



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO

**OBTENÇÃO DAS LIGAS Al-Fe-X-Si (X = V ou Nb) POR MOAGEM
DE ALTA ENERGIA E EXTRUSÃO A QUENTE**

RODRIGO ESTEVAM COELHO

**Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:
Dr. Francisco Ambrozio Filho**

**São Paulo
2001**

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**

**OBTENÇÃO DAS LIGAS Al-Fe-X-Si (X = V ou Nb) POR MOAGEM
DE ALTA ENERGIA E EXTRUSÃO A QUENTE**



RODRIGO ESTEVAM COELHO

Tese apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do grau de
Doutor em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear- Materiais

Orientador:

Prof. Dr. Francisco Ambrozio Filho

**SÃO PAULO
2001**

DEDICATÓRIA

À minha esposa Edméia e aos meus filhos
Hugo, Arthur e Renan.

AGRADECIMENTOS

Ao orientador Prof. Dr. Francisco Ambrozio Filho, pela atenção, pelas sugestões, incentivo e pelo apoio na execução do trabalho.

Ao Prof. Dr. Jesualdo Luiz Rossi por permitir a liberação de recursos do projeto do Centro de Processamento de Pós para financiamento da prensa hidráulica e da matriz de extrusão.

Aos Profs. Drs. Waldemar A. Monteiro, Luis Filipe Lima, Arnaldo H. P. Andrade, pelas trocas de idéias e uso das instalações físicas.

Aos professores do curso de Pós-Graduação do IPEN que ministraram as disciplinas como parte necessária a conclusão do trabalho.

Em especial aos colegas do Laboratório de Metalurgia do Pó, Alan Naor, Aroldo Morisco, Edval G. Araújo, Edmara M. R. Silva, Antonio F. Cambiucci, João Franklin Liberati, Henrique A. Ishii, João V. Zampieron, Lúcio Salgado, Lusinete P. Barbosa e Ronildo Menezes pelos longos tempos de conversas, amizade e convivência.

Aos funcionários do Laboratório de Metalurgia do Pó, Odília C. S. Ribeiro, Rejane A. Nogueira, Cláudio J. Rocha e Maurício D. M. Neves, pelo apoio e incentivo.

Ao Prof. Dr. Lalgudi Ramanathan, ao técnico Olandir V. Corrêa e a colega Clarice T. Kunioshi pelos testes realizados no equipamento de DSC.

Ao Engenheiro Márcio A. T. Carvalho da Belgo Brasileira pela doação do alumínio e ferrô em pó.

Ao CNPq pela concessão da bolsa de doutorado e ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pelo uso de suas instalações, em especial aos funcionários do IEO/ IPEN, e aos funcionários da Pós-Graduação pelo apoio técnico.

Ao técnico do laboratório de microscopia eletrônica, Nidelmar Ferreira pela preparação de laminas finas e análise de amostras.

Ao Dr. Ricardo Leal Neto pelo apoio técnico laboratorial, à técnica Marilene Serna, pela realização da difração de raios- X, ao técnico Celso Vieira de Moraes pela microscopia eletrônica de varredura e à Marina F. Pires e Glauson A. F. Machado pelas instruções no laboratório de metalografia.

Ao Engenheiro Edson S. J. Filho e ao técnico e Eliel D. Oliveira do Centro de Processamento de Pós/IPEN e ao colega Edilson R. B. Jesus pela colaboração e realização de ensaios.

Aos Laboratórios de Geo-Ciências e de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas da USP pelas análises realizadas no microscópio eletrônico de varredura, ao Prof. Dr. Pedro Kiyohara e à técnica Simone de Toledo IFUSP pela realização da microscopia eletrônica de transmissão.

OBTENÇÃO DAS LIGAS Al-Fe-X-Si (X = V ou Nb) POR MOAGEM DE ALTA ENERGIA E EXTRUSÃO A QUENTE

Rodrigo Estevam Coelho

RESUMO

A inexistência de estudos sobre a liga Al-Fe-X-Si por meio de moagem de alta energia motivou o desenvolvimento deste sistema utilizando-se este método, bem como caracterização microestrutural e análise de propriedades da liga e comparação com as ligas obtidas por solidificação rápida (“melt spinning”, atomização e conformação por spray). Partindo-se desta consideração, ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb) foram produzidas por moagem de alta energia a partir da mistura dos pós elementares em duas composições, $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}-Si_{2,0}$ e $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (at%). Para definir o tempo de processamento foram realizadas moagens preliminares durante 5, 10, 20 e 40 horas a 1400 rpm, na composição $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}-Si_{2,0}$, para observar a evolução da morfologia dos pó e possível formação de fases. Após definido o tempo de processamento de 10 horas, as misturas de pós foram processadas em moinho atritor a 800 e a 1400 rpm. Foram feitas moagens complementares de pós na composição $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ durante 5 horas a 1400 rpm e durante 20 horas a 800 rpm. Após o processamento por moagem de alta energia, os pós processados durante 5, 10 e 20 horas foram compactados a quente sob vácuo e extrudados pelo processo de extrusão indireta. Na compactação e extrusão foram também processados os pós provenientes da mistura simples (0 hora). Na caracterização dos pós e das barras extrudadas foi utilizado difratômetro de raios X, equipamento de calorimetria exploratória diferencial (DSC), microscópios eletrônico de varredura e de transmissão com análise de micro-região por energia dispersiva (EDS). Nas barras extrudadas, foram realizados ensaios de dureza, tração e densidade pelo método hidrostático. Verificou-se a formação de uma microestrutura mais refinada nas barras obtidas com o pó processado durante 10 horas de moagem a 1400 rpm, cujo material apresentou maior resistência mecânica, maior dureza, como as ligas do mesmo sistema obtidas via “melt spinning”. Os valores de resistência mecânica obtidos neste estudo, superior aos das ligas convencionais e semelhantes aos valores de resistência das ligas obtidas via solidificação rápida, a 200 e 350 °C, são decorrentes dos precipitados nanométricos da fase α - $Al_{12}(Fe,X)_3Si$.

Al-Fe-X-Si (X =V or Nb) ALLOYS PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING AND HOT EXTRUSION

Rodrigo Estevam Coelho

ABSTRACT

The present study of Al-FeX-Si alloys production by means of mechanical alloying, as well as microstructural characterization and properties determination of the produced materials, and their comparison with the alloys produced by rapid solidification (melt-spinning, atomization and spray forming) was motivated by the novelty such an approach, and by the possibility of the materials improvement. Two Al-Fe-X-Si (X=V or Nb) compositions, $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ and $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %), were prepared by mechanical alloying from the respective metallic powders. Preliminary milling experiments were conducted on the composition $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ for 5, 10, 20, and 40 hours at 1400 rpm in order to determine the optimal processing time, and to observe the powders morphology evolution and possible phase formation. After defining the optimal milling time as 10 hours, the powder mixtures of choice were attrition milled at 800 and 1400 rpm. Additionally, $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ composition was attrition milled for 5 hours at 1400 rpm, and for 20 hours at 800 rpm. After milling, the powder mixtures were vacuum hot pressed and extruded by indirect extrusion. Hand- mixed composition (0 hour) were also vacuum hot pressed and extruded, and subsequently used as reference materials. The powder mixtures and extruded materials were characterized by X- ray diffraction, differential scanning calorimetry, scanning (SEM) and transmission (TEM) electron microscopy, and energy dispersive spectrometry (EDS). Extruded materials were also characterized for hydrostatic density, hardness and tensile strength. Formation of a more refined microstructure in the bars obtained from the powder mixtures obtained by attrition milling for 10 hours at 1400 rpm was observed. This material also exhibited superior tensile and hardness. These properties are similar to those alloys obtained by melt-spinning. The superior tensile strength, at 200 and 350 °C, as compared to the conventional Al alloys, was achieved due to the nanometric precipitates $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{X})_3\text{Si}$ phase.

SUMÁRIO

	Página
INTRODUÇÃO	1
I. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	
1.1. Ligas de alumínio aplicadas na indústria aeronáutica.....	3
1.2. Ligas de alumínio aplicadas na indústria automobilística.....	6
1.3. Efeito da temperatura sobre as propriedades mecânicas.....	8
1.4. Ligas Al-Fe-X-Si.....	11
1.5. Técnicas de processamento de pós metálicos.....	15
1.5.1. Atomização.....	15
1.5.1.1. Atomização a água.....	16
1.5.1.2. Atomização a gás.....	17
1.5.2. Melt-Spinning.....	17
1.5.3. Processamento por moagem de alta energia.....	18
1.5.3.1. Evolução do processo.....	18
1.5.3.2. Equipamentos utilizados no PMAE.....	22
1.5.3.3. Mecanismo de formação de ligas no PMAE.....	25
1.5.3.4. Materiais obtidos por PMAE.....	30
1.5.3.5. Ligas de alumínio processadas por PMAE.....	31
1.6. Consolidação de pós por extrusão.....	33
1.6.1. Prensagem a quente sob vácuo.....	35
1.6.2. O processo de extrusão.....	37
II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	47
2.1. Processamento no moinho atritor.....	48
2.2. Compactação e extrusão.....	52
2.3. Análise de raios X.....	55
2.4. Análise térmica.....	55
2.5. Preparação de amostras para microscopia.....	56

2.5.1. Microscopia eletrônica de varredura.....	56
2.5.2. Microscopia eletrônica de transmissão.....	56
2.6. Ensaio de dureza e tração.....	57
2.7. Densidade.....	58
III. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	59
3.1. Aspectos do processamento.....	59
3.1.1. Processamento no moinho atritor.....	59
3.1.2. Compactação e extrusão.....	65
3.2. Difrátogramas de raios X.....	75
3.2.1. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-X_{1,0}-Si_{2,0}$ (X=V ou Nb) (10h a 800 rpm).....	75
3.2.2. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-X_{1,0}-Si_{2,0}$ (X=V ou Nb) (10h a 1400 rpm).....	78
3.2.3. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (5h a 1400 rpm, 20h a 800 rpm).....	81
3.2.4. Comparação entre resultados obtidos por análise térmica e difração de raios X.....	84
3.3. Microestrutura das ligas extrudadas.....	86
3.3.1. Microscopia eletrônica de varredura.....	86
3.3.1.1. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}-Si_{2,0}$ (10h 800 rpm).....	86
3.3.1.2. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}-Si_{2,0}$ (10h 1400 rpm).....	86
3.3.1.3. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (10h 800 rpm).....	87
3.3.1.4. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (10h 1400 rpm).....	88
3.3.2. Microscopia eletrônica de transmissão.....	97
3.4. Propriedades Mecânicas.....	102
3.4.1. Dureza Vickers.....	102
3.4.2. Resistência mecânica.....	103
IV. CONCLUSÕES.....	110
V. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	111
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	112
ANEXO	
I. Cálculo da fração volumétrica.....	I

INTRODUÇÃO

O "mechanical-alloying" (MA), aqui denominado processamento por moagem de alta energia (PMAE), foi desenvolvido na década de 60 (Benjamin, 1970). Inicialmente foi utilizado para produzir compósitos metálicos em pó e em 1980 obtiveram-se materiais com estrutura cristalina estável ou metaestável, quasicristalina, nanocristalina e amorfa (Benjamin, 1988). A partir de 1990 diversos materiais foram processados por PMAE, dentre eles, aços ferramenta, ligas à base de alumínio, carbonetos, hidretos e nitretos, cerâmicos, compósitos, compostos intermetálicos, materiais nanocristalinos, materiais magnéticos e soluções sólidas supersaturadas (Murty, Ranganathan, 1998).

Por meio desse processo é possível estender o limite de solubilidade de alguns elementos de liga dentro da matriz. Quando se trata de materiais cujos elementos possuem altos e baixos pontos de fusão o PMAE tem sido empregado com grande eficiência. Estabelece em uma mistura de pós elementares, um mecanismo simultâneo de "soldagem" e de "fratura" pela ação das colisões das esferas com as partículas de pó dentro de um recipiente de moagem. As reações envolvidas nesse processo ocorrem no estado sólido, dessa forma, revela-se como uma excelente alternativa para a obtenção de ligas cujos elementos são imiscíveis na fusão convencional (Benjamin, 1988, Matteazzi, et al., 1997; Portnov, et al., 1998).

Dependendo do equipamento utilizado, da razão de carga (bola / pó) e do tempo de processamento, a mistura de pós elementares contendo Al como elemento matriz, submetida ao processo de PMAE, nos sistemas binário, ternário e quaternário pode formar ligas durante o processamento ou após processos subsequentes de conformação mecânica a quente.

As ligas do sistema AlFeXSi apresentam excelentes propriedades mecânicas tanto à temperatura ambiente, como a altas temperaturas (~450 °C). A microestrutura deste sistema de liga é composta da matriz (Al) e do precipitado

$Al_{12}(Fe,X)_3Si$, o qual, é responsável pelas excelentes propriedades mecânicas. A adição do elemento "X", como foi verificado por vários pesquisadores, serve para inibir a formação das fases Al_8Fe_2Si e $Al_{13}Fe_4$ que degradam as propriedades mecânicas deste material (Champier, 1990). O elemento "X", pertence ao grupo dos elementos de transição e o mais usado tem sido o vanádio. Este sistema de liga vem sendo produzido através de solidificação rápida, por métodos de atomização, "melt- spinning" e conformação por "spray".

Diversas ligas binárias e ternárias à base de Al foram obtidas através do processamento por moagem de alta energia (PMAE), as quais apresentam propriedades mecânicas semelhantes às obtidas via solidificação rápida. Até o presente momento não há nenhum estudo da liga $AlFeXSi$ por meio de PMAE. Partindo-se desta premissa foram traçados os objetivos deste trabalho que consistem em desenvolver uma liga $Al_{90,8}Fe_{6,2}X_{1,0}Si_{2,0}$ (at.%) $X= V$ ou Nb por PMAE conformá-la por extrusão a quente, caracterizar sua microestrutura, estudar propriedades mecânicas e comparar com as ligas obtidas via solidificação rápida apresentadas na literatura.

I - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 - Ligas de alumínio aplicadas na indústria aeronáutica.

O alumínio tornou-se um metal de grande importância a partir de 1930, quando foi aplicado na fabricação de alguns componentes de aviões para usos militar e comercial, tornando-se um material predominante na indústria aeronáutica (Froes; Barbadillo; Suryanarayana, 1991).

Por volta de 1950 a Alcoa (Aluminum Company of America) e a Kaiser Aluminum Corporation nos Estados Unidos iniciaram um projeto para consolidação de ligas de alumínio obtidas por atomização. O programa inicialmente tinha como objetivo aumentar a porcentagem de elementos de liga (magnésio, silício, cobre e zinco) nos materiais convencionais à base de alumínio. Paralelamente visavam explorar as composições baseadas em grandes adições dos metais de transição, como por exemplo: cromo, manganês, ferro, cobalto e níquel, normalmente limitados a baixos teores em ligas convencionais. Estes elementos metálicos como foi verificado melhoravam a resistência à tração, o módulo de elasticidade e a estabilidade térmica da liga.

O melhoramento do módulo de elasticidade nas ligas à base de alumínio sem perdas de outras propriedades, é de particular interesse nos projetos aeroespaciais, especialmente quando se combinam elementos apresentando baixa densidade.

Pesquisadores da "Aluminum Company of America" constataram no ano de 1958 o aumento do módulo de elasticidade nas ligas de Al produzidas por atomização ocorria devido à distribuição do metal de transição na matriz alumínio. Embora aumentasse um pouco a densidade, o módulo de Young poderia ultrapassar 100 GPa na liga Al-16(peso%)Mn, comparado com 70 GPa

para alumínio puro e ligas convencionais (Jones, 1984; Suryanarayana, et al., 1990).

Os processos de solidificação rápida têm vantagens de refinamento de grão da matriz e formação de alto volume de precipitados finos. A microestrutura das ligas de alumínio obtidas por solidificação rápida adicionando-se metais de transição ou terras raras, proporciona melhor ductilidade e aumento da resistência à fratura, da estabilidade térmica, da dureza, da resistência mecânica e da resistência à corrosão.

Devido à combinação das propriedades mecânicas e da baixa densidade nas ligas à base de alumínio, processadas via solidificação rápida, elas podem produzir peças mais leves e mais resistentes e reduzir o consumo de combustível em até 50% nos sistemas aeroespaciais (Jones, 1984; Suryanarayana, et al., 1990).

Algumas estruturas de veículos aeroespaciais foram elaboradas por forjamento de tarugos de até 1500 kg prensados a quente. A primeira geração de ligas AA7090 e AA7091 continha uma pequena quantidade de cobalto para controlar o tamanho de grão e melhorar as propriedades mecânicas. Uma das primeiras peças forjadas desses novos materiais utilizados no Boeing 757 foi o elemento de comando mecânico de abertura do trem de aterrissagem com aproximadamente 50 kg, ASHLEY (1982), citado por JONES (1984).

No início da década de 70, a "U. S. Air Force" patrocinou programas de pesquisas para o desenvolvimento de novos materiais que apresentassem baixa densidade, alta rigidez e alta resistência, tanto a temperaturas elevadas como à ambiente. O projeto teve como objetivo substituir ligas convencionais de titânio para aplicações a temperaturas variando de 150 a 300 °C e que seriam usadas na fabricação de veículos aeroespaciais avançados.

Uma variedade de novos materiais foi estudada e avaliada para substituir as ligas de alumínio convencionais usadas na construção de aeronaves. Nesses novos materiais incluíam-se as ligas de alumínio-lítio, compósitos-alumínio e metalurgia do pó das ligas alumínio-lítio e ligas das séries 7XXX. Entretanto

essas ligas precisavam apresentar estabilidade acima de 150 °C para evitar a redução de resistência e ductilidade (Das; Bye; Gilman, 1991; Rainen; Ekvall, 1988).

As ligas alumínio-lítio foram desenvolvidas primeiramente para reduzir o peso da fuselagem e dos componentes estruturais das aeronaves. A adição de 1% de lítio ao alumínio reduz a densidade da liga em torno de 3% e aumenta o módulo de elasticidade em torno de 5%. O limite de solubilidade do lítio no alumínio é de 4,2%. Nas ligas comerciais a adição de lítio ao alumínio varia de 1 a 3% (Fielding; Wolf, 1996). Entretanto, quando exposta a determinadas temperaturas, ocorre a formação da fase Al_3Li metaestável, fragilizando o material.

A adição de zircônio acima do limite de solubilidade, o processamento por solidificação rápida e tratamentos de envelhecimento, melhoram as propriedades mecânicas da liga ocorrendo a formação do precipitado $Al_3(Li,Zr)$ distribuído homogeneamente dentro da matriz. Essa liga foi solidificada em forma de fita, pulverizada mecanicamente em partículas de tamanho de aproximadamente 420 μm e compactada em prensa a quente sob vácuo. Em seguida foi extrudada na forma retangular com 63,5 mm por 10,2 mm, na razão de extrusão de 18:1. Foi verificado que a fração volumétrica de precipitado formado após tratamento de envelhecimento influencia no comportamento da deformação do material quando esse é submetido a esforços. Essa liga na composição Al-3,7Li-0,5Zr foi desenvolvida principalmente para a indústria aeronáutica. (Kim; Das, 1986).

Considerando esses problemas de baixa estabilidade térmica, dois sistemas de ligas para aplicações estruturais em aeronaves Al-Fe-Ce e Al-Fe-V-Si que foram desenvolvidos na década de 80 pela "Aluminum Company of America" (Alcoa) e "Allied Signal Corporation", respectivamente (Rainen; Ekvall, 1988). Essas, ligas após conformação mecânica a quente, conservam as excelentes propriedades mecânicas à temperatura ambiente e a altas temperaturas. São caracterizadas por uma fina microestrutura composta de fases intermetálicas que

permanecem estáveis por longo tempo de exposição a determinadas temperaturas e serão descritas com mais detalhes nos itens 1.3 e 1.4 deste estudo.

1.2 - Ligas de alumínio aplicadas na indústria automobilística.

Em virtude da necessidade de fabricar veículos mais leves, mais econômicos, mais seguros e com menor índice de poluição, a indústria automobilística tem investido maciçamente em projetos para redução de peso dos produtos sem perdas de propriedades mecânicas.

O crescimento da utilização de componentes fabricados com ligas de alumínio, fibras de carbono e plásticos em substituição às chapas de aço convencionais tem surpreendido as siderúrgicas do mundo inteiro. Para competir com esses materiais a indústria do aço investe na fabricação de chapas mais finas e mais resistentes. O motivo do crescimento do uso de alumínio na indústria automobilística é o menor consumo de combustível (devido ao baixo peso) e a temperatura de reciclagem (700 °C). A reciclagem do aço é muito mais cara e exige temperatura de 1600 °C (Revista Metalurgia e Materiais, out. 1998).

No setor automobilístico, além da carroceria, são diversos os componentes construídos com ligas de alumínio, dentre eles cita-se: pistão, cabeçote de motor, bloco de motor, tubo de admissão, carter, caixa de transmissão, braço do balancim, roda, componentes da direção, radiadores, piso, capota, friso, coletor de ar, para-choque, instrumentos do painel, etc (Miller, et al. 2000). Os componentes do sistema de freio, por exemplo, fabricados com ferro fundido que são razoavelmente pesados, torna-se um potencial para aplicação das ligas de alumínio (Huang; Paxton, 1998).

A utilização das ligas de alumínio na fabricação da carroceria e outros componentes de alguns modelos, apresentam grandes benefícios para os motoristas, pois, os automóveis ficam mais ágeis para acelerar e frear, fáceis de

dirigir, mais econômicos e proporcionam maior segurança em eventuais colisões (Molero, 2000).

No campo da metalurgia do pó, os materiais à base de alumínio oferecem um alto impacto comercial de oportunidades na indústria automobilística, principalmente quando são necessárias propriedades mecânicas que apresentem maiores benefícios justificando o custo do produto.

Como pôde ser observado, os materiais produzidos por processos de solidificação rápida, moagem de alta energia, conformação por spray podem apresentar propriedades mecânicas superiores aos processos convencionais. O aumento do limite de solubilidade dos elementos de adição na matriz alumínio permitem a precipitação de fases intermetálicas mais finas e proporciona ao material melhoria das propriedades mecânicas.

Alguns componentes possíveis de fabricação via metalurgia do pó, utilizando-se Al-Si-MT (metais de transição) como exemplo desses componentes cita-se: camisas de pistão, extrudadas diretas do pó; rotores da bomba de óleo e de ar condicionado automotivo, forjados direto do pó; utilizando-se Al-CMM (Compósito de Matriz Metálica), protótipo de biela compactada e forjada a quente (Hunt, 2000).

Recentemente no Japão aplica-se a metalurgia do pó na fabricação de pistões para motocicletas e veículos de neve com ligas de Al-Si-Fe-Cu-Mg-Zr atomizadas a gás. Após atomizadas adiciona-se ao pó 2% de SiC para melhorar a resistência mecânica, e em seguida, o mistura de pó é encapsulada, extrudada e cortada em tarugos para serem conformados a quente no formato do pistão. Estas ligas apresentam alta estabilidade térmica resultando em melhor desempenho, apresentando baixo índice de poluição e menor consumo de combustível (Koike; Hiroshi, 1998).

1.3- Efeito da temperatura sobre as propriedades mecânicas.

As temperaturas de aplicação das ligas à base de alumínio, obtidas por lingotamento, são limitadas a 150 °C. O tratamento térmico de envelhecimento artificial não é suficiente para garantir a permanência de exposição acima desta temperatura. A adição de um terceiro ou quarto elemento de baixa solubilidade e difusividade ao Al, e a utilização de novos métodos de fabricação, podem promover a formação de precipitados intermetálicos, cujos materiais, apresentam-se mais duros e resistentes, garantindo maiores temperaturas de aplicação (Rainen; Ekvall, 1988).

A baixa solubilidade e difusividade dos metais de transição no alumínio são fatores essenciais para o desenvolvimento de ligas com objetivo de aplicação a temperaturas elevadas. Quando a liga é obtida por solidificação rápida, os metais de transição asseguram a formação de dispersóides finos e estáveis termicamente, entretanto as ligas binárias são ainda moderadamente moles sendo necessário a adição de um terceiro ou quarto elemento. As ligas de Al-Fe com adição de Ce, Mo ou V+Si apresentaram excelentes propriedades mecânicas (Suryanarayana; et al., 1990).

Rainen e Ekvall em 1988, verificaram que a resistência mecânica da liga Al-7,1Fe-6,0Ce à temperatura ambiente é superior à resistência da liga Al-8Fe-1V-2Si. Entretanto a 230 °C os dois sistemas apresentam resistências similares. A resistência mecânica da liga Al-Fe-V-Si é ligeiramente superior à da liga Al-Fe-Ce tratada a 315 °C durante 100 horas. Portanto a liga Al-8Fe-1V-2Si possui maior estabilidade térmica que a liga Al-7,1-Fe-6,0Ce. Compararam a resistência mecânica da liga Al-Fe-Ce com uma liga convencional da série AA2024-T8 e verificaram que a da primeira é cerca de 50% maior que a da liga convencional, após serem expostas a 260 °C durante 100 horas. A resistência à fratura, a resistência à fadiga e a resistência à corrosão também são superiores na liga Al-Fe-Ce, após serem expostas termicamente.

Foi verificado que a liga AA2090-T8 apresenta elevadas propriedades mecânicas até 120 °C, entretanto acima desta temperatura as propriedades degradam rapidamente, o que não ocorre com a liga Al-Fe-Ce e, principalmente, com a liga Al-Fe-V-Si, sendo esta última mais estável termicamente que as outras duas (Rainen; Ekvall, 1988; Chellman; Bayha, 1992).

No gráfico da Fig. 1.1 apresentam-se exemplos de curvas do limite de resistência mecânica em função da temperatura de algumas ligas produzidas por "melt-spinning" (curvas: a, b, c) e pelo processo de lingotamento (curvas: d, e) (Skinner, et al., 1986, Suryanarayana, et al., 1990, Das, 1994).

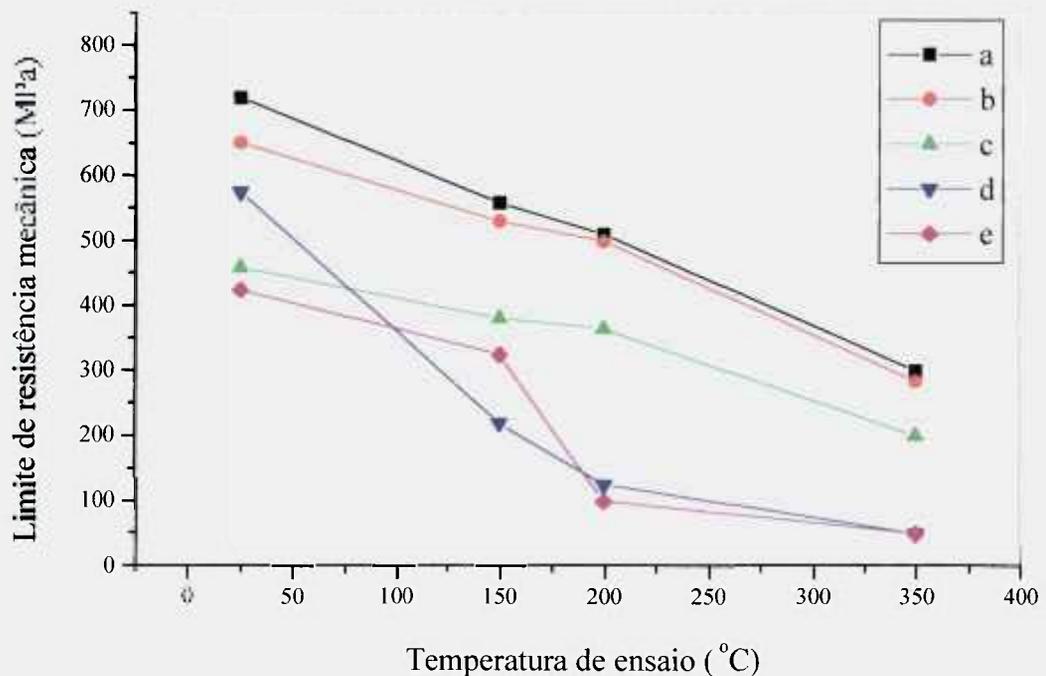


FIGURA 1.1: Limite de resistência mecânica em função da temperatura, (a) Al-12,43Fe-1,24V-2,28Si; (b) Al-11,61Fe-1,38V-2,23Si; (c) Al-8,74Fe-0,89V-1,52Si; (d) AA7075-T651; (e) AA2014-T6 (Suryanarayana, et al., 1990).

A degradação mais acentuada do limite de resistência mecânica com o aumento da temperatura em algumas ligas de Al, é atribuído à alta solubilidade e larga difusibilidade de alguns elementos de liga e ao processo utilizado. Para remediar esses efeitos e melhorar as propriedades a altas temperaturas é necessário escolher elementos de liga com baixa difusibilidade e baixa solubilidade na matriz Al, e utilizar processos de solidificação rápida ou moagem de alta energia para aumentar a solução sólida desses elementos durante o processamento do material (Champier, 1990).

Algumas ligas de Al com adição de carbono e oxigênio em várias composições também foram elaboradas por moagem de alta energia com a finalidade de aplicar a temperaturas elevadas. Hawk; Wilsdorf, (1988), por exemplo estudaram ligas na composição Al-3,3C-1,1O (liga A₁), Al-2,9C-0,56O-0,98Cu (liga A₂) e Al-1,1C-0,78O-0,9Y₂O₃ (liga A₃) produzidas por moagem de alta energia e extrudadas em forma de barras. As ligas foram submetidas a tratamentos térmicos de 1 hora e 100 horas a 215, 270, 325, 380, 425 e 490 °C.

À temperatura ambiente o limite de resistência da liga A₁ foi de 393 MPa e o alongamento de 4,5%. Após 100 horas a 490 °C o limite de resistência decresceu para 385 MPa e o alongamento aumentou para 5,1%.

À temperatura ambiente o limite de resistência da liga A₂ foi de 534 MPa e o alongamento de 4,2%. Após 100 horas a 490 °C o limite de resistência decresceu para 476 MPa e o alongamento aumentou para 5,3%.

À temperatura ambiente o limite de resistência da liga A₃ foi de 346 MPa e o alongamento de 9,3%. Após 100 horas a 490 °C o limite de resistência decresceu para 289 MPa e o alongamento para 7,5%.

Na microestrutura das ligas observou-se dispersóides, óxido e carboneto, nas regiões de contornos de grão. Também foram encontrados dispersóides livres em regiões interiores de grãos. Em geral a distribuição de dispersóides não foi muito homogênea dentro da matriz alumínio. Alguns contornos de grão

ficaram com vasta quantidade de dispersóides, enquanto que outros contornos baixa quantidade dispersóides (Hawk; Wilsdorf, 1988).

1.4. Ligas Al-Fe-X-Si

A liga Al-Fe-Si obtida por processos de solidificação rápida contém a fase metaestável $Al_{12}Fe_3Si$ que é cristalizada na estrutura CCC e tem a forma de um precipitado quase esférico. Infelizmente esta fase é metaestável e não é possível, devido a esta característica, manter boas propriedades mecânicas a altas temperaturas. Ela se transforma nas fases estáveis $Al_{13}Fe_4$ monoclinica e Al_8Fe_2Si , cujas microestruturas não favorecem a boa ductilidade do material. Entretanto é possível estabilizar a fase metaestável $Al_{12}Fe_3Si$ com a adição de um quarto elemento (V, Mn, Cr, Mo) que serve para substituir parte do ferro durante o processamento da liga. Assim a formação do precipitado intermetálico $Al_{12}(Fe,X)_3Si$, estável e aproximadamente esférico proporciona à liga excelente resistência mecânica e estabilidade térmica. O precipitado $Al_{12}(Fe,X)_3Si$ fica distribuído homogeneamente dentro da matriz Al e localizado nos contornos e interior de grão, com tamanho que pode variar de 40 a 80 nm. A maior vantagem desse sistema de liga em relação a outros sistemas à base de alumínio e a formação microestrutural desses precipitados que permanecem estáveis mesmo quando o material é exposto a variações de temperaturas (Champier, 1990).

Alguns pesquisadores, pioneiros no desenvolvimento da liga Al-Fe-X-Si observaram que os elementos de adição que proporcionam maior estabilidade térmica a temperaturas de até 425 °C, são principalmente V, Mo, Nb, Ta, W (Skinner, et al. 1986, Bye, et al., 1987, Franck; Hawk, 1989, Das, 1994). A resistência mecânica deste sistema de ligas, pode ser controlada pela fração volumétrica do precipitado $Al_{12}(Fe,X)_3Si$. A densidade da liga, devido a adição desses elementos de transição, é cerca de 4 a 6% maior que nos materiais convencionais (Skinner, et al., 1986).

O elemento mais utilizado na obtenção desse sistema de liga é o vanádio, o qual resulta em uma liga com excelentes combinações de resistência, ductilidade e tenacidade, tanto para aplicações à temperatura ambiente como a temperaturas elevadas. O vanádio é um elemento essencial para estabilizar a fase cúbica $\alpha\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ na liga Al-Fe-V-Si. Dependendo do processo e da composição inicial da liga, a porcentagem de precipitados $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ pode variar de 15 a 40% (Bye, et al., 1987; Franck; Hawk, 1989, Ramanan; Skinner; Zedalis, 1991).

O precipitado intermetálico $\alpha\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ de estrutura atômica cúbica de corpo centrado (CCC) foi estudado com base à estrutura cristalina das ligas ternárias AlMnSi (Cooper; Robinson, 1966) e AlFeSi (Cooper, 1967). A composição de α pode variar de acordo com a razão Fe:V. Essa fase possui uma faixa de valores nas composições $\text{Al}_{12,0-14,0}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}_{0,9-1,28}$ para a razão Fe:V variando de 5:1 a 11,5:1. O parâmetro de rede dessa fase α pode ser alterado por mudanças nas razões Fe:V e Al:Si. A razão Fe:V tem efeito na fração volumétrica de precipitado, no tamanho de grão, na distribuição e tamanho de partícula e altera as propriedades mecânicas do material (Rodriguez; Skinner, 1990, Skinner, et al. 1986, Skinner, 1988).

A liga Al-Fe-V-Si já foi obtida por "melt- spinning", atomização a gás e conformação por spray com a finalidade de aplicação em componentes estruturais (Skinner, et al., 1986 Franck; Hawk, 1989, Srivastava; Ojha, Ranganathan, 1998). Em estudo mais recente, o material em pó Al-Fe-V-Si foi submetido em duas etapas de moagem de alta energia (moagem, tratamento térmico do pó, nova moagem). O pó na composição inicial 93,3Al-4,3Fe-0,7V-1,7Si (peso%) foi preparado da mistura elementar de Al($\geq 99,9$ peso%), Fe($\geq 99,8\%$) Si($\geq 99,9\%$) e com a liga intermetálica Al-56,63 peso% V. A formação da fase $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ ocorreu após tratamento térmico (350 °C por 20 minutos) do pó processado na primeira etapa em moinho do tipo vibratório durante 24 horas sob atmosfera de argônio. No entanto a finalidade deste estudo

foi o desenvolvimento de pós com microestrutura quasicristalina, objetivo atingido após a segunda etapa de 48 horas de moagem (Zheng, et al., 2000).

Em alguns estudos foram realizados tratamentos térmicos para testar a estabilidade do sistema de ligas Al-Fe-V-Si. Como exemplo, cita-se uma liga produzida pela Allied Signal na composição Al-12,4Fe-1,2V-2,3Si (peso%) obtida via solidificação rápida ("melt- spinning") e extrusão a quente em forma de barras nas dimensões (50 x 13 x 500) mm³. O material após extrudado apresentou dureza de 163,6 kgf/mm². Exposto a 500 °C durante 100 horas a dureza não sofreu alteração. Exposto a 550 °C por 1000 horas houve redução da dureza para 126,6 kgf/mm². Exposto a 600 °C por 10 horas, a dureza reduziu para 130,5 kgf/mm². Depois de permanecer exposto a 600 °C durante 450 horas a dureza reduziu para 68,5 kgf/mm². Houve redução na resistência a tração quando exposto durante 10 horas tanto a 550 °C como a 600 °C. Em geral a perda de resistência desse material ocorreu quando foi ele exposto à temperatura de 550 °C e tempo acima de 50 horas. Após o tratamento térmico foram observadas por microscopia eletrônica de transmissão mudanças na microestrutura das amostras. As barras brutas de extrusão apresentaram tamanho de grão (~470 nm de diâmetro), com precipitados α -Al₁₂(Fe,V)₃Si aproximadamente esféricos (~160 nm de diâmetro) no interior e contornos de grãos. Alguns grãos das amostras expostas a 500 °C durante 100 horas apresentaram sinais de crescimento, atingindo valor máximo de 1 μ m de diâmetro. Nos contornos de grão foram revelados sinais de coalescência dos precipitados. À temperatura de 550 °C, o processo de crescimento do grão foi muito mais intenso, iniciou após 10 horas de exposição. No material exposto à temperatura de 550 °C durante 500 horas ocorreu um alongamento do grão na direção de extrusão. O comprimento do grão atingiu valores da ordem de vários microns, enquanto que a largura ficou em torno de 2 μ m. Na Fig. 1.2 apresentam-se as imagens obtidas no microscópio eletrônico de transmissão, onde se observa a evolução microestrutural desta liga (Franck; Hawk, 1989).

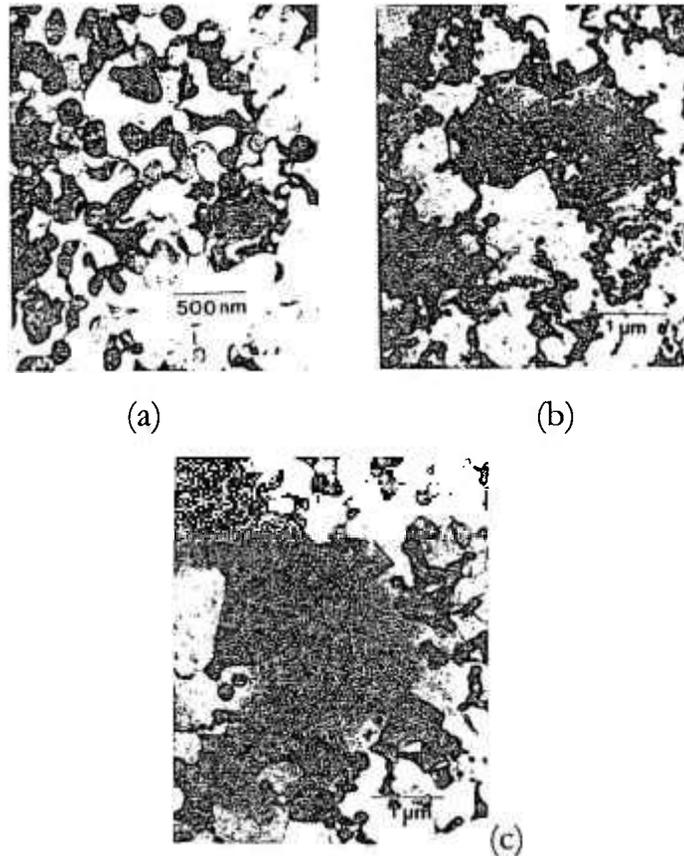


FIGURA 1.2: Evolução microestrutural da liga Al-12,4Fe-1,2V-2,3Si (peso%) obtida por melt- spinning e extrusão a quente, (a) bruta de extrusão, (b) recozida durante 100 horas a 500 °C, (c) recozida durante 500 horas a 550 °C. (Franck; Hawk, 1989).

As ligas Al-Fe-V-Si foram testadas também sob atmosferas marítimas e apresentaram resultados similares aos da liga de alumínio AA6061 a qual é normalmente usada na construção naval (Rainen; Ekvall, 1988; Chellman; Bayha, 1992).

Esse sistema de liga tem significativa importância comercial para aplicações principalmente a temperaturas elevadas. Duas ligas são produzidas comercialmente pela Allied Signal. Essas ligas comerciais são processadas por "melt- spinning", seguidas de cominuição das fitas, encapsulamento, degaseificação a quente e processos subsequentes de conformação mecânica. Uma liga é denominada 8009 (FVS0812: Al-8Fe-1,3V-1,7Si peso%) e a outra 8022 (FV0611 Al-6,5Fe-0,6V-1,3Si peso%) (Das, 1994)

1.5. Técnicas de processamento de pós metálicos

As maiores limitações da tecnologia convencional para a fabricação de novos materiais é a afinidade de ligações entre alguns elementos na formação de ligas. Quando se trata de materiais cujos elementos possuem pontos de fusão bastante diferentes, as limitações são mais acentuadas prejudicando o desenvolvimento de peças ou componentes mecânicos mais resistentes. Ainda que dois metais formem uma solução no estado líquido, durante o resfriamento e a solidificação, os metais com baixo e alto ponto de fusão tendem a separar-se (Benjamin, 1976).

Para obtenção de novas ligas e novas composições, alguns processos não convencionais foram desenvolvidos nas últimas décadas. Dentre esses processos a atomização, o "melt- spinning" e o "mechanical alloying" são os mais usados (Champier, 1990).

1.5.1- Atomização

A atomização é um processo bastante sofisticado e que possibilita produzir pós metálicos em larga escala. Pós com alta qualidade, desde alumínio, latão, aço inoxidável, aço liga, até as superligas podem ser obtidos por atomização. A atomização combinada com as novas técnicas de consolidação, propicia materiais com propriedades que são superiores aos dos obtidos por processos convencionais.

As mais importantes características dos pós obtidos no processo de atomização incluem o tamanho médio de partícula, a distribuição de tamanho, a morfologia, a microestrutura e a composição química (incluindo a composição superficial). Estas características são fundamentais para definir as propriedades subsequentes, como densidade aparente, forjabilidade, tenacidade e dureza. Há

vários processos de atomização, dos quais pode-se destacar: a gás, a água, a eletrodo rotativo, a vácuo, a disco rotativo, centrífuga, solidificação rápida e ultra-rápida (Metals Handbook, 1984).

1.5.1.1- Atomização a água

No processo de atomização a água o metal é fundido em um forno a resistência ou indução e transportado, através de uma canaleta, para uma panela intermediária com uma abertura em sua extremidade inferior. O fluxo de metal líquido é controlado por uma válvula localizada nesta abertura da panela para controlar e proporcionar um fluxo contínuo. O metal líquido quando escoar pela extremidade inferior recebe um jato de água sob pressão pulverizando-se e produzindo pequenas gotículas, as quais resfriam rapidamente, solidificando-se e depositando-se no fundo do recipiente de atomização. O recipiente normalmente é protegido com um gás inerte, podendo reduzir ou impedir a oxidação do pó.

O processo de atomização a água tem significativo impacto técnico e econômico na produção de aço de baixo e alto teores de ligas. No entanto este processo se restringe à produção de ligas que não sofrem excessiva oxidação, o que prejudica a qualidade do pó atomizado. A pressão da água no processo varia de 55×10^5 Pa a 210×10^5 Pa, associada com velocidade da água de 70 m/s a 230 m/s. Dependendo do tamanho da partícula, as taxas de resfriamento, tipicamente variam de 10^3 °C/s a 10^4 °C/s (Lawley, 1986, Metals Handbook, 1984).

1.5.1.2- Atomização a gás

No processo de atomização a gás o metal líquido também é fundido em um forno e transportado através de uma canaleta para uma panela com abertura e válvula de controle. Entretanto, neste processo utiliza-se como elemento pulverizador material gasoso, como ar, nitrogênio, argônio ou hélio. O fluxo típico do gás varia de 1 a 14 m³ / min e a pressão de 350 a 8400 kPa. A velocidade depende da abertura do bico de saída do gás, variando em torno de 20 m/s para velocidades supersônicas.

A microestrutura dos pós atomizados a gás varia de amorfa a cristalina fina e dendrítica. A atomização a gás é aplicada principalmente para fabricação de pós de ligas mais simples a mais complexas. São atomizadas a gás, aços de baixo teor de elemento de liga a altos teores, ligas de alumínio, cobre, níquel e estanho (Metals Handbook, 1984).

1.5.2. "Melt-Spinning"

No processo "melt-spinning" o metal é fundido em um cadinho de quartzo com uma abertura de saída em torno de 1 mm de diâmetro. Uma pressão de argônio é exercida na entrada do cadinho projetando o metal fundido sobre um volante de cobre em alta rotação (500 a 3000 rpm) dentro de um recipiente onde é feito vácuo e é injetado de argônio. O fluxo de metal líquido atingindo o volante em alta rotação, se solidifica rapidamente formando uma fita metálica com espessura de aproximadamente 50 µm, largura de 2 mm e comprimento em torno de 30 m. A combinação da alta pressão na entrada do cadinho com a velocidade do volante forma uma camisa de vapor fazendo com que se atinja taxas de resfriamento maiores ou iguais a 10⁵ K/s (Heinemann, 1985).

1.5.3. Processamento por moagem de alta energia

1.5.3.1. Evolução do processo

O processamento por moagem de alta energia (PMAE) (Araújo, 2000), conhecido como "mechanical-alloying", pode estabelecer, em uma mistura de pós elementares, um mecanismo simultâneo de "soldagem" e de "fratura" pela ação das colisões das esferas com as partículas de pós dentro do recipiente, mantendo as partículas no estado sólido (Benjamin, 1970).

O PMAE foi desenvolvido por volta de 1966, no laboratório de pesquisa Paul D. Merica na INCO, como parte do programa de produção de superligas à base de níquel. As partículas de níquel eram reforçadas com a dispersão de óxido para endurecimento por precipitação e seriam aplicadas na fabricação de peças de turbinas a jato (Benjamin, 1970, Id., 1976, Id., 1992).

Inicialmente o PMAE foi utilizado para produzir compósitos metálicos em pó. As pesquisas foram direcionadas no sentido de aumentar a resistência mecânica, elevando as temperaturas de aplicações de alguns elementos, tais como: alumínio, cobre e níquel (Benjamin, 1970).

A dispersão de óxido de alumínio no alumínio aumentava a resistência desse sistema elevando o ponto de fusão da matriz alumínio. Em estudos desenvolvidos anteriormente mostrou-se que a resistência do material aumentava com o aumento da fração volumétrica do óxido e com a diminuição do espaçamento entre partículas (Gregory; Grant, 1954, Lenel; Backensto; Rose, 1957). Entretanto o ponto de fusão relativamente baixo do alumínio representava uma severa limitação para uso a temperaturas elevadas. Mesmo no cobre e no níquel a adição de óxido no processo convencional não impedia o crescimento do tamanho de grão a temperaturas mais elevadas. Verificou-se que este problema do crescimento de grão a altas temperaturas, mesmo com a adição de óxido, seria minimizado utilizando-se o PMAE para estabelecer a formação

de dispersóides extremamente finos, dessa forma o composto ficaria mais estável termicamente (Benjamin, 1970).

Em 1980, foram obtidos materiais com estrutura cristalina estável ou metaestável, quasicristalina, nanocristalina e amorfa. Verificaram que, através do PMAE, é possível estender o limite de solubilidade de alguns elementos de liga dentro da matriz. Após as primeiras experiências foram obtidos outros compostos utilizando-se carbonetos de tungstênio e cobalto e metais com carbonetos (Benjamin, 1988, Matteazzi, et al., 1997; Portnov, et al., 1998).

O reforço por dispersão em alumínio através do PMAE aumenta muito a resistência mecânica do material, mesmo com baixa quantidade de partículas dispersas na matriz. A pequena quantidade de dispersóide em uma liga de alumínio é fator fundamental para não diminuir a condutividade elétrica do material. A utilização do PMAE para dispersão em alumínio resulta em maior resistência e ductilidade que no processo convencional (SAP- pó de alumínio sinterizado) (Benjamin; Bonford, 1977).

A adição de óxido ou carboneto pode aumentar em cerca de 5 vezes o limite de resistência do alumínio puro. A formação de carboneto e óxido no alumínio através do PMAE pode ocorrer com o uso de aditivos e/ ou com a atmosfera interna do recipiente de moagem. A quantidade de carbono devido ao aditivo no pó processado e ao oxigênio residual na atmosfera do sistema não pode ser eliminada nem tão pouco reduzida. O uso de metanol em vez de cera ou ácido esteárico resulta em menor quantidade de carbono no pó processado. Como foi observado, o carbono fica na forma do composto Al_4C_3 e o oxigênio na forma do composto Al_2O_3 (Benjamin; Bonford, 1977, Rodriguez; Gallardo; Herrera, 1997, Singer; Oliver; Nix, 1980).

Para evitar o excesso de soldagem no processamento de alumínio através do PMAE, sem uso de lubrificante, utilizava-se baixas temperaturas (aproximadamente 40 °C negativo). O processamento de pó de alumínio ou ligas de alumínio pode ser realizado em recipiente de polietileno em moinhos atritor

ou "spex". Utilizando-se recipiente de polietileno no processo, não há necessidade de aditivos e/ ou baixa temperatura para evitar o excesso de soldagem. No caso do atritor, o uso de água de refrigeração e atmosfera protetora de nitrogênio, argônio ou hélio, consegue evitar o excesso de formação de óxido (Coelho; Ambrozio, 1999a, Id. 199b, Id. 2001).

O processamento de alumínio em pó através do PMAE, não garante a distribuição uniforme das partículas de Al_2O_3 e Al_4C_3 que concentram-se normalmente na região dos contornos de grãos. As partículas de Al_2O_3 e Al_4C_3 são responsáveis pela elevada resistência mecânica à temperatura ambiente. Entretanto para temperaturas elevadas (425 °C), devido à distribuição dessas partículas, ocorre uma queda brusca da ductilidade do material (Hawk, et al., 1988).

Em 1983, Koch e colaboradores do Laboratório Nacional de Oak Ridge da Universidade da Califórnia do Norte utilizaram o PMAE para produzir materiais amorfs com pós de níquel e nióbio. Para comparar os resultados do material processado no PMAE, foi obtido amorfo $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40}$ (at.%) pelo processo de resfriamento rápido. A mistura de pó no PMAE foi processada em moinho Spex 8000 na composição inicial $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40}$ (at.%). Utilizaram uma jarra e esferas de aço ferramenta com diâmetro de 9,5 mm. O material foi processado ao ar atmosférico e sob atmosfera de hélio, com uma razão esfera/carga de 3:1 (30g:10g). A jarra, selada ao ar atmosférico foi aberta a cada hora de processo para retirada de amostra do pó para difração de raios X. A cada abertura foi observada a formação de pressão parcial, ou seja aumento da pressão interna, devido as reações com o material em processo, indicando a reação do ar aprisionado da jarra. A difração de raios X sobre a amostra de pó processado 11 horas (material carregado sob hélio) e 14 horas (material carregado ao ar atmosférico) revelou um material tipicamente amorfo. A análise térmica do material processado sob hélio apresentou um pico exotérmico de cristalização a 647 °C, enquanto que no material processado ao ar, o pico exotérmico de

cristalização ocorreu em torno de 577 °C. A temperatura de cristalização do amorfo obtido ao ar atmosférico foi mais baixa devido à presença de oxigênio durante o processo de moagem (Koch, et al. 1983).

Murty e Ranganathan (1998), elaboraram uma classificação cronológica do PMAE para melhor visualizar a evolução desse processo, representada na Tabela I.1.

Tabela I.1: Evolução do processo de "mechanical alloying" (Murty; Ranganathan, 1998).

1960-1970	Níquel toriado (Ni-ThO ₂); Primeiros experimentos de PMAE com ligas à base de níquel; Primeiros experimentos de PMAE com ligas à base de alumínio
1970-1980	Divulgação do PMAE; Patenteamento do PMAE; Patenteamento do PMAE para ligas de alumínio; Primeiro uso comercial da liga MA754; Planta piloto para produção de ligas de alumínio por PMAE
1980-1990	Ligas de Al-Li por PMAE; Primeiro uso comercial da liga MA 956; Amorfização por PMAE; Quasicristais por PMAE; Uso do PMAE em sistemas imiscíveis; Moagem reativa; Planta INCOMAP para produção de ligas leves
1990...	Aços ferramenta, ligas à base de alumínio, carbonetos, hidretos e nitretos, cerâmicos, compósitos, compostos intermetálicos, materiais nanocristalinos, materiais magnéticos, soluções sólidas supersaturadas

1.5.3.2. Equipamentos utilizados no PMAE

O PMAE é realizado em moinhos de alta energia como os moinhos vibratórios (Spex® 8000), moinhos planetários (Fritsch® e Retsch®) e moinhos atritores (Netzsch® e Szegvari®) (Murty; Ranganathan, 1998). Todos esses moinhos possuem um recipiente em que atuarão os meios de moagem (bolas, barras e aletas).

Nos moinhos de bolas rotativos a energia cinética transferida para as bolas é muito pequena. Neste caso as partículas de pó quando recebem o impacto das bolas podem ser fraturadas, no entanto a pressão máxima durante a colisão é insuficiente para produzir deformação plástica no material. Em contraste, durante o processamento por moagem de alta energia, as partículas de pó não são somente fraturadas, mas também são plasticamente deformadas e "soldadas" a frio (Schwarz, 1996).

O primeiro moinho de bolas de alta energia usado para PMAE por Benjamin foi um atritor. Este tipo de moinho tem um tanque vertical cilíndrico, onde o pó e as bolas são carregados. O movimento das bolas e do pó é conseguido por uma haste aletada acoplada a um motor. Os moinhos atritores são usados em laboratórios de pesquisa para processar pequena quantidade de material, e também na indústria, pois alguns modelos podem processar grande quantidade.

Os moinhos atritores horizontais permitem trabalhos com velocidades variáveis durante o processo de PMAE, e boa capacidade de carga. Podem ser usados para produção semi-contínua e despontam como alternativa para sintetizar alguns sistemas de ligas em escala comercial (Zoz, et al., 1996-97).

Moinhos vibratórios tubulares também são usados para produção em escala piloto, nestes equipamentos um recipiente cilíndrico é carregado com esferas e pó e colocado a vibrar.

A capacidade e as velocidades lineares das bolas em alguns tipos de moinhos estão apresentadas na Tabela I.2 (Basset; Matteazzi; Miani, 1994, Magini; Iasonna, 1995, Murty; Ranganathan, 1998). Na Fig. 1.3 representa-se os principais tipos de moinho utilizados na moagem de pós.

Tabela I.2: Moinhos de bolas de alta energia (Basset; Matteazzi; Miani, 1994, Murty; Ranganathan, 1998).

Tipo de moinho	Capacidade	Velocidade das esferas (m/s)
"Spex" 8000	Até 2 x 20 g	< 3,9
Planetário	Até 4 x 250 g	< 11,24
Atritador	0,5 – 100 kg	<0,8
"Anutech Uniball"	4 x 2000 g	-
Vibratório Matteazzi	Até 250 g	< 3,5

Os moinhos de laboratório possuem capacidade pequena, mas imprimem alta velocidade às esferas. O "Spex" 8000 e o "Fritsch Pulverisette" são os mais empregados. No "Spex", o recipiente de carga das bolas e do pó vibra em três direções mutuamente perpendiculares, com amplitude de 50 mm e frequência de 20 Hz. No moinho planetário Fritsch, o disco sobre o qual o recipiente é montado gira no sentido oposto a este, fornecendo a necessária força centrífuga às esferas (Watanabe; Hashimoto; Lee, 1995).

Existem dois outros tipos de moinho de alta energia de laboratório descritos na literatura, o "Anutech uniball mill®" criado pelo grupo de Calka, (1991a) na Austrália, e o moinho vibratório produzido pelo grupo italiano coordenado por Matteazzi, (1997).

O "Anutech mill" consiste de um recipiente horizontal de aço inoxidável com bolas de aço temperado. O movimento das bolas é confinado ao plano vertical das paredes do recipiente e é controlado por um campo magnético externo, cuja direção e intensidade pode ser ajustada. Dependendo da posição do campo o moinho pode trabalhar tanto no modo de alta energia (predomina o impacto), quanto no modo de baixa energia (predomina o cisalhamento) (Calka; Radlinski, 1991b, Radlinski, et al., 1991).

Matteazzi construiu um moinho vibratório para produzir materiais com tamanho de grão nanométrico. O equipamento oscila a uma frequência de 17 Hz e a uma amplitude de 30 mm. O volume do recipiente de 1100 cm³ pode fornecer até 250 g de material por processamento. Um aspecto interessante deste moinho é a possibilidade de se construir equipamentos de maior porte, utilizando-se os mesmos conceitos, para produção em escala industrial (Basset; Matteazzi; Miani, 1993-4).

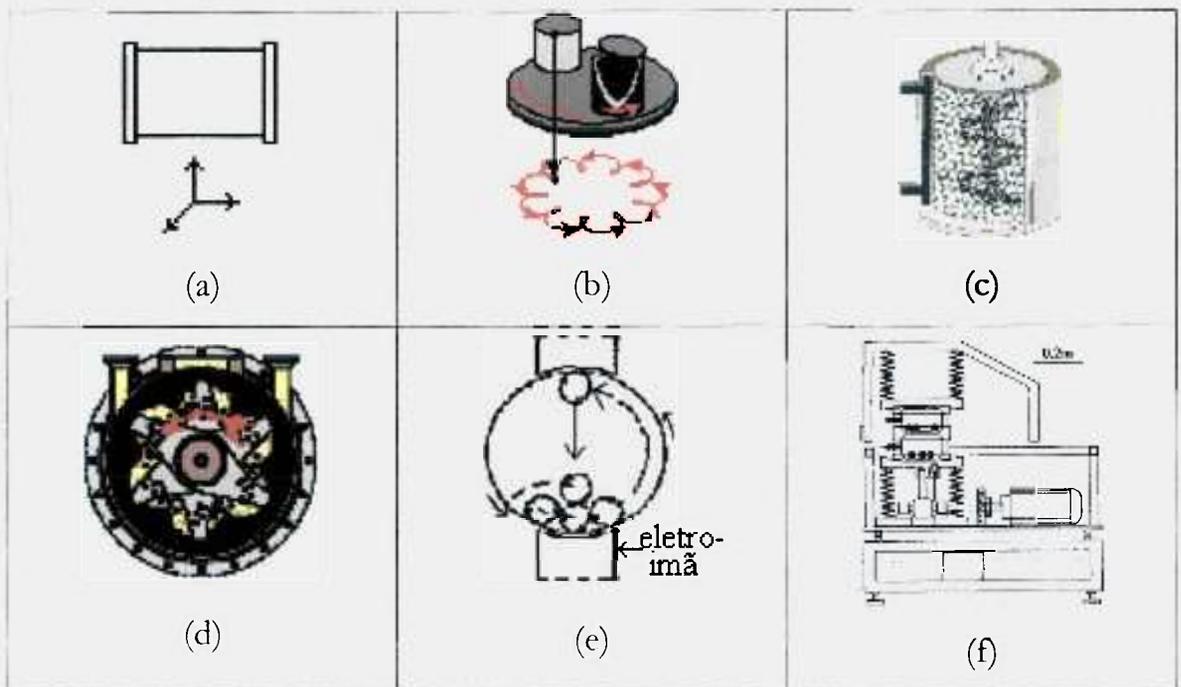


FIGURA 1.3: Esquemas representativos dos principais moinhos utilizados na moagem de pós, (a) "spex" (Magini; Iasonna, 1995), (b) planetário, (c) atritor vertical, (d) atritor horizontal (Zoz, 1998), (e) "anutech" uniball (Calka; Radlinski, 1991b), (f) vibratório (Basset; Matteazzi; Miani, 1993-4).

1.5.3.3. Mecanismo de formação de ligas no PMAE

A formação de fase metaestável em vários sistemas de ligas por PMAE indica que este é um processo que possibilita a obtenção de materiais com microestruturas semelhantes às da solidificação rápida. A diferença entre os dois processos é que a solidificação rápida envolve transformação do estado líquido para o sólido, enquanto que no PMAE, a transformação ocorre completamente no estado sólido (Suryanarayana; Chen; Froes, 1992).

A composição inicial de uma mistura de pós submetidas ao processo de PMAE pode influenciar na síntese da liga (Itsukaichi, et al., 1993, Portnov, et al., 1998). O PMAE apresenta algumas vantagens sobre os processos convencionais de obtenção das ligas de alumínio, como, materiais com microestrutura apresentando alta fração volumétrica de dispersóides termicamente estáveis e homogeneamente distribuídos na matriz (Niu, et al., 1993).

A formação de microestrutura nanocristalina em alguns materiais por meio de PMAE pode ser explicada pelos resultados da competição entre a criação e a recuperação dos defeitos na rede cristalina (Eckert, et al., 1992). Para obter materiais com estas características é necessário que a energia cinética atinja um determinado valor durante a operação de moagem. Para atingir este "valor", alguns parâmetros são fundamentais, como por exemplo: o tipo de equipamento, o diâmetro e o movimento das bolas, a razão massa de bolas e massa de material, os aditivos e a atmosfera do sistema (Fadeeva; Lenov, 1996, Costa, et al., 1996).

A energia livre de Gibbs é aumentada para altos níveis durante a moagem, resultando em reações que favorecem as mudanças microestruturais (Zoz, et al., 1996). Quando o equipamento entra em funcionamento ocorre o movimento promovendo impactos entre as partículas de pó, os meios de moagem e o recipiente (Calka, Nikolov, Wantenaar, 1994). O impacto podem dar origem a vários fenômenos, dentre os quais a deformação plástica, com modificação da morfologia, soldagem e/ ou fratura das partículas de pó. Apresenta-se na Fig.1.4

o esquema dos eventos básicos que ocorrem durante o processo de PMAE de pós metálicos com diferentes ductilidades (Basset; Matteazzi; Miani, 1993, Maurice; Courtney, 1995).



FIGURA 1.4: Evolução característica da mistura de dois diferentes pós metálicos no processo de PMAE (Maurice; Courtney, 1995).

O processo pode ser subdividido em diversas etapas. Inicialmente, ocorre a mistura e, paralelamente, a deformação do material seguida de fratura e soldagem das partículas. O mecanismo de deformação e soldagem dá origem à formação de partículas achatadas contendo camadas dos componentes da liga. Em seguida, o processo de soldagem é predominante, de maneira que há um aumento do tamanho de partícula e diminuição na sua quantidade. As duas etapas seguintes caracterizam-se pela formação de partículas equiaxiais e pela soldagem das partículas em camadas, produzindo orientações ao acaso. Nestas etapas ocorre diminuição da quantidade de partículas na forma de escamas, além da estrutura lamelar não somente tornar-se mais fina como também marmorizada. A dureza continua aumentando, o que eleva a tendência à fratura das partículas. A última etapa corresponde a um estado estacionário de processamento, no qual a composição de cada partícula converge para a do material como um todo. Nesta

etapa é atingido um equilíbrio entre as frequências de fratura e soldagem (Courtney, 1995).

Devido à repetição da soldagem/ fratura e, conseqüentemente, o afinamento microestrutural, a distância de difusão entre interfaces é diminuída consideravelmente aumentando a velocidade de formação de fase, que depende do tempo de moagem, do equipamento utilizado e da razão de carga-bola/ pó (Suryanarayana; Chen; Froes, 1992).

O PMAE requer velocidades de bola da ordem de metros por segundo. Durante a colisão elástica entre duas bolas com velocidade relativa V , a tensão de compressão no ponto de contato é aproximadamente igual a $\sigma_c = (\rho_B E_B)^{1/2} \times V$, em que ρ_B é a densidade e E_B é o módulo de Young do material. Então, para haver deformação plástica, V deve ser maior que $\tau / (\rho_B E_B)^{1/2}$, sendo τ a tensão de compressão do material em pó.

A velocidade da bola em moinhos rotatórios convencionais é determinada pela altura de queda livre da bola. Dessa forma, para um moinho convencional produzir energia cinética suficiente para desencadear o processo do PMAE, é necessário que o diâmetro do recipiente seja da ordem de metros (Schwarz, 1996).

A cinética de transformação de fase induzida pelo PMAE depende da quantidade de energia transferida para o material durante o choque entre as esferas. A transferência de energia é nula se o choque entre esferas for elástico, e total se o choque for plástico. A energia cinética acumulada pode ser toda consumida em um único choque ou em uma sucessão de choques. Uma sucessão de choques é mais comum; quanto maior for o grau de enchimento do recipiente contendo a carga de material e bolas. Para um dado grau de enchimento, maior deverá ser o diâmetro e a quantidade de bolas para obter-se o mesmo rendimento.

A energia de ativação necessária para a ocorrência da reação de formação do composto é obtida por liberação nos choques entre o material e as bolas. A

freqüência de choques é controlada por diversos fatores, entre os quais: razão entre a carga de bolas e o material, diâmetro das bolas e do recipiente. A carga de bolas é um fator crítico na determinação da velocidade da reação. Por meio dela é que se define a quantidade de material a ser processada e o número de choques efetivos por unidade de tempo. A quantidade de energia transferida em cada choque para cada partícula de pó depende da energia cinética das bolas antes do impacto, e da quantidade de material envolvida.

A velocidade de reação varia exponencialmente com a taxa de acúmulo de deformação, de maneira análoga ao que ocorre em reações químicas induzidas termicamente, em que o mesmo tipo de relação ocorre entre a velocidade de reação e a temperatura. A taxa de acúmulo de deformação varia de acordo com a energia cinética das bolas. A formação de partículas nanocristalinas auxilia o processo, pois minimiza o comprimento das rotas de difusão. O mesmo ocorre em função da taxa de defeitos induzidos pela deformação (Basset; Matteazzi; Miani, 1994, Magini; Iasonna, 1995, Magini; Iasonna; Padella, 1996, Murty; Ranganathan, 1998; Wolski, et al., 1996).

A extensiva deformação plástica no PMAE resulta na formação de fases cristalinas ou amorfas. Dependendo do tempo de processamento, da energia do sistema e da temperatura, ocorre um elevado nível de defeitos que induz à amorfização dos materiais cristalinos. A transformação de materiais cristalinos para amorfos ou a estabilidade das fases amorfas é influenciada também pela contaminação dos meios de moagem e da atmosfera utilizada no sistema. A contaminação é proveniente dos meios de moagem (bolas, aletas ou recipiente) e da atmosfera do sistema (oxigênio, nitrogênio ou hidrogênio). Sendo proveniente da atmosfera, a contaminação, pode ser introduzida durante o processo ou na manipulação do pó após o processamento (Aoki, et al., 1998).

Para amenizar o efeito da contaminação (quando esta deteriora as propriedades do material processado), deve-se mudar os meios de moagem por meios mais resistentes ao desgaste, e proteger o sistema com atmosfera inerte

(Koch, 1996, Suzuki; Sumiyama, 1995). A contaminação é minimizada, diminuindo também o tempo de processamento ou a razão de carga-bola/ pó, desde que não ocorra diminuição de energia para realizar a transformação do material (Suryanarayana; Chen; Froes, 1992).

O mecanismo básico do PMAE está apresentado no desenho da Fig. 1.5. A seqüência de ciclos deformação/soldagem/fragmentação é repetida até se conseguir um estado de equilíbrio no sistema.

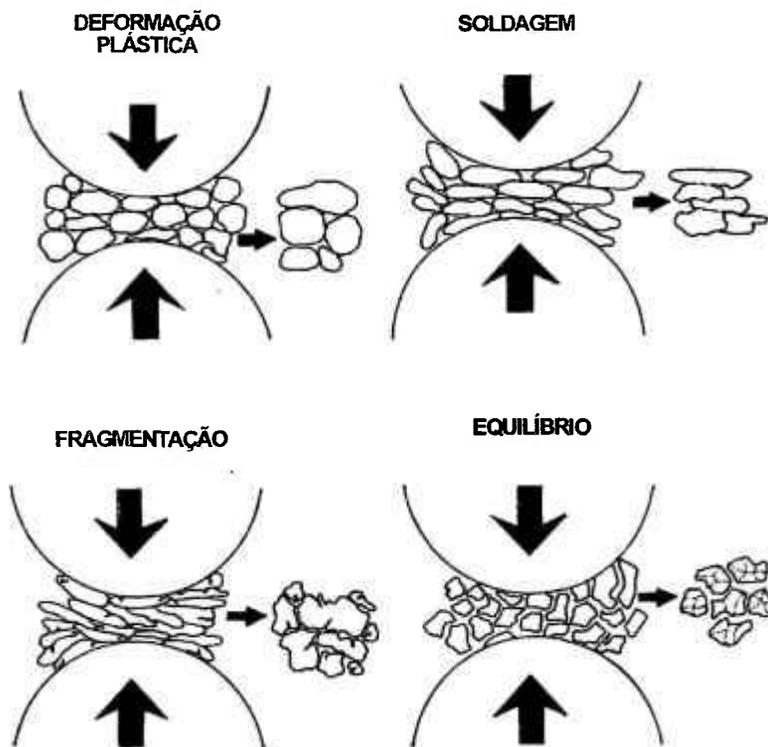


FIGURA 1.5: Esquema básico das etapas que ocorrem durante o PMAE

A energia é absorvida pelo material, obtendo-se características diferentes, dependendo de cada sistema. A ação do PMAE pode ser classificada em dois grupos, de acordo com a presença ou não de reações químicas.

As reações químicas podem ocorrer pela troca de átomos vizinhos e/ou pela modificação do tipo de ligação. Desta forma, quando ocorre a quebra de ligações do tipo metálica entre átomos similares (A-A) e formação de novas ligações, também metálicas, entre átomos dissimilares (A-B), obtém-se uma liga por solução sólida substitucional.

As reações químicas induzidas pela ação da energia mecânica promovem a formação de um novo produto, caracterizado por mudanças no tipo de ligação, como, por exemplo, a troca de ligações do tipo metálica por ligações de caráter covalente ou iônico. Isto engloba materiais como intermetálicos, cerâmicos e compósitos.

Quando não ocorrem reações químicas durante o processo, mas apenas deformação, soldagem e fratura, a característica básica dos materiais obtidos é sua estrutura refinada composta de interfaces que propiciam a formação de materiais nanocristalinos ou até mesmo amorfos. No caso de dispersões de óxidos, o PMAE proporciona um íntimo contato físico entre a matriz e a fase cerâmica a ser dispersa. A energia contida nesses materiais, decorrente do processamento, pode ser liberada por meio de aquecimento, podendo ocorrer ou não a formação de novas fases (Koch, 1995).

1.5.3.4. Materiais obtidos por PMAE

São inúmeras as potencialidades de aplicação dos materiais produzidos por PMAE, dentre as quais podem ser citadas (Calka; Radlinski, 1991b, Matteazzi; Le Caër; Mocelin, 1997).

- aços ferramenta
- ligas à base de alumínio
- carbonetos, hidretos e nitretos
- cerâmicos
- compósitos
- compostos intermetálicos
- materiais nanocristalinos
- materiais magnéticos
- soluções sólidas supersaturadas

1.5.3.5. Ligas de alumínio processadas por PMAE

As ligas de alumínio são largamente usadas na fabricação de peças e componentes porque possuem elevada resistência mecânica para seu baixo peso e boa resistência a corrosão. Entretanto a baixa dureza e a baixa resistência ao desgaste dificultam algumas aplicações. Para melhorar essas duas propriedades, as peças fabricadas com ligas de alumínio são freqüentemente tratadas termicamente (Sun; Baydogan; Cimenoglu, 1999).

O PMAE foi adaptado com sucesso no processamento de ligas de alumínio- magnésio com a formação de óxido e carboneto em forma de dispersóides finos contendo baixa fração volumétrica, e que são estáveis termicamente proporcionando à liga alta resistência mecânica, excelente resistência à corrosão e fratura (Benjamin; Schelleng, 1981, Froes, 1990).

A fabricação de ligas Al-Fe e Al-Fe-Mn com alta quantidade de partículas intermetálicas é possível com a utilização do PMAE. O processamento do Al com elementos em pó de maior dureza resulta em uma fina distribuição de partículas desses elementos embebidas na matriz Al. Durante tratamento térmico ocorre a formação de precipitados finos compostos de fases intermetálicas que aumentam a resistência mecânica e melhoram a estabilidade térmica do material (Brun; Froyen; Delaey, 1992, Niu, et al., 1992-93). Sistemas de ligas ternárias e quaternárias nanocristalinas ou amorfas ricas em alumínio (acima de 80 %) são possíveis de serem obtidas com longos tempos de processamento. Estes sistemas de ligas à base de alumínio com fases em não-equilíbrio, tais como, amorfas ou nanocristalinas, normalmente não podem ser preparadas através de outras técnicas (Bernameur; Inoue, 1995-98).

Na mistura de Al-Ti processada por PMAE, a adição dos elementos Cr e Zr pode estabilizar o composto Al_3Ti pertencente ao grupo espacial $L1_2$ e por outro lado a adição de Cu estabiliza a fase FCC de solução sólida desordenada. A estabilidade térmica desse material contendo Cr e Zr é bem maior que a

contendo Cu (Fan, et al., 1997). A adição de um terceiro elemento, como por exemplo o Nb, retarda o crescimento do dispersóide intermetálico de composição binária Al_3Ti e melhora as propriedades mecânicas e a estabilidade térmica da liga composta por Al-Ti (Jia; Zhou; Lei, 1997). O limite de solubilidade do Ti no Al é de 6,7 peso % para um tempo de processamento de 20 horas em moinho planetário do tipo Fritch 5. Para este tempo de moagem resulta na formação da fase $L1_2-Al_3Ti$. Durante tratamento térmico, a formação de diferentes tipos de fases depende do tempo de moagem. No processamento de Al-Ti variando de 1 a 5 horas após o material ser tratado a 800 °C por 1 hora, ocorre a formação da fase estável $D0_{22}-Al_3Ti$. Quando o tempo de processo varia de 30 a 40 horas, a fase $L1_2-Al_3Ti$ formada em 20 horas, transforma-se em $D0_{23}-Al_3Ti$ após o material ser tratado a 500 °C por 1 hora (Zhang; Lu; Lai, 2000).

Estudos sobre o sistema de liga Al-Nb mostram que a fase Al_3Nb pode ser sintetizada direto do PMAE quando a composição de Nb for acima de 25%. Para percentuais de Nb inferior a este valor, a fase Al_3Nb pode ser formada quando o sistema, após o PMAE, for tratado a 850 °C por 2 horas (Peng; Suryanarayana; Froes, 1996).

São inúmeras as possibilidades de obter ligas à base de Al contendo fases intermetálicas utilizando-se o PMAE, na Tabela I.3, apresenta-se algumas dessas ligas.

Tabela I.3: Ligas de Al obtidas por PMAE

Fase	Seqüência Processo	Refs.
Al-Mg	PMAE+Extrusão	(Benjamin; Schelleng, 1981)
Al-Fe	PMAE+TT+PMAE	(Niu, et al., 1992)
Al-Fe-Mn	PMAE+TT+PMAE	(Brun; Froyen; Delaey, 1992)
Al-Ni-Fe	PMAE	(Schropf, et al. 1994)
Al-Cu-Si-Mg	PMAE+Extrusão	(Costa, et al., 1996)
Al-Ti-Nb	PMAE+Extrusão	(Jia; Zhou; Lei, 1997)
Al-Fe-Ge	PMAE	(Szyszko; Fadeeva; Matyja, 1997)
Al-Y-Ni-Co	PMAE	(Schurack, et al., 1999)
Al-Mn-Ce	PMAE+TT	(Ji; Kallio; Tiainen, 2000)
Al-Fe-V-Si	PMAE+TT	(Zheng, et al., 2000)

1.6. Consolidação de pós por extrusão.

A técnica da metalurgia do pó descoberta por volta de 1809 foi usada em escala industrial a partir de 1910 para fabricação de tungstênio. Após 1935 houve considerável desenvolvimento da metalurgia do pó sendo aplicada a quase todas as ligas usuais (Chaussin; Hilly, 1974).

O aumento da densidade durante o processo de compactação provoca um crescimento do atrito entre a parede do recipiente e as partículas de pó. Esse efeito, pode ser amenizado com uma camada de lubrificante na parede do recipiente. A compactação é bem mais uniforme quando o pistão de prensagem é duplo, ou a prensagem ocorre nos dois sentidos, conseguindo-se peças mais densas. A compactação é efetuada, geralmente, a pressões da ordem de 100 a

1000 MPa. As prensas utilizadas são hidráulicas ou, em determinados casos, mecânicas (Chaussin; Hilly, 1974).

A forma e o tamanho das partículas é um dos fatores fundamentais que devem ser considerados nos processos de metalurgia do pó. As partículas dependem essencialmente do método de preparação. Os pós obtidos por atomização são aproximadamente esféricos (Chaussin; Hilly, 1974). Entretanto as fitas processadas por “melt-spinning “ e pulverizadas em moinho de bolas, assumem formas irregulares e diferentes tamanhos de partícula (Bye et al., 1987).

As partículas esféricas são mais difíceis de se compactar, enquanto que a forma irregular é mais favorável sob o ponto de vista de compactação, tende a produzir compactados com maior densidade a verde. As partículas irregulares possuem maior efeito de interação que as partículas esféricas (Seybolt; Burke, 1953). As partículas preparadas da pulverização de fitas apresentam formas irregulares facilitando o processo de consolidação e necessitando menores pressões de compactação (Bye, et al., 1987).

Quando o metal em pó é compactado ou sinterizado há uma mudança de densidade provocando um grande efeito nas propriedades físicas do material. A densificação, a deformação plástica do produto e as pressões exercidas nas paredes do recipiente de compactação, são parâmetros básicos importantes na elaboração do projeto de um equipamento de compactação / extrusão. Estes parâmetros devem ser dimensionados com coeficientes de segurança e confiabilidade de acordo com o material escolhido para a fabricação do equipamento (Oyane; Shima, 1978).

Os materiais obtidos por solidificação rápida, submetidos aos processos de conformação mecânica (compactação, extrusão, forjamento e laminação) perdem parcialmente algumas de suas propriedades. Portanto durante a conformação mecânica das ligas de alumínio em pó deve-se controlar com eficiência a atmosfera do recipiente, a temperatura, a velocidade de deformação e o atrito entre as partículas e a parede da matriz (Duszczuk; Jongenburger, 1986).

As partículas de pó da liga Al-5,2Cr-1,6Zr-0,9Mn-0,4Fe (peso%) atomizadas, com tamanho de 30 μm em média, produzidas pela “Toyol Company of Japan” e as partículas processadas por “planar-flow-cast” (PFC) da liga Al-4,8Cr-2,1Zr (peso%) produzidas pela “Allied-Signal Company” U.S.A., foram compactadas em forma cilíndrica com 50 % de densidade em cápsula de alumínio com 200 mm de comprimento, 76 mm de diâmetro externo e 6 mm de parede. As partículas foram desgaseificadas à temperatura ambiente por 24 horas. Foi injetado nitrogênio na cápsula e em seguida desgaseificadas à temperatura de 350 °C sob vácuo secundário de 10^{-6} torr por 3 horas. As cápsulas foram seladas e prensadas com 100 % de densidade em uma prensa de 1000 t. Subseqüentemente operações de laminação foram realizadas deixando os tarugos em forma de chapas de 3 mm de espessura. O limite de resistência à tração das chapas, a temperatura ambiente, elaboradas com o material fornecido pela “Toyol Company” atingiu 510 MPa e com o material fornecido pela “Allied-Signal” 540 MPa.

Nesse estudo verificou-se que a compactabilidade do pó é função da temperatura e pressão de compactação (Silva; Jones; Sellars, 1991).

1.6.1. Prensagem a quente sob vácuo.

O primeiro estágio da compactação das ligas de alumínio consiste na remoção dos gases presentes no recipiente em que o pó vai ser conformado. As propriedades mecânicas das ligas de alumínio consolidadas por extrusão dependem fundamentalmente da desgaseificação e da temperatura de compactação do pó (Bye, et al., 1987, Martins; Misiolek, 1996, Suryanarayana; et al., 1990).

Nas ligas de alumínio, processadas por metalurgia do pó, quando não são desgaseificadas pode ocorrer oxidação e suas propriedades de resistência à fadiga e à fratura são degradadas. Portanto, é necessário que a compactação das ligas de alumínio seja realizada a quente e a vácuo. Ligas à base de ferro são compactadas a frio e sinterizadas a vácuo ou sob atmosfera controlada por injeção de gás (Nachtrab; Roberts, 1992).

A camada de óxido formada na superfície das partículas produzidas por metalurgia do pó pode influenciar a qualidade das ligas consolidadas. Esta camada de óxido pode impedir a união das partículas quando não forem completamente fragmentadas ou uniformemente distribuídas durante o processo de consolidação. Um outro problema que pode ocorrer é o aparecimento de bolhas de hidrogênio pela dissociação de hidróxidos. Esse efeito acontece durante a consolidação do material e / ou, posteriormente, quando submetido a tratamento térmico. Esses efeitos prejudiciais, provocados pelo óxido formado na superfície da partícula, podem ser reduzidos por tratamentos térmicos de desgaseificação. Na compactação uniaxial, a desgaseificação e o aquecimento são parâmetros fundamentais para provocar a aderência das partículas e evitar o aparecimento de bolhas de hidrogênio (Bunk, 1991).

A Allied- Signal, em 1991, começou a desenvolver um plano piloto que tinha como objetivo produzir ligas de alumínio em larga escala para aplicação a altas temperaturas. A liga em pó à base de alumínio era colocada dentro de um recipiente para ser desgaseificada e aquecida sob vácuo. O recipiente era agitado de forma a garantir a uniformidade quanto à distribuição do calor nas partículas, para facilitar a melhoria de vácuo, sendo assim, melhorava a eficiência do sistema e minimizava o tempo de desgaseificação. O pó desgaseificado era então transferido ainda sob vácuo, para dentro da matriz aquecida localizada em uma prensa de 1600 t e prensado em forma de tarugo com aproximadamente 900 kg. Após a compactação, o tarugo era retirado do recipiente e poderia ser submetido a processos de extrusão, forjamento ou laminação (Das; Bye; Gilman, 1991).

1.6.2. O processo de extrusão

A extrusão é um processo que possibilita a fabricação de peças e componentes com geometria retilínea em forma de tubos, arames, barras e vários tipos de vigas com perfis em ângulo. O processo de extrusão consiste em forçar um material a passar através de um orifício de menor dimensão, requerendo para isto o emprego de uma determinada pressão.

Esse processo é tradicional na conformação de metal e tem sido usado há mais de 100 anos. A extrusão de pós, mais recente que a extrusão de lingotes fundidos, tem um vasto campo de aplicação e vem crescendo muito nos últimos anos (Dieter, 1976; Nachtrab; Roberts, 1992; Sheppard, 1987). A geometria constante da seção ao longo do comprimento da peça produzida constitui uma limitação do processo de extrusão. Entretanto, a densidade total e as propriedades mecânicas do material preparado a partir do pó são superiores às de materiais preparados por outros processos.

A extrusão do metal em pó é uma combinação da compactação com deformação a quente. Durante a extrusão a enorme pressão hidrostática e unidirecional aplicada sobre o tarugo, força-o a passar através da matriz. No processo de consolidação ocorre a deformação plástica e reorientação das partículas de pó que são "soldadas" uma a uma resultando na densificação total do material.

Alguns materiais consolidados por extrusão a quente mantêm suas propriedades iniciais, desde que não seja ultrapassada determinada temperatura em que ocorre a transformação de fase. Dependendo do pó a ser consolidado, a temperatura no processo de extrusão é inferior à temperatura nos processos de sinterização ou de prensagem isostática a quente. No processo de extrusão, a combinação da baixa temperatura com a deformação plástica do material resulta no refinamento da microestrutura e diminuição do tamanho de grão (Nachtrab; Roberts, 1992).

As principais variáveis que influenciam na força de extrusão são: o tipo de extrusão (direta ou indireta), a razão de extrusão, a temperatura de trabalho, a velocidade de deformação e o coeficiente de atrito entre o material e a parede do recipiente. Na maioria dos metais a extrusão é realizada a quente; a vantagem é que com o aumento da temperatura há uma diminuição no limite de escoamento do material, facilitando o processo. Geralmente para ligas de alumínio, a temperatura de extrusão varia de 300 a 400 °C (Dieter, 1976).

Os dois tipos básicos do processo de extrusão estão representados nas Figs. 1.6 e 1.7. A extrusão direta é a mais utilizada e proporciona maiores taxas de redução, além disso, na maioria das vezes pode ser utilizada para refinar a microestrutura do material em processo. Um dos maiores obstáculos para o uso da extrusão indireta é o custo das ferramentas empregadas, que possuem geometria mais complexa que as ferramentas da extrusão direta (Nachtrab; Roberts, 1992; Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

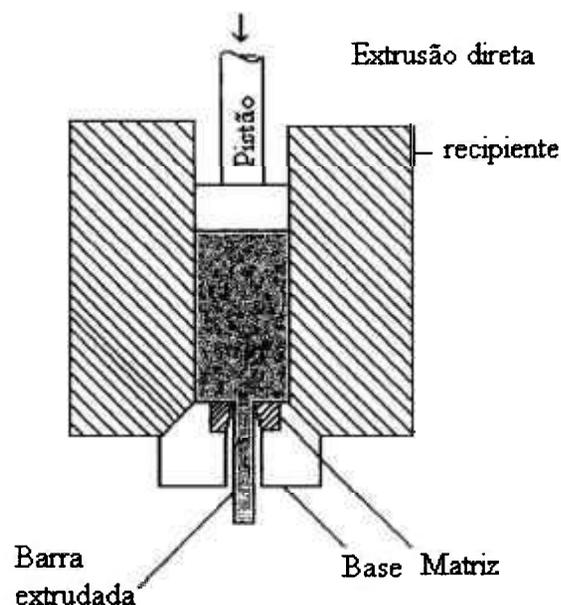


FIGURA 1.6: Esquema representativo do processo de extrusão direta.

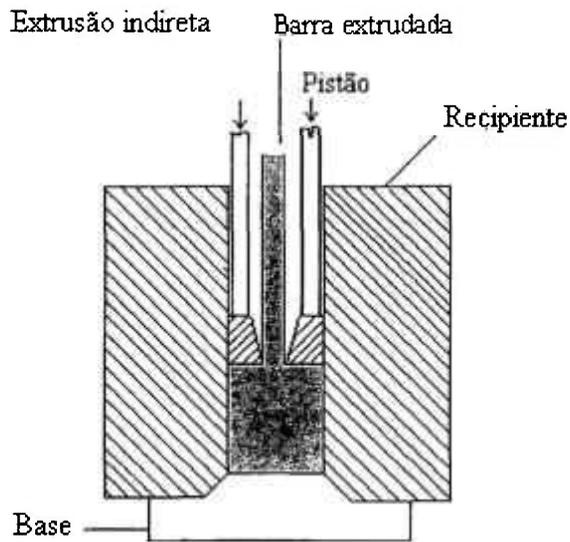


FIGURA 1.7: Esquema representativo do processo de extrusão indireta.

Nas curvas do gráfico da Fig. 1.8 representa-se a relação entre a pressão de extrusão com o deslocamento do pistão para materiais porosos. No processo de extrusão direta, o valor máximo da pressão de extrusão é atingido quando o material extrudado inicia a saída da matriz e nesse ponto ocorre uma diminuição dessa pressão. No processo de extrusão indireta, a pressão máxima de extrusão se mantém constante e é menor que a pressão máxima da extrusão direta. A pressão de extrusão indireta é menor porque o tarugo se mantém fixo durante todo o processo, e com isto não ocorre atrito deste com a parede do recipiente de extrusão (Duszczuk; Jongenburger, 1986, Dieter, 1976).

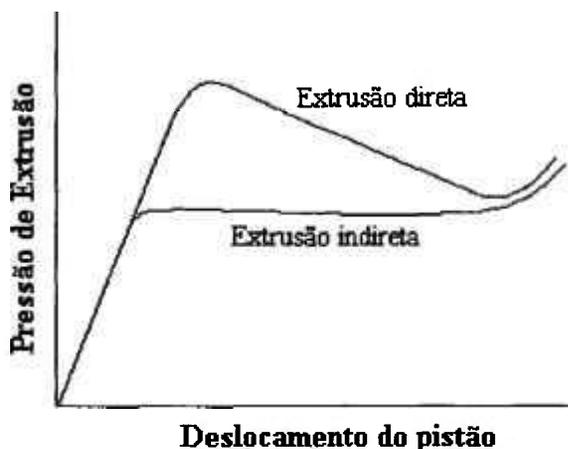


FIGURA 1.8: Pressão de extrusão em função do deslocamento do pistão.

A técnica usada no processo de extrusão direta pode variar conforme o tipo de lubrificação empregado. Na primeira delas, o processo de extrusão é executado em matriz reta sem lubrificante, ocorre retenção do material na zona morta, Fig. 1.9 (Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

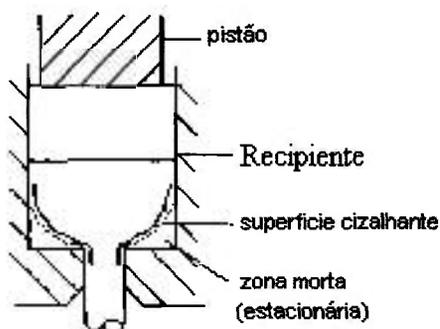


FIGURA 1.9: Detalhe de extrusão com matriz reta sem lubrificante.

Na região da zona morta observada na Fig.1.9, a matriz com semi- ângulo igual a 90° , gera uma superfície cizalhante mais intensa, isto conseqüentemente aumenta o pico de extrusão, pois ocorrerá o aumento da força de atrito. Sendo assim, as extrusões que apresentam picos de pressão menos intensos e melhores produtos consolidados, são aquelas realizadas com os semi- ângulos entre 45° e 60° (Duszczuk; Jongenburger, 1989).

A segunda variação do processo de extrusão está representada na Fig.1.10. É executada com matriz em ângulo e com lubrificante espalhado na superfície do recipiente e da matriz (Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

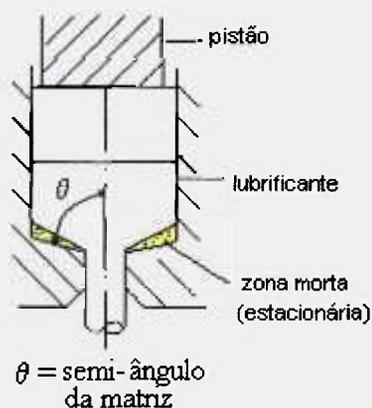


FIGURA 1.10: Detalhe de extrusão para matriz com um semi-ângulo ligeiramente menor que 90° utilizando lubrificante.

A terceira variação do processo, está representada na Fig. 1.11. Foi desenvolvida mais recentemente e a técnica é executada por extrusão hidrostática, na qual, uma camada de fluido é colocada entre o tarugo e o conjunto: recipiente, matriz e pistão, onde é exercida uma pressão deformando o tarugo (Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

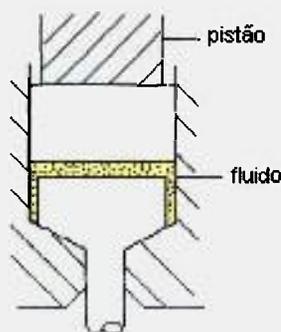


FIGURA 1.11: Detalhe da matriz utilizando a técnica da extrusão hidrostática.

A extrusão hidrostática é utilizada somente em ligas especiais, materiais metálicos ou compósitos, quando não for possível o emprego das técnicas de lubrificação convencional (Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

A extrusão de pós pode ser realizada utilizando-se três métodos, os quais estão representados na Fig.1.12.

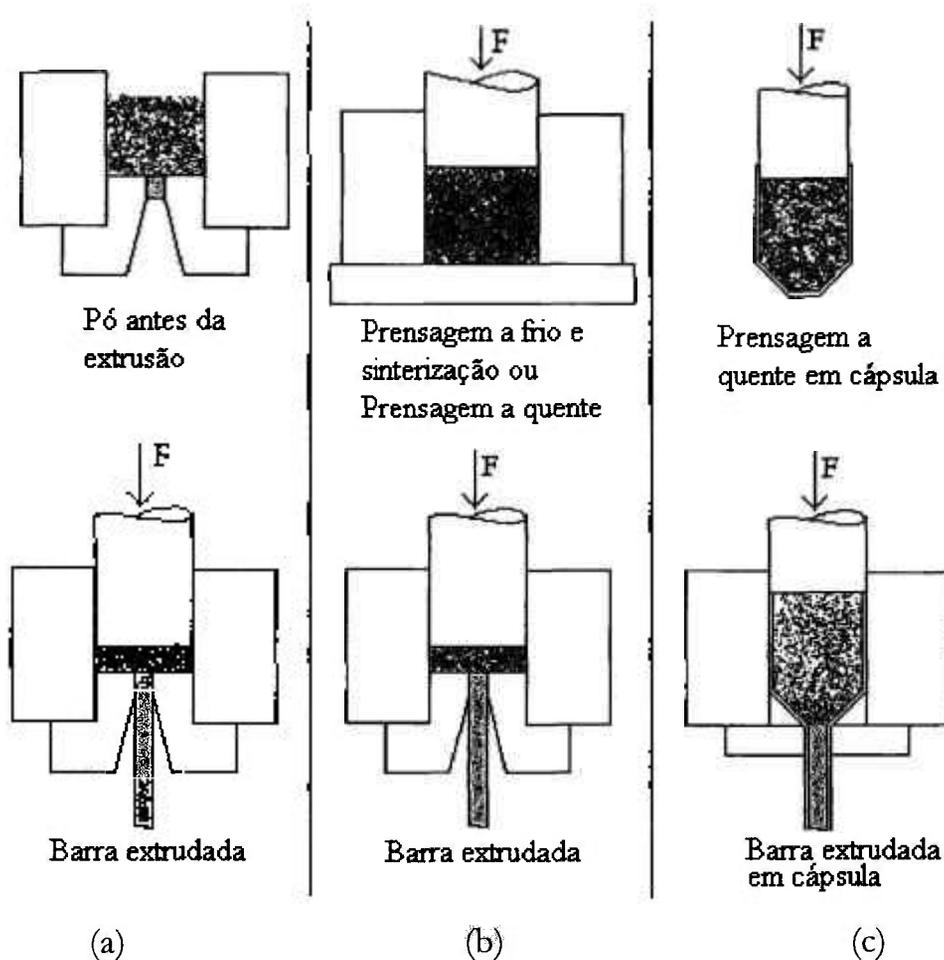


FIGURA 1.12: Detalhes representativos dos métodos de extrusão de metal em pó

Na Fig. 1.12 (a), o recipiente pré aquecido é preenchido com o metal em pó e a extrusão é realizada diretamente do pó. O recipiente sem atmosfera protetora pode limitar o processo de consolidação de alguns pós que são sensíveis a oxidações ou contaminação atmosférica.

Na Fig. 1.12 (b), os pós são compactados a frio ou a quente dependendo da liga ou do tipo de pó. Os tarugos compactados a frio, antes da extrusão, são sinterizados quando não possuem adequada resistência a verde.

Na Fig. 1.12 (c), o metal em pó é extrudado a quente dentro de uma cápsula. Neste caso o pó não sofre o efeito direto do atrito do recipiente e da matriz, a cápsula é que sofre esse efeito. Geralmente esse tipo de extrusão é empregada quando os elementos são reativos e necessitam de proteção a vácuo (Nachtrab; Roberts, 1992).

Os processos de conformação mecânica, são estabelecidos pelo conhecimento analítico, das tensões, da transferência de calor do metal trabalhado, da lubrificação, do ângulo da matriz e do equipamento de conformação utilizado. O limite de escoamento do metal submetido a condições de conformação mecânica uniaxial é função da deformação, da taxa de deformação e da temperatura de trabalho. Esses fatores estão diretamente relacionados com o processo de conformação (Kobayashi; Oh; Altan, 1989).

A extrusão das ligas de alumínio em forma de pó compactado, apresenta comportamento diferente das ligas obtidas em forma de lingotes fundidos. A força requerida na extrusão de ligas de Al pela metalurgia do pó não são exatamente as mesmas que nos materiais obtidos em forma de lingotes. A força de extrusão é um dos parâmetros mais importante a ser considerado no processo. A maior parte desta força é utilizada para vencer a resistência à deformação do material extrudado.

A pressão de extrusão em função do deslocamento do pistão para a liga atomizada a ar na composição Al-20Si-3,1Cu-1,3Mg-0,3Fe (peso%), apresentou três estágios de tensão: não linear, pressão de pico e estado constante. No estágio inicial, a pressão de extrusão tem crescimento não linear. Esta é uma característica dos tarugos porosos; enquanto que nos tarugos sólidos normalmente o crescimento de pressão é linear. O estágio não linear corresponde a compactação do tarugo poroso aproximando-se da densidade

teórica. Neste ponto a porosidade do tarugo é muito baixa. No segundo estágio, a pressão de extrusão sobre o tarugo tem crescimento linear e é semelhante a pressão de extrusão do tarugo sólido. Neste estágio a pressão atinge seu valor máximo (pressão de pico) e, em seguida, ocorre uma diminuição considerável. Após o segundo estágio, inicia o terceiro estágio, a pressão de extrusão entra em estado estável até o término da operação (Zhou; Duszczyk, 1989).

No gráfico da Fig. 1.13 está representada a relação entre a pressão de pico e a temperatura para a liga Al-20Si-3,1Cu-1,3Mg-0,3Fe (peso%) atomizada a ar. Observa-se que a pressão diminui com o aumento da temperatura. A temperatura influencia fortemente a pressão requerida no processo de extrusão (Zhou; Duszczyk, 1989).

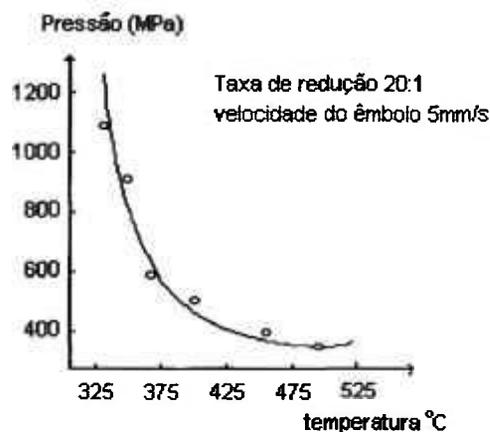


FIGURA 1.13: Relação entre a pressão de extrusão e a temperatura.

A taxa de redução logarítmica causa outro efeito importante sobre a pressão de extrusão, a qual, está representada no gráfico da Fig. 1.14. A taxa de redução e os pontos indicados vão da menor taxa (5:1) à maior taxa (60:1), aproximando de uma reta. Essa taxa pode ser calculada pela relação entre a área

inicial (A_0), correspondente a área do tarugo e a área final (A_f), correspondente a área do material extrudado, ou seja, $R=A_0/A_f$.

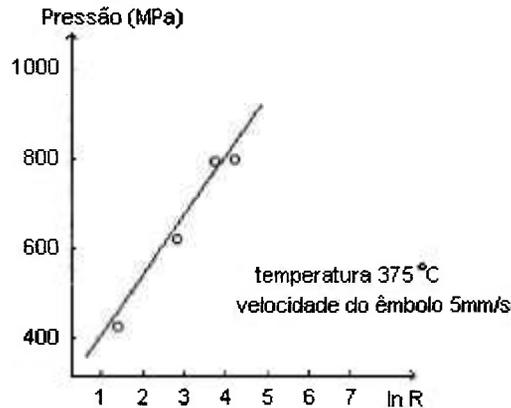


FIGURA 1.14: Pressão de extrusão em função da taxa de redução.

Esse gráfico também foi elaborado através dos dados experimentais da liga à base de alumínio, na composição, Al-20Si-3,1Cu-1,3Mg-0,3Fe (peso%), à temperatura de 375 °C (Zhou; Duszcyk, 1989). Através dos resultados dessa experiência pode-se verificar a ocorrência da lei básica da extrusão, definida pela equação: $P = \sigma_0 (a+b \ln R)$, (Dieter, 1976), onde, σ_0 é o limite de escoamento do material à temperatura de extrusão, a e b são valores experimentais que dependem do semi-ângulo da matriz e R é a taxa de redução. A Tabela I.4 fornece valores experimentais para os semi ângulos 30, 45 e 60.

Tabela I.4. Valores de a, b para matriz de extrusão com α igual a 30, 45 e 60 graus.

α	a	b
30	0,419	1,006
45	0,659	1,016
60	0,945	1,034

Durante o processo de extrusão direta, o tarugo desliza ao longo da parede do recipiente. As forças de atrito atuam devido ao contato entre o material e a parede. Essa força pode ser bastante reduzida com a aplicação de lubrificantes apropriados. A variação da força de atrito em função da temperatura está representada no gráfico da Fig. 1.15 para a liga na composição, Al-0,3Fe-1,3Mg-3,1Cu-20Si (peso%).

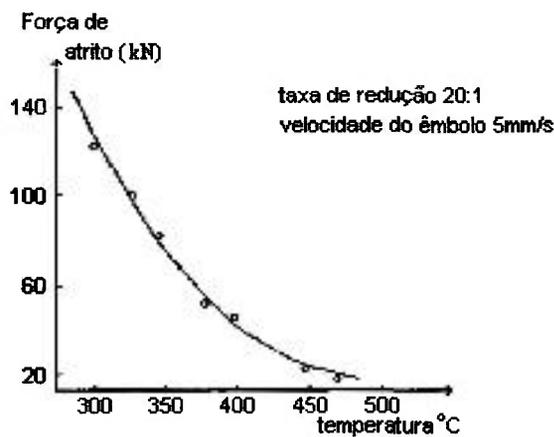


Figura 1.15: Força de atrito máxima entre o material e o recipiente em função da temperatura.

Este efeito da força de atrito, na parede do recipiente, não ocorre na extrusão indireta, pois, o tarugo permanece fixo e quem se movimenta é a matriz de extrusão. Portanto, a força de atrito na extrusão indireta é inferior à força de atrito na extrusão direta, concentrando apenas na região da matriz de extrusão.

II. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para melhor visualizar as etapas seguidas no desenvolvimento deste trabalho, apresenta-se na Fig. 2.1 o fluxo geral dos processos adotados. Os detalhes de cada processo serão apresentados no decorrer do texto.

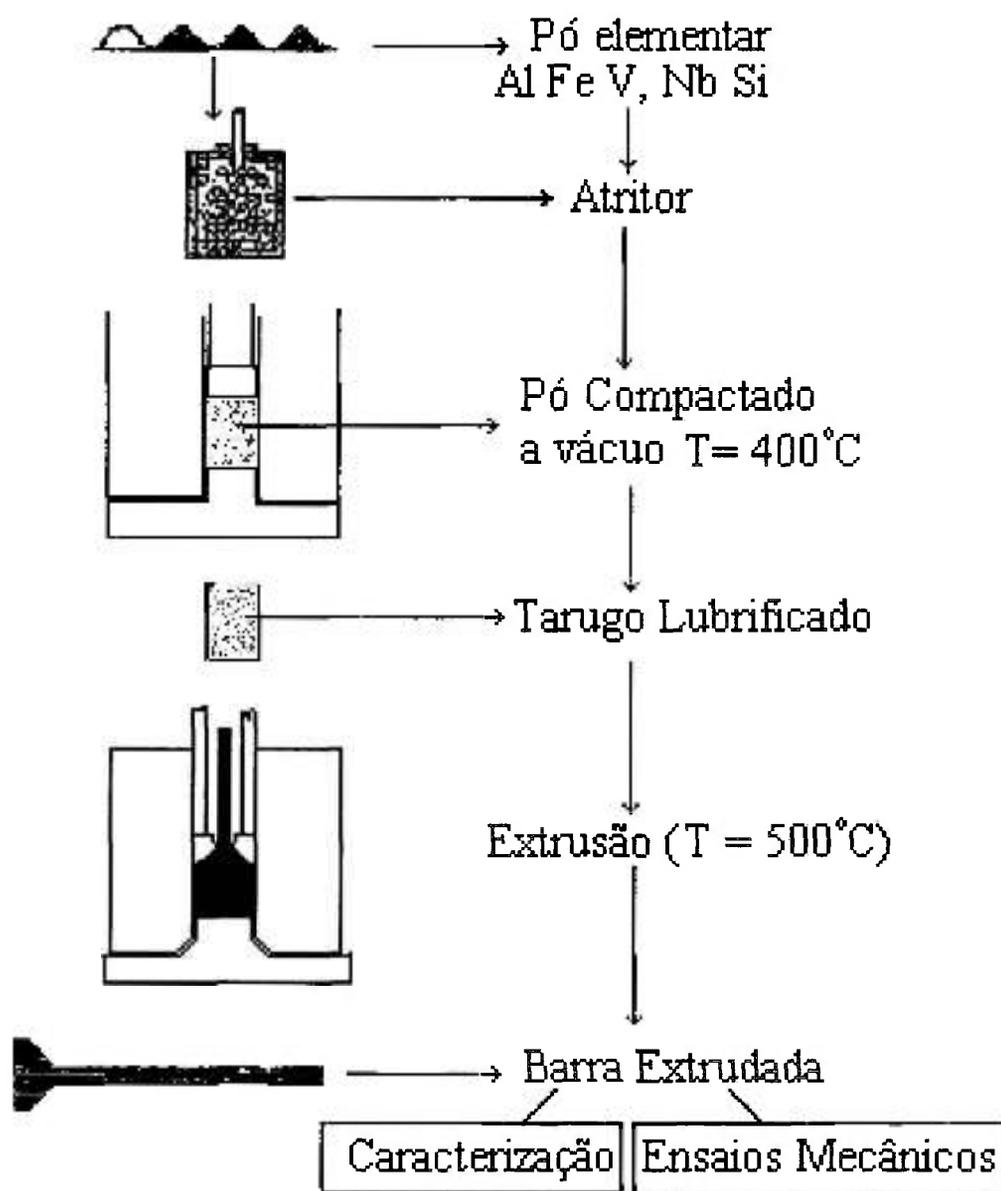


FIGURA 2.1: Fluxo geral dos processos adotado neste trabalho.

2.1. Processamento no moinho atritor

Os pós de alumínio (diâmetro médio = 50 μ m) atomex HG 200 e ferro (diâmetro médio = 100 μ m) trifer DC 177, de pureza comercial, foram produzidos por atomização pela Belgo Brasileira. O pó de nióbio (diâmetro médio = 100 μ m) da CBMM- Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração foi obtido por hidratação, subsequente moagem e posterior desidratação pela FTI- Fundação de Tecnologia Industrial. O pó de silício (diâmetro médio = 100 μ m) metálico em pedaços foi processado no moinho atritor por 15 minutos e utilizado sem classificação. O vanádio de pureza comercial em forma de barra foi limado para retirada de limalhas da ordem de mm. A composição química dos pós está relacionada na Tab. II.1.

Tabela II.1: Composição química dos pós utilizados no trabalho.

Elemento	Pó de Al (peso %)	Pó de Fe (peso %)	Pó de Nb (peso %)	Pó de Si (peso %)	V (limalhas) (peso %)
Al	99,5	-	0,003	-	-
Fe	0,25	99,55	0,007	-	-
Nb	-	-	99,32	-	-
V	-	-	-	-	99,99*
Si	0,15	0,05	0,008	99,99*	-
C	-	0,015	-	-	-
Cu	0,05	-	0,006	-	-
Zn	0,05	-	-	-	-
Mg	0,05	-	-	-	-
Mn	0,05	0,15	-	-	-
Ni	0,05	-	-	-	-
Pb	0,05	-	-	-	-
Ta	-	-	0,17	-	-
H	-	-	0,002	-	-
S	-	0,02	-	-	-
P	-	0,015	-	-	-
O	-	0,20	0,42	-	-
N	-	-	0,06	-	-

* Os valores destes elementos foram estimado por não possuir documentos de origem

Para definir o tempo de PMAE foram realizadas algumas moagens preliminares com um dos materiais (Al-Fe-Nb-Si). Este material foi processado no moinho durante 5, 10, 20 e 40 horas a 1400 rpm. Foi utilizada jarra de polietileno em um moinho de bolas de alta energia do tipo atritor vertical (Fig. 2.2) sob atmosfera protetora de nitrogênio. As misturas de pós foram inicialmente preparadas na composição nominal de $Al_{90,8}Fe_{6,2}X_{1,0}Si_{2,0}$ (at.%) (X=V ou Nb) e (83,18Al-11,76Fe-3,15Nb-1,91Si peso%) e (84,38Al-11,93Fe-1,75V-1,93Si peso%).

Os parâmetros de processo do PMAE utilizados estão apresentados na Tabela II.2.

Na Fig. 2.3 pode-se visualizar as ocorrências durante o funcionamento do moinho atritor, onde são observadas a haste, aletas, bolas e partículas de pó sofrendo o efeito do impacto.

O equipamento de moagem utilizado para o processamento dos pós foi um moinho da Netsh-Molinox do tipo atritor vertical (Fig. 2.4). Este equipamento tem 3 opções de velocidade, 800, 1400 e 2200 rpm.

TABELA II.2: Parâmetros do processo de moagem

Volume do jarra (cm ³)	550
Massa de pó (g)	100
Massa de bola / Massa de pó	9:1
Diâmetro de bola (mm)	7
Velocidade da haste (rpm)	800, 1400
Atmosfera passante	Nitrogênio
Refrigeração	Água
Tempo de processo (h)	0, 5, 10, 20, 40

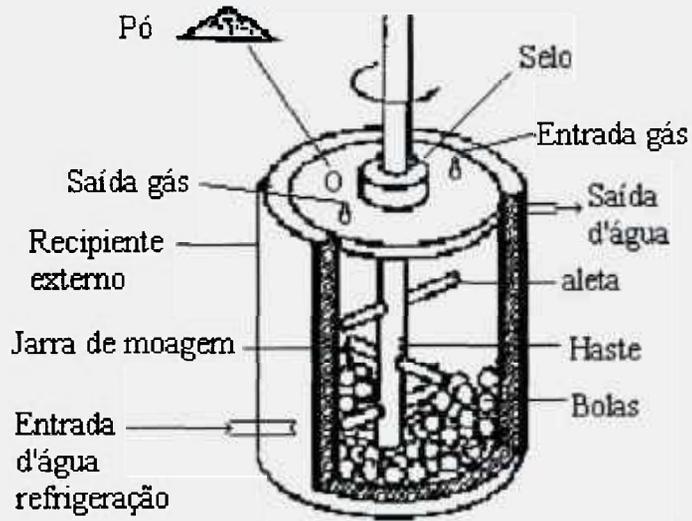


FIGURA 2.2: Detalhes do moinho atritor.

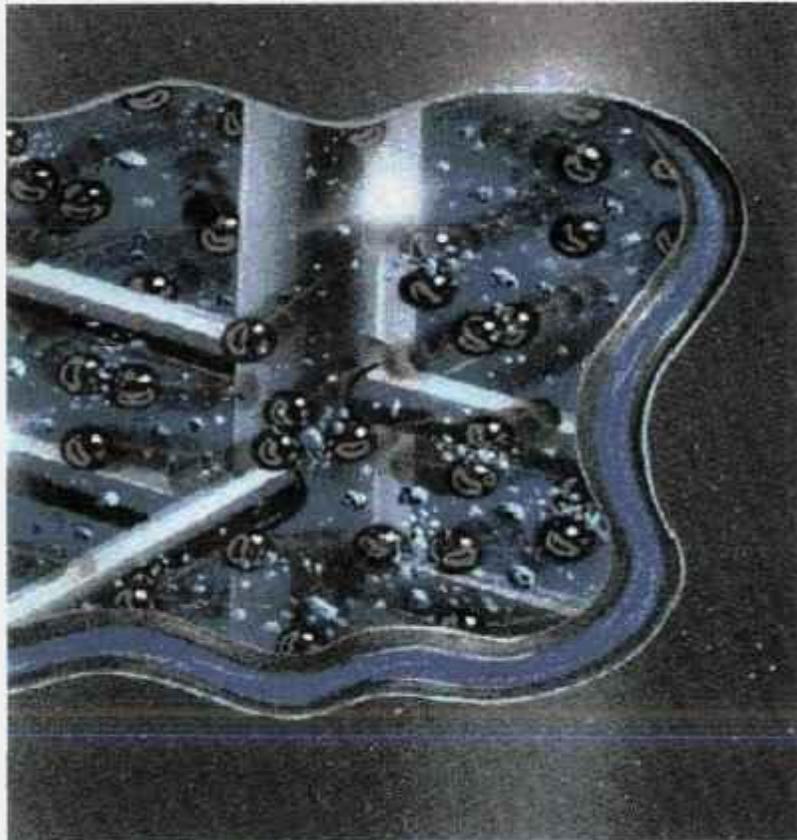


FIGURA 2.3: Esquema representativo da movimentação interna do moinho atritor.



FIGURA 2.4: Moinho atritor utilizado no processamento dos pós.

2.2. Compactação e extrusão

No início do programa deste doutorado foi projetado (pelo bolsista) um equipamento de compactação vácuo e extrusão especialmente para ser usado em laboratório. Foi projetado também um forno a resistência para acoplar ao equipamento com a finalidade de compactar e extrudar a quente.

O equipamento foi dimensionado com capacidade para compactar e extrudar barras com massa de até 70 g, com 13 mm de diâmetro e aproximadamente 150 mm de comprimento. Optou-se pela forma cilíndrica para simplificar a operação e facilitar a confecção do recipiente e da matriz. As peças que compõem este equipamento foram usinadas em aço H13 e estão esquematizadas nas Figs. 2.5 e 2.6.

Os pós obtidos pelo PMAE foram compactados, neste equipamento, sob vácuo de 6×10^{-3} torr a 400 °C em forma de tarugos com dimensões de aproximadamente 30,5 mm de diâmetro por 40 mm de comprimento. A carga máxima aplicada na compactação dos pós foi de 400 kN. Os tarugos foram lubrificados com graxa molykote, resistente a altas temperaturas, e extrudados a 500 °C, na razão de extrusão de 6:1. A matriz foi projetada com semi-ângulo de 45° e foi utilizado o processo de extrusão indireta, obtendo-se barras de 13 mm de diâmetro e aproximadamente 150 mm de comprimento. No processo de compactação e extrusão foi utilizado uma prensa hidráulica de comando manual.

As amostras das barras extrudadas nas duas composições do pó, obtido durante 10 horas a 800 e a 1400 rpm, foram tratadas termicamente a 500 °C por uma hora e resfriadas ao forno até à temperatura ambiente.

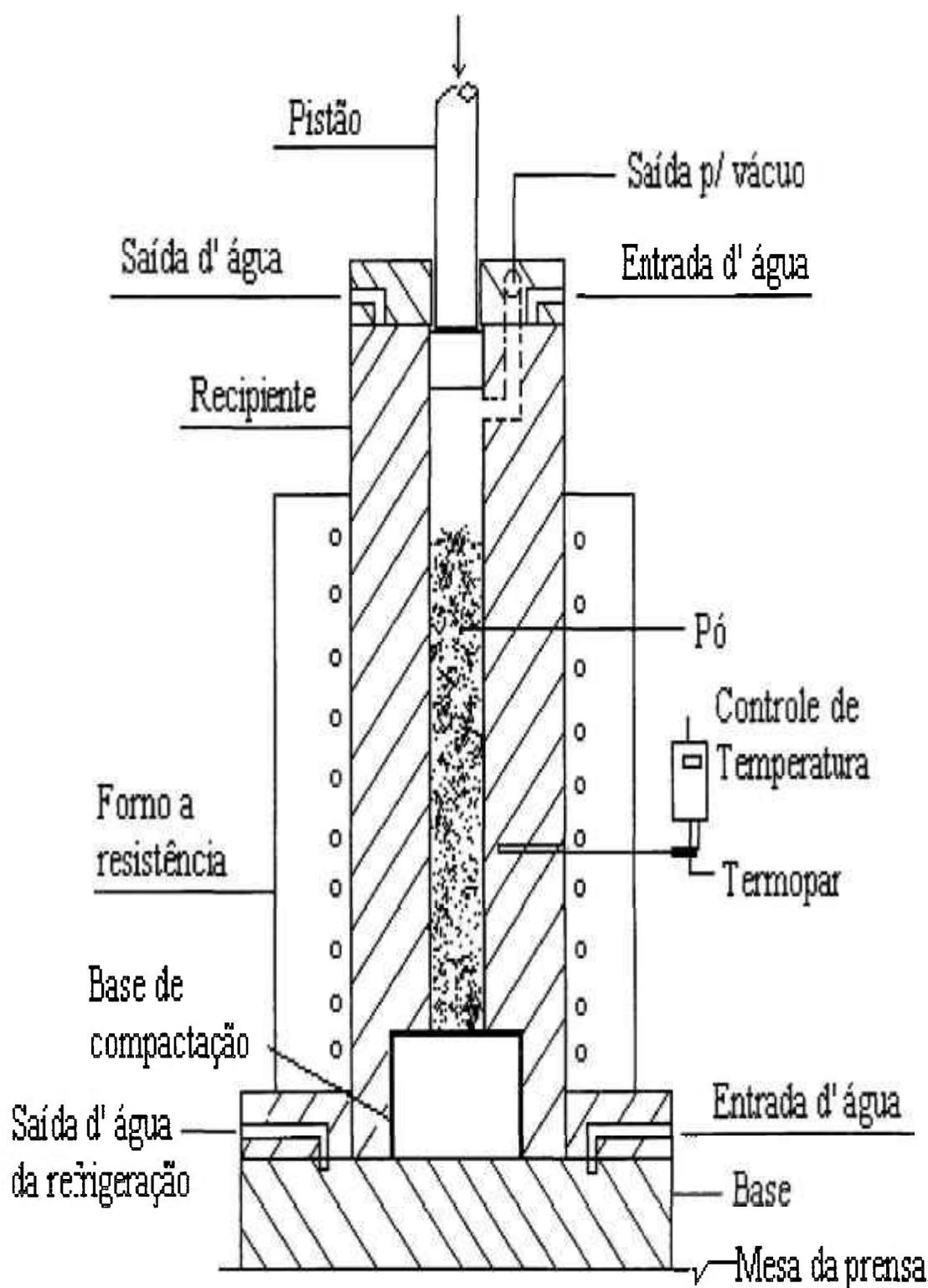


FIGURA 2.5: Esquema do equipamento para compactação do pó.

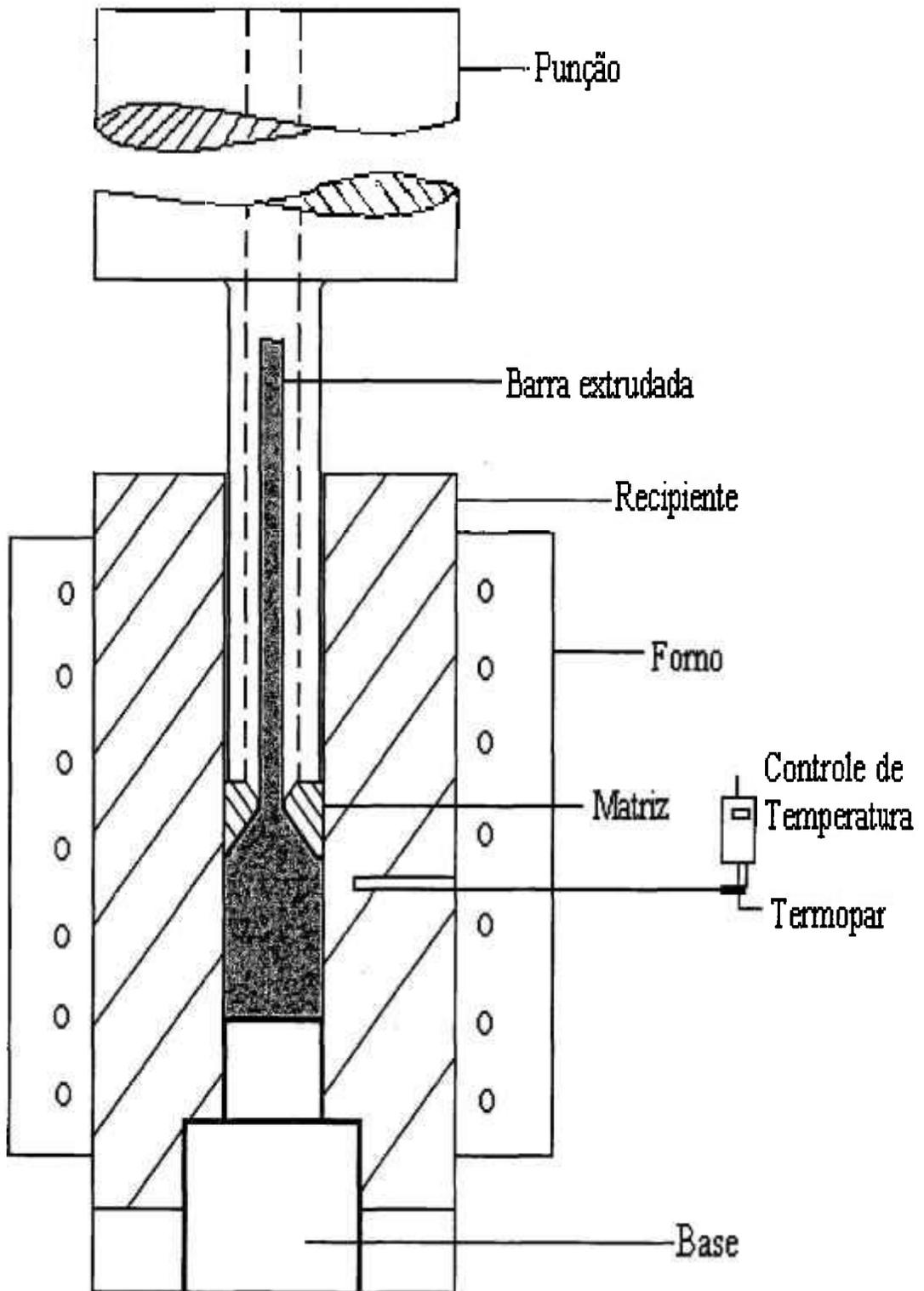


FIGURA 2.6: Esquema do equipamento para extrusão a quente.

2.3. Análise por difração raios X

A difração de raios X foi uma das técnicas utilizada para identificação das fases nos materiais obtidos neste estudo. Os valores da distância interplanar e das posições angulares 2θ obtidos para cada material foram analisados por meio de comparação com as tabelas internacionais de cristalografia, JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standards). As fases elementares e os compostos intermetálicos das amostras foram identificados então, com o padrão encontrado no JCPDS.

As análises por difração de raios X foram realizadas em um difratômetro Rigaku com radiação $\text{CuK}\alpha$, nas amostras de pó processadas por PMAE, nas barras brutas de extrusão e nas barras tratadas termicamente.

2.4. Análise térmica

A análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi realizada em um equipamento DSC 50 da Shimadzu, cuja temperatura máxima é de 500 °C. A análise foi realizada a uma taxa de aquecimento de 5 °C/min, sob atmosfera de nitrogênio e a temperaturas variando de 25 a 480 °C. Foram analisadas amostras em pó, com aproximadamente 30 mg cada. Foram utilizadas amostras das misturas ($\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$), em 0 hora e durante 10 e 40 horas de moagem a 1400 rpm.

Amostra do pó $\text{Al-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ obtido durante 40 horas de moagem foi recozida à temperatura de 350 °C sob atmosfera passante de $\text{N}_2\text{-10}\%\text{H}_2$ durante 10 minutos e resfriada no forno até a temperatura ambiente. Amostra deste pó foi analisada por difração de raios X para identificação das fases após o recozimento.

2.5. Preparação de amostras para microscopia

2.5.1. Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada nas amostras, de pós, das barras brutas de extrusão e das barras recozidas.

A preparação de amostra de pó foi feita espalhando-o sobre uma fita condutora autocolante dupla-face colocada sobre um porta amostra.

As amostras das barras brutas de extrusão e recozidas, preparadas para microscopia eletrônica de varredura foram embutidas em baquelite a uma temperatura de aproximadamente 130 °C por 10 minutos. Foram lixadas, polidas com Al_2O_3 e em seguida atacadas durante um minuto com uma solução contendo 5 % de ácido fosfórico diluído em 95% de água destilada.

A análise foi efetuada com um microscópio eletrônico de varredura Leo Steroscan 440 equipado com detetor de raios X com janela de berílio. A calibragem do microscópio para realizar o EDS (Espectroscopia por Dispersão de Energia) foi feita utilizando-se uma amostra de cobalto.

2.5.2. Microscopia eletrônica de transmissão

As amostras, preparadas para microscopia eletrônica de transmissão, foram inicialmente cortadas na Isomet obtendo-se lâminas de aproximadamente 200 μm de espessura. Do equipamento de eletroerosão, Servomet SMD, foi retirado um disco de 3 mm de diâmetro de cada lâmina. Os discos foram afinados com aproximadamente 300 nm em seu centro por duplo jato eletrolítico no Tenupol 3 (tensão de aproximadamente 25 V e corrente elétrica de 300 mA) em uma solução contendo 10 % de ácido perclórico e 90 % de

metanol a uma temperatura de 10 °C negativo. Foi utilizado para análise um microscópio de transmissão Philips CM 200 equipado com detetor de raios X EDAX dopado com lítio/ silício com janela de berílio.

2.6. Ensaio de dureza e de tração

Nas amostras das barras extrudadas foram realizados ensaios de dureza Vickers e tração, à temperatura ambiente (~ 25 °C) e a temperaturas de 200 e 350 °C.

Os ensaios de tração foram realizados com base na norma ASTM-E8- 96 em uma máquina Instron modelo 4400R, com uma célula de carga de 5 kN à velocidade de $1,67 \times 10^{-3}$ mm/s. Na Fig. 2.7 apresenta-se o desenho da amostra utilizada no ensaio de tração segundo a norma ASTM-E8. Os valores da resistência mecânica e seus respectivos desvios padrão foram calculados utilizando-se 3 determinações obtidas em amostras de 3 diferentes extrusões.

Os valores da dureza Vickers foram determinados com a utilização de uma carga estática de 0,98 N, à temperatura ambiente, em um microdurômetro Wolpert-Werke com aumento de 250 x. A dureza e seus respectivos desvios padrão foram calculados utilizando- se 12 determinações em cada amostra.

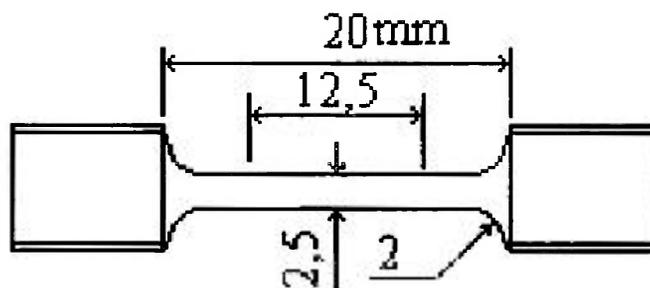


FIGURA: 2.7: Amostra baseada na norma ASTM usada no ensaio de tração.

2.7. Densidade

As densidades dos tarugos compactados foram calculadas utilizando a medida geométrica e a massa, ou seja, as dimensões dos tarugos foram medidas com um paquímetro e utilizadas para calcular o volume. Com a massa e o volume aplicados na fórmula $\rho = m / V$, calcula-se a densidade do tarugo.

A densidade das amostras extrudadas foi medida pelo método hidrostático utilizando o princípio de Arquimedes. A massa seca e a massa úmida da mesma amostra são medidas com o uso de uma balança de precisão. A massa seca é medida na balança normalmente ao ar. A medida da massa úmida é feita com a amostra mergulhada em água destilada dentro de um recipiente, a amostra fica alojada em uma pequena cesta presa por um fio de arame apoiado no suporte da balança, de forma que o resultado dessa medida corresponde apenas a massa da amostra submersa.

Neste método é necessário medir a temperatura da água destilada durante a execução da medida. A densidade da água destilada foi definida de acordo com a tabela encontrada no Perry's Chemical Engineer's Handbook, 1984.

Após a obtenção das massas seca e úmida, a densidade foi calculada utilizando-se a seguinte equação:

$$\rho = (m_s / (m_s - m_u)) \times \rho_{H_2O}$$

Onde: m_s é a massa seca da amostra, m_u é a massa úmida e ρ_{H_2O} é a densidade da água.

III. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Aspectos do processamento

3.1.1. Processamento no moinho atritor

O moinho atritor utilizado no processamento dos pós foi adaptado para trabalhar a seco e sem lubrificante, visto que as operações de moagem neste tipo de equipamento são realizadas por via úmida.

Inicialmente o atritor apresentou um rendimento muito inferior ao que era esperado. O sistema de vedação não era adequado para manter a atmosfera de nitrogênio passante na jarra de moagem. Ocorria vazamento de pó de dentro da jarra para o ambiente externo, havendo alteração de composição da mistura processada e resultando em uma quantidade de material menor do que aquela inicialmente carregada. Foram testados diversos elementos de vedação, como por exemplo, anéis de borracha presos por mola e arruelas, feltro de poliéster, rolamentos, gaxetas de grafite, etc. Esse problema foi solucionado utilizando-se duas arruelas espessas feitas em polietileno de composição diferente. Uma das arruelas foi fixada na tampa e a outra no eixo. As duas peças sofriam um pequeno atrito durante o processamento, entretanto ocorria baixo desprendimento de calor e o equipamento apresentava excelente rendimento, tornado possível para tempos de moagem mais longos.

Nos moinhos de alta energia utilizam-se jarras de aço inoxidável, ágata, cerâmica e metal duro, mas no processamento a seco é necessário o uso de aditivos ou lubrificantes, para evitar o excesso de soldagem. Estes aditivos e lubrificantes aderem ao pó durante o processamento e podem influenciar as propriedades do produto final.

Panelli, 1999, em dissertação de mestrado; Araújo, 2000, em tese de doutorado; desenvolvidas no IPEN utilizaram, no processamento dos pós, jarra de polietileno de alta densidade. Verificaram que no processamento em moinho atritor, os índices de contaminação podem variar de 2 a 3 % em peso de carbono e 0,42 a 0,55 % em peso de oxigênio em peso (Araújo, 2000).

No presente estudo verificou-se que utilizando jarra de polietileno não seria necessário o uso de aditivos, pois a soldagem em excesso era controlada devido ao polietileno da própria jarra que servia de lubrificante. A contaminação de carbono medida em uma das ligas (AlFeNbSi processada durante 10 horas a 1400 rpm), apresentou um índice de contaminação de 0,54 % em peso.

Durante as primeiras experiências com o uso do moinho atritor, ocorreu um fenômeno importante que deve ser considerado na moagem de alta energia; a queima do pó. Após algumas horas de processamento a superfície do pó estava isenta da camada protetora de óxido. O recipiente de moagem com a carga, aberto imediatamente após o término do processamento, expõe as partículas de pó à atmosfera ambiente podendo ocorrer o fenômeno da queima. A oxidação do alumínio, forma Al_2O_3 ocorrendo uma reação exotérmica, cujo calor de formação apresenta-se negativo e a variação de energia livre é grande o suficiente para provocar a reação e, conseqüentemente, a ignição das partículas que estão mais próximas da superfície, desencadeando a queima de todo o pó. É necessário o devido cuidado com a manipulação e armazenagem dos pós processados na moagem de alta energia. O armazenamento em sacos plásticos imediatamente após a abertura do recipiente de moagem, não garante a não ocorrência do fenômeno da queima. Existem algumas formas de evitar este fenômeno; como por exemplo o uso de "glove box" para manipular ou armazenar a carga de pó. A alternativa adotada neste estudo foi deixar, após o processamento, a jarra de moagem tampada sem vedação dentro de um recipiente com água por 2 horas para diminuir a temperatura, desta forma o pó vai oxidando lentamente até estabilizar.

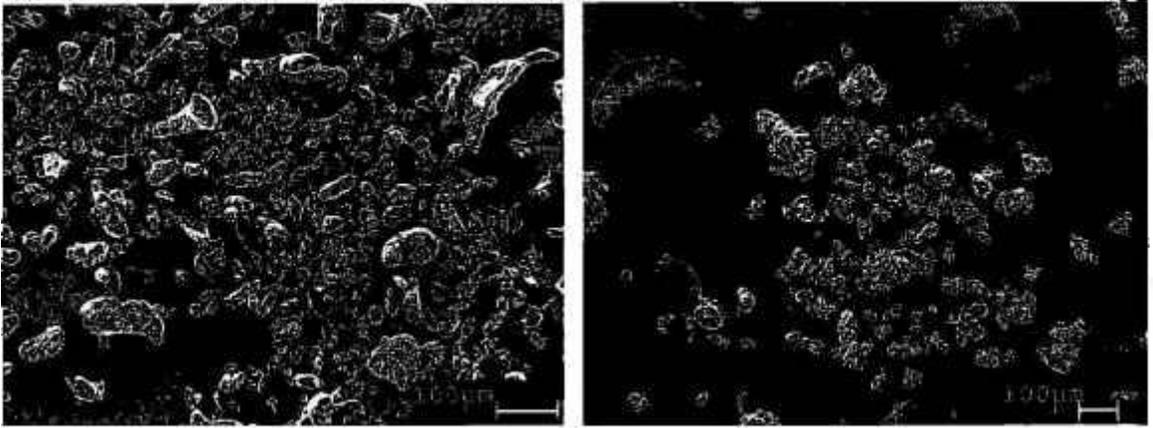
Em resumo, o atritor utilizado no processamento dos pós com as modificações implementadas para moagem a seco, proporcionou ótimos resultados e pode ser ainda melhorado em alguns aspectos; como por exemplo, adaptar na tampa do recipiente um sistema de vedação contendo refrigeração para processar o pó a vácuo e com atmosfera inerte controlada.

Nos testes de moagem realizados à parte aos experimentos desta pesquisa, foi possível verificar que a morfologia irregular e a variação de tamanho das partículas de pó não influenciou no resultado final. Observou-se que o pó final processado depende do tempo de moagem e da velocidade de rotação da haste do moinho atritor.

Na Fig. 3.1 estão representadas as micrografias das partículas de pós iniciais utilizadas no processo de moagem. A evolução da morfologia das partículas de pó em função do tempo de moagem a 1400 rpm para a composição $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) está representada nas micrografias da Fig. 3.2. Na Fig. 3.3 representam-se os difratogramas de raios X em função do tempo de moagem para 1, 5, 10, 20 e 40 horas a 1400 rpm.

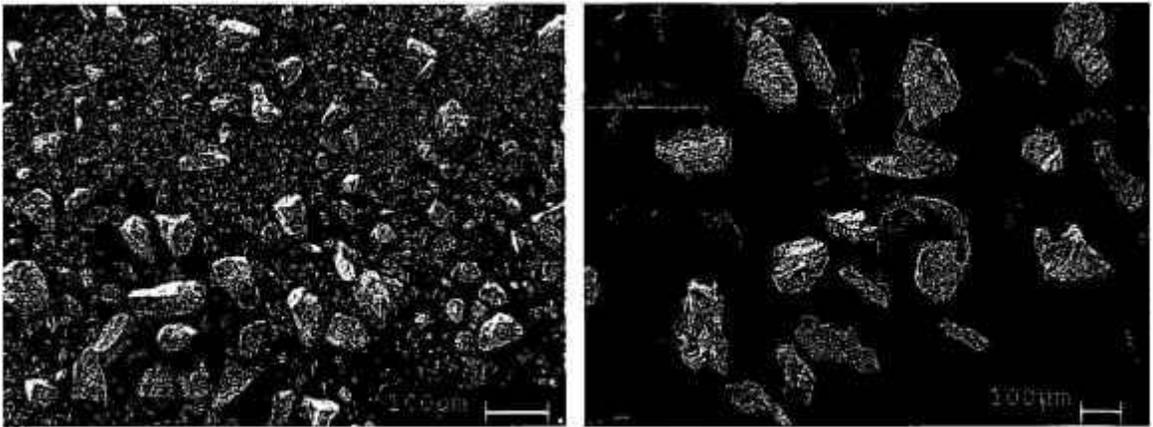
Observa-se que a morfologia do pó processado durante 10 horas a 1400 rpm, deixa de apresentar a forma escamada para exibir uma forma mais arredondada e irregular. Observa-se também que acima de 10 horas de moagem a 1400 rpm, ocorre a formação da fase (AlNb_2) na mistura $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %).

Após obtenção destes resultados (morfologia e difração de raios X das partículas) é que foi definido o tempo de 10 horas como tempo de moagem para as duas composições estudadas.



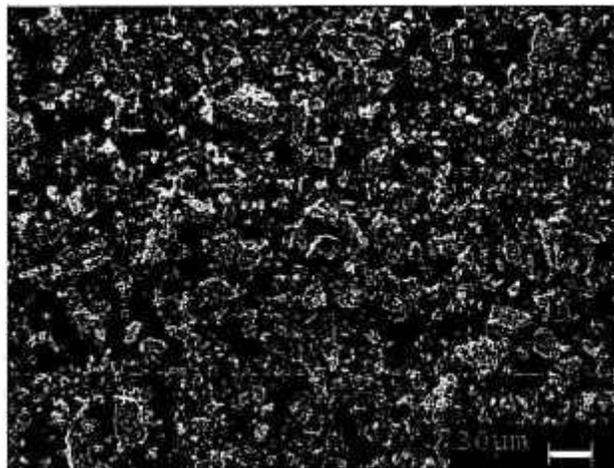
(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

FIGURA 3.1: Morfologia das partículas da matéria prima dos elementos observada no MEV, (a) Al, (b) Fe, (c) Nb, (d) V, (e) Si.

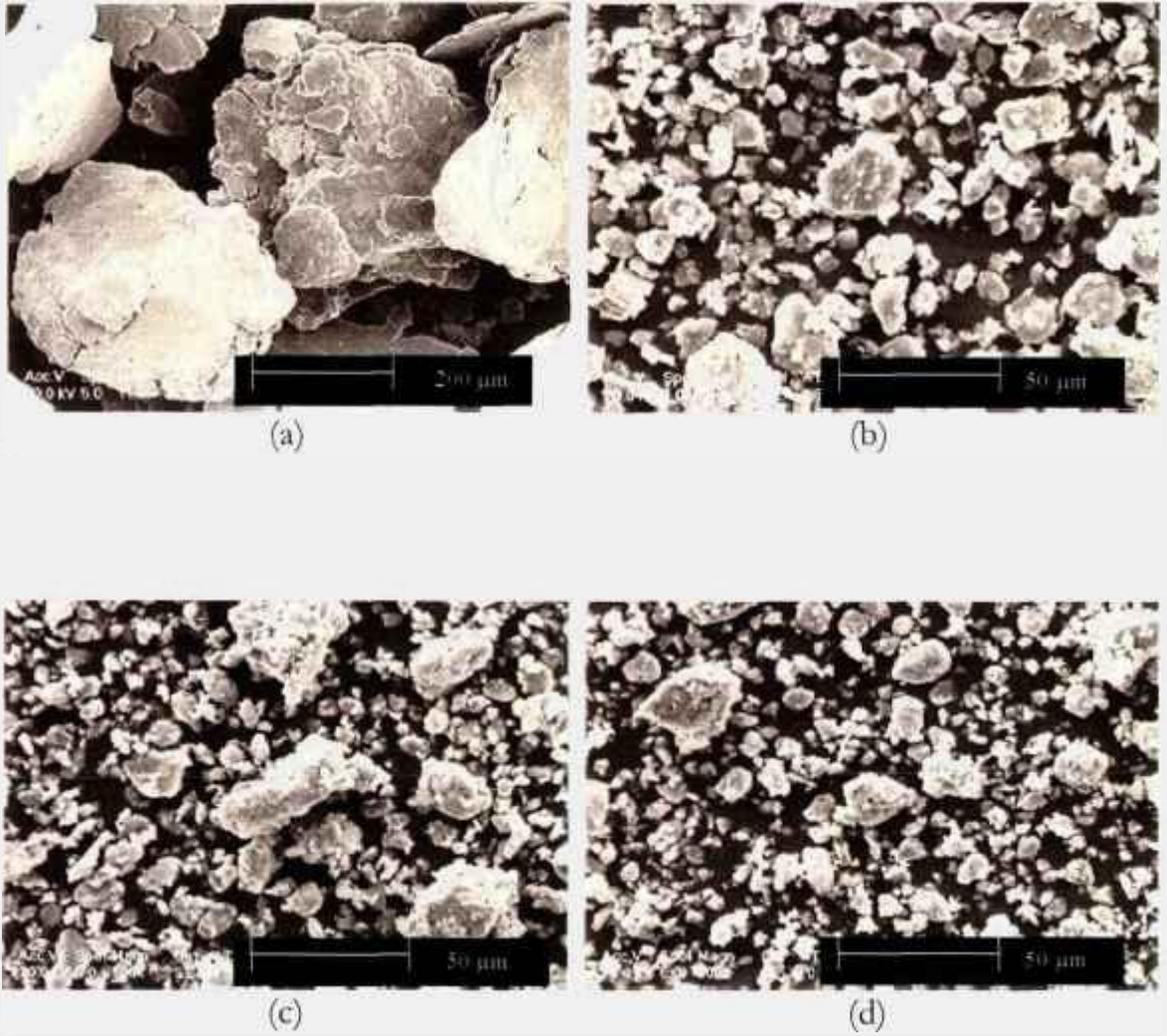


FIGURA 3.2: Morfologia das partículas AlFeNbSi observadas no MEV em diferentes tempos de PMAE, (a) 5h, (b) 10h, (c) 20h, (d) 40h a 1400 rpm.

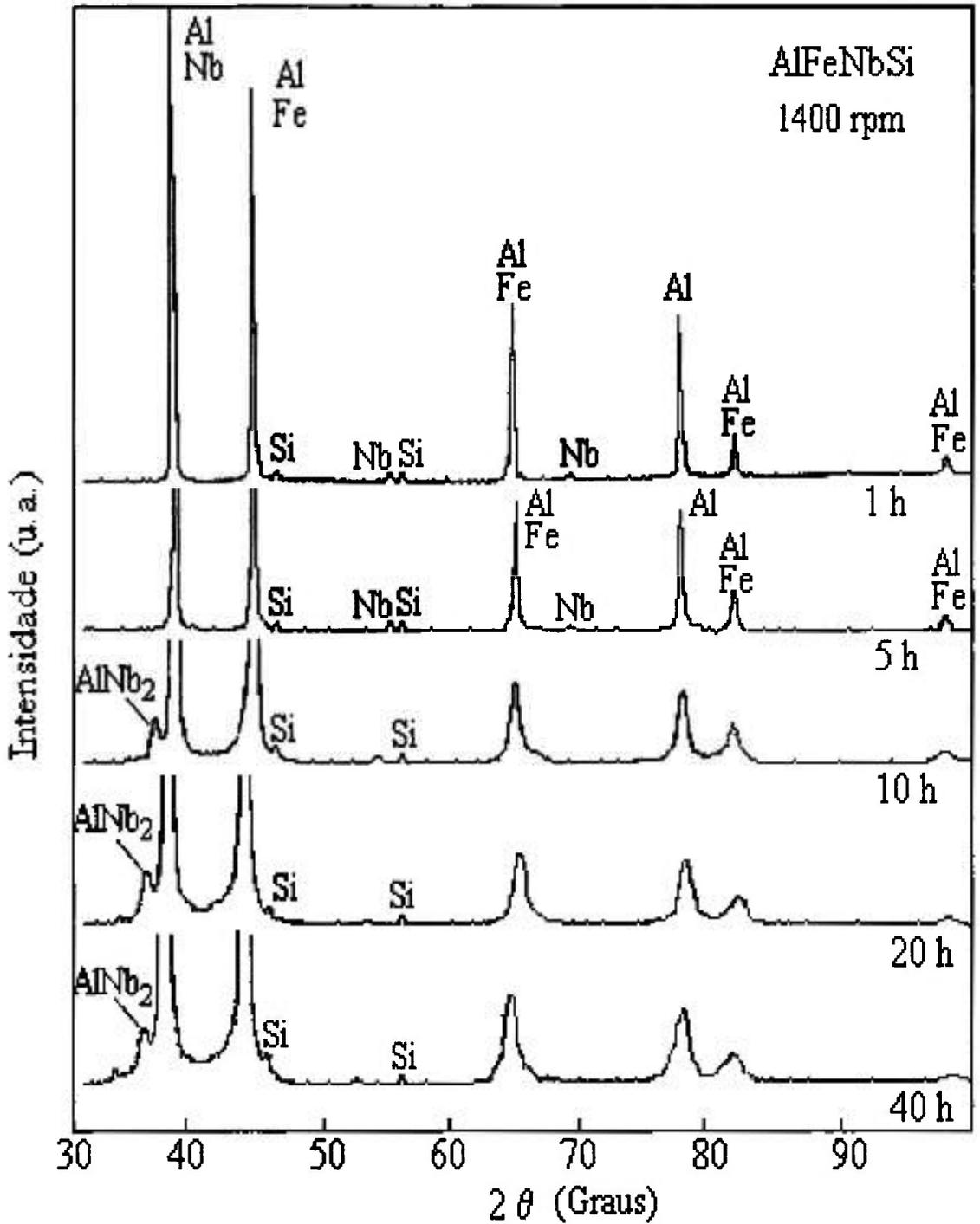


FIGURA 3.3: Difratoigramas de raios X do pó AlFeNbSi - 1400 rpm em função do tempo de moagem.

3.1.2. Compactação e extrusão

Inicialmente as operações foram realizadas utilizando-se o processo de extrusão direta, a área inicial $A_0 = 531 \text{ mm}^2$ e a área final $A_f = 38 \text{ mm}^2$, resultou em uma razão de extrusão $R=14:1$. A força máxima aplicada na prensa à temperatura de $500 \text{ }^\circ\text{C}$ para as ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb), foi determinada baseando-se no limite de escoamento de aproximadamente 103 MPa da liga Al-11,7Fe-1,15V-2,4Si (peso %), denominada de FVS1212 (Champier, 1990). Na razão de extrusão de 14:1, a força máxima necessária de extrusão, à temperatura de aproximadamente $500 \text{ }^\circ\text{C}$, foi calculada pela equação $P = \sigma_0 (a + b \cdot \ln R)$, onde $\sigma_0 = 103 \text{ MPa}$ (é limite de escoamento à temperatura de extrusão de $500 \text{ }^\circ\text{C}$), $a=0,659$, $b=1,016$ (a e b são valores relacionados com o semi-ângulo de 45° da matriz) e R a razão de extrusão (Dieter, 1976). Portanto, aplicando-se os valores na equação obteve-se a pressão de extrusão a $500 \text{ }^\circ\text{C}$, ou seja, $P = 103 \cdot (0,659 + 1,016 \cdot \ln 14) = 344 \text{ MPa}$. A área inicial $A_0 = 531 \text{ mm}^2$ vezes a pressão extrusão de 344 MPa resultou em uma força máxima de extrusão de 183 kN .

A matriz com razão de extrusão $R = 14$, a capacidade limite de 600 kN da prensa hidráulica de acionamento manual utilizada no laboratório era suficiente para processar a extrusão. Foi utilizada também uma matriz com razão de extrusão de 20:1 em uma prensa de 2000 kN .

Após algumas extrusões houve um erro de processo rompendo a base do recipiente que acopla a matriz e emperrando o punção em seu interior raspando a parede interna. Para aproveitar o mesmo recipiente foi preciso aumentar o diâmetro interno de 26 para $30,5 \text{ mm}$. O novo processo de extrusão adotado foi extrusão indireta, e para isto foi construída uma matriz e um punção de extrusão vazado para saída da barra extrudada. A razão de extrusão passou a ser de 6:1, pois, para manter uma razão mais alta, a força necessária de extrusão ultrapassava a capacidade da prensa. Portanto, do equipamento de compactação

e extrusão utilizado anteriormente, foi aproveitado o recipiente e o punção de compactação.

Para definir a nova razão de extrusão utilizando-se a mesma prensa, o cálculo foi realizado conforme os etapas seguintes:

- Área inicial $A_0 = (30,5^2 \cdot \pi) / 4 = 731 \text{ mm}^2$
- Área final $A_f = (13^2 \cdot \pi) / 4 = 133 \text{ mm}^2$
- Razão de extrusão $R = 731 / 133 \cong 6$

A força máxima aplicada na prensa à temperatura de 500 °C para as ligas Al-Fe-X-Si (X=V ou Nb), também foi determinada baseando-se no limite de escoamento de aproximadamente 103 MPa da liga Al-11,7Fe-1,15V-2,4Si (peso %), denominada de FVS1212 (Champier, 1990). Na razão de extrusão de 6:1, a força máxima necessária de extrusão, à temperatura de aproximadamente 500 °C, foi também calculada pela equação $P = \sigma_0 (a + b \cdot \ln R)$, onde $\sigma_0 = 103 \text{ MPa}$ (é limite de escoamento à temperatura de extrusão de 500 °C), $a = 0,659$, $b = 1,016$ (a e b são valores relacionados com o semi-ângulo de 45° da matriz) e R a razão de extrusão (Dieter, 1976). Portanto, aplicando-se os valores na equação obteve-se a pressão de extrusão a 500 °C, ou seja, $P = 103 \cdot (0,659 + 1,016 \cdot \ln 6) = 255 \text{ MPa}$. A área inicial $A_0 = 731 \text{ mm}^2$ vezes a pressão extrusão de 255 MPa resulta em uma força máxima de extrusão de 186 kN.

As forças máximas de extrusão experimental diferem do valor calculado. Os valores das forças de extrusão acima do valor calculado, indicam que estes materiais podem ter o limite de escoamento maior que o da liga FVS1212 à temperatura de 500 °C.

As forças de extrusão resultantes das experiências realizadas nos tarugos compactados das misturas AlFeNbSi (0 horas; 5 horas a 800 rpm; 10 horas a 800 e 1400 rpm) e AlFeVSi (5 horas a 1400 rpm; 10 horas a 800 e 1400 rpm; 20 horas a 800 rpm) estão apresentados na Tabela III.1.

Tabela III.1. Foças máximas de extrusão dos tarugos compactados

Material	Força máxima de extrusão (kN)					
	0 h	5 h	5 h	10 h	10 h	20 h
		800rpm	1400rpm	800rpm	1400rpm	800rpm
AlFeNbSi	40	90	-	170	280	-
AlFeVSi	-	-	120	150	250	240

A vantagem de utilizar a extrusão indireta em pesquisas de laboratório é que a carga máxima de extrusão é reduzida de 25 a 30 %, em relação à extrusão direta. Na extrusão indireta a força de atrito é menor, pois não há atrito do tarugo com a parede do recipiente. A matriz de extrusão indireta tem um tempo de vida maior, devido à redução da força de atrito (Metals Handbook, 1988).

Observou-se no estudo em uma das barras extrudadas (AlFeNbSi, obtida do pó processado a 1400 rpm) que a força máxima de extrusão direta foi, em média, de 390 kN a uma temperatura de 500 °C e uma razão de extrusão de 6:1. Por outro lado, em uma barra extrudada do mesmo material, obtida nas mesmas condições de processo de moagem, a força máxima de extrusão indireta foi em média de 280 kN. Dessa forma, a força de extrusão é reduzida em cerca de 28 % confirmando o valor apresentado na literatura (Metals Handbook, 1988).

Apresenta-se na Fig. 3.4 o equipamento de compactação/ extrusão desmontado onde pode ser visto, da esquerda para a direita, o pistão de compactação, a matriz, o pistão de extrusão vazado e o recipiente.

Apresenta-se na Fig. 3.5 o equipamento de compactação/ extrusão montado para realizar a compactação a quente e a vácuo. Pode ser visto o recipiente, a matriz, o pistão, o forno e acessórios de conexão para refrigeração e vácuo. Na Fig. 3.6 apresentam-se amostras de barras extrudadas no equipamento de compactação extrusão.



FIGURA 3.4: Fotografia do pistão de compactação, matriz, pistão de extrusão vazado e recipiente.

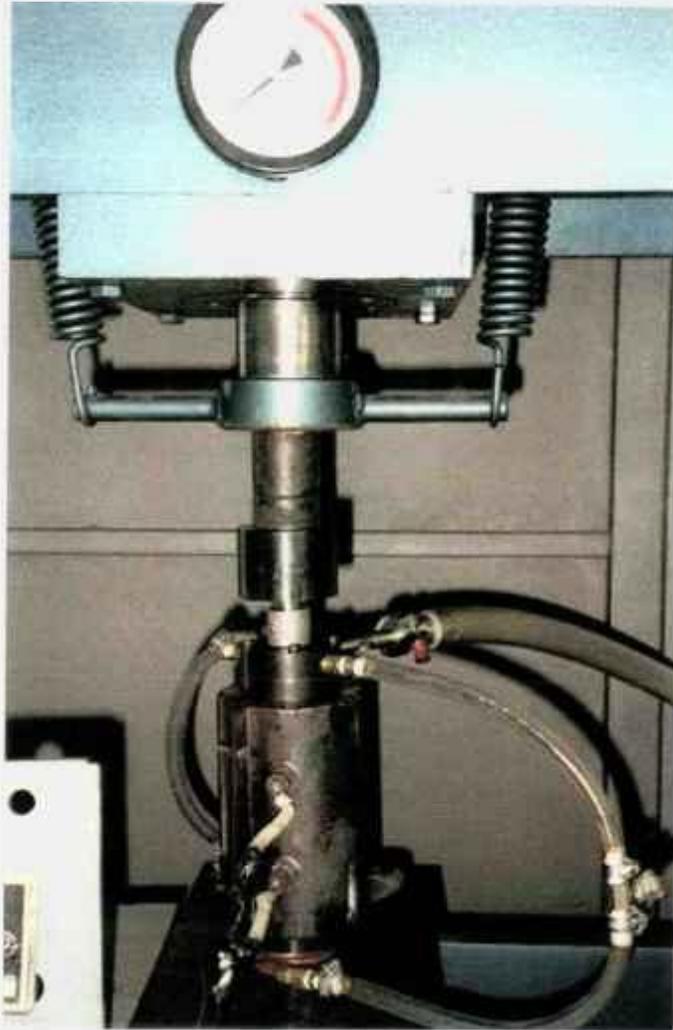


FIGURA 3.5: Fotografia do equipamento montado para realizar a compactação.



FIGURA .3.6: Fotografia de amostras das barras extrudadas

Algumas das barras extrudadas apresentavam fraturas em torno do seu eixo principalmente no início da extrusão. Estas fraturas podem ter sido provenientes do excesso de temperatura ou, provavelmente, da utilização da prensa hidráulica de comando manual. Independente deste fato várias barras foram extrudadas sem nenhum problema.

O refinamento e a distribuição dos elementos de adição na matriz alumínio podem influenciar na densidade da barra extrudada. A morfologia e tamanho diferente de partículas de pós submetidos a moagem durante 10 horas a 800 e 1400 rpm, embora influenciando na densidade do tarugo, não influenciando na densidade da barra extrudada. Este aspecto será descrito a seguir.

Na Fig. 3.7 apresenta-se as micrografias das partículas dos pós processados durante 10 horas a 800 e 1400 rpm para as composições $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) ($\text{X}=\text{V}$ ou Nb). Para 800 rpm observa-se que as partículas de pó estão fragmentadas em forma de escamas, embora neste caso, tenha predominado a "soldagem". Para 1400 rpm as partículas de pó ficaram mais arredondadas e muito menores que as de 800 rpm, neste caso, pela morfologia apresentada na Fig. 3.7(b,d), ocorreu "soldagem e a "fragmentação" simultânea.

No processo de compactação, a densificação das partículas, para a mesma carga aplicada, foi maior para as partículas processadas a 1400 rpm.

A densidade do tarugo compactado do material processado durante 10 horas a 800 rpm foi aproximadamente 94 % da densidade teórica. Para o material processado durante 10 horas a 1400 rpm foi aproximadamente 96 % da densidade teórica.

A densidade das amostras extrudadas medida pelo método hidrostático foi aproximadamente igual ao valor da densidade teórica ($2,99 \text{ g/ cm}^3$) para a liga na composição $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) e ($2,95 \text{ g/ cm}^3$) para a liga $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %).

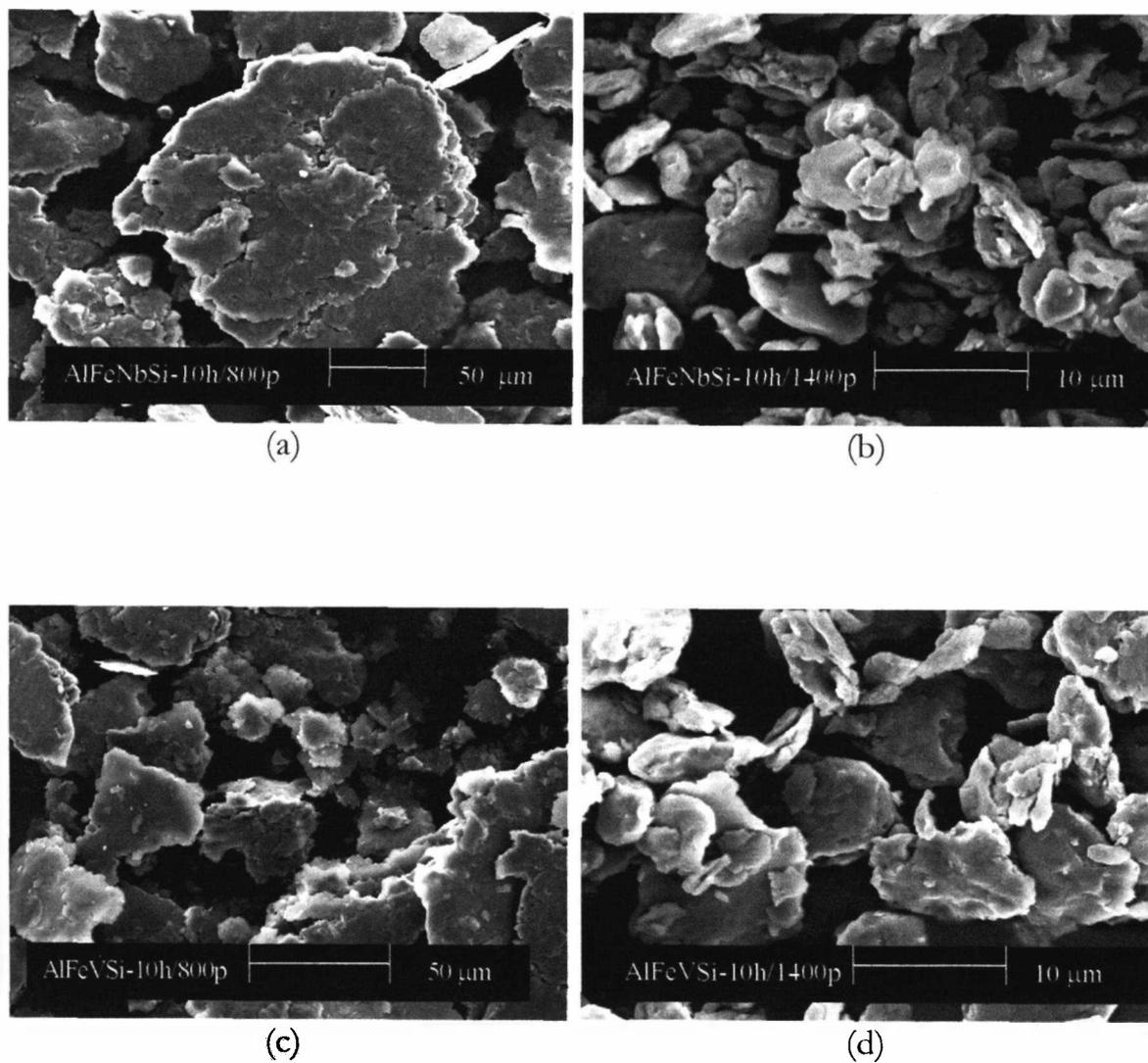


FIGURA 3.7: Morfologia dos pós observados no MEV, (a) AlFeNbSi- 10 h/ 800 rpm, (b) AlFeNbSi- 10 h/ 1400 rpm, (c) AlFeVSi- 10 h/ 800 rpm, (d) AlFeVSi- 10 h/ 1400 rpm.

Várias extrusões foram realizadas no equipamento de extrusão/compactação. As ligas $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at %) ($\text{X}=\text{V}$ ou Nb), foram extrudadas usando a mistura simples e usando os pós processados no moinho atritor, sendo que algumas destas ligas fazem parte dos resultados analisados nesta tese. A liga 86,5Al-12,0Si-1,5Cu (peso%), foi extrudada usando o pó processado no moinho atritor em 10 horas a 1400 rpm. A microestrutura destas ligas podem ser observadas na Fig. 3.8. As densidades teóricas e densidades pelo método hidrostático dessas ligas estão apresentadas na Tab. III.2. As ligas apresentadas nas Fig. 3.8(a,b,c,d,e) foram extrudadas com uma taxa de extrusão de 6:1 e na Fig. 3.8(f), a taxa de extrusão foi 20:1. Nas densidades experimentais apresentadas na Tab. III.2 confirmam que a densificação de 100 % desses materiais não dependem da razão de extrusão, mas sim da homogeneização das partículas de pó (dependem do processo de obtenção).

TABELA III.2: Densidade de algumas ligas extrudadas no equipamento

Liga	Densidade (g/cm^3)	
	Teórica	Experimental
AlFeNbSi-10h-1400rpm	2,99	2,99
AlFeNbSi-10h-800rpm	2,99	2,99
AlFeVSi-10h-1400rpm	2,95	2,95
AlFeVSi-10h-800rpm	2,95	2,95
AlSiCu-10h-1400rpm	2,68	2,68
AlFeNbSi-mistura simples	2,99	2,97

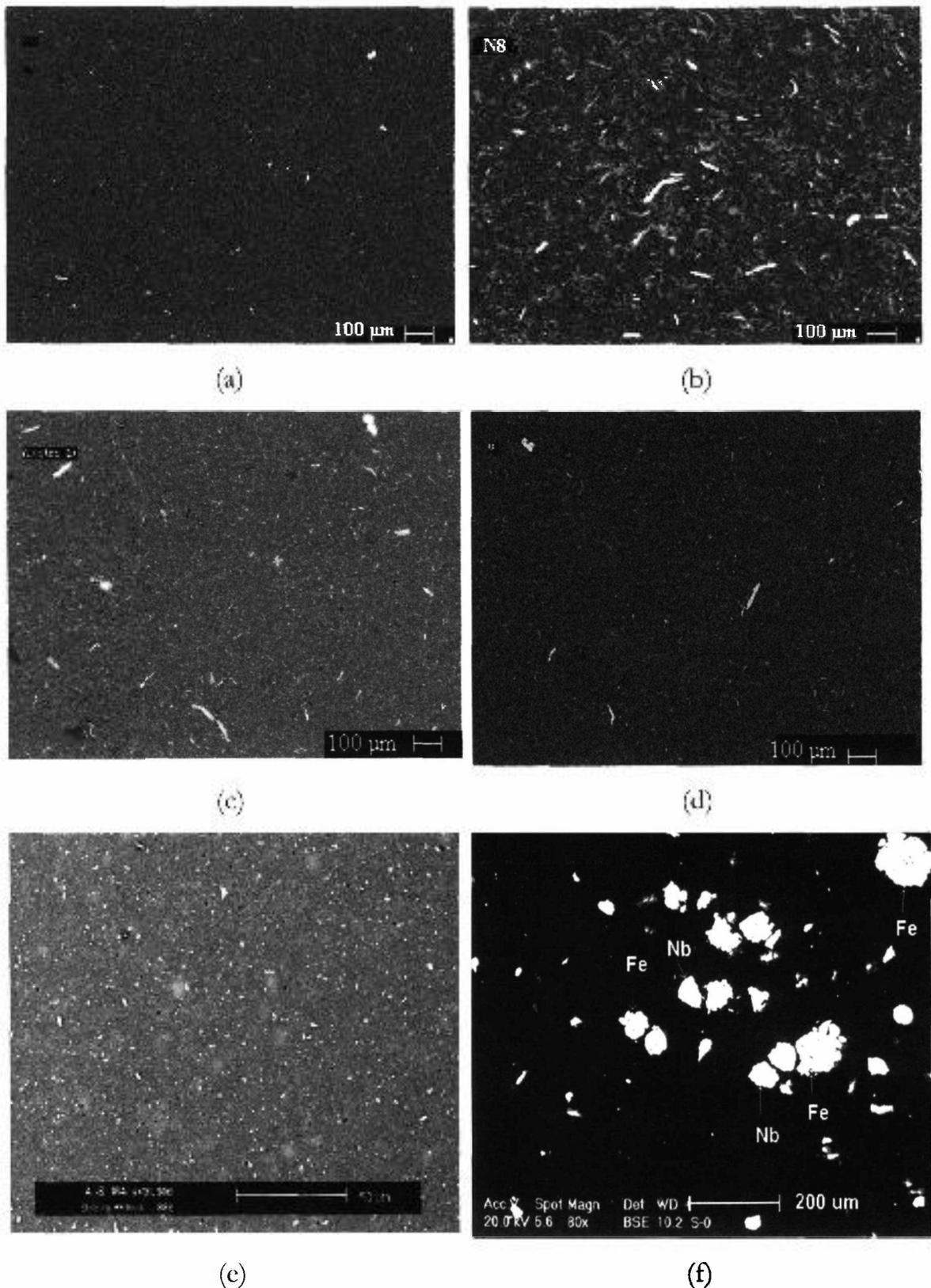


FIGURA 3.8: Microestrutura de algumas ligas extrudadas (a) AlFeNbSi-10h-1400rpm, (b) AlFeNbSi-10h-800rpm, (c) AlFeVSi-10h-1400rpm, (d) AlFeVSi-10h-800rpm, (e) AlSiCu-10h-1400rpm, (f) AlFeNbSi-mistura simples

Após a utilização do equipamento de laboratório atual na compactação, verificou-se que a densidade do tarugo, embora tenha atingido até 96% da densidade teórica, seria ainda melhor se a operação fosse realizada com dois pistões em sentidos opostos. Provavelmente um tarugo compactado, cuja densidade estivesse mais próxima da densidade teórica, facilitaria o processo de extrusão reduzindo a força de atrito da matriz com a parede do recipiente de extrusão. Para melhorar a compactação e conseguir densificação igual nas duas faces do tarugo o equipamento ideal está apresentado na Fig. 3.9.

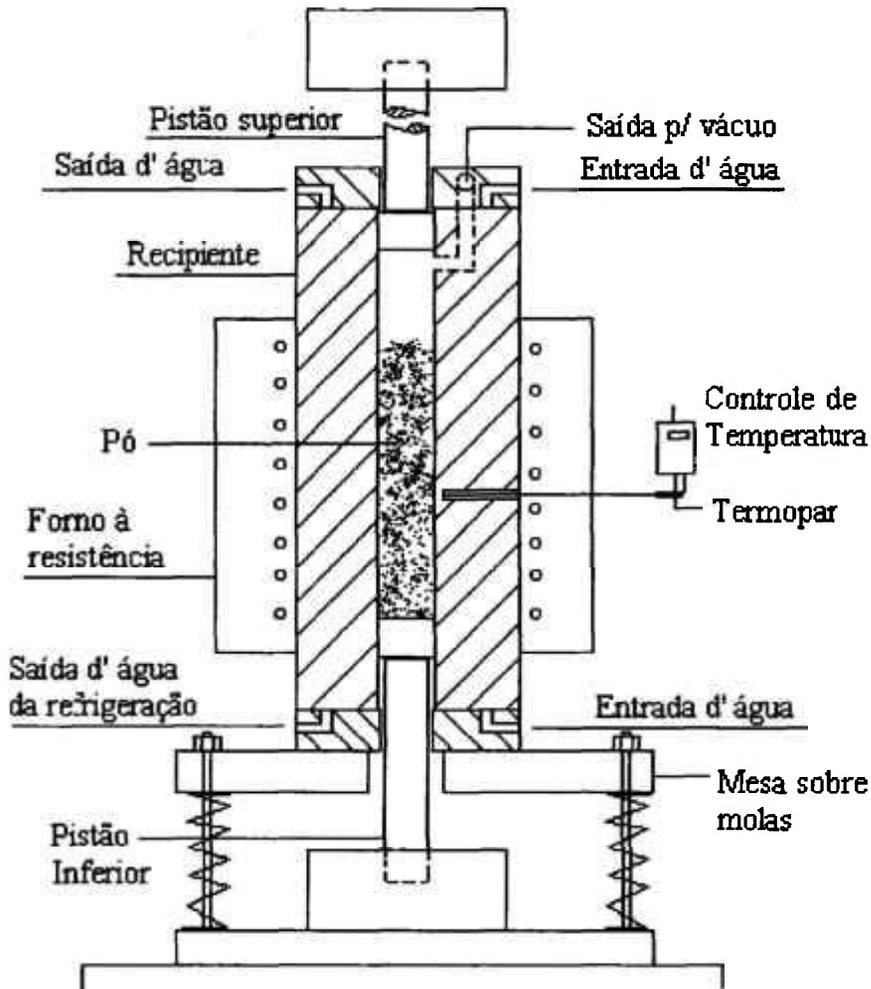


FIGURA 3.9: Equipamento de compactação a quente e a vácuo com pistão e contra-pistão em mesa sobre molas.

3.2. Difratomogramas de raios X.

Os difratogramas de raios X apresentados nesta seção permitem identificar algumas fases elementares e fases formadas durante o processamento, tanto na moagem de alta energia quanto no processo de consolidação por extrusão.

Uma situação que ocorreu nos ensaios de raios X foi a sobreposição dos picos de difração do ferro e do nióbio com os picos de difração do alumínio. Este fato não permitiu garantir a identificação destes dois elementos (Fe e Nb) utilizando os difratogramas. Outra consideração importante é a permanência do silício elementar no pó mesmo para longos tempos de moagem, como por exemplo 40 horas (visto nos difratogramas da Fig. 3.3), com seu desaparecimento após extrusão, indicando que sua reação é total na formação das novas fases. Os comentários específicos de cada material estão descritos nas seções a seguir.

3.2.1. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) (X=V ou Nb) durante 10 horas a 800 rpm

Os difratogramas de raios X dos pós, das barras, bruta de extrusão e tratada termicamente a 500 °C, durante 1 hora, das ligas $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) (X=V ou Nb) obtidos por moagem durante 10 horas a 800 rpm estão apresentados na Fig. 3.10 e 3.11.

No pó não foi identificada nenhuma nova fase além das fases elementares Al, V e Si já existentes nas partículas antes da moagem. O nióbio não foi indicado no difratograma porque seu primeiro pico de difração, sobrepõe ao pico de difração de 100 % do alumínio, e o seu segundo pico não tem intensidade para ser identificado.

Nas amostras das barras bruta de extrusão e recozida a 500 °C identificou-se a fase hexagonal $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ com parâmetros de rede $a=12,43 \text{ \AA}$ e $c=26,26 \text{ \AA}$.

Estequiometricamente esta fase pode ocupar uma fração volumétrica nominal máxima de até 22 %, tanto para a composição contendo AlFeNbSi, quanto para a composição que continha V. O cálculo desta fração volumétrica está apresentado no Anexo I.

Nos difratogramas das barras bruta de extrusão e tratada termicamente o pico de silício não é detectado, o que indica que esse elemento foi todo consumido para formação da fase hexagonal $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$. O V ainda continua sendo detectado.

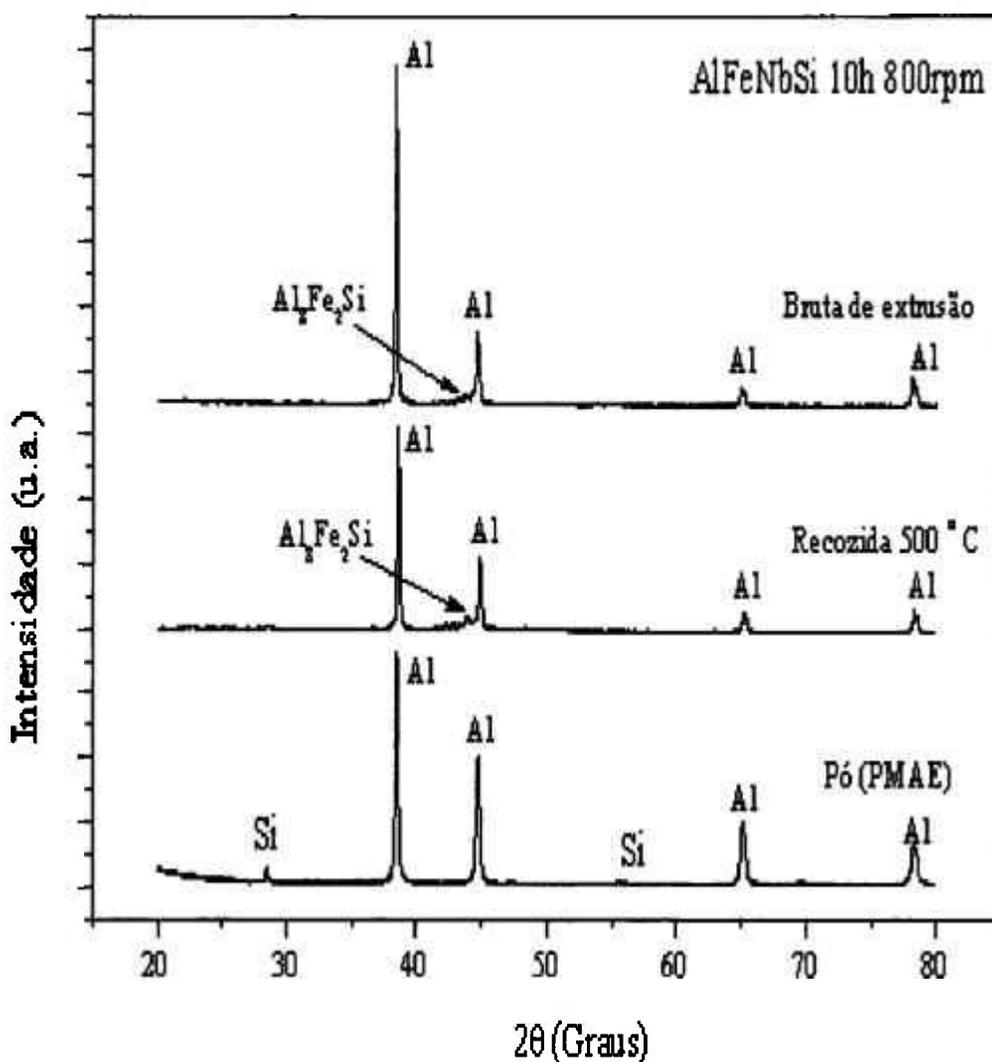


FIGURA 3.10: Difração de raios X do pó processado durante 10 h a 800 rpm, barra extrudada e barra recozida a 500 °C, 1 hora da liga $\text{Al}_{90,8}\text{Fe}_{6,2}\text{Nb}_{1,0}\text{Si}_{2,0}$ (at.%).

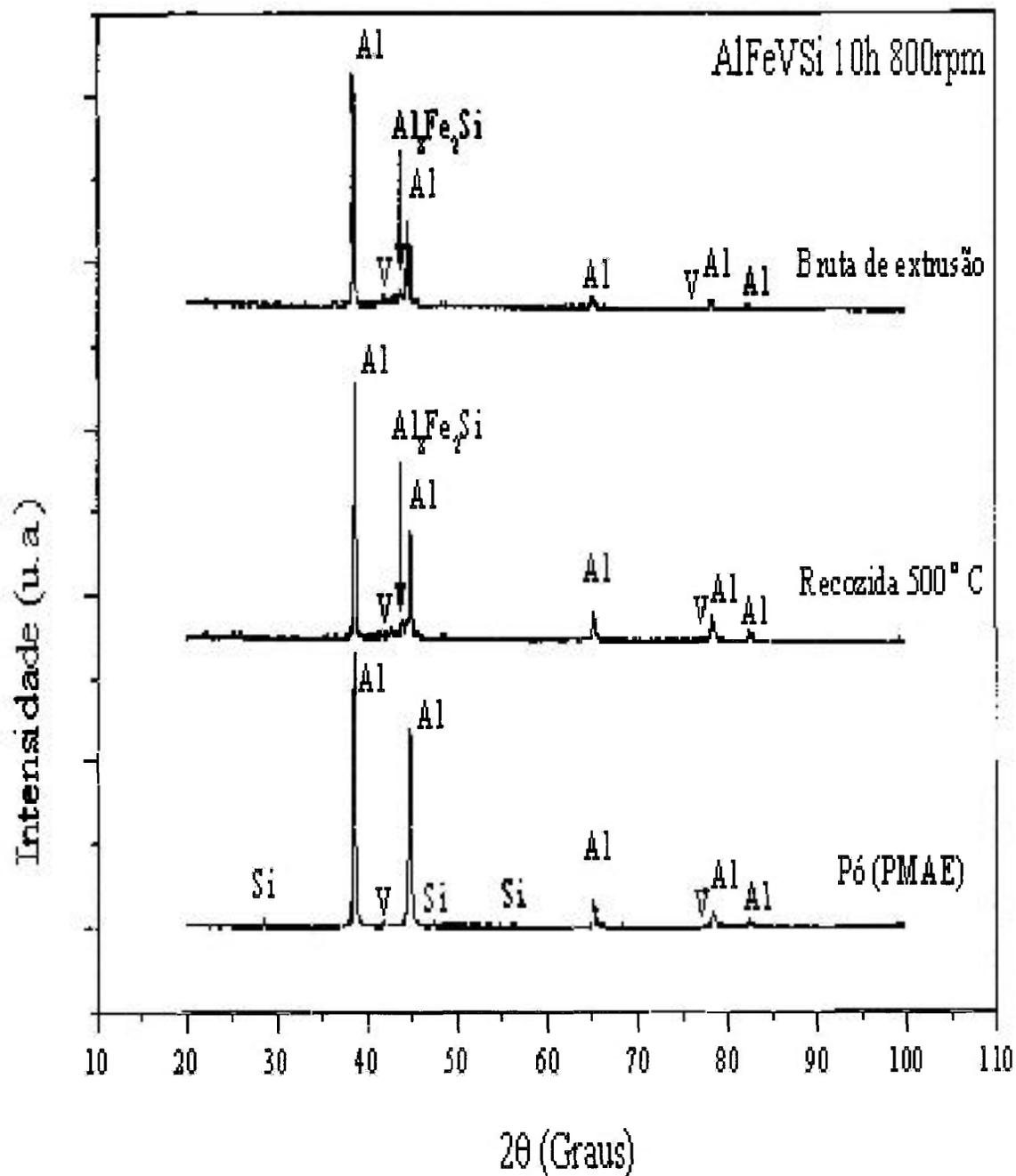


FIGURA 3.11: Difração de raios X do pó processado durante 10 h a 800 rpm, barra extrudada e barra recozida a 500 °C, 1 hora da liga $\text{Al}_{90,8}\text{Fe}_{6,2}\text{V}_{1,0}\text{Si}_{2,0}$ (at.%).

3.2.2. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) (X=V ou Nb) durante 10 horas a 1400 rpm

Os difratogramas de raios X dos pós, das barras, bruta de extrusão e tratada termicamente, das ligas $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) (X=V ou Nb) durante 10 horas a 1400 rpm estão apresentados na Fig. 3.12 e 3.13.

No pó do material contendo Nb identificou-se a fase tetragonal AlNb_2 com parâmetros de rede $a=9,97 \text{ \AA}$ e $c=5,17 \text{ \AA}$. A fase AlNb_2 identificada no pó processado, permaneceu nas barras bruta de extrusão e recozida a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ indicando sua estabilidade nesta temperatura, embora tenha sido formada durante o PMAE. No pó do material contendo V não foi identificada nenhuma nova fase; apenas os picos de difração dos elementos Al, V e Si.

Nas amostras das barras extrudadas nas duas composições, identificou-se a fase cúbica de corpo centrado $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{X})_3\text{Si}$. Esta fase manteve-se estável após o recozimento a $500 \text{ }^\circ\text{C}$. Ela é obtida em ligas Al-Fe-V-Si solidificadas rapidamente (Skinner, et al., 1986, Franck; Hawk, 1989; Rodriguez; Skinner, 1990). Ela não possui o padrão JCPDS, portanto foi identificada com base nos difratogramas apresentados em estudos encontrados na literatura (Srivastava, Ojha e Ranganathan, 1998, Zheng, et al., 2000). O estudo de Srivastava, Ojha e Ranganathan, (1998) apresenta difratograma da fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ obtida para liga com V. Nesse estudo a liga foi obtida via atomização a gás e conformação por spray na composição $\text{Al}_{80}\text{Fe}_{10}\text{V}_4\text{Si}_6$ (at.%). Esta fase foi obtida também em pó (Al-Fe-V-Si) submetido ao PMAE em moinho vibratório durante 24 horas seguido de tratamento térmico durante 20 minutos a $350 \text{ }^\circ\text{C}$ (Zheng, et al., 2000).

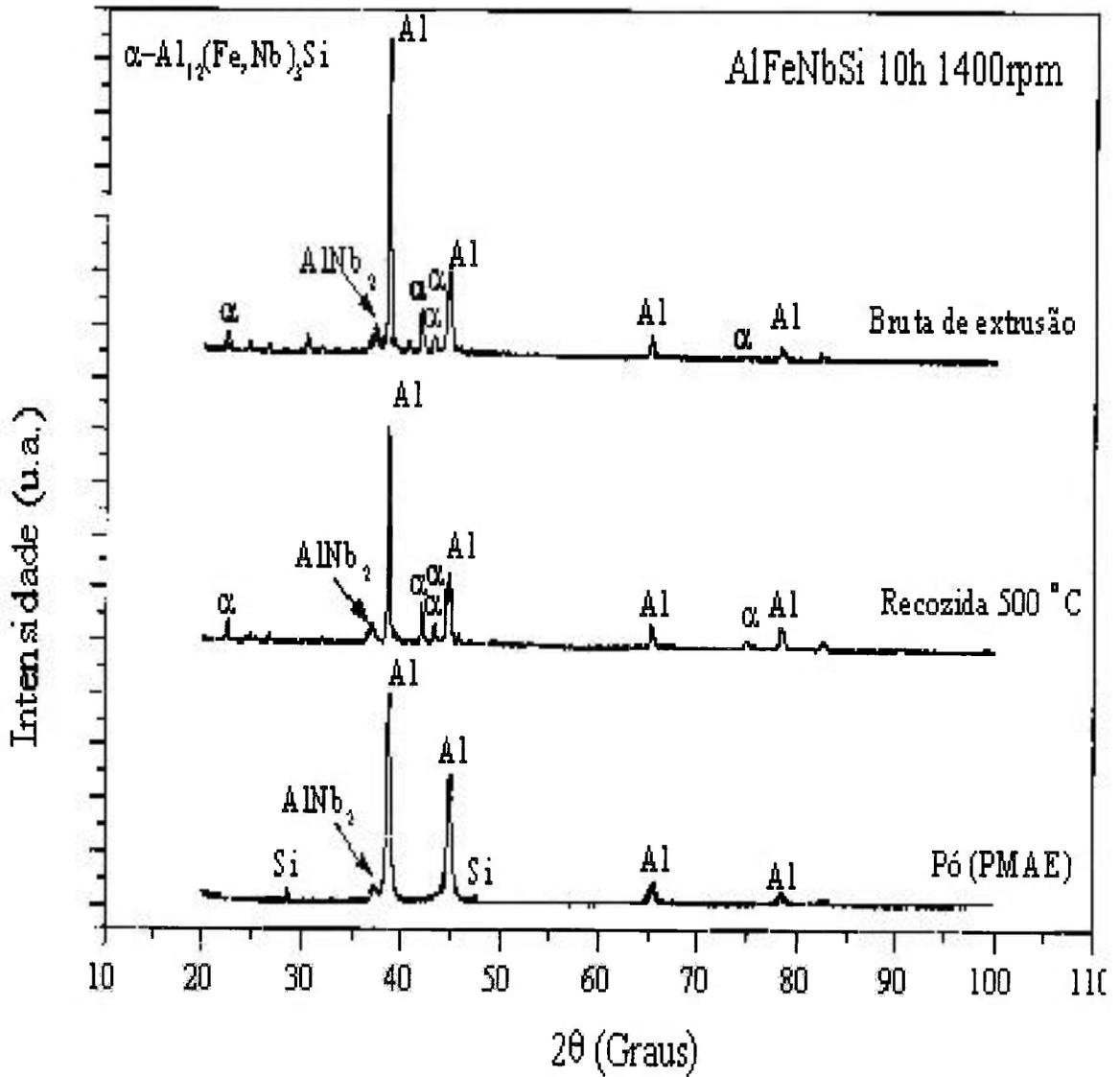


FIGURA 3.12: Difração de raios X do pó processado durante 10 h a 1400 rpm, barra extrudada e barra recozida a 500 °C, 1 hora, liga $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at.%).

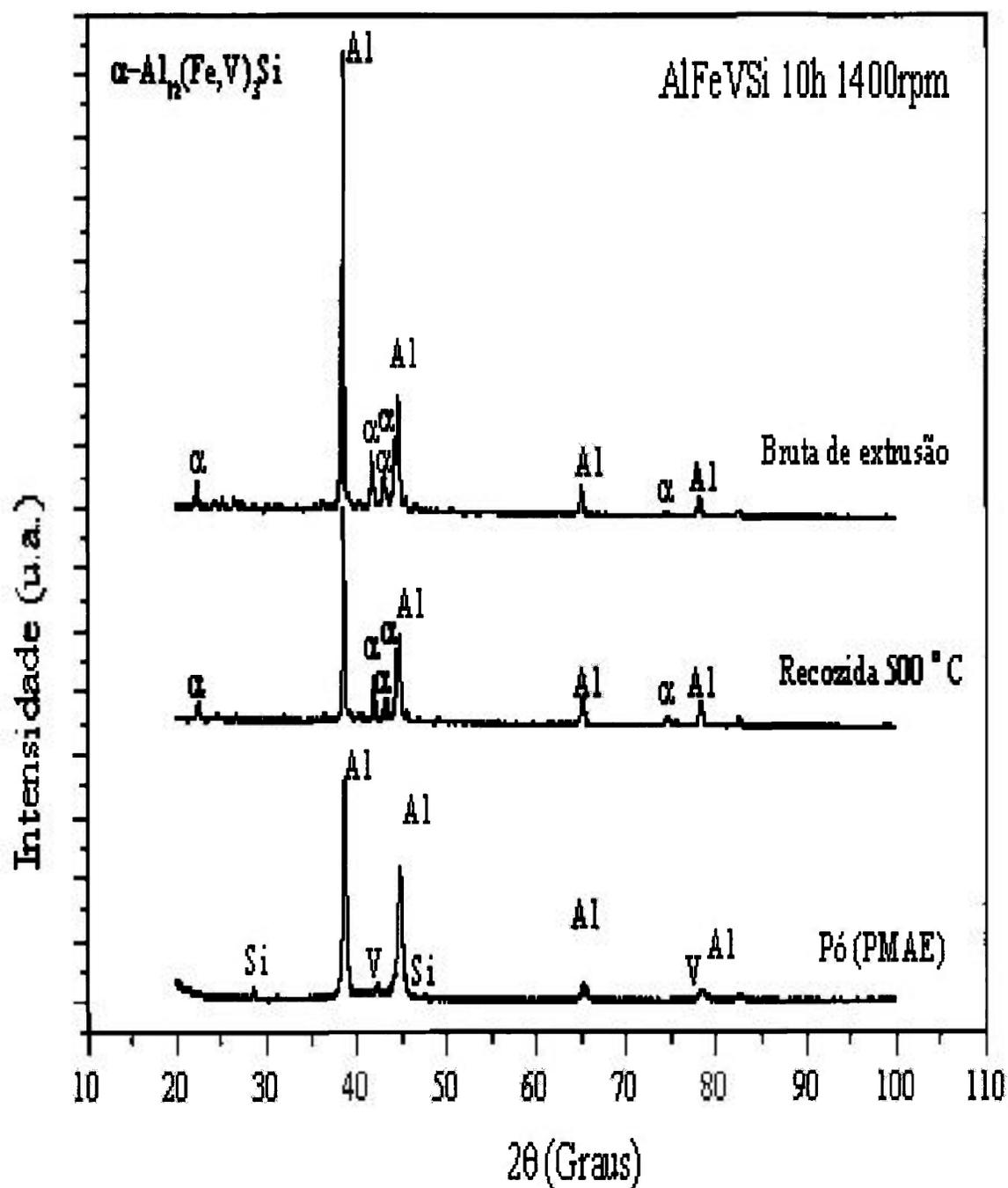


FIGURA 3.13: Difração de raios X do pó processado durante 10 h a 1400 rpm, barra extrudada e barra recozida a 500 °C, 1 hora, liga $\text{Al}_{90.8}\text{-Fe}_{6.2}\text{-V}_{1.0}\text{-Si}_{2.0}$ (at.%).

3.2.3. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) durante 5 horas a 1400 rpm e 20 horas a 800 rpm

Os difratogramas de raios X dos pós processados durante 5 horas a 1400 rpm e 20 horas a 800 rpm e das barras bruta de extrusão da ligas $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) estão apresentados na Fig. 3.14 e 3.15.

No pó não foi identificada nenhuma nova fase; apenas os picos de difração dos elementos Al, V e Si. Nas amostras das barras extrudadas, identificou-se a fase cúbica de corpo centrado $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$.

Portanto pode-se afirmar que a formação desta fase ocorreu devido ao aquecimento do pó durante o processo de consolidação para as ligas obtidas durante 5 e 10 horas a 1400 rpm e durante 20 horas a 800 rpm como observado nos difratogramas das Fig. 3.10, 3.11, 3.12 e 3.13.

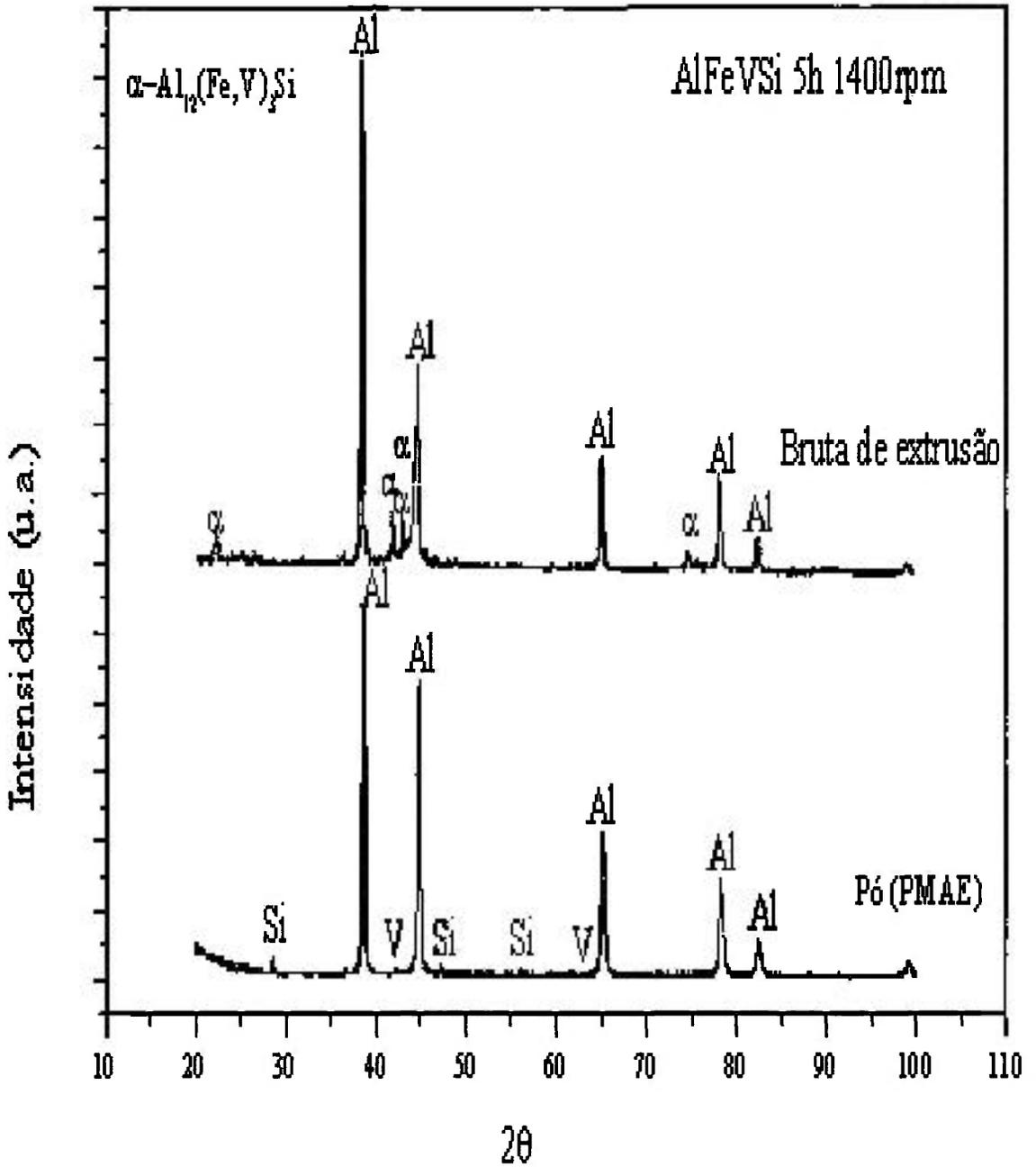


FIGURA 3.14: Difração de raios X do pó processado durante 5 h a 1400 rpm e barra extrudada, liga $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at.%).

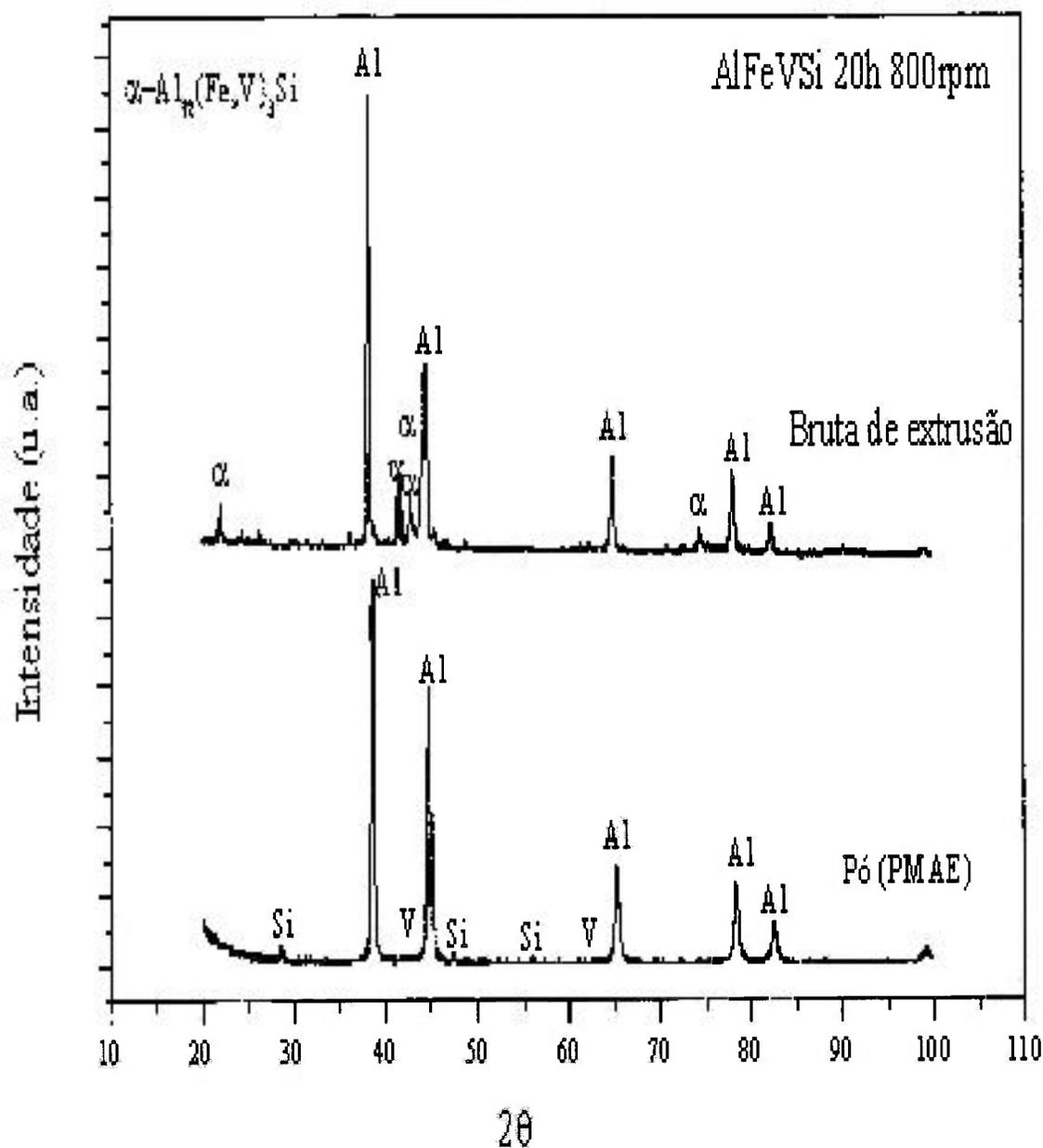


FIGURA 3.15: Difração de raios X do pó processado durante 20 h a 800 rpm e barra extrudada, liga $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at.%).

3.2.4. Comparação entre resultados obtidos por análise térmica e difração de raios X

As curvas apresentadas na Fig. 3.16 correspondem ao resultado do DSC da mistura do pó elementar (0 hora), dos pós obtidos durante 10 e 40 horas de moagem a 1400 rpm para a composição $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %).

A curva para 0 hora que corresponde à mistura inicial não apresenta nenhuma mudança.

No início da curva para 10 horas de moagem aparece uma pequena alteração (ponto 1) que pode estar associado com a recuperação dos defeitos na rede cristalina do alumínio. No ponto 2 desta mesma curva ocorre um pico exotérmico por volta de 345 °C iniciando em 276 °C e terminando em 410 °C. Este pico exotérmico está associado a uma mudança de fase e indica a provável formação da fase estável $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$.

Na curva para 40 horas de moagem ocorre duas pequenas alterações (pontos 3 e 4) que podem estar associadas com a recuperação dos defeitos na rede cristalina do alumínio. No ponto 5 desta mesma curva ocorre um pico exotérmico (ponto 5), mais intenso que o pico da curva de 10 horas, por volta de 300 °C iniciando em 281 °C e terminando em 353 °C, este pico exotérmico está associado a provável formação da fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$.

O difratograma de raios X do pó $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) tratado à temperatura de 350 °C durante 10 minutos está representado na Fig. 3.17. Pode-se observar que houve o aparecimento do pico de difração de raios X da fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$ indicando que esta fase é formada em torno de 300 °C no pó processado durante 40 horas no moinho atritor.

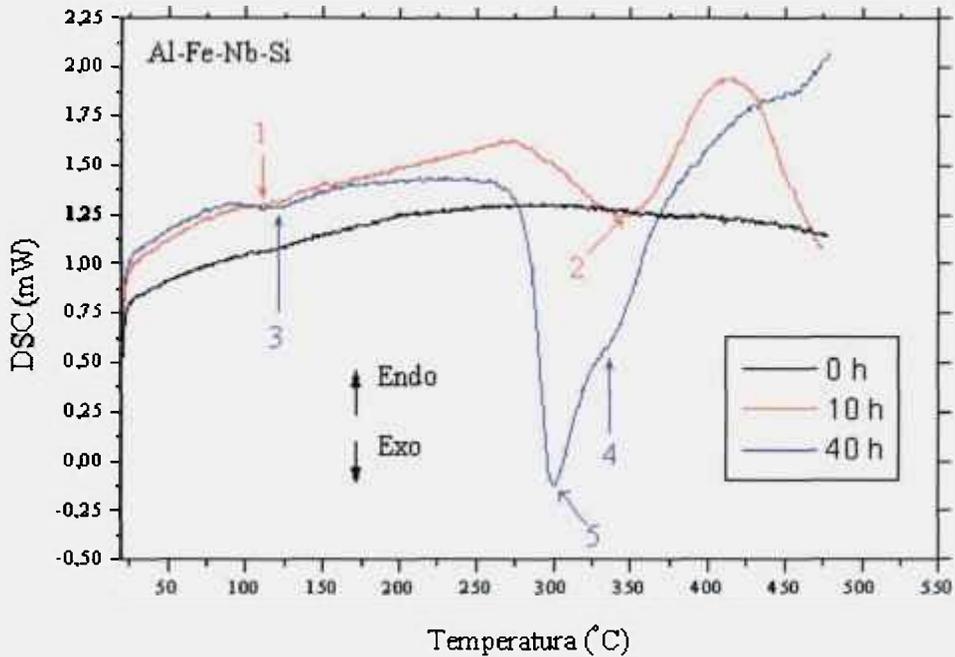


FIGURA 3.16: Curvas de DSC dos pós $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %), mistura elementar 0 hora, moagem durante 10 e 40 h a 1400 rpm.

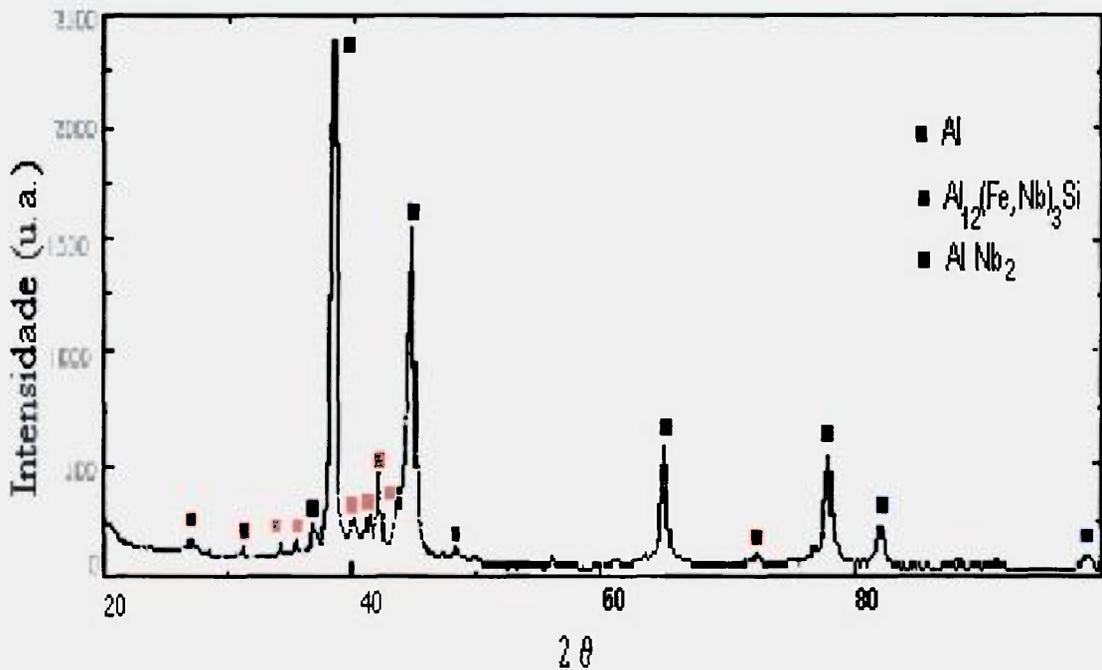


FIGURA 3.17: Difratoograma de raios X do pó $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) obtido durante 40 horas de moagem e recozido à temperatura de 350 °C por 10 minutos.

3.3. Microestrutura das ligas extrudadas

3.3.1. Microscopia eletrônica de varredura

3.3.1.1. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) durante 10 horas a 800 rpm

A imagem formada pelo processamento do sinal elétrons retro-espalhados e mapeamento dos elementos obtidos no MEV com amostra da barra bruta de extrusão, partindo do pó obtidos durante 10 horas de moagem a 800 rpm, estão representadas na Fig. 3.18. Na microanálise realizada por EDS (Espectrometria por Dispersão de Energia) (Fig. 3.18a) identificou-se as partículas de Fe, Nb ainda na forma elementar: O Si não foi detectado na forma elementar por esta técnica, o que já havia sido verificado no difratograma de raios X, sugerindo seu consumo total. O mapeamento dos elementos, Fig. 3.18(b,c), obtidas no MEV, referentes à imagem retroespalhada da Fig. 3.18(a), observam-se regiões de concentração do Fe e do Nb. As regiões de concentrações são correspondentes às partículas elementares de Fe e Nb que não desapareceram. O Si não apresenta regiões de concentração mais intensas (Fig. 3.18d).

3.3.1.2. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-Nb}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) durante 10 horas a 1400 rpm

A imagem de elétrons retro- espalhados e o mapeamento dos elementos da amostra da barra extrudada, partindo do pó obtido durante 10 horas de moagem a 1400 rpm, são mostradas na Fig. 3.19. Na microanálise realizada em pontos (sobre às partículas) representada na imagem da Fig. 3.19(a), são observadas apenas as partículas elementares do Nb, este apresentando-se na forma alongada, com dimensão inferior a 10 μm . O Fe e o Si não foram identificados na forma elementar, o que sugere que esses dois elementos, como

também grande parte do Nb, reagiram para formar as novas fases identificadas no difratograma de raios X do material após extrusão.

No mapeamento dos elementos, Fig. 3.19(b,c,d), correspondentes à micrografia da Fig. 3.19(a), a distribuição dos três elementos ocorreu de forma mais homogênea. Apesar da melhor distribuição, observam-se ainda regiões de maior concentração do Nb, cujas partículas elementares, embora muito mais finas que no material obtido a 800 rpm apresentado no mapeamento do elemento da Fig. 3.18(c), também não sumiram completamente. Por estas duas técnicas utilizadas, EDS e mapeamento dos elementos, nos casos do Fe e Si, não foram observadas partículas elementares (Fig. 3.19a) e não se notam regiões de concentração dos dois elementos, Fig.(b,d).

As fases nas composições Al_8Fe_2Si , $AlNb_2$ e $Al_{12}(Fe,Nb)_3Si$, detectadas anteriormente nos difratogramas de raios X, não foram identificadas por EDS no MEV, pois as amostras do material extrudado preparadas para a microscopia eletrônica de varredura não apresentaram suficiente resolução para se observar os precipitados, cujas dimensões foram inferior a 500 nm.

Comparando as imagens retroespalhadas das Fig. 3.18(a) e 3.19(a), pode-se concluir que as partículas do material extrudado constituído pelo pó obtido em 1400 rpm na composição $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-Nb_{1,0}-Si_{2,0}$ (at. %) são bem menores que aquelas obtidas a partir do pó processado a 800 rpm.

3.3.1.3. $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (at. %) durante 10 horas a 800 rpm

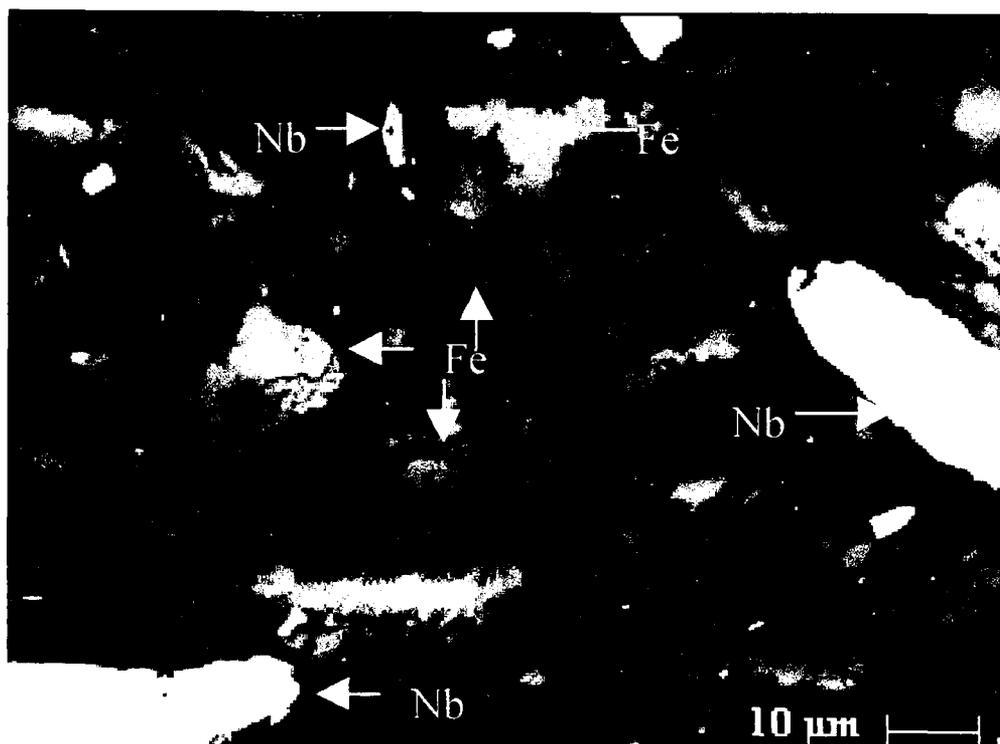
Apresenta-se na Fig. 3.20 a imagem dos elétrons retro- espalhados e o mapeamento dos elementos da amostra da barra bruta de extrusão, utilizando o pó na composição $Al_{90,8}-Fe_{6,2}-V_{1,0}-Si_{2,0}$ (at. %), processado por 10 horas a 800 rpm. Na microanálise por EDS em pontos (sobre as partículas), Fig. 3.20(a), identificaram-se algumas partículas elementares de Fe e V distribuídas na matriz Al. O Si não foi observado como partícula elementar, o que sugere também que

este elemento foi consumido na formação da fase $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ após extrusão. No mapeamento dos elementos, imagem obtida no MEV, Fig. 3.20(b,c) observam-se regiões de concentração dos elementos Fe e V, respectivamente, o Si também não apresenta regiões mais intensas, Fig. 3.20(d).

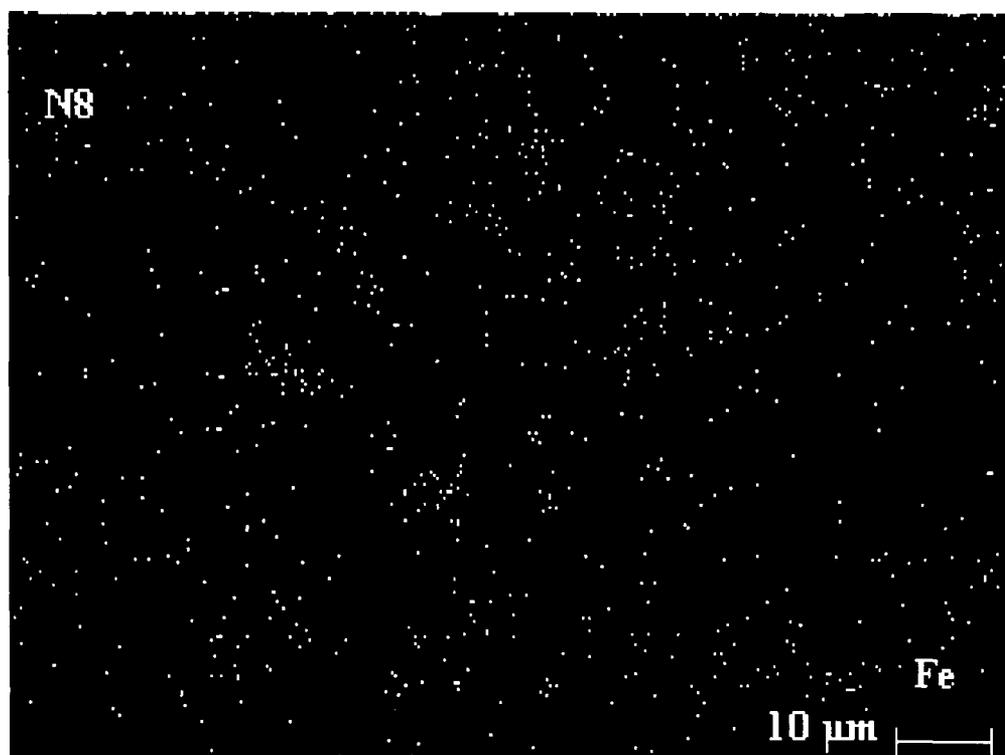
3.3.1.4. $\text{Al}_{90,8}\text{-Fe}_{6,2}\text{-V}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ (at. %) durante 10 horas a 1400 rpm

No material processado durante 10 horas a 1400 rpm, identificou-se também partículas elementares de Fe e V, Fig. 3.21(a); entretanto, são partículas mais finas que no material extrudado do pó a 800 rpm. Na microanálise deste material também não foi observado o Si na forma de partícula elementar, o que sugere que este elemento foi consumido na formação da fase $\text{Al}_{12}(\text{Fe,V})_3\text{Si}$ identificada no difratograma de raios X. No mapeamento dos elementos, imagens apresentadas na Fig. 3.21(b,c), correspondentes à micrografia da Fig. 3.21(a), o Fe e V, ficaram melhor distribuídos que na liga a 800 rpm. As partículas elementares de Fe e V, ficaram ligeiramente mais finas que no caso da Fig. 3.20(a), também não sumiram completamente. No caso do Si, Fig. 3.21(d), não se notam regiões de concentração, sugerindo seu consumo total para formar a fase $\text{Al}_{12}(\text{Fe,V})_3\text{Si}$.

O mapeamento dos elementos, juntamente com as imagens de elétrons retro-espalhados, permitem afirmar que o Nb influencia de maneira mais acentuada no refinamento microestrutural que o V, pois as partículas elementares de Fe, não detectadas na composição contendo Nb (Fig.19(a)), para o material extrudado do pó a 1400 rpm, são detectadas no material na composição que continha V (Fig.21(a)). Esta afirmação anterior indica que o Nb, por ser mais denso que o V cerca de 30%, suas partículas elementares, acabam servindo como meio de moagem, ou seja, elas atuam como micro-esferas que proporcionam maior energia ao sistema de moagem.

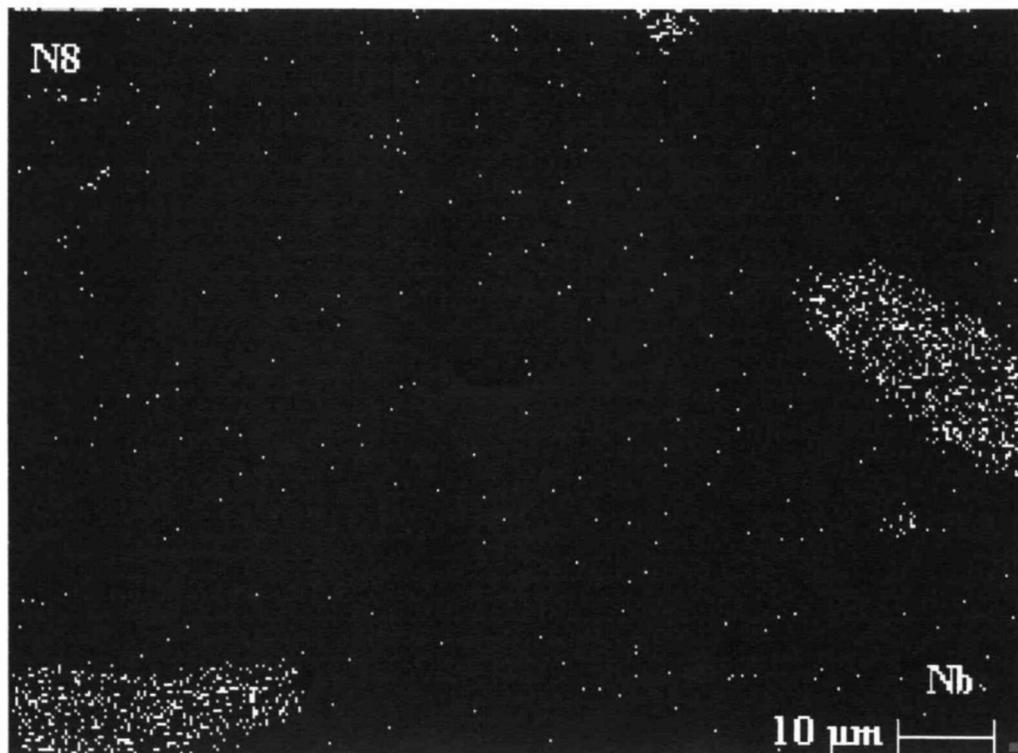


(a)

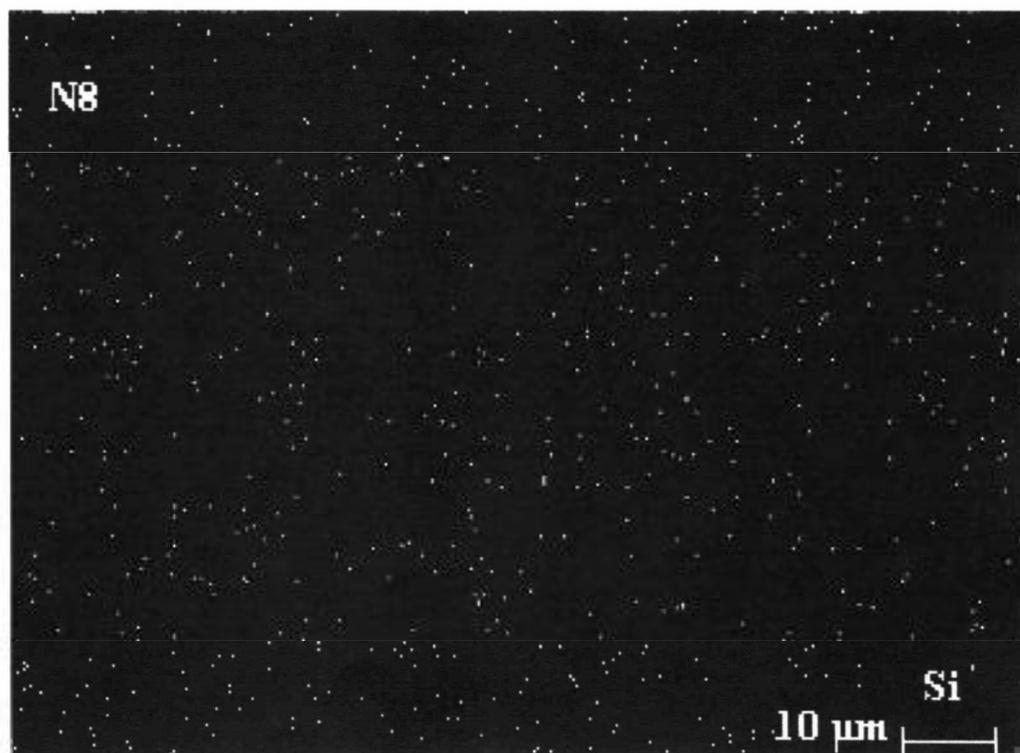


(b)

FIGURA 3.18(a,b): Microscopia eletrônica de varredura da amostra AlFeNbSi 10 h 800 rpm bruta de extrusão (a) imagem de elétrons retro- espalhados, (b) mapeamento do Fe.

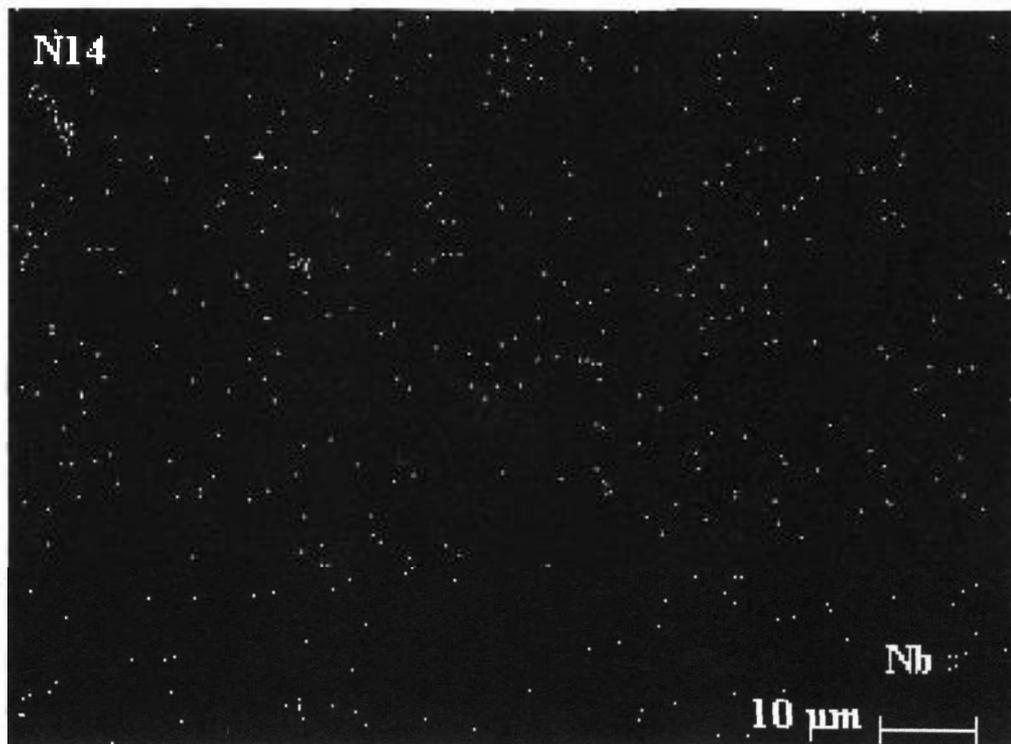


(c)

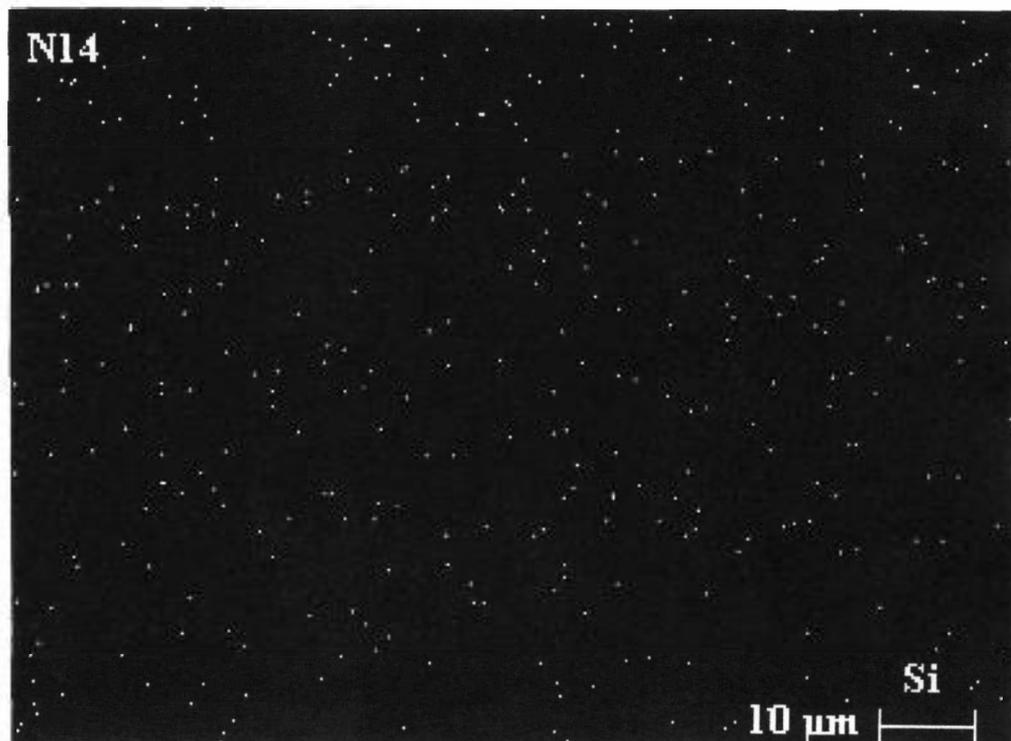


(d)

FIGURA 3.18(c,d): Microscopia eletrônica de varredura da amostra AlFeNbSi 10 h 800 rpm bruta de extrusão, (c) mapeamento do Nb, (d) mapeamento do Si.

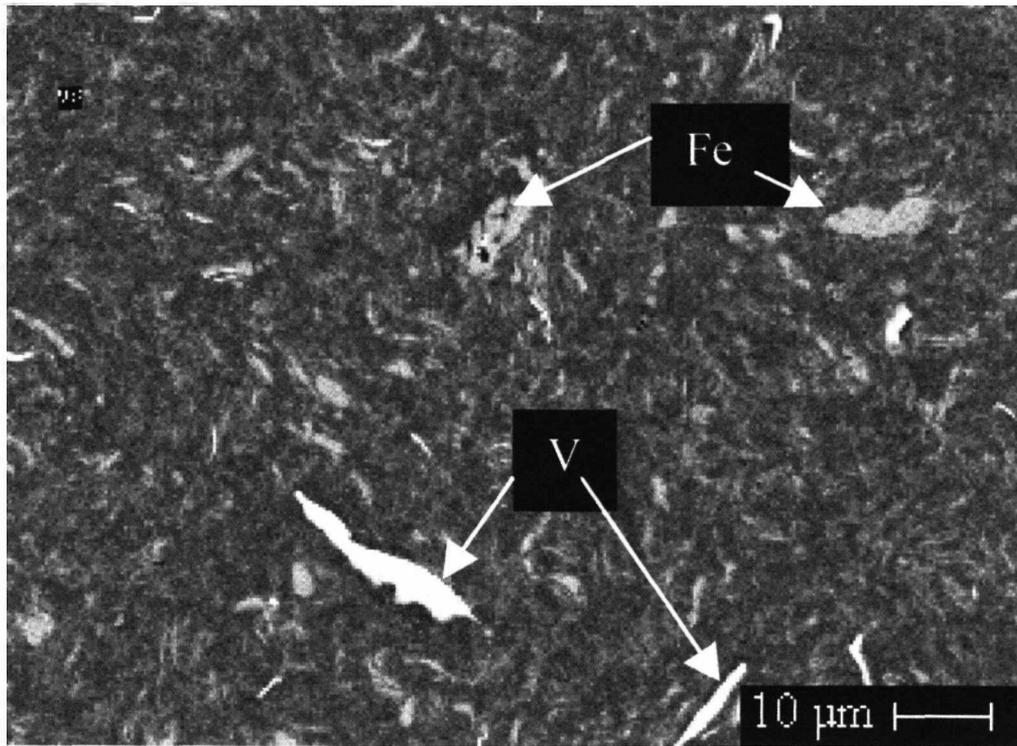


(c)

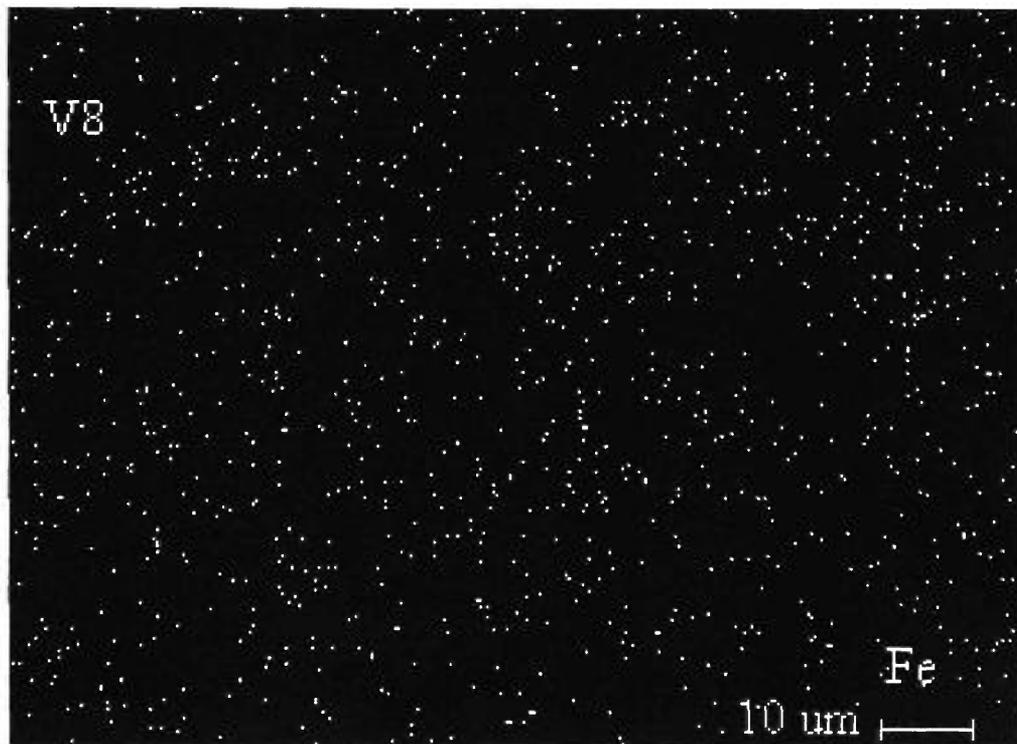


(d)

FIGURA 3.19(c,d): Microscopia eletrônica de varredura da amostra AlFeNbSi 10 h 1400 rpm bruta de extrusão, (c) mapeamento do Nb, (d) mapeamento do Si.

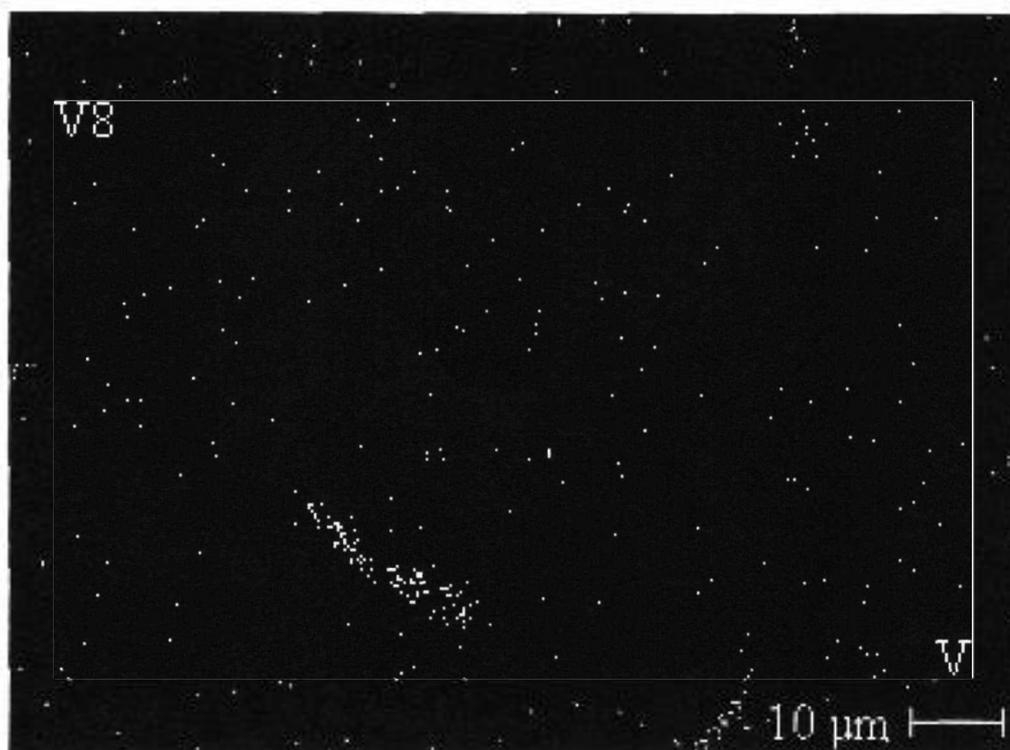


(a)

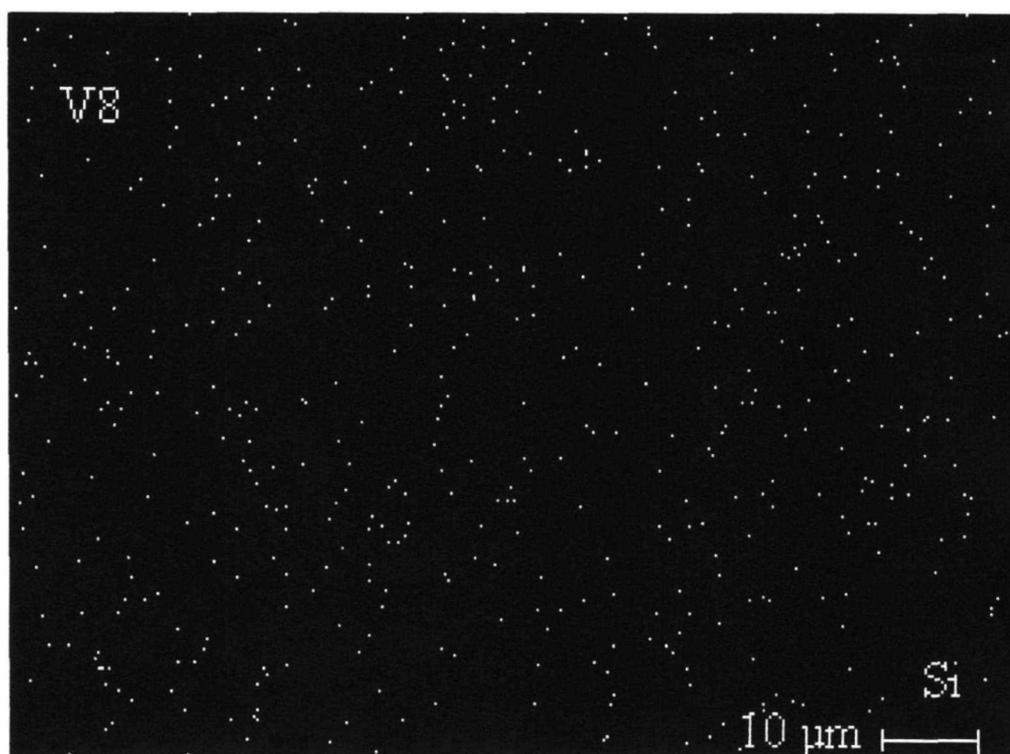


(b)

FIGURA 3.20(a,b): Microscopia eletrônica de varredura da amostra AlFeVSi 10 h 800 rpm bruta de extrusão, (a) imagem de elétrons retro- espalhado, (b) mapeamento do Fe.



(c)



(d)

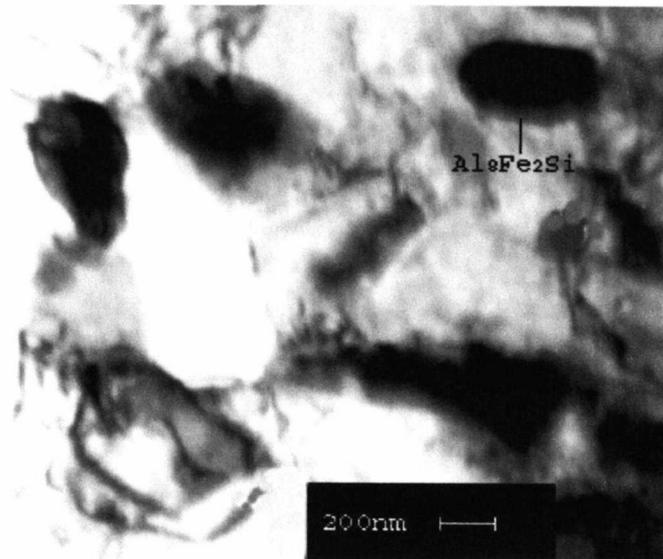
FIGURA 3.20(c,d): Microscopia eletrônica de varredura da amostra AlFeVSi 10 h 800 rpm bruta de extrusão, (c) mapeamento do V, (d) mapeamento do Si.

3.3.2. Microscopia eletrônica de transmissão

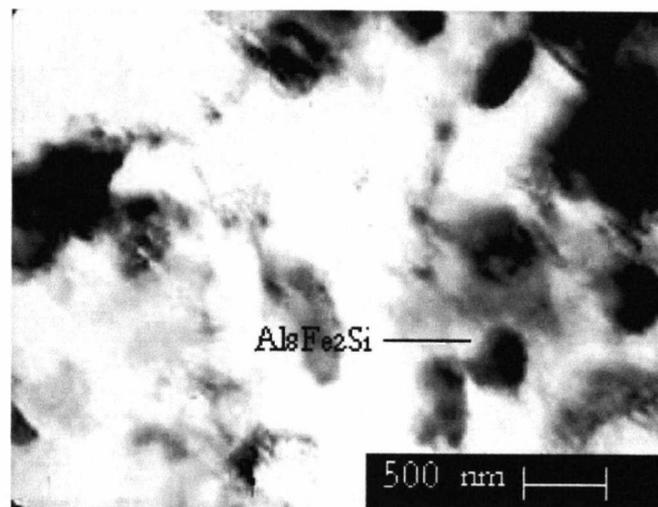
Nas imagens observadas no microscópio eletrônico de transmissão das amostras das ligas AlFeNbSi e AlFeVSi (10 h, 800 rpm) brutas de extrusão, identificou-se a fase $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, detectada por difração de raios X. Esta fase apresenta morfologia aproximadamente esférica e diâmetro em torno de 500 nm, e está representada na Fig. 3.22.

Na microestrutura da liga AlFeNbSi (10 h 1400 rpm), formaram-se dois tipos diferentes de precipitados. Um tipo de precipitado apresenta morfologia poligonal, diâmetro na faixa de 50 a 65 nm e fração volumétrica nominal de aproximadamente 1 %, cuja composição é rica em Nb e Al (fase AlNb_2). Esta fase foi identificada na difração de raios X, tanto para o pó como amostra da barra extrudada. Uma imagem de campo escuro da fase AlNb_2 está apresentada na Fig. 3.23 e o espectro referente a esta imagem está representado na Fig. 3.24.

O outro tipo de precipitado apresenta morfologia aproximadamente esférica ou poligonal, diâmetro na faixa de 20 a 45 nm e podendo apresentar fração volumétrica nominal máxima de até 31 %, cuja composição ($\text{Al}_{77,95}\text{Fe}_{13,55}\text{Nb}_{2,97}\text{Si}_{5,53}$ at%), observada por EDS, corresponde à fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$ identificada na difração de raios X. Após recozimento da barra extrudada, durante uma hora, a 500 °C, resfriada ao forno, nota-se que a microestrutura dessa liga manteve-se estável tanto para a fase AlNb_2 quanto para a fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$. Para garantir que a identificação destas fases estivesse correta, as amostras foram varridas no microscópio de transmissão em praticamente todas as áreas finas possíveis de penetração do feixe, portanto, uma série de imagens foram fotografadas com aumentos diferentes e algumas estão apresentadas na Fig. 3.25. O espectro referente a imagem da fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$ na liga bruta de extrusão está apresentado na Fig. 3.26. O cálculo da fração volumétrica de precipitados AlNb_2 e $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Nb})_3\text{Si}$ estão apresentados no Anexo I.



(a)



(b)

FIGURA 3.22: Micrografia das ligas obtidas durante 10 h a 800 rpm, bruta de extrusão identificando a fase $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, (a) AlFeNbSi , (b) AlFeVSi .

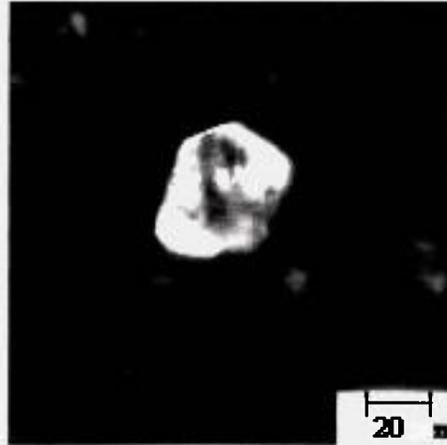


FIGURA 3.23: Imagem de campo escuro da fase AlNb_2 .

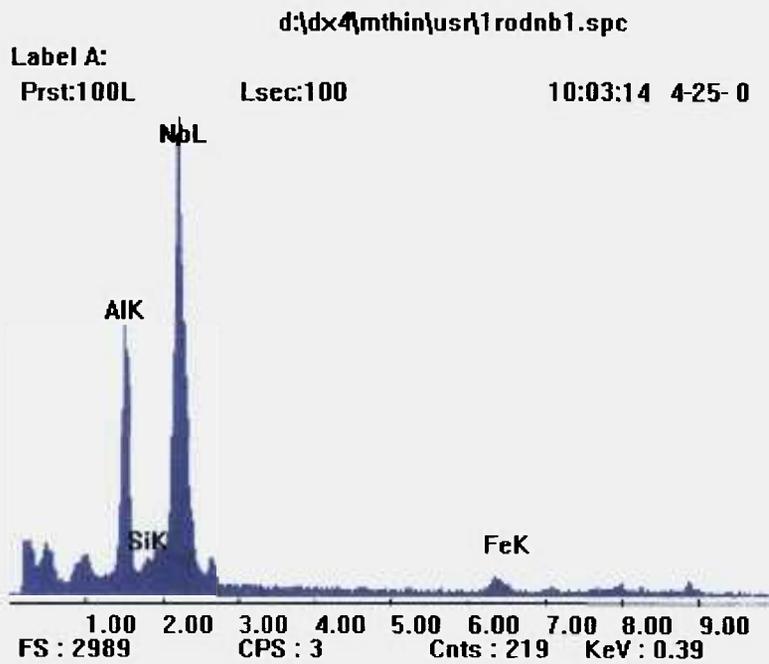


FIGURA 3.24: Espectro obtido no microscópio eletrônico de transmissão referente a fase AlNb_2 apresentada na imagem da Fig. 3.23

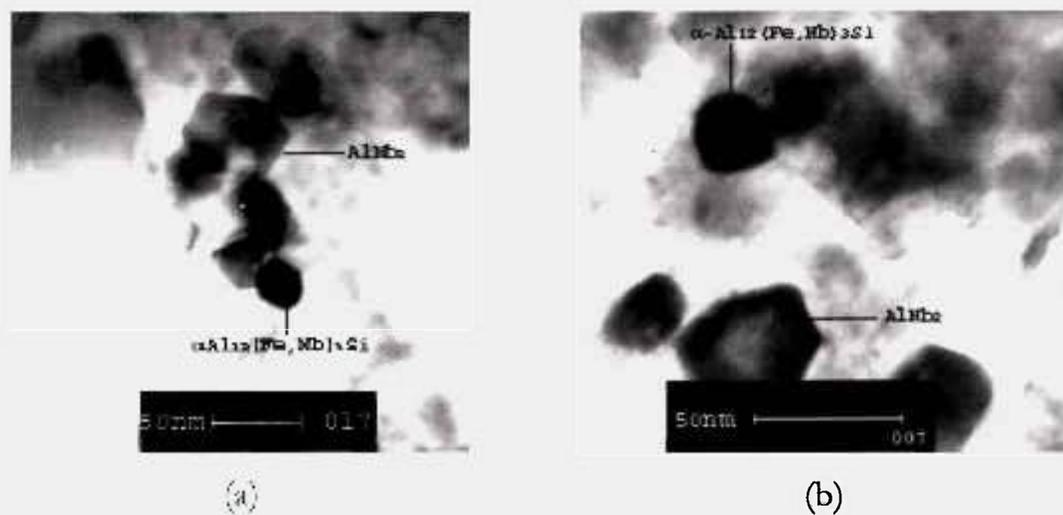


FIGURA 3.25: Micrografia da liga AlFeNbSi (10 h 1400 rpm) (a) bruta de extrusão (b) recozida durante 1 hora a 500 °C.

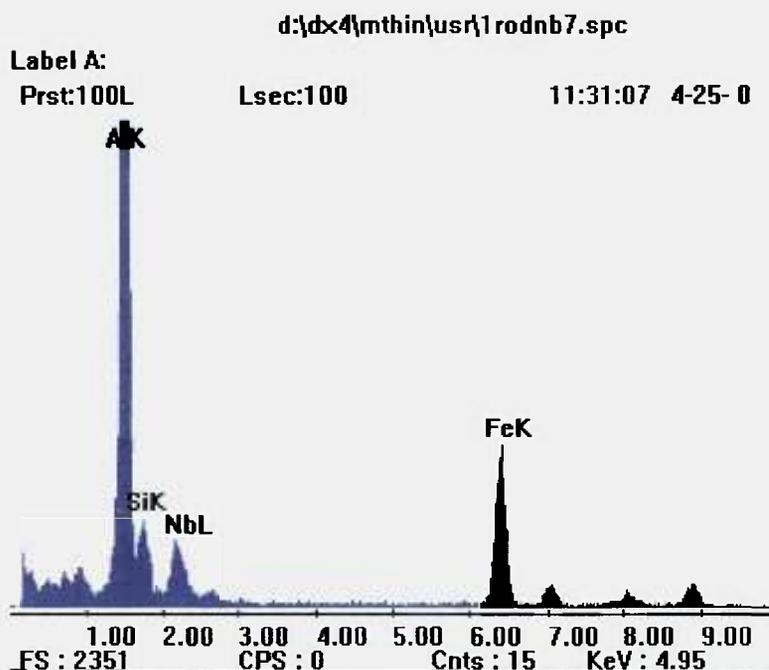


FIGURA 3.26: Espectro obtido no microscópio eletrônico de transmissão referente a fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{Nb})_3\text{Si}$ apresentada na imagem da Fig. 3.25a.

Na microanálise por EDS realizada no microscópio eletrônico de transmissão, imagem da Fig. 3.27 observou-se que a microestrutura da liga AlFeVSi (10 h 1400 rpm) formou um tipo de precipitado que apresenta morfologia aproximadamente esférica ou poligonal e diâmetro na faixa de 50 a 100 nm. A fase precipitada $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ foi determinada por EDS e apresentou a seguinte composição: $(\text{Al}_{77,29}\text{Fe}_{10,53}\text{V}_{5,23}\text{Si}_{6,95} \text{ at.}\%)$. O espectro referente a imagem da fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ da composição encontrada no MET na liga bruta de extrusão está apresentado na Fig. 3.28 . A fração volumétrica, calculada estequiometricamente pode atingir um valor nominal máximo de até 31 %. O cálculo da fração volumétrica desta fase está apresentado no Anexo I.

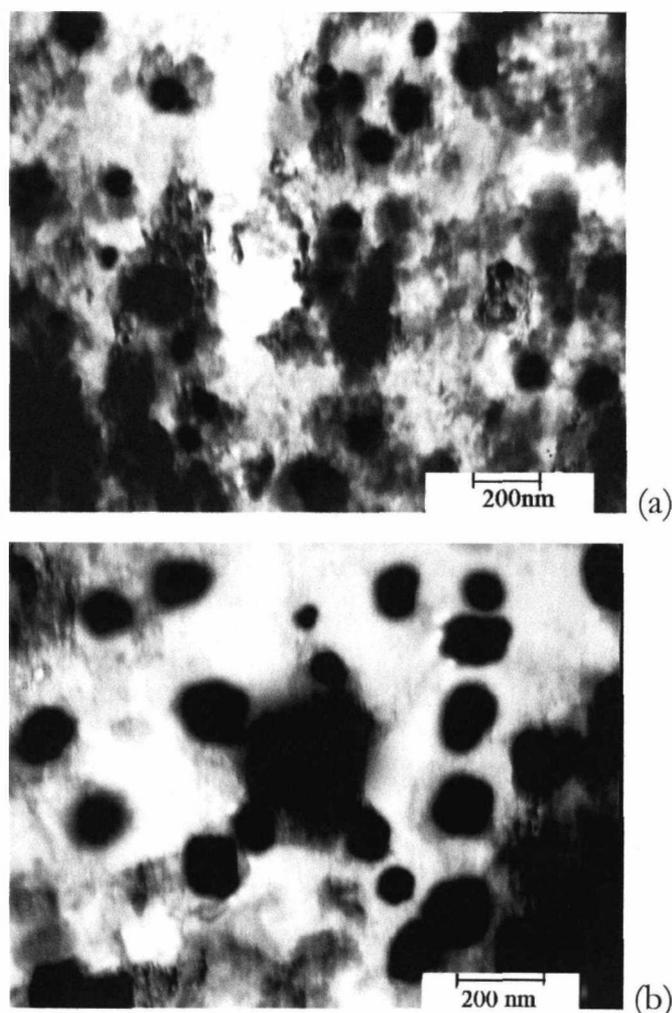


FIGURA 3.27: Micrografia da liga AlFeVSi (10 h 1400 rpm) (a) bruta de extrusão, (b) recozida a 500 °C durante 1 hora.

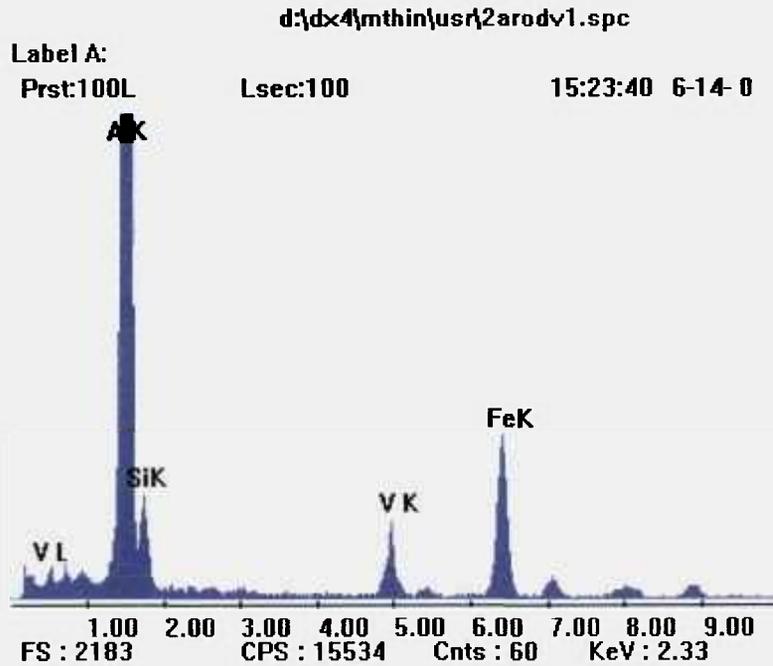


FIGURA 3.28: Espectro obtido no microscópio eletrônico de transmissão referente a fase α - $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$ apresentada na imagem da Fig. 3.27a

A composição determinada por EDS no microscópio de transmissão, embora tenha sido feita com o nano-probe, indicou a presença dos elementos nas fases AlNb_2 e $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{X})_3\text{Si}$ ($\text{X}=\text{V}$ ou Nb), mas, o cálculo da fração volumétrica foi baseado na composição inicial, considerando-se que o Si tenha sido todo consumido na formação das novas fases identificadas.

3.4. Propriedades Mecânicas

3.4.1. Dureza Vickers

Na Tabela III.3, representam-se os resultados dos ensaios de microdureza Vickers (HV_{100}), à temperatura ambiente, de amostras das barras extrudadas. Nesta tabela são apresentados os valores médios para doze determinações e seus respectivos desvios padrões.

A dureza medida tem valores completamente diferentes para as duas rotações utilizadas. Na barra extrudada, utilizando o pó processado a 1400 rpm no moinho atritor, a dureza é muito mais elevada.

TABELA III.3: Microdureza Vickers de amostra das barras extrudadas.

Material	HV ₁₀₀ (Kgf/mm ²)	
	Bruta extrusão	Recozida 500 °C, 1 hora
AlFeNbSi (0 h)	32 (±6)	-
AlFeNbSi (5 h 800 rpm)	50 (±5)	-
AlFeNbSi (10 h 800 rpm)	115 (±3)	116 (±3)
AlFeNbSi (10 h 1400 rpm)	215 (±3)	214(±3)
AlFeVSi (10 h 800 rpm)	114 (±4)	112 (±4)
AlFeVSi (5 h 1400 rpm)	145 (±4)	-
AlFeVSi (20 h 800 rpm)	183 (±5)	-
AlFeVSi (10 h 1400 rpm)	209 (±4)	207(±4)

3.4.2. Resistência mecânica

O limite de resistência à tração, o limite de escoamento e o alongamento das barras extrudadas à temperatura de aproximadamente 25 °C, estão apresentados na Tab. III.4. Estes valores representam a média para três determinações obtidas em amostras de três diferentes extrusões. O limite de resistência à tração das barras extrudadas realizados à temperatura de 200 e 350 °C estão apresentados na Tab. III.5.

A resistência mecânica do material extrudado, utilizando o pó do PMAE obtido a 1400 rpm, é maior que a da barra extrudada do pó a 800 rpm. Os materiais obtidos a 1400 rpm também apresentaram maior resistência mecânica

as temperaturas de 200 e 350 °C. Comparando os dois materiais (AlFeNbSi e AlFeVSi), para a mesma rotação (1400 rpm), praticamente não há diferença de resistência mecânica nestas temperaturas. Os valores de resistência mecânica obtidos acima de valores das ligas convencionais, e semelhantes aos valores das ligas obtidas por solidificação rápida, a 200 e 350 °C, são decorrentes dos precipitados nanométricos da fase α - $Al_{12}(Fe,X)_3Si$ (X=V ou Nb). Já no material da barra bruta de extrusão obtida do pó a 800 rpm, as partículas de Al_8Fe_2Si são grosseiras (0,5 μm) e não endurecem muito o material.

Nos dois materiais processados neste estudo, com as técnicas de análises utilizadas não foram constatada a presença de carboneto ou óxido. Normalmente carboneto ou óxido formam-se com o uso de aditivos e/ ou com a atmosfera utilizada no recipiente de moagem (Benjamin; Bomford, 1977).

Os valores obtidos para a microdureza, resistência à tração, limite de elasticidade e alongamento, das amostras das barras extrudadas, partindo do pó processado por 10 horas a 1400 rpm, são semelhantes àqueles obtidos via solidificação rápida, apresentados por outros pesquisadores (Skinner; et al., 1986, Franck; Hawk, 1989), em ligas contendo vanádio e não nióbio. Para efeito de comparação esses valores estão resumidos na Tabela III.6.

TABELA III.4: Resistência mecânica das barras extrudadas ($T \cong 25$ ° C)

Material	LE (0,2%) (MPa)	LR (MPa)	Alongamento (%)
AlFeNbSi (0 h)	135	145(\pm 14)	12,5
AlFeNbSi (5 h 800 rpm)	169	196(\pm 12)	11,5
AlFeNbSi (10 h 800 rpm)	286	337(\pm 8)	5,3
AlFeNbSi (10 h 1400 rpm)	497	547(\pm 11)	5,1
AlFeVSi (10 h 800 rpm)	262	316(\pm 9)	6,2
AlFeVSi (10 h 1400 rpm)	478	524(\pm 10)	5,8

TABELA III.5: Resistência mecânica das barras extrudadas ($T = 200$ e 350 ° C)

Material	LR		Alongamento	
	(MPa)		(%)	
	200 ° C	350 ° C	200 ° C	350 ° C
AlFeNbSi (10 h 800 rpm)	184 (± 13)	112 (± 15)	2,7	2,5
AlFeNbSi (10 h 1400 rpm)	332 (± 12)	224 (± 12)	3,6	3,2
AlFeVSi (10 h 800 rpm)	182 (± 12)	101 (± 13)	3,6	2,4
AlFeVSi (10 h 1400 rpm)	326 (± 15)	226 (± 15)	3,4	3,0

TABELA III.6: Propriedades mecânicas de ligas Al-Fe-V-Si obtidas com as barras extrudadas, por outros pesquisadores e no presente estudo.

Propriedades	Skinner, et al. 1986	Franck, Hawk, 1989	Presente Estudo
Mecânicas	Composição (peso%)	Composição (peso%)	(MA-10h 1400rpm) Composição (peso%)
	84,8Al-11,6Fe-1,4V-2,2Si	84,1Al-12,4Fe-1,2V-2,3Si	84,4Al-11,9Fe-1,8V-1,9Si
LR (MPa)	651	500-517	524
LE (0,2%) (MPa)	564	483-492	478
Along. (%)	6,8	3,9-5,3	5,8
HV	-	164	209

A fase intermetálica $Al_{12}(Fe,X)_3Si$ possui excelente estabilidade térmica comparada a outras ligas de alumínio compostas de intermetálicos. A taxa de crescimento desta fase no sistema AlFeVSi à temperatura de 425 °C é de $2,9 \times 10^{-26}$ m³/h para razão Fe:V=5:1 e de $8,4 \times 10^{-27}$ m³/h para razão Fe:V=10:1. No sistema de liga Al-Zr (*e. g.*) obtida pelo processo de lingotamento, a taxa de crescimento da fase intermetálica Al_3Zr , à mesma temperatura anterior, é de $4,1 \times 10^{-25}$ m³/h (Das, 1994).

No gráfico da Fig. 3.29 representam-se os limites de resistência mecânica em função da temperatura das barras brutas de extrusão obtidas dos pós processados a 800 e 1400 rpm.

No gráfico da Fig. 3.30 comparam-se o limite de resistência mecânica em função da temperatura da liga AlFeVSi-1400, com duas ligas AlFeVSi obtidas por solidificação rápida, cuja microestrutura contém 24 e 37 % de fração volumétrica de precipitado $Al_{12}(Fe,V)_3Si$ (Skinner, et al., 1986, Skinner, 1988).

No gráfico da Fig. 3.31 comparam-se o limite de resistência mecânica em função da temperatura da liga AlFeXSi-1400, X = V ou Nb, com duas ligas de alumínio obtidas de forma convencional; AA2014-T6. (AlCuSiMg) (Suryanarayana, et al., 1990) e AA7075-T651 (AlZnMgCu) (Das, 1994).

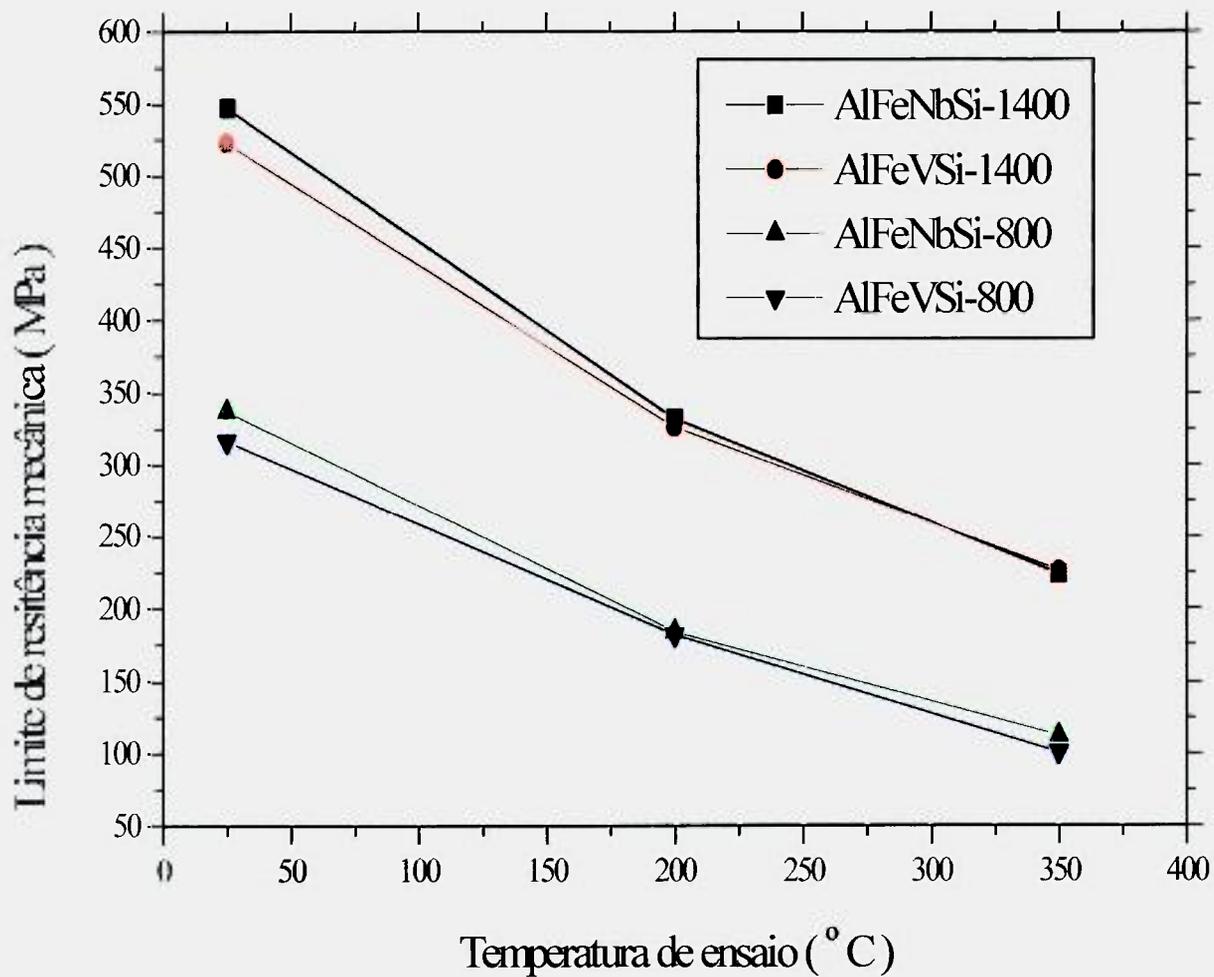


FIGURA 3.29: Limite de resistência mecânica das ligas AlFeXSi (X=V ou Nb) em função da temperatura.

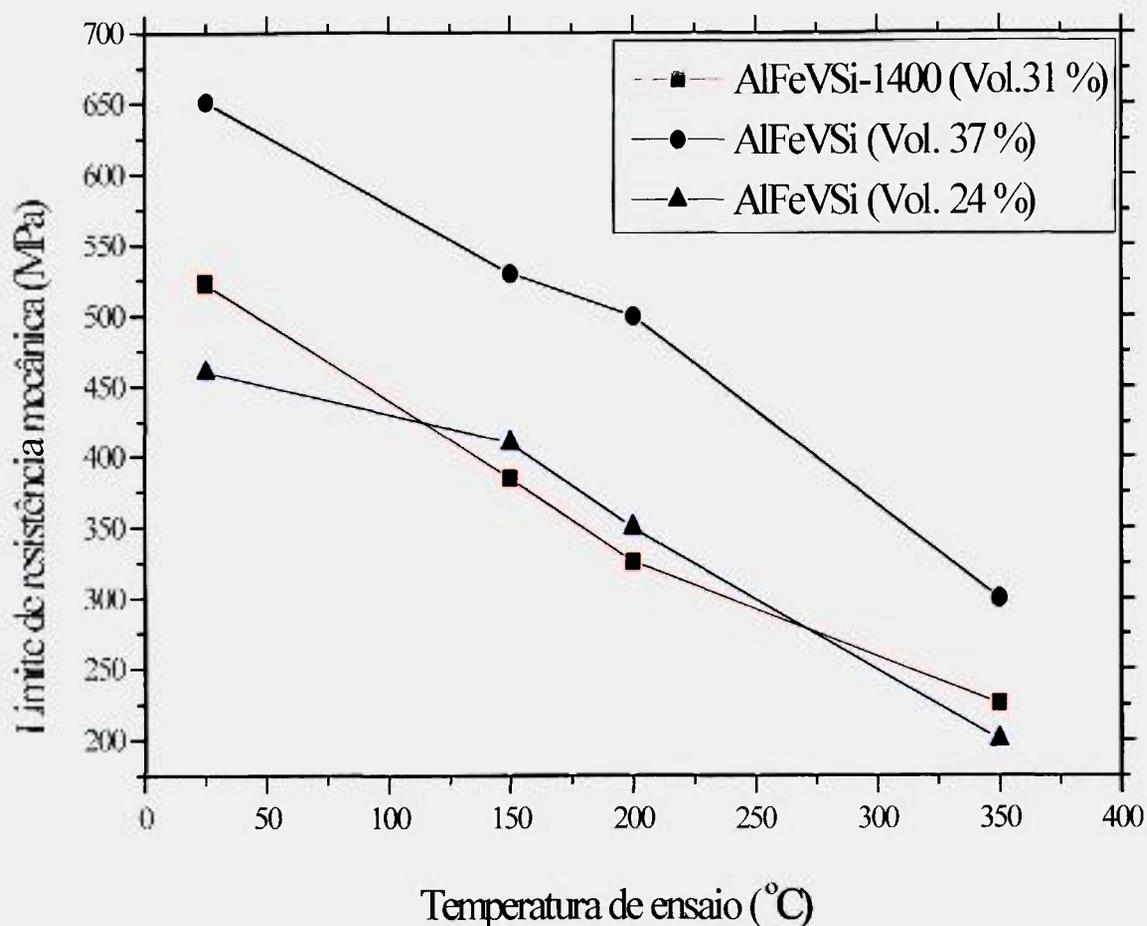


FIGURA 3.30: Limite de resistência mecânica das ligas AlFeVSi contendo diferentes frações volumétricas de precipitado $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{V})_3\text{Si}$, em função da temperatura.

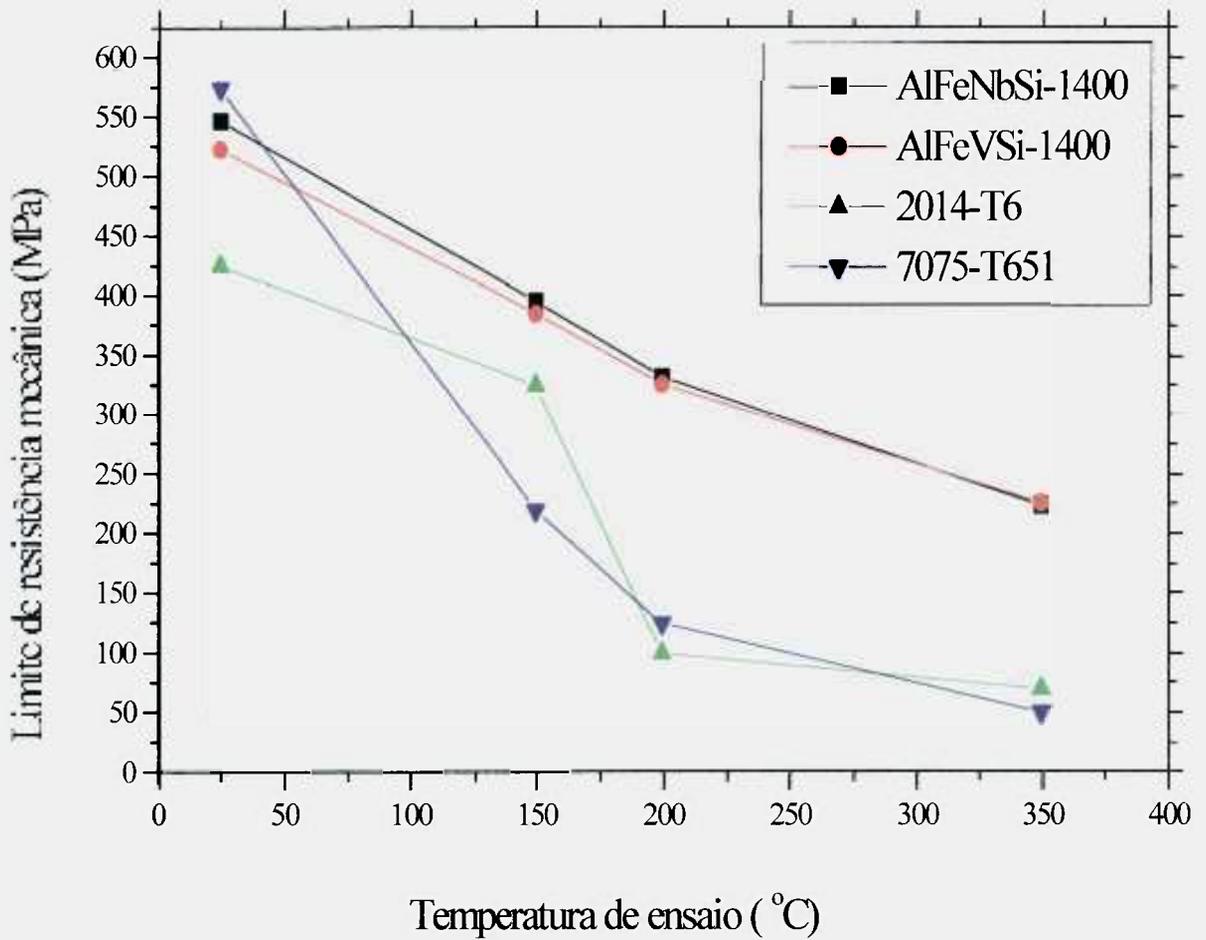


FIGURA 3.31: Limite de resistência mecânica das ligas AlFeXSi-1400, AA2014-T6 e AA7075-T651 em função da temperatura.

IV. CONCLUSÕES

- É possível a obtenção de ligas no sistema Al-Fe-X-Si, com finos precipitados intermetálicos via processamento por moagem de alta energia, seguido de consolidação do pó por extrusão a quente.
- A formação da fase hexagonal $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ durante 10 horas a 800 rpm e da fase cúbica $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe}, \text{X})_3\text{Si}$ (X=V ou Nb) durante 5 e 10 horas a 1400 rpm e 20 horas a 800 rpm no moinho atritor ocorre somente durante o aquecimento no processo de consolidação. No pó AlFeNbSi processado a 1400 rpm ocorre também a formação da fase tetragonal AlNb_2 .
- As fases $\text{Al}_{12}(\text{Fe}, \text{X})_3\text{Si}$ (X= V ou Nb) e AlNb_2 mantêm-se estáveis após recozimento da barra extrudada durante uma hora a 500 °C e resfriada ao forno.
- Foi verificado que o precipitado $\text{Al}_{12}(\text{Fe}, \text{Nb})_3\text{Si}$ ficou mais fino que o precipitado $\text{Al}_{12}(\text{Fe}, \text{V})_3\text{Si}$, provavelmente devido ao elemento nióbio, por ser mais denso que o vanádio, possui no processo de moagem, maior efeito de refinamento. O nióbio provavelmente funciona como micro- esferas que contribui para aumentar a energia do sistema de moagem.
- As propriedades mecânicas são mais elevadas no material extrudado do pó processado durante 10 horas a 1400 rpm. Este aumento das propriedades nesses materiais é atribuído a presença da fase cúbica $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe}, \text{X})_3\text{Si}$ (X= V ou Nb). Os valores de resistência mecânica obtidos no estudo, acima de valores das ligas convencionais, e semelhantes aos valores de resistência das ligas obtidas via solidificação rápida, a 200 e 350 °C, foram decorrentes, também, à presença da fase estável $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe}, \text{X})_3\text{Si}$ (X= V ou Nb).

V. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Estudo da estabilidade térmica da liga $\text{Al-Fe}_{6,2}\text{-X}_{1,0}\text{-Si}_{2,0}$ ($\text{X}=\text{V}$ ou Nb) obtida por PMAE e conformação por extrusão.
2. Obtenção e caracterização da liga Al-Fe-X-Si ($\text{X}=\text{V}$ ou Nb) obtida por PMAE, particularmente com maior percentual de adição de Fe, X, Si na estequiometria nominal.
3. Obtenção, caracterização e propriedades mecânicas da liga Al-Fe-X-Si obtida via conformação por spray.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AOKI, K.; ESKANDARANY, M. S.; SUMIYAMA, K.; SUZUKI, K. **Mater. Sci. Forum.** Cyclic crystalline-amorphous transformations by mechanical alloying. v.269-72, p.119-26, 1998.
- ARAÚJO, E. G. **Efeito das adições de portadores de fósforo e da alumina na sinterização do aço rápido M2.** São Paulo, 2000. 135p. Tese (Doutorado)- Ipen- Autarquia Associada à Universidade de São Paulo.
- ASHLEY, S. **American Metal Market Metalworking News** 90, n.100, p.9, 1982.
- BASSET, D., MATTEAZZI, P., MIANI, F. Designing a high- energy ball-mill for synthesis of nanophase materials in large quantities. **Mater. Sci. Eng.**, v. A168, n. 2, p. 149-52, 1993.
- BASSET, D., MATTEAZZI, P., MIANI, F. Measuring the impact velocities of balls in high-energy mills. **Mater. Sci. Eng.**, v. A174, n. 1, p. 71-74, 1994.
- BENJAMIN, J. S. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. **Metall. Trans.**, v.1, p. 2943-51, 1970.
- BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying. **Scientific American**, v.234, p. 40-8, 1976.
- BENJAMIN, J. S.; BOMFORD, M. J. Dispersion strengthened aluminum made by mechanical alloying. **Metall. Trans.** v.8A, p.1301-05, 1977.
- BENJAMIN, J. S.; SCHELLENG, R. D. Dispersion strengthened aluminum- 4 pct magnesium alloy made by mechanical alloying. **Metall. Trans.** v.12A, p.1827-32, 1981.
- BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying - A perspective. In: ARZT, E., SCHULTZ, L. (Eds.). **New materials by mechanical alloying techniques.** Calw- Hirsan (FRG),. p. 3-18, 1988.
- BENJAMIN, J. S. Mechanical Alloying- History and future potential. **Adv. Powder Metall. Particulate Mat.** v.7, p.155-68, 1992.

- BERNAMEUR, T.; INOUE, A. Amorphization of aluminum base multicomponent systems by ball milling. **Mater. Trans., JIM.** v.36, n.2, 240-50, 1995.
- BERNAMEUR, T.; INOUE, A. On the nanocrystalline amorphous phase transition in Al based alloys during ball milling. **Mater. Sci. Forum.** v.269-72, p.163-68, 1998.
- BRUN, P. L.; FROYEN, L.; DELAEY, L. Double mechanical alloying of Al-5wt%Fe-4wt%Mn. **Mater. Sci. Eng.**, A157, p.79-88, 1992.
- BUNK, Wolfgang G. J. Aluminium RS Metallurgy. **Mater. Sci. Eng.**, p.1087-97, 1991.
- BYE, R. L.; KIM, N. J.; SKINNER, D. J.; RAYBOUD, D.; BROWN, A. M. Rapidly solidified powder metallurgy aluminum alloys prepared from melt spun ribbons. **Allied-Signal Corporation.** p.283-9, 1987.
- CALKA, A., RANDLINSKI, A. P. Universal high performance ball- milling device and its application for mechanical alloying. **Mater. Sci. Eng.** A134, n. 10, p. 1350-3, 1991a.
- CALKA, A., RADLINSKI, A. P. Formation of amorphous Fe-B alloys by mechanical alloying. **Appl. Phys. Lett.** v58, p. 119-21, 1991b.
- CALKA, A.; NIKOLOV, J. I.; WANTENAAR, G. H. J. Low temperature synthesis of Al-AlN composites from a nanostructure made by controlled magneto-ball milling of Al in ammonia. **J. Appl. Phys.** v. 75, n. 10, p. 4953-5, 1994.
- CHAMPIER, G. New Light Alloys. Lecture Series, **Advisory Group for Aerospace Research Development.** n.174, 6E1-21, 1990.
- CHAUSSIN, C.; HILLY, G. Metallurgie - **Elaboration des Métaux**, Tome 2, Paris, 1974. p. 234-47.
- CHELLMAN, D. J.; BAYHA, T. D. Powder metallurgy aluminum alloys for high temperature and airframe applications. **Adv. Powder Metall. Particulate Mater.** v.7, p.257-70, 1992.

- COELHO, R. E.; AMBROZIO, F. Microestrutura de ligas Al-Fe-Nb-Si produzidas por mechanical alloying e consolidadas por extrusão. **54° Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, São Paulo, 1999a.
- COELHO, R. E.; AMBROZIO, F. Microstructure of Al-Fe-Nb-Si prepared by mechanical alloying and vacuum hot pressing. **Acta Microscopica**, v.8, p.213-4, 1999b.
- COELHO, R. E.; AMBROZIO, F. Production of Al-Fe-Nb-Si alloys by mechanical alloying and hot extrusion. **Key Eng. Mat.**, v. 189-91, p.555- 60, 2001.
- COOPER, M.; ROBINSON, K. The crystal structure of the ternary alloy α (AlMnSi). **Acta Cryst.** 20, p.614-7, 1966.
- COOPER, M.. The crystal structure of the ternary alloy α (AlFeSi). **Acta Cryst.**, 23, p.1106-7, 1967.
- COSTA, C. E.; TORRALBA, J.M.; RUIZ-PRIETO, J.M.; BADIA, J.M.; AMIGÓ, V.; ZAPATA, W.C. P/M 2014 Aluminum Alloy Obtained by Mechanical Alloying, **Adv. Powder Metall. Mater.** v.1, p.2.23-2.31, 1996.
- COURTNEY, T. H. Process modelling of mechanical alloying (Overview). **Mater. Trans., JIM.** v.36, n.2, p.110-22, 1995.
- DAS, S. K.; BYE, R. L.; GILMAN, P. S. Large scale manufacturing of rapidly solidified aluminum alloys. **Mater. Sci. Eng.**, p.1103-6, 1991.
- DAS, S. K. Al- Rich intermetallics in aluminum alloys. **Intermetallic Compounds**, John Wiley & Sons, 1994. v.2, cap.8, p.175-198.
- DIETER, G. E. Extrusão. **Metal. Mec.** 2.ed. Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1976. Cap.18, p.544-60.
- DUSZCZYK, J.; JONGENBURGER, P. Behaviour of P/M rapidly solidified materials during extrusion. **Delft University of Technol.**, San Diego, p.57-66, 1986.

- ECKERT, J.; HOLZER, J. C.; KRILL III, C. E.; JOHNSON, W. L. Structural and thermodynamic properties of nanocrystalline fcc metals prepared by mechanical alloying **J. Mater. Research.** v. 7, n.7, p.1751-61, 1992.
- FADEEVA, V. I.; LENOV, A. V. Amorphization and Crystallisation of Al-Fe by Mechanical Alloying. **Mater. Sci. Eng.**, A206 p. 90-94, 1996.
- FAN, G. J.; SONG, X. P.; QUAN, M. X.; HU, Z. Q. Mechanical alloying and thermal stability of $Al_{67}Ti_{25}M_8$ (M=Cr, Zr, Cu). **Mater. Sci. Eng.** A231, p.111-6, 1997.
- FIELDING, P. S.; WOLF, G. J. Aluminum- lithium for aerospace. **Adv. Mater. Proc.**, 10, p.21-3, 1996.
- FRANCK, R. E.; HAWK, J. A. Effect of very high temperatures on the mechanical properties of Al-Fe-V-Si alloy. **Scr. Metall.**, v.23, p.113-8, 1989.
- FROES, F. H.; BARBADILLO, J. J.; SURYANARAYANA, C. Development, technology transfer, and application of advanced aerospace structural materials. USA, p.1-9, 1991.
- FROES, F. H. The structural applications of mechanical alloying. **JOM- J. Min. Metals Mater. Society**, p.24-25, 1990.
- GREGORY, E.; GRANT, N. J. High temperature strength of wrought aluminum powder products. **AIME Trans, J. Metals**, v.200, p.247-52, 1954.
- HAWK, J. A.; WILSDORF, G. F. Tensile strength of MA aluminum alloy after prolonged elevated temperature exposure. **Scr. Metall.** v.22, p.561-6, 1988.
- HAWK, J. A.; MIRCHANDANI, P. K.; BENN, R. C.; WILSDORF, G. F. Evaluation of elevated temperature strength and microstructural stability of dispersion strengthened MA aluminum alloys. **Min. Metals Mater. Soci.** p.517-37, 1988.
- HEINEMANN, W. Rapid Solidification. **Process technology for new materials and products**, Elsevier Science Publishers B. V., Zurich, p. 27- 34, 1985.

- HUANG, S. X.; PAXTON, K. A macrocomposite Al brake rotor for reduced weight and improved performance. **JOM- J. Min. Metals Mater. Soci.** p.26-8, 1998.
- HUNT, W. H. New directions in aluminum- based P/M materials for automotive applications. **Inter. J. Powder Metall.** v.36, n.6, p.51-60, 2000.
- ITSUKAICHI, T.; MASUYAMA, K.; UMEMOTO, M.; OKANE, I.; CABAÑAS, J. G. Mechanical Alloying of Al-Ti Powder Mixtures and their Subsequent Consolidation. **J. Mater. Research.** v.8, n.8, p.1817-27, 1993.
- JI, Y.; KALLIO, M.; TIAINEN, T. Microstructural evolution of an $Al_{12}Mn_6Ce_2$ alloy during mechanical alloying, hot extrusion and heat- treatments. **Scr. Mater.** 42, p.1017-23, 2000.
- JIA, D. C.; ZHOU, Y.; LEI, T. C. Microstructure and mechanical properties of Al-12Ti-6Nb prepared by mechanical alloying. **Mater. Sci. Eng. A232**, p.183-190, 1997.
- JONES, H. The status of rapid solidification of alloys in research and application. **J. Mater. Sci. Eng.**, 19, p.1043-76, 1984.
- KIM, Nack J.; DAS, S. K.; Effect of Composite Al_3 (Li, Zr) Precipitate on the Mechanical Behaviour of a Rapidly Solidified Al-3,7Li-0,5Zr Alloy. **Scr. Metall.**, v.20, p.1107-10, 1986.
- KOBAYASHI, S.; OH, Soo-Ik; ALTAN, T. **Metal Forming and the Finite-Element Method**, Oxford University Press, 1989. Cap.3, p.27-53.
- KOCH, C. C.; CAVIN, O. B.; MACKAMEY C. G.; SCARBROUGH, J. O. Preparation of amorphous $Ni_{60}Nb_{40}$ by mechanical alloying. **Appl. Phys. Lett.** v.43, p.1017-19, 1983.
- KOCH, C. C. Research on metastable structures using high energy ball milling at North Carolina State University. **Mater. Trans., JIM.** v.36, n.2, p.85-95, 1995.
- KOCH, C. C. Amorphization of single composition powders by mechanical alloying. **Scr. Metal.** v.34, p.21-7, 1996.

- KOIKE, T.; HIROSHI, Y. Development of the controlled forged powder metallurgical piston. **PM World Congress, Light Alloys**. p 307-312, 1998.
- LAWLEY, A. Modern powder metallurgy science and technology. **J. Metals**. p.15-25, 1986.
- LENEL, F. V.; BACKENSTO, A. B.; ROSE, M. V. **AIME Trans. J. Metals**. Properties of aluminum powders and of extrusions produced from them. v.209, p. 124-30, 1957.
- MAGINI, M.; IASONNA, A. Energy transfer in mechanical alloying (Overview). **Mater. Trans.** v.36, n.2, p.123-33, 1995.
- MAGINI, M.; IASONNA, A.; PADELLA, F. Ball milling: An experimental support to the energy transfer evaluated by the collision model. **Scr. Materialia**. v.34, n.1, p.13-9, 1996.
- MARTINS, S R.; MISIOLEK, W. Z. Consolidation of Particulate Materials in Extrusion. **Rev. Part. Mater.** v.4, p.43-70, 1996.
- MATTEAZZI, P.; LE CAËR, G.; MOCELIN, A. Synthesis of nanostructured materials by mechanical alloying. **Ceram. Int.** v.23, p. 39-44, 1997.
- MAURICE, D.; COURTNEY, T. H. Modelling of mechanical alloying: Part III. Applications of computational programs. **Metall. Mater. Trans.** v.26A, p.2437-44, 1995.
- METALS HANDBOOK. **Powder metallurgy. Atomization**. 9.ed. 1984. v.7, p.25-51.
- METALS HANDBOOK, **Forming and forging**. 9.ed. 1988, v.14, p.316.
- MILLER, W. S.; ZHUANG, L.; BOTTEMA, J.; WITTEBROOD, A. J.; DE SMET, P.; HASZLER, A.; VIEREGGE, A. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. **Mater. Sci. Eng., A** 280, p.37-49, 2000.
- MOLERO, A. S. Uso de extrudados de alumínio em transporte In: PEA- Programa de extrusão de alumínio, 3º Workshop, Associação Brasileira do Alumínio, São Paulo, 2000.

- MURTY, B. S., RANGANATHAN, S. Novel materials synthesis by mechanical alloying/milling. **Int. Mater. Rev.**, v. 43, n.3, p. 101-41, 1998.
- NACHTRAB, William T. & ROBERTS, Peter. R. A Review of Powder Metal Extrusion Technology. **Adv. Powder Metall. Particulate Mater.** v.4. p.321-35, 1992.
- NIU, X.; BRUN, P.; FROYEN, L.; PEYTOUR, C.; DELAEY, L. Al-Fe alloys by mechanical alloying. **Adv. Powder Metall. Particulate Mater.** v.7. p.271-83, 1992.
- NIU, X.; BRUN, P.; FROYEN, L.; PEYTOUR, C.; DELAEY, L. High-strength and high-stiffness Al-Fe-Mn alloys fabricated by double mechanical alloying. **Powder Metall. Int.**, v.25, n.3, p.118-24, 1993.
- OYANE, M.; SHIMA, S. Consideration of basic equations, and their application. In the forming of metal powders and porous metals. **J. Mech. Technology**, 1, p.325-41, 1978.
- PANELLI, R. **Processamento do aço AISI M2 com adição de 10 % vol NbC utilizando a técnica de "mechanical alloying"**. São Paulo, 1999. Dissertação (Mestrado)- Ipen- Autarquia Associada à Universidade de São Paulo.
- PENG, Z. X.; SURYANARAYNA, C.; FROES, F. H. Mechanical alloying of Nb-Al powders. **Metall. Mater. Trans.** A27A p.41-8, 1996.
- PERRY, R. H. **Perry's Chemical Engineer's Handbook**. 6. Ed. Mc Graw Hill, 1984, p. 3.75.
- PORTNOV, V. K.; LENOV, A. V.; FADEEVA, V. I.; MATYJA, H. The Formation of B2 Structure by Mechanical Alloying of $Al_{50}Fe_{50-x}Ni_x$ Powder Mixtures. **Mater. Sci. Forum.** v. 269-72, p.69-74, 1998.
- RAINEN, R. A.; EKVALL, J. C. Elevated-temperature Al alloys for aircraft structure, **J. Metals**, p.16-8, 1988.

- RADLINSKI, P., CALKA, A., NINHAM, B. W., KACZMAREK, W. A. Application of surface active substances in mechanical alloying. **Mater. Sci. Eng.**, v. A 134, p. 1346-1349, 1991.
- RAMANAN, V. R. V.; SKINNER, D. J.; ZEDALIS, M. S. On the nature of icosahedral phases in Al-(Fe,V,Si) alloys. **Mater. Sci. Eng.**, p. 912-6, 1991.
- REVISTA METALURGIA & MATERIAIS. Reinventando o carro. ABM, São Paulo, v.54, p.490-500, out. 1998.
- RODRIGUEZ, M. A.; SKINNER, D. J. Compositional analysis of the cubic silicide intermetallics in dispersion strengthened Al-Fe-V-Si alloys. **J. Mater. Sci. Letters**, 9, p.1292-93, 1990.
- RODRIGUEZ, J. A.; GALLARDO, J. M.; HERRERA, E. J. Structure and properties of attrition- milled aluminum powder. **J. Mater. Sci.** 32, p. 3535-39, 1997.
- SCHROPF, H.; KUHRT, C.; ARZT, E.; SCHULTZ, L. Ordering versus disordering tendencies in mechanical alloying ($\text{Ni}_x\text{Fe}_{1-x}$)Al alloys. **Scr. Metall. Mater.** 30, p.1569-1574, 1994.
- SCHWARZ, R. B. Introduction to the viewpoint set on: mechanical alloying. **Scr. Metall. Mater.** v. 34, n.1, p. 1-4, 1996.
- SCHURACK, F.; BÖRNER, I.; ECKERT, J.; SCHULTZ, L. Synthesis and properties of mechanical alloying and ball milled high strength amorphous or quasicrystalline Al- alloys. **Mater. Sci. Forum.** v.312-14, p.49-54, 1999.
- SEYBOLT, A. U.; BURKE, J. E. **Experimental Metallurgy**. USA, John Wiley & Sons, Inc., 1953. p. 225-77.
- SHEPPARD, T. Extrusion Processing of Aluminum Alloy. **Imperial College of Science and Technology**, London, p. 301-11, 1987.
- SILVA, M. P.; JONES, H.; SELLARS, C. M. The consolidation of rapidly solidified. **Mater. Sci. Eng.**, p.1107-10, 1991.

- SINGER, R. F.; OLIVER, W. C. & NIX, W. D. Identification of dispersoid phases created in aluminum during mechanical alloying. **Metall. Trans.** v.11A, p.1895-1901, 1980.
- SKINNER, D. J.; BYE, R. L.; RAYBOULD, D.; BROWN, A. M. Dispersion strengthened Al-Fe-V-Si alloys. **Scr. Metall.**, v. 20, p.867-72, 1986.
- SKINNER, D. J. The physical metallurgy of dispersion strengthened Al-Fe-V-Si alloy. **J. Min. Metals Mater. Society**, p.181, 1988.
- SRIVASTAVA, A. K.; OJHA, S. N.; RANGANATHAN, S. Microstructural features and heat flow analysis of atomized and spray- formed Al-Fe-V-Si alloy. **Metall. Trans.** 29A, 2212, 1998.
- SUN, Y; BAYDOGAN, M.; CIMENOGLU, H. The effect of deformation before ageing on the wear resistance of an aluminium alloy. **Mater. Letters.** v.38, p.221-226, 1999.
- SURYANARAYANA, C.; FROES; F. H., KRISHNAMURTHY, S.; KIM, Yong Won. Development of light alloys by rapid solidification processing. **Int. J. Powder Metall.**, v.26, n.2, p.117-29, 1990a.
- SURYANARAYANA, C.; FROES, F. H. Nanocrystalline titanium- magnesium alloys through mechanical alloying. **J. Mater. Res.** n.5, p.1880-6, 1990b.
- SURYANARAYANA, C.; CHEN, G-H.; FROES F. H. Milling maps for phase identification during mechanical alloying. **Scr. Metall.** v.26, p.1727-32, 1992.
- SUZUKI, K.; SUMIYAMA, K. Control of structure and formation of amorphous and nonequilibrium crystalline metals by mechanical milling. **Mater. Trans., JIM.** V.36, n.2, p. 188-97, 1995.
- SZYSZKO, M. B.; FADEEVA, V. I. & MATYJA, H. Formation of ternary intermetallic phase by mechanical alloying of Al-Fe-Ge. **Mater. Sci. Forum.** v.235-238, p.97-102, 1997.
- WATANABE, R.; HASHIMOTO, H.; LEE, G. G. Computer simulation of milling ball motion in mechanical alloying (Overview). **Mater. Trans., JIM** v.36, n.2, p.102-9, 1995.

- WOLSKI, K.; LE CAËR, G.; DELCROIX, P.; FILLIT, R.; THÉVENOT, F.; LE COZE, J. Influence of milling conditions on the FeAl intermetallic formation by mechanical alloying. **Mater. Sci. Eng.** A207, p.97-104, 1996.
- ZHANG, F.; LU, L.; LAI, M. O. Study of thermal stability of mechanically alloyed Ti-75%Al powders. **J. Alloys Compounds.** v.297, p.211-18, 2000.
- ZHENG, L. J.; LIN, J. X.; ZHANG, B. S.; TSENG, M. K. Preparation of AlFeVSi nanocrystalline powders by double mechanical alloying. **Mater. Sci. Forum.** v.331-337, p.1225-8, 2000.
- ZHOU, J.; DUSZCZYK, J. Extrusion of an aluminum alloy prepared from rapidly solidified powder. **J.Mater. Shaping Technol.** v.6, n.4, p.241-50, 1989.
- ZOZ, H.; ERNST, D.; WEISS, H.; MAGINI, M.; POWELL, C.; SURYANARAYANA, C.; FROES, F. H. Mechanical Alloying of Ti- 24Al- 11Nb (at%) Using the Simoloyer. **Metall- Anwendung und Einsatzgebiete**, 50, p.575-79, 1996.
- ZOZ, H.; ERNST, D.; MIZUTANI, T.; OKOUCHI, H. Simoloyer CM100s, semi- continuously Mechanical Alloying in a production scale using cycle operation - Part I. **Adv. Powder Metall.**, v.2, p.35-42, 1997.
- ZOZ, H. Devices in use modell nach:, 50 Aniversario de la Fundacion de la Esiqie, 3rd Intern. Symp. of the School of Chemical Eng. **HEM/ MA/ RM.** May 27-29, 1998

ANEXO I

CÁLCULO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE PRECIPITADO

CÁLCULO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE PRECIPITADO

Composição inicial = $\text{Al}_{90,8}\text{Fe}_{6,2}\text{Nb}_{1,0}\text{Si}_{2,0}$ (at. %), 83,2Al-11,8Fe-3,1Nb-1,9Si (peso.%). \rightarrow Fase $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{Nb})_3\text{Si}$ e AlNb_2

1ª Condição

- No cálculo foi considerado as seguintes proporções de ferro e nióbio:

Fase AlNb_2 : 0,54 átomos de Nb

Fase $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe},\text{Nb})_3\text{Si}$: 0,15 átomos de Nb na fase α

$\text{Fe} + \text{Nb} = 3 \Rightarrow \text{Fe} = 3 - 0,15 = 2,85$ átomos de Fe na fase α

Excesso de Nb na matriz: 0,16 átomos de Nb

Excesso de Fe na matriz $2,85 \times 2 = 5,7 \Rightarrow \text{Fe} = 6,2 - 5,7 = 0,5$ átomos de Fe

2ª Condição

- Foi considerado que o Si foi todo consumido na formação da fase α , portanto: $\text{Al} = 12 \rightarrow 12 \times 2 = 24\%$ de Al p/ formar α e $\text{Al} = 1 \rightarrow 1 \times (0,54/2) = 0,27\%$ de Al p/ formar a fase AlNb_2 , logo, $\text{Al} = 24,27\%$ desviado na formação das duas fases. Logo o %at de Al na matriz é igual a $90,8 - 24,27 = 66,5\%$

Cálculo da densidade

Densidade da fase α

$$\rightarrow d = 100 / (61,6/2,7 + 30,4/7,9 + 2,7/8,6 + 5,2/2,3) = 3,42 \text{ g/cm}^3$$

Densidade da fase AlNb_2

$$\rightarrow d = 100 / (12,7/2,7 + 87,3/8,6) = 6,72 \text{ g/cm}^3$$

Cálculo do volume

$$\text{Volume Al matriz} = (66,5 \times 26,98) / 2,72 = 660 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Fe excesso} = (6,2 - (2,85 \times 2)) \times 55,85 / 7,9 = 3,5 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Nb excesso} = 0,16 \times 92,91 / 8,6 = 1,7 \text{ cm}^3$$

Volume ponderado da fase α

$$V_\alpha = ((12 \times 26,98 + 2,85 \times 55,85 + 0,15 \times 92,91 + 1 \times 28,09) \times 2) / 3,42 = 307 \text{ cm}^3$$

Volume ponderado da fase AlNb_2

$$V = (1 \times 26,98 + 2 \times 92,91) \times 0,27 / 6,72 = 8,5 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Total} = 660 + 3,5 + 1,7 + 307 + 8,5 = 981 \text{ cm}^3$$

$$\text{Fração Volumétrica da fase } \alpha \rightarrow V_{p\alpha} / V_T = 307 / 981 = 31\%$$

$$\text{Fração Volumétrica da fase } \text{AlNb}_2 \rightarrow V_{\text{AlNb}_2} / V_T = 8,5 / 981 = 1\%$$

Composição inicial = $Al_{90,8}Fe_{6,2}V_{1,0}Si_{2,0}$ (at. %), 84,4Al-12Fe-1,7V-1,9Si (peso%) \rightarrow fase $Al_{12}(Fe,V)_3Si$

1ª Condição

- No cálculo foi considerado as seguintes proporções de ferro e nióbio: Fe/V se mantém após a formação da fase $Al_{12}(Fe,V)_3Si$, ou seja 1V para 6,2Fe.

$$Fe+V=3 \text{ e } Fe/V=6,2 \rightarrow Fe=6,2 V$$

$$6,2V+V=3 \rightarrow V=3/7,2=0,42 \text{ átomos e } Fe=3-0,42=2,58 \text{ átomos na fase } \alpha$$

2ª Condição

- Foi considerado que o Si foi todo consumido na formação da fase α , portanto: Al=12 \rightarrow $12 \times 2 = 24\%$ de Al p/ formar α Al=24% \rightarrow $90,8 - 24 = 66,8\%$

Cálculo da densidade

Densidade da fase α

$$\rightarrow d = 100 / (62,5/2,7 + 28,0/7,9 + 4,1/6,1 + 5,4/2,3) = 3,37 \text{ g/cm}^3$$

Cálculo do volume

$$\text{Volume Al matriz} = (66,8 \times 26,98) / 2,7 = 667 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Fe excesso} = (6,2 - (2,58 \times 2)) \times 55,85 / 7,9 = 7,4 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume V excesso} = (1 - (0,42 \times 2)) \times 50,94 / 6,1 = 1,34 \text{ cm}^3$$

Volume ponderado da fase α

$$V_{\alpha} = ((12 \times 26,98 + 2,58 \times 55,85 + 0,42 \times 50,94 + 1 \times 28,09) \times 2) / 3,37 = 307 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Total} = 667 + 7,4 + 1,3 + 307 = 983 \text{ cm}^3$$

$$\text{Fração Volumétrica da fase } \alpha \rightarrow V_{p\alpha} / V_T = 307 / 983 = 31\%$$

→ Fase Al_8Fe_2Si para a liga Al-Fe-Nb-Si

O Si foi todo consumido na formação da fase Al_8Fe_2Si , portanto: Al=8 → $8 \times 2 = 16$ %at de Al na matriz → $90,8 - 16 = 74,8\%$

$$\text{Volume Al matriz} = (74,8 \times 26,98) / 2,7 = 747 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Fe excesso} = (6,2 - (2 \times 2)) \times 55,85 / 7,9 = 16 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Nb excesso} = 1 \times 92,91 / 8,6 = 10,8 \text{ cm}^3$$

$$\text{Densidade da fase } Al_8Fe_2Si = 100 / (61/2,7 + 31/7,9 + 8/2,3) = 3,35 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Volume ponderado da fase } Al_8Fe_2Si = (8 \times 26,98 + 2 \times 55,85 + 1 \times 28,09) \times 2 / 3,35$$

$$\text{Volume ponderado da fase } Al_8Fe_2Si = 212 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume total} = 747 + 16 + 11 + 212 = 986 \text{ cm}^3$$

$$\%Vol = 212 / 986 = 22\%$$

→ Fase Al_8Fe_2Si para a liga Al-Fe-V-Si

O Si foi todo consumido na formação da fase α , portanto: Al=8 → $8 \times 2 = 16$ %at de Al na matriz → $90,8 - 16 = 74,8\%$

$$\text{Volume Al matriz} = (74,8 \times 26,98) / 2,7 = 747 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume Fe excesso} = (6,2 - (2 \times 2)) \times 55,85 / 7,9 = 16 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume V excesso} = 1 \times 50,94 / 6,1 = 8 \text{ cm}^3$$

$$\text{Densidade da fase } Al_8Fe_2Si = 100 / (61/2,70 + 31/7,9 + 8/2,3) = 3,35 \text{ g/cm}^3$$

$$\text{Volume ponderado da fase } Al_8Fe_2Si = (8 \times 26,98 + 2 \times 55,85 + 1 \times 28,09) \times 2 / 3,35$$

$$\text{Volume ponderado da fase } Al_8Fe_2Si = 212 \text{ cm}^3$$

$$\text{Volume total} = 747 + 16 + 8 + 212 = 983 \text{ cm}^3$$

$$\%Vol = 212 / 983 = 22\%$$