

DEPARTAMENTO DE METALURGIA E MATERIAIS DA EPUSP

PMT-594

TRABALHO DE FORMATURA II

INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO NA
DISTRIBUIÇÃO DE PARTÍCULAS DE SiC NA MATRIZ
METÁLICA DE ALUMÍNIO EM COMPOSTOS DE Al/SiC
OBTIDOS POR EXTRUSÃO DE PÓS

ALEXANDRE DE ASSIS PARANHOS

Nº 1594527

PROFESSOR ORIENTADOR:
HELIO GOLDENSTEIN

SÃO PAULO, 30 DE NOVEMBRO DE 1993

TRABALHO DE FORMATURA

Titulo: Influência das variáveis de processo na distribuição de partículas de SiC na matriz metálica em compósitos de Al/SiC obtidos por extrusão de pós.

RESUMO

Este trabalho objetiva, com o estudo da influência de algumas variáveis de processo, contribuir para otimizar a produção de compósitos de Al/SiC.

Inicialmente vamos estudar a influência da granulometria dos pós de alumínio na distribuição final das partículas de SiC na matriz de alumínio. Estudaremos também a influência do tipo de misturador, comparando amostras preparadas em misturador tipo Y com amostras preparadas em moinho de bolas de alta energia, o Mechanical Alloying.

INTRODUÇÃO

O crescimento das aplicações industriais dos compósitos de matriz metálica (CMM) tem chamado a atenção de pesquisadores no sentido de melhorar as propriedades mecânicas. Os CMMs com reforços descontínuos estão sendo aplicados na indústria automobilística, aeronáutica, aeroespacial, de máquinas de precisão e de instrumento de áudio, devido as suas propriedades únicas e aos baixos custos de produção.

O Material compósito caracteriza-se, em geral, por ser um material heterogêneo contendo pelo menos duas fases distintas, onde uma das fases aparece contínua, sendo chamada de matriz e

uma fase dispersa. Neste trabalho, a matriz é de alumínio e a fase dispersa é de carvão de silício.

O compósito é projetado para se beneficiar das propriedades de cada fase que o compõe resultando em propriedades únicas. Uma das influências nas propriedades mecânicas é a homogeneidade da distribuição dos reforços descontínuos na matriz metálica.

Neste trabalho, vamos estudar a influência de duas variáveis de processo na distribuição dos reforços descontínuos, em um compósito de Al/SiC produzido pela rota de metalurgia do pó (consolidação por extrusão de pós).

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O Grande interesse na produção de compósitos de matriz metálica é contornar a falta de materiais convencionais com propriedades de resistência a tração, alta rigidez e baixa densidade. Os CMM mais tradicionais utilizam reforços de materiais cerâmicos duros (SiC, Al₂O₃, TiO₂, TiB₂) em matriz de liga leve (Al, Mg e Ti) (1).

Alguns dos reforços mais utilizados os CMM estão na forma de fibras (grafita e carbonetos), partículas (óxidos e carbonetos) e whiskers (carbonetos). Quando o CMM é submetido a um esforço a transferência da carga da matriz ao reforço é máxima no caso dos reforços contínuos (fibras ou filamentos) e decresce com fibras curtas. O aumento do módulo de elasticidade e da resistência mecânica é maior quando as fibras estão alinhadas na direção paralela a sollicitação mecânica e diminui quando as fibras estão alinhadas em outras direções ou ao acaso. No caso de reforços descontínuos (partículas, fibras curtas e whiskers), a

transferência de carga é menor e por conseguinte o aumento das propriedades mecânicas é menor. Entretanto, as estruturas obtidas são mais isotrópicas (2).

A escolha de um reforço adequado leva em consideração propriedades como módulo de elasticidade, resistência à tração, densidade, temperatura de fusão, estabilidade térmica, compatibilidade com a matriz, coeficiente de expansão térmica, tamanho e forma (3).

Apesar de resultar em aumento de propriedades mecânicas menores da matriz em relação aos reforços na forma de fibras, os reforços descontínuos na forma de partícula tem sido largamente difundidos devido aos seu custo reduzido de produção (3,4,5).

Os principais processos de fabricação de CMMs são (6): aqueles que envolvem metalurgia líquida, (compocasting, squeeze casting, infiltração sob pressão), metalurgia do pó (M/P) e envolvendo fundição são os de menores custos e os processos por difusão e em etapas múltiplas são os mais onerosos (7).

Os compósitos de matriz de liga de Al reforçados por partícula de SiC (SiCp/Al) vem sendo largamente comercializados no mercado internacional devido ao seu baixo custo de produção e boas propriedades mecânicas. As partículas de SiC aumentam a resistência mecânica específica, o módulo de rigidez, a resistência a fadiga, a resistência ao desgaste e diminui o coeficiente de expansão térmica, possibilitando a solicitação a altas temperaturas da matriz de liga de Al, ao mesmo tempo, mantendo a densidade a valores baixos (8).

As boas propriedades obtidas pelo compósito SiCp/Al é devido as características do SiC e da ligação entre a matriz e partícula. O SiC tem elevada dureza (2000 a 3300 HV), baixa expansão térmica (coeficiente linear de $5.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), baixo peso específico (3.21 g/cm³), alto módulo de rigidez (3.5 GPa), elevado ponto de fusão (acima de 2500 °C não chega a fundir), e sistema cristalográfico hexagonal (9).

O SiC apresenta boa ligação interfacial com o Al, aparentemente sem a formação de intermetálicos (8,10). O SiC só

reage com o Al a partir de 700 °C formando o carbeto Al_4C_3 (11). A eficiência da transferência de carga da matriz para a partícula depende do grau de caldeamento da interface (12). A resistência a quente deve-se à estabilidade do SiC as altas temperaturas em que o compósito é solicitado, o que não ocorre com os precipitados das ligas convencionais de Al envelhecidas.

Compósitos de SiCp/Al tem sido industrialmente fabricados por (M/P) com consolidação por extrusão a quente. Esta rota apresenta custo mais elevado que as rotas envolvendo metalurgia líquida, este procedimento torna-se justificável para obtenção de um material de alto desempenho, com microestruturas livres de porosidades e boas propriedades mecânicas. O compósito assim obtido beneficia-se das técnicas envolvidas em M/P e conformação a quente.

Em geral, as rotas de M/P e extrusão envolvem : a) mistura de pós de Al e partículas de SiC; b) prensagem uniaxial ou isostática; c)degaseificação da mistura de pós, que pode ou não estar encapsulada; prensagem e extrusão.

Os mecanismos que explicam as propriedades físicas e o comportamento mecânico no compósito SiCp/Al ainda estão sendo estudados. Acredita-se que duas influências básicas são a fração volumétrica do reforço e o tamanho das partículas (13,14,15). O que se observa é o aumento da resistência mecânica com o aumento da fração volumétrica e/ou diminuição do tamanho das partículas.

Mistura por mechanical alloying: O processo de mechanical alloying é essencialmente um moinho de bolas ou moinho de alta energia em que o trabalho pesado sobre os pós resulta em uma ligação íntima por um processo repetitivo de adesão, fratura e readesão, resultando em pós compósitos. Esta aproximação é utilizada para produzir compósitos de matriz de alumínio com partículas de carbeto de silício (16).

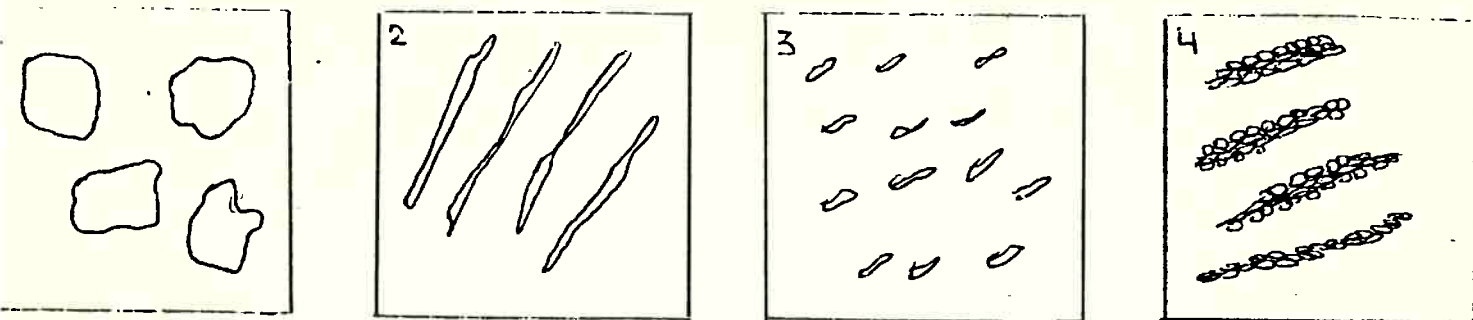


figura 1: evolução da forma das partículas no mechanical alloying.

Na manufatura de compósitos de matriz metálica via rota M/P, a mistura da matriz com o reforço metálico é uma operação crítica que tem recebido pouca atenção no processamento M/P. O requerimento de uma distribuição uniforme de reforço no material não tem sido prontamente alcançado. Durante a etapa de consolidação, o manuseio de pós misturados convencionalmente pode ocasionar segregação, determinando a distribuição dos pós no material consolidado.

A idéia da utilização de mistura de alta energia é que as partículas ao serem misturadas mantenham a distribuição através de forças pequenas (como van der Waals, eletrostáticas, ect). A ação da mistura é complicada e por conseguinte dificilmente caracterizada.

Investigações anteriores tem sido geralmente focadas no estudo de misturas em sistemas de larga escala e medidas uniformizadas (partículas com diâmetro na faixa de milímetros) e inferida o comportamento de segregação de pós. (17).

No trabalho de S.J.Hong, P.W. Kao e C.P. Chang (18) as partículas de SiC foram encontradas com distribuição homogênea na matriz de alumínio por processo de MA. Foi observado que a matriz de alumínio de pós MA consiste principalmente de subgrãos finos com uma ampla série de "misorientations". A estrutura do contorno consiste de subgrãos lamelares alongados.

A alta resistência dos compósitos sinterizados de Al-SiC podem ser atribuídos a fina estrutura de subgrãos na matriz de alumínio e da alta densidade de discordâncias existentes devido a presença da estrutura trabalhada originada pelo processo de MA.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

AMOSTRAS COMPACTADAS E EXTRUDADAS

Preparou-se duas misturas :

Primeira mistura (mistura 10.2):

Alumínio tipo: 1100

Granulometria: +80 # -40#

Carbeto de Silício tipo : sem classificação.

Granulometria: 320 (mesma escala de lixas)

O Al e o SiC foram pesados, obtendo-se as seguintes massas visando 20 % de SiC em peso:

massa de Al: 2.160 g

massa de SiC: 642 g

Os pós foram colocados em um misturador do tipo Y para serem misturados durante um período de duas horas.

Durante o processo de mistura, o misturador foi desligado por um período de meia hora por motivos alheios a nossa vontade.

Preparação da caneca:

A caneca é feita de um cilindro oco de alumínio com diâmetro interno de 114 mm. O cilindro foi cortado em uma serra automática para ter uma altura de aproximadamente 150 mm. A caneca tem uma altura média de 140 mm e 10 mm são reservados

para consumo na usinagem. Foram feitas duas canecas com alturas de 150 mm e 146 mm. Ambas com diâmetro interno de 114,35 mm.

Compactação dos pós :

Os pós são compactados dentro da caneca previamente preparada por uma prensa hidráulica servo controlada sob uma carga de 100 t. Após a compactação, mediu-se as dimensões finais da caneca:

diâmetro externo : 128,5 mm
espessura : 6,5 mm
altura : 144 mm
altura sup livre: 4,5 mm
altura inf livre: 15,0 mm
peso da caneca sem o material: 962,8 g
peso da caneca com o material: 3765,0 g

Segunda mistura (mistura 10.1)

Alumínio tipo : 1100
Granulometria : -325 #

Carbeto de silício tipo: sem classificação
Granulometria : 320 #

massa de Al: 2160,6 g
massa de SiC: 642,2 g

tempo de mistura : 2h

Procedeu-se de maneira semelhante a execução da mistura anterior:

dimensões finais da caneca:

diâmetro externo: 128,0 mm
espessura : 6,5 mm
altura total : 143,5 mm
altura sup livre: 4,5 mm
altura inf livre: 13,5 mm
peso da caneca sem o material: 957,8 g
peso da caneca com o material: 3743,0 g

Extrusão

As canecas foram enfiadas por um período de três horas a uma temperatura média de 420 °C

Amostra 10.1:

temperatura de saída do forno: 424 °C
força máxima de extrusão: 550 ton
velocidade máxima: 23 mm/s
tempo de forno: 3h

Amostra 10.2

temperatura de saída do forno: 426 °C

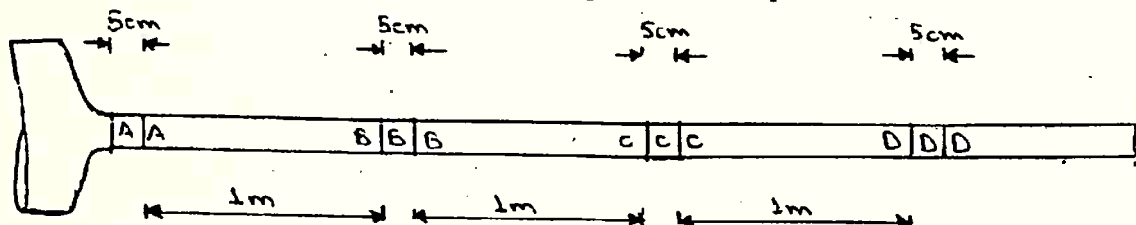
força máxima de extrusão: 550 ton
velocidade máxima : 24 mm/s
tempo de forno: 3h15min

Lubrificou-se a matriz de extrusão com graxa molicote.

Início da preparação dos corpos de prova

Concluída a extrusão, o passo seguinte foi colher amostras das barras para confecção dos corpos de prova para a metalografia.

As barras foram cortadas segundo o esquema abaixo:



Foram colhidos corpos de prova de 5 cm de comprimento a distâncias de 1 m, inicialmente medidos da extremidade próxima ao descarte.

Os corpos de prova e as extremidades das barras foram marcadas sequencialmente com letras.

Em seguida, os corpos de prova foram cortados em pastilhas e em filetes para análise da secção transversal e longitudinal em relação a direção de extrusão.

PREPARAÇÃO PARA A METALOGRAFIA

Os corpos de prova foram embutidos a quente com resina baquelite para facilitar o manuseio durante a preparação metalográfica.

Os corpos de prova foram lixados com lixa de carbetto de silício, segundo a sequência : 180, 240, 320, 400 e 600. Em seguida, foram polidos em politrizes de diamante, segundo a granulometria do diamante: 6 microns, 3 microns e 1 micron.

O primeiro lixamento apresentou muito arrancamento e encruou a matriz. Isto ocorreu devido ao excesso de força aplicada durante o lixamento. Convencionou-se uma nova rota de lixamento e polimento na tentativa de obtermos melhores resultados. A nova rota inclui polimento em diamante 45 microns e 15 microns. Entre uma etapa e outra do polimento, colocou-se

os corpos de prova em um vibrador de ultra-som para retirar possíveis contaminações das poltrizes segintes com partículas aderidas nas porosidades do material nas etapas anteriores.

MECHANICAL ALLOYING

Através da indicação de papers sobre mechanical Alloying, vamos realizar a experiência de misturar os pós de Al e SiC com o atritor instalado no IPEN, utilizando-se os seguintes parâmetros de processo:

Descrição do equipamento:

O moinho de alta energia utilizado é composto basicamente por um recipiente de aço inoxidável (1) que fica inserido em uma cuba (2) onde a circulação de água mantém o sistema resfriado. O misturador (3) é acionado por um motor elétrico(4). A rotação pode ser alterada pela mudança dos diâmetros da roldana do motor e do eixo misturador. O meio cominuidor são bolas de 0,5 mm de diâmetro, que podem ser de aço inox, zircônia ou vidro.

-massas de AL : 192,72 g e SiC : 57,28 g (20 %)

-lubrificante: estearato de zinco sólido

-velocidade de mistura : 2100 rpm. (eixo)

-meio cominuidor: meio quilo de bolas de aço inox 304 (2:1).

-tempos de mistura: 15 min, 30 min, 45 min, 1h, 2h, 3h, 4h, 6h e 8h. Adotou-se o seguinte código para amostras retiradas do atritor: 0=sem mistura, 1=15 minutos, 2=30 minutos, 3=45 minutos, 4=1 hora, 5=1,5 horas, 6=2 horas, 7=3 horas, 8=4 horas, 9=6 horas, 10=8 horas.

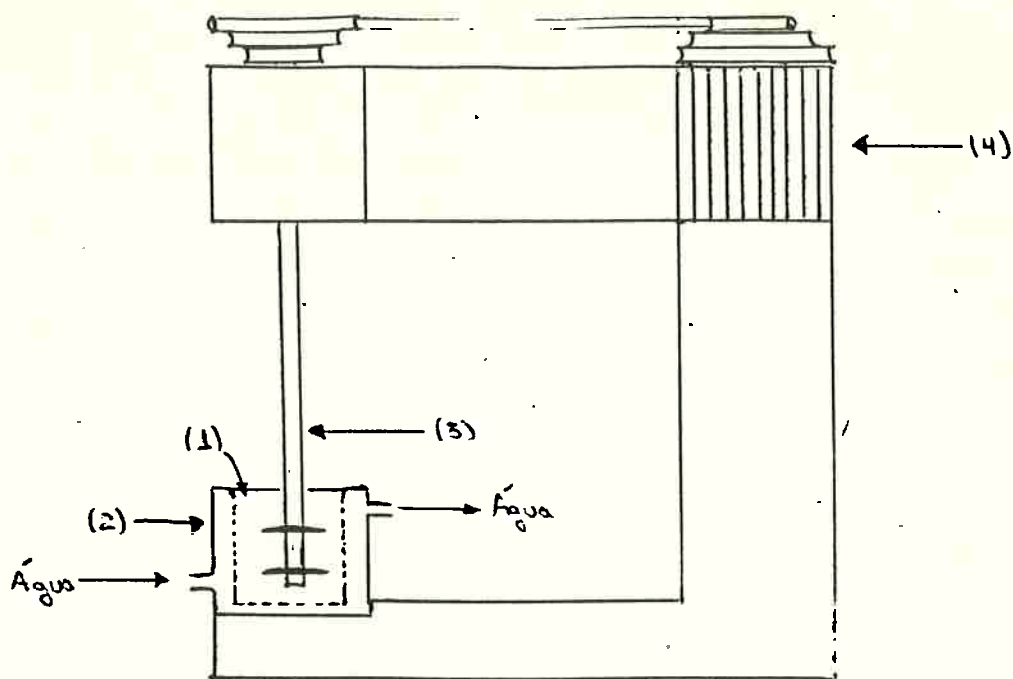


Figura 2; Esquema do moinho utilizado.

Os pós foram embutidos com resina de cura rápida.

Algumas amostras apresentaram pouco pó na superfície após o embutimento e tiveram que ser reembutidas.

Utilizou-se a mesma rota de preparação metalográfica dos corpos de prova do procedimento anterior, acrescido de uma etapa final de polimento em sílica gel. Para isso, foi necessário furar os corpos de prova para utilização da politriz automática.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

1. Material Extrudado

Cálculo das densidades do material antes da extrusão:

amostra	10.2	10.1
m caneca (g)	962,8	957,8
m caneca+mist(g)	3765,0	3743,0
m mist (g)	2802,2	2785,2
h (mm)	144,0	143,5
h1 livre (mm)	4,5	4,5
h2 livre (mm)	15,0	13,5
H (mm)	124,5	125,5
diametro ext (mm)	128,5	128,0
espessura (mm)	6,5	6,5
V (cm ³)	1304,4	1305,6
d' (g/cm ³)	2,15	2,13
d teórica (mm)	2,80	2,80
delta (%)	77,0	76,0

onde:

$$H = h - (h1_{\text{livre}} + h2_{\text{livre}})$$

$$V = \pi (\text{diam}_{\text{ext}} - \text{esp})^2 * H / 100$$

$$d' = M_{\text{mist}} / V$$

$$d_{\text{teor}} = \% V_{\text{Al}} * d_{\text{Al}} + \% V_{\text{SiC}} * d_{\text{SiC}}$$

$$d_{\text{Al}} = 2,7 \text{ (g/cm}^3\text{)}$$

$$d_{\text{SiC}} = 3,2$$

Medida de densidade do material extrudado

Fórmula : $D = (A * E) / (A - B + C)$, onde:

A= massa no ar (g)

B= massa + fio na água (g)

C= massa do fio na água (g)

T= temperatura da água (°C)

E= constante que depende da temperatura

D= densidade do material (g/cm³),

amostra	A	B	C	T	E
102A	1,6653	1,1942	0,1342	17	0,9988
"	1,8662	1,3192	0,1344	"	"
"	1,8993	1,3419	0,1344	"	"
101B	2,0223	1,4323	0,1344	18	0,9986
"	2,0416	1,4443	0,1345	"	"
"	2,0650	1,4600	0,1346	"	"

resultados:

1.	2,7478	1.	2,7878
2.	2,7354	2.	2,7859
102A : 3.	2,7417	101B : 3.	2,7881
med	2,7416	med	2,7873
desv	0,0050	desv	0,0010
erro:	1,95 %	erro:	0,01%

(densidade teorica; 2,7960)

Como podemos observar, a amostra feita com granulometria de A1 mais fina resultou em uma densidade mais próxima da densidade teorica.

Micrografias

A seguir são apresentadas diversas fotografias que mostram as micrografias dos materiais como observado em microscópio ótico.

Podemos observar nitidamente que as fotografias correspondentes ao material consolidado com pó de alumínio de granulometria fina apresenta os carbeto^s de silício mais homogeneamente distribuídos na matriz. O material consolidado com granulometria de pós de Al mais grosseiro, apresentou muita segregação, com alta concentração de partículas de SiC em pontos específicos, o que resultou em grande arrancamento durante a etapa de lixamento e polimento.

2. Mechanical Alloying

Análise metalográfica

Podemos observar através das fotografias apresentadas a seguir que a granulometria do pó de alumínio está diminuindo, o que mostra que o trabalho mecânico do moinho de alta energia está cominuindo o material.

A primeira fotografia mostra o material antes da mistura de alta energia. Em seguida, a amostra corresponde a um tempo de 15 minutos de mistura. Podemos observar que o tamanho médio das partículas de Al estão ficando menores e algumas partículas estão ficando achatadas. Sucessivamente, a medida que o tempo de mistura aumenta, diminui cada vez mais as partículas de Al grandes e aumenta cada vez mais a quantidade das partículas pequenas. Com quatro horas de mistura, atingimos uma etapa onde as partículas estão extremamente pequenas e mais homogêneas. Quando atingimos seis horas de mistura, as partículas começam a se aglomerarem formando flocos. Entretanto, o tamanho das partículas que formam esses flocos são extremamente pequenas. Para tempos maiores, há um crescimento dos flocos, formando

grandes conglomerados de partículas, como podemos observar nas fotografias.

Análise granulométrica

Para confirmar a tendência observada na análise metalográfica, realizou-se ensaios de granulometria com as amostras no departamento de engenharia de minas.

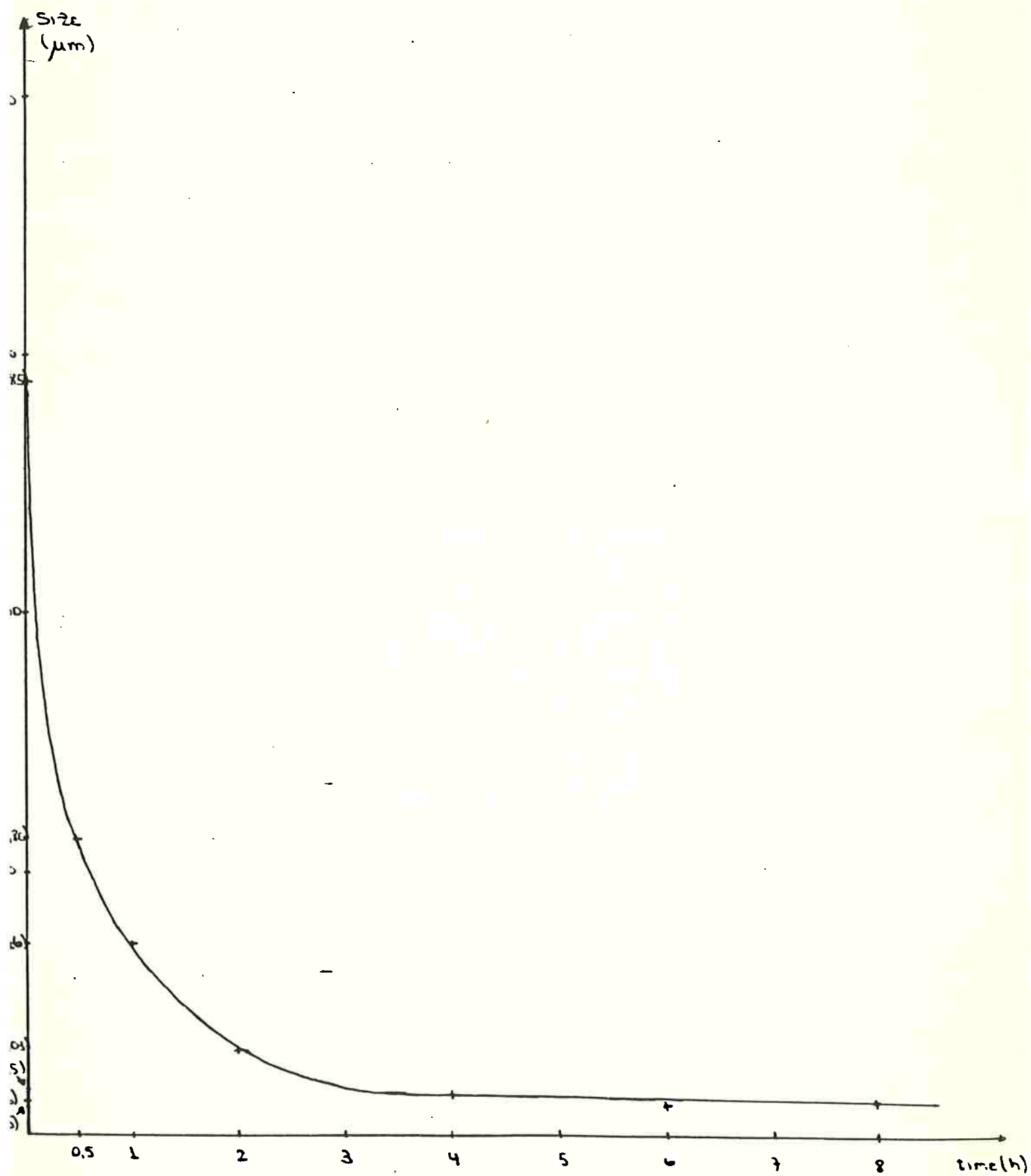
O resultado confirma o que é observado metalograficamente pois como podemos observar no gráfico (tamanho médio das partículas) X (tempo), há uma queda crescente do tamanho médio das partículas com o tempo de mistura, dando uma pequena elevação no final.

Alguns detalhes do ensaio estão registrados na própria folha de resultados do ensaio.

CONCLUSÃO

Observando os resultados metalográficos e os resultados de medida de densidade das amostras extrudadas, concluímos que realmente a granulometria das partículas de Al tem uma influência significativa na distribuição das partículas de SiC na matriz de Al e na densidade relativa e que como é descrito na revisão bibliográfica, uma boa distribuição do reforço pode contribuir para aumento das propriedades mecânicas. Por isso, Portanto, é recomendado o uso de partículas de Al com baixa granulometria para garantir boa distribuição e densidades mais próximas da teórica.

Concluímos também que trabalho de mistura em moinho de alta energia diminui o tamanho das partículas de Al permitindo trabalharmos com granulometria inicial mais grosseira e após a mistura obtemos uma granulometria refinada que como foi demonstrado na experiência anterior, resulta em uma boa distribuição do reforço e consequentemente boas propriedades mecânicas.



SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Queremos deixar registrado aqui sugestões de continuidade do presente trabalho, visando completar os ensaios propostos e obtenção de conclusões mais precisas:

1. Fazer estudo da influência do tamanho das partículas de SiC na sua distribuição na matriz de Al.
2. Observação dos pós misturados em moinhos de alta energia em microscópio eletrônico de varredura (MEV).
3. Compactação, extrusão e análise metalográfica dos pós misturados por moinho de alta energia.
4. Fazer uma mistura em moinho de alta energia usando metanol em vez de estearato de zinco.
5. Estender o tempo de mistura em moinho de alta energia para verificar qual a tendência após o crescimento dos flocos.

AGRADECIMENTOS

- Ao pós graduando Humberto Naouki Yoshimura pelas inestimáveis informações prestadas no início do projeto e pelo apoio e incentivo ao trabalho.

- Ao Dr. Hélio Goldenstein pela orientação e pelo incentivo.

- Ao Dr. Marcelo Gonçalves por permitir a utilização das dependências do IPT para realização da mistura, compactação e extrusão das amostras.

- Aos técnicos do IPT pela colaboração na realização dos ensaio.

- Ao Dr. Francisco Ambrózio Filho por permitir a utilização do moinho de alta energia instalado no IPEN, e pela participação no meu processo de avaliação.

- Aos técnicos do departamento de metalurgia da EPUSP pelos serviços e orientações prestados.

- Ao Dr. Henrique Kahn por permitir a realização dos ensaios granulométricos no departamento de Engenharia de Minas da EPUSP.

- Ao Dr. Hélio Goldenstein pela orientação e pelo incentivo.

- Ao Dr. Marcelo Gonçalves por permitir a utilização das dependências do IPT para realização da mistura, compactação e extrusão das amostras.

- Aos técnicos do IPT pela colaboração na realização dos ensaio.

- Ao Dr. Francisco Ambrózio Filho por permitir a utilização do moinho de alta energia instalado no IPEN, e pela participação no meu processo de avaliação.

- Aos técnicos do departamento de metalurgia da EPUSP pelos serviços e orientações prestados.

- Ao Dr. Henrique Kahn por permitir a realização dos ensaios granulométricos no departamento de Engenharia de Minas da EPUSP.

RESULTADOS DAS ANÁLISES GRANULOMÉTRICAS

A seguir são apresentados os gráficos e os resultados das análises granulométricas realizadas com as amostras misturadas no moinho de alta energia:

1. pó de Al e SiC com mistura manual
2. mistura de 30 minutos
3. mistura de 1 hora
4. mistura de 2 horas
5. mistura de 4 horas
6. mistura de 6 horas
7. mistura de 8 horas

Certificado 777/93 - PMT/ALEXANDRE

Amostra: Al e SiC - Amostra 00

Meio de Dispersao:alcohol

Lente:600mm

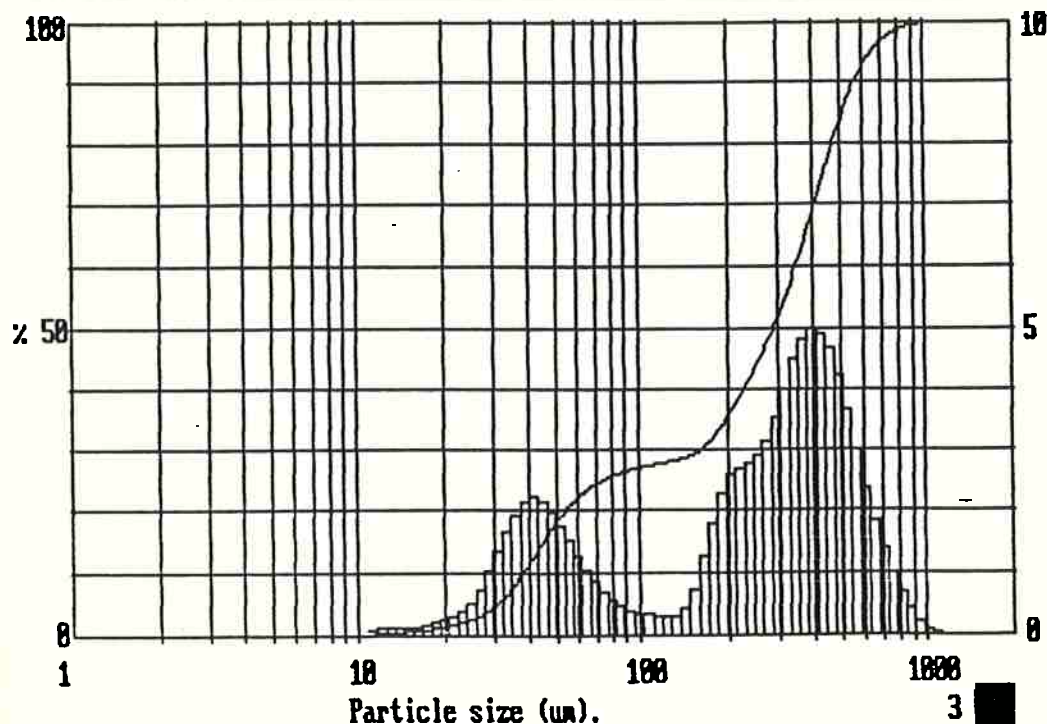
Op.:Dora

0000010051

Data:17/11/93

2724 nil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span 1.82
1128	100	507	85.1	228	40.5	103	27.3	46.1	16.1	20.7	1.6	D[4, 3]
1049	100	472	80.9	212	37.7	95.4	26.9	42.9	14.0	19.3	1.3	292.06µm
975	99.9	439	76.2	197	35.2	88.7	26.5	39.9	11.7	17.9	1.1	
907	99.7	408	71.2	183	32.9	82.5	26.0	37.1	9.6	16.7	0.9	D[3, 2]
844	99.2	379	66.3	171	31.0	76.7	25.4	34.5	7.6	15.5	0.8	103.65µm
784	98.5	353	61.4	159	29.8	71.3	24.7	32.1	5.9	14.4	0.6	
729	97.5	328	56.9	148	29.0	66.3	23.8	29.8	4.6	13.4	0.5	D[v, 0.9]
678	96.1	305	52.9	137	28.6	61.7	22.8	27.7	3.5	12.5	0.4	560.44µm
631	94.2	284	49.3	128	28.2	57.4	21.5	25.8	2.8	11.6	0.3	
587	91.8	264	46.2	119	28.0	53.3	19.9	24.0	2.3			D[v, 0.1]
545	88.8	245	43.2	110	27.6	49.6	18.1	22.3	1.9			37.65µm
Source = Data:dat1993a												D[v, 0.5] 287.85µm
Record No. = 38												
Focal length = 600 mm												
Presentation = nil												
Beam length = 2.4 mm				Log. Diff. = 2.887				Model indp				
Obscuration = 0.2396				Volume Conc. = 0.3956%				Sp.S.A 0.0579 #2/cc.				
Volume distribution												



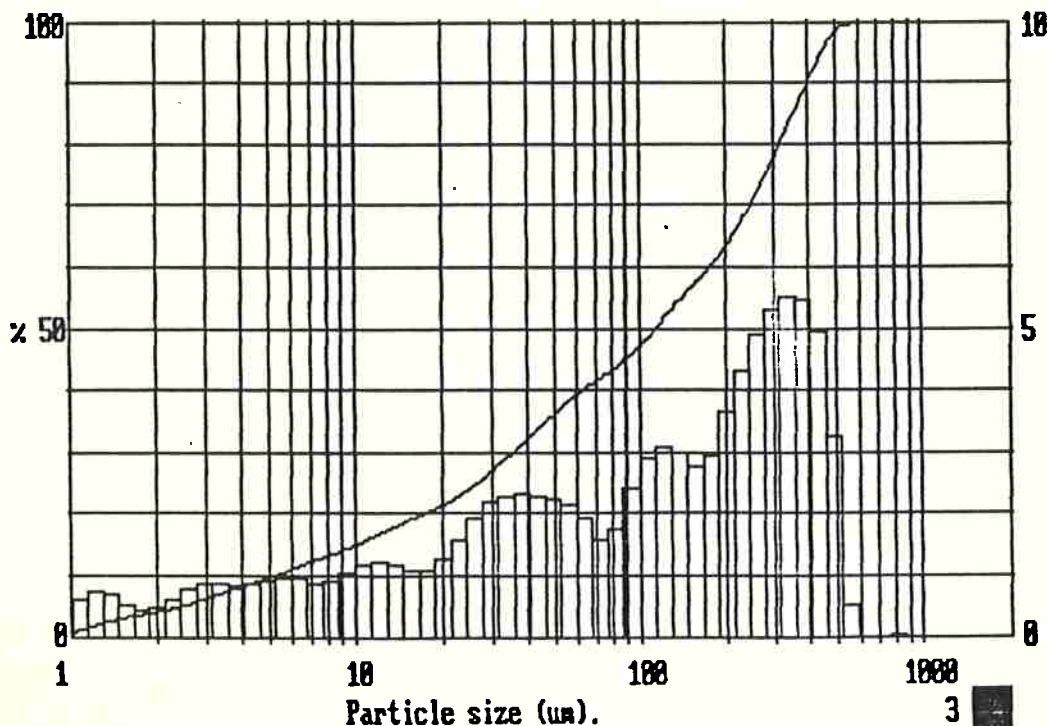
Certificado 775/93 - PMT/Alexandre
 Amostra: Al e SiC - Amostra 02 (30 minutos)
 Meio de Dispersao:alcohol Lentes:63/600mm

Op.:Dora

000010044
 Data:24/11/93

2724 nil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
1128	100	276	74.8	67.7	41.3	16.6	19.8	4.06	8.5	1.00	0.9	3.45
993	100	243	69.9	59.6	39.4	14.6	18.7	3.58	7.6	0.88	0.5	DI4,31
873	100	214	65.6	52.4	37.2	12.8	17.5	3.15	6.7	0.77	0.2	160.97µm
769	100	188	61.9	46.1	34.9	11.3	16.3	2.77	5.8	0.68	0.1	DI3,21
676	99.9	166	58.9	40.6	32.7	9.95	15.1	2.44	5.0	0.60	0.0	13.48µm
595	99.9	146	56.2	35.7	30.3	8.75	14.1	2.14	4.4	0.53	0.0	DIv,0.91
524	99.4	128	53.1	31.4	28.0	7.70	13.1	1.89	3.9	0.46	0.0	394.36µm
461	96.1	113	50.0	27.7	25.8	6.78	12.2	1.66	3.5	0.41	0.0	DIv,0.11
406	91.2	99.4	47.1	24.3	23.8	5.96	11.2	1.46	3.0	0.36	0.0	5.07µm
357	85.7	87.4	44.7	21.4	22.2	5.25	10.3	1.29	2.3			
314	80.1	76.9	42.9	18.8	20.9	4.62	9.3	1.13	1.5			
Source = Res.:Blended												DIv,0.51
Quality = 90.278												112.80µm
Volume distribution												Sp.S.A 0.4451 µ²/cc.



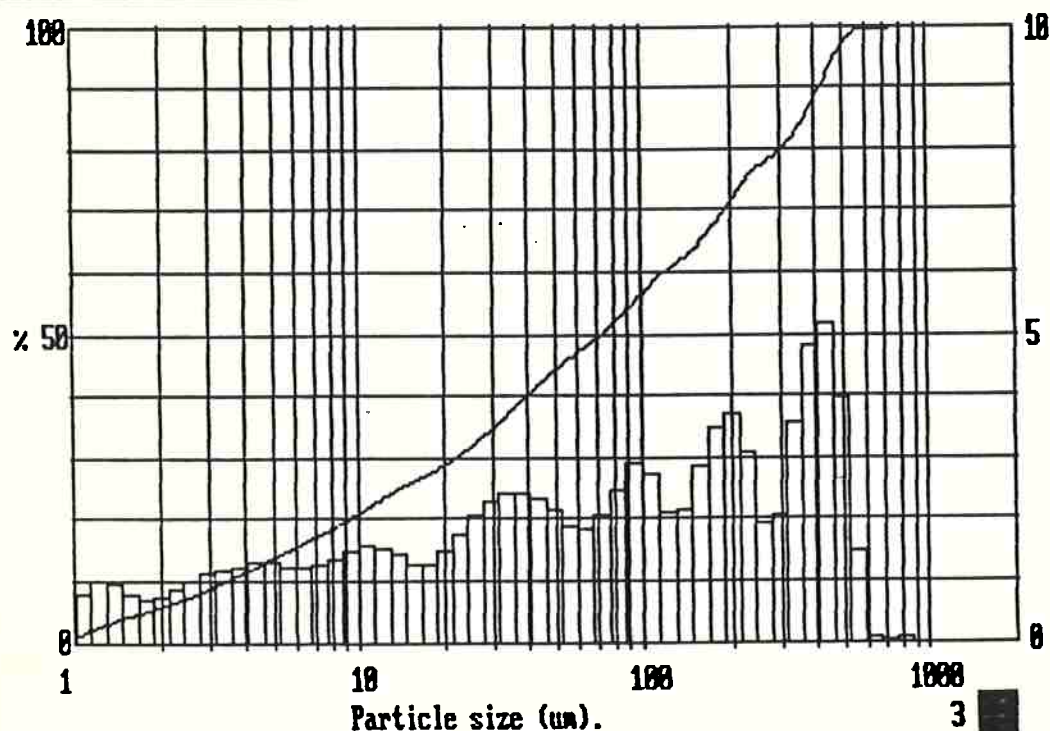
Certificado 773/93 - PMT /Alexandre
 Amostra: Al e SiC - Amostra 04 (1 hora)
 Meio de Dispersao:alcohol Lentes:63/600mm

Op.:Dora

000010039
 Data:24/11/93

2724 ml 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
1128	100	276	78.6	67.7	49.0	16.6	26.9	4.06	11.8	1.00	1.2	5.69
993	100	243	76.7	59.6	47.1	14.6	25.6	3.58	10.5	0.88	0.6	D[4,3]
873	100	214	73.6	52.4	45.2	12.8	24.2	3.15	9.3	0.77	0.3	143.33µm
769	99.9	188	69.9	46.1	43.0	11.3	22.6	2.77	8.2	0.68	0.1	D[3,2]
676	99.9	166	66.4	40.6	40.7	9.95	21.0	2.44	7.1	0.60	0.1	10.14µm
595	99.8	146	63.5	35.7	38.2	8.75	19.5	2.14	6.3	0.53	0.0	
524	98.3	128	61.4	31.4	35.8	7.70	18.2	1.89	5.5	0.46	0.0	D[v,0.9]
461	94.3	113	59.2	27.7	33.5	6.78	16.9	1.66	4.8	0.41	0.0	414.29µm
406	89.1	99.4	56.5	24.3	31.4	5.96	15.7	1.46	4.0	0.36	0.0	
357	84.3	87.4	53.6	21.4	29.7	5.25	14.4	1.29	3.0			D[v,0.1]
314	80.7	76.9	51.1	18.8	28.2	4.62	13.1	1.13	2.0			3.38µm
Source = Res.:Blended												D[v,0.5]
Quality = 88.752												72.16µm
Volume distribution												
Sp.S.A 0.5916 m ² /cc.												

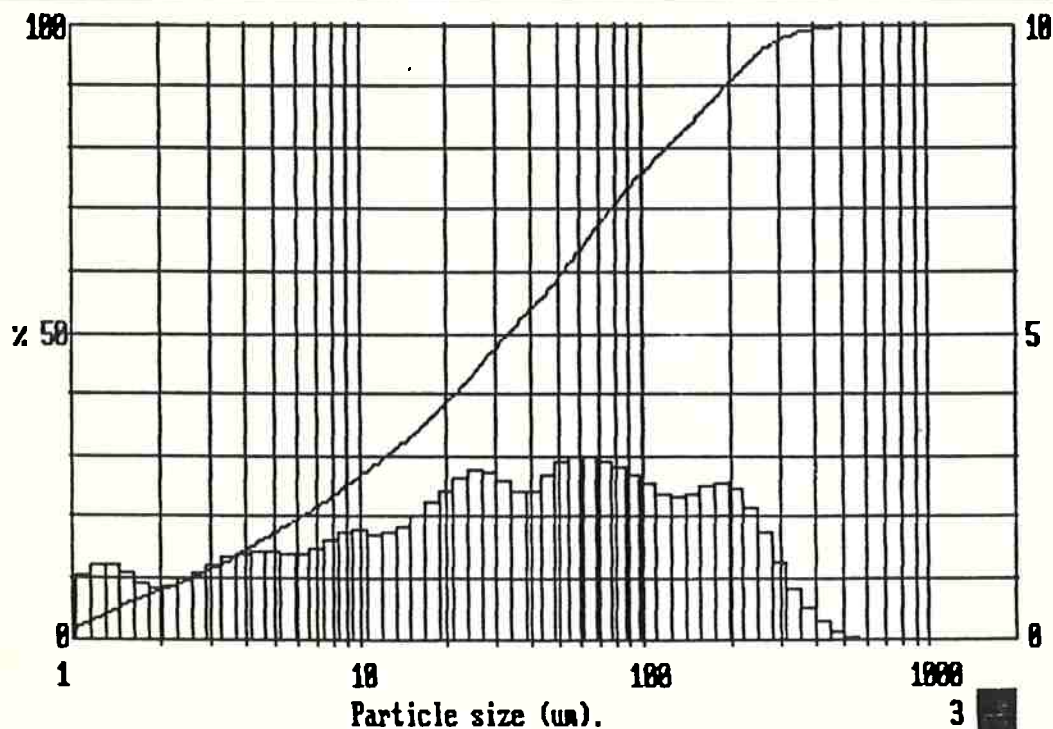


Certificado 771/93 - PMT/Alexandre
 Amostra: Al e SiC - Amostra 06 (2 horas)
 Meio de Dispersao:alcohol Lentes:63/300mm

Op.:Dora Data:24/11/93

2724 nil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
564	100	156	85.4	43.0	55.5	11.9	29.4	3.27	12.4	0.90	1.0	5.76
502	99.9	138	82.9	38.2	53.0	10.5	27.7	2.91	11.1	0.80	0.5	D[4,3]
446	99.8	123	80.6	34.0	50.6	9.38	25.9	2.59	10.0	0.71	0.2	68.04µm
397	99.5	110	78.2	30.2	48.0	8.35	24.1	2.30	9.0	0.64	0.1	D[3,2]
353	99.0	97.5	75.6	26.9	45.3	7.42	22.5	2.05	8.1	0.57	0.1	7.79µm
314	98.1	86.7	72.9	23.9	42.5	6.60	21.0	1.82	7.3	0.50	0.0	
279	96.8	77.1	70.1	21.3	39.8	5.87	19.5	1.62	6.4	0.45	0.0	D[v,0.9]
249	95.1	68.6	67.2	18.9	37.4	5.23	18.1	1.44	5.3	0.40	0.0	192.79µm
221	92.9	61.0	64.2	16.8	35.1	4.65	16.6	1.28	4.0	0.35	0.0	
197	90.4	54.3	61.1	15.0	33.1	4.14	15.2	1.14	2.8			D[v,0.1]
175	87.9	48.3	58.2	13.3	31.2	3.68	13.7	1.02	1.7			2.58µm
Source = Res.:Blended												D[v,0.5]
Quality = 95.759												33.03µm
Volume distribution Sp.S.A 0.7702 µ²/cc.												



Certificado 769/93 - PMT/ALEXANDRE

Amostra: Al e SiC - Amostra 08 (4 horas)

Meio de Dispersao:alcohol

Lente:63mm

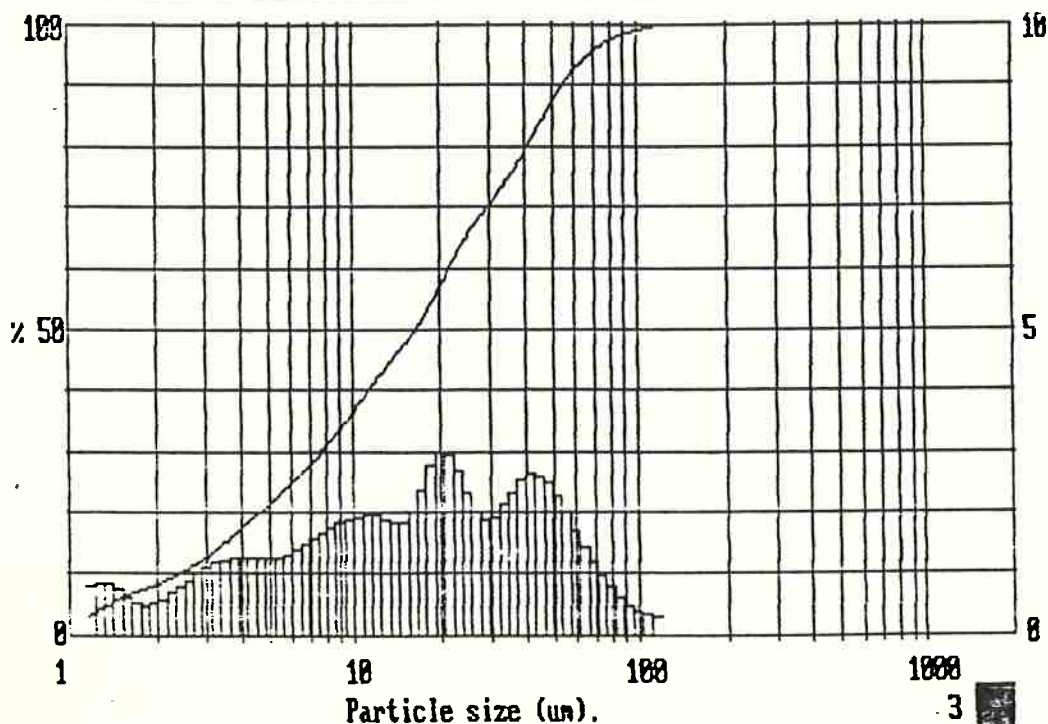
Op.:Dora

000009838

Data:17/11/93

2724 nil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
118	100	53.3	89.6	24.0	64.2	10.8	39.6	4.84	21.0	2.18	9.0	3.12
110	99.7	49.5	87.3	22.3	61.5	10.0	36.7	4.50	19.8	2.03	8.4	D[4,3]
102	99.3	46.1	84.8	20.7	58.5	9.31	34.8	4.19	18.5	1.88	7.9	23.11µm
95.2	98.9	42.8	82.2	19.3	55.5	8.66	32.9	3.89	17.2	1.75	7.4	D[3,2]
88.6	98.4	39.8	79.5	17.9	52.7	8.05	31.1	3.62	15.9	1.63	6.9	5.57µm
82.4	97.8	37.0	76.9	16.7	50.3	7.49	29.4	3.37	14.7	1.51	6.2	D[v,0.9]
76.6	97.0	34.4	74.6	15.5	48.2	6.97	27.8	3.13	13.5	1.41	5.5	53.93µm
71.2	96.0	32.0	72.4	14.4	46.4	6.48	26.3	2.91	12.4	1.31	4.6	D[v,0.1]
65.2	94.9	29.8	70.5	13.4	44.5	6.02	24.9	2.71	11.4	1.22	3.8	2.42µm
61.6	93.4	27.7	68.5	12.5	42.6	5.60	23.6	2.52	10.5			
57.3	91.7	25.8	66.5	11.6	40.6	5.21	22.3	2.34	9.7			
Source = :Sample Beam length = 2.4 mm Model indp												D[v,0.5]
Focal length = 63 mm Log. Diff. = 2.350												16.50µm
Presentation = nil Obscuration = 0.2997 Volume Conc. = 0.0276%												
Volume distribution Sp.S.A 1.0772 m ² /cc.												



Certificado 768/93 - PMT/ALEXANDRE

Amostra: Al e SiC - Amostra 09 (6 horas)

Meio de Dispersao:alcohol

Lente:63mm

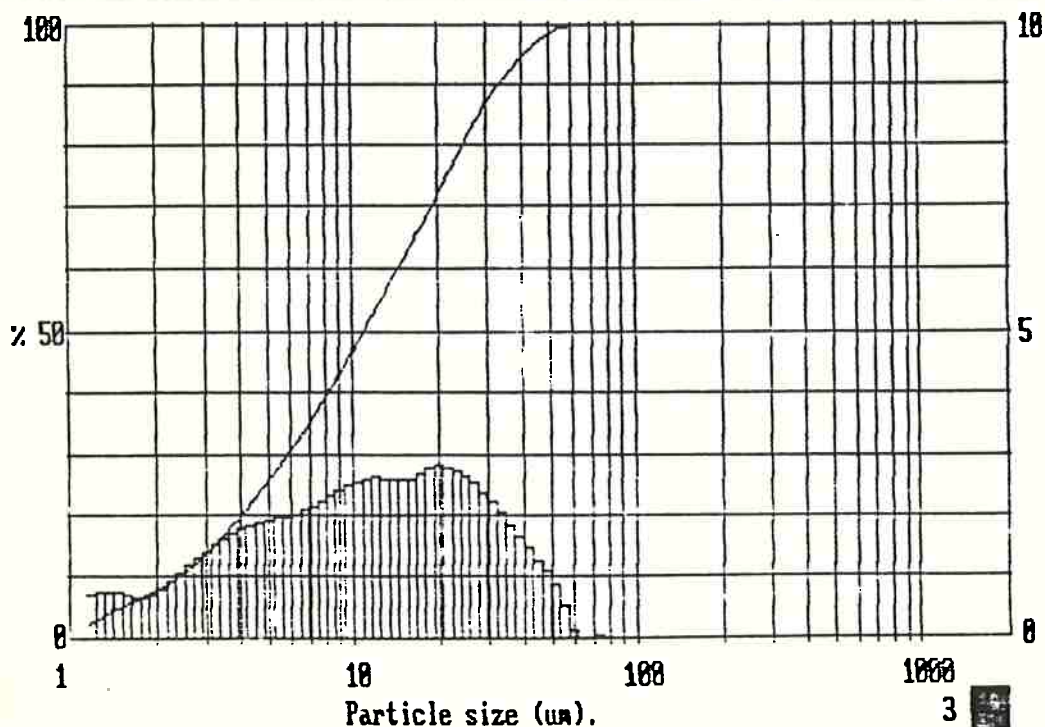
Op.:Dora

000009834

Data:17/11/93

2724 mil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
												2.82
118	100	53.3	99.3	24.0	79.1	10.8	49.5	4.84	25.0	2.18	8.6	D[4,3]
110	100	49.5	98.5	22.3	76.3	10.0	46.9	4.50	23.1	2.03	7.8	14.74µm
102	100	46.1	97.4	20.7	73.5	9.31	44.4	4.19	21.3	1.88	7.1	D[3,2] 5.24µm
95.2	100	42.8	96.1	19.3	70.7	8.66	42.0	3.89	19.5	1.75	6.5	
88.6	100	39.8	94.6	17.9	67.9	8.05	39.6	3.62	17.7	1.63	5.8	D[4,0.9] 33.22µm
82.4	100	37.0	92.9	16.7	65.2	7.49	37.3	3.37	16.1	1.51	5.1	
76.6	100	34.4	91.0	15.5	62.6	6.97	35.2	3.13	14.6	1.41	4.4	D[4,0.1] 2.42µm
71.2	100	32.0	88.9	14.4	60.0	6.48	33.0	2.91	13.1	1.31	3.6	
66.2	100	29.8	85.7	13.4	57.3	6.02	31.0	2.71	11.8	1.22	2.9	D[4,0.5] 10.93µm
61.6	100	27.7	84.3	12.5	54.7	5.60	29.0	2.52	10.6			
57.3	99.8	25.8	81.7	11.6	52.1	5.21	27.0	2.34	9.6			
Source = :Sample				Beam length = 2.4 mm				Model indep				
				Log. Diff. = 2.433								
Focal length = 63 mm				Obscuration = 0.3038				Volume Conc. = 0.0264%				
Presentation = nil				Volume distribution				Sp.S.A 1.1447 g ² /cc.				

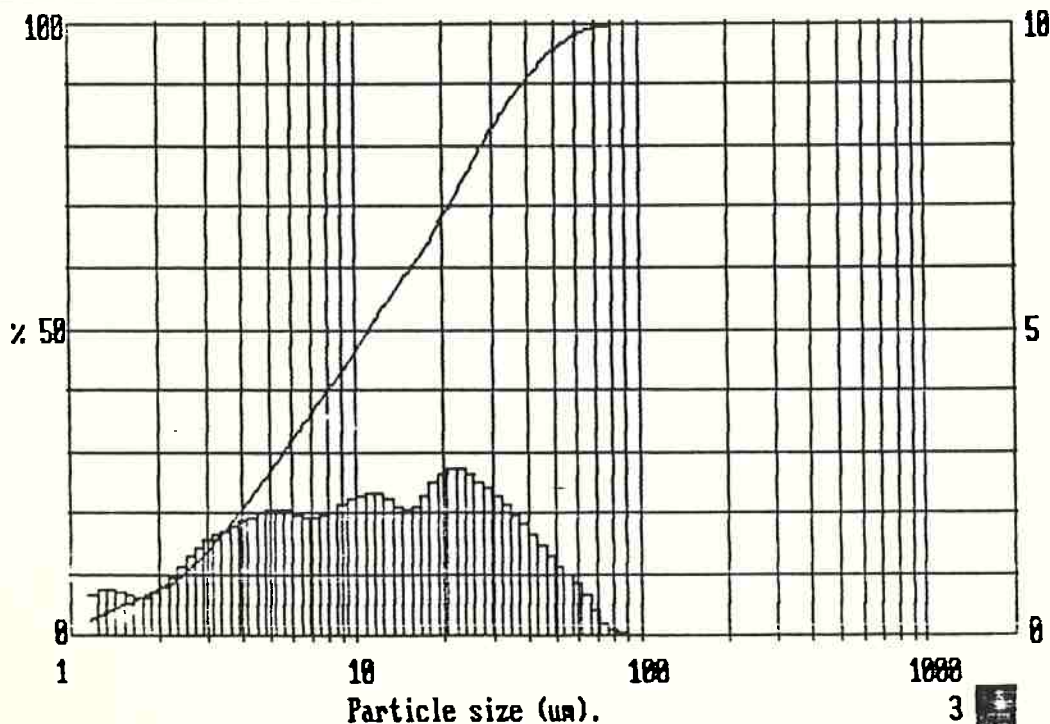


Certificado 767/93 - PMT/ALEXANDRE
 Amostra: Al e SiC - Amostra 10 (8 horas)
 Meio de Dispersao: alcool Lente: 63mm

Op.: Dora Data: 17/11/93

2724 mil 1KV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
												3.21
118	100	53.3	96.7	24.0	75.1	10.8	48.9	4.84	26.0	2.18	8.4	D[4, 3]
110	100	49.5	95.5	22.3	72.3	10.0	46.5	4.50	24.0	2.03	7.6	16.39µm
102	100	46.1	94.2	20.7	69.6	9.31	44.3	4.19	22.0	1.88	6.9	D[3, 2] 5.28µm
95.2	100	42.8	92.7	19.3	66.9	8.66	42.2	3.89	20.1	1.75	6.3	
88.6	100	39.8	91.0	17.9	64.4	8.05	40.1	3.62	18.3	1.63	5.7	D[v, 0.9] 38.28µm
82.4	99.9	37.0	89.1	16.7	62.1	7.49	38.1	3.37	16.6	1.51	5.0	
76.6	99.8	34.4	87.1	15.5	60.0	6.97	36.2	3.13	14.9	1.41	4.3	D[v, 0.1] 2.44µm
71.2	99.6	32.0	85.0	14.4	57.9	6.48	34.2	2.91	13.3	1.31	3.5	
66.2	99.2	29.8	82.7	13.4	55.8	6.02	32.2	2.71	11.9	1.22	2.8	D[v, 0.5] 11.16µm
61.6	98.6	27.7	80.3	12.5	53.6	5.60	30.1	2.52	10.5			
57.3	97.7	25.8	77.7	11.6	51.2	5.21	28.1	2.34	9.4			
Source = :Sample				Beam length = 2.4 mm				Model indp				D[v, 0.5] 11.16µm
				Log. Diff. = 1.991								
Focal length = 63 mm				Obscuration = 0.3069				Volume Conc. = 0.0269%				
Presentation = nil				Volume distribution				Sp.S.A 1.1358 mm²/cc.				

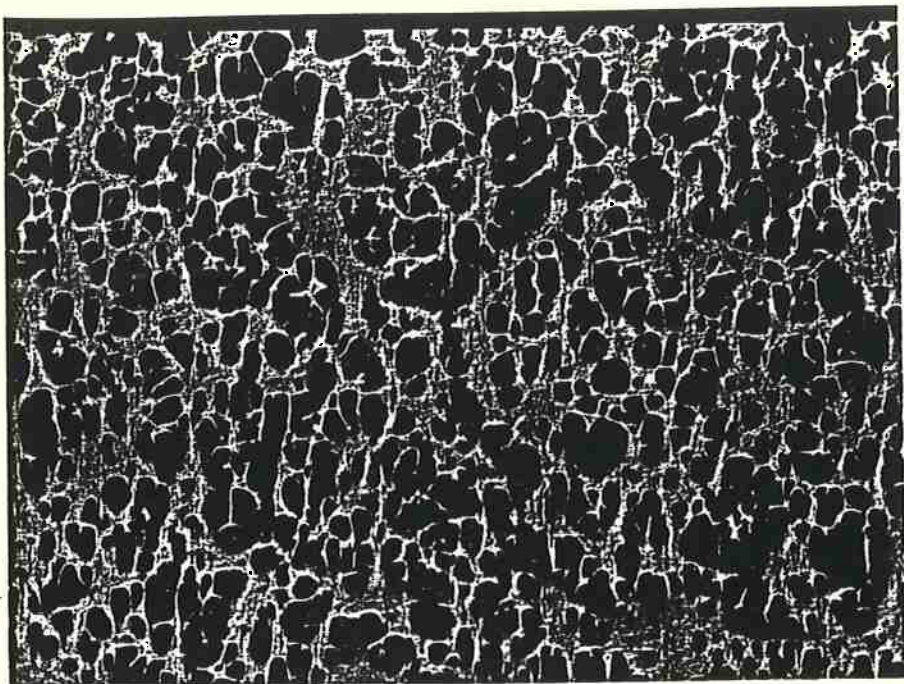


FOTOGRAFIAS

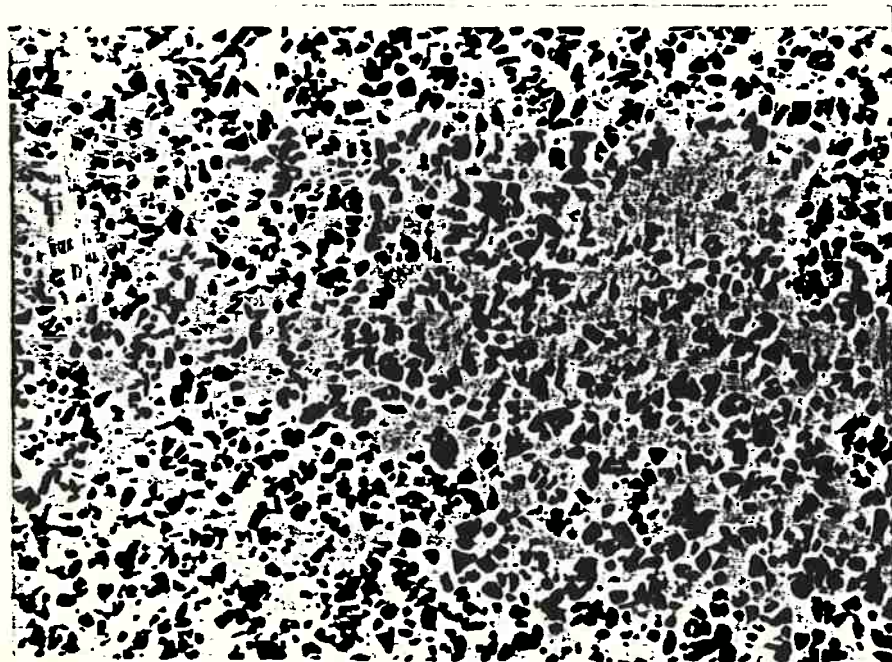
A seguir são apresentadas as fotografias das amostras extrudadas e das amostras misturadas no moinho de alta energia. As fotografias foram tiradas no equipamento Zeiss UltraPhot instalado no departamento de metalurgia da EPUSP. As fotos foram reveladas e ampliadas neste departamento com equipamentos existentes para esse fim.

1. Barra 101, posição B longitudinal (16 X)
2. Barra 101, posição B transversal (16 X)
3. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: pouca segregação
4. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: muita segregação
5. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: pouca segregação
6. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: muita segregação
7. Barra 101, posição B longitudinal (50 X)
8. Barra 102, posição B longitudinal (50 X)
detalhe: muita segregação
9. mistura manual de Al e SiC (16 X)
10. mistura de 30 minutos (16 X)
11. mistura de 1 hora (16 X)
12. mistura de 2 horas (16 X)
13. mistura de 3 horas (16 X)
14. mistura de 4 horas (16 X)
15. mistura de 6 horas (16 X)
16. mistura de 8 horas (16 X)
17. mistura manual de Al e SiC (100 X)
18. mistura de 30 minutos (100 X)
19. mistura de 1 hora (100 X)
20. mistura de 2 horas (100 X)

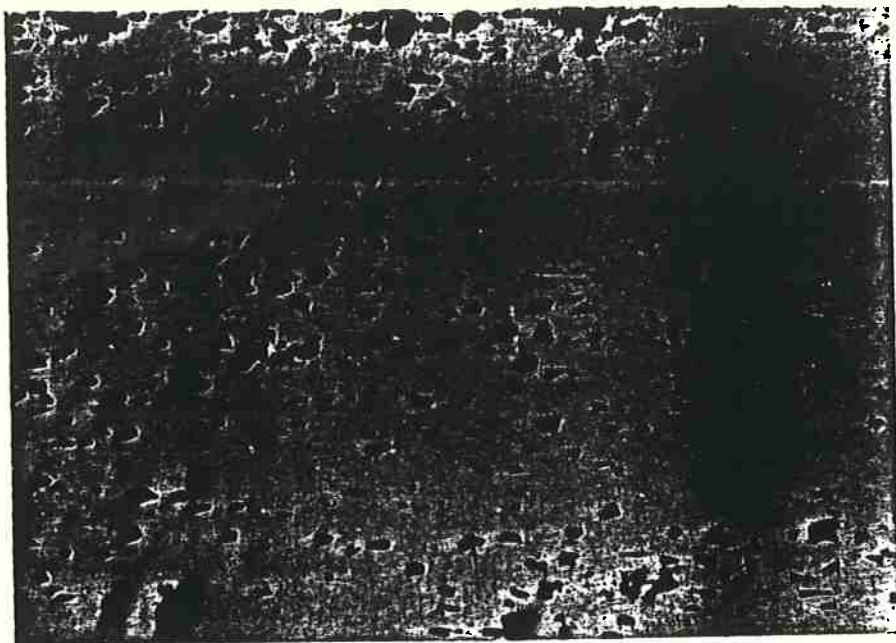
21. mistura de 3 horas	(100 X)
22. mistura de 4 horas	(100 X)
23. mistura de 6 horas	(100 X)
24. mistura de 8 horas	(100 X)
25. mistura de 6 horas	(8 X)
26. mistura de 8 horas	(8 X)



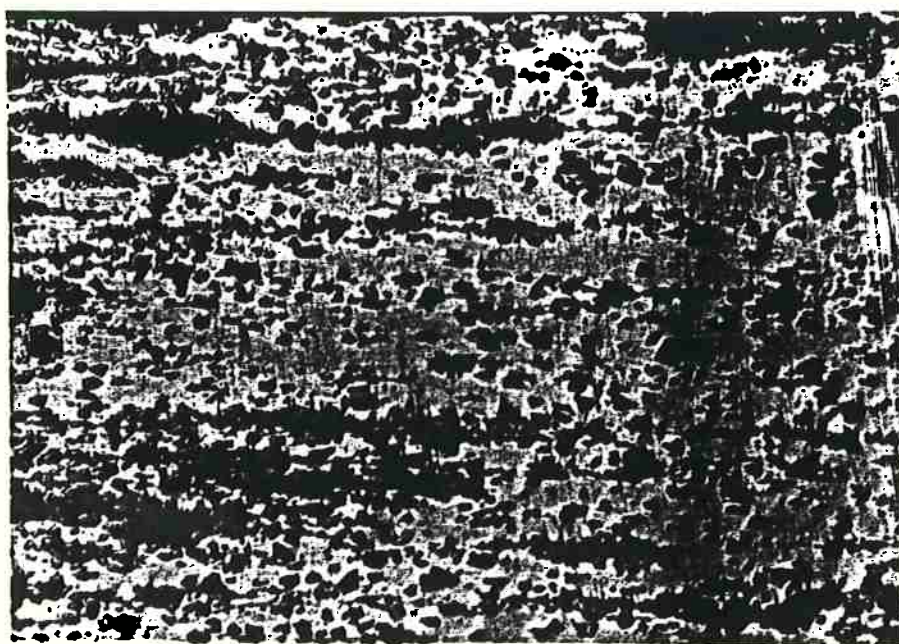
1. Barra 101. posição B longitudinal (16 X)



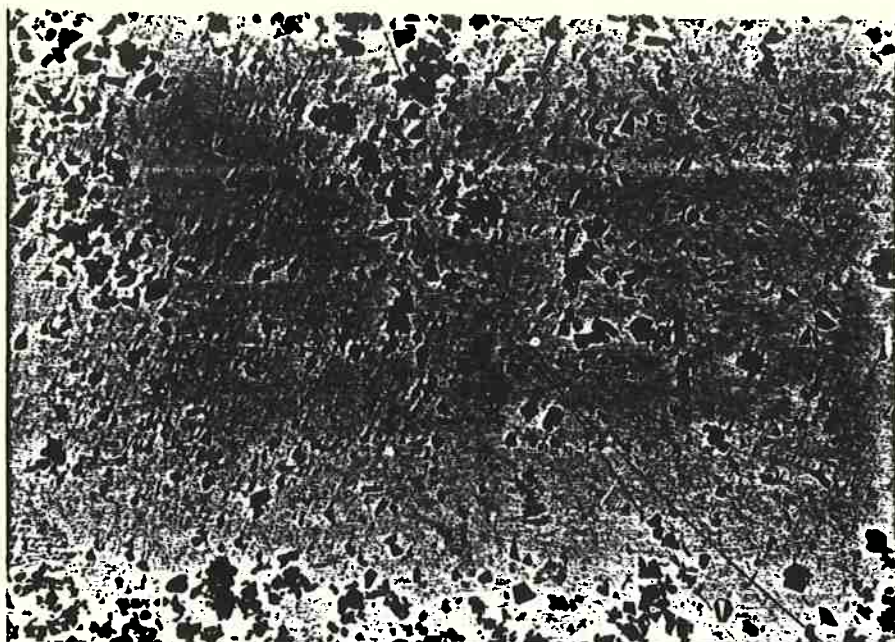
2. Barra 101. posição B transversal (16 X)



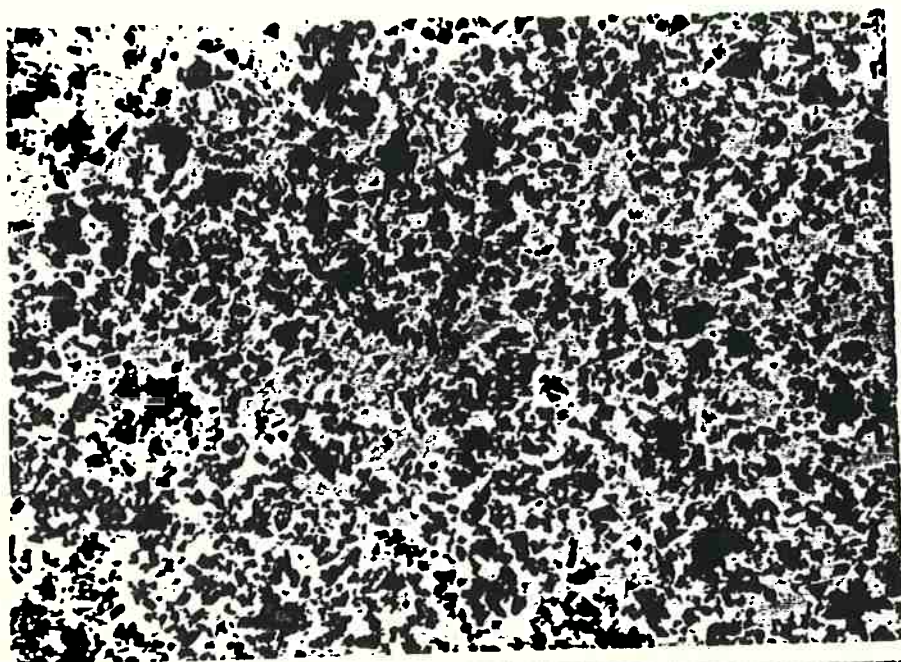
3. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: pouca segregação



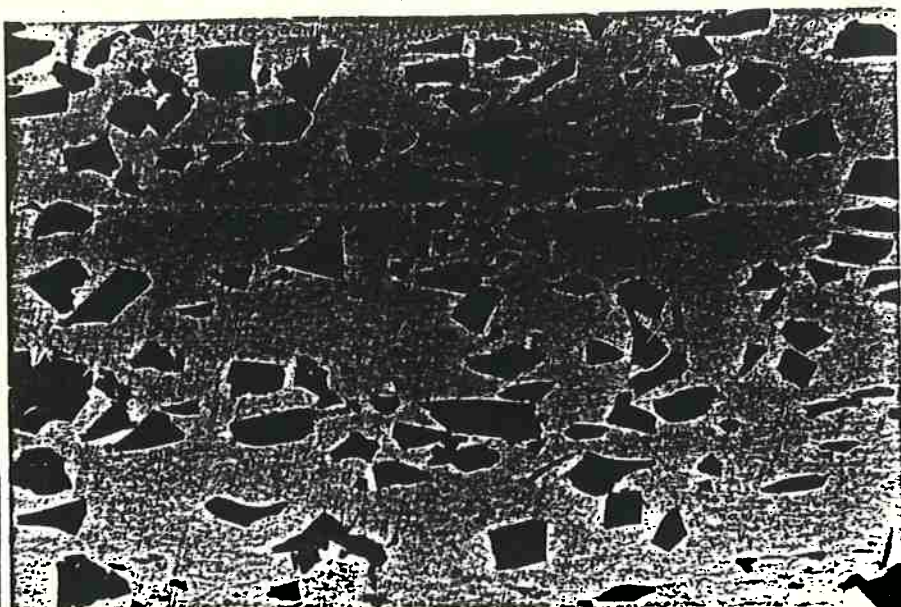
4. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: muita segregação



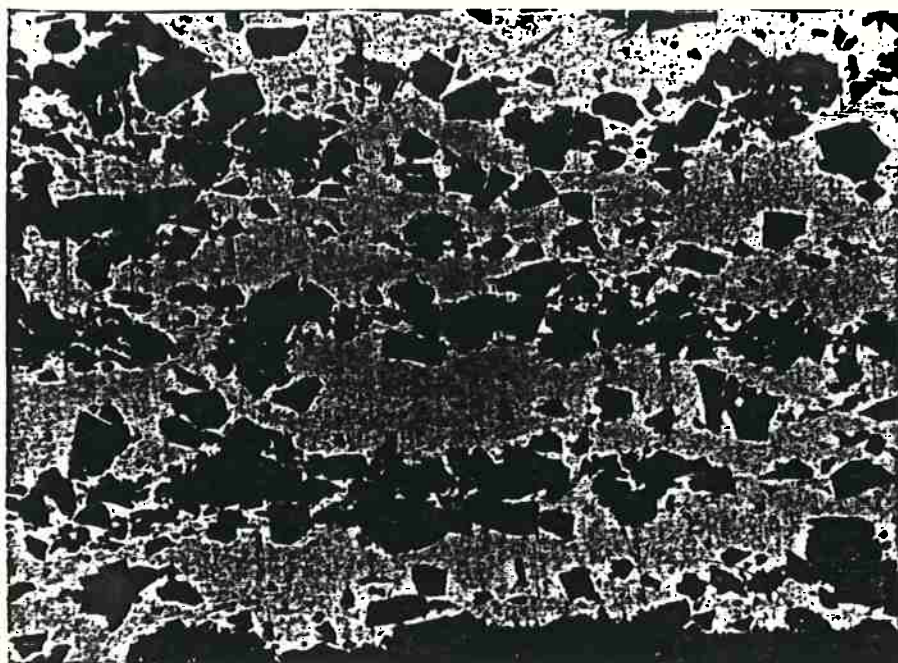
5. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: pouca segregação



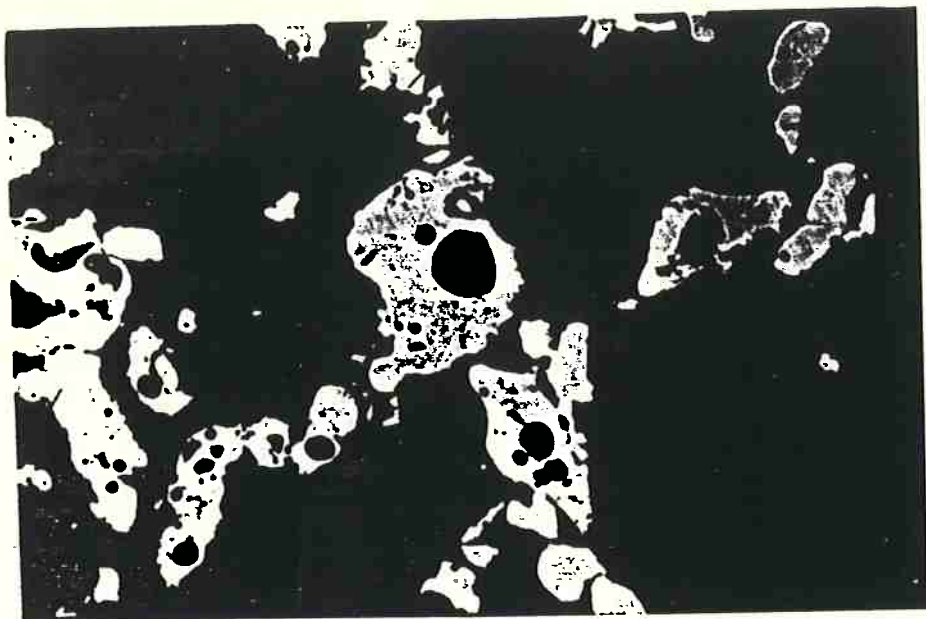
6. Barra 102, posição B longitudinal (16 X)
detalhe: muita segregação



7. Barra 101. posição B longitudinal (50 X)



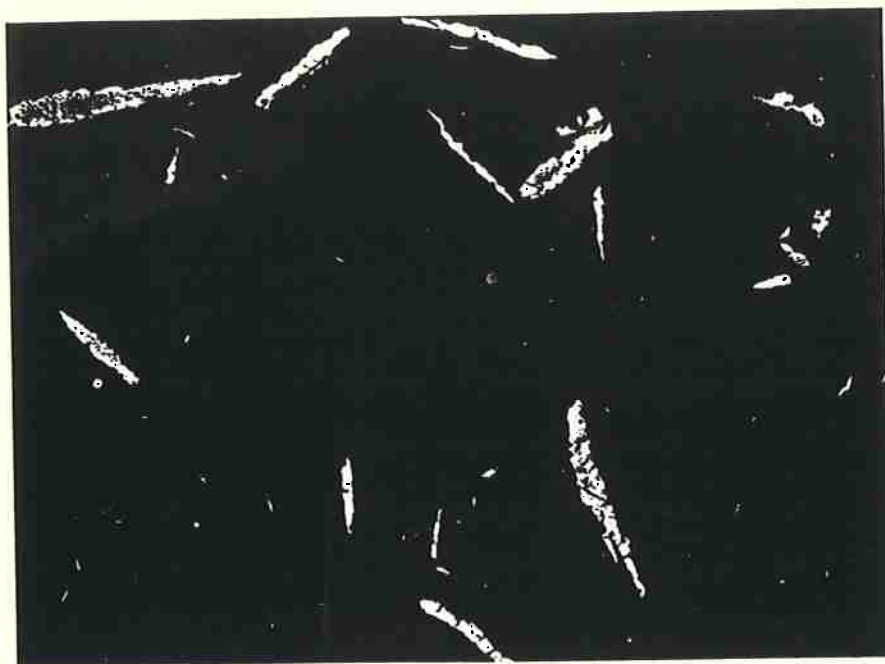
8. Barra 102. posição B longitudinal (50 X)
detalhe: muita segregação



9. mistura manual de Al e SiC (16 X)

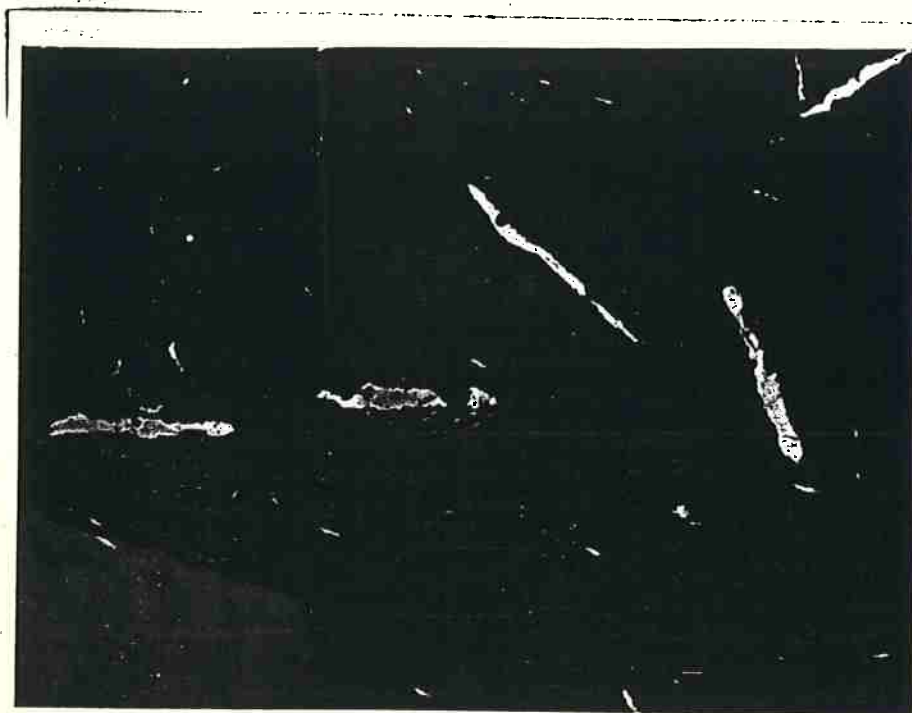


10. mistura de 30 minutos . (16 X)



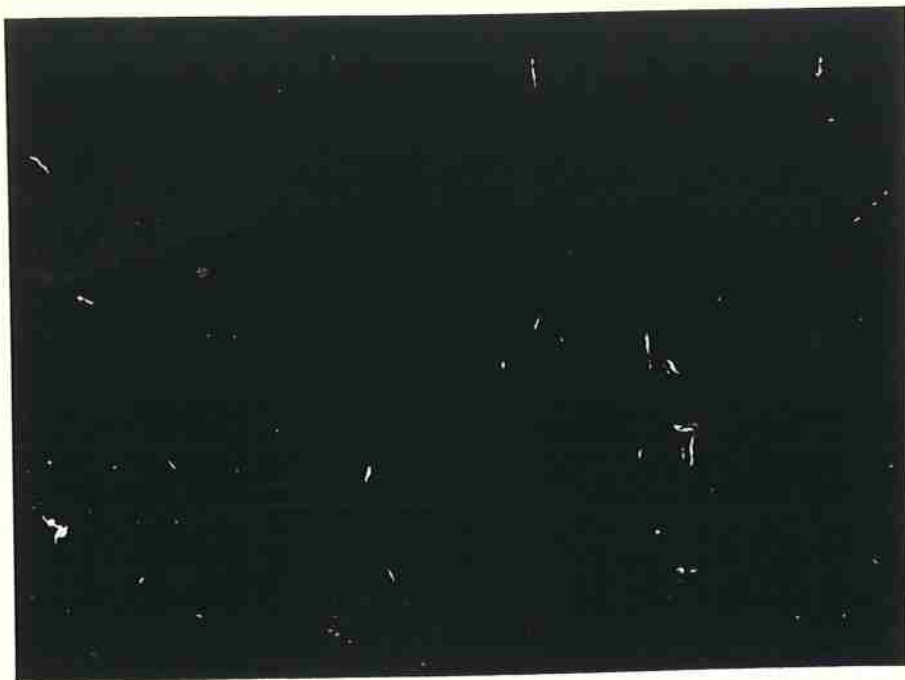
11. mistura de 1 hora

(16 X)



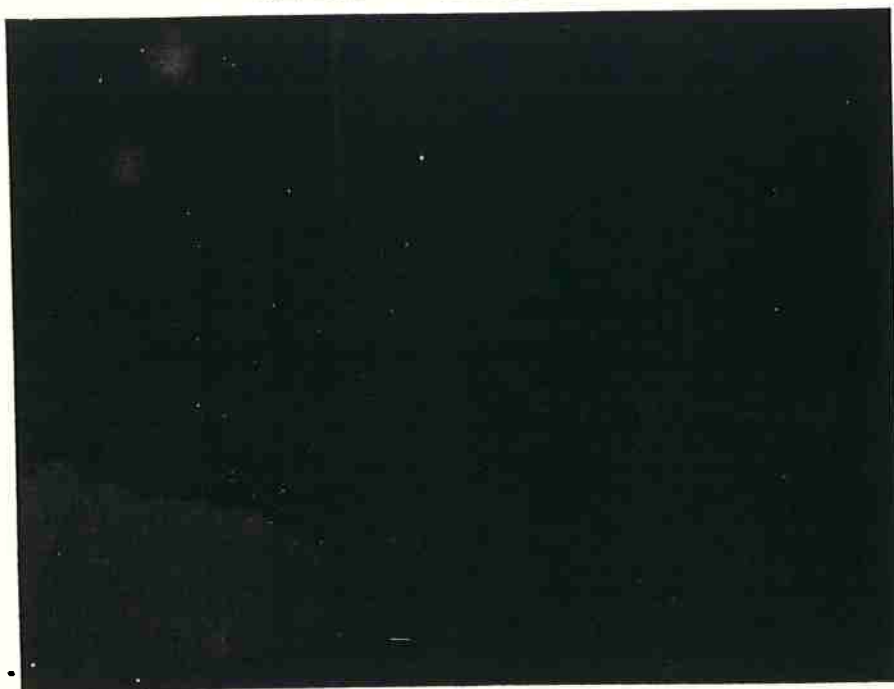
12. mistura de 2 horas

(16 X)



13. mistura de 3 horas

(16 X)



14. mistura de 4 horas

(16 X)



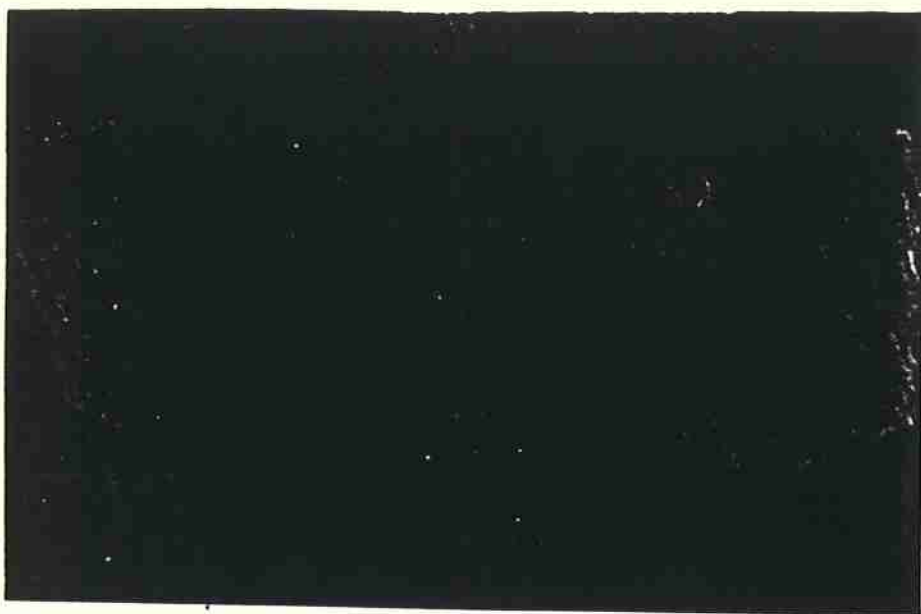
15. mistura de 6 horas

(16 X)

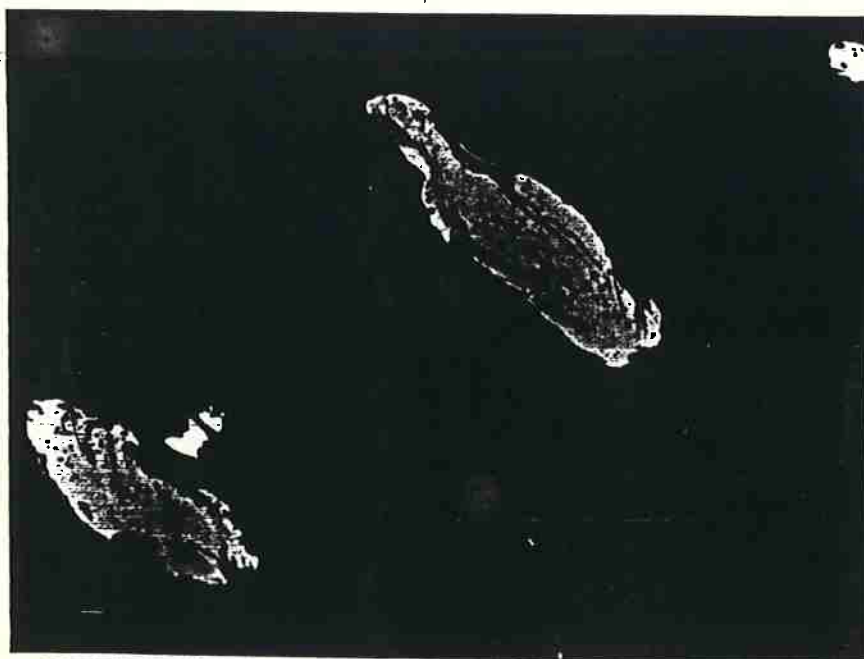


16. mistura de 8 horas

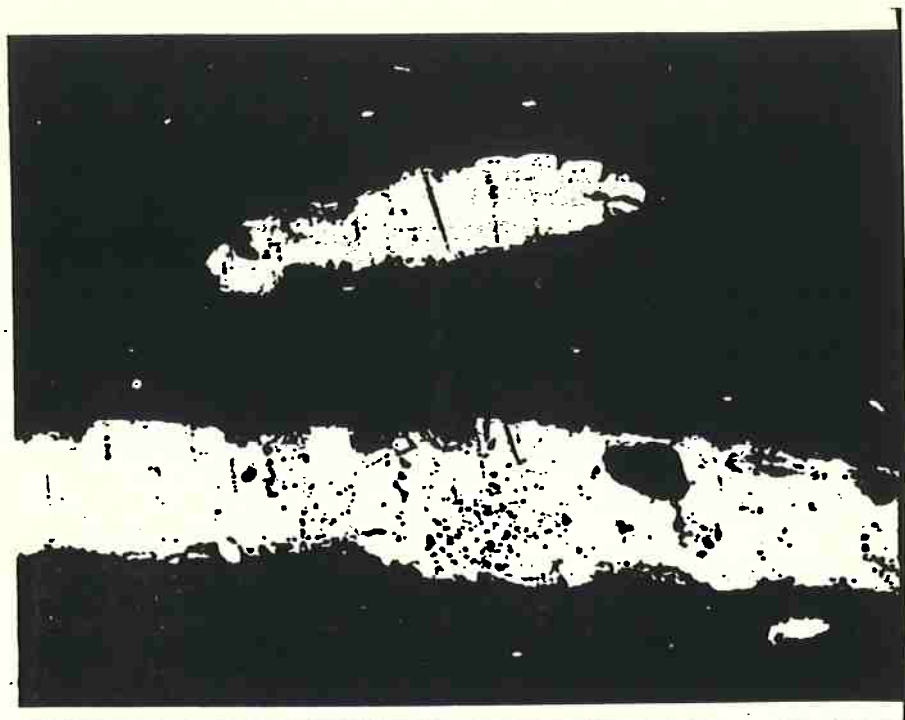
(16 X)



17. mistura manual de Al e SiC (100 X)

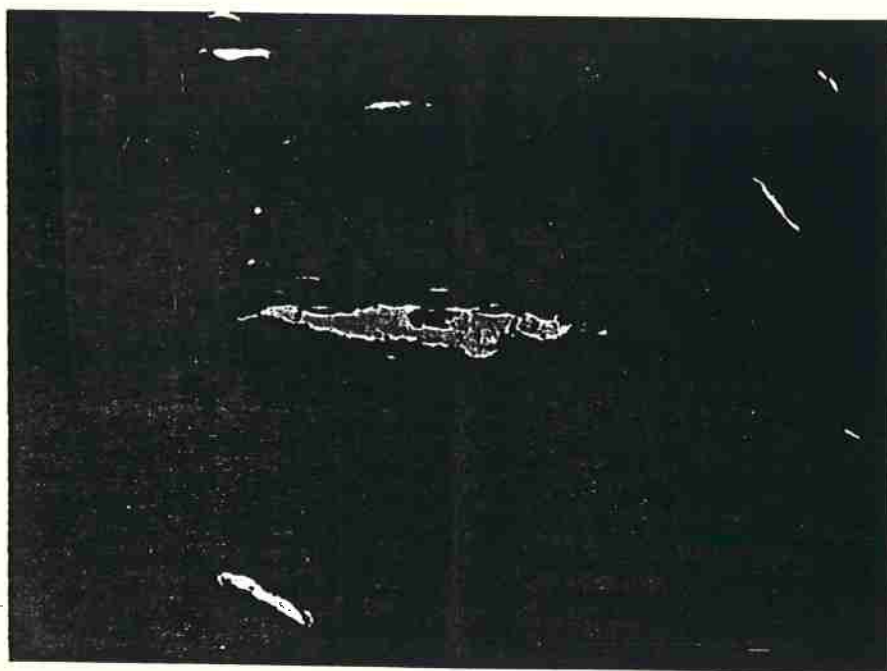


18. mistura de 30 minutos (100 X)



19. mistura de 1 hora

(100 X)



20. mistura de 2 horas

(100 X)



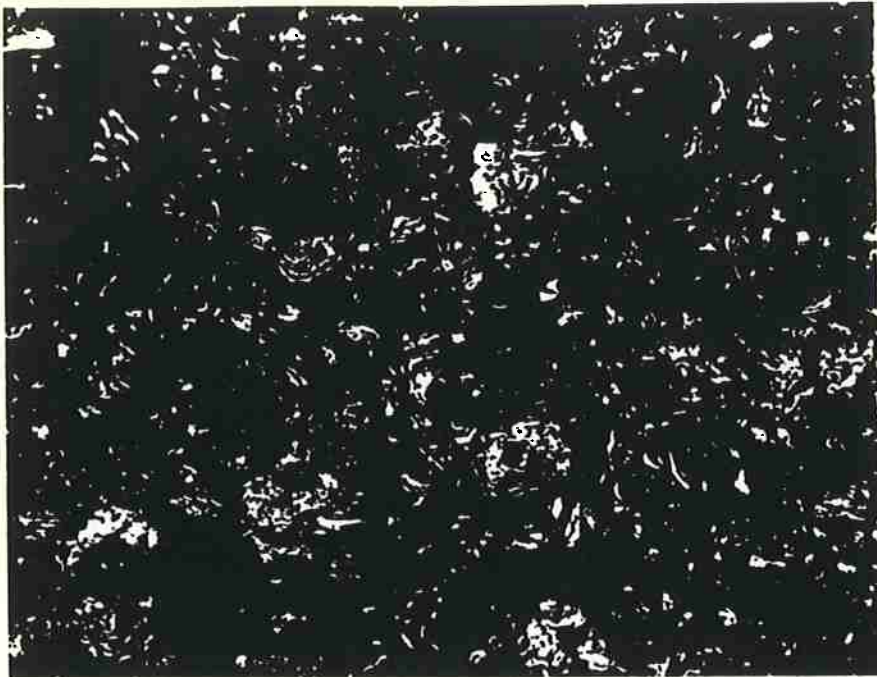
21. mistura de 3 horas

(100 X)



22. mistura de 4 horas

(100 X)



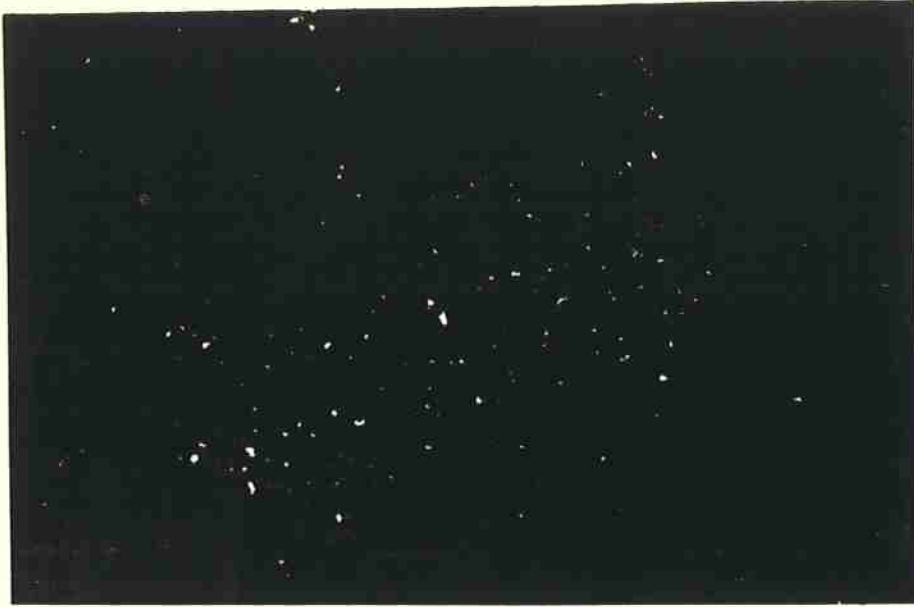
23. mistura de 6 horas

(100 X)



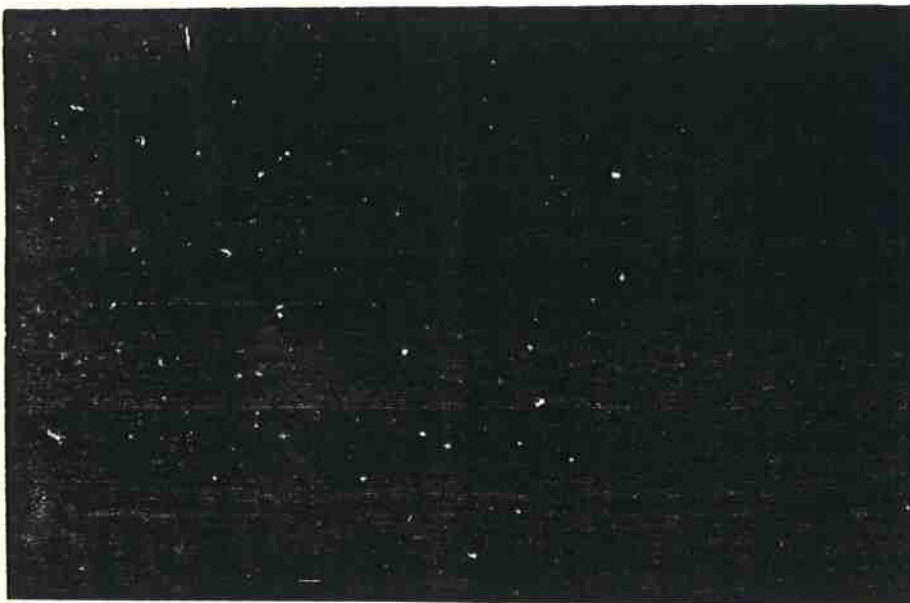
24. mistura de 8 horas

(100 X)



25. mistura de 6 horas

(8 X)



26. mistura de 8 horas

(8 X)

REFERENCIAS

- (1) YOSHIMURA, H. N. ; Produção e caracterização de materiais compósitos de matriz metálica SiCp/Al obtidos por extrusão de pós.
- (2) PADILHA, A. F. ; Metalurgia AEM, Vol. 46 , n 391 pp 454-457, agosto/setembro de 1990.
- (3) RACK, H. J. ; Advances Materials & Manufacturing Process, 3(3) pp 327-358, 1988.
- (4) TYLER, J. R. ; VAN DER BERGH, M. R. ; Advances in materials technology, monitor compilado pela UNIDO n 17, fevereiro de 1990 pp 193-199
- (5) ROHATG, P. K. ; WEAVES, S. C. ; Como referência 3, pp 1-67.
- (6) CHAWLA, K. K. ; Composite materials, Springe Verlag, N.Y. ,1987.
- (7) ROHATG P. K. ; WEAVES, S. C. , Como referência 3, pp 1-67.
- (8) ROBERTSON, E. ; FORNO, A. E. J. ; Modern developments in powder metallurgy vol II
- (9) CATALISSE de EMAS-Cerburundim

- 10) JOKINEN, A., como referência 10, vol 19.
- 11) CORNIE, J. A. ; CHIANG, Y. M. ; UHMANN, D. R. ; MORTENSEN, A. ; COLLINS, J. M. ; Ceramic bulletin, vol 65, n 2 , 1986.
- 12) YOSHIMURA, H. M. ; GOLDENSTEIN, H. ; GONCALVES, M. ; Anais do 46 Congresso anual da AEM , vol. 4, pp 709-730, 1991.
- 13) RAHATGI, P. K. ; ASHTANA, R. ; Das, S. ; Como referência 3 pp 76-79
- 14) KANAT, S. V. ; ROLLET, A. D. ; HIRTH, J. P. , Scripta Met et Mat vol. 25 pp 27-32 ; 1991.
- 15) ARSENAULT, R. J. ; WANG, L. ; FENG, C. E. ; Acta Met et Mat vol. 39 n° 1 pp. 47-57 ; 1991
- 16) RAMAKRISHNAN , P. ; Novel processing of P/M aluminium matrix composites; Particulate materials and process- advances ; pp 239-240 ;1992
- 17) PARENT, J.O.G. ; IYENGAR, J. ; HEINEIN, H. ; Powder Blending of Metal-Matrix Composites Systems; Advances in Powder Metallurgy : vol. 1 ; pp 25-35 ; 1989 ; San Diego, CA ; USA.
- (18) HONG, S. J. ; KAO, P. W. ; CHANG, C. P. ; Microstructural Development in Al-SiC Composites Made by Resistance Sintering of Mechanically Alloyed Powders, Materials Science and Engineering

Descrição das medidas

A mediada de densidade do material antes da extrusão é feita pela relação da massa da caneca com os pós prensados pelo volume da caneca, descontando-se a massa da caneca e o volume não ocupado pelo pó no interior da mesma.

A mediada de densidade feita após a extrusão é realizada pela medida da massa de um corpo de prova na forma de uma bolacha preparado para esse fim. O corpo de prova é suspenso por um fio metálico e pesado imerso em água destilada com 0,06 % de detergente Teepol para reduzir a tensão superficial da água. O fio de sustentação é pesado dentro e fora da água para ser decontado no cálculo da densidade.

O cálculo da densidade é feito pela relação entre massa do corpo de prova e o peso de água deslocado pelo corpo de prova (empuxo). Para o cálculo ficar mais preciso, mediu-se a temperatura da água e pegamos a densidade correspondente a essa temperatura no Chemical Handbook.

Discussão

Podemos observar que a densidade das duas amostras estão bem abaixo da densidade teórica antes da extrusão e a diferença de densidade entre as amostras também é pequena (1%). Isto mostra que mesmo após a prensagem uniaxial, é grande a quantidade de porosidade existentes no material.

Entretanto, após a extrusão, as densidades das amostras aproximam-se muito da densidade teórica, principalmente a amostra 10.1. A amostra 10.2 ainda apresenta uma diferença significativa devido a segregação de SiC em pontos específicos da barra, que dão origem a porosidade e consequentemente densidade menor.

Isto mostra quão grande é o trabalho de transformação mecânica imposto pela extrusão. O processo de extrusão prensa o material para ele escoar através da matriz de tal maneira que é preenchido todas as porosidades e eliminado todo o gás presente na amostra antes da operação.