

PROCESSAMENTO, PROPRIEDADES E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE COMPÓSITOS Al/SiC PRODUZIDOS POR METALURGIA DO PÓ (1)

Aroldo José Mourisco (2)

Jesualdo Luiz Rossi (3)

Francisco Ambrozio Filho (4)

Panos Tsakirooulos (5)

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi a produção de materiais compósitos de matriz metálica por metalurgia do pó. O material foi produzido por extrusão a quente de pós de alumínio ASTM 1100 reforçados com carboneto de silício particulado. A fração volumétrica de reforço foi de 5 %, 10 % e 15 %. A mistura de pós homogeneizada em misturador tipo "Y" foi encapsulada em canecas de alumínio. Estas por sua vez foram seladas, aquecidas e rapidamente transferidas para uma extrusora a quente. As propriedades mecânicas tipo, limite de escoamento, limite de resistência, alongamento e dureza foram avaliadas. A densidade hidrostática após extrusão também foi medida. As amostras foram caracterizadas por metalografia óptica e microscopia eletrônica de transmissão. A influência do reforço SiC foi verificada. A caracterização microestrutural revelou a ocorrência de uma recristalização parcial durante o processo de extrusão.

Palavras chaves: metalurgia do pó, liga de alumínio, materiais compósitos.

INTRODUÇÃO

A metalurgia do pó tem algumas características específicas que a torna interessante na fabricação de materiais compósitos de matriz metálica (CMM)^{1, 2}. A preparação de pós de alumínio por atomização a gás, permite a obtenção de pós finos, um aumento na quantidade de elementos de liga adicionados e segregação minimizada. Por esta técnica, o reforço de SiC pode ser homogeneamente distribuído no compósito. O óxido de alumínio proveniente da superfície do pó age como reforço adicional. A técnica apresenta boa reprodutibilidade e grandes quantidades de reforço podem ser adicionadas (até 55 % em volume).

A presença de uma camada óxida de alumínio no pó é o inconveniente na obtenção de produtos por metalurgia do pó. Sua espessura varia de 0,01 μm a 1 μm e é muito estável à temperaturas de sinterização usadas. O processo de extrusão a quente consegue consolidar produtos a base de pós alumínio sem passar pela etapa de sinterização.

(1)- Contribuição técnica a ser apresentada no IV Seminário de Metalurgia do Pó, São Paulo, 22 - 23/11/95.

(2)- Membro da ABM, Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Doutorando, Instituto Federal de Tecnologia (EPFL), Lausanne, Suíça.

(3)- Membro da ABM, Engenheiro de Materiais, M.Sc., Ph.D., Pesquisador IPEN-CNEN/SP.

(4)- Membro da ABM, Engenheiro Metalurgista, Dr., Pesquisador IPEN-CNEN/SP.

(5)- Prof. Dr., Departamento de Ciência dos Materiais, Universidade de Surrey - Reino Unido.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O pó de alumínio ASTM 1100 usado, foi produzido por atomização gasosa. O uso de um pó de alumínio comercialmente puro permitiu o estudo do processamento, sem a interferência de elementos de liga. A distribuição granulométrica dos pós usados e as análises químicas são mostradas na Tabela 1. Amostras contendo fração volumétrica de 5 %, 10 % e 15 % de SiC foram preparadas. Uma amostra foi preparada sem reforço.

Tab. 1 Distribuição granulométrica e análise química do pó de alumínio ASTM 1100 e do SiC usados.

pó de alumínio			pó de SiC		
distribuição de tamanho de partícula		composição química	distribuição de tamanho de partícula		composição química
abaixo de (%)	tamanho maior μm	(% em peso)	abaixo de (%)	tamanho maior μm	(% em peso)
2,7	10	Fe = 0,25	6,1	3	Fe = 0,18
16,5	20	Si = 0,17	23,6	6	Cu = 0,20
37,3	30	Mg + Cu < 0,005	48,7	10	Si + SiO ₂ = 0,60
57,2	40	Al balanço	72,8	15	Al = 0,15
71,4	50		89,3	20	SiC balanço
88,8	70		98,2	30	
mediana	37		mediana	10	

Os pós foram misturados em um misturador tipo "Y" por um tempo de 4 horas que assegurou a obtenção de uma mistura homogênea. As misturas foram então compactadas em canecas de alumínio a uma pressão de 60 MPa. Esta pressão de compactação foi tirada de um levantamento da curva de compactação das misturas e do pó de alumínio, dando 85 % da densidade teórica [2], vide Fig. 1. As canecas foram seladas por tampas cônicas e aquecidas a 450 °C por 5 horas. O material foi então extrudado. O encapsulamento foi usado para diminuir a exposição da mistura ao ar, uma vez que não foi usada nenhuma atmosfera protetora durante o pré-aquecimento e também para isolar a mistura abrasiva de compósito das parede da matriz de extrusão.

A extrusão foi feita em uma prensa hidráulica vertical com capacidade 1.500 toneladas. A máxima carga usada durante a extrusão foi de 450 a 500 toneladas. A razão de extrusão foi de 17:1. O extrudado tinha a forma cilíndrica com um diâmetro de 31 mm por 1 m de comprimento.

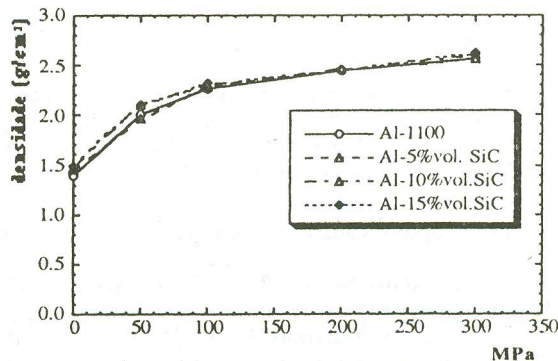


Fig. 1 Curvas de compressibilidade para as misturas e para o pó de alumínio.

As amostras para microscopia óptica foram preparadas segundo procedimentos convencionais, sendo posteriormente eletroliticamente atacadas (700 ml álcool etílico, 100 ml glicol butílico, 68 ml ácido perclórico e 100 ml água), a 1 A/cm² por 5 s.

Amostras do material extrudado foram preparadas para exame por microscopia eletrônica de transmissão. As folhas finas foram cortadas por uma serra diamantada, sendo mecanicamente afinadas em lixas de SiC até uma espessura de 100 μm . O afinamento final foi feito em solução de 650 ml de álcool metílico, 200 ml de ácido nítrico e 150 ml de água destilada, em um afinador eletrolítico a jato duplo. Amostras também foram obtidas por ultramicrotomia.

Amostras cilíndricas foram usadas na determinação da densidade hidrostática. As amostras secas foram pesadas em uma balança analítica. O volume das amostras foi determinado pelo seu peso imerso em água. A densidade das amostras foi calculada pela divisão do peso seco pelo volume.

A dureza Brinell (62,5 kgf, pré-carga de 10 kgf e esfera de 2,5 mm) foi medida no centro e nas bordas da amostra. A microdureza Vickers (carga de 20 gf) foi feita na matriz de alumínio. Estas medidas foram feitas para verificar a variação de dureza através da seção transversal.

Os corpos de prova para ensaio de tração foram menores que o padrão, sendo preparados de acordo com as recomendações da norma ASTM B557 M-81. Os corpos de prova de compósito foram testados a temperatura ambiente em uma máquina universal de ensaios, sendo que a deformação foi medida por extensômetro.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Durante a preparação metalográfica do compósito, encontrou-se com freqüência riscos na amostra causados por partículas de SiC arrancadas. Como a matriz de alumínio é muito mole, o polimento final foi conseguido por meio de polimento eletrolítico. Este procedimento também evitou erros devidos a artefatos metalográficos, nas medidas de microdureza. As amostras com maiores frações volumétricas de SiC, foram de preparação mais difícil.

A Fig. 2 mostra micrografias ópticas do compósito como extrudado. Pode ser visto nesta figura que a aglomeração de partículas de SiC aumenta com a quantidade de reforço. A aglomeração de partículas de reforço em materiais compósitos é comum e alguns procedimentos podem ser usados em ordem a minizar este problema. No caso da metalurgia do pó, é recomendado o uso de pós secos (a umidade influencia a aglomeração), usar altas razões de extrusão, usar tratamentos mecano-térmicos após a extrusão e usar mecano síntese ("mechanical alloying") [3, 4].

A microestrutura do alumínio ASTM 1100 usualmente apresenta fases intermetálicas contendo Al-Fe-Si [5]. A presença de partículas de segunda fase foi observada, podendo ser intermetálicos ou óxidos de alumínio. Amostras da matriz extrudada sem reforço, quando observadas por microscopia eletrônica de transmissão mostraram a presença de partículas com tamanhos de 0.1 μm a 0.3 μm dispersas, vide Fig. 3. Esta figura também mostra a presença de precipitados em contorno de grão e de sub-contornos. Foi encontrado uma quantidade maior de subcontornos próximo a superfície do extrudado em relação ao centro.

A Fig. 4 mostra as densidades medidas e calculadas para o material compósito. Para o cálculo da densidade teórica, valores correspondendo a 2,71 g/cm³ e 3,18 g/cm³ para o alumínio e para o SiC, respectivamente, foram usadas. Como a quantidade de óxido de alumínio não era conhecida, a densidade calculada para o alumínio deve ser menor que a real, uma vez que a densidade da Al₂O₃ é 3,8 g/cm³ [5]. A Fig. 4 mostra que as densidades medidas e calculadas são similares, entretanto as densidades medidas sempre estiveram abaixo das calculadas. Foi observado por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura, a presença de buracos no centro de aglomerados. Esta pode ser a razão da pequena diferença entre densidades.

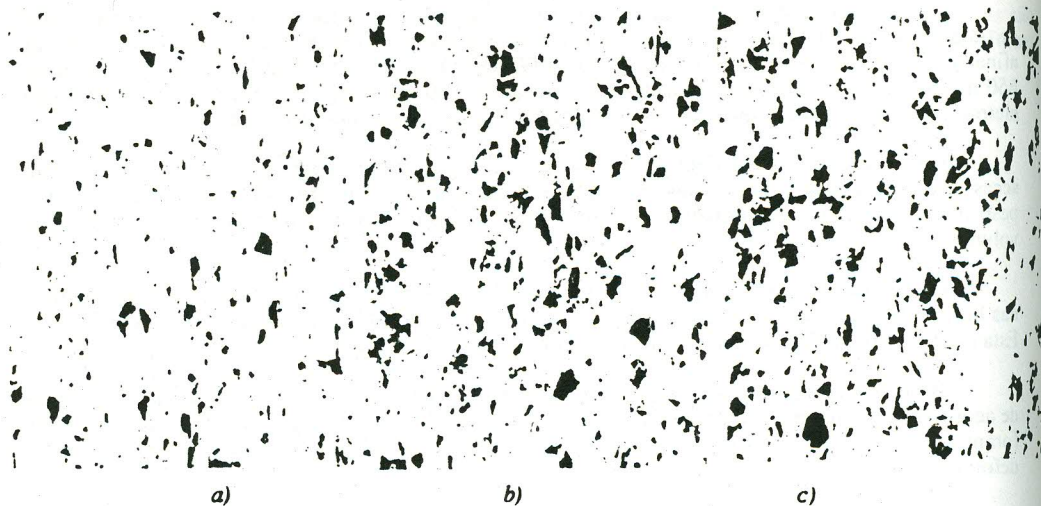


Fig. 2 Micrografias ópticas do compósito como extrudado. a) 5 % SiC. b) 10 % SiC. c) 15 % SiC.

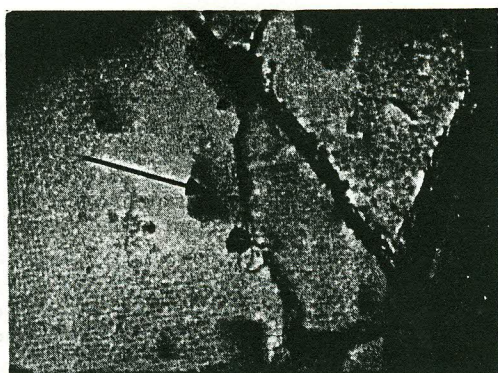


Fig. 3 Micrografias eletrônicas de transmissão mostrando a presença de partículas dispersas, precipitados em contorno de grão e subcontornos (flecha).

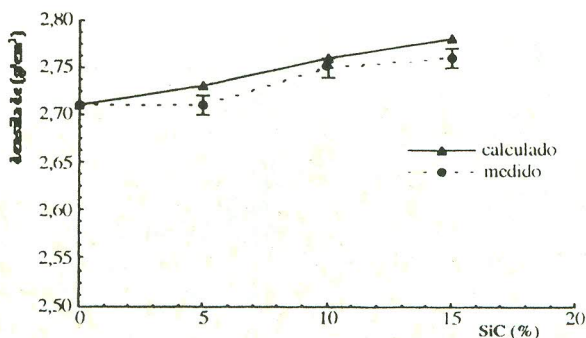


Fig. 4 Gráfico das densidades calculadas e medidas versus fração volumétrica de SiC para os compósitos.

A Tab. 2 apresenta os valores médios das medidas de dureza Brinell e Vickers obtidas no compósito em função da quantidade de SiC. As medidas foram feitas no centro, entre o centro e as bordas, e perto das bordas das amostras. Nenhuma variação significativa de dureza foi encontrada em função da localização da impressão de dureza.

Os resultados de dureza Brinell e Vickers, são similares para o compósito nas condições de extrudado e recozido. Isto é indicação de uma parcial recristalização ocorrendo durante a extrusão, como será melhor discutido depois. A dureza Brinell aumentou com a quantidade de SiC, como esperado.

A microdureza Vickers para a matriz do compósito na condição recozida foi de 36 ± 1 kgf/mm². Este valor é maior que o reportado para o mesmo tipo de alumínio obtido por fundição, 23 kgf/mm² e 32 kgf/mm² nas condições de recozido e trabalhado a frio (H14), respectivamente^[5]. Esta diferença é devido a presença de partículas dispersas e paredes de discordâncias.

Tabela 2. Valores médios de dureza para diferentes frações volumétricas de SiC.

SiC (%)	Dureza Brinell		Dureza Vickers	
	como extrudado	recozido	como extrudado	recozido
0	36 ± 1	31 ± 2	35 ± 1	34 ± 1
5	38 ± 2	34 ± 2	36 ± 1	36 ± 1
10	44 ± 2	38 ± 3	37 ± 1	37 ± 1
15	49 ± 3	42 ± 3	37 ± 1	38 ± 1

Os resultados dos ensaios de tração são apresentados na Fig. 5. Estes dados mostram que um aumento na quantidade de SiC, aumenta a resistência do compósito, mas diminui a sua ductilidade e tenacidade. O limite de resistência aumenta continuamente com o aumento da quantidade de SiC. O limite de escoamento apresenta um ligeiro aumento com o aumento da quantidade de SiC. O decréscimo na ductilidade não foi significativo de modo que os valores são compatíveis com os encontrados para o alumínio ASTM 1100 produzido por fundição, alongamento ao redor de 35 % e 9 % nas condições recozida e trabalhada a frio (H14), respectivamente. A Fig. 4 também mostra os valores das propriedades mecânicas do alumínio ASTM 1100 nas condições recozidas e trabalhada a frio. Pode ser visto que as propriedades mecânicas das amostras extrudadas sem o reforço de SiC tem ambos, limite de escoamento e limite de resistência entre os encontrados para o alumínio recozido e trabalhado a frio, produzido por fundição. Esta diferença pode ser devido a presença de óxido de alumínio disperso e a intermetálicos.

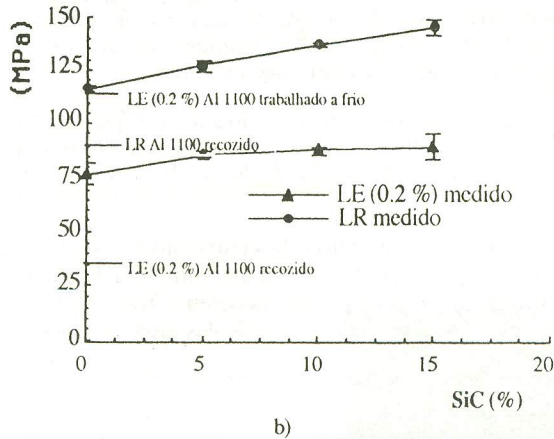
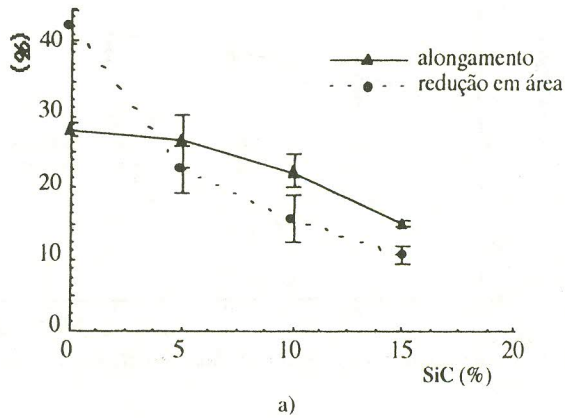


Fig. 4 Propriedades mecânicas do compósito como extrudado em função da fração volumétrica de SiC. a) alongamento e redução em área. b) limite de escoamento (0,2%) e limite de resistência.

Foi observado por microscopia eletrônica de transmissão a presença de zonas de deformação em todas as amostras de compósito extrudado. A presença de subcontornos de grão e de discordâncias ancoradas por partículas e por contornos de grão, foi também observada, vide Fig. 5.

As zonas de deformação foram mais facilmente encontradas na superfície do extrudado do que no centro para a amostra com 5% de SiC. Para esta amostra, também houve uma variação de tamanho de subgrãos que era menor ($3\ \mu\text{m}$) na superfície do que no centro, $4\ \mu\text{m}$. Isto sugere que a adição de 5% de SiC não é suficiente para homogeneizar a deformação na matriz de alumínio, no centro e na superfície do extrudado. Para as amostras com 10% e 15%, não foram encontradas diferenças de tamanho de subgrãos. Fig. 5.

O aumento do limite de escoamento e na resistência encontrados, em função da quantidade de SiC é ajudado pela presença de uma microestrutura não totalmente recristalizada e ainda por uma grande quantidade de subgrãos e discordâncias.

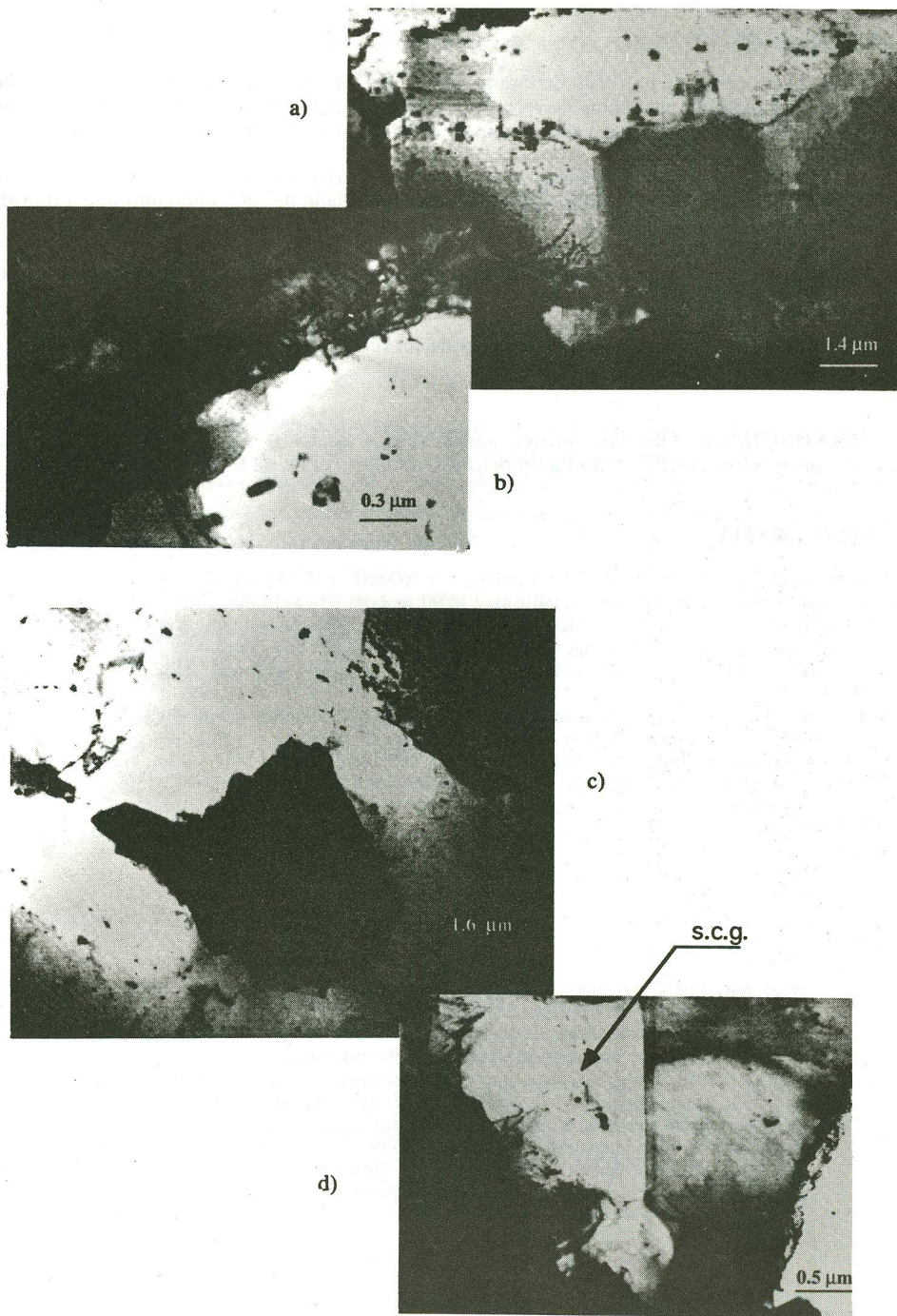


Fig. 5 Micrografias eletrônicas de transmissão para o compósito. a) 5 % de SiC mostrando a presença estruturas semelhantes a bandas de deformação, b) detalhe destas bandas. c) e d) 10 % de SiC mostrando a presença de subcontornos de grão (scg) próximo a uma partícula de SiC.

4. CONCLUSÕES

- 1- O processo de extrusão de compósito Al/SiC (razão de extrusão 17:1) propicia uma boa distribuição de partículas de reforço. Entretanto, aglomerados de SiC foram encontrados e sua frequência aumentou com o aumento da fração volumétrica do reforço.
- 2- As propriedades mecânicas variaram com a quantidade de SiC. O limite de escoamento e o limite de resistência aumentaram com a quantidade de SiC, enquanto que a ductilidade e a tenacidade diminuíram.
- 3- A caracterização microestrutural revelou que recristalização parcial ocorreu durante a extrusão a quente.
- 4- A obtenção do compósito Al/SiC pode ser feita pela extrusão a quente de pós.

AGRADECIMENTOS: Os autores agradecem a ALCOA e a CARBORUNDUM, pelos materiais usados, ao IPT - São Paulo pelo uso da extrusora e ao CNPq - RHA/E por uma bolsa a A. J. M.

BIBLIOGRAFIA

- [1] MOURISCO, A.; AMBROZIO FILHO, F.; ROSSI, J. L. Processing and properties of Al/SiC composites produced by powder metallurgy. PM'94, vol. III, Paris, France, 1994. p. 1959-62.
- [2] Mourisco, A. Preparação e caracterização de compósito de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó. Dissertação de Mestrado, IPEN-USP, São Paulo, 1995.
- [3] Bacon M. Metal matrix composites - engineering materials solutions. *Mat. Edge* July / Aug. 1989. p. 33-41.
- [4] Hunt Jr. W. H. A perspective on the development of metal matrix composites. Meeting of the Detroit Section of the Metallurgical Society, Detroit - USA March 1988.
- [5] Hatch J. E. Aluminium, properties and physical metallurgy. ASM Publication, USA, 1984. p. 25-57.
- [6] Cotrell A. H. The mechanical properties of matter. John Wiley, 1964. p. 112-115.

Abstract: The aim of the present work was the production of Al/SiC metal matrix composite by powder metallurgy. The material was produced by hot extrusion of aluminium ASTM 1100 reinforced with particulated silicon carbide. The reinforcement volumetric fraction was 5 %, 10 % and 15 %. The powders mixture were homogenized in a type "V" mixer, followed by compaction in aluminium cans. Each can was sealed, heated and rapidly transferred to a vertical hydraulic press where they were hot extruded. The mechanical properties such as yield strength, ultimate tensile strength, elongation and hardness were evaluated. The hydrostatic density after extrusion was also measured. The samples were microstructural characterized by metallography and transmission electron microscopy. The microstructural characterization revealed a partial recrystallization occurred during the extrusion process.