



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS -
PPCEM
MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DESENVOLVIMENTO E PROPRIEDADES DE
MATERIAIS

ERICK THIAGO COSTA DE ANDRADE

**ANÁLISE DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE
COMPÓSITO BRONZE-QUASICRISTAL**

JOÃO PESSOA, PARAÍBA - BRASIL
2022

Erick Thiago Costa de Andrade

ANÁLISE DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE COMPÓSITO BRONZE-QUASICRISTAL

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPCEM) do Centro de Tecnologia e da Universidade Federal da Paraíba como requisito regular para obtenção do título de Mestre.

Área de concentração:

Desenvolvimento e propriedades de materiais.

Orientadores:

Prof. Dr. Tibério Andrade dos Passos

Prof. Dr. Gudson Nicolau de Melo

**JOÃO PESSOA, PARAÍBA - BRASIL
2022**

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

A553a Andrade, Erick Thiago Costa de. Análise das
variáveis do processo para obtenção de compósito
bronze-quasicristal / Erick Thiago Costa de Andrade.
- João Pessoa, 2022.
68 f. : il.

Orientação: Tibério Andrade dos Passos Passos.
Coorientação: Gudson Nicolau de Melo Melo.
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT - UFPB.

1. Metalurgia do pó. 2. Compósito - Matriz metálica.
3. Bronze. 4. Quasicristal. I. Passos, Tibério Andrade
dos Passos. II. Melo, Gudson Nicolau de Melo. III.
Título.

UFPB/BC

CDU 621.762(043)

ERICK THIAGO COSTA DE ANDRADE

**ANÁLISE DAS VARIÁVEIS DO PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE
COMPÓSITO BRONZE-QUASICRISTAL**

João Pessoa, agosto de 2022

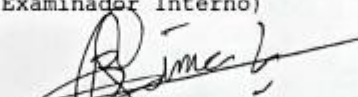
BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. TIBERIO ANDRADE DOS PASSOS - UFPB/PPCEM
(Presidente, Orientador)

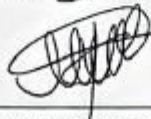


Prof. Dr. DANNIEL FERREIRA DE OLIVEIRA - UFPB/PPCEM
(Examinador Interno)

Prof. Dr. GUDSON NICOLAU DE MELO - UFPB/PPCEM
(Examinador Interno)



Prof. Dr. BRUNO ALESSANDRO SILVA GUEDES DE LIMA
(Examinador Externo ao Programa)



ERICK THIAGO COSTA DE ANDRADE
(Discente)

Dedico esse trabalho primeiramente a Deus, aos meus pais José Evandro de Andrade e Valéria Costa, aos meus irmãos Elvis Victor e Emily, a minha incentivadora maior Natasha Seleidy Ramos de Medeiros, pelo total apoio em todas as etapas da minha vida acadêmica, em especial nesses últimos anos.

“O período de maior ganho em conhecimento e experiência é o período mais difícil da vida de alguém” - Dalai Lama.

AGRADECIMENTOS

À Deus por ter me ajudado, me dando saúde e força para superar todas as dificuldades que encontrei durante essa caminhada.

À Universidade Federal da Paraíba – UFPB e todo corpo docente, em especial, do PPCEM que oportunizaram a janela na qual hoje posso ver um horizonte superior e de uma perspectiva totalmente diferente, através da confiança no mérito e ética aqui presente.

Ao meu orientador Tibério Passos Andrade, pelo suporte no pouco tempo que lhe coube, pela paciência, correções e incentivos.

Aos meus pais José Evandro de Andrade e Valéria Costa, aos meus irmãos Elvis e Emily, pelo incentivo e apoio incondicional.

A minha maior incentivadora, Natasha Seleidy Ramos de Medeiros, por todo o apoio. Sem ela, não teria chegado até aqui, todas as vezes que pensei em desistir ela sempre esteve ao meu lado para me ajudar a dar continuidade a esse grande sonho.

A todos os técnicos do LSR, que me ajudaram e me ensinaram não só com esse trabalho, mas durante todo o curso.

Aos amigos e companheiros de estudos e pesquisas Ricardo e Franklin que me ajudaram diversas vezes ao longo desse trabalho.

E a todos que de forma direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigado.

RESUMO

No ambiente industrial existe uma busca intensa por materiais com melhores desempenho que os materiais já existentes no mercado, isso faz com que pesquisas nesse sentido sejam muito interessantes, uma das vertentes mais utilizadas nessa área é a produção de materiais compósitos, um tipo que vem ganhando uma relevante importância são os compósitos de matriz metálica a base de cobre, porém, devido sua baixa resistência mecânica, o que impede sua utilização em algumas áreas tecnológicas, uma matriz de ligas de cobre, altamente condutora, precisa ser reforçada, causando o aparecimento de novos materiais compósitos com características superiores. Esse trabalho visou a produção de compósito com matriz de bronze reforçado com partículas quasicristalinas de AlCuFe por meio da metodologia do pó visando o estudo das variáveis de processo e grau de importância na formação do material pretendido. Para obtenção das amostras foi feito um planejamento fatorial de 2^3 , ou seja, houve uma variação de parâmetros, força aplicada na compactação, a temperatura de sinterização e a fração do reforço dentro da matriz, podendo assim, realizar um estudo para cada amostra buscando a melhor situação dentre elas. Foram analisadas a densidade a verde, densidade relativa dos corpos de prova a verde e sinterizados, a porosidade das amostras e feitas imagens de microscopia das amostras com maior e menor grau de porosidade. Através desse trabalho foi possível obter compósitos de matriz de bronze reforçada com quasicristal, além disso foi possível utilizar a temperatura de sinterização dos corpos de prova para promover o tratamento térmico da liga AlCuFe para o aparecimento da fase quasicristalina, eliminando assim, uma etapa do processo.

Palavras chaves: Compósito de matriz metálica; bronze; quasicristal; metalurgia do pó.

SUMMARY

In the industrial environment there is an intense search for materials with better performance than the materials already on the market, this makes research in this direction very interesting, one of the most used aspects in this area is the production of composite materials, a type that has been gaining a relevant importance are the copper-based metal matrix composites, however, due to their low mechanical strength, which prevents their use in some technological areas, a matrix of highly conductive copper alloys needs to be reinforced, causing the appearance of new composite materials with superior characteristics. This work aimed at the production of a composite with a bronze matrix reinforced with quasicrystalline particles of AlCuFe through the powder methodology, aiming at the study of process variables and degree of importance in the formation of the intended material. In order to obtain the samples, a factorial design of 23 was carried out, that is, there was a variation of parameters, force applied in the compaction, the sintering temperature and the fraction of the reinforcement inside the matrix, thus being able to carry out a study for each sample seeking the best situation among them. The green density, the relative density of the green and sintered specimens, the porosity of the samples were analyzed and microscopy images of the samples with higher and lower degree of porosity were made. Through this work, it was possible to obtain composites of bronze matrix reinforced with quasicrystal, in addition, it was possible to use the sintering temperature of the specimens to promote the heat treatment of the AlCuFe alloy for the appearance of the quasicrystalline phase, thus eliminating a step in the process.

Keywords: Metal matrix composite; bronze; quasicrystal; powder metallurgy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 - Diagrama de fase binário do sistema cobre-estanho	18
Figura 02 - Efeito da temperatura de sinterização e tempo na densidade dos compactados de pó de cobre	20
Figura 03 - Efeito da temperatura de sinterização nas propriedades físicas do bronze 90Cu-10Sn - 2C	20
Figura 04 - Influência da pressão de compactação nas propriedades do cobre sinterizado após um 750-C (1023 K), 10 h	21
Figura 05 - Densidade sinterizada para cobre prensado a 550 MPa e 2760 MPa, sinterizado em várias temperaturas	22
Figura 06 - Microscopia eletrônica de pó de cobre que sofreu expansão após a sinterização	23
Figura 07 - Poliedros: Dodecaedral, octogonal, icoesadral e triacontraedral	24
Figura 08 - Diagrama constitucional alumínio-cobre-ferro	25
Figura 09 - Diagrama de fase pseudo-binário Al-Cu-Fe na faixa de composições da fase quasicristalina	28
Figura 10 - Microdureza do compósito CuSn8 reforçado com QC	29
Figura 11 - Representação esquemática do processo de metalurgia do pó	33
Figura 12 - Padrão de difração de raios-X do nanocompósito Ti64 /CaP	34
Figura 13 - Imagens de MEV de pó de Ti64 obtido a partir do segundo processo de moagem após 5 horas	35
Figura 14 - Relação da Porosidade com o Tamanho de Partícula	36
Figura 15 - Esquema da compactação uniaxial de pós metálicos	37
Figura 16 - Modelo de união das partículas na etapa de sinterização	37
Figura 17 - Representação esquemática de três esferas de sinterização	40
Figura 18 - Exemplos de peças obtidas a partir de metalurgia do pó	41
Figura 19 - Exemplo do alto grau de flexibilidade da metalurgia do pó	43
Figura 20 - Dimensões do corpo de prova compactado	47
Figura 21 - Representação gráfica da sinterização do compósito Bronze-Quasicristal a 750°C	49
Figura 22 - Representação gráfica da sinterização do compósito Bronze-Quasicristal a 800°C	50
Figura 23 - Densificação dos Corpos de Prova	57
Figura 24 - Porosidade dos corpos de prova	57
Figura 25 - Diagrama para interpretação dos efeitos da pressão, temperatura do banho e da fração, no planejamento 2 ³	59
Figura 26 - Microscopia eletrônica da amostra 3 do compósito bronze reforçado com quasicristal, com força aplicada de 2,5 (tf), fração de 10% de reforço e temperatura de sinterização de 750°C. a) aumento de 660x, b) aumento de 1900x	60
Figura 27 - Microscopia eletrônica da amostra 6 do compósito bronze reforçado com quasicristal, com força aplicada de 2,5 (tf), fração de 3% de reforço e temperatura de sinterização de 800°C. a) 700x, b) 1100x	60

Figura 28 - Partícula da liga AlCuFe na amostra 3, após o processo de sinterização....	61
Figura 29 - Difrátograma das amostras 3 e 6 do planejamento fatorial	62

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 - Elementos contidos no bronze	19
Tabela 02 - Comparação do consumo de Energia na Fabricação e Índice de Rejeitos da Metalurgia do pó com outros Processos.	41
Tabela 03 - Tamanho Médio de partícula dos pós usado no compósito	44
Tabela 04 – Quantidade em massa de reforço na matriz.....	45
Tabela 05 - Planejamento Fatorial das amostras	45
Tabela 06 - Coeficientes de contraste entre as amostras	46
Tabela 07 - Dimensões e peso dos corpos de prova verde	47
Tabela 08 – Dimensões e peso dos corpos de prova sinterizados.....	48
Tabela 09 – Densidades dos corpos de prova verde	53
Tabela 10 - Densidades dos corpos de prova sinterizados	54
Tabela 11 – Valores da densificação dos corpos de prova	55
Tabela 12 - Porosidades dos corpos de prova, considerando a densidade teórica do bronze	56

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3 REFERENCIAL TEÓRICO	18
3.1 LIGA Cu-Sn	18
3.1.1 Sinterização do bronze	19
3.1.2 Sinterização do pó de cobre	21
3.1.3 Aplicabilidade do bronze	23
3.2 LIGAS QUASICRISTALINAS	23
3.2.1 Síntese de quasicristais	25
3.2.2 O sistema AlCuFe e a formação da fase quasicristalina durante a síntese	26
3.2.2.1 O sistema AlCuFe em equilíbrio	26
3.2.3 Características da superfície dos quasicristais de AlCuFe	27
3.2.4 Liga quasicristalina em matriz metálica	28
3.2.5 Aplicação da liga quasicristalina	29
3.3 COMPÓSITO DE MATRIZ METÁLICA	30
3.3.1 Compósito reforçado com quasicristal	31
3.4 METALURGIA DO PÓ	31
3.4.1 Histórico e definição	31
3.4.2 Etapas do processo de fabricação por metalurgia do pó	32
3.4.3 Obtenção dos pós	33
3.4.4 Meios de caracterização química e morfologia dos pós	34
3.4.5 Misturas dos pós	35
3.4.6 Compactação	36
3.4.6.1 Técnicas de compactação, equipamento/dispositivos e variáveis operacionais	36
3.4.7 Sinterização	37
3.4.7.1 Aspectos que interferem na sinterização	40
3.4.8 Aplicabilidade da técnica	41
3.4.8.1 Vantagens.....	41
3.4.8.2 Desvantagens	43
4 MATERIAIS E MÉTODOS	43

4.1 OBTENÇÃO DA LIGA QUASICRISTALINA	44
4.2 COMINUIÇÃO DA LIGA AlCuFe	44
4.3 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULA	44
4.4 MISTURAS DOS PÓS	44
4.5 PLANEJAMENTO FATORIAL	45
4.6 COMPACTAÇÃO	47
4.7 DENSIDADE RELATIVA À VERDE	48
4.8 SINTERIZAÇÃO E TRATAMENTO TÉRMICO	48
4.9 DENSIFICAÇÃO	50
4.10 DENSIDADE RELATIVA DO CORPO DE PROVA SINTERIZADO	51
4.11 POROSIDADE	51
4.12 DIFRAÇÃO DE RAIO-X	51
4.13 MICROSCOPIA ELETRÔNICA	52
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	53
5.1 ELABORAÇÃO DA LIGA QUASICRISTALINA	53
5.2 DENSIDADE RELATIVA	53
5.3 SINTERIZAÇÃO	54
5.4 DENSIFICAÇÃO	54
5.5 POROSIDADE	55
5.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA	59
5.7 DIFRATOMETRIA DE RAIO-X	61
6 CONCLUSÃO	63
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	64

1 INTRODUÇÃO

Desde o início dos tempos, o ser humano se utiliza dos materiais para suprir necessidades essenciais para sua existência. À medida que as civilizações foram se desenvolvendo, acompanhadas das necessidades, elas foram descobrindo novos materiais de acordo com o que precisavam; cada avanço que ocorria correspondiam o uso e o domínio de uma nova matéria-prima.

Enquanto as sociedades iam avançando apareciam outras necessidades técnicas, assim foram desenvolvidos novos materiais com propriedades superiores àquelas dos materiais antes produzidos. Porém, o entendimento da relação entre a estrutura e propriedades dos materiais, se deu apenas em tempos relativamente recentes, aproximadamente nos últimos 150 anos. Nesse cenário, desenvolveram-se muitos materiais diferentes, com características únicas, atendendo às necessidades da sociedade moderna. (CALLISTER, 2012)

Nesse contexto, dentre a grande diversidade de materiais desenvolvidos, é importante frisar os materiais compósitos, que consistem em um material formado de, pelo menos, dois constituintes de fases ou estruturas diferentes, os quais são ligados por uma interface que pode ser constituída de outra fase, distinta dos componentes (FEREIDUNI; GHASEMI; ELBESTAWI, 2019). Então, trataremos aqui especificamente dos compósitos de matriz metálica, estes são materiais inovadores que possibilitaram o desenvolvimento de novos estudos na ciência e indústria, possibilitando novos projetos e peças para as mais diversas aplicações, os quais atendem as relações custo x benefício e garantem que as propriedades desejadas sejam melhores ou iguais às dos materiais similares (PASSOS, 2006).

Em compósitos de matriz metálica, na maioria das vezes, uma das fases tem a função de reforço, possibilitando aumento da resistência mecânica ou dureza. Geralmente a produção utiliza técnicas da metalurgia do pó (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008). Um constituinte bastante promissor como reforço em matrizes constituídas de ligas de baixa dureza, que tem sido bastante estudado, são as ligas quasicristalinas, visto que, desde a sua descoberta, o interesse em entender suas propriedades físicas visando empregá-los em diversas aplicações tecnológicas vem crescendo (SILVA, A, K, 2019)

Os materiais quasicristalinos têm propriedades tais como: resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito, alta dureza, baixa energia de superfície, propriedades elétricas e térmicas incomuns para materiais metálicos, estabilidade térmica em altas temperaturas (ZEDADRA et al., 2019). A grande questão está na sua fragilidade em temperatura ambiente, o que impossibilita a sua utilização em materiais estruturais. Por isso, procuraram-se alternativas para

contornar essa fragilidade, devido às suas características importantes, A solução encontrada foi utiliza-lo como reforço em uma matriz dútil (LEE et al., 2016).

O método de processamento dos materiais compósitos, principalmente os metálicos, ocorre por meio da metalurgia do pó, onde o pó metálico é submetido à compactação e sinterização posteriormente. Os produtos fabricados por metalurgia do pó apresentam como características peças complexas e de alta precisão, utilizadas em grande escala nos mais variados setores de máquinas, veículos e equipamentos, podem ser mais eficientes e econômicos (CHIAVERINI, 2001). Através desse método, qualquer tipo de liga e reforço podem ser usados para a fabricação de compósitos de matriz metálica, esse processo também pode ser realizado a uma temperatura mais baixa, minimizando, assim, a reação entre os dois componentes do compósito. Por meio da metalurgia do pó, compósitos alcançam uma maior resistência em altas temperaturas do que as ligas convencionais. Além disso, compósitos com alto teor de reforço pode ser fabricados por este método, o que aumentará o módulo elástico ao reduzir o coeficiente de expansão térmica (PATIL et al., 2018).

Um tipo de compósito que tem ganhado grande importância, nos últimos anos, para várias aplicações tecnológicas, é o compósito com matriz de cobre e suas ligas, muito por suas propriedades bastante úteis e interessantes para a indústria. O cobre possui baixa resistência mecânica e é altamente condutor, assim, um reforço se torna necessário; e novos materiais compósitos com características superiores podem ser desenvolvidos. Partículas dispersas que são insolúveis na matriz a base de cobre e termicamente estáveis a altas temperaturas; estão sendo bastante estudadas como fase constituinte de reforço. Compósito com matriz a base de cobre reforçado com partículas; oferecem melhorias desejáveis em propriedades mecânicas, particularmente em altas temperaturas, tais como: resistência, propriedades de tração e resistência ao desgaste (ZEDADRA et al., 2019).

Diversos tipos de produtos à base de cobre, bronze, por exemplo, podem ser fabricados através do processo de metalurgia do pó como, por exemplo: filtros, mancais porosos, materiais para fricção, contatos elétricos e peças estruturais (BARBOSA, 2014).

O bronze é utilizado para produção de mancais, que são elementos de máquinas utilizados entre duas peças rígidas em movimento, tendo como principal função separá-las, minimizando o contato e o atrito proveniente entre ambas, substituindo o atrito seco pelo atrito viscoso, possibilitando a operação de equipamentos com menor temperatura e menor perda de energia, atribuindo-se ao sistema maior vida útil e confiabilidade (WOLF; AFONSO, 2014). É preciso destacar que o desgaste desses mancais, provocado pela interação de superfícies, é preocupação corrente no ambiente industrial em função da vida útil do material, haja vista que

a perda progressiva de massa, pode acarretar danos superficiais e alterações dimensionais, levando a um comprometimento da operacionalidade dos componentes envolvidos, e, conseqüentemente, do equipamento do qual constituem elementos essenciais (GARCIA, A.; SPIM; SANTOS, 2017).

Geralmente o elemento chumbo é adicionado ao bronze, em alguns casos, com o intuito de melhorar a usinabilidade, bem como a diminuição do coeficiente de atrito, beneficiando na lubrificação a seco. Todavia, o processo de obtenção do chumbo, que envolve a fundição do metal, é considerado uma fase de elevado risco de intoxicação, devido à exposição que sofre o trabalhador ao fumo metálico proveniente do material na fase líquida (ZEDADRA et al., 2019)

Levando em consideração essa dificuldade imposta na utilização do chumbo em liga ao bronze, uma das principais saídas é adicionar materiais particulados em matrizes de bronze para melhorar as propriedades do metal (MACHADO, 2019) Partículas quasicristalinas se apresentam com potencial para formar um compósito de matriz de bronze de melhores propriedades ao desgaste.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAL

Desenvolver um compósito de matriz de bronze reforçado com liga quasicristalina, através da metalurgia do pó em duas composições, fazendo uso de um planejamento fatorial, com variação da temperatura de sinterização e carga de compactação, para determinar a condição que resulta em um material de melhores propriedades

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Utilizar uma liga atomizada do sistema AlCuFe para dar origem a uma liga quasicristalina durante o processamento do compósito de matriz de bronze via metalurgia do pó;
- Obter a melhor condição de processo utilizando planejamento fatorial 2^3 com variações de composição, carga de compactação e temperatura de sinterização;
- Produzir a liga de reforço quasicristalina durante a sinterização do compósito a fim de eliminar uma etapa do processo;
- Determinar a distribuição do reforço na matriz a partir de microscopia.
- Definir densidade e porosidade do compósito nas diversas composições para correlacionar com as propriedades.

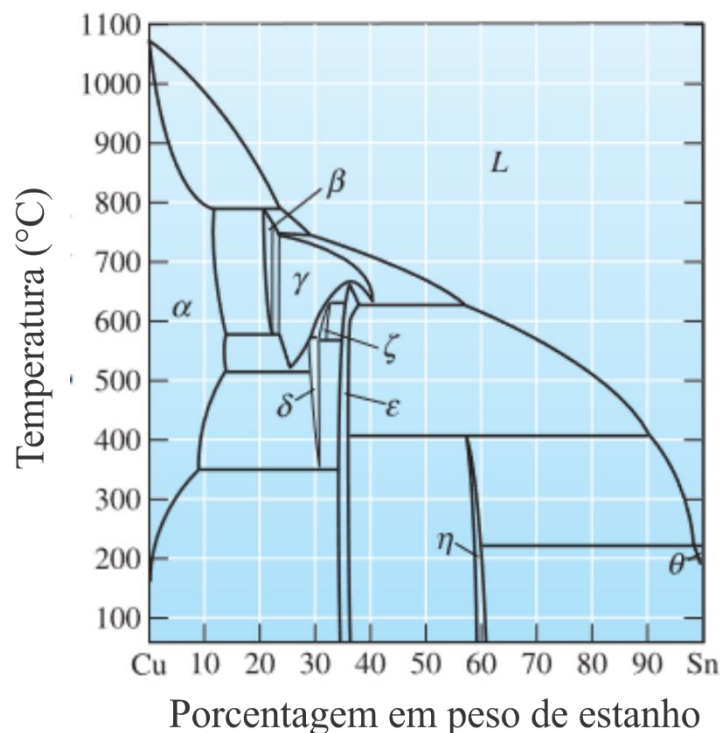
3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1. LIGA Cu-Sn

De acordo com Askeland e Wright (2010) o bronze é obtido a partir da união química entre o cobre (Cu) e o estanho (Sn). O cobre é um metal monofásico dúctil que pode ser endurecido por trabalho a frio, sua microestrutura Cúbica de Face Centrada (CFC) possibilita sua ótima ductibilidade junto com elevado coeficiente de encruamento.

O estanho possui alto poder para reforçar o cobre por meio de solução sólida. Bronzes de estanho, muitas vezes são chamados de bronzes de fósforo, pois podem conter até 10% Sn e permanecer monofásico. No diagrama de fase prevê que a liga conterá o composto Cu_3Sn (ϵ); no entanto, a cinética da reação é tão lenta que o precipitado pode não se formar (ASKELAND; WRIGHT, 2010).

Figura 01 - Diagrama de fase binário do sistema cobre-estanho.



Fonte: (ASKELAND; WRIGHT, 2010).

A liga formada pode conter outros elementos na sua estrutura em menor composição, alumínio, chumbo, silício, fosforo e manganês, dando origem a variações diversas de bronzes (CALLISTER, 2012).

Porém, o bronze (90Cu-10Sn) é produzido a partir dos pós elementares de algumas ligas como ferro e carbono. Alguns componentes estruturais, contudo, que exigem densidades superiores a $7,0 \text{ g/cm}^3$ são fabricados a partir de pós-ligados. De acordo com a ASTM B-255, a tabela 01 mostra a composição dos componentes presentes no bronze sinterizado (CHIAVERINI 2001).

Tabela 01 - Elementos contidos no bronze.

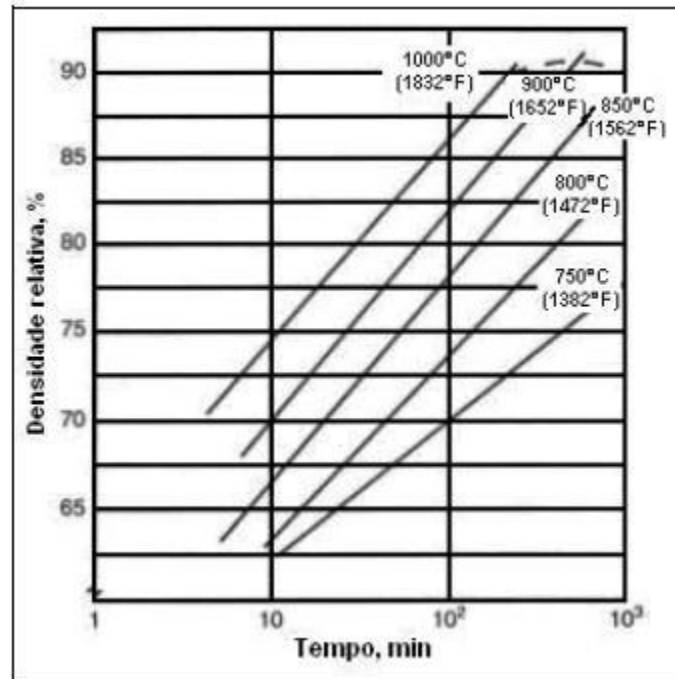
Componente	Composição
Cobre	87,5 – 90,5
Estanho	9,5 – 10,5
Carbono	Máx 1,75
Ferro	Máx 1,00
Outros Elementos	Máx 0,50

Fonte: (CHIAVERINI, 2001).

3.1.1 Sinterização do bronze

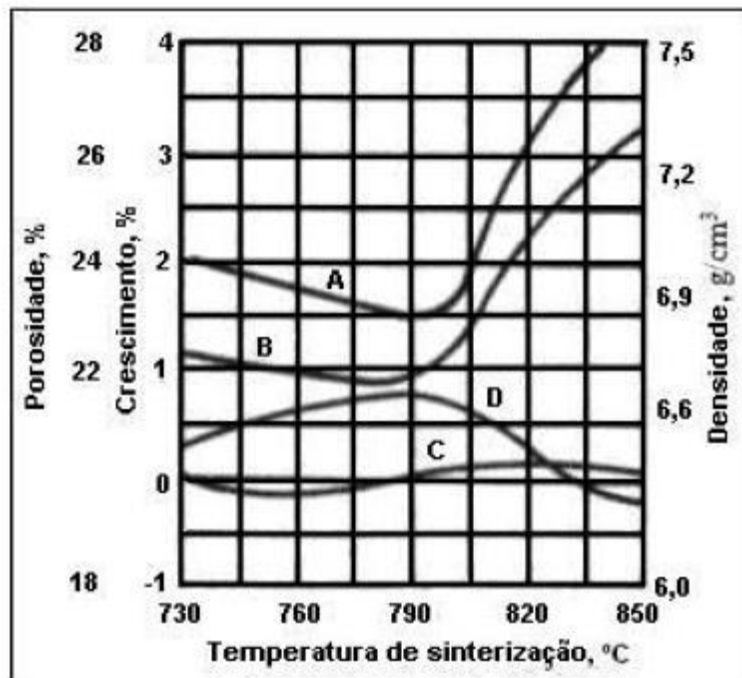
O processo de sinterização do bronze via metalurgia do pó, pode ser feito em três estágios, esses serão determinadas de acordo com o processo empregado. A figura 02 mostra a relação do estágio de temperatura e tempo, onde podemos ver uma densificação do pó de cobre por esse processo. É importante lembrar que existem outros fatores que envolve o aumento ou diminuição da densificação e porosidade nesses materiais, por exemplo na figura 03, onde mostra um gráfico em função da temperatura de sinterização. Podemos observar que com o aumento da temperatura de sinterização há um aumento de porosidade e consequentemente, menor densificação, a partir de temperaturas próximas a 790°C .

Figura 02 - Efeito da temperatura de sinterização e tempo na densidade dos compactados de pó de cobre.



Fonte: (JOSEPH, 1999).

Figura 03 - Efeito da temperatura de sinterização nas propriedades físicas do bronze 90Cu-10Sn - 2C.



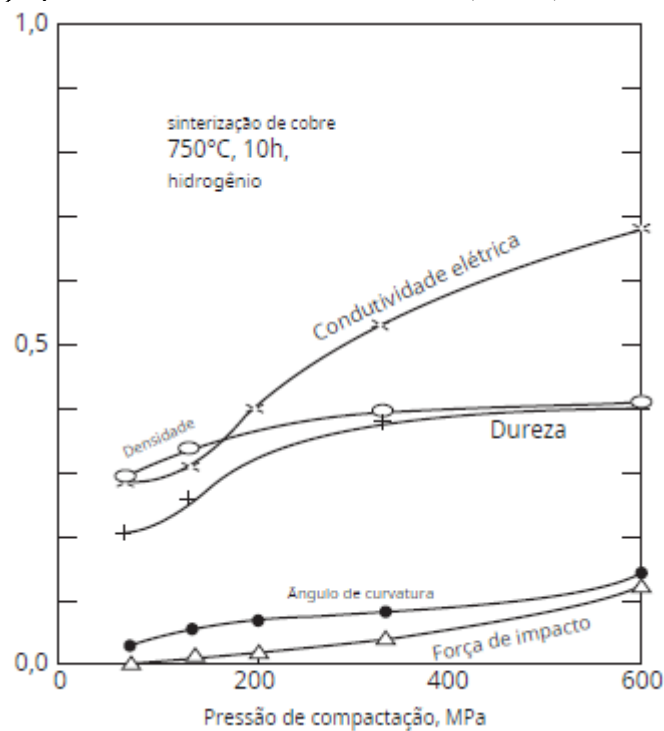
(A) Porosidade, %; (B) Crescimento axial; (C) Crescimento radial; (D) Densidade

Fonte: (JOSEPH, 1999).

3.1.2 Sinterização de pó de cobre

Sabemos que o bronze é uma liga composta cobre e estanho. Na década de 40, pós de cobre estavam disponíveis através de várias rotas de fabricação. Sua alta pureza e baixa estabilidade de óxido permitiram a sinterização sem complicações de óxidos de superfície. (GOETZEL, 1943) avaliou a sinterização de cobre para refletir sobre a maturação da sinterização, ele contou com pós de cobre reduzidos e eletrolíticos submetidos a uma matriz experimental que incluía tipo de partícula, densidade verde (pressão de compactação), temperatura de pico, tempo de espera e atmosfera. Seus experimentos incluíram pressões de compactação de 70 a 620 MPa, variações de temperatura de sinterização de 600 a 900-C (873 a 1173 K), tempos de espera de 1 a 16 h e atmosferas de vácuo ou hidrogênio. As variáveis de resposta incluíram densidade, dureza, resistência, ductilidade, condutividade elétrica, resistência à fadiga, resistência ao impacto e resposta à deformação. (GOETZEL, 1943), delineou a combinação de temperatura, tempo e pressão associada a 100% de densidade. A pressão de compactação teve a maior influência.

Figura 04 - Influência da pressão de compactação nas propriedades do cobre sinterizado a 750-C (1023 K), 10 h.



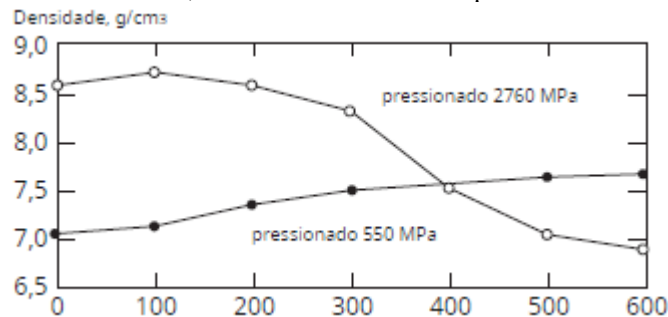
Fonte: (GERMAN, 2014).

Curiosamente, em experimentos realizados a 750-C (1023 K) usando pressão de compactação de 350 MPa, a densidade sinterizada aumentou, mas a resistência sinterizada caiu

de 97 MPa em 6 horas de retenção para 89 MPa em 15 horas de retenção. A otimização de propriedades mecânicas e elétricas dominou sua pesquisa, em oposição a qualquer busca pelos mecanismos de sinterização.

Em 1942, foram identificados resultados anômalos de sinterização; compactos de cobre incharam sob certas condições de queima (GERMAN, 2014). Isso é evidente na Figura 05. Os detalhes do processamento não são fornecidos, mas o inchaço varia com a densidade do verde. Atualmente, o inchamento é atribuído a reações gasosas atrasadas até 600°C (873K) (JOHN, 1942).

Figura 05 - Densidade sinterizada para cobre prensado a 550 MPa e 2760 MPa, sinterizado em várias temperaturas.



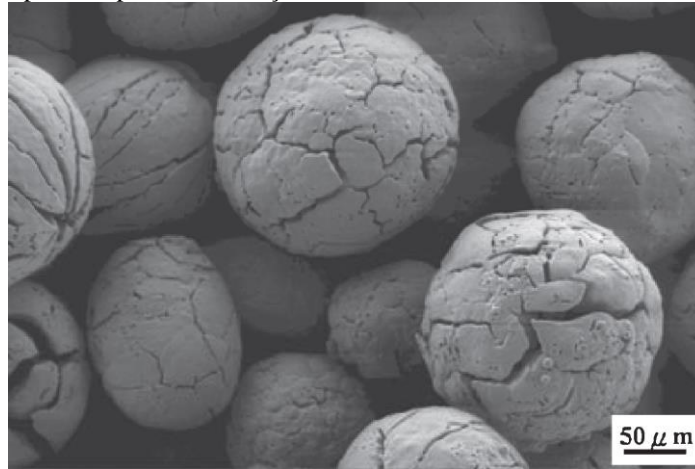
Fonte: (GERMAN, 2014).

A pressão de compactação mais alta causa inchaço nas temperaturas mais altas, resultando em uma densidade final mais baixa. Os primeiros estudos não racionalizaram o inchaço às reações de gás e suspeitaram de algum mecanismo novo.

No trabalho de (LIN; HWANG, 2010), podemos observar possíveis causas e efeitos da diminuição na densificação dos corpos de prova após sinterização. Pós de cobre atomizados, de formato esférico, foram utilizados neste estudo para eliminar a complexidade causada por variações no formato do pó, como o travamento mecânico entre pós com formato irregular.

(LIN; HWANG, 2010), atribui esse efeito a duas causas no processo de sinterização, ao aprisionamento de gás durante a compactação que expande durante a sinterização, o outro fator que influencia é o tamanho das partículas de cobre. No trabalho foi comprovado que o gás aprisionado causa o inchamento das partículas de cobre como visto na figura 06 também foi observado em seu trabalho, que pós finos possuíam menor inchamento e consequentemente possuíam maior densificação em comparação a partículas maiores sinterizadas sobre os mesmos parâmetros.

Figura 06 - Microscopia eletrônica de pó de cobre que sofreu expansão após a sinterização.



Fonte: (LIN; HWANG, 2010).

3.1.3 Aplicabilidade do bronze

Embora o bronze seja uma das ligas mais antigas conhecidas pela humanidade, ainda é de grande uso em várias aplicações. Além de obras de arte, como esculturas de bronze e instrumentos musicais, o bronze é de significativa relevância tecnológica em várias aplicações, incluindo conectores elétricos, bem como molas e rolamentos de alta precisão. Além disso, graças à excelente resistência à corrosão da água do mar, o bronze é amplamente utilizado em aplicações marítimas (por exemplo, para sistemas de propulsão e manuseio de água do mar) (SCUDINO et al., 2015). As Ligas binárias de Cu-Sn também são aplicadas extensivamente nas indústrias mecânica e eletrônica por causa de suas excelentes propriedades, como alta resistência e condutividade térmica, excelentes resistências ao desgaste e boa soldabilidade (ZHAI et al., 2012).

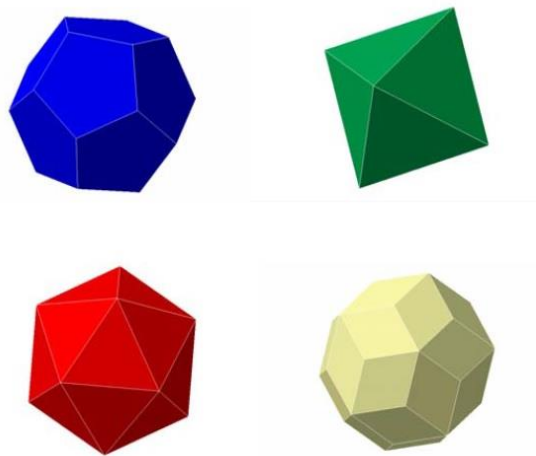
3.2 LIGAS QUASICRISTALINAS

No ano de 1982, os quasicristais foram descobertos por acaso em um estudo feito pelo pesquisador Shechtman, onde o mesmo estava analisando materiais metálicos, utilizando ligas de Alumínio com 10 à 14% de Manganês, solidificadas por meio de um resfriamento rápido, a estrutura cristalina dessa nova classe de material possuía características de um sólido com ordem de orientação de longo alcance e sem ordem de translação (SHECHTMAN et al., 1984). Este fenômeno foi chamado de quasicristalinidade, pois não existia uma definição que abrangesse

essa nova classe de materiais sólidos ordenados, e, como consequência, a definição de “cristal”, dada pela União Internacional de Cristalografia, foi alterada (ZEDADRA et al., 2019).

Os quasicristais são cristais cujo ordenamento atômico é quase- periódico com estruturas bastante complexas, quase-periodicidade com simetrias rotacionais estruturais (5, 8, 10, 12) não permitidas pela cristalografia clássica. Possuem unidades estruturais dodecaedral, octogonal, icoesadral ou triacontraedraal ao invés de células unitárias convencionais como nos cristais (PASSOS, 2006).

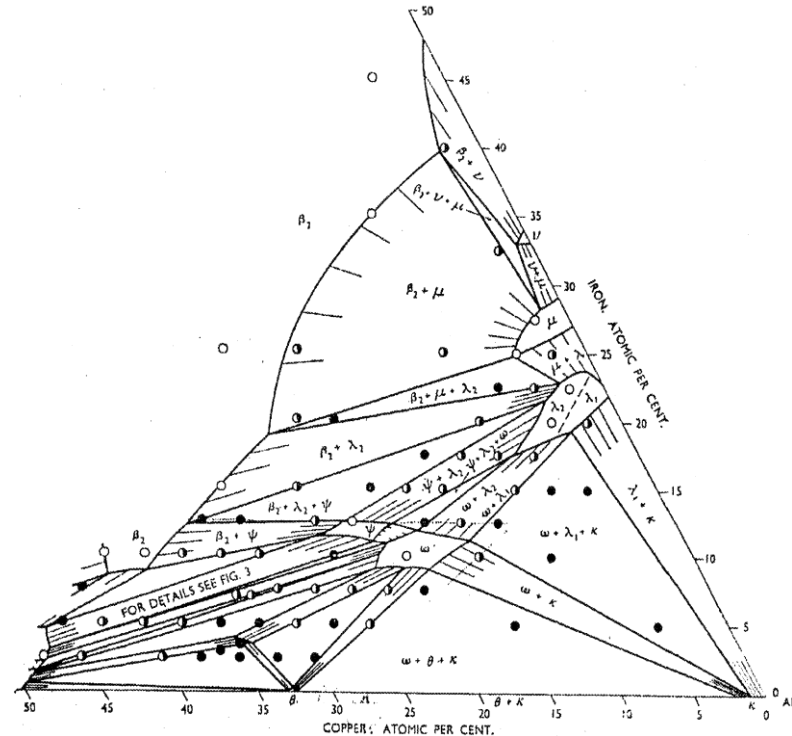
Figura 07- Poliedros: Dodecaedral, octogonal, icoesadral e triacontraedraal.



Fonte: (Passos, 2006).

Para a obtenção dessas ligas quasicristalinas é necessário precisão da composição química dos constituintes, já que a existência das mesmas está contida em uma faixa composicional muito estreita, como visto na figura 03. Essa fase é formada a partir de uma reação peritética, das fases β_2 - (AlFe_3) com o líquido remanescente, é representada pela letra Ψ (psi) a qual está contida numa região média do diagrama terciário Al-Cu-Fe (CAVALCANTE, 2011).

Grande parte das suas ligas quasicristalinas é metaestável, e algumas são estáveis tendo a maioria como base o alumínio. podem ser utilizados processos convencionais de equilíbrio, como fusão e solidificação. Alguns métodos que promovem a formação das ligas são solidificação rápida, moagem de alta energia, evaporação e solidificação lenta. No método de solidificação lenta, ocorre a fundição dos elementos e nota se a existência tanto de fases cristalinas e fases quasicristalina (DE LIMA, 2011).

Figura 08- Diagrama constitucional alumínio-cobre-ferro.

Observação - Os círculos brancos mostram as áreas monofásicas, os círculos pretos e brancos indicam as áreas bifásicas e os círculos pretos expressam a presença simultânea de três fases.

Fonte: (BRADLEY, A. J., GOLDSMITH, 1934).

Mesmo as ligas quasicristalinas e ligas cristalinas apresentando composições químicas muito próximas entre si, estes materiais possuem comportamentos diferentes. As ligas quasicristalinas apresentam características “especiais” quando comparados aos seus “parentes próximos” cristais convencionais. Dentre suas principais características as propriedades superficiais chamam bastante atenção onde se pode citar: baixa energia superficial, baixo coeficiente de atrito, baixa molhabilidade. As ligas quasicristalinas oferecem boas resistência à corrosão e oxidação, além de baixo coeficiente de expansão térmico, alta dureza. No entanto, exibem alta fragilidade restringindo assim suas aplicações. A fragilidade se deve à ausência de planos de escorregamento comum em ligas metálicas cristalinas dúcteis (KIM et al., 2001; ROUXEL; PIGEAT, 2006).

3.2.1 Síntese de quasicristais

A formação de quasicristais estáveis pode normalmente ser prevista por diagramas de fase de equilíbrio. Eles podem, portanto, ser preparados por processos de equilíbrio convencionais utilizando procedimentos de fusão e solidificação (SORDELET; DUBOIS,

1997). Em contraste, a fase metaestável encontra-se em um estado de desequilíbrio que, apesar de poder persistir por muito tempo, não pode ser tratado por regras de equilíbrio termodinâmico, portanto, quasicristais metaestáveis só podem ser obtidos empregando métodos mais avançados (CALLISTER, 2013).

Geralmente, o processo de fundição é realizado sob vácuo ou atmosfera inerte, uma vez que muitas ligas, incluindo ligas de Al-Cu-Fe, capazes de formar fases quasicristalinas são facilmente oxidadas (DE LIMA, 2011). Para a maioria das ligas e composições conhecidas, as fases quasicristalinas se formam por solidificação peritética de fases cristalinas de alta temperatura que reagem com o líquido residual. Este processo é necessariamente lento e, mais comumente, algum constituinte cristalino é retido na amostra à temperatura ambiente junto com o quasicristal (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

Ainda, segundo (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004), Para superar as dificuldades ligadas à coexistência de fases cristalinas e quasicristalinas, uma mistura de pó da composição desejada pode ser sinterizada acima da temperatura de reação peritética. A sinterização é uma técnica simples para preparar amostras em massa de microestrutura controlada, incluindo amostras icosaédricas de Al-Cu-Fe monofásicas de composição estequiométrica (SORDELET; DUBOIS, 1997). O material puramente quasicristalino nem sempre pode ser fabricado por processos convencionais de fundição e tratamento térmico. Em vez disso, as técnicas de solidificação rápida do fundido podem ser aplicadas (KIM et al., 2001).

3.2.2 O sistema Al-Cu-Fe e a formação da fase quasicristalina durante a síntese

3.2.2.1 O sistema Al-Cu-Fe em equilíbrio

(BRADLEY, A. J., GOLDSMITH, 1934), foram os primeiros a revelar a área de formação composicional e as relações de fase da fase icosaédrica quasicristalina no sistema ternário Al-Cu-Fe, eles relataram a formação de uma fase icosaédrica (desconhecida) resultante de uma reação peritética entre a fase -AlFe₃ e o líquido remanescente (Figura 03).

Já (GUI, J., WANG, J., WANG, R., WANG, D., LIU, J., & CHEN, 2011), enfatizam que a composição de cada uma das fases é diferente nas diferentes ligas. Isso ocorre porque a fase icosaédrica é atingível dentro de uma faixa de composição de algumas porcentagens atômicas.

No trabalho de (LEE et al., 2001), que estuda a liga de composição Al₆₂Cu_{25.5}Fe_{12.5}, após o tratamento térmico a 750 °C por 3 h, foi obtida uma estrutura icosaédrica monofásica,

enquanto o tratamento a 850 °C por 3 h produz uma estrutura onde a fase icosaédrica coexiste com as fases cristalinas. Assim, de acordo com o estudo, nenhuma estrutura icosaédrica monofásica é obtida em Al₆₂Cu_{25.5}Fe_{12.5} sem tratamentos térmicos adicionais. Assim, do ponto de vista do engenheiro de materiais, a manutenção da microestrutura típica para uma temperatura de 750 °C durante o processo de solidificação rápida seria mais benéfica, uma vez que a área de estabilidade da fase icosaédrica única é a mais ampla entre as temperaturas estudadas (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

3.2.3 Características da superfície de quasicristais de Al – Cu – Fe

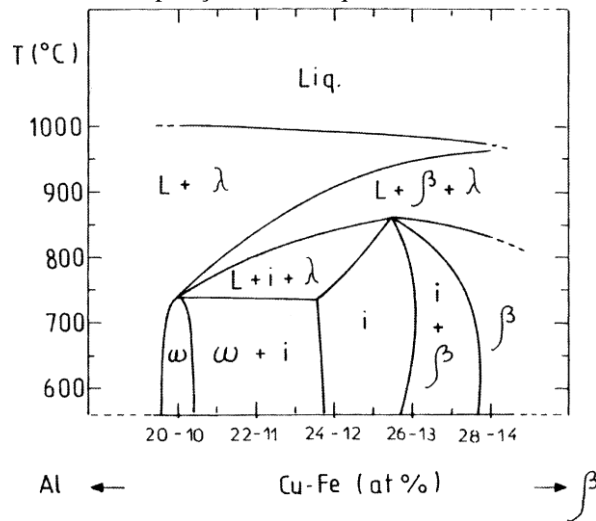
As energias de superfície dos quasicristais, especialmente dos quasicristais de Al – Cu–Fe, são bastante baixas (PARK et al., 2005). Em termos de medições de ângulo de contato, as superfícies quasicristalinas se comportam mais como materiais ligados covalentemente do que como metais (GIERER et al., 1997).

A baixa energia superficial dos quasicristais é refletida em seu baixo coeficiente de atrito. O coeficiente de atrito permanece essencialmente baixo para quasicristais de Al-Cu-Fe (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004). Suas propriedades de fricção de superfície são equivalentes às dos materiais mais duros.

De acordo com (ZHANG et al., 1999), os coeficientes de atrito da fase quasicristalina Al-Cu-Fe e seus aproximados cristalinos são um terço do aço comercial de baixo carbono, e o baixo coeficiente de atrito não está apenas relacionado aos altos valores de dureza e módulo de Young dos quasicristais, mas principalmente às reduzidas interações eletrônicas da superfície.

As ligas quasicristalinas estáveis podem ser usadas em temperaturas mais elevadas, mantendo suas características e propriedades relacionadas com a estrutura quasicristalina e são adequadas para o uso em barreiras térmicas, que são aplicadas em elevadas temperaturas. As ligas metaestáveis, não são apropriadas para tal aplicação (WOLF; AFONSO, 2014)

Figura 09 - Diagrama de fase pseudo-binário Al-Cu-Fe na faixa de composições da fase quasicristalina.



Fonte: (HUTTUNEN-SAARIVIRTA, 2004).

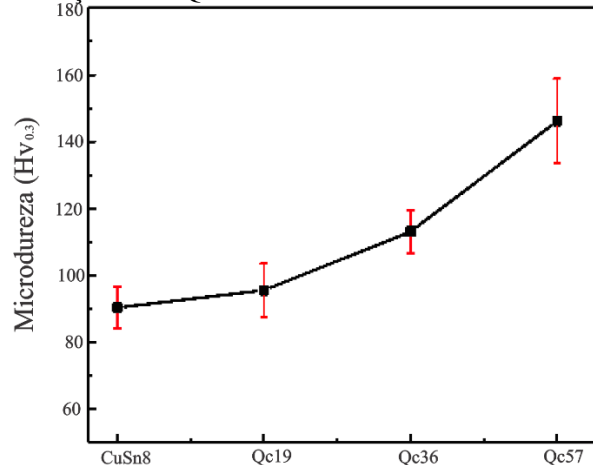
A fase icosaedral (i) quasicristalina de Al-Cu-Fe existe apenas em uma faixa de temperatura restrita entre 750°C e 850°C ou em uma composição que deve ser muito bem definida, aproximadamente $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}$. Para essa determinação os principais fatores neste sistema se basearam, sobretudo, na análise da estrutura quasiperiódica, das propriedades da massa, da superfície e da possibilidade do crescimento das fases quasicristalinas de forma única (SONG, KIM, et al., 2001). Recentemente, a partir do sistema Al-Cu-Fe, estudou-se os efeitos das adições elementares não metálicas, como oxigênio e boro na estrutura e estabilidade da fase icosaedrica. Vários estudos empregam a técnica de moagem de alta energia para a fabricação dessas ligas, principalmente para a liga Al-Cu-Fe, na qual se observa a necessidade de um tratamento térmico de recozimento posterior à moagem (WOLF e AFONSO, 2014).

3.2.4 Liga quasicristalina em matriz metálica

A utilização de liga quasicristalina como reforço em matriz metálica proporciona melhorias consideráveis na matriz em uso. No estudo de (MORDYUK et al., 2013), utilizou a liga AlCuFe com reforço em uma matriz de Al-6Mg, trabalho este semelhante ao que será feito aqui. Os resultados mostraram que houve um aumento significativo da micro dureza na superfície endurecida e reforçada do compósito e melhorou a resistência a fadiga e crescimento de trincas no material. Semelhante ao trabalho de (SHAÏTURA; ENALEEVA, 2007), que também fez uso da liga AlCuFe quasicristalina como reforço, mas agora com matriz de cobre e obteve resultados significativos nas propriedades tribológicas e diminuição de poros na estrutura.

Em seu estudo (GUO et al., 2015), mostrou que com o aumento da quantidade de liga quasicristalina na matriz CuSn8 a dureza do material é elevada, pois a quantidade do reforço limita de forma significativa a deformação plástica da matriz. A figura 10 mostra que o aumento da dureza nesse caso é diretamente proporcional ao aumento de quasicristal.

Figura 10 - Microdureza do compósito CuSn8 reforçado com QC.



Fonte: (GUO et al., 2015).

3.2.5 Aplicações da Liga Quasicristalina

Esse material consiste em uma classe intermediária entre os materiais cristalinos e amorfos, isso faz com sejam elemento de várias pesquisas que buscam fazer uso deste material no ambiente industrial, principalmente como revestimento dadas as suas características, as principais são elevada dureza, baixa condutividade elétrica e térmica, resistência ao desgaste e baixa energia superficial (CAVALCANTE, 2011).

Já é sabido que suas propriedades são surpreendentes e grande relevância para a ciência moderna, e essas propriedades têm proporcionado sua aplicabilidade em amplas áreas, indo da aplicação em área aeroespacial até áreas da medicina. Outras aplicações possíveis são as ligas que possibilitam a construção de novos equipamentos e peças com maior durabilidade e menor fricção e, devido as suas propriedades de baixo coeficiente de atrito e maior resistência ao desgaste, usadas em peça automobilística e de aviação. Ademais, testes têm sido realizados procurando utilizar as ligas quasicristalinas para substituir o teflon em revestimentos superficiais de utensílios domésticos, por proporcionar uma resistência ao risco, desgaste e dureza superior do material usualmente empregado (LIMA, 2011).

Sordelet e Dubois (1997), deu outras aplicações para a liga quasicristalina, uma delas foi a aplicação em dispositivos em dispositivos de conversão de calor em energia, tendo em

vista seu elevado potencial de suportar elevadas temperaturas e resistência ao desgaste, o principal exemplo dessa aplicação são os motores de explosão.

Dentre as limitações dos quasicristais, está dificuldade de ser trabalhado em sua forma maciça devido sua elevada dureza, limitando-o ao uso em forma de pó para utilização de reforço de compósitos e revestimentos de superfície (SILVA A.K.B., 2018).

Como os quasicristais apresentam baixa energia superficial, também possuem baixa molhabilidade, isso é, a capacidade de um material se espalhar na superfície de outro formando uma gota e esse é um dos principais problemas que dificultam a produção de materiais compósitos, visto que a eficiência desses depende diretamente da interação ou molhamento que a matriz apresentará diante do reforço quasicristalino, além de ser de grande importância a interação com o meio em que irá ser exposto, por exemplo o uso como revestimento de tubulação de petróleo. No entanto, estudos recentes revelaram evidências, em pequena escala, de interdifusão entre a matriz e as partículas quasicristalinas de um compósito Alumínio/Quasicristal (PASSOS, 2006).

3.3 COMPÓSITOS COM MATRIZ METÁLICA

Materiais Compósitos produzidos por meio de diversas técnicas possuem alta relação resistência/peso quando comparados a outros metais. Para substituir vários materiais tradicionais para várias aplicações de engenharia, os compósitos têm uma opção atraente devido à sua resistência a danos e propriedades de rigidez. Além disso, possui algumas propriedades importantes, como menor peso, alta resistência térmica e ao desgaste, excelente propriedade de fadiga. As propriedades desejadas para uma aplicação específica podem ser obtidas pela adição proporcional adequada de reforço com metais adequados (RAMNATH et al., 2021).

Entre os maiores problemas enfrentados pelas aplicações dos compósitos de matriz metálica na indústria está a proporcionalidade entre a resistência dos compósitos de matriz metálica e seu custo, logo, os processos em estado sólido são os mais utilizados, entre eles a metalurgia do pó e a prensagem isostática a quente são os mais utilizados (ATTIA, 2001).

Nesse mesmo estudo citado acima, Attia (2001), diz que o aumento da resistência se deve à redução dos defeitos associados à presença da fase dura, enquanto o baixo custo é resultado do uso de uma menor quantidade da fase dura, e ainda menciona que ao aquecer o compósito de matriz metálica que foram obtidos pela rota da metalurgia do pó até uma temperatura acima da temperatura de fusão da matriz em uma matriz adequada leva a uma boa adesão entre a matriz e o reforço.

3.3.1 Compósito reforçado com Quasicristal

Com interesse de aproveitar as boas propriedades superficiais dos quasicristais, diminuindo, no entanto, sua fragilidade, uma possibilidade seria usar esse material como reforço em matrizes dúcteis. Uma das alternativas de matrizes dúcteis seria utilizar um polímero ou um metal dúctil como matriz e quasicristais como reforço. As pesquisas se encontram em desenvolvimentos e ainda há um número limitado de artigos publicados nesta área, no entanto, trata-se de um material promissor. Em alguns estudos recentes, percebeu-se um ganho significativo na resistência ao desgaste, quando comparado a matriz pura, o que pode ser justificado devido às excelentes propriedades tribológicas apresentadas nas ligas quasicristalinas. Estes compósitos apresentaram também algumas modificações positivas em suas propriedades termoquímicas (SILVA, A, K, 2019).

Uma dificuldade na aplicação dos quasicristais está na sua limitação quanto às características de baixa adesividade (SILVA, 2018). Neste sentido, alguns trabalhos vêm sendo realizados no desenvolvimento de compósitos utilizando cargas metálicas quasicristalinas em matrizes ductéis, visto que estas apresentam consideráveis propriedades adesivas e melhores propriedades mecânicas que o quasicristal puro. Esta seria uma possível solução de uso como revestimentos em substratos retificados mais especificamente, estudos mostraram que a fabricação de compósitos de quasicristais Al-Cu-Fe com resina epóxi ocasionou melhorias em algumas propriedades, como o aumento da resistência ao desgaste e a abrasão de aço (SORDELET; DUBOIS, 1997). As propriedades adesivas de compósitos constituídos de resina epóxi reforçado com variadas proporções de quasicristais foram estudadas e observou-se que os compósitos estudados com 25% de quasicristal apresentaram melhores propriedades adesivas do que a matriz pura. Ainda, observou-se que o comportamento térmico e mecânico da resina epóxi é bastante influenciado por alguns fatores como o tipo, o tamanho, a forma das partículas e a quantidade de reforço metálico (ANDRADE; CAVALCANTE, 2019).

3.4 METALURGIA DO PÓ

3.4.1 Histórico e definição

Antigamente a metalurgia do pó era chamada de arte perdida, mesmo sendo um processo antigo a sinterização de pós passou muito tempo esquecida, vindo novamente à tona no século XVIII, visando a produção de peças a partir de pó de platina, na Europa. Para a produção dessas

peças, que no momento não era possível utilizar a fundição tradicional, por causa do ponto de fusão muito elevado, 1770°C. no século XX foram desenvolvidas técnicas para produção de peças de Molibdênio (2610°C) e Tungstênio (3410°C) através de metalurgia do pó (NABOYCHENKO; MURASHOVA; NEIKOV, 2009).

A metalurgia do pó é uma tecnologia de evolução contínua e rápida, que abrange a maioria dos materiais metálicos e ligas, e uma ampla variedade de formatos. É um método altamente desenvolvido de fabricação de peças ferrosas e não ferrosas bastante confiável. Criada pela mistura de pós elementares ou de liga e compactando a mistura em uma matriz, as formas resultantes são então aquecidas ou “sinterizadas” em um forno de atmosfera controlada para ligar as partículas metalurgicamente (PANDA et al., 2018).

Metalurgia do pó é um processo metalúrgico usado na fabricação de materiais que se difere dos processos tradicionais, pois envolve materiais metálicos e não metálicos na forma de pó, como matéria prima no processo de produção, além disso esse método de fabricação, agrega e desenvolve propriedades mecânicas ao compósito obtido no final (DELFORGE et al., 2007).

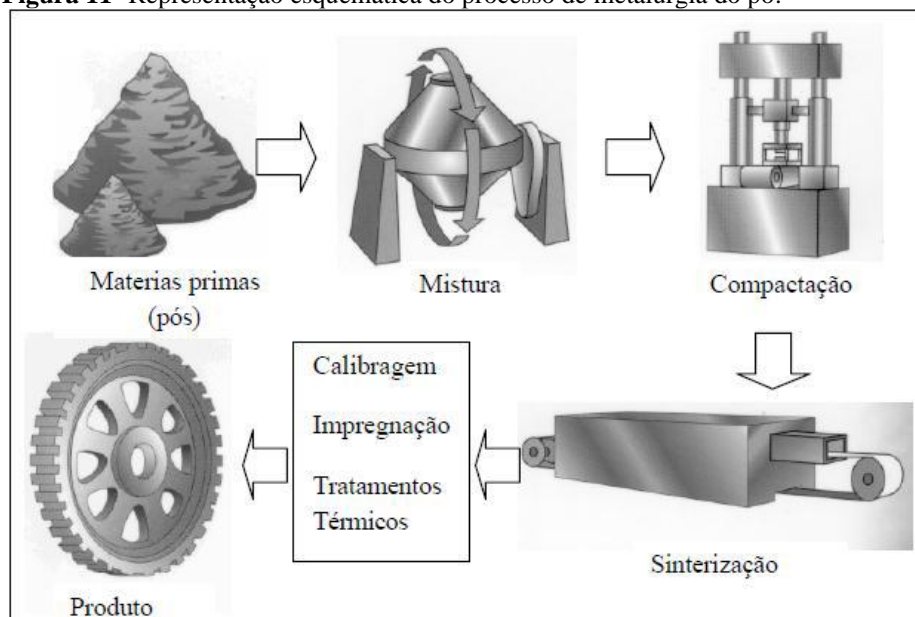
A produção de peças através desse método, tem como início a produção dos pós do material desejado, que pode ser feito por diversos métodos, um dos mais conhecidos é a moagem de alta energia, para uma melhor compactação dos elementos (AKHTAR et al., 2018). Em seguida é feito um tratamento de densificação dos pós para densificação do material que é feito em uma temperatura inferior a temperatura de fusão do metal de base, porém alta o suficiente para que haja ligações entre os átomos das partículas vizinhas do material como um todo (DIAS et al., 2017).

3.4.2 Etapas do processo de fabricação por metalurgia do pó

O processo da metalurgia envolve quatro etapas fundamentais: a obtenção, a mistura, compactação e a sinterização dos pós, na primeira etapa tem-se a obtenção do pó que pode ser feita por meio de processos mecânicos, químicos, físicos e físico-químicos, sendo os principais a atomização, redução, pirólise, eletrólise, corrosão e moagem. A escolha do método adequado depende da forma, tamanho e distribuição dos grãos desejada (BRITO; MEDEIROS; LOURENÇO, 2008). A etapa de mistura é geralmente feita por métodos mecânicos com a ajudada misturadores. Na etapa de compactação, o pó é colocado em uma matriz, que contém o molde da peça desejada, dentro de uma prensa de compressão onde possa ser controlada a força necessária e, então, a compactação é provocada pela ação das punções superior e inferior

ao mesmo tempo e à temperatura ambiente. A compactação gera o compactado verde, que é uma peça muito frágil com o formato final ou aproximado da peça que será fabricada, e o manuseio inadequado do mesmo pode esfarelar a peça (MARCHEZAN, R.; MAHMUD AHMAD, A.; ANTÔNIO THESING, 2020). A etapa de sinterização é uma etapa fundamental, nela o material compactado, ou seja, o material verde, passará por aumento de temperatura próximo e abaixo da temperatura de fusão visando a ocorrência das reações químicas necessárias, controle de porosidade e densidade, resistência e dureza para a aplicação desejada (CHIAVERINI, 2001).

Figura 11- Representação esquemática do processo de metalurgia do pó.



Fonte: (FOGAGNOLO, 2000).

3.4.3 Obtenção dos pós

Podemos utilizar diversos processos para obtenção dos pós; o método será determinado de acordo com as propriedades do material e as características que se quer para o pó, como, por exemplo, o tamanho, a forma e a distribuição dos grãos na produção da peça. Os principais métodos são: mecânico, químico, físico e físico-químico.

Os métodos mecânicos são indicados para serem utilizados com metais duros e quebradiços, frágeis ou fragilizados por algum processo anterior, os demais métodos são mais específicos de acordo com seu uso posterior (CHIAVERINI, 2001).

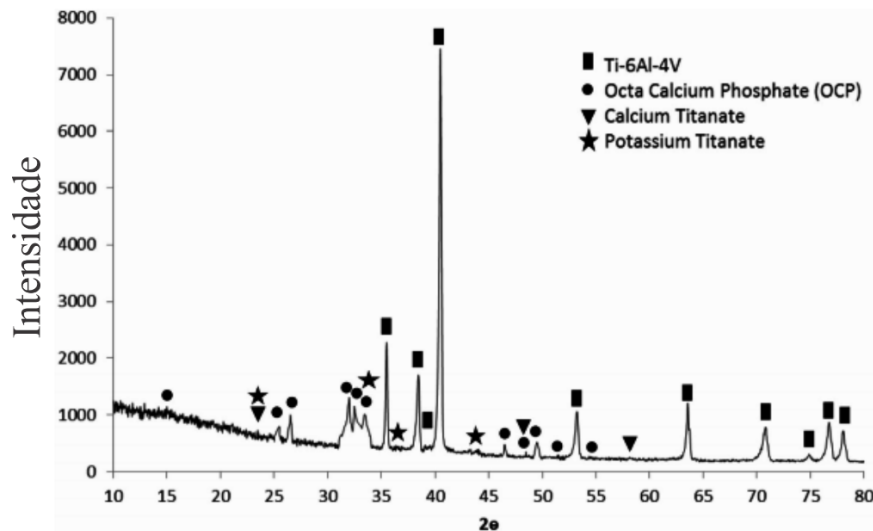
3.4.4 Meios de caracterização química e morfológica dos pós empregados na técnica

Antes da fabricação em si é necessário um estudo sobre as características do pó que será utilizado. Um dos maiores desafios na fabricação de compósitos via metalurgia do pó é a distribuição uniforme das partículas de reforço em toda a matriz. devido às forças de atração como por exemplo as de van der Waals entre nanopartículas e a forte tendência de aglomeração das partículas de reforço dentro da matriz (FEREIDUNI; GHASEMI; ELBESTAWI, 2019).

A distribuição de tamanho de partícula e morfologia do pó afetam diretamente as propriedades finais da peça fabricada, se as condições iniciais forem críticas, isso implicará em defeitos posteriores, como na rugosidade da superfície da peça, uniformidade, porosidade, microestrutura, defeitos estruturais, propriedades mecânicas e precisão dimensional (ALI et al., 2018; SUTTON et al., 2017). Assim esses parâmetros do pó devem verificados antes do processo de fabricação das peças (SAYEDAIN; EKRAMI; BADROSSAMAY, 2021).

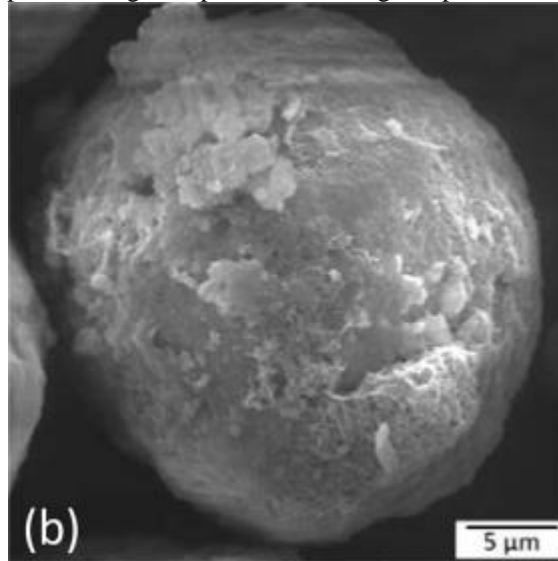
No que diz respeito a química das partículas, o difratograma de raio x é o mais utilizado para identificação das fases presentes, para a caracterização morfológica, dimensional e geométrica pode ser feita através de microscopia eletrônica (SAYEDAIN; EKRAMI; BADROSSAMAY, 2021).

Figura 12 - Padrão de difração de raios-X do nanocompósito Ti64 / CaP.



Fonte: (SAYEDAIN; EKRAMI; BADROSSAMAY, 2021).

Figura 13 - Imagens de MEV de pó de Ti64 obtido a partir do segundo processo de moagem após 5 horas.



Fonte: (SAYEDAIN; EKRAMI; BADROSSAMAY, 2021).

3.4.5 Misturas dos pós

Essa etapa visa a obtenção de uma ótima homogeneização da mistura de pós entre materiais diferentes ou entre tamanhos de partículas, visando evitar aglomeração ou segregação das partículas, além de determinar composições. Geralmente essa etapa é feita em moinhos, cuja o modelo dependerá do tipo de material está sendo utilizado; o tempo é um fator crucial nesse processo tendo em vista que de acordo com ele, podemos determinar o quanto homogeneizado está o material.

A determinação do tempo para uma boa distribuição é uma tarefa difícil, já que na maioria das vezes faz-se necessário uma análise experimental para cada caso; Chiaverini (2001), sugere um tempo entre 5 à 30 minutos e explica ainda que o tempo ideal é aquele em que se consegue uma mistura completa e se mantém a mesma densidade aparente em todas as cargas.

Devemos levar em consideração nessa etapa também o tamanho de partícula, quanto maior a uniformidade do tamanho de partícula, maior a possibilidade de se conseguir um material uniforme e consistente; observamos também que partículas maiores possuem uma maior tendência a segregação.

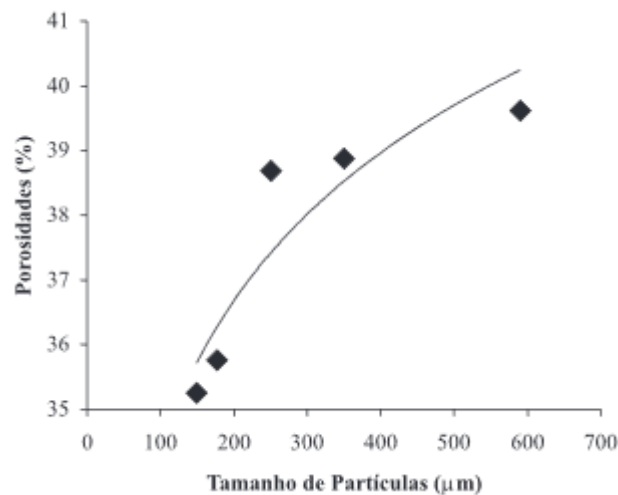
Nessa etapa são adicionados elementos para otimizar etapas futuras, o acréscimo de lubrificantes e desmoldantes com o objetivo principal de diminuir o atrito entre as partículas e as paredes do molde para uma melhor retirada, esses desmoldantes também podem ter influência no produto final.

3.4.6 Compactação

3.4.7.1 Técnicas de compactação, equipamentos/dispositivos e variáveis operacionais

Na produção de peças através de metalurgia do pó é possível também o controle de porosidade dos componentes, esse fator é geralmente controlado determinando o tamanho e característica da partícula do pó utilizado no processo (ALI et al., 2018). Partículas maiores e mais irregulares leva a obtenção de materiais mais porosos, por causa de aspectos relacionados com a baixa fluidez e baixo grau de preenchimento das cavidades do molde, consequentemente. Outro fator que determina o grau de densificação é a pressão aplicada durante o processo, pressões maiores implicará em maior compactação do pó (BRAGA; FERREIRA; CAIRO, 2007).

Figura 14 – Relação da Porosidade com o Tamanho de Partícula.



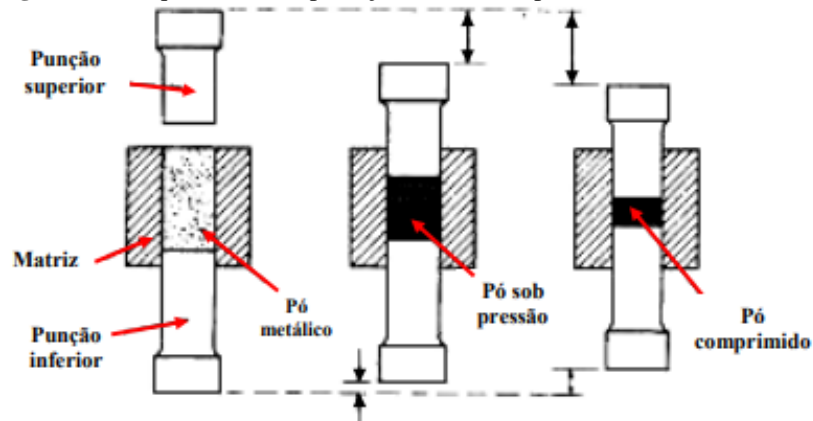
Fonte: (BRAGA; FERREIRA; CAIRO, 2007).

A pressão aplicada sobre o pó a ser compactado envolve a transmissão das tensões geradas por meio das paredes da matriz em direção ao pó processado e, então, distribuído para todas as partículas que compõem o sistema através da movimentação, o escorregamento, a rotação e a deformação das partículas (DIAS et al., 2017).

O tipo de prensa, de matriz, o método da prensagem e até o lubrificante utilizado no molde, influencia diretamente na compactação dos pós metálicos. Um tipo de prensagem bastante usado é a prensagem uniaxial, muito pela sua praticidade, esse tipo de prensa possui uma matriz rígida aberta ou fechada, com dois punções, onde a punção superior exerce uma

força na direção axial comprimindo o material (VENKATESH; DEOGHARE, 2021; PRASHANTH et al., 2021).

Figura 15 - Esquema da compactação uniaxial de pós metálicos.



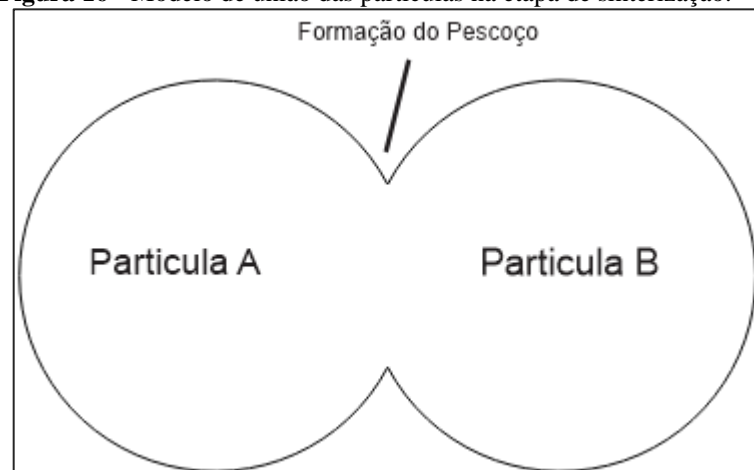
Fonte: Adaptado de ASM Metals Handbooks (2001).

3.4.7 Sinterização

A sinterização é a principal operação da metalurgia do pó, nessa etapa, ocorre a consolidação dos pós e é a finalização do processo.

A sinterização consiste no aquecimento dos corpos de prova verde que foram compactados anteriormente, em temperaturas elevadas, porém abaixo da temperatura de fusão do material ou do principal constituinte em caso de uma liga ou compósito. Vale ressaltar que as condições devem ser controladas, fatores como tempo, temperatura, e atmosfera terão influência direta no resultado obtido. Como resultado as partículas ligam-se entre si, Figura 20, dando ao material características desejadas, como densidade, dureza, resistência mecânica, entre outros.

Figura 16 - Modelo de união das partículas na etapa de sinterização.



Fonte: Autoria própria.

O processo de sinterização normalmente é realizado em fornos contínuos, e basicamente é dividido em três etapas diferentes. A primeira etapa é a do pré-aquecimento do material, onde é retirando o lubrificante que foi usado na compactação. A segunda é a etapa onde acontece a técnica de sinterização, sucedendo a difusão do material, sendo a etapa principal do processo. A terceira e última etapa é onde ocorre o resfriamento das peças sinterizadas (CHIAVERINI, 2001).

Ainda segundo Chiaverini (2001), o processo é simples, principalmente quando se dispõe dos equipamentos adequados, como os fornos, atmosferas protetoras e instrumentos de medição e controle. Porém, irá depender de alguns fatores, ou seja, de algumas variáveis que podem influenciá-lo e que comprometem o resultado final, a natureza do pó e da mistura de pós, e as características dos compactados verdes, como porosidade, densidade, resistência à verde etc. Isso torna essa etapa delicada, exigindo alto conhecimento e controle dessas variáveis.

Atualmente o estudo da metalurgia do pó e especificamente da sinterização é fruto de muitos estudos, logo, esse processo dispõe de uma vasta literatura disponíveis. O autor Chiaverini (2001), afirma que não é possível determinar uma teoria universal para a sinterização, mas todas podem ser levadas em consideração seguindo alguns estágios do processo.

- 1° Ligação entre as partículas e formação de um pescoço;
- 2° Crescimento do pescoço;
- 3° Fechamento dos canais de ligação dos poros;
- 4° Arredondamento dos poros;
- 5° Contração dos poros ou densificação;
- 6° Coalescimento e crescimento dos poros.

O primeiro estágio se inicia quando elevamos a temperatura do material, resultando na difusão dos átomos, causando o aparecimento de contornos de grão. É possível observar, nesse estágio, um elevado grau de coesão, mesmo sem alteração dimensional do compactado. É notório que, quanto a maior a densidade verde do compactado, mais eficiente é a ligação entre as partículas, devido aos maiores pontos de contato. Em decorrência dessa ligação inicial das partículas, formam-se pescoços.

O segundo estágio, ocorre o crescimento dos pescoços, local onde ocorre um maior grau de ligação no interior da massa que será sinterizada. Mesmo que haja, deslocamento de material, nessa etapa não acontece qualquer diminuição na quantidade dos poros, ou seja, o material

continua sem nenhuma contração. Conforme o processo vai prosseguindo, novos pescoços vão se formando, resultando assim no crescimento do contorno do grão inicial.

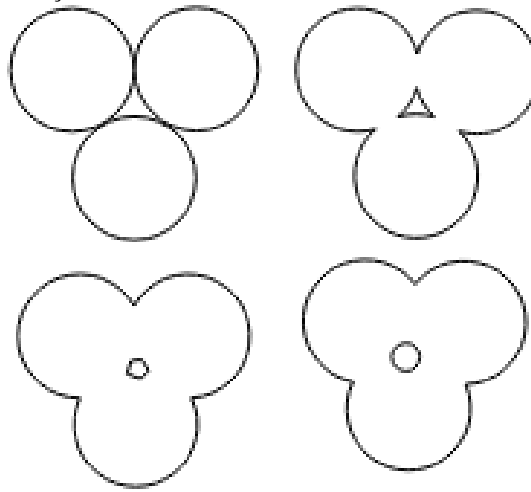
O terceiro estágio refere-se ao fechamento dos canais que interligam os poros, o qual é ocasionado pelo crescimento dos pescoços, bem como pela retração dos poros. Nessa etapa ocorre uma mudança considerável na natureza da porosidade da massa submetida à sinterização; poros isolados são formados. Esse fechamento dos canais pode continuar e esse estágio se sobrepor aos dois estágios seguintes.

No estágio quatro, arredondamento dos poros, ocasionará naturalmente através do crescimento do pescoço. À medida que o material vai sendo deslocado das regiões do pescoço a partir das superfícies dos poros, estes vão ficando cada vez mais arredondados. Além disso, com tempo considerável de sinterização, os poros conseguem se tornar perfeitamente esféricos. O arredondamento dos poros é proporcionado por elevadas temperaturas, sendo esse estágio da sinterização particularmente importante no que se refere à atuação da porosidade nas características mecânicas dos materiais sinterizados.

O quinto estágio corresponde à diminuição e contração dos poros, esta é a parte mais importante da sinterização. Mas, é evidenciado com a densificação da massa que é submetida à sinterização, com tempo suficiente à temperatura. A densificação pode equivaler à contração dos poros, quando há um único componente, já para processos mais complexos, outros acontecimentos podem ocorrer, ocasionando tanto a contração dos poros, como à expansão. Ocorre uma diminuição do volume da massa sob sinterização, através do processo de contração dos poros, quando há o movimento de sólido em direção à porosidade e de qualquer gás da porosidade para às superfícies externas do compactado. Conforme é aumentada a densidade do compactado verde, esse estágio faz-se menos importante para a sinterização.

O sexto e último estágio é o crescimento dos poros, o qual nem sempre ocorre. Consiste no crescimento dos poros maiores e na contração e eliminação de poros menores e isolados, ou seja, ocorre uma diminuição do número de poros e os remanescentes apresentam um tamanho maior, assim, a quantidade total de poros continua a mesma. Dessa forma, não se associa à densificação do material com esse estágio.

Figura 17 - Representação esquemática de três esferas de sinterização.



Legenda: a) pontos originais de contato, b) Crescimento do pescoço, c) e d) arredondamento dos poros.

Fonte: Adaptado de (CHIAVERINI, 2001).

3.4.7.1 Aspectos que interferem na Sinterização

A sinterização é um processo relativamente simples, porém exige um controle rigoroso e eficiente das variáveis, caso contrário o processo de formação da liga ou compósito não será bem-sucedido. A variável mais importante é a temperatura, pois por menor que seja o aumento dessa temperatura de sinterização, já corresponde a um considerável aumento no grau de ligação das partículas, essa está diretamente ligada a segunda variável, que é o tempo de sinterização que a amostra irá ficar exposta na temperatura. Quanto mais longo, maior será o grau de ligação devido à maior quantidade material difundido. Outra importante variável é a atmosfera do forno, tem como função básica a proteção do material contra o oxigênio e outros gases reagentes. Portanto, a taxa de aquecimento e resfriamento, uniformiza a temperatura, nas diferentes regiões do forno, e pode funcionar como agente controlador das reações químicas do processo (CHIAVERINI, 2001).

O tamanho das partículas do pó na peça compactada influencia no transporte de matéria e velocidade de reação no processo de sinterização, tendo em vista que a área superficial se torna maior à medida que o tamanho da partícula diminui. Outra questão é distância entre as partículas na difusão, nesse aspecto ocorrerá uma menor movimentação necessária que haja a transformação (LOBERTO. A; GENOVA. LUIZ. A; AMORIM. M. C., 2000).

A natureza dos pós e a porosidade do compactado influenciam na taxa de difusão, de maneira que quanto menor for a quantidade de poros, maior será o grau de ligação, porque haverá um maior contato entre as partículas, logo a área de difusão será maior.

3.4.8 Aplicabilidade da técnica

A tecnologia da Metalurgia do Pó baseia-se na prensagem de pós em moldes metálicos e consolidação da peça por aquecimento controlado. O resultado é um produto com a forma desejada, bom acabamento de superfície, composição química e propriedades mecânicas controladas (DIAS SOARES; OLIVEIRA, 2018).

A sinterização é utilizada para se fabricar peças metálicas, cerâmicas e compósitos metal-cerâmica, sendo parte integrante e principal de técnicas denominadas metalurgia do pó e cerâmica, que se incumbem justamente da fabricação de produtos metálicos e cerâmicos a partir dos pós dos constituintes (MOTSAI et al., 2018).

Figura 18 - Exemplos de peças obtidas a partir de metalurgia do pó.



Fonte: (DELFORGE et al., 2007).

3.4.8.1 Vantagens

A principal vantagem do uso da técnica da metalurgia do pó é que por ela é possível fabricar peças com melhores acabamentos e com maior complexidade geométrica, precisão dimensional, quando comparado com processos de menor custo. Outro fator envolvido é a economia de matéria prima, pois diminui-se eventuais outros processos, economizando também o uso de energia (DIAS et al., 2017).

Tabela 02 - Comparação do consumo de Energia na Fabricação e Índice de Rejeitos da Metalurgia do pó com outros Processos.

Processo Fabricação	de Energia Processado (MJ)	Consumida/Kg	Utilização de Matéria- Prima (%)
Metalurgia do Pó	29		95

Fundição	30 -38	90
Extrusão	41	85
Forjamento	46 – 49	75 – 80
Usinagem	65 - 82	40 – 50

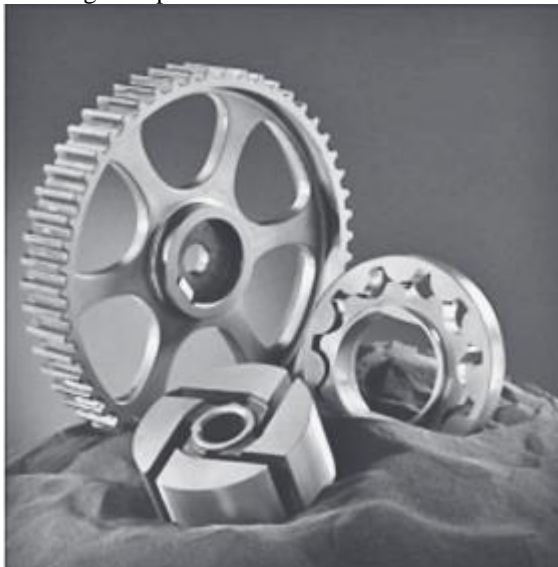
Fonte: Adaptado de EPMA (2019).

A capacidade de conformação de alta precisão da metalurgia do pó gera componentes com formato quase definitivo, recursos intrincados e peças de precisão dimensional com bom acabamento, muitas vezes sem a necessidade de usinagem (PANDA et al., 2018).

Além disto, existem materiais que somente podem ser obtidos a partir de consolidação de pós, tais como ligas refratárias, materiais porosos sinterizados (filtros metálicos, mancais autolubrificantes e catalisadores) e compósitos particulados (pastilhas de freio, embreagem, contatos elétricos e filamentos). Outro ponto positivo é a possibilidade de obtenção de materiais com propriedades singulares, difíceis de serem obtidas pela tecnologia da fusão ou outras (ERTUGRUL et al., 2014).

Ao produzir peças com uma estrutura homogênea, o processo de metalurgia do pó permite que os fabricantes façam produtos mais consistentes e previsíveis em seu comportamento em uma ampla gama de aplicações. Além disso, o processo de metalurgia do pó possui um alto grau de flexibilidade, permitindo a adaptação dos requisitos de desempenho, que incluem peças estruturais com formas complexas, porosidade controlada desempenho controlado, bom desempenho no estresse e absorção de vibrações, propriedades especiais, como dureza e resistência ao desgaste, grande precisão e bom acabamento superficial, grande série de peças com tolerâncias estreitas (M. JANČÍK; PANDA; PANDOVÁ, 2017).

Figura 19- Exemplo do alto grau de flexibilidade da metalurgia do pó.



Fonte: (M. JANČÍK, A. PANDA, I. PANDOVÁ, 2017).

3.4.8.2 Desvantagens

Algumas desvantagens da utilização da técnica da metalurgia do pó, entre elas a necessidade de uma considerável quantidade de peças a serem fabricadas para que o processo seja economicamente vantajoso, limitações nas dimensões e complexidade das peças, diminuição da resistência devido a formação de precipitados nos contornos de grão, necessidade de elevado controle do tamanho de grão para que seja viável do ponto do rendimento e da resistência mecânica, ductibilidade e porosidade pode comprometer a durabilidade das peças obtidas e a tenacidade a fratura pode ser diminuída quando comparado a outros processos (OZG UN A; ASLANTA; CETIN, 2020; ZARZAR, 2020).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Para esse estudo foram utilizados o bronze em forma de pó adquirido na empresa Derivata comercial Ltda, enquanto a liga AlCuFe em forma atomizada, obtida por meio da fusão dos materiais primários, esta produzida no LSR (Laboratório de solidificação rápida), vinculado ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal da Paraíba.

Os procedimentos para elaboração e cumprimentos das análises experimentais serão descritos a seguir.

4.1 OBTENÇÃO DA LIGA QUASICRISTALINA

Os materiais para obter a liga quasicristalina foram inicialmente cortados, limpos e em seguida foi feita a pesagem na proporção $\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25,5}\text{Fe}_{12,5}$ para realizar a fundição. e obtenção de uma esfera de 10g cada, Al (4,210837g), Cu (1,723491g) e Fe (4,065672g), para tal foi utilizada uma balança SHIMADZU Modelo Ay 220, com precisão da ordem de 10^{-4}g , o material foi levado ao forno de atmosfera controlada e feito o vácuo após seguidas lavagens com argônio para fundição.

4.2 COMINUIÇÃO DA LIGA AlCuFe

Após a fusão e solidificação da liga, o material obtido apresenta bastante fragilidade. Assim, foi realizado um procedimento para macerar manualmente a fim de obter o material na forma de pó com partículas selecionadas por uma peneira de 400 mash para controle do tamanho.

4.3 DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA

O tamanho de partícula do bronze foi estabelecido pelo fabricante e do pó de quasicristal através de uma peneira e possuíam os seguintes valores.

Tabela 03 - Tamanho de partícula dos pós usado no compósito.

Tamanho Médio de partícula dos pós usado no compósito	
Bronze	44 μm , 325 mesh
Quasicristal	37 μm , 400 mesh

Fonte: Dados da coleta, 2022.

4.4 MISTURA DOS PÓS

Foi calculado as quantidades de pós de bronze e da liga AlCuFe de acordo com o volume do corpo de prova, $0,4524\text{ cm}^3$. Como serão feitos em duas diferentes proporções, foram separadas em dois recipientes com 3% e 10% da liga AlCuFe, as quantidades em massa estão descritas na tabela 4.

Tabela 04 - Quantidade em massa de reforço na matriz

Quantidade de reforço (%)	Massa do bronze (g)	Massa de AlCuFe (g)
3%	15,094	0,228
10%	14,007	0,760

Fonte: Dados da coleta, 2022.

Em seguida ambos foram depositados em recipiente vedados juntamente com esferas de aço inoxidável em tamanhos diferentes para contribuir com a mistura dos pós. O processo foi realizado em um misturador mecânico pelo período de 30 minutos cada.

4.5 PLANEJAMENTO FATORIAL

Para a otimização do processo, foi empregado um planejamento fatorial com oito experimentos, 2³, conforme descritos na Tabela 04. Este fatorial possuiu dois níveis, respectivos à menor (-1) e maior (+1), com três fatores:

1. Força aplicada no pó, para a compactação da pastilha;
2. Fração de reforço das partículas de quasicristal.
3. Temperatura de sinterização e tratamento térmico, considerando que será a mesma utilizada na sinterização do compósito e tratamento para a liga QC, visando a eliminação de uma das etapas do processo;

Tabela 05 - Planejamento Fatorial das amostras.

Planejamento Fatorial 2³			
Fatores		(-)	(+)
1	Força Aplicada (tf)	2,5	4,5
2	Fração de reforço (%)	3	10
3	Temp. Sinterização (°C)	750	800
Ensaio	Força	Fração	Temp sint.
1	-	-	-
2	+	-	-
3	-	+	-
4	+	+	-
5	-	-	+
6	+	-	+
7	-	+	+
8	+	+	+

Fonte: Dados da coleta, 2022.

Todas as colunas começam com o nível (-) e depois os sinais vão alternando-se um a um na primeira coluna, “-” “+” “-” “+” ..., depois dois a dois, “-” “-” “+” “+” ..., e finalmente quatro sinais negativos e quatro positivos, na terceira coluna. Para um planejamento com k fatores, a última coluna teria $2k - 1$ sinais negativos e depois $2k - 1$ sinais positivos (BRUNS, 2001).

Tabela 06 - Coeficientes de contraste entre as amostras.

Representação dos coeficientes de contraste das amostras							
Média	1	2	3	12	13	23	123
1	-1	-1	-1	1	1	1	-1
1	1	-1	-1	-1	-1	1	1
1	-1	1	-1	-1	1	-1	1
1	1	1	-1	1	-1	-1	-1
1	-1	-1	1	1	-1	-1	1
1	1	-1	1	-1	1	-1	-1
1	-1	1	1	-1	-1	1	-1
1	1	1	1	1	1	1	1

Fonte: Dados da coleta, 2022.

A partir da matriz de planejamento podemos formar a tabela de coeficientes de contraste, multiplicando os sinais das colunas apropriadas para obter as colunas correspondendo às interações. Temos agora, além dos três efeitos principais 1 (força aplicada), 2 (temperatura de sinterização) e 3 (fração), três interações de dois fatores, 12, 13 e 23. Como existem três fatores, o efeito de interação de dois deles em princípio depende do nível do terceiro. A interação 12, por exemplo, terá um certo valor quando o fator 3 estiver no nível (+), e possivelmente um outro valor quando ele estiver no nível (-). O valor também mede a interação entre 13 e 2 e entre 23 e 1. Trata-se do efeito de interação entre os três fatores, para o qual vamos usar a notação 123. Os sinais para calcular esse efeito são obtidos multiplicando-se as três colunas 1, 2 e 3. Acrescentando finalmente a coluna de sinais positivos para o cálculo da média, teremos ao todo $2^3 = 8$ colunas de coeficientes de contraste (BRUNS, 2001).

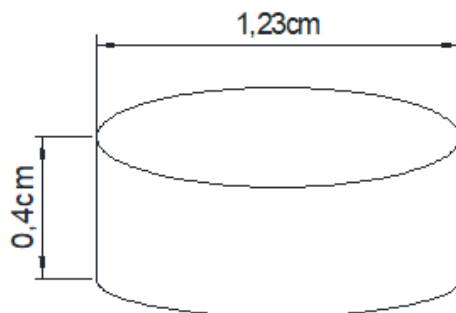
Os cálculos dos efeitos são obtidos através de uma única equação matricial. Para isso, determinou-se a transposta da matriz dos coeficientes de contraste X^t . No caso geral de um planejamento de três níveis com k fatores, onde foi realizado um total de 2^k ensaios, o divisor será 2^{k-1} para os efeitos e, é claro, 2^k para a média. O cálculo de cada efeito é obtido, pelo produto interno do seu vetor na matriz transposta dos coeficientes de contraste X^t pelo vetor das respostas y , onde o y é o vetor coluna contendo os rendimentos médios dos ensaios. O resultado do produto $X^t y$ é dividido por 4 para os efeitos e 8 para a média para um fatorial de

2³. Portanto, deve-se dividir a primeira linha da matriz X^t por 8 e as demais linhas por 4 (NETO, 2010). Utilizou-se a ferramenta do Microsoft Excel para a realização dos cálculos dos efeitos, fazendo uso da equação matricial descrita.

3.6 COMPACTAÇÃO

A compactação dos corpos de prova foi feita com auxílio de uma prensa uniaxial, na qual foi possível aplicar os níveis de força predeterminadas no planejamento fatorial. Antes da deposição foi aplicado no molde um desmoldante para facilitar a extração da peça após a compactação. A forma e tamanho pretendido podem ser visto na Figura 25, os corpos de prova sofreram algumas pequenas variações no tamanho e densidade a verde, possui formato cilíndrico onde as dimensões estão mostradas na tabela 06.

Figura 20 - Dimensões do corpo de prova compactado.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 07 - Dimensões e peso dos corpos de prova verde.

Amostra	Corpos de Prova Verde		massa (g)
	Diâmetro (cm)	Espessura (cm)	
1	1,229	0,433	3,39
2	1,234	0,434	3,68
3	1,232	0,459	3,49
4	1,229	0,429	3,46
5	1,23	0,434	3,73
6	1,229	0,438	3,72
7	1,23	0,471	3,61
8	1,23	0,433	3,59
Média	1,2304	0,4414	3,5838

Fonte: Dados da coleta, 2022.

Tabela 08 - Dimensões e peso dos corpos de prova sinterizados.

Corpos de Prova Sinterizados			
Amostra	Diametro (cm)	Espessura (cm)	massa (g)
1	1,25	0,462	3,4
2	1,255	0,471	3,69
3	1,304	0,541	3,5
4	1,302	0,511	3,47
5	1,236	0,49	3,73
6	1,237	0,463	3,71
7	1,293	0,543	3,61
8	1,293	0,499	3,58
Média	1,27125	0,4975	3,58625

Fonte: Dados da coleta, 2022.

4.7 DENSIDADE RELATIVA À VERDE

A densidade relativa (ρ_r) atingida pelos corpos de prova após a compactação é dada pela relação entre massa específica real do corpo de prova e a massa específica teórica da mistura.

$$\rho_r = \frac{\rho_{\text{real}}}{\rho_t} \times 100 \quad (1)$$

ρ_r = Densidade relativa;

ρ_{real} = Massa específica real do compactado a verde;

ρ_t = Massa específica teórica.

A massa específica real é calculada pela relação entre a massa da amostra (amostra compactada pesada em balança de alta precisão) e o volume final que ocupa o corpo de prova (calculado através da média de suas dimensões), pelo método geométrico. O método geométrico foi selecionado em função das limitações de instrumentos e equipamentos disponíveis nos laboratórios.

4.8 SINTERIZAÇÃO E TRATAMENTO TÉRMICO

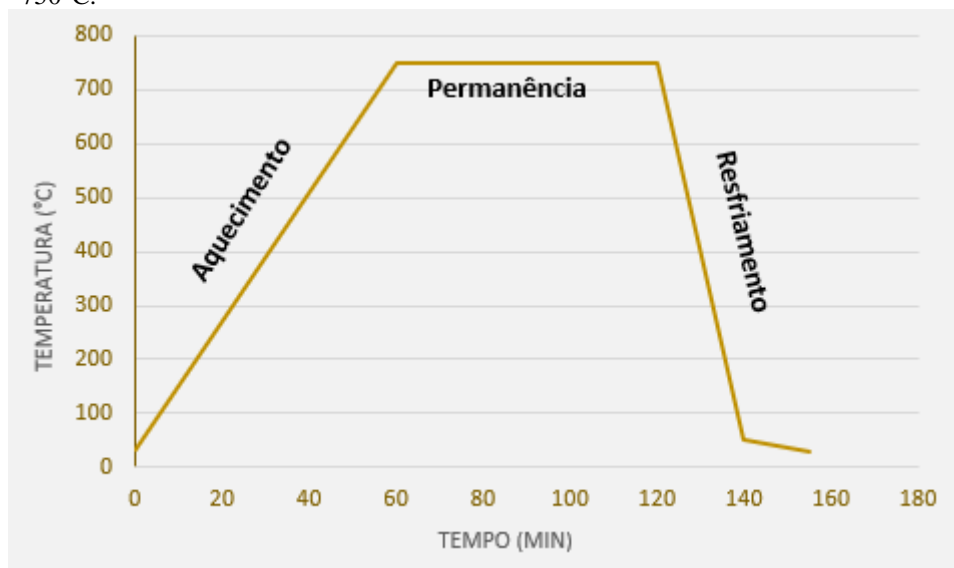
Foi previsto desde o início deste trabalho que o processo de sinterização seria atrelado ao tratamento térmico, tendo em vista que as temperaturas de sinterização do bronze e a temperatura de tratamento térmico do quasicristal possuem valores muito próximos. Isso

proporcionou a otimização do processo para obtenção do compósito final, pois com isso eliminou-se uma etapa desse processo, que seria o prévio tratamento térmico da liga quasicristalina antes da compactação, com isso um novo processo térmico poderia modificar as características da liga.

As amostras compactadas foram colocadas em um forno a vácuo inicialmente na temperatura ambiente, e alcançando a temperatura de sinterização e tratamento térmico de 750°C para o primeiro grupo de amostra e 800°C para o segundo grupo de amostras, com taxa de aquecimento de aproximadamente 13°C por minuto.

Em seguida as amostras permaneceram na temperatura durante 1 hora visando tanto a sinterização do compósito, quanto o tratamento da liga quasicristalina. Por último foi feito um resfriamento que durou aproximadamente 20 minutos, até chegar em 50°C e em seguida a temperatura ambiente. Os gráficos abaixo mostram com detalhes o processo de sinterização dos compósitos.

Figura 21 - Representação gráfica da sinterização do compósito Bronze-Quasicristal a 750°C.



Fonte: Arquivo pessoal, 2022.

Figura 22 - Representação gráfica da sinterização do compósito Bronze-Quasicristal a 800°C.



Fonte: Arquivo pessoal, 2022.

4.9 DENSIFICAÇÃO

A Densificação (D) é um parâmetro que indica a variação de massa específica de um compactado após sua sinterização, podendo ser obtida a partir da seguinte equação:

$$D = \frac{\rho_s - \rho_v}{\rho_t - \rho_v} \quad (2)$$

D = Densificação

ρ_s = Massa específica do sinterizado (g/cm^3)

ρ_v = Massa específica a verde (g/cm^3)

ρ_t = Massa específica teórica (g/cm^3)

O valor de densificação representa uma variação relativa na massa específica de um material, produzida por variação em suas dimensões devidas ao processo de sinterização.

Os estudos de Lumley, Sercombe e Schaffer (1999), indicam que valores de (D) positivos indicam uma contração do material em suas dimensões originais, de maneira análoga, os valores negativos de (D) indicam dilatação do material.

A densidade real do compactado a verde, bem como a de seu sinterizado, foram obtidas pelo método geométrico utilizando paquímetro de resolução 0,05mm, e pesagem em balança de precisão com resolução 0,001g.

3.10 DENSIDADE RELATIVA DO CORPO DE PROVA SINTERIZADO

Para um melhor conhecimento quanto as variações referentes a densidade, foi calculada a densidade relativa dos corpos de prova sinterizados, em relação a densidade teórica das misturas. Calcula-se a densidade relativa através da Equação (1) apresentada no tópico 3.5, contudo, a densidade real dessa vez é do corpo de prova sinterizado e não mais do compactado a verde. A Equação (3) é representada da seguinte forma:

$$\rho_r = \frac{\rho_{real}}{\rho_t} \times 100$$

ρ_r = Massa específica relativa

ρ_{real} = Massa específica do sinterizado

ρ_t = Massa específica teórica

4.11 POROSIDADE

A porosidade foi calculada baseando-se na densidade do bronze, em seu estado fundido, tendo em vista o mesmo está como matriz do compósito o valor teórico da densidade é 8,6g/cm³, para a porosidade no compósito usaremos a equação (4):

$$P = 1 - \left(\frac{\rho_a}{\rho_t(Cu-Sn)} \right) \quad (4)$$

Onde: P = porosidade

ρ_a = Densidade da amostra

$\rho_t(cu - sn)$ = Densidade teórica do Bronze

4.12 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A análise de difração de raios X foi realizada para a identificação das fases presentes na amostra. A amostra da liga com tratamento térmico foi analisada na forma de pó, para identificação das possíveis fases cristalinas e quasicristalinas. Foi utilizado o difratômetro de Raios X SI M NS D500, sendo sempre ada a radiação CuK α , cujo comprimento de onda é 1,5406Å. Os ensaios foram realizados a temperatura de 298K (ambiente), com tensão de 40kV,

corrente de 30mA, passo de $0,01^\circ$, tempo por passo de 0,6s e o ângulo 2θ variando de 20 a 50 graus.

4.13 MICROSCOPIA ELETRÔNICA

Após a sinterização do compósito, empregou-se o uso do microscópio eletrônico de varredura. Para captura das imagens utilizou-se o software ANALYSYS. selecionou-se duas amostras a amostra 3 e amostra 6, essas foram as que tiveram menor e maior valores de densificação respectivamente. O procedimento consistiu em lixamento mecânico utilizando-se sequência de lixa 180, 400, 800, 1000 e 1200 seguido de um polimento mecânico empregando alumina como abrasivo, depois limpas com álcool e secas antes de ir para o microscópio eletrônico de varredura da marca TESCAN, modelo MIRA3 LMH.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 ELABORAÇÃO DA LIGA QUASICRISTALINA

As amostras apresentaram boa fusão dos constituintes da liga, foram obtidas quantidades de 10g e feito refusão para obtenção de uma homogeneidade adequada. Foi possível observar que as esferas obtidas na fusão dos constituintes, após a solidificação apresentaram trincas e porosidades, características existentes em materiais frágeis.

5.2 DENSIDADE RELATIVA

Inicialmente determinamos a densidade dos corpos de prova a verde fazendo uso do peso que está presente na tabela 06 dividindo o mesmo pelo volume, em seguida pegamos esses valores e dividimos pela densidade da matriz, no caso Bronze, $8,6\text{g/cm}^3$ e multiplicamos por 100 para obter a densidade relativa à verde do compósito.

O mesmo cálculo é feito para os corpos de prova após a sinterização para obter a densidade relativa dos sinterizados. As características de cada corpo de prova seguem os parâmetros de força, fração e temperatura de sinterização de acordo com a tabela 04. Os valores podem ser vistos nas tabelas a seguir.

Tabela 09 - Densidades dos corpos de prova verde.

Amostra	Densidade Verde (g/cm^3)	Densidade Relativa à verde (%)
1	6,603	76,78
2	7,093	82,48
3	6,381	74,20
4	6,802	79,09
5	7,237	84,15
6	7,163	83,29
7	6,454	75,04
8	6,981	81,18
Média	6,83	79,45

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Tabela 10 - Densidades dos corpos de prova sinterizados.

Amostra	Densidade dos sinterizados (g/cm³)	Densidade Relativa dos sinterizados (%)
1	6,000	69,767
2	6,336	73,680
3	4,847	56,357
4	5,103	59,336
5	6,348	73,809
6	6,671	77,569
7	5,066	58,904
8	5,467	63,565
Média	5,68	66,07

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Inicialmente é possível observar que os corpos de prova que possuem maior adição do reforço apresentaram menores densidades em relação aos demais, isso significa que com o aumento de liga quasicristalina na matriz de bronze a densidade das amostras diminui, isso está de acordo com estudos anteriores de Machado (2019) que mostra os compósitos com matrizes a base de cobre sofre uma diminuição de massa específica quando é acrescentado um reforço com tamanho de partícula menores, o mesmo aconteceu no estudo de Lin e Hwang (2010).

5.3 SINTERIZAÇÃO

As amostras, sinterizadas em ambas as temperaturas, 750 e 800°C apresentaram boa fusão dos constituintes, ambas apresentaram uma pequena camada de oxido na superfície, necessitando de uma limpeza simples antes de dar seguimento aos demais experimentos.

5.4 DENSIFICAÇÃO

De acordo com os resultados das temperaturas de sinterização apresentadas na Tab.5, e usando a equação 2, é possível constatar relações para os parâmetros estudados. Inicialmente podemos observar que todos os corpos de prova apresentaram valores negativos de densificação, isso se dá por uma propriedade intrínseca do cobre e suas ligas, como já foi visto na seção 2.1.2, esses resultados estão alinhados com os trabalhos de German (2014) e também Lin e Hwang (2010), que mostram um inchaço nas partículas do cobre quando sinterizado, além de trincas e vazios em sua estrutura, justificando assim os resultados vistos na tabela 06 desse trabalho.

Tabela 11 - Valores da densificação dos corpos de prova.

Amostra	Densidade dos corpos de prova Verde (g/cm³)	Densidade dos corpos de prova sinterizados (g/cm³)	Densificação
1	6,603	5,999	-0,302
2	7,093	6,336	-0,502
3	6,381	4,847	-0,691
4	6,802	5,103	-0,945
5	7,237	6,348	-0,652
6	7,163	6,671	-0,342
7	6,454	5,066	-0,647
8	6,981	5,467	-0,935
Média	6,83925	5,72975	-0,630

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

As amostras 1 e 6 mostraram ter uma melhor densificação pois apresentam menor valor negativo, enquanto as amostras 4 e 8 tiveram valores negativos maiores de densificação. Isso se dá por conta da quantidade de reforço quasicristalino dentro da estrutura, 1 e 6 possuem menores frações, 3%, enquanto amostras 4 e 8 possui 10% de reforço. Essa relação pode ser vista nos trabalhos de Machado (2019) e Ali et al. (2018) com o aumento da fração do reforço a densidade diminui consideravelmente.

Outro fator que influencia na densificação é a força aplicada, as amostras que apresentaram maior força de compactação tiveram valores menores de densificação quando comparados as outras com mesma fração e temperatura, isso pode ser visto comparando a amostra 4 com a amostra 3 e a amostra 8 com a amostra 7. Com isso houve uma confirmação com os resultados de Lin e Hwang (2010).

5.5 POROSIDADE

Fazendo uso da equação 4 chegamos aos resultados de grau de porosidade mostrados na tabela 12. Vale ressaltar que a densidade teórica usada foi a do bronze, 8,6 g/cm³.

Foi possível comprovar relações entre os fatores usados no planejamento fatorial. Em relação a força aplicada na compactação, os resultados mostraram que quando ocorre um aumento da mesma o valor da porosidade pode diminuir; Isso já era esperado, pois está em acordo com estudos sobre metalurgia do pó e em literaturas sobre o mesmo assunto como em Chiaverini (2001).

Quando observamos do ponto de vista da fração de reforço, foi visto que quando adicionamos uma maior quantidade o grau de porosidade aumentou; isso está evidente, quando fixamos os valores de força aplicada e temperatura de sinterização, por exemplo, comparando a amostra 1 com a amostra 3, 2 com a 4, 5 com a 7 e 6 com a amostra 8. Esse fato está concordando com os trabalhos de Ahmad, Hashim e Ghazali (2005) e Calin, Pul e Pehlivanli, (2012), pois explicam que uma maior quantidade de reforço dificulta a molhabilidade, além de proporcionar uma quantidade considerável de aglomerados. Esses dois fatores irão contribuir para o aumento de porosidade do compósito.

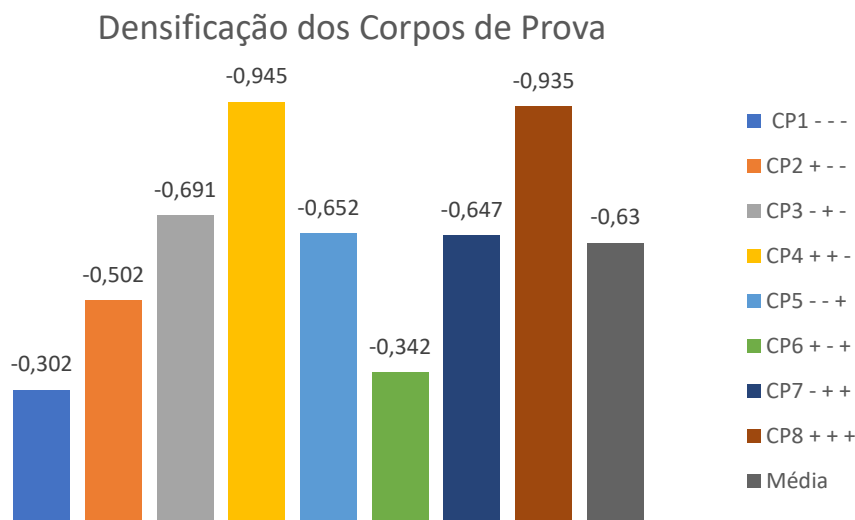
Foi possível estabelecer uma relação entre o grau de porosidade com a temperatura de sinterização. As amostras que foram sinterizadas na temperatura de 800°C tiveram valores menores de poros, o que está relacionado com a existência maior de energia disponível para que haja interação entre as partículas (CHIAVERINI, 2001). No trabalho de Machado (2019) essa mesma relação também pôde ser vista.

Tabela 12 - Porosidades dos corpos de prova, considerando a densidade teórica do bronze.

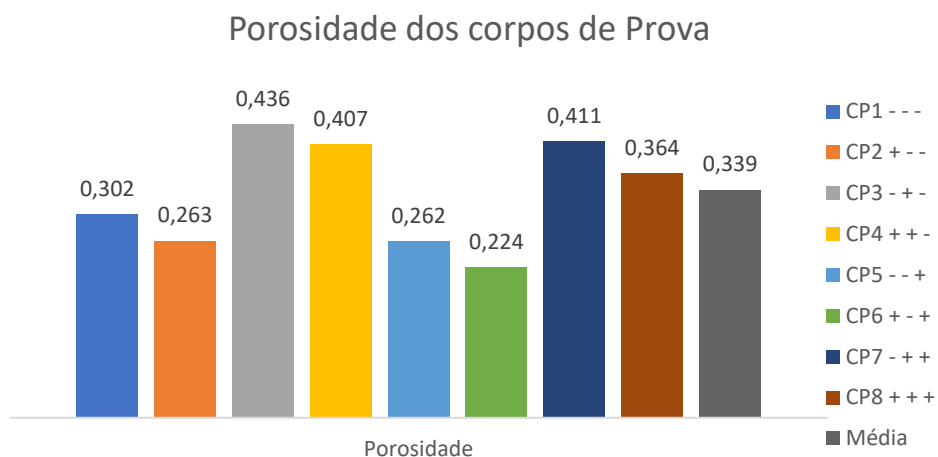
Amostra	Densidade do Sinterizado (g/cm ³)	Porosidade
1	6,000	0,302
2	6,336	0,263
3	4,847	0,436
4	5,103	0,407
5	6,348	0,262
6	6,671	0,224
7	5,066	0,411
8	5,467	0,364
Média	5,682	0,339

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Os gráficos a seguir mostram em resumo a densificação e o grau de porosidade dos corpos de provas de acordo com o planejamento fatorial utilizado na pesquisa, onde o primeiro fator é a força aplicada na compactação, seguido pela fração de reforço e o terceiro é a temperatura de sinterização de acordo com a tabela 5.

Figura 23 - Gráfico de Densificação dos corpos de prova.

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Figura 24 - Gráfico de grau de porosidade dos corpos de prova.

Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Por meio de cálculos matemáticos chegamos a uma equação onde foi possível a construção de um diagrama geométrico para interpretação da resposta em relação a cada variável.

$$y(P,F,T)= 11,45 +0,165P-0,609F+0,158T-0,0004PF+0,016PT-0,0124FT+0,0197PFT \quad (5)$$

Podemos observar por meio da figura 28, a interpretação geométrica dos efeitos principais do planejamento fatorial 2^3 , visto nas Tabelas 10 e 11. Através dessa figura podem ser feitas algumas análises individuais para cada variável.

A força de compactação tem uma relação diretamente proporcional com a densificação, de maneira que melhores resultados são obtidos quando essa variável passa do nível inferior para o superior. Esse efeito já era esperado e está em acordo com Chiaverini (2001). O menor espaçamento entre as partículas promove uma melhor sinterização entre elas melhorando o processo de difusão responsável por essa densificação

Observando o segundo fator, a fração de quasicristal, podemos afirmar que as respostas tendem a diminuir, em teoria, como as partículas de liga quasicristalinas que possuem elevada dureza (SORDELET; DUBOIS, 1997). O esperado seria que isso aumentasse a resistência do compósito, porém o aumento da fração do reforço ocasionou um aumento da densificação. Singh e Chauhan (2017), dizem que partículas duras, no caso dele, SiC, levam a um aumento do espaçamento entre as partículas, no compósito, durante a prensagem, o que leva a um aumento da porosidade, no nosso caso, resultando em uma diminuição da resposta.

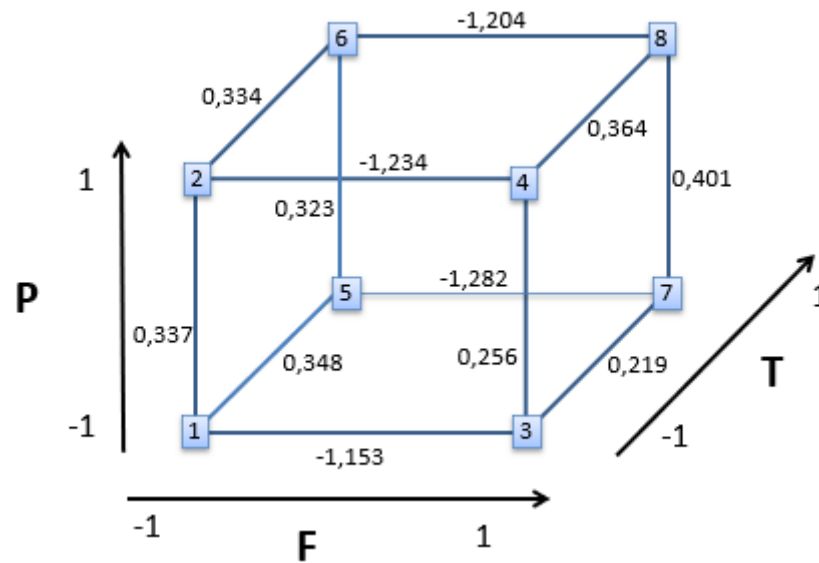
A temperatura de sinterização é o nosso terceiro fator, quando sai do nível inferior para o nível superior, há um aumento na resposta. E quando está no nível de pressão e fração superior, há, também, um aumento na resposta quando se aumenta a temperatura. Neste caso, a temperatura ajuda no quesito de melhoraria da sinterização, e, conseqüentemente, o aumento das propriedades mecânicas.

Todavia, quando se tem pressão de compactação mais alta e menor valor para a fração do reforço, aumentando o nível da temperatura, teremos o melhor resultado para a resposta, isso pode ser visto na amostra 6.

Desse modo podemos afirmar de acordo com os dados obtidos e fazendo uma interpretação do diagrama de resposta das variáveis, que fator com maior influência para o compósito é a quantidade de reforço quasicristalino. A principal teoria pode ser explicada observando os resultados do trabalho de Machado (2019), onde o quasicristal pode ter influenciado na diminuição da taxa de difusão, pois essa classe de material tem condutividade térmica muito baixa.

Outro parâmetro importante a ser analisado é regiões de aglomeração nos contornos de grão, figuras 29 e 30, provavelmente, o tamanho das partículas quasicristalinas atuaram como uma barreira, contrariando o movimento do grão no momento da sinterização.

Figura 25 - Diagrama para interpretação dos efeitos da pressão, temperatura de sinterização e fração de reforço, no planejamento 2^3 .



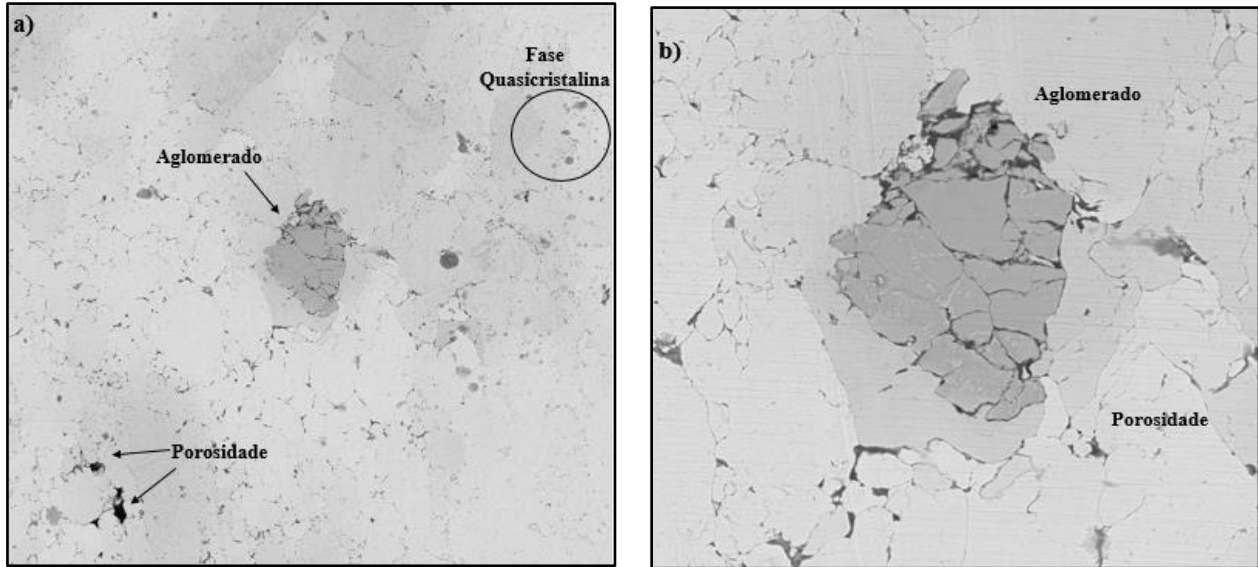
Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

5.6 ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA

Foram feitas imagens de microscopia eletrônica das amostras 3 e 6, seguindo os parâmetros das variáveis escolhidas, e as mesmas demonstraram melhores desempenho de acordo com o planejamento fatorial, levando em consideração os parâmetros adotados, pressão de compactação, fração do reforço quasicristalino e temperatura de sinterização do compósito.

Ambas as amostras tiveram boa dispersão do reforço na matriz, em alguns pontos ocorreu uma aglomeração do pó quasicristalino e porosidade ao longo da estrutura, na figura 29 e 30, vemos as amostras 3 e 6, é possível ver que o pó teve boa distribuição com porções de aglomerados em determinados locais, pode-se também ver os vazios causados pela dilatação da matriz de bronze, fenômeno este que é visto também no trabalho de Lin e Hwang (2010).

Figura 26 - Microscopia eletrônica da amostra 3 do compósito bronze reforçado com quasicristal, com força aplicada de 2,5 (tf), fração de 10% de reforço e temperatura de sinterização de 750°C. a) aumento de 660x, b) aumento de 1900x.

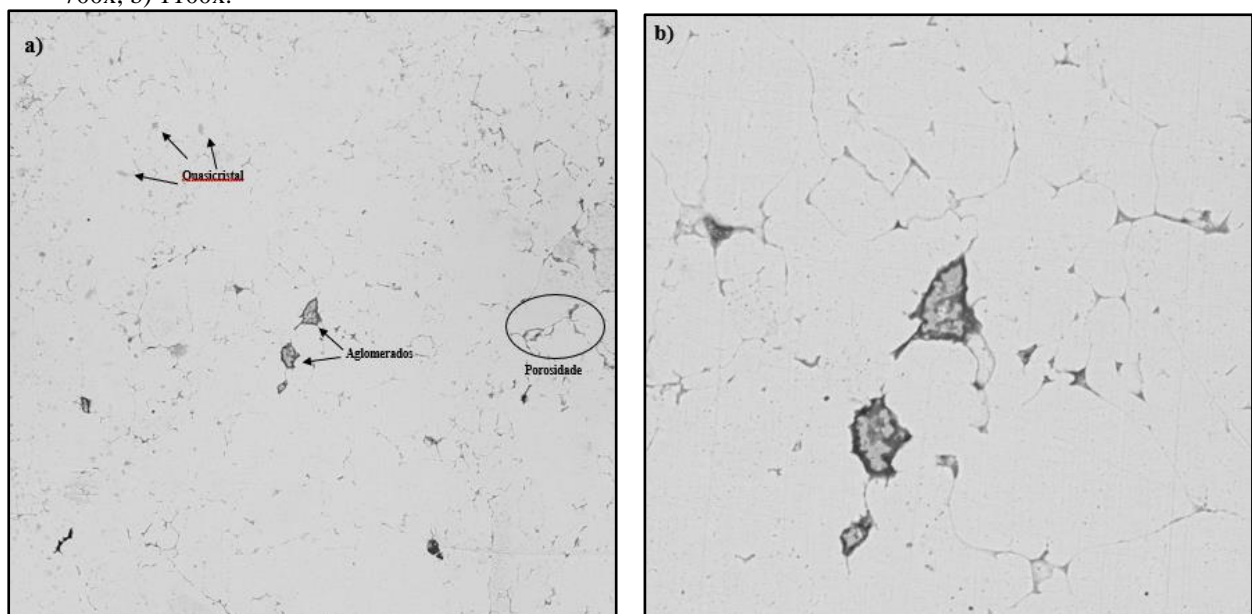


Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

É possível observar a maior quantidade de reforço na primeira imagem, claro, a amostra 3 possui uma quantidade superior a 3 vezes a fração da amostra 6, logo, isso implicará em maior quantidade de aglomerado ao longo da matriz.

Outro fator a ser observado é a maior quantidade de poros, o que comprova o que foi mostrado na seção 4.4 e 4.5, maiores quantidades de pó quasicristalinos implicará em maiores quantidades e poros na estrutura do compósito.

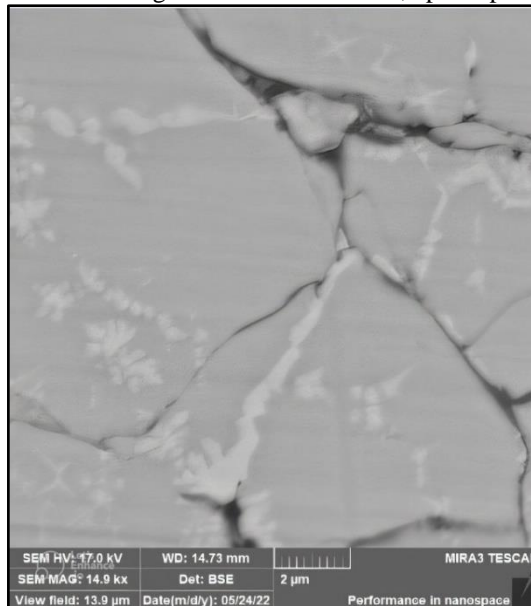
Figura 27 - Microscopia eletrônica da amostra 6 do compósito bronze reforçado com quasicristal, com força aplicada de 2,5 (tf), fração de 3% de reforço e temperatura de sinterização de 800°C. a) 700x, b) 1100x.



Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

Na figura 31 vemos a imagem da partícula de AlCuFe, onde podemos encontrar apenas duas fases predominantes, a quasicristalina cinza escura e a fase cristalina beta, logo podemos dizer que houve o tratamento térmico da liga e o mesmo foi eficiente no processo. Essa definição está concordando com o trabalho de Passos (2006), onde através de análise de EDS ele identificou as duas fases presentes na estrutura.

Figura 28 - Partícula da lig AlCuFe na amostra 3, após o processo de sinterização

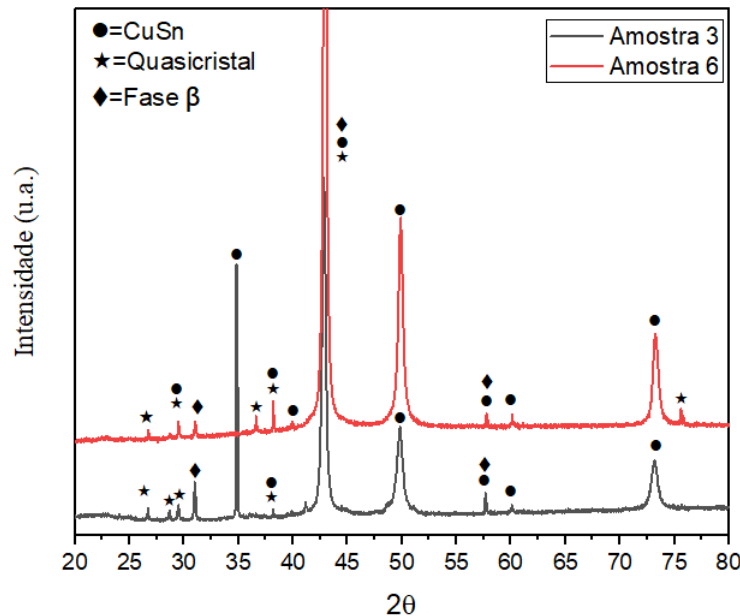


Fonte: Dados da pesquisa, 2022

5.7 DIFRATOMETRIA DE RAO-X

Através da técnica de difração de raio-x foi possível identificar os picos referentes de cada estrutura de acordo com o ângulo de difração. A figura 31 está mostrando os difratogramas das amostras 3 e 6, sendo os menores e maiores resultados obtido pelo planejamento fatorial respectivamente.

Figura 29 - Difratoograma das amostras 3 e 6 do planejamento fatorial.



Fonte: Dados da pesquisa, 2022.

De início já podemos afirmar, através dos picos de intensidades das amostras, que a temperatura usada para o processo de sinterização foi suficiente para que fosse possível ocorrer a transformação do quasicristal, ou seja, a temperatura de sinterização funcionou como tratamento térmico para a liga quasicristalina. Vale lembrar que trabalhos anteriores de Cavalcante (2011) e (MACHADO, 2019) fazem uso desse reforço aplicando um tratamento térmico antes da incorporação do mesmo no compósito. O fator positivo nesse sentido está na eliminação de uma das etapas do processo, levando a uma otimização do produto final.

Durante a identificação dos picos, foi observado que houve em alguns casos uma sobreposição, dos picos referentes ao bronze em relação aos do quasicristal, além disso, a contagem elevada do bronze faz com que a contagem do quasicristal diminua bastante. Através de cartas e trabalhos como o de (SOKOLOV; OZOLIN; GOLJUS, 2022), (YIN et al., 2008) e Rosas e Perez (2001) foi possível determinar os picos de cada elemento presentes na estrutura.

A temperatura de sinterização da amostra 6 foi de 800°C, enquanto a amostra 3 foi de 750°C, logo podemos afirmar que a maior temperatura de sinterização, que é no caso, a mesma do tratamento térmico, fez com que a intensidade dos picos da liga quasicristalina aumentassem, tornando-o mais eficaz para o objetivo final do material.

6. CONCLUSÃO

Foi possível a fabricação dos compósitos com matriz de bronze reforçados com pó de AlCuFe quasicristalino nas proporções de 3 e 10%. Ambos tiveram boa distribuição, porém com o surgimento de aglomerados em alguns locais do corpo do compósito, isso possivelmente por causa da granulometria do pó quasicristalino de bem menor tamanho de partícula que o bronze.

De acordo com o planejamento fatorial, concluímos que a melhor situação para o material estudado está vista na amostra 6, temos uma força aplicada na compactação de 4,5 tonelada/força, 3 % de fração do reforço e temperatura de sinterização de 800°C. Isso permitiu maior densificação, além de um favorecimento do aparecimento da fase quasicristalina em sua estrutura.

Ficou evidente que existe um grau de importância dos parâmetros estudados, sendo a temperatura de sinterização o fator mais importante seguido pela fração de reforço e depois a força de compactação.

O principal resultado desse trabalho está relacionado a eliminação do prévio tratamento térmico da liga AlCuFe. A temperatura e o tempo de sinterização produziram um ciclo térmico eficiente para o aparecimento da fase quasicristalina, possibilitando assim a otimização do processo.

Não foi possível analisar as propriedades mecânicas do compósito nesse trabalho, dadas a algumas restrições para o acesso a parte dos laboratórios, isso poderá ser feito em um trabalho futuro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AHMAD, S. N.; HASHIM, J.; GHAZALI, M. I. The effects of porosity on mechanical properties of cast discontinuous reinforced metal- matrix composite. **Journal of Composite Materials**, v. 39, n. 5, p. 451–466, 2005.
- AKHTAR, S. et al. Recent advancements in powder metallurgy: A review. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 9, p. 18649–18655, 2018.
- ALI, U. et al. On the measurement of relative powder-bed compaction density in powder-bed additive manufacturing processes. **Materials and Design**, v. 155, p. 495–501, 2018.
- ANDRADE, E.; CAVALCANTE, D. L. Avaliação da estabilidade térmica e resistência ao desgaste de compósito polimérico reforçado com pó de quasicristal. **IV Congresso Nacional de Pesquisa e Ensino em Ciências**, 2019.
- ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciencia e ingeniería de materiales: Introducción**. [s.l: s.n.]. v. 12
- ATTIA, A. N. Surface metal matrix composites. n. July 2000, p. 451–457, 2001.
- BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas**. 1. ed. [s.l: s.n.].
- BRADLEY, A. J., GOLDSMITH, H. J. J. *Inst. Met.*, v. 65. p. 403–418, 1934.
- BRAGA, N. D. A.; FERREIRA, N. G.; CAIRO, C. A. A. Obtenção de titânio metálico com porosidade controlada por metalurgia do pó. **Química Nova**, v. 30, n. 2, p. 450–457, 2007.
- BRITO, F. I. G. DE; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J. M. Um Estudo Teórico Sobre a Sinterização Na Metalurgia Do Pó. **Holos**, v. 3, p. 204, 2008.
- BRUNS, R. E. **Como_Fazer_Experimentos_2aEd_Barros_Scarminio_Bruns_OCR**. [s.l: s.n.].
- CALIN, R.; PUL, M.; PEHLIVANLI, Z. O. The effect of reinforcement volume ratio on porosity and thermal conductivity in Al-Mgo composites. **Materials Research**, v. 15, n. 6, p. 1057–1063, 2012.
- CALLISTER, W. D. . D. G. R. **CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS UMA INTRODUÇÃO**. [s.l: s.n.].
- CALLISTER, W. D. . D. G. R. **Ciência e Engenharia de materiais. Uma introdução**. New York: [s.n.].
- CAVALCANTE, D. G. L. **Desenvolvimento de Compósitos Auto-lubrificantes de ligas quasicristalinas/Bi**. [s.l.] UFPB - João Pessoa, 2011.
- CHIAVERINI, V. - **Tecnologia Mecânica - Processos de Fabricação e Tratamento - Volume II**, 2001.
- CUNHA, M. T. et al. Study of copper electrodeposition in alkaline medium using pulsed

current. **Revista Virtual de Química**, v. 6, n. 2, p. 258–278, 2014.

DE LIMA, B. A. S. G. **Propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Fe-B com estrutura icoesadral através da técnica de indentação instrumentada**. [s.l.] Universidade Federal Da Paraíba, 2011.

DELFORGE, D. Y. M. et al. Sinterização de uma mistura de cavaco de aço inoxidável com pó do mesmo material: uma nova tecnologia para a reciclagem de metais? **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 95–100, 2007.

DIAS, A. N. O. et al. Effect of high energy milling time of the aluminum bronze alloy obtained by powder metallurgy with niobium carbide addition. **Materials Research**, v. 20, n. 3, p. 747–754, 2017.

DIAS SOARES, L.; OLIVEIRA, J. S. **METALURGIA DO PÓ: MÉTODOS E APLICAÇÕES**, 2018. (Nota técnica).

EPMA. Introduction to additive manufacturing technology, a guide for designers and engineers. **European Powder Metallurgy Association**, p. 28–34, 2019.

ERTUGRUL, O. et al. Effect of particle size and heating rate in microwave sintering of 316L stainless steel. **Powder Technology**, v. 253, p. 703–709, 2014.

FEREIDUNI, E.; GHASEMI, A.; ELBESTAWI, M. Characterization of composite powder feedstock from powder bed fusion additive manufacturing perspective. **Materials**, v. 12, n. 22, 2019.

FOGAGNOLO, J. B. ET AL. **Estudo do processo de fabricação de materiais compósitos de matriz de alumínio por metalurgia do pó, via moagem de alta energia e extrusão**. [s.l.] Universidade Estadual de Campinas, Brazil, 2000.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaaios dos Materiais**. 2. ed. Rio de Janeiro: [s.n.].

GERMAN, R. M. **SINTERING FROM EMPIRICAL OBSERVATIONS TO SCIENTIFIC PRINCIPLES**. First edit ed. United States of America: [s.n.].

GIERER, M. et al. Structural Analysis of the Fivefold Symmetric Surface of the Al 70 Pd 21 Mn 9 Quasicrystal by Low Energy Electron Diffraction. 1997.

GOETZEL, C. G. **Structure and properties of copper powder compactors**. [s.l.] J. INST.MET.66, 1943.

GUI, J., WANG, J., WANG, R., WANG, D., LIU, J., & CHEN, F. On some discrepancies in the literature about the formation of icosahedral quasi-crystal in Al–Cu–Fe alloys. **Journal of Materials Research**, v. 16(4), n. 1037- 1046., 2011.

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

HUTTUNEN-SAARIVIRTA, E. Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: A review. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 363, n. 1–2, p. 154–178, 2004.

JOHN, R. Sintering of copper powder compacts. 1942.

JOSEPH, G. Cooper: Its Trade, Manufacture, Use, and Environmental Status. 1999.

KIM, K. B. et al. Structural evolution during heat treatment of mechanically alloyed Al-Cu-Fe-(Si) alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 304–306, n. 1–2, p. 822–829, 2001.

KUBASKI, E. T.; CINTHO, O. M. OBTENÇÃO DE Nb METÁLICO ATRAVÉS DA REDUÇÃO DE Nb₂O₅ POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v. 6, n. 4, p. 186–191, 2010.

KUBASKI, E. T.; CINTHO, O. M.; CAPOCCHI, J. D. T. FORMAÇÃO DE NiAl PROMOVIDA POR MEIO DE MOAGEM DE ALTA ENERGIA. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v. 4, n. 4, p. 27–31, 2008.

LEE, K. et al. Multi-phase quasicrystalline alloys for superior wear resistance. **Materials and Design**, v. 108, p. 440–447, 2016.

LEE, S. M. et al. Quasicrystalline phase formation in Al₆₂Cu_{22.5}Fe_{12.5} and Al₅₅Cu_{22.5}Fe_{12.5}Be₇ alloys. **Journal of Materials Research**, v. 16, n. 6, p. 1535–1540, jun. 2001.

LIN, Y. J.; HWANG, K. S. Swelling of copper powders during sintering of heat pipes in hydrogen-containing atmospheres. **Materials Transactions**, v. 51, n. 12, p. 2251–2258, 2010.

LOBERTO, A; GENOVA, LUIZ, A; AMORIM, M. C. Aspectos gerais da Sinterização. In: **Metalurgia do pó**. [s.l.: s.n.]. p. 209–213.

LOPES, G. D. L. . **ESTUDO DA OBTENÇÃO DE TIALITA POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA**. [s.l.] UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS, Campus Avançado de Poços de Caldas, 2014.

LUMLEY, R. N.; SERCOMBE, T. B.; SCHAFFER, G. B. Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 30, n. 2, p. 457–463, 1999.

M. JANČÍK, A. PANDA, I. PANDOVÁ, T. Z. Powder metallurgy – economic advantages of powder metallurgy. **2017**, p. 87–93, 2017.

MACHADO, W. DA S. **OBTENÇÃO DO COMPÓSITO DE MATRIZ DE BRONZE COM ADIÇÃO DE PARTÍCULAS QUASICRISTALINA DE AlCuFeMn VIA METALURGIA DO PÓ**. [s.l.] Universidade Federal da Paraíba, 2019.

MANTRIPRAGADA, V. T. et al. Modeling of Powder Production During Centrifugal Atomization. **Journal of Sustainable Metallurgy**, n. 0123456789, 2021.

MARCHEZAN, R.; MAHMUD AHMAD, A.; ANTÔNIO THESING, L. **METALURGIA**

DO PÓ E SUAS CARACTERÍSTICAS. Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão. **Anais...**v. 11, n. 1, 14 fev., 2020.

MINATTI, J. L.; FURLAN, G. M. C.; JR., D. R. OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE PÓS DE Ti-13Nb-13Zr POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS. **VI Conferência Brasileira sobre Temas de Tratamento Térmico**, p. 257–268, 2012.

MORDYUK, B. N. et al. Enhanced fatigue durability of Al-6Mg alloy by applying ultrasonic impact peening: Effects of surface hardening and reinforcement with AlCuFe quasicrystalline particles. **Materials Science and Engineering A**, v. 563, p. 138–146, 2013.

MOTSAI, T. M. et al. A comparative study of oxygen pick-up of TiHfD powder during press and sinter and loose sintering processing. v. 430, p. 12031, 2018.

NABOYCHENKO, S. S.; MURASHOVA, I. B.; NEIKOV, O. D. Production of Copper and Copper Alloy Powders. In: **Handbook of Non-Ferrous Metal Powders**. [s.l.] Elsevier Ltd, 2009. p. 331–368.

NETO, B. D. B. **COMO FAZER EXPERIMENTOS: PESQUISA E DESENVOLVIMENTO NA CIÊNCIA E NA INDÚSTRIA**. 4 edição ed. Porto Alegre: [s.n.].

OLIVEIRA, V. **Materiais de Produção Industrial. Metalurgia do Pó**. Disponível em: <<http://voe.eng.br/wp-content/uploads/2019/06/Metalurgia-do-Pó.pdf>>. Acesso em: 19 jul. 2021.

OZG UN A.; O.; ASLANTA, K.; CETIN, A. E. Powder metallurgy Mg-Sn alloys: Production and characterization. **Scientia Iranica B**, v. 27, n. 3, p. 1255–1265, 2020.

PANDA, A. et al. Advantages and effectiveness of the powder metallurgy in manufacturing technologies. **Metalurgija**, v. 57, n. 4, p. 353–356, 2018.

PARK, J. Y. et al. Material Science: High frictional anisotropy of periodic and aperiodic directions on a quasicrystal surface. **Science**, v. 309, n. 5739, p. 1354–1356, 2005.

PASSOS, T. A. **Estudo da viabilidade tecnológica de fabricação de compósitos alumínio-quasicristal por extrusão a quente**. [s.l.] Universidade Federal da Paraíba, 2006.

PATIL, O. M. et al. A review on effect of powder metallurgy process on mechanical and tribological properties of Hybrid nano composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 2, p. 5802–5808, 2018.

PHAIROTE, P.; PLOOKPHOL, T.; WISUTMETHANGOON, S. Design and Development of a Centrifugal Atomizer for Producing Zinc Metal Powder. **International Journal of Applied Physics and Mathematics**, v. 2, n. 2, p. 77–82, 2012.

PINTO, L. A. et al. Obtenção de cobre eletrolítico pelo processo de eletrodeposição utilizando um banho sem cianeto e tratamento eletroquímico superficial. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 2, 2020.

PONHAN, K. et al. Effect of SiC nanoparticle content and milling time on the microstructural characteristics and properties of Mg-SiC nanocomposites synthesized with powder metallurgy incorporating high-energy ball milling. **Ceramics International**, v. 46, n. 17, p. 26956–26969, 2020.

RAMNATH, B. V. et al. Materials Today : Proceedings A review on aluminium metal matrix composites. **Materials Today: Proceedings**, v. 46, p. 4341–4343, 2021.

ROSAS, G.; PEREZ, R. On the transformations of the c -AlCuFe icosahedral phase. n. February, p. 225–230, 2001.

ROUXEL, D.; PIGEAT, P. Surface oxidation and thin film preparation of AlCuFe quasicrystals. **Progress in Surface Science**, v. 81, n. 10–12, p. 488–514, 2006.

SAYEDAIN, S. S.; EKRAMI, A.; BADROSSAMAY, M. Production and characterization of Ti6Al4V/CaP nanocomposite powder for powder-based additive manufacturing systems. **Powder Technology**, v. 386, p. 319–334, 2021.

SCUDINO, S. et al. Additive manufacturing of Cu-10Sn bronze. **Materials Letters**, v. 156, p. 202–204, 2015.

SHAÏTURA, D. S.; ENALEEVA, A. A. Fabrication of quasicrystalline coatings: A review. **Crystallography Reports**, v. 52, n. 6, p. 945–952, 2007.

SHECHTMAN, D. et al. Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry. **Physical Review Letters**, v. 53, n. 20, p. 1951–1953, 1984.

SILVA, A, K, B. **Estudo das Propriedades Tribômecânicas de Compósitos de Politetrafluoretileno com Quasicristal**. [s.l.] Universidade Federal Da Paraíba, 2019.

SILVA A.K.B. **Estudo das Propriedades Tribômecânicas de Compósitos de Politetrafluoretileno com Quasicristal**. [s.l.] UFPB - Universidade Federal da Paraíba, 2018.

SINGH, J.; CHAUHAN, A. Fabrication characteristics and tensile strength of novel Al2024 / SiC / red mud composites processed via stir casting route. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 27, n. 12, p. 2573–2586, 2017.

SOKOLOV, E.; OZOLIN, A.; GOLIUS, D. Structure Formation of Diamond-Containing Coatings during Sintering of Specially-Shaped Grinding Wheels. 2022.

SORDELET, D. J.; DUBOIS, J. M. Q Perspectives and Potential Applications. **MRS Buletin**, 1997.

SUNGKHAPHAITOON, P.; WISUTMETHANGOON, S.; PLOOKPHOL, T. Influence of Process Parameters on Zinc Powder Produced by Centrifugal Atomisation. v. 20, n. m, p. 1–7, 2017.

VENKATESH, V. S. S.; DEOGHARE, A. B. Microstructural Characterization and Mechanical Behaviour of SiC and Kaoline Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites

Fabricated Through Powder Metallurgy Technique. **Silicon**, p. 1–15, 16 maio 2021.

WACHTER, S.; JAKOBS, T.; KOLB, T. Experimental investigation on the influence of system pressure on resulting spray quality and jet breakup applying pressure adapted twin-fluid nozzles. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 125, p. 103189, 2020.

WANG, P. et al. Close-coupled nozzle atomization integral simulation and powder preparation using vacuum induction gas atomization technology. **Chinese Physics B**, v. 30, n. 2, 2021.

WOLF, W.; AFONSO, C. R. M. Ligas Metálicas Quasicristalinas e Processos de Aspersão Térmica para Revestimentos como Barreira Térmica. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 1, p. 1–9, 2014.

YIN, S. et al. Formation of AlCuFe icosahedral quasicrystal by mechanical alloying : XAFS and XRD studies. v. 455, p. 314–321, 2008.

ZEDADRA, O. et al. **Cooper: Its Trade, Manufacture, Use, and Environmental Status**. [s.l: s.n.]. v. 11

ZHAI, W. et al. A DSC analysis of thermodynamic properties and solidification characteristics for binary Cu-Sn alloys. **Acta Materialia**, v. 60, n. 19, p. 6518–6527, 2012.

ZHANG, L. M. et al. Friction measurement on Al–Cu–Fe quasicrystalline and B2-type materials. **Wear**, v. 225–229, n. PART II, p. 784–788, 1 abr. 1999.

ZHAO, Y. et al. Centrifugal granulation behavior in metallic powder fabrication by plasma rotating electrode process. **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 1–15, 2020.

ZIMMER, C. G. Galvanização: uma proposta para o ensino de eletroquímica. v. XX, 2021.