



Universidade Federal da Paraíba

Centro de Tecnologia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

Mestrado – Doutorado

**PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS Al/AICuFe VIA SPARK
PLASMA SINTERING (SPS)**

Por

Katherine de Souza Evangelista

*Dissertação de Mestrado apresentada à Universidade Federal da Paraíba
para obtenção do grau de Mestre.*

João Pessoa – Paraíba

Agosto, 2021

KATHERINE DE SOUZA EVANGELISTA

**PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS Al/AlCuFe VIA *SPARK*
*PLASMA SINTERING (SPS)***

Dissertação apresentada ao curso de Pós-Graduação em engenharia mecânica da Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento às exigências para obtenção do Grau de Mestre.

Orientadora: Prof. Dra. Danielle G. L Cavalcante

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

E92p Evangelista, Katherine de Souza.
Produção de compósitos Al/AlCuFe via Spark Plasma Sintering (SPS) / Katherine de Souza Evangelista. - João Pessoa, 2021.
78 f. : il.

Orientação: Danielle Guedes de Lima Cavalcante. Dissertação
(Mestrado) - UFPB/CT.

1. Engenharia mecânica. 2. Quasicristais. 3. Compósitos. 4.
Alumínio. 5. Sinterização por plasma pulsado. I. Cavalcante, Danielle
Guedes de Lima. II. Título.

UFPB/BC

CDU 621(043)

PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS AL/ALCUFE VIA SPARK PLASMA SINTERING (SPS)

por

KATHERINE DE SOUZA EVANGELISTA

Dissertação aprovada em 31 de agosto de 2021

Danielle Guedes de Lima Cavalcante

Profa. Dra. DANIELLE GUEDES DE LIMA CAVALCANTE
Orientadora – UFPB

Kelly Cristiane Gomes

Profa. Dra. KELLY CRISTIANE GOMES DA SILVA
Examinadora Interna – UFPB

Marcello Filgueira

Prof. Dr. MARCELLO FILGUEIRA
Examinador Externo – UENF

Tibério Andrade dos Passos

Prof. Dr. TIBÉRIO ANDRADE DOS PASSOS
Examinador Externo – UFPB

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Catia e Flavio, que são minha alegria e fortaleza.

AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida e pelas maravilhosas oportunidades que me permite viver, inclusive, desenvolver este trabalho.

Aos meus pais, Catia e Flavio, pelo apoio incondicional. Pelo incentivo e pelos conselhos sem os quais este trabalho com certeza não seria possível, pela companhia em todas as viagens que precisei fazer, pelo suporte que me permitiu dedicação total à pesquisa e por todo investimento que fizeram em minha vida desde que nasci.

Aos meus avós, Graciete e José, pelo apoio e encorajamento constante.

À minha irmã, Caroline, e ao meu cunhado Andrei, por todo incentivo.

À minha orientadora, prof, Dra. Danielle Guedes, por toda paciência, disponibilidade e por todos os ensinamentos, o meu muito obrigada.

Ao prof. Dr. Marcello Filgueira, por possibilitar a realização das sinterizações no LAMAV/UENF, por todo conhecimento compartilhado e pela completa disposição em facilitar o desenvolvimento de várias etapas do trabalho.

Ao colega de mestrado, Rodrigo, pelo auxílio durante todo o trabalho, nas fundições, nos tratamentos, nas preparações de amostras sua ajuda foi imprescindível e por isso te sou muito grata.

Ao Laboratório de Materiais Avançados (LAMAV), da Universidade Estadual do Norte Fluminense (UENF), pelas sinterizações e ensaios de compressão. Aos colegas do LAMAV/UENF, especialmente a Rafael Lugon, do LAMAV/UENF, pela disposição na realização de inúmeras sinterizações, pelas análises no microscópio e pelas análises térmicas, muitíssimo obrigada.

Ao Laboratório de Materiais de Combustível (LACOM), pelas análises de Difração de raios-x. Aos colegas do LACOM, principalmente a Laís Chantelle, pelas inúmeras análises de DRX, realizadas sempre com excelência e prontidão.

Ao Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais (LMCME), da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), pela disponibilização do laboratório para moagens de alta energia e para as preparações metalográficas. Aos colegas do LMCME – UFRN, especialmente a Heytor, pelo auxílio nas moagens.

Ao Laboratório de Caracterização Estrutural de Materiais, da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), pelas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura.

Ao Grupo de Estudos em Tribologia (GET), da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), pelos ensaios de microdureza, em especial aos colegas Hugo e Márcio, pela realização dos ensaios.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais, da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), pelas análises de MEV e EDS, em especial ao Prof. Kleber e à técnica Janaína.

Ao técnico Ericson, do UFPB, por disponibilizar o laboratório para as inúmeras preparações metalográficas.

Aos professores Bruno Guedes, Tibério Passos e toda equipe do LSR pela disponibilidade, muito obrigada.

À CNPq, pelo financiamento deste trabalho.

PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS AL/ALCUFE VIA *SPARK PLASMA SINTERING* (SPS)

RESUMO

Quasicristais são materiais com uma combinação única de propriedades mecânicas e tribológicas, possuem elevada dureza e baixo coeficiente de atrito, por exemplo. Várias são as aplicações investigadas para esses materiais, sendo uma delas como reforço em compósitos de matriz de alumínio. O alumínio e suas ligas têm sido largamente utilizados na indústria, inclusive para aplicações na indústria aeroespacial. Sendo assim, o estudo desses compósitos e o desenvolvimento de métodos de produzi-lo é bastante relevante. Esse projeto teve por objetivo desenvolver compósitos de alumínio reforçados com pós quasicristalinos de modo a combinar as características tão distintas destes dois materiais. Para o presente trabalho, ligas quasicristalinas AlCuFe foram produzidas a partir da fusão em forno a indução. As misturas dos pós Al+AlCuFe em diferentes proporções volumétricas de quasicristal foram obtidas através de moagem de alta energia. Os compósitos de matriz de alumínio com reforço de ligas quasicristalinas foram produzidos usando a técnica SPS (*Spark Plasma Sintering*), eles foram caracterizados técnicas de DRX e MEV e submetidos a ensaios de microdureza e de compressão. A caracterização apontou a preservação da fase quasicristalina após o processo de sinterização, bem como a presença de traços da fase cristalina λ , do sistema AlCuFe. Os resultados mostraram ainda que com o aumento na proporção do reforço houve aumento no limite de escoamento, chegando à 127,9MPa para o compósito contendo 20% de reforço, um aumento considerável quando comparado ao valor observado para a amostra sem reforço, 55,2Mpa. Este comportamento também foi observado nos resultados da microdureza dos compósitos, que aumentou em até 56% para o compósito contendo 20% de reforço, com relação ao alumínio puro. Dentre os compósitos produzidos o que melhor combina a ductilidade do alumínio com a dureza do quasicristal foi o Al+20%AlCuFe, produzindo um material com ótima relação densidade/resistência.

Palavras chaves – quasicristais, SPS, AlCuFe, compósitos, alumínio.

PRODUCTION OF AL / ALCUFE COMPOSITES VIA SPARK PLASMA SINTERING (SPS)

ABSTRACT

Quasicrystals are materials with a unique combination of mechanical and tribological properties, they have high hardness and low friction coefficient, for example. There are several applications investigated for these materials, one of them being as reinforcement in aluminum matrix composites. Aluminum and its alloys have been widely used in industry, including for applications in the aerospace industry. Therefore, the study of this composite and the development of methods of producing it is quite relevant. This project aimed to develop aluminum composites reinforced with quasicrystalline powders in order to combine the distinct characteristics of these two materials. For the present work, quasicrystalline alloys AlCuFe were produced by melting in an induction furnace. The mixture of Al+AlCuFe powders in different volumetric proportions of quasicrystal were obtained by in high-energy ball milling. Aluminum matrix composites reinforced with quasicrystalline alloys were produced using SPS (Spark Plasma Sintering) technique. The composites were characterized using XRD and SEM techniques. Microhardness and compression tests were also performed. The characterization showed the preservation of the quasicrystalline phase after sintering, as well the presence of the λ crystalline phase of the AlCuFe system. Results also showed that yield strength increased with proportion of reinforcement, reaching 127.9Mpa for the sample containing 20% of reinforcement, a considerable increase, when compared to the sample without reinforcement, only 55,2Mpa. This same behavior was observed for micro hardness, which had an increase of up to 56% for the sample containing 20% of reinforcement when compared to pure aluminum. Among the composites produced in this work, the one that best combined the aluminium ductility with the quasicrystal hardness was Al+20% AlCuFe, producing a material with great density/resistance ratio.

Keywords – quasicrystals, SPS, AlCuFe, composites, aluminum.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	16
1.1 MOTIVAÇÃO.....	16
1.2 OBJETIVO GERAL.....	17
1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 QUASICRISTAIS	19
2.1.1. Introdução.....	19
2.1.2. Características dos quasicristais	21
2.2 O QUASICRISTAL ALCUFE.....	22
2.3 ALUMÍNIO	26
2.4 MATERIAIS COMPÓSITOS	28
2.4.1. Alumínio em compósitos.....	29
2.4.2. Quasicristais em compósitos	30
2.4.3. Compósitos Al/AlCuFe	31
2.5 SPARK PLASMA SINTERING (SPS).....	34
2.5.1. Princípio	34
2.5.2. Equipamento.....	35
2.5.3. Processo	37
2.5.4. Compósitos Al/AlCuFe via SPS.....	38
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	40
3.1 INTRODUÇÃO.....	40

3.2 PRODUÇÃO DAS LIGAS	41
3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS	41
3.4 MOAGEM DAS LIGAS	42
3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS QUASICRISTALINAS.....	42
3.6 MISTURA DOS PÓS.....	42
3.7 SINTERIZAÇÃO DOS PÓS.....	43
3.7.1. Cálculo da massa do compactado.....	44
3.7.2. Configuração e parâmetros da sinterização.....	45
3.8 ANÁLISE DA DENSIFICAÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	48
3.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	48
3.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (MEV/EDS)	49
3.11 ENSAIOS DE MICRODUREZA.....	49
3.12 ENSAIOS DE COMPRESSÃO	50
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	51
4.1. PRODUÇÃO DAS LIGAS QUASICRISTALINAS	51
4.2. MISTURA DOS PÓS DA MATRIZ COM O REFORÇO	52
4.2.1. Análise granulométrica.....	52
4.2.2. Difração de raios-x	55
4.3. SINTERIZAÇÃO DOS PÓS VIA SPS	56
4.4. ANÁLISE DA DENSIDADE DOS COMPÓSITOS	58
4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	60
4.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)	61
4.7. ENSAIOS DE MICRODUREZA.....	66
4.8. ENSAIOS DE COMPRESSÃO	68

5. CONCLUSÕES	70
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	72
REFERÊNCIAS	73

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1- Padrão de difração gerado por computador de um quasicristal icosaedral observado ao longo de uma de suas direções de simetria ordem 5. A simetria pentagonal é perfeita ao redor do centro da imagem e se estende ao infinito, apresentando um aumento na distância entre os pares de pontos de acordo com o número irracional $\tau = (1+\sqrt{5})/2$, o número de ouro.	20
Figura 2.2 - Região rica em alumínio do diagrama de fases AlCuFe. Círculos brancos representam regiões de uma fase, círculos pretos e brancos representam regiões com duas fases e círculos pretos representam regiões com três fases simultâneas.	23
Figura 2.3 - Morfologias presentes em uma liga $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ fundida.....	25
Figura 2.4 - Micrografias ópticas das ligas $Al_{62,5}Cu_{25,5}Fe_{12}$ (a) antes e (b) depois do tratamento térmico.	26
Figura 2.5 - Difratoograma do alumínio puro.	27
Figura 2.6– Representação esquemática das diversas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa que podem influenciar as propriedades dos compósitos. (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e (e) orientação.	29
Figura 2.7 - Imagens de MEV dos compósitos com (a) 20%, (b) 40% e (c) 60% de $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$	32
Figura 2.8– Difratoogramas dos compósitos com 20%, 40% e 60% de $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$	33
Figura 2. 9 – Gráficos tensão vs. Deformação verdadeiras de compósitos obtidos por extrusão. Ensaios realizados à temperatura ambiente com velocidade de deformação de $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	34
Figura 2.10 - Comparação dos perfis de cerâmica $BaTiO_3$ obtidos por sinterização convencional e por Spark Plasma Sintering (SPS).	35
Figura 2.11 - Molde de grafite utilizado nas sinterizações dos corpos de prova.....	36
Figura 2.12 - Esquema do processo SPS.	36
Figura 2.13 – Estágios da sinterização por plasma pulsado (SPS).	37

Figura 2.14 – Efeito Joule durante SPS.....	38
Figura 3.1 - Fluxograma da metodologia utilizada.....	40
Figura 3.2 – (a) forno utilizado para fundição, (b) elementos preparados para fundição no cadinho.	41
Figura 3.3 – Cadinho acoplado pronto para moagem no moinho planetário de bolas utilizado	43
Figura 3.4 – Equipamento de SPS pronto para iniciar sinterização.	44
Figura 3.5 – Esquema do processo SPS.	46
Figura 3.6 – Matriz preparada para sinterização com termopar conectado.....	46
Figura 3.7 – Exemplo de ciclo de sinterização utilizado.....	47
Figura 4.1 - Curva de DRX das amostras de ligas quasicristalinas produzidas no forno por indução sob atmosfera inerte e tratadas termicamente.	52
Figura 4.2 – Análise granulométrica (a) da liga AlCuFe obtida por fusão no forno por indução sob atmosfera inerte e tratada térmicamente; (b) do pó de alumínio.....	53
Figura 4.3 – Análise granulométrica das misturas (a) Al + 0% AlCuFe; (b) Al + 10% AlCuFe e (c) Al + 20% AlCuFe e (d) Al + 30% AlCuFe.....	54
Figura 4.4 – Morfologia dos pós (a) da liga AlCuFe antes da mistura e (b) da mistura Al+10%AlCuFe.....	54
Figura 4.5 – Curvas de DRX das misturas após moagem no moinho planetário de bolas..	55
Figura 4.6 – Curvas de temperatura e deformação da sinterização à (a) 450° e (b)550°	56
Figura 4.7 – Curvas de temperatura, deslocamento dos pistões, tensão e corrente para sinterizações contendo (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% AlCuFe.....	57
Figura 4.8 – Compósitos sinterizados via SPS.....	58
Figura 4.9 – Microscopia confocal a laser das amostras Al+20% AlCuFe sinterizado à (a) 450°C e (b) 550°C.	59
Figura 4.10 - DRX dos compósitos Al/AlCuFe produzidos via SPS.....	60
Figura 4.11 – Imagens de MEV obtidas para os compósitos (a) Al/0% AlCuFe, (b) Al/10% AlCuFe, (c) Al/20% AlCuFe e (d) Al/30% AlCuFe.	62
Figura 4.12 – Imagens das partículas da fase reforço e respectivos espectros das fases quasicristalinas dos compósitos (a) Al/10%AlCuFe, (b) Al/20%AlCuFe e (c) Al/30%AlCuFe.....	63

Figura 4.13 - Imagens das partículas da fase reforço e respectivos espectros da segunda fase cristalina dos compósitos (a) Al/10% AlCuFe, (b) Al/20% AlCuFe e (c) Al/30% AlCuFe. .	65
Figura 4.14 – Imagem e espectro da amostra AL/0% AlCuFe.....	66
Figura 4.15 – Resultados dos ensaios de micro dureza dos compósitos.	67
Figura 4.16 - Gráficos dos ensaios de compressão dos compósitos.....	69

LISTA DE TABELAS

Tabela 2. 1- Simetrias permitidas para cada estrutura.....	21
Tabela 2.2 - Comparação das propriedades físicas de metais que são constituintes típicos e ligas quasicristalinas.	22
Tabela 2.3 - Mais importantes fases e estruturas no sistema Al-Cu-Fe.	24
Tabela 2.4 – Principais aplicações do alumínio e suas ligas e as características associadas.	28
Tabela 2.5 – Métodos de obtenção de compósitos Al/QC-AlCuFe	31
Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados nas sinterizações.....	48
Tabela 4.1 – Diâmetro médio dos pós após mistura.....	53
Tabela 4.2 – Resultados dos cálculos de densificação dos compósitos	59
Tabela 4.3 – Quantificação dos elementos da fase quasicristalina do reforço nos compósitos.	64
Tabela 4.4 – Quantificação dos elementos da fase cristalina no reforço nos compósitos... ..	64
Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de microdureza dos compósitos.....	67
Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de compressão dos compósitos.	69

LISTA DE SÍMBOLOS

CFC - Cúbico de face centrada

QC - Quasicristal

T - Número de ouro

HV - Dureza Vickers

Ψ - Fase icosaédrica quasicristalina

ω - Fase tetragonal

η - Fase ortorrômbica

ϵ - Fase tetragonal

τ - Fase ortorrômbica

λ - Fase monoclínica

μ - Fase monoclínica

β - Fase cúbica

Φ - Fase tipo Ni_3Al_2

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

1.1 MOTIVAÇÃO

Desde sua descoberta as ligas quasicristalinas têm atraído considerável atenção da comunidade científica devido sua interessante combinação de propriedades. Quasicristais apresentam baixo coeficiente de atrito, por exemplo, além disso possuem elevada dureza e fragilidade (DUBOIS, 2012). Uma das ligas quasicristalinas estudadas é a do sistema AlCuFe, cujos materiais constituintes possuem alta disponibilidade e baixo custo (BESSER E EISENHAMMER, 1997). A literatura reporta diversas aplicações para a referida liga, uma delas diz respeito à utilização em superfícies seletivas para absorção solar (EISENHAMMER *et al.*, 1997), outra aplicação interessante é em revestimentos de utensílios de cozinha (JANOT 1996).

Além disso, as ligas AlCuFe têm sido recorrentemente utilizadas como reforço em compósitos de matriz de alumínio, onde contribui para aumento da dureza e melhora no desempenho tribológico, quando comparado ao alumínio puro (ALI *et al.*, 2014, LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015). Considerando a elevada aplicabilidade do alumínio, o estudo da produção de um material combinando as propriedades do alumínio e do quasicristal é um bastante pertinente.

A utilização de *Spark Plasma Sintering* na obtenção de compósitos de base metálica é promissora pois trata-se de uma técnica com curtos tempos de duração, possuindo assim, maior possibilidade de emprego na indústria quando comparada aos métodos mais comuns atualmente. A SPS também possibilita a sinterização em temperaturas mais baixas e, em

geral, produz sinterizados com excelentes taxas de densificação (MUNIR e OHYANAGI, 2021). Trabalhos anteriores demonstraram o sucesso do SPS no desenvolvimento de compósitos cuja base é alumínio com reforço de ligas AlN, SiN e também ligas com a fase aproximante à fase quasicristalina, ω -AlCuFe (JOSEPH *et al.*, 2018, SWEET *et al.*, 2015).

Dessa forma, este trabalho visa estudar o desenvolvimento de compósitos de matriz metálica tendo como base alumínio e como reforço a fase quasicristalina da liga AlCuFe aplicando a técnica SPS.

1.2 OBJETIVO GERAL

O trabalho apresentado tem por objetivo a produção de compósitos de alumínio reforçados com ligas quasicristalinas AlCuFe, sinterizados via *Spark Plasma Sintering* (SPS).

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produção de quasicristais do sistema AlCuFe, por fusão a indução sob atmosfera inerte ou sob proteção de fluxo;
- Estabilização da fase icosaedral por tratamentos térmicos dos quasicristais produzidos;
- Caracterizações microestruturais das ligas obtidas por difração de raios-x;
- Adequação a granulometria do quasicristal à granulometria do pó de alumínio que será usado como matriz;
- Obtenção da mistura dos pós quasicristalinos e matriz de pós de alumínio, em diferentes proporções volumétricas através de moagem de alta energia;
- Caracterizações microestruturais dos pós moídos por difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Sinterização dos compósitos via técnica de SPS (*Spark plasma sintering*);
- Análise dos compósitos produzidos quanto à densificação;
- Caracterização microestrutural dos compósitos produzidos, através de difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV);

- Análise das propriedades dos compósitos produzidos através de ensaios de microdureza e de compressão e comparação dos resultados obtidos com relação às diferentes proporções volumétricas usadas na mistura dos pós da liga quasicristalina com os pós da matriz.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 QUASICRISTAIS

2.1.1. Introdução

Os quasicristais são materiais com características microestruturais únicas. A estrutura quasicristalina foi observada pela primeira vez em 1982 (SCHECHTMAN *et al.*, 1984), até então aceitava-se que materiais metálicos eram divididos em duas categorias, cristalinos e não-cristalinos, ou amorfos. Materiais cristalinos obedecem a uma periodicidade no arranjo dos átomos, o que não é presente nos materiais não-cristalinos (CALLISTER, 2002). A periodicidade encontrada nos materiais cristalinos obedece determinados padrões, dentre eles está a simetria rotacional (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

O conceito de simetria rotacional está ligado ao posicionamento entre átomos numa mesma direção. Para ilustrar, seja um determinado eixo que passa por uma figura, diz-se que há simetria rotacional, se ao rotacionar a figura ao redor deste eixo, volta-se para a configuração original. Por exemplo, um eixo que passa pelo meio de um quadrado, ao se rotacionar o quadrado uma vez ao redor do eixo, ela terá a mesma configuração original a cada 90° , ou seja, 4 vezes em uma volta, então, diz-se que a figura tem simetria rotacional de ordem 4.

Em estruturas cristalinas só são encontradas simetrias 2, 3, 4 e 6 (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). Foi a descoberta de Schechtman *et al.* (1984) que atraiu a atenção da

comunidade científica para a real possibilidade da existência de uma terceira categoria para classificação de materiais quanto ao arranjo de átomos.

Ao solidificar rapidamente uma liga AlMn, Shechtman Schechtman *et al.* (1984) observou simetrias de ordem 5 claramente visíveis no padrão de difração de elétrons. Subsequentemente, outras simetrias igualmente intrigantes passaram a ser encontradas em certas ligas e vieram a ser conhecidos assim, os quasicristais. A Figura 2.1 apresenta um padrão de difração de quasicristal com simetria de ordem 5.

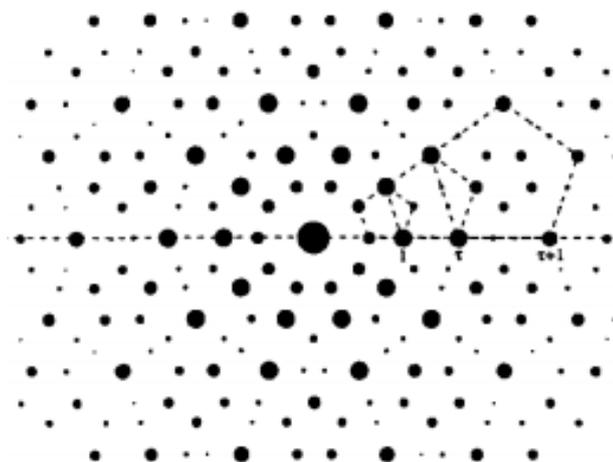


Figura 2.1- Padrão de difração gerado por computador de um quasicristal icosaedral observado ao longo de uma de suas direções de simetria ordem 5. A simetria pentagonal é perfeita ao redor do centro da imagem e se estende ao infinito, apresentando um aumento na distância entre os pares de pontos de acordo com o número irracional $\tau = (1 + \sqrt{5})/2$, o número de ouro.

Fonte: (SORDELET E DUBOIS, 1997)

Na Tabela 2.1 estão dispostas as simetrias correspondentes às estruturas cristalinas, bem como as encontradas nos quasicristais.

Tabela 2. 1- Simetrias permitidas para cada estrutura

Fonte: Da autora.

Estruturas	Simetrias Rotacionais
Cristalinas	1, 2, 3, 4 e 6
Quasicristalinas	5, 8, 10 e 12

Então, quasicristais são definidos como estruturas onde existe um arranjo à longo alcance. Esse arranjo está relacionado com o chamado número de ouro τ , definido pela equação matemática da Eq. (2.1). O distanciamento entre dois pontos de um quasicristal é crescente a partir do centro da imagem estendendo-se ao infinito, como representado na Fig. (2.1).

$$\tau = (1+\sqrt{5})/2 \quad (2.1)$$

2.1.2. Características dos quasicristais

Como já foi mencionado na introdução os quasicristais possuem uma combinação de características mecânicas e superficiais interessante, com elevada dureza e baixo coeficiente de atrito (DUBOIS, 2012, LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015). Em temperaturas próximas ao seu ponto de fusão os quasicristais assumem comportamento plástico (DUBOIS, 2005).

Ligas quasicristalinas diferem consideravelmente em suas propriedades das de seus constituintes. Por exemplo, ligas do sistema AlCuFe possuem elevada dureza, diferente de seu constituinte principal, o alumínio. Uma comparação entre as propriedades de metais que são constituintes típicos de quasicristais e de ligas quasicristalinas é apresentada na Tab. (2.2).

Tabela 2.2 - Comparação das propriedades físicas de metais que são constituintes típicos e ligas quasicristalinas.

Fonte: (MACIÁ BARBER, 2019).

Propriedades	Metais	Quasicristais
Elétricas	Elevada condutividade	Baixa condutividade
	Resistividade aumenta com a temperatura	Resistividade diminui com temperatura
	Baixa termoeletricidade	Termoeletricidade moderada
Térmicas	Elevada condutividade	Baixíssima condutividade
	Alto calor específico	Baixo calor específico
Magnéticas	Paramagnético	Diamagnético
	Ferromagnético	
Óticas	Pico Drude	Sem pico Drude
Mecânicas	Ductilidade, maleabilidade	Frágil
Tribológicas	Relativamente macio	Muito duro
	Atrito moderado	Baixo coeficiente atrito
	Corrosivo	Resistente a corrosão

A fragilidade das ligas quasicristalinas é um fator limitante para algumas aplicações, contudo elas têm grande potencial para melhorar propriedades de matrizes metálicas dúcteis (EL KABIR *et al.*, 2008, KALOSHKIN *et al.*, 2004). Este assunto será tratado em outro tópico.

2.2 O QUASICRISTAL ALCUFE

O sistema AlCuFe trata de um conjunto de ligas de alumínio, cobre, ferro, dentre as quais a fase quasicristalina é presente em determinada faixa de composição. O estudo do sistema AlCuFe ao longo dos anos permitiu o desenvolvimento de alguns diagramas de equilíbrio. Inicialmente, antes mesmo da descoberta de estruturas quasicristalinas, nos estudos de BRADLEY E GOLDSMITH (1939), apresentado na Fig. (2.2).

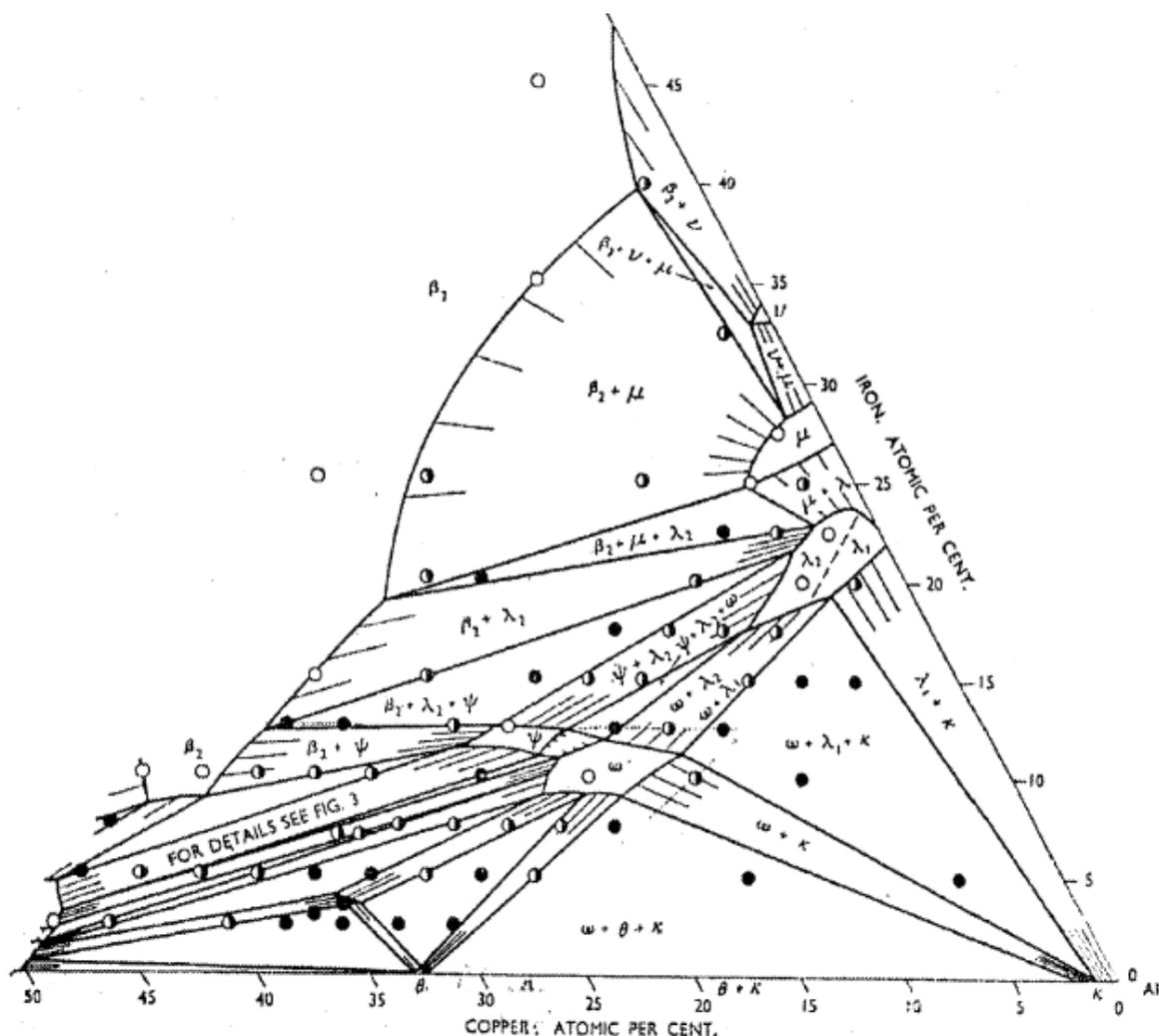


Figura 2.2 - Região rica em alumínio do diagrama de fases AlCuFe. Círculos brancos representam regiões de uma fase, círculos pretos e brancos representam regiões com duas fases e círculos pretos representam regiões com três fases simultâneas.

Fonte: (BRADLEY E GOLDSMITH, 1939).

Neste diagrama a fase quasicristalina foi representada pela fase ψ , então desconhecida, e segundo ele a fase é formada pela reação peritética da fase β com líquido e está compreendida na composição nominal $Al_{65}Cu_{22,5}Fe_{12,5}$ (BRADLEY E GOLDSMITH, 1939, HUTTENEN-SAARIVIRTA, 2004). Conforme o estudo do sistema se aprofundou foram desenvolvidos outros diagramas ternários e binários para representar o comportamento dele e assim explicar como ocorre a formação da então descoberta fase quasicristalina AlCuFe. Com relação a composição desta fase, ela depende não somente do resfriamento mas também das fases que coexistem em equilíbrio (GUI *et al.*, 2001).

O quasicristal AlCuFe possui estrutura icosaedral. As fases mais importantes do

sistema AlCuFe e suas estruturas estão dispostas na Tab. (2.3).

Tabela 2.3 - Mais importantes fases e estruturas no sistema Al-Cu-Fe.

Fonte: (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Fase	Fórmula ideal	Estrutura
η	AlCu	Ortorrômbica – relacionada com δ -Ni ₂ Al ₃
τ	AlCu(Fe)	
θ	Al ₂ Cu	Tetragonal
λ	Al ₇ Fe ₂	Ortorrômbica
λ_1, λ_2	Al ₃ Fe	Diferentes quantidades de Cu dissolvido
λ	Al ₁₃ Fe ₄	Monoclínica
μ	Al ₅ Fe ₂	Monoclínica
β_1	AlFe ₃	Cúbica de corpo centrado
β	Al ₅ (CuFe) ₅ , AlFe(Cu)	Cúbica (tipo CsCl)
ϕ	Al ₁₀ Cu ₁₀ Fe	Relacionada com δ -Ni ₂ Al ₃
χ	Al ₁₈ Cu ₁₀ Fe	Relacionada com ϕ
ψ	Al ₆ Cu ₂ Fe	Icosaedral
ω	Al ₇ Cu ₂ Fe	Tetragonal

Há a necessidade de se falar brevemente sobre fases aproximantes ou aproximadas. Nos primórdios do estudo dos quasicristais as fases quasicristalinas obtidas por diversos métodos de produção eram termodinamicamente instáveis, com o passar do tempo e com o aprofundamento dos estudos foi possível desenvolver métodos e conhecer ligas que gerassem quasicristais estáveis. Contudo para se atingir a composição de um quasicristal estável em muitos casos a faixa de composição da liga é bem estreita. Uma variação, mesmo que não tão grande nesta composição pode fazer com que o material caia na faixa das fases aproximantes. Este termo refere-se às fases cristalinas de composição muito próxima à fase quasicristalina (DONG, 1995).

A fase quasicristalina icosaedral no sistema AlCuFe apresenta cristais na forma de dodecaedros pentagonais, estes cristais também podem assumir a forma característica conhecida como “couve-flor”, mostrados nas micrografias da Fig. (2.3).

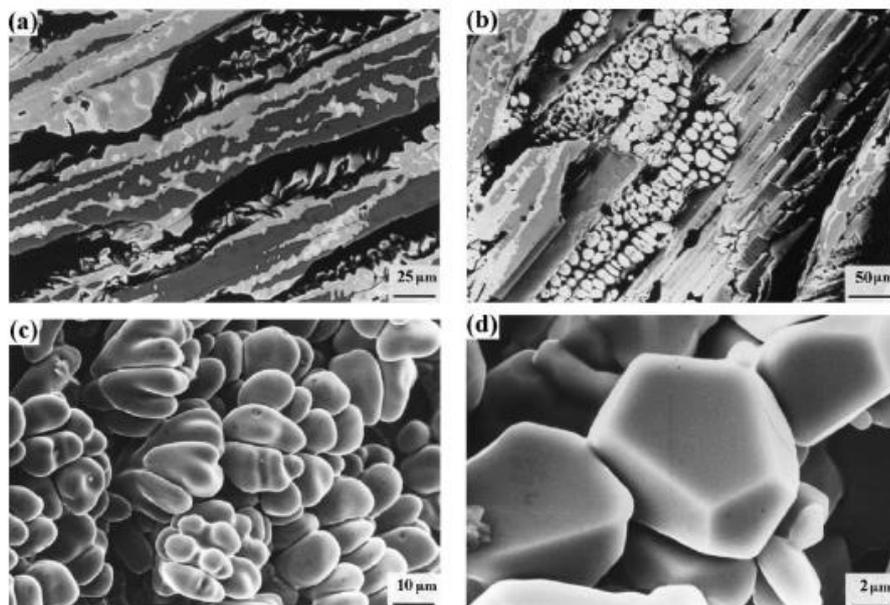


Figura 2.3 - Morfologias presentes em uma liga $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ fundida.

Fonte: (CHEUNG *et al.*, 2001)

Dentre os métodos mais utilizados para a obtenção de ligas quasicristalinas está a fusão e solidificação, sob atmosfera inerte. A fase icosaedral é estável em elevadas temperaturas para determinadas faixas de composição. Essa faixa de composição é mais ampla em $750^{\circ}C$, de maneira que o ideal seria preservar a microestrutura desta temperatura na solidificação, visando homogeneidade da fase icosaedral. Contudo, na maioria dos casos a liga produzida contém tanto a fase quasicristalina quanto fases cristalinas (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Para se atingir maior homogeneidade da fase quasicristalina é necessário realizar subsequente tratamento térmico. O tratamento utilizado consiste quase sempre em submeter a liga a aquecimento até $750^{\circ}C$ e manter na temperatura determinado tempo. Por exemplo, um trabalho que analisou a formação da fase icosaedral para algumas composições observou que ligas com composição $Al_{62,5}Cu_{25,5}Fe_{12}$, antes do tratamento térmico continham além da fase icosaedral, as fases $\beta-AlFe(Cu)$, $\lambda-Al_{13}Fe_4$ e $\tau-AlCu(Fe)$. Após tratamento térmico em $750^{\circ}C$ por 3h foi obtida homogeneização quase total da fase icosaedral (LEE *et al.*, 2001). A Figura (2.4) apresenta as micrografias ópticas dos referidos resultados.

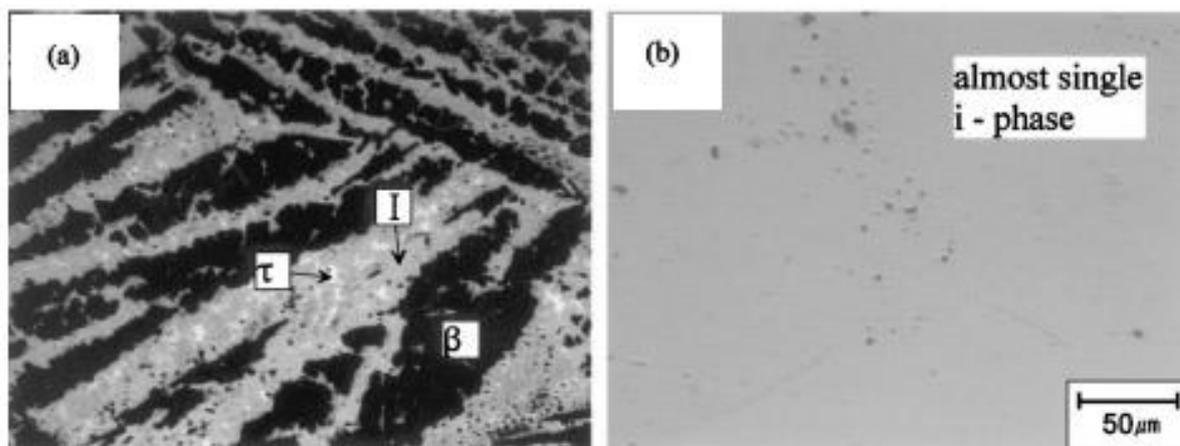


Figura 2.4 - Micrografias ópticas das ligas $Al_{62,5}Cu_{25,5}Fe_{12}$ (a) antes e (b) depois do tratamento térmico.

Fonte: (LEE *et al.*, 2001).

Quanto às propriedades vale o que já foi mencionado para as ligas quasicristalinas em geral. Quando comparadas com ligas de alumínio cristalinas elas possuem baixas condutividades térmica e elétrica e possuem elevada dureza, manifestando comportamento plástico em temperaturas elevadas próximas de seu ponto de fusão.

Devido ao seu baixo custo e alta disponibilidade, aliadas às propriedades usuais dos demais quasicristais, sugerem uma gama de possíveis aplicações a serem exploradas para esta liga. As aplicações para ligas icosaedrais Al-Cu-Fe vão desde superfícies seletivas em absorção de energia solar, passando por revestimentos de pistões e cilindros até os bem-sucedidos revestimentos para itens de cozinha, que utilizam ao máximo das propriedades tribológicas do material (EINSENHAMMER *et al.*, 1997, JANOT, 1996, SORDELET *et al.*, 2000).

2.3 ALUMÍNIO

Apesar de não ser encontrado em sua forma bruta na natureza, o alumínio é o metal mais abundante na crosta terrestre. Obtido através de processos que convertem a bauxita em óxido de alumínio e então no alumínio propriamente dito. Ele possui estrutura cristalina CFC, e é caracterizado pelo difratograma de raios-x apresentado na Fig. (2.5).

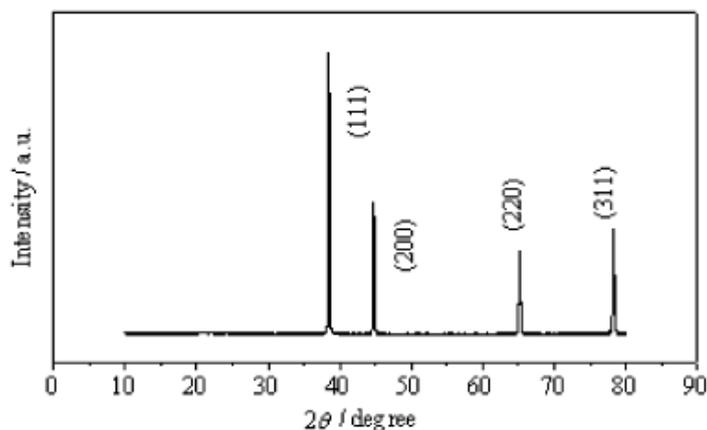


Figura 2.5 - Difratograma do alumínio puro.

Fonte: (LEI e MA, 2010).

Este metal tem como principais características sua baixa densidade ($2,7\text{g/cm}^3$), elevadas condutividades térmica e elétrica, resistência à corrosão e alta ductilidade (CALLISTER, 2002). O ponto de fusão do alumínio é relativamente baixo (660°C), o que é um empecilho para seu uso em situações que exijam temperaturas mais elevadas. Apesar disso, sua combinação rara de propriedades confere-lhe uma ampla gama de aplicações. De acordo com o Instituto Internacional do Alumínio (IAI), estima-se que 400 toneladas de alumínio sejam utilizadas hoje em transporte, infraestrutura e uso doméstico.

O alumínio é comumente utilizado em ligas, onde é o principal componente. Outros componentes são cobre, silício, lítio e manganês, por exemplo, e mesmo pequenas variações nas composições podem ter alterações importantes em suas propriedades. Ligas ampliam a aplicabilidade do alumínio pois aumentam sua resistência mecânica. Elas são divididas em forjadas e fundidas e as que são ou não tratáveis termicamente. Há ainda as ligas alumínio-lítio, leves e com boas propriedades de fadiga e tenacidade, têm sido utilizadas na indústria aeroespacial (CALLISTER, 2002). Além de ser extensamente utilizado em ligas, o alumínio é usado em compósitos, este assunto será abordado nos tópicos 2.4.1 e 2.4.3.

Algumas das principais aplicações do alumínio e suas ligas e as características associadas às respectivas aplicações são apresentadas na Tab. (2.4).

Tabela 2.4 – Principais aplicações do alumínio e suas ligas e as características associadas.

Fonte: Adaptado de (CALLISTER, 2002).

Aplicações	Características associadas
Indústria de transporte - Peças estruturais de aeronaves; Carcaças de ônibus; Peças automobilísticas (blocos de motor, pistões e tubos de distribuição)	Baixa densidade; Alta relação resistência/peso
Fios e cabos	Elevada condutividade elétrica
Utensílios de cozinha	Elevada condutividade térmica
Revestimentos na construção civil	Resistência a corrosão

2.4 MATERIAIS COMPÓSITOS

Cada material tem suas vantagens e desvantagens, contudo para determinadas aplicações faz-se necessário atenuar as desvantagens ou mesmo realçar as vantagens. Nesses casos, um recurso que pode ser utilizado é o compósito. Compósitos são combinações de dois ou mais fases que funcionam juntos, como um só material, mas possuem propriedades que não existiriam em um só material. A própria natureza apresenta materiais compósitos. A madeira, por exemplo, possui fibras de celulose, mais flexíveis, envoltas por lignina, mais rígida. Compósitos têm sido extensamente utilizados nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, onde sempre se procura materiais com baixa densidade, alta resistência e resistentes à corrosão (CALLISTER, 2002). Em geral, é fato que o desenvolvimento de compósitos experimenta um crescimento considerável. Compósitos são formados por uma fase matriz e uma fase dispersa, as propriedades do compósito serão resultado da natureza dos materiais e de alguns outros fatores que relacionam a fase matriz e a dispersa. A Figura 2.6 ilustra alguns destes fatores.

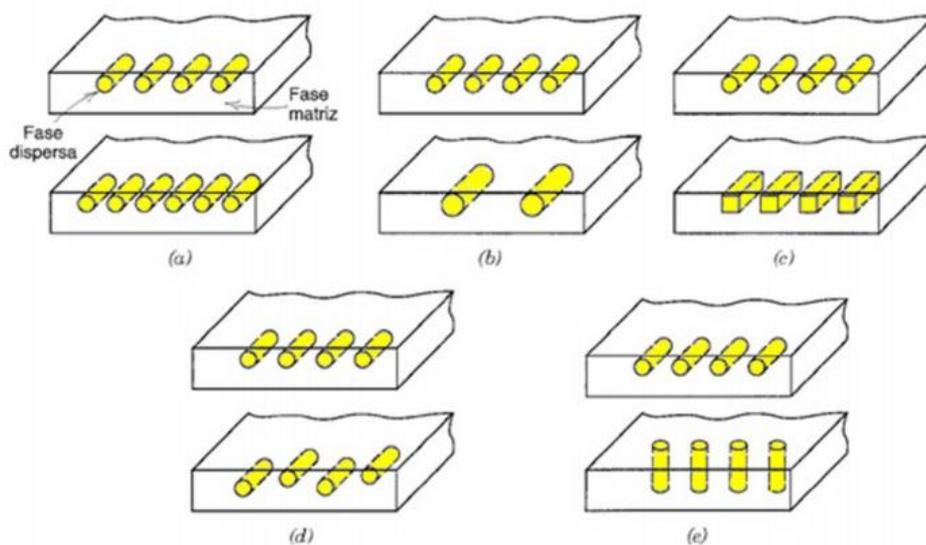


Figura 2.6– Representação esquemática das diversas características geométricas e espaciais das partículas da fase dispersa que podem influenciar as propriedades dos compósitos. (a) concentração, (b) tamanho, (c) forma, (d) distribuição e (e) orientação.

Fonte: (CALLISTER, 2002)

A fase matriz pode ser polimérica, quando se deseja material com elevada ductilidade, cerâmica, é o caso dos cimentos, ou metálicas, que será o foco deste trabalho.

Compósitos de matrizes metálicas (MMC – Metal Matrix Composites) possuem uma matriz metálica geralmente dúctil e são reforçados de maneira a aumentar a rigidez, resistência à fluência, condutividade térmica, dentre outros. A concentração do reforço gira em torno de 10 a 60% vol. Estes tipos de compósitos possuem custo mais elevado que os poliméricos, por isso seu uso se dá em situações mais criteriosas. Aplicações de MMC's incluem ônibus espaciais, que usam matriz de alumínio reforçada por fibras de boro e o telescópio Hubble, onde a matriz é reforçada por fibras contínuas de grafita. Há aplicações também na indústria automobilística, também com matriz de alumínio e reforço de fibras de alumina e fibras de carbono, visando leveza e resistência ao desgaste.

2.4.1. Alumínio em compósitos

No item anterior, ao se mencionar exemplos de compósitos de matriz metálica surgiram vários envolvendo alumínio. Este elemento quando aplicado em compósitos é

naturalmente de interesse principalmente das indústrias aeronáutica, automobilística e aeroespacial, pois neste caso ao adicionar um reforço à matriz dúctil de alumínio o resultado é uma excelente combinação de resistência e condutividade térmica para um material leve.

Dentre os materiais usados como reforço pode-se citar óxido de alumínio, carbetos de silício e carbetos de Boro (MAVHUNGU *et al.*, 2017). Estes compósitos melhoram as propriedades mecânicas e tribológicas com relação à matriz pura (CHAKRAPANI E SURYAKUMARI, 2020).

Como método de obtenção destes compósitos tem-se a metalurgia do pó, processo que se divide em moagem, compactação e sinterização. Além deste, vale citar a técnica de sinterização por SPS, uma técnica relativamente nova, mas que tem se mostrado útil na produção de compósitos de matriz metálicas (CHAKRAPANI E SURYAKUMARI, 2020). Esta técnica será abordada com maior ênfase no tópico 2.5.

2.4.2. Quasicristais em compósitos

Os quasicristais, mesmo possuindo interessantes propriedades mecânicas e tribológicas, apresentam uma característica que, não raro, prova ser difícil sua aplicação em diversas situações, trata-se da elevada fragilidade. Sendo assim, e considerando o exposto no tópico 2.4, a utilização de ligas quasicristalinas em compósitos se torna bastante atraente, tendo em vista que dessa maneira pode-se atenuar as desvantagens do mesmo, sem perder suas características desejáveis.

Uma das opções para utilização de quasicristais em compósitos é como matriz. Neste caso o reforço será um material dúctil de maneira a atenuar a elevada fragilidade do quasicristal, resultando em compósitos com excelentes propriedades tribológicas. Alguns trabalhos estudaram a produção de compósitos de matriz AlCuFe reforçados com Sn e obtiveram melhores propriedades tribológicas (FENG *et al.*, 2005, FLEURY *et al.*, 2004, CAVALCANTE, 2011).

A outra opção é utilizar materiais quasicristalinos como reforço em matrizes com elementos (ou ligas) dúcteis (SORDELET *et al.*, 1998). Quasicristais AlCuFe foram utilizados como reforço em compósitos de matriz polimérica e mostraram compósitos com melhor resistência ao desgaste em relação ao polímero puro (ANDERSON *et al.*, 2002, BLOOM *et al.*, 2000). Um trabalho ainda constatou que entre os polímeros que usaram

reforço só com fase icosaedral e os que usaram uma mistura da fase icosaedral com a fase β cúbica a resistência ao desgaste foi similar, podendo-se eliminar a etapa de tratamento térmico na produção dos quasicristais (BLOOM *et al.*, 2003).

Por fim, é imperativo mencionar a utilização de quasicristais como reforço em compósitos de matrizes metálicas. Nesse caso, a matriz metálica dúctil é reforçada pelas partículas de quasicristal tanto nos aspectos mecânicos quanto tribológicos (ALI *et al.*, 2014, GUO *et al.*, 2015). Uma combinação recorrente em compósitos desta classificação é matriz de alumínio com reforço de quasicristal AlCuFe, que será abordada na seção seguinte.

2.4.3. Compósitos Al/AlCuFe

Na literatura é possível encontrar trabalhos que produzem compósitos com matriz de alumínio reforçados por partículas de quasicristais AlCuFe por uma série de métodos. Alguns dos métodos mais utilizados estão esquematizados na Tab. (2.5).

Tabela 2.5 – Métodos de obtenção de compósitos Al/QC-AlCuFe

Fonte: Da autora.

Método	Referência
Fundição convencional	(FLEURY <i>et al.</i> , 2000, LEE <i>et al.</i> , 2000)
Extrusão a quente	(ALI <i>et al.</i> , 2014, FLEURY <i>et al.</i> , 2001, PASSOS <i>et al.</i> , 2010, WOLF <i>et al.</i> , 2016)
Ligação mecânica	(KALOSHKIN <i>et al.</i> , 2004)
Prensagem uniaxial a quente	(LITYNSKA-DOBRZYNSKA <i>et al.</i> , 2015)
<i>Stir casting</i>	(GONZAGA <i>et al.</i> , 2020)
Prensagem isostática a quente	(EL KABIR <i>et al.</i> , 2008)

Com relação às condições que se realizaram as consolidações destes compósitos podemos citar LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.* (2015), que utilizaram prensagem uniaxial a quente, temperatura de 673K, pressão 600Mpa por 10 min. ALI *et al.* (2014) fizeram pré-compactação por prensagem uniaxial à quente, temperatura de 523K, pressão de

673Mpa por 10 min, seguido por extrusão à quente em diversas temperaturas entre 693 e 848K com pressão de 530Mpa. Já PASSOS *et al.* (2010) fizeram a pré-compactação por prensagem isostática à frio, seguido de extrusão à quente, temperatura de 773K e pressão de 500Mpa. EL KABIR *et al.* (2008) também fizeram pré-compactação por prensagem a frio, com pressão de 860Mpa, mas seguido por prensagem isostática a quente, temperatura de 823K, utilizando taxa de aquecimento de 18K/min e pressão de 180MPa por 2h. GONZAGA *et al.* (2020) produziram compósitos reforçados com ligas quasicristalinas do tipo AlCuFeMn (%at Mn=0,5) por *stir casting* seguido por laminação. Pode-se apontar como fatores recorrentes nestes processos elevadas pressões e processos demorados, que geralmente envolvem etapas de pré-compactação e baixas taxas de aquecimento.

Os trabalhos geralmente realizam análise microestrutural dos compósitos, utilizando para isso técnicas como microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão, microscopia ótica e análises de difração de raios-x. As Figuras (2.7) e (2.8) apresentam os resultados obtidos por LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.* (2015). Nelas é possível ver a presença da fase quasicristalina tanto nas imagens de MEV quanto no difratograma. A análise microestrutural dos compósitos não raro aponta para transformação da fase quasicristalina em fases cristalinas.

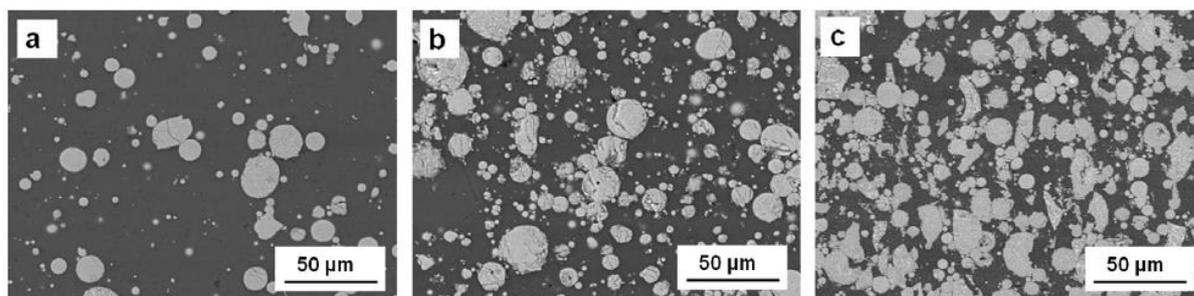


Figura 2.7 - Imagens de MEV dos compósitos com (a) 20%, (b) 40% e (c) 60% de $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$.

Fonte: (LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015).

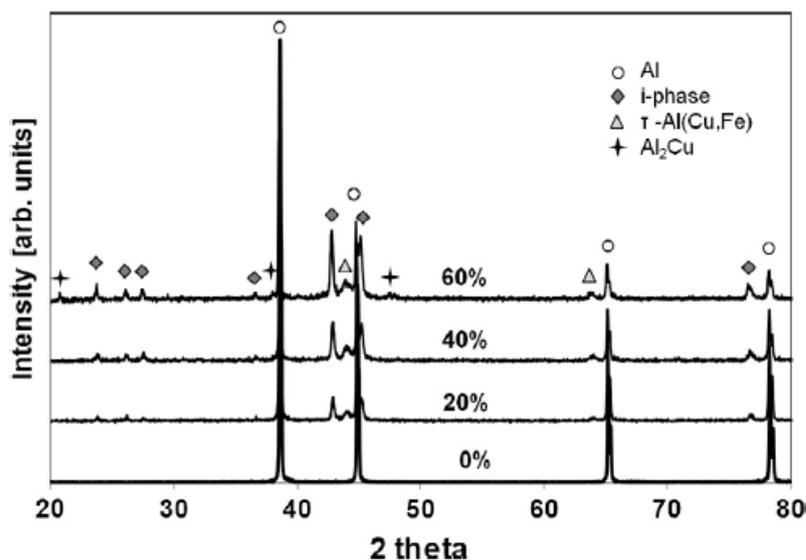


Figura 2.8– Difratomogramas dos compósitos com 20%, 40% e 60% de $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$.

Fonte: (LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015).

Outro aspecto observado diz respeito às propriedades mecânicas e tribológicas. Dureza, força compressiva e coeficiente de atrito são alguns parâmetros investigados. Em geral, os resultados mostram que há de fato o reforço da matriz metálica pelas partículas quasicristalinas, evidenciado pelo aumento na dureza, por exemplo. Um trabalho produziu compósitos Al/ $Al_{65}Cu_{20}Fe_{15}$ através de prensagem isostática a quente e constatou que nos testes de dureza atingiu-se dureza de 173HV quando reforçado com 60% de quasicristal, um considerável aumento quando comparado com o valor de 39HV constatado no caso do alumínio puro (LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015).

SCHURACK *et al.* (2003) estudaram o comportamento da curva do ensaio de compressão para compósitos Al/QC-AlCuFe e chegaram à conclusão que a tensão limite de escoamento tende a aumentar com o aumento da proporção de reforço, segundo a lei das misturas, assim como a tensão compressiva última para amostras contendo maiores proporções de QC. A Figura 2.9 apresenta um gráfico com um dos resultados obtidos por Schurack. Para a curva de 60%QC-AlCuFe, por exemplo, o limite de escoamento atingiu 167Mpa.

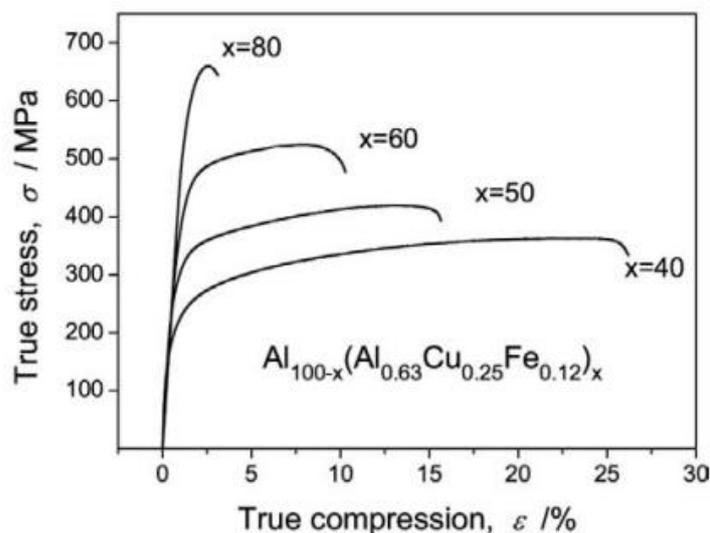


Figura 2. 9 – Gráficos tensão vs. Deformação verdadeiras de compósitos obtidos por extrusão. Ensaios realizados à temperatura ambiente com velocidade de deformação de $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Fonte: (SCHURACK *et al.*, 2003)

2.5 SPARK PLASMA SINTERING (SPS)

2.5.1. Princípio

A sinterização por plasma pulsado (SPS), mais conhecida por seu nome em inglês *spark plasma sintering*, é a técnica de sinterização onde uma corrente contínua pulsada (on-off) passa pela matriz e pelo pó a ser sinterizado. A corrente passa pela matriz e pela amostra, aquecendo a mesma. A técnica SPS utiliza a energia de uma descarga plasma gerada quando pulso de energia elétrica é aplicado no espaço entre as partículas. Ao mesmo, uma pressão uniaxial é aplicada. (SUN *et al.*, 2002).

Esta técnica é caracterizada por corrente contínua pulsada, aplicação de pressão e pode ser utilizada para diversos tipos de pós, diferencia-se de outras técnicas convencionais de sinterização por usar a passagem da corrente contínua pulsada pela amostra ao invés de uma fonte externa de calor (CAVALIERE *et al.*, 2019). A maneira direta de aquecimento permite elevadas taxas de aquecimento e melhor densificação (SUÁREZ *et al.*, 2013).

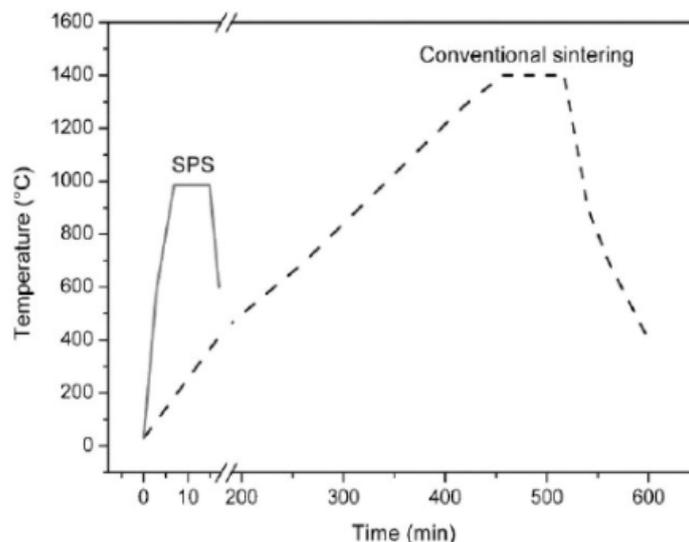


Figura 2.10 - Comparação dos perfis de cerâmica BaTiO₃ obtidos por sinterização convencional e por Spark Plasma Sintering (SPS).

Fonte: (HUNGRIA *et al.*, 2009).

Uma grande vantagem desta técnica está nos curtos períodos de tempo necessários, os ciclos de sinterização geralmente não passam de 20 minutos. Uma comparação entre os ciclos de sinterização convencionais e a SPS em função do tempo é apresentada na Fig. (2.10).

A redução no tempo reflete na redução de energia despendida bem como no custo, tornando esta uma alternativa bastante interessante. Além disso, a SPS resulta em elevadas taxas de densificação. Por estes motivos, a SPS tem sido estudada como rota de produção para diversas aplicações.

2.5.2. Equipamento

Para as sinterizações são utilizadas matrizes de grafite. SPS não requer pré-compactação por isso as matrizes são preenchidas com os pós a serem sinterizado, pistões também de grafite são colocados nas extremidades da matriz, como está esquematizado na Fig. (2.11) (CAVALIERE *et al.*, 2019). Folhas de grafite são colocadas entre o pó e matriz para evitar contato entre as partes. Na matriz de grafite há um pequeno orifício por onde é inserido o termopar para leitura da temperatura durante o processo. Para leitura de

temperaturas acima de 700°C utiliza-se um pirômetro.

A matriz é colocada na câmara do equipamento. A Figura 2.12 apresenta um esquema do equipamento, onde é possível ver a matriz com o pó, os eletrodos inferior e superior ao longo do eixo onde será aplicada a pressão. Os eletrodos são ligados ao gerador do pulso DC e ao controlador, que programa distância entre punções, controle de vácuo e gás, água de resfriamento e termopares. O sistema está em uma câmara de vácuo com sistema de refrigeração à água.

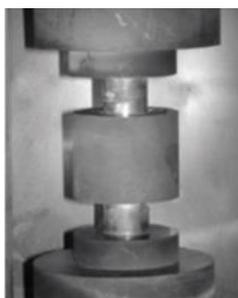


Figura 2.11 - Molde de grafite utilizado nas sinterizações dos corpos de prova

Fonte: (TROMBINI *et al.*, 2007).

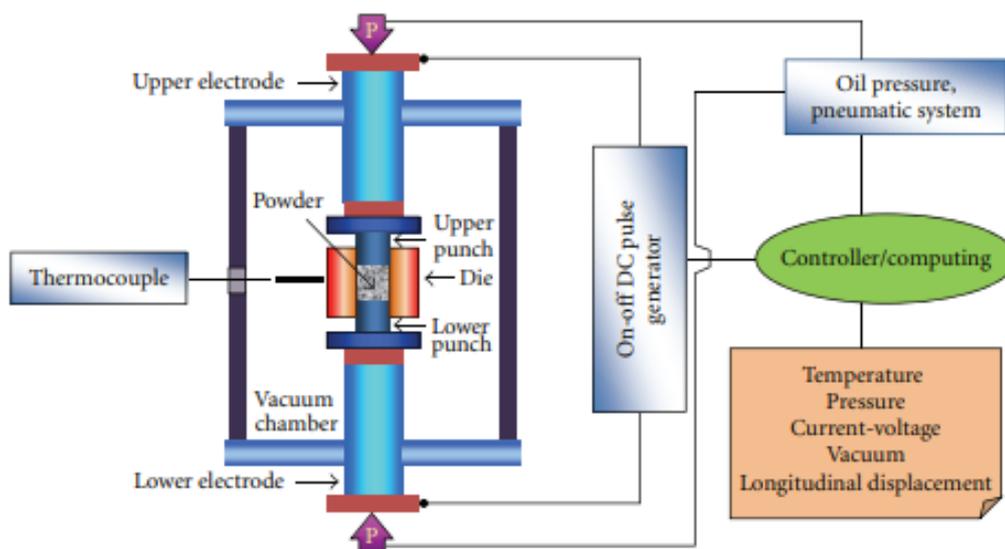


Figura 2.12 - Esquema do processo SPS.

Fonte: (SAHEB *et al.*, 2012).

2.5.3. Processo

O processo ocorre em cinco estágios principais. Os estágios do processo são apresentados na Fig. (2.13). Nela é possível ver o primeiro, que é a criação do vácuo na câmara. No segundo dá-se a aplicação da pressão até chegar à desejada, a partir de então essa pressão será constante. No terceiro estágio há o aumento da temperatura. O quarto estágio compreende a manutenção da temperatura por determinado tempo, segue-se o quinto estágio, onde acontece o resfriamento.

Os parâmetros deste processo que podem ser controlados são a pressão, a taxa de aquecimento, a temperatura, o tempo de permanência na temperatura e a taxa de resfriamento, ainda que muitas vezes este resfriamento possa seguir o programado pelo próprio equipamento. Além disso é possível dividir o terceiro estágio em mais de uma etapa, ou seja, adotar diferentes taxas de aquecimento até a temperatura de sinterização. A escolha destes parâmetros depende do material a ser utilizado, das dimensões da matriz, e do resultado desejado. Configurações típicas de SPS admitem temperatura máxima entre 1800 e 2200°C, taxa de aquecimento de 5 a 1000K/min e tempo de permanência de 2 a 30 minutos (CAVALIERE *et al.*, 2019).

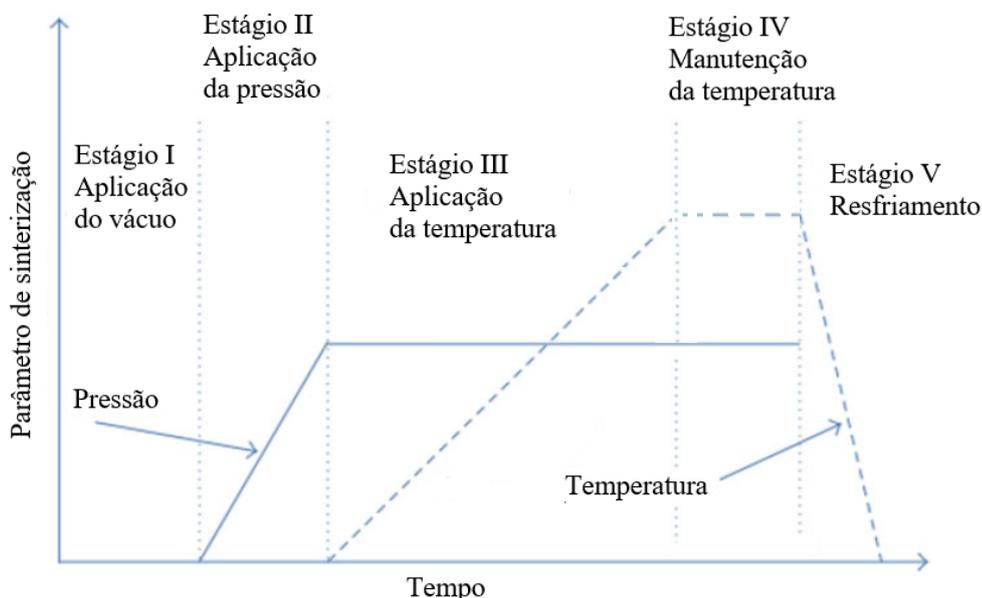


Figura 2.13 – Estágios da sinterização por plasma pulsado (SPS).

Fonte: Adaptado de (SAHEB *et al.*, 2012)

É importante mencionar que durante o processo podem ocorrer temperaturas mais elevadas que a registrada, o que pode ser explicado tanto pela diferença na temperatura da amostra entre o centro e a região em contato com a matriz quanto pelas elevadíssimas temperaturas que acontecem em nível local entre as partículas. Nesse nível ocorre efeito Joule, que é a geração de calor pela passagem de corrente pelo metal. O efeito Joule na SPS pode ser tão forte que pode atingir a temperatura de fusão do material e ocorrer vaporização localizada. Isto, aliado à ocorrência do plasma gera melhores sinterizações (CAVALIERE *et al.*, 2019). A Figura 2.14 apresenta esse efeito gerado pela passagem de corrente entre as partículas.

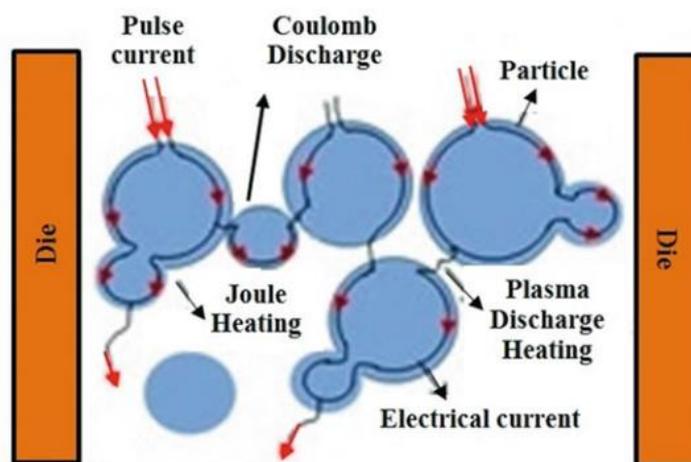


Figura 2.14 – Efeito Joule durante SPS.

Fonte: (CAVALIERE *et al.*, 2019).

2.5.4. Compósitos Al/AlCuFe via SPS

A utilização de *Spark Plasma Sintering* na obtenção de compósitos de base metálica é promissora pois trata-se de uma técnica com curtos tempos de duração, possuindo assim, maior possibilidade de emprego na indústria quando comparada aos métodos mais comuns atualmente (JOSEPH *et al.*, 2018). Trabalhos anteriores demonstraram o sucesso do SPS no desenvolvimento de compósitos cuja base é alumínio com reforço de ligas AlN, SiN (SWEET *et al.*, 2015). A literatura referente à produção de compósitos Al/AlCuFe via SPS é bastante escassa, a seguir serão abordados dois trabalhos encontrados nesse sentido.

No primeiro trabalho que será observado, Joseph *et al.* (2018) produziram, por SPS,

compósitos Al/ ω -AlCuFe, ou seja, ligas com a fase aproximante à fase quasicristalina ω -Al-Cu-Fe. Para obter-se compósitos Al/40% ω -AlCuFe utilizou-se a mistura dos pós Al/30%QC-AlCuFe. Foi realizada moagem dos pós em Turbula por 30 minutos com rotação 100rpm e em seguida foi feita sinterização na temperatura de 823K, pressão 100MPa por 2 minutos. Utilizando estes parâmetros o trabalho constatou total transformação da fase quasicristalina na aproximante.

O outro trabalho produziu compósitos da liga de alumínio 6082 com 40% de QC AlCuFe. Neste caso, usaram ligação mecânica seguida por SPS. Foi realizada moagem dos pós por até 50h e a sinterização foi feita sob pressão de 50MPa, taxa de aquecimento 100°C/min, tempo de permanência na temperatura de 5 min e nas temperaturas de 723 e 823K. Os resultados mostraram que para ambas as configurações houve transformação da fase QC para fase ω -AlCuFe e que a transformação foi maior quanto maior a temperatura utilizada (SHADANGI *et al.*, 2020).

Considerando o exposto acima conclui-se que até então não foram produzidos compósitos via SPS que prezassem pela preservação da fase quasicristalina durante o processo, ocorrendo de forma recorrente a transformação para fases cristalinas. Contudo, a utilização desta técnica para a produção de compósitos Al/QC-AlCuFe é bastante atraente no que diz respeito aos parâmetros adotados, parâmetros estes que tendem a reduzir a duração do processo, bem como seu custo. Sendo assim, o estudo da produção de compósitos Al/AlCuFe via SPS, buscando preservar ao máximo a fase quasicristalina durante o processo é o objetivo deste trabalho.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 INTRODUÇÃO

As etapas para a realização deste trabalho foram seguidas conforme o fluxograma apresentado na Fig. (3.1).

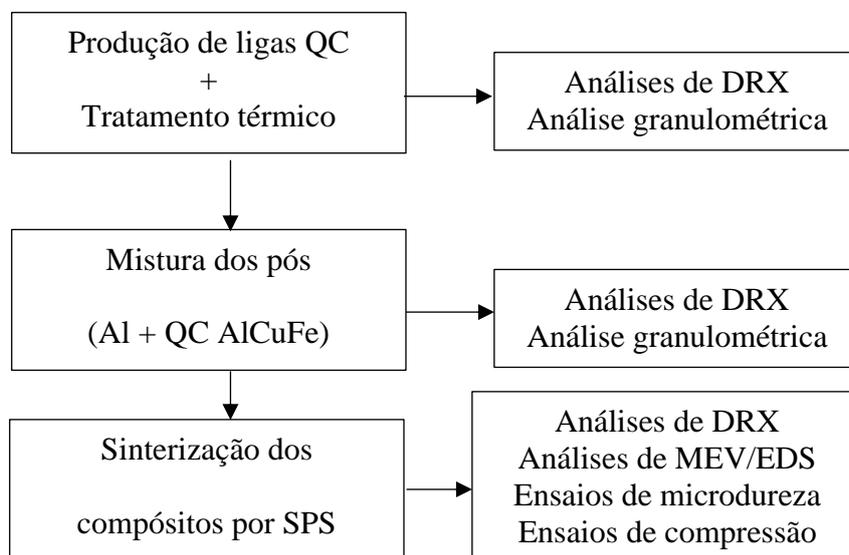


Figura 3.1 - Fluxograma da metodologia utilizada.

Fonte: Da autora

3.2 PRODUÇÃO DAS LIGAS

As ligas de $Al_{62,5}Cu_{25}Fe_{12,5}$ foram obtidas partindo dos elementos constituintes puros num forno à indução, sob atmosfera inerte. A Figura 3.2 mostra os materiais preparados para fusão no cadinho e a câmara do forno utilizado. Para cada amostra foi realizada refusão a fim de garantir fusão de todo o material homogeneamente.

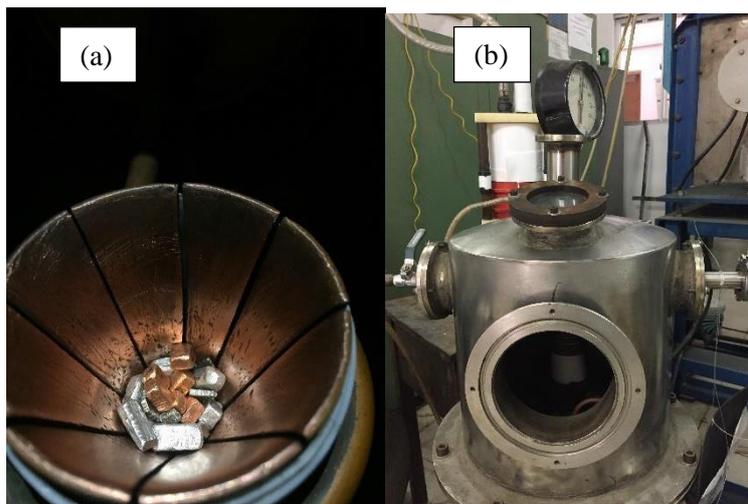


Figura 3.2 – (a) forno utilizado para fundição, (b) elementos preparados para fundição no cadinho.

Fonte: Da autora

Neste forno foram elaboradas ligas com alta pureza e controle composicional, cada uma com 10g. Para a pesagem foi utilizada uma balança SHIMADZU modelo Ay 220.

3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS

As amostras foram tratadas termicamente com o uso de um forno radiante da marca ANALOGICA e modelo AN8000, do laboratório de solidificação rápida da UFPB. O tratamento foi realizado na temperatura de 750°C por 8h, com uma taxa de aquecimento de 30°C/min.

3.4 MOAGEM DAS LIGAS

As ligas elaboradas por fusão e tratadas termicamente foram submetidas à moagem. Inicialmente foi feita a “quebra” das ligas com um dispositivo desenvolvido no Laboratório de Solidificação rápida (LSR). Neste dispositivo as ligas quasicristalinas, que possuem elevada fragilidade, são depositadas e quebradas manualmente, a fim de obter-se pó de quasicristal. Em seguida as ligas foram passadas pela peneira *mesh 200*. Os pós foram moídos até atingirem uma granulometria adequada para posterior mistura com a matriz, pó alumínio.

3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS LIGAS QUASICRISTALINAS

As ligas produzidas foram caracterizadas em dois momentos. Logo após a fundição e após o tratamento térmico. Para esta caracterização utilizou-se difração de raios-x.

A difração de raios-X (DRX), utilizou um difratômetro disponível no Laboratório de Combustíveis (LACOM), da UFPB. Os parâmetros utilizados no ensaio foram varredura de 20° a $50^\circ(2\theta)$, com passo de $0,02^\circ$ e velocidade de $1^\circ/\text{min}$.

Além disso, após a moagem manual os pós das ligas foram analisados quanto à distribuição granulométrica, a fim de certificar que possuíam tamanho de partícula próximo ao da matriz de alumínio para posterior mistura. Os pós de quasicristal e de alumínio foram submetidos à análise granulométrica realizadas em um equipamento analisador de partículas a laser CILAS 1090 da UFPB.

3.6 MISTURA DOS PÓS

A mistura dos pós da matriz de alumínio com o reforço de quasicristal foi feita através de moagem de alta energia em um moinho planetário de bolas da marca FRITTSCH, modelo PULVERISETTE-6, localizado no Laboratório de Materiais Cerâmicos e Metais Especiais (LMCME) da UFRN. A Figura 3.3 mostra a jarra com a mistura acoplada no moinho.



Figura 3.3 – Cadinho acoplado pronto para moagem no moinho planetário de bolas utilizado

Fonte: Da autora

As moagens foram realizadas com razão massa/bola 10:1, velocidade de 100 rpm, por 30 minutos e nas seguintes proporções volumétricas de quasicristal: 0, 10, e 20 e 30%.

Os pós foram submetidos à análise granulométrica realizadas em um equipamento analisador de partículas a laser CILAS 1090 da UFPB após a mistura. A análise de difração de raios-x foi realizada conforme os seguintes parâmetros: varredura de 35° a $80^\circ(2\theta)$, com passo de $0,02^\circ$ e velocidade de $2^\circ/\text{min}$, realizadas no Laboratório de Combustíveis (LACOM), da UFPB.

A morfologia da mistura foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) realizada no Laboratório de Caracterização Estrutural de Materiais, da UFRN.

3.7 SINTERIZAÇÃO DOS PÓS

Os pós (Al/QC) foram sinterizados via SPS (*Spark Plasma Sintering*) em um equipamento de sinterização Fuji Electronic Industrial CO., Dr. Sinter Lab TM series model SPS-211LX, situado no LAMAV/UENF, mostrado na Fig. (3.4).



Figura 3.4 – Equipamento de SPS pronto para iniciar sinterização.

Fonte: Da autora.

3.7.1. Cálculo da massa do compactado

Para o cálculo da massa a ser compactada inicialmente foi feito o cálculo de volume das pastilhas, conforme a Eq. (3.1). O volume calculado foi para obter pastilhas de 5mm de diâmetro e 8 mm de altura.

$$V = \frac{\pi D^2 h}{4} \quad (3.1)$$

Onde, V é o volume, D o diâmetro e h a altura da pastilha.

Com base nas proporções volumétricas desejadas foi feita então a conversão de % em volume para % em massa, para tal utilizando as Eq. (3.2), (3.3), (3.4) e (3.5).

$$V = yV_{AlCuFe} + (1 - y)V_{Al} \quad (3.2)$$

Onde, V é o volume da pastilha, V_{AlCuFe} é o volume do reforço AlCuFe, V_{Al} o volume da matriz de alumínio e y a fração volumétrica do reforço AlCuFe, para o presente trabalho forma usados $y = 0,10, 20$ e 30 .

$$m = xm_{AlCuFe} + (1 - x)m_{Al} \quad (3.3)$$

Onde, m é a massa da pastilha, m_{AlCuFe} é a massa do reforço AlCuFe, m_{Al} a massa da matriz de alumínio e x a fração em massa do reforço AlCuFe.

$$\rho = \frac{1}{\frac{x}{\rho_{AlCuFe}} + \frac{(1-x)}{\rho_{Al}}} \quad (3.4)$$

Onde, ρ é a massa específica da mistura/compósito, ρ_{AlCuFe} é a massa específica do reforço AlCuFe, ρ_{Al} a massa específica da matriz de alumínio e x a fração em massa do reforço AlCuFe.

Considerando as Eq. (3.2), (3.3) e (3.4), tem-se a conversão:

$$x = \frac{y\rho_{AlCuFe}}{\rho_{Al} - y(\rho_{Al} - y\rho_{AlCuFe})} \quad (3.5)$$

Onde, x é a fração em massa, y é a fração volumétrica, ρ_{AlCuFe} é a massa específica do reforço AlCuFe, ρ_{Al} a massa específica da matriz de alumínio. Para os cálculos foram utilizados $\rho_{AlCuFe} = 4,46 \text{ g/cm}^3$ e $\rho_{Al} = 2,7 \text{ g/cm}^3$.

3.7.2. Configuração e parâmetros da sinterização

Para a sinterização, foram utilizadas matrizes de grafite com diâmetro interno de 5,5 mm e pistões de grafite de 5mm. Uma folha de grafite de 0,25mm de espessura foi colocada na parede interna da matriz, de maneira a minimizar o contato do pó com a matriz, como mostrado no esquema da Fig. (3.5).

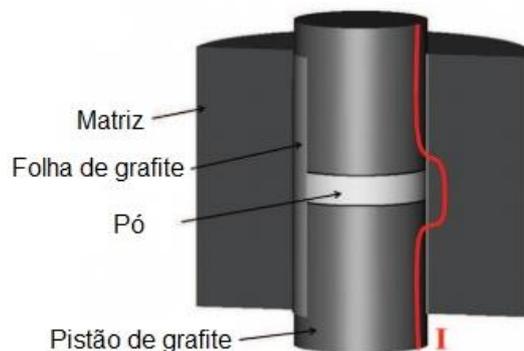


Figura 3.5 – Esquema do processo SPS.

Fonte: Adaptado de MANIÈRE *et al.* (2016).

A leitura da temperatura foi feita através de um termopar inserido em um pequeno orifício na matriz, conforme mostra a Fig. (3.6).



Figura 3.6 – Matriz preparada para sinterização com termopar conectado.

Fonte: Da autora.

O processo foi conduzido sob vácuo, pressão de 50 Mpa. Uma vez que o equipamento utilizado requer a inserção de um valor de força (kN) a ser aplicada ao invés de pressão (Mpa), para obter a pressão desejada foi feita a conversão recomendada no manual do equipamento, demonstrada na Eq. (3.6).

$$F = \frac{\pi D^2 P}{4000} \quad (3.6)$$

Onde, D é o diâmetro interno da matriz, em mm, e P a pressão desejada, em Mpa.

Resultando em uma força de 1,18kN.

. Inicialmente foi realizada uma sinterização em 550°C e uma em 450°C, este trabalho abordará somente as sinterizações que seguiram a rota de 450°C. Foi realizada microscopia confocal nessas amostras imediatamente após as sinterizações. A microscopia confocal foi realizada no LAMAV da UENF. A razão para não dar segmento às sinterizações em 550°C será discutida nos resultados, contudo esta sinterização serviu para esclarecer alguns pontos, que também serão abordados nos resultados.

Os valores de tensão e corrente não são controlados pelo operador, eles variam de acordo com o ciclo de maneira a atingir os demais parâmetros programáveis. O resfriamento se deu à critério do equipamento, o ciclo de sinterização durou cerca de 10 minutos.

Um exemplo de ciclo utilizado é mostrado na Fig. (3.7), nela estão representadas as curvas de temperatura, deslocamento dos pistões, tensão e corrente durante o processo. A esquematização dos parâmetros utilizados é apresentada na Tab. (3.1).

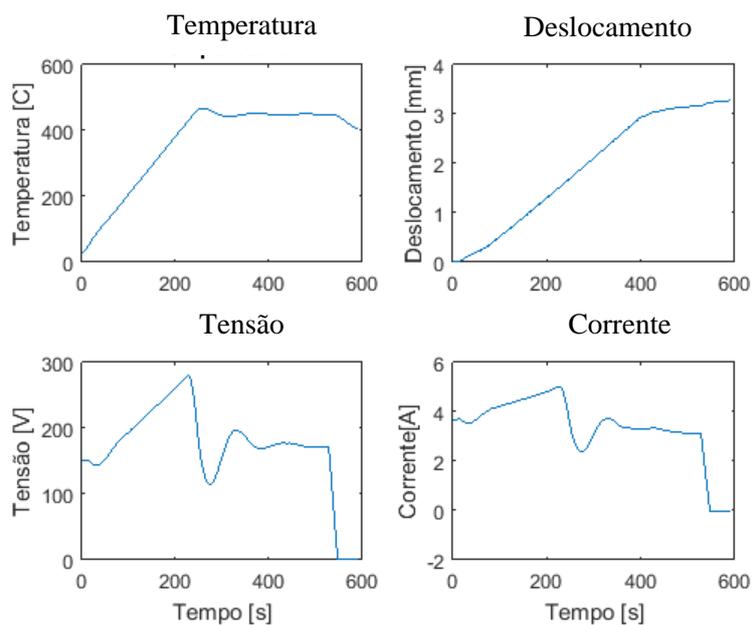


Figura 3.7 – Exemplo de ciclo de sinterização utilizado.

Fonte: Da autora.

Tabela 3.1 – Parâmetros utilizados nas sinterizações.

Fonte: Da autora.

Parâmetros usados	
T [°C]	450
QC [%vol]	0, 10, 20 e 30.
P [MPa]	50
Taxa aquecimento [° /min]	100
Tempo permanência [min]	5

3.8 ANÁLISE DA DENSIFICAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Para analisar a densificação dos sinterizados foi realizada a comparação entre dois valores da massa específica do compósito. Um deles é o valor calculado da massa específica com base na regra das misturas, conforme a Eq. (3.4) apresentada no tópico 3.7.1, onde foi tratado sobre cálculo de massa do compactado. Este caso considera porosidade igual a zero.

O outro valor de massa específica, experimental, é calculado com base nas dimensões do sinterizado, ou seja, medindo-se com precisão o diâmetro, a altura dos compactados para o cálculo do volume, conforme a Eq. (3.1). Também se verifica a massa do sinterizado para então calcular a massa específica experimental, com base na Eq. (3.7).

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3.7)$$

Onde, m é a massa do compósito, V o volume a partir das dimensões e ρ é a massa específica. A densidade relativa é a razão entre os dois valores de massa específica.

3.9 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os compósitos foram caracterizados, semelhantemente às ligas, por técnicas de difração de raios-X (DRX). A difração de raios-x foi realizada no difratômetro disponível no LACOM da UFPB. As superfícies das amostras a serem analisadas foram polidas em lixa (até 3000), e posteriormente polidas em pasta de diamante (6, 3 e 1 μ m). Para a análise,

utilizou-se os seguintes parâmetros: varredura de 35° a $80^\circ(2\theta)$, com passo de $0,02^\circ$ e velocidade de $2^\circ/\text{min}$.

3.10 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (MEV/EDS)

A distribuição da fase de reforço na matriz foi observada por microscopia eletrônica de varredura, realizada em um equipamento da marca TESCAN, modelo MIRA 3, localizado no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM), da UFPE. Para a análise foi utilizado o detector de elétrons espalhados (BSE), tensão de 15 kV, distância de trabalho entre 10 e 12 mm e ampliação entre 500x e 5000x.

O equipamento no INTM/UFPE possui também um detector EDS acoplado, que permite uma análise semiquantitativa. Esta técnica foi usada para analisar a composição da fase do reforço presente nas amostras Al/10%AlCuFe, Al/20%AlCuFe e Al/30%AlCuFe. Os espectros gerados apresentaram % em massa, que foram convertidas para % atômica para análises.

As amostras foram preparadas criteriosamente. Foram embutidas com baquelite, polidas em lixa (até 3000), e posteriormente polidas em pasta de diamante (6, 3 e 1 μm). Para a observação no microscópio as amostras foram retiradas do embutimento e acopladas com fita de carbono diretamente nos “stubs” próprios do equipamento.

3.11 ENSAIOS DE MICRODUREZA

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados em um microdurômetro PANTEC Digital Microhardness Tester HVS-1000, localizado no Grupo de Estudos em Tribologia na Universidade Federal do Rio Grande do Norte. A região dos compósitos analisada foi a superfície do compósito.

As superfícies das amostras a serem analisadas foram polidas em lixa (até 3000), e posteriormente polidas em pasta de diamante (6, 3 e 1 μm). Nos ensaios, um indentador com ponta de forma piramidal provoca uma deformação plástica que deixa impressões que serão medidas por microscópio. A partir da capacidade do material de resistir à deformação é calculada a microdureza, conforme a Eq. (3.8).

$$HV = 1,854 \frac{F}{d^2} \quad (3.7)$$

Onde, F é a carga utilizada e d, a dimensão da diagonal gerada pela impressão do indentador na amostra.

Para os ensaios neste trabalho foi utilizada carga de 3N por 10 segundos. Para cada amostra ensaiada foram realizadas entre 5 e 10 indentações. A média desses valores é o valor de microdureza Vickers para cada amostra.

3.12 ENSAIOS DE COMPRESSÃO

Os ensaios de compressão uniaxial foram realizados no LAMAV da UENF. Os corpos de prova com superfícies planas foram colocados na superfície e ensaiados em uma prensa EMIC, da linha DL. Os ensaios ocorreram em temperatura ambiente ($T=18^{\circ}\text{C}$), umidade relativa de 50% e com velocidade de 1mm/min. O valor de tensão para 0,2% de deformação plástica foi considerado para o início do regime plástico.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. PRODUÇÃO DAS LIGAS QUASICRISTALINAS

A Figura 4.1 mostra os resultados das análises de difração de raios-x nas amostras obtidas por fusão e tratadas termicamente. A fase ψ representa a fase icosaedral e as fases β e λ , as fases aproximantes à quasicristalina. Nota-se que nas curvas das amostras produzidas inicialmente foi possível identificar um conjunto de fases, ou seja, além da fase quasicristalina ψ foram identificadas as fases β -Al(Cu, Fe), e λ - Al₁₃Fe₄. Já nas curvas das amostras tratadas termicamente percebe-se a predominância dos picos da fase ψ , em detrimento dos picos das fases β e λ , antes presentes. Apesar de haver um pequeno sinal indicativo da fase β , essa pode ser considerado desprezível para a aplicação. Com base nesses resultados, obteve-se uma maior homogeneidade da fase quasicristalina após o tratamento térmico.

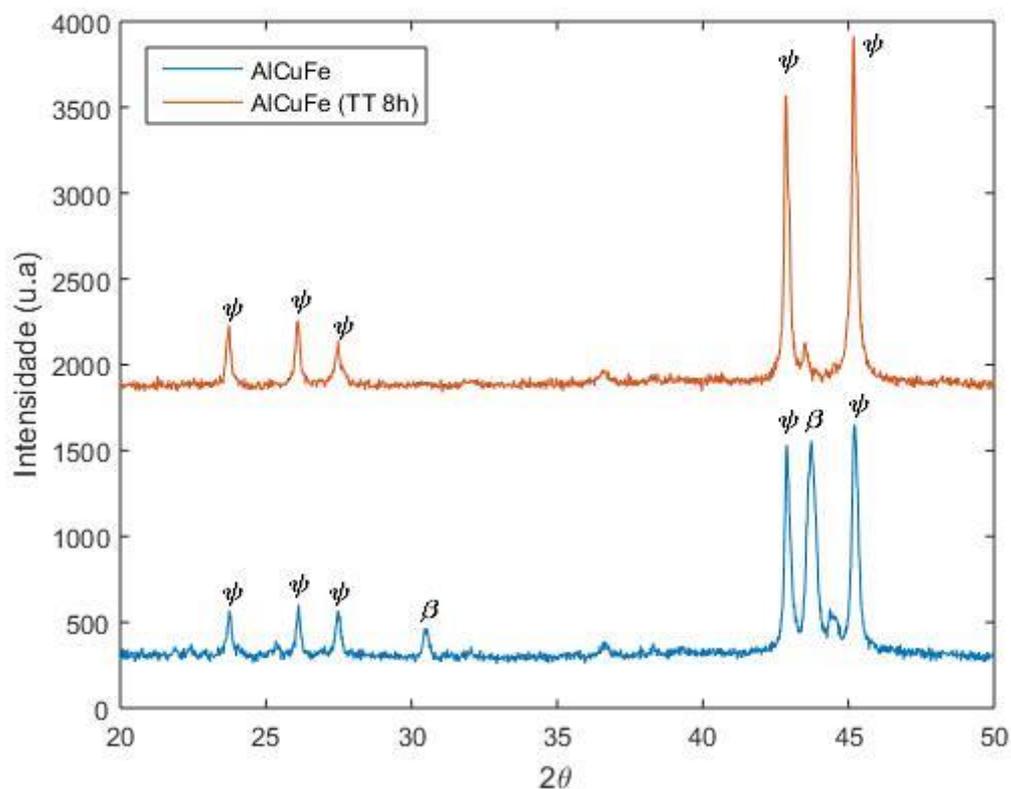


Figura 4.1 - Curva de DRX das amostras de ligas quasicristalinas produzidas no forno por indução sob atmosfera inerte e tratadas termicamente.

Fonte: Da autora.

4.2. MISTURA DOS PÓS DA MATRIZ COM O REFORÇO

4.2.1. Análise granulométrica

Após a primeira etapa de passar a liga pela peneira mesh 200 os pós passaram por análise granulométrica e tiveram partícula variando entre 0,1 e 100 μm , conforme apresentado no histograma de distribuição granulométrica da Fig. (4.2a). O pó apresentou 4 faixas de distribuição granulométrica, com diâmetro médio de 23,97 μm . Foi realizada também a análise granulométrica do pó de alumínio comercial, cujo resultado é apresentado no histograma da Fig. (4.2b). O pó de alumínio apresentou uma faixa de distribuição e diâmetro médio de 27,14 μm .

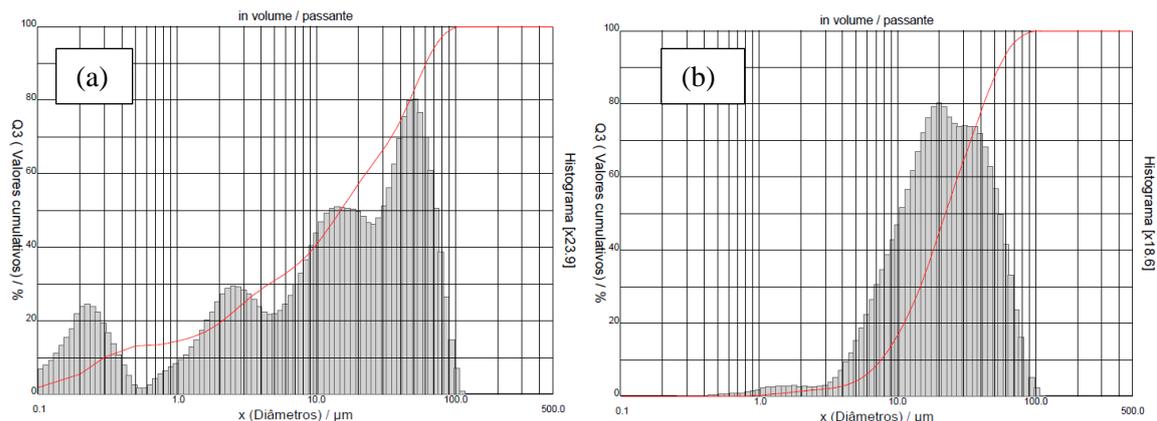


Figura 4.2 – Análise granulométrica (a) da liga AlCuFe obtida por fusão no forno por indução sob atmosfera inerte e tratada térmicamente; (b) do pó de alumínio.

Fonte: Da autora.

Como foi constatado que os pós de quasicristal adquiriram uma granulometria adequada para mistura com o pó de alumínio, foi realizada então a mistura em moinho planetário. Após a mistura foi realizada novamente análise granulométrica nos pós. Os diâmetros médios das misturas foram bastante parecidos, como pode-se ver na Tab. (4.1).

Tabela 4.1 – Diâmetro médio dos pós após mistura.

Fonte: Da autora.

Amostra	Dimâmetro médio [μm]
Al + 0% QC	30,18
Al + 10% QC	29,42
Al + 20% QC	27,74
Al + 30% QC	27,63

As figuras com os histogramas da distribuição granulométrica das misturas são apresentadas na Fig. (4.3).

As Figura 4.4(a) e 4.4(b) apresentam a morfologia dos pós, obtida por observação por microscopia eletrônica de varredura.

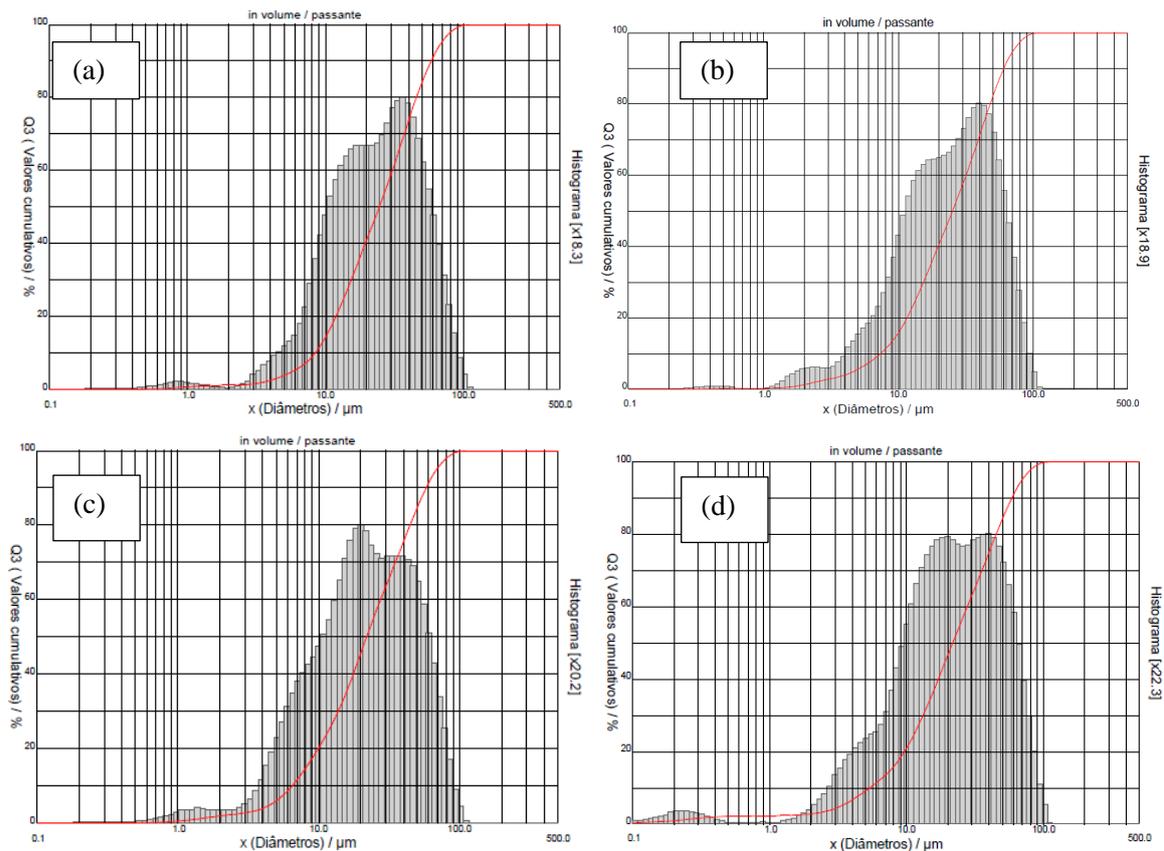


Figura 4.3 – Análise granulométrica das misturas (a) Al + 0% AlCuFe; (b) Al + 10% AlCuFe e (c) Al + 20% AlCuFe e (d) Al + 30% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

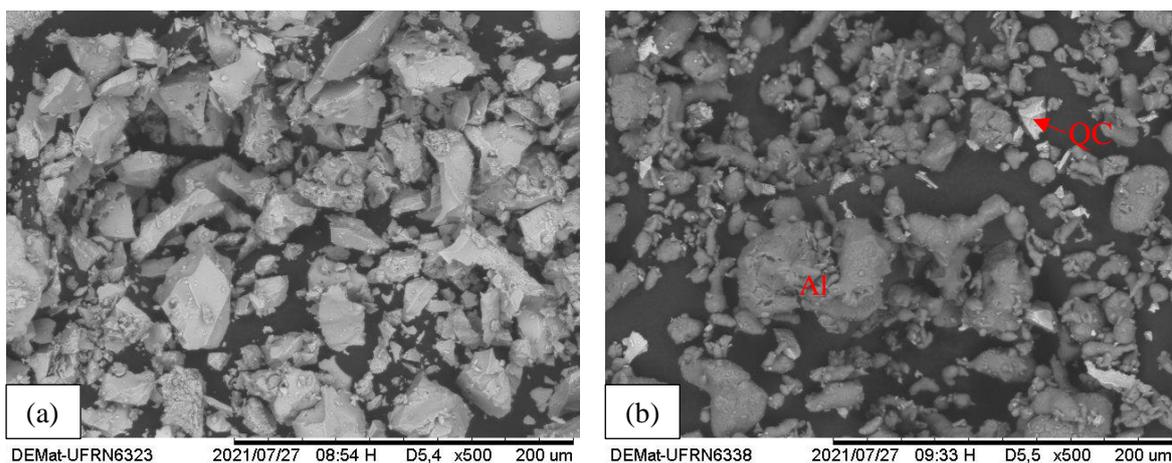


Figura 4.4 – Morfologia dos pós (a) da liga AlCuFe antes da mistura e (b) da mistura Al+10% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

Os pós da liga AlCuFe apresentaram morfologia mais facetada e com partículas de diversos tamanhos. A Figura (4.4a) mostra a morfologia dos pós da liga AlCuFe e a Fig. (4.4b) um exemplo da morfologia da mistura. As partículas mais escuras são as partículas da matriz alumínio e as mais claras o reforço de AlCuFe.

4.2.2. Difração de raios-x

A Figura 4.5 traz os difratogramas das misturas. É possível identificar alguns dos principais picos do alumínio CFC (111), (200), (220) e (311) e a fase icosaedral (ψ). Há ainda um pequeno sinal referente à fase β , remanescente após o tratamento térmico das ligas. Os difratogramas não apontam a presença de fases que poderiam ser resultado de transformação da fase icosaedral (ψ) durante a mistura. As intensidades dos sinais da fase do reforço cresceram conforme o aumento da sua concentração nas amostras.

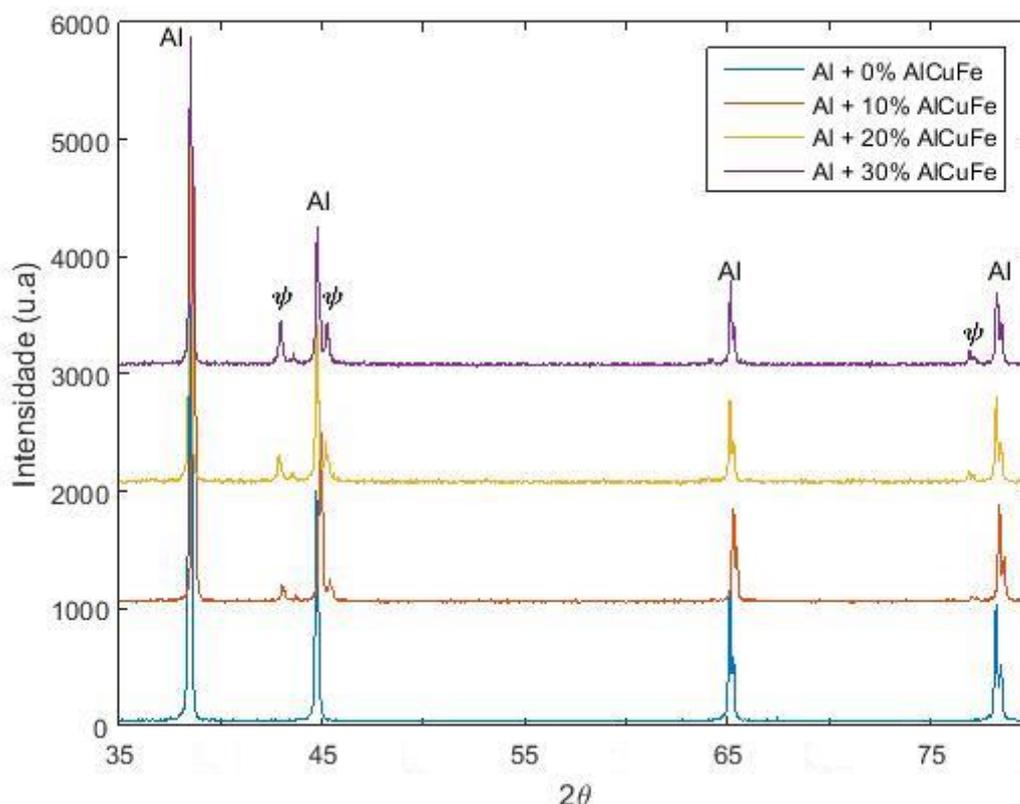


Figura 4.5 – Curvas de DRX das misturas após moagem no moinho planetário de bolas.

Fonte: Da autora.

4.3. SINTERIZAÇÃO DOS PÓS VIA SPS

A sinterização inicialmente foi realizada em dois cenários, a título de teste para ver como o sistema responderia aos parâmetros adotados, com temperaturas 450°C e 550°C utilizando apenas a mistura Al + 20% AlCuFe. Para a temperatura 550°C, ocorreu fusão do alumínio. Isto é explicado pois na sinterização por SPS, na dimensão entre as partículas, ocorrem temperaturas bem mais elevadas que a registrada pelo termopar e isso está diretamente ligado à geração do plasma nos pontos de contato das partículas, que é o grande diferencial do equipamento.

O equipamento usado na SPS joga pulsos de corrente elétrica em milissegundos, esses pulsos geram “fagulhas” que em altíssima velocidade fazem com que o material, no caso o alumínio, evapore. Forma-se então uma nuvem de íons chocando-se em elevada velocidade, contribuindo para um ambiente propício para geração do plasma, mesmo no vácuo. Sendo assim, neste nível as temperaturas podem atingir valores acima de 1000°C, daí a fusão localizada.

A fusão em 550°C pode ser percebida no gráfico fornecido pelo equipamento, apresentado na Fig. (4.6). Na curva do deslocamento há uma subida quase vertical durante o aquecimento, esse comportamento no gráfico é característico de quando ocorre fusão.

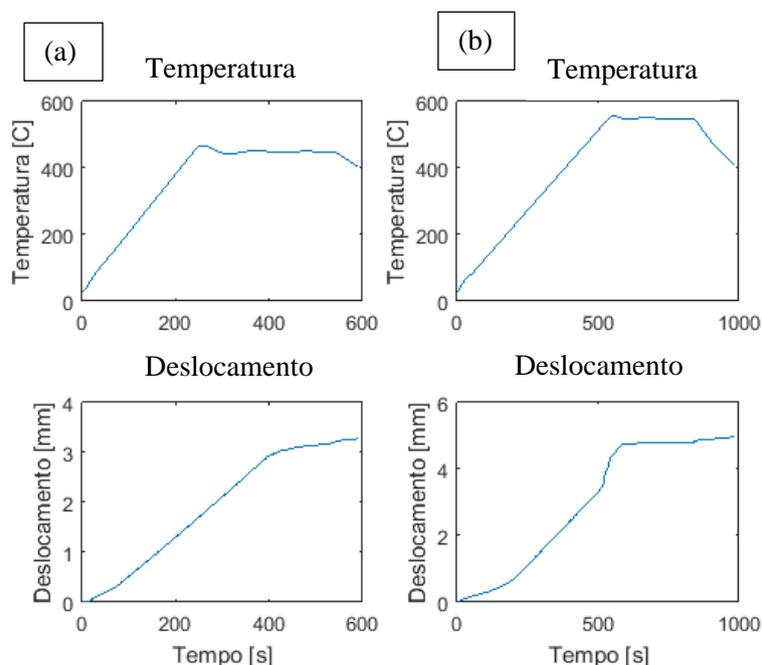


Figura 4.6 – Curvas de temperatura e deformação da sinterização à (a) 450° e (b)550°.

Fonte: Da autora.

Atingir temperaturas tão elevadas quanto o ponto de fusão do alumínio não é interessante para este trabalho pois conforme mencionado no capítulo II, a literatura mostra que para a temperatura de 550° em compósitos Al/40%AlCuFe produzidos por SPS ocorreu transição da fase quasicristalina para a aproximante ω (JOSEPH *et al.*, 2018; SHADANGI *et al.*, 2020). Apesar de as concentrações volumétricas utilizadas serem menores que as utilizadas na literatura, optou-se por seguir apenas a rota de 450°C, de maneira a reduzir as chances da transformação da fase quasicristalina. Os gráficos fornecidos pelo equipamento para as sinterizações nesta temperatura são apresentados na Fig. (4.7).

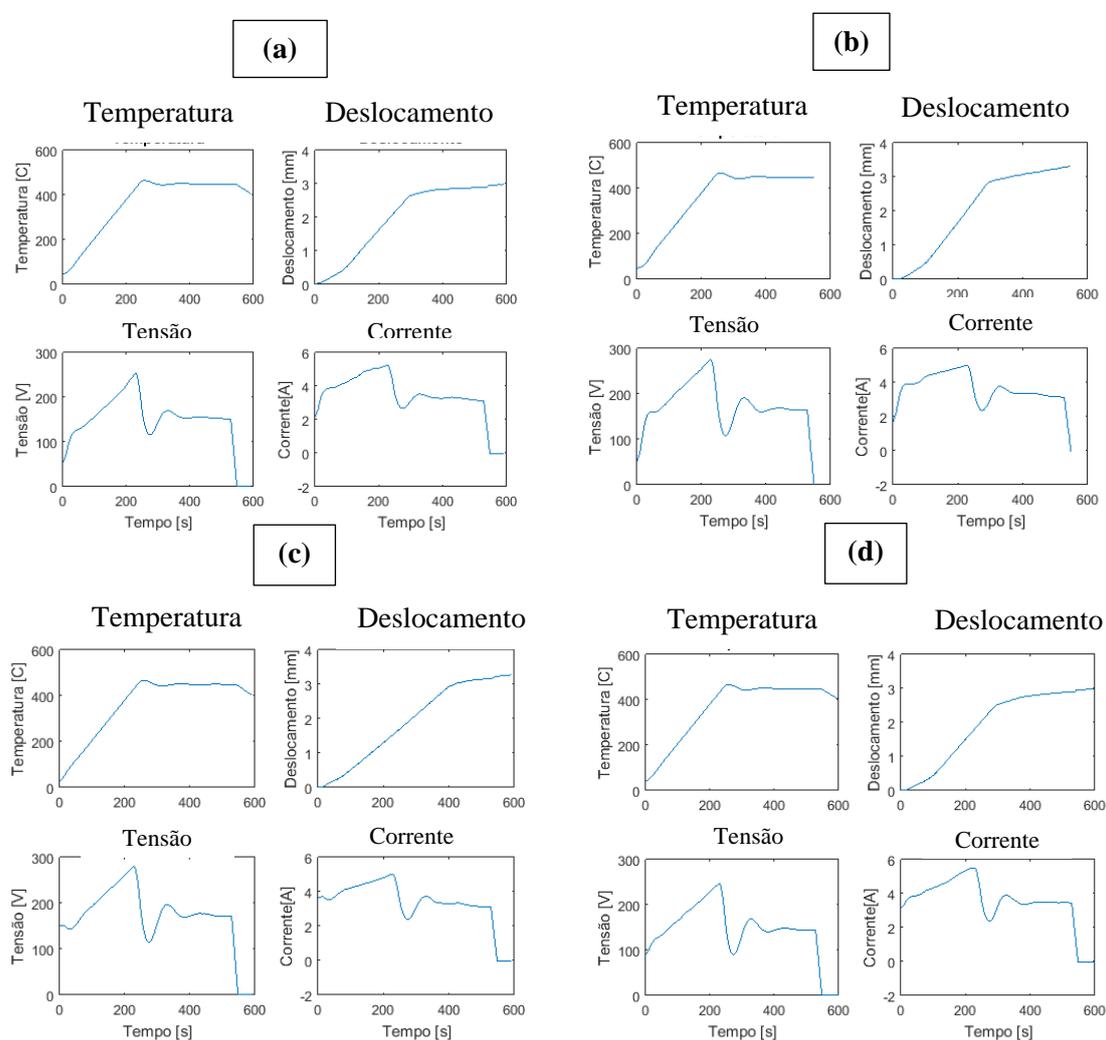


Figura 4.7 – Curvas de temperatura, deslocamento dos pistões, tensão e corrente para sinterizações contendo (a) 0%, (b) 10%, (c) 20% e (d) 30% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

A documentação dos parâmetros é feita a partir do momento que se atingiu a pressão desejada, que é constante durante todo o processo. As curvas da fig. (4.7) apresentam 2 etapas. A etapa 1, que é o aquecimento e a etapa 2, que corresponde à permanência na temperatura desejada por determinado tempo. A etapa 3 não é apresentada, esta etapa não foi programada, adotou-se o padrão do equipamento.

É possível perceber que a proporção de quasicristal nas amostras influencia pouquíssimo no deslocamento dos pistões, fator que está ligado à densificação dos sinterizados. Nota-se também que o maior deslocamento ocorre na etapa de aquecimento e ocorre apenas uma retificação na etapa 2.

Deve-se ressaltar que na fase final da etapa de aquecimento o sistema oscila levemente a temperatura até estabelecer o equilíbrio, nesse momento atinge-se uma temperatura maior que a desejada, isto é algo inerente ao procedimento, contudo, não se verificam nas curvas de deslocamento comportamentos que poderiam indicar fusão do material nesta temperatura.

A Figura 4.8 mostra alguns dos compósitos sinterizados.



Figura 4.8 – Compósitos sinterizados via SPS.

Fonte: Da autora.

4.4. ANÁLISE DA DENSIDADE DOS COMPÓSITOS

Na Tabela 4.2 são apresentados os resultados referentes à densificação dos compósitos. A densificação ficou em torno de 91-92%. Isto é similar aos resultados encontrados por Shadangi *et al* (2020), pois em seu trabalho que obteve compósitos de liga alumínio 6082 com reforço de 40% vol. AlCuFe, a densificação para compósitos sinterizados

à 450°C foi de 88,69%. O trabalho mostrou que com o aumento da temperatura de sinterização obteve-se maior densificação. É possível que este comportamento seja devido à sinterização por fase líquida promovida pela fusão do alumínio constatado nos gráficos no processo realizado em temperaturas mais elevadas.

Tabela 4.2 – Resultados dos cálculos de densificação dos compósitos

Fonte: Da autora.

Fração volumétrica [%]	Fração mássica [%]	Massa específica calculada [g/cm ³]	Massa específica experimental [g/cm ³]	Densificação [%]	Porosidade [%]
0	0	2,7	2,5	92,51	7,49
10	15,51	2,88	2,64	91,53	8,47
20	29,23	3,05	2,81	92,06	7,94
30	41,45	3,23	2,91	90,21	9,79

No presente trabalho, para análise do comportamento dos parâmetros de sinterização, foi realizada a sinterização de uma amostra Al+20% AlCuFe em 550°C. De fato, ao comparar-se a densificação da amostra Al+20% AlCuFe sinterizada em 450°C com a realizada em 550°C, observou-se melhora na densificação. Enquanto o compósito de 450°C apresentou densificação de 92,06%, o compósito de 550°C apresentou o valor de 96,75%. As imagens de microscopia confocal desses compósitos são apresentadas na Fig. (4.9).

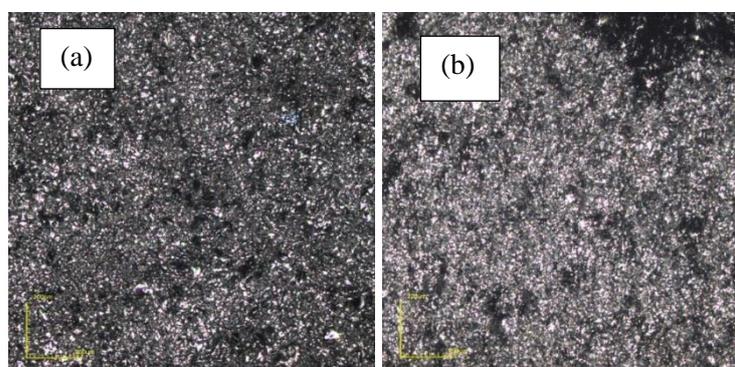


Figura 4.9 – Microscopia confocal a laser das amostras Al+20% AlCuFe sinterizado à (a) 450°C e (b) 550°C.

Fonte: Da autora.

As micrografias, nas quais foi adotada ampliação de 256x, apontam uma redução discreta nas porosidades da amostra sinterizada em temperatura maior, identificadas como os espaços escuros na Fig. (4.9).

Estes resultados indicam que para obter melhor grau de densificação um caminho seria a utilização de temperaturas maiores, contudo temperaturas mais elevadas promoveriam a transformação da fase quasicristalina, conforme reportado na literatura. Em suma, os resultados indicam que foram produzidos compósitos com boa densificação nas sinterizações realizadas na temperatura de 450°C para todas as proporções volumétricas adotadas. Além disso, há indícios da influência da temperatura de sinterização na densificação dos compósitos.

4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Os resultados das análises DRX dos compósitos são apresentados na Fig. (4.10).

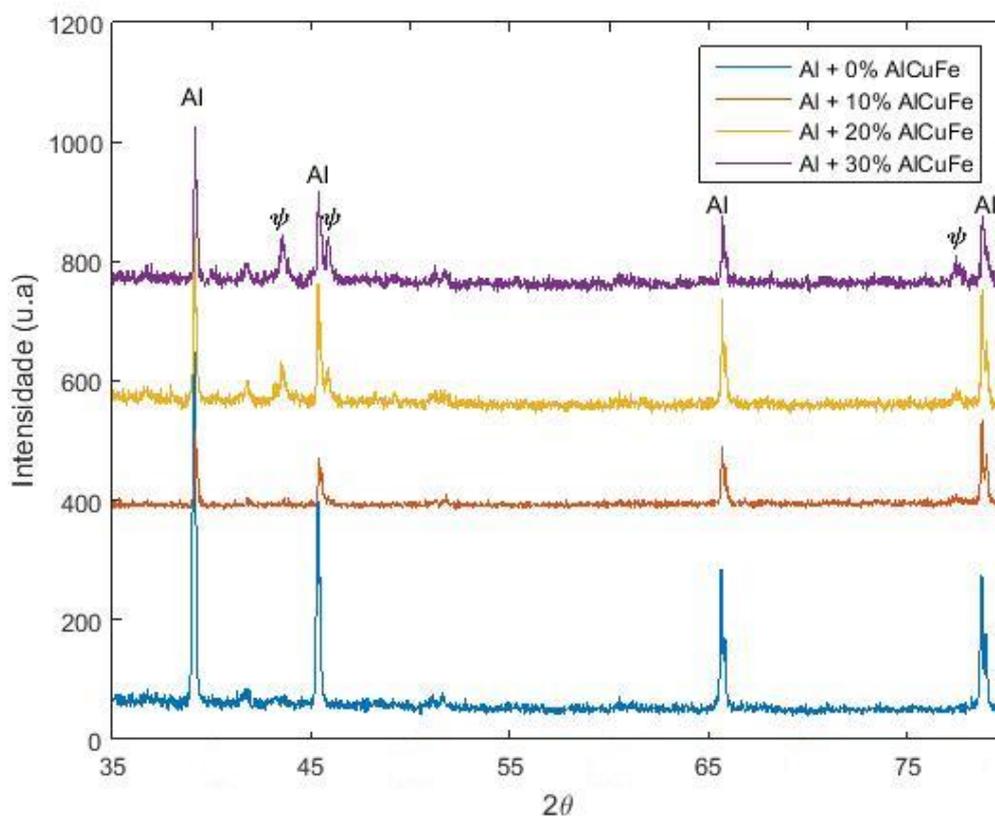


Figura 4.10 - DRX dos compósitos Al/AlCuFe produzidos via SPS.

Fonte: Da autora.

Nos resultados é possível identificar os picos referentes ao Alumínio CFC e à fase quasicristalina ψ do sistema AlCuFe. Para a amostra Al+10%AlCuFe a análise detectou baixa intensidade do sinal, provavelmente devido à algum fator de preparação da amostra ou de procedimento no ensaio, o que provavelmente acarretou o não surgimento dos picos de fase quasicristalina. Apesar disso, não se pode afirmar categoricamente que não há a presença desta fase no compósito. É provável que a não detecção seja devido à baixa intensidade do sinal obtido para a amostra como um todo, evidenciado pela baixa intensidade de sinal mesmo do alumínio. A microscopia eletrônica de varredura deve confirmar ou refutar esta teoria.

Há ainda a possibilidade de terem surgido fases cristalinas aproximantes. A microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia por energia dispersiva mostrará caso haja, e é provável que sim, mesmo que em pequena quantidade.

4.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura mostram partículas de reforço com tamanho e forma bastante variados, conforme apresentadas na Fig. (4.11). A matriz é representada pela tonalidade mais escura e o reforço pelas partes claras. A presença de partículas de reforço na amostra de Al/10%AlCuFe confirma a hipótese levantada no tópico anterior de que a não detecção de fase além do alumínio na amostra durante a análise de DRX deve-se à um problema de preparação de amostra ou ensaio.

É possível ver algumas trincas nas partículas de reforço, algo explicado pela elevada fragilidade do material, característica do quasicristal. Há boas chances de reduzir-se essas trincas, mesmo que elas não sumam como um todo, se usar-se partículas menores de reforço na sinterização. Observam-se ainda algumas porosidades nas amostras, confirmando o calculado durante o estudo da densificação.

Por fim, é possível perceber a presença de traços de uma segunda fase em algumas partículas, representadas por uma tonalidade acinzentada.

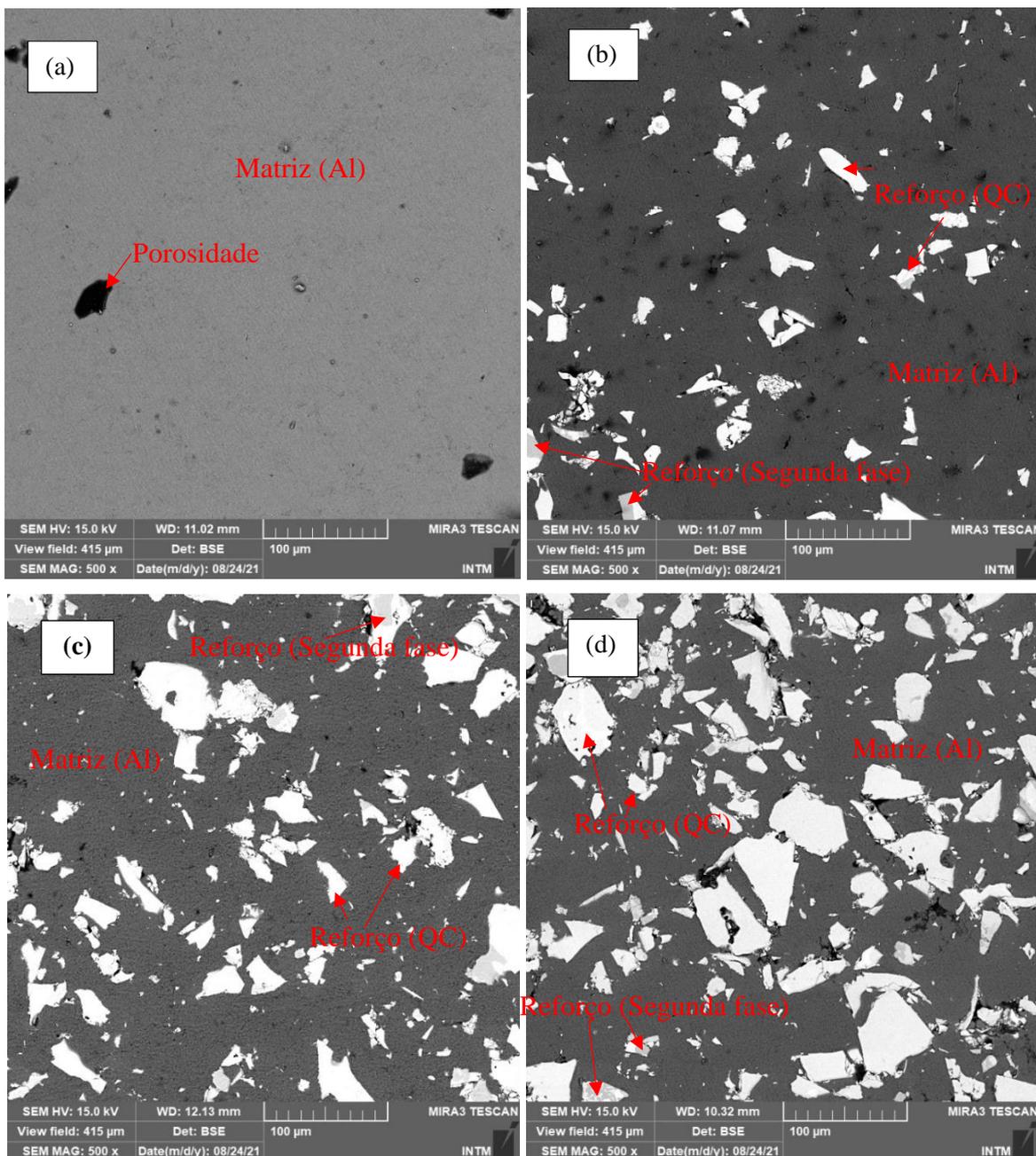


Figura 4.11 – Imagens de MEV obtidas para cos compostos (a) Al/0% AlCuFe, (b) Al/10% AlCuFe, (c) Al/20% AlCuFe e (d) Al/30% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

Os resultados obtidos das análises EDS, realizados em pontos das partículas do reforço que representam a fase quasicristalina ψ , são apresentados na Fig. (4.12) e na Tab. (4.3). Os pontos nas partículas onde foram realizadas as análises são indicados nas imagens pelas setas.

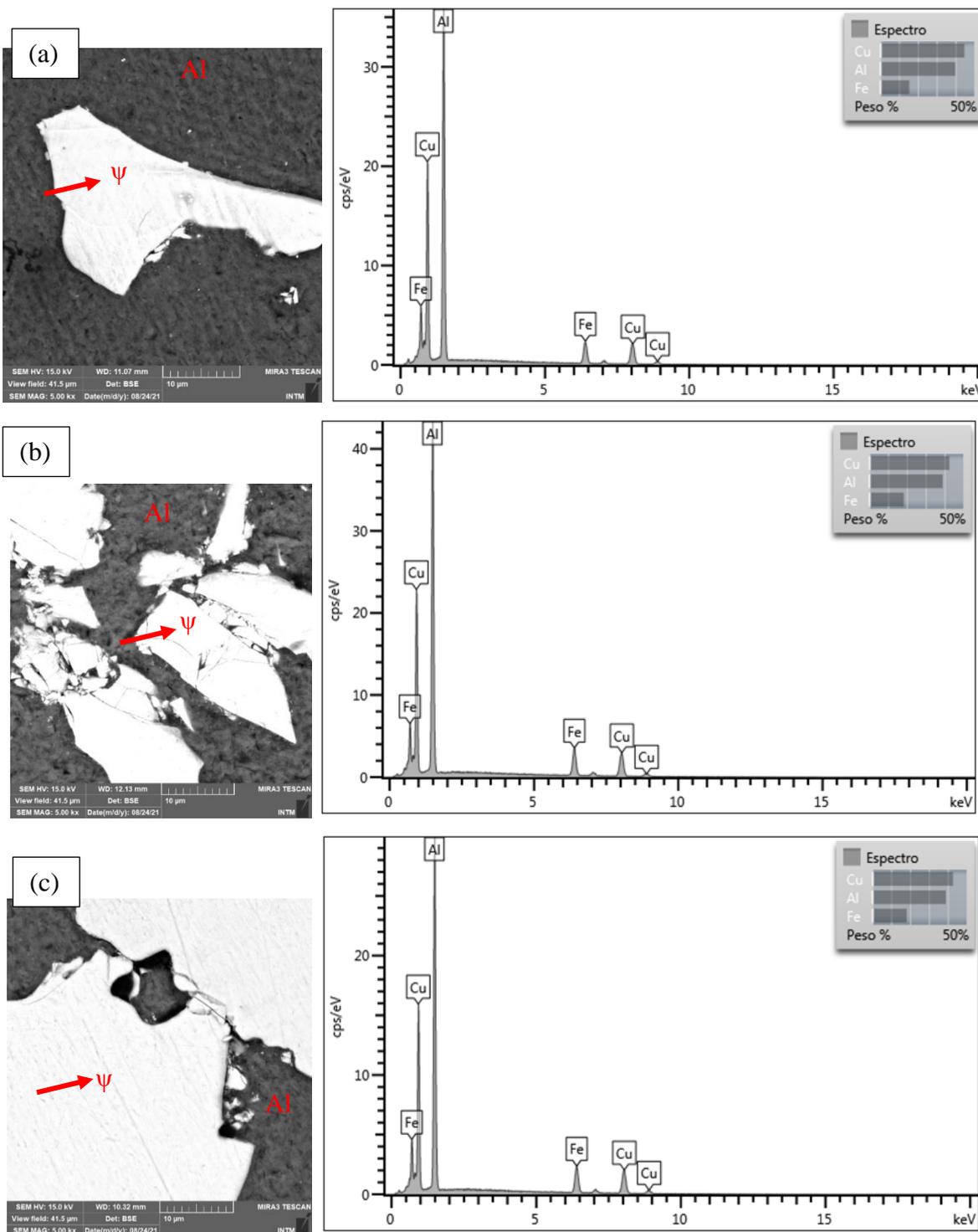


Figura 4.12 – Imagens das partículas da fase reforço e respectivos espectros das fases quasicristalinas dos compósitos (a) Al/10%AlCuFe, (b) Al/20%AlCuFe e (c) Al/30%AlCuFe.

Fonte: Da autora.

Tabela 4.3 – Quantificação dos elementos da fase quasicristalina do reforço nos compósitos.

Fonte: Da autora.

	Al	Cu	Fe
Al/10% AlCuFe	60,1	28,64	11,26
Al/20% AlCuFe	59,16	27,38	13,46
Al/30% AlCuFe	59,05	27,57	13,37

Os resultados mostraram que foi possível preservar a fase quasicristalina durante o processo de sinterização para os compósitos com reforço QC-AlCuFe, corroborando os resultados obtidos nas análises de DRX.

Como em algumas partículas foi identificada uma segunda fase, foi realizada EDS e quantificação dos elementos presentes nesta fase. Os resultados são apresentados na Tab. (4.4) e na Fig. (4.13). Os pontos das partículas onde foram realizadas as análises são indicados nas imagens pelas setas.

Tabela 4.4 – Quantificação dos elementos da fase cristalina no reforço nos compósitos.

Fonte: Da autora.

	Al	Fe	Cu
Al/10% AlCuFe	72,15	20,90	6,95
Al/20% AlCuFe	72,22	21,92	5,87
Al/30% AlCuFe	71,01	22,10	6,89

Com base na quantificação apresentada e os dados presentes na literatura (HUTTUNEN-SAARIVIRTA e VUORINEN, 2005, GUI *et al.*, 2001), a fase cristalina identificada corresponde ao tipo λ -Al₁₃Fe₄. Trata-se de uma estrutura monoclinica do sistema AlCuFe que geralmente está presente com a fase quasicristalina na formação desta última, ela tende a desaparecer após tratamento térmico da liga. Shadangi *et al.* (2020) e JOSEPH (2017) também identificaram λ -Al₁₃Fe₄ em seus compósitos Al/AlCuFe produzidos por SPS.

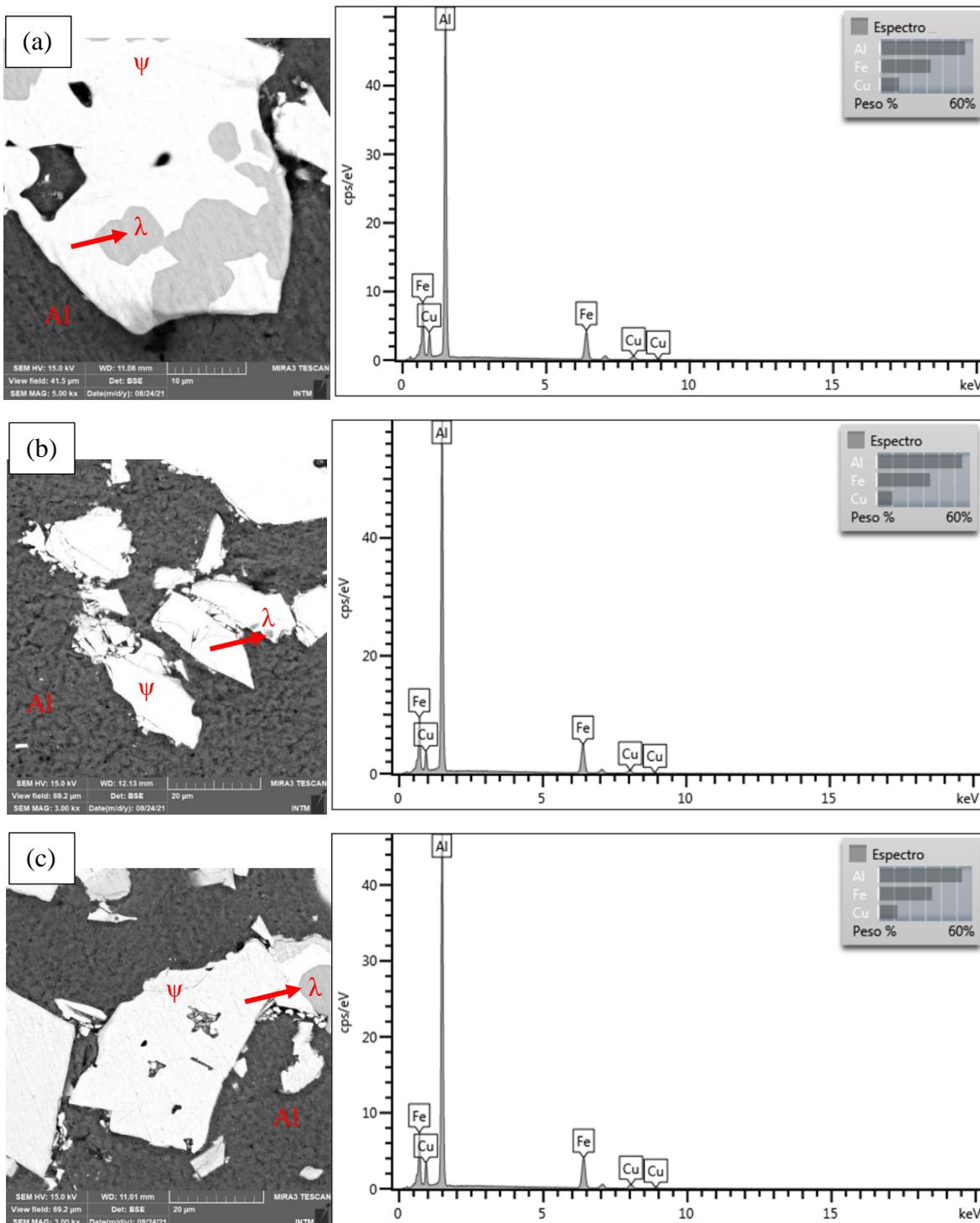


Figura 4.13 - Imagens das partículas da fase reforço e respectivos espectros da segunda fase cristalina dos compósitos (a) Al/10% AlCuFe, (b) Al/20% AlCuFe e (c) Al/30% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

Para a amostra de referência, Al + 0% AlCuFe foi realizado mapeamento e

identificado apenas o alumínio, conforme mostra a Fig. (4.14).

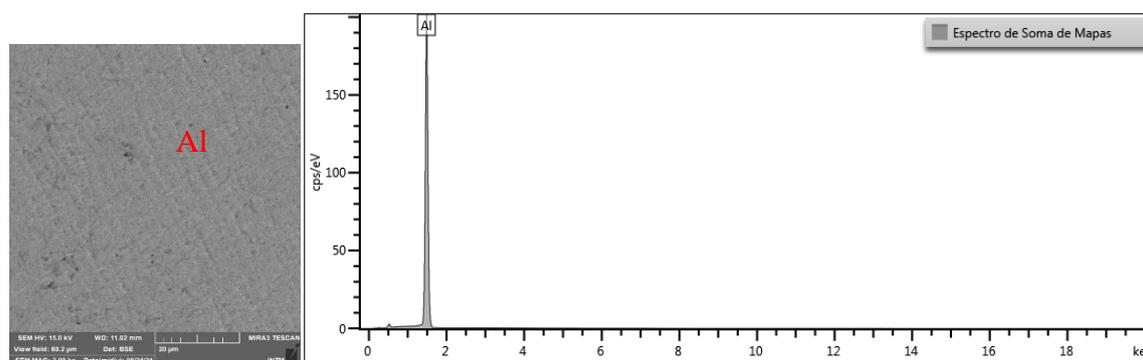


Figura 4.14 – Imagem e espectro da amostra AL/0% AlCuFe.

Fonte: Da autora.

4.7. ENSAIOS DE MICRODUREZA

Os resultados dos ensaios de microdureza são apresentados na Fig. (4.15). Neles tem-se duas curvas para cada amostra, uma delas (azul) representa os pontos de dureza calculada para cada indentação e a outra curva (vermelha) é a média aritmética dos valores de dureza encontrados. É possível ver que a variação entre os valores é maior conforme o aumento do reforço.

A Figura 4.15(a) é referente à amostra sem adição de AlCuFe. Nela foram feitas 5 indentações. Para a amostra da Fig. (4.15b), com adição de 10% de AlCuFe, foram feitas também 5 indentações e o resultado da dureza obtido pela média. Para esta amostra não foram constatadas grandes variações nos valores da dureza em cada medição. Já para a amostra da Fig. (4.15c), com adição de 20% de AlCuFe, houve diferença considerável entre os valores de dureza. Nesse caso, o valor de dureza adotado foi a média aritmética das 10 indentações. O mesmo procedimento foi adotado para a amostra contendo 30% AlCuFe, na Fig. (4.15d). Os valores de dureza para cada amostra, resultado das médias com os respectivos desvios padrão estão dispostos na Tab. (4.5).

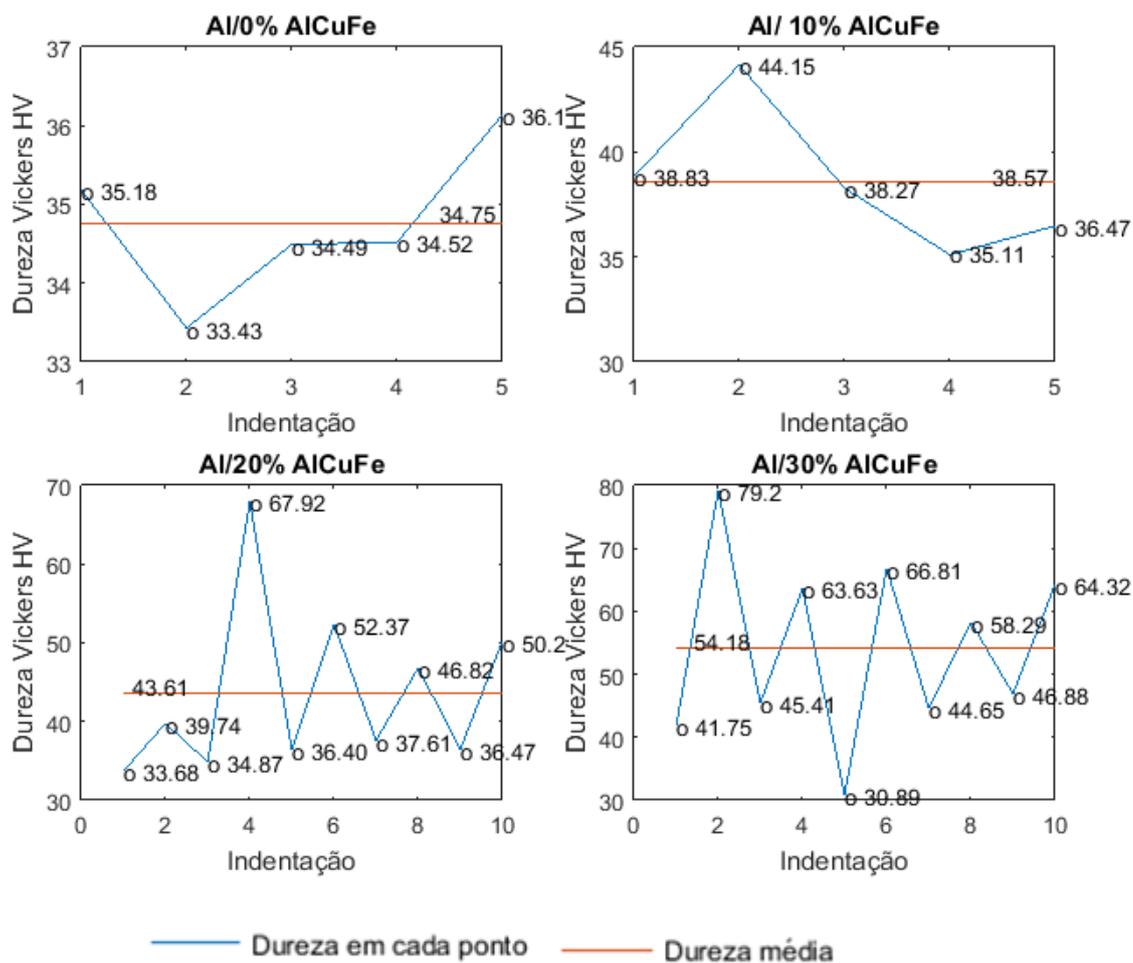


Figura 4.15 – Resultados dos ensaios de micro dureza dos compósitos.

Fonte: Da autora.

Tabela 4.5 – Resultados dos ensaios de microdureza dos compósitos.

Fonte: Da autora.

Compósito	Dureza Vickers [HV _{0,3}]
Al/0%AlCuFe	34.75 +/- 0,89
Al/10%AlCuFe	38.57 +/- 3,09
Al/20%AlCuFe	43.61 +/- 10,25
Al/30%AlCuFe	54.18 +/- 13,83

Os resultados mostraram que a adição da liga quasicristalina contribuiu para o

aumento na dureza do material, um aumento de 11%, 25,5% e 56,5% para as amostras contendo 10%, 20% e 30% de reforço, respectivamente. O aumento na dureza em compósitos Al/AlCuFe também foi observado em outros trabalhos (KALOSHKIN *et al.*, 2004, LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015, TSAI *et al.*, 1993).

Vale ressaltar que as consideráveis variações nos valores de dureza em cada indentação, sobretudo nas amostras contendo mais reforço, são provavelmente resultado de o indentador cair hora na matriz, hora no reforço. Sendo assim, um valor de dureza mais confiável, ou seja, que represente o compósito como um todo deve ser obtido realizando testes de dureza ao invés de microdureza, ou ainda utilizando cargas maiores nos testes de microdureza para garantir que se esteja medindo a dureza do compósito e não de seus constituintes.

4.8. ENSAIOS DE COMPRESSÃO

Na Figura 4.16 e na Tabela 4.6 são apresentados os resultados dos ensaios de compressão dos sinterizados.

Os resultados mostraram que com a adição de quasicristal, a curva de compressão sofre pouquíssima alteração quanto ao seu perfil quando da adição de 10% QC- AlCuFe, contudo há um aumento no limite de escoamento.

O aumento é observado também nos outros compósitos. Estes resultados estão em concordância com outros trabalhos, que também observaram esse aumento no limite de escoamento em ensaios de compressão de compósitos Al/AlCuFe. (SCHURACK *et al.*, 2003, LITYNSKA-DOBRZYNSKA *et al.*, 2015, SHADANGI *et al.*, 2020).

Com a adição de 20% e 30% percebem-se mudanças no perfil da curva, ambos os regimes elástico e plástico diminuem e a tensão compressiva última ocorre em menos de 40% de deformação. Deformação de 40% ou maior é usualmente adotado para alumínio, este valor ser menor nos casos dos compósitos confirma que o reforço influenciou o comportamento das propriedades mecânicas.

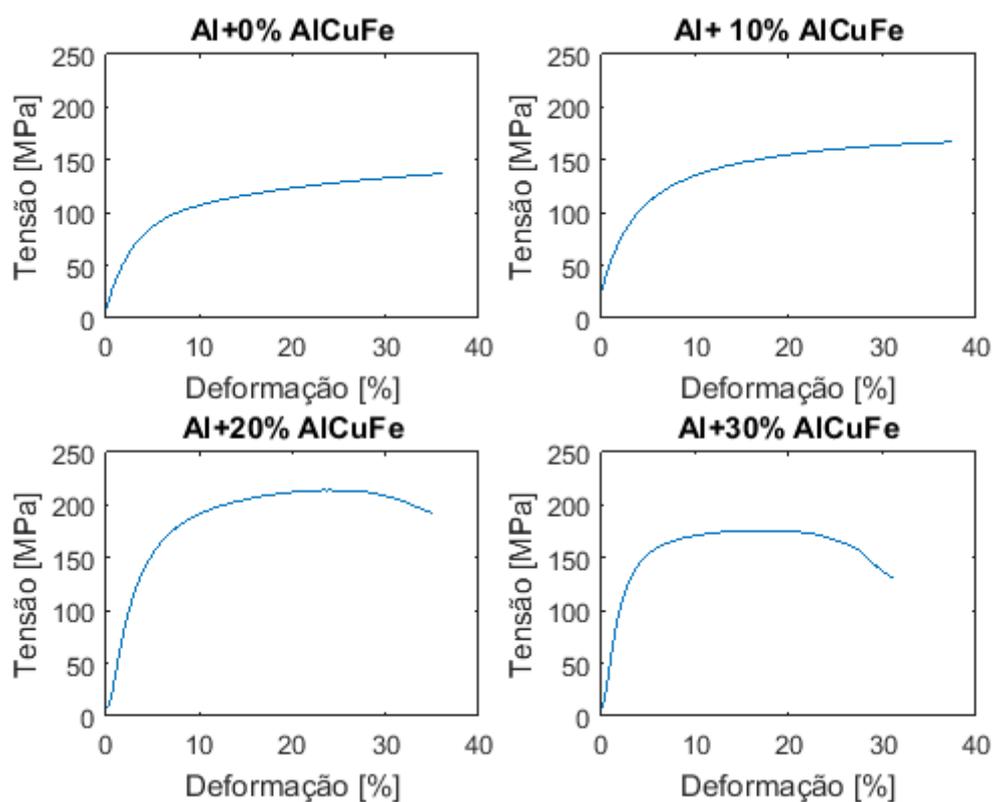


Figura 4.16 - Gráficos dos ensaios de compressão dos compósitos.

Fonte: Da autora

Tabela 4.6 – Resultados dos ensaios de compressão dos compósitos.

Fonte: Da autora

Compósito	Limite de escoamento [MPa]
Al/0% AlCuFe	55,2
Al/10% AlCuFe	67,9
Al/20% AlCuFe	127,9
Al/30% AlCuFe	138,2

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

- Foram produzidas ligas AlCuFe por indução em forno à vácuo. As ligas atingiram boa homogeneização da fase quasicristalina após tratamento térmico.
- Não houve transformação da fase quasicristalina em aproximantes durante a mistura dos pós em moinho planetário de bolas. Os pós utilizados na sinterização tinham partículas menores que 100 μ m.
- Os compósitos foram sinterizados via SPS obtendo boa densificação. A densificação é melhor conforme o aumento da temperatura.
- As análises de DRX apontaram a presença da fase quasicristalina nos compósitos, com sinal crescente conforme a proporção de reforço.
- As imagens de MEV mostraram que os compósitos produzidos possuíam partículas de reforço com diversos tamanhos. Constatou-se também a presença de traços de uma segunda fase, além da quasicristalina, no reforço.
- Os compósitos apresentaram aumento na dureza conforme o aumento na proporção do reforço, chegando até 56% acima do valor de dureza para o sinterizado de alumínio puro.
- Os ensaios de compressão mostraram que houve aumento no limite de escoamento conforme aumentou-se a proporção de reforço nos compósitos.
- As propriedades dos compósitos analisadas neste trabalho foram influenciadas pelas partículas de reforço em geral, mas para as amostras contendo 20 e 30% de QC-AlCuFe a influência foi bem mais pronunciada que nas amostras contendo

apenas 10%.

- Foram produzidos compósitos que aproveitaram a baixa densidade e boa ductilidade do alumínio com a elevada dureza do quasicristal, mostrando que a técnica SPS é uma técnica promissora na produção de compósitos Al/QC-AlCuFe.
- Dentre os compósitos produzidos, o mais interessante foi aquele com concentração intermediária, 20% de AlCuFe, pois por um lado nos compósitos de 10% não foi identificada grande influência do reforço nas propriedades do sinterizado e por outro, nos compósitos de 30% apesar de melhorar a dureza o aumento na proporção de QC aumenta também a fragilidade

CAPÍTULO VI

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios tribológicos nos compósitos produzidos, a fim de investigar se o reforço influencia também estas propriedades dos compósitos.
- Utilizar pós com tamanhos de partículas menores para a sinterização e comparar os resultados, estudando a influência do tamanho das partículas na densificação e nas propriedades dos compósitos.
- Realizar sinterizações em temperaturas mais elevadas para estudo da influência da temperatura nas propriedades dos compósitos, ao mesmo tempo observando a transformação da fase quasicristalina e o surgimento de outras fases acarretadas por temperatura mais elevada de sinterização.

REFERÊNCIAS

- ALI, F., SCUDINO, S., ANWAR, M., *et al.*, 2014, “Al-based metal matrix composites reinforced with Al–Cu–Fe quasicrystalline particles: Strengthening by interfacial reaction”. *Journal of alloys and compounds*, v. 607, pp. 274-279.
- ANDERSON, B. C., BLOOM, P. D., BAIKERIKAR, K., *et al.*, 2002, “Al–Cu–Fe quasicrystal/ultra-high molecular weight polyethylene composites as biomaterials for acetabular cup prosthetics”. *Biomaterials*, v. 23, n. 8, pp. 1761-1768.
- BESSER, M., EISENHAMMER, T., 1997, “Deposition and applications of quasicrystalline coatings”. *MRS bulletin*, v. 22, n. 11, pp. 59-63.
- BLOOM, P. D., BAIKERIKAR, K., ANDEREGG, J. W., *et al.*, 2003, “Fabrication and wear resistance of Al–Cu–Fe quasicrystal-epoxy composite materials”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 360, n. 1-2, pp. 46-57.
- BLOOM, P. D., BAIKERIKAR, K., OTAIGBE, J. U., *et al.*, 2000, “Development of novel polymer/quasicrystal composite materials”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 294, pp. 156-159.
- BRADLEY, A.J., GOLDSCHMIDT, H.J., 1939, *J. Inst. Met.*, v. 65, pp. 403-418.
- CALLISTER, W. D., 2002. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*, 5 ed. Livros Técnicos e Científicos.
- CAVALIERE, P., SADEGHI, B., SHABANI, A., 2019, “Spark plasma sintering: process

- fundamentals”. *Spark plasma sintering of materials*, pp. 3-20. Springer.
- CHAKRAPANI, P., SURYAKUMARI, T., 2020, “Mechanical properties of aluminium metal matrix composites-A review”. *Materials Today: Proceedings*.
- CHEUNG., Y., L. CHAN., K., C. ZHU., Y., H., 2001. “Characterization of the icosahedral phase in as-cast quasicrystalline Al₆₅Cu₂₀Fe₁₅ alloy”. *Materials characterization*, pp. 299-305.
- DONG, C., 1995, “The concept of the approximants of quasicrystals”. *Scripta Metallurgica et materialia*, v. 33, n. 2, pp. 239-243.
- DUBOIS, J.-M., 2005, *Useful quasicrystals*. World Scientific.
- DUBOIS, J.-M., 2012, “Properties-and applications of quasicrystals and complex metallic alloys”. *Chemical Society Reviews*, v. 41, n. 20, pp. 6760-6777.
- EISENHAMMER, T., MAHR, A., HAUGENEDER, A., *et al.*, 1997, “Selective absorbers based on AlCuFe thin films”. *Solar energy materials and solar cells*, v. 46, n. 1, pp. 53-65.
- EL KABIR, T., JOULAIN, A., GAUTHIER, V., *et al.*, 2008. “Hot isostatic pressing synthesis and mechanical properties of Al/Al–Cu–Fe composite materials”. *Journal of materials research*, v. 23, n. 4, pp. 904-910.
- FENG, L.-P., SHAO, T.-M., JIN, Y. J., *et al.*, 2005, “Laser cladded AlCuFe+ Sn quasicrystalline composite coatings”.
- FLEURY, E., KIM, Y.-C., KIM, D.-H., *et al.*, 2004, “The toughening of Al–Cu–Fe (-B) quasicrystals by Sn particles”. *Journal of non-crystalline solids*, v. 334, pp. 449-452.
- FLEURY, E., LEE, S., CHOI, G., *et al.*, 2001, “Comparison of Al-Cu-Fe quasicrystalline particle reinforced Al composites fabricated by conventional casting and extrusion”.

Journal of Materials Science, v. 36, n. 4, pp. 963-970.

FLEURY, E., LEE, S., KIM, W., *et al.*, 2000, "Evaluation of the mechanical properties of conventionally-cast Al matrix composites reinforced by quasicrystalline Al-Cu-Fe particles using continuous ball indentation technique". *Metals and Materials*, v. 6, n. 5, pp. 415-422.

GONZAGA, M. A. M., PASSOS, T. A. D., GOMES, R. M., 2020, "Caracterização de compósitos de alumínio reforçado com partículas quasicristalinas produzidos por stir casting/laminação". *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 25.

GUI, J., WANG, J., WANG, R., *et al.*, 2001, "On some discrepancies in the literature about the formation of icosahedral quasi-crystal in Al-Cu-Fe alloys". *Journal of materials research*, v. 16, n. 4, pp. 1037-1046.

GUO, X., CHEN, J., YU, H., *et al.*, 2015, "A study on the microstructure and tribological behavior of cold-sprayed metal matrix composites reinforced by particulate quasicrystal". *Surface and Coatings Technology*, v. 268, pp. 94-98.

HUNGRIA, T., GALY, J., CASTRO, A., 2009, "Spark plasma sintering as a useful technique to the nanostructuring of piezo-ferroelectric materials". *Advanced engineering materials*, v. 11, n. 8, pp. 615-631.

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E., 2004, "Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: a review". *Journal of alloys and compounds*, v. 363, n. 1-2, pp. 154-178.

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E., VUORINEN, J., 2005, Preparation and characterisation of melt-spun Al-Cu-Fe quasicrystals. *Intermetallics*, v. 13, n. 8, pp. 885-895.

JANOT, C., 1996, "The properties and applications of quasicrystals". *Europhysics News*, v. 27, n. 2, pp. 60-64.

- JOSEPH, A., 2017. *Microstructure et caractérisation mécanique multi-échelles des composites Al/ ω -Al-Cu-Fe synthétisés par métallurgie des poudres*. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Poitiers, France.
- JOSEPH, A., GAUTHIER-BRUNET, V., JOULAIN, A., *et al.*, 2018, “Mechanical properties of Al/ ω -Al-Cu-Fe composites synthesized by the SPS technique”. *Materials Characterization*, v. 145, pp. 644-652.
- KAINER, K. U., 2006, “Basics of metal matrix composites”. *Metal Matrix Composites*, pp. 1-54.
- KALOSHKIN, S., TCHERDYNTSEV, V., LAPTEV, A., *et al.*, 2004, “Structure and mechanical properties of mechanically alloyed Al/Al-Cu-Fe composites”. *Journal of Materials Science*, v. 39, n. 16, pp. 5399-5402.
- LEE, S., HUNG, J., FLEURY, E., *et al.*, 2000, “Metal matrix composites reinforced by gas-atomised Al-Cu-Fe powders”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 294, pp. 99-103.
- LEE, S. M., JEON, H. J., KIM, B. H., *et al.*, 2001, “Solidification sequence of the icosahedral quasicrystal forming Al–Cu–Fe alloys”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 304, pp. 871-878.
- LEI, X., Ma, J, 2010, “Synthesis and electrochemical performance of aluminum based composites”. *Journal of the Brazilian Chemical Society*, v. 21, n. 2, pp. 209-213.
- LITYNSKA-DOBZYNSKA, L., DUTKIEWICZ, J., STAAN-GLOWINSKA, K., *et al.*, 2015, “Characterization of aluminium matrix composites reinforced by Al–Cu–Fe quasicrystalline particles”. *Journal of alloys and compounds*, v. 643, pp. 114-118.
- MACIÁ BARBER, E., 2019, “Chemical bonding and physical properties in quasicrystals and their related approximant phases: known facts and current perspectives”. *Applied Sciences*, v. 9, n. 10, pp. 2132.

- MANIÈRE, C., DURAND, L., ESTOURNÈS, C., 2016, “Powder/die friction in the spark plasma sintering process: Modelling and experimental identification”. *Scripta Materialia*, v. 116, pp. 139-142.
- MAVHUNGU, S., AKINLABI, E., ONITIRI, M., *et al.*, 2017, “Aluminum matrix composites for industrial use: advances and trends”. *Procedia Manufacturing*, v. 7, pp. 178-182.
- MUNIR, Z. A., OHYANAGI, M., 2010, “Perspectives on the spark plasma sintering process”. *Journal of Materials Science*, v. 56, n. 1, pp. 1-15.
- PASSOS, T. A., GOMES, R. M., MELO, T. A. d. A., *et al.*, 2010, “Investigation of quasicrystal-reinforced aluminium metal matrix composite by hot extrusion”. *Materials Science Forum*.
- SAHEB, N., IQBAL, Z., KHALIL, A., *et al.*, 2012, “Spark plasma sintering of metals and metal matrix nanocomposites: a review”. *Journal of Nanomaterials*.
- SCHURACK, F., ECKERT, J., SCHULTZ, L., 2003, “Synthesis and mechanical properties of mechanically alloyed Al-Cu-Fe quasicrystalline composites”. *Philosophical Magazine*, v. 83, n. 11, pp. 1287-1305.
- SHADANGI, Y., SHARMA, S., SHIVAM, V., *et al.*, 2020, “Fabrication of Al–Cu–Fe quasicrystal reinforced 6082 aluminium matrix nanocomposites through mechanical milling and spark plasma sintering”. *Journal of alloys and compounds*, v. 828, pp. 154258.
- SHECHTMAN, D., BLECH, I., GRATIAS, D., *et al.*, 1984, “Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry”. *Physical review letters*, v. 53, n. 20, pp. 1951.
- SORDELET, D., BESSER, M., LOGSDON, J., 1998, “Abrasive wear behavior of Al–Cu–

- Fe quasicrystalline composite coatings”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 255, n. 1-2, pp. 54-65.
- SORDELET, D., WIDENER, S., TANG, Y., *et al.*, 2000, “Characterization of a commercially produced Al–Cu–Fe–Cr quasicrystalline coating”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 294, pp. 834-837.
- SORDELET, D. J., DUBOIS, J. M., 1997, “Quasicrystals perspectives and potential applications”. *MRS bulletin*, v. 22, n. 11, pp. 34-39.
- SUÁREZ, M., FERNÁNDEZ, A., MENÉNDEZ, J., *et al.*, 2013, “Challenges and opportunities for spark plasma sintering: a key technology for a new generation of materials”. *Sintering applications*, v. 13, pp.319-342.
- SUN, J., LI, J., SUN, G., *et al.*, 2002, “Synthesis of dense NiZn ferrites by spark plasma sintering”. *Ceramics international*, v. 28, n. 8, pp. 855-858.
- SWEET, G., BROCHU, M., HEXEMER Jr, R., *et al.*, 2015, “Consolidation of aluminum-based metal matrix composites via spark plasma sintering”. *Materials Science and Engineering: A*, v. 648, pp. 123-133.
- TROMBINI, V., PALLONE, E., MUNIR, Z., *et al.*, 2007, " Spark plasma sintering"(SPS) de nanocompósitos de Al₂O₃-ZrO₂". *Cerâmica*, v. 53, pp. 62-67.
- TSAI, A. P., AOKI, K., INOUE, A., *et al.*, 1993, Synthesis of stable quasicrystalline particle-dispersed Al base composite alloys. *Journal of materials research*, v. 8, n. 1, pp. 5-7.
- WOLF, W., ALIAGA, L. C. R., TRAVESSA, D. N. *et al.*, 2016, “Enhancement of mechanical properties of aluminum and 2124 aluminum alloy by the addition of quasicrystalline phases”. *Materials Research*, v. 19, pp. 74-79.