



CNEN/SP

ipen Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares

AUTARQUIA ASSOCIADA A UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ DE ALUMÍNIO 1100 COM PARTÍCULAS DE SiC POR METALURGIA DO PÓ

AROLDO JOSÉ MOURISCO

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear.

Orientador:
Dr. Francisco Ambrózio Filho

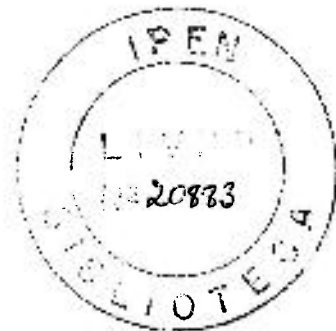
São Paulo
1995

***PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE
COMPÓSITO DE MATRIZ DE ALUMÍNIO 1100
COM PARTÍCULAS DE SiC POR
METALURGIA DO PÓ***

Aroldo José Mourisco

Dissertação apresentada como
parte dos requisitos para
obtenção do grau de Mestre em
Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear.

orientador: Dr. Francisco Ambrózio Filho



**São Paulo
Abril - 1995**

*não acumuleis para vós outros tesouros sobre a terra,
onde a traça e a ferrugem corroem
e onde ladrões escavam e roubam;
mas ajuntai para vós outros tesouros no céu,
onde traça nem ferrugem corrói,
e onde ladrões não escavam nem roubam;
porque onde está o teu tesouro ai estará também o teu coração.*

Mateus 6

**À memória de minha mãe
Maria**

AGRADECIMENTOS

- Ao meu orientador, Dr. Francisco Ambrózio Filho, que teve uma paciência de Jó (...nem sempre...) e muito trabalho para me dirigir e mesmo diria, me aturar, durante todo esse trabalho.
- Ao CNPq- RHAÉ (projeto n. 600142189-2) pela bolsa de estudos concedida para realização desse trabalho.
- À empresa EMAS/CARBORUNDUM, em Salto-SP, pela gentil doação do pó de SiC usado na fabricação dos compósitos aqui estudados.
- ALCOA (SP) nas pessoas dos Engs. Daniel Cordeiro e Jorge Camps Andreu pela doação dos pos de Al utilizados nesta dissertação.
- ALCAN (SP) na pessoa dos Engs. Ayrton Filleti, Fernando Philipson
- Depto de Eng. de Minas da EPUSP pelo uso gratuito do analisador de partículas MALVERN.
- À empresa Paulo Abib Engenharia pelo uso do moinho de WC para moagem das partículas de SiC.
- Laboratório de Transformação Mecânica do IPT pelo uso de seus equipamentos, pelas idéias e ajuda nas pessoas do Dr. Marcelo Gonçalves e seus prestativos funcionários. Saliento ainda que sem o apoio desse laboratório dificilmente teria conseguido realizar as extrusões necessárias à essa tese.
- Laboratório de Metalurgia do Pó do IPT (Cida, Gabriel e todos os seus funcionários)
- Aos professores e funcionários do Depto de Eng Metalúrgica e de Materiais da EPUSP por permitirem meu livre acesso à essa escola e pelas inúmeras outras ajudas que não daria pra enumerar aqui..
- Ao Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha que me instruiu e me alertou quanto às primeiras dúvidas que tive em MET.
- Aos amigos do Depto de Engenharia Metalurgica e de Materiais da EPUSP, pela simpatia, pelas “frutíferas” discussões e pelas besteiras que falavamos que muito contribuíam para momentos de laser e bem estar espiritual.
- Aos funcionários, pesquisadores e amigos da Divisão de Metalurgia do IPEN-SP
- Aos doutores Sadamu Koshimizu e “*De Lima*” do IPEN-SP pela amizade e por me proporcionarem uma chance de pesquisa a partir desse mestrado e talvez mesmo de uma “nova vida”.
- Ao Dr. Dirceu Spinelli e seus funcionários do Depto de Materiais da USP-São Carlos, pelos ensaios de tração feitos.
- A EPF de Lausanne, Suíça,
- A Nadine Baluc do Depto de Física da EPF de Lausanne pela ajuda na operação, técnica e interpretação das amostras de MET e à Danielle Laub do Depto de Materiais da mesma escola pela preparação rápida e segura das amostras de pó de alumínio num momento em que ja não mais acreditava ser possível preparar uma lâmina realmente transparente.
- As minhas irmãs Márcia e Elizabeth pelo total apoio (afetivo, psicológico, financeiro ...etc) e seus respectivos maridos e filhos.
- Ao grande amigo (não só porque ele é alto) José Gabriel Vicente que conheço a muito tempo e nunca falhou quando precisei e que me deu uma tremenda força durante todo o transcorrer desse trabalho. Sem a ajuda dele e de sua família (Carolina & Antônio, Marcos ...e mesmo do Ozzy), quando atingi o estágio de mestrado em fase terminal, esse trabalho não teria sido terminado a tempo.

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO DE MATRIZ DE ALUMÍNIO 1100 COM PARTÍCULAS DE SiC POR METALURGIA DO PÓ

AROLDO JOSÉ MOURISCO

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo a produção e a caracterização de compósitos de matriz metálica de alumínio puro (ASTM 1100) reforçado por partículas de SiC. Utilizou-se pó de alumínio não ligado para não se ter a influência de elementos de liga no estudo do produto.

O processo de produção consiste em se misturar mecanicamente (baixa energia) pós de alumínio e carvão de silício e extrudar a mistura a quente. As frações volumétricas utilizadas neste trabalho foram de 5, 10 e 15% de SiC com dois tamanhos médios de partículas, 5 e 10 μm . Preparou-se ainda amostra de alumínio extrudado, sem adição de SiC, para efeito de comparação.

A caracterização microestrutural dos materiais extrudados foi feita através de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Determinou-se ainda as densidades dos extrudados. A caracterização mecânica dos materiais extrudados foi feita determinando-se através de ensaios de tração os limites de escoamento (LE), limites de resistência (LR), alongamentos (A) e estirções e medidas de durezas Brinell (HB).

Verificou-se a influência do SiC no produto extrudado. O aumento da quantidade de SiC provoca uma maior concentração de aglomerados e conseqüentemente diminuição de densidade, bem como maiores LE, LR e menores A e estirção. A caracterização microestrutural evidenciou uma recristalização parcial durante o processo de extrusão.

PREPARATION BY POWDER METALLURGY AND CHARACTERIZATION OF Al 1100 COMPOSITES REINFORCED WITH SiC PARTICLES

AROLDO JOSÉ MOURISCO

ABSTRACT

The aim of dissertation is the production and characterization of metal matrix composites. The composites studied consisted of a commercially pure aluminium (ASTM 1100) reinforced with silicon carbide particles. A non alloyed aluminium powder was used in order to avoid the influence of alloying elements.

The production process consisted of aluminium and silicon carbide powders mechanical mixture (low energy), followed by extrusion. The reinforcement volumetric fractions used were 5, 10 and 15% with a mean particle size of 5 and 10 μm . For comparison reasons, a sample without reinforcement was prepared.

The extruded materials microstructural characterization was carried out by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The materials used were mechanically characterized by tensile testing and Brinell hardness testing. The yield stress (YS), the ultimate tensile strength (UTS), the elongation (E) and the area reduction (AR) were measured. The extruded materials densities were also evaluated.

The influence of SiC in the product was verified. An increase in the SiC content caused a higher concentration of particles clusters and consequently the density decreased, the YS and UTS increased and the E and AR decreased. The microstructural characterization revealed a partial recrystallization during the extrusion process.

LISTA DE FIGURAS

Figura I.1- Definição de compósito como sendo a combinação de dois ou mais materiais.

Figura II.1- Possíveis rotas de fabricação dos CMM.

Figura II.2- Desenho esquemático do processo osprey de fabricação dos CMM.

Figura II.2.1- Desenho esquemático de uma partícula de pó de alumínio mostrando o filme de óxido que recobre cada partícula bem como sua espessura e outros produtos que compoem esse filme.

Figura II.2.2.1.1- Desenho esquemático da sinterização convencional de pós de alumínio mostrando a formação de uma rede semi-contínua de óxido que pode fragilizar o sinterizado.

Figura II.2.2.2.1- Métodos de extrusão a quente empregados para pós.

Figura II.2.2.2.2- Sistema de degaseificação e selagem de cápsulas para extrusão de pós.(20)

Figura II.2.2.2.3 - Curva mostrando a evolução dos gases de um compactado de pó de liga X7091 em função da temperatura de evolução para uma pressão de 10^{-4} Torr.

Figura II.3- Desenho esquemático dos dois processos de infiltração sob pressão mais usados: (a) squeeze-casting; (b) pressão sobre o metal líquido.

Figura II.3.4.1- Mecanismos de fraturas que os CMM reforçados por partículas podem apresentar.

Figura II.4- Desenho esquemático do processo de infiltração por baixas pressões de pré-formas.

Figura III.1- Fluxograma do procedimento experimental utilizado.

Figura III.2- Em (a) cápsulas utilizadas para compactação/encapsulamento, (b) dimensões da cápsula, (c) curva de compressibilidade para as misturas.

Figura III.3.- Prensa vertical de 1500 ton. utilizada nas extrusões.

Figura IV.1.1- Morfologia das partículas do pó de alumínio (a) e micrografia do mesmo pó atacado revelando tamanhos de células equiaxiais semelhantes à grãos ASTM 6 e 7.

Figura IV.1.2- Análise por MET do pó de Al mostrando regiões intercelulares em (a) a presença de alguns precipitados de estrutura não-cúbica (b) e (c), em (d) uma imagem em campo escuro dessa região onde se comprovou via MET analítica a presença de Fe e Si.

Figura IV.1.3- Análise granulométrica dos pós utilizados no experimento.

Figura IV.2.1- Fotografia do material obtido da extrusão.

Figura IV.2.2- Comparação das densidades medidas em cada uma das séries de extrudados e das densidades que teriam teoricamente.

Figura IV.3.1- Microestrutura de cortes transversais dos materiais como extrudados mostrando a distribuição das partículas de SiC das duas séries para as três porcentagens de pós.

Figura IV.3.2- Extrudado contendo 10% vol. de SiC exemplificando um vazio no interior de um aglomerado de partículas de SiC.

Figura IV.3.3- Microestrutura do extrudado sem reforço mostrando em (a) região central da secção longitudinal da barra; em (b) detalhe mostrando detalhes desses grãos; (c) região superficial da mesma secção longitudinal mostrando grãos alongados.

Figura IV.3.4- MET do alumínio sem reforço mostrando em (a) o aspecto geral da matriz; (b) presença de precipitados em contornos de grãos; (c) presença de sub-contornos de grãos nesse material.

Figura IV.3.5- Microscopia óptica do centro dos extrudados contendo 5% de SiC em (a); detalhe em (b); em (c) superfície do mesmo material; em (d) e (e) MET do centro do mesmo material mostrando a presença de estruturas semelhantes a bandas de deformação; em (d) detalhe dessas “bandas”.

Figura IV.3.6- Microscopia óptica do centro dos extrudados contendo 10% vol. SiC em (a); em (b) aspecto dos grãos na superfície do material com detalhe da região em (c); em (d) e (e) MET do centro do mesmo material mostrando a presença de subcontornos de grãos (scg) em regiões próximas do SiC.

Figura IV.3.7- Microscopia óptica do centro de um extrudado contendo 15% vol SiC em (a); em (b) MET mostrando um aspecto geral da microestrutura; em (c) detalhe da interação de discordâncias com o conjunto contorno de grão + partículas de SiC + precipitados e partículas de SiC.

Figura IV.4.1- Limite de Escoamento e Limite de Resistência dos compósitos em função da fração volumétrica de SiC para a **série I**.

Figura IV.4.2- Limite de Escoamento e Limite de Resistência dos compósitos em função da fração volumétrica de SiC para a **série II**.

Figura IV.4.3- Limite de Escoamento e de Resistência dos compósitos das séries I e II em função da fração volumétrica de SiC.

Figura IV.4.4- Valores de Alongamentos e Estricções para os compósitos das séries I e II em função da fração volumétrica de SiC.

Figura IV.4.5- Gráfico da dureza Brinell dos compósitos das duas séries em função da fração volumétrica de SiC nos estados como extrudado e recozido por 4h a 400° C.

LISTA DE TABELAS

Tabela I.1- Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos CMM

Tabela IV.1.1 - Composição química dos pós utilizados

Tabela IV.2.1- Densidades medidas em cada uma das séries de extrudados seguidas de seus respectivos desvios-padrões e as densidades teóricas.

Tabela IV.3.1- Propriedades mecânicas das amostras da série I.

Tabela IV.3.2- Propriedades mecânicas das amostras da série II.

Tabela IV.3.3- Valores médios de durezas Brinell (Kgf/mm^2) para as duas séries nos estados como extrudado e recozido a $400\text{ }^\circ\text{C}$ / 4h em função da fração volumétrica de SiC.

Tabela V.1.1- Densidades calculadas em relação ao tamanho médio da partícula na faixa de distribuição considerada.

SUMÁRIO

DEDICATORIA

AGRADECIMENTOS

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

RESUMO

ABSTRACT

<u>I.- INTRODUÇÃO</u>	1
I.1.- Compósitos - Conceitos e Generalidades	1
I.2.- Tipos de Matrizes e Reforços	2
<u>II.- COMPOSITOS DE MATRIZ METALICA DE ALUMÍNIO</u>	
5	
II.1.- PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DOS CMM DE ALUMÍNIO	
5	
II.2.- CMM DE ALUMÍNIO REFORÇADOS POR PARTÍCULAS DE SiC E PRODUZIDOS POR METALURGIA DO PÓ	10
II.2.1- Pós de Alumínio	10
II.2.2- Consolidação dos Pós	11
II.2.2.1- Processamento Convencional dos pós de Alumínio	11
II.2.2.2- Extrusão dos Pós	12
II.3.- CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS	17
II.3.1- Módulo de Elasticidade	18
II.3.2- Resistência Mecânica	19

II.3.3- Superplasticidade	21
II.3.4- Fratura	22
II.3.5- Fluência e Fadiga	24
II.3.6- Generalidades: Corrosão e Soldagem de Compósitos Al-SiC	24
II.4- CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS	26
II.4.1- Textura	26
II.4.2- Recristalização	27
II.4.3- Interfaces Al/SiC e Tensões Térmicas	28
II.5.- PRINCIPAIS APLICAÇÕES DOS COMPÓSITOS Al-SiC	31
II.6.- OBJETIVOS DO TRABALHO	33
<u>III.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</u>	34
III.1.- MATERIAIS	35
III.2.- MÉTODOS	35
III.2.1.- Caracterização dos Pós	35
III.2.2.- Procedimento de Mistura e Compactação dos Pós.	36
III.2.3.- Procedimento de Extrusão à Quente.	38
III.2.4.- Preparação Metalográfica	38
III.2.5.- Preparação de Lâminas Finas para M.E.T.	39
III.2.6.- Caracterização Mecânica e Densidade dos Compósitos	40
<u>IV.- RESULTADOS EXPERIMENTAIS</u>	41
IV.1- CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS	41
IV.2- DADOS DO MATERIAL EXTRUDADO	43
IV.2.1- Densidade	46

IV.3- CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS	47
IV.4- PROPRIEDADES MECÂNICAS	55
V.- <u>DISCUSSÃO DOS RESULTADOS</u>	61
V.1- ANÁLISE DOS PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO	61
V.2- CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS	67
V.3- PROPRIEDADES MECÂNICAS	71
V.4- CONSIDERAÇÕES FINAIS	74
VI.- <u>CONCLUSÕES</u>	76
Sugestões para estudos futuros	77
Referências Bibliográficas	78

I.- INTRODUÇÃO

I.1.- COMPÓSITOS - CONCEITOS E GENERALIDADES

O termo compósito é normalmente utilizado para denominar os materiais obtidos pela combinação de dois ou mais elementos constituintes, contendo ou não uma interface de separação entre eles, com o objetivo de se obter um material onde as propriedades (mecânicas dentre outras) sejam diferentes das dos contituintes e otimizadas.

Kelly (1) define materiais compósitos como sendo combinação de materiais postos juntos para alcançar uma função particular e que esses materiais podem ser da mesma classe, como por exemplo, dois metais, ou de diferentes classes, como vidro e plástico. O mesmo autor afirma (2) em 1982 que o termo compósito frequentemente quer dizer especificamente a combinação de fibras muito resistentes e muito rígidas com matrizes mais fracas do que elas. Chawla (3,4) afirma que a idéia de materiais compósitos não é recente, que existe uma infinidade de compósitos na natureza e que ao lado destes se desenvolveu, principalmente a partir de 1965, intensa pesquisa na área de materiais compósitos não naturais. O mesmo define compósitos como materiais consistindo de duas ou mais materiais fisicamente e/ou quimicamente distintos arranjados ou distribuídos de maneira conveniente.

Diferentes tipos de compósitos são indicados de uma maneira genérica na figura I.1. Essa figura mostra um pouco da filosofia dos materiais compósitos; quando se parte de um dos vértices do triângulo dessa figura em direção à um dos outros dois pode-se ter, conforme se adiciona maiores ou menores quantidades do elemento do outro vértice, um comportamento mais próximo desse outro material e não mais somente o comportamento do material de partida.

Uma crescente demanda por materiais com maior relação resistência/peso, maior módulo de elasticidade específico (E/ρ , ρ =peso específico), levou a estudos que resultaram nos materiais compósitos. Estes materiais tiveram a origem de seu desenvolvimento ligada a indústria aeronáutica e aeroespacial que buscava, e ainda busca, materiais cada vez mais leves e mais resistentes em várias condições de trabalho onde são exigidas ótimas propriedades mecânicas a altas temperaturas muitas vezes aliadas à resistência à corrosão, tenacidade e outros parâmetros.(4,5,6,7)

Os compósitos mais estudados nas décadas de 70 e 80 foram os de matriz polimérica e essa idéia evoluiu com o passar do tempo para os compósitos de matriz metálica e cerâmica os quais têm sido alvo de muitas pesquisas devido a possibilidade de serem usados em altas temperaturas. Devido a possibilidade de combinação de características de diferentes materiais, os compósitos tem sido alvo de intensas investigações nos últimos 10 anos, e mais recentemente, os Compósitos de Matriz Metálica (CMM) reforçados por partículas.

No caso dos CMM's estes oferecem, em relação as mesmas ligas da matriz dos compósitos produzidas por metalurgia convencional, maiores limites de resistência e módulos de elasticidades, melhores resistências a fadiga e desgaste, mesmo perdendo algumas propriedades importantes, tais como resistência a corrosão e tenacidade.(5,6,7,8)

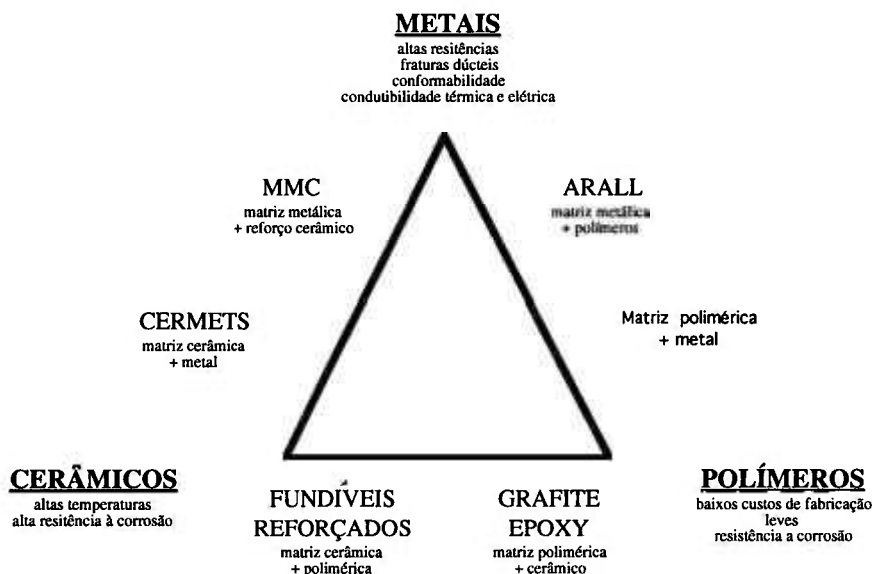


Figura I.1- Definição de compósito como sendo a combinação de dois ou mais materiais.

I.2.- TIPOS DE MATRIZES E REFORÇOS

Os compósitos são definidos com relação aos tipos de matrizes que apresentam e são classificados em CMM's que são os Compósitos de Matriz Metálica, os CMP's que são os Compósitos de Matriz Polimérica e os CMC's que são os Compósitos de Matriz Cerâmica. Dentro de cada uma dessas classificações existem outras subclassificações, como por exemplo, dentre os CMM's existe uma classificação quanto ao reforço ser contínuo ou não, ou ainda quanto ao reforço ser cerâmico ou metálico.

Os reforços podem ser classificados em, como exemplificado esquematicamente na fig. I.2, contínuos, como no caso das fibras longas com diâmetros entre 3 e 200 μm e comprimentos como desejados, ou descontínuos como no caso de fibras curtas com dimensões da ordem de 10 μm , de whiskers que têm diâmetros médios entre 0.1 a 0.5 μm e comprimentos de 20 a 100 μm , ou de partículas com tamanhos variando de 0.1 a 50 μm . (6)

As frações volumétricas utilizadas de cada um desses reforços depende do tipo de processo que se está utilizando para produção do compósito e das propriedades mecânicas que se deseja. Por exemplo, Millière (9) estudando CMM de alumínio destaca que utilizando-se mais do que 20 % em volume de partículas de SiC a viscosidade aumenta de tal forma que inviabiliza o processo de fundição.

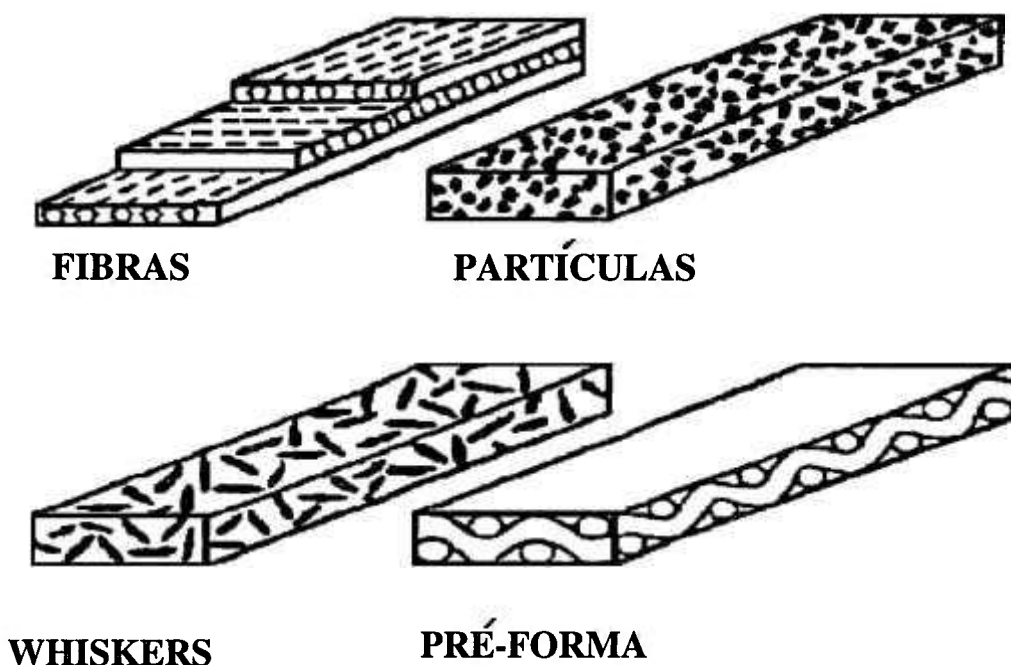


Figura I.2- Geometria dos reforços utilizados nos CMM.

- CMP's

Os CMP tiveram um grande desenvolvimento nos últimos 30 anos devido as facilidades de fabricação, baixas densidades e elevadas resistências mecânicas. Inicialmente com finalidades aeroespaciais estes se popularizaram e foram rapidamente incorporados pelos mais diversos ramos da indústria pelo fato de serem mais baratos e, apesar de não manterem o mesmo nível de rigidez dos materiais metálicos a altas temperaturas, eles passaram a substituir o metais em numerosas aplicações sendo que as mais novas gerações destes compósitos conseguem manter propriedades mecânicas aceitáveis a cada vez mais altas temperaturas.(10, 11)

Os reforços mais usados nos CMP são as fibras longas e curtas e as mais conhecidas são: fibras de carbono, fibras de vidro, fibras e whiskers de SiC, fibras de alumina, fibras de aramide (polímero, ex. Nylon e Kevlar), fibras de boro, nitreto de silício e fibras de borosilicatos (fibra de boro revestida de SiC). Existe ainda uma grande variedade de formas para alguns tipos desses reforços como e o caso do Kevlar e das fibras de carbono onde pré-formas pode ser pré-fabricadas com geometrias mecanicamente adequadas para ser posteriormente utilizadas como reforços da matriz polimérica. As resinas utilizadas nos CMP são muito variadas sendo que as mais utilizadas são: epoxy, polisulfônicas, polifenilsulfônicas, poliamídicas e fenólicas (estas duas últimas para mais altas temperaturas). Os processos de fabricação destes compósitos são via extrusão da mistura resina-reforço, injeção da resina numa pré-forma ou por compressão em matriz fechada onde os reforços já estão presentes. (12, 13, 14)

- CMC's

O compósito de matriz cerâmica mais comum é o concreto usado na construção civil onde se tem uma matriz de silicato reforçada por partículas (pedras) e/ou fibras metálicas (vergalhão). No entanto, os compósitos de matriz cerâmica mais avançados têm suas aplicações em altas temperaturas e geralmente temperaturas onde os metais não conseguem manter a resistência mecânica. Os principais problemas dos CMC são a fragilidade que os mesmos apresentam a temperatura ambiente quando recebem algum tipo de impacto ou outra sollicitação mecânica, a alta sensibilidade a choques térmicos e a baixa condutibilidade térmica. No entanto, esses compósitos quando aquecidos adequadamente, não apresentam os problemas acima citados e em muitos casos são dúcteis e plausíveis de se deformarem plasticamente.

Os principais tipos de reforços são fibras cerâmicas longas e curtas de carbetto de silício, alumina e silicatos de boro, dentro outras, e as matrizes cerâmicas são de variados tipos de óxidos e silicetos, tais como alumina, carbetto de silício, zirconia, óxidos de magnésio e etc. Os processos de fabricação empregam geralmente a metalurgia do pó tradicional (compactação e sinterização) ou deposição química por vácuo.(15, 16)

- CMM

No caso dos CMM o critério de seleção para o material cerâmico inclui propriedades como: módulo de elasticidade, limite de resistência a tração, densidade, temperatura de fusão, estabilidade térmica, compatibilidade com a matriz, coeficiente de expansão térmica, tamanho e forma, e custos.

Os reforços mais usados nestes CMM's são nas formas de whiskers, fibras (curtas e longas) e partículas cerâmicas, onde se busca combinar propriedades dos cerâmicos, tais como, elevados módulos de elasticidade, elevadas durezas (SiC, C, Al₂O₃, TiO₂, TiB₂, B₄C), com as dos metais (ductilidade, tenacidade, conformabilidade). (4)

Devido a principal aplicação ser estrutural e assim se buscar estruturas mais leves e mais resistentes, os metais que tem sido mais utilizados como matrizes são aqueles que apresentam baixas densidades, dentre outras características, tais como ligas de alumínio, titânio, de níquel, magnésio, cromo e de molibdênio.(6) A tabela I.1 mostra de maneira esquemática os reforços e as respectivas matrizes que vem sendo utilizados no caso do CMM.

Tabela I.1- Tipos de reforços e matrizes mais comuns nos CMM. (8)

REFORÇO	FORMA	MATRIZ
Alumina	Fibras contínuas e descontínuas	Al, Mg
Carbeto de Silício	Fibras contínuas, whiskers, partículas	Al, Mg, Ti, Cu
Boro	Fibras contínuas	Al, Ti (fibras recobertas)
Carbeto de Boro	Partículas	Al, Mg, Cu
Grafite	Fibras Contínuas	Al, Mg, Cu
Carbeto de Titânio	Partículas	Ti, Cu
Nióbio-Titânio	Fios	Cu
Tungstênio	Fios	Superligas

Sem dar atenção aos tipo e forma de reforços, os CMM's oferecem como vantagens principais, em comparação com as respectivas ligas produzidas de maneira convencional: (5, 7, 8)

- boa condutividade térmica
- alta resistência ao cisalhamento
- boa resistência a abrasão
- atuação em mais altas temperaturas
- não atacáveis por compostos orgânicos como combustíveis e solventes
- possibilidade de serem conformados e tratados como qualquer outra liga metálica

II.- COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA DE ALUMÍNIO

II.1.- PROCESSOS DE FABRICAÇÃO DOS CMM DE ALUMÍNIO

Nesse item pretende-se dar uma descrição genérica dos vários processos de fabricação (fig.II.1) dos CMM de alumínio e seus vários tipos de reforços.

Traçando-se um paralelo entre os principais processos de fabricação dos CMM de alumínio podem ser divididos basicamente em dois: Via Metal Líquido (M/L) ("compcasting", "squeeze-casting" e infiltração) e Via Metalurgia do Pó (M/P). No entanto, essa classificação não pode ser tomada como rígida, pois existem inúmeras variações de processos que muitas vezes os tornam complementares como seria o caso de insertos fabricados por metalurgia do pó alojados dentro de

peças fundidas (17). Outros autores dividem os processos de fabricação do CMM-AI em três métodos: Metalurgia do Pó (M/P) seguido de forjamento ou outros processamentos termomecânicos; via fundição seguido de "thixoforming" ou "squeeze-casting" dentro de moldes com formas definidas, por compactação dinâmica de líquidos ou então via fundição por spray (ou processo Osprey como citam alguns autores).

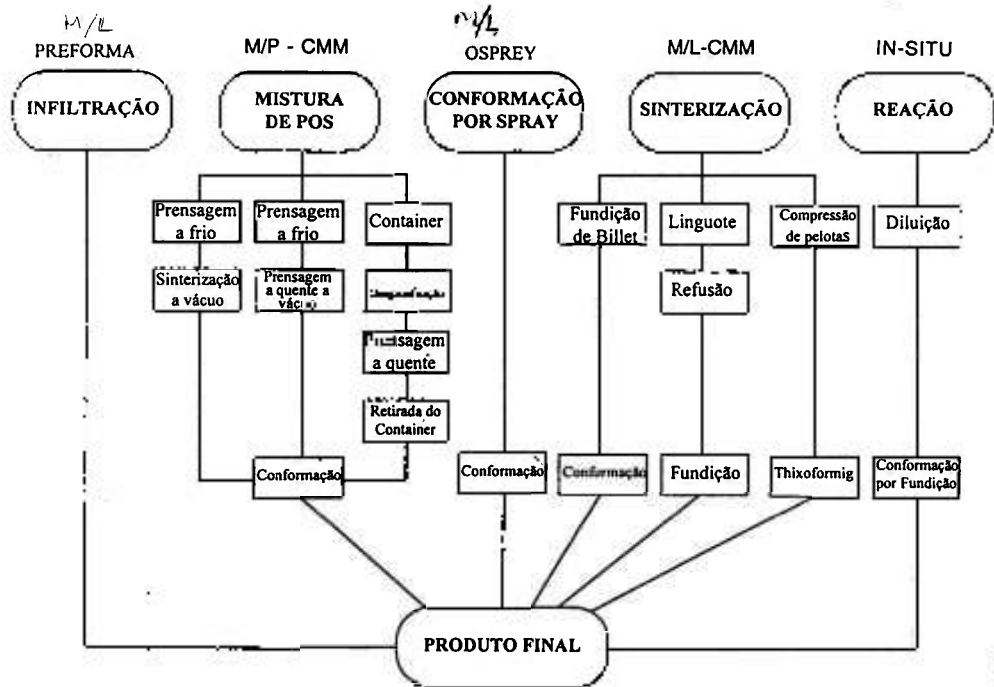


Figura II.1- Possíveis rotas de fabricação dos CMM.

-Metalurgia do Pó

Esse processo, que será descrito de maneira mais detalhada no próximo item, consiste na mistura de pós de alumínio com SiC (whiskers ou partículas) seguido de compactação dentro de billets, desgaseificação e compactação a quente seguida da extrusão deste, sendo que uma variação desse processo é o forjamento substituindo ou complementando a extrusão. Esse processo é considerado como bem desenvolvido pela indústria aeroespacial e muitos compósitos produzidos por esse método não são possíveis via M/L.(18, 19)

-Fundição convencional

Nos processamentos via metal líquido o reforço pode ser disperso dentro do banho sob agitação e agitado também durante o processo de solidificação para se evitar a formação de aglomerados. Esse método apresenta alguns inconvenientes, tais como não se poder produzir grandes lingotes devido as grandes segregações que certamente ocorrerão e a limitação na fração volumétrica de partículas que se pode adicionar que aumenta muito a viscosidade do metal líquido o que dificulta o vazamento. (9)

-Processo Osprey

Nesse processo ocorre a deposição de partículas de SiC e da matriz da liga de alumínio através do uso de técnica de spray onde o metal é disperso de maneira semelhante àquela que ocorre nos processos de atomização, conforme mostrado esquematicamente na figura II.2, com a variação de se adicionar partículas cêrâmicas na saída do material que está sofrendo o processo de desintegração. Esse processo pode ser aplicado para largas produções, pois pode-se fazer com que o produto dessa deposição entre diretamente numa matriz de forjamento. (17, 20)

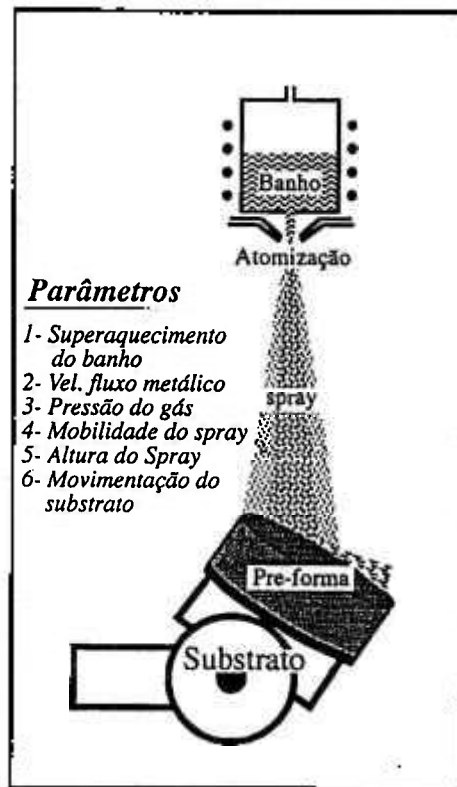


Figura II.2- Desenho esquemático do processo osprey de fabricação dos CMM.

-Infiltração sob pressão

Os processos de infiltração sob pressão são aplicados a CMM reforçados por fibras e consiste em se obter um fluxo de metal líquido através de interstícios de uma pré-forma, que é um emaranhado de fibras curtas, (geralmente Saffil®) por meio da aplicação de uma pressão ao metal líquido de forma a se obter como produto final uma peça ou uma barra solidificada onde o metal líquido preencheu todas as cavidades possíveis dessa pré-forma. Essas pré-formas podem ser das mais variadas frações volumétricas sendo que quanto maior a fração volumétrica desejada de reforço, menor o tamanho das cavidades e maior a dificuldade de infiltração.

Os dois processos de infiltração sob pressão mais utilizados são o "squeeze-casting" e o por pressão aplicada diretamente ao banho como mostrados na figura II.3. Algumas das características principais dos processos de infiltração sob pressão são: o processo de infiltração é um problema de movimentação de uma interface levando em consideração as possíveis reações entre fibra e metal; o tamanho de grão da matriz e a extensão da reação na interface fibra/matriz pode ser controlada pela temperatura inicial da pré-forma existindo nesse caso, para cada liga, uma temperatura óptima onde ocorre o preenchimento total da pré-forma em conjunto com fino tamanho de grão da matriz e ainda a minimização da degradação das fibras. (17, 21)

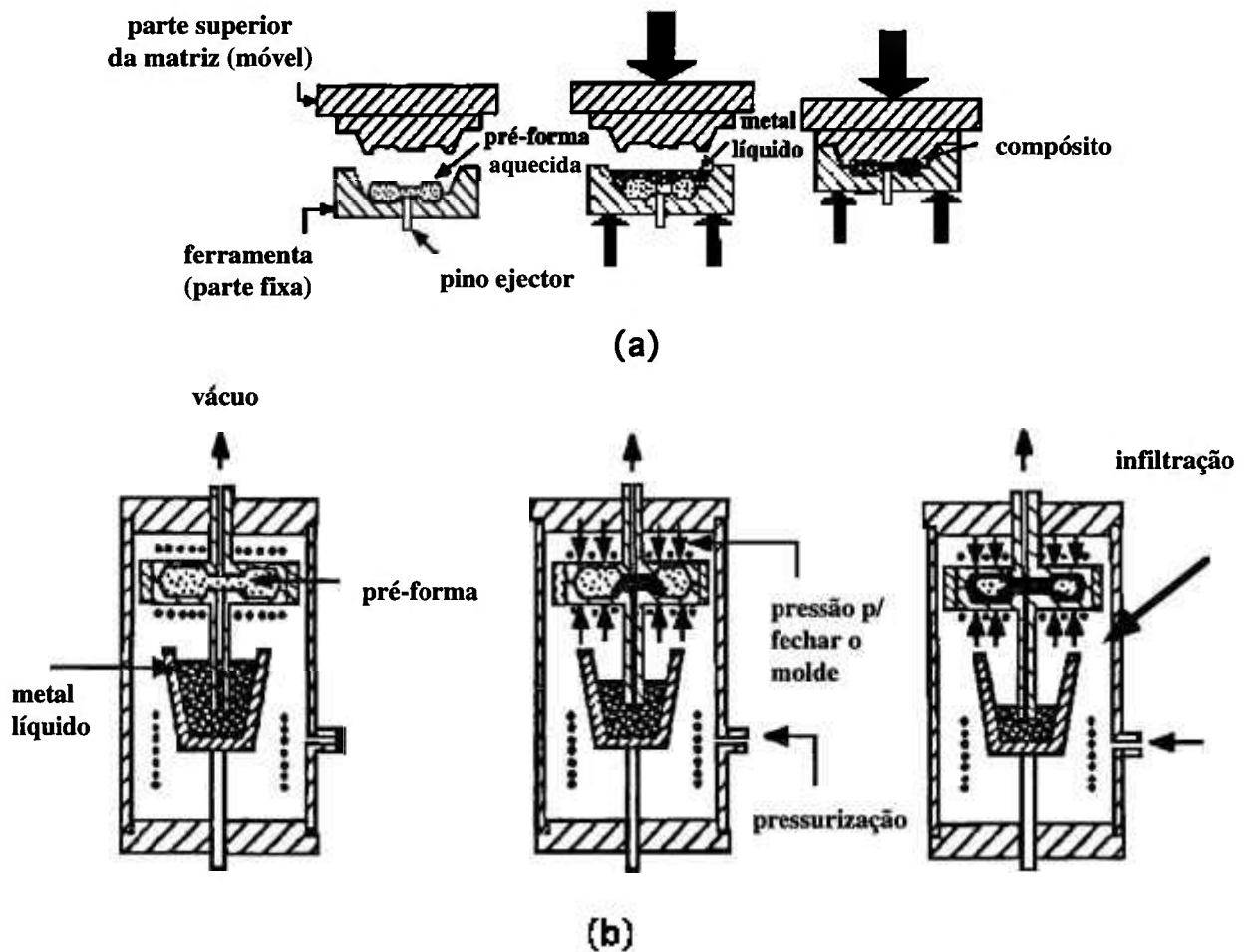


Figura II.3- Desenho esquemático dos dois processos de infiltração sob pressão mais usados: (a) squeeze-casting; (b) pressão sobre o metal líquido. (17)

O "squeeze-casting" é um processo muito utilizado comercialmente para a produção dos CMM onde uma pré-forma cerâmica pré-aquecida é colocada numa ferramenta semelhante a utilizada para forjamentos e o metal líquido que se deseja infiltrar é vazado nesta cavidade; a seguir

a parte superior que compõe ferramenta aplica uma alta pressão a esse conjunto metal líquido-pré-forma, através de uma prensa, fazendo com que o metal penetre através da pré-forma. As vantagens desse processo são: altas taxas de produção, baixos custos se grandes quantidades são produzidas, alta qualidade da microestrutura das regiões não reforçadas e altas taxas de solidificação resultando em baixas degradações das fibras. As desvantagens são: altos custos de ferramentais, dificuldade de fabricar pequenos números de protótipos e dificuldade de controlar parâmetros importantes como temperatura da pré-forma. (17, 19, 21)

-Infiltração por vácuo (17)

Esse processo (mostrado na fig. II.4) é geralmente aplicado quando se tem fibras grossas (140 μm de diâmetro) e suficiente espaço entre as fibras para se criar uma diferença de pressão suficiente (de no mínimo 1 atm) para que o metal penetre entre as fibras. Essas fibras podem ser recobertas, como por exemplo, SiC recoberto por Si, ou fibras mais comuns como de carbono, tungstênio dentre outras. Esse processo, devido as baixas pressões aplicadas, tem muitas vezes regiões não infiltradas da pré-forma mesmo em materiais com boas propriedades de molhabilidade.

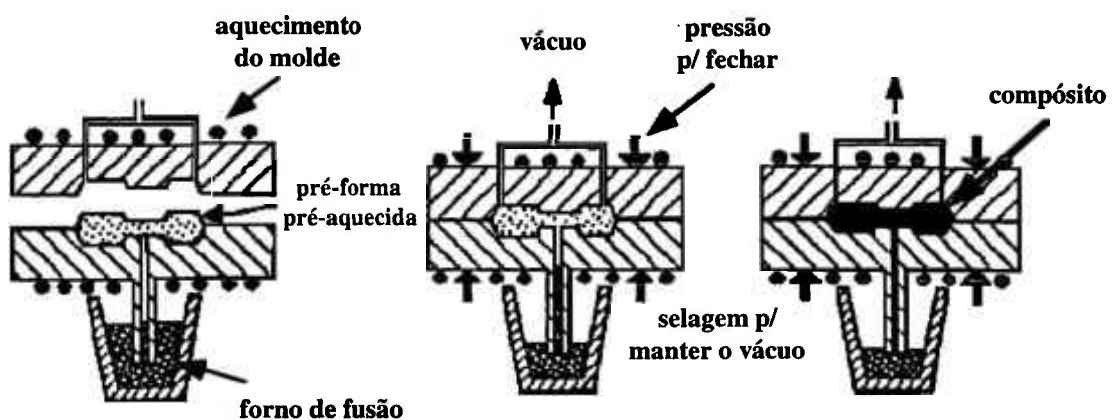


Figura II.4- Desenho esquemático do processo de infiltração por baixas pressões de pré-formas.

II.2.-CMM DE ALUMÍNIO REFORÇADOS POR PARTÍCULAS DE SiC E PRODUZIDOS POR METALURGIA DO PÓ.

II.2.1.- Pós de Alumínio.

Quando se pensa na produção desses compósitos utilizando-se a técnica de metalurgia do pó deve-se levar em consideração que utiliza-se pós de ligas de alumínio relativamente finos (tamanhos de partículas entre 10 e 20 μm). Por isso o processo de produção dos pós é muito importante, pois a partir daí pode-se obter um pó de alumínio com uma faixa de distribuição granulométrica mais estreita, maior ou menor quantidade de elementos de liga em solução sólida, maior quantidade de precipitados sendo esses precipitados menores, maior ou menor quantidade de óxido sobre as partículas dentre outras inúmeras variáveis que influenciam um processo de solidificação rápida.(22)

Carney e Tsakirooulos (23) mostram que no processo de solidificação rápida utilizando-se atomização a gás à altas pressões o efeito de variáveis do processo na oxidação e segregação superficial em partículas de pós de alumínio; Afirmam que num processo de solidificação de uma partícula de pó de tamanho 15 μm o tempo de solidificação é menor do que 1,5 ms e que mesmo em atmosferas controladas onde os teores de oxigênio são muito baixos, ocorre a formação de uma camada de óxido que recobre cada partícula. Exemplificando isso, para pós de alumínio e suas ligas, uma pressão parcial menor do que 10^{-39} atm de oxigênio é necessária a 1073 K para se evitar a formação de um filme de óxido. A partir do momento que essas partículas são expostas à atmosfera ocorre ainda a formação de outros produtos nessa superfície e principalmente devido à hidratação desse óxido superficial ocorre a formação de óxidos de alumínio hidratados tais como o $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Como mostrado esquematicamente na fig. II.2.1 existe uma camada de óxido que recobre esses pós e esta pode ter espessuras variando entre 0,2 e 30 μm sendo que essa espessura varia, entre outras coisas, segundo o processo de atomização e o tipo e quantidade de elementos de ligas.

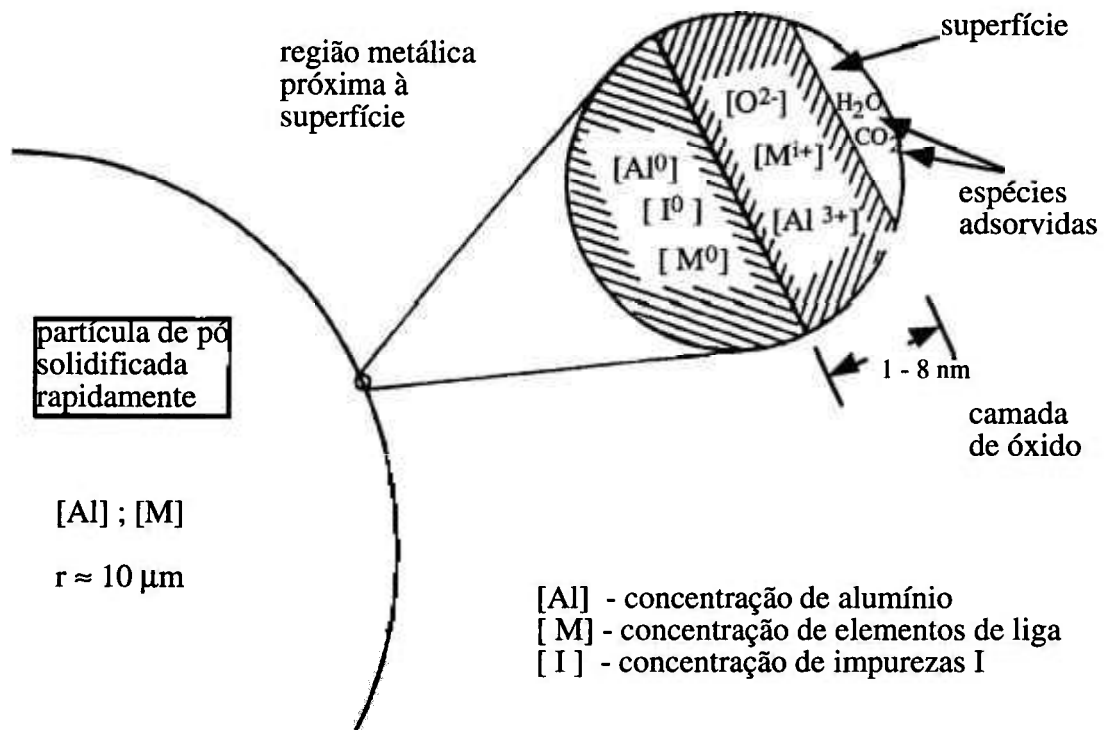


Figura II.2.1- Desenho esquemático de uma partícula de pó de alumínio mostrando o filme de óxido que recobre cada partícula bem como sua espessura e outros produtos que compoem esse filme.(23)

II.2.2- Consolidação dos Pós

II.2.2.1- Processamento Convencional dos Pós de Alumínio.

O processo de consolidação por processos de metalurgia do pó convencional consiste, de maneira resumida, da mistura e homogeneização de pós (com ou sem lubrificante), compactação (a quente ou a frio) e sinterização propriamente dita. No caso do alumínio e suas ligas dá-se com a presença de fase líquida, como ilustrado na fig.II.2.2.1.1, onde na sinterização usa-se adicionar ao pó de alumínio pós de outros metais formadores de eutéticos com o alumínio, tais como o Cu, Mg e Zn. (24) Na compactação de componentes de alumínio há a formação de contatos (metálicos, ou metal-cerâmicos no caso dos compósitos). No aquecimento os contatos metal-metal (Al-Al, Al-Cu e etc) dão origem a fase líquida. Durante o aquecimento prévio à sinterização há um período de queima do lubrificante que não deve ser feito a temperaturas altas e ainda com baixa taxa de aquecimento; após esse período a taxa de aquecimento deve ser alta para se minimizar as mudanças dimensionais sendo que os tempos de sinterização são em torno de 30 min. (25)

Cohrt (26) realizou experiências de sinterização de pó de liga de alumínio (4,5% Cu, 0,7% Si, 0,5% Mg) adicionando 10 a 20% em vol. de partículas de SiC com temperaturas de

sinterização de 620 °C e tempos de sinterização que variaram entre 30 e 120 min e não conseguiu atingir 100% da densidade teórica.

Assim a utilização da técnica de M/P com sinterização tradicional destes compósitos não apresenta resultados satisfatórios do ponto de vista de propriedades mecânicas. Isso se deve à existência de uma camada de alumina sobre as partículas de pós de alumínio que dificulta as etapas do processo de sinterização para consolidação das ligas de alumínio. Mesmo com o uso da compactação a quente o óxido que recobre estas partículas de pó de alumínio forma uma rede semi-contínua nos contornos das partículas do pó pré-existent (25) que podem fragilizar o material assim consolidado devido a formação de um caminho para propagação de fissuras.

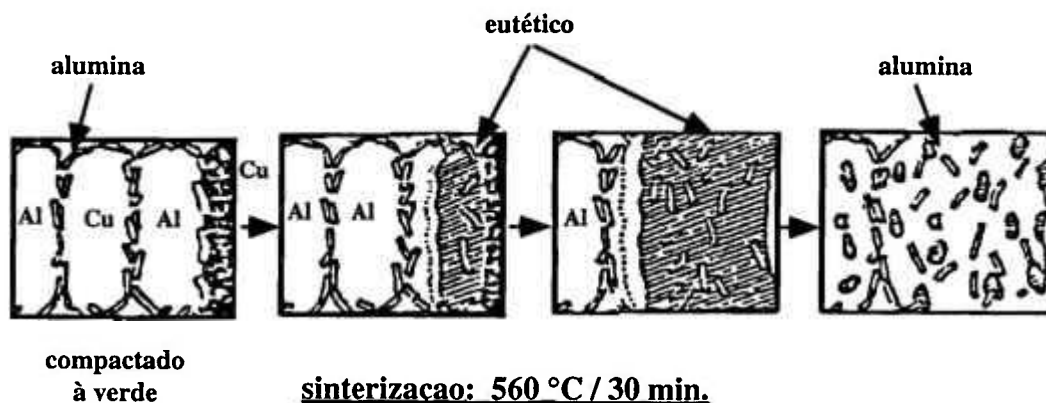


Figura II.2.2.1.1- Desenho esquemático da sinterização convencional de pós de alumínio mostrando a formação de uma rede semi-contínua de óxido que pode fragilizar o sinterizado.

A técnica de metalurgia do pó convencional tem como outras desvantagens a utilização de lubrificantes para se facilitar a compactação do pó, mas que podem contaminar o sinterizado; densidades de compactados da ordem de 90% da densidade teórica o que dificulta uma desgaseificação para retirada de gases adsorvidos às partículas de pó e ainda tem a necessidade de gases para se criar uma atmosfera de sinterização e evitar assim a oxidação do pó antes da sua sinterização.

II.2.2.2- Extrusão dos Pós

A extrusão de pós (27) é um processo relativamente novo (anos 50) e suas aplicações iniciais eram na produção de combustíveis nucleares e ligas de alumínio endurecíveis por dispersão. Algumas das principais razões para o uso de extrusão de pós são:

- possibilidade de conformar materiais que são difíceis ou mesmo impossíveis de serem conformados por lingotamento e extrusão.
- aumento de propriedades e desempenho por causa do melhor controle microestrutural.
- dispersão de uma espécie em outra pela extrusão de misturas de pós.
- mais baixas pressões de extrusão e maior temperatura e velocidade de extrusões do que no caso dos lingotes fundidos.

Existem três principais métodos de extrusão de pós como mostrado na fig. II.2.2.1:

- um primeiro método, usado para pós grossos, o pó é colocado a solto no container de extrusão e em seguida extrudado; este processo e muito utilizado para pelotas (70-450 μm) de magnésio e suas ligas.
- num segundo método o pó é pré-compactado (a quente, ou a frio, ou HIP) e em seguida sofre a extrusão; esse método é usado para pós de fácil compactação.
- num terceiro método o pó é compactado (70-85% da densidade máxima) e encapsulado para em seguida se extrudar esse conjunto cápsula-compactado

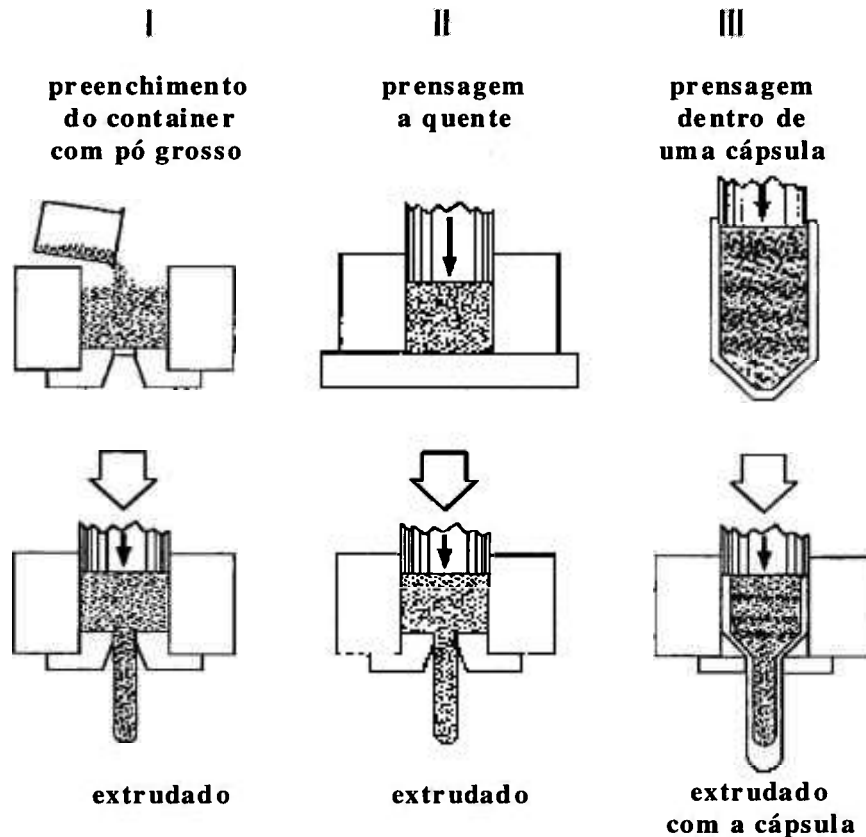


Figura II.2.2.1- Três dos principais métodos de extrusão de pós sendo (I) para pós grosseiros, (II) para pós de fácil compactação e (III) para pós onde se faz um encapsulamento. (27)

Esse terceiro método apresenta como vantagens:

- a)- evitar o contato do pó com a graxa de lubrificação e a atmosfera
- b)- isolar materiais tóxicos tais como berílio e óxidos de urânio
- c)- pode-se usar em pós esféricos de difícil processamento se for usado o segundo método descrito acima
- d)- aumenta a facilidade de escoamento do extrudado pela correta seleção do material que constitui a cápsula
- e)- distanciamento do pó da região mais próxima à ferramenta onde o extrudado sofre altas tensões de cisalhamento o que é um fato importante no caso de materiais de baixa ductilidade.
- f)- poder evacuar e selar essa cápsula (fig.II.2.2.2.2) sendo que as pressões de evacuação são da ordem de 10^{-2} Pa (10^{-4} Torr) e as densidades recomendadas são da ordem de 75% no máximo para se ter porosidades interconectadas que permitam a saída de gases.(27)

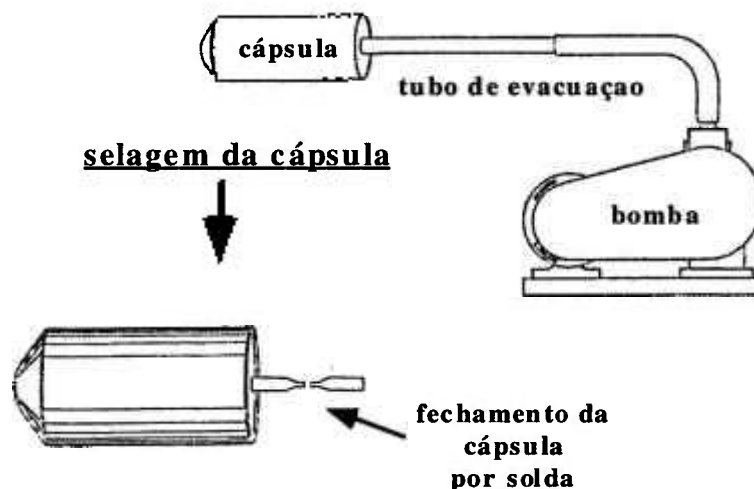


Figura II.2.2.2.2- Sistema de desgaseificação e selagem de cápsulas para extrusão de pós.(27)

O processo de extrusão a quente dos pós de alumínio surgiu como uma solução à esse problema da camada de óxido dificultar o processo de consolidação via metalurgia do pó tradicional. Ela se aplica bem aos pós de alumínio devido ao fato de se conseguir romper a camada de óxido a quente, poder dispersar essa camada na forma de pequenas partículas e por o alumínio metálico em contato, a quente, possibilitando que esse se consolide. A vantagem desse método em relação ao processo de sinterização convencional (sem levar em consideração a adição de material de reforço) e exatamente essa dispersão da alumina em partículas não deixando estas formarem um filme semi-contínuo pela matriz do material consolidado já fornecendo um primeiro tipo de reforço para a matriz de alumínio. (28, 29, 30, 31, 32, 33)

No caso dos pós de alumínio a desgaseificação se faz visando eliminar gases adsorvidos na superfície do pó metálico que seriam deletérios às propriedades mecânicas a quente e ou a tratamentos térmicos a quente devido a formação de fissuras (blisters) oriundas da nucleação de bolhas de gás no material consolidado.(34, 35) Esses gases são principalmente H₂, CO, CO₂ e H₂O e podem ser eliminados por processos de desgaseificação a quente (200 e 550 °C), variando conforme a liga de alumínio que além de ter maiores ou menores quantidades de gases adsorvidos segundo o elemento de liga, pode ainda ter elementos facilmente oxidáveis como Zn e Mg. Essa evolução de gases, exemplificado para o pó de liga X7091 (Al-6.5%Zn-2.4%Mg-1.4%Cu-0.31%Co-0.32%O) é mostrado na fig. II.2.2.2.3 onde pode se ver por análise espectrométrica a evolução dos gases acima citados e suas respectivas temperaturas de evolução. (36)

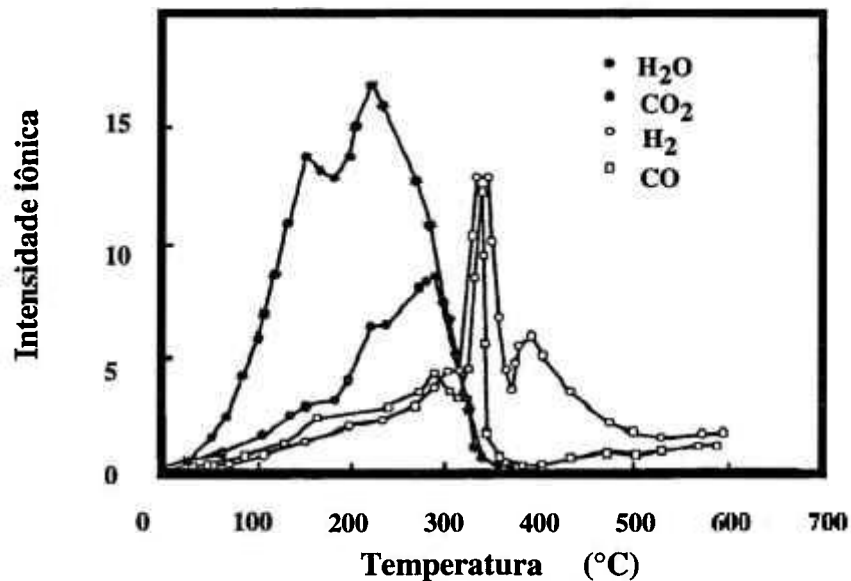


Figura II.2.2.2.3 - Curva mostrando a evolução dos gases de um compactado de pó de liga X7091 em função da temperatura de evolução para uma pressão de 10^{-4} Torr. (36)

Pode-se traçar, a grosso modo, alguns paralelos entre esse dois processos mais comuns de fabricação desses compósitos que são a Metalurgia do Pó e via Metal Líquido:

-Metalurgia do Pó

Uma das vantagens de se produzir compósitos por M/P e porque se consegue obter maior homogeneidade na distribuição do SiC e melhor reprodutibilidade do que por metal líquido, evitando assim a formação de precipitados contínuos e aglomerados de SiC que diminuem a ductilidade do compósito.(7) Outra vantagem é a maior gama de frações volumétricas de SiC que podem ser utilizadas que podem variar entre 5 e 70% nos processos via M/P, no entanto, acima de 25% ocorre uma diminuição acentuada da ductilidade do compósito.(7, 8, 37)

No entanto algumas desvantagens existem no processo, como limitação de forma, custos da produção de pós, investimentos em prensas e matrizes e menor produtividade quando comparado aos processos com metal líquido.(24, 38)

O "Mechanical Alloying" é também um processamento utilizado na produção destes compósitos, onde a mistura de pós é homogeneizada com uso de um moíno de alta energia, com atmosfera controlada, para posterior compactação e extrusão, podendo dar melhor homogeneidade de distribuição do reforço.(39)

-Fundição

A produtividade via metal líquido é maior. Não há necessidade de prensas ou matrizes metálicas, se não for usado o processo "squeeze-casting", menores custos de produção e maior produtividade comparada com a M/P.

No entanto há dificuldade de se conseguir uma distribuição homogênea do SiC na matriz, bem como a sua própria introdução no banho metálico na forma de pós. Uma maneira de reduzir este problema é a refusão/solidificação de lingotes de Al-SiC de maneira muito bem controlada para se evitar segregação e porosidades, o que encarece o processo.(9)

Há ainda a limitação quanto a quantidade de reforço a se introduzir; com 20% de partículas de SiC em um banho, a viscosidade do mesmo aumenta de tal forma que inviabiliza a produção por fundição, ou mesmo a homogeneização e vazamento do banho.(40)

O processamento por infiltração e squeeze-casting, onde se faz o metal líquido penetrar numa pré-forma, tem recebido bastante atenção e já é utilizado comercialmente em algumas peças como pistões automotivos. (8)

Finalizando, como considerações gerais, quando se menciona um processo de extrusão deve-se levar em consideração alguns outros fatores independente de ser um pó ou um material monolítico. Em primeiro lugar a forma como o material escoia pela ferramenta de extrusão tem influência sobre a variação microestrutural ao longo da secção transversal do extrudado devido ao grande atrito entre o material que está sendo extrudado e a parede da ferramenta dar origem a uma região de altas tensões de cisalhamento na superfície do extrudado. Essa alta tensão de cisalhamento resulta em maior deformação na superfície do que no centro do extrudado e assim maior energia de deformação para os processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, dando dessa forma origem a grãos finais maiores na superfície do que no centro do extrudado. Em segundo lugar, devido aos efeitos do processo de extrusão (deformação, atrito e transferência de calor) significantes gradientes de temperatura ocorrem no extrudado e um aumento de temperatura ocorre ao longo do processo na superfície fortemente deformada descrita acima. Dessa forma, a secção final do extrudado terá grãos maiores numa região próxima a superfície do que na secção inicial, ou seja, naquela região que foi extrudada no início do processo. (41, 42)

A granulometria do pó de alumínio pode variar muito conforme o processo de obtenção do pó. Nos processos de fabricação desses compósitos via M/P tem-se usado pós de alumínio numa faixa relativamente larga. Dados da literatura mostram que essa granulometria pode variar entre pós com tamanhos médios de 10 até 120 μm (29, 43). O mesmo ocorre no caso da granulometria do SiC onde tem sido usados pós variando de 0.1 a 40 μm . (8, 35, 37)

As ligas de alumínio mais utilizadas com reforços são as das séries 2XXX, 6XXX, 7XXX ou 8XXX.(8, 24, 28, 43))

Dentre os vários CMM com matriz de alumínio reforçados por partículas existentes podemos citar, como exemplo, a liga comercial X2080 (ALCOA-USA), onde se parte de pó pré-ligado de Al (3,8%Cu, 1,8%Mg, 0,2%Zr), 90% menor do que 44 μm e 15% vol. de SiC (tamanho médio 16 μm), produzidas por prensagem isostática a quente (HIP) e extrusão a quente, sofrendo posteriores tratamentos termomecânicos.(28)

Alguns autores defendem que quanto maior o grau de redução na extrusão e o trabalho mecânico (laminação, forjamento e etc) efetuados posteriormente sobre esses compósitos, maior a homogeneidade com que as partículas estarão distribuídas pela matriz já que a aglomeração de partículas é um dos fatores que limitam as propriedades mecânicas. (31) Lewandowski e Hunt (28, 31) afirmam que a relação dos tamanhos das partículas de pó de alumínio e de SiC influenciam na distribuição das partículas de SiC na matriz do compósito extrudado e que quanto maior a diferença de tamanhos, maior a quantidade de aglomerados do reforço.

II.3.- CARACTERÍSTICAS MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS DOS CMM Al / SiC

A filosofia dos compósitos está, como já dito neste texto, ligada a produção de materiais com propriedades mecânicas superiores àquelas das matrizes que são geralmente produzidas por M/L. Dessa forma pode-se dizer que as propriedades mecânicas dos CMM dependem das características da matriz, do tipo de reforço, de como esta disposto este reforço pela matriz, da transferência de carga entre a matriz e o reforço e a que níveis de esforços resiste a matriz, ou o reforço e/ou a interface matriz/reforço.

Após o processo de fabricação por extrusão destes compósitos seguem-se alguns outros processos de conformação mecânica como laminação e forjamento, bem como tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento. Desta forma, faz-se também necessário compreender o processo de deformação destes compósitos, sua recuperação e recristalização, processos de corrosão e soldagem, comportamento sob esforços cíclicos (fadiga) e outras informações que serão apresentadas sucintamente a seguir.

II.3.1- Módulo de Elasticidade

Por se tratarem de materiais estruturais, quando se fala dos CMM uma das principais propriedades mecânicas que se salienta dos mesmos é a rigidez e não o Limite de Resistência (LR) por se tratarem muitas vezes de aplicações onde o mais importante é minimizar as deformações. A rigidez nada mais é que a capacidade de resistir a deformações em regime elástico e que por sua vez, para os materiais isotrópicos, é medida pelo Módulo de Elasticidade (E) que pode ser determinado em um ensaios de tração (tensão unidirecional) pela lei de Hooke onde se tem $E = \sigma / \epsilon$, onde σ é a tensão aplicada e ϵ é a deformação sofrida.

O módulo de elasticidade é uma característica do material que depende do tipo de ligação química no material, temperatura e pressão. No caso dos compósitos, quando se introduz o reforço, se está variando o tipo de ligação, ou melhor, está se introduzindo um material com tipo de ligação diferente e, se a interface conseguir transferir a carga recebida para a matriz sem a ruptura dessa interface, o compósito terá um módulo de elasticidade que será a composição dos módulos da matriz e do material de reforço.

Para previsões de E constata-se que quando se trata de compósitos contendo reforços contínuos o módulo de elasticidade aumenta linearmente com o aumento em fração volumétrica das fibras, o que já não ocorre para o caso dos reforços particulados. Johnsen et all (44) estudando CMM de alumínio reforçados por fibras e whiskers e produzidos por "squeeze-casting" concluíram que o método como se determina o módulo de elasticidade pode fazer variar o valor obtido. Afirmam ainda que este aumenta com o aumento da tensão aplicada num teste de flexão em três pontos e que este método resulta em maiores valores do que aqueles obtidos por ensaios de tração. Fan et all. (45) elaboraram um modelo de previsão de E onde não só se verifica o efeito do aumento desse com a fração volumétrica da fase reforço, mas também que em se aumentando a relação de rigidez entre o reforço e a matriz tem-se um maior incremento de E conforme o reforço particulado tende a formar um reforço mais alinhado (considerando-se as mesmas frações volumétricas) e ainda que a regra das misturas não se aplica adequadamente aos compósitos com reforços particulados.

O módulo de elasticidade pode ser medido através de curvas tensão-deformação obtidas em ensaios de tração utilizando-se máquinas de tração rígidas e extensômetros classe A onde se tem uma precisão confiável para esse tipo de medida, ou pelo método de ultrassom medindo-se as velocidades longitudinal e transversal (*) de uma onda no interior do material. (46, 47)

* Tanto para a velocidade longitudinal como para a velocidade transversal no material faz-se uma comparação entre a velocidade do ultrassom num material conhecido e a velocidade no material que se deseja medir.

O módulo de elasticidade medido por ultrassom é dado pela fórmula (II.1): (47)

$$E = [\rho * v_s^2 (3v_l^2 - 4v_s^2)] / (v_l^2 - v_s^2) \dots \dots \dots (II.1)$$

v_l - velocidade longitudinal no material

v_s - velocidade transversal no material (mm/s)

ρ - densidade do material (g/cm^3)

E - Módulo de Elasticidade em ($dynas/cm^2$)

Jeong et alli (46) estudando CMM de ligas de alumínio (2014, 6061e 7091) reforçados por partículas de SiC (10 a 30% vol.) e produzidos por extrusão de misturas de pós afirmam que as propriedades elásticas desses materiais, medidas por técnica de ultrassom, são anisotrópicas e a rigidez na direção de extrusão é a mais alta. Os mesmos sugerem ainda que a anisotropia desses materiais pode ser atribuída a orientações preferenciais das partículas de SiC e que o método de ultrassom é sensível a porosidades e à presença de intermetálicos

Os módulos de elasticidade do alumínio 1100 e das partículas de SiC são respectivamente 70 e 410 GPa. Yoshimura (35) numa extensa revisão bibliográfica de propriedades mecânicas mostra que para os CMM com matriz 1100 reforçados por 14,4% vol. de partículas de SiC e produzidos por M/P apresentaram $E = 78,5$ GPa para partículas de 45 μm e $E = 85,3$ GPa para partículas de 10 μm .

II.3.2- Resistência Mecânica

O processamento por M/P e extrusão, leva a um produto final mais caro, mas com microestrutura mais homogênea e propriedades mecânicas superiores a ligas de alumínio similares, produzidas pela Metalurgia de Lingotes (M/L) devido as vantagens providas pelo processamento via extrusão de pós. (7, 33)

O aumento da resistência mecânica dos CMM de alumínio reforçados por partículas de SiC se dá principalmente por dois mecanismos: 1-) aumento da resistência da matriz, em relação ao material sem reforço, devido a diferença de coeficiente de expansão térmica entre a matriz e o reforço; 2-) aumento da resistência do CMM devido a tensão resultante da resistência que as partículas de SiC impõem a movimentação de discordâncias. (48)

A resistência mecânica de um material é geralmente medida pelo Limite de Escoamento com 0.2% de deformação (LE), Limite de Resistência (LR), Alongamento (A) e Estricção (ϕ) que esse

material sofre quando submetido a ensaios mecânicos onde o mais conhecido e utilizado é o de tração normalizado.

O LE é uma grandeza que depende muito da microestrutura do material e como seu próprio nome diz é uma estreita região limite entre o regime de deformação elástica e plástica do material. Prangnell (49) afirma que nos CMM de alumínio reforçados por partículas, devido a serem materiais microestruturalmente não homogêneos, sofrem escoamento plástico pela matriz também de maneira não-homogênea, fazendo com que ocorra deformação plástica em alguns pontos da matriz antes que isso ocorra de uma maneira generalizada quando se define o LE convencional de 0.2%. Dessa forma os mesmos afirmam que para o caso dos CMM de alumínio reforçados por partículas o LE convencional dá valores mais altos e que um método mais preciso para determinar essa grandeza seria o da análise das primeira, segunda e terceira derivada da curva tensão-deformação. Reforçando as afirmações de Prangnell, Xu (50), utilizando a teoria de Eshelby de heterogeneidades, elaborou um modelo de comportamento mecânico de uma partícula de SiC, considerada elíptica, em uma matriz metálica de alumínio e concluiu, entre outras coisas, que as perturbações de tensão e deformação, em uma matriz de alumínio reforçada por partículas, aconteciam próximas a interface e que esse campo de tensões diminuía na taxa de $1/r^3$ (r =distância na matriz) e que o escoamento na matriz poderia ocorrer ao longo dos polos da partícula e a uma pequena distância da interface.

Sarkar (51) estudando CMM de alumínio 6061 reforçado por 10 e 20% vol. de partículas de SiC (10 μ m) elaborou um modelo, baseado no modelo de Wu e Lavernia (52), para se prever o LE_{0.2%} onde a resistência mecânica do compósito (σ_{MMC}) é dada por (II.2). Dessa forma, a taxa de encruamento do compósito ($d\sigma / d\epsilon_{mmc}$) é dada pela relação (II.3) e esse modelo mostrou-se compatível com os valores medidos experimentalmente.

$$\sigma_{MMC} = f(\sigma_{mu}, G, \rho, D, S, V_f, \sigma_{int}, \Gamma, d) \dots\dots\dots(II.2)$$

$$d\sigma / d\epsilon_{mmc} = d\sigma / d\epsilon_{mu} + 3,63 \cdot G(V_f / \epsilon d)^{1/2} \cdot 10^{-5} \dots\dots\dots(II.3)$$

σ_{mu} -limite de resistência

G - módulo de cisalhamento

ρ - densidade de discordâncias geradas devido `a dif. de coeficientes de expansão térmica entre a matriz e o cerâmico.

D - tamanho médio de subgrãos

S - relação de forma das partículas

V_f -fração volumétrica das partículas

σ_{int} - tensão interna do material

Γ - deformação por cisalhamento

d - tamanho médio das partículas

II.3.3- Superplasticidade

Materiais superplásticos são sólidos policristalinos (tamanhos de grãos menores do que 10 μ m) que têm a capacidade de sofrer altas deformações uniformes antes de se romperem. Em ensaios de tração uniaxiais de materiais que apresentam alongamentos antes da ruptura maiores do que 200% são geralmente indicativos de comportamento superplástico, sendo que alguns materiais superplásticos podem atingir deformações da ordem de 1000% ou maiores. A mais importante característica mecânica dos materiais superplásticos é a alta sensibilidade da tensão de escoamento às taxas de deformações, definido como m , como mostrado na equação (II.4). Para comportamento superplástico, m deve ser maior ou igual a 0,3, sendo que para a maioria dos materiais superplásticos m entre 0,4 e 0,8 é a faixa mais comum. (53)

$$\sigma = k \dot{\epsilon}^m \dots\dots\dots(II.4)$$

σ - limite de escoamento

k - constante do material

$\dot{\epsilon}$ - taxa de deformação

Os CMM de alumínio reforçados por partículas de SiC podem apresentar o fenômeno da superplasticidade. Esta capacidade de deformação superplástica é muito importante quando se deseja conformar os CMM (ex: forjamento), que a temperatura ambiente não apresentam ductilidade e tenacidade suficientes, mas que a altas temperaturas podem ser conformados em formas complexas graças à este fenômeno (54, 55). Azari (56) estudando a liga de alumínio 7091 produzidas por M/P constatou superplasticidade nessas ligas em ensaios na faixa de temperatura entre 523 e 773 K, com um valor máximo de $m= 0,38$ a 723 K, uma máxima ductilidade de 450% a 573 K para uma taxa de deformação de $8.10^{-5} s^{-1}$.

Wei (57) estudando CMM de alumínio 2024, reforçado por 10% de partículas de SiC (10 μ m) e produzido via M/L, verificaram, após tratamentos de forjamento e extrusão a quente, comportamento superplástico com alongamento de 685% para taxa de deformação de $5.10^{-4} s^{-1}$ a 788 K de temperatura. Essa taxa de deformação é mais baixa quando comparada com aquele CMM produzido por M/P devido ao fato destes últimos terem tamanhos de grãos menores (1 μ m) do que os estudados pelo citado pesquisador que tinham tamanhos de grãos de 7 μ m.

II.3.4- Fratura

Em resposta à tensão de escoamento nos CMM basicamente dois processos podem ocorrer. O primeiro envolve a transferência de carga da matriz para o reforço acoplado à uma elevação da tensão hidrostática na matriz. O segundo envolve o desenvolvimento de danos microestruturais que podem ser na forma de ruptura da partícula do reforço, ou decoesão da interface matriz-reforço (58).

Os CMM reforçados por partículas ou fibras cerâmicas curtas apresentam variados modos de ruptura durante a aplicação de cargas cíclicas ou monotônicas que podemos agrupar basicamente como: fratura do reforço, fratura dútil por nucleação, crescimento e coalescimento de vazios no interior da matriz, fissura e crescimento desta ao longo da interface matriz-reforço. Hunt et alli (59) estudando fratura de MP-CMM com matriz de liga de alumínio observou indícios de que aglomerados de partículas podem ter importância significativa no processo de início de formação de fraturas nesses compósitos com altas frações volumétricas de partículas. Para baixas frações volumétricas o mecanismo de nucleação de fissuras é por ruptura das partículas.

Afirma-se (60) que é bem conhecido e aceito que um dos principais mecanismos de fratura dos CMM reforçados por partículas é a fratura das partículas que compoem o reforço sendo que os principais aspectos que influenciam esse tipo de ruptura são: (a-) a tendência para ruptura da partícula aumenta com o aumento da quantidade de reforço; (b-) essa tendência também aumenta com o aumento da deformação plástica do compósito como um todo; (c-) partículas maiores se rompem mais facilmente do que as menores; (d-) regiões dos compósitos com aglomerados de partículas apresentam um maior grau de ruptura de partículas do que regiões onde a concentração de partículas é mais diluída (28); (e-) as fraturas dentro dos reforços geralmente apresentam orientação normal ao eixo de aplicação da carga (para ensaios uniaxiais) e paralelas à esse eixo no caso de compressão; (f-) a tendência à ruptura dos reforços depende de fatores como geometria destes, composição da matriz e do reforço, propriedades da interface e da técnica de processamento termomecânico a que foi sujeito o compósito; (g-) defeitos introduzidos no reforço durante o processamento podem servir como locais preferenciais de nucleação de trincas quando o compósito é sujeito a esforços. Experimentos têm mostrado que a fratura das partículas do reforço diminuem a rigidez, a tensão de escoamento e a ductilidade do compósito como um todo, diminuem a vida do compósito em fadiga de baixo ciclo e aumentam a taxa aparente de propagação de uma trinca em fadiga de alto ciclo.

Lienkamp (61) relata, para CMM e CMC, que ocorre quando esses compósitos são sujeitos a esforços, a ruptura de uma fibra causa uma grande sobrecarga e com uma alta velocidade de

aplicação ** nas fibras ao redor dessa. Se essas fibras estão muito próximas, o efeito que se pode ter é que algumas das fibras mais próximas desta (principalmente no caso de se tocarem) poderão sofrer a mesma fratura podendo fazer com que a velocidade de ruptura desses compósitos seja muito alta. No caso dos CMM reforçados por partículas poderíamos ter mecanismos semelhantes no caso de altas frações volumétricas de partículas.



Figura II.3.4.1- Mecanismos de fraturas que os CMM reforçados por partículas podem apresentar.(1)

II.3.5- Fluência e Fadiga

Devido ao fato dos CMM poderem ter aplicação a altas temperaturas sob cargas constantes torna-se importante o estudo do fenômeno de fluência nestes materiais. Fluência nos CMM tem características semelhantes à das ligas endurecíveis por dispersão que são: o expoente da componente de tensão não é constante e aumenta com a diminuição da tensão; a energia de ativação aparente para fluência é muito maior do que aquela da alta difusão do alumínio. Tem sido sugerido que fluência nos CMM de alumínio reforçados por partículas é muito provavelmente controlado por

** Lembrando que os materiais cerâmicos usados como reforços nesses compósitos sofrem fratura frágil com altas velocidades de propagação de fissuras pelo mesmo.

difusão no reticulado da matriz, mas ainda há muitos pontos de controvérsia, como por exemplo, a triaxialidade de tensões no fenômeno estar ligada a presença de finas partículas de óxido de alumínio oriundos do processo de produção via M/P. (62)

O comportamento dos CMM de alumínio em relação a fadiga varia muito conforme o tipo de matriz, tipo de reforço, processo de fabricação e ainda do tipo de ensaio de fadiga (alto ou baixo ciclo) a que o material é sujeito.

Nieh (63) estudando fadiga de MP-CMM 6090 reforçado por 25% vol. SiC observaram que trincas de fadiga iniciavam-se no interior da matriz e ocasionalmente iniciavam em locais contendo aglomerados de partículas. A 300 °C as amostras apresentaram alta ductilidade durante altos ciclos de fadiga e a deformação aumenta com o aumento do ciclo de fadiga; o aspecto macroscópico da fratura nessa temperatura muda de bandas de deformação por escorregamento para fratura intergranular quando em fadiga de alto ciclo, sendo que o crescimento de uma fissura ocorre através de deformação plástica da matriz sem ruptura de partícula ou da interface matriz reforço. O mecanismo de formação de fissuras por fadiga continuam os mesmos mudando somente o modo de crescimento dessas fissuras.

Testes de fadiga sob deformação controlada revelaram que a resistência a fadiga destes compósitos é inferior à do material sem reforço. Por outro lado, outros pesquisadores (62), em ensaios de fadiga sob tensão controlada verificou-se que os CMM apresentaram maior resistência à fadiga do que os materiais similares sem reforço.

II.3.6- Generalidades: Corrosão e Soldagem de Compósitos Al-SiC

-Corrosão

A corrosão de CMM de alumínio reforçado por SiC tem sido estudada devido ao fato desses materiais estarem sendo aplicados não somente em materiais aeroespaciais, mas também nas indústrias naval, esportiva e etc. Devido a isso, pesquisas têm sido feitas com o intuito de compreender os tipos de degradações de vários tipos de compósitos sendo que para os CMM de alumínio tem-se encontrado como aspectos gerais: (64, 65)

- a-) os CMM de alumínio são geralmente considerados como mais susceptíveis a processos de corrosão (geralmente do tipo localizada) do que a matriz metálica sem reforço.
- b-) o potencial de pit de vários compósitos (exceto para liga 2024) em soluções salinas é o mesmo que o das ligas sem reforço, sendo que a susceptibilidade de iniciação dos mesmos é maior nos compósitos.
- c-) a tendência a formação de pit's varia muito em função da liga e do tipo de tratamento térmico sofrido pela mesma.
- d-) em CMM de alumínio 7091 o estado temperado é menos susceptível à formação de pit's.

e-) tratamentos superficiais, como por exemplo deposição de alumina por plasma ou anodização com ácido sulfúrico, podem ser usados para se reduzir a corrosão por pit nesses materiais.

f-) a corrosão por fadiga é maior do que a da mesma liga sem reforço em compósitos sem pré-trincas e menor do que a da liga para compósitos com a pré-trinca.

g-) segregações de elementos, vazios e heterogeneidades de distribuição do SiC, deformações plásticas não uniformes e tensões residuais oriundas de diferença de coeficiente de expansão térmica são, de maneira geral, apontados como aceleradores dos processos de corrosão.

Harris et al (66) estudando corrosão salina, por técnicas eletrolíticas, de CMM de alumínio reforçado por partículas de SiC (6061 - 30% vol. e 2024 -15% vol.) examinaram o efeito da fração volumétrica e do estado de tratamento térmico dos compósitos. Observaram que a corrosão ocorre na interface matriz-partícula, que segundo os mesmos, pode ter como causa as deformações plásticas causadas pela diferença de coeficiente de expansão térmica matriz-partícula ou pela formação de fases nestas interfaces durante os tratamentos térmicos ou na obtenção dos mesmos.

-Soldagem

Aspectos como usinagem e adesão de CMM ainda não estão desenvolvidos de maneira satisfatória para todas as variadas frações volumétricas de reforços que tem sido utilizadas nos compósitos. O uso de processos de soldagem convencionais podem ser, em alguns casos, aplicados sem grandes problemas a esses materiais, no entanto, para outros faz-se necessário o desenvolvimento de processos mais sofisticados, principalmente os processos onde se pode melhor controlar o fluxo de calor e concentrá-lo numa pequena área como e o caso do feixe de elétrons sendo que nesse caso pode-se ter a deterioração das fibras ou partículas cerâmicas. A soldagem por atrito pode ser mais facilmente usada para CMM reforçados por partículas (com a limitação de não se poder aplicar a folhas) do que para fibras onde pode-se ter o desvio da orientação das fibras resultando disso conexões com menores propriedades mecânicas. (67)

Outro método que tem sido utilizado é o de se aplicar uma camada entre os materiais a serem soldados que promove a difusão entre as partes a serem soldadas. No entanto, esse método tem o inconveniente de poder se formar entre os mesmos uma fase frágil que compromete as propriedades mecânicas. Bushby (68) utilizando uma camada de cobre-prata aplicou o método acima descrito ($T=510\text{ }^{\circ}\text{C}$ e pressão de 8 MPa) para junção de CMM de alumínio 2124 reforçado por partículas de SiC e obteve, apesar da ruptura se dar na junção, a máxima resistência (~190 MPa) da junta.

II.4 -CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS.

II.4.1-Textura

Para metais puros cúbicos de faces centradas, é aceito que texturas de extrusões a quente apresentam uma maior componente tipo $\langle 111 \rangle$ e uma componente secundária tipo $\langle 100 \rangle$. (69) Em extrusões, a liga de alumínio 1100 apresenta uma textura tipo (111) [100] no centro do extrudado e (110) [112] e (001) [100] na superfície do mesmo, onde o grau de deformação é maior sendo que no processo de extrusão a textura é afetada principalmente pela velocidade e temperatura de extrusão.(70)

Jensen (71) estudando CMM de alumínio (99,5% Al) reforçados por partículas de SiC (de 2 a 20% em fração volumétrica) e produzidos por M/P afirmam que: (a-) a textura nesses compósitos é forte em $\langle 111 \rangle$ e quase ausente em $\langle 100 \rangle$; (b-) zonas de deformação se desenvolvem em torno das partículas de SiC sendo que a forma e o tamanho das partículas afeta estas zonas; (c-) a textura $\langle 111 \rangle$ enfraquece com o aumento da quantidade de SiC sendo que o grau de enfraquecimento depende do tamanho e forma das partículas; (d-) a temperatura de extrusão afeta o tamanho de subgrãos da matriz nas zonas de deformação e a textura fibrosa $\langle 111 \rangle$ não é afetada.

Bowen (72) verificou que as partículas de SiC são tidas como enfraquecedoras do efeito de textura de deformação de ligas de alumínio sendo que a textura depende mais fortemente da fração volumétrica do que do tamanho de partícula. Isto se deveria tanto à formação de zonas rotacionadas, como à perturbação no sistema de escorregamento causada pelas altas taxas iniciais de endurecimento por encruamento.

II.4.2- Recristalização

A evolução da microestrutura de um metal durante deformação a quente esta associada diretamente à mecanismos de restauração dinâmica e tem sido aceito que o mecanismo de restauração dinâmica no alumínio, durante trabalho a quente, é essencialmente o de recuperação dinâmica uma vez que a taxa de "climb" de discordâncias e o escorregamento de discordância com mudança de plano (devido a alta energia de falha de empilhamento do alumínio) são elevadas. Por isso, tem-se afirmado que em aluminios puros a recuperação dinâmica é tão elevada que não ocorreria recristalização dinâmica.(73) No entanto, outros pesquisadores afirmam que o processo de recristalização dinâmica ocorre em alumínio puro quando sujeitos a altas deformações e a altas temperaturas e ainda que altas taxas de deformações "inibem" o processo de recuperação e favorecem a recristalização (74, 75). Ren (75) estudando laminação a quente de alumínio comercial puro afirma que para altas deformações (90%) e altas temperaturas (510 °C) o material recristalizou

dinamicamente sendo que para a mesma temperatura, mas baixas deformações (10%) ocorreu predominantemente restauração dinâmica.

A recristalização dos CMM de alumínio deve ser compreendida no contexto da recristalização de metais com partículas indeformáveis e os parâmetros que influenciam esse processo nesse caso são tamanho e espaçamento das partículas e o grau de deformação.

Agrupando os fatores tamanho e espaçamento de partículas indeformáveis, no caso de serem grosseiras largamente espaçadas, ou finas estreitamente espaçadas, que são os casos que têm mais importância prática, observa-se que:

a-) Matrizes metálicas contendo partículas grosseiras (maiores que 1 ou 3 μm) largamente espaçadas ocorre maior encruamento em redor das mesmas implicando em regiões favoráveis a ocorrência da nucleação de recristalização (ou início de recristalização como alguns autores denominam) e isso se deve às altas diferenças de orientação no reticulado cristalino da matriz que é uma característica destas regiões. Tem-se assim uma aceleração da recristalização devido à formação de sítios preferenciais de nucleação ao redor destas partículas e o processo de nucleação ocorre por coalescimento de subgrãos que é a migração de sub-contornos associados a altas diferenças de orientação do reticulado.(76)

b-) Matrizes metálicas contendo partículas finas e estreito espaçamento observa-se forte inibição da recristalização devido à distribuição homogênea dos defeitos na matriz reduzindo as diferenças de orientação no reticulado e assim inibindo a nucleação, ou por produzirem forte inibição da mobilidade de subcontornos e contornos de grão ancorando os mesmos e inibindo assim o processo de nucleação, recristalização e crescimento de grão. (77, 78)

Humphreys (79) estudando recristalização de CMM com matriz de alumínio 1050 reforçados por diferentes frações volumétricas de partículas de SiC (2-35%) e com tamanhos médios compreendidos entre 1 e 100 μm verificou que: a-) os compósitos apresentavam altas taxas iniciais de endurecimento por deformação e que a tensão de escoamento tende a se saturar para baixos níveis de deformações; b-) os compósitos contendo 18% vol. de SiC (3 μm) recristalizaram entre 250 e 300 °C, mas com 35% vol. de SiC e mesmo tamanho médio não recristalizaram. O referido autor concluiu disto que a recristalização é impedida quando a razão entre a fração volumétrica e o diâmetro médio da partícula é menor do que $0,1 \mu\text{m}^{-1}$ e assim, quanto maior a fração volumétrica e menor o tamanho médio das partículas de SiC mais rápida se dá a recristalização.

Comparando-se CMM com matriz de alumínio reforçados por partículas de SiC produzidos via M/L com os produzidos por M/P, vê-se que os primeiros se recristalizam entre 200 e 300 °C, enquanto que o segundo entre 300 e 400 °C e isto se deve a presença das finas partículas de Al_2O_3 oriundas da superfície do pó de alumínio e que retardam o processo de recristalização. (72, 79)

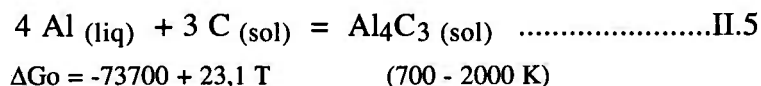
II.4.3- Interfaces Al/SiC e Tensões Térmicas.

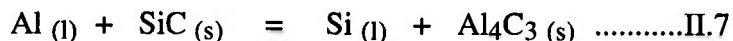
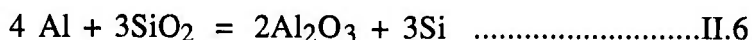
Quando os compósitos são sujeitos a esforços mecânicos é muito importante que a interface matriz-reforço resista aos mesmos e transfira a carga aplicada à matriz para o reforço, pois no caso de descolamento da interface essas regiões geram locais favoráveis a propagação de trincas. Dessa forma muitos estudos tem sido dedicados a compreensão dessa interface no que concerne a presença de fases e/ou compostos químicas. Outro fato muito importante e que esta relacionado com a interface nos CMM reforçados por cerâmicos é a diferença de expansão térmica entre a matriz e a interface.

Tem havido algumas controvérsias sobre o tipo de interface existente entre SiC e Al. Estudos da interface Al/SiC feitos por Porte (80) utilizando deposição de camadas de 20 Angstroms sobre SiC revelaram penetração de Al no SiC e formação de carbeto de alumínio tipo Al_4C_3 para temperaturas na faixa de 600 a 800 °C. Arsenault et al (81) relatam a possibilidade de três tipos de interfaces: a-) haveria um filme de SiO_2 (esse oriundo da própria partícula cerâmica) entre SiC e a matriz; b-) não haveria fase alguma na interface; c-) haveria formação de um filme de Al_4C_3 na interface com a matriz. Concluiu que o Al tinha difundido para dentro do SiC dando origem a uma aderência mecânica entre o Al e o SiC, sem formação de um composto na interface.

Suganuma (82) estudando interfaces em dois tipos de CMM com matriz 6061 reforçado por whiskers de SiC (fabricados por squeeze casting e por P/M) e que foram tratados termicamente nas temperaturas entre 600 e 800 °C não observou a formação de Al_4C_3 , o mesmo detectou a presença de finos precipitados dispersos pela matriz do CMM produzido por M/P e aderidos aos whiskers. A presença, em grandes quantidades, do Al_4C_3 na interface Al-SiC, que se forma na faixa de fabricação dos compósitos Al-SiC por M/L (600 - 800 °C), é deletéria às propriedades devido a degradação que este composto sofre quando em contato com umidade.

Devido as faixas de temperaturas (600-800 °C) em que são produzidos os CMM de alumínio via M/L a ocorrência da formação do composto frágil Al_4C_3 , segundo a reação (II.5), é bastante frequente; o que tem sido feito para se contornar esse problema é trabalhar no mais baixo patamar de temperatura possível.(83, 84) Outra solução para esse problema é o recobrimento do reforço com alumina usando solução sol-gel, ou por tratamento com ácidos, ou pela oxidação da superfície do SiC formando SiO_2 que pode resultar, segundo o processo aplicado, na formação de Al_2O_3 , conforme a reação (II.6), evitando assim a formação desse composto (85, 86). Também a presença de elementos de liga pode evitar a formação do Al_4C_3 pela formação de outros compostos na interface como por exemplo o Si alterando o coeficiente de atividade da reação (II.7). (87, 88)





Man et al (89) estudando CMM-P/M com matrizes de alumínio 1070 e 5050 (1% Mg) reforçados por partículas de SiC de 3 e 30 μm (5 e 20% em fração volumétrica) não detectaram a presença de Al_4C_3 nas interfaces e acreditam que isso se deve as mais baixas temperaturas empregadas nas extrusão (quando comparadas as temperaturas via M/L) e ao curto tempo de duração do processo; por outro lado, detectaram a presença de MgO (oriundo do processo de produção do pó) tanto nas interfaces quanto em contornos de grãos das ligas 5050 que degradam as propriedades mecânicas dos compósitos.

No caso dos Al/SiC as tensões térmicas desenvolvida na interface do reforço com a matriz, devido às diferenças no coeficiente de expansão térmica (5 para 1) são muito importantes, tanto no que tange a aplicações a quente, como nos tratamentos de solubilização e envelhecimento devido a ocorrência de ciclos térmicos com significativos gradientes térmicos. Assim, devido às tensões internas (incompatibilidade de contração dos dois materiais) geradas por diferença de condutividade térmica entre o Al e o SiC, podem ocorrer deformações plásticas na matriz em regiões próximas às partículas de SiC e esse fenômeno é mais significativo durante resfriamentos onde as tensões podem atingir valores que causam a movimentação de discordâncias e o sistema, por estar perdendo energia (calor), não propicia o movimento destes defeitos cristalinos por mecanismos de ativação térmica.

Um aspecto importante ligado à diferença de coeficiente de expansão térmica (DCET) são os danos causados por ciclos térmicos que estes compósitos podem ser sujeitos. A degradação térmica sofrida por estes devido à DCET resulta em desarranjo e enfraquecimento das interfaces matriz-reforço que faz com que essas se tornem pontos prováveis de início de fissuras.(90)

Girard (91) estudando CMM Al/SiCp pela técnica de atrito interno afirma que como efeito de incompatibilidades térmicas entre a matriz e o reforço ocorre a emissão de discordâncias nessas interfaces o que levaria ao encruamento da matriz nessas regiões e que isso ocorreria principalmente no resfriamento para taxas mesmo da ordem de 1K/min. e superiores. O que estaria ocorrendo nessa interface é que a matriz tende a se contrair no resfriamento ao redor das partículas de SiC que são muito rígidas e a forma encontrada pelo material de acomodar essas tensões seria a de emitir discordâncias.

Ho et all (92) fazem um modelo da tensão residual de um CMM com matriz de alumínio A357.0, reforçado por 10, 20 e 30% vol. de partículas de SiC e produzidos por M/L e constatam, devido a diferença de coeficientes de expansão térmica entre a matriz e o reforço, que: a-) a matriz

sofre considerável deformação plástica durante o resfriamento (da temperatura do metal líquido até a temperatura ambiente); b-) a tensão residual tem seu valor máximo na interface matriz-reforço e diminui conforme se distancia da partícula; c-) a relação entre tensão residual e fração volumétrica do reforço é mais significativa conforme se aumenta a taxa de resfriamento; d-) quando se tem tensão residual nesses compósitos o módulo de elasticidade aparente é menor e seu limite de escoamento é maior do que os materiais sem reforço.

O fato da diferença do coeficiente de expansão térmica entre matriz e reforço poder gerar e/ou movimentar discordância nas proximidades da matriz tem grande influência nos processos de solubilização e envelhecimento destes compósitos, pois para as velocidades de resfriamento dessa ordem ocorre considerável deformação nessas regiões e essas regiões, onde as discordâncias sofrem inúmeros tipos de interações, são locais preferenciais para precipitação e essa ocorre, parcialmente, já durante esta etapa do processo. Dessa forma, a cinética de envelhecimento dos CMM de alumínio pode ser acelerada pela presença dos reforços na matriz. (79)

II.5.- PRINCIPAIS APLICAÇÕES DOS COMPÓSITOS Al-SiC.

As primeiras aplicações dos CMM foram estruturais nas indústrias aeronáutica e aeroespacial, na forma de chapas ou peças forjadas, devido a necessidade de componetes leves e resistentes.

Como estes materiais apresentavam bom desempenho a indústria automobilística incorporou e tem incorporado os compósitos (de uma maneira geral) cada vez mais, sendo que uma das pioneiras no caso dos CMM foi a Toyota do Japão (início da década de 60) que passou a pesquisar esses materiais e terminou por lançar, entre outros componentes, pistões de veículos automotores onde a cabeça dos mesmos é reforçada por fibras de alumina e biélas (fig.II.6.1) que poderiam resistir a mais altas temperaturas de trabalho e ainda tendo paredes mais finas que reduzem o peso dos mesmos e aumentam o rendimento dos motores; atualmente a Honda do Japão faz pesquisas com o intuito de substituir partes de blocos de motores que utilizavam ferros fundidos por CMM reforçados por fibras de alumina e carbono. (7)

Também na mesma época a ALCAN passou a pesquisar e desenvolver esses materiais e atualmente produz um certo número de CMM de alumínio sendo que o mais conhecido é o DURALCAN que consiste de matrizes de alumínio reforçadas por partículas de SiC ou Al_2O_3 . (93)

Até o ano de 1988 três sistemas MMC-Al eram considerados como em uso comercial: fibras de alumina reforçando matrizes de alumínio (uso: pistões de automóveis), alumínio reforçado por partículas de SiC (uso: sistema de guia de mísseis) e alumínio reforçado por fibras de boro e/ou borosilicatos (ex: componentes de foguetes). (17)

Palhetas de turbinas que trabalham na faixa de 650 °F tem sido fabricadas em liga de alumínio (Al-Fe-Ce, ALCOA), produzidos por M/P e processadas por forjamento e/ou extrusão e forjamento. Essas turbinas têm aplicação automotiva (turbinas de motores turbo) e foram desenvolvidas por Garret/Ford - EUA e mostram entre outras propriedades, faixas de temperaturas de uso mais elevadas e maiores limites de fadiga. (94) No entanto, Ruffles (95) da Rolls-Royce (Reino Unido) afirma que nem os CMM, nem os CMC atingiram a maturidade dos CMP's para usos em larga escala a baixos custos que permitam suas aplicações a níveis economicamente aceitáveis, mas que mesmo assim espera-se que estes venham a atingir níveis aceitáveis com o aprimoramento dos processos de produção.

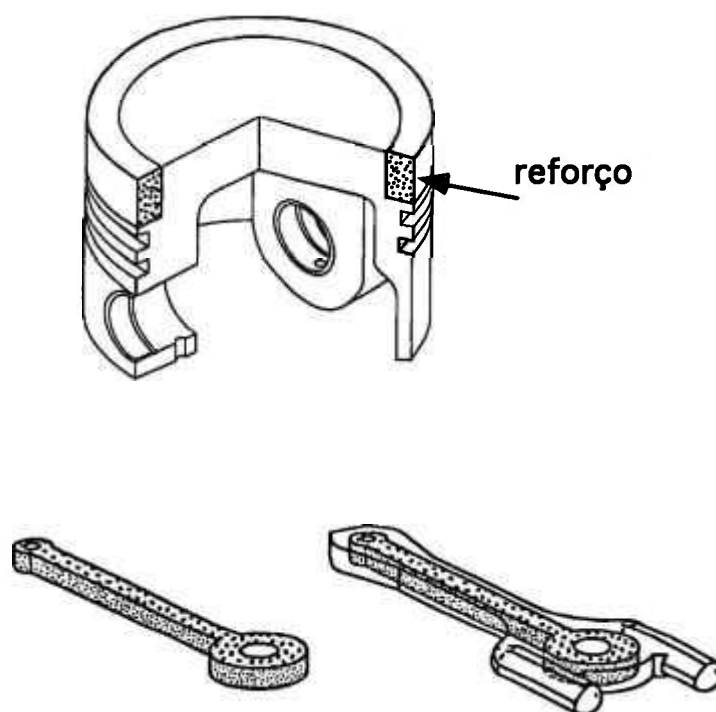
Folhas de ligas de alumínio de 6350 x 1370 x 2,28 mm têm sido produzidas por Lockheed -Georgia Aeronautics (EUA) para serem utilizadas em tetos de aviões de carga (C-130). (96)

Não só a indústria automobilística passou a se interessar pelos compósitos, mas também as indústrias de materiais esportivos (ex: possibilidade de se usar peças mais leves e mais resistentes), indústrias bélicas (ex: estabilidade térmica entre outras propriedades) e outras se interessaram pelos mesmos e passaram a usar os CMM e também os outros tipos de compósitos, como por exemplo:

-Bélica: componentes de precisão para sistemas de guia inerciais, espelhos para lasers e espelhos rotatórios de alta velocidade, espelhos para miras de carros de combate sendo que um dos compósitos usados e o de liga 2009 reforçado por 30% vol. SiC. (96, 97)

-Esportiva: raquetes de tênis, quadros de bicicletas e componentes de bicicletas, tacos de golfe.(98, 99)

-Eletrônica: encapsulamento de componentes eletrônicos onde se requer alta condutividade térmica aliado a estabilidade dimensional a altas temperaturas. (100)



Fi.gura II.6.1- Exemplo de um pistão e uma biéla de motor automotivo reforçado por fibras (geralmente alumina) e produzidas via metal líquido.(8)

II.6.- OBJETIVOS DO TRABALHO

Visa-se estudar a elaboração de Compósitos de Matriz Metálica (CMM) de alumínio reforçados por partículas de SiC utilizando-se a técnica de Metalurgia do Pó (M/P). A técnica de M/P utilizada não foi a convencional e sim uma variação onde se faz mistura dos pós, compactação e extrusão a quente.

Como não se desejava a interferência de elementos de liga no processamento e caracterização dos mesmos utilizou-se pó de alumínio 1100, sendo o carbetto de silício utilizado é o de grau abrasivo o que diminui custos de produção industrial.

Utilizou-se três frações volumétricas e duas granulometrias diferentes de carbetto de silício objetivando-se verificar as variações das propriedades mecânicas do compósito estudado em função das variáveis acima.

A caracterização mecânica foi feita através de ensaios de tração e de dureza objetivando-se verificar as relações entre microestrutura-propriedades mecânicas dos extrudados.

III.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental adotado (figura III.1.1) constou inicialmente de caracterização dos pós utilizados quanto a distribuição granulométrica e composição química. Após isso procedeu-se a mistura dos pós seguida de compactação e encapsulamento para posterior extrusão a quente; em seguida os compósitos foram caracterizados mecânicamente e microestruturalmente.

Passaremos neste capítulo a descrição pormenorizada do que foi exposto acima na ordem citada.

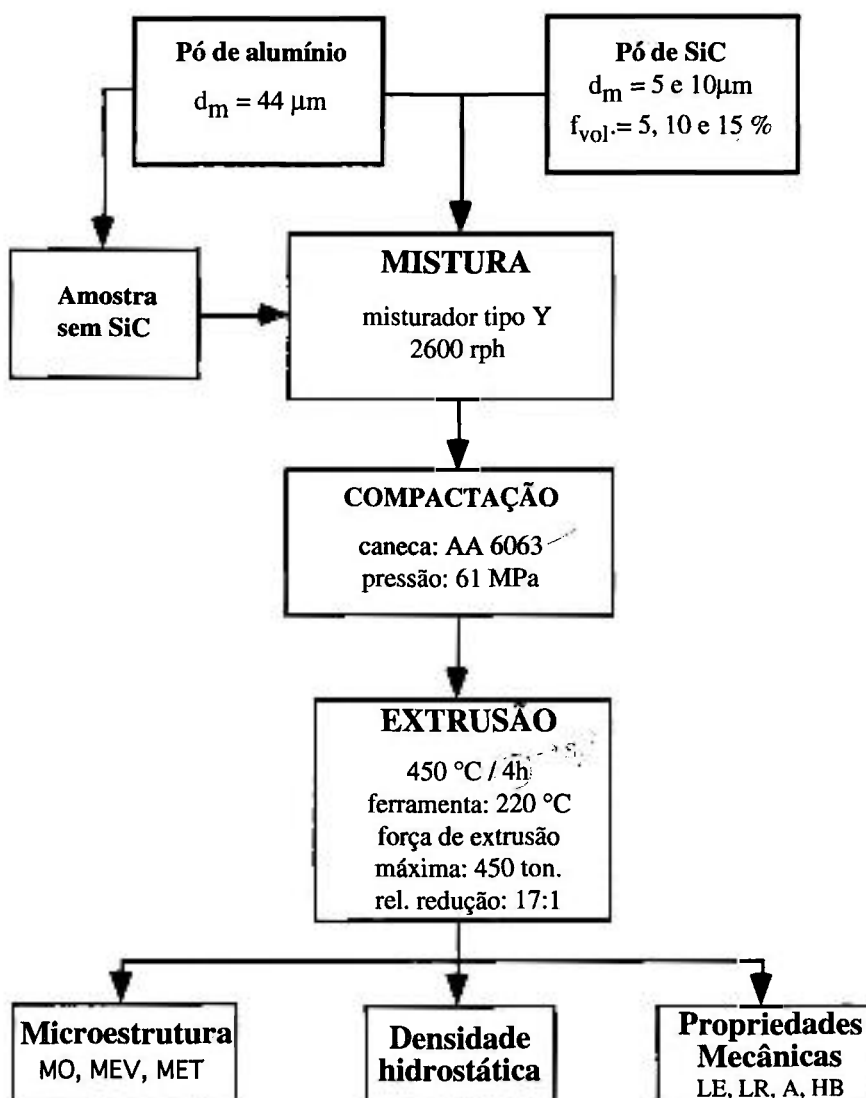


Figura III.1.1- Fluxograma do procedimento experimental utilizado.

III.1.- MATERIAIS

Utilizou-se pó de alumínio comercial puro (AA1100) produzido por atomização a ar e manipulado sob atmosfera de gás inerte pela ALCOA (MG) com composição química nominal 0,25% max. Fe; 0,15% max.Si; 99,7% Al, granulometria onde 75% menor do que 325 mesh e superfície específica de 0,15 a 0,25 g/cm². O pó de carbeto de silício (SiC) utilizado como reforço no presente trabalho é de grau abrasivo, produzido pela empresa EMAS/CARBORUNDUM (SP), denominado industrialmente como grão 800, com composição química nominal 98,87% SiC, 0,60% (Si + SiO₂); 0,18% Fe; 0,15% Al; 0,20% Cu e granulometria entre 10 e 40 µm.

Objetivando estudar dois tamanhos de partículas diferentes de SiC tomou-se primeiramente o pó fornecido pela empresa citada com tamanho médio de grãos da ordem de 10,25 µm e para obter a outra granulometria mais fina (50% das partículas menores do que 5,25µm) inicialmente optou-se pela sedimentação. Devido a baixa quantidade de finos no pó e ao tempo estimado pra se obter a quantidade de pó necessária para novas extrusões (~1Kg) optou-se pela moagem do mesmo utilizando-se um moinho onde as partes moentes eram feitas em carbeto de tungstenio (WC), cuja dureza é maior do que a do SiC (abaixo somente do diamante e do B₄C) e é capaz de moer o SiC. Para obtenção do pó mais fino de SiC utilizou-se um moinho que constava de um anel e um cilindro que giravam em alta rotação no interior de uma cavidade cilíndrica também de WC.

Para confecção das cápsulas para encapsulamento utilizou-se tarugos de alumínio 6063 fornecidos pela ALCAN (SP).

III.2.- MÉTODOS

III.2.1.- CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

Retirou-se duas amostras de cada pó pelo método do quartejamento de cada um dos pós para análises granulométrica, metalográfica (para o pó de Al) e química. A análise granulométrica foi feita através de equipamento MALVERN Instruments o qual funciona por difração de laser.

Analizou-se o pó de alumínio por metalografia óptica com o intuito de se ver os tamanhos de dendritas e a presença ou não de precipitados e para isso embutiu-se o pó em resina de cura a frio, procedeu-se aos processos de lixamento mecânico (liixas de SiC 320, 400, 600, 1000 e 4000) e polimentos com pastas diamantadas de 6, 3, 1 e 0,25 µm, finalizando com um ataque eletrolítico de solução aquosa de ácido fluobórico (2,25% vol HBF₄) por aproximadamente 60 min., tensão 20V e temperatura de -5 °C num equipamento Polectrol[®]. Analizou-se ainda esse pó por microscopia eletrônica de varredura (MEV) a fim de se determinar a forma das partículas e por

microscopia eletrônica de transmissão (MET) para se verificar a presença de pequenos precipitados ou elementos, como Fe e Si, em solução sólida.

Analisou-se quimicamente o pó de alumínio quanto aos elementos Fe, Si, Mg e Cu por fluorescência de raio-x. Os pós de SiC foram analisados quanto a presença de Fe, SiC, Si+SiO₂ e WC por fluorescência de raio-x e o carbono livre por análise de gases

III.2.2.-PROCEDIMENTO DE MISTURA E COMPACTAÇÃO DOS POS.

O procedimento adotado para mistura e compactação dos pós de Al e SiC constou de homogeneização em misturador tipo "V" com capacidade útil de 7 litros, girando a 2173 rph's por 4 horas seguido de compactação /encapsulamento em cápsulas de Al 6063 com dimensões conforme mostradas na fig. III.1. Cada carga homogeneizada a ser encapsulada pesava 2,5 Kg e a compactação / encapsulamento consiste em se colocar o pó misturado dentro das cápsulas de Al e aplicar-se através de uma prensa vertical uma carga de 100 toneladas o que resulta numa pressão de compactação de aproximadamente 61MPa e densidade do compactado de 90% da densidade total; em seguida a cápsula era fechada por interferencia com um tampa feita da mesma liga de Al da cápsula. Optou-se por esses valores de pressão de compactação devido ao fato da cápsula apresentar forte deformação radial.

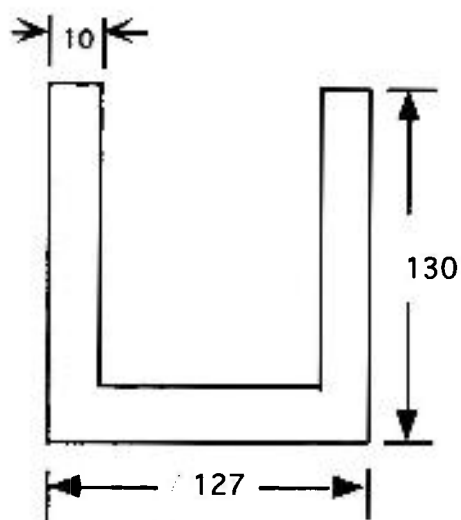
Para se determinar a pressão de compactação levantou-se curvas de compressibilidade para cada mistura bem como para o pó de alumínio somente. O procedimento adotado foi ligeiramente diferente do ensaio de compressibilidade normalizado (ASTM B331-79) no que tange a forma da matriz. Utilizou-se uma matriz circular com área de 7cm²; pesava-se 11 g para cada corpo de prova obtendo-se, assim, corpos de prova de ~10mm de espessura. Para cada ponto das curvas de compressibilidade eram pesados em balança analítica e medidos três corpos de prova. Usou-se a densidade solta para os pontos com pressão zero. A curva de compressibilidade para a mistura contendo 5% de SiC e mostrada na figura II.2.(c).

Preparou-se cargas de pó de alumínio homogeneizado e de misturas objetivando-se 5, 10 e 15% em volume de SiC utilizando-se a relação III.1.

$$\% V_{SiC} = 0,841 m_{SiC} / (0,841 m_{SiC} - m_{Al}) \dots \dots \dots (III.1)$$

$\% V_{SiC}$ - fração volumétrica de SiC

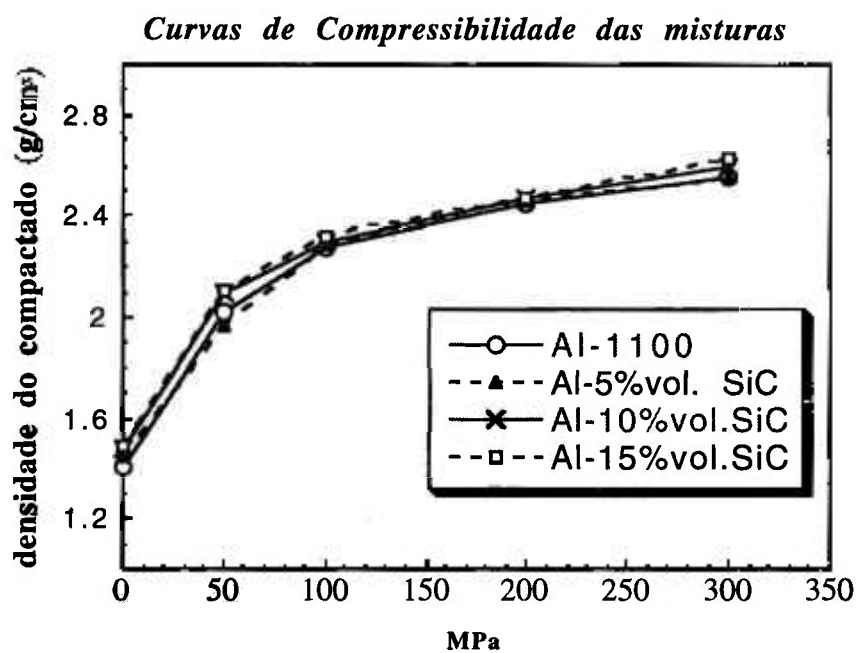
m_i - massas de SiC e Al da mistura



unidade: mm
material: AA 6063

(a)

(b)



(c)

Figura III.2- (a) cápsulas utilizadas para compactação/encapsulamento
(b) dimensões da cápsula
(c) curvas de compressibilidade para as misturas

III.2.3.- PROCEDIMENTO DE EXTRUSÃO A QUENTE.

As extrusões foram feitas utilizando-se uma prensa vertical de 1500 ton. pertencente ao Laboratório de Transformação Mecânica do IPT.

Os encapsulados foram aquecidos em mufla por 5 horas a temperatura de 450°C. A prensa utilizada (fig. III.3) é provida de um sistema de aquecimento da ferramenta (em aço SAE H12) por resistências elétricas e era mantida a 220°C para cada extrusão.

Retirava-se a cápsula da mufla, lubrificava-se a matriz com graxa de molicote e imediatamente procedia-se à extrusão com relação de redução de 17:1. O tempo de cada extrusão era de aproximadamente 10 seg. para cada carga e o material iniciava escoamento pela ferramenta com carga máxima de 450 ton.

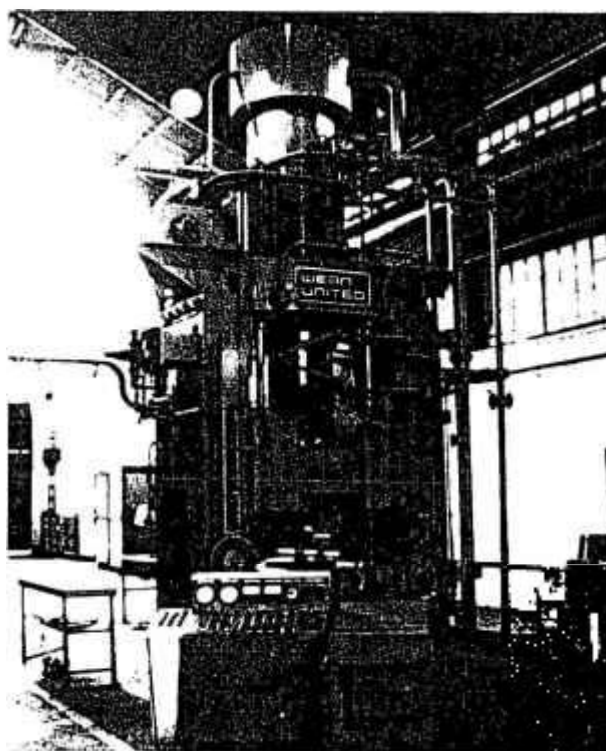


Figura III.3.- Prensa vertical de 1500 ton. utilizada nas extrusões.

III.2.4.- PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

Com o intuito de se verificar a distribuição das partículas de SiC pela matriz preparou-se uma amostra metalográfica (de cortes longitudinais) de cada um dos extrudados. Utilizou-se corte com disco abrasivo comum de "cut-off" seguido de embutimento em baquelite e lixamento mecânico

utilizando-se a seqüência de lixas 240, 320, 400, 600, 1000 e 4000 seguido de polimento mecânico por 4 minutos com carga de 3Kg sobre cada amostra em equipamento semi-automático Pedemin (Struers ®) com pastas de diamante de 6, 3, 1 e 1/4 de μm .

Para observação de contornos de grão por microscopia óptica (MO) verificou-se que as lâminas finas (preparação como descrita no próximo item), obtidas após afinamento eletrolítico final, revelou mais claramente detalhes microestruturais do que as amostras onde se procedeu anodizações convencionais. Sendo assim, apesar destas lâminas não apresentarem a planicidade optima para se observar a microestrutura por microscopia óptica, optou-se por se fotografar estas lâminas finas mesmo com alguns problemas de variação de distância focal. A determinação dos tamanhos de grãos nas observações por MO foi feita pelo método do intercepto de linhas.

III.2.5.- PREPARAÇÃO DE LÂMINAS FINAS PARA O M.E.T.

Para cada um dos extrudados preparou-se oito lâminas finas, conforme descrito abaixo, sendo quatro do centro e quatro da superfície.

Cortou-se os extrudados na direção longitudinal, com uso de discos metálicos diamantados, lâminas com 300 μm de espessura contendo 5, 10 e 15% de SiC e também sem SiC. Em seguida obtinha-se discos de 3mm de diâmetro por estampagem, no centro e próximas à superfície do material, e procedeu-se ao afinamento mecânico dos discos até cerca de 100 μm de espessura, utilizando-se lixas de SiC na ordem 320, 400, 600, 1000 e 4000 tomando-se cuidado de usar-se água em abundancia para evitar o aquecimento das amostras. O afinamento final foi feito utilizando-se um eletrólito contendo 65% vol. de álcool metílico, 15% vol. de água destilada e 20% vol. de ácido nítrico, num equipamento Tenupol-2[®] (Struers) com jato duplo a temperatura de -20°C e agitação do ataque na posição 6 do equipamento. Para as amostras sem SiC a tensão foi de 18V sendo que para cada acréscimo de 5% vol. de SiC diminuiu-se 1,5V pra se obter boas amostras.

Preparou-se também lâminas finas do pó de alumínio utilizando-se o método de ultramicrotomia (101) como segue: embutiu-se o pó de Al numa resina de cura a frio tomando-se o cuidado de se adicionar o máximo de pó possível antes de misturar o catalizador de cura e ainda refrigerando-se o processo de cura que é exotérmico. Em seguido cortou-se com disco diamantado amostras paralelepipedoides de secção aproximadamente de 1x1 cm e usinou-se na ponta dessa amostra uma pirâmide de base quadrada de aproximadamente 2 x 2 mm e altura de 4 mm em um mini-torno dotado de uma lupa. Essa pirâmide teve sua ponta ligeiramente aplainada de onde se passou a cortar amostras de 60 μm de espessura e dimensões de aproximadamente 0,5 x 0,5 mm com auxílio de uma faca diamantada em um ultramicrotomo. As finas lâminas de plástico contendo agora juntamente as lâminas de alguns pós eram então pescadas com o auxílio de uma rede de carbono e secas para serem levadas ao MET.

As lâminas finas foram observadas em um microscópio eletrônico de transmissão de marca Philips, modelo EM300 de 100KV e noutra da marca Hitashi modelo HF-2000 analítico de 300KV provido de EDS pertencentes a Centro Interdepartamental de Microscopia Eletrônica da EPFL de Lausanne.

III.2.6.- CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

a-) DUREZA

Foram feitas medidas de dureza Brinell (carga de 67.5Kg e esfera de 5mm) e microdureza Vickers com carga de 20g aplicada somente na matriz na região do centro, meio-raio e superfície e tomou-se como resultado a média aritmética desses três valores para cada amostra. Mediu-se também essas durezas em amostras após tratamentos térmicos de 400°C/30min. seguidas de resfriamento dentro do forno a fim de se avaliar mudanças microestruturais.

b-) DENSIDADE

Utilizou-se o método da densidade hidrostática para medida da densidade de cada extrudado. Este método consiste em, aplicando-se o Princípio de Arquimedes, pesar em balança analítica o corpo a ser medido a seco e depois pesá-lo quando totalmente imerso em água.

Foram medidas 3 amostras cilíndricas de cada material e estas eram retiradas da região central de secções transversais dos extrudados.

c-) ENSAIOS DE TRAÇÃO

Foram feitos ensaios de tração a temperatura ambiente utilizando-se corpos de prova de dimensões reduzidas em relação ao standard, conforme norma ASTM B 557 M-81.

Utilizou-se uma máquina dura INSTRON com célula de carga de 20.000 Kg, fundo de escala de 1000 Kg, velocidade da ponte de 0,5 mm/min. e extensômetro G-51-B12M.

Foram ensaiados 3 corpos de prova de cada extrudado e tomou-se o cuidado de não se retirar amostras dos extrudados de posições muito próximas às extremidades de cada uma das barras com o intuito de se minimizar o efeito das possíveis heterogeneidades microestruturais ao longo das barras. A seguir as barras eram cortadas transversalmente em comprimentos próximos aos dos corpos de prova, retirava-se a casca de alumínio 6063 (oriunda da cápsula) por usinagem e procedia-se a usinagem dos corpos de prova; dessa forma pode-se observar que a parte útil dos corpos de prova de tração eram compostas pela região mais central dos extrudados.

Nenhum dos compósitos ensaiados foi submetido a qualquer tratamento térmico anterior aos ensaios de tração.

IV-RESULTADOS EXPERIMENTAIS

São apresentados aqui a caracterização feita do materiais de partida (pós), os resultados de medidas de densidade e de propriedades mecânicas tais como dureza, limites de escoamento, limite de resistência, alongamento e estrição dos extrudados. Apresentar-se-á também aqui fotografias de microestrutura dos compósitos, obtidas por microscopia óptica (MO), MEV e MET.

O resultados denominados por Série I são aqueles onde as partículas de SiC têm tamanho médio de 10,25 μm e os denominados Série II são aqueles com partículas de SiC com tamanhos médios de 5,25 μm .

IV.1- CARACTERIZAÇÃO DOS PÓS

As análises químicas dos pós mostrada na tabela IV.1.1 revelam que a composição do pó de Al esta de acordo com com a composição da liga 1100 normalizada (87). O carbono livre C e o Al nas amostras de SiC são oriundos do processo de sintetização (processo Acheson) onde se reduz a sílica de areias (SiO_2) pelo carbono do coque de petróleo, o Fe é oriundo do processo de moagem ao qual é submetido esse material após sintetização e o WC e oriundo do processo de moagem a que foi submetido o pó da série II.

Tabela IV.1.1 - Composição química dos pós utilizados

elementos químicos (%)	Al - 1100 utilizado	SiC não-móido	SiC móido
Fe	0,11	0,17	0,18
Si	0,15	-o-	-o-
Mg	<0,05	-o-	-o-
Cu	<0,01	-o-	-o-
Si+SiO ₂	-o-	1,82	1,82
C	-o-	0,80	0,80
WC	-o-	-o-	0,65
SiC	-o-	97,1	96,4
Al	99,7	0,10	0,10

Al 1100 (standard): 1,0% max.Si+Fe; 0,05-0,2% Cu; 0,05% max.Mn; 0,10%max.Zn (102)

A figura IV.1.1 apresenta em (a) o formato das partículas de alumínio mostrando o formato alongado das mesmas e em (b) micrografia de uma destas partículas de pó embutida e anodizada revelando um crescimento celular equiaxial e ainda mostrando a ausência de qualquer precipitado ou outra fase visível ao microscópio óptico. O mesmo

tipo de estrutura foi observado tanto nas partículas pequenas (menores do que $10\ \mu\text{m}$) como nas grandes (maiores do que $40\ \mu\text{m}$). Para se ter uma idéia do tamanho dessas células fotografou-se a microestrutura do pó com o reticulado de padrões de grãos ASTM e ve-se assim que elas têm tamanhos comparáveis aos grãos ASTM 6 e 7.

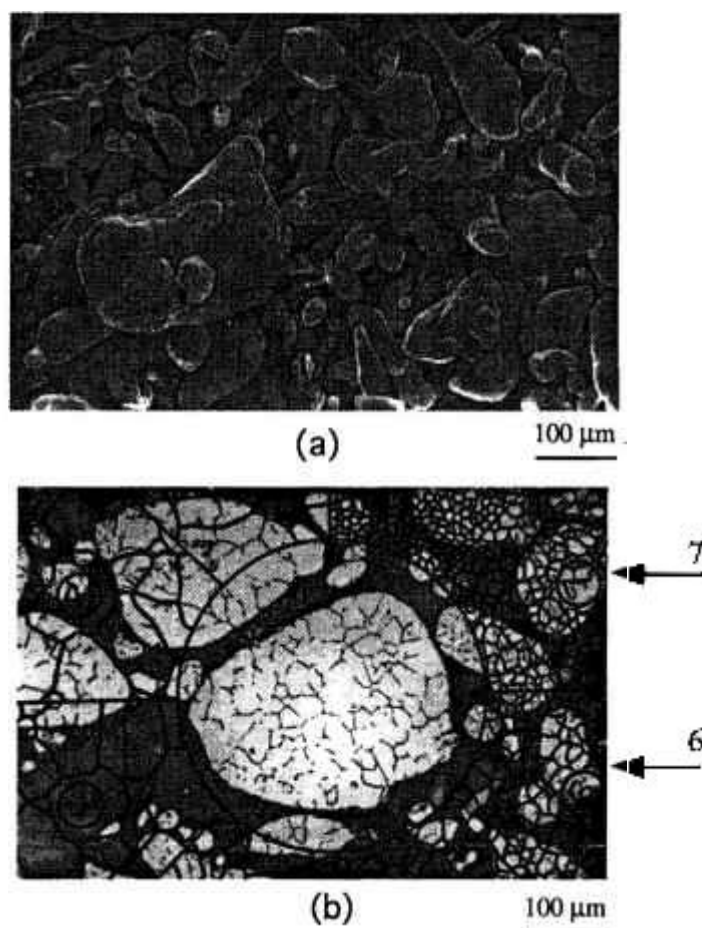


Figura IV.1.1- Morfologia das partículas do pó de alumínio (a) e micrografia do mesmo pó atacado revelando tamanhos de células equiaxiais com tamanhos próximos aos de grãos ASTM 6 e 7.

Como se verificou a presença de Fe e Si nas análises químicas e de partículas contendo estes elementos nos extrudados (o que será discutido mais adiante) tratou-se então de se verificar se essas partículas existiam dentro das partículas do pó de alumínio e que tamanho teriam. Para isso preparou-se lâminas de pó e utilizou-se um MET analítico. Dessa forma analisou-se 8 lâminas dos pós de alumínio (como descrito a seguir) e pode-se verificar a microestrutura das partículas de pó de alumínio com auxílio de MET analítico.

Observou-se, como mostrado na fig. IV.1.2, que o pó apresentava estrutura semelhante àquela descrita como celular (fig.IV.1.2-a). Obteve-se, então a figura de difração (b) de uma posição da matriz onde não se tinha precipitados e verificou-se ser uma figura de difração típica de material de estrutura cúbica. Obteve-se outra uma nova figura de difração (c) na região supostamente de estrutura celular (a) e observou-se que esta segunda figura tinha aspectos de estrutura não cúbica. Para se verificar se esse pontos da figura em (c) eram simplesmente devido a uma desorganização local do reticulado ou à presença de precipitados não cúbicos como de Fe e Si fez-se uma imagem em campo escuro de alguns desses pontos e obteve-se a imagem (d) mostrando assim que não eram pontos somente da matriz de alumínio e que havia indícios de que pudessem ser precipitados. A análise por EDS (Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy) no mesmo MET e na mesma região descrita acima como intercelular, mostrou que lá havia Fe, Si e Al e que havia ainda uma quantidade não determinada de Fe e Si em solução sólida em vários pontos da matriz onde não se tinha a dita estrutura. O tamanho dos precipitados analisados no pó eram da ordem de 50 nm, no entanto, nem todos os contornos de células analisados apresentavam precipitados.

As lâminas do pó de alumínio assim analisadas são as que ficaram aderidas à matriz polimérica após o processo de corte por ultra-microtomia (já que muitas delas se desprenderam durante o processo de corte) tinham tamanho variando entre 0,5 e 1 μm e apresentavam muitas discordâncias em sua matriz devido ao processo de preparação empregado na fabricação dessas lâminas.

Os resultados das análises granulométricas dos três pós utilizados nesse experimento foram plotados na figura IV.1.3 onde se verifica que o pó de Al (a) apresenta uma distribuição com tamanhos médios de suas partículas menores do que 36,8 μm e tamanhos mínimos e máximos compreendidos entre aproximadamente 6 e 100 μm respectivamente. Já o pó de SiC não-moído apresentou partículas com tamanhos médios de 10,25 μm e tamanhos mínimos e máximos de 2 e 40 μm respectivamente enquanto o pó de SiC moído apresentou tamanho médio de 5,25 μm e tamanhos máximos e mínimos de 1 a 20 μm respectivamente. Observando-se melhor estas duas últimas curvas pode-se ver que aquela para o SiC moído apresenta um maior achatamento e aproximadamente um igual número de partículas (dada pela porcentagem acumulada) entre 3 e 10 μm , enquanto que aquela para o SiC não-moído apresenta um ligeiro pico de distribuição em torno de 10 μm .

IV.2- DADOS DO MATERIAL EXTRUDADO

A figura IV.2.1 (a) apresenta um aspecto geral do produto da extrusão. O material apresenta uma casca de espessura aproximada de 1 a 2 mm que é composta da cápsula

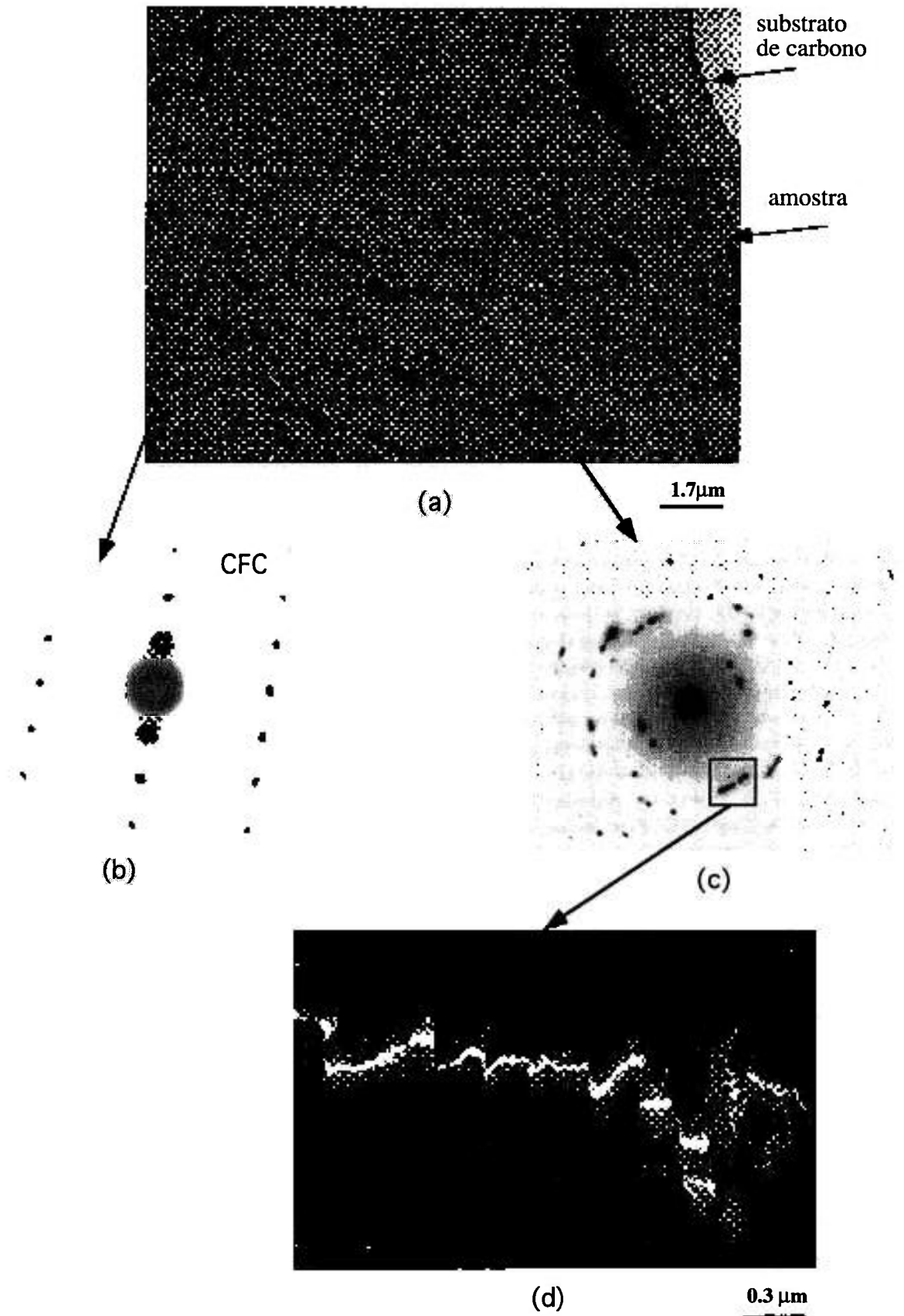


Figura IV.1.2-Análise por MET do pó de Al mostrando regiões intercelulares em (a) a presença de alguns precipitados de estrutura não-cúbicas (b) e (c), em (d) uma imagem em campo escuro dessa região onde se comprovou via MET analítica a presença de Fe, Si.

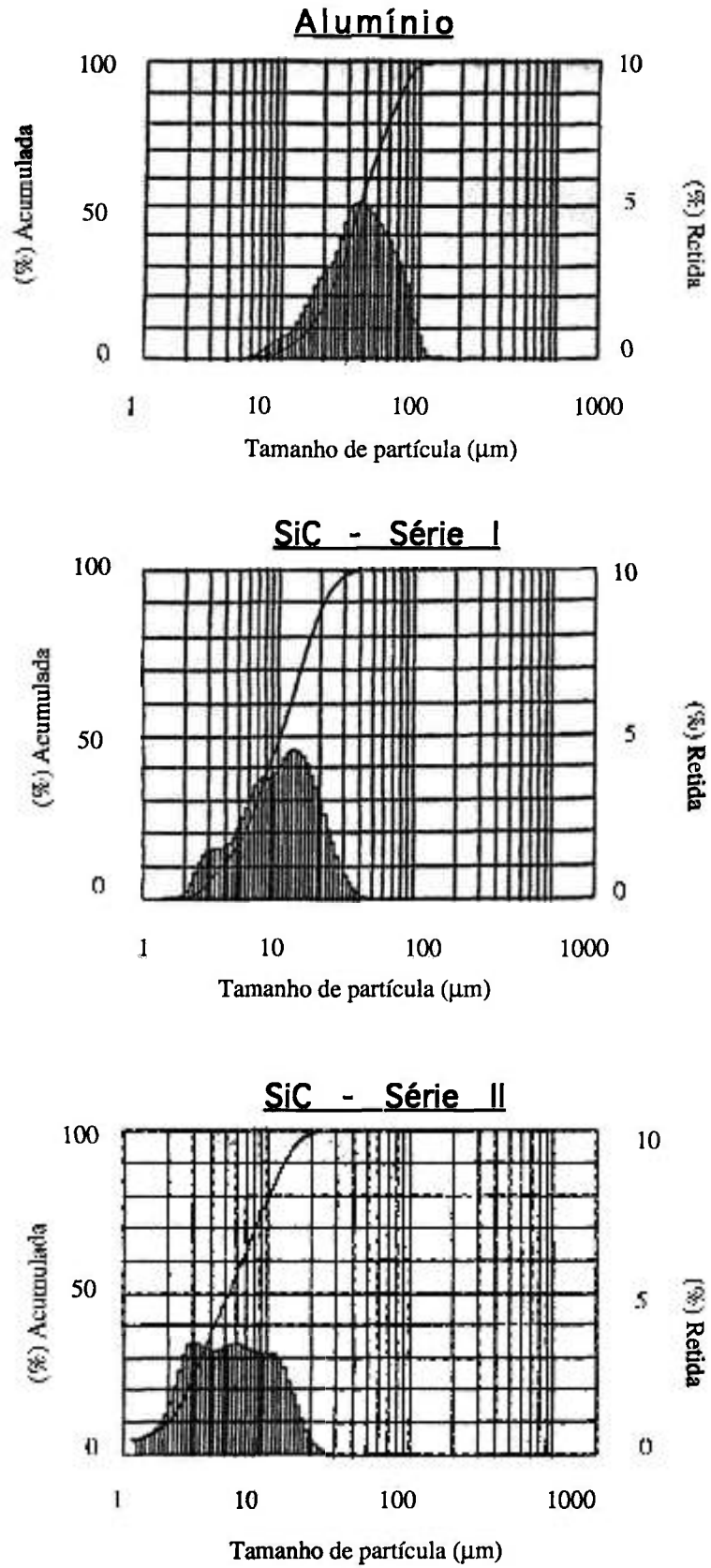


Figura IV.1.3- Análise granulométrica dos pós utilizados no experimento.

onde os pós foram pré-compactados. O descarte em cada extrudado (fig.IV.2.1 -A), ou seja, a parte desses materiais que não foi aproveitada para se evitar regiões onde a microestrutura pudesse ser heterogênea era de aproximadamente 5 cm da barra extrudada. Além disso um certo volume de material não extrudado foi deixado em cada extrusão (fig.IV.2.1 -B) para assegurar que o punção não tocasse na ferramenta de extrusão danificando a mesma.

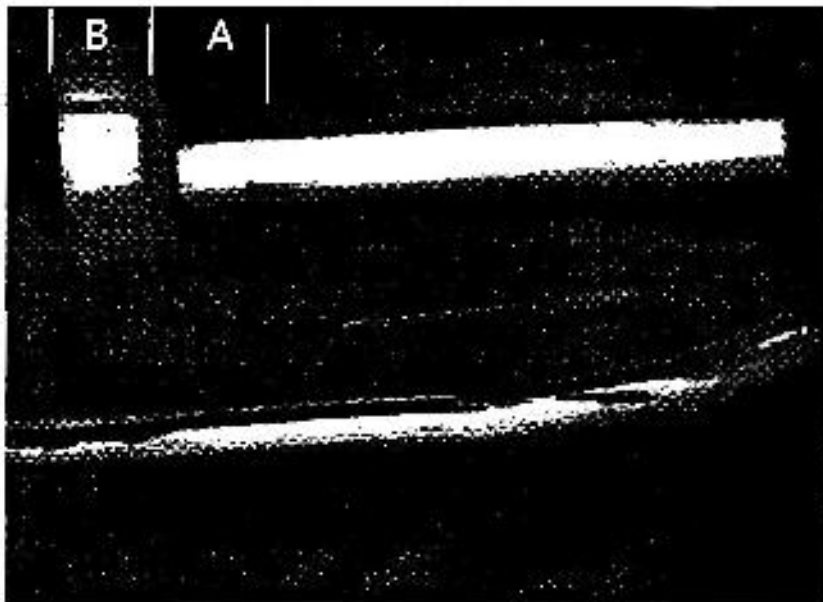


Figura IV.2.1- Aspecto dos compósitos como extrudados mostrando o descarte do extrudado (A) e o material deixado por questões de segurança da ferramenta (B)

IV.2.1- Densidade

As densidades medidas dos materiais extrudados nas duas séries e as respectivas densidades teóricas são mostradas na tabela IV.2.1. Para melhor visualização desses resultados foram plotados gráficos dessas densidades em função das frações volumétricas de SiC que são mostrados na figura IV.2.2 onde se pode verificar que com um aumento da fração volumétrica de SiC aumenta o desvio daquela densidade que seria teoricamente correta. Para o cálculo da densidade teórica usou-se os valores de 2,71 e 3,18 g/cm³ para o alumínio e o SiC respectivamente.(35)

Tabela IV.2.1- Densidades medidas em cada uma das séries de extrudados seguidas de seus respectivos desvios-padrões e as densidades teóricas.

(%) SiC	densidade série I	% desvio	densidade série II	% desvio	densid. teórica
0	2,710±0,002	100,0	2,710±0,002	100,0	2,710
5	2,729±0,008	99,82	2,725±0,010	99,67	2,734
10	2,745±0,009	99,56	2,740±0,012	99,38	2,757
15	2,766±0,014	99,46	2,760±0,017	99,24	2,781

-Unidade das densidades: g/cm³

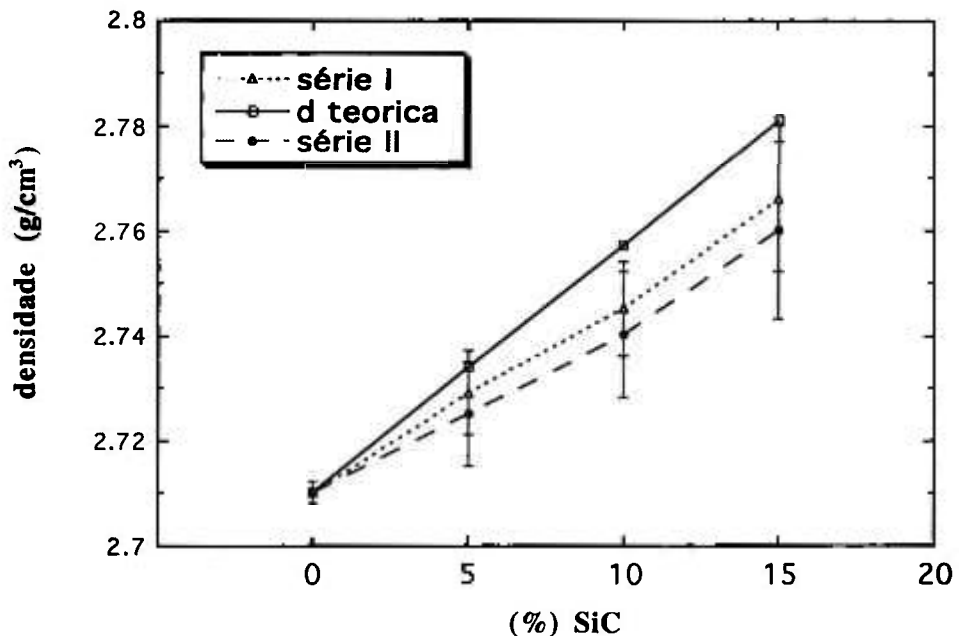


Figura IV.2.2- Comparação das densidades medidas em cada uma das séries de extrudados e das densidades que teriam teóricamente.

IV.3- CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS

A figura IV.3.1 mostra as microestruturas de secções longitudinais dos extrudados observadas por microscopia óptica (MO) com reforços de 5, 10 e 15% em fração volumétrica de SiC para as duas séries. Pode-se verificar a distribuição de partículas de reforço pela matriz e a quantidade de aglomerados de partículas de SiC aumenta nas duas séries conforme aumenta-se a fração volumétrica de SiC. Observa-se

SERIE I

SERIE II



5 % Si C



10 % Si C



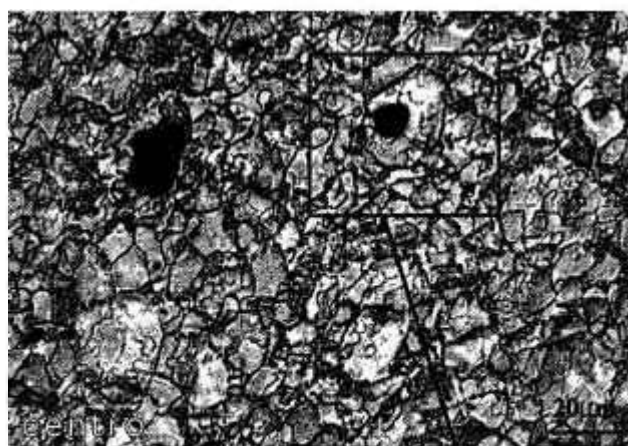
15 % Si C

25 μ m

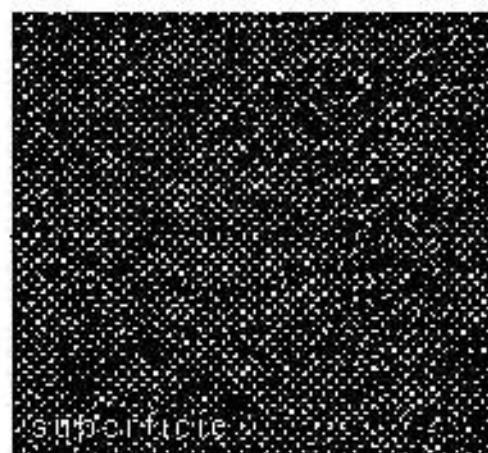
Figura IV.3.1 - Microestrutura de cortes longitudinais dos materiais como extrudados mostrando a distribuição das partículas de SiC das duas séries para as três porcentagens de pós.



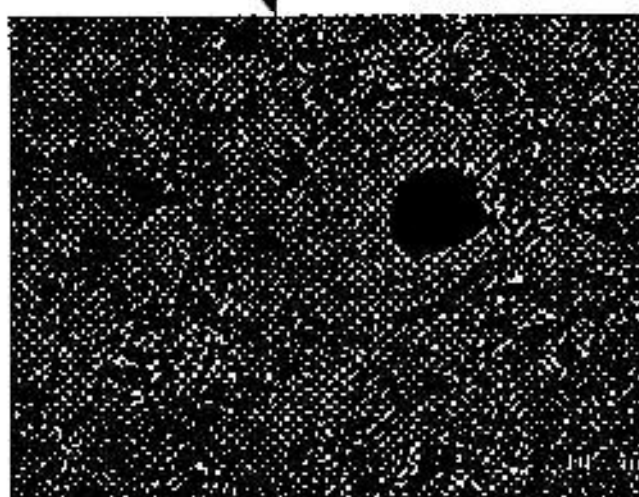
Figura IV.3.2- Extrudado contendo 10% vol. de SiC podendo exemplificar um vazio no interior de um aglomerado de partículas de SiC.



(a)

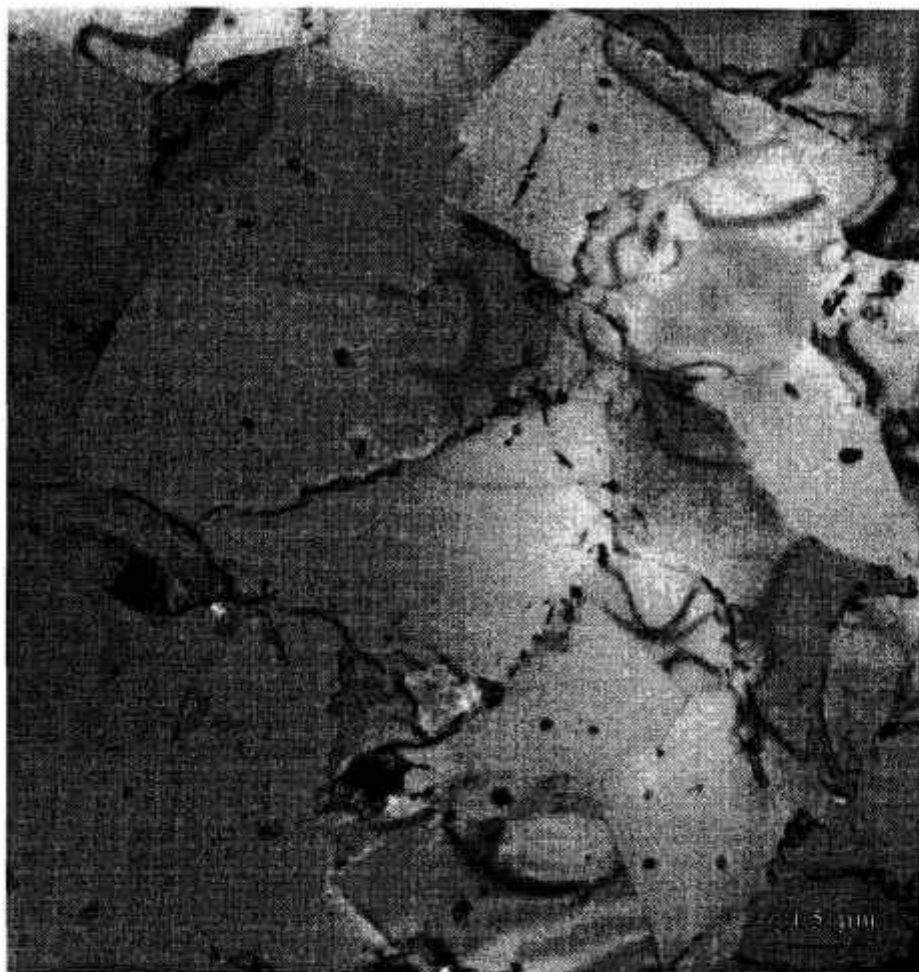


(c)



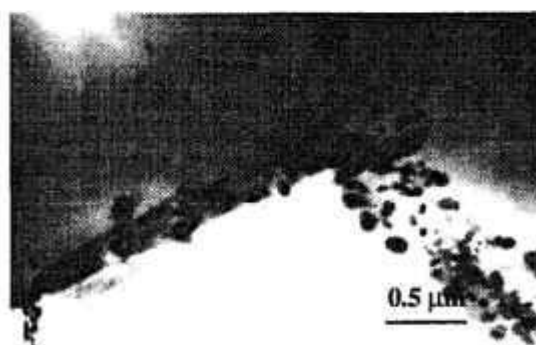
(b)

Figura IV.3.3- Microestrutura do extrudado sem reforço mostrando em (a) região central da secção longitudinal da barra; em (b) detalhe da região e em (c) região superficial da mesma secção longitudinal mostrando microestrutura alongada.

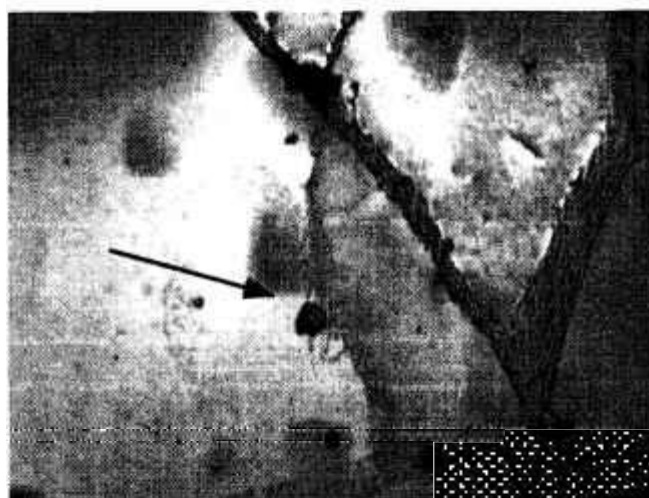


(a)

contorno de grão = desorientação maior que 7°
 subcontorno de grão = desorientação menor que 7°



(b)



(c)

Figura IV.3.4- MET do alumínio sem reforço mostrando em (a) o aspecto geral da matriz, (b) presença de precipitados em contornos de grãos; (c) sub -contornos de grãos ancorado por precipitado

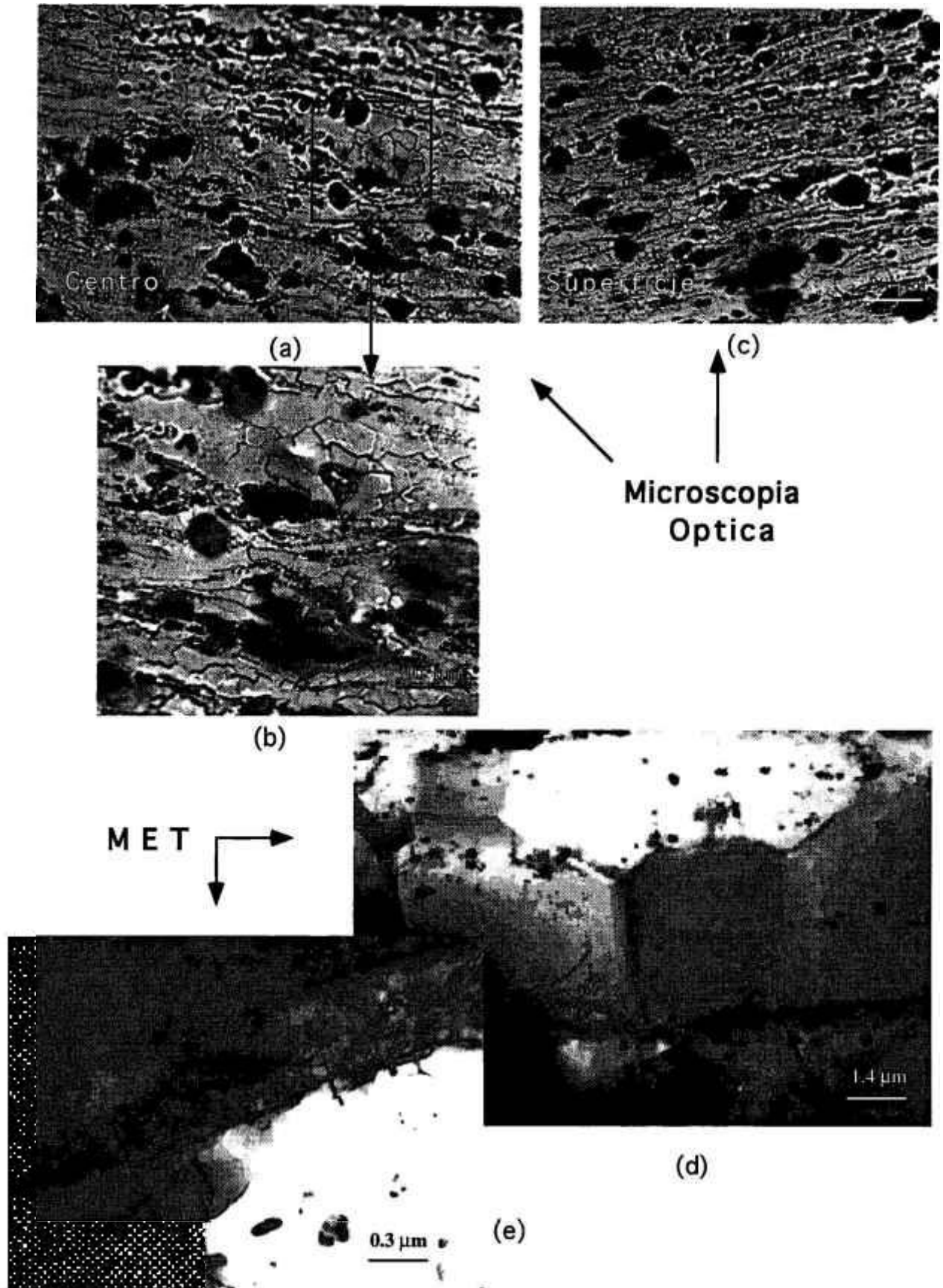


Figura IV.3.5- Microscopia óptica do centro dos extrudados contendo 5% de SiC em (a); detalhe em (b) e em (c) superfície do mesmo material; em (d) e (e) MET do centro do mesmo material mostrando a presença de discordâncias geometricamente necessárias com detalhe em (e).

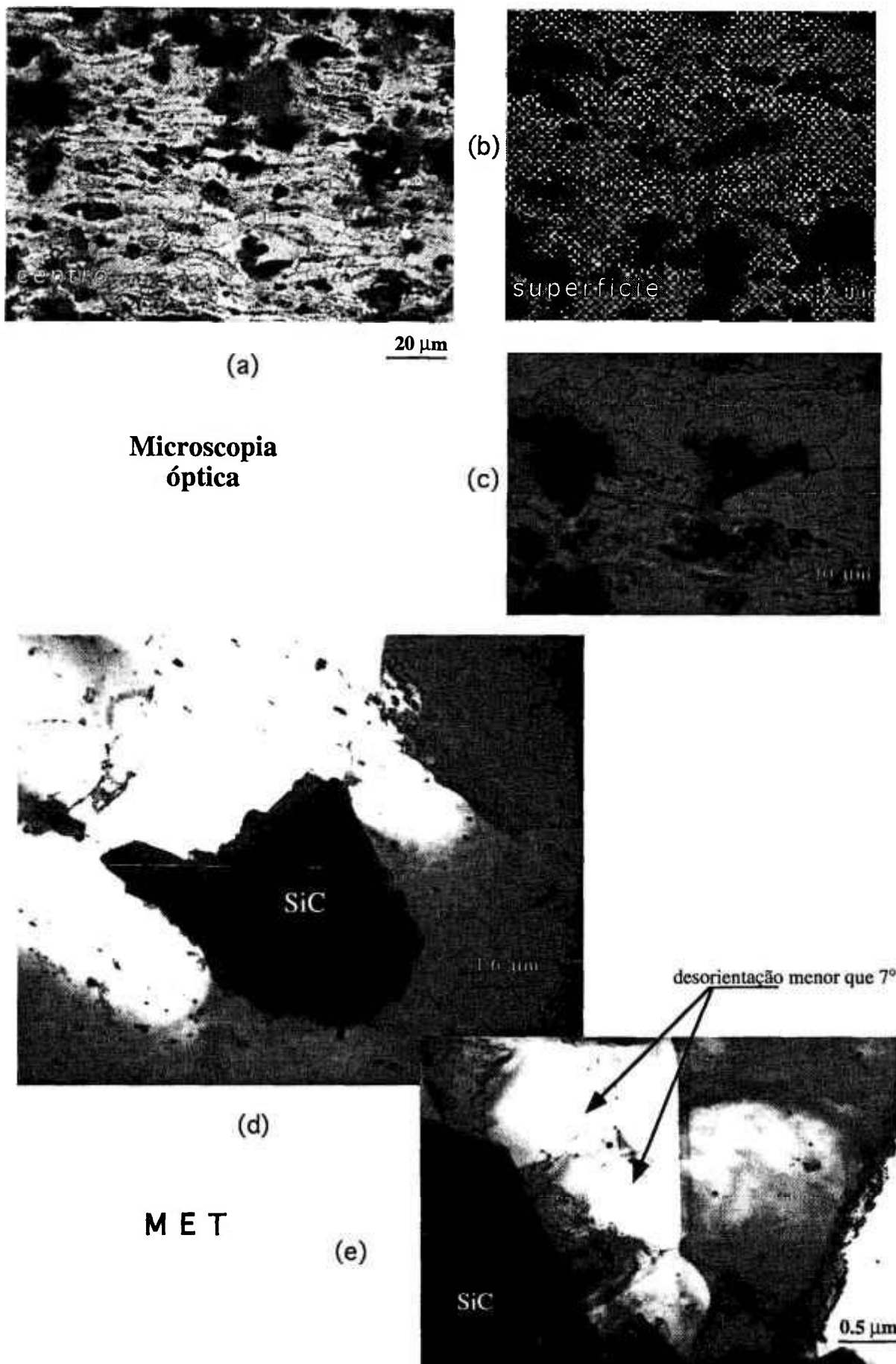
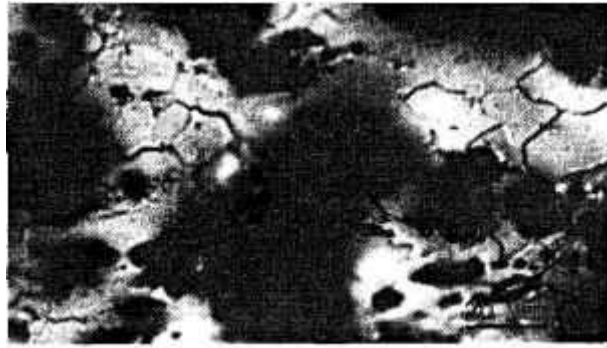
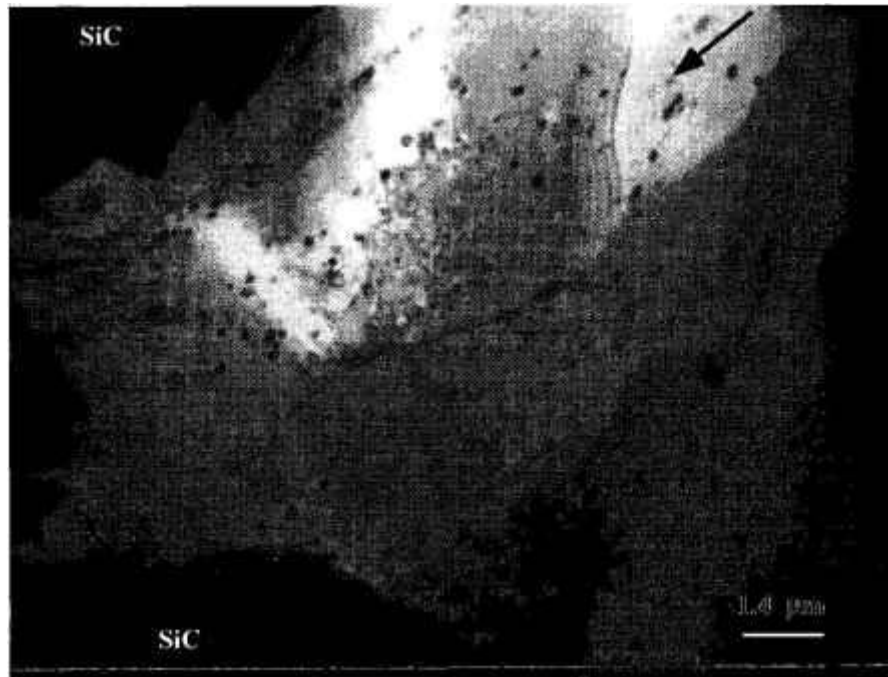


Figura IV.3.6- Microscopia óptica do centro dos extrudados contendo 10% de SiC em (a); em (b) aspecto dos grãos na superfície do material com detalhe da região em (c); em (d) e (e) MET do centro do mesmo material mostrando a presença de subcontorno de grão (desorientação menor do que 7°) próximo a uma partícula de SiC.

**Microscopia
óptica**

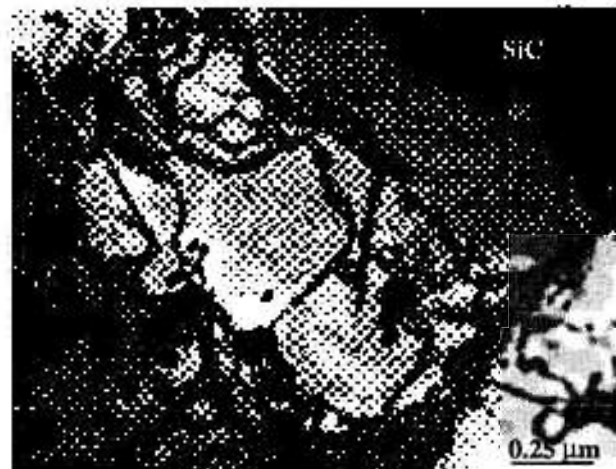


(a)



(b)

M E T



(c)

Figura IV.3.7- Microscopia óptica do centro do extrudado contendo 15 % vol. de SiC em (a); em (b) MET mostrando um aspecto geral da microestrutura; em (c) detalhe da interação de discordâncias com uma partícula de SiC.

ainda que na série II há uma significativa quantidade de aglomerados de SiC dispostos de maneira alongada o que não se verifica na série I.

Nos extrudados contendo 10 e 15% vol. de SiC pode-se detectar, via MEV, a presença de vazios no interior de alguns aglomerados de SiC como mostrado na figura IV.3.2. No entanto, nem todo aglomerado de SiC está associado a presença de vazios no seu interior.

A figura IV.3.3 mostra as diferenças microestruturais de uma secção longitudinal entre o centro e a superfície *** das barras do extrudado sem reforço de SiC. Pode-se ver que a superfície é composta de uma estrutura alongada e alinhada na direção de extrusão enquanto que o centro da mesma secção da barra é composta de uma estrutura mais equiaxial. Verifica-se que tanto no interior da microestrutura alongada (superfície), como na região central estão presentes pequenos grãos que têm no centro e na superfície, em média, 10 e 6 μm .

Foram feitas observações das duas regiões descritas acima utilizando-se MET e os resultados podem ser vistos na figura IV.3.4 onde pode-se ver a existência de inúmeros precipitados de tamanhos variando entre 5 a 20 nm, predominantemente em contornos de grãos (fig.IV.3.4 -b). Observou-se ainda nas amostras examinadas a presença de uma certa quantidade de subcontornos de grãos com desorientação menor do que 7° como exemplificado na figura IV.3.4 (c) e a quantidade desses subcontornos aparentava ser maior no centro do que na superfície.

Os extrudados contendo 5, 10 e 15% vol. de SiC foram também examinados via MO e MET.

Os resultados destas observações para os extrudados contendo 5% vol. de SiC são mostrados nas figuras IV.3.5, onde pode-se observar que a existência de uma microestrutura ainda com um ligeiro grau de alinhamento, na direção de extrusão, maior na superfície do que no centro e no interior dessas estruturas alinhadas a presença de grãos (desorientação maior do que 7°) no centro e na superfície da ordem de 3 e 4 μm respectivamente. A MET revelou a presença de discordâncias geometricamente necessárias em todas estas amostras sendo que havia uma maior quantidade (não determinada) nas regiões próximas à superfície do que no centro.

Quanto aos extrudados contendo 10% vol. de SiC a microestrutura é apresentada na figura IV.3.6 (a,b e c) onde se observou a presença de alinhamento de microestrutura tanto no centro como na superfície e tamanhos de grãos da ordem de 4 μm . Essa mesma figura exemplifica um fato observado, via MET, nas amostras dos extrudados contendo

*** Quando se menciona superfície dos extrudados está se levando em conta a superfície do material de estudo, ou seja, do extrudado mais próxima da casca de alumínio 6063 que recobre as barras descontando-se esta.

10% vol. que é a preseça de partículas de SiC no intercepto de contornos e subcontornos de grãos de alumínio (fig.IV.3.6 -e).

As microestruturas dos extrudados contendo 15% vol. de SiC são apresentadas na figura IV.3.7 observando-se em (a) a MO do centro da amostra mostrando partículas de SiC ligeiramente desfocadas e ao fundo grãos de alumínio de tamanhos médios de 4 μm e alguns outros menores. Não se apresntou uma microestrutura do centro e outra da superfície por não mostrarem a menor diferença. Foi observado um alinhamento da microestrutura menos acentuado do que nos extrudados contendo 10% vol.SiC mostrando uma deformação mais homogenea. A MET mostra em (b) a presença grãos entre duas partículas de SiC e ve-se ainda um grande número de discordâncias ancoradas por partículas e contornos de grãos e em (c) o efeito que o conjunto (partículas de SiC - precipitados e partículas de alumina - contornos de grãos) tem sobre a movimentação de discordâncias pela matriz.

Apesar terem sido analisadas microestruturalmente as duas séries de extrudados não se verificaram diferenças outras, que a formação de alinhamentos de partículas de SiC na série II. Dessa forma, as microestruturas mostradas nas figuras IV.3.4 a IV.3.5 são características comuns as duas séries para as mesmas frações volumétricas de SiC.

IV.4- PROPRIEDADES MECÂNICAS

As tabelas IV.4.1 e 2 apresentam os resultados de limites de resistências, limites de escoamento, alongamentos e estirções dos dois compósitos estudados obtidos dos ensaios de tração efetuados. Os valores mostrados são as médias de três amostras ensaiadas no caso da primeira série e no caso da segunda série de duas amostras e os respectivos desvios padrões.

Tabela IV.4.1- Propriedades mecânicas das amostras da *série I*.

% SiC	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)	E (%)
0	81 \pm 1	116 \pm 1	28 \pm 4	43 \pm 1
5	86 \pm 2	128 \pm 1	26 \pm 3	23 \pm 1
10	88 \pm 2	137 \pm 2	22 \pm 3	16 \pm 3
15	92 \pm 3	145 \pm 3	15 \pm 1	10 \pm 2

Tabela IV.4.2- Propriedades mecânicas das amostras da *série II*.

% SiC	LE (MPa)	LR (MPa)	A (%)	E (%)
0	81 \pm 1	116 \pm 1	28 \pm 4	43 \pm 1
5	85 \pm 1	126 \pm 1	15 \pm 2	41 \pm 2
10	87 \pm 1	131 \pm 1	12 \pm 1	18 \pm 3
15	90 \pm 2	141 \pm 2	10 \pm 3	21 \pm 6

Visando facilitar a compreensão dos resultados das duas tabelas acima foram plotados os gráficos das propriedades mecânicas em função das frações volumétricas nas figuras IV.4.1, IV.4.2 e IV.4.3 com os respectivos desvios padrões na forma de barras de erros. Foram também plotados os valores das mesmas propriedades mecânicas da liga 1100 produzidas pela Metalurgia do Lingote (M/L), ou metalurgia convencional como denominam outros, para os estados (O) recozido e (F) encruado.(103)

Nas figuras IV.4.1 e IV.4.2 pode-se ver que o limite de escoamento apresenta ligeiro aumento com o aumento da fração volumétrica de SiC e que os valores de LE para os compósitos são superiores aos valores de LE para as mesmas ligas não reforçadas produzidas por M/L no estado recozido e inferiores àqueles no estado encruado. Ainda nestas mesmas figuras pode-se verificar que o mesmo ocorre para o LR, mas que nesse caso o aumento de fração volumétrica de SiC faz com que o aumento dessa propriedade mecânica seja mais significativo fazendo com que os compósitos contendo 15% de SiC tenham o LR mais próximo das ligas 1100 fabricadas por M/L estando no estado encruado. Pode-se ainda verificar dessas curvas que o limite de escoamento aumenta linearmente com a fração volumétrica de SiC, mas não seguindo uma reta com a mesma inclinação que a da curva de limite de resistência.

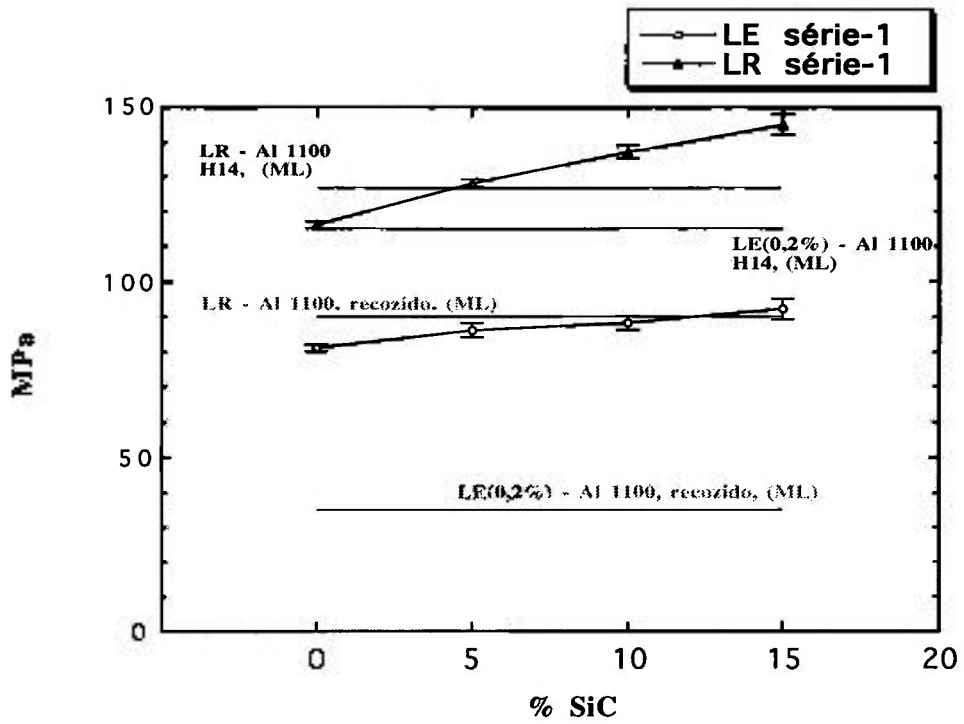


Figura IV.4.1- Limite de Escoamento e Limite de Resistência dos compósitos em função da fração volumétrica de SiC para a série I.

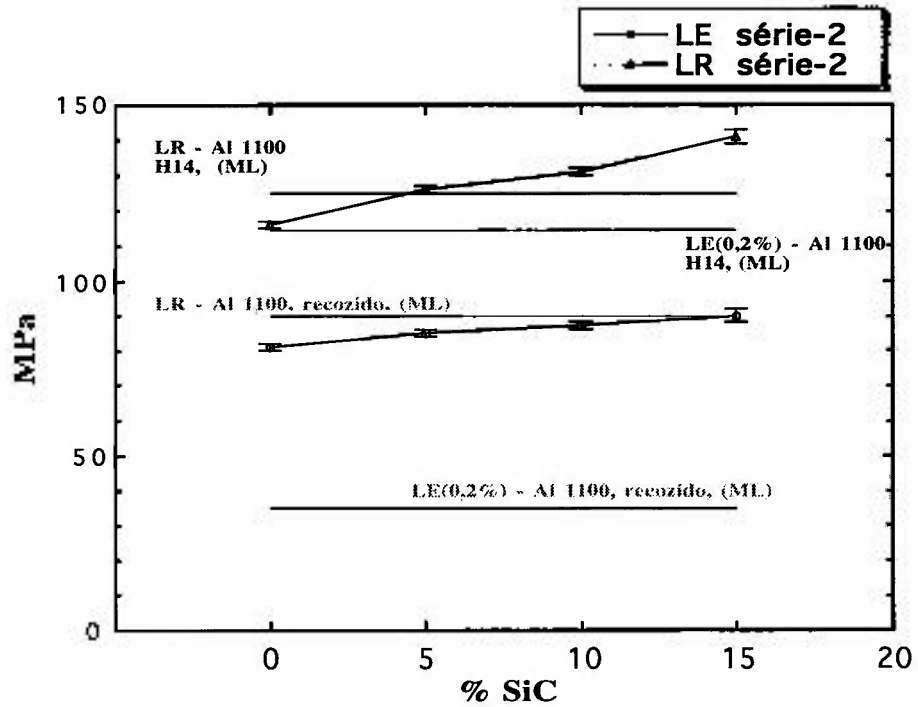


Figura IV.4.2- Limite de Escoamento e Limite de Resistência dos compósitos em função da fração volumétrica de SiC para a série II.

A figura IV.4.3 mostra as mesmas curvas das figuras IV.4.1 e IV.4.2 onde podem ser vistos num mesmo gráfico os limites de escoamento e de resistência respectivamente para os compósitos da primeira série e da segunda série. Pode-se verificar que não há significativa variação das propriedades mecânicas quando se reduz o tamanho das partículas de reforço de 10 para 5 μm .

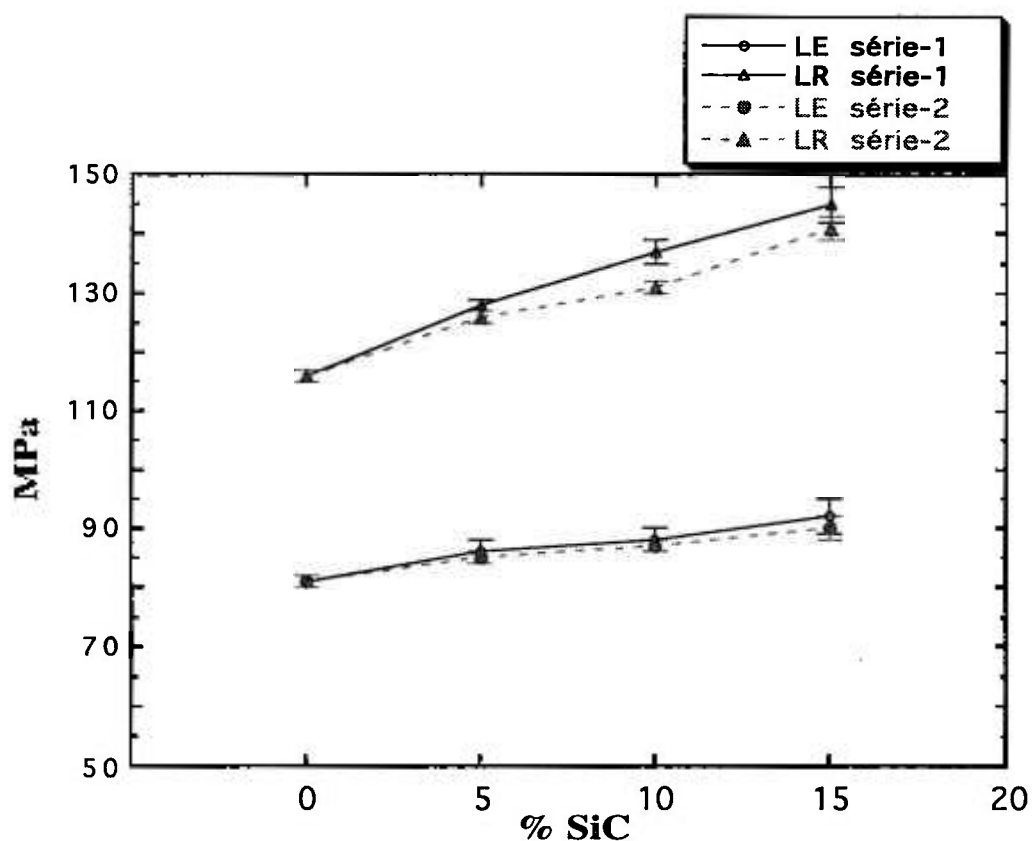


Figura IV.4.3- Limite de Escoamento e de Resistência dos compósitos das séries I e II em função da fração volumétrica de SiC.

A figura IV.4.4 mostra o alongamento total e estricção em função da fração volumétrica de SiC nos compósitos ensaiados em tração onde pode-se ver que tanto o alongamento como a estricção apresentam quedas acentuadas com o aumento da quantidade de SiC mostrando assim que a ductilidade desses compósitos diminui com o aumento da fração volumétrica de SiC. Em um dos compósitos contendo 15% vol. de SiC, verificou-se a fratura frágil durante a usinagem de um dos corpos de prova.

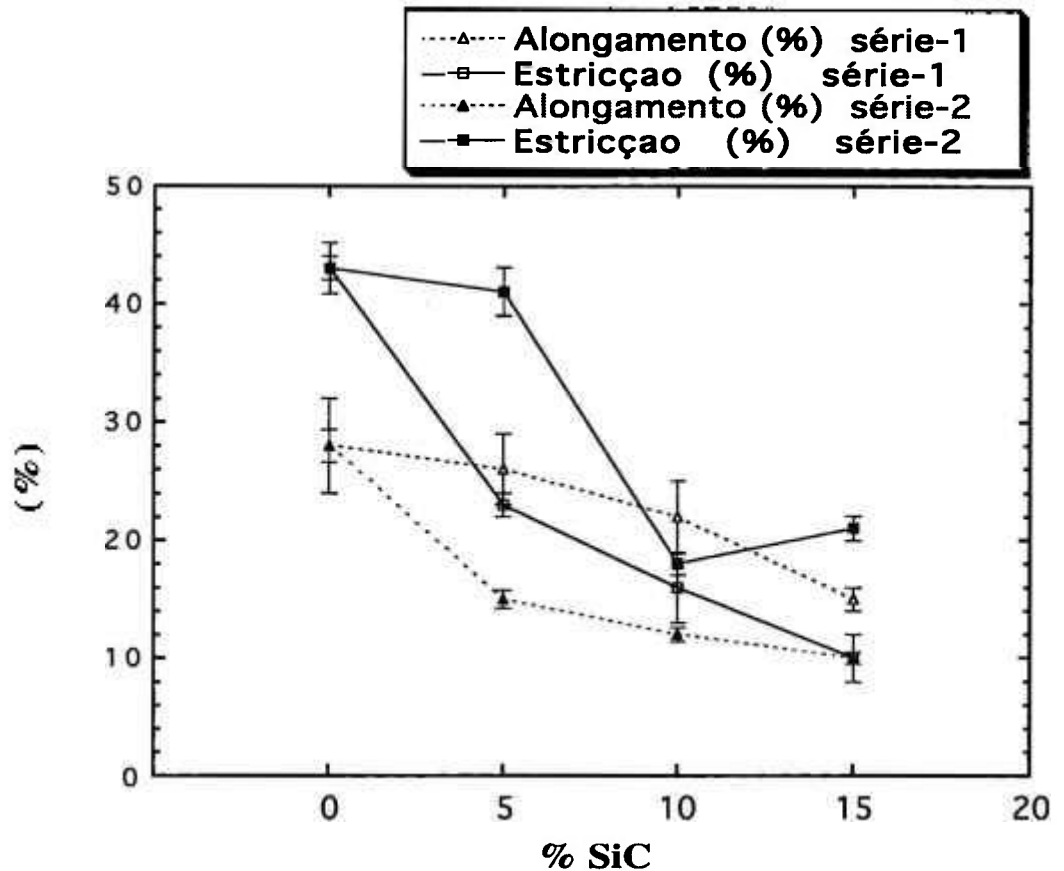


Figura IV.4.4- Valores de Alongamentos e Estricções para os compósitos das séries I e II em função da fração volumétrica de SiC.

A tabela IV.4.3 revela os resultados das medidas de dureza Brinell medidos ao longo das secções transversais de amostras das duas séries. Do gráfico plotado na figura IV.4.5 observa-se que a dureza alcançada na série I é mais baixa do que a dureza alcançada na série II e que ao longo de cada série a dureza aumenta com o aumento da fração volumétrica de SiC. Ainda desses resultados observa-se que a dureza diminui quando se realiza um tratamento de recozimento a 400°C seguido de resfriamento dentro do forno.

Tabela IV.4.3- Valores médios de durezas Brinell (Kgf/mm²) para as duas séries nos estados como extrudado e recozido a 400°C/4h em função da fração volumétrica de SiC.

% SiC	série I como extrudado	série I recozido	série II como extrudado	série II recozido
0	36.0±1.0	31.1±2.0	38.1±1.5	32.1±1.0
5	38.3±2.1	34.1±1.9	40.2±1.8	35.0±1.6
10	43.7±2.0	38.1±2.9	44.3±1.7	40.1±1.4
15	49.2±3.2	41.6±3.0	50.9±2.1	44.3±1.4

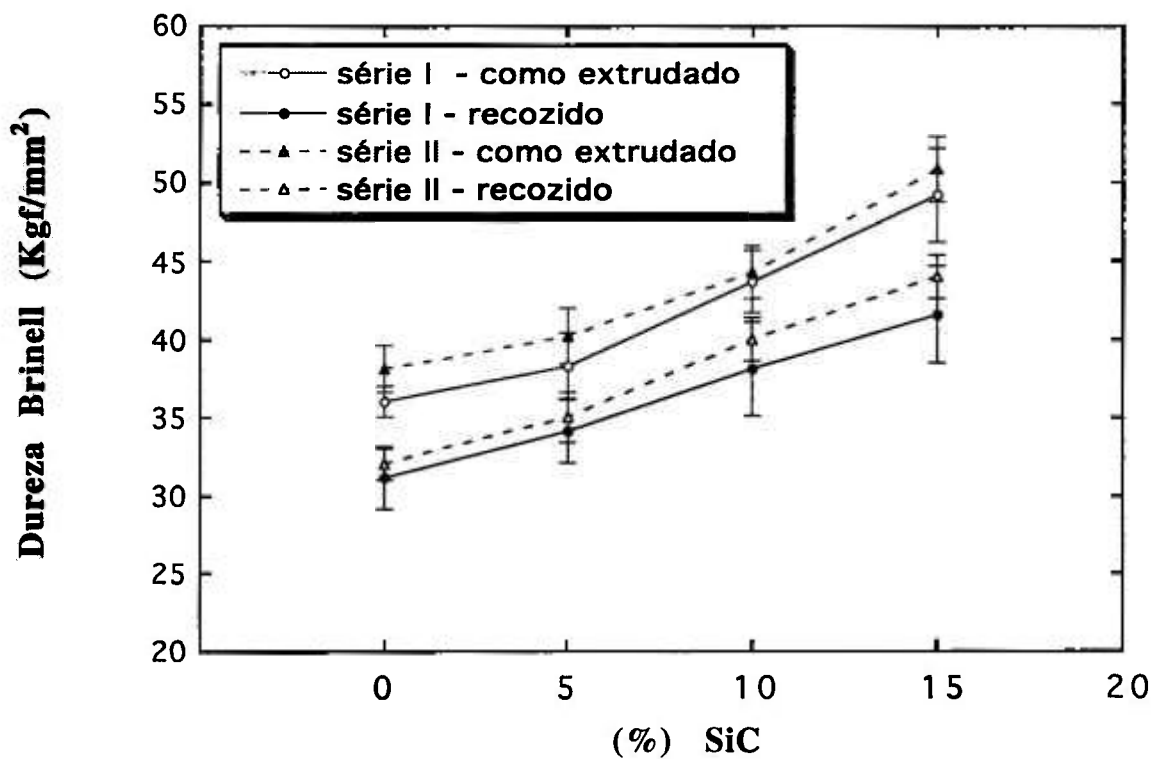


Figura IV.4.5- Gráfico da dureza Brinell dos compósitos das duas séries em função da fração volumétrica de SiC nos estados como extrudado e recozido a 400°C/4h .

V- DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Nesse capítulo os resultados serão discutidos na seguinte seqüência:

V.1- Análise dos Parâmetros de Processamento, que aborda os aspectos relativos ao processamento.

V.2- Características Microestruturais, onde se aborda outros aspectos relacionados ao processamento que influenciam a microestrutura.

V.3- Propriedades Mecânicas, onde se discute os resultados de propriedades mecânicas obtidos.

V.1- ANÁLISE DOS PARÂMETROS DE PROCESSAMENTO

As análises químicas do pó de alumínio revelaram uma composição química que esta de acordo com a composição encontrada na literatura (102) para a mesma liga como mostrado na tabela IV.1.1. A quantidade de Fe e Si apresentados na tabela IV.1.1 podem ser suficientes pra a formação de precipitados tais como $FeAl_3$, $FeAl_6$, Fe_3SiAl_{12} e Fe_2SiAl_{19} presentes no sistema Al-Fe-Si (104).

Como pode-se verificar na micrografia óptica da figura IV.1.1 do pó de Al, cada partícula de alumínio é composta de várias células equiaxiais muito pequenas cuja quantidade e tamanho varia conforme o tamanho da partícula. Para efeito comparativo fotografou-se os padrões de grão ASTM e assim pode-se dizer que essas células têm tamanho da ordem dos grãos ASTM 6 e 7. Ve-se ainda na parte (a) dessa mesma figura que o pó de alumínio é composto de partículas de formas alongadas o que causa um aumento do atrito entre as partículas e que pode ser considerado como um dos fatores que influenciam no processo de mistura desse pó com o pó de SiC.

As análises das partículas do pó via MET analítico revelaram (fig.IV.1.2) a presença de precipitados da ordem de 50 nm nos contornos de células e ainda uma quantidade não determinada destes mesmos elementos em solução sólida na matriz. Devido ao fato das partes metálicas (alumínio) das lâminas cortadas no ultra-micrótomo

se "enrolarem" e /ou se desprenderem da resina epoxi não foi possível analisar um grande número de amostras do pó de alumínio. Sendo assim, um método, provavelmente, mais adequado para a preparação de laminas finas para MET seria o de eletrodeposição como citado na literatura (101).

No entanto, apesar do pequeno número de regiões do pó de alumínio que foram analisadas, pode-se verificar a vantagem citada pela literatura (22) de que nos processos de produção de pós por atomização, as altas velocidades de solidificação, proporcionam maior refino da microestrutura, formação de menores precipitados e ainda podem colocar maior quantidade de elementos de liga em solução sólida.

Das análises químicas do pó de SiC apresentadas na tabela IV.1.1 podemos ver que a quantidade de carbono livre que poderia levar a formação de Al_4C_3 na matriz durante o processo de consolidação não é significativa a ponto de se pensar em estudar o efeito fragilizante que tais partículas teriam. Houve introdução de WC no pó de SiC moído mas esta não foi de maneira significativa a ponto de se pensar em analisar um segundo tipo de partícula de reforço.

A distribuição de partículas ideal quando se quer analisar o efeito do tamanho de partículas seria aquela onde se tem uma estreita faixa de distribuição granulométrica. Analisando-se as curvas de distribuição granulométrica (fig.IV.1.3) pode-se dizer que o pó de SiC não-moído apresenta uma maior incidência de partículas em torno de $10\mu m$ o que não é verdade para o pó moído onde quase não há uma granulometria com maior incidência de partículas e sim uma faixa de partículas variando entre 3 e $10\mu m$ com um tamanho médio em torno de $5\mu m$. Uma melhor maneira de comparar esses dois pós seria dizer que o primeiro tem uma menor quantidade de finos do que o segundo.

A faixa granulométrica do pó usado como reforço é um parâmetro a ser controlado na fabricação desses compósitos, pois heterogeneidades de distribuição dessas partículas podem acarretar em mudanças significativas do comportamento mecânico dos mesmos. Fujiwara (37) estudando CMM de alumínio fabricados por M/P (misturados por mechanical alloy), reforçado por 10, 20 e 30% vol. de partículas de SiC de granulometrias 5, 1 e $0,2\mu m$ afirma que com faixas de distribuições

granulométricas estreitas obteve um aumento das propriedades mecânicas destes compósitos com a diminuição do tamanho das partículas.

As microestruturas de secções longitudinais mostradas na figura IV.3.1 revelam que com o aumento da fração volumétrica de SiC aumenta-se a probabilidade da formação de aglomerados. Pode-se ainda notar que com a diminuição do tamanho de partícula, como ocorrido na série II, a heterogeneidade da distribuição de partículas aumenta ainda mais e isso pode ser visto claramente para as amostras contendo 10 e 15% vol. desta série onde se observa a presença de aglomerados alinhados que não foram desfeitos durante o processo de extrusão.

Lewandowski et alli (105) estudaram a relação entre os tamanhos das partículas dos pós de alumínio e do reforço afirmam que diminuindo-se a relação entre tamanhos de partícula do reforço e do alumínio (RTP SiC/Al) resulta em maior segregação das duas partículas, resultando assim em mais aglomerados de partículas de SiC. Yoshimura (35) sugere que existe uma fração volumétrica máxima a partir da qual deve ocorrer uma acentuada diminuição da densidade desses compósitos devido a formação de aglomerados e para maiores relações entre tamanhos das partículas menor é esta "fração crítica". No presente estudo as RTP SiC/Al utilizadas foram de 0,28 e 0,15 e verificou-se o mesmo efeito citado na literatura como pode ser visto nas micrografias da fig.IV.3.1.

Segundo Hunt Jr (28) o grau de deformação é um parâmetro que influencia muito a distribuição das partículas de reforço. O mesmo pesquisador afirma que posteriores tratamentos termomecânicos (no caso laminação) melhoram as propriedades mecânicas dos compósitos reforçados por partículas por homogeneizarem a distribuição do reforço. Baungarten (31) afirma que o grau de redução durante a extrusão é também um fator parâmetro muito importante, depois da homogeneidade oriunda do processo de mistura dos pós, e quanto maior o grau de redução na extrusão maior a homogeneidade de distribuição das partículas.

O processo de mistura dos pós também deve ser considerado na produção desse tipo de compósito, pois uma má distribuição do reforço pode resultar em aglomerados

que podem gerar um material com propriedades heterogêneas e diminuir em muito a ductilidade do material e seu limite de resistência. A formação de aglomerados de SiC pode também estar ligada à umidade do pó antes da mistura. O processo utilizado no presente experimento consistiu de mistura a seco num moíno de baixa energia onde a mistura se dava por gravidade. Esse processo pode não ser o mais adequado a nível de homogeneização para os pós e condições de extrusão estudados. Benjamin (39) and Froes (99) destacam que processos de mistura em moínhos de alta energia como no processo "mechanical alloy" resultam em misturas mais homogêneas que resultam em materiais com melhores propriedades mecânicas.

A densidade medida (fig.IV.2.2) dos materiais extrudados não atingiu 100% da densidade teórica calculada. Neste cálculo não se considerou o efeito que poderia ter uma camada de óxido recobrindo cada partícula de alumínio.

Desta forma, se considerarmos uma partícula de pó de alumínio esférica de $40\mu\text{m}$ de diâmetro sem a cobertura de óxido de alumínio, ela teria $2,71\text{ g/cm}^3$ de densidade; já a mesma partícula de pó recoberto por uma camada de 25 nm terá densidade de $2,712\text{ g/cm}^3$. Se o tamanho de partícula diminui pela metade com a mesma espessura de óxido a densidade da partícula passa a ser $2,714\text{ g/cm}^3$, o que mostra que a densidade de cada partícula aumenta e que para o cálculo da densidade do extrudado deve-se também levar em conta a distribuição do tamanho de partículas para se considerar a densidade do material de partida como sendo a do alumínio ($2,71\text{ g/cm}^3$) ou maior.

Calculando-se a verdadeira densidade do pó como sendo a media ponderada da densidade que cada uma dessas partículas deveria ter, considerando-se a camada de óxido, pela distribuição de partículas em cada uma das faixas dada pelo figura IV.1.3(a) chega-se à tabela V.2.1 e a partir dessa ao valor de $2,713\text{ g/cm}^3$ mostrado na relação V.1

Tabela V.1.1- Densidades calculadas em relação ao tamanho médio da partícula na faixa de distribuição considerada

faixa de distribuição (μm)	(% p)	(d_i)(g/cm ³)
0 - 10	7	$d_5 = 2,731$
10 - 30	33	$d_{20} = 2,714$
30 - 50	22	$d_{40} = 2,712$
50 - 70	15	$d_{60} = 2,711$
70 - 90	15	$d_{80} = 2,710$
90 - 110	8	$d_{100} = 2,710$

$$d = (\% p) (d_i) / 100 = \underline{2,713 \text{ g/cm}^3} \dots\dots\dots(\text{V.1})$$

%p - porcentagem do pó na faixa considerada

d_i - densid. do tamanho médio de partícula na faixa

No traçar da curva de densidade teórica da figura IV.2.2 utilizou-se como valor de densidade do alumínio 1100 o valor 2,71 g/cm³, que já fornece valor de densidade maior do que os valores medidos experimentalmente. Se usarmos um valor superior, como aquele calculado acima a diferença entre os valores teóricos e os valores experimentais aumentaria ainda mais. Considerando-se os valores dos desvios padrões das densidades experimentais, das duas séries de extrudados, traçados na citada curva, poder-se-ia pensar que os valores experimentais poderiam estar dentro da faixa dos valores teóricos e que não haveria alguma porosidade. No entanto, a densidade teórica do pó de alumínio deveria ser considerada mais alta e estes desvios das medidas não mais atingem os valores de densidades teóricas, mostrando porosidade.

Na figura IV.2.2 observa-se o crescente desvio da densidade medida em relação teórica com o aumento da fração volumétrica de SiC. Este fato, aliado às densidades encontradas para os extrudados da série II, que apresenta maior quantidade de aglomerados, reforça a hipótese da existência de pequenos vazios associados a aglomerados. Um desses vazios no interior de um aglomerado de SiC é mostrado na micrografia da figura IV.3.2.

Do exposto acima pode-se considerar que todos os extrudados aqui estudados apresentam densidades em torno de 99% daquela que seria considerada a densidade

teórica, excessão feita aos extrudados sem reforço de SiC onde a densidade pode ser considerada de 100%. Os extrudados com reforços de SiC apresentam pequenas porosidades associadas a presença de aglomerados e que são regiões onde o alumínio não teve penetração suficiente durante o processo de extrusão.

Wei et alli (57) também encontraram porosidades em compósitos Al-2024-SiC_p produzidos por M/L no interior de aglomerados de SiC e afirmam que tais vazios poderiam ser eliminados em posteriores tratamentos termomecânicos.

Um tópico que não está sendo considerado no presente estudo é a necessidade de se proceder uma desgaseificação das misturas de pós antes da extrusão. Jockinen (33) estudando consolidação de pós de alumínio 2024 e 6061 reforçados por partículas de SiC procede a encapsulamento seguido de desgaseificação a vácuo ($3 \cdot 10^{-5}$ mbar) e a quente (500 - 600 °C). Tais procedimentos visam a retirada de umidade e de outros gases (como o hidrogênio) adsorvidos à superfície das partículas e que poderiam se manifestar como bolhas de gases quando de tratamentos de solubilização e/ou quando esses compósitos trabalhariam em altas temperaturas. Yoshimura (35) estudando compósitos produzidos da mesma maneira que no presente trabalho, mas em liga 6063 reforçados por partículas de SiC, encontrou porosidades alongadas após tratamento de solubilização e atribui à formação de gases durante esse tratamento. Carney et alli (23) analisando o aspecto de oxidação de pó de alumínio afirmam que dentre as reações que podem ocorrer quando se expoe pós de alumínio atomizados, a hidratação desses levaria à formação de bolhas no interior do material consolidado a partir desse pó.

V.2- CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS

A análise de amostras via MET foi feita inicialmente com o intuito de se verificar os tamanhos de precipitados de Fe e Si. Verificou-se que estes tinham tamanhos médios entre 0,1 e 0,25 μm . Simielli et alli (106) analisando chapas de alumínio comercial contendo 0,37% Fe e 0,10% Si identificaram partículas de precipitados contendo Al-

Fe-Si onde 80% destas tinham diâmetros médios na faixa de 0,3 a 3 μm e os 20% restantes eram maiores do que 3 μm . Os precipitados no presente trabalho são menores do que as mostradas por Simielli. Esta diferença deve-se provavelmente à diferença de processamentos termomecânicos nos dois casos: enquanto a maioria das partículas do trabalho de Simielli, provavelmente se formaram durante a solidificação e foram fragmentadas durante a laminação, no presente trabalho elas em parte precipitaram-se (devido a porcentagem de Fe e Si presentes em solução sólida) e em grande parte se formaram durante o processo de solidificação rápida dos pós.

Observou-se ainda a presença de grande quantidade de partículas em contornos de grão e em subcontornos de grãos. Analisando-se estas partículas via EDS no MET observava-se que a maioria delas continha somente Al (da ordem de 10 a 30 nm) como elemento detectável enquanto que em outras (da ordem de 5 a 10 nm), em menores quantidades que as primeiras, apresentavam Al, Fe e Si.

A análise por metalografia óptica (fig.IV.3.3) de secções longitudinais do extrudado onde não se adicionou reforço mostra uma estrutura alongada próxima à superfície e outra mais equiaxial no centro. Observou-se a presença de uma subestrutura de grãos que a princípio denominou-se grãos e que tinham tamanhos médios de 10 e 6 μm no centro e na superfície respectivamente. As microestruturas características de secções transversais das barras de ligas de alumínio obtidas por extrusão tem, em geral, grãos maiores e alongados na superfície e grãos menores no centro desta barra (41). Isso ocorre devido à perda de calor ser mais rápida na superfície do extrudado do que no centro, ocorre durante a deformação a mais baixa temperatura nessa região do que no centro. Isso resulta que essa região terá uma maior energia armazenada para restauração do que no centro e quando essa secção do material deixa a ferramenta o material mais quente no centro libera calor para a superfície fazendo com que essa superfície sofra recristalização e mesmo crescimento de grãos.

Pelas medidas de desorientação feita entre os grãos, onde se considerou como subgrão somente desorientações menores ou em torno de 7, poder-se-ia dizer que a microestrutura do extrudado sem reforço é constituída de grãos recristalizados muito

pequenos e de subgrãos da ordem de $1\mu\text{m}$ como mostrado na fig.IV.3.4. No entanto, o método utilizado para essas medidas não fornece confiabilidade suficiente para se precisar o valor desta desorientação. Por outro lado, em alguns casos de ligas de alumínio observou-se subgrãos com desorientações muito maiores do que os 7 aqui medidos. Verificou-se ainda que na superfície destes extrudados havia maior quantidade de subgrãos do que na região central, também ancorados por partículas de alumina e precipitados.

O fenômeno de grãos maiores no centro do que na superfície desses materiais pode ter como explicação que o que se observa na figura IV.3.3 não seriam pequenos grãos, mas sim subgrãos em sua grande maioria que tanto na superfície como no centro foram ancorados por precipitados e partículas de alumina. Essa microestrutura pode ter sido originada devido à alguns parâmetros de extrusão utilizados no atual estudo, como:

- a-) quantidades de materiais extrudados foram pequenas,
- b-) velocidades de extrusões relativamente altas (40 mm/s)
- c-) resfriamento ao ar não muito lento
- d-) presença de partículas ancorando discordâncias, subcontornos e contornos de grãos

As quatro condições acima agiriam sobre o material resultando numa microestrutura não recristalizada. Mondolfo (107) afirma que quando a relação entre as quantidades de Fe e Si no material é pequena e tendo-se uma apreciável quantidade de Si em solução sólida pode-se ter uma taxa de recristalização baixa e a precipitação que se tem em contornos de grãos inibe o crescimento de grão. Isso poderia também estar ocorrendo no presente estudo o que explicaria a presença dos pequenos precipitados contendo Fe-Si-Al e reforçaria a hipótese de que na fig. IV.3.4 observa-se subgrãos.

Os extrudados contendo 5% vol. de SiC tem sua microestrutura apresentada na fig. IV.3.5 onde observa-se em (a) a microestrutura do centro do extrudado com tamanhos médios de subgrãos na matriz da ordem de $4\mu\text{m}$ e na superfície da ordem de $3\mu\text{m}$. Isso sugere que a adição dessa quantidade de partículas de SiC pode não ter sido suficiente para homogeneizar a deformação no centro e na superfície dos extrudados. A análise destes extrudados via MET revelou a presença de regiões (fig.IV.3.5 (d), (e))

altamente deformadas nas quatro amostras observadas de cada série e em regiões próximas à superfície do extrudado. Essas estruturas foram observadas menos frequentemente nas amostras da série II onde a distribuição de partículas do reforço é menos homogênea do que na série I. Estas estruturas deformadas não foram observadas no material sem reforço e nem nos extrudados contendo 10 e 15 % de SiC. Poderia-se pensar que as estruturas deformadas fossem estruturas semelhantes a bandas de deformação que segundo Driver et al (108) estão ligadas ao grau de deformação e à velocidade de deformação dos cristais cfc, ou seja, quanto maior o grau de deformação e maior a velocidade de deformação, maior e o número de bandas de deformação e ainda quanto maior a temperatura de deformação menor a quantidade dessas bandas; no entanto, parece muito improvável que sejam bandas de deformação já que estas ocorrem em grandes deformações a temperaturas mais baixas do que aquelas em que esses materiais foram extrudados.

Esses fatos levam a pensar na hipótese de que a presença de 5% vol. de SiC nesses materiais, apesar de homogeneizar a deformação da matriz, estaria aumentando o grau de deformação da matriz nas regiões onde o grau de deformação já era grande (próximas à superfície do extrudado) e isso faria com que nessas regiões se formassem essas estruturas.

Nos extrudados contendo 10 e 15% de SiC pode-se dizer que a presença de SiC homogeneiza a deformação por toda a matriz e isso é reforçado pelo fato de que nesses dois materiais não se verificou a diferença de tamanhos de subgrãos do centro para a superfície dos extrudados e sendo que em ambos os tamanhos de subgrãos (figs. IV.3.6 e IV.3.7) são da ordem de 5 μm .

Para as três frações volumétricas de SiC utilizadas nas duas séries não houve outras significativas diferenças microestruturais nas observações feitas tanto via MO como via MET.

V.3- PROPRIEDADES MECÂNICAS

- Limite de Escoamento (LE)

O limite de escoamento convencional de 0,2% é geralmente determinado nos ensaios de tração e depende da temperatura do ensaio, velocidade de deformação imposta durante o ensaio, estado de encruamento de um mesmo material e outros fatores microestruturais destacando-se entre eles tamanho de grão. No presente caso a temperatura foi a ambiente (aprox. 25 °C) e a velocidade de ensaio é considerada normal para o alumínio. Desta forma os parâmetros microestruturais seriam responsáveis por estes materiais apresentarem LE's superiores aos mesmos materiais produzidos por M/L.

Analisando-se a curva de LE em função das frações volumétricas de SiC (figs. IV.3.1, IV.3.2 e IV.3.3) para as duas séries de extrudados verifica-se que não houve diferença significativa de comportamento entre essas duas séries e em ambas houve um aumento do valor medido em função de quantidades crescentes de SiC.

Segundo Dieter (109) as curvas tensão-deformação para compósitos reforçados por fibras longas apresentariam quatro estágios: num primeiro tanto as fibras como a matriz são sujeitas a deformação elástica com um módulo de elasticidade obedecendo a regra das misturas; num segundo estágio a matriz se deforma plasticamente enquanto as fibras se deformam ainda elasticamente e este estágio começaria aproximadamente no ponto onde a matriz sem reforço atingiria o LE; um terceiro estágio começaria quando a matriz e as fibras sofrem deformação plástica e nesse estágio as fibras que em geral são materiais frágeis começam a se romper e finalmente no estágio 4 o compósito se fratura.

No caso dos CMM reforçados por partículas Prangnell, Stobbs et alli (49) afirmam que o método convencional de determinação do limite de escoamento (0,2%) para os materiais reforçados por partículas não é o mais adequado para se determinar o LE de materiais de matriz dúctil reforçados por partículas rígidas devido aos altos gradientes locais de tensão gerados na matriz em torno dos reforços. Nos CMM reforçados por partículas seria esperado um escoamento plástico não-homogêneo na

matriz, começando em regiões de altas tensões próximos aos reforços. O limite de escoamento pode ainda variar localmente em consequência de precipitação não-homogênea na matriz causada por altas variações locais de densidades de discordâncias causadas por relaxação plástica das tensões térmicas. Como solução afirmam que o método de análise das primeira, segunda e terceira diferenciais da curva tensão-deformação daria resultados mais próximos de um real limite de escoamento. Humphreys (79) já havia detectado que uma taxa de encruamento maior em CMM reforçados por partículas, o que de certa forma, corrobora com a idéia de que estes compósitos se deformariam de maneira diferente das ligas produzidas por M/L que compoem suas matrizes.

Assim, uma possível causa do aumento do LE verificado no presente estudo, em relação à liga de alumínio similar produzida por M/L, seria a maneira não-homogênea de distribuição de tensões na matriz fazendo com que ocorresse movimentação de discordâncias nas regiões próximas às partículas de SiC criando assim um campo de tensões por toda matriz como exposto no parágrafo anterior. Dessa forma, esses extrudados teriam um comportamento semelhante àquele que têm as ligas metálicas convencionais encruadas, elevando o valor do LE (0,2%) medido. Outra possível causa dos mais altos LE's encontrados nas duas séries de extrudados do presente estudo, é pensando que estes apresentariam uma certa quantidade de discordâncias já oriundas de tensões térmicas provocadas pelo processo de resfriamento ao ar imediatamente após as extrusões.

Do exposto acima, poder-se-ia supor que os LE's medidos teriam valores superiores ao do que o do alumínio 1100 produzido por M/L devido unicamente à este comportamento não-homogêneo de distribuição de tensões. No entanto, dos resultados das análises microestruturais desses extrudados verifica-se que estes não apresentam microestrutura totalmente recristalizada e têm ainda grande quantidade de subgrãos no seu interior o que altera significativamente as propriedades mecânicas do material.

O fato de não terem sido observadas grandes diferenças de LE entre as duas séries pode significar que uma tal variação de tamanho de partículas do reforço não

surte influência significativa no LE desses materiais. No entanto, devido ao fato das duas séries não estarem totalmente recristalizadas e a série II apresentar grande quantidade de aglomerados de SiC pouco se pode concluir a respeito do efeito da variação do tamanho de partículas (no presente estudo) sobre as propriedades mecânicas.

- Limite de Resistência (LR)

Observando-se as curvas das figuras IV.4.1, IV.4.2, IV.4.3 pode-se ver que o limite de resistência aumenta conforme se aumenta a fração volumétrica de SiC. Isso seria um resultado esperado e se explicaria da seguinte forma: aumentando-se a quantidade de SiC aumenta-se o número de barreiras para movimentação de discordâncias (tanto interações ^{entre} discordâncias partícula de SiC como interação entre discordâncias que se encontram com maior frequência) e dessa forma seria necessário um aumento de tensão pra fazer com que elas se movessem. Humphreys (79) afirma as partículas de reforços são pontos para nucleação de recristalização e sendo assim, aumentando-se a fração volumétrica do reforço ter-se-ia maior quantidade de sítios para nucleação e para um mesmo grau de deformação do compósito ter-se-ia formação de menores subcontornos de subgrãos.

Nó entanto, no presente estudo, os maiores LR's medidos se devem principalmente ao fato dos materiais ensaiados apresentarem grande quantidade de subcontornos de grãos e não estarem completamente recristalizados.

Davies et al (110) sugerem que a variação do LR dos compósitos seria devido à dificuldade de relaxação plástica na interface entre a matriz e o reforço e que como consequência disto ocorreria a formação de vazios nestas interfaces o que acarretaria numa diminuição da ductilidade do material.

Uma combinação óptima de ductilidade e resistência é obtida quando se tem as partículas da segunda fase finamente e uniformemente distribuídas através de uma matriz dúctil. Esse efeito poderia ser encontrado utilizando-se partículas de SiC mais

finas (100% menores do que $1\mu\text{m}$) e para as mesmas frações volumétricas de SiC homogeneamente distribuídas ter-se-ia uma menor distância inter-partículas.

A ductilidade desses materiais diminui com o aumento da fração volumétrica de SiC como pode ser visto na figura IV.4.4 e isto pode ser explicado pelo fato de que a deformação não ocorre homogeneamente ao longo de toda a matriz (como já discutido sobre o LE) e isso faz com que os extrudados tenham menor alongamento e estrição conforme se aumenta a porcentagem de SiC. O aumento da estrição da série II quando se passou de 10 para 15% está muito provavelmente ligado a presença de maior quantidade de aglomerados de partículas de SiC e dessa forma tem-se deformações muito mais heterogêneas do que na série I para as mesmas porcentagens de SiC. O alongamento da série II teve um decréscimo mais rápido do que o alongamento da série I com frações volumétricas crescentes de SiC e isso pode ser explicado também pela maior quantidade de aglomerados de SiC nessa série.

Verifica-se que variando-se o tamanho médio das partículas de $10,25\mu\text{m}$ para $5,25\mu\text{m}$ não houve significativa alteração das propriedades mecânicas. Numa primeira análise poder-se-ia dizer que variando-se o tamanho de partículas em 100% não se notou diferença no comportamento mecânico, mas no entanto, levando-se em conta a distribuição granulométrica (conforme já discutido no item V.1 desse capítulo) do SiC a verdadeira variação de tamanho de partícula não foi uma diminuição de 50% já que a distribuição granulométrica da série II apresentou uma maior quantidade de finos do que a série I. Pode-se, no entanto dizer que o LE e LR para as ligas de Al 1100 não é sensível a pequenas variações no tamanho dos reforços.

-Dureza Brinell

A definição mais geral diz que dureza é uma medida da resistência à deformação que no caso dos metais seria a deformação plástica. Os valores medidos nos materiais extrudados revelam exatamente isso e assim reforçam a idéia de que as partículas de SiC aumentam resistência mecânica do material por impedirem a movimentação de discordâncias. Verifica-se ainda no gráfico da figura IV.4.5 que após um tratamento

térmico de 4h a 400 °C houve uma diminuição dos valores de dureza para as duas amostras. Isso pode ser explicado pela diminuição do número de subcontornos de grãos, ou seja, pela recristalização que estaria se completando. Pode-se também observar na mesma figura que as durezas para os extrudados contendo partículas mais finas foi maior e isso poderia ser explicado pelo fato destas fornecerem um maior número de barreiras para as discordâncias.

A medida de dureza não foi maior para os extrudados com partículas menores (série II) muito provavelmente devido à existência de muitos aglomerados nesses materiais o que estaria diminuindo o efeito destas partículas de maneira mais dispersa atuando tanto como barreiras para discordâncias como refinadores de grãos por causarem maiores deformações na matriz durante a extrusão.

Em resumo, pode-se dizer que devido ao fato dos extrudados não estarem recristalizados os resultados das propriedades mecânicas sofreram alterações e impediram uma correta quantificação dos valores de LE e LR sendo que pra se solucionar isso tratamentos de recozimento deveria ter sido feitos. Esses tratamentos não foram feitos porque julgava-se que esses extrudados apresentariam microestruturas completamente recristalizadas como apresenta a mesma liga fabricada por M/L.

V.4- CONSIDERAÇÕES FINAIS

A idéia de se utilizar um pó não ligado foi para se evitar, ou melhor, minimisar o efeito de partículas de outras fases na caracterização do compósito extrudado de modo a se ver mais claramente o efeito das partículas de SiC sobre as propriedades destes compósitos.

Quando se pensa num processamento em escala industrial desses compósitos deve-se levar em conta a periculosidade de se manipular o pó de alumínio muito fino (como no caso presente), pois o mesmo apresenta alta piroforicidade. Esse em contato com água apresenta uma oxidação explosiva ja que a camada de óxido que recobre as

partículas é muito fina permitindo trocas gasosas e reações exotérmicas com o oxigênio presente na água. Deve-se também evitar a formação de nuvens de pó, pois além de poder acarretar problemas respiratórios, uma descarga elétrica qualquer faz com que essa piroforicidade se manifeste de forma explosiva o que pode ser catastrófico quando se manipula grandes quantidades de pós.

Verifica-se pela figura IV.2.1 que o material extrudado apresenta a caneca que foi juntamente extrudada na forma de uma casca. Essa casca diminui o rendimento do processo e pode ser retirada por usinagem o que aumenta o custo da produção. No entanto, no caso de se desejar uma estrutura formada de dois metais diferentes, pode-se deixar essa casca e mesmo estudar varios tipos de cascas adequadas a diferentes usos, como por exemplo, uma casca mais resistente à corrosão. Ainda nessa mesma figura parte (b) verifica-se que o tamanho do descarte é relativamente grande (aprox. 20% do container de partida) e isso se fez propositalmente para se evitar efeitos de heterogeneidades e ainda tomou-se o cuidado de não se utilizar também a extremidade do extrudado devido ao mesmo problema. No entanto, a nível de produção industrial, tais volumes de descartes seriam inaceitáveis e fica como sugestão para estudos futuros uma otimização do rendimento na extrusão.

VI- CONCLUSÕES

- O processo de extrusão das misturas de pós de Al e SiC não conseguiu por si só obter um produto com 100% da densidade teórica devido a presença de pequenas porosidades no interior de aglomerados de partículas do reforço.
- Os compósitos no estado como-extrudado não se apresentaram totalmente recristalizados e contêm grande porcentagem, mas não quantificada, de subgrãos em suas microestruturas.
- A presença das partículas de SiC homogeneiza a deformação ao longo da secção transversal da barra, fazendo com que os tamanhos de subgrãos formados tendam a ser iguais ao longo dessa secção com o aumento da fração volumétrica de SiC.
- As propriedades mecânicas (LE, LR) destes compósitos como extrudados apresentaram valores superiores às do alumínio 1100, produzido via M/L, devido principalmente à presença das partículas de SiC ao fato de não estarem totalmente recristalizados.

Sugestões para estudos futuros:

- Parâmetros que influenciam na homogeneidade da distribuição de partículas do reforço determinando a quantidade de aglomerados de SiC que por sua vez influenciam muito as características mecânicas desses materiais. Tais parâmetros seriam processos de misturas dos pós, relação ótima entre tamanho das partículas do pó do reforço e da matriz.
- Estudos do processo de extrusão dos pós; quais variáveis poderiam ser modificadas pra se obter extrudados com distribuição de reforços mais homogênea, tais como, extrusão direta ou inversa, forma da matriz que determinaria a forma como o material escoia na extrusão, diferentes graus de redução, diferentes temperaturas e redução (ou mesmo eliminação) da cápsula que termina por encarecer o produto.
- Medição dos módulos de elasticidade a quente e a frio desses compósitos

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- Kelly, A. **Structure and Properties of Composites**. , VCH Publishers Inc. Basel, v.13 (vol. editor Chou, T.W.), cap.1, p.3, 1993. (Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment, ed. Cahn, R.W., Haasen, P., Kramer, E.J.).
- 2.- Kelly, A. Composite Principles. in: Fatigue and Creep of Composite Materials, (3rd RISØ), Roskilde, Denmark, 1982. **Proceedings**. ed. H. Lilholt et al., p.51-61.
- 3.- Chawla, K.K. **Compostie Materials : Science and Engineering**, New York, Spring Verlag, 1987, p.3 (Materials Research and Engineering, ed.B.Ilchner, N.J.Grant).
- 4.- Chawla, K.K. **ibid 1.**, cap.4, p.121-182.
- 5.- Rack, H.J. Fabrication of High Performance Powder-Metallurgy Aluminium Matrix Composites. in: **Metal-Matrix Composites**. Vienna, UNIDO, 1990, p.80-91, (Advances in Material Technology: Monitor, v.17).
- 6.-Chawla, K.K. **ibid 3.** cap.6, p.102-133.
- 7.-Bacon, M. Metal Matrix Composites - Engineeing Materials Solutions. **Materials Edge**, p.33 - 41, July/August -1989.
- 8.- Hunt Jr., W.H. A Perspective on the Development of Metal Matrix Composites, Meeting of the Detroit Section of The Metallurgical Socitey, mach/1988.
- 9.- Millière, C.; Suery, M. Frabrication and Properties of Metal Matrix Composites Based on SiC Fibre Reinforced Aluminium Alloys. **Materials Science and Technology**, v.4, p.41-51, 1988.
- 10.- Kubel Jr., E.J. Reinforced Polymer Composites on the Move. **Advanced Materials & Processes**, n.5, p.29-36, 1988.
- 11.- Watts, A.A. Commercial Opportunities for Advanced Composites. in: **ASTM Special Technical Publication 704**, p.6-43, 1980.
- 12.- Arimond, J.; Ayles, W.R. Phenolics Creep up on Engine Applications, **Advanced Materials & Processes**, n.6, p.34-37, 1993.

- 13.- Moseley, J.D., Nowak, R.M. **Engineering Thermoplastics: Materials for the Future**, Chemical Engineering Progress, junho-1981.
- 14.- Newaz, G.M. **ibid 1. cap.3 (Polymer Matrix Composites)**, p.89-120
- 15.- Harris, B. **Engineering Composite Materials**, Publ. The Institute of Metals, p.1-13, 1986.
- 16.- Fantozzi, G.; Olagnon, C. **ibid 1. cap.5 (Ceramic Matrix Composites)**, p.183-238.
- 17.- Cornie, J.A., Mortensen, A., Field, F., Stokes, S. Technical and Commercial Implications of Solidification Processing and Pressure Infiltration Casting Technology for Fiber Reinforced Metal Composites, in: **INNOVATIONS IN MATERIALS - APPLICATION IN THE TRANSPORTATION INDUSTRIES**, Turin, **Proceedings**, june-1989.
- 18.- Corso, S.; Costa, A. Sintering Procedures for Aluminium P/M Parts and Metallographic Examination During the Process. **Powder Metallurgy**, n.3, p.171-176, 1976.
- 19.- Hunt, M. Aluminum Composites Como of Age. **Materials Engineering**, p.37-40, janeiro-1989.
- 20.- Wu, Y.; Lavernia, E. Spray-Atomized and Codeposited 6061 Al/SiCp Composites, **Journal of Metals**, p.16-23, agosto-1991.
- 21.- Mortensen, A.; Cornie, J.A.; Flemings, M.C. Solidification Processing of Metal Matrix Composites, **Journal of Metals**, v.40, n.2, p.12-19, 1988.
- 22.- German, R. **Powder Metallurgy - Principles and Applications**, New York, MPIF , 1984, cap.1, p.-6.
- 23.- Carney, T.J.; Tsakiropoulos, P.; Watts, J.F.; Castle, J.E. Oxidation and Surface Segregation in Rapidly Solidified Al Alloy Powders, **International Journal of Rapid Solidification**, v.5, p.189-217, 1990.

- 24.- Fredei, M.C.; Alarcon, E.E.; Klein, A.N. Componentes de Al Sinterizado: -Tecnologia de Fabricação e Caracterização Mecânico-Microestrutural. in: CBECIMAT, 9, Águas de São Pedro-SP, 1990. **Anais**. v.1.
- 25.- Neubing, H.C.; Jangg, G.; Sintering of Aluminium Parts: The State of-the-Art. **Metal Powder Report**; maio-1987, v.42, p.38-42
- 26.- Cohrt, H., Muller, U. Entwicklung Endkonturnaher Bauteile Aus Pulvermetallurgisch Hergestellten Leichtmetallmatrix Verbundwerkstoffen. **Powder Metallurgy International**, v.22, n.6, p.43-46, 1990.
- 27.- Roberts, P.R., Ferguson, B.L.; Extrusion of Metal Powders. **International Materials Reviews**, v.36, n.2, p.62-79, 1991.
- 28.- Hunt Jr, W.H.; Osman, T.M.; Lewandowski, J.J. Microstructure - Property Relationships for an Al/SiC Composites With Diferent Deformation Histories. in: FABRICATION OF PARTICULATES REINFORCED METAL COMPOSITES, ASM International Conference, **Proceedings**. Montreal. setembro -1990.
- 29.- Suryanarayana, C.; Froes, S.F.H.; Krishnamurthy, S.; Kim, Y.W. Development of Light Alooy's by Rapid Solidification Processing, **International Journal of Powder Metallurgy**, v.26, n.2, p.117-129, 1990.
- 30.- Yoshimura, H.N.; Goldenstein, H.; Gonçalves, M. Produção e Características de Materiais Compósitos de Matriz Metálica Al/SiC Obtidos Por Extrusão de Pós. in: CONGRESSO ANUAL, 46, São Paulo, 1991. **Anais**. São Paulo, ABM, 1991.v.4, p.709-730.
- 31.- Baumgarten, J.; Arnhold, V. Dispersion Strengthened Aluminium Extrusions. **Powder Metallurgy International**, v.17, p.58 14, 1985.
- 32.- Brusethaug, S.; Reiso, O. Extrusion of SiC Reinforced Al-Alloys. in: Metal Matrix Composites: Processing, Microstructure and Properties (12th RISØ), Roskilde, Denmark, 1991. **Proceedings**. ed. N. Hansen et al., p.247-255.

- 33.- Jokinen,A. Extrusion of High-Strength Aluminium P/M Alloys and Composites. In: MODERN DEVELOPMENTS IN POWDER METALLURGY, 1988, **Proceedings**. MPIF/APMI, Orlando, Florida, EUA, coord. P.U.Gummeson, D.A. Gustafson. v.19, p.547-563.
- 34.- Couper, M.J., Lee, M.J., Haynes III, T.G., Greliche, D. Extruded Properties of Metal Matrix Composites, in: 4TH INTERNATIONAL ALUMINUM EXTRUSION TECHNOLOGY SEMINAR, Chicago-USA, 19-22 May, 1992, **Proceedings**, The Aluminum Association, p.217-228.
- 35.- Yoshimura, H.N. Produção e Caracterização de Compósitos de Matriz de Al Reforçado com Partículas de SiC Obtidospor Extrusão de Pós, Dissertação de Mestrado apresentada a Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 1994.
- 36.- Morgan, J.T., Gegel, H.L., Doraivelu, S.M., Matson, L.E., Martorell, I.A., Thomas Jr., J.F. Consolidation of Metalworking Preforms of X7091 (CT-91) Aluminum Powder. in: HIGH-STRENGTH POWDER METALLURGY ALUMINUM ALLOYS, **Proceedings**, 1982, ed. Koczack,M.J. e Hildeman,G.J., AIME Publication, p.193-206.
- 37.- Fujiwara,C. **Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Carbide Particulate Reinforced Aluminium Alloys**, Dissertação de Mestrado apresentada no Massachusetts Institute of Technology (USA), 1986.
- 38.- Bardal,A., Høier, R. Interfaces in Cast Al-SiC Composites - Effects of Alloying Elements and Oxide Layers; **ibid 24**. p.205-210.
- 39.- Benjamin,J.S.; Bomford,M.J. Dispersion Strengthened Aluminum Made by Mechanical Alloying. **Metallurgical Transactions A**, v.8A, p.1301-1305, 1977.
- 40.- Dermarkar,S. Les composite a Matrice Aluminium: Developpements et Perspectives. **Memoire et Etudes Scientifiques de la Revue de Metallurgie**, v.87 ,n.10 , 1990, p.593-598.
- 41.- Laue, K., Stenger, H. - Extrusion - Processes, Machinery, Tooling, AMS Editors, Ohio- EUA, 1981, p.124-152.

- 42.- King, T.J.; Mc Gregor, H.K.; Misiolek, W.Z.; Wright, R.N. Physical Modeling of Microstructure Response in Aluminum Extrusion. **ibid** **34**. p.377-383.
- 43.- Gonçalves, M. Processamento, Caracterização e Propriedades Básicas de Pós de Ligas de Al Consolidados por Extrusão. **ibid** **24**, v.1, p.371-374.
- 44.- Johnsen, T.E.; Selnaes, T.D. Elastic Modulus Measurements in Metal Matrix Composites. in: *Fundamental Relationships Between Microstructure & Mechanical Properties of Metal-Matrix Composites*, ed.P.K.Liaw e M.N. Gungor, The Minerals, Metals & Materials Society, 1990, p.557-564.
- 45.- Fan, Z., Tsakiroopoulos, P., Miodownik, A.P. Prediction of Young's modulus of Particulates Two Phase Composites, **Materials Science and Technology**, v.8, 1992, p.922-929.
- 46.- Jeong, H., Hsu, D.K., Shannon, R.E., Liaw, P.K. Characterization of Anisotropic Elastic Constants of Silicon Carbide Particulate Reinforced Aluminum Metal Matrix Composites: Part I e II, **Metallurgical and Material Transactions A**, v.25A, p.799-819, 1994.
- 47.- Norma ASTM E 494-75
- 48.- Taya, M., Lulay, K.E., Lloyd, D.J. Strengthening of a Particulate Metal Matrix Composite by Quenching, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.39, n.1, p.73-87, 1991.
- 49.- Prangnell, P.B.; Downes, T.; Stobbs, W.M.; Withers, P.J., The Defformation of Discontinuously Reinforced MMCs-I. The Initial Yielding Behaviour, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.42, n.10, p.3425-3436, 1994.
- 50- Xu, X.Q., Watt, D.F. Basic Role of a Hard Particles in a Metal Metrix Subjected to Tensile Loading, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.42, n.11, p.3717-3729, 1994.
- 51.- Sarkar, J. Aspects of Strengthening and Work Hardening in Part'culate Metal Matrix Composites, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.32, n.1, p.37-42, 1995.
- 52.- Wu, Y., Lavernia, E.J. Strenghtening Behavior of Particulate Reinforced MMCs. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.27, n.2, p.173-178, 1992.

- 53.- Pilling, J., Ridley, N. **Superplasticity in Crystalline Solids**, The Institute of Metals, 1989, p.1-47.
- 54.- Pilling,J. Superplasticity in Aluminum Base Metal Matrix Composites, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.23, p.1375-1380, 1989.
- 55.- Cui,Z., Zhong,W., Bao,J., Zhan,P., Liu,Y. Superplastic Behavior at High Strain Rate of Warm-Rolled 2618A Commercial Aluminum Alloy, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.31, n.10, p.1311-1315, 1994.
- 56.- Azari, H.N.; Murty, G.S.; Upadhyaya, G.S. Superplastic Behavior of Thermomechanically Treated P/M 7091 Aluminum Alloy, **Metallurgical and Material Transactions A**, v.25A, p.2153-2160, 1994.
- 57.- Wei,Z., Zhang,B., Wang,Y. Microstructure and Superplasticity in a Stir-Cast SiCp/2024 Aluminum Composite, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.30, n.11, p.1367-1372, 1994.
- 58.- Brockenbrough,J.R.; Zok,F.W. On the Role of Particle Cracking in Flow and Fracture of Metal Matrix Composites, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.43, n.1, p.11-20, 1995.
- 59.- Hunt Jr.,W.H.; Richmond,O.; Young,R.D. Fracture Initiation in Particle Hardened Materials With High Volume Fraction, in: 6th ICCM & ECCM, v.2, ed. F.L. Matthews et alli, Elsevier Publ., 1987, p.2209-2223.
- 60.-Finot, M., Shen, Y.L., Needleman, A., Suresh, S. Micromechanical Modeling of Reinforcement Fracture in Particle-Reinforced Metal-Matrix Composites, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.25A, p.2403-2420, 1994.
- 61.- Lienkamp,M. Comment on "The Ultimate Tensile Strength of Metal and Ceramic -Matrix Composites, M.Y.He, A.G.Evans, W.A. Curtin, *Acta Metall Mater* 41, 871-878 (1993)"; **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.31, n.12, p.1755-1756, 1994.
- 62.- Taya, M., Mori,T. Modeling of Thermal Cycling Damage in Metal Matrix Composites, **ibid.**59, p.2104- 2111.

- 63.- Nieh,T.G., Leuser,D.R., Syn,C.K. Tensile and Fatigue Properties of a 25% vol. SiC Particulate Reinforced 6090 Al Composite at 300C, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.32, n.5, p.707-712, 1995.
- 64.- Jones,R.H.; Henager Jr.,C.H.; Trzaskoma,P.P.; Stoloff,N.S.; Moffat,T.P.; Lichter,B.D. Environmental Effects on Advanced Materials. **Journal of Metals**, p.18-30, dezembro-1988.
- 65.- Turnbull,A. Review of Corrosion Studies on Aluminum Metal Matrix Composites, **British Corrosion Journal**, v.27, n.1, p.27-34, 1992.
- 66.- Harris,S.J.; Morgan,P.C. The Electrochemical Corrosion of Aluminum Based MMC's. in: INTERFACIAL PHENOMENA IN COMPOSITE MATERIALS'91, Leuven, Bélgica, setembro-1991, **Proceedings**, Publ. Butterworth Heinemann, ed. Ignaas Verpoest et al., p.225-226, 1992.
- 67.- Busch,W.B.; Suthoff,B. Electron Beam and Friction Weolding of Metal Matrix Composites. in: DEVELOPMENTS IN THE SCIENCE AND TECHNOLOGY OF COMPOSITE MATERIALS, (6th ECCM- European Conference on Composite Materials), setembro-1993, Bordeaux-FR, ed. A.R.Bunsell et alli, Woodhead Publishing Limited, p.545-551, 1993.
- 68.- Bushby, R.; Scott, V.; Trumper, R. Joining Aluminium-Based Composites Using Alloys Interlayers, **ibid 67**. p.651-656.
- 69.- Bacroix,B.; Jonas,J.J. The Influence of Temperature on Deformation Textures in fcc Metals, in: Proceedings ICOTOM 8, ed. J.S. Kallend et all. (TMS, Warrendale), 1988, p.403-429.
- 70.- Mondolfo, L.F., **Aluminum Alloys - Structures and Properties**, Butterworths & Co. Publishers, 1976, p.185-199.
- 71.- Jensen,D.J., Liu,Y.L., Hansen,N. Hot Extrusion of Al-SiC. Textures and Microstructures, **ibid 24**. p.417-422.

- 72.- Bowen,A.W.; Ardakani,M.; Humphreys,F.J. The Effect of Particle Size and Volume Fraction on Deformation and Recrystallisation Textures in Al-SiC Metal Matrix Composites. **Ibid** 32. p.241-246.
- 73.- Henshall,G.A., Kassner,M.F., McQueen: Dynamic Restauration Mechanisms in Al-5.8% at. Mg Deformed to Large Strains in the Solute Drag Regime. **Metallurgical Transactions A**, v.23A, p.881-889, 1992.
- 74.- Yamagata, H. Microstructural Evolution of Single Crystalline Aluminum During Multipeak Stress Oscilation at 623K, **Scripta Metallurgica et Materialia**, 1992, v.27, n.9, p.1157-1160.
- 75.- Ren, B., Morris, J.G. Microstructure and Texture Evolution of Al During Hot and Cold Rolling, **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.26A, p.31-40, 1995.
- 76.- Humphreys, F.J. Nucleation of Recrystallization at Second Phase Particles in Deformed Aluminum, **Acta Metallurgica et Materialia**, v.25, p.1323-44, 1977.
- 77.- Humphreys, F.J., Recrystallization Mecanisms inTwo Phase Alloys, **Metal Science**, v.13, p.136-145, 1979.
- 78.- Doherty, R.D., Martin, J.A. The Effect of a Dispersed Second Phase on the Recrystalization of Aluminum-Cooper Alooys. **International Journal of Metals**, v.91, p.332-338, 1963.
- 79.- Humphreys, F.J.; Miller, W.S.; Djazeb,M.R. Microstructural Development During Thermomechanical Processing of Particulate Metal Matrix Composites. **Material Science & Technology**, v.6, p.1157-1166, 1990.
- 80.- Porte, L. Photoemission Spectroscopy Study of the Al/SiC Interface. **Journal of Applied Physics**; n.60, 1986, p.635-638.
- 81.- Arsenault, R.J. Interfaces in Metal Matrix Composites. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.18, p.1131-1134, 1984.
- 82.- Suganuma,K. Interfaces in β -SiC whiskers/6061 Aluminum Composites, **Journal of Materiais Research**, v.8, n.10, p.2569-2576, 1993.

- 83.- Dignard-Bayley,L.M.; Malis,T.F.; Boyd,J.D.; Embury,J.D. Characterization of Interfaces in Metal Matrix Composites. in: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCED STRUCTURAL MATERIALS, Montreal-1988, **Proceedings**, v.9, ed. D.S.Wilkinso, Pergamon Press, 1989, p.87-95.
- 84.- Martins, M.M., Silva Filho, J. Origem Comportamento dos Carbetos no Alumínio, in: II Seminário da Inds. do Alumínio, publicação ABM, 1988, p.357-382.
- 85.- Sritharan,T.; Xia,K., Heathcock,J. Mihelich,J. Matrix Reinforcement Development for Aluminium-Base Composites, in: Metal & Ceramic Matrix Composites: Processing, Modeling & Mechanical Behavior, Anaheim, California, 1990, **Proceedings**, TMS, Warrendale, ed.R.B.Bhagat et al., p.13-22.
- 86.- Barlow,C.Y.; Liu,Y.L.; Hansen,N. The Influence of Whisker Coating on the Mechanical Properties of an Aluminium-Based MMC. **ibid** **66**. p.178-181.
- 87.- Han, N.; Interfacial Structure and Fracture of Aluminium Alloy A356-SiC Particle Metal Matrix Composites. **Materials Science and Technology**, v.8, p.184-187, 1992.
- 88.- Breivik,T.R., Pettersen,K., Calorimetry and Wettability Testing to Evaluate the Effect of Surface Oxidation of SiC Particles in Production of Al-PMMC, **ibid.66**. p.190-193.
- 89.- Man, C.F.; Mummery, P.M.; Derby, B.; Jenkins, M.L. The Influence of Magnesium Segregation on the Fracture of Silicon Carbide Particle-Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites, **ibid. 66**. p.182-185.
- 90.- Arsenault, R.J., Fisher, R.M. Microstructure of Fiber and Particulate SiC in 6061 Aluminum Composites, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v.17, p.67-71, 1983.
- 91.- Girard, C. - Frottement Interieur D'origine Thermique de Composites a Matrice Base Aluminium: Etude Experimentale et Simulation Numerique, Tése de doutorado apresentada no INSA de Lyon, 1994.

- 92.- Ho, S.; Saigal, A. Three-Dimensional Modeling of Thermal Residual Stresses and Mechanical Behavior of Cast SiC/Al Particulate Composites. **Acta Metallurgica et Materialia**, v.42, n.10, p.3253-3262, 1994.
- 93.- Begg, A.R., Dolowy, J.F. Applications For Metal Matrix Composites, **ibid.** 32 p.220- 224
- 94.- Millan Jr., P.P. Applications of High-Temperature Powder Metal Aluminum Alloys to Small Gas Turbines, in: HIGH-STRENGTH POWDER METALLURGY ALUMINUM ALLOYS, ed. Koczack, M.J. e Hildeman , G.J.; The Metallurgical Society of AIME Publication, 1982, p.225-235.
- 95.- Ruffles, C. Applications of Advanced Composites in Gas Turbine Aero Engines. in: 9th ICCM (International Conference on Composite Materials), **Proceedings** , Madrid, 2-16 July, Zaragoza University, 1993, ed. Antonio Miravete, v.1, p.123-130.
- 96- Froes, F.H. Synthesis of Metallic Materials for Demanding Aerospace Applications Using Powder Metallurgy Techniques. in: 2nd MPIF (P/M in Aerospace and Defence Technologies Symposium), Tampa-(EUA), 4-6 março 1991.
- 97.- Niskanen, P. Mohn, W.R. Versatile Metal-Matrix Composites, **Advanced Materials & Processes**, n.3, p.39-41, 1988.
- 98- Geiger, A.L.; Walker, J.A. The Processing and Properties of Discontinuously Reinforced Metal Matrix Composites, **Journal of Metals**, p.8-15, agosto-1991.
- 99.- Froes, F.H. Dispersion Strengthened Aluminum Alloys, **Metal Powder Report**, p.342-348, maio-1988.
- 100.- Geiger, A.L., Jackson,M. Low-Expansion MMC's Boost Avionics, **Advanced Materials & Processes**, n.7, p.23-30, 1989.
- 101.- Adkins, N.J.E.; Norman, A.F.; Tsakirooulos, P. Specimen Preparation for TEM Studies of Rapidly Solidified Powders. **International Journal of Rapid Solidification**, v.6, p.77-86, 1991.

- 102- Metals Handboool, 10 ed., v.2, Properties and Selection: Non Ferrous Alloys and Special-Purpose Materials, p.62-122.
- 103.- Guia Técnico do Alumínio - Extrusão, ed. ABAL- Associação Brasileira do Alumínio, 1990, p.41.
- 104.- Metals Handbook, 10 ed., v.9, Metallography and Microstructures, p.351-388 (Aluminum Alloys)
- 105- Lewandowski,J.J., Liu,C., Hunt Jr,W.H., Microstructural Effects on the Fracture Micromechanics in 7XXX Al P/M- SiC Particulate Metal Matrix Composites, in: Processing and Properties for Powder Metallurgy Composites, Denver, Colorado, 1987. Proceedings TMS/AIME, ed. P.Kumar, K.Vedula, A.Ritter, p.117-137
- 106- Simielli,E.A., Plaut, R.L., Padilha,A.F., Influence of Heating Time on the Recrystallization of Two Aluminium Alloys, **Zeitschrift Fur Metallkunde**, v.78, p.770-776, 1987.
- 107.- **ibid.** 70, p.199.
- 108.- Driver, J.H., Juul Jensen, D., Hansen, N. - Large Strain Deformation Structures in Aluminium Crystals with Rolling Textures Orientations, **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 42, n.9, p.3105-3114, 1994.
- 109.- Dieter, G.E. **Mechanical Metallurgy**, McGraw-Hill ed., New York, 1976, p.220-230.
- 110.- Davies, C.H.J.; Raghunathan, N.; Sheppard, T. Structure-Property Relationships of SiC Reinforced Advanced Al-Zn-Mg-Cu Alloy. **Material Science and Technology**, v.8, p.977-984, 1992.