CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLOGICA DE MINAS GERAIS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

NÍCOLAS BAPTISTA DE BASTOS

OBTENÇÃO DA ESPUMA DE ALUMINIO PELA ROTA DA METALURGIA DO PÓ

BELO HORIZONTE

2017

NÍCOLAS BAPTISTA DE BASTOS

OBTENÇÃO DA ESPUMA DE ALUMINIO PELA ROTA DA METALURGIA DO PÓ

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção de título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Dr. Sidney Nicodemos da Silva (DEMAT)

Co-orientadora: Eng. Cristina Aparecida Esteves (Mestranda - POSMAT)

BELO HORIZONTE

2017

NÍCOLAS BAPTISTA DE BASTOS

OBTENÇÃO DA ESPUMA DE ALUMINIO PELA ROTA DA METALURGIA DO PÓ.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção de título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Aprovado em 05.07.17

BANCA EXAMINADORA

Prof.: Dr. Sidney Nicodemos da Silva - Orientador

Eng. Cristina Aparecida Esteves – Co-orientadora

Prof.: Dr. Paulo Renato Perdigão Paiva

Prof.: Dr. Marcello Rosa Dumont

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, minha família, minha amada esposa e amigos me apoiaram e renovaram minhas forças ao longo desta jornada.

Ao meu orientador e co-orientadora, os quais sempre me atenderam da melhor forma, me guiando e permitindo esclarecer minhas dúvidas em todos os momentos.

A empresa Phoster, por ter concedido o uso de seus equipamentos de análise e aos professores, colegas de graduação, mestrado e técnicos de manutenção do DEMAT e outras pessoas que encontrei por essa caminhada, sem vocês este resultado não seria possível.

RESUMO

As espumas metálicas de alumínio se destacam em aplicações de engenharia onde a alta rigidez e baixo peso específico são necessários, como para fins de transporte na indústria aeronáutica e naval. Outra importante propriedade que lhe garante diversas aplicações, é sua capacidade de absorção de energia, bastante explorado na indústria automobilística. Neste trabalho, foi fabricado um molde de aço SAE 1045 trefilado, o qual após ter seus componentes tratados termicamente (têmpera e revenimento) na busca do endurecimento superficial necessário as condições de trabalho na compressão uniaxial da mistura de pós. As matérias primas da mistura foram pó de alumínio atomizado e o pó de hidreto de titânio, agente espumante com a concentração de 1% em massa e o estearato de zinco como agente desmoldante. Os pós foram caracterizados a partir de analises químico-físicas. Afim de se conhecer sua morfologia, distribuição granulométrica, composição química, estrutura e fases cristalinas. Os corpos verdes passaram por compressão na faixa entre 250MPa e 400MPa. A taxa de aquecimento aplicada na sinterização para formação da espuma foi de 5°C por minuto até a temperatura final de 710°C. Do total de 14 corpos verdes, produzidos em 3 lotes A, B e C, após sinterização, dois corpos de prova foram selecionados para corte. As características das materiais primas se mostraram adequadas. A produção do molde e seu tratamento térmico se mostraram eficazes, a partir da construção do gráfico e regressão linear foi possível observar uma relação entre a pressão mínima (350Mpa) e a densidade relativa do corpo verde necessária para uma boa sinterização.

Palavras-chaves: espumas, alumínio, hidreto de titânio.

ABSTRACT

Aluminum foams are prominent in engineering applications where high rigidity and low specific gravity are required, such as for transport purposes in the aeronautical and naval industry. Another important property that guarantees several applications, is its capacity of energy absorption, much explored in the automobile industry. In this work, a drawing of SAE 1045 steel wire was fabricated, which after having its components heat treated (tempering and tempering) in search of the required surface hardening the working conditions in the uniaxial compression of the powder mixture. The raw materials of the blend were atomized aluminum powder and the titanium hydride powder, foaming agent with a concentration of 1% by mass and the zinc stearate as the release agent. The powders were characterized by chemical-physical analysis. In order to know its morphology, granulometric distribution, chemical composition, structure and crystalline phases. The green bodies underwent compression in the range of 250MPa to 400MPa. The heating rate applied to sintering for foaming was 5°C per minute to the final temperature of 710°C. From the total of 14 green bodies, produced in 3 lots A, B and C, after sintering, two specimens were selected for cutting. The characteristics of the raw materials were adequate. The production of the mold and its heat treatment proved to be effective, from the construction of the graph and linear regression it was possible to observe a relation between the minimum pressure (350Mpa) and the relative density of the green body required for a good sintering.

Keywords: foams, aluminum, titanium hydride.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 : Comparação de espumas metálicas com outros materiais que a substituem.

Figura 2: Fabricação de espuma de alumínio por fase volátil.

Figura 3: Diagrama de fases do sistema Al-Si.

Figura 4: Processo de obtenção indireta via metalurgia do pó.

Figura 5: Fatores que influenciam o processo de metalurgia do pó.

Figura 6: Diagrama de fase do sistema Titânio – Hidrogênio (P=0.1 MPa).

Figura 7: Secção do tubo com e sem preenchimento de espuma metálica em compressão

Figura 8: Curva típica tensão deformação para espuma metálica em compressão.

Figura 9: Curva real e ideal de tensão – deformação na compressão.

Figura 10: Energia absorvida por unidade de volume de espumas de liga AlSi12 após deformação de compressão de 20%, 40% e 60%.

Figura 11: Comportamento de compressão de três espumas de liga AlSi12 com diferentes densidades e áreas coloridas correspondendo a mesma quantidade de energia absorvida.

Figura 12: Fases do mecanismo de deformação para espumas de células abertas (a) e fechadas (B)

Figura 13: Deformação e absorção de energia da espuma metálica cilíndrica e tubo metálico.

Figura 14: Gráfico de Força compressiva por deslocamento axial de uma espuma (1), tubo vazio (2), tubo preenchido (3), soma da curva 1 e 2 (4)

Figura 15: Potenciais aplicações estruturais das espumas metálicas.

Figura 16: Caixa de impacto (Crashbox) Metcomb.

Figura 17: Ferramenta de levantamento no vácuo para Pilkington com espuma de alumínio Alporas.

Figura 18: Protetor de impacto de espuma de alumínio em um carro modelo de corrida construído por estudantes da Universidade de Tecnologia de Stralsund, Alemanha.

Figura 19: Exemplo de aplicação aeroespacial.

Figura 20: Fluxograma de processamento das espumas de alumínio.

Figura 21: XRD- Difratômetro de raio X.

Figura 22: FRX - Fluorescência de raio X.

Figura 23: Microscopia eletrônica de varredura.

Figura 24: Granulômetro a laser CILAS 1090.

Figura 25: DTG 60H- Shimadzu.

Figura 26: Projeto do Molde para compactação de corpos verde.

Figura 27: Projeto do Molde: Conjunto montado.

Figura 28: Forno Elétrico do Laboratório de Tratamentos Térmicos do CEFET-MG e eixo usinado preparado para o TT.

Figura 29: Equipamento de ensaio de dureza.

Figura 30: Processo mecânico de homogeneização.

Figura 31: Prensa Hidráulica SL-12/20 com capacidade máxima de 20 toneladas.

Figura 32: Forno utilizado na sinterização.

Figura 33: Cortadora metalográfica e disco de corte utilizados.

Figura 34: Adesão do pó de alumínio no molde, corpo (esq) e eixo (dir).

Figura 35: Trincas geradas no corpo verde, nº 2 do lote A

Figura 36: Morfologia do pó de alumínio. (MEV Phillips)

Figura 37: Morfologia do pó de alumínio. (MEV Phillips)

Figura 38: Morfologia do pó de hidreto de titânio. (MEV Vega)

Figura 39: Morfologia do pó de hidreto de titânio. (MEV Vega)

Figura 40: Difratograma do Hidreto de Titânio em pó.

Figura 41: Análise termogravimétrica do hidreto de titânio

Figura 42: Corpos de prova a verde do lote A após compactação.

Figura 43: Gráfico de Pressão de compactação por Densidade Relativa de Corpos Verdes do Lote B.

Figura 44: Corpos nº 1, 2, 3 e 4 do Lote B após sinterização a 710°C.

Figura 45: Corpos nº 1, 5, 6 e 4 do Lote C após sinterização a 710°C.

Figura 46: Seções de corte do corpo de prova nº 3 do lote B.

Figura 47: Seções de corte do corpo de prova nº 5 do lote C.

Figura 48: Morfologia de poro do Corpo de Prova nº3 do Lote B. (MEV Vega)

Figura 49: Morfologia da superfície do Corpo de Prova nº3 do Lote B. (MEV Vega)

Figura 50: Mapeamento da concentração de Al e Ti no Corpo de Prova °3 do lote B por EDS.

Figura 51: Mapeamento da concentração de Al e Ti no Corpo de Prova °3 do lote B por EDS.

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1: Parâmetros de processamento das amostras dos Lotes A, B e C.
- Tabela 2: Resultados da granulometria da matéria-prima utilizada.
- Tabela 3: Composição química da matéria-prima utilizada.
- Tabela 4: Características das amostras dos Lotes A, B e C.
- Tabela 5: Análise de composição química superficial do EDS de corpos de prova cortados.

1.	INTRODUÇÃO15
2.	OBJETIVOS17
2.1.	Objetivo geral
2.2.	Objetivos específicos 17
3.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA18
3.1.	Espumas metálicas de alumínio
3.2	Processos de obtenção 20
3.2.	1. Agentes espumantes
3.3.	Propriedades mecânicas
3.3.	1. Absorvedores de energia 26
3.4.	Aplicações de espuma de alumínio
3.5.	Caracterização Físico-química35
3.6	Tratamento Térmico do Molde
4.	MATERIAIS E MÉTODOS
4.1	Fluxograma de Trabalho
4.2	Materiais Utilizados
4.3	Equipamentos de Caracterização
4.3.	1 Difração de Raios-X – DRX 40
4.3.	2 Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X – EDX40
4.3.	3 Microscopia Eletrônica de Varredura 41
4.3.	4 Distribuição granulométrica a laser – CILAS 41
4.3.	5 Analisador Termogravimétrico Diferencial – DTG42
4.4	Confecção do molde de compactação43
4.4.	1 Tratamento Térmico do Molde 44
4.5	Mistura dos Pós (Homogeneização)
4.6	Compactação dos Corpos Verdes47
4.7	Sinterização
4.8	Caracterização dos corpos verdes compactados e corpos de prova resultantes 49
4.9	Corte dos corpos de prova50

5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO.	51
5.1	Análises e caracterização das matérias primas	52
5.2	Análise dos corpos de prova verde	56
5.4	Análise dos corpos de prova sinterizados	60
6.	CONCLUSÕES.	65
7.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	66
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67

1. INTRODUÇÃO.

As espumas metálicas são materiais metálicos porosos para situações onde o peso deverá ser minimizado, absorção de impactos, troca de calor e isolamento acústico. Isto se dá pela combinação de suas propriedades físicas e mecânicas, advindas de sua natureza metálica e estrutura celular (aberta ou fechada), garantindo-lhe alta rigidez e baixo peso específico. As estruturas celulares também são encontradas na natureza como por exemplo em ossos, bambu e madeira (BONALDI, 2012).

Se comparamos de propriedades como densidade, resistência mecânica e módulo de young para espumas metálicas e outros materiais os quais podem ser substituídos por ela, notase uma densidade menor em relação aos metais, cerâmicos e polímeros, apesar de relativa densidade maior comparada a espumas poliméricas porem com maior resistência mecânica como mostrado pela Figura 1 (DUARTE, 2005).





Fonte: DUARTE, 2005.

Apesar do aparecimento dos primeiros processos de fabricação de espumas metálicas remeterem aos anos 50, diferente das espumas poliméricas, elas apresentaram dificuldades de produção e altos custos, sendo somente no princípio da década de 90 que aconteceram desenvolvimentos consideráveis na indústria e tecnologia permitindo as atuais aplicações

(DUARTE, 2005).

O número das aplicações de espumas metálicas tem aumentado nos diferentes setores industriais à medida que as propriedades são estudadas, a viabilidade de aplicação leva em conta os seguintes fatores ((DUARTE, 2005):

• Morfologia: estrutura das células aberta ou fechada; percentagem de porosidade; distribuição de tamanho de poros.

• Metalurgia: composição química; microestrutura do material metálico.

• Processo de fabrico: seleção consoante o tipo de geometria pretendida para o componente.

• Economia: custos do processo; viabilidade em larga escala.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Obter espumas de alumínio via metalurgia do pó por prensagem uniaxial, variando os parâmetros de processamento para confecção de componentes porosos.

2.2. Objetivos específicos

- Desenvolver molde em aço-carbono SAE 1045 tratados termicamente para processamento de espumas de alumínio por prensagem uniaxial;

- Caracterizar os pós de alumínio e de hidreto de titânio - TiH₂ como agente espumante;

- Otimizar parâmetros de processamento por técnica de metalurgia do pó;

- Caracterizar os corpos de prova sinterizados, determinando os melhores parâmetros de espumagem;

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

3.1. Espumas metálicas de alumínio.

A espuma de alumínio é um material metálico, geralmente de poros esféricos fechados, que ocupam de 50% a 90 % do volume total e com propriedades mecânicas e físicas, relativamente isotrópicas, com forte dependência de sua densidade, a qual varia geralmente entre 0,4 gr·cm⁻³ a 0,8gr·cm⁻³ (GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ, 2008 p459).

O início da produção de espuma metálica data de 1948, com a patente de Benjamín Sosnick chamada "Processo para fazer massa de espuma metálica" pelo aquecimento em altas pressões da liga de alumínio e um metal volátil, no exemplo da Figura 2 é utilizado o mercúrio, que após sua temperatura de vaporização, gera altas pressões até que a liga de alumínio se funda e ocorra a liberação da pressão, vapor volátil e consequente espumagem, porem esse método se mostrou pouco eficaz, com difícil controle do processo e velocidade de espumagem, produzindo pequenas quantidades de uma espuma metálica irregular de poros fechados (GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ, 2008).



Figura 2: Fabricação de espuma de alumínio por fase volátil.

Fonte: GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ, 2008.

Em 1958, as primeiras espumas metálicas de poros abertos produzidas pela inserção de partículas de sal no alumínio fundido, estas partículas depois de dissolvidas davam lugar a poros abertos na estrutura. No ano seguinte de 1959, patentes de produção via metalurgia do pó foram registradas pela Reino Aircraft Corporation, consistindo na mistura do pó metálico com o agente expansor, a qual após ser compactada e extrudada, é aquecida produzindo gases por decomposição em altas temperaturas (GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ, 2008).

Em 1990, a redescoberta da rota de produção via metalurgia do pó no Instituto de Pesquisa Fraunhoufer em Bremen, Alemanha, levou a um considerável nível de sofisticação para fabricação de espumas e seus componentes estruturais (BONALDI, 2012).

Com o aquecimento do material precursor, a matriz metálica inicialmente em estado sólido, progressivamente se transforma em estado líquido, até atingir temperatura de fusão. Em dado momento coexistem duas fases, sólida e líquida, chamado estado semi-sólido. Um exemplo é o aquecimento de uma liga de alumínio contendo 7% em peso de silício, entre a temperatura *solidus* e *liquidus* (577°C e 618°C respectivamente) apresenta duas fases, alfa e liquido, como mostrado na Figura 3. A fração de sólidos (em volume) é o principal parâmetro sobre o comportamento reológico da mistura em fusão (DUARTE, 2005).





Fonte: DUARTE, 2005

Para a matriz da espuma, ligas com base no sistema Al-Si são utilizadas e atualmente a liga AlSi6Cux (x = 3 ... 7) são preferidas devido a sua temperatura de solidificação ser mais baixa e ao bom comportamento na formação de espuma (BONALDI, 2012).

3.2 Processos de obtenção.

Dos principais processos de obtenção da espuma metálica, três grupos se destacam: (DUARTE, 2005)

- i) Via metal fundido.
- ii) Via pós metálicos.
- iii) Deposição de partículas ionizadas.

Atualmente, dois métodos são mais utilizados para a obtenção de espumas metálicas, o direito onde o gás é injetado continuamente a partir de uma fonte externa, em um metal fundido especialmente preparado, o qual contem partículas não metálicas uniformemente dispersas para que as bolhas de gás sejam adicionadas para criar espumas ou de forma indireta quando um agente químico liberando um gás é adicionado (DUARTE, 2005).

Pelo método de expansão direta do metal fundido, o processo se consiste na injeção de gás (por exemplo dióxido de carbono, oxigênio, ar, gases inertes) no interior do metal fundido. Para evitar que as bolhas escapem rapidamente até a superfície do metal fundido são geralmente adicionados pós cerâmicos finos (como o carboneto de silício ou alumina) no intuito de controlar a viscosidade do fundido e a velocidade de ascensão das bolhas (DUARTE, 2005).

O método indireto se dá através da compactação de um pó metálico contendo partículas do agente espumante uniformemente disperso. Acima da temperatura de fusão este compactado expande e forma a espuma (BONALDI, 2012).

Neste trabalho, o método indireto será utilizado. Ele consiste na mistura de partículas de pó de um agente espumante com um pó de uma liga de alumínio, a qual sofre compactação uniaxial ou extrusão em barras ou placas com densidades próximas da teórica, este material precursor é colocado dentro do molde desejado e aquecido até um pouco acima da temperatura *solidus* da liga. Em seguida ocorre a decomposição do hidreto de titânio, o qual cria espaços vazios e pressão interna como pode-se ver na Figura 4 (BONALDI, 2012).



Figura 4: Processo de obtenção indireta via metalurgia do pó.

Fonte: BONALDI, 2012

As propriedades mecânicas de uma espuma metálica são melhoradas quando todas as células apresentam homogeneidade de tamanho e forma esférica fechada. O comportamento de fusão da liga e a decomposição do agente espumante precisam ser coordenadas afim de uma liberação precoce do gás, o que pode gerar fissuras antes da fusão do precursor. Como a temperatura de decomposição do TiH₂, cerca de 400°C, está bem abaixo das temperaturas *solidus* das principais ligas de alumínio, cerca de 525°C, assim essa lacuna entre as temperaturas necessita ser minimizada. As primeiras experiências de formação de espuma utilizaram Al puro ou AlCu₄. Mais tarde foram melhoradas por substituição de ligas como, AlSi₇ e AlSi₁₂ e atualmente AlSi₆Cu₄ (BONALDI, 2012).

Na Figura 5, são apresentados vários fatores que influenciam o processo de metalurgia do pó (MP), sendo levado em conta as principais variáveis que este processo envolve em suas etapas de mistura, compactação e expansão.





Fonte: DUARTE, 2005

Além destes fatores, vale ressaltar a importância de agentes desmoldantes no processo de retirada do corpo verde após compactação do pó. Ainda pode se utilizar como agente controlador de processo MP o ácido esteárico (CHIAVERINI, 2001 e ZHURAVLEVA, 2013) na proporção de 1% em peso, evitando assim aglomeração ou a formação de soldas frias entre o metal do recipiente do gral (porcelana), molde (SAE 1045) e assim não alterando as

proporções das misturas de Al e TiH₂.

3.2.1. Agentes espumantes.

A obtenção da espuma metálica por via de metalurgia do pó utiliza agentes espumantes, misturada a uma liga, onde após compactação e densificação de um precursor, é aquecida a temperaturas superiores à de fusão da liga. Acima da temperatura de decomposição do agente espumante, quando hidrogênio é liberado na forma gasosa, formando bolhas na solução de metal líquido (MATIJASEVIC-LUX et al., 2006).

Lefebvre (2008) ressalta que a empresa Alcoa (USA) desde 2006 apresenta um novo processo de vazamento contínuo utilizando CaCO₃ como agente espumante, sendo um dos objetivos baixar a custo do material para uma estimativa de 5US\$/kg em larga escala de produção.

Porém, dos hidretos utilizados como agentes espumantes, o hidreto de titânio se destaca. O sistema de equilíbrio titânio-hidrogênio é do tipo eutetóide simples, como mostrado na Figura 6, com soluções sólidas intersticial sendo uma solução alfa de hidrogênio em titânio e uma fase gama aproximando-se da composição estequiométrica TiH₂. Deste modo a pureza do hidreto de titânio usado deve ser extremamente alta para se alcançar a composição estequiométrica desejada para a aplicação como agente expansor (DUARTE, 2005).

O pó de hidreto de titânio possui propriedades metálicas como alta condutividade elétrica e é menos denso e mais frágil que o metal de origem, de cor cinza-metálico e densidade de 3,8g/cm³, é estável em temperatura ambiente e inerte na água e em grande parte dos reagentes químicos. Outros hidretos também podem ser utilizados como por exemplo o ZrH₂ (BONALDI, 2012).

A liberação de hidrogênio do TiH₂ se inicia aproximadamente em torno de 400°C, se situando a baixo da temperatura de fusão das principais ligas de Al, vide na Figura 6 o diagrama de fase do sistema titânio – hidrogênio.

Figura 6: Diagrama de fase do sistema Titânio – Hidrogênio (P=0.1 MPa).



Fonte: DUARTE, 2005.

Frente a isso sabe-se que modificações benéficas do agente espumante, TiH_2 , podem ser feitas por meio do tratamento térmico do pó, produzindo uma fina camada de óxido e uma mínima perda de hidrogênio ao agente espumante, visando a liberação do gás em temperaturas mais próximas da fusão da liga (MATIJASEVIC-LUX et al., 2006).

3.3. Propriedades mecânicas.

As propriedades mecânicas da espuma metálica estão interligadas a um complexo sistema macro e micro estrutural. A microestrutura é dependente da composição da liga, as condições de espumagem, resfriamento e a possiblidade de um tratamento térmico pós-espumagem do material. Já a morfologia macroscópica, tamanho do poro, sua morfologia aberta ou fechada ou curvatura das paredes das células, têm uma influência acentuada na resposta mecânica (BANHART, J.,2005).

O pós tratamento térmico dos corpos de prova pode variar a força de compressão de espumas de ligas de alumínio e.g. série 6000 em um fator de até três vezes (BANHART, J.,2005 p.119).

Das propriedades mecânicas das espumas metálicas, a resistência ao impacto se destaca na utilização em estruturas de absorção de energia. Através do comportamento tensão x deformação das espumas podemos selecionar o metal base, a morfologia (geometria celular) e densidades relativas ideais para cada aplicação (DUARTE, 2005). Em compressões uniaxiais as estruturas de tubos metálicos com paredes finas são absorvedoras eficazes de energia e a deformação ocorre provocando ondulações, como uma série de anéis regulares com dobras na superfície tubular (Figura 7). Este processo de deformação se difere das espumas metálicas, onde as paredes das células se deformam sob tensão quase constante até que as paredes da célula colidam e se inicie a densificação (BONALDI, 2012).



Figura 7: Secção do tubo com e sem preenchimento de espuma metálica em compressão

Fonte: ASHBY et al., 2000.

Os mecanismos de deformação no ensaio de compressão apresentam 3 fases distintas como mostrado na Figura 8, sendo elas (DUARTE, 2005):



Figura 8: Curva típica tensão deformação para espuma metálica em compressão.

Fonte: DUARTE, 2005.

1) **Elasticidade Linear**: Fase inicial onde ocorre a flexão das arestas. A deformação se caracteriza ainda como reversível e podemos calcular seu modulo elástico de Young, o qual está relacionado a força de ligação entre átomos do material e sua densidade relativa.

2) **Patamar ou Platô de Cedência Plástica**: Ocorre devido a diversos mecanismos de deformação, havendo a decomposição das forças de compressão nas paredes celulares, o qual inicia uma instabilidade elástica, causando tensões elevadas e consequentemente deformação plástica.

 3) Densificação: Fase em que acontece o colapso das paredes celulares, em pontos mais fracos, concentradores de tensões causando a densificação do material e maior proximidade com o seu respectivo sólido ao final desta fase, elevando as tensões de compressão ao máximo. (DUARTE, 2005)

3.3.1. Absorvedores de energia.

Segundo Baumeister et al. (1997) a eficiência de um absorvedor de energia, é a comparação entre um componente, material real e um absorvedor "ideal" de energia, sendo este "ideal" representado pela área retangular, onde a tensão máxima é mantida constante durante toda a deformação, como mostrado na Figura 9. Deste modo, a eficiência de dado absorvedor pode ser calculada como a área da curva do componente real dividida pela área ideal, segundo a relação (equação 1):

$$\eta = \frac{\int_0^s F(s')ds'}{F_{max}(s)s} \tag{1}$$

Onde $F_{max}(s)$ é a maior força em decorrência da deformação s.



Figura 9: Curva real e ideal de tensão – deformação na compressão.

Materiais reais tendem a apresentar tensões de compressão variáveis, deste modo sua eficiência também varia, considerando a natureza da curva apresentada no ensaio de compressão. Dependendo da liga e densidade da espuma de alumínio, a eficiência chegando próxima a 90% nos primeiros 60% da deformação compressiva (patamar de cedência plástica), havendo uma queda brusca na eficiência na fase seguinte de densificação (BAUMMEISTER, J. et al, 1997).

Desta maneira a eficiência de energia absorvida é um parâmetro importante e nos permite tirar algumas conclusões sobre as propriedades da espuma metálica, no entanto para a escolhe do material mais apropriado para cada aplicação é dependente da energia de falha de empilhamento (EDE). A EDE é tanto maior quanto menor for a distância entre as discordâncias parciais do metal utilizado na prensagem. Como essas discordâncias tem seu movimento restrito ao plano da falha, o deslizamento cruzado nesse caso é dificultado e exige condições energéticas favoráveis, como é o caso dos metais com baixa EDE. Esses materiais apresentam distâncias entre discordâncias parciais da ordem de 10 a 20 vezes o comprimento do vetor de Burgers, elevadas se comparadas às distâncias de uma vez observadas nos materiais de alta EDE. Nos metais de alta EDE, a recombinação das discordâncias parciais é efetuada com níveis menores de tensão, facilitando o deslizamento cruzado.

O peso dos componentes estruturais adicionais, para um veículo por exemplo, é uma preocupação comum e a análise da energia absorvida por unidade de volume em deformações iniciais em função da densidade como visto na Figura 10 e a tensão na Figura 11, nota-se a forte dependência com a densidade ou com a tensão de compressão.

Fonte: DUARTE, 2005.

Figura 10: Energia absorvida por unidade de volume de espumas de liga AlSi12 após deformação de compressão de 20%, 40% e 60%.



Fonte: BAUMMEISTER, J. et al, 1997 (adaptado).

Figura 11: Comportamento de compressão de três espumas de liga AlSi12 com diferentes densidades e áreas coloridas correspondendo a mesma quantidade de energia absorvida.



Fonte: DUARTE, 2005 (adaptado).

Segundo Baummeister, (1997) promoveram os presentes métodos e diagramas de absorção de energia para sua optimização, neles é posto que espumas próximas do ideal devem absorver o máximo energia com as menores deformações.

A Figura 12 ilustra esta ideia, apresentando o comportamento compressivo de três espumas de diferentes densidades e comparando as áreas coloridas, as quais possuem a mesma quantidade de energia absorvida *W**. A margem direita de cada área, nos mostra a deformação necessária para absorver esta quantidade de energia. Analisando a espuma de menor densidade (área cinza) nota-se que a deformação avança após o patamar de tensão constante e alcança valores significativos ao final. Já a espuma de maior densidade (área amarela) apresenta patamar de tensão constante muito reduzido e também atinge altos valores de tensão de compressão final. Por outro lado, a espuma de densidade média apresenta para a mesma energia *W** absorvida, uma menor tensão de compressão final é atingida e temos a predominância do patamar de tensão constante. Deste modo, para uma dada energia de impacto podemos determinar a escolha da melhor espuma por aquela que apresente a menor tensão de compressão máxima durante a deformação (BAUMMEISTER, J., 1997).

Figura 12: Fases do mecanismo de deformação para espumas de células abertas (a) e fechadas (B)



Fonte: DUARTE, 2005.

Na região elástica dos mecanismos de deformação são dependentes da natureza das células da espuma, como mostrado na Figura 13, sendo abertas (a) ou fechadas (b). Enquanto nas espumas de estruturas abertas temos a predominância da flexão das paredes celulares da aresta na deformação, nas espumas com poro fechado ela acontece devido a flexão, tração, e contração das arestas celulares e à contração das membranas que formam as paredes da célula (DUARTE, 2005).



Figura 13: Deformação e absorção de energia da espuma metálica cilíndrica e tubo metálico.

Fonte: ASHBY et al., 2000. (Adaptado)

A Figura 14 mostra as curvas de compressão de tubo vazio, preenchido por espuma e da espuma somente. O ganho de eficiência é perceptível quando acontece o preenchimento de espuma em tubos de metal, ao se comparar a soma das cargas transportadas por um tubo vazio e a espuma e a de um tubo preenchido em um deslocamento. Essa melhora sinérgica é descrita pela energia adicional absorvida W_v qual tem origem na interação entre o tubo e espuma (equação 2).

$$W_{v}^{Tubopreenchido} = W_{v}^{Tubo} + W_{v}^{Espuma} + W_{v}^{Int}$$
⁽²⁾





Fonte: ASHBY et al., 2000 (adaptado).

Desde que a densidade da espuma seja adequadamente escolhida o aumento da carga de colapso é tal que a energia aumenta em até 30% (ASHBY et al, 2000).

3.4. Aplicações de espuma de alumínio.

A espuma de alumínio é um material muito resistente, ótima na absorção de impactos e ruídos. Por tais motivos, esse material deve ser, muito em breve, incorporado em automóveis, aviões, navios e trens. A Figura 15 apresenta os potenciais usos ou aplicações estruturais das espumas metálicas.



Figura 15: Potenciais aplicações estruturais das espumas metálicas.

Fonte: DUARTE, I. M. A. 2005 (adaptado).

Segundo Banhart, 2005 as aplicações estruturais de espumas metálicas de alumínio podem ser:

• Estruturas ultra-leves: espumas podem ser usadas para otimizar a relação peso específico e a rigidez de flexão de componentes de engenharia. Por exemplo, a rigidez de dobragem de painéis de espuma planas de um dado peso, comprimento e largura é aproximadamente proporcional à sua espessura, e, por conseguinte, inversamente relacionada com a densidade. Em qualquer caso, a construção de estruturas ultraleves explora a parte quasielástica e reversível da curva de carga-deformação.

• Estruturas de absorção de energia: devido à sua elevada porosidade, espumas podem absorver uma grande quantidade de energia mecânica quando deformadas, enquanto que as tensões são limitadas à força de compressão do material. Espumas, portanto, podem atuar como absorvedores de energia de impacto, que limitam acelerações em situações de acidente. Na figura 16 temos a ilustração de uma aplicação desta forma. Este modo explora a parte horizontal, irreversível do diagrama carga-deformação.

Como espumas metálicas podem ter cargas de colapso mais elevadas do que as espumas à base de polímero - até 20 MPa - eles podem encontrar aplicações em áreas não acessíveis as espumas poliméricas, por exemplo na fabricação de caixas de impacto (Figura 16).

Figura 16: Caixa de impacto (Crashbox) Metcomb.

Fonte: GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ et al, 2008.

• Acústica e controle térmico: espumas podem amortecer as vibrações e absorver o som sob certas condições. Além disso, a sua condutibilidade térmica é menor. Estas propriedades não são excepcionais - espumas de polímeros são muito melhores como absorvedores do som - mas eles podem ser úteis em combinação com outras características da espuma. Esta aplicação faz uso da configuração interna de uma espuma, ou seja, o labirinto de escoras e os espaços vazios cheios de ar associados.

A empresa japonesa Shinko Wire produz em parceria com a Gleich da alemanhã, uma ferramenta para o elevador a vácuo usado no processo flutuante de fabricação de vidros planos da Pilkington (UK). A substituição na ferramenta contendo um anel de alumínio sólido por espuma metálica Alporas de alumínio (Figura 17) levou a uma redução de peso de 82 para 32kg, facilitando a sua utilização que é operacionalizada por levantamen e flutuação. Mesmo para peças produzidas em pequena escala (5-6 peças ao ano) fica evidente o benefício do uso da espuma de alumínio para componentes estruturais de peso leve, em processos que trabalham com temperaturas até 400°C.



Figura 17: Ferramenta de levantamento de vidros com espuma de alumínio Alporas.

Fonte: LEFEBVRE, et al. 2008.

Para espumas de alumínio em aplicações de transporte, uma lista de propriedades interessantes pode ser feita: (LEFEBVRE, et al., 2008)

- Porosidade fechada.
- Baixo peso específico.
- Alta capacidade de absorção de energia durante deformação plástica.
- Rigidez específica elevada.
- Condutividade térmica e elétrica reduzida.
- Bom amortecimento mecânico e acústico.
- Não inflamável.
- Reciclável.
- Boa usinabilidade.

Devido a sua boa propriedade sob deformações compressivas e alta capacidade de absorção de energia, a espuma de alumínio vem sendo utilizada como absorvedores de batidas por muitos anos e também sendo encontrada em protetores de impactos em guias de autoestradas. A pesquisa de uma aplicação da espuma Alporas na frente do chassi de um carro modelo de corrida, como mostrado na Figura 18, foi demonstrado que a espuma metálica atendeu as especificações restritas de desaceleração no impacto do veículo (LEFEBVRE, et al., 2008). Figura 18: Protetor automobilístico de impacto de espuma de alumínio construído na Universidade de Tecnologia de Stralsund, Alemanha.



Fonte: LEFEBVRE, et al. 2008.

Além da vasta aplicação no setor automotivo, as espumas metálicas também se destacam no setor aeroespacial, como mostrado na Figura 19. Elas são de grande importância pois representam um aumento do rendimento e um menor custo (combustível), seja nas estruturas dos cones de combustão ou em absorvedores de impactos para aterrisagem (GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ et al, 2008.) Atualmente são estudadas espumas para proteção da ISS (estação espacial internacional) as quais são responsáveis por resistir a impactos de debris em altas velocidades no espaço, estudos mostram que a espuma de alumínio com revestimento de níquel hibrido, melhora a capacidade balística de impacto da espuma (KLAVZAR et al. 2015).

Figura 19: Exemplo de aplicação aeroespacial.



Fonte: BONALDI, et al. 2010.

A espuma de alumínio também se destaca na utilização em setores de construção naval, indústria ferroviária, partes de maquinários, equipamentos para esporte, indústria biomédica e aplicações funcionais como: filtros, permutadores de calor, suportes catalíticos (DUARTE, 2005).

3.5. Caracterização Físico-química.

• Difração de raio X:

Esta técnica baseia-se na presença de uma rede cristalina no material e determina espectros característicos de cada fase presente, consistindo na emissão de raios-X sobre a amostra variando-se o ângulo de incidência.

Essa varredura permite que o detector identifique os ângulos das orientações cristalográficas de cada fase (2θ). Cada ângulo detectado corresponde a uma família de planos cristalográficos, e o conjunto de picos equivale a uma fase presente no material (WASEDA; MATSUBARA, 2013).

• Espectroscopia de Fluorescência de Raios X:

A fluorescência é um fenômeno de emissão de luz, não necessariamente visível a olho nu, por um objeto excitado por alguma fonte de energia. Na fluorescência de raios-X, é usada uma fonte de raios-X com energia suficiente para ionizar os níveis internos dos átomos por efeito fotoelétrico, e no regresso ao estado fundamental é liberada uma radiação característica de cada elemento.

A radiação emitida pela amostra fornece informações sobre sua constituição atômica elementar para elementos de número atômico acima de 13. Os detectores captam informações de fótons e energia, e os dados são quantificados com base nas curvas de calibração do equipamento (CULLITY, 2005).

• Microscopia Eletrônica de Varredura

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é uma ferramenta capaz de gerar imagens topográficas de alta ampliação e resolução. Seu princípio de funcionamento é a transcodificação da energia emitida por um feixe de elétrons de pequeno diâmetro que interage com a superfície da amostra.

O feixe primário de elétrons pode ser gerado por um canhão de elétrons de emissão termoiônica ou por emissão de campo. O mais tradicional é de emissão termoiônica por um filamento de tungstênio. Esse filamento é aquecido pela passagem de uma corrente, e constitui o catodo pelo qual são emitidos elétrons de energia controlada. O feixe primário é então, corrigido e direcionado por lentes eletromagnéticas antes de atingir a amostra, o que permite uma varredura da superfície (MANNHEIMER, 2013).

A emissão preponderante da interação do feixe é de elétrons secundários (baixa energia) e elétrons retroespalhados (energia variável, gerados por espalhamento elástico), os mais usados pelo MEV na geração de imagens. A medida que os elétrons penetram na matéria, deixam de seguir a orientação original e passam a se difundir aleatoriamente. A penetração depende da tensão de aceleração e do número atômico do material.

Cada um dos sinais gerados pela interação do feixe com a amostra requer um detector adequado. As imagens geradas por elétrons secundários fornecem informações de morfologia, enquanto que as imagens geradas por elétrons retroespalhados mostram diferença de densidade pelo número atômico, permitindo análise de contraste químico, por exemplo. O limite de resolução do equipamento é determinado pelo diâmetro da região da amostra que, excitado pelo feixe primário, emite o sinal considerado. (GOODHEW; HUMPHREYS, 2011).

• Granulometria a laser.

A granulometria a laser é uma técnica de análise de tamanho de partícula. Para realizar a análise, uma pequena fração da amostra é agitada em mistura com água. Após uma boa diluição e distribuição pelo equipamento, uma parte da suspensão é submetida a dois feixes de laser.

Esses feixes atravessam a suspensão ou colidem com as partículas e são difratados. As partículas maiores desviam o raio incidente de maneira diferente das partículas menores e o espalhamento da luz é detectado e processado. O equipamento utiliza o método *Fraunhofer* que considera todas as partículas esféricas, e fornece dados de distribuição granulométrica do material. (ESTEVES, 2016)

Analisador Termogravimétrico Diferencial

Na análise termogravimétrica derivada (DTG), a derivada da variação de massa em relação ao tempo (DTA) é registrada em função da temperatura ou tempo. Portanto neste método são obtidas curvas que correspondem à derivada primeira da curva TG e nos quais os degraus são substituídos por picos que delimitam áreas proporcionais às alterações de massa sofridas pela amostra. (YAN; TSAI, 1995)

3.6 Tratamento Térmico do Molde.

A faixa de temperaturas recomendadas para austenitização no tratamento de têmpera deste aço carbono na busca de endurecimento superficial é da ordem de 802 a 843°C.

Em decorrência da têmpera (transformação martensítica) no aço as tensões residuais são excessivas e a ductilidade e a tenacidade são muito baixas para permitir seu uso na maioria das aplicações, sendo necessária a realização de um tratamento térmico de revenimento (ou revenido), que altera a microestrutura aliviando as tensões decorrentes da têmpera. Este tratamento consistindo no aquecimento a temperatura da ordem de 300°C, com o objetivo de aumentar a ductilidade e a tenacidade e ajustar a resistência mecânica para o nível desejado, além de aliviar tensões térmicas residuais na peça (CHIAVERINI, 1988).

4. MATERIAIS E MÉTODOS.

4.1 Fluxograma de Trabalho.

Para este trabalho, seguiu-se a rota da metalurgia do pó para obtenção da espuma de alumínio via prensagem uniaxial. Segundo Bonaldi (2012) o método indireto se dá através da compactação de um pó metálico contendo partículas do agente espumante uniformemente disperso. Acima da temperatura de fusão este compactado expande e forma a espuma. A seguir na Figura 20 é apresentado o fluxograma do processamento das espumas de alumínio.

Figura 20: Fluxograma de produção das espumas de alumínio.



Fonte: Próprio autor.

4.2 Materiais Utilizados.

Neste trabalho utilizou-se dois tipos de pós, alumínio em pó atomizado (Empresa ALCOA – Poços de Caldas -BR) e o agente expansor hidreto de titânio (TiH₂ - (Empresa Chengdu Huarui Industrial CO. – China). Os dois materiais foram devidamente caracterizados para comprovar sua natureza. Para o conjunto do molde, de aço-carbono SAE 1045, foi utilizado o agente desmoldante estearato de zinco.

De acordo com a Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos (FISPQ ou em inglês, Material Safety Data Sheet - MSDS) do pó atomizado de alumínio fornecido pela fabricante Alcoa, o material possui uma coloração prateada à cinza, densidade média entre 0,80gr·cm⁻³ e 1,30gr·cm⁻³ e faixa de fusão entre 646°C e 657°C.

Na lubrificação do molde dos corpos de prova foi inicialmente utilizado a graxa para fins industriais Molykote A-2 da empresa Dow Corning, o qual devido à interação com os particulados da mistura, não se mostrou eficaz, levando ao problema de adesão do alumínio (solda fria) entre as superfícies do corpo e do eixo, dificultando a retirada dos corpos de prova.

Desta forma este lubrificante foi substituído pelo estearato de zinco em pó, o qual segundo Chiaverini (1992) é conhecido por suas propriedades de liberação do molde, além de característico efeito hidrofóbico, não possuir eletrólitos e deixar cerca de 15% de resíduos, mesmo quando queimado a temperaturas de 540°C.

4.3 Equipamentos de Caracterização.

Foram realizados ensaios para análises tanto no pó de alumínio atomizado quanto no agente expansor, hidreto de titânio TiH2. Estas análises foram:

- a) difração de raio X (DRX) para análise da estrutura e fases cristalinas;
- b) espectroscopia de fluorescência de raio X (EDX) para análise química, verificando a pureza do alumínio e do agente expansor;
- c) microscópio eletrônico de varredura (MEV) para analisar a morfologia do alumínio;
- d) granulômetro a laser (CILAS) para analisar a distribuição granulométrica;
- e) análise termogravimétrica (DTG) especificamente para o hidreto de titânio a fim de verificar as temperaturas de liberação de gás.

4.3.1 Difração de Raios-X – DRX

O equipamento utilizado foi o XRD modelo 7000 da Shimadzu (Figura 21) com tubo de emissão de Cu.



Figura 21 – XRD- Difratômetro de raio X.



Para as amostras estudadas, alumínio e hidreto de titânio, utilizou-se um ângulo de varredura de 10° a 80°, velocidade de 0.5°·min⁻¹ sendo a corrente e tensão utilizada de 30mA e 40KV.

4.3.2 Espectroscopia de Fluorescência de Raios-X – EDX

O equipamento utilizado foi o EDX modelo 720-Rayny da Shimadzu (Figura 22) disponível no laboratório de caracterização do CEFET-MG.

Ray

Figura 22 – Fluorescência de raio X.

Fonte: <u>www.shimadzu.com.br</u> (2016)

Para a análise utilizou-se o material em pó, as condições operacionais selecionadas foram: colimador - 10 mm, atmosfera - vácuo, tensão do tubo - 50 kV, corrente no tubo -100 μA, tempo de irradiação - 300 s, modo de aquisição – método Semi Quantitativo.

4.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico de varredura VEGA da Tescan com Detector SE (elétrons secundários) para imagens de morfologia (Figura 23).



Figura 23 – Microscopia eletrônica de varredura.

Fonte: Próprio autor.

Por serem amostras condutivas, não foi necessária a metalização, utilizou-se uma tensão de carregamento de 20KV e diâmetro de feixe de elétrons de 12, acoplado ao analisador de energia dispersiva de raios X (EDS). Também foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura PHILLIPS, para caracterização de morfologia, utilizando tensão de carregamento de 15KV, sem metalização da amostra de pó de alumínio.

4.3.4 Distribuição granulométrica a laser - CILAS

A análise granulométrica foi feita no equipamento CILAS modelo 1190 da Acil Weber (Figura 24), o qual possui uma ampla faixa de medida de 0,04µm a 2500µm.



Figura 24 – Granulometro a laser – modelo CILAS 1090.

Fonte: <u>www.acilweber.com.br</u> (2017)

O método utilizado foi o *Fraunhofer* no modo líquido em água com 60 segundos de dispersão sob ultrassom sem agentes dispersantes e valor de obscuração 11.

4.3.5 Analisador Termogravimétrico Diferencial – DTG

Para esta análise foi utilizada um equipamento DTG 60 da Shimadzu (Figura 25) em atmosfera de Nitrogênio em um fluxo de 30 mL/minuto a uma rampa de temperatura a 10°C/minuto de 30°C até 780°C em panela de platina.



Figura 25 – DTG 60H- Shimadzu.

Fonte: Próprio autor.

4.4 Confecção do molde de compactação.

A seguir é mostrado o projeto de confecção do tubo de compactação apresentado nas figuras 26 e 27, as barras de aço foram usinadas nas dimensões mostradas.

Figura 26: Projeto do Molde para compactação de corpos verde.

025 Ø24,5 Ø24,45 Ø63.5 Ø63.5 CORPO EIXO BASE **VISTA LATERAL** 96,5 91 63,5 20,8 2 CORPO EIXO BASE

VISTA SUPERIOR

Fonte: Próprio Autor.

Figura 27: Projeto do Molde: Conjunto montado.



CONJUNTO DO MOLDE

Fonte: Próprio Autor.

Para produção dos corpos verdes compactados foram utilizadas duas barras de aço AISI 1045 trefilado, com dimensões de 63,50mm de diâmetro por 100,00mm de altura para o corpo, 63,50mm de diâmetro por 30,00mm de altura para base e 25,4mm de diâmetro por 100mm para o eixo. Após a usinagem o molde foi tratado termicamente para endurecimento da superfície interna evitando o desgaste e deteriorização das paredes do molde.

4.4.1 Tratamento Térmico do Molde

Para se alcançar a dureza superficial apropriada para o trabalho de compressão dos corpos verdes na prensa, afim de se evitar a adesão do pó de alumínio, foram realizados tratamentos térmicos no molde de aço AISI 1045 trefilado.

Deste modo, foi conduzido no laboratório de tratamentos térmicos do CEFET-MG, no forno elétrico da marca BRASIMET, modelo K R170, a têmpera à 840°C por 45 minutos em uma taxa de aquecimento de 50°C por minuto até a temperatura de austenitização pretendida. Em seguida as peças foram resfriadas em óleo e revenidas a 300°C por 20 minutos.

A Figura 28 mostra o forno utilizado no tratamento térmico (TT) do conjunto de peças do molde.

Figura 28: Forno Elétrico do Laboratório de Tratamentos Térmicos do CEFET-MG e eixo usinado preparado para o TT.



Fonte: Próprio Autor.

Para confirmação do procedimento foi realizado ensaio de dureza Rockwell escala C num durômetro, modelo RM401/A, mostrado na figura 29.





Fonte: Próprio Autor.

4.5 Mistura dos Pós (Homogeneização).

A mistura teve como padrão a concentração de 1% em massa de agente espumante, hidreto de titânio, essa concentração segundo Bonaldi (2012), após estudos sobre a sua influência, possibilita os melhores resultados. Este parâmetro também foi previamente testado pelo grupo de pesquisa. A mistura se deu no gral (almofariz) em porcelana com pistilo também fabricado em porcelana de alta resistência, com matéria prima previamente pesadas e caracterizadas. O tempo de mistura se deu entre 30 a 50 minutos de homogeneização. A Figura 30 mostra a mistura dos pós de alumínio e de hidreto de titânio – TiH² na homogeneização.





Fonte: Próprio Autor.

Neste trabalho, foram compactadas e sinterizados três lotes de corpos de prova, nomeados como lotes: A, B e C, vide Tabela 1. O lote A possui o número total de 6 (seis) corpos de prova, enquanto os restantes (B e C) possuem 4 (quatro). Os lotes A e C, tiveram seus corpos verdes prensados utilizando a força de compressão constante (da ordem de 320 e 330 MPa, respectivamente), o lote B, teve a este parâmetro variado no intuito de plotar um gráfico e reta por regressão linear, os quais representassem a relação pressão e densidade relativa alcançada pelo corpo verde neste processo.

O molde com 25mm de diâmetro, apresentado na sessão 4.4 deste trabalho, foi utilizado na produção dos lotes A e B, já o lote C foi produzido por um molde similar do grupo de pesquisa, porém de maior diâmetro 27 mm.

	Corpo Verde	Massa	Pressão
Lote	verue (nº)	Verde (gr)	(MPa)
А	1	34,28	322,8
А	2	26,49	318,9
А	3	31,37	318,9
А	4	32,13	322,8
А	5	35,70	318,9
А	6	26,08	321,5
В	1	30,12	248,1
В	2	30,08	301,4
В	3	29,98	351,6
В	4	29,89	403,5
С	1	13,31	333,1
С	4	18,47	335,5
С	5	25,90	330,6
С	6	22,59	334,9

Tabela 1: Parâmetros de processamento das amostras dos Lotes A, B e C.

4.6 Compactação dos Corpos Verdes.

Após a realização do processo de homogeneização, as 14 amostras foram levadas a prensa hidráulica com controle de temperatura, modelo SL-12/20 da marca SOLAB, possuindo a capacidade de 0 a 20 toneladas de força e curso de 150mm entre placas, como nos mostra a Figura 31 a seguir.



Figura 31: Prensa Hidráulica SL-12/20 com capacidade máxima de 20 toneladas.

Fonte: Próprio Autor.

O tempo padrão de permanência na prensa, mantendo a força de compressão das amostras de corpo verde, teve como 120 segundos seu tempo padrão. Este tempo foi previamente adotado pelo grupo de pesquisa.

4.7 Sinterização.

Os corpos verdes, após compactação seguiram para sinterização no forno elétrico resistivo de marca OGA, modelo B300, mostrado na Figura 32. Todas as amostras compactadas tiveram como parâmetros de aquecimento, uma taxa de 5°C por minuto até atingir o patamar de temperaturas de 710°C, permanecendo nesta temperatura por 30 minutos. Ao final deste tempo, as amostram foram retiradas e ser resfriadas em temperatura ambiente.

Para valores maiores de tempo (30 min) na temperatura do platô, tanto para temperaturas superiores que 710°C, o grupo de pesquisa e outros autores, observaram o colapso dos poros previamente formados, havendo grande deformação nestes e a presença de microporos por toda estrutura, causando grande prejuízo a qualidade final da espuma, sendo descartados, este comportamento é indício da predominância da fase líquida.



Figura 32: Forno utilizado na sinterização.

Fonte: Próprio Autor.

4.8 Caracterização dos corpos verdes compactados e corpos de prova resultantes.

Para avaliação do processo de compactação, foram conduzidas medições da massa do corpo verde (gramas), o diâmetro médio (mm) e a altura média (mm). Com essas mensurações foi possível o cálculo da sessão da área compactada (mm²) e seu respectivo volume sólido (mm³) chegando a respectiva densidade do corpo verde compactado.

A área de seção também permite calcular a pressão exercida, utilizando-se a força de carregamento da prensa hidráulica e a aceleração da gravidade na cidade de Belo Horizonte.

Também foram analisadas amostras selecionadas como resultantes, pós sinterização, visando os parâmetros de massa e volume, afim de se calcular a densidade aparente por volume deslocado, densidade aparente relativa e por fim, porosidade.

As medidas de massa foram feitas em uma balança eletrônica de precisão, com precisão de 0,01g e paquímetro 6" da marca Loyal, precisão 0,02mm em aço carbono.

4.9 Corte dos corpos de prova.

No intuito de análise final química e morfológica das variáveis do processo após sinterização, foram selecionados dois corpos de prova de melhores resultados quanto a porosidade e levados a cortadora metalográfica de marca AROTEC, modelo Arocor 80 (Figura 33), a qual foi equipada com o disco de corte, marca FORTEL, do tipo Fortel V – não ferrosos (até 15 HRC). O acionamento de corte é feito por alavanca de ação frontal, deslocando o disco contra amostra fixada. Sistema de lubrificação e refrigeração por água.



Figura 33: Cortadora metalográfica e disco de corte utilizados.

Fonte: Próprio Autor.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.

Uma dificuldade encontrada no processo de compactação é a constante adesão da mistura de alumínio na superfície do corpo, e empenamento ou trincas do eixo do molde, como pode ser observado na Figura 34.



Figura 34: Adesão do pó de alumínio no molde, corpo (esq) e eixo (dir).

Deste modo, para alcançar dureza superficial desejada evitando-se empenamentos ou trincas do eixo, obteve-se em média o resultado de (58±1) HRC (escala Rockwell C dureza normal), após o tratamento térmico (têmpera e revenimento) de todo conjunto. A cada prensagem se faz necessário a limpeza por lixa de toda a superfície em contato com a mistura de pó a ser compactada, afim de se minimizar o efeito indesejado de adesão de alumínio ao eixo e evitar o retorno de peças para o torno de usinagem e eventual aumento da folga entre componentes do conjunto de moldagem.

Diversos defeitos foram encontrados na compactação da mistura de pós na produção dos corpos verdes, a Figura 35, destaca as trincas que se prolongam pela circunferência dos corpos, este tipo de defeito é tipicamente encontrado em pressões de compactação abaixo do necessário, produzindo corpos verdes os quais não espumam devido a liberação prematura do

Fonte: Próprio Autor.

gás hidrogênio pelas trincas geradas, estas também podem ser geradas por falta de acabamento superficial do molde.



Figura 35: Trincas geradas no corpo verde, nº 2 do lote A.

```
Fonte: Próprio Autor.
```

Foi verificada a presença de uma considerável camada de óxido no eixo do molde, o qual se mostrou aderido à superfície mesmo após passar por lixamento no torno de usinagem. Este eixo apresentou forte adesão a mistura de pó, a qual devido as altas cargas de prensagem, culminou em extensos danos de deformação plástica em sua superfície de trabalho, após fenômeno de solda fria.

5.1 Análises e caracterização das matérias primas.

Os dados morfológicos e físico-químico fornecidos pelas FISPQ das matérias primas (pó de alumínio e hidreto de titânio) foram confirmados por análise de laboratório de caracterização. Nas Figuras 36 e 37, pode-se observar a morfologia das partículas pelas fotomicrografias do MEV, da marca Phillips, operado com intensidade de 15,0 kV, apresentando partículas tipicamente arredondadas e/ou esferoides, provenientes de sua fabricação por atomização, segundo Chiaverini (1992).



Figura 36: Morfologia do pó de alumínio. (MEV Phillips)

Fonte: Próprio Autor.



Figura 37: Morfologia do pó de alumínio. (MEV Phillips)

Fonte: Próprio Autor.

As figuras 38 e 39, produzidas pelo MEV marca Tecsan modelo Vega, operado com intensidade de 20,0 kV apresentam a morfologia do pó de hidreto de titânio, se caracterizando por partículas em formato de placas, retangular, não uniformes.



Figura 38: Morfologia do pó de hidreto de titânio. (MEV Vega)

Fonte: Próprio Autor.



Figura 39: Morfologia do pó de hidreto de titânio. (MEV Vega)

Os resultados de granulometria são apresentados na Tabela 2, o diâmetro médio de 8,92µm para o pó de alumínio e 17,76µm para o pó de hidreto de titânio, confirmam certas propriedades desejáveis na rota de processamento da metalurgia do pó, como a fina granulometria e a distribuição estreita dos volumes passantes, garantindo a corpos verdes compactados, uma alta energia de ligação entre as partículas e assim uma densidade relativa próxima a do alumínio sólido.

	D10	D50	D90	
Granulometria	Tamanho (µm)	Tamanho (µm)	Tamanho (µm)	Diâmetro médio (µm)
Pó de Alumínio Alcoa	3,34	7,72	16,35	8,92
Hidreto de titânio	5,22	16,61	61,61	17,76

Tabela 2: Resultados da granulometria da matéria-prima utilizada.

Fonte: Próprio Autor.

Os resultados da análise semi-quantitativa da composição química feita pela Fluorescência de Raios-X, são mostrados na tabela a baixo. Estes dados confirmam a alta pureza, típica do processo de atomização (Tabela 3).

9% Ti	>99%
% Outros elemen	tos <1%
	9% Ti % Outros elemen

Tabela 3: Composição química da matéria-prima utilizada.

Fonte: Próprio Autor.

A Figura 40 mostra os resultados da difração de Raios X (DRX), os quais apresentam os picos difratados para o pó de alumínio. Segundo Almeida, et al. (2004), os picos bem definidos representados por * na figura, condizem com as fases do alumínio.



Figura 40: Difratograma do alumínio em pó.

Fonte: Próprio Autor.

A análise gravimétrica do hidreto de titânio, Figura 41, nos apresenta a temperatura onde o gás hidrogênio começa a ser liberado.



Figura 41: Análise termogravimétrica do hidreto de titânio

Fonte: Próprio Autor.

Nota-se o início da variação da derivada da TG (DTA), próximo a temperatura de 300°C, indicando a decomposição térmica de libertação de gás hidrogênio. O pico encontrado 682,77°C, segundo Yan e Tsai (1995) corresponde ao fenômeno nitretação do titânio, promovendo endurecimento do sinterizado, associando esta dureza, à ductilidade do alumínio promovendo melhora na resistência do material, sendo interessante a análise de sua influência nas propriedades finais.

5.2 Análise dos corpos de prova verde.

No Lote A, após verificar excesso de umidade no pó de alumínio, o qual resultou em maiores quantidades de trincas na superfície de corpos verdes previamente compactados, a mistura de pós foi seca rapidamente por duas horas sob a temperatura de 110°C, afim de se

retirar a umidade, observando um limite para não haver início da liberação do gás hidrogênio (~300°C), nem oxidação excessiva da superfície exposta em atmosfera não controlada. Este problema foi solucionado para outros lotes, utilizando-se o pó de alumínio melhor acondicionado e menos úmido.

Enquanto o lote A e C, tiveram seus corpos verdes prensados utilizando a força de compressão constante, o lote B, teve a este parâmetro variado no intuito de plotar um gráfico e reta por regressão linear, os quais representassem a relação pressão e densidade relativa alcançada pelo corpo verde neste processo. Aspecto dos corpos de prova a verde do lote A após compactação são mostrados na Figura 42.

Figura 42: Corpos de prova a verde do lote A após compactação.



Fonte: Próprio Autor.

Segundo Ashby (2011), para que a compactação seja efetiva e as partículas unam-se é necessária que a densidade final seja maior que 95% da densidade do metal sólido. Ou seja, a densidade do alumínio sólido é 2,70g·cm⁻³, então a densidade do compactado deve ser no mínimo igual a 2,56g·cm⁻³.

Desta forma, os corpos verdes que alcançaram ou que se aproximaram deste patamar de densidade relativa foram assinalados com asterisco e após sinterização, dois destes selecionados para corte e análise. A Tabela 4 apresenta todos os dados coletados dos 3 lotes produzidos.

Lote	Corpo Verde (nº)	Massa Corpo Verde (gr)	Diametro Médio (mm)	Altura Média (mm)	Densidade (g/cm³)	Densidade Relativa (g/cm³)	Pressão (MPa)
А	1	34,28	24,85	29,00	2,437	0,9027	322,8
А	2	26,49	25,00	22,03	2,449	0,9071	318,9
А	3	31,37	25,00	26,20	2,439	0,9034	318,9
А	4	32,13	24,85	27,83	2,380	0,8815	322,8
А	5	35,70	25,00	30,25	2,404	0,8904	318,9
А	6	26,08	24,90	22,40	2,391	0,8855	321,5
				Média:	2,417	0,8951	320,6
				Desvio Padrão:	0,0263		
В	1	30,12	25,05	25,31	2,414	0,8941	248,1
В	2	30,08	24,90	24,48	2,524	0,9349	301,4
В	3	29,98	24,90	24,26	2,538	0,9398*	351,6
В	4	29,89	24,85	23,23	2,654	0,9829*	403,5
				Média:	2,532	0,9379	326,1
				Desvio Padrão:	0,0849		
C	1	13.31	27.35	9.32	2.431	0.9003	333.1
C	4	18 47	27.25	12 70	2 494	0 9235	335 5
c c	5	25.90	27.45	17.00	2 574	0.9533*	330.6
c	6	22,59	27,275	14,97	2,582	0,9564*	334,9
			, ·	, Média:	2.520	0.9334	333.5
				Desvio	_,	-,	200,0
				Padrão:	0,0621		

Tabela 4: Características das amostras dos Lotes A, B e C.

A produção do Lote B com variação da força de carga na compressão, entre 12,5 toneladas e 20 toneladas e respectivas pressões, entre 250 MPa e 400MPa aproximadamente, permitiu a análise entre a relação da pressão exercida e respectivas densidades relativas alcançadas através do gráfico apresentado na Figura 43, contendo uma reta calculada por regressão linear, a qual nos permite inferir que para alcançar o patamar pretendido de densidade relativa, pressões acima de 350MPa devem ser administradas para a mistura de pós utilizada.



Figura 43: Gráfico de Pressão de compactação por Densidade Relativa de Corpos Verdes do Lote B.

Fonte: Próprio Autor.

Os corpos de prova, nº 5 do lote C e o nº 3 do lote B, geraram os melhores resultados após sinterização foram selecionadas para corte, o parâmetro escolhido para tal foi a densidade aparente relativa, a qual guarda proporção inversa com a porosidade. Deste modo, seu volume final aparente (poros internos mais poros externos) foi obtido após fechamento dos poros externos com um filme polimérico e a medição do volume deslocado em água Milli-Q, todas amostras afundaram, demonstrando que sua densidade ainda é maior que a do líquido e registrando 59% de porosidade para a amostra do lote C (próximo dos 70%, necessários para se caracterizar espumas) e 22% para o corpo de prova do lote B.

5.4 Análise dos corpos de prova sinterizados.

As Figuras 44 e 45, mostram o sentido corte na direção transversal dos corpos de prova selecionados para a observação da estrutura de poros formada.

Figura 44: Corpos nº 1, 2, 3 e 4 do Lote B após sinterização a 710°C.



Fonte: Próprio Autor.





Fonte: Próprio Autor.

Os poros formados podem ser observados nas figuras 46 e 47 que mostram o corte no sentido perpendicular à altura dos corpos de prova selecionados e a estrutura interna de poros formada nos CPs sinterizados.



Figura 46: Seções de corte do corpo de prova nº 3 do lote B.

Fonte: Próprio Autor.





Fonte: Próprio Autor.

Estas amostras selecionadas após o corte, foram levadas para análise microscópica no MEV a fim de se conhecer melhor suas estruturas morfológicas. O resultado está apresentado a seguir nas Figuras 48 e 49, onde é possível analisar a superfície e poros com dimensões maiores que 1mm, além de áreas de nucleação de poros, onde o hidrogênio após aquecimento do material percursor, leva a formação, crescimento e contato de bolhas, estas que dependem de uma taxa de aquecimento controlada para não se difundirem na matriz metálica.



Figura 48: Morfologia de poro do Corpo de Prova nº3 do Lote B. (MEV Vega)

Fonte: Próprio Autor.

Figura 49: Morfologia da superfície do Corpo de Prova nº3 do Lote B. (MEV Vega)



Fonte: Próprio Autor.

As Figuras 50 e 51 representam os dados de mapeamento químico coletados pelo detector EDS para amostra do corpo de prova nº3 do lote B e confirmam a eficácia do método manual de homogeneização da mistura, mostrando boa dispersão de titânio na superfície do

corpo de prova, este elemento combinado ao nitrogênio na rede metálica, mesmo em pequenas quantidades, contribuem para as propriedades mecânicas finais.

Figura 50: Mapeamento da concentração de Al e Ti no Corpo de Prova °3 do lote B por EDS.



Fonte: Próprio Autor.

Figura 51: Mapeamento da concentração de Al e Ti no Corpo de Prova °3 do lote B por EDS.



Fonte: Próprio Autor.

O espectro do detector EDS acoplado ao MEV Vega, Tabela 5, apresenta pequena concentração de Silício nos dois corpos de prova selecionados para corte, além traços de Ferro. A presença de ambos pode talvez ser atribuída ao processo de corte, onde o disco utilizado possui alguns destes elementos em sua composição.

Elemento	% por peso
Al	97,5%
Si	1,3%
Ti	0,9%
Fe	0,3%

Tabela 5: Análise de composição química superficial do EDS de corpos de prova cortados.

Fonte: Próprio Autor

.

Vale ressaltar que este resultado de análise do EDS, através do m espectro de soma do mapeamento é um método semi-quantitativo, sendo necessários outros ensaios para melhor compreensão de sua composição química.

6. CONCLUSÕES.

A caracterização físico-química dos pós de alumínio e de hidreto de titânio - TiH_2 mostrou se adequada ao uso na produção de espumas de alumínio e como agente espumante.

As condições de trabalho na compactação dos corpos verdes do molde fabricado, de aço-carbono SAE 1045 trefilado se mostram eficientes, sobretudo após o tratamento térmico. Têmpera à 840°C por 45 minutos em uma taxa de aquecimento de 50°C por minuto até a temperatura de austenitização seguida de resfriamento em óleo e revenimento a 300°C por 20 minutos;

Já para a sinterização dos corpos verdes e a espumagem da mistura de pós (alumínio e hidreto de titânio) utilizando a taxa de aquecimento de 5°C por minuto até a temperatura de 710°C por 30minutos, os resultados foram satisfatórios.

Foram realizados ensaios físico-químicos nos corpos de prova determinando os melhores parâmetros de espumagem. Os corpos de prova, nº 5 do lote C e o nº 3 do lote B, geraram os melhores resultados após sinterização foram selecionadas para corte.

Foi possível através desse trabalho, confirmar vários parâmetros já otimizados pelo grupo de pesquisa, além de se concluir que para alcançar o parâmetro desejado de densidade relativa, é necessário aproximadamente a pressão mínima de 350MPa, já que na grande maioria dos casos em que pressões menores foram administradas, os corpos verdes apresentaram trincas em sua superfície, o que facilita a entrada de oxigênio e a oxidação do alumínio, não resultando na sinterização da mistura de pós e a formação esperada da espuma metálica.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Assim, sugere-se para os futuros trabalhos:

- Caracterizar físico-quimicamente os pós de alumínio e de hidreto de titânio - TiH₂ como agente espumante;

- Aumentar a quantidade de pontos no gráfico de pressão por densidade relativa, afim de se confirmar o comportamento dos parâmetros de compactação dos corpos verdes e sua influência na etapa posterior de sinterização.

- Adotar a norma ABNT D6 na fabricação do molde para os corpos de prova com menor diâmetro (13mm) que o atual utilizado (25mm) e menor altura, permitindo alcançar maiores pressões (limitadas ao curso da prensa e altura do conjunto do molde) na compactação da prensa hidráulica, utilizando-se as mesmas forças de cargas já utilizadas e garantindo as relações de 1:1,5, 1:3 e 1:5 entre altura e diâmetro do corpo de prova, as quais são condições necessárias para o ensaio de compressão pelas normas da ASTM, 2000.

- Variar as condições de espumagem dos pós em tubos de aço-carbono SAE 1020;

- Realizar ensaios físico-químicos nos corpos de prova determinando os melhores parâmetros de espumagem;

- Construção de molde para corpos de prova, segundo norma ASTM E855, para ensaios de flexão de materiais metálicos em carregamentos estáticos.

- Realizar ensaios de compressão e flexão para determinar suas propriedades mecânicas.

- Otimizar homogeneização em equipamentos como moinhos panela ou de bolas.

- Melhorar acabamento superficial do molde.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

ASHBY, M.F. EVANS, A.G. FLECK, N.A. GIBSON, L.J. HUTCHINSON, J.W. WADLEY, H.N.G. *Metal Foams: A Design Guide*. Ed. Butterworth-Heinemann, EUA (2000). 264 p.

BONALDI, Patrick Oliveira. *Obtenção de espuma de alumínio através do processo de Metalurgia do Pó e propriedades mecânicas de estruturas sanduíche*. 2012, 84 f. Tese (Doutorado). Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

DUARTE, Isabel Maria Alexandrino. *Espumas metálicas – Processo de fabrico, caracterização e simulação numérica*. 2005, 231 f. Tese (Doutorado). Departamento de Engenharia Mecânica e Gestão Industrial, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto , 2005.

GUTIÉRREZ-VÁZQUEZ, J. A. OÑORO, J. *Espumas de aluminio. Fabricación, propiedades y aplicaciones.* 2007. Revisão. 20 f. Dept. Ingeniería y Ciencia de los Materiales, ETSI Industriales. Universidad Politécnica de Madrid, Madrid,España. Revista de metalurgia, 44 (5), 2008, ISSN: 0034-8570, EISSN: 1988-4222.

MATIJASEVIC-LUX, B. (a), BANHART, J. (a,b), FIECHTER S. (b), GÖRKE O. (a), WANDERKA N. (b), *Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture*. 2005. (a) Institute of Materials Science and Technology, Technical University Berlin, Berlin, Germany. (b) Hahn-Meitner-Institut Berlin, Berlin, Germany. 14p, Acta Metallurgica Inc. publicado por Elsevier Science Ltd. 2006.

DUARTE, I. BANHART, J. A study of aluminium foam formation - kinetics and microstructure. 1999. Fraunhofer-Institute for Advanced Materials, Bremen, Germany. 14p, Acta Metallurgica Inc, publicado por Elsevier Science Ltd. 2000.

BANHART, J. BAUMEISTER, J. *Deformation characteristics of metal foams*. 1997. Fraunhofer Institute for Applied Materials Research, Bremen, Germany, 10p, Journal of Materials Science, p.1431-1440, Ed Chapman & Hall, 1998, ISSN 0022-2461.

RAMAMURTY, U. PAUL, A. *Variability in mechanical properties of a metal foam.* 2003. Department of Metallurgy, Indian Institute of Science, Bangalore, India, 8p, Acta Metallurgica Journal, p. 869-876, publicado por Elsevier Science Ltd, 2003, ISNN 1359-6454. BANHART, J. *Aluminium foams for lighter vehicles*, 2005, Int. J. Vehicle Design, Vol.37, Nos. 2/3, p.114–125, Publicado por Inderscience Enterprises Ltd, 2005.

BAUMEISTER, J. BANHART, J. WEBER, M. *Aluminium foams for transport industry*, 1997, Fraunhofer-Institute for Applied Materials Research, Bremen, Germany, 4p, Materials & Design, Vol. 18, Nos. 4/6, pp. 217-220, 1997, publicado por Elsevier Science Ltd, Grã Bretânia, 1998. ISSN 0261-3069/98.

DUARTE, I. M. A., FERREIRA, A. J. M. SANTOS, M. J. G. BANHART, J.

Aplicações estruturais das espumas metálicas, 2005, 3f, 6° Congresso Nacional em MECANICA EXPERIMENTAL, Ponta Delgada, 2005.

KLAVZAR, A. (a), CHIROLI, M. (a), JUNG, A. (b), RECK, B. (a), Protective

Performance of Hybrid Metal Foams as MMOD Shields, 2015, (a) French-German Research Institute of Saint-Louis, Saint-Louis, France, (b) Universität des Saarlandes, Applied Mechanics, Campus A4.2, Saarbrücken, Germany, 8p, publicado por Elsevier Ltd, 2015, ISSN 1877-7058.

LEFEBVRE, L-P.; BANHART, J.; DUNAND, D. *Porous Metals and Metallic Foams: Current Status and Recent Developments, 2008,* Advanced Engineering Materials, 10, 9, pp. 775-787, NRC Publications Archive, Archives des publications du CNRC, Canadá, 2008.

RAMOS, Filipe Dondoni; GALDINO, André Gustavo de Sousa. *Desenvolvimento de espumas metálicas de alumínios através da metalurgia do pó utilizando polietileno de baixa densidade (pedb) para absorção de impacto. Instituto Federal do Espírito Santo.*

ESTEVES, Cristina Aparecida. DESENVOLVIMENTO DE ESPUMAS DE ALUMÍNIO A PARTIR DE RECICLAGEM DE LATAS DE ALUMÍNIO. 2016. 60 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.

CHIAVERINI, Vicente. Metalurgia do Pó: Técnicas e Produtos. 3. ed. São Paulo: Édile Serviços Gráficos e Editora Ltda, 1992. 352 p.

ASM HANDBOOK. Heat treating. Ohio: ASM International, 2002. v.4. 2173p.

CALLISTER JUNIOR, William D. Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

COLPAERT, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4 ed. São Paulo:

Blücher, 2008. 672p.

CULLITY, B. D. Elements of X-ray diffraction. Massachusetts, EUA. Addison-wesley publishing company inc, 1956. 514p

GOODHEW, P.J., HUMPHREYS, J., BEANLAND, R. Electron microscopy and analysis. 3rd Ed. London, UK: Taylor & Francis, 2001. 251 p.

PADILHA, A. F.. Materiais de Engenharia: Microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus, 1997. 353 p.

EXNER, E. Principles of Single Phase Sintering, Reviews on Powder Metallurgy and Physical Ceramics, 1, 1-4 (1979).

CHIAVERINI, V. Aços e Ferros Fundidos, Editora ABM, 6ª edição, São Paulo, 1988.

ALMEIDA, G. B.; AMBROZIO, F.; COELHO, R. E.. Caracterização de Ligas de Alumínio Produzidas por Metalurgia do Pó. Revista Matéria, Rio de Janeiro, v. 9, n. 4, p.325-333, 2004. Disponível em: http://www.materia.coppe.ufrj.br/sarra/artigos/artigo10613. Acesso em: 1 jul. 2017.