

# FABRICAÇÃO DE COMPÓSITOS DA LIGA ALUMÍNIO AA7075 REFORÇADOS COM CARBONETO DE NÍOBIO (NbC) PROCESSADOS VIA METALURGIA DO PÓ\*

Diogo Monteiro do Nascimento<sup>1</sup>  
Moisés Euclides da Silva Júnior<sup>2</sup>  
José Endreo Baracho da Costa<sup>3</sup>  
Itamar Rodrigues de Lira<sup>4</sup>  
Oscar Olimpio de Araújo Filho<sup>5</sup>

## Resumo

A liga de alumínio AA7075 é amplamente utilizada na indústria devido: às excelentes propriedades mecânicas, baixo peso e por serem tratáveis termicamente. Suas boas propriedades mecânicas de resistência podem ser melhoradas quando processadas juntamente com um reforço particulado cerâmico como o carboneto de nióbio (NbC). Os pós de partida da liga AA7075 foram processados num moinho vibratório do tipo SPEX e posteriormente sinterizados num forno sob atmosfera de nitrogênio. Os pós compósitos processados por MAE foram caracterizados por MEV, DRX e difração de Laser. Os sinterizados foram caracterizados por MO, MEV e tiveram sua microdureza avaliada. Os resultados permitem avaliar: o sucesso da técnica de fabricação da metalurgia do Pó (MP) devido a boa e homogênea incorporação do reforço na matriz da liga AA7075 notadamente para os pós processados durante 120 minutos; o aumento da dureza com o aumento do tempo de moagem.

**Palavras-chave:** Metalurgia do Pó (MP); AA7075; NbC; Sinterização.

## MANUFACTURING OF AA7075 ALUMINUM ALLOY WITH REINFORCEMENT OF NIOBIUM CARBIDE THROUGH POWDER METALLURGY

### Abstract

The AA7075 aluminum alloy is widely used in the industry due: the excellent mechanical properties, low weight and because it is heat-treatable. Its good mechanical resistance properties can be improved when reinforced with ceramic particulate as the niobium carbide (NbC). The start powders of AA7075 alloy were processed in a SPEX type vibrating mill and were sintered in a furnace with nitrogen atmosphere. The composites powders subjected to High Energy Milling (HEBM) were submitted to characterization using Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD) and Laser Diffraction Granulometry. The sintered samples were also characterized by Optical Microscopy (OM), SEM and had their microhardness evaluated by the Vickers Microhardness (HV) test. The results allow to evaluate: the success of the Powder Metallurgy (PM) technique due to the homogeneous incorporation of the reinforcement in the AA7075 alloy matrix mainly the powders with milling time of 120 minutes; the microhardness increased when the milling time increased.

**Keywords:** Powder Metallurgy (PM); AA7075; NbC; Sintering.

<sup>1</sup> Engenheiro Mecânico, Aluno de Pós-Graduação nível mestrado do PPGEM do DEMEC da UFPE.

<sup>2</sup> Engenheiro Mecânico, Aluno de Pós-Graduação nível mestrado do PPGEM do DEMEC da UFPE.

<sup>3</sup> Engenheiro Mecânico, Aluno de Pós-Graduação nível mestrado do PPGEM do DEMEC da UFPE.

<sup>4</sup> Engenheiro Químico, Aluno de Pós-Graduação nível mestrado do PPGEM do DEMEC da UFPE.

<sup>5</sup> Engenheiro Mecânico, Prof.Dr. do PPGEM do DEMEC da UFPE.

## 1 INTRODUÇÃO

Um material compósito é projetado para apresentar uma combinação das melhores características de cada um dos materiais que o compõem [1]. Logo num mesmo material é possível aliar tenacidade com resistência e dureza. Incrementar as características (tenacidade, dureza, resistência a fadiga, fluência etc) é o que as indústrias vem buscando.

É nessa busca que as ligas de alumínio estão ganhando espaço nas mais diversas aplicações, pois estas aliam baixo peso específico com alta resistência. Ligas de alumínio como a da família 7xxx vem sendo de grande aplicação na indústria aeronáutica e aeroespacial, pois consiste na liga de alumínio de maior resistência e ainda possui baixa densidade.

Contudo, ligas de alumínio possuem baixo ponto de fusão e quando enriquecidas com materiais cerâmicos tem seu ponto de fusão aumentado assim como sua dureza, sem ter seu baixo peso afetado.

Neste cenário de evolução dos materiais e de suas técnicas de fabricação, é desenvolvida a técnica da Metalurgia do Pó (MP). Uma técnica que tem como fundamento a fabricação de peças/elementos mecânicos através da compactação e sinterização de pós. A grande vantagem da MP é que ela pode fabricar peças dos mais diversos tipos, com boa precisão dimensional e acabamento. Além disso, pode ser usada para quase todos os tipos de materiais, ou seja, a MP pode fabricar peças metálicas, cerâmicas e compósitos de matriz metálica com reforço cerâmico, por exemplo, podendo até fabricar peças de composições que seriam impossíveis de fabricar por outras técnicas, como é o caso das pastilhas de metal duro. Uma vez que a temperatura usada no processo é aproximadamente 2/3 a 3/4 do ponto de fusão da fase matriz metálica.

Por esses motivos a MP vem sendo a técnica de mais destaque na produção de compósitos a partir do início do século XX, com o domínio das técnicas de obtenção e com a necessidade de se fabricar peças com alto ponto de fusão.

Desta forma, a fabricação de compósitos de matriz metálica de ligas de alumínio é de grande importância para o Brasil, pois nosso país é o terceiro maior produtor de alumínio do mundo [3].

No que diz respeito aos reforços que podem ser usados um que se destaca é o carboneto de nióbio (NbC), para o Brasil ele configura uma boa alternativa como reforço de compósitos pois em 2013 o Brasil foi o maior produtor de nióbio do mundo. Além disso, o Brasil também é detentor da maior reserva de nióbio do mundo [4].

Logo, esta pesquisa teve como objetivo a fabricação de um compósito de matriz metálica de alumínio AA7075 reforçado com carbeto de nióbio (NbC), discutir os efeitos do processo da metalurgia do pó na fabricação desses compósitos e a influência da adição do reforço na estrutura e na microdureza das amostras sinterizadas.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e Métodos

Este trabalho tem o objetivo de fabricar compósitos de liga de alumínio AA7075 reforçadas com NbC, através da técnica de Metalurgia do Pó: Moagem de Alta Energia (MAE), compactação uniaxial a frio e sinterização sob atmosfera de

nitrogênio. Foi utilizado pó de AA7075 (matriz) atomizado a ar comprimido, pó de NbC (reforço) fabricado pela Sigma-Aldrich e pó de Ácido Esteárico (anti-aglomerante) fabricado pela VEteve Brasil. As informações dos pós de partida estão mostrados na Tabela 1 e 2.

**Tabela 1.** Liga AA7075

%	Composição										
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Outros cada	Outros total	Al
<b>Mín.</b>	-	-	1,2	-	2,1	0,18	5,1	-	-	-	Restante
<b>Máx.</b>	0,4	0,5	2	0,3	2,9	0,28	6,1	0,2	0,05	0,15	

Propriedades	
<b>Limite de resistência a tração (após têmpera)</b>	572 MPa
<b>Temperatura de fusão</b>	635°C
<b>Densidade</b>	2,79 g/cm <sup>3</sup>

Fonte. Ligas e Têmpera de Extrusão, ALCOA, 2010

**Tabela 2.** Carboneto de Nióbio (NbC)

Propriedades	
<b>Limite de resistência a tração</b>	244 MPa
<b>Limite de resistência a compressão</b>	2374 MPa
<b>Dureza Rockwell A</b>	90
<b>Temperatura de fusão</b>	3608°C
<b>Densidade</b>	76 g/cm <sup>3</sup>

Foram fabricadas nove (9) amostras do compósito. Para cada composição do compósito (0%NbC, 5%NbC, 10%NbC e 15%NbC) foram usados dois tempos de MAE: 60 minutos e 120 minutos. A composição dos compósitos é mostrada na Tabela 3.

**Tabela 3.** Composição dos Compósitos

AA7075 + 0% NbC		95% AA7075 + 5% NbC		90% AA7075 + 10% NbC		85% AA7075 + 15% NbC		
0 min	60 min	120 min	60 min	120 min	60 min	120 min	60 min	120 min

Foi realizada a moagem de 10g de pó compósito mais 1% em peso do anti-aglomerante, resultando numa massa de 10,1g de pó em cada moagem.

A MAE dos pós foi feita num moinho vibratório do tipo Spex. Os pós foram colocados dentro de uma jarra de aço inox AISI 304L, juntamente com a mídia de moagem (esferas de aço SAE 52100) e como agente controlador do processo de moagem foi utilizado álcool isopropílico. Uma vez colocados dentro da jarra: o pó, as esferas e o álcool, a jarra era fixada no moinho e então dado início a moagem [5].

A compactação uniaxial a frio foi feita numa prensa hidráulica. Foi usada uma pressão de compactação de 7,0 t/cm<sup>2</sup> durante dez (10) minutos. A matriz usada na compactação foi uma matriz cilíndrica fabricada em aço ferramenta AISI D6.

O processo de sinterização foi feito num forno do tipo Mufla com atmosfera controlada de nitrogênio. As amostras foram sinterizadas a 500°C durante 5 horas. Foi usada uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e após o tempo de sinterização o forno foi desligado e as amostras foram esfriadas no interior do forno até atingir a temperatura ambiente.

Para caracterização dos pós, antes e após a MAE, foram utilizadas as técnicas: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raio-X (DRX) e Granulometria de Difração a Laser.

As densidades dos compactados e dos sinterizados foram calculadas, respectivamente, pelas Equações 1 e 2.

$$D_{compactado} = \frac{m_{compactado}}{V_{compactado}} \quad (1)$$

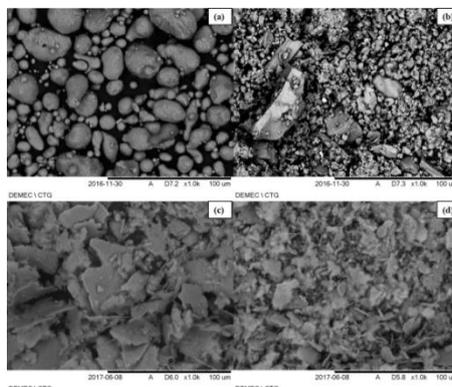
$$D_{sinterizado} = \frac{m_{sinterizado}}{V_{sinterizado}} \quad (2)$$

Para a caracterização dos compósitos após sinterização, foram usadas as técnicas de: MEV e Microscopia Ótica (MO).

Para avaliação da propriedade mecânica do compósito sinterizado, foi feito o ensaio de Microdureza Vickers (HV). No ensaio foi usada uma carga de 2 KGF aplicada durante 15 segundos. Foram feitas 5 indentações em cada amostra.

## 2.2 Resultados e Discussão

Antes de realizar a moagem dos pós, os pós de partida foram caracterizados. O pó da liga AA7075 apresentou uma morfologia esférica, típico de um pó obtido por atomização. Em contra partida, o pó de NbC apresentou uma morfologia irregular, típico de um pó obtido por MAE. Após a moagem os pós foram caracterizados novamente, pôde-se notar que a morfologia dos pós mudou para uma morfologia lamelar e admitindo uma certa regularidade, assim como está mostrado na Figura 1. Outro efeito da moagem é a diminuição do tamanho de partícula com o aumento do tempo de moagem.



**Figura 1.** Imagem obtida por MEV: dos pós de partida – AA7075 (a) e NbC (b); dos pós após MAE – 60 min (c) e 120 min (d)

Foi observado, através da Difração de Raio-X (DRX), que foi obtida uma boa incorporação do NbC na matriz de AA7075, Uma vez que, para todas as condições, os picos correspondentes ao nióbio (Nb) apresentou um espectro de raio-X de baixa energia dispersiva [5], com mostrado na Figura 2.

Assim como foi observado na Figura 1, o tamanho de partícula diminui com o aumento do tempo de moagem, sendo assim foi feita uma Granulometria de Difração a Laser para medir o tamanho médio das partículas após 120 minutos de MAE. A Figura 3 apresenta os resultados obtidos da granulometria. Os resultados mostram que o tamanho médio das partículas diminui à medida que o teor de reforço aumenta na matriz. Comparando o tamanho de partícula do pó da liga AA7075 sem

reforço com o tamanho de partícula do pó compósito com 15% de NbC, ocorre uma redução de aproximadamente 50% no tamanho de partícula por causa da inserção do reforço. Isto ocorre pois quanto maior a porcentagem de partículas frágeis presentes no compósito, ocorre uma aceleração da moagem, uma vez que as partículas frágeis reduzem a soldabilidade da matriz de alumínio, que é um material dúctil [6].

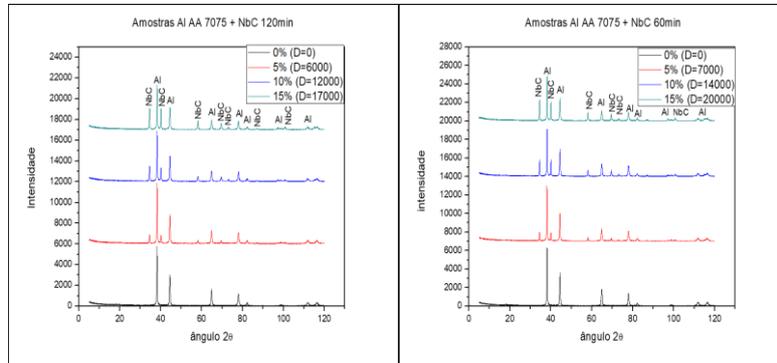


Figura 2. Difração de Raio-X dos pós após MAE

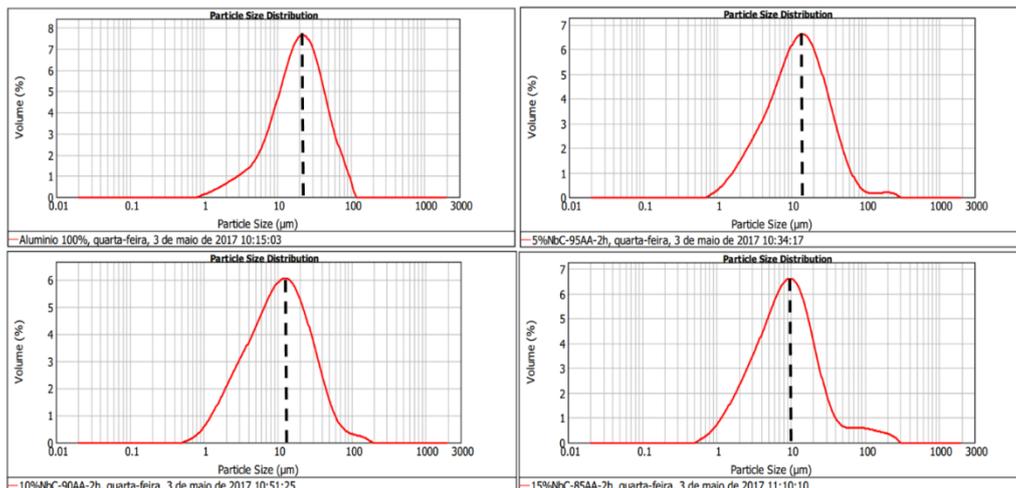


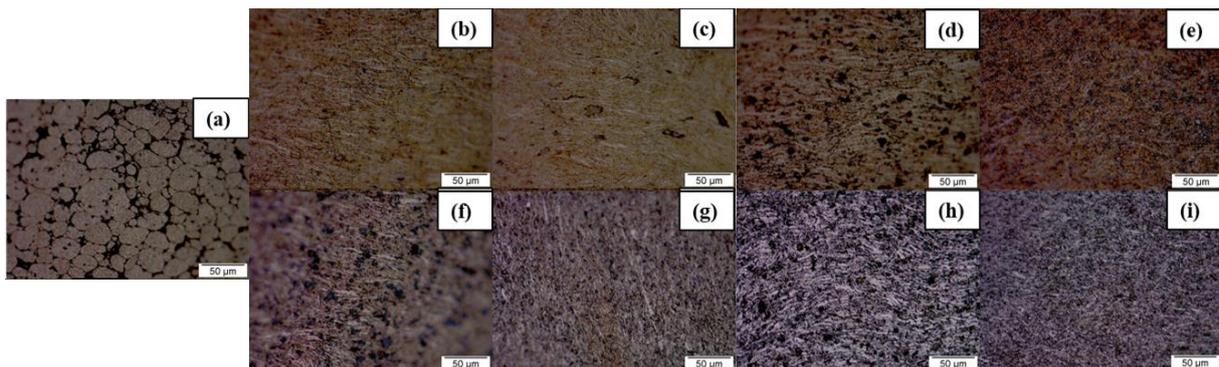
Figura 3. Granulometria dos pós após 120 minutos de MAE

A densificação dos compósitos, após sinterização, estão apresentadas na Tabela 4. Como pode ser visto, as amostras apresentaram uma densificação aceitável, uma vez que não houve densificação inferior a 80%. Sendo a melhor densificação, 90.94%, alcançada com a composição de 85% AA7075 + 15% NbC após 120 minutos de MAE.

Tabela 4. Densificação

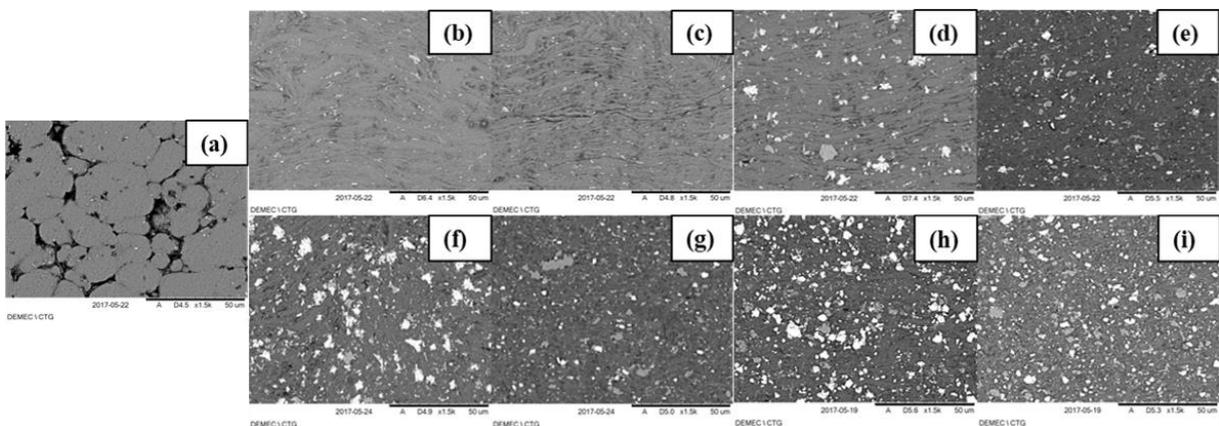
Amostras	Densificação (%)
AA7075 + 0% NbC – 0 min	84.98
AA7075 + 0% NbC – 60 min	87.28
AA7075 + 0% NbC – 120 min	83.09
95% AA7075 + 5% NbC – 60 min	89.18
95% AA7075 + 5% NbC – 120 min	84.91
90% AA7075 + 10% NbC – 60 min	89.79
90% AA7075 + 10% NbC – 120 min	87.68
85% AA7075 + 15% NbC – 60 min	84.09
85% AA7075 + 15% NbC – 120 min	90.94

Após a sinterização foi feita a caracterização dos compósitos. Primeiramente as amostras foram observadas no microscópio óptico (MO). As imagens obtidas por MO das amostras estão mostradas na Figura 4, foi possível observar a diferença de morfologia entre as amostras que não foram processadas por MAE e as amostras que foram processadas por MAE, uma vez que a amostra que não foi processada manteve a morfologia das partículas esféricas enquanto que as amostras processadas apresentaram uma morfologia de superposição de lamelas. Esta diferença de morfologia das partículas do compósito vão interferir na porosidade das amostras, a amostra com partículas de morfologia esférica tem porosidade maior enquanto que as amostras com particular lamelar tem menor porosidade. Também foi possível já evidenciar a dispersão do reforço na matriz do compósito.



**Figura 4.** Imagens obtidas no MO: AA7075 – 0min (a), AA7075 + 0% NbC – 60 min (b), AA7075 + 0% NbC – 120 min (c), 95% AA7075 + 5% NbC – 60 min (d), 95% AA7075 + 5% NbC – 120 min (e), 90% AA7075 + 10% NbC – 60 min (f), 90% AA7075 + 10% NbC – 120 min (g), 85% AA7075 + 15% NbC – 60 min (h) and 85% AA7075 + 15% NbC – 120 min (i)

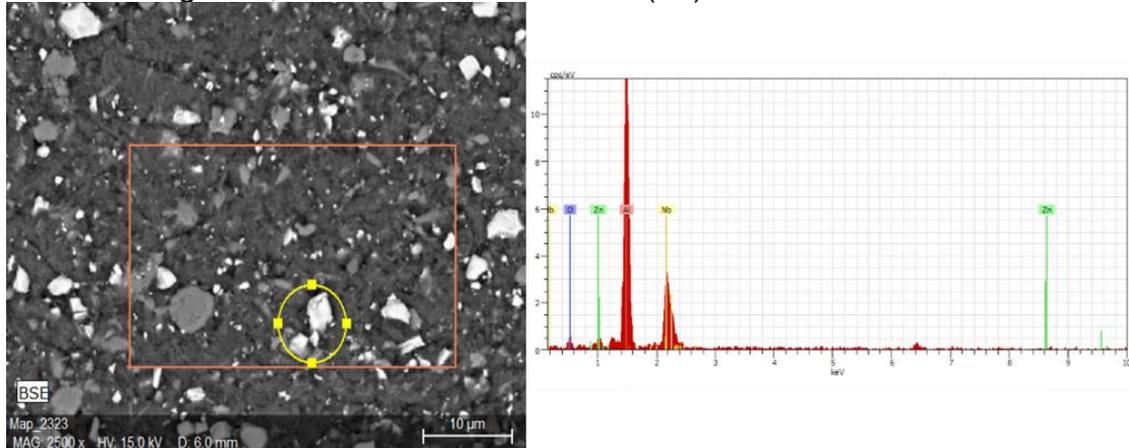
Na Figura 5, estão as imagens obtidas por MEV dos compósitos. Assim como já pôde ser inicialmente observado na Figura 4, o MEV confirmou a presença de porosidade nas amostras. As amostras ainda ficam com uma certa porosidade, uma vez que não foi obtida uma densificação de 100%. Ainda na Figura 5, é possível observar a distribuição homogênea do reforço na matriz. Para confirmar que as partículas que aparecem nas imagens trata-se do reforço, foi feita uma Espectroscopia de Energia Dispersiva (do inglês, *Energy Dispersive Spectroscopy – EDS*) para identificar as partículas que se encontravam dispersas nos compósitos, Figura 6.



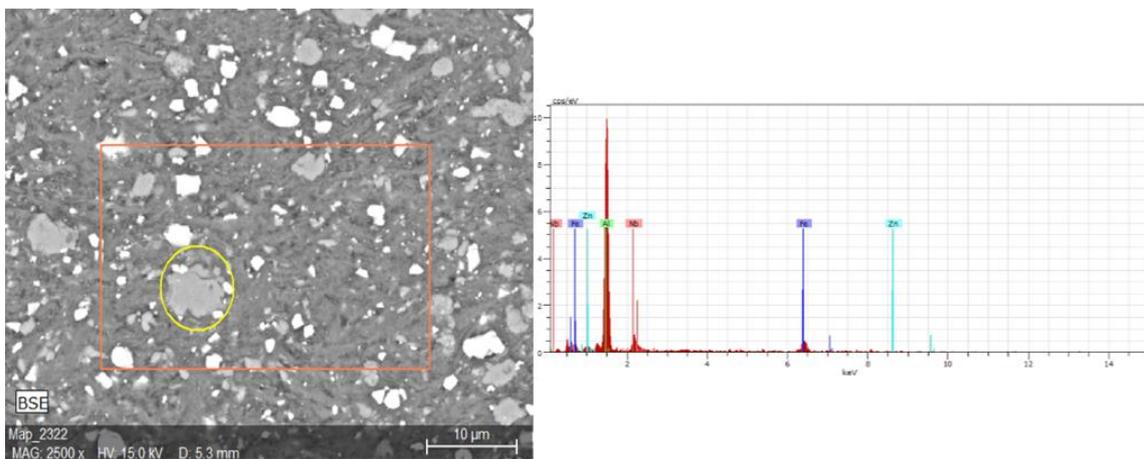
**Figura 5.** Imagens obtidas no MEV: AA7075 – 0min (a), AA7075 + 0% NbC – 60 min (b), AA7075 + 0% NbC – 120 min (c), 95% AA7075 + 5% NbC – 60 min (d), 95% AA7075 + 5% NbC – 120 min (e),

90% AA7075 + 10% NbC – 60 min (f), 90% AA7075 + 10% NbC – 120 min (g), 85% AA7075 + 15% NbC – 60 min (h) and 85% AA7075 + 15% NbC – 120 min (i)

Como foi possível observar, além da aparição das partículas de NbC, ocorreu a aparição de uma segunda partícula nas amostras. Esta segunda amostra, como é mostrado na Figura 7, é uma fase rica em ferro (Fe).



**Figura 6.** EDS identificando partícula de NbC na amostra com 85% AA7075 + 15% NbC – 120 min



**Figura 7.** EDS identificando fase rica em Fe na amostra com 85% AA7075 + 15% NbC – 120 min

Os resultados do ensaio de Microdureza Vickers (HV) estão apresentados na Tabela 5. A dureza tende a aumentar com o aumento da porcentagem de reforço adicionado ao compósito; outro fator que tende a aumentar a dureza é o tempo de MAE, este efeito é devido as maiores taxas de encruamento sofridas pelas partículas durante a moagem de alta energia; as amostras com 120 minutos de MAE obtiveram uma distribuição mais homogênea da dureza, entre as seções superficial e transversal, se comparadas com as amostras com 60 minutos de MAE [7].

**Tabela 5.** Microdureza Vickers (HV)

Amostras	Seção	
	Superficial	Transversal
AA7075 + 0% NbC – 0 min	66.57 ± 3.54	59.76 ± 0.86
AA7075 + 0% NbC – 60 min	60.77 ± 3.96	80.88 ± 3.61
AA7075 + 0% NbC – 120 min	78.94 ± 22.92	64.06 ± 2.16
95% AA7075 + 5% NbC – 60 min	86.22 ± 7.01	66.25 ± 5.30
95% AA7075 + 5% NbC – 120 min	105.96 ± 8.11	106.69 ± 2.62
90% AA7075 + 10% NbC – 60 min	83.70 ± 7.20	100.08 ± 4.74
90% AA7075 + 10% NbC – 120 min	135.00 ± 5.46	127.53 ± 1.37
85% AA7075 + 15% NbC – 60 min	116.08 ± 7.78	95.01 ± 5.39
85% AA7075 + 15% NbC – 120 min	106.92 ± 15.71	110.05 ± 29.22

A amostra com maior dureza foi a amostra com 90% AA7075 + 10% NbC – 120 minutos de MAE. A tendência de aumento da propriedade com o aumento da porcentagem de reforço não foi totalmente verdadeira, pois em concentrações maiores a 10% o NbC tende a degradar as propriedades do material da matriz.

### 3 CONCLUSÃO

Com o aumento da concentração de reforço (NbC), houve um aumento na eficiência e acelerou o processo de Moagem de Alta Energia (MAE).

Como a densificação foi inferior a 100%, houve porosidade remanescente nas amostras.

A dureza aumenta com o aumento do tempo de moagem e com o aumento do percentual de reforço adicionado à matriz.

As amostras com 120 minutos de MAE obtiveram melhores propriedades mecânicas, assim uma estrutura mais homogênea e refinada.

O compósito com melhor propriedade mecânica foi o composto por 90% AA7075 + 10% NbC com 120 minutos de MAE.

### Agradecimentos

Os autores agradecem ao Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), ao CNPq, a CAPES e à agência de fomento FACEPE.

### REFERÊNCIAS

- 1 CALLISTER, W.D.Jr.; RETHWISCH, D.G. Ciência e Engenharia dos Materiais Uma Introdução. 8ª ed. LTC, 2012.
- 2 Silva, A.A., Costa, F.A., Gomes, U.U., Raimundo, R.A., Santos, L.S. Effect of High Energy Milling and Sintering Temperature on the Structure and Properties of Composite Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe.
- 3 DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral: Alumínio. Minas Gerais, 2014. Available in: <http://www.anm.gov.br/dnpm/sumarios/aluminio-sumario-mineral-2014/view>. Accessed in: 17 de August de 2018

- 4 DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral. Sumário Mineral: Nióbio. Minas Gerais, 2014. Available in: <http://www.anm.gov.br/dnpm/sumarios/niobio-sumario-mineral-2014/view>. Accessed in: 17 de August de 2018
- 5 O. O. de Araújo Filho et al., "Preparation of Molybdenum High Speed Tool Steels with Addition of Niobium Carbide by Powder Metallurgy Techniques", Materials Science Forum, Vol. 802, pp. 102-107, 2014
- 6 Fogagnolo, J.B.; Ruiz-Navas, E. M.; Robert, M.H.; Torralba, J.M. AA6061 Al reinforced with silicon nitride particles processed by mechanical milling. Scripta Materialia, 47: 243-248, 2002.
- 7 Araujo, E.R. Manufacturing and Characterization of AA6061 Aluminum Alloy Metal Matrix Composites With Particulate Reinforcement of Silicon Carbide an Alumina Trough Powder Metallurgy Techniques. Masters Dissertation – UFPE (2011).