





Estudo da adição de carbeto de silício nas propriedades metalúrgicas e mecânicas de uma liga alumínio-cobre

Study of the addition of silicon carbide on the metallurgical and mechanical properties of an aluminum-copper alloy

Pedro José Olendski Elias Junior¹ , Jorge Luiz Braz Medeiros¹ 
Luciano Volcanoglo Biehl¹, José de Souza¹ , Elton Gimenez Rossini²,
Diego Augusto de Jesus Pacheco³ , Carlos Otávio Damas Martins⁴

¹Universidade Federal do Rio Grande. Avenida Itália, Km 8, 102, 96203-900, Rio Grande, RS, Brasil.

²Universidade Estadual do Rio Grande do Sul. Rua Washington Luiz, 675, 90010-460, Porto Alegre, RS, Brasil.

³Aarhus University, Department of Business Development and Technology. Birk Center 15, 7400, Herning, Denmark.

⁴Universidade Federal do Sergipe. Avenida Marechal Rondon s/n, 49100-00, São Cristóvão, SE, Brasil.

e-mail: jorge.braz@furg.br, olendski@gmail.com, lucianobiehl@furg.br, josesouza@liberato.com.br, elton-rossini@uergs.edu.br, diego@btech.au.dk, carlosmartinsufs@gmail.com

RESUMO

À obtenção de materiais compósitos é de grande interesse para a indústria automotiva e aeroespacial. Este estudo tem como objetivo a obtenção via metalurgia do pó o compósito Al-4,5Cu reforçado com adições de 5%, 10% e 15% de partículas de carbeto de silício. Os pós elementares foram analisados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Difração de Raios-X (DRX). Para a determinação da tensão de compactação utilizou-se ensaios de compressibilidade, sendo adotada a carga de 200 MPa. A atmosfera sinterização foi de nitrogênio com elevado grau de pureza em isoterma de 590°C durante 90 minutos. Para a caracterização microestrutural foram utilizadas técnicas de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O comportamento polimórfico foi avaliado pela técnica de difração de Raios-X (DRX) e as microdurezas avaliadas pelo método Vickers ($HV_{0,1}$). Os resultados demonstraram a difusão de cobre na matriz de alumínio formando o intermetálico Al_2Cu . Já a adição de carbeto de silício não afetou de forma significativa a formação do compósito. Detectou-se aumento de microdureza para adições acima de 10% de SiC. Conclui-se que existe viabilidade da obtenção de componentes com ligas compósitas de alumínio, cobre e carbeto de silício via metalurgia do pó.

Palavras-chave: Sinterização; Liga Al-Cu; Compósito; Carbeto de Silício; SiC.

ABSTRACT

The obtainment of composite materials is of great interest for the automotive and aerospace industries. This study aims to obtain through powder metallurgy the Al-4,5Cu composite reinforced with additions of 5%, 10% and 15% of silicon carbide particles. The elemental powders were analyzed by Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray Diffraction (XRD). To determine the compressive stress, compressibility tests were used, and a load of 200 MPa was adopted. The sintering atmosphere was high purity nitrogen at an isotherm of 590°C for 90 minutes. For microstructural characterization Optical Microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM) techniques were used. The polymorphic behavior was evaluated by X-Ray Diffraction (XRD) technique and the microhardness evaluated by Vickers method ($HV_{0,1}$). The results demonstrated the diffusion of copper in the aluminum matrix forming the intermetallic Al_2Cu . The addition of silicon carbide did not affect significantly the formation of the composite. An increase in microhardness was detected for additions above 10% of SiC. It is concluded that there is feasibility of obtaining components with composite alloys of aluminum, copper and silicon carbide via powder metallurgy.

Keywords: Sintering; Al-Cu Alloy; Composite; Silicon Carbide; SiC.

1. INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio são extensamente empregadas na indústria automotiva em chassis, trens de força e em acessórios. A utilização de ligas de alumínio tornou possível a produção de veículos mais leves, seguros e com melhor desempenho além de propiciar economia de combustível que se traduz em reduções nas emissões de gases de efeito estufa e níveis gerais de poluição [1,2].

À obtenção de compósitos via metalurgia do pó permite associar as características dos materiais compósitos a um processo de fabricação altamente produtivo e econômico. Dessa forma, progressivamente cresce a demanda da indústria automotiva por peças para automóveis produzidas via metalurgia do pó de alumínio. Empresas já utilizam em alguns de seus veículos rodas dentadas, bielas e eixos de cames produzidos por esse processo [3]. Porém, segundo SCHAFFER *et al.* [4] as ligas de alumínio comerciais para sinterização possuem composições químicas muito próximas ou essencialmente idênticas às composições encontradas em ligas para forjamento. Devido a esta falta de uma composição química específica para satisfazer as propriedades requeridas no processo de metalurgia do pó, os produtos tendem a apresentar propriedades mecânicas aquém do esperado, bem como, respostas inadequadas à sinterização.

A obtenção de componentes compósitos a base de alumínio também é de grande interesse em aplicações aeroespaciais, principalmente pela baixa densidade, boa resistência mecânica, resistência à corrosão, condutividade térmica e elétrica [2,5]. Atualmente as ligas avançadas para sinterização surgem como alternativa, visto que, são desenvolvidas de forma a aproveitar aspectos específicos da metalurgia do pó, tais como, ligas de alumínio para altas temperaturas, ligas com alta resistência ao desgaste e compósitos de matriz metálica.

Os materiais compósitos podem ser definidos como sistema que compreende uma fase discreta, denominada de reforço, dispersa em uma fase contínua denominada matriz [5]. Esta combinação de materiais leva a uma combinação de propriedades mecânicas, não alcançáveis pelos constituintes individualmente. Por conta da possibilidade de se atingir elevada resistência mecânica específica, rigidez, maior resistência ao desgaste e melhores propriedades em elevadas temperaturas, há uma demanda crescente de aplicações para os compósitos em componentes para indústria automotiva, aeroespacial, segurança e esportiva. Os compósitos de matriz metálica podem ser classificados em três categorias distintas de acordo com a geometria do material usado como reforço [6]. Os compósitos de matriz metálica reforçados com partículas (PMMCs), compósitos de matriz metálica reforçados com fibra curta (SFMMCs) e os compósitos de matriz metálica reforçados com fibras contínuas (CFMMCs) são os usualmente produzidos [6].

A produção de compósitos é possível tanto pelo processo de fundição quanto pelas rotas de metalurgia do pó. De modo geral, a fundição apresenta como vantagem o custo de produção mais baixo, porém os processados por metalurgia do pó obtêm melhores propriedades mecânicas e por demandar menor temperatura de processamento, existe menor possibilidade de reação química entre a matriz e a fase de reforço. Outra vantagem inclui a possibilidade de se incorporar várias fases de reforço na mesma matriz, além da possibilidade de incorporar maior fração de partículas de reforço em comparação com os processos que envolvem fundição [7–10].

O escopo deste trabalho visou apresentar o estudo de compósitos com matriz de alumínio, reforçado com partículas de Carbetto de Silício (SiC). Através do processo de metalurgia do pó, o objetivo foi analisar o comportamento mecânico e morfológico dos corpos de prova cilíndricos de Al-4,5Cu-SiC, obtidos a partir de pós comerciais elementares com a concentração de SiC variando de 5%, 10% e 15%.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento deste estudo foram utilizados pós elementares de Alumínio, Cobre e Carbetto de Silício, com características granulométricas e de composição química controladas, de forma a obter-se menor dispersão possível nos resultados. Utilizou-se Etileno Bis Estearamida (EBS) em pó, como lubrificante durante o processo de compactação e a sinterização foi realizada com atmosfera a base de nitrogênio com grau de pureza 99,99%. O teor de pureza dos pós elementares foi de 99,7% para o Alumínio, 100% para o Cobre e 98,48% para o Carbetto de Silício.

A caracterização prévia dos pós metálicos foi realizada de forma de garantir propriedades previsíveis e repetibilidade de resultados. Esta caracterização foi efetuada por Microscopia Eletrônica de Varredura para observação da morfologia, granulometria média e distribuição granulométrica dos pós de Alumínio, Cobre e Carbetto de Silício. Para investigação da pureza foram realizadas análises de difração de Raios-X para cada amostra de pó.

Após a caracterização inicial se procedeu à etapa de pesagem dos constituintes, e mistura mecânica em misturador tipo Y a 45 RPM por 60 minutos para cada formulação. Para tal, foi utilizada uma balança de precisão Bel, modelo Mark L 5202 com resolução de 0,01 g. Na Tabela 1 podem ser verificadas composições químicas das misturas estudadas.

Tabela 1: Composição química proposta para os corpos de prova.

LIGA	ALUMÍNIO	COBRE	SiC
Al-4,5Cu	95,50%	4,50%	—
Al-4,5Cu-5SiC	90,50%	4,50%	5,00%
Al-4,5Cu-10SiC	85,50%	4,50%	10,00%
Al-4,5Cu-15SiC	80,50%	4,50%	15,00%

Tabela 2: Densidade Teórica das Misturas.

MISTURA	DENSIDADE TEÓRICA DA MISTURA (g/cm ³)
Al-4,5Cu	2,78
Al-4,5Cu-5SiC	2,81
Al-4,5Cu-10SiC	2,83
Al-4,5Cu-15SiC	2,85


Figura 1: Matriz de compactação dos compósitos.

A densidade teórica das quatro misturas foi determinada através da regra das misturas, conforme a Equação (1),

$$\rho_T = \frac{m_{Al} + m_{Cu} + m_{SiC}}{\frac{m_{Al}}{\rho_{TAl}} + \frac{m_{Cu}}{\rho_{TCu}} + \frac{m_{SiC}}{\rho_{TSiC}}} \quad (1)$$

onde ρ_T é a densidade teórica da liga, m_{Al} é a massa de alumínio, m_{Cu} é a massa de cobre, m_{SiC} é a massa de carbeto de silício, ρ_{TAl} é a densidade teórica do alumínio, ρ_{TCu} é a densidade teórica do cobre e ρ_{TSiC} a densidade teórica do carbeto de silício. A Tabela 2 apresenta os valores de densidade para as quatro misturas.

Posteriormente, foram retiradas três amostra de cada misturas para serem aplicados no ensaio de compressibilidade. Para este processo foi utilizada uma matriz de compressão uniaxial de duplo efeito, fabricada com aço ferramenta D6, com diâmetro interno de 18,78 mm, acoplada a uma prensa hidráulica com capacidade de 15 Kgf, apresentada na Figura 1.

O procedimento de compactação foi realizado seguindo as recomendações da Norma ASTM B925-15 (2008) seção 7, que padroniza o procedimento para compactação de amostras de Metalurgia do Pó [11]. Foi aplicado o ensaio de compressibilidade que consiste na aplicação de cargas crescentes e descarregamentos até um ponto inicial previamente determinado, com os deslocamentos registrados por um relógio comparador Zaas, Modelo 03, 0001, de graduação 0,01 mm e deslocamento máximo de 10 mm.

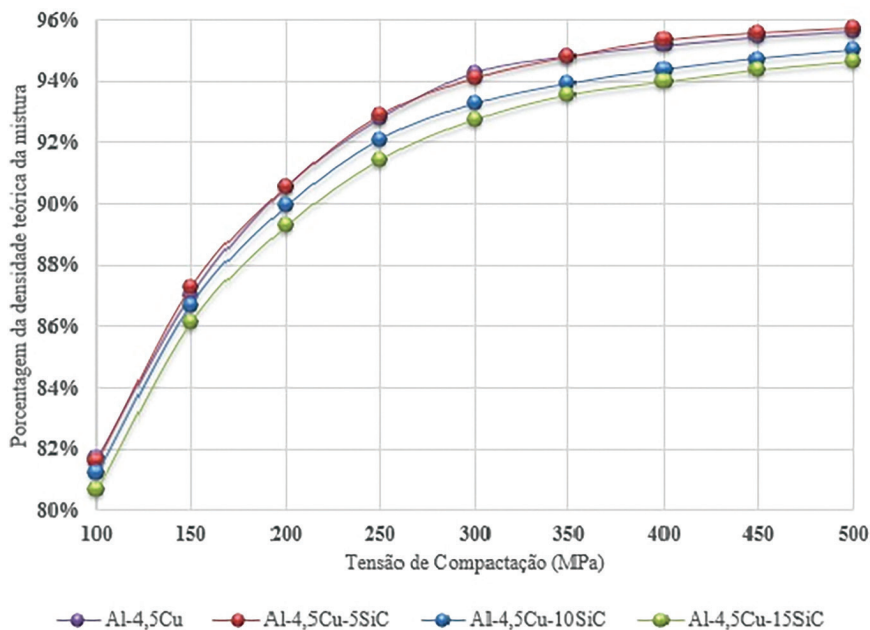


Figura 2: Curvas de compressibilidade.

Através do ensaio de compressibilidade, observa-se que razões da densidade teórica na faixa dos 90% já são alcançadas para tensões da ordem dos 200 MPa. Valores acima dos 92,5% de densidade teórica são obtidos para tensões acima dos 400 MPa. Acima destas tensões de compactação não se obtém aumentos significativos, que justifiquem o incremento nas pressões de compactação. Estes resultados estão de acordo com o encontrado na literatura [8–11]. Na Figura 2 observa-se as curvas de compressibilidade das amostras.

Com base na análise dos ensaios de compressibilidade fixou-se o valor de 200 MPa para a tensão de compactação de todas as amostras, visto que foram obtidos valores de 90% da densidade teórica para as misturas, resultando em corpos de prova com resistência mecânica e menor volume de porosidade residual.

Para o processo de sinterização foram preparadas seis amostras de 4 g, para cada uma das quatro misturas. Após o procedimento de compactação, foram realizadas as aferições da densidade a verde para cada uma das amostras, a fim de confirmar os resultados obtidos na curva de compressibilidade. Nesta etapa o escopo foi avaliar a variação da densificação dos corpos de prova compactados com a mesma pressão, porém com aumento da adição de elementos de liga.

Para a determinação da densidade a verde foi utilizado o método geométrico, que leva em consideração a massa, o raio e a altura das pastilhas obtidas após a compactação. As medições foram realizadas com paquímetro digital Digimess modelo 100.170, com resolução de medição de 0,01 mm; micrômetro analógico Mitutoyo com resolução de 0,01 mm e balança de precisão Bel, modelo Mark L 5202, com resolução de 0,01g.

Após a aferição da densidade a verde, as amostras foram conduzidas ao processo de sinterização, em um mufla, modelo EDG série Inox Line, com capacidade de aquecimento de até 1200°C em atmosfera de Nitrogênio.

O ciclo de sinterização foi determinado com base na revisões que tratam sobre sinterização de ligas classe a 2XXX, ou seja, tendo o elemento Cu como principal elemento de ligas [3,4].

A Figura 3 mostra as etapas do ciclo de sinterização: (i) aquecimento a taxa de 10°C/min da temperatura ambiente até a temperatura de 350°C; (ii) seguido de um patamar de 30 min para o processo de volatilização do lubrificante, processo chamado “Dewaxing”; (iii) aquecimento a taxa de 10°C/min até a temperatura de 590°C, sendo mantido nessa temperatura pelo tempo de 90 min para a sinterização, (iv) resfriamento no forno até a temperatura ambiente [3,4,8–10].

Após o processo de sinterização dos corpos de prova, foram realizadas novas medidas de densidade, para avaliar a variação na densificação ocorrida durante o processo de sinterização. A partir dos valores de densidade foi possível calcular a porosidade final das peças e comparar com os valores obtidos nos compactados na condição verde [11–15].

Para a determinação da densidade final, após a sinterização foram utilizados os procedimentos conforme norma ASTM B962 – 17 – *Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintered Powder*

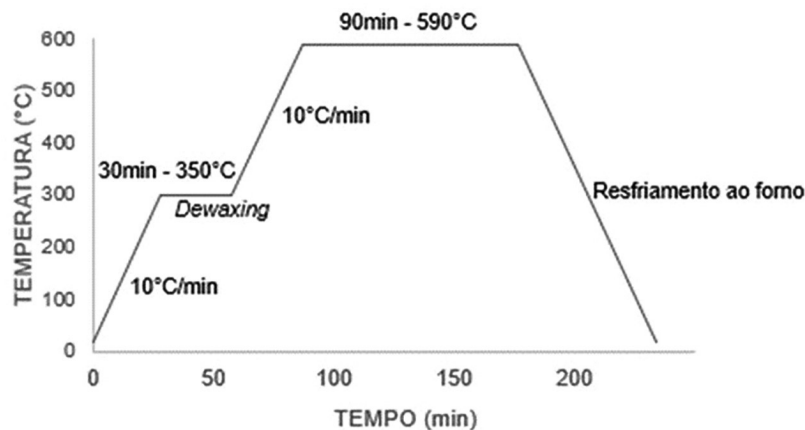


Figura 3: Representação esquemática do ciclo de sinterização.

Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle, utilizando balança de precisão Bel, modelo Mark L 5202, com resolução de 0,01g [11].

Para a análise morfológica das microestruturas dos corpos de prova sinterizados, as amostras passaram por preparação metalográfica, nas seguintes etapas: (a) de corte em cortadeira Metalográfica BUHLER, (b) embutimento à frio das amostras, (c) lixamento manual utilizando lixas d'água de granulometria de 400, 600, 1000, 1200 e 2500 mesh, (d) polimento com suspensão de diamante de 3 μm e 1 μm em disco de pano específico em politriz STRUERS, (e) limpeza das amostras efetuada com álcool etílico, (f) secagem com soprador térmico.

As análises de microscopia óptica foram realizadas, após preparação metalográfica em um microscópio óptico com luz refletida e sistema de análises de imagens – Olympus GX 51S com sistema de aquisição de imagens digital.

As amostras foram submetidas posteriormente a análises em microscopia eletrônica de varredura para análise microestrutural com maior magnificação em equipamento JEOL JSM – 6610LV.

Para a caracterização e comparação das fases que foram formadas nas amostras após a sinterização, realizou-se análises via Difractometria de Raios X (DRX) utilizando o equipamento Bruker D8 Advance. Foram utilizados os seguintes parâmetros de ensaio: tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, tubo de cobre, comprimento de onda de 1,5418 Å, ângulo de varredura entre 30° a 120° com passo de 0,05° [16–19]. Os dados obtidos foram comparados com a carta cristalográfica NIST código:03-065-2869 que apresenta os “picos” cristalográficos de ligas ferrosas e não ferrosas.

Os ensaios de microdureza por microindentação Vickers foram realizados nos corpos de prova, após a sinterização de forma de avaliar a resposta da sinterização e de aumento de microdureza devido a progressiva adição de Carbetto de Silício em um microdurômetro Shimadzu, modelo HVM-2T. O procedimento foi realizado conforme Apêndice X2 da norma ASTM B933: *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Powder Metallurgy (PM) Material* [11]. Para cada amostra foram tomadas medidas em 10 pontos distintos, distribuídos aleatoriamente evitando regiões muito próximas a poros, utilizando carga de 100 g e 10 s de carregamento.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Seguindo o roteiro proposto na metodologia, os ensaios realizados contribuíram para a obtenção de dados relevantes em relação a condição preliminares dos insumos utilizados para a obtenção dos compósitos propostos.

3.1. Caracterização granulométrica e morfológica dos pós elementares

A Figura 4 apresenta os resultados de micrografia em MEV para o pó de alumínio. A partir da análise da amostra no *software Imagem J* foi possível a obtenção de dados de partícula, variando de máximo de 149 μm a mínimo de 4 μm com média da ordem dos 16 μm . A morfologia das partículas apresenta-se em sua grande maioria em formato esférico irregular [2,16].

A Figura 5 mostra os resultados de micrografia em MEV para o pó de cobre com partículas variando entre 136 μm e 4 μm com valor médio de partícula de 19 μm . Observa-se que a morfologia das partículas de cobre também tende ao esférico, porém mais irregular do que à do alumínio [2,16].

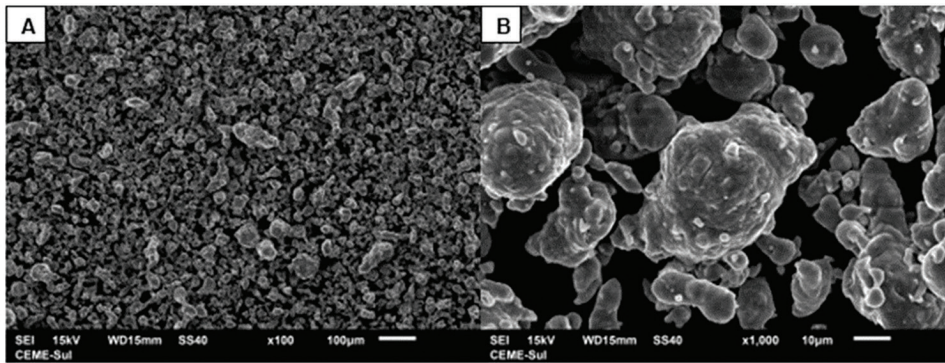


Figura 4: Micrografia obtida em MEV para o pó de alumínio, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.

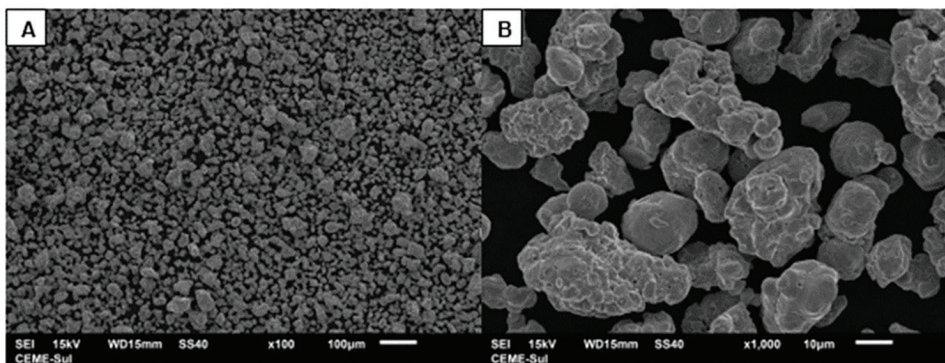


Figura 5: Micrografia obtida em MEV para o pó de cobre, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.

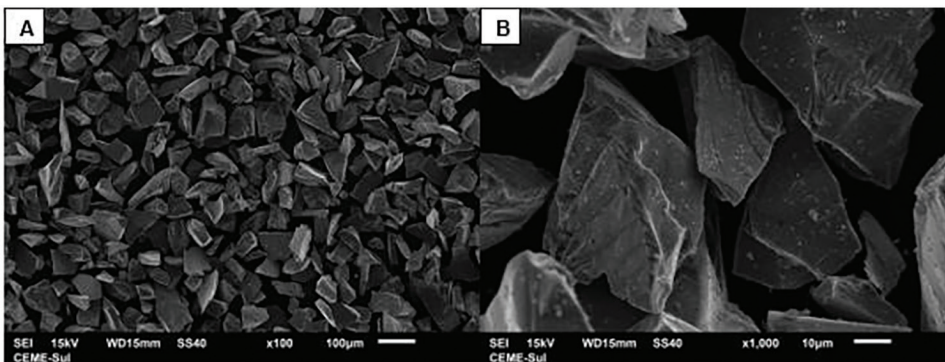


Figura 6: Micrografia obtida em MEV para o pó de cobre, com aumento de 100X em A e aumento de 1000X em B.

Na Figura 6 observa-se os resultados da micrografia da amostra de pó de carбето de silício que foi adicionada como partícula de reforço. Através da análise no *software Imagem J*, obteve-se os parâmetros de granulometria, variando de mínimo 17 µm a máximo 95 µm com média de 55 µm. Portanto, foi possível observar de forma comparativa, que a amostra de pó de carбето de silício apresentou granulometria consideravelmente maior e distribuição granulométrica mais fechada, se comparado aos pós de alumínio e cobre. Quanto a morfologia dos grãos de carбето de silício, observa-se que são grãos homogêneos angulosos, com arestas vivas. Morfologia característica de materiais particulados duros [2,16].

3.2. Caracterização dos pós elementares por difração de raios x

Na Figura 7 é apresentado o difratograma obtido para a amostra de pó de alumínio, indicando pontos característicos segundo a ficha de referência NIST código:03-065-2869. Não foram encontrados picos referentes à elementos contaminantes.

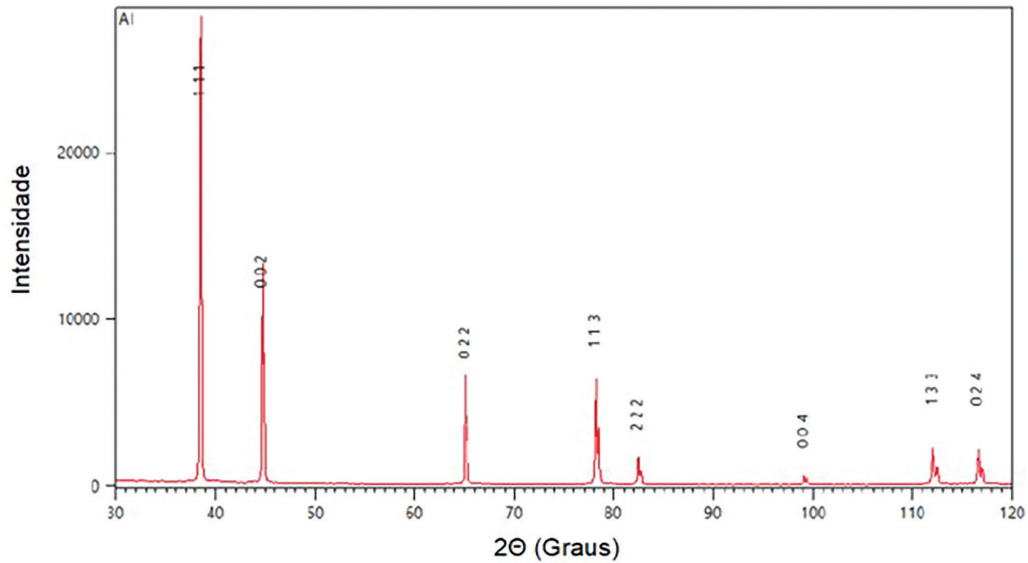


Figura 7: Difratoograma do pó de Alumínio.

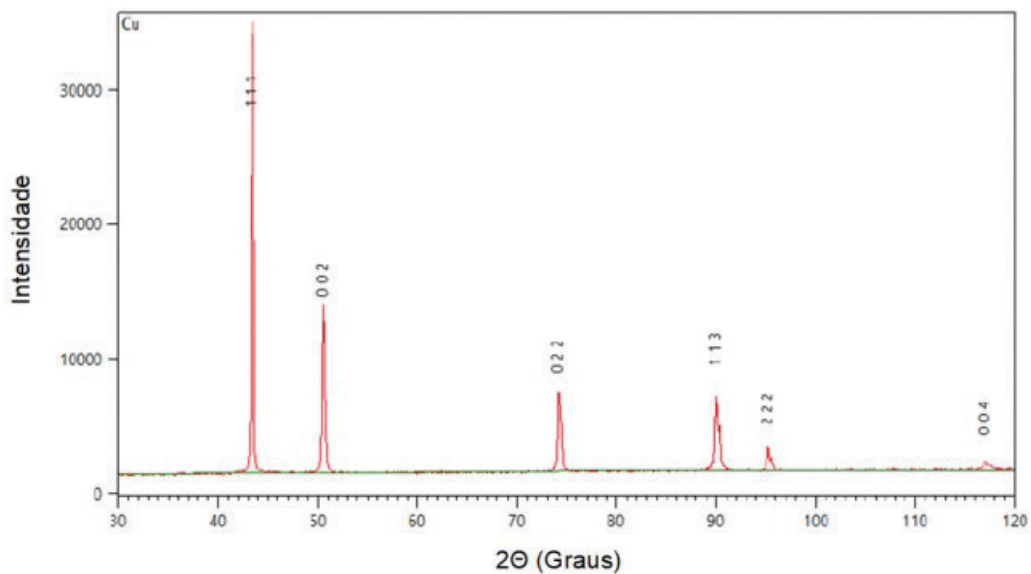


Figura 8: Difratoograma do pó de Cobre.

O difratograma obtido da amostra de pó de cobre pode ser visualizado na Figura 8. Os picos e intensidades encontrados são característicos segundo a ficha de referência ICDD código:03-065-9743. Não foram encontrados “picos” referentes a elementos contaminantes.

A Figura 9 apresenta o resultado da difração de Raios-X para a amostra de pó de carbetto de silício comercial segundo ficha catalográfica ICSD 01-073-1663. Não foram encontrados “picos” referentes a elementos contaminantes.

3.3. Análise de densidade a verde dos corpos de prova

Após o processo de compactação das amostras, foram realizadas medidas de densidade a verde de forma geométrica, para análise da reprodutibilidade do processo de compactação. Os dados são apresentados na Tabela 3 e na Figura 10, incluindo os valores da porcentagem de densidade teórica alcançada.

Os resultados obtidos foram coerentes com as curvas de compactação, indicando que o processo apresenta alta reprodutibilidade, além disso, os baixos valores de desvio padrão amostral corroboram com a repetibilidade alcançada no processo [3,4].

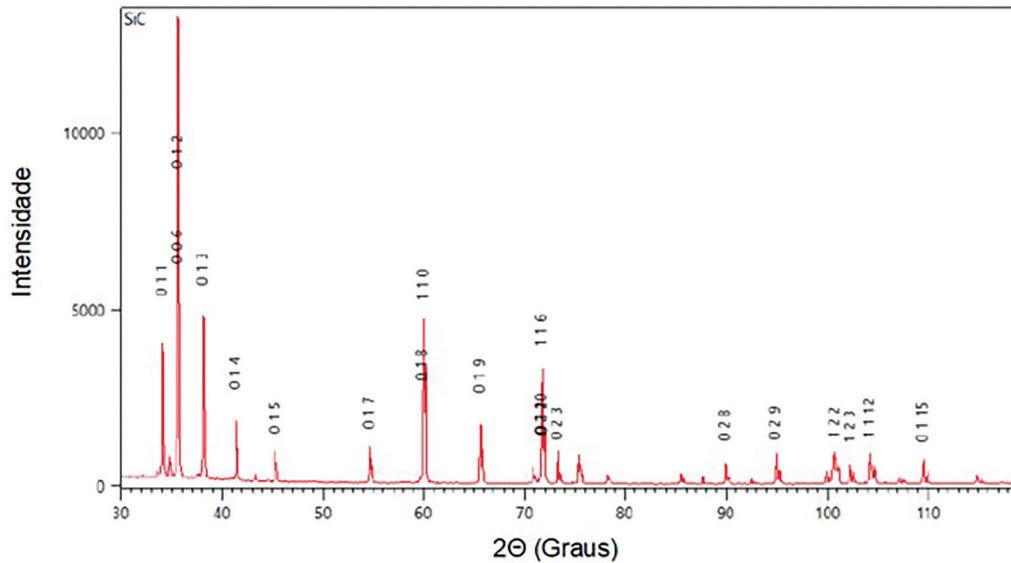


Figura 9: Difratoograma do Pó de Carbetto de Silício.

Tabela 3: Densidade Teórica das Misturas.

LIGA	VOLUME (cm ³)	DENSIDADE MÉDIA A VERDE (g/cm ³)	DESV. PAD. DA DENS. MÉDIA A VERDE	% DE DENSIDADE TEÓRICA	DESV. PAD. RAZÃO DE DENS. TEÓRICA
Al-4,5Cu	1,5852	2,5238	0,004866	90,588	0,15913
Al-4,5Cu-5SiC	1,5716	2,5450	0,003582	90,548	0,12205
Al-4,5Cu-10SiC	1,5460	2,5591	0,02973	90,317	0,13455
Al-4,5Cu-15SiC	1,5544	2,5740	0,002837	90,044	0,09321

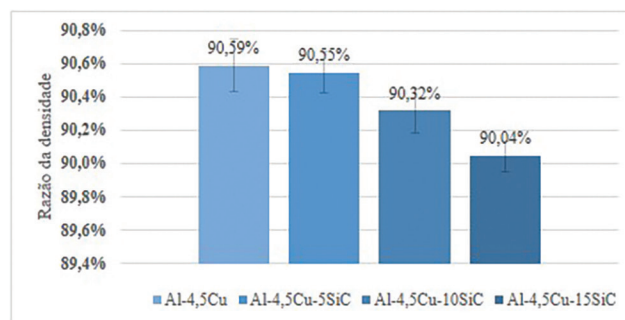


Figura 10: Comparativo de razão da densidade teórica alcançada dos corpos de prova compactados a tensão de 200MPa.

3.4. Análise dos corpos de prova verde e sinterizados

Nos corpos de prova sinterizados foi possível analisar as variações de volume, massa e densidade.

Na Figura 11 é apresentado o gráfico comparativo de volume dos compactados verdes com as peças após processo de sinterização. É possível observar a tendência de aumento de volume para todas as ligas, sendo o menor aumento de volume de 8,14% para a liga Al-4,5Cu e maior aumento de volume de 9,33% para a liga Al-4,5Cu-15SiC. Segundo UPADHYAYA [11], a dilatação ocorre quando o processo de solução e reprecipitação na sinterização com fase líquida não é efetivo. O líquido formado não é capaz de molhar a camada superficial de óxido, dessa forma penetrando nas interfaces entre os grãos sob influência da sua tensão superficial, causando a separação dos mesmos.

Na Figura 12 é apresentado o gráfico comparativo de massa dos compactados verdes com as peças após processo de sinterização. É possível observar uma pequena tendência de aumento de massa para todas as ligas, sendo o menor aumento de volume de 0,1% para a liga Al-4,5Cu e maior aumento de massa de 0,3% para a liga Al-4,5Cu-10SiC.

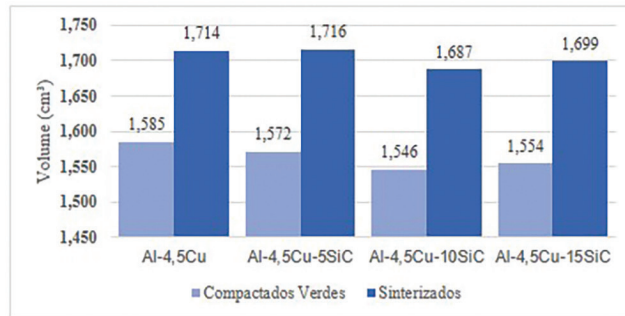


Figura 11: Análise comparativa do volume dos corpos de prova antes e após o processo de sinterização.

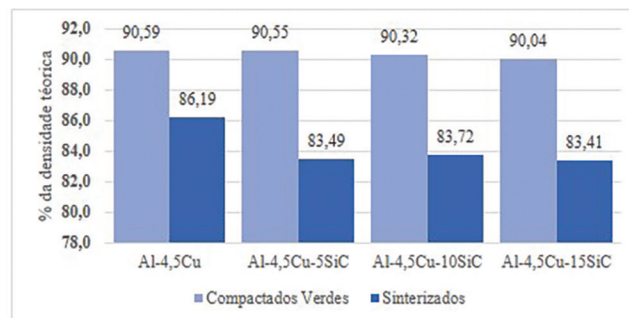


Figura 12: Análise comparativa do volume dos corpos de prova antes e após o processo de sinterização.

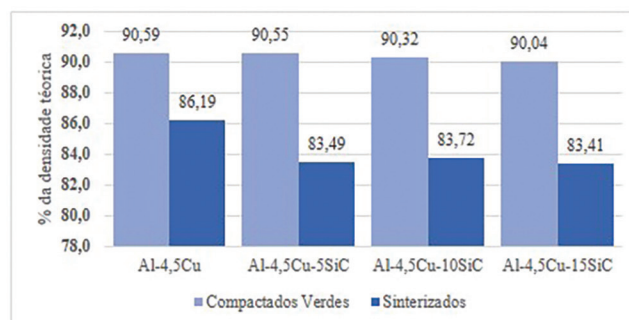


Figura 13: Análise comparativa da densidade dos corpos de prova antes e após o processo de sinterização.

Este discreto aumento de massa se relaciona com a difusão de gás nitrogênio ocorrido durante o processo de sinterização. Segundo os autores SCHAFFER e HALL [12] e PIECZONKA [13] a atmosfera rica em nitrogênio possui afinidade química com o alumínio, sendo capaz de quebrar parcialmente a camada de alumina que recobre as partículas de pó, gerando uma reação exotérmica de formação de nitreto de alumínio.

Na Figura 13 são apresentadas as comparações de densidade dos compactados verdes com as peças após processo de sinterização. Anteriormente, nas seções 5.6.1 e 5.6.2 foi possível analisar que os corpos de prova obtiveram um aumento de volume da ordem de 9% enquanto que o aumento de massa para todas as ligas máximo foi de 0,3%, ou seja, virtualmente desprezível. Neste sentido, os resultados de diminuição da densidade variando do mínimo de 7,81% para a liga Al-4,5Cu-15SiC e máximo de 8,48% para a liga Al-4,5Cu-5SiC mostram-se coerentes.

3.5. Análise de microdureza Vickers

Conforme observado na Figura 14, a microdureza obtida para a liga Al-4,5Cu sem adição de carbetos de silício atingiu média de 50,4 HV0,1. Também se observa que com a adição de 5% de carbetos de silício não se obteve ganho de microdureza. Somente a partir da adição de 10% que se obteve aumento de microdureza, sendo este de 62,1HV0,1, correspondendo a 23,2% se comparado a liga sem adição de SiC. Nas amostras em que se adicionou

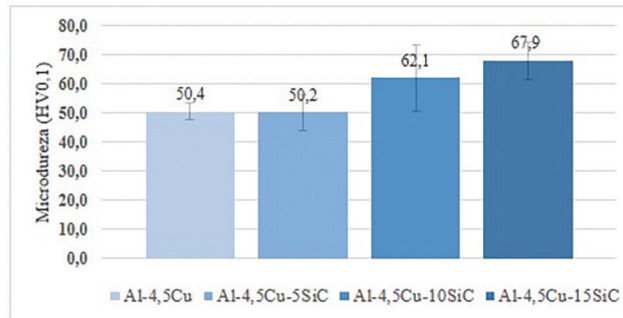


Figura 14: Análise comparativa da microdureza média dos corpos de prova em relação ao aumento da concentração de carbeto de silício das misturas.

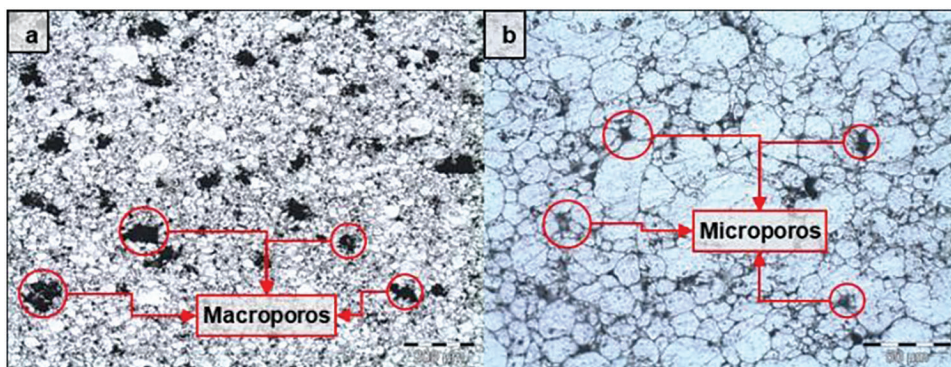


Figura 15: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu. Aumento de 100X em (a) e 500X em (b).

15% de SiC, observa-se o comportamento já esperado de maior aumento de microdureza entre as ligas estudadas, chegando a média de 67,9HV0,1 o que corresponde a 34,7% de aumento de microdureza em relação a liga sem adição de carbeto.

3.6. Análise de microscopia óptica

Na Figura 15 em (a) e (b) são apresentadas as micrografias após o tratamento térmico de sinterização sem ataque químico. Dois tipos de porosidades são observados: (1) macroporosidades, caracterizadas por poros grandes com tamanhos variando entre 50 µm e 100 µm, bem distribuídos e não interconectados, tendendo a forma esférica irregular; (2) micro porosidades caracterizadas por pequenos poros intergranulares menores e também bem distribuídos. Não foram observados grãos de cobre dispersos nas amostras após sinterização.

Na Figura 16 em (a) e (b) são apresentadas as micrografias para a amostra de Al-4,5Cu-5SiC após o tratamento térmico de sinterização sem ataque químico. Da mesma forma que na liga sem adição de carbeto de silício, são observadas macro porosidades de dimensões entre 50 µm e 100 µm bem distribuídos e não interconectados tendendo a forma esférica irregular, além de pequenos poros intergranulares menores e também bem distribuídos. Não foram observados grãos de cobre dispersos nas amostras após sinterização. As partículas de carbeto de silício se apresentam bem distribuídas na matriz.

Na Figura 17 em (a) e (b) são apresentadas as micrografias para a amostra de Al-4,5Cu-10SiC após o tratamento térmico de sinterização sem ataque químico. Observa-se uma pequena evolução na macroporosidade, apresentando poros com dimensões variando entre 20 µm e 50 µm, não interconectados com formato irregular, além de grande quantidade de micro poros intergranulares também bem distribuídos. Da mesma forma que nas ligas Al-4,5Cu e Al-4,5Cu-5SiC não foram observados grãos de cobre dispersos nas amostras após sinterização. As partículas de carbeto de silício se apresentam em maior volume do que na liga com 5% de reforço, no entanto, continuam bem distribuídas na matriz.

Na Figura 18 em (a) e (b) são apresentadas as micrografias para a amostra de Al-4,5Cu-15SiC, após o tratamento térmico de sinterização sem ataque químico. Observa-se menor quantidade de macro poros, com dimensão variando entre 10 µm e 40 µm não interconectados e com forma irregular, além de grande quantidade de Micro poros intergranulares menores e também bem distribuídos. Não foram observados grãos de cobre

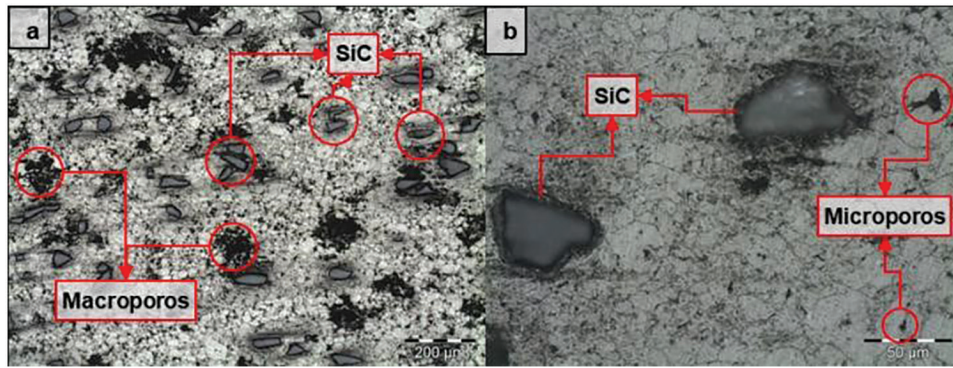


Figura 16: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-5SiC. Aumento de 100X em (a) e 500X em (b).

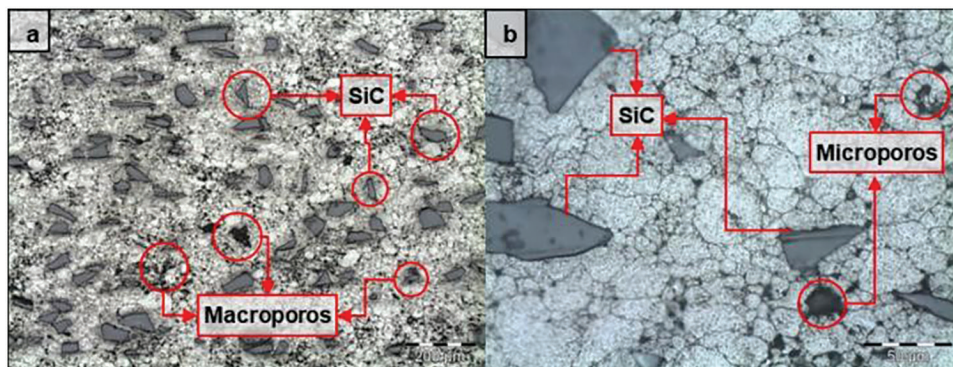


Figura 17: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-10SiC. Aumento de 100X em (a) e 500X em (b).

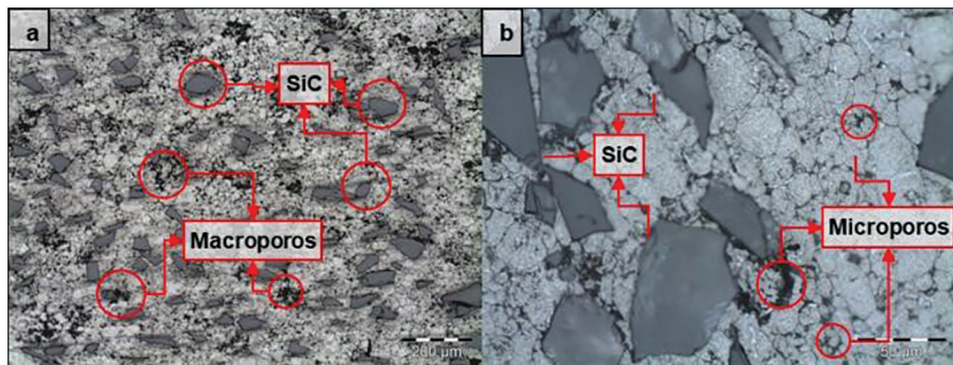


Figura 18: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-15SiC. Aumento de 100X em (a) e 500X em (b).

dispersos nas amostras após sinterização. As partículas de carbeto de silício se apresentam em maior volume em comparação às outras ligas em estudo como esperado, contudo, as partículas de reforço se mantêm bem distribuídas na matriz.

3.7. Análise de micrografias eletrônicas de varredura

A seguir são apresentados os resultados das análises das amostras por microscopia eletrônica de varredura com detecção de elétrons retroespalhados. Na técnica de elétrons retroespalhados, o contraste da imagem é formado em função do número atômico dos elementos químicos presentes na amostra, ou seja, é possível identificar a variação de composição química dos elementos contidos na micrografia pelo contraste.

Serão apresentadas duas micrografias para cada amostra, uma com menor magnificação para que seja possível uma visualização global da amostra, e outra com maior magnificação para análise microestrutural com maior riqueza de detalhes.

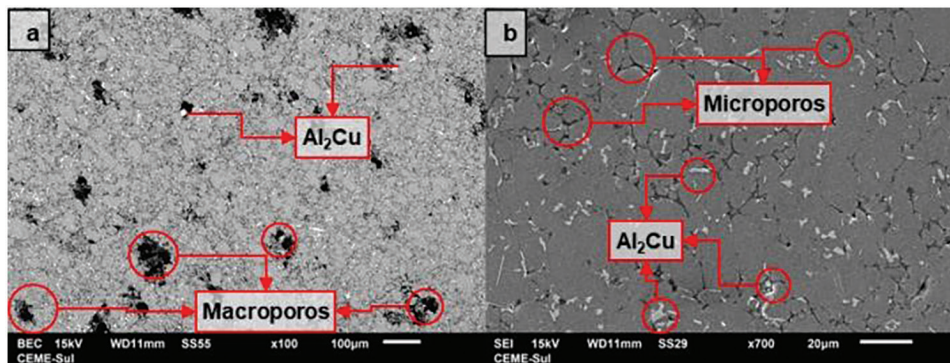


Figura 19: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu. Técnica de elétrons retroespalhados e aumento de 100X em (a) e técnica de elétrons secundários e aumento de 700X em (b).

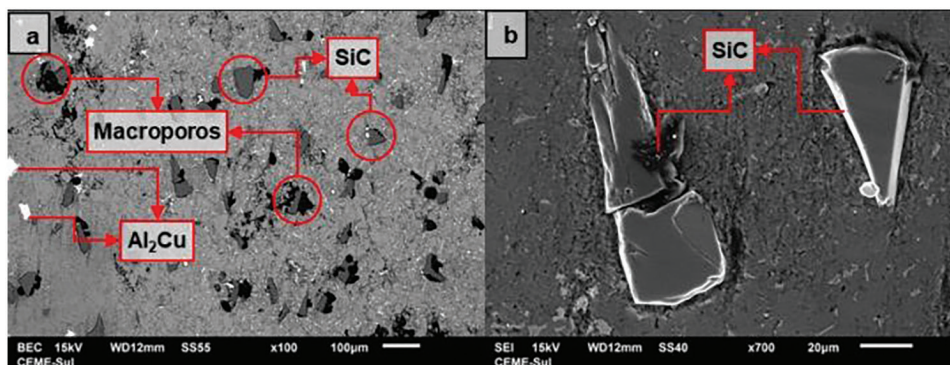


Figura 20: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-5SiC. Técnica de elétrons retroespalhados e aumento de 100X em (a) e técnica de elétrons secundários e aumento de 700X em (b).

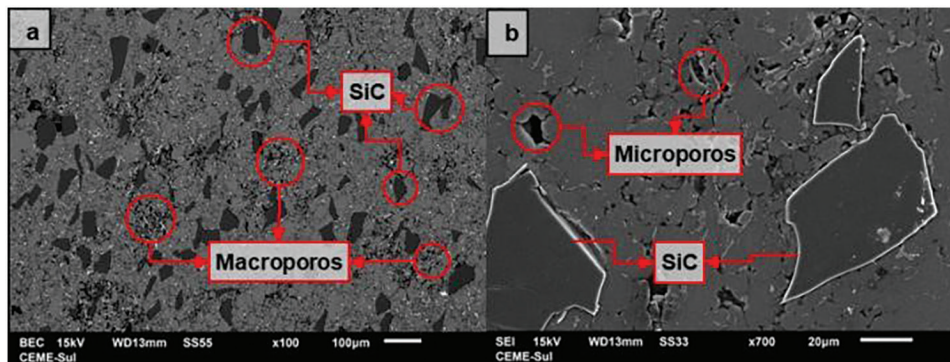


Figura 21: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-10SiC-. Técnica de elétrons retroespalhados e aumento de 100X em (a) e técnica de elétrons secundários e aumento de 700X em (b).

Conforme se observa na Figura 19 é possível observar à esquerda, uma visão geral da microestrutura e à direita com maior magnificação e por consequência maior detalhamento dos constituintes. Podem ser identificadas as porosidades em preto, a matriz de alumínio em cinza e elementos mais claros alocados principalmente nos contornos de grão, os quais, de acordo com o difratograma para a amostra, entende-se que seja o intermetálico Al₂Cu [9,17,18].

Na Figura 20 são apresentadas as micrografias para a liga com adição de 5% de carbetto de silício, com microestrutura da matriz semelhante à liga sem adição de carbetto, sendo o alumínio em cinza, as porosidades em preto, Al₂Cu em branco e as partículas de carbetto de silício caracterizadas por grãos de ângulos mais retos em cinza escuro. Observa-se que as partículas de SiC se apresentam bem dispersas na matriz. Nota-se a presença de Macro porosidades bem definidas, com forma tendendo ao circular.

Já na Figura 21 se nota uma diminuição das dimensões e da forma das macro porosidades em relação a Figura 20, ou seja, já não se encontram mais poros grandes e bem delimitados, agora a macro porosidade se

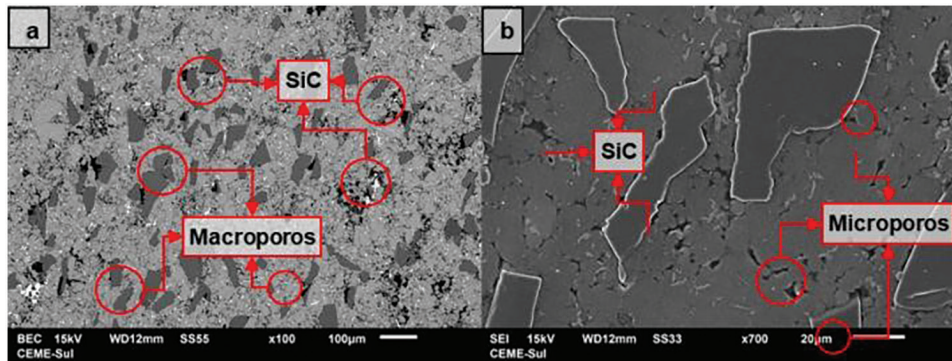


Figura 22: Micrografias dos corpos de prova Al-4,5Cu-15SiC-. Técnica de elétrons retroespalhados e aumento de 100X em (a) e técnica de elétrons secundários e aumento de 700X em (b).

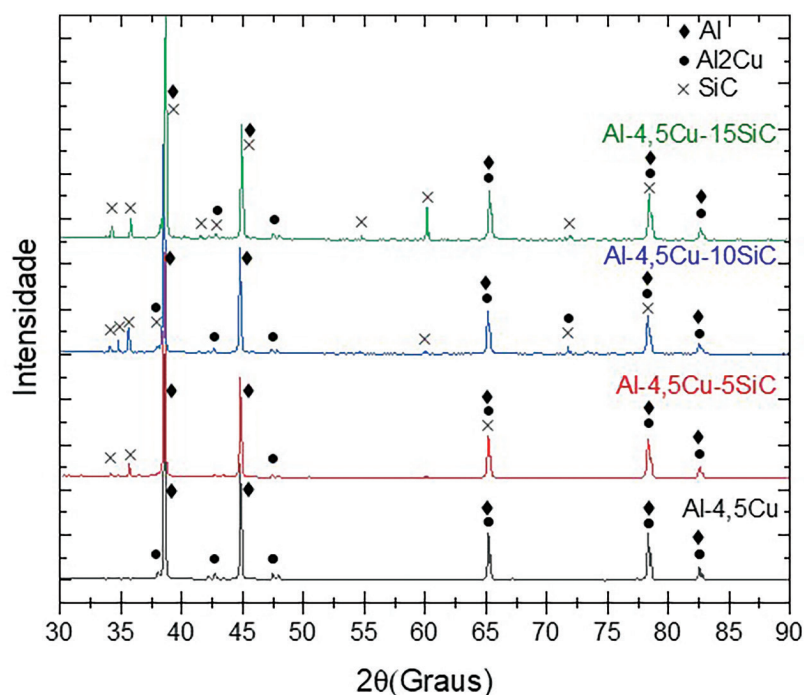


Figura 23: Difratogramas obtidos para as misturas em estudo.

mostra em menor dimensão e mais dispersa. Apesar do aumento da concentração de carbetos, esses se mostram distribuídos homogeneamente em toda a matriz.

Como nas misturas previamente observadas, ainda é possível identificar os dois tipos de porosidades, macroporos e microporos. No entanto, os primeiros se mostram em pouca quantidade, menor dimensão e em forma mais aleatória. As micro porosidades se mantêm semelhantes a todos os casos previamente discutidos. As partículas de carbetos de silício se apresentam em maior volume, no entanto, seguem se mantendo bem distribuídas por toda matriz conforme a Figura 22.

3.8. Análise de DRX dos corpos de prova após sinterização

A Figura 23 apresenta o gráfico comparativo dos difratogramas sobrepostos, para facilitar a comparação da evolução microestrutural, que ocorre devido ao aumento crescente da adição de carbetos de silício na liga Al-4,5Cu. Em preto, é apresentado o difratograma do corpo de prova Al-4,5Cu. Identifica-se a ocorrência de picos característicos de alumínio puro nas posições 2θ iguais a $38,47^\circ$; $44,72^\circ$; $99,07^\circ$; $112,01^\circ$ e $116,56^\circ$, segundo a ficha de referência NIST código:03-065-286, além de picos característicos do intermetálico Al_2Cu nas posições 2θ iguais a $37,94^\circ$; $42,65^\circ$ e $47,37^\circ$ segundo ficha de referência ICSD código: 01-089-1981. Os picos em posições $65,23^\circ$, $78,45^\circ$ e $82,21^\circ$ podem ser tanto picos de alumínio puro quanto de intermetálico Al_2Cu .

Em vermelho é apresentado o difratograma do corpo de prova composto de Al-4,5Cu-5SiC, indicando a ocorrência de picos de alumínio puro, nas posições 2θ iguais a $38,47^\circ$; $44,72^\circ$; $99,07^\circ$; $112,01^\circ$ segundo a ficha de referência NIST código:03-065-2869, picos característicos do intermetálico Al_2Cu nas posições 2θ iguais a $37,94^\circ$; $42,65^\circ$ e $47,37^\circ$ segundo ficha de referência ICSD código: 01-089-1981, picos característicos de carbeto de silício nas posições 2θ iguais a $35,67^\circ$ e $38,15^\circ$ segundo ficha de referência ICSD 01-073-1663. Os picos nas posições 2θ iguais a $65,23^\circ$ e $82,21^\circ$ podem ser tanto picos de alumínio puro quanto de intermetálico Al_2Cu . O pico na posição 2θ igual a $78,45^\circ$ pode ser tanto de alumínio puro, carbeto de silício ou Al_2Cu .

Em azul é apresentado o difratograma do corpo de prova Al-4,5Cu-10SiC indicando a ocorrência de picos de alumínio puro nas posições 2θ iguais a $38,47^\circ$; $44,72^\circ$; $99,07^\circ$; $112,01^\circ$ e $116,56^\circ$ segundo a ficha de referência NIST código:03-065-2869, picos característicos de carbeto de silício nas posições 2θ iguais a $34,11^\circ$; $35,67^\circ$ e $60,04^\circ$ segundo ficha de referência ICSD 01-073-1663. Nas posições 2θ iguais a $47,86^\circ$; $65,70^\circ$; $78,30^\circ$ e $81,50^\circ$ são observados picos característicos tanto de alumínio puro quanto de Al_2Cu . Nas posições 2θ iguais a $42,65^\circ$ e $73,33^\circ$ são indicados picos que pode ser tanto de Al_2Cu quanto de SiC e no pico referente a posição de $78,30^\circ$ é possível ser tanto de Al, SiC ou Al_2Cu .

Em verde é apresentado o difratograma do corpo de prova Al-4,5Cu-15SiC indicando a ocorrência de picos de alumínio puro nas posições 2θ iguais a $38,47^\circ$; $44,72^\circ$; $99,07^\circ$; $112,01^\circ$ e $116,56^\circ$ segundo a ficha de referência NIST código:03-065-2869 Picos característicos de carbeto de silício nas posições 2θ iguais a $34,11^\circ$; $35,67^\circ$ e $60,04^\circ$ segundo ficha de referência ICSD 01-073-1663. Nas posições 2θ iguais a $47,86^\circ$; $65,70^\circ$ e $81,50^\circ$ são observados picos característicos tanto de alumínio puro quanto de Al_2Cu . Nas posições 2θ iguais a $42,65^\circ$ e $73,33^\circ$ são indicados picos que pode ser tanto de Al_2Cu quanto de SiC e no pico referente a posição de $78,30^\circ$ é possível ser tanto de Al, SiC ou Al_2Cu .

A análise dos índices de Miller provenientes dos difratogramas demonstram que não foi encontrado variações no material sinterizado além do SiC, comprovando a inexistência de outros precipitados [16,19,20]. É importante salientar que os resultados obtidos por meio da difração de Raios-X são coerentes com o histórico de análises microscópicas dos compósitos com matriz de alumínio [2,19,20].

4. CONCLUSÕES

A adição de 15% de SiC em massa não afetou de forma significativa o comportamento de compressibilidade da liga de Al-4,5Cu.

Para tensões de compactação de 200 MPa foram obtidos compactados verdes com média de 90% da densidade teórica para cada mistura.

Após sinterização todas misturas apresentaram discreto acréscimo de massa, com um aumento de volume médio de 8%, para a mistura sem adição de carbeto e de 9% para as misturas com adição de carbeto.

A densidade média apresentou decréscimos de aproximadamente 5% nas amostras sem adição de SiC e 8% para as misturas com adição de SiC.

As amostras com adição de 5% de SiC não apresentaram variação da microdureza. Já as amostras com adição de 10% de SiC apresentaram aumento de microdureza de 23,2% enquanto que amostras com adição de 15% de SiC resultaram em acréscimo de 34,7%.

Com base nesse estudo pode-se afirmar que seguindo a metodologia e parâmetros utilizados é possível a obtenção de misturas compósitas de alumínio-cobre com adição de até 15% de carbeto de silício, sem acréscimo significativo na densidade e porosidade, verificando-se acréscimos de 34,7% nos valores de microdureza.

Nos ensaios de DRX verificou-se maior número de precipitados de SiC nas amostras com 15% de SiC.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] GRAF, A., *Aluminum alloys for lightweight automotive structures*, Cambridge (MA): Woodhead Publishing Limited, pp. 97–123, 2021.
- [2] GÖKÇE, A., FINDIK, F., KURT, A.O., “Effects of sintering temperature and time on the properties of Al-Cu PM alloy”, *Practical Metallography*, vol. 54, no. 8, pp. 533–551, 2017. doi: <https://doi.org/10.3139/147.110461>.
- [3] DELGADO, M.L., RUIZ-NAVAS, E.M., GORDO, E., *et al.*, “Enhancement of liquid phase sintering through Al-Si additions to Al-Cu systems”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 162–163, pp. 280–285, May 2005.
- [4] SCHAFFER, G.B., YAO, J.Y., BONNER, S.J., *et al.*, “The effect of tin and nitrogen on liquid phase sintering of Al-Cu-Mg-Si alloys”, *Acta Materialia*, v. 56, n. 11, pp. 2615–2624, 2008. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2008.01.047>.

- [5] BAURI, R., YADAV, D., Introduction to metal matrix composites. In: BAURI, R., YADAV, D. Metal matrix composites by friction stir processing, Oxford (UK): Butterworth-Heinemann, pp. 1–16, 2018.
- [6] HE, F., Ceramic nanoparticles in metal matrix composites, In: BANERJEE, R., MANNA, I. (eds), Ceramic nanocomposites a volume in woodhead publishing series in composites science and engineering, chapter 6, Cambridge (MA), Woodhead Publishing, pp. 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1533/9780857093493.2.185>.
- [7] AHMAD, K.R., ZAKI, R.M., NOOR, M.M., *et al.*, “The microstructure and properties of aluminium composite reinforced with 65 alumina particles via powder metallurgy”, *Powder Metallurgy*, v., n., 2007.
- [8] ÖZAY, Ç., GENCER, E.B., GÖKÇE, A., “Microstructural properties of sintered Al-Cu-Mg-Sn alloys”, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 134, n. 1, pp. 23–33, 2018. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s10973-018-7171-5>.
- [9] IBRAHIM, A., BISHOP, D.P., KIPOUROS, G.J., “Sinterability and characterization of commercial aluminium powder metallurgy alloy Alumix 321”, *Powder Technology*, v. 279, pp. 106–112, Jul. 2015. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.powtec.2015.04.001>.
- [10] GÖKÇE, A., FINDIK, F., KURT, A.O., “Effects of Mg content on aging behavior of Al₄CuXMg PM alloy”, *Materials & Design*, v. 46, pp. 524–531, 2013. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2012.10.045>.
- [11] UPADHYAYA, G.S., *Powder metallurgy technology*, Cambridge (MA): Cambridge International Science Publishing, n. 1, pp. 1–5, 2014.
- [12] SCHAFFER, G.B., HALL, B.J., “The influence of the atmosphere on the sintering of aluminum”, *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*, v. 33, n. 10, pp. 3279–3284, 2002. doi: <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-002-0314-z>.
- [13] PIECZONKA, T., “Disruption of an alumina layer during sintering of aluminium in nitrogen”, *Archives of Metallurgy and Materials*, v. 62, n. 2, pp. 987–992, 2017. <http://dx.doi.org/10.1515/amm-2017-0139>.
- [14] MEDEIROS BRAZ, J.L., REGULY, A., STROHAECKER, T.R., “Applying Oxinitrocarburizing surface strengthening process to corrosion prevention in MIM 17-4 PH stainless steel”, *ESPACIOS*, v. 36, n. 20, pp. 21–26, 2015.
- [15] SCHNEIDER, T.H., BIEHL, L.V., DAS NEVES, E.B., *et al.*, “Method for the determination of parameters in the sintering process of mixtures of the elemental powders Fe-Cr and Fe-Cr-Ni”, *MethodsX*, v. 6, pp. 1919–1924, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.mex.2019.08.009>. PubMed PMID: PMid:31516848.
- [16] OLIVEIRA, M.U., BIEHL, L.V., MEDEIROS, J.L.B., *et al.*, “Manufacturing against corrosion: increasing materials performance by the combination of cold work and heat treatment for 6063 aluminium alloy”, *Materials Science*, v. 26, n. 1, pp. 30–33, Nov. 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.5755/j01.ms.26.1.17683>.
- [17] TOCHETTO, R., TOCHETTO, R., BIEHL, L.V., *et al.*, “Evaluation of the space holders technique applied in powder metallurgy process in the use of titanium as biomaterial”, *Latin American Applied Research*, v. 49, pp. 261–268, 2019. doi: <https://doi.org/10.52292/j.laar.2019.65>.
- [18] OLIVEIRA, R.C.L.M., BIEHL, L.V., MEDEIROS, J.L., *et al.*, “Análise comparativa entre a têmpera e partição versus a têmpera e revenimento para o aço SAE 4340.”, *Matéria (Rio de Janeiro)*, v. 24, n. 3, pp. 1–9, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620190003.0788>.
- [19] VIEIRA, E.R., BIEHL, L.V., MEDEIROS, J.L.B., *et al.*, “Evaluation of the characteristics of an AISI 1045 steel quenched in different concentration of polymer solutions of polyvinylpyrrolidone.”, *Scientific Reports*, v. 11, n. 1, pp. 1313, Dec. 2021. doi: <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-020-79060-0>.
- [20] GARG, P., JAMWAL, A., KUMAR, D., *et al.*, “Advance research progresses in aluminium matrix composites: manufacturing & applications”, *Journal of Materials Research and Technology*, v. 8, n. 5, pp. 4924–4934, 2019. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.06.028>.