

IPEN/DOC = 1942

ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO DO COMPOSITO Al/SiCp (1)

Aroldo J. Mourisco (2)
 Fulvio Siciliano Jr. (3)
 Marcelo Gonçalves (4)
 Francisco Ambrósio Filho (5)

RESUMO

Este trabalho faz um estudo comparativo entre os comportamentos de recristalização de Al comercialmente puro e do compositos Al/SiC, contendo 15% em volume de partículas de SiC (SiCp) e obtidos por Metalurgia do Pó. Em ambos os casos o material particulado foi consolidado por extrusão a quente.

Após a consolidação, os materiais foram deformados por laminação a frio utilizando-se três graus de redução (10, 30 e 50%) e, a seguir, foram tratados termicamente em duas temperaturas (300 e 450°C) e por tempos diferentes.

Os resultados mostraram que os materiais compositos apresentaram cinéticas de recristalização aceleradas em relação ao alumínio sem reforço. Tal resultado é atribuído ao efeito acelerador da recristalização resultante da presença de partículas grandes (> 5 µm) de SiC na matriz de alumínio.

-
- (1) - Trabalho apresentado no Seminário Sobre Metalurgia Física e Tratamentos Térmicos - CONFIT/ABM em setembro de 1992 em São Paulo.
- (2) - Eng. Metalurgista, aluno de pós-graduação do IPEN/CNEN.
- (3) - Membro da ABM, Eng. Metalurgista, aluno de pós-graduação da EPUSP/CBMM.
- (4) - Membro da ABM, Eng. Metalurgista, Mestre Eng. Met., Ph.D., Pesquisador do Laboratório de Transformação Mecânica do IPT, Professor Convocado do Curso de Pós-Graduação da EPUSP e Prof. da Escola de Eng. da Universidade Mackenzie.
- (5) - Membro da ABM, Eng. Metalurgista, Mestre Eng. Met., Doutor Eng. Met., Pesquisador da Divisão de Metalurgia do IPEN/CNEN, Professor Convocado do Curso de Pós-Graduação da EPUSP e Professor da FEI.

Seminário sobre Metalurgia Física e

Tratamentos Térmicos São Paulo, SP,

setembro 1992. p. 327 - 344

327

1.- INTRODUÇÃO

1.1.- MATERIAIS COMPOSITOS

Os compostos são materiais onde se tem uma matriz que pode ser metálica (como no presente estudo), cerâmica ou polimérica, contendo em seu interior um outro material atuando como reforço.

Os materiais de reforço mais usados são os cerâmicos e metálicos nas formas de fibras, whiskers ou partículas.

Os Compositos de Matriz Metálica (CMM) têm recebido nos últimos anos bastante atenção devido à melhoria de propriedades mecânicas em relação às respectivas ligas convencionais monolíticas, tais como, rigidez (medida pelo Módulo de Young) e resistência específica (resistência / densidade), tanto à temperatura ambiente como em temperaturas mais elevadas (200-400 °C). Dentre os CMM's um dos mais estudados são os de matriz de Al reforçados com carboneto de silício (Al/SiC). Suas principais aplicações são estruturais nas indústrias automobilística (platedas e bieles), aeronáutica, de materiais esportivos, ópticas, etc.

Os processos de obtenção dos mesmos são bastante variados, tais como, por Metalurgia do Pó (M/P), "Comocasting", "Squeeze-Casting", Infiltração, etc.(1)

Uma das vantagens dos CMM reforçados por partículas é que eles podem ser manufaturados na forma de tarugos e então processados termomecanicamente para se obter um produto final de maneira similar aos produzidos convencionalmente. Desta forma, é de grande importância o estudo da deformação e da restauração desses materiais.

O objetivo deste trabalho é estudar como as partículas de SiC influenciam na recristalização dos materiais estudados.

1.2.- RECRISTALIZAÇÃO DE METAIS CONTENDO PARTICULAS INDEFORMÁVEIS

Sabe-se que para o mesmo grau de deformação, um metal com dispersão de partículas apresenta maior densidade de discordâncias em relação ao mesmo metal no estado monofásico (2,3,4,5,6). Em ligas contendo partículas, os parâmetros mais relevantes que influenciam a recristalização são: grau de deformação, tamanho e espaçamento das partículas.

1.2.1.- EFEITO DO TAMANHO DAS PARTICULAS

Em metais com dispersão de partículas grosseiras (usualmente maiores do que 1 µm) ocorre maior encurvamento em redor das mesmas durante a deformação (figura-1.), implicando em regiões favoráveis à ocorrência da nucleação de recristalização. Isto se deve às altas diferenças de orientação no reticulado cristalino (figura-2), características destas regiões (4). Partículas pequenas (usualmente menores do que 0.1 micron) promovem maior homogeneidade de distribuição de defeitos na matriz além de reduzir as diferenças de orientação entre as células de deformação.(5,8)

Experiências feitas com ligas Cu-Ag (7) contendo dispersão grosseira de precipitados de sílica mostraram que a dispersão de precipitados acelerou a recristalização para vários graus de deformação, sendo que para graus de deformação da ordem de 70% e menores este efeito é bem pronunciado. Para graus de deformação da ordem de 90% o efeito de partículas mostrou-se irrelevante devido ao grande número de sítios de nucleação para recristalização originados devido à alta deformação imposta ao material.

1.2.2.- EFEITO DO ESPAÇAMENTO INTERPARTICULAS

O efeito da distância entre precipitados, estudado em ligas Al-CuAlz mostrou que espaçamentos interpartículas

maiores do que 3 microns causaram aceleração na recristalização (6). No entanto, verifica-se a existência de uma distância mínima entre precipitados abaixo da qual os subcontornos são imobilizados antes de migrarem o suficiente para aumentar sua energia e mobilidade dificultando a nucleação (8); além disso, partículas com espaçamento estreito dificultam o crescimento dos núcleos e o crescimento de grão.

Podemos, portanto, agrupar resumidamente os fatores tamanho e espaçamento de partículas, de duas maneiras principais que são de interesse para este trabalho.

A.) - Partículas grossas largamente espacadas, onde a recristalização é acelerada.

B.) - Partículas finas (menores do que 0.1 microns) e espaçamento estreito que causam forte inibição da recristalização e do crescimento de grão.

I.2.3.- COMPOSITOS Al/SiC

Uma das diferenças fundamentais entre os compostos contendo reforços na forma de partículas e suas respectivas ligas monolíticas, fabricadas por metalurgia convencional, é o significativo maior número de partículas indeformáveis que tem o primeiro (10 - 20% em volume, contra 0-2% em volume) Para partículas do tamanho e quantidades encontradas nos CMM a relaxação plástica provoca o aparecimento de regiões próximas às partículas rotacionadas com relação ao restante da matriz, resultando nas chamadas zonas de deformação. Rotações em regiões dentro destas zonas em polícrístais, estão relacionadas com a deformação e os sistemas de escurregamento ativos na matriz. (9)

Experiências feitas por extrusão a quente de pó de alumínio AA 1050 e misturado com várias frações de SiCp (2-35% vol. de SiC de diâmetro médio variando de 1 a 100 microns) e segundas de deformação a frio, mostraram que os CMM's assim produzidos apresentaram altas taxas iniciais de

endurecimento por deformação e que a tensão de deformação tendia a se saturar para baixas deformações. (9) Ainda nestas experiências, amostras contendo 18% vol. de SiC e diâmetro médio de 3 microns, recristalizaram entre 250 e 300 °C, mas com 35% vol. de SiC e mesmo diâmetro não recristalizaram. Concluiu-se, 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 (μm)⁻¹; portanto, quanto maior a fração volumétrica e menor o tamanho de partícula de SiC mais rápida se dá a recristalização.

Comparando-se compostos Al/SiC produzidos por metal líquido com os produzidos por M/P, vê-se que os primeiros recristalizam entre 200 e 300 °C, enquanto que os segundos entre 300 e 400 °C. Isto pode ser atribuído à presença de finas partículas de Al₂O₃ oriundas da superfície do pó de alumínio e que devem retardar o processo de recristalização. (9,10)

II.- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.

II.1.- MATERIAIS

Os materiais utilizados nas experiências foram pó de alumínio comercial puro (AA 1100) produzido pela ALCOA (MG), por atomização a gás, e carbono de silício produzido pela ENAS/CARBORUNDUM. As respectivas características granulométricas e composições químicas são apresentados na Tabela-I.

II.2.- MÉTODOS

Objetivando-se a obtenção do composto por M/P, partiu-se do pó de Al comercial puro que foi compactado num container de Al. Seguiu-se um pré-aquecimento do conjunto (container + pó) a 450 °C para subsequente extrusão em uma

Pressa vertical de 15MN no Laboratório de Transformação Mecânica do IPT usando-se uma relação de redução de 17:1. Fez-se também uma mistura do pó de Al e de SIC visando-se 15% Vol. de SIC que também foi processada da mesma forma como descrito acima.

O processamento é esquematizado na figura-3.

Foram usinados, a partir de cada barra extrudada, três amostras em forma de paralelepípedos de dimensões (10x20x50 mm), que foram deformados a frio por laminação, utilizando-se graus de redução de 10, 30 e 50%. Em seguida cada uma das seis amostras obtidas foram seccionadas utilizando-se ISOMET e tratadas termicamente em banho de sal fundido com tempos de 10, 20, 40, 60, 180, 300 e 600 segundos. As temperaturas de tratamento utilizadas foram de 300 e 450 °C.

Alinda, para estas duas temperaturas, foram tratadas amostras em banho de sal por 10h, para obtenção de estruturas totalmente recristalizadas.

As amostras foram embutidas em resina de cura a frio para observação metalográfica e foram feitas medidas de microdureza Vickers com carga de 10g.

III.- RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os materiais compostos produzidos apresentaram uma distribuição homogênea das partículas de SIC, como pode ser observado na figura 4.

Um fato a ser enfatizado é que a extrusão garante uma densificação total. Todavia, existem regiões não representativas nas quais partículas finas de SIC tendem a formar aglomerados, e nestes casos existem vazios não preenchidos por alumínio, formando porosidades observáveis no microscópio óptico e no de varredura, como mostrado na figura 5.

Embora existam áreas nas quais ocorra a formação destes aglomerados, a distribuição de partículas de SIC, de modo

geral, foi homogênea e não apresentou sinais evidentes de anisotropias mesmo considerando-se que os compostos produzidos foram extrudados usando-se uma relação de extrusão de 17:1.

No que se refere à evolução da dureza do composto em função da redução de laminação aplicada percebe-se que o mesmo tem comportamento muito similar ao do alumínio sem reforço, como mostrado na figura 6. Nesta figura pode-se notar que guardadas as diferenças de dureza devidas às partículas de SIC no composto, a evolução do encruamento é muito similar em ambas as amostras, o que pode ser uma indicação de que as partículas de SIC no composto considerado não tenham papel significativo para o caso em estudo, embora fosse de se esperar que as partículas indeformáveis de SIC tivessem uma influência no fluxo de material em sua volta, formando as chamadas "zonas de deformação". Sabe-se que nesta forma de deformação a atividade (densidade) de discordâncias é maior, devendo ser portanto, o encruamento maior também nestas regiões do que no resto da matriz.

Especulações podem ser feitas a respeito da distribuição das partículas de SIC. Para a dispersão de SIC no presente caso ($f=0,15$ e $r \sim 10 \mu m$) obtém-se um valor de espaçamento médio interpartículas de aproximadamente $50 \mu m$, o que resulta numa razão entre espaçamento e raio médio de partículas, da ordem de 5. Como se nota as fases de deformação associadas a partículas tendem a se manifestar numa região próxima às partículas, não se estendendo para muito longe delas; dada a alta razão entre espaçamento e tamanho de partículas, especula-se que a influência das zonas de deformação deve ser restrita, o que explicaria o pequeno efeito do SIC sobre a evolução do encruamento.

Nas figuras 7 a 12 são mostradas as variações de microdureza (valores médios) em relação aos tempos de

tratamento no qual deve ocorrer recristalização. As figuras estão ordenadas segundo a redução aplicada (10, 30 e 50%) e a temperatura de tratamento (300 e 450 °C). Em cada gráfico são apresentadas duas curvas, relativas às amostras com e sem SiC, para efeito de comparação.

Pode-se perceber que para os dois casos de temperatura de tratamento térmico, o aumento da redução provoca uma queda queda maior nos valores de dureza nos gráficos mostrados, tanto para os compósitos, quanto para o alumínio sem SiC. Evidentemente, isto se deve ao fato de que com o aumento da redução, e portanto, de dureza do material laminado, a variação de dureza relativa aos estados inicial encruado e final recristalizado, se torna mais evidente para os casos de reduções elevadas, em comparação às amostras de redução mais baixa, conforme observado nas curvas de dureza.

Nota-se que para maioria dos dados obtidos mostrados nas figuras 7 a 12, os materiais compósitos apresentam uma estabilização dos valores de dureza para tempos de 60 segundos. Se considerarmos que a estabilização dos valores de dureza esteja associado à recristalização completa dos materiais estudados, pode-se concluir que todas as amostras apresentam microestruturas totalmente recristalizadas muito rapidamente, usualmente em menos de 60 segundos de tratamento térmico. O efeito da temperatura de tratamento foi mais pronunciado para as reduções de 10 e 30% para ambos materiais, com e sem reforço de SiC. Para 450 °C as variações de dureza são muito menores para as duas reduções observadas acima, ao passo que se notamos a variação de durezas para as amostras deformadas a 10% de redução e tratadas a 300 °C, observamos que a queda de dureza é mais acentuada. Este fato deve estar relacionado à uma cinética de recristalização muito rápida a 450 °C em comparação à cinética a 300 °C.

Comentários similares aos apresentados acima são também aplicáveis às amostras sem SiC, cujos dados são também mostrados nas figuras 7 a 12.

Uma observação mais atenta dos resultados obtidos nos induz à constatação de que embora os compósitos tenham sempre apresentado durezas superiores às das amostras sem SiC, as variações de dureza são muito similares, para as amostras com e sem SiC. Em todos os casos examinados, as durezas atingem valores estáveis rapidamente, mostrando comportamentos similares entre os compósitos e as amostras sem reforço de SiC.

No que tange ao comportamento muito similar apresentado pelas amostras de compósito, em relação às amostras sem SiC, pode-se dizer que o efeito do SiC não tenha sido distintamente observável considerando-se o fato de que as ligas de alumínio de pureza comercial apresentarem recristalização muito rápida, principalmente após deformação a frio. Porém, somado a este fator, deve-se considerar o fator de distribuição das partículas de SiC mencionado no início desta seção. Sabe-se que o espaçamento médio interpartículas de uma dispersão de fração volumétrica "f" de partículas de raio "r" é dada por: (11)

$$\lambda = 1,25 \cdot r \cdot (2\pi / 3f)^{1/3} \quad (11)$$

Aplicando-se na equação (11) os valores específicos de $f=0,15$ e $r \sim 10\mu\text{m}$, característicos da dispersão de SiC nas amostras consideradas, obtém-se um valor médio de $\lambda = 47 \mu\text{m}$. Levando-se em conta o tamanho médio das partículas, nota-se que as partículas de SiC, em média, estão afastadas $\sim 4,7$ raios médios entre si. Assim a zona de deformação na matriz se formam durante a deformação nas vizinhanças das partículas de SiC indeformáveis, as quais deveriam atuar como sítios para o aparecimento de núcleos de

recristalização, do, devem ter uma influência pequena na recristalização destes materiais.

Tal fato também é observado por Lowe e Parker (12) onde as partículas de SIC não tiveram influência significativa na recristalização.

Uma outra informação que se pode extrair dos resultados é a de que as partículas submicroscópicas de Al_2O_3 , que devem estar presentes em todas as amostras (obtidas nos processos de consolidação de pós de alumínio), não devem provocar intenso ancoramento de contornos de grão, como seria de se esperar, pois nos casos analisados a recristalização ocorreu, sempre, rapidamente. Assim, embora se acredite que partículas de Al_2O_3 estejam presentes na microestrutura, para as condições de processamento utilizadas no presente estudo, elas não devem ter apresentado influência significativa no retardamento da recristalização nos materiais estudados.

IV - CONCLUSÕES

- 1.- O processo de consolidação por extrusão dos pós a quente é um método eficaz para a produção dos materiais estudados.
- 2.- A evolução da microdureza em função da redução mostrou comportamento semelhante para os dois materiais, apesar dos valores de microdureza atingidos pelo material com SIC serem maiores.
- 3.- As partículas de SIC não apresentaram efeito significativo na recristalização para as duas temperaturas investigadas.

V. - AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a ALCOA-SP, nas pessoas dos Engrs. Daniel Cordeliro e Jorge Camps Andreu, pela doação do pó de Al, à EMAS/CARBORUNDUM de Salto-SP pela doação do SIC, à ALCAN pela doação de liga AA6063 para confecção dos containers e ao Depto. de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Escola Politécnica da USP (EPUSP) pelo uso de seus laboratórios e demais facilidades.

VI. - BIBLIOGRAFIA

- (1).- Yoshimura, H.N., Gonçalves, M.; Goldenstein, H., "Produção e Caracterização de Materiais Compósitos de Matriz Metálica Al/SiC Obtidos por Extrusão de Pós", 46º Congresso Anual da ABM, v.4, São Paulo, 1991.
- (2).- Padilha, A.F. "Competição Entre Recuperação e Recristalização Em Uma Liga de Alumínio Contendo Dispersão de Precipitados", Dissertação de Mestrado EPUSP, 1977.
- (3).- Bowen, A.W., Ardakan, M., Humphreys, F.J. "The Effect of Particle Size and Volume Fraction on Deformation and Recrystallization Textures In Al-SiC Metal Matrix Composites", 12th Int. Symp. on Mat. Science, (1991), p.241-46.
- (4).- Humphreys, F.J. "The Nucleation of Recrystallization at Second Phase Particles In Deformed Aluminium", Acta Met., v-25 (1977) p.1323-44.
- (5).- Humphreys, F.J. "Recrystallization Mechanisms In Two Phase Alloys", Metal Science, v-13 (1979) p.136-45.
- (6).- Doherty, R.D.; Martin, J.A. "The Effect of a Dispersed Second Phase on the Recrystallization of Aluminum-Copper Alloys", J. Int. Metals, v-91 (1963), p.332-8.
- (7).- Porter, J.R., Humphreys, F.J. "Recrystallization Mechanisms at Second Phase Particles in Deformed Copper Alloys", Metal Sc., v-13 (1979), p.83-8.

- (8).- Padilha, A.F. "Encruamento, Recuperação e Recristalização de Ligas Contendo Dispersão de Precipitados", Publicação IPEN 224, São Paulo, 1989.
- (9).- Humphreys, F.J., Miller, W.S., Djuzebi, M.R. "Microstructural Development During Thermomechanical Processing of Particulate Metal-Matrix Composites", Mat.Sc. & Tech., V-6, (1990), p.1157-66.
- (10).- Kerry, M., Munroe, P., Crooky, A., Chandra, T. "A Study of the Recrystallization Behaviour of a Deformed Aluminium Composite Reinforced With Alumina Particles", 12th Rist Int. Symp. on Mat. Science, (1991) p.337-42.
- (11).- Martin, J.W. "Micromechanisms in Particle-Hardened Alloys", Cambridge University Press, 1980, p.44
- (12).- Lowe, B.J.; Parker, B.A. "The Nucleation of Recrystallization in a Silicon Carbide Particulate-Reinforced Aluminium Alloy", in: Chandra, T. RECRYSTALLIZATION '90, The Mineral, Met. & Mat. Soc., 1990, p.225-229.

TABELA 1.- Características granulométricas e composição química dos pós utilizados.

ALUMÍNIO		CARBONETO DE SILÍCIO	
Granulometria	Composição Química (%)	Granulometria	Composição Química (%)
0 - 0,6	-100 +200	3	SiC = 98,07 Si.SiO ₂ = 0,60
25 - 35	-200 +325	10	Fe = 0,18
65 - 75	-325	20	Al = 0,15
		30	Cu = 0,20
		40	
		50	

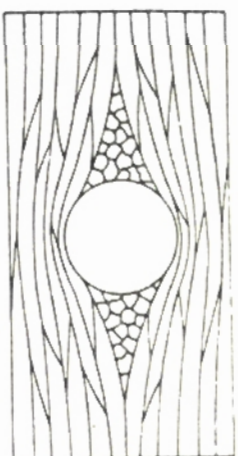


Figura 1.- Desenho esquemático de uma partícula arredondando a zona de deformação ao redor da mesma. (7)



Figura 2 Diferenças de orientação de partículas nos arredores de uma partícula (4)

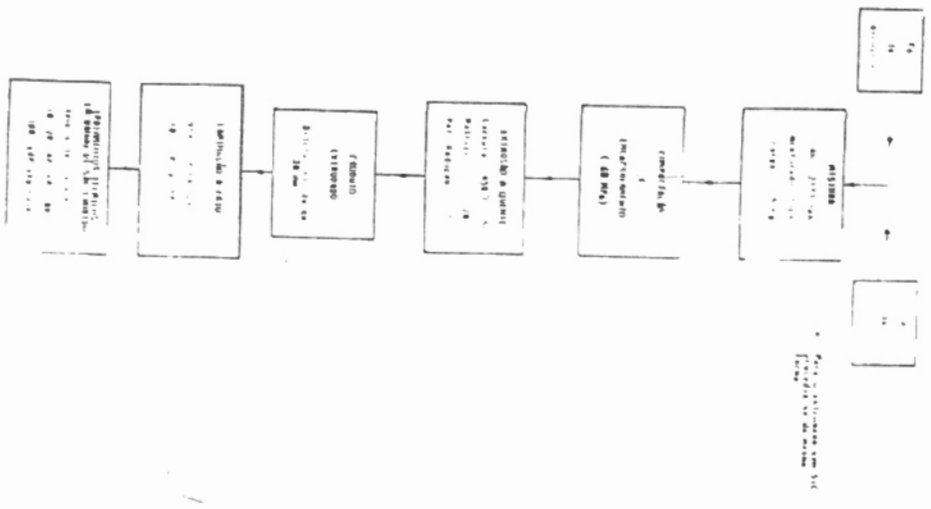


Figura 3 Fluxograma do procedimento experimental adotado neste trabalho

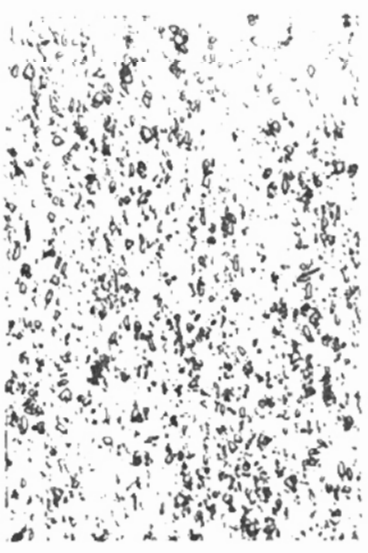


Figura 4.- Microestrutura da secção longitudinal do compósito após 50% de deformação, evidenciando alinhamento do SIC na direção de laminação.



Figura 5.- Imagem de elétrons secundários mostrando aglomerados de SIC no material após a extrusão.

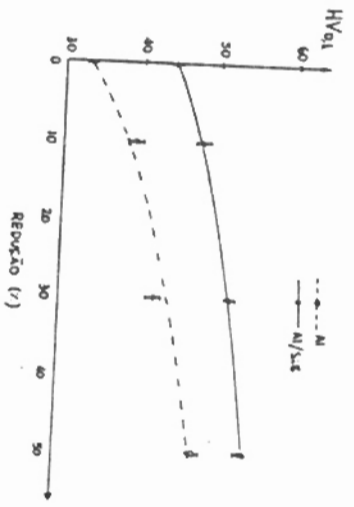


Figura 6.- Evolução da microdureza em função do grau de redução imposto na laminação.

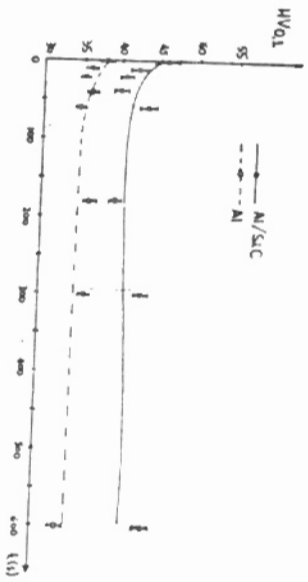


Figura 7.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 10% em função do tempo de tratamento a 300 °C.

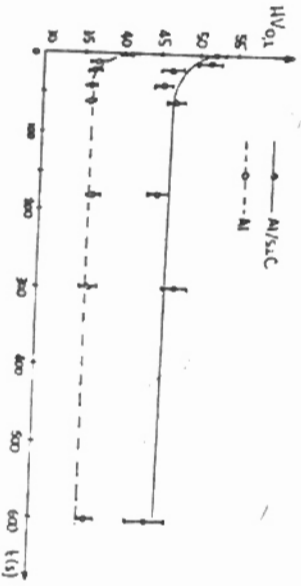


Figura 8.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 30% em função do tempo de tratamento a 300 °C.

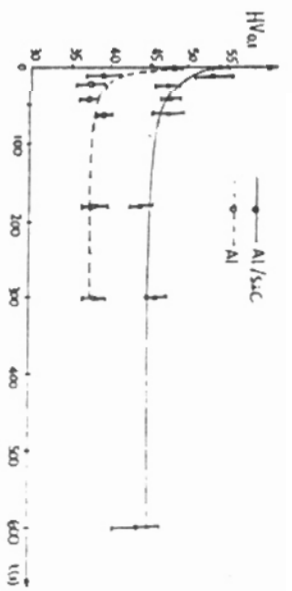


Figura 9.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 50% em função do tempo de tratamento a 300 °C.

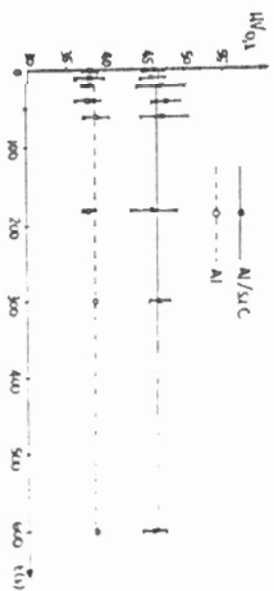


Figura 10.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 10% em função do tempo de tratamento a 450 °C.

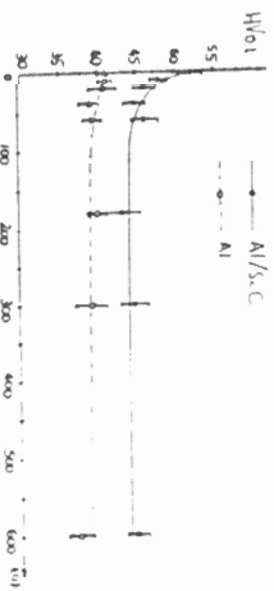


Figura 11.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 30% em função do tempo de tratamento a 450 °C.

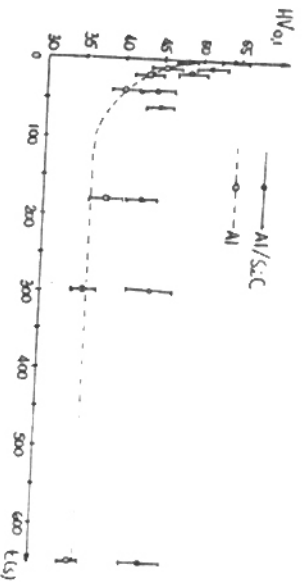


Figura 12.- Evolução da microdureza das amostras deformadas 50% em função do tempo de tratamento a 450 °C.