

CMMs EM DESTAQUE

Desenvolvimento de compósitos de matriz metálica

Francisco Ambrozio Filho
Hélio Goldenstein
Marcelo Gonçalves
Jesuado Luiz Rossi
Roberto Martins de Souza
Humberto Naoyuki Yoshimura

Os materiais compósitos de matriz metálica (CMMs) vêm atraindo, crescentemente, a atenção da comunidade de materiais nos últimos anos. Na Cidade Universitária em São Paulo, três laboratórios pertencentes a diferentes instituições vêm, em um esforço conjunto, produzindo e caracterizando compósitos de matriz metálica por diferentes rotas de fabricação. Duas rotas em particular foram mais bem exploradas: fabricação por metalurgia do pó e fabricação por solidificação. Neste artigo descrevem-se alguns dos resultados obtidos neste sentido. A tecnologia de produção, por metalurgia do pó e extrusão, de barras de compósitos de matriz de alumínio reforçadas com partículas de SiC_p , já dominada pelos três laboratórios, é descrita. São apresentados alguns resultados recentes de caracterização de materiais produzidos por esta rota. Descreve-se ainda um equipamento de infiltração de pré-formados cerâmicos por metal líquido a médias pressões, bem como alguns resultados de infiltração de pré-formados de SiC_p por ligas Zn-Al realizados com este equipamento. Finalizando, discutem-se as perspectivas futuras para o trabalho em CMMs na Cidade Universitária, incluindo a introdução da tecnologia de conformação por spray.

Materiais compósitos de matriz metálica (CMMs)¹ têm atraído a atenção de inúmeros grupos de pesquisa no Brasil. Estes materiais aparecem em todas as listas de "Novos Materiais" e de "Materiais Estratégicos". Este interesse tem origem na promessa dos CMMs de permitir o projeto de materiais com novas propriedades, superiores às propriedades dos componentes tomados isoladamente. Em particular, os CMMs permitiram a obtenção de propriedades específicas (razão entre o valor absoluto de uma propriedade e a densidade do material) mais altas do que os materiais de engenharia convencionais. Entendem-se aqui como "compósitos" os materiais estruturais fabricados artificialmente pela combinação de dois ou mais componentes fisicamente distintos, produzidos de forma a permitir o controle da dispersão de um componente junto ao outro (ou outros).

Os primeiros compósitos de matriz metálica produzidos industrialmente foram os *cermets*, em particular os *cermets* de metal duro (carboneto de tungstênio) para ferramentas de corte, desenvolvidos inicialmente pela Krupp nos anos 20 e produzidos por metalurgia do pó^[1]. O trabalho experimental com materiais compósitos de matriz metálica desenvolveu-se muito na década de 60; os fundamentos da teoria de compósitos reforçados por fibras originaram-se em trabalhos desta época, como por exemplo o de Kelly e Davies, 1965^[2].

Na Cidade Universitária existe uma tradição de pesquisa na produção de *cermets* remontando ao antigo Departamento de Metalurgia Nuclear do IEA, atual IPEN-CNEN, onde foi desenvolvida a tecnologia de produção de briquetes de alumínio contendo uma dispersão de até 50 % de U_3O_8 por metalurgia do pó. Com este material, já em 1965 foi ali produzido o combustível do reator Argonauta, instalado no IEN na Ilha do Fundão, Rio de Janeiro

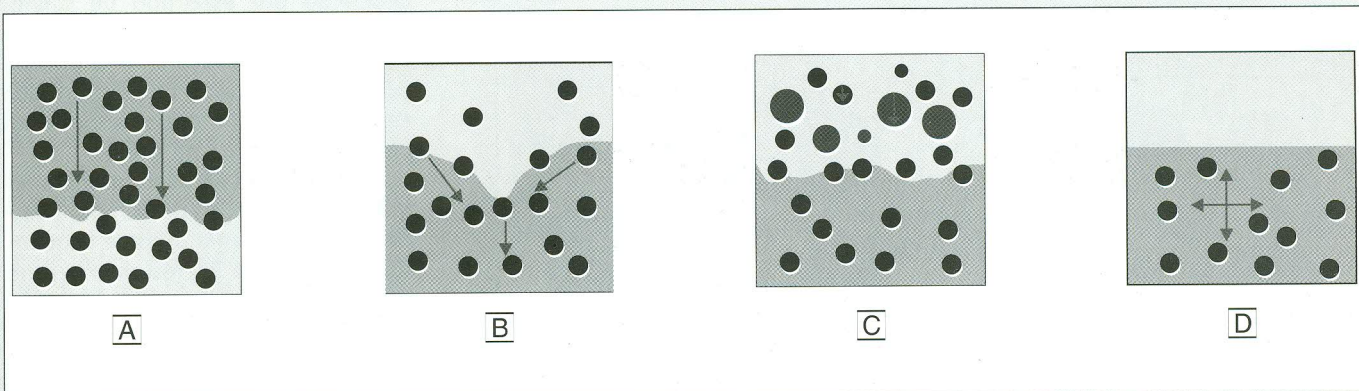
ro^[4-6]. A partir de 1990, pesquisadores do IPEN-CNEN, da EPUSP e do IPT, o "Grupo de CMM", aproveitando-se da existência de facilidades semi-industriais no campus, em particular uma prensa vertical de extrusão de 1500 t e uma estação de atomização de pós metálicos no IPT, passaram a desenvolver projetos envolvendo a produção e a caracterização de CMMs com matrizes de ligas de Al, reforçados por partículas de SiC_p . Estas atividades devem se intensificar a partir deste ano com a implantação do Centro de Processamento de Pós Metálicos e Cerâmicos no IPEN-CNEN e com a operação regular do equipamento de infiltração de pré-formados por metal líquido na EPUSP.

MÉTODOS DE FABRICAÇÃO

De uma forma geral, os processos de fabricação de materiais compósitos de matriz metálica podem ser divididos em duas categorias: processos com fase líquida e processos em estado sólido. Os principais processos com fase líquida, caracterizando-se pelo fato de a matriz metálica ficar parcial ou integralmente líquida em pelo menos uma das etapas, estão esquematizados na Figura 1^[7]. A presença de um dos componentes no estado líquido, em geral, garante um melhor contato interfacial e uma melhor ligação entre a matriz e o reforço mas, por outro lado, se não controlado corretamente, pode levar a reações químicas que degradam o reforço ou permitem o aparecimento de fase frágil na interface.

Existem vários tipos de processos de infiltração^[8], sendo que em todos eles (Figura 1a), o metal líquido penetra ou é injetado pelos interstícios de uma estrutura porosa de reforço, a qual recebe o nome de pré-formado. Em sistemas onde o metal líquido "molha" o pré-formado, a infiltração é obtida naturalmente, valendo-se apenas das forças de capilaridade. Quan-

Figura 1 - Esquema dos processos de fabricação de compósitos de matriz metálica com fase líquida [7]



do isso não é possível, um diferencial de pressão é criado para forçar a entrada da matriz no pré-formado^[8].

A principal vantagem dos processos de infiltração é possibilitar a obtenção de peças com formas próximas à final, o que minimiza as operações secundárias. Além disso, estes processos permitem uma grande versatilidade na combinação dos materiais da matriz e do reforço e, principalmente nos casos onde uma pressão alta (cerca de 100 MPa) é aplicada ao metal líquido, garantem boas características microestruturais ao produto final. Por outro lado, a necessidade do pré-formado ser auto-suportado antes da infiltração praticamente força que os componentes do pré-formado (fibras ou partículas) tenham contato entre si, o que se traduz em uma dificuldade para se obter baixas frações volumétricas de reforço. Paralelamente, nos casos onde se utilizam altas pressões, o investimento em equipamentos e ferramental é elevado e o esforço aplicado por vezes causa a quebra ou compressão do pré-formado, levando a variações de fração volumétrica ao longo da matriz. Nos casos onde se utilizam pressões menores (de 1 a 7 MPa), a solidificação por vezes é lenta e muitas vezes não ocorre nucleação do sólido na interface líquido-reforço^[9], podendo levar a reações na interface e ao aparecimento de fases frágeis.

O processo de dispersão do reforço na matriz metálica (Figura 1b), também chamado de "compocasting" ou processo vortex^[9,14], constitui-se na mistura de metal líquido com partículas sólidas, seguida da solidificação do conjunto. Durante o processamento, a mistura é agitada continuamente, en-

quanto as partículas são gradualmente adicionadas. Devido à, em geral, má molhabilidade do reforço pelo metal líquido, a função da agitação é a de induzir uma molhabilidade forçada entre os dois componentes. A principal vantagem deste processo é a capacidade de produção em grandes quantidades a baixo custo, mas, por outro lado, apresenta os inconvenientes de frequentemente causar o aparecimento de heterogeneidades microestruturais, principalmente devido ao arraste das partículas pela frente de solidificação. Além disso, o tempo prolongado de contato entre a matriz e o reforço pode levar ao aparecimento de reações na interface.

Nos processos de conformação por *spray*, gotas de metal líquido são

projetadas em direção a um substrato, como indicado na Figura 1c. Nestes casos, o material compósito é obtido alimentando-se o *spray* com partículas de reforço, que são arrastadas e igualmente passam a incidir sobre o substrato. A incorporação do reforço na matriz é efetivada principalmente pela energia cinética da movimentação das gotas em um processo onde são possíveis altas velocidades de produção (0,2-2,0 kg/s). Como vantagem adicional, tem-se a solidificação rápida da matriz levando a uma microestrutura fina, com baixo teor de óxidos e com pouca ou nenhuma reação na interface. Por outro lado, na conformação por *spray* se obtêm peças com formas próximas à final somente em geometrias simples e os

Figura 2 - Sequência de fabricação de CMM por metalurgia do pó

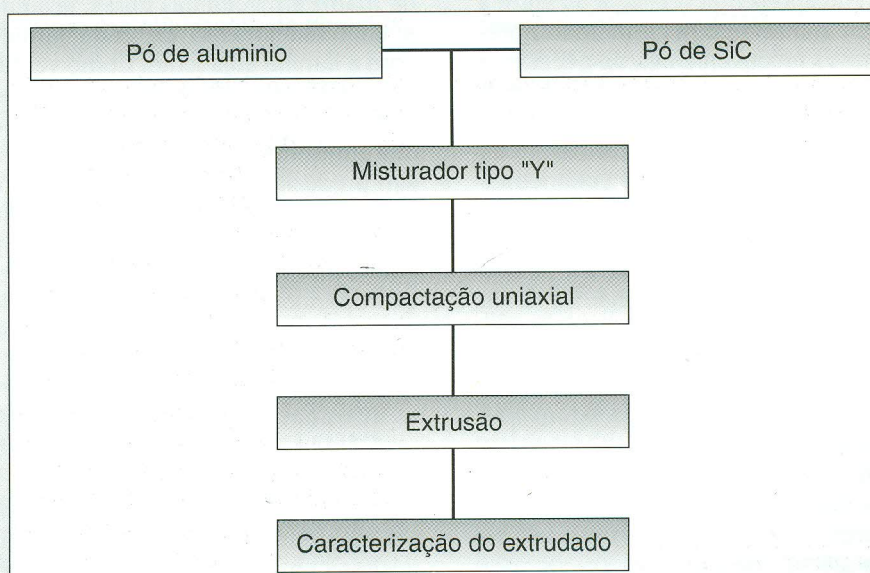
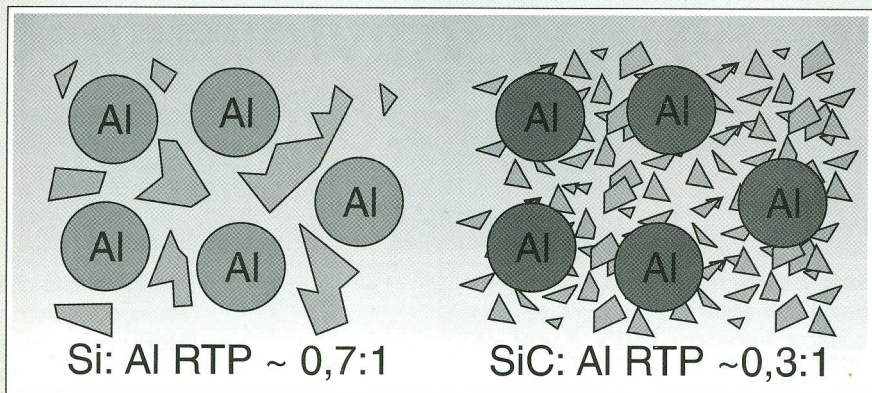


Figura 3 - Influência do tamanho relativo das partículas de Al e SiC na morfologia



materiais obtidos podem apresentar porosidades e distribuição de partículas por vezes heterogênea. Estas limitações podem, no entanto, ser minimizadas ou eliminadas através de um processamento secundário.

Um quarto método de fabricação de compósitos com fase líquida está esquematizado na Figura 1d. Estes processos recebem o nome genérico de reativos ou de fabricação *in situ*, sendo que o processo principal é a solidificação direcional de eutéticos^[10]. Tomando-se o caso genérico de uma liga binária em cuja composição eutética a solidificação se dá na forma de uma estrutura alinhada de duas fases, se a fração volumétrica de uma das fases for suficientemente baixa (cerca de 5%), a morfologia de solidificação pode se dar na forma de fibras, ao invés da clássica forma de lâminas alternadas. Apesar da vantagem de apresentar boa ligação entre a matriz e o reforço, este método apresenta os inconvenientes de necessitar de taxas de crescimento muito baixas para garantir bom controle microestrutural, além de apresentar restrições quanto ao tipo e à fração volumétrica do reforço.

Contrapondo-se às técnicas com fase líquida, nos métodos em estado sólido, a matriz metálica não se funde em nenhuma das etapas de processamento. Neste caso, merecem destaque as técnicas de metalurgia do pó e as de ligação por difusão. A fabricação de compósitos por metalurgia do pó normalmente segue as etapas de mistura das partículas da matriz com o reforço, compactação (uniaxial ou isostática), desgaseificação e, por último, a consolidação a alta tempera-

tura, que pode ser obtida, por exemplo, por extrusão ou por "Hot Isostatic Pressing" (HIP). Estas técnicas permitem o controle da fração volumétrica de reforços em uma faixa relativamente ampla e uma boa homogeneidade de distribuição dos reforços. A técnica de metalurgia do pó tem, no entanto, o inconveniente de ter um maior custo de produção e de necessitar frequentemente de processamento secundário para obtenção de peças na forma desejada.

Igualmente, um método em estado sólido, no processo de ligação por difusão ("diffusion bonding"), camadas alternadas de fibras contínuas e lâminas metálicas são inicialmente empilhadas, de forma a se obter uma estrutura com determinadas orientações e frações volumétricas de fibras. Posteriormente, o conjunto é compactado a quente, provocando o "escoamento" da matriz em volta das fibras, levando a um caldeamento de cada lâmina com a lâmina adjacente. Como vantagens para este processo temos a elevada direcionalidade das propriedades apresentada pelos compósitos assim produzidos. Por outro lado, o processo é lento, de alto custo, apresenta problemas para se obter alta fração volumétrica de reforço e pode ser acompanhado do aparecimento de uma significativa camada reagida na interface.

ESTÁGIO ATUAL DA PESQUISA DE CMMS PELO GRUPO DA CIDADE UNIVERSITÁRIA

Grande parte dos desenvolvimentos realizados são relativos aos compósitos com matriz de alumínio reforçados por partículas de SiC, prepara-

dos por metalurgia do pó. Inicia-se a descrição por este tipo de CMM; a seguir, descrevem-se os desenvolvimentos na infiltração de pré-formas por metal líquido e, finalmente, apresentam-se alguns dados sobre outros desenvolvimentos na área.

A sequência de experimentos adotada na preparação de compósitos Al/SiC por metalurgia do pó é esquematizada na Figura 2. Nestes experimentos utilizou-se como matéria prima pós de Al-1100 e SiCp[11,12]. Verificou-se como uma primeira característica importante no processamento por esta técnica, a relação tamanho de partícula do pó de alumínio/tamanho de partícula de SiC (RTP Al:SiC). Quanto maior a relação RTP Al:SiC, maior a aglomeração de partículas de SiC e conseqüente heterogeneidade da microestrutura. A Figura 3 mostra esquematicamente a influência que teria o uso de partículas de tamanho diferentes para o Al e o SiC. A aglomeração de SiC é também dependente de sua fração volumétrica, ou seja, aumenta com o aumento da quantidade de SiC. A conseqüência direta da existência de aglomerados é o aumento da porosidade do extrudado, verificado sistematicamente com o aumento da fração volumétrica de SiC.

Os pós de Al e SiC foram misturados em misturador em Y por 4 horas, seguido de compactação com pressão de cerca de 100 MPa em cápsulas de Al 6063. Este procedimento é diferente em relação à desgaseificação a vácuo (3.10-5mbar) à temperatura de 500°C que normalmente é utilizado para retirada de umidade e gases. Estes gases podem se manifestar como bolhas de gases em tratamento de solubilização e/ou trabalho a altas temperaturas. Não foram observados efeitos quanto a este aspecto sobre as características dos materiais extrudados, a não ser pela porosidade resultante de aglomerados, já discutida. Outros trabalhos neste sentido poderão reforçar e confirmar os resultados obtidos até o momento.

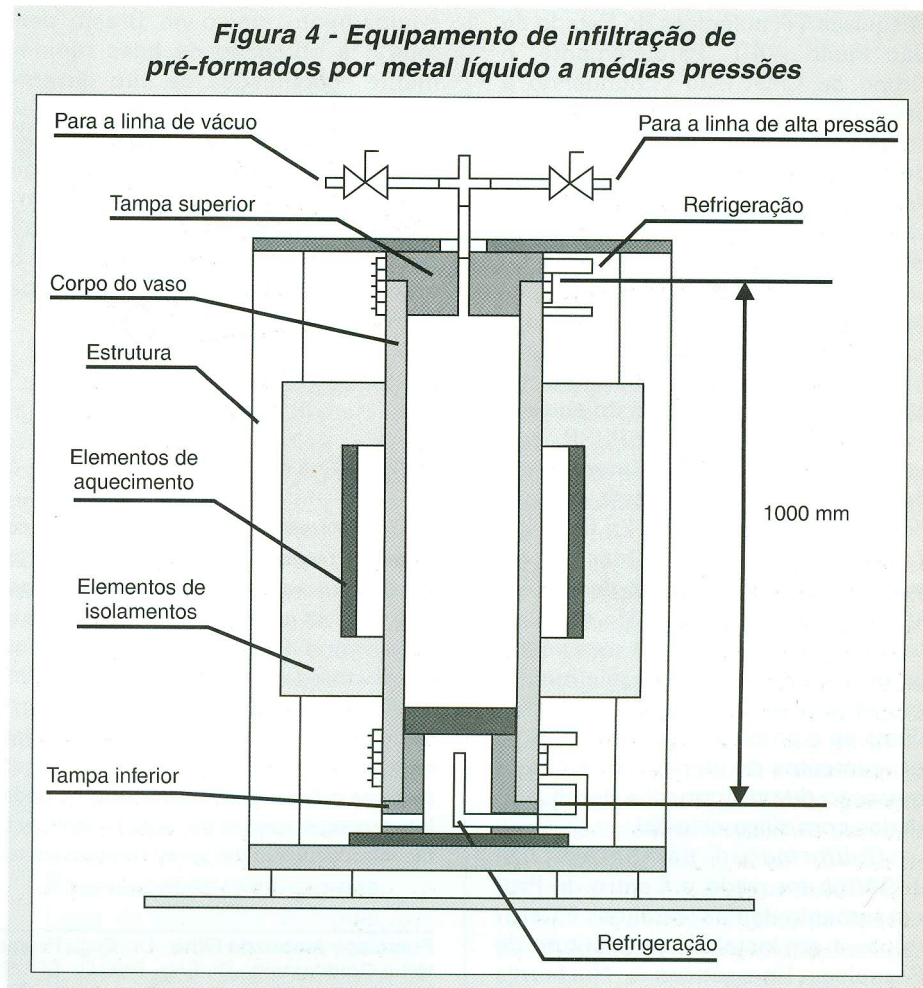
A extrusão foi realizada em uma prensa vertical de 1.500 t. O pré-aquecimento para extrusão foi realizado à temperatura de cerca de 450°C por cerca de 3 horas, com sistema de aquecimento da ferramenta mantendo-a em temperatura de 220°C. Utilizaram-se duas relações de extrusão, de 48:1 e 17:1. A relação de extrusão

também influencia a homogeneidade da microestrutura, sendo maior a homogeneidade para maiores relações de extrusão. Assim, para mesmas frações volumétricas de SiC e RTP Al: SiC quanto maior o grau de redução, menor a quantidade de aglomerados observados. Após a extrusão, as barras eram usinadas para a retirada da camada externa e determinadas as propriedades mecânicas em ensaios de tração e dureza. Os resultados obtidos mostraram que a resistência mecânica (LE limite de escoamento, LR limite de resistência e dureza) aumentou e a ductilidade (alongamento e estricção) diminuiu com o aumento da fração volumétrica de SiC.

Compósitos manufacturados com a liga Al 6063 foram submetidos a tratamento térmico de envelhecimento, mostrando que a cinética de envelhecimento não se altera com a presença de partículas de SiC, tanto para envelhecimento natural como para envelhecimento artificial a 175°C. Compósitos envelhecidos naturalmente com a liga Al 6063 apresentaram o mesmo efeito endurecedor do SiC em função da fração volumétrica de SiC, sendo a dureza, LE e LR, maiores do que a das ligas Al 1100.

Para a produção de CMMs por infiltração optou-se por utilizar um processo de infiltração a baixas ou médias pressões. Para isto, foi construído no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP um equipamento simplificado, conceitualmente semelhante ao processo PIC[8], onde a infiltração é exercida através de pressão de gás nitrogênio engarrafado. Neste equipamento, esquematizado na Figura 4, tanto o pré-formado como o metal a ser fundido estão contidos em um cadinho no interior de uma retorta de aço inoxidável centrifugado, que, por sua vez, está rodeada de elementos de resistência que aquecem todo o conjunto. O aquecimento até a temperatura de fusão é feito sob vácuo de bomba mecânica (10-1 mm Hg) e, em seguida, é efetuada a infiltração, utilizando pressões de até 7 MPa de N₂ (ou argônio).

As dimensões das amostras produzidas permitem a usinagem de corpos de prova de tração ASTM E-28. A temperatura alcançada pela retorta permite a fusão de ligas de Zn, Al, Mg e até de alguns latões e bronzes. Até o momento, foram realizados experi-



mentos de infiltração de fibras de sílica aluminosas (Fiberfrax) e de partículas de SiC, bem como experimentos com pré-formados ligados com sílica, de ambos os tipos de reforço. As matrizes estudadas até o momento foram ligas Zn-Al (Zamak 5) e Al-Si eutético. Em todos os casos obtve-se um material isento de porosidades, 100% infiltrado.

No caso das partículas de SiC, a fração volumétrica de reforço é fixa, dada pelo empacotamento do leito fixo, ao passo que no caso de fibras a fração volumétrica pode variar com o grau de compactação das fibras.

Embora não se produzam ainda CMMs conformados por *spray*, dois dos autores (J. L. R. e F. A. F.) vêm realizando um trabalho de caracterização de CMM de Al produzidos na Alemanha por esta técnica[13], preparando-se para a implantação do processo "Osprey" no IPEN-CNEN. É importante lembrar que, além das linhas de pesquisa atuais dos autores, descritas acima, o grupo liderado pelo Dr. L. V. Ramanathan, no IPEN-CNEN, tem

realizado regularmente experimentos de produção de CMMs, utilizando um equipamento do tipo "vortex" ou "compocasting"[14].

PERSPECTIVAS FUTURAS

Áreas de atuação nas quais este Grupo deverá dedicar esforços para o desenvolvimento de CMMs:

Barras extrudadas. Como resultado das pesquisas realizadas nas três instituições existe, atualmente, uma tecnologia bem estabelecida de produção de barras de material composto de ligas leves extrudadas a partir de pré-formados obtidos por metalurgia do pó. Estas barras extrudadas são obtidas em perfis redondos com diâmetros típicos de 15 a 31 mm e comprimentos de até 4 m. Estes materiais podem ter matrizes de Al 1100, 2124 e 6061, e frações volumétricas de SiC de 0 a 20%. Estas barras podem ser usadas como material de partida para a fabricação de peças, podendo hoje ser fornecidas a interessados, para fins de pesquisa e desenvolvimento, pelo Instituto de

Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT. Paralelamente, o Grupo de CMM está continuando a pesquisa visando a aperfeiçoamentos do processo. Em particular, pretende-se estudar variáveis de mistura dos pós, o efeito de diferentes técnicas de desgaseificação, prensagem isostática a quente, efeito da relação de extrusão e produção de perfis diretamente por extrusão, entre outros.

Infiltração de pré-formados por metal líquido. Uma vez terminada a etapa atual de teste e calibração do equipamento de infiltração da EPUSP, pretende-se realizar experimentos de produção de CMM de matriz de ligas de Al, bem como ligas de Zn (ZA 12 e ZA 24), reforçadas com fibras de carbono, visando a aplicações de interesse tribológico (mancais). No momento, estão sendo realizadas experiências de produção de fases intermetálicas *in situ*, pela infiltração reativa de fibras ou arames de Ni por Al líquido e experimentos de preparação e caracterização de pré-formados de SiCp ligados com sílica coloidal.

Conformação por spray. Em 1994 foi aprovado o Centro de Processamento de Pós Metálicos e Cerâmicos a ser instalado no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN/CNEN - SP. Neste Centro, financiado pelo PADCT, está prevista a aquisição de uma planta de conformação por *spray*. A aquisição deste

equipamento, único no Brasil, permitirá: a obtenção de ligas rapidamente solidificadas de alto desempenho para uso em pistões de motores a explosão; ligas altamente ligadas; aço rápido com alto carbono ou ferro fundido com alto Cr para cilindros de laminadores, e outros. Este equipamento também permitirá a obtenção de materiais compósitos

de matriz metálica pela co-deposição do reforço.

¹Existe ainda uma certa confusão a respeito da melhor terminologia em português. Os autores aceitam o termo "compósito" e não "conjugado" para traduzir o termo em inglês "composite", uma vez que compósito é uma palavra latina usada na França, Espanha e Portugal. No Brasil, "compósito" é usada na engenharia naval desde o século XIX para designar navios com casco de material compósito, ou seja, madeira e metal.

ABSTRACT

The interest of the Brazilian scientific community in metal matrix composites (MMCs) has largely increased in the past few years. At the Cidade Universitaria in São Paulo, three different laboratories are producing and characterizing metal matrix composites by different fabrication routes, in an united effort. Two routes in particular have been better explored: powder metallurgy and fabrication via solidification. Some results regarding these processing routes are discussed in this article. The production technology of metal matrix composite bars reinforced with SiC_p, via powder metallurgy and extrusion, and already developed by the three laboratories, is described. Some recent characterization results of materials produced by this route are presented. An equipment for liquid metal infiltration of ceramic preform at medium pressure is described; as well as some of SiCp preform infiltrated by Zn-Al alloys. Finally, the future perspectives of the work on MMCs at the Cidade Universitaria are discussed, including the introduction of the spray compaction technology.

Francisco Ambrozio Filho - Dr. Eng., Pesquisador IPEN-CNEN/SP
Hélio Goldenstein - Dr. Eng., Prof. Dr. EPUSP
Marcelo Gonçalves - Ph.D., Pesquisador IPT do Estado de São Paulo
Jesualdo Luiz Rossi - Ph.D., Pesquisador IPEN-CNEN/SP
Roberto Martins de Souza - Eng., Pós-graduando EPUSP
Humberto Naoyuki Yoshimura - M. Eng., Pós-graduando EPUSP
Os autores são sócios da ABM.

Referências Bibliográficas

- [1] TINKLEPAUGH, J. R. & CRANDALL, W. B. **Cermets**. Reinhold, New York, 1960.
- [2] KELLY, A. & DAVIES, G. J. The principle of the fibre reinforcement of metals. **Metal. Rev.**, 1965, 10: 1-77.
- [3] HARRIS, B. Engineering Composite Materials. **The Institute of Metals**, 1986, p. 15-7.
- [4] BEDWELL, R. M.; HAYDT, H. M.; FREITAS, C. T.; SOUZA SANTOS, T. D. Nota preliminar sobre propriedades e estruturas de dispersões de U₃O₈-Al. **Boletim da ABM**, nº 84, set. 1964, 20:567-76.
- [5] SOUZA SANTOS, T. D.; HAYDT, H. M.; FREITAS, C. T. Fabricação de elementos combustíveis para o reator Argonauta do Instituto de Engenharia Nuclear. **Metalurgia ABM**, nº 90, maio 1965, 21:369-76.
- [6] ABRAÃO, M. A. S.; AMBROZIO FILHO, F. Análise de variáveis do processo de fabricação de placas com núcleos de dispersões de Al-U₃O₈. **Metalurgia ABM**, nº 146, jan. 1970, 26:37.
- [7] MORTENSEN, A.; MICHAUD, V.; FLEMINGS, M. C. Pressure infiltration processing of reinforced aluminum. **JOM**, n. 45, Jan. 1993, p. 36-43.
- [8] MARTINS, R. & GOLDENSTEIN, H. Equipamento de laboratório para infiltração de pré-formados cerâmicos por metais líquidos utilizando-se médias pressões. **49º Cong. Intern. de Tec. Metalúrgica e de Materiais - ABM**, São Paulo, 9-4 out. 1994, vol. 9, p. 411.
- [9] MORTENSEN, A. & JIN, I. Solidification processing of metal matrix composites. **Intern. Mat. Rev.**, n. 37, 1985, p. 85-96.
- [10] McLEAN, M. *Directionally solidified materials for high temperature service*. **The Metals Society, Book 296**, London, 1983.
- [11] MOURISCO, A. J. *Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó*. Dissertação de Mestrado, **IPEN-CNEN/USP**, 1995.
- [12] YOSHIMURA, H. N. *Produção e caracterização de compósitos de matriz de Al reforçada com partículas de SiC obtidos por extrusão de pós*. Dissertação de Mestrado, **EPUSP**, 1994.
- [13] GOMES, E. G.; ROSSI, J. L.; AMBROZIO FILHO, F. Planta de conformação por "spray" - uma tecnologia disponível. **50º Congresso Anual da ABM**, 01 a 04 de ago., São Pedro, 1995.
- [14] RAMANATHAN, L. V. & NUNES, P. C. R. Effect of particle pretreatment and matrix composition on interfacial structure and corrosion behaviour of Al-based MMCs. **Internat. Symp. on Control of Interfaces in Metal and Ceramic Composites. TMS Annual Meeting**, EUA, 1994.