização selecionou-se o nitrogênio super-seco, em virtude de sua maior utilização comercial e melhores propriedades resultantes. O cálculo para a determinação da vazão necessária de gás, baseou-se em dados da literatura, adequando-o para o volume da câmara construída [41, 42]. Isto resultou em uma vazão de nitrogênio de 5.6l/min, controlada através de um fluxímetro inserido no circuito gás-câmara.

A medição da temperatura foi realizada utilizando-se um termopar Pt-Pt 13% Rh da Omega Engineering, Inc., acoplado a um multímetro digital HP 6 1/2 dígitos, resultando numa incerteza de medição de $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Para estabilizar a temperatura da câmara à 400°C e 595°C , utilizou-se um variador de tensão, o qual foi inserido no circuito resistivo do forno, resultando em uma flutuação real de temperatura inferior a $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Desta forma foi possível manter a variação da temperatura na faixa de $\pm 5^{\circ}\text{C}$, a qual é necessária para o controle do processo de sinterização de ligas de alumínio.

Já o ponto de trabalho de -45°C , requerido no interior

da câmara na temperatura de sinterização, somente pode ser obtido através de uma rigorosa limpeza, secagem e vedação do conjunto câmara-gás-acessórios. Quando fora de operação, manteve-se o conjunto preferencialmente vedado sob N_2 , para evitar a formação de pequenos depósitos de umidade no interior da câmara.



1. Forno tipo mufla Heraeus.
2. Câmara de sinterização.
3. Variador de tensão.
4. Saída dos gases.
5. Termopar Pt-Pt 13% Rh.
6. Multímetro digital 6 1/2 dígitos.
7. Vacuômetro.
8. Fluxímetro.
9. Bomba de vácuo.

Figura 43 - Câmara e demais acessórios utilizados na sinterização de ligas de alumínio.

Na figura 44 está mostrado o ciclo de sinterização utilizado. A taxa de aquecimento até a temperatura de retirada do lubrificante foi de aproximadamente $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$, permanecendo durante 20 minutos a 400°C , o que pode ser obtido através do emprego de um controlador de tensão. Em seguida, mesmo com máxima potência, a taxa de aquecimento decaiu para cerca de $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$, até atingir a temperatura de sinterização de 595°C , permanecendo então de 20 minutos, com a temperatura sendo controlada novamente pelo variador de tensão. Findo o tempo de sinterização, o forno foi desligado e a câmara retirada do seu interior, sendo o fluxo de nitrogênio mantido até 300°C . Atingida esta temperatura, o fluxo de nitrogênio foi interrompido e vedada a saída do gás, permanecendo assim até a temperatura ambiente.

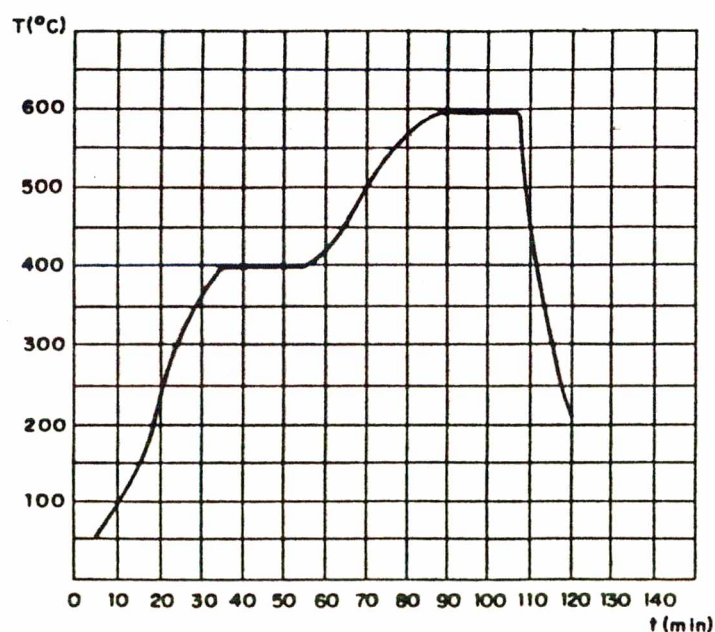


Figura 44 - Ciclo de sinterização.

5.5.2 ENSAIOS DE DILATOMETRIA

Os ensaios de dilatométrica foram realizados sob atmosfera de nitrogênio super seco, num dilatômetro diferencial para altas temperaturas marca Netzsch 402-E.

Com o objetivo de diminuir a força da haste sobre o corpo de prova, adaptou-se uma pequena placa de alumina, evitando assim a penetração do elemento fixador no corpo de prova (figura 45).

5.6 TRATAMENTO TÉRMICO

Os corpos de prova foram submetidos a dois tratamentos térmicos distintos: T4 e T6.

No tratamento térmico T4, os corpos são solubilizados a 504°C , ao ar, mantidos durante 30 minutos, e resfriados rapidamente em água, sendo que o envelhecimento ocorre a temperatura ambiente. A determinação das propriedades mecânicas foram realizados após, no mínimo, 4 dias. Já no tratamento T6, o procedimento é idêntico, com exceção do envelhecimento que é artificial, com o corpo permanecendo durante 18 horas à temperatura de 160°C , para daí ser submetido aos ensaios.

O tratamento térmico de solubilização foi realizado em um forno convencional tipo mufla, com circulação forçada, cuja temperatura era monitorada por um termopar auxiliar Cromel-Alumel, colocado junto aos corpos de prova, permitindo um controle de temperatura dentro da faixa de $\pm 3^{\circ}\text{C}$. Já para o tratamento térmico de envelhecimento artificial foi utilizada uma estufa marca Fanem, modelo 002 CB.

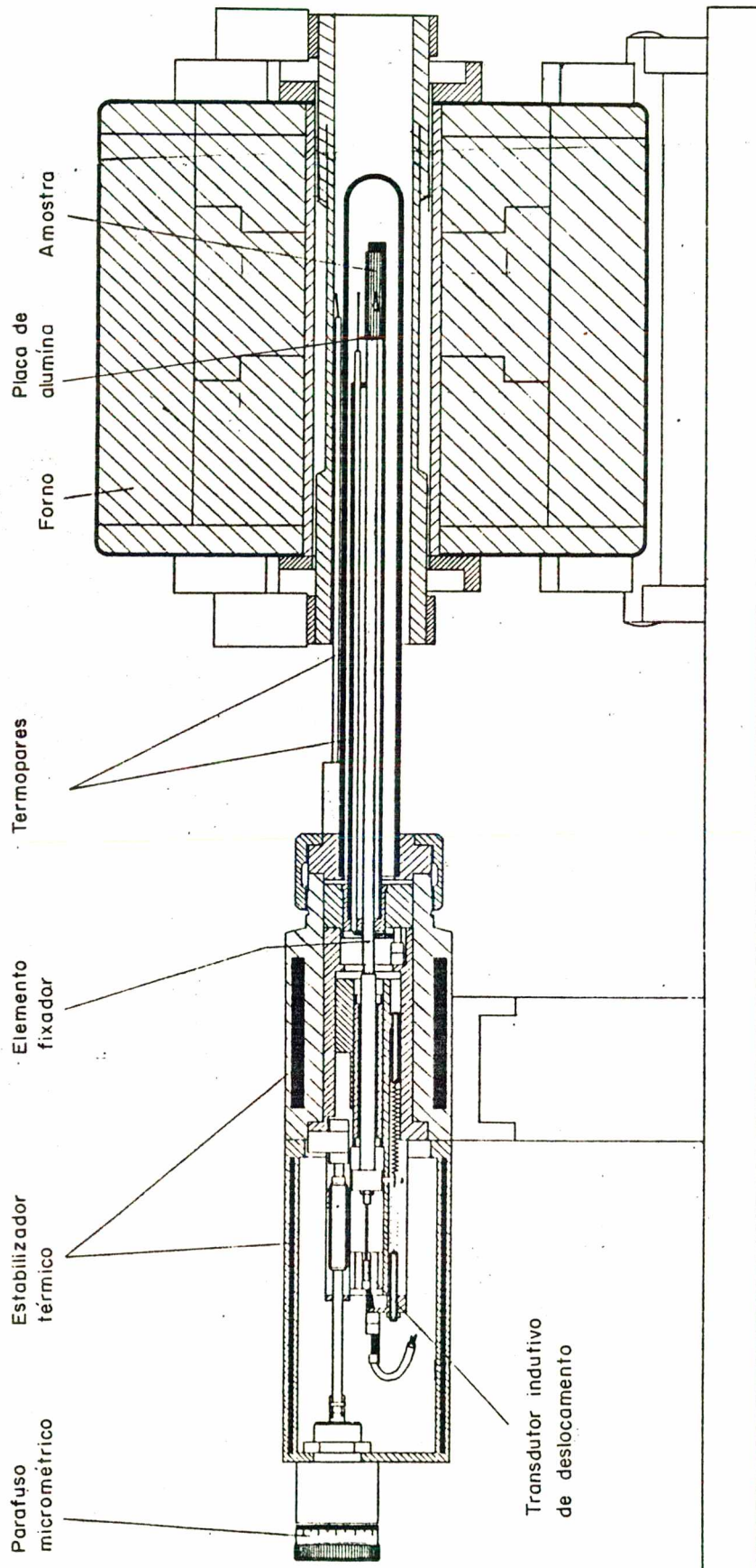


Figura 45 - DILATÔMETRO ELETRÔNICO PARA ALTAS TEMPERATURAS - NETZSCH 402 E

5.7 PROPRIEDADES MECÂNICAS

5.7.1 ENSAIOS DE TRAÇÃO

As propriedades de tração (tensão de escoamento a 0,2% de deformação plástica, tensão máxima e alongamento) foram medidos tendo como base a norma ISO 82 - 1974 [85], numa máquina universal de ensaios, marca Wolpert, modelo Testatron, de acionamento mecânico e capacidade de carga de 100 kN. Para registrar o alongamento, sempre que possível, utilizou-se um extensômetro indutivo da marca Wolpert/ZV 1069-01.

Observou-se com freqüência a ocorrência de escorregamento do corpo de prova nas garras de fixação, impedindo a determinação precisa do $\sigma_{0,2}$, bem como, do módulo de elasticidade.

5.7.2 ENSAIOS DE DUREZA

Os ensaios de dureza Brinell das amostras de alumínio foram realizados à temperatura ambiente, num durômetro HP0250 Heckert, com carga de 306 N, tempo de permanência da carga de 15 s, esfera de 2,5 mm, conforme norma ISO R 79-1968 [85].

5.8 PROPRIEDADES FÍSICAS

5.8.1 DENSIDADE

A densidade dos corpos de prova foi determinada pelo Princípio de Arquimedes, tendo como base a norma ISO 2738 - 1973 [85].

Utilizou-se uma balança analítica, marca Sartorius, com resolução de 0,1 mg. Os corpos foram impregnados com parafina a 80°C e o líquido utilizado como referência para as medidas foi água destilada.

A expressão para o cálculo da densidade, então é:

$$\rho = \frac{m_1 \times \rho_w}{m_2 - m_3}$$

onde:

m_1 - é a massa do corpo de prova no ar;

m_2 - é a massa do corpo de prova mais fio recoberto com parafina no ar;

m_3 - é a massa aparente do corpo de prova mais fio recoberto com parafina na água;

ρ_w - é a densidade da água, que pode ser assumida como 0,997 g/cm³.

5.8.2 VARIAÇÃO DIMENSIONAL

A determinação da variação dimensional foi feita de acordo com a norma ISO 4492 (comparável à ASTM B 610) [85], utilizando uma matriz de 10,05 mm de largura por 50,05 mm de comprimento, conforme mostrado na figura 46.

A variação dimensional foi obtida através da medição da dimensão A, média de 10 corpos para cada condição, com resolução de 0,001 mm. A medição foi realizada após a sinterização, usando as dimensões da matriz como referência.

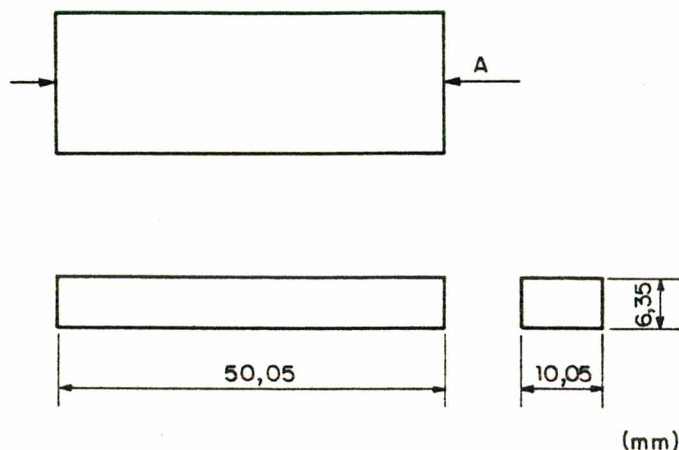


Figura 46 - Corpos de prova utilizados na determinação da variação dimensional.

5.9 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para a caracterização microestrutural da liga de alumínio utilizou-se um analisador de imagens para a construção de histogramas, microscópio ótico para análise qualitativa de poros e volume de segunda fase e, para estudos mais completos, inclusive de fratura, utilizou-se a microscopia eletrônica de transmissão e varredura.

5.9.1 - MICROSCOPIA ÓTICA

A superfície dos corpos de prova foi preparada conforme recomendações de Huppmann [86], utilizando-se o reagente de Keller para identificar os contornos de grãos, partículas e também as fases presentes.

Sendo o alumínio um material altamente deformável, quando do seu lixamento, pode ocorrer o fechamento dos poros,

sendo uma única sequência de polimento insuficiente para reabrí-los. A figura 47.a mostra um sinterizado nesta condição, enquanto que após maior tempo de permanência no disco de polimento com diamante 15 μm (cerva de 10 minutos), o sinterizado mostra sua verdadeira condição (figura 47.b).

Para a determinação da distribuição do tamanho de partículas, utilizou-se um analisador de imagens tipo Kontron Bildanalyse, o qual foi empregado também para construir um histograma de tamanho de pó inicial.

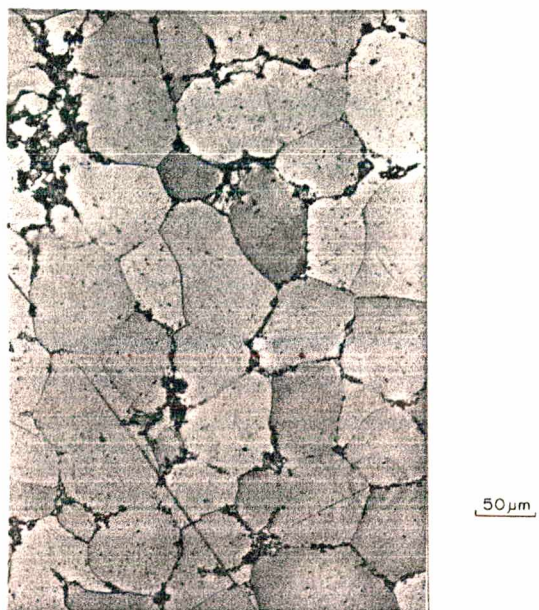
Já para a determinação da fração volumétrica de segunda fase utilizou-se o método da contagem de pontos, observando-se a norma ASTM E-562 [87].

Qualitativamente, avaliou-se no microscópio ótico a diferença de porosidade do núcleo e da periferia dos corpos de prova.

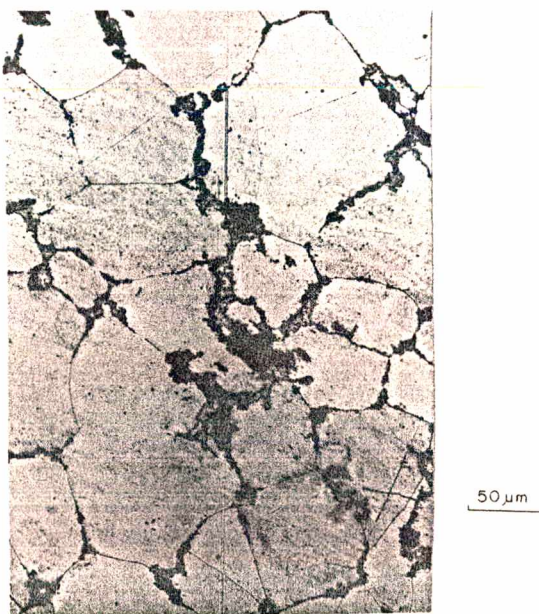
Alguns corpos de prova de tração tiveram uma das superfícies polidas e atacadas antes da realização do ensaio, com a finalidade de se obter informações adicionais a respeito do mecanismo de fratura.

5.9.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Para os estudos relacionados com a fratura do material rompido nos ensaios de tração, utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Jeol - 30, acoplado com uma microsonda de comprimento de onda dispersivo, utilizada para identificar fases presentes, bem como, eventuais contaminações dos pós empregados.



(a)



(b)

Figura 47 - Análise por Microscopia ótica: (a) Resultado mascarado pelo fechamento dos poros na preparação metalográfica; (b) Condição real do corpo de prova.

5.9.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

O estudo da microestrutura foi realizado em MET - Jeol 200 kV. Observou-se amostras previamente deformadas em tração, seccionadas logo abaixo da região fraturada e amostras não deformadas. A preparação das folhas finas consistiu sequencialmente das etapas: (a) seccionamento das lâminas com aproximadamente 200 μm de espessura; (b) obtenção de discos com 3 mm de diâmetro e; (c) eletropolimento em aparelho Tenupol-Struers, utilizando-se o eletrólito 70% metanol, 30% ácido nítrico, à -20°C e 50 V.

CAPÍTULO 6

RESULTADOS E DISCUSSÕES

O estudo da sinterização de componentes de alumínio foi dividido em duas partes distintas: a primeira, relacionada com os aspectos tecnológicos da fabricação através da Metalurgia do Pó convencional e; a segunda voltada para o estudo do material produzido, envolvendo as análises dos mecanismos de sinterização, caracterização microestrutural, estudo do comportamento mecânico e dos mecanismos relacionados à fratura da liga Al-4.4Cu%-0.8%Si-0.5%Mg.

A influência dos parâmetros do processo, junto a outros aspectos tecnológicos relevantes é analisada, visando o domínio da tecnologia de fabricação de componentes de alumínio via Metalurgia do Pó. As principais características dos pós são descritas em termos de escoabilidade, segregação e propriedades mecânicas resultantes, interpretando-se também a influência do uso de lubrificantes junto à mistura. Em relação aos parâmetros de sinterização, são abordados os procedimentos básicos necessários ao controle de temperatura e ponto de orvalho, parâmetros críticos para a obtenção de boas propriedades mecânicas e controle dimensional dos componentes sinterizados.

Os mecanismos de sinterização são posteriormente analisados através do estudo de curvas dilatométricas, diagramas de equilíbrio de fases e microscopia eletrônica de transmissão e varredura. A microestrutura é caracterizada em termos de

tamanho de grão, nível de porosidade e fração volumétrica da fase eutética dos corpos de prova. Os resultados dos ensaios de tração e dureza são apresentados, comparando-os com os valores encontrados na literatura. Finalmente, faz-se um estudo dos mecanismos de fratura em microscópio ótico e eletrônico.

6.1 TECNOLOGIA DE FABRICAÇÃO

6.1.1 CARACTERÍSTICAS DOS PÓS

A otimização do processo de fabricação de componentes de ligas de alumínio, via Metalurgia do Pó, está intimamente relacionada com a utilização de pós adequados para a mistura, no que diz respeito ao tamanho de partícula, seu espectro de distribuição e forma. Pós grossos têm boa escoabilidade, porém, facilmente tendem a segregar, resultando em misturas heterogêneas e, conseqüentemente, em corpos com níveis de resistência mecânica inferiores. Já pós muito finos, apresentam má escoabilidade e grande tendência à soldagem a frio nas cavidades da matriz. Mesmo seguindo as recomendações encontradas na literatura [18, 33, 35] referentes à distribuição adequada de tamanho de partícula, frequentemente observou-se pequena segregação dos pós, a qual pode ser evidenciada pela segregação do cobre. Utilizando-se o peneiramento do pó de alumínio em malha 60 mesh (250 μ m) e, ainda, realizando-se a mistura sob vácuo com adição de esferas de aço, eliminou-se a segregação, resultando em misturas de boa homogeneidade.

A forma nodular do pó empregado facilitou o entrelaçamento das partículas durante a compactação, resultando em peças

com maior resistência a verde, bem como, com maior número de contatos disponíveis para a sinterização posterior.

A adição dos elementos de liga, cobre, silício e magnésio tem a finalidade de melhorar as propriedades mecânicas dos sinterizados através de dois mecanismos básicos: (a) permitir a formação de fase líquida, a qual é responsável pela boa sinterização dos compactados e; (b) produzir endurecimento por precipitação após solubilização, aumentando a resistência dos componentes.

No sentido de avaliar a forma de adição destes elementos de liga, estudos anteriores [1,9,35] mostraram a preferência por misturas de pós elementares ao invés de pós pré-ligados, permitindo com isto utilizar menores pressões de compactação e resultando em melhores propriedades mecânicas do sinterizado, apesar da disponibilidade de pós pré-ligados, que tendo maior número de locais de liquefação, geram menores níveis de distorções.

Confrontando os resultados obtidos nos ensaios de tração (vide Tabela 22) com os da literatura, determinados por Esper e Leuze [98], verifica-se que o tamanho de partícula dos elementos de liga não tem influência significativa sobre as propriedades mecânicas, no caso do uso conjunto de Cu, Si e Mg, dentro da faixa 170 a 325 mesh, desde que homoganeamente distribuídos. No entanto, este parâmetro é de grande importância quando deseja-se controlar e alterar a variação dimensional dos sinterizados.

Sendo o alumínio um material altamente deformável, que possui uma fina camada óxida (25 a 30 Å, a temperatura ambiente [57]), facilmente rompida durante a compactação, existe a

tendência do mesmo soldar a frio na matriz, acarretando no desgaste das ferramentas e variações dimensionais excessivas dos compactados, além de impedir a extração dos compactados da cavidade da matriz. Devido a isto, a lubrificação da matriz torna-se necessária, podendo ser feita através da deposição de lubrificante (ceras orgânicas) dissolvido em um líquido altamente volátil, como acetona, diretamente sobre as paredes da matriz, em um processo denominado de lubrificação externa, de pouca aceitação comercial, uma vez que sua eficiência está limitada a peças de geometria simples e de pequenas dimensões.

Por outro lado, a adição de lubrificantes sólidos à mistura, resulta na diminuição da densidade verde real e também da resistência das peças, além de contribuir para a instabilidade dimensional do compactado, devido a um efeito volumétrico de transformação no estado sólido do lubrificante e devido a efeitos de enclausuramento de gases oriundos da vaporização do lubrificante, quando do aquecimento do compactado [34]. Além disso, na lubrificação interna, ocorre um retardamento do início de formação de fase líquida, devido à permanência de lubrificante nos contatos de partícula e também devido à ruptura desses contatos, que se processa durante a transformação do lubrificante, quando ainda se encontra no estado sólido.

A diferença de massa medida entre o corpo compactado e o sinterizado resultou sempre na faixa entre 1,30 a 1,40%, o que representa de 87 a 93% do teor de lubrificante adicionado. Estudos anteriores [34], com dados obtidos através de ensaios de termogravimetria, indicam que aproximadamente 10% do lubrificante originalmente adicionado, permanece após a

operação de "dewaxing", podendo então a diferença medida ser atribuída à presença de lubrificante retido no interior do corpo de prova. A figura 48 mostra curvas de dilatométrica da liga em estudo, indicando um atraso de aproximadamente 30°C no início de formação de fase líquida, nos corpos contendo lubrificante. Verifica-se também um maior inchamento e menor encolhimento dos corpos com lubrificação interna, resultando numa maior variação dimensional do compactado.

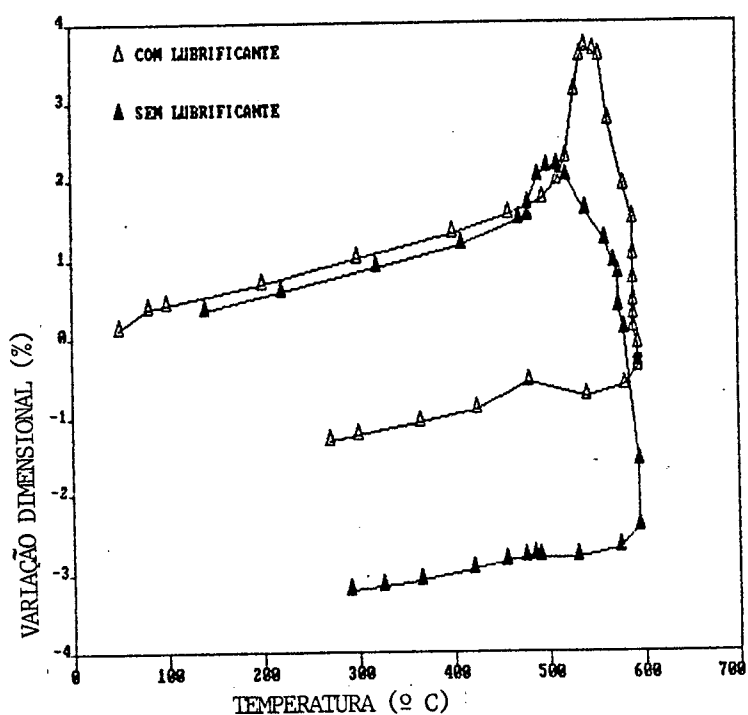


Figura 48 - Comportamento dimensional da liga de alumínio durante o processo de sinterização com lubrificação interna e externa.

Do ponto de vista prático, é interessante que haja um encolhimento do compactado, uma vez que a grande maioria das peças de alumínio passa pela etapa de calibração, e assim se permitiria o uso do mesmo ferramental empregado na compactação,

que normalmente é de metal duro, já que este material apresenta menor tendência a soldar a frio com o alumínio do que matrizes de aço [4, 9, 34, 35].

Apesar de todas as desvantagens que a adição de lubrificante causa em termos das propriedades resultantes, é a forma empregada pelos grandes fabricantes mundiais de componentes de alumínio sinterizado. Isso deve-se, basicamente, ao insucesso em que resultaram as tentativas de utilizar matrizes ou revestimentos que tivessem menor aderência com o pó de alumínio, como também as dificuldades do método de lubrificação de parede [4, 9, 34, 35, 45].

Investigações com vários lubrificantes indicam que a melhor condição é obtida com ácidos orgânicos graxos ou ceras com baixos teores de umidade e de cinzas residuais [4, 8, 34, 36] uma vez que estes interferem na ligação das partículas durante a sinterização e dão origem à formação de bolhas (devido ao hidrogênio), além da umidade provocar dificuldades para homogeneizar a mistura, resultando em aglomerados de lubrificante (vide figura 39). A adição de 1 a 2% destes compostos orgânicos permite a produção de peças de ligas de alumínio de alta densidade, sem aderência do pó nos punções ou soldagem a frio nas paredes da matriz. Em todos os experimentos realizados empregou-se o teor de 1,5% de lubrificante conforme descrito no capítulo anterior, sendo que a força de extração situava-se entre 7 e 12 kN, para peças compactadas entre 180 e 400 MPa, respectivamente, destinadas aos ensaios de tração.

A saída deste lubrificante, mesmo quando o lote de compactados é pequeno (cerca de 100 g), pode apresentar dificuldades, devido à ocorrência de condensação de lubrificante no

tubo de saída do gás e, eventualmente, provocar o total estrangulamento do mesmo. Para isto, acoplou-se ao tubo de saída uma zona de condensação adequada, com a criação de uma região fria que permitia manipulação para a retirada dos resíduos sólidos, após um certo número de experimentos.

6.1.2 COMPACTAÇÃO

Uma das principais características dos pós de ligas de alumínio é a sua excelente compressibilidade em relação aos demais pós metálicos. A composição utilizada atinge 90% da densidade teórica com apenas 180 MPa, enquanto são necessários aproximadamente 700 MPa para atingir este mesmo percentual na maioria dos outros pós metálicos. Isto representa uma vantagem na produção de componentes de alumínio, permitindo a fabricação de peças com grande área de compactação nos equipamentos já existentes, bem como, a utilização de matrizes de múltipla impressão.

A razão de compressão da liga estudada, como também para a grande maioria dos pós de alumínio [35], está entre 1,5 até 1,9:1, dependendo da pressão de compactação e do método de enchimento da matriz, permitindo fácil ajuste nas prensas utilizadas para compactação de outros pós metálicos, cuja razão de compactação está compreendida normalmente entre 2,0 até 3,0:1, como por exemplo, pó de ferro, cuja razão é em torno de 2,5:1 [84].

A figura 49 apresenta a curva de compressibilidade da liga utilizada, com a densidade verde sendo medida nas pressões de 110, 180, 250 e 400 MPa.

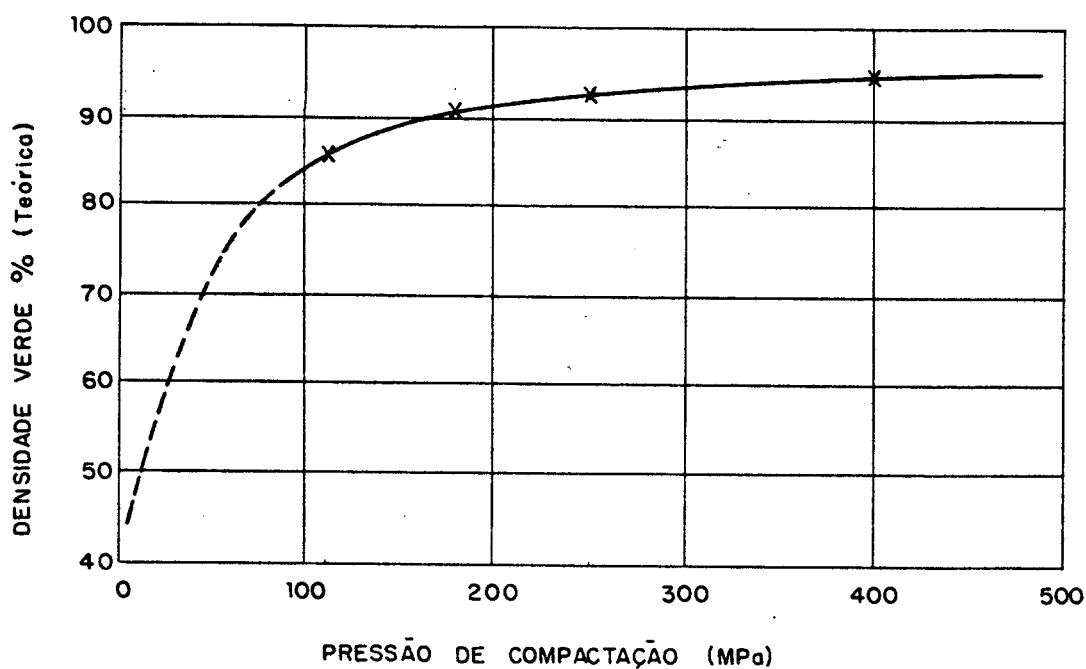


Figura 49 - Curva de compressibilidade da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.

Peças compactadas com menor densidade verde apresentam maior variação dimensional (encolhimento), enquanto que as compactadas com maior pressão praticamente não encolhem. Porém, em todas as pressões utilizadas, ocorreu um aumento de densidade da ordem de 2% após a sinterização (vide Tabela 18), ou seja, aproximadamente o teor de lubrificante adicionado.

6.1.3 SINTERIZAÇÃO

A etapa de sinterização é o mais importante estágio na produção de componentes de ligas de alumínio, via Metalurgia do Pó. Nesta etapa evidenciam-se os problemas críticos relacionados à camada óxida em torno das partículas de alumínio e ao lubrificante, que permanecendo no interior do compactado

molhabilidade, prejudicando a consolidação dos contatos e, conseqüentemente, a sinterização.

Os principais parâmetros que influenciam nas propriedades dos componentes sinterizados são: (a) temperatura; (b) ponto de orvalho no interior da câmara, na temperatura de sinterização; (c) composição química (d) tempo e; (e) densidade verde.

Os três últimos parâmetros permitem ser controlados de maneira razoavelmente fácil, enquanto que a temperatura e o ponto de orvalho apresentam certa dificuldade para serem monitorados, visto que o processo exige rígido controle de temperatura ($\pm 5^{\circ}\text{C}$), devido à presença de elementos formadores de fase líquida. Assim, fez-se necessário o levantamento do perfil de temperatura no interior da câmara, o qual foi realizado através de ensaios preliminares, utilizando um termopar Pt-Pt13%Rh, exposto diretamente à atmosfera e que se movimentava tanto axial como radialmente. Dessa maneira, determinou-se uma zona útil no interior da câmara, na qual o erro total máximo cometido na medição era inferior a $\pm 5^{\circ}\text{C}$ (2°C do sistema de medição e $\approx 2^{\circ}\text{C}$ devido a oscilação inerente do conjunto). Após os ensaios preliminares, foi feito o enclausuramento do termopar, permanecendo o mesmo numa posição fixa e central porém, sem contato com a atmosfera do interior da câmara, evitando contaminações, que poderiam resultar em erros ao longo do tempo.

Por outro lado, para a determinação do ponto de orvalho, utilizou-se um medidor de umidade tipo Orsat, o que resultou na leitura de um ponto de orvalho de aproximadamente -50°C , mensurável até que a temperatura na câmara atingisse próximo

mensurável até que a temperatura na câmara atingisse próximo aos 250°C, quando então depósitos de lubrificante retidos no seu interior, iniciavam sua volatilização, mascarando os resultados obtidos. Assim, a determinação do ponto de orvalho na temperatura de sinterização foi feita de forma indireta, correlacionando-se valores de variação dimensional em função da densidade verde, utilizando-se os valores da literatura [4, 8, 42] como referência (vide Tabela 15 e Apêndice 2).

TABELA 15 - Variação dimensional dos componentes de alumínio em função da densidade verde.

Liga	DT (%)	Densidade verde (g/cm ³)		Variação dimensional (%)	
		Alcoa [4]	Valor medido	Alcoa [4]	Valor medido ¹
Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg	90	2.50	2.51	-0.7	-0.75±0.25
	95	2.64	2.63	-0.3	-0.30±0.10
T _s = 595°C					

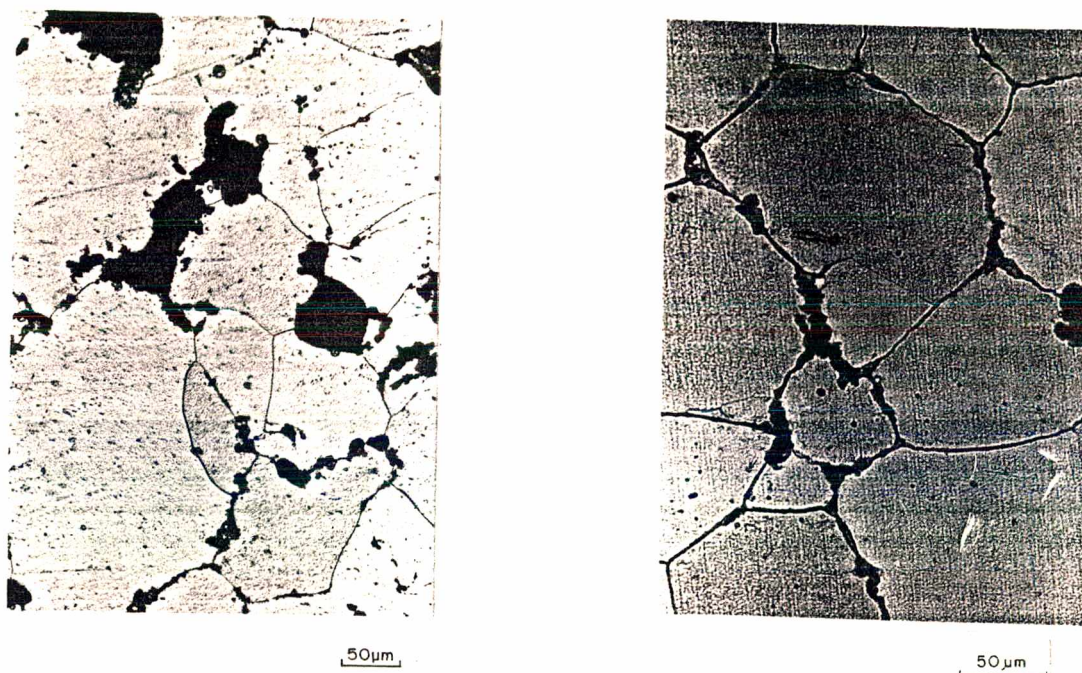
¹ Média de 10 corpos

Os valores de variação dimensional utilizados para comparação [4], foram obtidos com condições de ponto de orvalho na temperatura de sinterização sempre inferiores a -40°C, atendendo os requisitos descritos na literatura [8, 35, 64, 91].

A figura 50 mostra nitidamente a influência do ponto de orvalho na sinterização de componentes de alumínio, observando-se grande diferença de porosidade, em função da baixa molhabilidade do líquido eutético nas partículas de alumínio oxidadas.

Os valores de resistência a ruptura e alongamento

alcançados indicavam no mesmo sentido, obtendo-se níveis de propriedades mecânicas bastante similares às descritas na literatura [4,6,8], que somente são atingidas quando o ponto de orvalho é inferior a -40°C na temperatura de sinterização. Os resultados obtidos nos ensaios mecânicos são apresentados e discutidos no item 6.2.3, que refere-se ao comportamento mecânico da liga.



a - Ponto de orvalho elevado b - Ponto de orvalho adequado

Figura 50 - Microestruturas resultantes em função do ponto de orvalho.

Já o controle do tempo de sinterização é feito, basicamente, em função das características dimensionais desejadas, sendo que um tempo mínimo de aproximadamente 10 minutos é necessário para a formação e boa distribuição da fase líquida entre as partículas de alumínio. A rápida reversão de inchamento para encolhimento que pode ser observada nos

dilatogramas (6.1.1), é uma característica inerente dos sistemas à base de alumínio, sendo responsável pelo tempo relativamente curto de sinterização, recomendado para todas as misturas comerciais de ligas de alumínio [34, 35, 37, 38].

Com relação ao ciclo de sinterização, estudos [9, 41] mostram que a utilização de taxas de aquecimento mais elevadas, a partir do "dewaxing" até a temperatura de sinterização, atuam no sentido de minimizar as distorções, otimizando as propriedades dos componentes sinterizados. A figura 51 mostra um ciclo otimizado para fornos intermitentes, onde a retirada do lubrificante é feita concomitantemente ao aumento da temperatura. Esta operação exige apenas um controle na taxa de aquecimento, após os 300°C, uma vez que todo o lubrificante deve ter sido retirado até a temperatura de 420°C, sob pena de ocorrer craqueamento ou reações do lubrificante com o líquido em formação, resultando na diminuição da molhabilidade do mesmo [9, 34, 36].

Já o forno utilizado nos experimentos foi de potência constante, não permitindo, portanto, alterações significativas na taxa de aquecimento. A introdução de um variador de tensão no circuito resistivo do forno possibilitou apenas o controle de variação da temperatura, reduzindo de $\pm 15^\circ\text{C}$ para $\pm 2^\circ\text{C}$, a flutuação numa determinada temperatura.

Assim, foi possível caracterizar a câmara construída como adequada para a sinterização de componentes de alumínio, satisfazendo os requisitos de controle de temperatura e ponto de orvalho permitindo, doravante, o estudo de novas ligas e o desenvolvimento de novas propriedades em sistemas de liga que exijam este rígido controle dos parâmetros de sinterização.

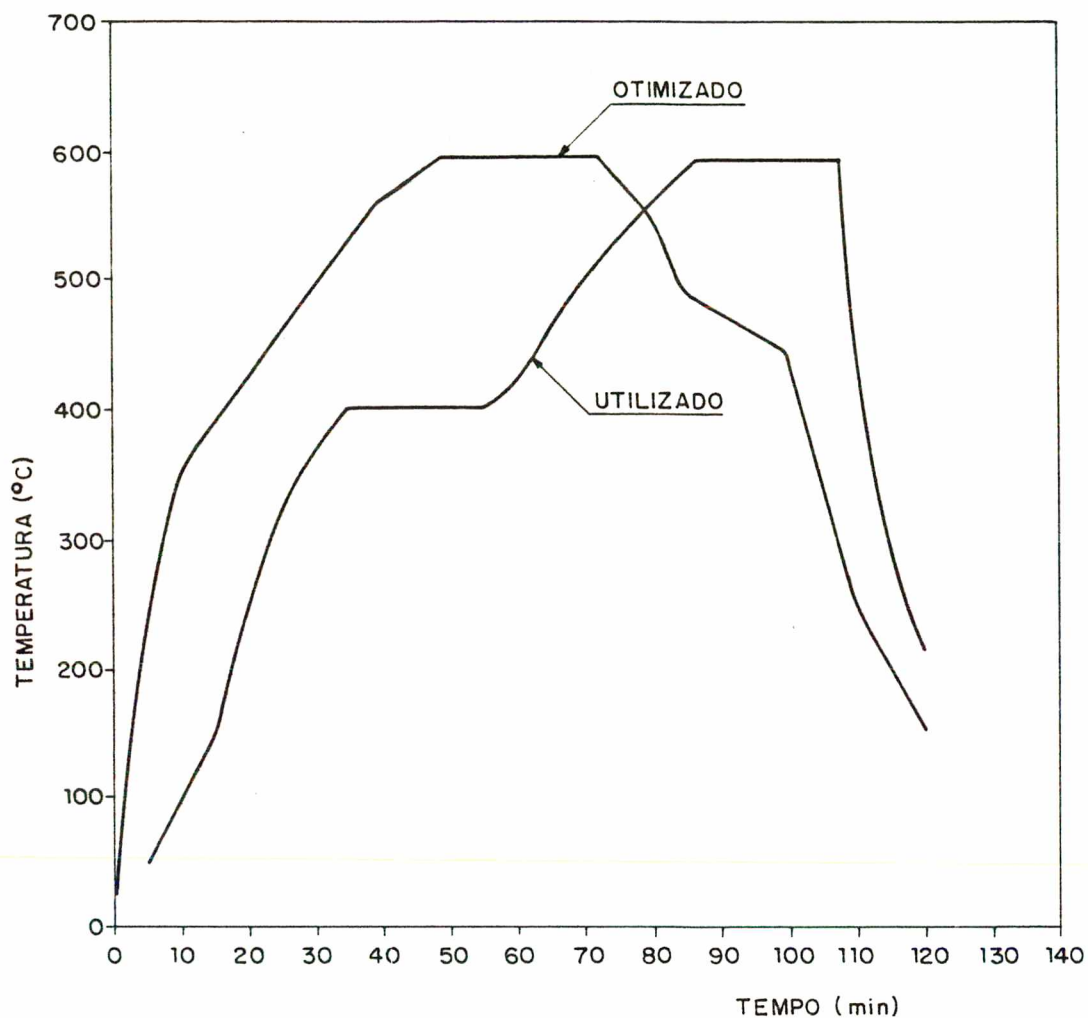


Figura 51 - Ciclos de sinterização; (a) utilizado; (b) otimizado [22].

Atualmente, desenvolvem-se estudos relacionados a uma liga de alumínio com maior resistência a temperaturas moderadas (cerca de 200°C), de composição similar às forjadas 2024, avaliando-se a forma de introdução e teor ótimos do elemento magnésio. Procura-se assim, delinear mais um campo de aplicações para componentes de alumínio sinterizado, associado a estruturas submetidas diretamente ao calor e a elementos dinâmicos, que geram elevação de temperatura devido ao atrito.

6.2 ESTUDO DO MATERIAL

6.2.1 MICROESTRUTURA

O estudo da microestrutura da liga produzida envolveu as seguintes etapas: correlação entre o tamanho de partícula inicial dos pós com o do corpo sinterizado; extensão da difusão das partículas de cobre, silício e magnésio no interior das partículas de alumínio; identificação de fases nos contornos de partícula; porosidade, que é analisada de maneira quantitativa e qualitativa e; observação dos precipitados após os tratamentos térmicos T4 e T6.

Tamanho de partícula

A sinterização de ligas de alumínio ocorre a partir da ruptura da camada óxida, em parte na etapa de compactação e posteriormente causada pelo inchamento que acompanha a formação de fase líquida. Esta fase líquida envolve praticamente todas as partículas de alumínio e, além de homogeneizar quimicamente o material, distribui os fragmentos óxidos permitindo a formação de pontes de ligação entre as partículas e, conseqüentemente, a sinterização.

Comparando-se os histogramas do tamanho de partícula, antes e após a sinterização, figuras 52 e 53, respectivamente, verificou-se que: no corpo sinterizado, somente 35% das partículas tinha tamanho menor ou igual a 50 μm , enquanto que na mistura de pós esta percentagem era de 75%. Na faixa de distribuição de tamanho de partículas entre 50 e 120 μm , o corpo sinterizado apresentou o percentual de 55%, enquanto que na

mistura este percentual era 25%. Esta constatação evidencia que durante a sinterização ocorreu crescimento de grão através de um possível mecanismo de coalescimento. Recentes observações microestruturais [64] têm indicado este fenômeno durante a sinterização com fase líquida. O mecanismo de coalescimento proposto é por formação de contatos entre partículas (diminuindo a energia de contorno) e crescimento de "necks", com o coalescimento sendo completado pela migração de contornos a partir dos "necks". Assim, a microestrutura resultante é constituída de várias partículas ligadas umas às outras por uma fase eutética, com uma distribuição homogênea de óxidos (figura 54).

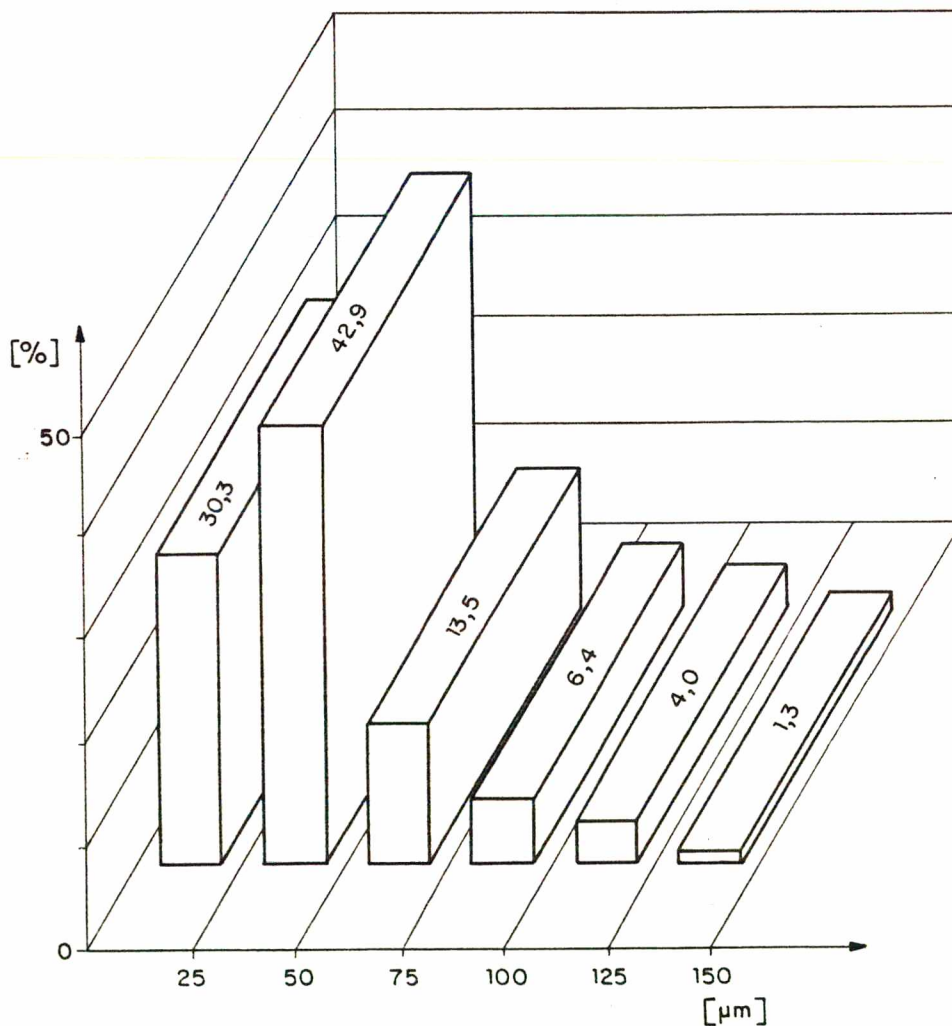


Figura 52 - Distribuição do tamanho de partícula inicial.

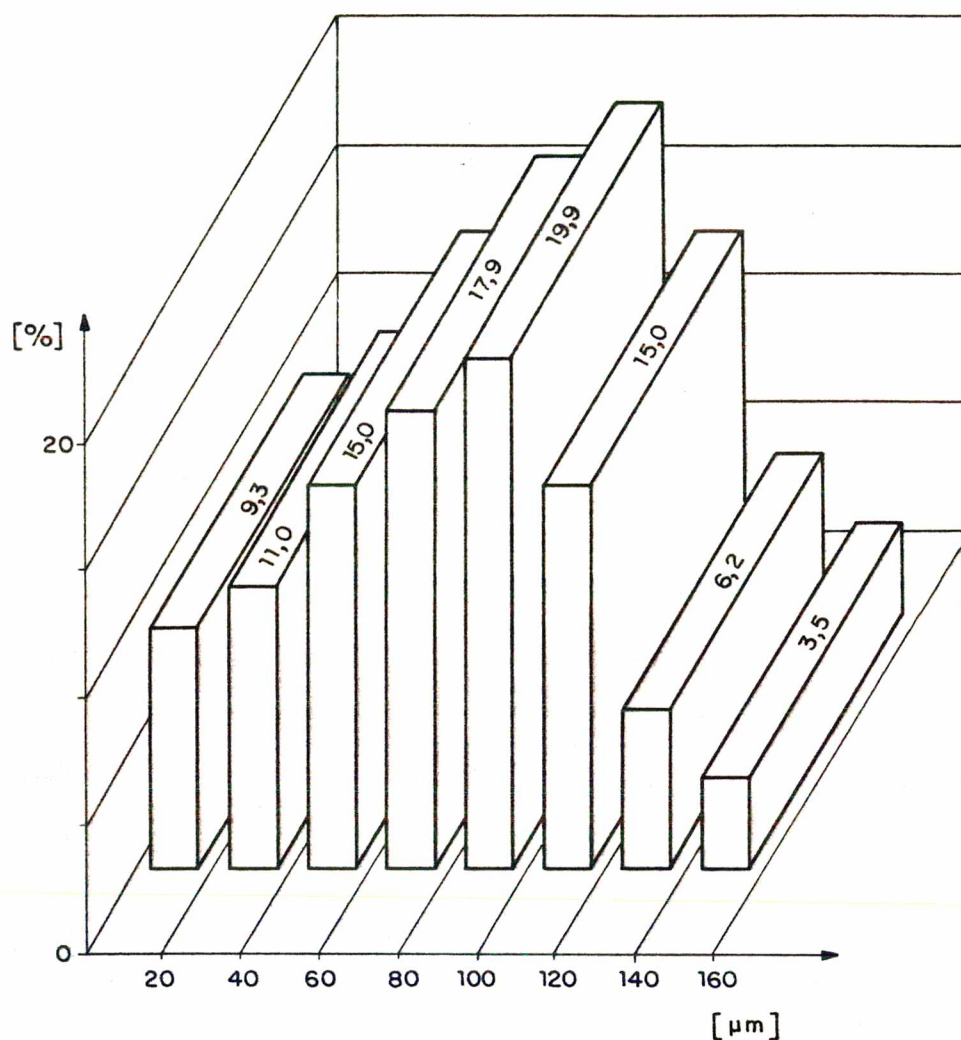


Figura 53 - Distribuição de tamanho e grão e partícula no corpo sinterizado (vide Apêndice IV).

O tamanho médio de partícula, determinado pelo método Fisher, resultou em $33 \pm 5\% \mu\text{m}$, enquanto o tamanho de grão do corpo sinterizado, determinado por metalografia quantitativa, apresentou valores próximos a $80 \pm 10 \mu\text{m}$.

Fração volumétrica de segunda fase

Durante o resfriamento, o líquido eutético solidifica-se e permanece em vários contornos, segundo aproximadamente a

quantidade e composição química previstas nos diagramas de equilíbrio. A microestrutura da figura 54 mostra a fase eutética nos contornos das partículas.

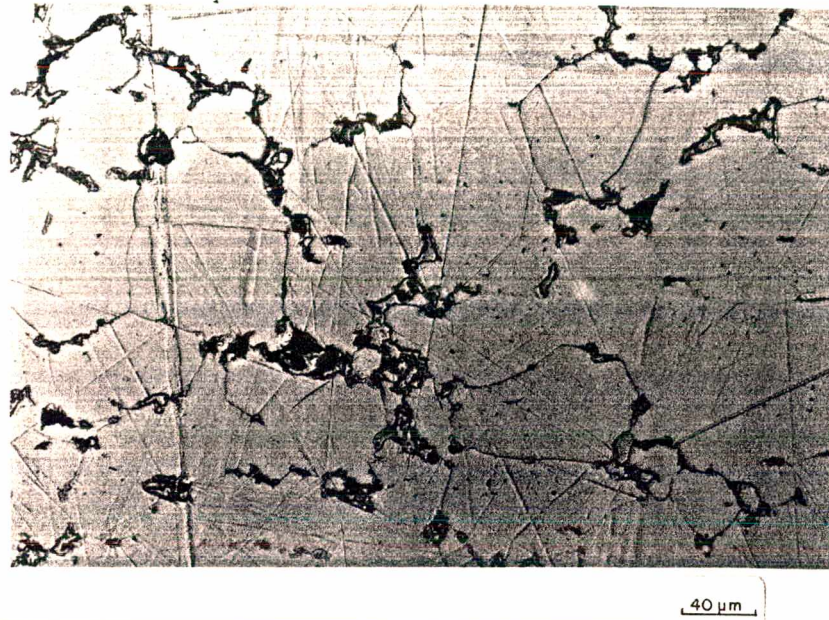
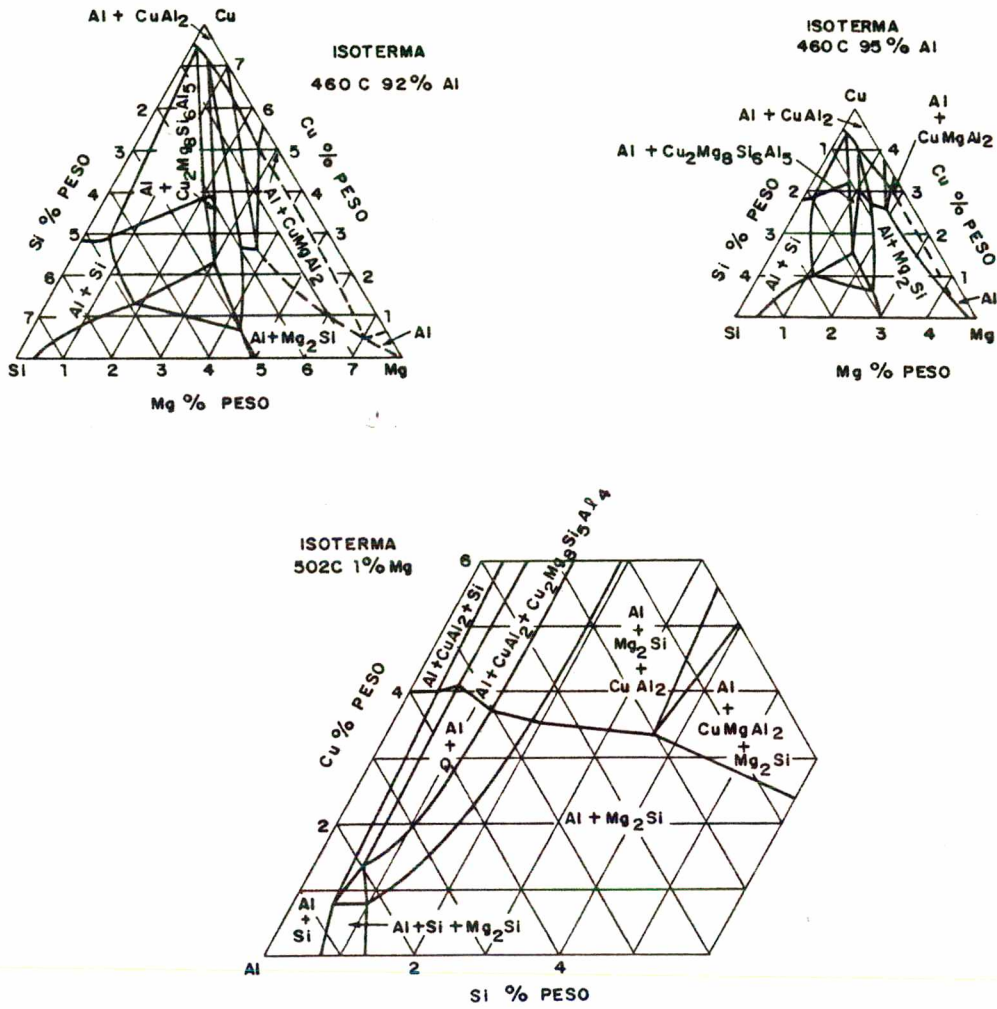


Figura 54 - Microestrutura da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5% Mg após sinterização em N_2 -400 MPa.

A análise com microsonda eletrônica em vários pontos desta fase indicou a existência de composições químicas bastante variadas, como pode ser visto na tabela 16. Isto provavelmente deve-se às diversas fases que podem ser formadas, como mostrado pelos diagramas de equilíbrio Al-Cu-Mg-Si, indicando os eutéticos que podem estar presentes com as respectivas composições químicas e temperaturas de formação, conforme mostra a figura 55 (vide Apêndice III). As diferenças podem ser atribuídas às condições de resfriamento distintas, bem como, aos desvios provocados pela própria microsonda.



Eutético	Composição do líquido			Temperatura °C
	%Cu	%Mg	%Si	
Al-CuAl ₂	33			548
Al-CuAl ₂ -Si	26.7		5.2	525
Al-CuMgAl ₂ (quasibinário)	24.5	10.1		518
Al-CuMgAl ₂ -Mg ₂ Si	23.0	10.5	0.3	516
Al-CuAl ₂ -Mg ₂ Si	31.5	3.9	2.3	515
Al-CuAl ₂ -CuMgAl ₂	33	6.0		507
Al-CuAl ₂ -Cu ₂ Mg ₈ Si ₆ Al ₅ -Si	28.0	2.2	6.0	507
Al-CuAl ₂ -CuMgAl ₂ -Mg ₂ Si	32.0	7.0	0.3	500

Figura 55 - Diagrama de equilíbrio do sistema Al-Cu-Si-Mg [90].

TABELA 16 - Composição química da fase eutética, determinada a partir de microsonda eletrônica.

TIPO	Mg % peso	Al % peso	Si % peso	Cu % peso	Frequência (%)
I	3.76	58.40	1.23	36.61	6.3
II	1.64	48.40	1.21	48.67	31.0
III	2.05	52.53	1.13	44.29	48.8
IV	6.93	53.47	4.96	34.63	6.3
V	1.51	55.29	2.31	40.89	6.3
VI	4.03	45.50	3.91	46.56	6.3

A medição da fração volumétrica de segunda fase presente nos corpos sinterizados, após tratamento térmico de solubilização e envelhecimento, resultou em teores de aproximadamente 5%, com alguma diferença em função da densidade verde. A tabela 17 apresenta as frações volumétricas de segunda fase, obtidas em corpos sinterizados com diferentes densidades verdes, determinadas por metalografia quantitativa, indicando que a fração de segunda fase aumenta com níveis crescentes de porosidade inicial.

TABELA 17 - Fração volumétrica presente em função da pressão de compactação.

Pressão de compactação [MPa]	Fração volumétrica (%)
180 MPa - 90,0%	6,3
250 MPa - 92,5%	4,7
400 MPa - 95,0%	3,9

Porosidade

Em aplicações estruturais, a otimização das propriedades mecânicas de componentes produzidos via Metalurgia do Pó requer o conhecimento de um parâmetro adicional: a porosidade. Sua forma, tamanho e distribuição volumétrica são de fundamental importância, visto que os poros influenciam, em grande medida, a resposta do material às solicitações externas.

A tabela 18 apresenta os resultados de densidade obtidos para os corpos sinterizados em diferentes pressões de compactação e, conseqüentemente, diferentes densidades verdes.

TABELA 18 - Densidade de corpos sinterizados em função da pressão de compactação.

Pressão de compactação [MPa]	Densidade verde		Densidade sinterizado	
	[g/cm ³]	[%DT]	[g/cm ³]	[%DT]
180	2,51	90,0	2,59	93,3
250	2,56	92,5	2,64	95,4
400	2,63	95,0	2,69	97,1

Sabe-se que a porosidade é reduzida através do deslocamento de material via fase líquida, preenchendo os poros primários (oriundos da compactação) e os provocados pela saída de lubrificante (1,5%). Do mesmo modo, poros secundários são criados quando ocorre a entrada de elementos de liga em solução para a formação de fase líquida. A figura 56 apresenta a microestrutura resultante da sinterização de corpos compactados a 90% e 95% DT, mostrando a forma e distribuição dos poros enquanto a tabela 19 apresenta os valores de porosidade pelo

pelo princípio de Arquimedes e por metalografia quantitativa, em função da pressão de compactação.

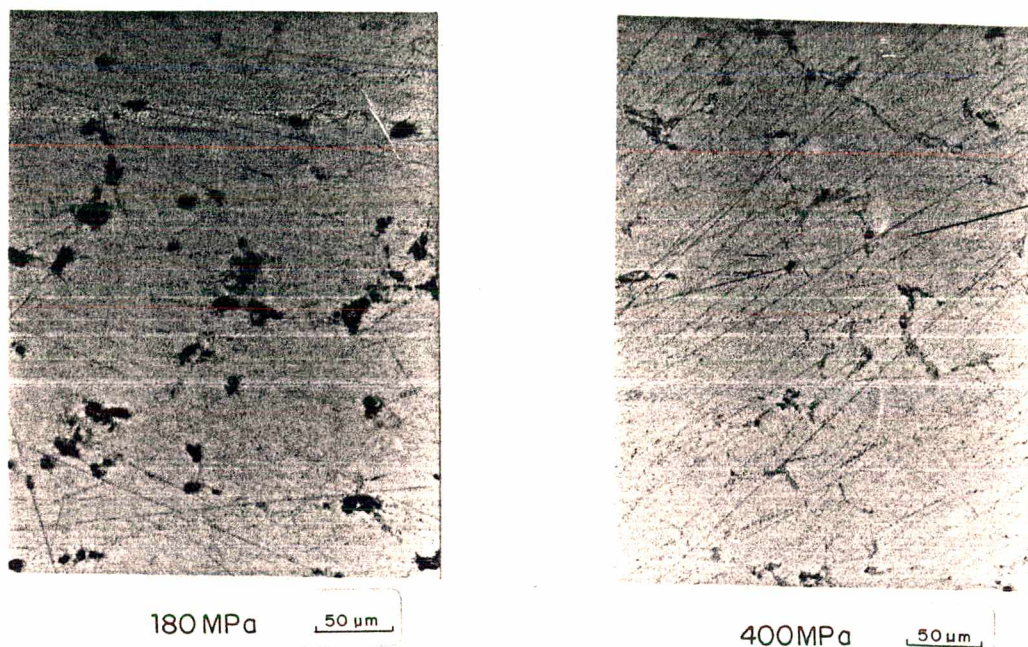


Figura 56 - Porosidade resultante em componentes da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.

TABELA 19 - Comparação dos valores de porosidade em função da densidade verde.

Pressão de Compactação [MPa]	Porosidade (%)	
	Arquimedes óptico	
180 (90,5% DT)	6,7	5,7
250 (92,5% DT)	4,6	4,5
400 (95,0% DT)	2,9	3,9

A figura 57 evidencia a diferença de porosidade entre o núcleo e a periferia dos corpos sinterizados, o que pode ser atribuído aos canais formados quando da saída do lubrificante e a uma maior oxidação da superfície exposta à atmosfera de sinterização, diminuindo a molhabilidade das partículas pelo líquido eutético.



Figura 57 - Diferença de porosidade entre núcleo e periferia dos corpos sinterizados.

O tamanho médio dos poros foi de $20 \pm 10 \mu\text{m}$, com a ocorrência de poros grandes de até $100 \mu\text{m}$, e também, pequenos poros inferiores a $5 \mu\text{m}$. A forma dos poros, alongados ou arredondados, tem relação direta com sua origem [92], sendo que os poros arredondados, possivelmente, originam-se da fusão dos elementos de liga adicionados, enquanto que os poros mais alongados, com pequenas ramificações devem, possivelmente, estar associados a eliminação do lubrificante e porosidade inicial (figura 58).

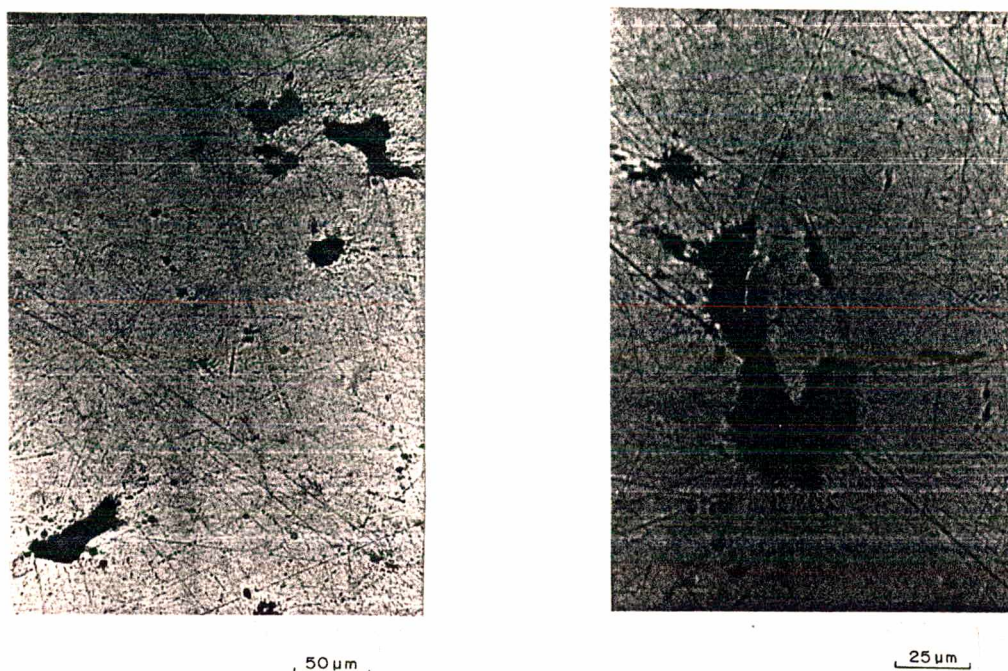


Figura 58 - Forma dos poros - 90% densidade verde.

Precipitados endurecedores

O tratamento térmico de envelhecimento, após solubilização, tem a finalidade de aumentar a resistência mecânica do material através do mecanismo de endurecimento por precipitação.

Os mecanismos de nucleação de partículas, ocorrendo durante o tratamento térmico de envelhecimento, a partir da solução sólida supersaturada, são de importância considerável, pois determinam o grau de dispersão dos precipitados e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas da liga tratada termicamente. De modo geral, no sistema Al-4.4%Cu-0.8%Si-0,5%Mg o envelhecimento natural (condição T4) é acompanhado pela geração de zonas de Guinier-Prestow (GP), que nucleiam homogeneamente na matriz, na forma de placas finas, sendo que com o aumento do tempo de envelhecimento essas zonas crescem de

tamanho, transformando-se em precipitados θ'' , os quais são coerentes com a matriz e aumentam a resistência da liga. A curva de dureza vs. tempo de envelhecimento, mostrada na figura 59, indica que a liga atinge, quase que totalmente, seu máximo potencial de endurecimento nas primeiras 20 horas. Esses precipitados são extremamente finos (da ordem de poucos nanômetros) e, portanto, não puderam ser definidos nas observações realizadas em MET.

O rápido aumento da resistência com o tempo é consequência da alta taxa de formação de zonas GP, que pode ser explicada pelo mecanismo de difusão controlado por lacunas [94]. Este mecanismo é possível pela retenção de alta concentração de lacunas fora do equilíbrio à temperatura ambiente.

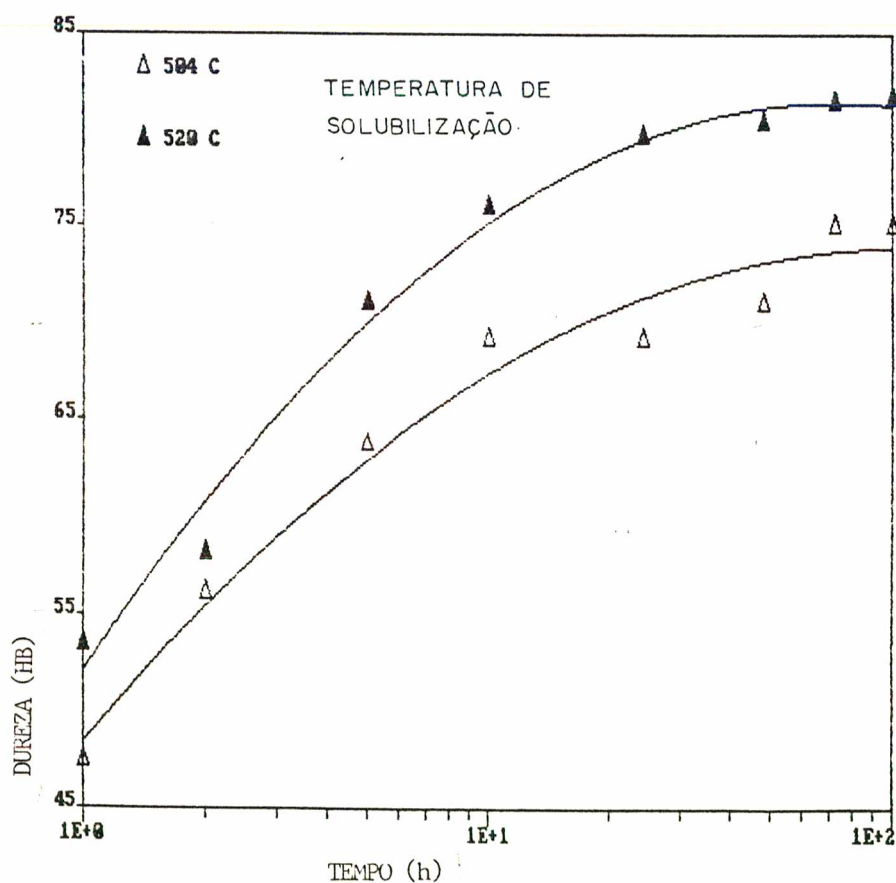


Figura 59 - Evolução da dureza no envelhecimento natural - T4.

Estudos realizados em MET mostraram evidências que suportam esta afirmação (figura 60). Observou-se na microestrutura da liga solubilizada e envelhecida, alta concentração de discordâncias, possivelmente formadas por condensação de lacunas, sendo essas discordâncias responsáveis pela alta taxa de formação de zonas GP.

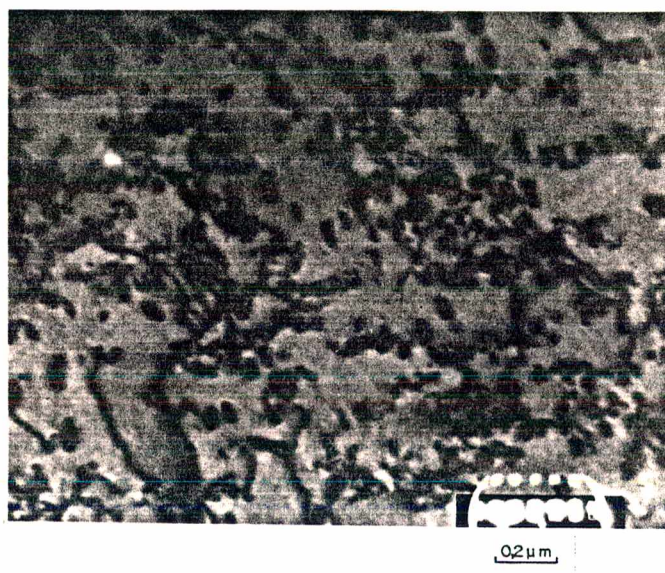


Figura 60 - Micrografia da liga sinterizada, obtida em MET, mostrando anéis de discordâncias devido à condensação de lacunas. Condição T4 - 400 MPa.

Em adição a este mecanismo fundamental, os elementos em solução sólida influenciaram também a cinética de formação das zonas GP. Particularmente, o magnésio [94] desempenha fundamental, devido a seu grande diâmetro atômico, retendo uma maior quantidade de lacunas em condições de não equilíbrio à temperatura ambiente, após resfriamento brusco a partir da temperatura de solubilização.

O envelhecimento realizado acima da temperatura ambiente (condição T6), transforma as zonas GP em precipitados

de transição θ' , os quais são semi-coerentes com a matriz. No entanto, a presença de contornos de grande ângulo altera a energia livre do sistema, de tal maneira que uma significativa precipitação heterogênea pode ocorrer nos contornos de grão, ainda durante o resfriamento brusco, após solubilização, ou durante o envelhecimento em temperatura acima da linha "solvus" GP. Acima desta temperatura, que nos sistemas à base de alumínio, situa-se entre 95 e 205°C [93], os precipitados de equilíbrio θ nucleiam e coalescem diretamente dentro dos contornos de grão. Evidentemente, esta nucleação não contribui para o endurecimento mas, pelo contrário, diminui a resistência máxima possível, pois reduz a quantidade de solutos disponíveis para a precipitação homogênea.

Observações em MET mostraram que na condição T6, o material apresenta uma abundante precipitação na matriz, na forma de pequenos "discos", medindo aproximadamente 20 nm de espessura e 50 nm de diâmetro (figura 61.a). Esses são, presumivelmente, os precipitados intermediários θ' , semi-coerentes com a matriz [94, 95]. Nos contornos de grão, observa-se uma intensa precipitação heterogênea de partículas relativamente grandes, com morfologia irregular, medindo aproximadamente 400 nm de comprimento e 60 nm de espessura, os quais são identificados como precipitados de equilíbrio θ [93] (figura 61.b).

A razão para o maior tamanho dos precipitados nos contornos de grão, está relacionada com o aumento da taxa de nucleação nessas regiões, desde que, quando o precipitado nucleia em contornos de grão, parte da área do contorno é eliminada e, conseqüentemente, esta energia é disponível para reduzir o termo de energia de superfície, necessária à

nucleação [94, 95]. Além disso, a taxa de difusão de átomos é significativamente maior nos contornos de grão que na matriz.



0,2µm



0,2µm

Figura 61 - Micrografias da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg, na condição T6 - 400 MPa, obtidas em MET, contendo: (a) distribuição de precipitados na matriz, em campo escuro; (b) distribuição de precipitados em contornos de grão.

6.2.2 MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO

O início da sinterização de componentes de alumínio está, basicamente, ligado à formação de contatos metálicos durante a etapa de compactação. No aquecimento, esses contatos do tipo Al-Al e Al-(Cu,Si,Mg) dão origem, através do processo difusional, à fase líquida, isto ocorrendo nas respectivas temperaturas eutéticas. Modelos experimentais [9, 37, 39], demonstram que a fase líquida, inicialmente formada nos contatos metálicos (uma vez que a camada óxida não é permeável nas temperaturas usuais de sinterização), escoia rapidamente entre o óxido e a partícula sólida (desde que $\gamma_{Al/Al_2O_3} > \gamma_{Al/l} + \gamma_{Al_2O_3/l}$ [37], indicando que o líquido deve ter baixa energia interfacial com o alumínio sólido e com o óxido), formando "bolsões" líquidos, o que pode ser comprovado, através da análise da estrutura solidificada, nos estudos realizados por Kehl e Fischmeister [38]. No entanto, a camada óxida retém o líquido apenas por um curto intervalo de tempo, quando então uma nova formação de fase líquida induz a um brusco inchamento, o qual rompe a camada óxida, espalhando o líquido eutético. O óxido restante pode ser rompido também através da mudança do parâmetro de rede, devido à reação da alumina com o óxido cuproso, resultando em uma estrutura do tipo "spinel" [38].

Conforme visto na figura 62, que mostra a dilatação do corpo de prova em função da temperatura, o surgimento da fase líquida em corpos com lubrificação interna, ocorre já a 480 °C, em virtude da adição de magnésio à mistura, resultando na formação de reações eutéticas e peritéticas [96].

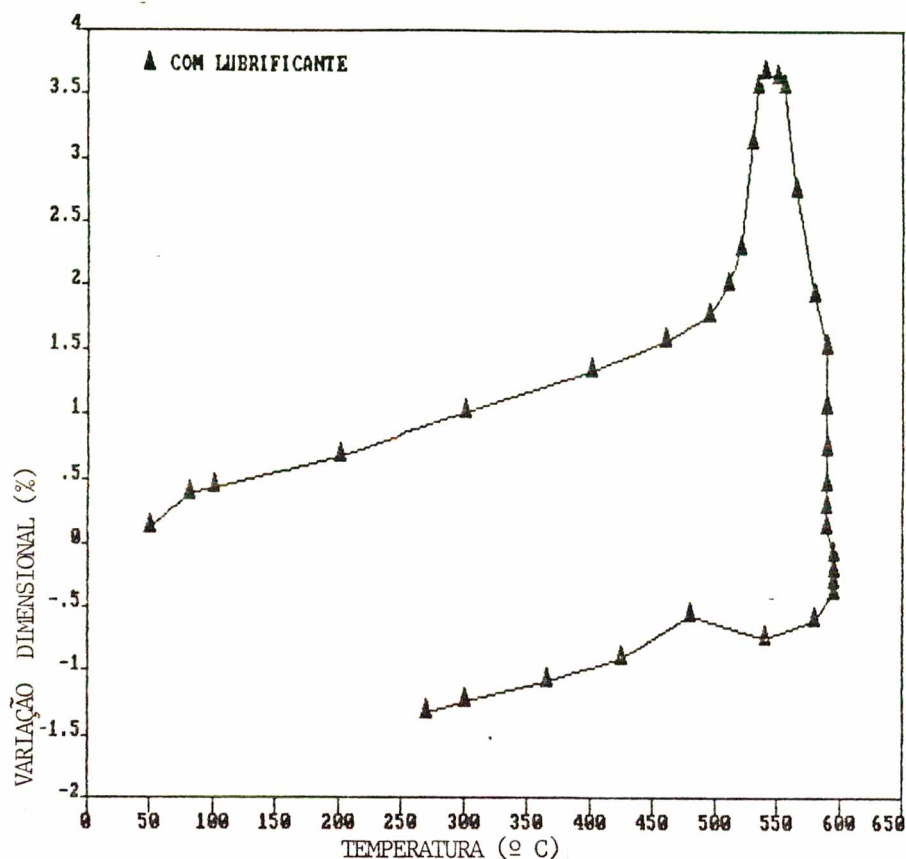


Figura 62 - Dilatograma da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0,5%Mg, indicando a variação dimensional x temperatura.

O inchamento apresentado no dilatograma está associado a diversos fenômenos, dos quais deve-se salientar: (a) a separação das partículas de alumínio através de filmes de líquido eutético, molhando a camada óxida e penetrando nos contatos; (b) a penetração do líquido entre a partícula e o óxido, expandindo a camada e afastando as partículas; (c) a entrada dos elementos de liga em solução sólida, expandindo o volume das partículas; (d) aumento de volume devido à formação do eutético Al-Al₂Cu, que ocorre no interior das partículas de alumínio, nos contornos de fase do tipo Al/Al₂Cu, afastando as partículas [37]; (e) formação de porosidade secundária e; (f) penetração de líquido nos contornos de grão (mecanismo de desintegração de partículas) [34, 37-39, 97].

Durante a etapa de inchamento, os elementos de liga distribuem-se homogeneamente e a fase líquida vai sendo consumida através da difusão e formação de solução sólida no alumínio, formando "necks" entre as partículas. Como existe um gradiente de concentração na fase líquida, entre a composição do líquido em equilíbrio com os compostos intermediários, e aquele em equilíbrio com o alumínio, os elementos de liga são continuamente difundidos no líquido e colocados na forma de solução sólida. No caso do cobre, por exemplo, a quantidade consumida nesta reação, é substituída pela dissolução do intermetálico em contato com a fase líquida, e este por sua vez é repletado através da difusão no estado sólido, a partir do intermetálico rico em cobre, e assim sucessivamente até o cobre elementar. Chega-se ao ponto que o cobre não é mais dissolvido, e a fase intermetálica irá desaparecer, no sentido de aumentar o teor de alumínio, até que o líquido seja absorvido pelas partículas de alumínio [37]. Desta forma, os mecanismos de dissolução-reprecipitação promovem o rearranjo e a mudança de forma das partículas, visando diminuir a energia livre de superfície e densificando o material.

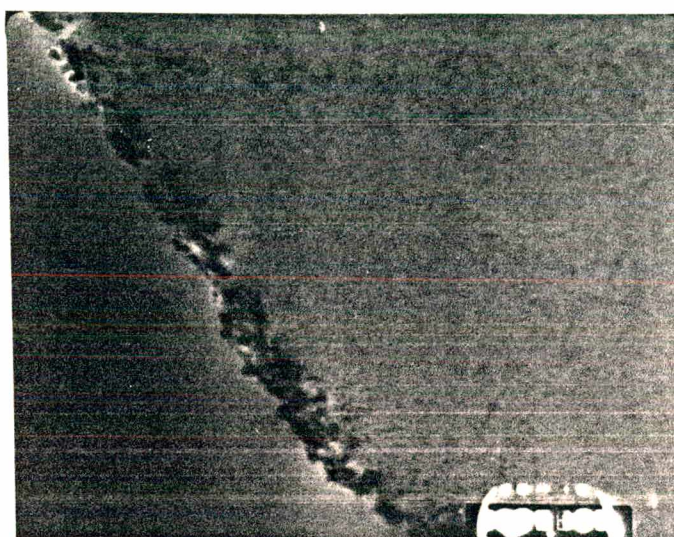
A observação da microestrutura, a nível ótico, mostrou uma estrutura contendo contornos de partículas, as quais estiveram em grande parte associadas à fase eutética, contornos sem esta fase e poros (vide figura 54). Através de estudos realizados em MET pode-se constatar a presença significativa de contornos de grãos na microestrutura, os quais puderam ser facilmente identificados por sua característica própria de descontinuidade de orientação cristalina, indicado pela difração eletrônica, e pela presença de precipitados de

equilíbrio θ nos mesmos (figura 63). Tais observações são consistentes com um dos mecanismos de sinterização descritos por Petzow [64], qual seja: coalescimento de partículas através dos contatos entre as mesmas, com formação de "necks" e migração de contornos de grão a partir destes.

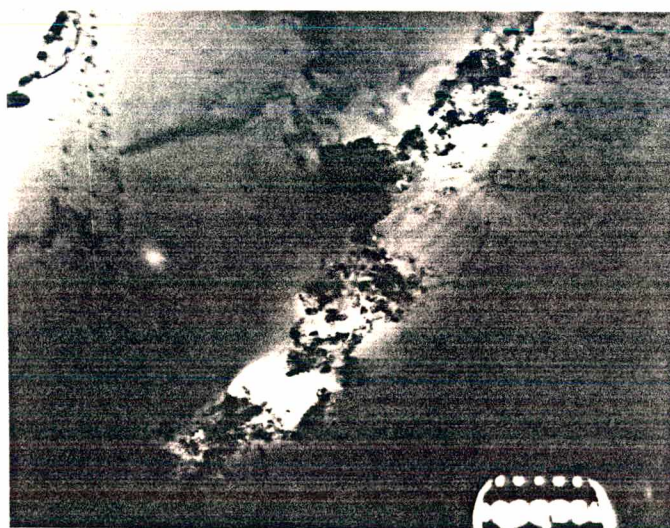


Figura 63 - Micrografia da liga sinterizada na condição T6 - 400 MPa, obtida em MET, mostrando a presença de contornos de grão.

Além disto, as micrografias eletrônicas mostraram, frequentemente, que alguns contornos de partícula apresentaram evidências de uma fina distribuição de óxidos os quais, provavelmente, foram fragmentados e levados pela fase líquida através dos contornos das partículas (figura 64).



0,5 μm



0,5 μm

Figura 64 - Micrografias da liga sinterizada na condição T4 - 400 MPa, obtida em MET, mostrando fragmentos óxidos nos contornos de partícula.

6.2.3 COMPORTAMENTO MECÂNICO

O comportamento mecânico da liga sinterizada Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg foi caracterizado através de ensaios de tração e dureza, para C.P. em três níveis de porosidade inicial e duas condições distintas de tratamento térmico. Foram testados, no mínimo, 5 corpos de prova em cada condição, resultando em diferenças significativas entre as mesmas. A tabela 20 apresenta os valores médios de tensão de escoamento, tensão de ruptura e alongamento para 90, 92,5 e 95% de densidade verde, nos estados de envelhecimento T4 e T6, enquanto os resultados individuais estão listados no Apêndice 1. A tensão de escoamento indicada na tabela é um valor apenas orientativo, visto que o escorregamento do corpo de prova nas garras de fixação, frequentemente, dificultava a correta determinação da tensão para 0,2% de deformação plástica. Na mesma tabela são apresentados os valores de dureza e módulo de elasticidade.

TABELA 20 - Propriedades mecânicas da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0,5%Mg.

PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO [MPa]	DENSIDADE VERDE [%]	CONDIÇÃO	TENSÃO DE ESCOAMENTO ¹ [MPa]	TENSÃO DE RUPTURA [MPa]	ALONGAMENTO 25mm [%]	DUREZA 2,5/306 [HB]	MÓDULO DE ELASTICIDADE ¹ [GPa]
180	90,0	T4	192 ± 15	233 ± 10	3,0 ± 1,0	70 ± 5	59,8
250	92,5	T4	200 ± 10	248 ± 20	3,5 ± 0,5	75 ± 10	60,8
		T6	300 ± 15	312 ± 10	1,2 ± 0,5	90 ± 10	61,4
400	95,0	T4	204 ± 10	252 ± 10	5,0 ± 1,0	80 ± 10	63,7
		T6	—	317 ± 10	1,8 ± 0,3	100 ± 10	64,2

1 VALORES APENAS ORIENTATIVOS

A figura 65 apresenta a tensão de ruptura e alongamento em função da densidade verde, indicando também os valores extremos em cada condição. A dispersão de resultados pode ser atribuída às características inerentes do processo de Metalurgia do Pó, como heterogeneidade de mistura, pequenas contaminações dos pós, retenção de lubrificante e porosidade residual. No caso específico de ligas de alumínio, a distribuição do líquido eutético e dos fragmentos óxidos desempenha um papel fundamental, contribuindo para aumentar a dispersão dos resultados.

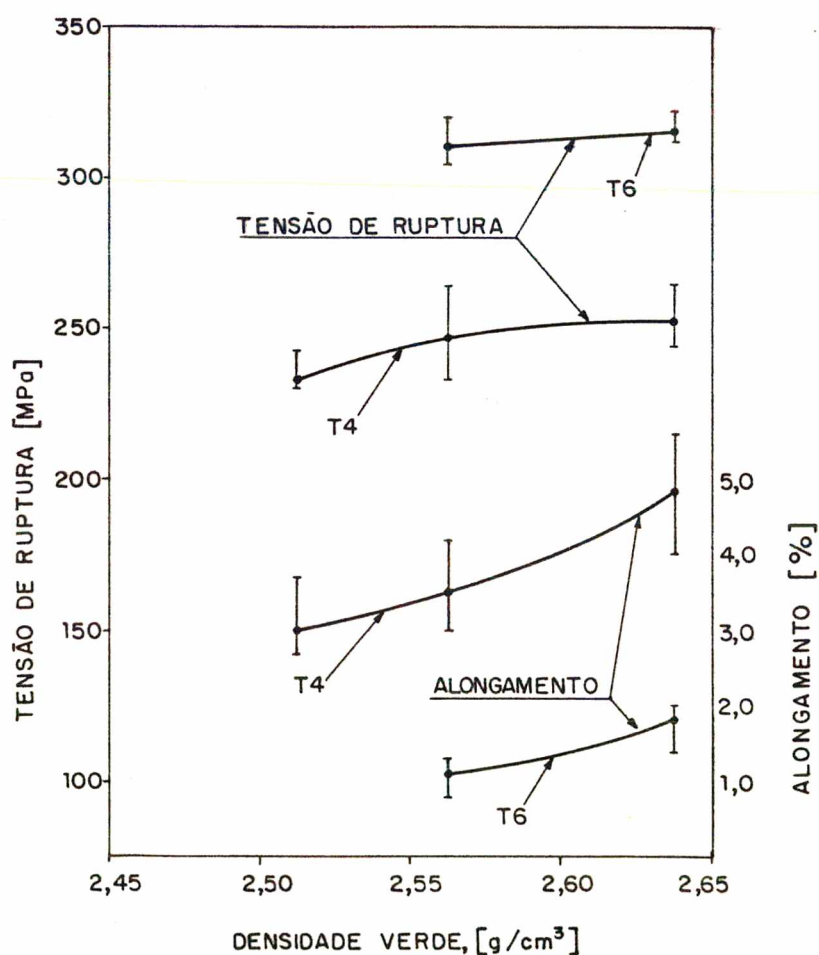


Figura 65 - Tensão de ruptura e alongamento da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg.

A porosidade tem influência marcante sobre a ductilidade da liga, conforme pode ser visto na figura 65. Nas pressões de 180 e 400 MPa, a redução de 4,0% de poros aumenta em aproximadamente 70% o alongamento até a fratura, enquanto que a tensão de ruptura é aumentada em aproximadamente 10%. Isto, basicamente, concorda com a proposta de uma lei exponencial entre porosidade e ductilidade [89,92], enquanto que uma dependência praticamente linear é verificada entre porosidade e resistência mecânica [89].

Uma possível explicação para a diferença de ductilidade encontrada entre os corpos de prova compactados a 250 e 400 MPa, além da diferença de porosidade residual, pode estar associada aos próprios mecanismos de dissolução-reprecipitação, no que diz respeito ao rearranjo e mudança de forma das partículas. A análise da distribuição de grãos após a sinterização resultou em um tamanho médio de $77 \pm 10 \mu\text{m}$ para corpos compactados a 250 MPa e $84 \pm 10 \mu\text{m}$ para compactados a 400 MPa, sugerindo que pode ter ocorrido maior formação de "necks", nesta última condição, já que houve um maior coalescimento de grãos. Do mesmo modo, a maior porosidade inicial exige um maior rearranjo de partículas, além de maior quantidade de fase líquida, para o processo de densificação (Tabela 17), o que pode contribuir para um aumento da fragilidade do material, desde que a fase eutética apresenta dureza superior comparativamente à matriz (fase eutética $\approx 140 \text{ Hv}$ e matriz $\approx 60 \text{ Hv}$).

Os resultados experimentais obtidos são praticamente os mesmos descritos pelos fabricantes Alcoa, Alcan e Eckart-Werke. A tabela 21 apresenta os valores das principais propriedades

propriedades mecânicas da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg encontrados na literatura [4, 6, 8, 77].

TABELA 21 - Propriedades mecânicas da liga de alumínio-Valores de literatura [4, 6, 8, 77].

GRADE	DENSIDADE VERDE [%]DT [g/cm ³]	CONDIÇÃO TÉRMICA	TENSÃO DE ESCOAMENTO 0,2% [MPa]	TENSÃO DE RUP TURA [MPa]	ALONGAMEN-TO 25mm [%]	DUREZA
201 AB (Alcoa)	90 2,50	T1	170	201	3,0	70/75 Re
			124 ¹	138 ¹	1,5 ¹	—
		T4	205	245	3,5	75/80 Re
			131 ¹	165 ¹	2,0 ¹	—
		T6	—	323	—	85/90 Re
			—	221 ¹	—	—
MD-24 (Alcan)	95 2,62	T1	181	209	3,0	70/75 Re
		T4	214	262	5,0	80/85 Re
		T6	327	332	2,0	85/90 Re
ALUMIX 123 (Eckart-Werke)	92 2,56	T1	—	190	5,0	60 HB
		T4	—	260	3,0	75 HB
		T6	—	320	1,0	100HB

¹ VALOR MÍNIMO GARANTIDO

A tabela 22 apresenta os valores médios de tensão de ruptura para corpos sinterizados nas mesmas condições, variando o tamanho de partícula do magnésio e comparando magnésio elementar com o portador AlMg37 (que deve gerar o intermetálico Mg₅Al₈).

TABELA 22 - Influência do tamanho de partícula e forma de introdução de magnésio.

Condição ¹	Tensão de ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
Mg elementar -170+250 mesh	248±5	4,7±0,5
Mg elementar -325 mesh	252±10	4,8±0,5
AlMg37 -325 mesh	255±10	4,5±1,0

¹ Densidade verde: 95% - T4
Demais elementos conforme 5.2

Esses resultados estão de acordo com os experimentos de Esper e Leuze [98], indicando que a variação do tamanho de partícula nesta faixa, praticamente, não interfere nas propriedades mecânicas da liga. Em relação ao portador, verifica-se que, embora as propriedades mecânicas sejam idênticas, o acabamento superficial aparenta ser superior, com menor presença de poros nesta região.

6.2.4 MECANISMOS DE FRATURA

As superfícies fraturadas dos corpos de prova rompidos nos ensaios de tração foram examinadas em microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura (MEV). Em escala macroscópica, os mesmos resultaram em uma superfície de fratura aproximadamente perpendicular ao eixo de tração, indicando um comportamento frágil.

Observações em microscópio ótico da superfície lateral previamente polida e atacada (para revelar os contornos de grão), indicaram que a fratura ocorre, preferencialmente, em contornos de partícula (figura 66). O processo de fratura induz, aparentemente, a uma deformação plástica muito localizada (restrita somente a poucos grãos adjacentes à interface de fratura) a qual, normalmente, está associada a regiões contendo poros, como pode ser visto pelas bandas de deslizamento mostradas na figura 67. Examinando as interfaces rompidas, observa-se que o mecanismo de fratura pode estar relacionado à concentração de deformação em poros, os quais podem, possivelmente, coalescer (figura 68), e à presença da fase eutética e óxidos nos contornos das partículas, como sugere a figura 69.

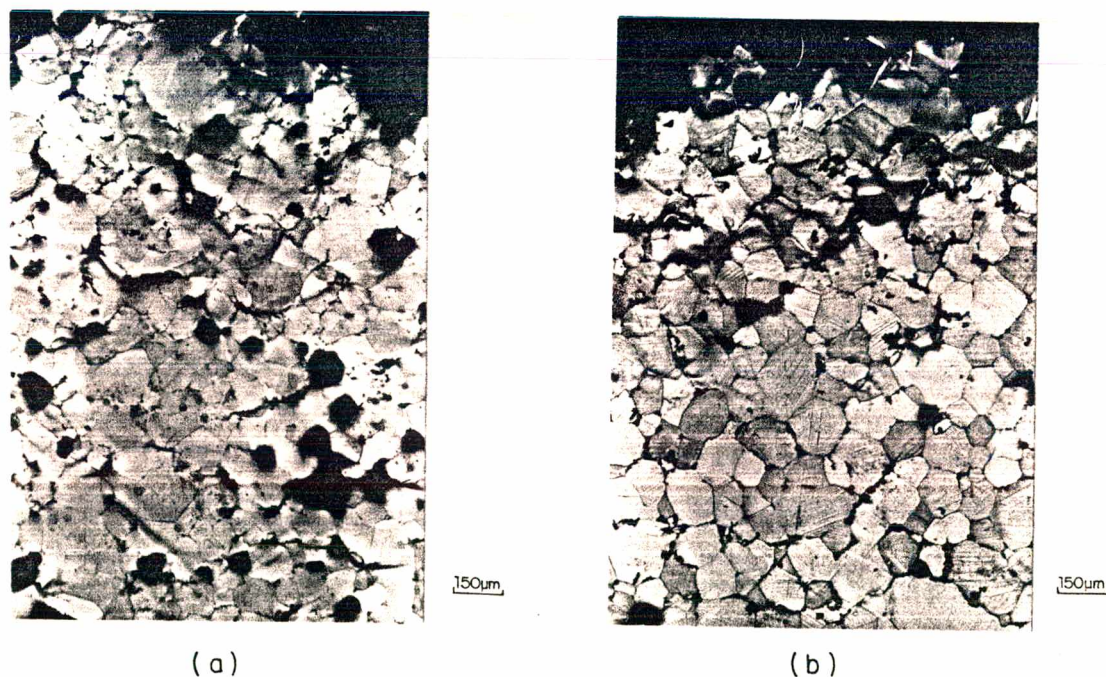
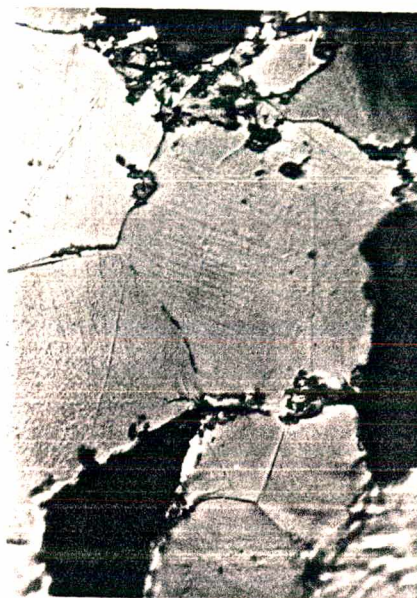


Figura 66 - Micrografia da liga sinterizada, obtida sobre a superfície lateral do corpo de prova, na condição T6: (a) 250 MPa; (b) 400 MPa.



(a)

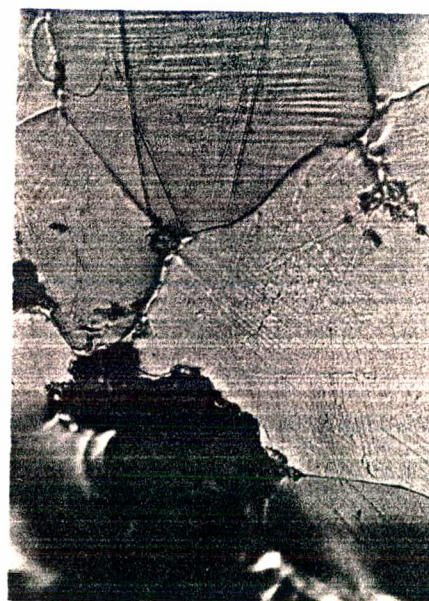


(b)

Figura 67 - Micrografia da liga sinterizada, na condição T4:
 (a) 250 MPa; (b) 400 MPa - Bandas de deslizamento.

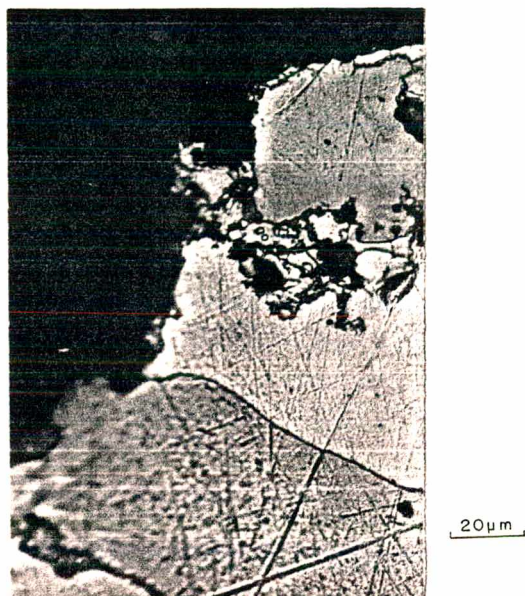


(a)

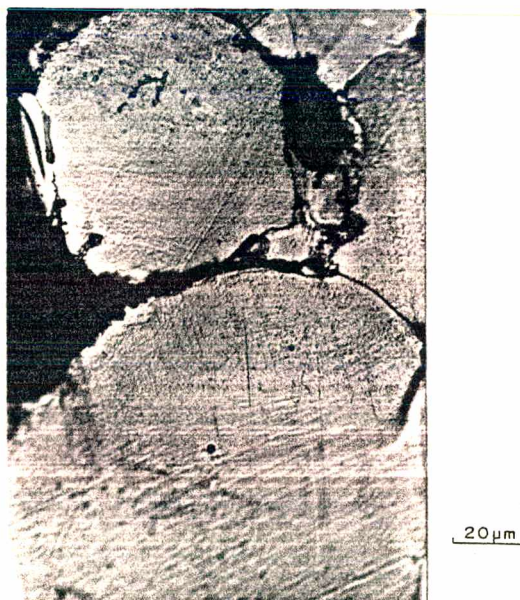


(b)

Figura 68 - Micrografia de região próxima à fratura com alta concentração de poros: (a) 250 MPa-T4 ; (b) 400 MPa-T4.



(a) 250 MPa - T6



(b) 400 MPa - T6

Figura 69 - Micrografia de região próxima à fratura indicando presença de óxidos e fase eutética.

Observações em MET, de amostras retiradas transversalmente ao corpo de prova, imediatamente abaixo da superfície de fratura, puderam comprovar que o nível de deformação próximo à região de ruptura é bastante baixo, como pode ser visualizado pelos traços de deslizamento mostrados na micrografia da figura 70.



0,5µm

Figura 70- Micrografia da liga sinterizada, obtida em MET, na condição T6 - 400 MPa, mostrando traços de deslizamento.

Examinando agora as superfícies de fratura em MEV, observa-se que o modo de fratura é predominantemente intergranular (ou inter-partículas), como pode ser visto na

figura 71. Este tipo de fratura, macroscopicamente caracterizado como frágil apresenta, entretanto, características dúcteis quando observado a nível microscópico. O aspecto da fratura indica diversas origens, cada uma delas apresentando características próprias. Percebe-se, por exemplo, regiões inter-partículas que, provavelmente, estavam unidas através de um fino filme de fase eutética e óxidos fragmentados (figura 72), como já foi constatado pelas observações realizadas em MET (figura 64). Essas regiões, com aspecto liso e plano, característico de ruptura frágil, foram identificadas através de análise com microsonda como fase eutética, apresentando composição química em torno de 48,0% Cu, 4,80% Mg, 3,50% Si e 40% Al, e com microdureza em torno de 140 Hv, o que representa o dobro da matriz. Foi também frequentemente observada, sobre a superfície de fratura, a presença de poros (provavelmente primários), como mostra a figura 73.

A ruptura através do micromecanismo de "dimples" também foi importante no processo de fratura do material. Algumas regiões apresentavam "dimples" contendo óxidos fragmentados em seu interior, os quais estavam presentes nos contornos de partícula formando aglomerados, possivelmente, intercalados com regiões que coalesceram e formaram contornos de grão (figura 74). Outras regiões apresentavam o aspecto característico de fratura intergranular, mostrando "microdimples" associados, provavelmente, aos precipitados de equilíbrio θ (figura 75).

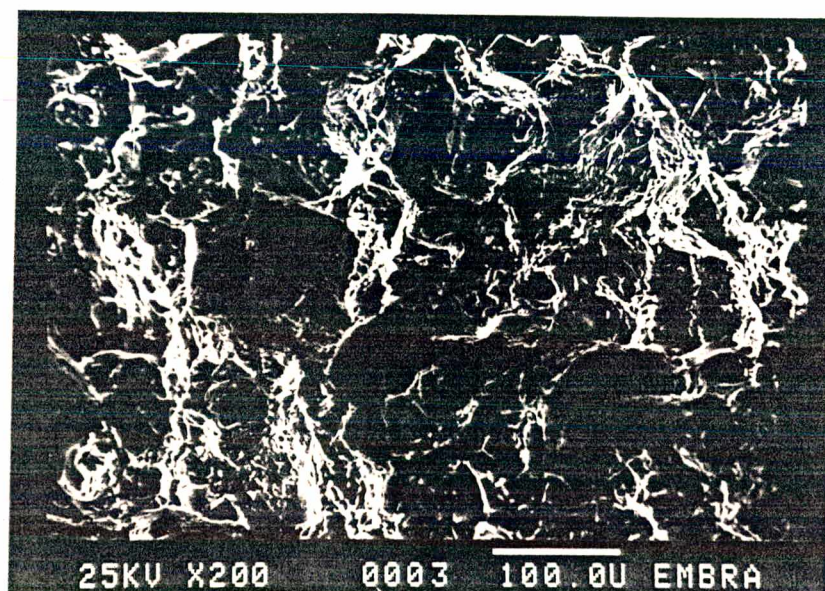
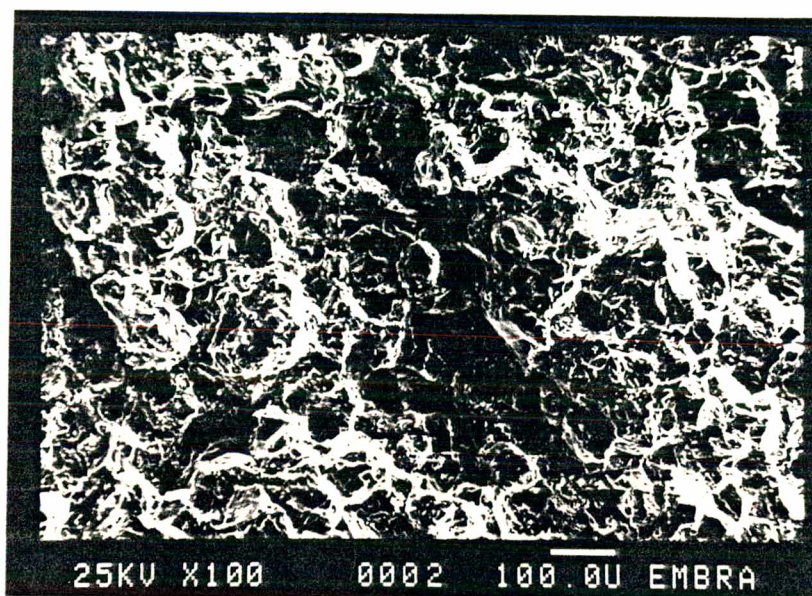


Figura 71 - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando o modo de fratura intergranular. 400 MPa-T6.

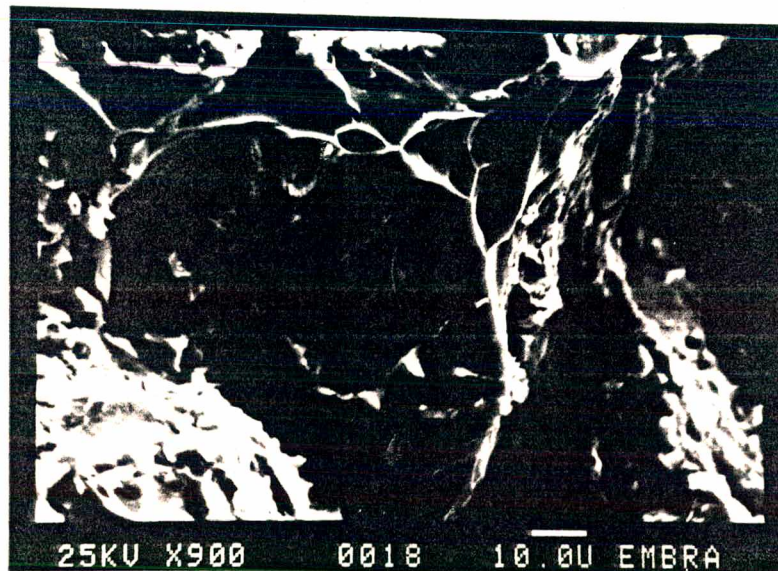
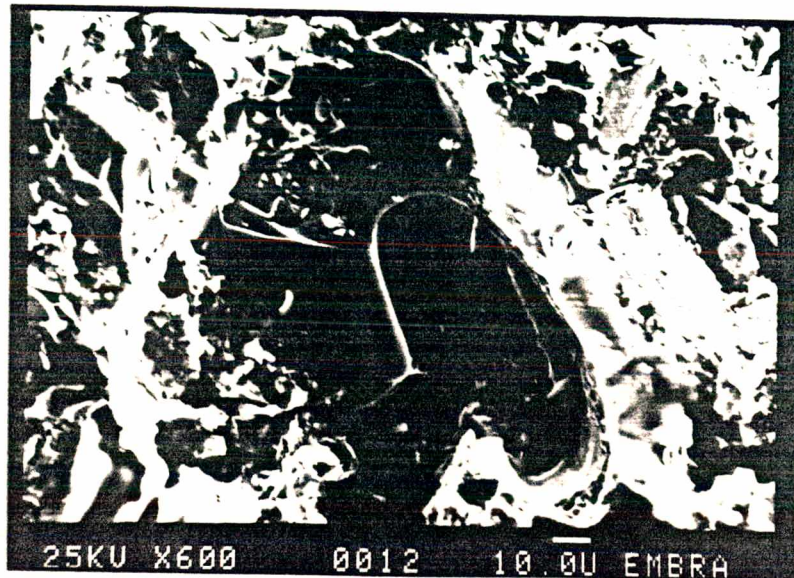


Figura 72 - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando a presença de fase eutética. 400 MPa - T6.

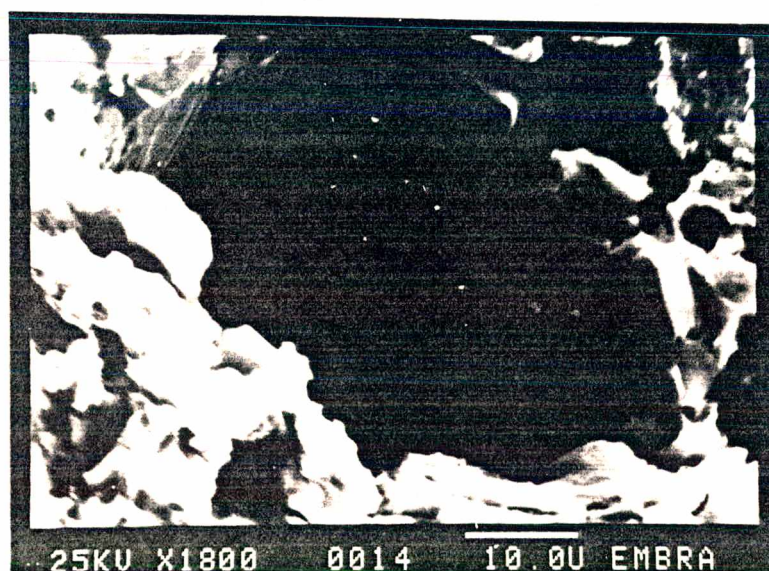
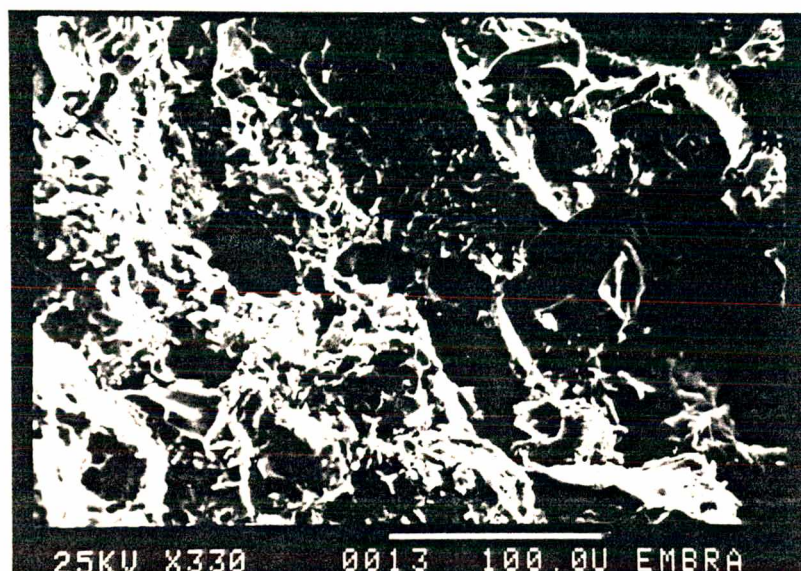


Figura 73 - Micrografias obtidas em MEV sobre a superfície de fratura de corpos de prova rompidos em tração mostrando a presença de poros. 400 MPa - T6.

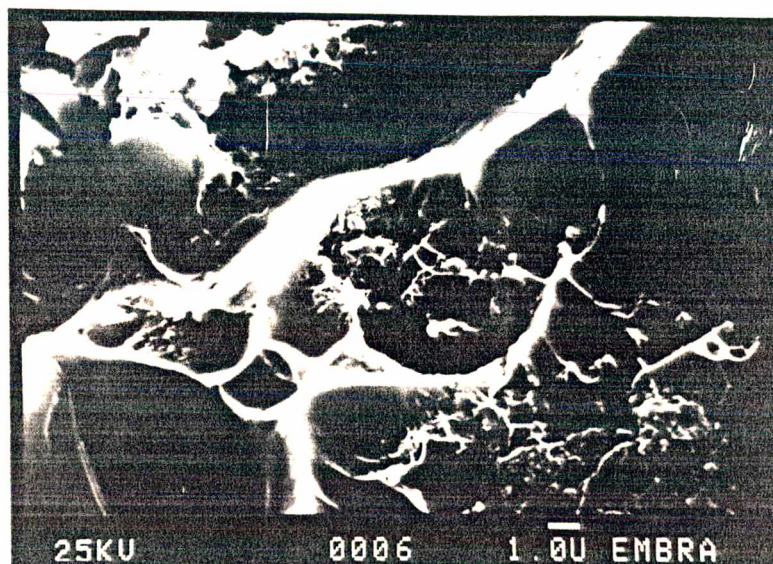
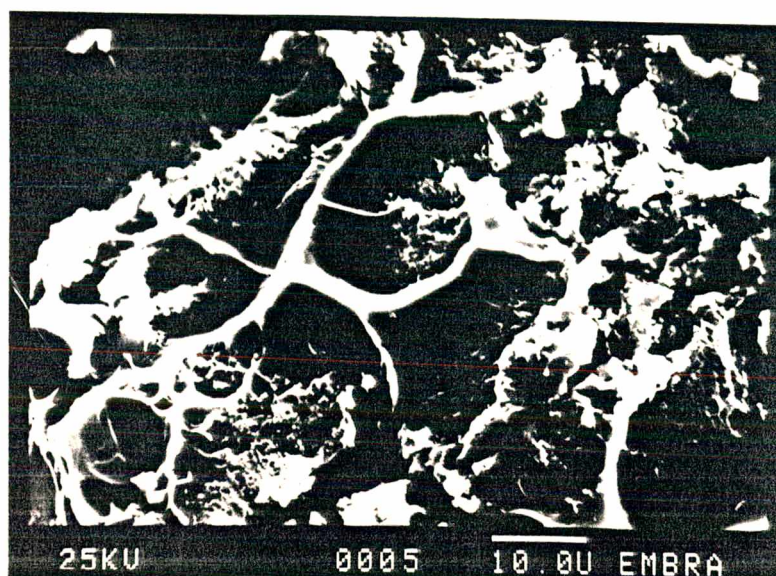


Figura 74 - Micrografias obtidas em MEV mostrando "dimples" contendo óxidos fragmentados em seu interior. 400 MPa - T6.

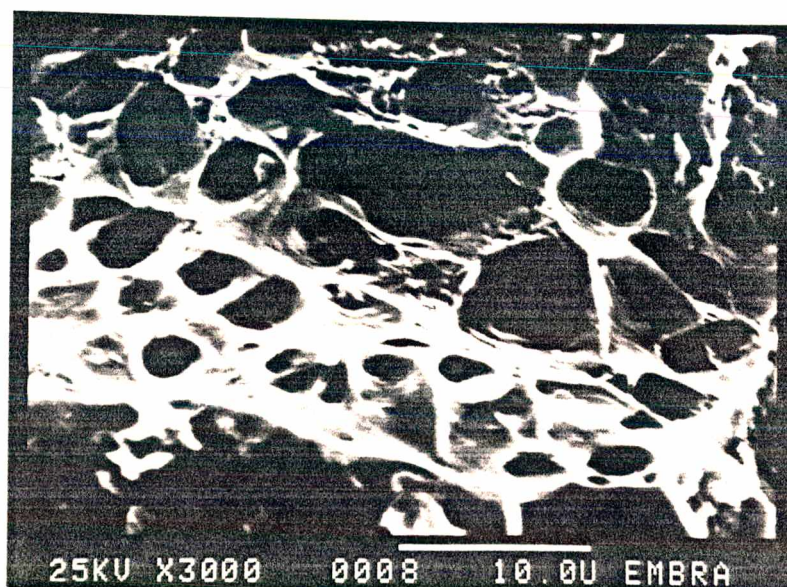
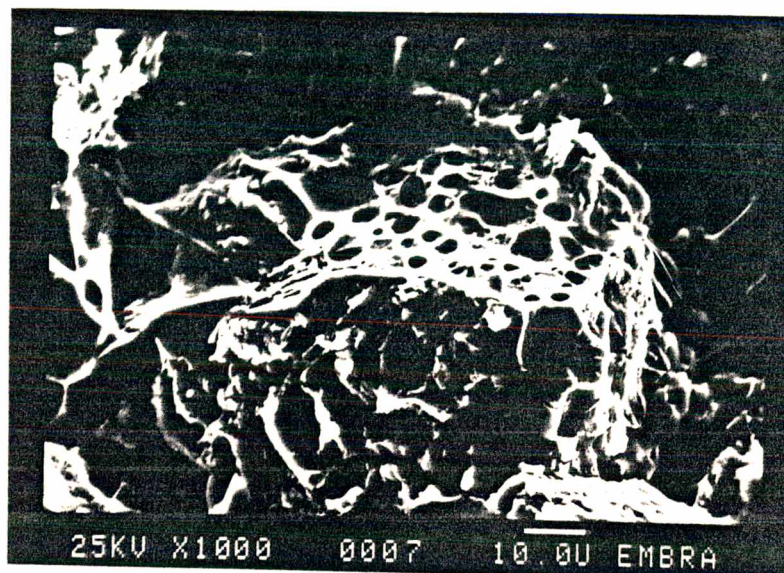


Figura 75 - Micrografias do corpo sinterizado, obtidas em MEV, mostrando "microdimples" associados aos precipitados de equilíbrio θ . 400 MPa - T6.

A partir da observação dos mecanismos de fratura, via microscopia ótica e eletrônica, pode-se constatar que a resistência mecânica da liga Al-4.4% Cu-0.8% Si-0.5% Mg é, basicamente, controlada pela presença de microconstituintes fragilizantes como poros, óxidos e fase eutética. Indispensável para o rompimento e transporte do óxido e de elementos de liga, a permanência de fase eutética nos contornos de partícula, durante a solidificação, induz a uma fragilização que, possivelmente, poderia ser reduzida se fosse permitida uma maior difusão e, conseqüentemente, homogeneização das interfaces eutético-matriz. Isto poderia ser alcançado, eventualmente, através de um ciclo de resfriamento mais adequado, utilizando menores taxas de resfriamento próximo às temperaturas de entrada em solução sólida dos elementos de liga, em especial, do cobre.

CAPITULO 7

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

1. PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO

a. A sinterização de componentes de alumínio é fortemente dependente da pureza da atmosfera, sendo oxigênio e umidade os principais elementos que diminuem a molhabilidade da fase líquida, aumentam a espessura da camada óxida e geram bolhas de hidrogênio prejudicando, conseqüentemente, os fenômenos de dissolução-reprecipitação, formação e crescimento de "necks", reduzindo assim as propriedades dos sinterizados.

b. Outro ponto de fundamental importância, tanto em termos de propriedades mecânicas como de variação dimensional, é o rígido controle de temperatura imposto ao ciclo de sinterização. Devido a pequena inclinação da linha "liquidus" do diagrama alumínio-cobre, a quantidade de fase líquida é fortemente dependente da temperatura, exigindo que a mesma tenha variação limitada a, no máximo, $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

c. A câmara construída atende aos requisitos exigidos, em relação às questões anteriores, sendo adequada ao estudo de sistemas de liga à base de alumínio, visto que as propriedades mecânicas e dimensionais atingidas são idênticas às descritas na literatura.

2. MICROESTRUTURA

a. A microestrutura da liga apresenta uma diferença significativa do nível de porosidade no núcleo e periferia do corpo de prova. O interior da peça tem porosidade relativamente baixa (entre 1.0 e 2.0 %), enquanto a superfície é bastante porosa (até 10%), podendo ser este um fator limitante de propriedades mecânicas. Entretanto, a porosidade superficial pode ser facilmente eliminada através de calibração, operação indispensável para atingir estreitas tolerâncias dimensionais. Esta maior porosidade superficial pode ser atribuída a saída do lubrificante, abrindo canais e oxidando os mesmos próximo à superfície, não sendo estes, posteriormente, preenchidos pela fase líquida.

b. A distribuição de tamanho de partículas, na faixa entre 50 e 120 μm , variou de 25% na mistura de pós para , aproximadamente, 55% no corpo sinterizado, evidenciando um crescimento de grão através de mecanismos de coalescimento. Já o tamanho médio de partícula inicial era de $33 \pm 5\% \mu\text{m}$, enquanto o tamanho médio no corpo sinterizado era próximo a $80 \pm 10 \mu\text{m}$, sugerindo um grande rearranjo de partículas e posterior crescimento de grãos.

3. MECANISMOS DE SINTERIZAÇÃO

a. A fase líquida promove o rearranjo e mudança de forma das partículas, densificando o material através da formação de "necks", ruptura e distribuição dos óxidos e preenchimento dos

poros. Os contornos de grãos e óxidos podem ser identificados através de microscopia eletrônica de transmissão, enquanto as fases eutéticas remanescentes nos contornos de partículas, são identificadas como sendo do tipo CuAl_2 e Al-Cu-Si-Mg , através de análise por microsonda eletrônica.

b. O uso de pressões de compactação distintas, resulta em corpos sinterizados com tamanhos de grão diferentes. Corpos compactados a 250 MPa apresentaram um tamanho médio de $77 \pm 10 \mu\text{m}$, enquanto que compactados a 400 MPa resultaram em tamanho médio de $84 \pm 10 \mu\text{m}$, sugerindo maior formação de "necks" nesta última condição.

4. COMPORTAMENTO MECÂNICO

a. Enquanto a tensão de ruptura apresenta somente um pequeno acréscimo, em torno de 10%, com o aumento da pressão de compactação de 180 para 400 MPa, a ductilidade aumenta em até aproximadamente 70%, sugerindo uma dependência linear da resistência em função da porosidade e uma dependência exponencial da ductilidade em relação à mesma.

b. A variação do tamanho de partícula do elemento magnésio, entre -170 + 250 mesh até -325 mesh, não altera os valores das propriedades mecânicas. Do mesmo modo, a utilização do portador AlMg37 altera apenas o comportamento dimensional e superficial dos sinterizados, mantendo inalteradas as propriedades mecânicas.

c. O tratamento térmico de solubilização e envelhecimento altera, sensivelmente, a tensão de ruptura da liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg, sendo a condição de envelhecimento natural (T4) a que fornece a melhor combinação resistência-ductilidade. O tratamento de envelhecimento artificial (T6) resulta em corpos de maior resistência, mas de baixa ductilidade.

5. MECANISMOS DE FRATURA

a. O modo de fratura dos corpos de prova submetidos à tração é predominantemente, intergranular (ou inter-partículas). A origem da fratura é atribuída à concentração de deformação em poros, nucleando a trinca. A presença de fase eutética e óxidos, nos contornos de partícula, facilitam a propagação da mesma devido a maior fragilidade desses constituintes.

b. O aumento de fragilidade em função da maior porosidade inicial, pode ser atribuído também ao mecanismo de sinterização, o qual exige, além de maior quantidade de fase líquida, um maior rearranjo de partículas para a densificação do material.

6. SUGESTÕES

a. Atualmente, desenvolve-se uma liga de composição similar à forjada 2024, para aplicações a temperaturas próximas a 200°C. Paralelamente, pretende-se desenvolver o processo de nitretação iônica, tornando a liga resultante, ideal para aplicações que exijam resistência à temperatura e ao desgaste. Em relação à liga Al-4.4%Cu-0.8%Si-0.5%Mg pretende-se estudar o seu

comportamento mecânico perante a distribuição de Weibull, visto que a mesma é macroscopicamente frágil.

b. O estudo de um ciclo de resfriamento mais adequado, permitindo maior homogeneização na interface eutético-matriz pode, eventualmente, diminuir a fragilidade que a fase eutética impõe à liga, melhorando assim seu desempenho.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Neubing, H.C.. **Production and Properties of Aluminum Powder for Powder Metallurgy.** Powder Metallurgy International. Vol. 13, N^o 2, pp 74-78, 1981.
- [2] Hatch, J.E.. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy.** American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 384, 1984.
- [3] Harvey, R.E.. **Nurtured by Automakers P/M Products Come of Age.** Iron Age, pp 32-34, 1979.
- [4] **Alcoa Aluminum Powders in Powder Metallurgy.** Aluminium Company of America. PAP 922. FA2D-7.
- [5] Singer, R.F.. **Recent Developments and Trends in High Strength PM Materials.** Powder Metallurgy International Vol. 18, N^o 2, pp 79-82, 1986.
- [6] Miska, K.H.. **Source Book on Powder Metallurgy.** Source Materials Engineering. pp 74-78. 1975.
- [7] Bocchini, G.F., Zacchi, R.. **Current Status of Sintered Aluminium and Some Comparisons with Sintered Iron.** MPR pp 193-198, 1980.
- [8] **Ecka Metallpulver. Catálogo de Misturas Prontas de Pós.** Eckart-Werke. R.F.A, 1977.
- [9] Neubing, H.C., Jangg, G.. **Sintering of Aluminium Parts: The State-of-the-Art.** MPR , pp 354-358, 1987.

- [10] Stevenson, R.W.. **P/M Lightweight Metals**. Metals Handbook. Vol. 7, 9^a edição. Powder Metallurgy, pp 741-749, 1984.
- [11] Generous, J.D., Montgomery, W.C.. **Aluminum P/M - Properties and Applications**. pp 211-233, 1982.
- [12] Draper, J.D.; Gala, M.K., Thompson, C.B.. **Aluminum P/M Parts Fabrication**. American Powdered Metals Co. pp 1-19, 1975.
- [13] Corso, S., Costa, A.. **Potencial for Sintered Aluminium in the Car Industry**. MPR, Vol 35, pp 202-205, 1980.
- [14] Neubing, H.C.. **New Aluminium Powders**. Powder Metallurgy, Vol. 25, N^o 2, pp 160-164, 1982.
- [15] Faure, J., Brunel, G.. **New P/M Aluminium Alloys for Wear and Sliding Applications**. pp 985-992.
- [16] Froes, F.H.; Kim, W., Hehmann, F.. **Rapid Solidification of Al, Mg and Ti**. Journal of Metals. pp 14-21, Agosto 1987.
- [17] Froes, F.H.. **Rapidly Solidified Materials**. Journal of Metals. pp 21-23, Setembro 1988.
- [18] Pickens, J.R.. **Review - Aluminium Powder Metallurgy Technology for High-Strength Applications**. Journal of Materials Science 16, pp 1437-1457, 1981.
- [19] Millan Jr., P.D.. **Applications of High-Temperature Powder Metal Aluminium Alloys to Small Gas Turbines**. Journal of Metals., pp 76-81, Marco 1983.

- [20] Taub, A.T.. **Mechanical Properties and Potential Applications of Rapidly Solidified Alloys.** General Electric Corporate Research and Development, pp 1611-1618.
- [21] Singer, R.F., Couper, N.J.. **Aluminium and Titanium PM Alloys: State of the art.** pp 177-204.
- [22] Ovecoglu, M.L., Nix, W.D.. **Characterization of Rapidly Solidified and Mechanically Alloyed Al-Fe-Ce Powders.** The International Journal of Powder Metallurgy. Vol.22 N^o 1, pp 17-30, 1986.
- [23] Froes, F.H., Pickens, J.R.. **Powder Metallurgy of Light Metal Alloys for Demanding Applications.** Journal of Metals. pp 14-28, 1984.
- [24] Benjamin, J.S., Bomford, M.J.. **Dispersion Strengthened Aluminium Made by Mechanical Alloying.** Metallurgical Transactions. Vol 8A, pp 1301-1305, 1977.
- [25] Froes, F.H.. **New Materials by Mechanical Alloying.** JOM. pp 25-26, 1989.
- [26] Shibue, K.. **Advanced Aluminium P/M Alloys.** Techno Japan Vol. 20, N^o 4, pp 46-51, 1987.
- [27] Collins, L.E.. **Overview of Rapid Solidification Technology.** Physical Metallurgy Research Laboratories, CANMET, Energy, Mines and Resources Canada, Ottawa, pp 59-72.
- [28] Sarke Jr., E.A.; Sanders Jr., T.H.; Palmer, I.G.. **New Approaches to Alloy Development in the Al-Li System.** Journal of Metals. pp 24-33, 1981.

- [29] Lawley, A.. **Modern Powder Metallurgy Science and Technology.** Journal of Metals. pp. 15-25, Agosto 1986.
- [30] Erich, D.L.. **Metal-Matrix Composites: Problems, Applications, and Potencial in the P/M Industry.** The International Journal of powder Metallurgy. Vol.23, N^o 1, pp 45-54, 1987.
- [31] Sano, S.. **Aluminium Matrix Composites.** Techno Japan. Vol.20, N^o 4, pp 36-45, 1987.
- [32] Hatch, J.E.. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy.** American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 26, 1984.
- [33] Hatch, J.E.. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy.** American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 385, 1984.
- [34] Kehl, W.; Bugajska, M.; Fischmeister, H.F.. **Internal or Die Wall Lubrification for Compaction of Al Powders?.** Powder Metallurgy. Vol 26, N^o 4, pp 221-227, 1983.
- [35] Dudas, J.H., Dean, W.A.. **The Production of Precision Aluminum P/M Parts.** Aluminum Company of America, pp 1-11, 1969.
- [36] Hoechst - Wachs C Mikropulver PM - **Catálogo de Lubrificante.** RFA.
- [37] Kehl, W., Fischmeister, H.F.. **Liquid Phase Sintering of Al-Cu Compacts.** Powder Metallurgy , N^o 3, pp 113-119, 1980.

- [38] Kehl, W., Fischmeister, H.F.. **Observations on Dimensional Changes During Sintering of Al-Cu-Compacts.** Sintering Theory and Practice. Proceedings of the 5th International Round Table Conference on Sintering, Yugoslavia, pp 269-274. Setembro 1981.
- [39] Savitskii, A.P.; Romanov, G.N.; Martsunova, L.S., Zhdanov, V.V.. **Theory and Technology of Sintering, Thermal, and Chemico-thermal Treatment Processes.** Institute of the Physics of Strength and Materials Science, N° 5 (305), pp 348-351, May, 1988.
- [40] Kehl, W., Fischmeister, H.F.. **Mat. Science Monographs, Vol.14,** pp 269, 1982 (citado em [9]).
- [41] Dudas, J.H., Thompson, G.B.. **Improved Sintering Procedures for Aluminum P/M Parts.** Aluminum Company of America.
- [42] **Sintering of Aluminum and Aluminum Alloys.** Metals Handbook, Vol. 7, 9ª edição, pp 381-385, 1984.
- [43] **Tabela de equivalência entre ponto de orvalho e umidade.** Catálogo de Gases White Martins.
- [44] **Die Aluminiumpulvermetallurgie.** Krebsge, pp 36-44.
- [45] Storchheim, S.. **Aluminum Powder Metallurgy: Air Sintering.** pp 1-6, PMI- T2, Março 1974.
- [46] Storchheim, S.. **United States Patente Office.** Patenteado 29 Agosto, 1972, n° 3.687.657.
- [47] Van Horn, K.R.. **Aluminum.** Vol.1, pp 26-28, American Society for Metals Park, Ohio, 1976.

- [48] Buchovecky, K.E., Hurst, A.L.. **Fabrication and Properties of Cold-formed Aluminum P/M Parts.** Aluminum Company of America, 1974.
- [49] Cremer, Cordiano. **Sintering Aluminum and Aluminum-base Powder Mixtures in Air.** AIMME, Vol.152, pp 152-165, 1983 (citado em [46]).
- [50] Ramasamy, V.E., Ramakrishnan, P.. **Influence of Sintering Atmosphere on Properties of Aluminum Alloys.** Industrial Heating. pp 39-40, Outubro 1983.
- [51] Dudas, J.H., Brondyke, . **Aluminum P/M Parts- Their Properties and Performance.** Aluminum Company of America 1970.
- [52] Arai, T.; Fujita, H., Tachikawa, H.. **Ion Nitriding of Aluminum and Aluminum Alloys.** Toyota Central R & D Labs., Inc. Japão, pp 37-41.
- [53] Amato, I.; Corso, S., Sgambetterra, E.. **Sintering Procedures for Aluminium P/M Parts and Metallographic Examination During the Process.** Powder Metallurgy. N° 3, pp 171-176, 1976.
- [54] Hatch, J.E.. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy.** American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 136-137, 1984.
- [55] Buchovecky, K.E., Rearick, M.R.. **Aluminum P/M Forgings.** Aluminum Company of America, 1972.
- [56] German, R.M.. **Liquid Phase Sintering.** Plenum Press, New York, 1985 (citado em [61]).

- [57] German, R.M.. **The Use of Phase Diagrams in Predicting Sintering Behaviour.** Horizons of Powder Met., Verlag Schmidt, Vol.2, pp 1239-1242, 1986 (citado em [61]).
- [58] Huppmann, W.J.; Riegger, H.; Kaysser, W.A.; Smolej, V., Pejovnik, S.. **Z. Metallkunde** 70, pp 707, 1979.
- [59] Danninger, H..In **Proc. Powder Met. Group Meeting, Buxton.** The Inst. of Metals, Janeiro 1986 (citado em [61]).
- [60] Lenel, F. V.. **Powder Metallurgy, Principles and Applications.** Capítulo 11. Liquid Phase Sintering, pp 285-307, 1980.
- [61] Danninger, H.. **Homogenization and Pore Formation During Sintering With Transient Liquid Phase.** Powder Metallurgy International, Vol.20, N^o 1, 1988.
- [62] Shatt, W.. **Pulvermetallurgie: Sinter-und Verbudwerkstoffe.** VEB, 1979.
- [63] German, R.M.. **Phase Diagrams in Liquid Phase Sintering Treatments.** Journal of Metals. pp 26-29, Agosto 1986.
- [64] Kaysser, W.A., Petzow, G.. **Present State of Liquid Phase Sintering.** Powder Metallurgy, Vol.28, N^o 3, pp 145-150, 1985.
- [65] Delamnay, F.; Froyen, L., Deruyttere, A.. **Review - The Wetting of Solids by Molten Metals and its Relation to the Preparation of Metal - Matrix Composites.** Journal of Materials Science 22, pp 1-16, 1987.
- [66] Young, T..**Phil. Trans. R. Soc.** 95, 1805, 65 (citado em [65]).

- [67] Gibbs, J.W.. *Trans. Conn. Acad.* 3, 1878, 343 (citado em [65]).
- [68] Johnson Jr., R.E.. *J. Phys. Chem.* 63, 1959, 1655 (citado em [65]).
- [69] Dupre, A.. *Theorie Mecanique de la Chaleur* (Gauthier Villars, Paris, 1869 (citado em [65])).
- [70] Weyl, W.A.. in "Structure and Properties of Solid Surfaces; Edited by R. Gomer and G.S. Smith (University of Chicago Press, 1953) pp 147 (citado em [65]).
- [71] Naidich, J.V.. *Prog. Surf. Membr. Sci.* 14, 1981, 353.
- [72] Livey, D.T., Murray, P.. in *Proceedings of 2nd Plansee Seminar, Reutte/Tyrol, 1956* (Metall Werk Plansee, Reutte, 1956) pp 375 (citado em [29]).
- [73] Halden, G.A., Kingery, W.D.. *J. Phys. Chem.* 59, 1956, 557 (citado em [70]).
- [74] Coudurier, L.; Adorian, J.; Pique, D., Eustathopoulos, N.. *Rev. Int. Hautes Temp. Refr.* 21, 1984, 81 (citado em [65]).
- [75] Eustathopoulos, N.; Joud, J.C.; Desre, P., Hicter, J.M.. *J. Mater. Sci.* 9, 1974, 1233 (citado em [65]).
- [76] Kimura, Y.; Mishima, Y.; Umekawva, S., Suzuki, T.. *J. Mater. Sci.* 19, pp 3107, 1984.
- [77] *Production and Application of Aluminum P/M Products. Atomised Aluminium Powders.* EMPCO - MKB, pp 115-121 (Alcan).

- [78] Huppmann, W.J.. **The Elementary Mechanisms of Liquid Phase Sintering II. Solution - Reprecipitation.** Z. Metallkunde, 70, pp 792-797, 1979.
- [79] Savitkii, A.P., Martsunova, L.S.. **Effect of Solid state Solubility on the Volume Change Experienced by Aluminum During Liquid Phase Sintering,** Soviet Powder Met. Metal Ceram., 16, pp 333-337, 1977 (citado em [63]).
- [80] Miyamoto, Y.; Koizumi, M., Yamada, O.. **High Pressure Self Combustion Sintering for Ceramics,** J. Amer. Ceramic Soc., 67, pp 224-225, 1984 (citado em [63]).
- [81] James, B. A.. **Liquid Phase Sintering in Ferrous Powder Metallurgy.** Powder Metallurgy, 1985, Vol 28, N^o 3.
- [82] MPlF Standard 32. **Determination of Average Particle Size of Metal Powders Using the Fisher Subsieve Sizer.** 1983.
- [83] Mondolfo, L.F.. **Aluminum Alloys: Structure and Properties.** pp 311-323, 1976.
- [84] Hausner, H.H.. **Handbook of Powder Metallurgy,** pp 72, 1973.
- [85] Metallnormcentralen Handbook 6E. **Powder Metallurgy.** MNC Swedish Metals Standards Division, 1978.
- [86] Huppmann, W.J., Dalal, K.. **Metallographic Atlas of Powder Metallurgy.** Verlag Schmidt GMBH.
- [87] Padilha, A.F., Ambrozio Filho, F.. **Técnicas de Análise Microestrutural.** pp 127-130, 1985.

- [88] **Vacuum Engineering Tables and Diagrams.** Leybold-Heraeus -
Werk Hanau.
- [89] Lawley, A..in **Advances in Powder Technology.** Editor G. Y.
Chin. **American Society for Metals.** Metals Park, Ohio,
pp 75, 1982 (citado em [29]).
- [90] Mondolfo, L. F.. **Aluminum Alloys: Structure and
Properties.** pp 255, 1976.
- [91] Huppmann, W.J.. et al, **Proc. of the 7th Int. Light Metals
Congr.,** Leoben, 1981, 236 (citado em [9]).
- [92] Bocchini, G.F.. **Influences of Porosity on the Characteris-
tics of Sintered Materials.** MPR , pp 829-832, Novembro
1986.
- [93] Hatch, J.E.. **Aluminum: Properties and Physical Metallurgy.**
American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 177,
1984.
- [94] Kelly, A.; Nicholson, R. B. **Precipitation Hardening.**
Progress in Materials Science 10, 1963, pp 330.
- [95] Embury, J.; Nicholson, R. B. **Acta Metallurgical**, 13, 1965,
pp 403.
- [96] Phillips, H.W.L.. **Annotated Equilibrium Diagrams of Some
Aluminium Alloys Systems,** Monograph N^o 25, Inst. Met.,
London, 1959.

[97] Nia, F., Davies, B.. Production of Al-Cu and Al-Cu-Si Alloys by PM Methods. Powder Metall., 25, N^o 4, 209-215, 1982.

[98] Esper, F.J., Lenze, G.. The Influence of the Powder Particle Size on the Properties of Aluminum P/M Parts. Powder Metallurgy International Vol 3, N^o 3, pp 123-127, 1971.

[99] Hatch, J.E.. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy. American Society for Metals. Metals Park, Ohio, pp 17, 1984.

A P P E N D I C E S

APÊNDICE I - RESULTADOS DOS ENSAIOS DE TRAÇÃO

A - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 180 MPa

Pós elementares + AlMg37: - 325 mesh Tratamento térmico: T4			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	197	233	3.7
2	188	230	-
3	200	242	2.9
4	182	230	2.7
5	195	230	2.7
MÉDIA	195	235	3.0
$\sigma(95\%)$	± 10	± 10	± 1.0

B1 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 250 MPa

Pós elementares → Mg: - 170 + 250 mesh Tratamento térmico: T4			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	190	233	3.5
2	195	246	4.2
3	197	233	3.0
4	194	237	3.5
5	-	264	3.5
6	199	254	3.6
7	209	260	3.8
8	203	247	3.2
9	-	255	3.5
10	200	245	3.1
11	190	256	3.0
12	197	243	3.6
MÉDIA	190	250	3.5
$\sigma(95\%)$	± 10	± 20	± 2.0

B2 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 250 MPa

Pós elementares → Mg: - 170 + 250 mesh Tratamento térmico: T6			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa] ¹	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	309	319	1.3
2	296	305	1.1
3	304	313	1.2
4	290	308	1.1
5	300	313	0.8
MÉDIA	300	312	1.1
σ(95%)	±15	±10	±0.5

¹ Valores apenas orientativos

C1 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 400 MPa

Pós elementares → Mg: - 325 mesh Tratamento térmico: T4			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	199	255	4.7
2	207	250	4.7
3	203	248	4.4
4	210	258	5.4
5	206	249	4.9
MÉDIA	205	252	4.8
σ(95%)	±10	±10	±0.5

G2 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 400 MPa

Pós elementares → Mg: - 170 + 250 mesh Tratamento térmico: T4			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	203	245	5.0
2	195	253	4.0
3	199	248	5.0
4	193	248	4.5
5	204	245	4.7
6	210	250	4.7
MÉDIA	201	248	4.7
σ(95%)	±10	±5	±0.5

G3 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 400 MPa

Pós elementares + AlMg37: - 325 mesh Tratamento térmico: T4			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	209	252	4.1
2	213	266	5.6
3	208	255	4.4
4	200	252	4.0
5	201	250	4.3
MÉDIA	206	255	4.5
σ(95%)	±10	±10	±1.0

C4 - PRESSÃO DE COMPACTAÇÃO: 400 MPa

Pós elementares → Mg: -170 + 250 mesh Tratamento térmico: T6			
CP N ^o	Tensão de escoamento [MPa]	Tensão de Ruptura [MPa]	Alongamento 25 mm [%]
1	309	316	1.9
2	300	313	1.4
3	311	322	2.0
4	296	315	1.7
5	307	319	1.8
MÉDIA	305	317	1.8
σ(95%)	±10	±10	±0.5

† Valores apenas orientativos

OBS.: Frequentemente foram registrados valores muito abaixo do esperado, função de contaminação ou trincas, sendo estes desprezados.

APÊNDICE II - RESULTADOS DE VARIAÇÃO DIMENSIONAL

Al + 4.4%Cu + 0.8%Si + 0.5%Mg Pós elementares → Mg: - 170 + 250 mesh Estado pós-sinterização		
CP N ^o	Variação dimensional (%) ¹	
	180 MPa 90,5% DT	400 MPa 95,0% DT
1	-0.92	-0.23
2	-0.69	-0.34
3	-1.03	-0.23
4	-0.80	-0.22
5	-0.69	-0.23
6	-0.80	-0.34
7	-0.57	-0.34
8	-0.80	-0.34
9	-0.80	-0.40
10	-0.69	-0.23
MÉDIA	-0.75	-0.30
σ(95%)	±0.25	±0.10

¹ Valores demasiadamente diferentes do esperado foram eliminados.

APENDICE III - RESULTADOS DE ANALISE DE FASES POR MICROSSONDA

EG&G Ortec System 5000
 Standardless ZAF Analysis
 AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 16

Acquisition Date: 07-May-89 16:38:05
 Analysis Date : 07-May-89 16:40:41

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	3.76	5.25			45.14
Al	K	58.40	73.66			1219.86
Si	K	1.23	1.49			19.49
Cu	K	36.61	19.60			429.82

EG&G Ortec System 5000
 Standardless ZAF Analysis
 AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 07

Acquisition Date: 07-May-89 16:00:46
 Analysis Date : 07-May-89 16:02:29

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.18	1.84			11.21
Al	K	47.73	67.10			878.25
Si	K	0.77	1.04			13.25
Cu	K	50.32	30.02			654.60

Sample ID: Amostra PA 09

Acquisition Date: 07-May-89 16:11:24
 Analysis Date : 07-May-89 16:13:08

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.63	2.53			16.01
Al	K	47.64	66.55			894.00
Si	K	1.14	1.53			19.86
Cu	K	49.59	29.40			653.19

Sample ID: Amostra PA 15

Acquisition Date: 07-May-89 16:35:16

Analysis Date : 07-May-89 16:37:03

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.37	2.13			13.49
Al	K	47.56	66.76			901.89
Si	K	0.89	1.20			15.79
Cu	K	50.18	29.90			672.95

Sample ID: Amostra PA 03

Acquisition Date: 07-May-89 15:37:29

Analysis Date : 07-May-89 15:39:13

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.92	2.93			17.14
Al	K	48.51	66.92			821.44
Si	K	1.52	2.01			23.51
Cu	K	48.05	28.13			557.32

Sample ID: Amostra PA 02

Acquisition Date: 07-May-89 15:27:43

Analysis Date : 07-May-89 15:34:28

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	2.10	3.13			18.37
Al	K	51.00	68.77			833.75
Si	K	1.72	2.23			24.52
Cu	K	45.18	25.86			480.43

EG&G Ortec System 5000
Standardless ZAF Analysis
AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 12

Acquisition Date: 07-May-89 16:26:46
Analysis Date : 07-May-89 16:28:33

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	2.32	3.49			23.86
Al	K	50.04	68.03			962.49
Si	K	1.36	1.77			23.21
Cu	K	46.29	26.71			593.32

Sample ID: Amostra PA 13

Acquisition Date: 07-May-89 16:29:43
Analysis Date : 07-May-89 16:31:34

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.79	2.62			23.42
Al	K	55.30	72.72			1330.30
Si	K	1.02	1.28			19.78
Cu	K	41.89	23.38			611.66

Sample ID: Amostra PA 05

Acquisition Date: 07-May-89 15:54:14
Analysis Date : 07-May-89 15:55:51

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.84	2.73			19.64
Al	K	53.05	70.97			1054.18
Si	K	0.96	1.23			16.13
Cu	K	44.14	25.07			556.99

Sample ID: Amostra PA 10

Acquisition Date: 07-May-89 16:16:56

Analysis Date : 07-May-89 16:18:39

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	2.47	3.56			28.79
Al	K	55.72	72.46			1177.34
Si	K	1.28	1.60			21.70
Cu	K	40.53	22.37			511.20

Sample ID: Amostra PA 06

Acquisition Date: 07-May-89 15:57:42

Analysis Date : 07-May-89 15:59:22

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	2.14	3.25			22.39
Al	K	49.57	67.89			975.80
Si	K	1.07	1.41			18.95
Cu	K	47.22	27.45			628.77

Sample ID: Amostra PA 14

Acquisition Date: 07-May-89 16:32:31

Analysis Date : 07-May-89 16:34:17

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.79	2.65			19.28
Al	K	53.19	71.07			1067.94
Si	K	1.03	1.32			17.44
Cu	K	43.99	24.95			558.78

Sample ID: Amostra PA 01

Acquisition Date: 07-May-89 16:04:38

Analysis Date : 07-May-89 16:06:20

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.99	3.00			18.98
Al	K	50.84	68.97			907.78
Si	K	1.20	1.57			18.84
Cu	K	45.97	26.47			540.95

EG&G Ortec System 5000
Standardless ZAF Analysis
AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 04

Acquisition Date: 07-May-89 15:50:35
Analysis Date : 07-May-89 15:52:10

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	6.93	9.54			94.59
Al	K	53.47	66.32			1194.56
Si	K	4.96	5.91			88.56
Cu	K	34.63	18.23			439.21

EG&G Ortec System 5000
Standardless ZAF Analysis
AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 11

Acquisition Date: 07-May-89 16:20:22
Analysis Date : 07-May-89 16:21:59

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	1.51	2.19			17.42
Al	K	55.29	72.24			1175.86
Si	K	2.31	2.90			39.29
Cu	K	40.89	22.68			515.50

EG&G Ortec System 5000
Standardless ZAF Analysis
AUTOZAP vers. 3.07

Sample ID: Amostra PA 08

Acquisition Date: 07-May-89 16:07:54
Analysis Date : 07-May-89 16:09:36

----- Analytical Results -----

Element	Line	Weight %	Normalized Atomic %	Compound	Compound Weight %	Net Intensity
Mg	K	4.03	6.08			38.70
Al	K	45.50	61.92			798.74
Si	K	3.91	5.11			64.73
Cu	K	46.56	26.89			561.21

APENDICE IV - HISTOGRAMAS DO TAMANHO DE PARTICULA

ALL CLASSIFICATIONS

=====

UNITS (IN MM): SCX 1. SCY 1.

ID-NO 250 MPa

DCIRCLE CLASSIFICATION

CHANNEL 1	COUNTS	365
NO OF CLASSES 12	CLASSWIDTH/MAX	2.00
SUM VALUE DCIRCLE	2587.210	
MEDIAN	6.807	
MEAN VALUE	7.088	
STANDARD DEVIATION	3.586	

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
25	6.9	0.00	0
48	13.2	2.00	1
76	20.8	4.00	2
83	22.7	6.00	3
61	16.7	8.00	4
32	8.8	10.00	5
24	6.6	12.00	6
11	3.0	14.00	7
4	1.1	16.00	8
1	0.3	18.00	9

AREA CLASSIFICATION

CHANNEL 1	COUNTS	365
NO OF CLASSES 10	CLASSWIDTH/MAX	10.00
SUM VALUE AREA	18078.600	
MEDIAN	35.930	
MEAN VALUE	49.530	
STANDARD DEVIATION	47.172	

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
67	18.4	0.00	0
46	12.6	10.00	1
44	12.1	20.00	2
43	11.8	30.00	3
32	8.8	40.00	4
36	9.9	50.00	5
17	4.7	60.00	6
10	2.7	70.00	7
10	2.7	80.00	8
6	1.6	90.00	9
9	2.5	100.00	10
45	12.3	110.00	11

ALL CLASSIFICATIONS

=====

UNITS (IN MM): SCX 1. SCY 1.
 ID-NO 250 MPa

DCIRCLE CLASSIFICATION

 CHANNEL 1 COUNTS 358
 NO OF CLASSES 12 CLASSWIDTH/MAX 2.00
 SUM VALUE DCIRCLE 2536.290
 MEDIAN 6.777
 MEAN VALUE 7.085
 STANDARD DEVIATION 3.713

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
26	7.3	0.00	0
50	14.0	2.00	1
70	19.6	4.00	2
85	23.7	6.00	3
61	17.0	8.00	4
29	8.1	10.00	5
16	4.5	12.00	6
14	3.9	14.00	7
5	1.4	16.00	8
2	0.6	18.00	9

AREA CLASSIFICATION

 CHANNEL 1 COUNTS 358
 NO OF CLASSES 10 CLASSWIDTH/MAX 10.00
 SUM VALUE AREA 17978.800
 MEDIAN 36.316
 MEAN VALUE 50.220
 STANDARD DEVIATION 49.904

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
66	18.4	0.00	0
45	12.6	10.00	1
44	12.3	20.00	2
38	10.6	30.00	3
37	10.3	40.00	4
23	6.4	50.00	5
20	5.6	60.00	6
19	5.3	70.00	7
6	1.7	80.00	8
15	4.2	90.00	9
7	2.0	100.00	10
38	10.6	110.00	11

ALL CLASSIFICATIONS

=====

UNITS (IN MM): SCX 1. SCY 1.

ID-NO 400 MPa

DCIRCLE CLASSIFICATION

CHANNEL 1 COUNTS 325

NO OF CLASSES 12 CLASSWIDTH/MAX 2.00

SUM VALUE DCIRCLE 2353.670

MEDIAN 7.218

MEAN VALUE 7.242

STANDARD DEVIATION 3.943

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
41	12.6	0.00	0
35	10.8	2.00	1
53	16.3	4.00	2
55	16.9	6.00	3
58	17.9	8.00	4
49	15.1	10.00	5
21	6.5	12.00	6
8	2.5	14.00	7
4	1.2	16.00	8
1	0.3	18.00	9

AREA CLASSIFICATION

CHANNEL 1 COUNTS 325

NO OF CLASSES 10 CLASSWIDTH/MAX 10.00

SUM VALUE AREA 17344.600

MEDIAN 39.839

MEAN VALUE 53.368

STANDARD DEVIATION 49.235

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
67	20.6	0.00	0
33	10.2	10.00	1
32	9.9	20.00	2
31	9.5	30.00	3
21	6.5	40.00	4
20	6.2	50.00	5
18	5.5	60.00	6
25	7.7	70.00	7
8	2.5	80.00	8
15	4.6	90.00	9
17	5.2	100.00	10
38	11.7	110.00	11

ALL CLASSIFICATIONS

=====

UNITS (IN MM): SCX 1. SCY 1.
 ID-NO 400MPa

DCIRCLE CLASSIFICATION

CHANNEL 1 COUNTS 271
 NO OF CLASSES 12 CLASSWIDTH/MAX 2.00
 SUM VALUE DCIRCLE 2202.310
 MEDIAN 8.051
 MEAN VALUE 8.127
 STANDARD DEVIATION 4.070

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
16	5.9	0.00	0
30	11.1	2.00	1
37	13.7	4.00	2
51	18.8	6.00	3
59	21.8	8.00	4
40	14.8	10.00	5
16	5.9	12.00	6
12	4.4	14.00	7
4	1.5	16.00	8
2	0.7	18.00	9
2	0.7	20.00	10
2	0.7	22.00	11

AREA CLASSIFICATION

CHANNEL 1 COUNTS 271
 NO OF CLASSES 10 CLASSWIDTH/MAX 10.00
 SUM VALUE AREA 17569.500
 MEDIAN 50.862
 MEAN VALUE 64.832
 STANDARD DEVIATION 63.742

COUNT	PERCENT	LIMIT	CLASS-NO
41	15.1	0.00	0
17	6.3	10.00	1
29	10.7	20.00	2
25	9.2	30.00	3
29	10.7	40.00	4
19	7.0	50.00	5
14	5.2	60.00	6
15	5.5	70.00	7
13	4.8	80.00	8
7	2.6	90.00	9
41	15.1	100.00	10
		110.00	11