

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

PMT-594
Trabalho de Formatura II

***Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica pelo
Método de Infiltração-Solidificação Difusional***



DEDALUS - Acervo - EPMT



Aluno: Fabrício Fonseca Bianchi
Orientador: Hélio Goldenstein

1997

A meus pais, a meu irmão,
meus avós e à Carina Calera.

Sumário

<i>Lista de Figuras</i>	<i>4</i>
<i>Lista de Tabelas</i>	<i>6</i>
<i>Resumo</i>	<i>7</i>
<i>1. Introdução</i>	<i>8</i>
<i>1.1. Processos de fabricação de CMMs</i>	<i>10</i>
<i>1.1.1. Fundição em Areia</i>	<i>11</i>
<i>1.1.2. Fundição em Molde Metálico</i>	<i>11</i>
<i>1.1.3. Compocasting</i>	<i>12</i>
<i>1.1.4. Fundição sob Pressão</i>	<i>12</i>
<i>1.1.5. Fabricação de Compósitos IN SITU</i>	<i>13</i>
<i>1.1.6. Processo PIC (“Pressure Infiltration Casting”)</i>	<i>13</i>
<i>2. Infiltração Solidificação Difusional</i>	<i>16</i>
<i>3. Equipamentos e Materiais Utilizados</i>	<i>18</i>
<i>3.1. Pós metálicos e cerâmicos</i>	<i>18</i>
<i>3.2. Máquina de Infiltração</i>	<i>22</i>
<i>3.3. Liga Metálica Infiltrante</i>	<i>24</i>
<i>4. Procedimento Experimental</i>	<i>27</i>
<i>5. Preparação Metalográfica</i>	<i>30</i>
<i>6. Resultados Experimentais e Discussão</i>	<i>31</i>
<i>6.1. Primeira Experiência de Infiltração</i>	<i>31</i>
<i>6. 2. Segunda Experiência de Infiltração</i>	<i>36</i>
<i>6. 3. Terceira Experiência de Infiltração</i>	<i>39</i>
<i>6. 4. Quarta Experiência de Infiltração</i>	<i>42</i>
<i>6.5. Ensaio de Dureza</i>	<i>45</i>
<i>6.6. Formação de “Clusters”</i>	<i>47</i>

6.7. Aspecto Fractográfico dos Compósitos	49
7. Cálculo da Composição Química da Matriz	52
7.1. Densidade teórica da mistura de pós70	52
7.2. Volume do pré-formado	52
7.3. Densidade do pré-formado	53
7.4. Fração volumétrica de SiC	53
7.5. Composição Química esperada da Matriz Metálica	53
7.6 Simulações	55
8. Conclusões	61
9. Agradecimentos	62
10. Bibliografia	63

Lista de Figuras

<i>Fig 1: Sistema suporte ótico produzido com componentes em compósito</i>	<i>10</i>
<i>Fig. 2: Esquema do processo PIC</i>	<i>15</i>
<i>Fig 3: Curva de distribuição granulométrica do pó SiC 320</i>	<i>19</i>
<i>Fig 4: Curva de distribuição granulométrica do pó SiC 400</i>	<i>20</i>
<i>Fig 5: Curva de distribuição granulométrica do pó de Al</i>	<i>21</i>
<i>Fig 6: Esquema de corte longitudinal da máquina de infiltração</i>	<i>22</i>
<i>Fig 7: Fotografia da Máquina de Infiltração do tipo PIC utilizada nas experiências</i>	<i>23</i>
<i>Fig. 8: Estrutura bruta de fusão da liga Zamak 5</i>	<i>24</i>
<i>Fig. 9: Estrutura da liga após a infiltração</i>	<i>25</i>
<i>Fig. 10: Diagrama de fases do sistema Al-Zn</i>	<i>26</i>
<i>Fig. 11: Esquema do conjunto pré-formado / Liga infiltrante utilizado</i>	<i>28</i>
<i>Fig. 12: Fluxograma esquemático do procedimento experimental realizado</i>	<i>29</i>
<i>Fig. 13: Microscópio Eletrônico de Varredura</i>	<i>31</i>
<i>Fig. 14: Variação da temperatura e pressão na primeira experiência</i>	<i>32</i>
<i>Fig 15: Microestrutura da distribuição não homogênea na amostra 1</i>	<i>33</i>
<i>Fig 16: Amostra 2 com três regiões distintas.</i>	<i>34</i>
<i>Fig 17: Interface entre as regiões</i>	<i>35</i>
<i>Fig 18: Periferia do corpo de prova 2 apresentando microestrutura eutética lamelar da matriz</i>	<i>35</i>
<i>Fig 19: Região central do corpo de prova 2 mostrando partículas de SiC e a fase rica em Zn precipitada nos antigos contornos de pós de Al</i>	<i>36</i>
<i>Figura 20: Gráfico de variação da temperatura e pressão na segunda experiência</i>	<i>37</i>
<i>Fig 21: Corpo de prova não infiltrado da segunda experiência</i>	<i>38</i>

Figura 22: Gráfico da temperatura e pressão ao longo da terceira experiência	39
Fig 23 : “Cluster” de SiCp em amostra da 3ª experiência	40
Fig 24: corpo de prova nº 7 mostrando três regiões distintas	42
Figura 25: Gráfico da temperatura e pressão ao longo da quarta experiência	43
Fig 26: Microestrutura do corpo de prova 9 (luz polarizada)	44
Fig 27: Corpo de prova nº 9, partículas de SiC e regiões eutéticas e eutetóides	44
Fig. 28: Dureza Brinell	45
Fig. 29: Mistura com pós de tamanhos semelhantes, sem formação de “clusters”	48
Fig. 30: Mistura de pós com tamanhos diferentes, com formação de “clusters”	49
Fig. 31: Fratura de compósito da primeira experiência	50
Fig. 32: Decoção na interface matriz / partícula em fratura do compósito da primeira experiência	51

Lista de Tabelas

<i>Tabela 1: Aplicações de compósitos de matriz Al com reforço de SiC</i>	<i>9</i>
<i>Tabela 2: Composição química da liga utilizada para infiltração</i>	<i>25</i>
<i>Tabela 3: Dados experimentais dos corpos de prova da primeira experiência</i>	<i>32</i>
<i>Tabela 4: Dados experimentais dos corpos de prova da segunda experiência</i>	<i>37</i>
<i>Tabela 5: Dados experimentais dos corpos de prova da terceira experiência</i>	<i>40</i>
<i>Tabela 6: Dados experimentais dos corpos de prova da quarta experiência</i>	<i>43</i>
<i>Tabela 7: Resultados das medições de dureza Brinell</i>	<i>46</i>

Resumo

Compósitos de matriz metálica (CMMs) apresentam propriedades mecânicas interessantes por serem diferentes tanto das da matriz como dos reforços. CMMs com matriz de ligas de Al reforçados por partículas de SiC destacam-se por apresentarem baixo custo de matéria-prima e processamento, além de boa resistência mecânica aliada a baixas densidades.

Este trabalho discute a produção de compósitos pelo método de Infiltração-Solidificação Difusional (ISD), um novo processo proposto pelos M. Eng. Humberto Naoyuki Yoshimura e pelo Prof. Dr. Hélio Goldenstein envolvendo técnicas de metalurgia do pó, infiltração e solidificação difusional.

Corpos de prova pré-formados de SiC e alumínio foram infiltrados pela liga eutética Zn-4Al-1Cu. Os compósitos produzidos foram preparados metalograficamente e analisados por microscopia óptica e eletrônica de varredura (MEV) sendo determinadas as frações volumétricas de SiC e as fases presentes na matriz.

Durante o decorrer do projeto parâmetros importantes como granulometria dos pós utilizados, pressão de compactação dos pós e temperatura e pressão de infiltração foram alterados, produzindo compósitos com diferentes características que foram devidamente analisados.

Por fim foi criado um programa de computador que, para uma dada mistura inicial de pós e uma composição de liga metálica infiltrante, calcula a composição média final esperada da matriz metálica bem como a fração volumétrica de reforço contida. Desta maneira pode-se, variando-se as frações de mistura dos pós iniciais e o nível de compactação da mesma, prever a composição química final da matriz metálica e a fração final de reforço do compósito, antes mesmo de se realizar a produção.

1. Introdução

Os Compósitos de Matriz Metálica (CMMs) são uma classe de materiais que utilizam o princípio de adicionar uma ou mais fases à uma matriz metálica contínua de modo a produzir um material que tenha as características desejáveis, distintas das do metal e do reforço.

Nos últimos anos vem crescendo o interesse pelos compósitos de matriz metálica em todo mundo. Novos processos de fabricação e novas utilizações surgem constantemente e hoje já encontramos esses materiais sendo utilizados na indústria automobilística, militar, esportiva e aeroespacial para a fabricação de componentes de alto desempenho.

Esse interesse se deve principalmente ao fato de se poder obter materiais com melhores propriedades mecânicas que os materiais convencionais de engenharia. Os compósitos de matriz metálica podem apresentar melhoras em características como resistência à fadiga, resistência à fluência, resistência a abrasão, estabilidade térmica e dimensional, elevada dureza, elevada resistência mecânica aliada a baixas densidades, capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas, elevado módulo de elasticidade, entre outras.^(1, 2)

Os CMMs podem apresentar uma ou mais fases de reforço, que podem estar na forma de fios e fibras (contínuas ou descontínuas), ou na forma de “whiskers” e partículas. Essa grande variedade de combinações possíveis entre tipo de metal da matriz, natureza, forma e tipo do reforço, aliado à rota de fabricação possibilita obter uma ampla faixa de propriedades e aplicações para os compósitos.

Em particular os compósitos de matriz de alumínio com reforço de carvão de silício particulado (SiCp) tem figurado como área de grande

A adição de frações volumétricas controladas de SiCp à uma matriz de Alumínio aumenta significativamente propriedades como a resistência ao desgaste, o módulo de elasticidade, a dureza, a resistência mecânica a elevadas temperaturas e reduz o coeficiente de dilatação térmica do material; praticamente sem apresentar alterações em características desejáveis do Al puro como baixa densidade e elevada condutibilidade térmica e elétrica.⁽¹³⁾

Deste modo os compósitos de matriz metálica de alumínio reforçados com carbeto de silício podem, para certas aplicações, competir com materiais tradicionais de engenharia como os ferros fundidos ou alguns tipos de aços.

A tabela 1 mostra algumas das aplicações de compósitos de matriz metálica Al / SiCp.

Tabela 1: Aplicações de compósitos de matriz Al com reforço de SiC

<i>Indústria</i>	<i>Peça ou Componente</i>
Automobilística	Discos de freio e tambores de freio, insertos para pistões e camisas, eixos de transmissão.
Militar	Perfis extrudados, chapas para blindagem, componentes estruturais.
Aeroespacial	Perfis extrudados, carcaças leves de alta resistência, flaps
Esportiva	Discos de freio, quadros e engrenagens para bicicletas, tacos de golfe, raquetes de tênis, mastros para barcos de iatismo.

A figura 1 mostra uma aplicação de compósito Al / SiC na indústria de produtos óticos, as regiões superior e inferior da peça são produzidas em compósito Al-40% SiC, que apresenta baixo coeficiente de dilatação térmica, permitindo reduzir as distorções térmicas da peça final durante o funcionamento. A peça em questão é um suporte de um sistema de espelhos de precisão.



Fig 1: Sistema suporte ótico produzido com componentes em compósito para reduzir as distorções térmicas ⁽¹⁴⁾

1.1. Processos de fabricação de CMMs

Nos últimos anos inúmeras técnicas de produção de CMMs foram desenvolvidas, utilizando princípios de metalurgia do pó, conformação mecânica e metalurgia líquida.

As técnicas de metalurgia do pó envolvem a realização de uma mistura de pós metálicos e cerâmicos seguida de compactação e sinterização para obter-se o compósito final.

A produção dos CMMs pode ser feita por conformação mecânica (extrusão) de pós, ou ainda por técnicas de metalurgia líquida. Dentre as técnicas de metalurgia líquida destacam-se.⁽¹⁵⁾

1.1.1. Fundição em Areia

A técnica de fundição em areia é muito semelhante as técnicas de fundição de outros metais como o ferro fundido ou o zinco. No caso de compósitos Al / SiC o reforço é adicionado à matriz antes do vazamento no molde e deve ficar sob constante agitação de modo a impedir que ocorra segregação gravimétrica do mesmo.

A mistura Al / SiC também não pode ser colocada em desgaseficadores com gás inerte pois ocorre flotação das partículas de SiC.

A técnica de fundição em areia apresenta um baixo custo de produção de peças, porém existe o inconveniente de ocorrer segregação do material de reforço para regiões interdendríticas durante a solidificação. Pode ocorrer também contaminação com material do molde no produto final.

Essa técnica de produção é geralmente recomendada somente para peças de baixa responsabilidade (não estruturais), geralmente para uso tribológico.

1.1.2. Fundição em Molde Metálico

A técnica de fundição em molde metálico consiste em fundir um lingote de material compósito diretamente em um molde de metal, produzindo-se a peça de material compósito desejada.

Essa rota apresenta maior taxa de extração de calor na solidificação que a anterior, portanto gera uma microestrutura mais refinada na peça fundida e uma distribuição menos segregada no compósito produzido, com conseqüente elevação das propriedades mecânicas.

É uma rota que apresenta baixo custo de produção de peças e boa produtividade.

1.1.3. Compocasting

No processo “Compocasting” o reforço cerâmico é incorporado a um banho semi-sólido de matriz metálica, mantida sob constante agitação em uma temperatura superior à temperatura *solidus* e inferior à temperatura *liquidus* do sistema (temperatura está no intervalo do campo sólido + líquido do diagrama de fases).

A agitação mecânica quebra a estrutura dendritica de solidificação esferoidizando-a. Esta mistura pode então ser vazada em um molde metálico, produzindo peças com tamanho de grão reduzido, elevadas propriedades mecânicas e boa distribuição de reforço.

1.1.4. Fundição sob Pressão

As técnicas de fundição sob pressão caracterizam-se pela utilização de pressão externa, seja ela mecânica (com o uso de um pistão hidráulico para fornecer a pressão) ou pelo emprego de um gás inerte, para realizar o preenchimento do molde metálico.

A fundição sob pressão de compósitos permite produzir peças de geometria complicadas, com forma próxima à final, com elevada produtividade e com grandes taxas de extração de calor.

1.1.5. Fabricação de Compósitos *IN SITU*

Na fabricação de compósitos *in situ* o reforço não é adicionado ao metal líquido, ele é formado durante o processamento por reações químicas entre as fases e componentes participantes. Um exemplo é o compósito Al / Ni₃Al que é produzido por infiltração de Al em um pré-formado de Al e Ni.

Após a infiltração o Al líquido recém infiltrado reage com o Ni do pré-formado, originado o intermetálico Ni₃Al, que é o reforço.

Por esse processo compósitos com reforço de compostos de titânio e nióbio são produzidos para a indústria aeroespacial.

Além das técnicas descritas acima existem processos de infiltração de pré-formados cerâmicos, entre elas o processo PIC (“pressure infiltration casting”), que foi utilizado para a produção dos compósitos para esse trabalho.

1.1.6. Processo PIC (“Pressure Infiltration Casting”)

O processo PIC (“Pressure Infiltration Casting”) foi desenvolvido nos laboratórios do MIT (Massachusetts Institute of Technology) e consiste basicamente em introduzir o conjunto molde-metal infiltrante no interior de um vaso de pressão. Depois de fechado o vaso de pressão, realiza-se a evacuação do mesmo e o aquecimento do sistema até fusão do metal no interior do vaso de pressão. Com o auxílio de pressurização com gás inerte (geralmente N₂ ou Ar) ocorre a infiltração do molde.

A fabricação de CMMs por esse processo se dá portanto pela introdução de pré-formados cerâmicos no interior do molde, no vaso de pressão do equipamento.

O custo do equipamento é muito inferior ao de outros equipamentos de infiltração e fundição sob pressão, portanto essa técnica é ideal para laboratórios e centros de pesquisa.

O processo PIC é particularmente importante quando não ocorre infiltração espontânea do pré-formado pelo metal líquido devido à baixa molhabilidade entre sólido e líquido.⁽³⁾ As pressões de trabalho do processo PIC (até 7 MPa) são suficientes para vencer a baixa molhabilidade e a capilaridade do pré-formado.⁽⁸⁾

A figura 2 a seguir mostra um esquema das principais etapas do envolvidas no processo PIC:

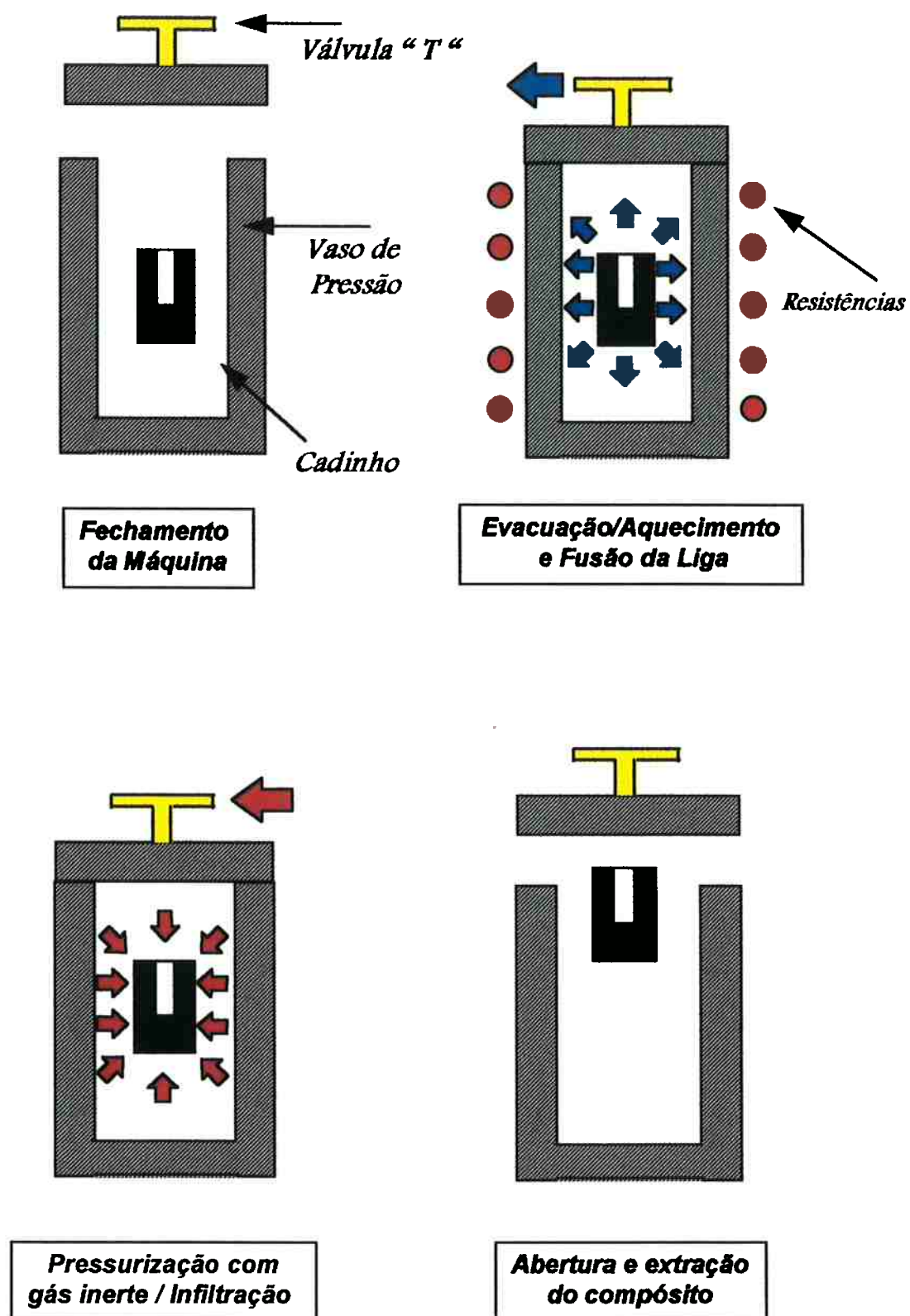


Fig. 2: Esquema do processo PIC.

2. Infiltração Solidificação Difusional

A produção dos Compósitos de Matriz Metálica para esse trabalho se deu pelo método de Infiltração Solidificação Difusional (ISD), nova técnica proposta pelo M. Eng. Humberto Naoyuki Yoshimura e pelo Prof. Dr. Hélio Goldenstein que alia técnicas de metalurgia do pó, infiltração e solidificação difusional ⁽⁴⁾, permitindo a produção de materiais com características distintas dos obtidos por técnicas tradicionais.

No processo ISD um pré-formado poroso obtido por compactação uniaxial à frio de uma mistura de pós de metal puro e reforço é infiltrado, em uma máquina do tipo PIC, por uma liga eutética de interesse em uma temperatura acima da eutética e abaixo da temperatura de fusão do metal puro contido no pré-formado.

Após a infiltração o aquecimento é desligado e a liga eutética fica em contato direto com partículas sólidas de metal puro do pré-formado. Ocorre então o fenômeno de difusão entre o líquido e as partículas sólidas do pré-formado, alterando a composição química tanto do sólido (que fica mais rico em elementos de liga), quanto do líquido (que fica enriquecido no elemento puro das partículas do pré-formado).

A solidificação ocorre por extração de calor (uma vez que o aquecimento foi desligado) e por difusão (pois a composição química do líquido foi alterada estando agora posicionada em regiões do diagrama de fases com temperatura *solidus* mais elevada).

O método ISD apresenta as vantagens de permitir uma mais rápida solidificação (por partir com parte da massa final já no estado sólido), solidificação a temperaturas mais baixas (já que utiliza ligas eutéticas), e ainda produz peças com praticamente sua forma final (“Near Net Shape”) eliminando gastos com usinagem.

Os métodos de fabricação de compósitos por infiltração de pré-formados particulados cerâmicos apresentam faixas restritas de frações volumétricas de reforço que se pode produzir, geralmente em torno de 50 à 60% em volume⁽⁵⁾. O processo ISD produz compósitos com praticamente qualquer fração volumétrica de reforço, inclusive baixas frações volumétricas, pois o pré-formado é produzido pela compactação de uma mistura de pós de reforço e um metal puro (que ao final do processo será incorporado à matriz metálica do compósito).

Os métodos de fabricação de compósitos por dispersão de partículas em metal líquido são capazes de produzir CMMs com baixa fração volumétrica de reforço, porém apresentam o inconveniente de ocorrer o fenômeno de segregação gravimétrica do reforço no banho (devido à diferença entre densidades) ou ainda ocorrer segregação de reforço para regiões interdendríticas na solidificação. Como não apresenta esses fenômenos o método ISD é capaz de produzir compósitos com distribuição mais homogênea de material particulado.

3. Equipamentos e Materiais Utilizados

Para a produção dos pré-formados que seriam utilizados nas experiências de infiltração foram utilizadas duas matrizes de compactação de pós cilíndricas, com diâmetros internos de 1,13 cm e 0,91 cm respectivamente.

3.1. Pós metálicos e cerâmicos

Para compor os pré-formados utilizou-se pós de alumínio ALCOA com tamanho médio de partícula de 50 μ m e usou-se pós de SiC da CARBORUNDUM do tipo “powder SiC preto” das classes 320 e 400, com tamanhos médios de partículas de 43 μ m e 27 μ m respectivamente.

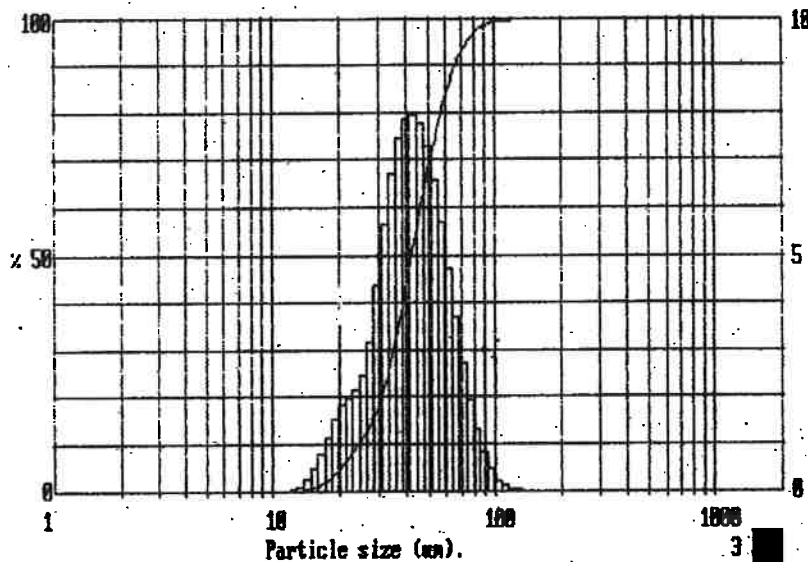
As curvas das distribuições granulométricas dos pós de SiC 320 e 400 e do pó de alumínio com tamanho médio 50 μ m foram levantadas no equipamento MALVERN do Departamento de Engenharia de Minas da EPUSP. Essas curvas podem ser vistas nas figuras 3, 4 e 5 a seguir:

MALVERN Instruments SB.6B

Certificado 611/97 - PMT
 Amostras: Carvão de silício - classe 320
 Meio de Dispersão: água Lente: 63mm Op.: Dora Data: 25/07/97
 Dispersante: Hexametáfosfato de sódio

2724 pil 1KV1654 88ALARS SET D 88

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span
564	100	254	100	114	99.8	51.3	71.4	23.1	8.3	10.4	0.0	D[4,3]
524	100	236	100	104	99.7	47.7	64.1	21.4	6.3	9.64	0.0	44.07µm
488	100	219	100	98.4	99.5	44.4	56.3	19.9	4.4	8.97	0.0	D[3,2]
454	100	204	100	91.7	99.0	41.2	48.3	18.5	2.9	8.34	0.0	38.11µm
422	100	190	100	85.3	98.2	38.4	40.4	17.2	1.7	7.76	0.0	
392	100	176	100	79.3	96.8	35.7	32.9	16.0	0.9	7.21	0.0	
365	100	164	100	73.8	94.9	33.2	28.2	14.9	0.4	6.71	0.0	D[y,0.9]
339	100	153	100	68.6	92.1	30.8	26.3	13.9	0.2	6.24	0.0	43.63µm
315	100	142	100	63.8	88.4	28.7	16.2	12.9	0.1	5.80	0.0	
293	100	132	100	59.3	83.7	26.7	13.6	12.0	0.0		0.0	D[y,0.1]
273	100	123	99.9	55.2	78.0	24.8	10.5	11.2	0.0		0.0	24.43µm
Source = :Sample Beas length = 2.4 mm Model indep Focal length = 300 mm Log. Diff. = 2.931 Presentation = pil Obscuration = 0.2118 Volume Conc. = 0.12582 Volume distribution Sp.S.A 0.1574 m ² /cc.												D[y,0.5]
												41.87µm

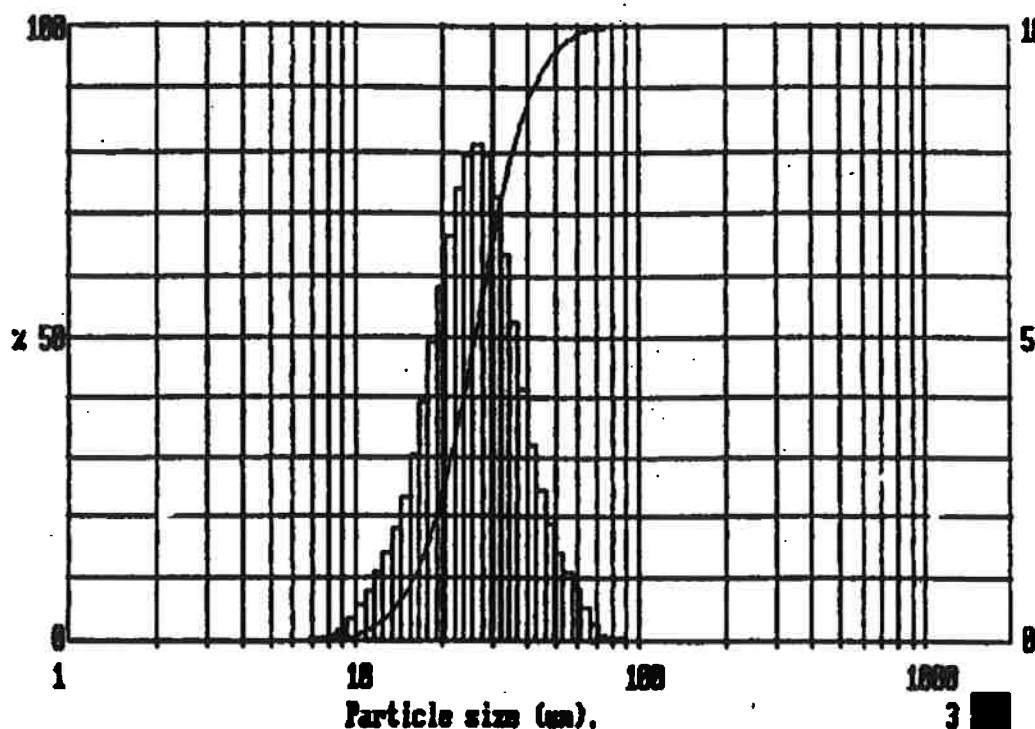


ESCOLA POLITECNICA DA USP - LCT

Fig 3: Curva de distribuição granulométrica do pó SiC 320.

2724 pil LKV1654 **ALARMS SET A B D **

High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	High Size	Under %	Span 0.90
118	100	53.3	97.1	24.0	40.8	10.8	1.3	4.84	0.0	2.18	0.0	D[4.3]
110	100	49.5	95.7	22.3	33.4	10.0	0.8	4.50	0.0	2.03	0.0	27.74µm
102	100	46.1	93.8	20.7	26.7	9.31	0.4	4.19	0.0	1.88	0.0	D[3.2]
95.2	100	42.8	91.3	19.3	20.8	8.66	0.2	3.89	0.0	1.75	0.0	24.05µm
88.6	100	39.8	88.0	17.9	15.9	8.05	0.1	3.62	0.0	1.63	0.0	
82.4	99.9	37.0	83.9	16.7	11.9	7.49	0.0	3.37	0.0	1.51	0.0	
76.6	99.9	34.4	78.6	15.5	8.8	6.97	0.0	3.13	0.0	1.41	0.0	D[v, 0.9]
71.2	99.8	32.0	72.2	14.4	6.5	6.48	0.0	2.91	0.0	1.31	0.0	41.53µm
66.2	99.6	29.8	64.9	13.4	4.7	6.02	0.0	2.71	0.0	1.22	0.0	
61.6	99.0	27.7	56.9	12.5	3.2	5.60	0.0	2.52	0.0			D[v, 0.1]
57.3	98.2	25.8	48.8	11.6	2.1	5.21	0.0	2.34	0.0			15.95µm
Source = :Sample				Beas length = 2.4 mm				Model indp				D[v, 0.5] 26.04µm
Focal length = 63 mm				Log. Diff. = 6.291				Volume Conc. = 0.0957%				
Presentation = pil				Obscuratation = 0.2475				Sp. S.A 0.2495 m²/cc.				
				Volume distribution								



ESCOLA POLITECNICA DA USP - LCT

Fig 4: Curva de distribuição granulométrica do pó SiC 400.

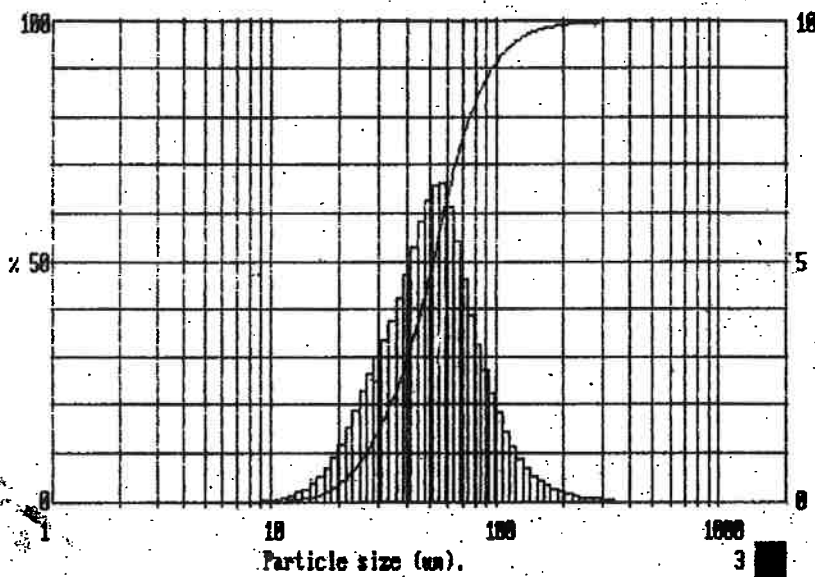
MALVERN Instruments SB.8B

Certificado 612/97 - PNT
 Amostras: Al
 Meio de Dispersão: água Lente: 63mm Op.: Dora Data: 23/07/97
 Dispersante: Hexametáfosfato de sódio

2724 pil 1KV1634 88ALARMS SET D 88

High Size	Under 1	High Size	Under 2	High Size	Under 1	High Size	Under 1	High Size	Under 1	High Size	Under 1	Span
564	100	254	99.7	114	94.8	51.3	49.7	23.1	6.2	10.4	0.1	8[4.3]
524	100	236	99.6	106	93.3	47.7	43.4	21.4	4.6	9.64	0.1	57.76µm
488	100	219	99.5	98.6	91.4	44.4	37.5	19.9	3.5	8.97	0.0	
454	100	204	99.3	91.7	89.2	41.2	32.2	18.5	2.5	8.34	0.0	8[3.2]
422	100	190	99.1	85.1	86.4	38.4	27.5	17.2	1.8	7.76	0.0	44.50µm
392	100	176	98.9	79.3	83.1	35.7	25.5	16.0	1.3	7.21	0.0	
363	100	164	98.5	73.8	79.2	33.2	24.4	14.9	0.9	6.71	0.0	8[y,0.9]
339	100	153	98.1	68.6	74.5	30.8	16.1	13.9	0.6	6.24	0.0	94.01µm
315	99.9	142	97.6	63.8	69.1	28.7	13.1	12.9	0.4	5.80	0.0	
293	99.9	132	96.9	59.3	62.9	26.7	10.4	12.0	0.3			8[y,0.1]
273	99.8	123	96.0	55.2	56.3	24.8	8.1	11.2	0.2			26.37µm

Source = :Sample Beas length = 2.4 mm Model indep
 Focal length = 300 mm Log. Diff. = 3.684
 Presentation = pil Obscuration = 0.2234 Volume Conc. = 0.1565%
 Sp.S.A 0.1346 m²/cc.



ESCOLA POLITECNICA DA USP - LCT

Fig 5: Curva de distribuição granulométrica do pó de Al.

3.2. Máquina de Infiltração

As infiltrações dos pré-formados foram realizadas em uma máquina de infiltração do tipo PIC projetada e construída nas dependências do Departamento de Metalurgia e de Materiais da EPUSP⁽³⁾. As figuras 6 e 7 mostram esse equipamento:

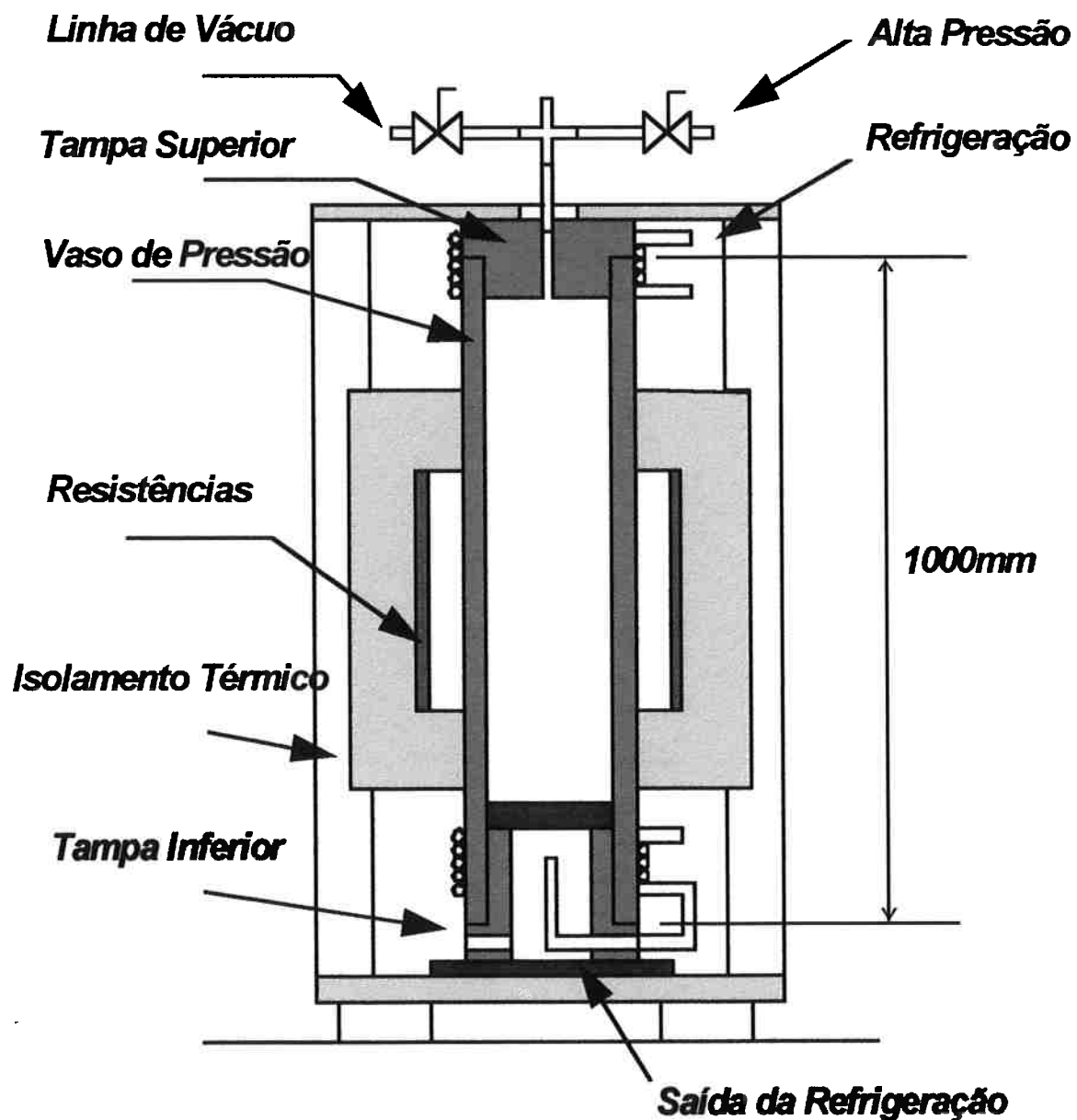


Fig 6: Esquema de corte longitudinal da máquina de infiltração utilizada.



Fig 7: Fotografia da Máquina de Infiltração do tipo PIC utilizada nas experiências.

A máquina de infiltração é composta basicamente por um vaso de pressão, uma linha de refrigeração, um conjunto de elementos de aquecimento e isolamento térmico e uma válvula “T” de saída para vácuo e entrada de gás inerte para pressurização.

Além disso, como elementos complementares estão a mesa de controle, a bomba de vácuo e a linha de pressurização.

A máquina de infiltração do tipo PIC utilizada tem capacidade de operar a temperaturas de até 950⁰C e pressões de até 7 MPa .

3.3. Liga Metálica Infiltrante

A liga metálica escolhida para realizar as experiências de infiltração foi a liga ZAMAK 5. Trata-se de uma liga eutética do sistema Al-Zn que apresenta temperatura eutética de 381⁰C.

O ZAMAK 5 é geralmente utilizado para fabricação de peças e acessórios por fundição sob pressão para a indústria automobilística ou ainda peças para decoração de ambientes.

As microestruturas da liga nos estados bruto de fusão e após a infiltração podem ser vistas nas figuras 8 e 9.



Fig. 8: (200X) Estrutura bruta de fusão da liga Zamak 5.



Fig. 9: (200X) Estrutura da liga após a infiltração.

A escolha do ZAMAK 5 como liga infiltrante teve como principais motivos o baixo custo da liga, sua elevada fluidez, a baixa temperatura do eutético (inferior à temperatura de fusão do Al puro utilizado na fabricação dos pré-formados) e por se tratar de uma liga do sistema Al-Zn, já que no processo ISD a difusão de elementos de liga tem papel fundamental.

A composição típica do ZAMAK 5 e a composição química certificada pelo fornecedor da liga utilizada encontram-se na tabela 2:

Tabela 2: Composição química da liga utilizada para infiltração ⁽¹⁷⁾.

Composição Típica da Liga ZAMAK 5	Composição da Liga Utilizada para Infiltração
94% Zn	95% Zn
4% Al	3,9% Al
1% Cu	0,9% Cu
0,05% Mg	0,04% Mg

O diagrama de fases do sistema Al-Zn pode ser visto na figura 10 abaixo:

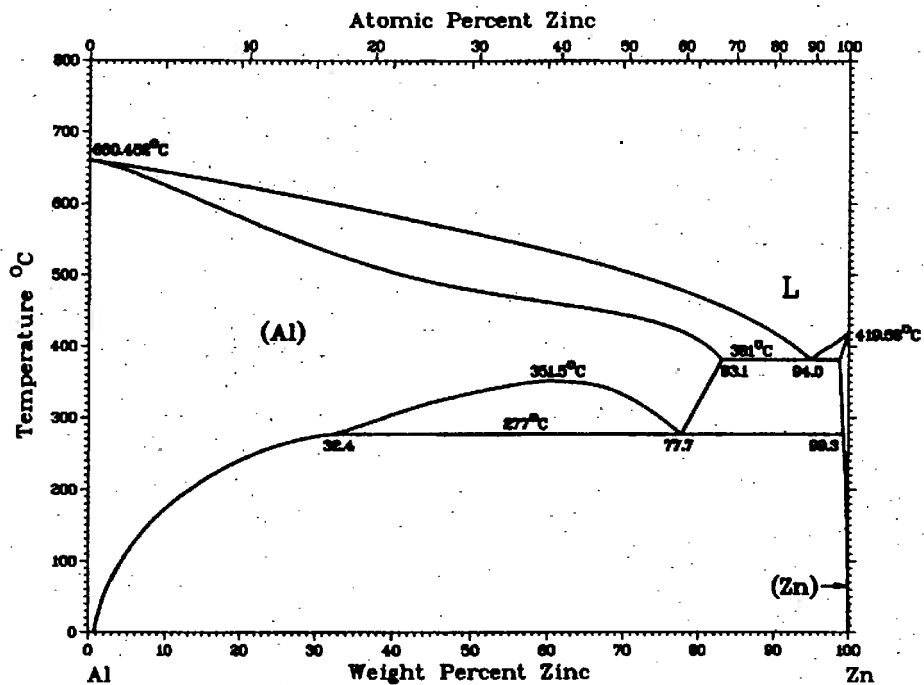


Fig. 10⁽¹⁶⁾: Diagrama de fases do sistema Al-Zn.

4. Procedimento Experimental

Inicialmente foi feita uma mistura manual, por um período de 1 hora, de pós de alumínio (Alcoa, pureza comercial) e pós de SiC (Carborundum). A proporção em massa da mistura foi de 64% de Al e 36% de SiC.

Essa mistura de pós foi compactada uniaxialmente à frio em uma matriz de compactação cilíndrica, produzindo-se pré-formados com porosidades entre 10 e 30%.

Cadinhos de vidro de quartzo cilíndricos foram revestidos com uma camada de nitreto de boro hexagonal, aplicada na forma de spray e secos numa estufa à 100 °C por um período de 1 hora. Este procedimento visa minimizar a reação do banho líquido com a sílica do cadinho durante o ciclo de infiltração.

Os pré-formados foram então colocados nos cadinhos e separados da liga eutética ZAMAK 5 por um espaçador de grafite com orifícios.

Os conjuntos pré-formado / liga eutética assim montados foram então colocados no interior do vaso de pressão da máquina de infiltração do tipo PIC (“pressure infiltration casting”)⁽³⁾ que foi evacuada, aquecida à temperatura de interesse e pressurizada com N₂ para que houvesse infiltração.

Foram realizadas quatro experiências de infiltração, variando-se em cada uma delas a temperatura e pressão de modo a analisar os efeitos desses parâmetros sobre o processo ISD, sobre a microestrutura dos compósitos produzidos e também determinar a mínima pressão necessária para que ocorresse infiltração.

A figura 11 mostra um esquema desse conjunto pré-formado/liga infiltrante usado nas experiências de infiltração:

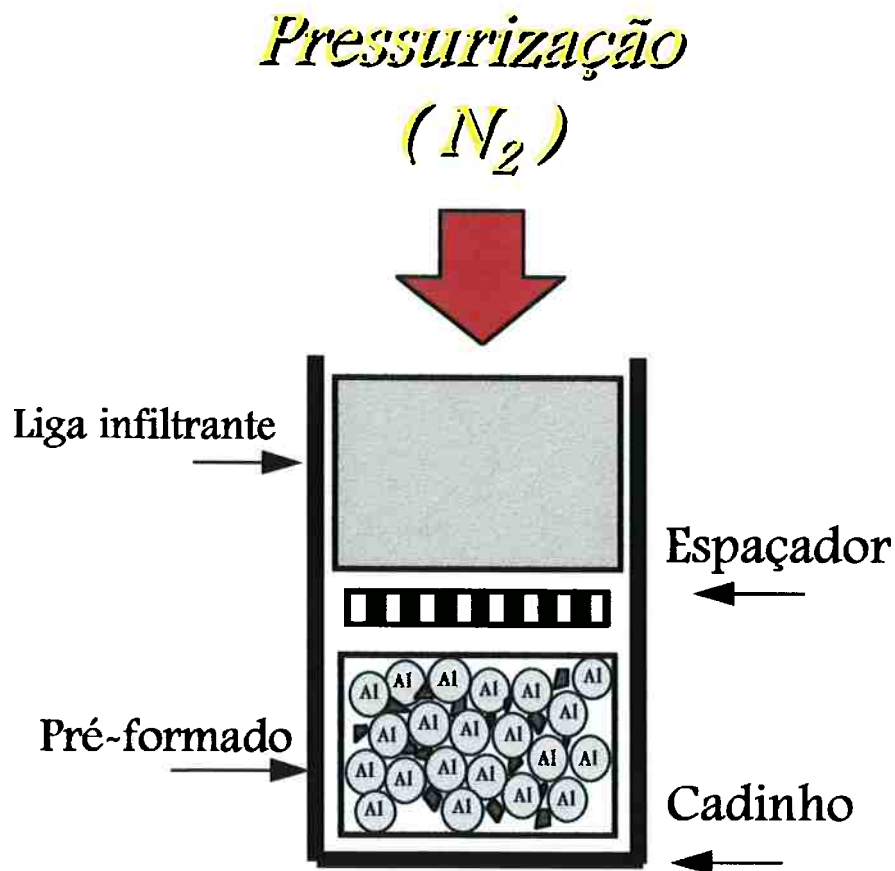


Fig. 11: Esquema do conjunto pré-formado / Liga infiltrante utilizado.

Os corpos de prova produzidos foram então seccionados, embutidos e preparados metalograficamente de forma convencional (lixamento, polimento com pastas diamantadas seguido por um eventual ataque químico).

Feitas essas etapas realizou-se observação por microscopia óptica, por microscopia eletrônica de varredura e determinou-se as frações volumétricas de reforço cerâmico no analisador de imagens Quantimet.

A figura 12 mostra um fluxograma do procedimento adotado para a produção dos compósitos:

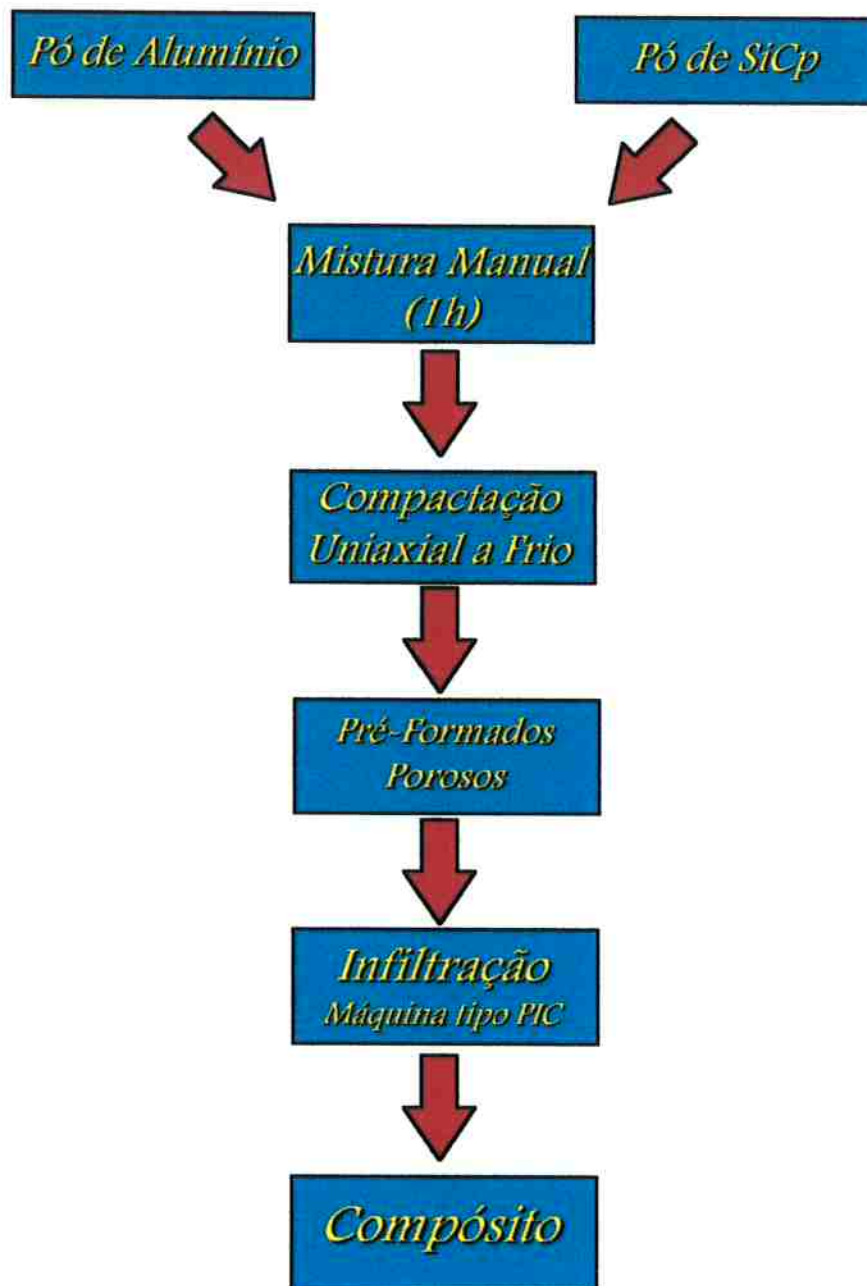


Fig. 12: Fluxograma esquemático do procedimento experimental realizado

5. Preparação Metalográfica

Na preparação metalográfica das amostras de compósito produzidos utilizou-se cortadeiras ISOCUT (Cut-Off), cortadeiras automáticas de precisão ISOMET com discos diamantados, embutideiras em resina de cura à quente e as politrizes rotativas e automáticas do próprio Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

As análises quantitativas que determinaram as frações volumétricas de reforço nos compósitos foram realizadas no equipamento QUANTIMET do Departamento, que consiste em um analisador de imagens digitalizadas ligado a uma câmera de vídeo acoplada a um microscópio ótico.

A análise dos corpos de prova foi realizada nos microscópios óticos e no microscópio eletrônico de varredura Stereoscan do Departamento. A figura 13 mostra esse equipamento:



Fig. 13: Microscópio Eletrônico de Varredura.

O ataque químico utilizado para revelar a microestrutura dos compósitos e da liga infiltrante foi composto por⁽⁸⁾:

⇒ 200g CrO₃

⇒ 20g Na₂SO₄

⇒ 17ml HCl

⇒ 1000ml H₂O

O tempo de duração do ataque metalográfico foi de aproximadamente 3 a 5 segundos.

6. Resultados Experimentais e Discussão

6.1. Primeira Experiência de Infiltração

Na primeira experiência de infiltração foram utilizados pré-formados produzidos com uma matriz de compactação de 1cm² de área.

Os pós de Al e de SiC utilizados para a fabricação dos pré-formados tinham tamanhos médios de partícula de 50µm e 43µm respectivamente. Os pré-formados produzidos apresentavam 9 e 28% de porosidades.

A temperatura utilizada para a primeira experiência de infiltração foi de 470 °C e a pressão de gás inerte (N₂) introduzido na câmara da máquina para realizar a infiltração dos pré-formados foi de 2,3 MPa.

As curvas de variação de temperatura e pressão ao longo do tempo de experiência foram levantadas, bem como foram determinadas as frações volumétricas de reforço nos compósitos produzidos.

A figura 14 mostra a variação da pressão e da temperatura ao longo do tempo para a primeira experiência de infiltração:

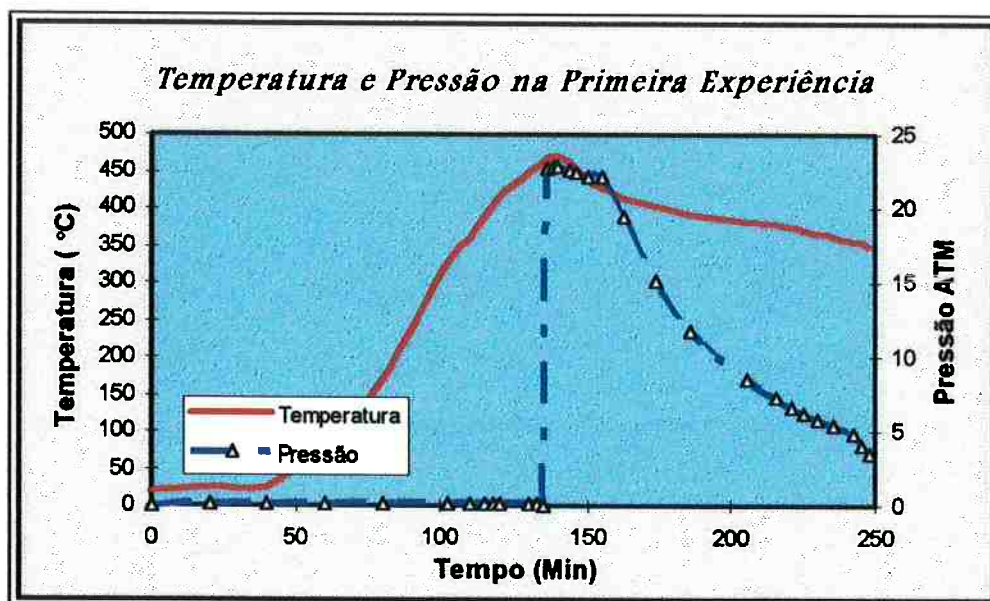


Fig. 14: Variação da temperatura e pressão na primeira experiência.

A tabela 3 apresenta os dados obtidos das análises metalográficas e quantitativas realizadas com os corpos de prova da primeira experiência.

Estão tabelados a porcentagem inicial de porosidade (calculada através da diferença de densidade do pré-formado para a densidade teórica da mistura de pós), a fração volumétrica final de reforço medida no analisador de imagens QUANTIMET e a forma de distribuição de reforço (homogênea ou heterogênea).

Tabela 3: Dados experimentais dos corpos de prova da primeira experiência

Amostra	% Porosidade inicial	% SiC	Distribuição de SiC
1	28%	22% Vol	heterogênea
2	9%	30% Vol	homogênea

Na experiência 1 houve total infiltração dos pré-formados e os compósitos produzidos não apresentaram porosidades finais.

O corpo de prova nº 1, da primeira experiência, que foi produzido a partir do pré-formado com 28% de porosidade inicial, teve uma distribuição

não homogênea de material particulado. A alta temperatura de infiltração e a elevada porosidade inicial do pré-formado culminaram com a entrada de grande quantidade de liga infiltrante, que manteve-se líquida por longo período de tempo, causando uma dissolução parcial dos pós de Al, desmanchando a estrutura do pré-formado provocando a má distribuição de reforço.

A figura 15 mostra uma região periférica do corpo de prova nº 1 que teve dissolução dos pós de Al e distribuição não homogênea de SiC.

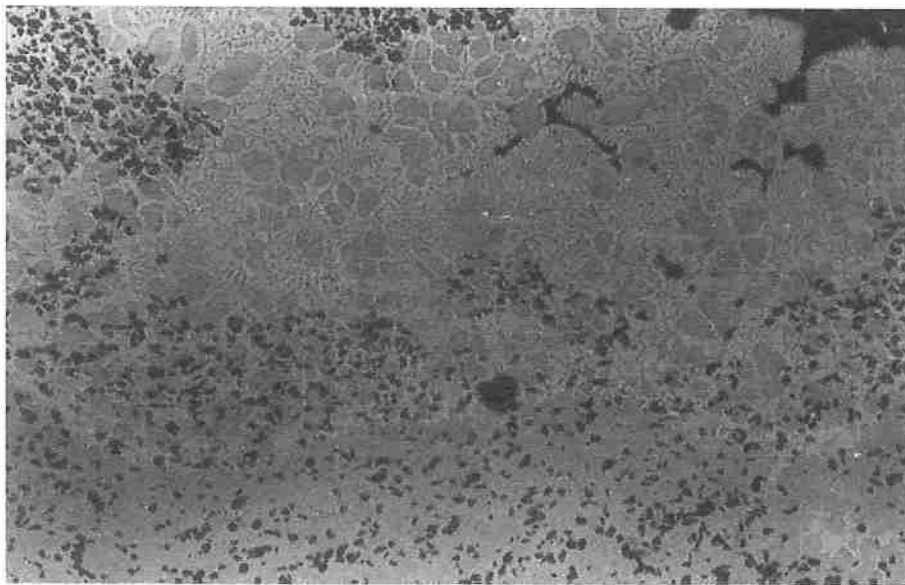


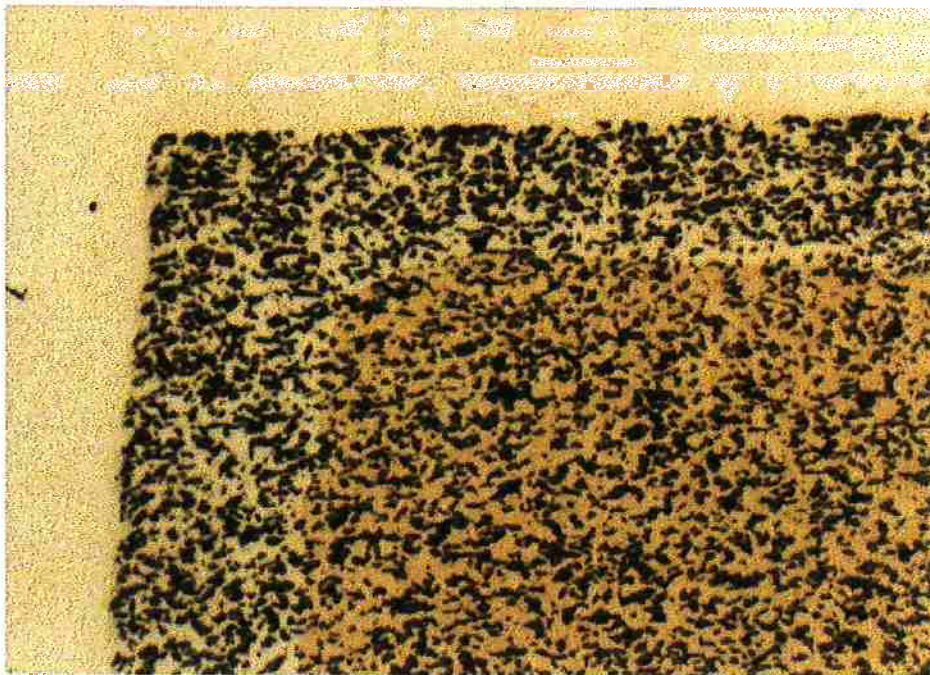
Fig 15: (50X) Microestrutura da distribuição não homogênea na amostra 1.

Já o corpo de prova nº 2, produzido com o pré-formado de 9% de porosidade inicial, teve distribuição homogênea de SiC mas apresentou duas regiões distintas, uma região periférica rica em zinco e uma região central rica em Al, fato evidenciado pelos ataques químicos realizados e pelas microanálises no MEV.

As figuras 16 e 17 mostram as microestruturas características correspondentes à amostra nº 2 da experiência 1.

Na figura 16 observamos o compósito da amostra 2 ao microscópio ótico com baixo aumento, pode-se notar o excesso de liga infiltrante, uma região periférica rica em Zn e uma região central rica em Al.

A figura 17 mostra a interface entre as regiões ricas em Zn e Al vistas com maior aumento e atacadas quimicamente. O ataque utilizado é o mesmo já citado anteriormente.



***Fig 16: (200X) Amostra 2 com três regiões distintas:
(a) Liga eutética residual,
(b) região periférica rica em Zn,
(c) região central rica em Al.***



**Fig 17: (400X) Interface entre as regiões
(a) região periférica rica em Zn (atacada)
(b) região central rica em Al.**

A figura 18 apresenta uma zona periférica do corpo de prova da amostra 2 com microestrutura lamelar eutética da matriz, semelhante à microestrutura da liga infiltrante. A figura 19, correspondente a região central da amostra 2, apresenta a microestrutura que revela os antigos grãos de pós de alumínio envolvidos pelo eutético divorciado Zn-Al.

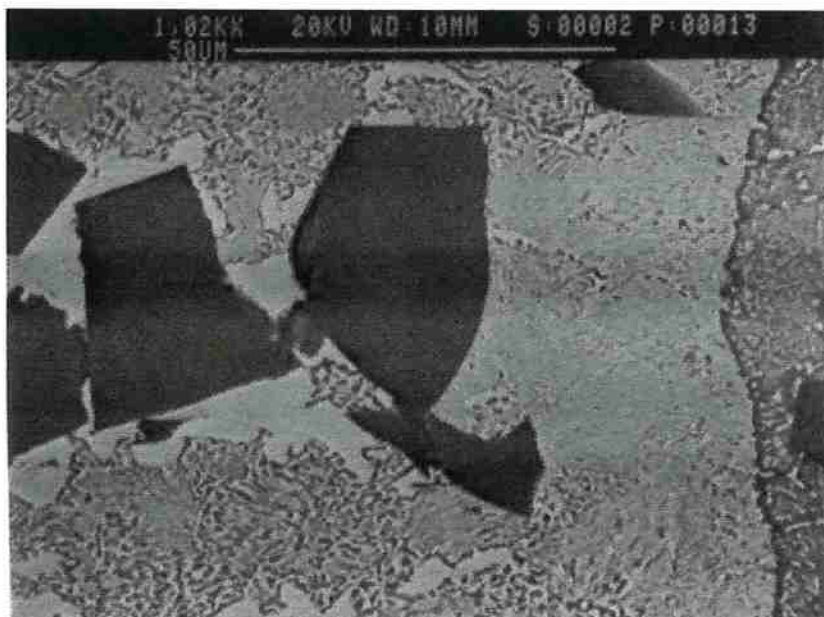


Fig 18: Periferia do corpo de prova 2 apresentando microestrutura eutética lamelar da matriz. MEV, imagem de elétrons retro-espalhados.

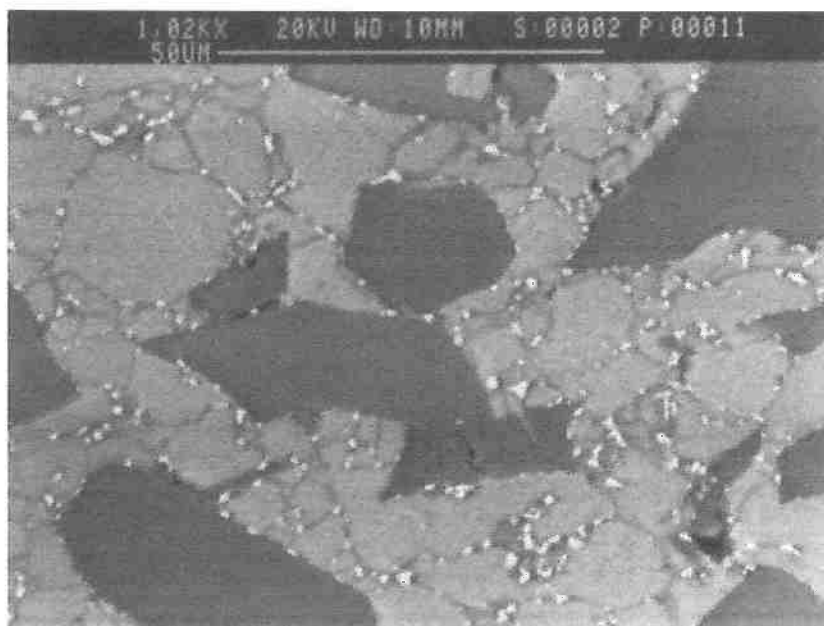


Fig 19: Região central do corpo de prova 2 mostrando partículas de SiC e a fase rica em Zn precipitada nos antigos contornos de pós de Al.

Como pode ser visto na figura 14, na primeira experiência partimos da temperatura ambiente até atingir a temperatura de infiltração desejada; a obtenção de vácuo ficou um pouco prejudicada (lenta) pois gases e umidade estavam adsorvidos na superfície dos componentes internos da máquina de infiltração, bem como nos corpos de prova.

Assim, para a segunda, terceira e quarta experiências de infiltração realizou-se uma operação de pré-aquecimento do equipamento por cerca de 2 horas em temperaturas entre 100 e 200^o C antes de iniciar a rampa de aquecimento e infiltração (fig 15, 16 e 17). Com essa medida o vácuo foi obtido com maior facilidade.

6. 2. Segunda Experiência de Infiltração

Para a segunda e demais experiências de infiltração, foram produzidos pré-formados em uma matriz de compactação de pós de 9mm de diâmetro, distinta daquela utilizada para a primeira experiência, também foi alterada a

e demais experiências os pós de Al e SiC tinham 50 μ m e 27 μ m de tamanho médio respectivamente. A proporção em massa no entanto permaneceu inalterada (66%Al e 34% SiC).

Os pré-formados utilizados na segunda experiência tinham respectivamente 16, 20 e 29% de porosidades iniciais.

Para essa experiência foram reduzidas a temperatura e a pressão de operação para respectivamente 420 °C e 1,2 MPa.

As curvas de temperatura e pressão ao longo do tempo de experiência foram levantadas. Esses resultados encontram-se na figura 20.

A tabela 4 apresenta os dados obtidos das análises metalográficas realizadas com os corpos de prova da segunda experiência.

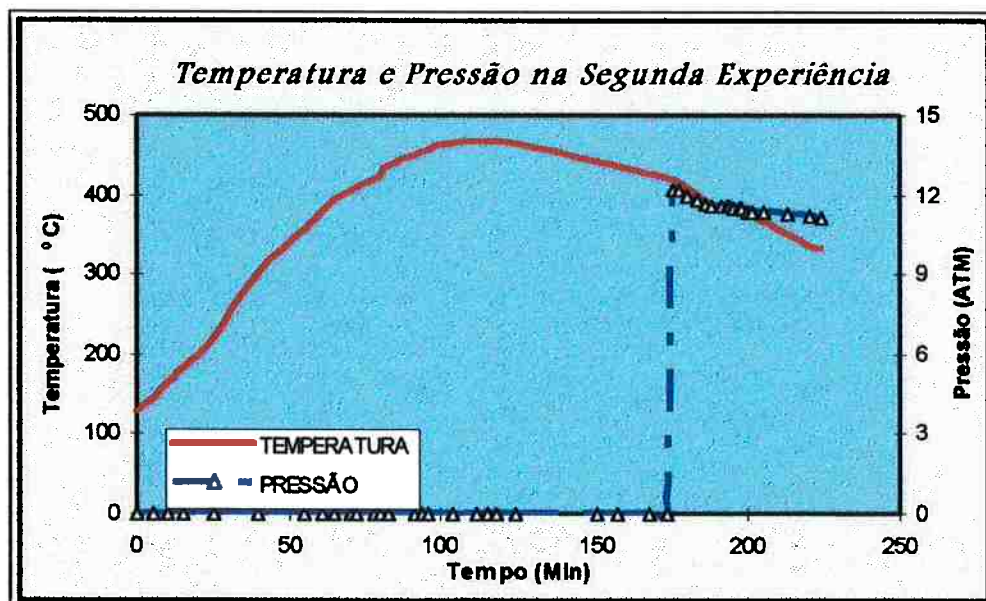


Figura 20: Gráfico de variação da temperatura e pressão na segunda experiência.

Tabela 4: Dados experimentais dos corpos de prova da segunda experiência

Amostra	% Porosidade inicial	% SiC	Distribuição de SiC
5	29%	Não houve infiltração	

Não houve infiltração dos corpos de prova da segunda experiência, mas mesmo assim as análises microestruturais foram realizadas como forma de tentar compreender possíveis motivos para a não infiltração.

Os corpos de prova dessa experiência (figura 21) apresentavam a estrutura dos antigos grãos de pó de alumínio em seu interior, mostrando que a pressão utilizada foi baixa demais para infiltrar os pré-formados.

No entanto, ocorreu início de sinterização e algum crescimento de grão do Al durante o ciclo térmico. Esse início de sinterização foi auxiliado pelo longo tempo de aquecimento do sistema (Fig 20).

Com a sinterização, aliada ao crescimento dos grãos dos pós de Al a fração de poros e a interconectividade dos mesmos diminuiu, impedindo que ocorresse infiltração.

A figura 21 mostra a microestrutura típica encontrada nos corpos de prova que não foram infiltrados na segunda experiência.

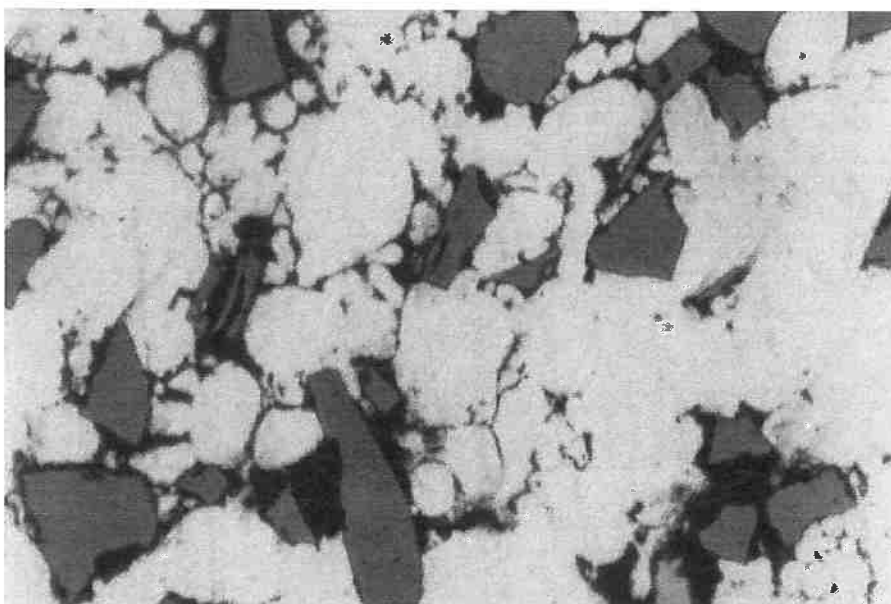


Fig 21: (450X) corpo de prova não infiltrado da segunda experiência evidenciando os antigos contornos de pós de alumínio. Microscópio ótico.

6. 3. Terceira Experiência de Infiltração

Tendo como base os resultados obtidos na segunda experiência (onde não houve infiltração) resolveu-se manter a temperatura da segunda experiência (420°C) mas elevar o valor da pressão de infiltração de 1,2 MPa para 1,8 MPa.

Os pré-formados para essa experiência como os da segunda tinham também 16, 20 e 29% de porosidades.

A figura 22 mostra as curvas de temperatura e pressão ao longo do tempo para a terceira experiência.

A tabela 5 mostra os dados obtidos nas análises metalográficas e quantitativas para a mesma experiência.

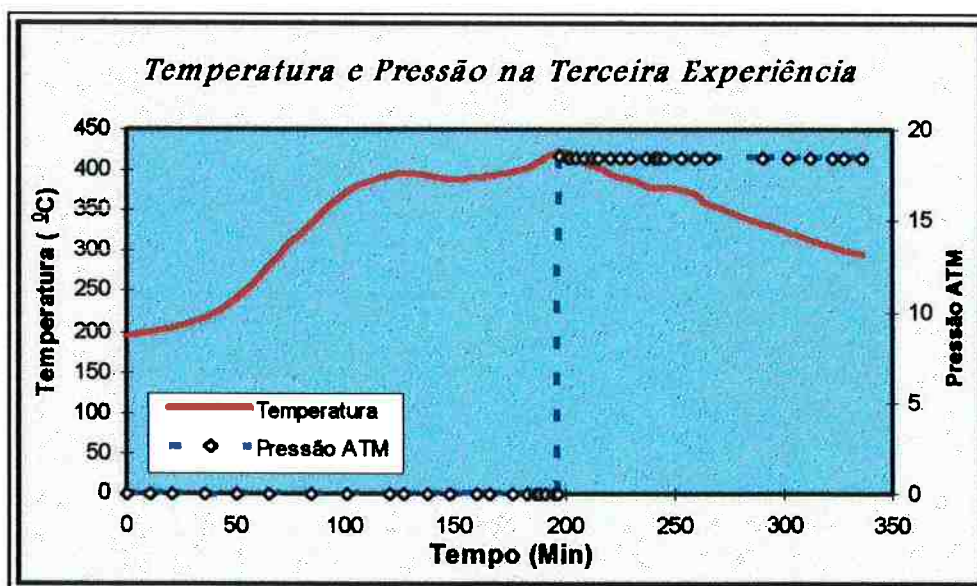


Figura 22: Gráfico da temperatura e pressão ao longo da terceira experiência.

Tabela 5 Dados experimentais dos corpos de prova da terceira experiência

<i>Amostra</i>	<i>% Porosidade inicial</i>	<i>% SiC</i>	<i>Distribuição de SiC</i>
6	20%	25% Vol	homogênea
7	16%	28% Vol	heterogênea
8	29%	20% Vol	homogênea

Com a elevação da pressão de infiltração novamente ocorreu infiltração total dos pré-formados e os corpos de prova não apresentaram porosidades.

Os corpos de prova que apresentavam menor porcentagem de porosidades iniciais, e que portanto sofreram maior compactação durante a etapa de pré-formagem, tinham regiões com aglomerados de SiC (figura 23), denominados na literatura de “clusters”⁽⁶⁾. A presença desses aglomerados reduz significativamente as propriedades mecânicas do compósito, sendo portanto altamente indesejáveis.

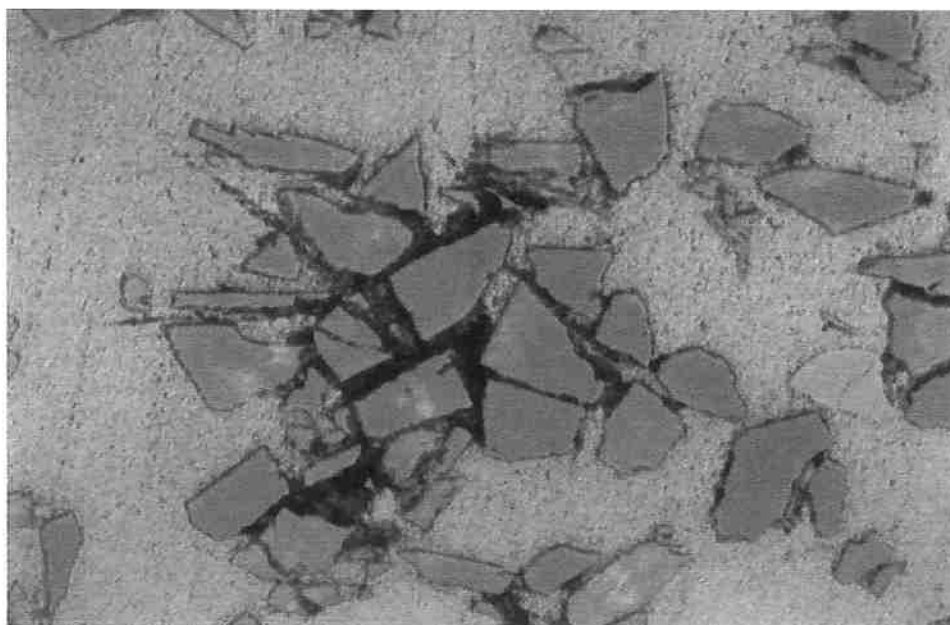
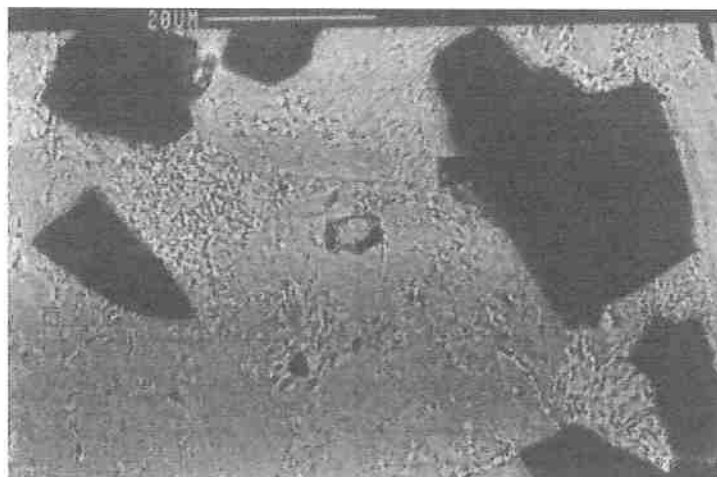


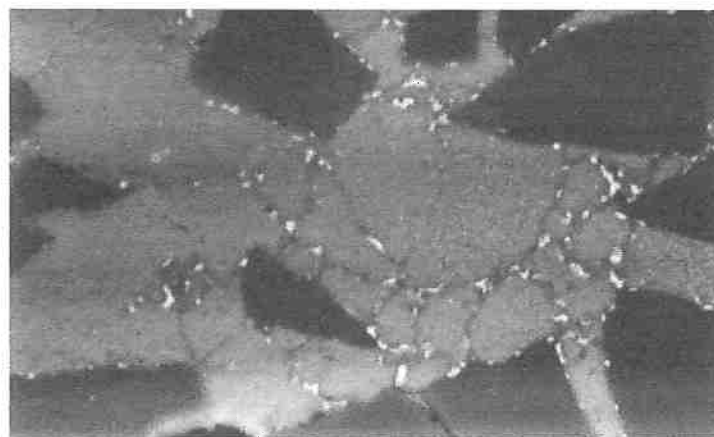
Fig 23 : (400X) “Cluster” de SiCp em amostra da 3ª experiência.

Nas experiências 3 e 4 todos os corpos de prova, apesar das diferentes frações de porosidades iniciais, revelaram grande semelhança microestrutural apresentando regiões periféricas com microconstituente eutético lamelar e apresentando no seu interior regiões com uma microestrutura típica de eutético divorciados nos contornos de pós de Al, além de regiões com estruturas sugerindo reação eutetóide no interior dos grãos.

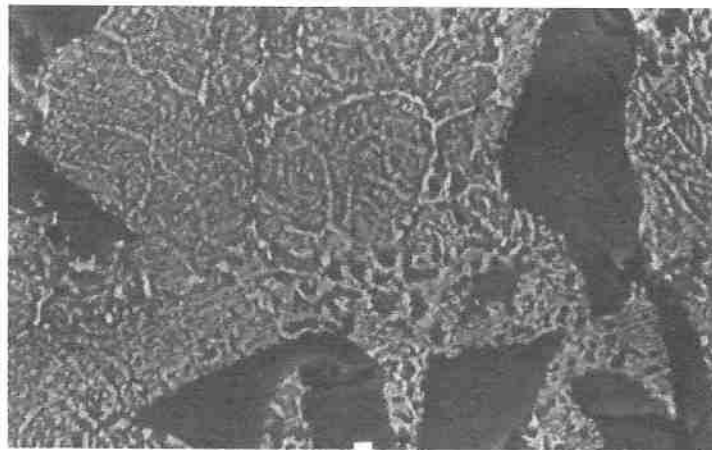
A figura 24 mostra essas diferentes microestruturas encontradas ao longo das regiões de um corpo de prova da terceira experiência.



(A)



(B)



(C)

*Fig 24: corpo de prova nº 7 mostrando três regiões distintas
(A) região periférica com microestrutura eutética lamelar,
(B) região com eutético divorciado nos contornos de pós de Al
(C) região sem precipitação aparente nos contornos, mas com transformação eutetóide.
MEV, imagem de elétrons retro-espalhados.*

6. 4. Quarta Experiência de Infiltração

A quarta experiência de infiltração foi realizada utilizando pré-formados com 15, 19 e 26% de porosidades respectivamente.

Para essa experiência utilizou-se pressão de infiltração de 1.8 MPa e temperatura de infiltração de 414^o C.

A figura 25 mostra as curvas de temperatura e pressão ao longo do tempo de experiência, e a tabela 6 mostra os dados obtidos nas metalografias e nas análises quantitativas realizadas nos corpos de prova da quarta experiência.

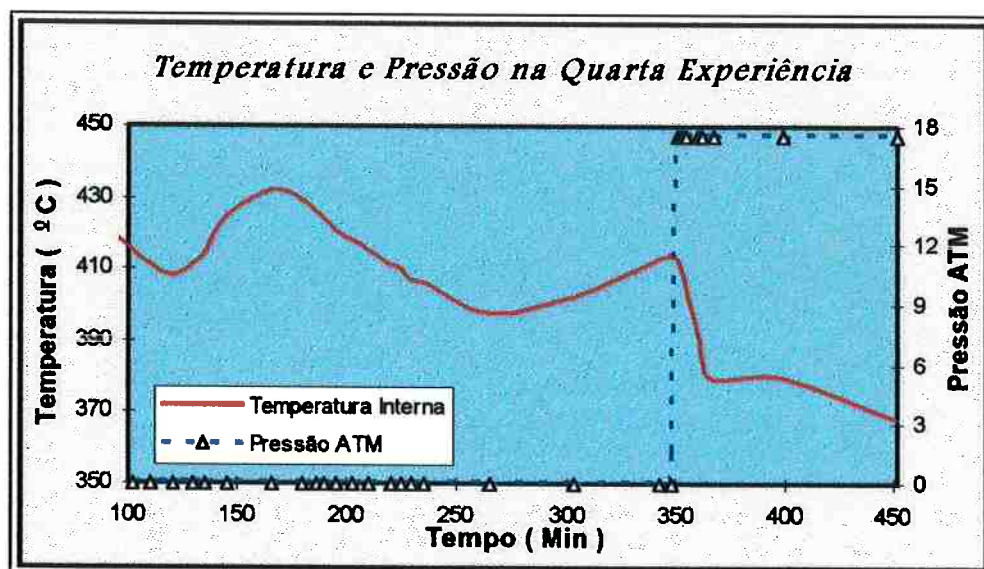


Figura 25: Gráfico da temperatura e pressão ao longo da quarta experiência.

Na quarta experiência de infiltração mantiveram-se os valores de temperatura e pressão de infiltração da terceira experiência, mas o forno não foi desligado após a infiltração, mantendo-se os compósitos recém infiltrados em uma temperatura mais elevada que a das outras experiências por cerca de 100 minutos.

Tabela 6: Dados experimentais dos corpos de prova da quarta experiência

<i>Amostra</i>	<i>% Porosidade inicial</i>	<i>% SiC</i>	<i>Distribuição de SiC</i>
9	26%	25% Vol	homogênea
10	19%	27% Vol	heterogênea
11	15%	28% Vol	heterogênea

A figura 26 mostra a microestrutura do corpo de prova nº 9 da quarta experiência observado sem ataque químico mas com luz polarizada.

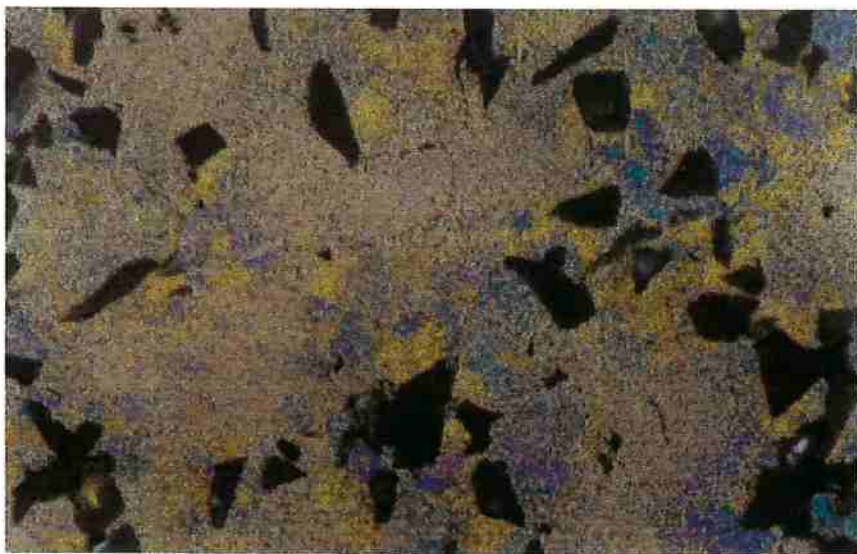


Fig 26: (200X) Microestrutura do corpo de prova 9 (luz polarizada).

A figura 27 mostra uma visão geral desse mesmo corpo de prova submetido ao ataque químico, já mencionado anteriormente.



Fig 27: (200X) Corpo de prova nº 9, partículas de SiC e regiões eutéticas e eutetóides.

6.5. Ensaio de Dureza

Os corpos de prova produzidos foram submetidos a um ensaio de dureza Brinell.

A dureza Brinell consiste em aplicar uma carga em um penetrador esférico sobre o material. A dureza do material (definida como sendo P/S) é função de uma relação entre os diâmetros da esfera penetradora e da calota deformada na superfície do material.

A figura 28 mostra um esquema do ensaio de dureza realizado:

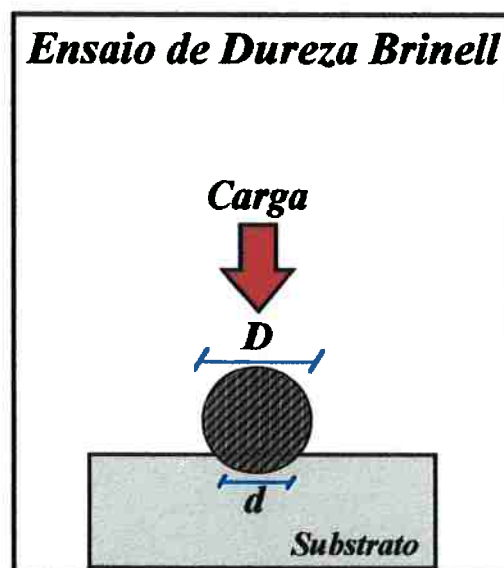


Fig. 28: Dureza Brinell.

A relação para o cálculo da dureza Brinell utilizada foi:

$$HB = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

onde temos:

D, diâmetro da esfera penetradora em mm,

d, diâmetro da calota formada na superfície da amostra em mm,

P, carga aplicada em Kg.

As medidas de dureza foram realizadas com uma pré-carga de 10 Kg, carga de penetração de 62,5 Kg e esfera de 2,5mm de diâmetro.

Depois de realizados os ensaios os corpos de prova foram observados ao microscópio ótico para que as indentações fossem medidas e a dureza fosse calculada.

A tabela 7 mostra os resultados das medidas de dureza das amostras das quatro experiências de infiltração:

Tabela 7: Resultados das medições de dureza Brinell

			<i>Dureza</i>		
<i>Amostra</i>	<i>%Vol. SiC</i>	<i>Distribuição</i>	<i>Medição 1</i>	<i>Medição 2</i>	<i>Medição 3</i>
<i>Zamak 5</i>	X	X	69	70	69
<i>1</i>	22%	heterogênea	71	78	71
<i>2</i>	30%	homogênea	90	90	85
<i>5</i>	não infiltrou	X	30	36	31
<i>6</i>	25%	homogênea	100	94	97
<i>7</i>	28%	heterogênea	84	84	81
<i>8</i>	20%	homogênea	71	74	76
<i>9</i>	25%	homogênea	97	97	108
<i>10</i>	27%	heterogênea	81	84	90
<i>11</i>	28%	heterogênea	72	70	70

6.6. Formação de “Clusters”

Na primeira experiência de infiltração foram utilizados pós de Al com tamanho de partícula de $51\mu\text{m}$ e pós de SiC com tamanho de partícula de $43\mu\text{m}$. Não houve formação de aglomerados de partículas de reforço, denominados na literatura como “clusters”.

A partir da segunda experiência de infiltração, passou-se a utilizar pós de Al e de SiC com tamanhos médios de partículas diferentes entre si (Al com $51\mu\text{m}$ e SiC com $27\mu\text{m}$ de tamanho médio de partícula). Alguns compósitos produzidos com essa nova mistura de pós apresentaram “clusters” em sua microestrutura.

A presença dos aglomerados está aparentemente relacionada ao tamanho relativo dos pós constituintes da mistura e do processamento dado para obtenção dos pré-formados.

Quando realizamos a operação de mistura com pós de metal e de reforço de tamanhos aproximadamente iguais (caso da primeira experiência de infiltração) temos uma distribuição mais homogênea entre as partículas. A operação de compactação uniaxial a frio produz pré-formados sem a presença de “clusters”.

Por outro lado, quando os pós constituintes da mistura metal/cerâmica tem tamanhos de partículas distintos entre si ocorre a formação de pequenos aglomerados de partículas de SiC nos interstícios dos pós de Al. A compactação gera deformação dos pós de Al e movimentação dos pequenos aglomerados que tendem a se encontrar. Quando pequenos aglomerados de partículas de SiC encontram-se (pela deformação dos pós de Al) ocorre um aumento do aglomerado pois as partículas de SiC não mais se separam por não sofrerem deformação.

Portanto a formação dos aglomerados é em parte causada pela relação entre o tamanho das partículas, mas também pela compactação sofrida no processo de fabricação.

Isto fica bem claro quando observamos os resultados da terceira e quarta experiências. Partindo-se de uma mesma mistura de pós (que tinha pós de Al maiores que os pós de SiC) foram produzidos compósitos com distribuição homogênea de reforço (sem “clusters”) e compósitos com a presença de “clusters”. Os compósitos que foram produzidos a partir de pré-formados com menor porcentagem de porosidade, e que portanto sofreram maior compactação, eram os que apresentavam os aglomerados de SiC.

As figuras 29 e 30 representam misturas de pós de Al e SiC com diferentes relações entre os tamanhos, mostrando sua influência na formação ou não de aglomerados de partículas.

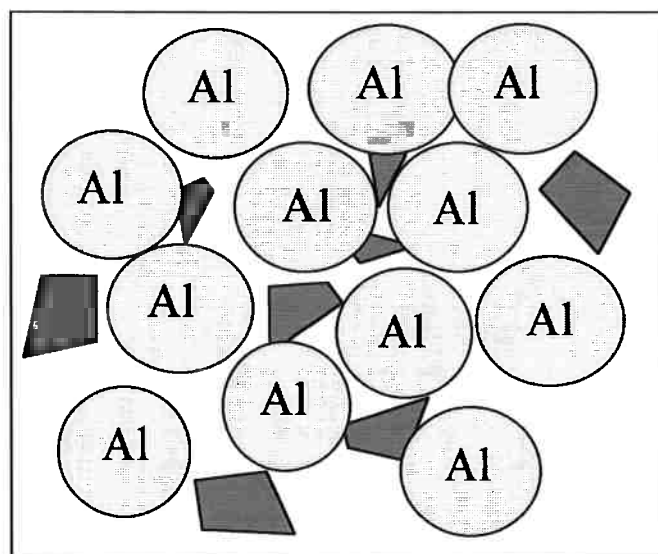


Fig. 29: Mistura com pós de tamanhos semelhantes, sem formação de “clusters”.

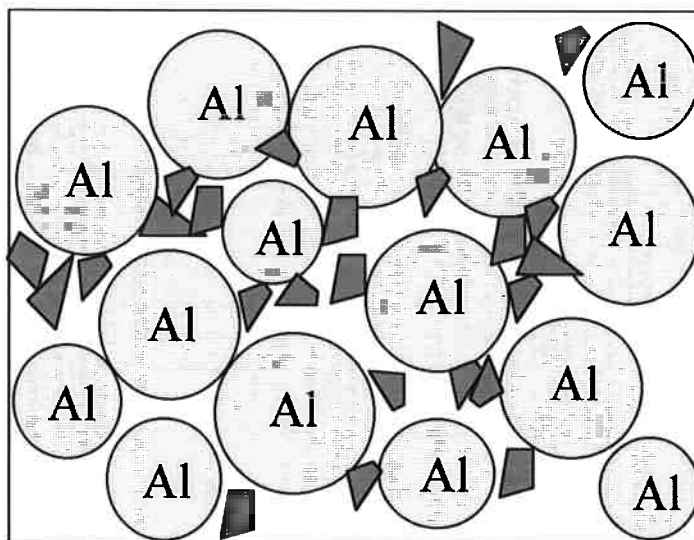


Fig. 30: Mistura de pós com tamanhos diferentes, com formação de “clusters”.

Para evitar a formação dos aglomerados deve-se tentar trabalhar com pós de tamanhos equivalentes, ou quando a mistura de pós tiver componentes de tamanhos diferentes, procurar produzir os pré-formados com baixa compactação.

6.7. Aspecto Fractográfico dos Compósitos

Os corpos de prova da primeira experiência de infiltração foram submetidos a um ensaio de rompimento sob tração para realizar a análise fractográfica do material.

O material da matriz metálica apresentou uma fractografia com alvéolos (“dimples”) de tamanho uniforme.

Foram observadas partículas no interior dos alvéolos, provavelmente as partículas de segunda fase observadas na microestrutura da matriz do compósito.

A distribuição dos tamanhos dos alvéolos foi bi-modal, apresentando alvéolos pequenos relacionados com partículas de segunda fase e alvéolos grandes relacionados a partículas de SiC.

O aparecimento dos alvéolos pequenos ocorre por abertura da interface entre a matriz e a partícula de segunda fase.

Os alvéolos maiores tem origem por abertura (decoesão) da interface matriz / partícula de reforço, ou por clivagem da partícula de SiC.

As figuras 31 e 32 mostram as microestruturas correspondentes as fractografias do compósito da primeira experiência:

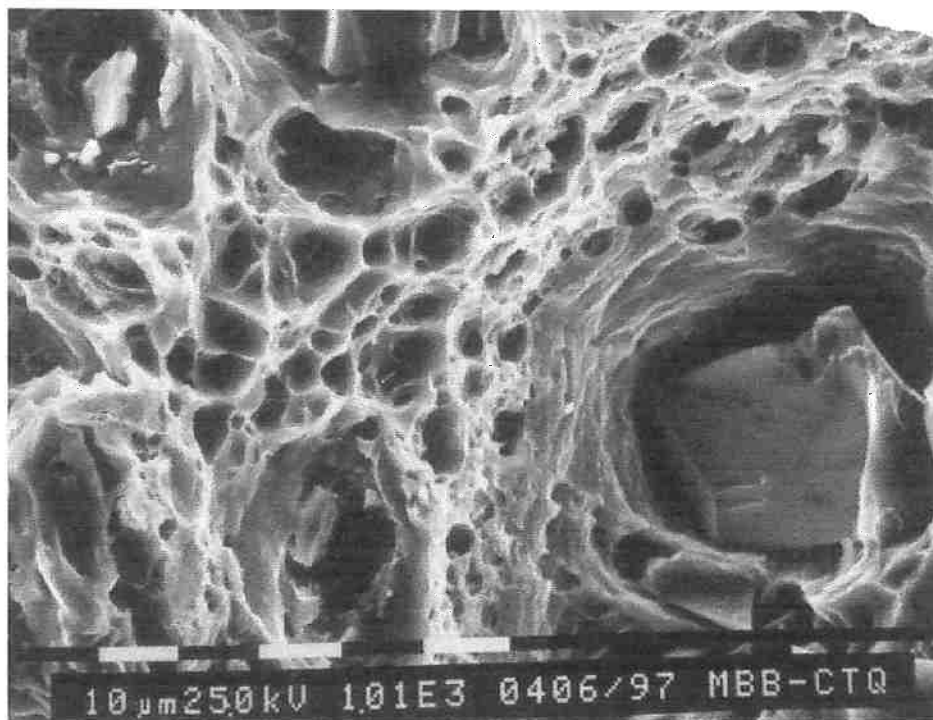


Fig. 31: Fratura de compósito da primeira experiência mostrando, clivagem de partícula de SiC e alvéolos na matriz metálica.

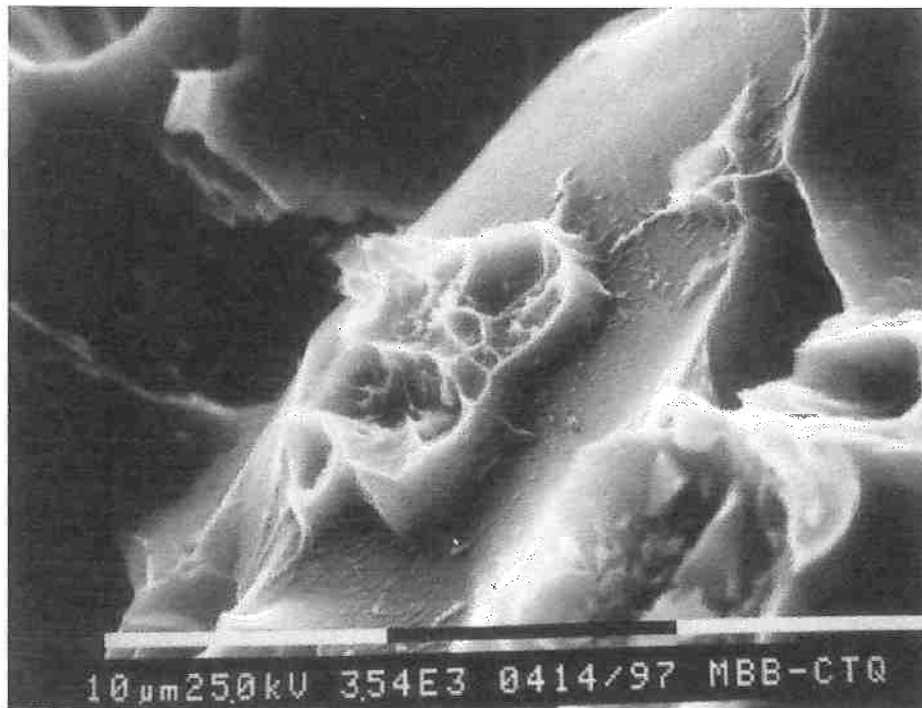


Fig. 32: Decoção na interface matriz / partícula em fratura do compósito da primeira experiência.

7. Cálculo da Composição Química da Matriz

Um programa de cálculo da composição química da matriz metálica foi implementado na forma de uma planilha em Excel.

O programa tem como dados de entrada a fração em massa da mistura Al-SiC, as densidades dos componentes, a densidade da liga infiltrante, composição da liga infiltrante, diâmetro da matriz de compactação de pós e a altura e massa de um pré-formado produzido.

Através dos valores de massa e densidade e de cálculos de volumes o programa calcula o volume de poros do pré-formado, a quantidade de liga infiltrante que irá preencher este espaço e finalmente calcula a fração volumétrica de reforço e a composição final do compósito produzido. É interessante ressaltar que para uma mistura de pós fixa, a composição química final da matriz metálica do compósito só depende da porcentagem da densidade teórica inicial do pré-formado (proporcional ao volume de porosidade inicial). O formulário envolvido nos cálculo vem a seguir:

7.1. Densidade teórica da mistura de pós:

$$Dt = \%Al * dAl + \%SiC * dSiC$$

onde Dt é a densidade teórica da mistura de pós e
dAl e dSiC são as densidades dos pós.

7.2. Volume do pré-formado:

$$Vp = \frac{\pi * Dm^2}{4} * Hp$$

onde Vp é o volume do pré-formado, Dm é o diâmetro da matriz e Hp é altura do pré-formado.

7.3. Densidade do pré-formado:

$$\%Dt = (Mp/Vp) \div Dt$$

onde %Dt é a porcentagem da densidade teórica

Mp e Vp são a massa e o volume do pré-formado

7.4. Fração volumétrica de SiC:

A partir dos valores de

$$(a) \quad MSiC = \%SiC * Mp \quad e \quad (b) \quad VSiC = MSiC / DSiC$$

chega-se a:

$$\%Vol = \frac{VSiC}{Vp}$$

onde MSiC é a massa de SiC no pré-formado

e DSiC é a densidade do SiC utilizado no pré-formado.

7.5. Composição Química esperada da Matriz Metálica:

Primeiramente é realizado o cálculo do volume de porosidades do pré-formado, massa de liga infiltrante que penetra nessas porosidades durante a infiltração e massa de matriz:

$$Vpor = (1 - \%Dt) * Vp$$

$$Ml = Vpor * Dl$$

$$Mm = (Mp * \%Al) + MI$$

onde Vpor é o volume de porosidades,

MI é a massa de liga infiltrante e

Mm é a massa da matriz metálica total do compósito.

A composição química da matriz fica então determinada:

$$\%Al(matriz) = \frac{(Mp * \%Al) + (MI * \%Al)}{Mm}$$

$$\%Zn(matriz) = \frac{(MI * \%Zn)}{Mm}$$

$$\%impurezas(matriz) = \frac{(MI * \% Imp)}{Mm}$$

A importância desse programa é de servir como ferramenta que possibilite ao usuário escolher uma mistura de pós, liga infiltrante, e nível de compactação do pré-formado, de modo a prever características finais do compósito antes mesmo de realizar a infiltração. Assim o usuário pode escolher os seus parâmetros iniciais e obter um compósito com as características desejadas.

7.6 Simulações

Foram realizadas simulações com o programa para a mistura de pós utilizada neste trabalho (66%Al-34%SiC), com pré-formados de 70, 80 e 90% da densidade teórica. Para cada caso foram determinados a fração volumétrica esperada de SiC e a composição química média da matriz metálica. Também foi realizada uma simulação para uma mistura de pós de 80% Al e 20% SiC para observar a mudança na composição química da matriz para os mesmos valores de densidade teórica do pré-formado.

É interessante notar que para uma mistura de pós fixa podemos variar a composição química da matriz do compósito alterando o nível de compactação inicial do pré-formado, uma vez que é essa compactação a responsável pelo volume de porosidades no pré-formado, que por sua vez será o volume de liga que infiltrará o corpo poroso.

O processo ISD (Infiltração-Solidificação Difusional) é muito versátil pois como o pré-formado é formado por uma mistura de metal e cerâmica podemos alterar também a composição química da matriz alterando a fração em massa dos componentes da mistura de pós. Por esse processo portanto podemos produzir compósitos com uma extensa faixa de composições químicas para a matriz e também uma grande faixa de frações volumétricas de reforço.

Seguem portanto as simulações realizadas com o programa:

Este programa calcula a % da densidade teórica, a composição química da matriz metálica e a fração de reforço de um compósito dados os valores abaixo:

Mistura de Pós:

Fração em massa		Densidade Al	Densidade SiC
Al	SiC	(g/cm ³)	
0,66	0,34	2,7	3,16

Liga Infiltrante:

p/ cada grama:

Al na Liga	Zn na Liga	Outros	Densidade Liga
0,04	0,94	0,02	6,7

Diâmetro da Matriz:
(cm)
0,91

Pré-Formado	
Altura	Massa
(cm)	(g)
1,5	1,95

Cálculos:

Dens. Teórica (g/cm ³)
2,856

Vol. Pré-Formado (cm ³)
0,976

%Dens.teórica Pré-formado
70,0

%Porosidade
30,0

Vol. Porosidade (cm ³)
0,293

M. da Liga (g)
1,962

Massa Total de metal (g)
3,249

M(Zn) Liga (g)
1,845

M(Al) Liga (g)
0,078

M(imp.) Liga (g)
0,039

M(Al) Pré (g)
1,287

Resultados:

Fração Volumétrica Esperada de SiC: (%)
21,5

Composição Final da Matriz Metálica:	
% Alumínio:	42,02
% Zinco:	56,77
% Outros El.:	1,21

Mistura de Pós:

Fração em massa		Densidade Al	Densidade SiC
Al	SiC	(g/cm ³)	
0,66	0,34	2,7	3,16

Liga Infiltrante:
p/ cada grama:

Al na Liga	Zn na Liga	Outros	Densidade Liga
0,04	0,94	0,02	6,7

Diâmetro da Matriz:
(cm)
0,91

Pré-Formado	
Altura	Massa
(cm)	(g)
1,5	2,23

Cálculos:

Dens. Teórica (g/cm ³)
2,856

Vol. Pré-Formado (cm ³)
0,976

% Dens.teórica Pré-formado
80,0

%Porosidade
20,0

Vol. Porosidade (cm ³)
0,195

M. da Liga (g)
1,306

Massa Total de metal (g)
2,777

M(Zn) Liga (g)
1,227

M(Al) Liga (g)
0,052

M(imp.) Liga (g)
0,026

M(Al) Pré (g)
1,472

Resultados:

Fração Volumétrica Esperada de SiC: (%)
24,6

Composição Final da Matriz Metálica:	
% Alumínio:	54,87
% Zinco:	44,19
% Outros El.:	0,94

Mistura de Pós:

Fração em massa		Densidade Al	Densidade SiC
Al	SiC	(g/cm ³)	
0,66	0,34	2,7	3,16

Liga Infiltrante:

p/ cada grama

Al na Liga	Zn na Liga	Outros	Densidade Liga
0,04	0,94	0,02	6,7

Diâmetro da Matriz:
(cm)
0,91

Pré-Formado	
Altura	Massa
(cm)	(g)
1,5	2,507

Cálculos:

Dens. Teórica (g/cm ³)
2,856

Vol. Pré-Formado (cm ³)
0,976

% Dens.teórica Pré-formado
90,0

%Porosidade
10,0

Vol. Porosidade (cm ³)
0,098

M. da Liga (g)
0,656

Massa Total de metal (g)
2,311

M(Zn) Liga (g)
0,617

M(Al) Liga (g)
0,026

M(imp.) Liga (g)
0,013

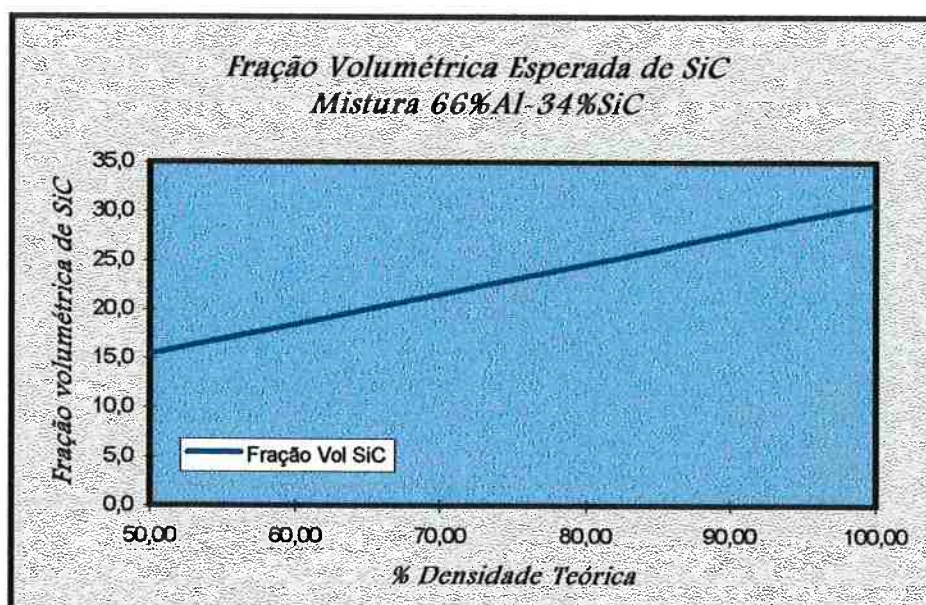
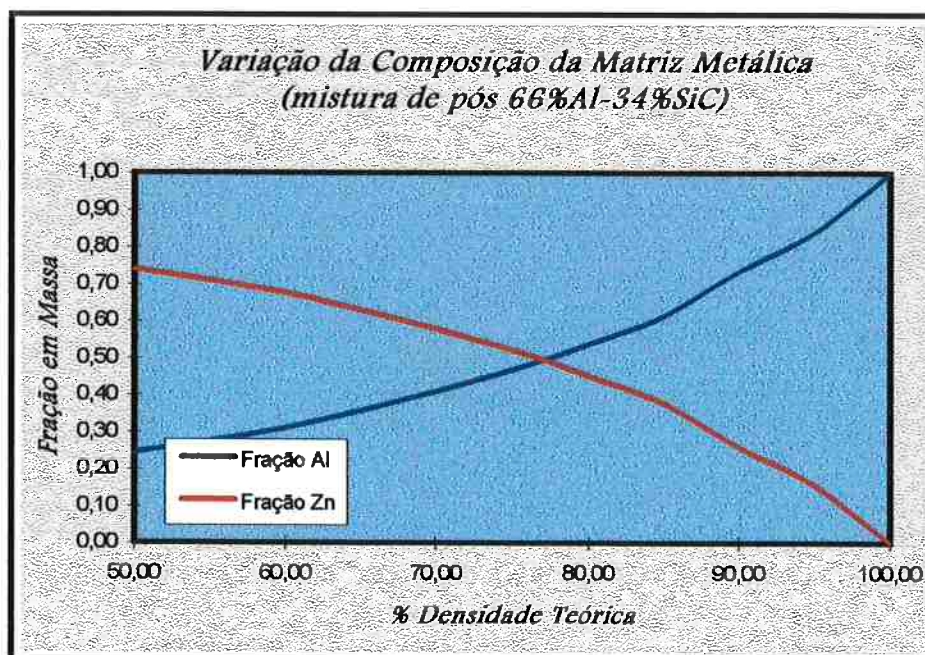
M(Al) Pré (g)
1,655

Resultados:

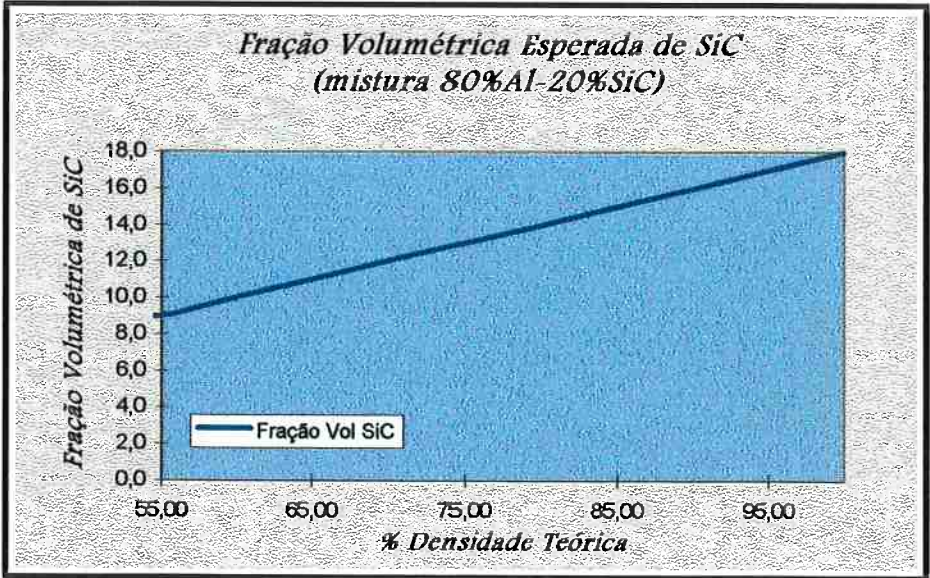
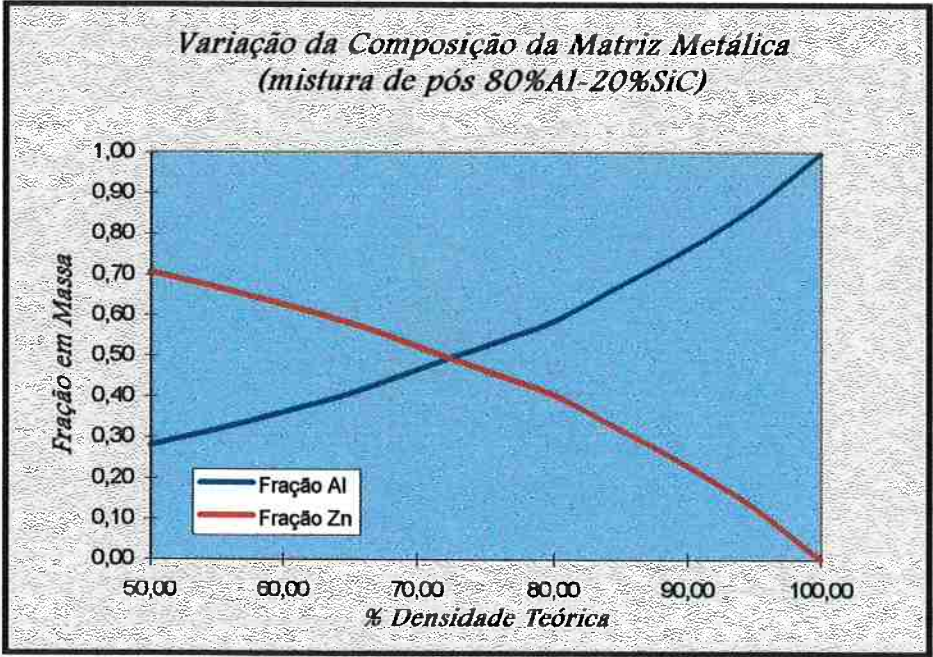
Fração Volumétrica Esperada de SiC: (%)
27,6

Composição Final da Matriz Metálica:	
% Alumínio:	72,75
% Zinco:	26,69
% Outros El.:	0,57

Pré-Formado	Matriz Metálica			Fração Vol
% Dens. Teórica	Fração Al	Fração Zn	Outros	SiC
50,00	0,24	0,74	0,016	15,4
55,00	0,27	0,71	0,015	16,9
60,00	0,31	0,68	0,014	18,4
65,00	0,36	0,63	0,013	20,0
70,00	0,41	0,58	0,012	21,5
75,00	0,47	0,52	0,011	23,1
80,00	0,54	0,45	0,010	24,6
85,00	0,61	0,38	0,008	26,1
90,00	0,73	0,26	0,006	27,7
95,00	0,84	0,16	0,003	29,2
100,00	1,00	0,00	0,000	30,7



Pré-Formado	Matriz Metálica			Fração Vol
% Dens. Teórica	Fração Al	Fração Zn	Outros	SiC
50,00	0,28	0,71	0,015	9,0
55,00	0,32	0,67	0,014	9,0
60,00	0,36	0,63	0,013	10,0
65,00	0,41	0,58	0,012	11,0
70,00	0,47	0,52	0,011	12,0
75,00	0,53	0,46	0,010	13,0
80,00	0,59	0,41	0,009	14,0
85,00	0,67	0,32	0,007	15,0
90,00	0,76	0,23	0,005	16,0
95,00	0,87	0,13	0,003	17,0
100,00	1,00	0,00	0,000	18,0



8. Conclusões

A infiltração-solidificação difusional provou ser uma rota viável para a produção de compósitos de matriz metálica com baixa fração volumétrica de reforço.

Por esse processo foi possível produzir compósitos Al/Zn/SiC que não apresentaram porosidades e tiveram boa distribuição de partículas de SiC.

A mudança que foi realizada nos pós para a fabricação dos pré-formados, logo após a primeira experiência parece ter sido a responsável pela formação dos “clusters” nos compósitos, uma vez que sendo as partículas de SiC menores que as de Al é mais fácil ocorrer aglomeração das mesmas nos interstícios dos pós de Al durante o processamento e compactação.

A infiltração dos pré-formados com as características apresentadas e na temperatura de 420 °C só parece ser possível para pressões um pouco acima de 1,2 MPa.

A medida que caminhamos para regiões mais interiores dos corpos de prova passamos a ter teores menores de Zn na matriz e teores cada vez maiores de Al na mesma, provocando o surgimento de três regiões distintas, uma região de microestrutura eutética periférica, regiões com eutético divorciado nos contornos de pós de Al e regiões com composição próxima à eutetóide (22% Al), fato evidenciado por resultados de microanálise.

9. Agradecimentos

Agradeço à CNPq pela bolsa de iniciação científica que possibilitou a realização deste trabalho.

O autor agradece à Márcia Ribeiro, técnica do laboratório metalográfico do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP pelo apoio dado nas atividades de metalografia.

O autor agradece ao Prof. Marcelo de Aquino Martorano pelo inestimável apoio na parte de microscopia eletrônica e nas microanálises realizadas.

Agradeço ainda ao M. Eng. Humberto Naoyuki Yoshimura e o Prof. Dr. Hélio Goldenstein pelo tempo dedicado as discussões com esse trabalho e pelo incentivo dado em todo o período de desenvolvimento deste trabalho de pesquisa.

Agradeço a todos os companheiros de turma que direta ou indiretamente contribuíram de alguma forma para que este trabalho fosse realizado.

Agradeço a meus pais que sempre me incentivaram e apoiaram em todos os momentos e me deram a oportunidade de realizar este trabalho.

Finalmente agradeço à Carina Calera pelo apoio, incentivo, paciência, amor e ajuda dada com todo o carinho e dedicação à minha pessoa e a esse trabalho.

10. Bibliografia

- (1) FOLTZ, J. V. , BLACKMON, C. M. ; Metal-Matrix Composites, Metals Handbook 10^a ed. Metals Park, ASM.1990 Vol. 2 p. 903-912.
- (2) AMBRÓZIO F^o , F. et. al. Desenvolvimento de compósitos de matriz metálica. Trabalho apresentado ao 50^o Congresso Anual da ABM, 1995 Apostila.
- (3) MARTINS, R ; GOLDENSTEIN, H. Equipamento de Laboratório para infiltração de preformados cerâmicos por metais líquidos utilizando-se médias pressões. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DE TECNOLOGIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS, 49, São Paulo,1994. São Paulo, ABM, 1995 Vol. 9, p. 411-8.
- (4) LANGFORD, G. ; APELIAN, D. Diffusion Solidification. J. Metals 32 (1980) n^o 9 p. 28-33.
- (5) YOSHIMURA, H. N. et. al. Infiltração-Solidificação Difusional: uma alternativa para produção de compósitos de matriz metálica , 12^o Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, CBECIMAT, 1996. Águas de Lindóia, Vol 2 pg 577-580.
- (6) YOSHIMURA, H. N. , GOLDENSTEIN, H. , GONÇALVES, M. , The Effects of SiCp Clusters and Porosity on the Mechanical Properties of PM Al Matrix Composites , First International Conference on Ceramics and Metal Matrix Composites (CMMC 96), Spain , part 2 pg 985-992
- (7) SOUZA, R. M.; YOSHIMURA, H. N. ; GOLDENSTEIN, H. ; Strengthening Porous Ceramics by Molten Metal Infiltration , First International Conference on Ceramics and Metal Matrix Composites (CMMC 96),Spain , part 1 pg 439-446.
- (8) SOUZA, R. M. Produção e caracterização de materiais compósitos e intermetálicos por infiltração a médias pressões. São Paulo,1995. 86p. Dissertação (mestrado) Escola Politécnica Universidade de São Paulo.
- (9) LANGFORD, G. & CUNNINGHAM, R. E. ; Steel casting by diffusion solidification , Metallurgical Transactions 8 Vol. 98, março 1978 , p. 5-19.
- (10) CORNIE, J. A. ; MORTENSEN, A. ; Field, F. & Stokes, S. Technical and commercial implications of solidifications processing and pressure

infiltration casting technology for fiber reinforced metal composites. Trabalho apresentado no congresso ATA-MAT 1989: Innovations in materials and application in transportation industries. Turim, Itália. 26-28 junho de 1989.

(11) ROHATGI, P., Solidification of Metal Matrix Composites. Indianápolis 1989, Proceedings of the TMS Conference, pg 91-102, 171-180, 191-204.

(12) FLOWER, H. M. High Performance Materials in Aerospace. Chapman & Hall, 1995, pg 227 - 245.

(13) YOSHIMURA, H. N., Produção e Caracterização de Compósitos de Matriz de Al Reforçada com Partículas de SiC Obtidos por Extrusão de Pós. São Paulo, 1994. 112p. Dissertação (mestrado) Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

(14) LEWIS, C. F. , The Exciting Promise of Metal-Matrix Composites, Materials Engineering pg 33-37, may 1986.

(15) ROHATGI, P. , Cast Aluminum-Matrix Composites for Automotive Applications , JOM Vol. 43, april 1991, pg 10-15.

(16) MURRAY, J. L. , Al-Zn (Aluminum-Zinc) , Binary Alloy Phase Diagrams, Vol. 1 pg 239-241, ASM, 2nd Edition.

(17) Zinc and Zinc Alloys, Metals Handbook 10^a Edição Vol. 2 , ASM Metals Park pg 533-534.