

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

Aroldo José Mourisco; Jesualdo Luiz Rossi; Francisco Ambrozio Filho

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP
Caixa Postal 11049 - Pinheiros
CEP 05422-970 - São Paulo - SP
jelrossi@usp.br

RESUMO

Parâmetros de produção, via metalurgia do pó e caracterização mecânica e microestrutural de compósitos de matriz metálica de alumínio reforçados por partículas de carboneto de silício (SiC) foram estudados. As frações volumétricas de SiC usadas foram de 5%, 10% e 15%. Foi preparado material sem adição de partículas de SiC. Observou-se que o processo de extrusão das misturas de pós não produziu um material com 100% da densidade teórica. Isto foi devido a presença de porosidades no interior de aglomerados de SiC. Estes compósitos no estado como extrudado apresentaram propriedades mecânicas superiores aos do alumínio 1100 produzidos convencionalmente. Isto pode ser devido a presença de uma matriz de alumínio não totalmente recristalizada. Verificou-se ainda, a presença de partículas de óxidos de alumínio e outros precipitados em contornos de grãos e subgrãos.

Palavras-chaves: compósitos; metalurgia do pó; alumínio.

INTRODUÇÃO

A idéia fundamental dos compósitos, tem sido a de associar materiais com propriedades diferentes com o intuito de se obter um material com propriedades intermediárias. Os compósitos de matriz metálica (CMM) de alumínio foram concebidos com o objetivo de se obter relações propriedades mecânicas / peso, otimizadas para aplicações estruturais^[1].

A produção destes CMM reforçados com partículas via metalurgia do pó (M/P), apresenta como principais vantagens, a possibilidade de se obter uma maior homogeneidade na distribuição do reforço e melhor reprodutibilidade de propriedades, do que à obtida quando o material compósito é produzido via metal líquido. A técnica ainda permite obter-se materiais com uma maior gama de frações volumétricas de reforço (variação entre 5% e 70%). Além disto, outras características referentes as diferentes técnicas de produção dos pós metálicos, tais como, maiores quantidades de elementos de liga em solução sólida e a introdução de um segundo tipo de reforço na forma de óxidos de alumínio que recobre estes pós, são mantidas no produto final^[2,3].

No processamento industrial destes CMM via (M/P), tem-se utilizado o procedimento de mistura dos pós da matriz e do reforço, seguido de prensagem hidrostática a quente e posterior extrusão dos mesmos. Após isto, tais materiais têm sido trabalhados termomecanicamente para serem produzidos

ABSTRACT

Production parameters by powder metallurgy and mechanical and microstructural characterization of aluminium metal matrix composites reinforced with silicon carbide particles were studied. The volumetric fractions of SiC employed were of 5%, 10% and 15%. One sample was prepared without SiC particles. It was observed that the extrusion process of the powders mixtures could not achieve a final product with 100% of the theoretical density. This was caused by presence of small porosity into SiC clusters. The obtained composites had superior mechanical properties in comparison to aluminium 1100 conventionally produced. This is probably due to the fact that the aluminium matrix was not fully recrystallized. It was also verified the presence of aluminium oxides particles and precipitates in grain boundaries and subgrain boundaries.

Keywords: composites; powder metallurgy; aluminium.

folhas e outros perfis^[2].

As propriedades mecânicas destes CMM estão ligadas principalmente ao tamanho, fração volumétrica e distribuição das partículas de reforço, bem como, as características das interfaces matriz reforço. No caso dos compósitos aqui estudados considera-se que esta interface seja simplesmente mecânica não havendo nenhuma reação interfacial. Desta forma faz-se necessário um entendimento de como estes CMM se comportam do ponto de vista mecânico e microestrutural. Este trabalho teve por objetivo, estudar a produção e a caracterização de compósitos de matriz metálica de alumínio reforçado por partículas de SiC, produzidos por extrusão a quente das misturas de pós.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

No presente estudo utilizou-se pó de alumínio comercialmente puro (AA 1100) produzido por atomização a ar, com composição química nominal (0,25% max. Fe; 0,15% max. Si; 99,7% Al) tendo tamanho mediano de partículas de 44 µm e superfície específica na faixa de 0,15 g/cm² a 0,25 g/cm². Utilizou-se um pó de alumínio não ligado para não se ter influência de elementos de liga no estudo do produto. O pó de carboneto de silício utilizado como reforço é de grau abrasivo, com composição química nominal (98,87% de SiC;

0,6 % (Si + SiO₂); 0,18 % de Fe; 0,15 % de Al; 0,20 % Cu). Utilizou-se duas distribuições granulométricas deste pó de diferentes tamanhos medianos. As misturas de pó de alumínio com os reforços de tamanho de 10,25 μm e de 5,25 μm foram denominadas respectivamente, séries I e II.

O procedimento experimental adotado, constou de mistura de pós de Al e SiC em misturador tipo "Y" de baixa energia. As frações volumétricas de SiC usadas foram 5 %, 10 % e 15 %. Uma amostra foi homogeneizada sem SiC. Em seguida estas misturas foram compactadas em canecas de alumínio usando-se pressões de 61 MPa. Tais canecas contendo as misturas foram então aquecidas a 450 °C por 4 horas e extrudadas utilizando-se a relação de redução de 17:1. Retirou-se amostras de cada uma das barras produzidas, afim de proceder-se ensaios de tração de acordo com a norma ASTM B 557M-81. Foram determinados os limites de escoamento, limites de resistência, alongamento e estrição de cada série. As amostras foram microestruturalmente caracterizadas por microscopia óptica, eletrônica de varredura e transmissão.

Procedeu-se ainda as medidas de dureza Brinell nas amostras nos estados como extrudadas e após tratamento térmico a 400 °C por 4 horas seguidos de resfriamento ao forno. As densidades foram medidas pelo método hidrostático, utilizando-se o princípio de Arquimedes. Este método consiste em medir o peso da amostra a seco em balança analítica e da amostra totalmente imersa em água.

RESULTADOS

- Densidade dos extrudados.

As densidades medidas dos materiais extrudados em função das frações volumétricas de SiC nas duas séries e as respectivas densidades teóricas são mostradas na Fig. 1. Pode-se verificar que, com um aumento da fração volumétrica de SiC, aumenta-se o desvio em relação a densidade que seria teoricamente correta.

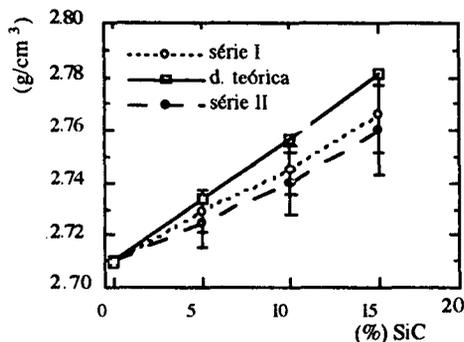


Figura 1. Comparação das densidades medidas em cada uma das séries de extrudados com as densidades teóricas.

- Dureza.

As medidas de dureza Brinell ao longo das seções transversais das amostras das duas séries são mostradas na Fig. 2. Observa-se que as durezas alcançadas na série I são ligeiramente mais baixas que as alcançadas na série II. Para cada série, a dureza aumenta com o aumento da fração volumétrica de SiC. Verifica-se ainda que a dureza diminui quando se realiza um tratamento de recozimento a 400 °C seguido de resfriamento ao forno.

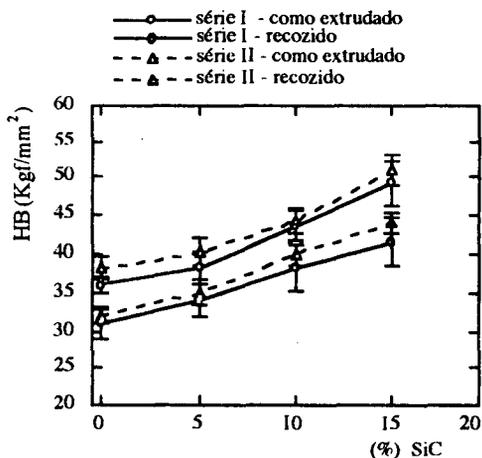


Figura 2. Dureza Brinell (carga de 67,5 kg e esfera de 5 mm) dos compósitos das duas séries em função da fração volumétrica de SiC, nos estados como extrudado e recozido.

- Limite de escoamento e limite de resistência.

Os valores de limite de escoamento (LE) e do limite de resistência (LR) mostrados na Fig. 3, são as médias de três amostras ensaiadas para cada uma das séries e respectivo desvio padrão. Observa-se que o LE para os compósitos apresenta um ligeiro aumento com o aumento da fração volumétrica de SiC e que os valores de LE para os compósitos são superiores aos das mesmas ligas não reforçadas produzidas por fundição no estado recozido (35 MPa), mas inferiores aqueles no estado encruado H14 (115 MPa).

Pode-se ainda verificar que o mesmo ocorre para o limite de resistência. Neste caso o aumento da fração volumétrica de SiC faz com que o aumento do LR seja mais significativo, fazendo com que os compósitos contendo 15 % de SiC tenham o LR mais próximo da liga 1100 fabricadas por fundição e no estado encruado H14 (128 MPa). Comparando-se as duas séries verifica-se que não há significativa variação das propriedades mecânicas quando se varia o tamanho das partículas de reforço de 10,25 μm para 5,25 μm .

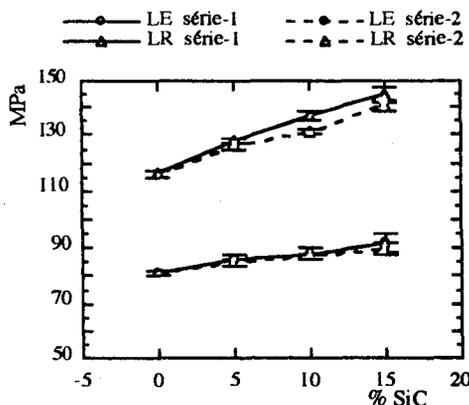


Figura 3. Variação do limite de escoamento (LE_{0,2} %) e limite de resistência (LR) de compósitos das séries I e II, em função da fração volumétrica de SiC.

- Alongamento e estrição.

Os valores de alongamento e estrição são apresentados na Fig. 4, em função das frações volumétricas de SiC. Observa-se que tanto o alongamento como a estrição, apresentam quedas acentuadas com o aumento da quantidade de SiC. Isto mostra que a ductilidade destes compostos diminui com o aumento da fração volumétrica do reforço.

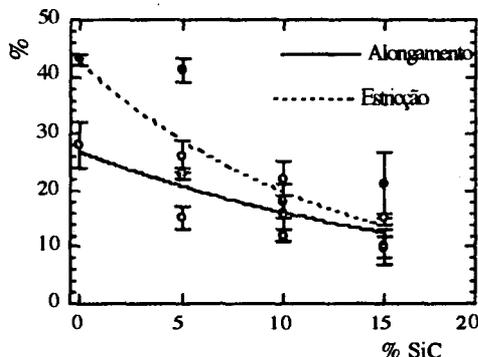


Figura 4. Valores de alongamentos e estrições para os compostos das séries I e II em função da fração volumétrica de SiC.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

A densidade medida nos materiais extrudados não atingiu 100 % da densidade teórica calculada. Neste cálculo não se considerou o efeito que poderia ter uma camada de óxido recobrendo cada partícula de alumínio. Desta forma, considerando-se uma partícula de pó de alumínio esférica de 40 μm de diâmetro sem cobertura de óxido de alumínio, sua densidade seria 2,71 g/cm^3 . Esta mesma partícula de pó, recoberta por uma camada de 25 nm de espessura teria uma densidade de 2,712 g/cm^3 . Se o tamanho das partículas diminui pela metade com a mesma espessura de óxido, a densidade da partícula passa a ser 2,714 g/cm^3 . Isto mostra que a densidade de cada partícula aumenta com uma diminuição do tamanho. Portanto, para o cálculo da densidade do extrudado, deve-se também levar em conta a distribuição do tamanho de partículas. Calculando-se a verdadeira densidade do pó como sendo a média ponderada da densidade de que cada uma destas partículas deveria ter, considerando-se a camada de óxido e a distribuição dos tamanhos de partículas, chega-se ao valor de 2,713 g/cm^3 .

Na Fig. 1 utilizou-se como valor da densidade do alumínio 1100 o valor 2,71 g/cm^3 , que já fornece valor de densidade maior do que os valores medidos experimentalmente. Se usar-se um valor superior, como aquele calculado acima, a diferença entre os valores teóricos e os valores experimentais aumenta ainda mais. Verifica-se ainda um crescente desvio da densidade medida, em relação a teórica que se mostra com o aumento da fração volumétrica de SiC. Isto pode ser explicado pela presença de pequenos vazios no interior de alguns aglomerados de SiC. Estes vazios foram observados por microscopia eletrônica de varredura. Dessa forma pode-se considerar que todos os extrudados aqui estudados, apresentam densidades em torno de 99 % daquela que seria considerada a densidade teórica. Uma exceção deve ser feita aos extrudados sem reforço de SiC, onde a densidade

pode ser considerada de 100 %.

No que concerne as propriedades mecânicas destes CMM reforçados com partículas, têm-se afirmado^[5,6] que o método convencional de determinação do limite de escoamento (0,2 %) não é o mais adequado para se determinar o LE de materiais reforçados por partículas. Nestes materiais, a matriz dútil é reforçada por partículas rígidas, causando altos gradientes locais de tensão na matriz em torno dos reforços. Como solução tem-se afirmado^[5] que o método de análise das primeira, segunda e terceira diferencial da curva tensão deformação, daria resultados mais próximos de um real limite de escoamento. Isto se deve ao fato de que nestes tipos de compostos, ocorre na matriz taxas de encruamento superiores as observadas no material não reforçado. Espera-se também, um escoamento plástico não homogêneo na matriz, começando em regiões de altas tensões próximas aos reforços.

Assim, uma primeira causa do aumento do LE verificado no presente estudo, em relação à liga de alumínio similar produzida por fundição, seria a maneira não homogênea de distribuição de tensões na matriz fazendo com que ocorresse movimentação de discordâncias nas regiões próximas as partículas de SiC. Dessa forma, esses extrudados teriam um comportamento semelhante à aquele que tem as ligas metálicas convencionais encruadas, elevando o valor do LE_{0,2} % medido. Outro fator responsável pelos mais altos LE encontrados na duas séries de extrudados do presente estudo, é o fato de que os extrudados apresentariam uma certa quantidade de discordâncias oriundas de tensões térmicas provocadas pelo processo de resfriamento ao ar, imediatamente após a extrusão.

Adicionando-se ao efeito do comportamento não homogêneo de distribuição de tensões, observações via microscopia eletrônica de transmissão analítica, revelaram a presença de precipitados contendo Fe, Al e Si de tamanhos médios entre 100 nm e 250 nm dispersos na matriz. Outras partículas de segunda fase foram encontrados em contornos e subcontornos de grão. Nos contornos e subcontornos, foram encontrados óxidos de Al de tamanho médio de 10 nm a 30 nm e precipitados da ordem de 5 nm a 10 nm contendo Fe, Al e Si. As primeiras partículas são oriundas de óxidos de alumínio que recobrem o pó de alumínio e as segundas são oriundas da precipitação de Fe e Si em solução sólida no pó de alumínio. Os dois tipos de partículas de segunda fase presentes em subcontornos e contornos de grãos constituem barreiras a movimentação de defeitos.

Verificou-se ainda que os compostos no estado como extrudados não apresentam a microestrutura da matriz de alumínio totalmente recristalizada, tendo ainda grande quantidade de subgrãos no seu interior. Isto altera significativamente as propriedades mecânicas do material^[3].

O aumento do LR verificado com o aumento da fração volumétrica de SiC, vide Fig. 3, se explica pelo fato de que se aumentando a quantidade de SiC, aumenta-se o número de barreiras para movimentação de discordâncias. Isto vale tanto para as interações de discordâncias com partículas como a interação entre discordâncias. Dessa forma, é necessário um aumento na tensão, para fazer com que a discordâncias se movam. Alguns pesquisadores^[7] sugerem que a variação do LR dos compostos seria devido a dificuldade de relaxação plástica na interface entre a matriz e o reforço e que o como consequência disto, ocorreria a formação de vazios nessas interfaces acarretando uma diminuição da ductilidade do material.

Ressalta-se aqui que os valores superiores do LR medidos se devem também ao fato que os materiais ensaiados não estarem completamente recristalizados, apresentado grande quantidade de subcontornos de grãos. As curvas de alongamento e estricção, vide Fig. 4, corroboram com a idéia de que as deformações não são homoganeamente distribuídas por toda matriz. Tais curvas mostram que, com o aumento da fração volumétrica do reforço tem-se maior heterogeneidade da distribuição de tensões, sendo desta forma um sistema mais favorável ao desenvolvimento de deformações localizadas e assim diminuindo a ductilidade do material. Outro fato que certamente diminui a ductilidade dos compósitos, é a presença de aglomerados na matriz que favorece o surgimento de instabilidades frente as deformações mecânicas, bem como a presença de vazios no interior destes que atuam como pré-trincas.

Uma combinação ótima de ductilidade e resistência mecânica é obtida quando se tem as partículas da segunda fase finamente e uniformemente distribuídas através de uma matriz dútil. Esse efeito poderia ser encontrado utilizando-se partículas de SiC mais finas [1,4,5] e para as mesmas frações volumétricas de SiC homoganeamente distribuídas, ter-se-ia uma menor distância inter-partículas.

Verifica-se ainda que, variando-se o tamanho médio das partículas de 10,25 μm para 5,25 μm não houve significativa alteração das propriedades mecânicas. Dessa forma, pode-se dizer que o LE e o LR para este compósito, não é sensível a pequenas variações no tamanho do reforço.

Os valores de durezas medidos nos compósitos como extrudados e recozidos mostram que após os recozimentos efetuados houve recristalização, mas os valores de durezas não se mostraram afetados significativamente, vide Fig. 2. Isto pode indicar que as partículas de óxidos e intermetálicos a base de ferro continuariam atuando como barreiras a movimentação de discordâncias nesse tipo de deformação. Pode-se também observar na mesma figura que as durezas para os extrudados contendo partículas mais finas (para uma mesma fração volumétrica) foi maior e isso poderia ser explicado pelo fato destas fornecerem um maior número de barreiras para discordâncias.

As medidas de dureza não foram maiores para os extrudados com partículas menores (série II) muito provavelmente devido à existência de muitos aglomerados nesses materiais, o que estaria diminuindo o efeito refinador de estrutura que essas partículas teriam quando dispersas homoganeamente.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPQ/RHAE projeto nº 600142189-2, ALCAN (SP), ALCOA-EMAS-Eletrominerais, EPUSP - Departamento de Metalurgia e de Materiais, IPT- Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo e a EPFL- Lausanne (Suíça).

REFERÊNCIAS

- [1] Chawla, K. K. Composite materials: science and engineering. In: ILCHNER, B.; GRANT, N. J. Eds. *Materials Research and Engineering*, New York, Spring Verlag, 1987. p. 3.
- [2] CARNEY, T. J.; TSAKIROPOULOUS, P.; WATTS, J. F.; CASTLE, J. E. Oxidation and surface segregation in rapidly solidified Al alloy powders. *Int. J. Rapid Solidification*, v. 5, 1990. p. 189-217.
- [3] 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-USP, 1995.
- [4] HUNT Jr., W. H.; OSMAN, T. M.; LEWANDOWSKI, J. J. Microstructure - property relationships for an Al/SiC composites with different deformation histories. In: Fabrication of particulated reinforced metal composites, *Proc. International ASM Conference, Montreal, September 1990*.
- [5] PRANGNELL, P. B.; DOWNES, T.; STOBBS, W. M.; WITHERS, P. J. The deformation of discontinuously reinforced MMCs - I. The initial yielding behaviour. *Acta Met. et Mat.*, v. 42, n. 10, 1994. p.3425-36.
- [6] HUMPHREYS, F. J.; MILLER, W. S.; DJAZEB, M. R. Microstructural development during thermomechanical processing of particulate metal matrix composites. *Material Science & Technology*, v. 6, 1990. p.1157-66.
- [7] DAVIES, C. H. J.; RAGHUNATHAN, N.; SHEPPARD, T. Structure - property relationships of SiC reinforced advanced Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Mat. Science and Technology*, v. 8, 1992. p. 977-84.