

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

INFLUÊNCIA DE CARGAS DE TALCO NAS PROPRIEDADES
MICROESTRUTURAIS E MECÂNICAS NA MATRIZ DE CARBETO DE
SILÍCIO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ CERÂMICA

Nilson Biagini Sabino

Ponta Grossa
2007

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA
DE MATERIAIS

INFLUÊNCIA DE CARGAS DE TALCO NAS PROPRIEDADES
MICROESTRUTURAIS E MECÂNICAS NA MATRIZ DE CARBETO DE
SILÍCIO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ CERÂMICA

Nilson Biagini Sabino

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Engenharia e
Ciência de Materiais como requisito
parcial à obtenção do título de MESTRE
EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS.

Orientadora: Dra. Sandra Regina Masetto Antunes
Agência Financiadora: CAPES

Ponta Grossa
2007

Ficha catalográfica elaborada pelo Setor de Processos Técnicos BICEN/UEPG

S116i Sabino, Nilson Biagini
Influência de cargas de talco nas propriedades microestruturais e mecânicas na matriz de carbetto de silício em compósitos de matriz cerâmica / Nilson Biagini Sabino. Ponta Grossa, 2007.
121 f.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciências de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof^o. Dr^a. Sandra Regina Masetto Antunes

1. Compósitos de matriz cerâmica. 2. Método "squeeze casting". 3. Cargas de talco. I. Antunes, Sandra Regina Masetto. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais. III.T.

CDD: 620.14

DEDICATÓRIA

Aos meus Amados pela força e apoio.

VITAE DO CANDIDATO

Técnico em Química pelo Colégio Estadual Borell du Vernay em Ponta Grossa (1997).

Engenheiro de Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa (2004).

Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (2007).

TERMO DE APROVAÇÃO

NILSON BIAGINI SABINO

INFLUÊNCIA DE CARGAS DE TALCO NAS PROPRIEDADES
MICROESTRUTURAIS E MECÂNICAS NA MATRIZ DE CARBETO DE
SILÍCIO EM COMPÓSITOS DE MATRIZ CERÂMICA

Dissertação aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Orientadora:

Profª Drª Sandra Regina Masetto Antunes
Departamento de Química, UEPG/PR



Prof. Dr. Paulo Rogério Pinto Rodrigues
Departamento de Química, UNICENTRO/PR



Profª Drª Adriana Scoton Antonio Chinelatto
Departamento de Engenharia de Materiais, UEPG/PR

Ponta Grossa, 27 de fevereiro de 2007.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a DEUS pela vida.

Agradeço especialmente a minha orientadora Dra. Sandra Regina Masetto Antunes por acreditar em meu trabalho desde 2000 em minha Iniciação Científica durante a graduação.

Agradeço a todos os que colaboraram e continuam contribuindo para minha formação pessoal e profissional.

Agradeço aos meus queridos pela força e apoio em todos os momentos de alegria e dificuldades, sempre me motivando a ultrapassar todas as barreiras e obstáculos em meus caminhos.

Agradeço a CAPES e ao Programa de Pós Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais - UEPG pelo apoio financeiro em nossos trabalhos.

RESUMO

Os compósitos de matriz cerâmica (CMC) são os mais recentes no campo dos compósitos. Os principais fatores para o bom desempenho destes materiais são a escolha: da matriz, do reforço, do processamento e composição química. Materiais cerâmicos possuem módulo elástico muito alto, baixa densidade, e podem suportar temperaturas muito altas, porém apresentam baixa tenacidade. A introdução de uma fase metálica dúctil nas cerâmicas pode melhorar sua tenacidade à fratura. O SiC destaca-se entre os materiais utilizados na matriz cerâmica. Dentre os metais destaca-se o alumínio. A infiltração sob pressão de um fundido ("Squeeze Casting") é um dos métodos mais utilizados na fabricação de CMC, sendo o foco de muitas pesquisas. As propriedades mecânicas de um compósito variam em função da adição de ligantes e aditivos na pré-forma. Neste trabalho foi obtido CMC de SiC-Talco/Al pelo método "Squeeze Casting" e investigado a influência do talco como aditivo nas propriedades mecânicas da matriz cerâmica com tamanhos controlados de partículas, pretendendo-se obter redução de custo da matéria-prima total do compósito e melhoria de suas propriedades mecânicas. Foram confeccionados corpos de prova retangulares de SiC com proporções de 10 a 50% em massa de talco. As amostras foram parcialmente sinterizadas a 1100°C, caracterizadas e posteriormente infiltradas com alumínio fundido a 850°C sob pressão. Os compósitos foram caracterizados por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde se observou os diferentes tamanhos de partículas da matriz a infiltração dos canais pelo metal fundido. Também foram analisadas por difração de Raios X, mostrando a presença das fases SiC, Al, Si, SiO₂, e MgAl₂O₄. O resultado dos ensaios de flexão em três pontos obtidos para as proporções de 10 a 50% de talco mostram a influência das proporções de aditivo nos valores das propriedades mecânicas destes compósitos.

ABSTRACT

Ceramic Matrix Composites (CMC) are the most recent materials in field composites. The main factors for the good acting of these materials are the choice: of the matrix material, of the reinforcement, of the processing and chemical composition. Ceramic materials possess elastic module very loud, low density, and can support temperatures very discharges, even so they present low toughness. The introduction of a ductile metallic phase in the ceramic can improve its toughness to for fracture. The SiC stands among the materials used in the ceramic matrix. Among the metals stands out the aluminum. The infiltration under pressure of a melted (Squeeze Casting) it is one of the methods more used in the production of CMC, being the focus of many searches. The mechanical properties of a composite varies in function of the ligants addition and addictive in for pre-form. In this work it was obtained CMC of SiC-Talc/Al by "Squeeze Casting" method and investigated the influence of the talc as addictive in the mechanical properties of the ceramic matrix with controlled sizes of particles, intending improvement its mechanical properties of composites obtained. Rectangular test bodies of SiC were made with proportions from 10 to 50% in talc mass. The samples went burned partially at 1100°C, characterized and later infiltrated with aluminum melted at 850°C under pressure. The composites were characterized by optical microscopy and scanning electronic microscopy (SEM), where the different sizes of particles of matrix and the complete infiltration of the channels by melted metal was observed. They were also analyzed by X-ray difraction, showing the presence of phases SiC, Al, Si, SiO₂, and MgAl₂O₄. The result of the flexural module at three points obtained for the proportions of 10 to 50% of talc show the influence of the proportions of addictive in the values of the mechanical properties of these composites.

PUBLICAÇÕES CIENTÍFICAS DESTE TRABALHO

Trabalhos Completos Publicados em anais de Congressos

1. ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA ALUMINA E CAULIM CAMPO ALEGRE EM COMPÓSITOS DE CARBETO DE SILÍCIO/ALUMÍNIO In: SULMAT 2004 - Congresso em Ciência de Materiais do Mercosul. Joinville – SC, 2004.
2. OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITO METÁLICO-CERÂMICO In: SULMAT 2004 - Congresso em Ciência de Materiais do Mercosul. Joinville – SC, 1004.

Resumo Expandido Publicado em anal de Congresso

1. INFLUENCE OF TALC IN PROPERTIES SiC/Al COMPOSITES In: CBECIMAT. Recife – PE, 2005.

Resumos Publicados em anais de Congressos

1. ESTUDO DA INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE PARTÍCULAS EM COMPÓSITOS SiC/Al In: V Encontro de Pesquisa da UEPG. Ponta Grossa: UEPG, 2005.
2. INFLUÊNCIA DE CARGAS DE TALCO NAS PROPRIEDADES DE COMPÓSITOS SiC/Al In: V Encontro de Pesquisa da UEPG. Ponta Grossa: UEPG, 2005.

3. ESTUDO DE MATRIZ CERÂMICA DE SiC INFILTRADA COM ALUMÍNIO.
In: IV Encontro de Pesquisa UEPG. Ponta Grossa: UEPG, 2004.

4. OBTAINMENT AND CHARACTERIZATION OF CERAMIC-METALLIC COMPOSITE OF SiC/Al In: BRAZILIAN MRS MEETING - III ENCONTRO DA SBPMat - SOCIEDADE BRASILEIRA DE PESQUISA EM MATERIAIS. Foz do Iguaçu - PR, 2004.

5. ESTUDO MICROESTRUTURAL DE COMPÓSITOS MATRIZ CERÂMICA A BASE DE CARBETO DE SILÍCIO/ALUMÍNIO COM ADIÇÃO DE ALUMINA E CAULIM In: III Encontro de Pesquisa da UEPG. Ponta Grossa – PR, 2003.

SUMÁRIO

	Pág.
TERMO DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	ii
RESUMOS	iii
ABSTRACT	iv
PUBLICAÇÕES CIENTÍFICAS DESTE TRABALHO	v
SUMÁRIO	vi
ÍNDICE DE TABELAS	vii
ÍNDICE DE FIGURAS	viii
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1 Compósitos.....	3
2.2 Compósitos de matriz cerâmica	6
2.3 Materiais cerâmicos	7
2.4 Materiais de reforço	8
2.5 Potencialidades dos compósitos de matriz cerâmica.....	9
2.6 Técnicas de processamento	10
2.7 Processos de infiltração	11
2.7.1 Processo de infiltração “Squeeze Casting”	12
2.8 Variáveis no processo de infiltração	15
2.8.1 Tamanho, forma e condições das partículas cerâmicas	15

2.8.2 Adição de Ligantes na pré-forma.....	15
2.8.3 Viscosidade do metal fundido.....	16
2.8.4 Pressão do “squeeze-casting”.....	16
2.8.5 Temperatura.....	16
2.8.6 Taxa de Resfriamento.....	17
2.9 Interface em materiais compósitos.....	17
2.9.1 Interações na interface.....	18
2.9.2 Fatores de influência na interface.....	19
2.9.2.a Molhabilidade.....	19
2.9.2.b Ligações Interfaciais.....	21
2.10 Aplicações.....	22
2.11 Matérias-primas.....	24
2.11.1 Carbetos de Silício (SiC).....	24
2.11.2 Talco.....	25
2.11.3 Liga binária alumínio-silício.....	27
2.12 Variáveis do processo.....	29
2.12.1 Moagem.....	29
2.12.2 Conformação dos corpos de prova.....	31
2.12.3 Sinterização.....	31
2.13 Reação de aluminotermia.....	32
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	34
3.1 Moagem e preparação das matérias-primas.....	36
3.2 Caracterizações das matérias-primas.....	37
3.3 Confeção dos corpos de prova.....	38
3.4 Caracterizações dos corpos de prova antes da infiltração.....	39
3.4.1 Retração linear na queima.....	40
3.4.2 Absorção de água.....	40
3.4.3 Densidade real.....	40
3.4.4 Porosidade.....	41
3.4.5 Resistência mecânica à flexão.....	41
3.5 Infiltração dos corpos de prova.....	42

3.6 Caracterizações dos corpos de prova infiltrados	43
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
4.1 Distribuição dos tamanhos de partículas	45
4.2 Densidade dos pós por Picnometria de Hélio	48
4.3 Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) dos pós	50
4.4 Análise dos difratogramas de Raios X dos pós	53
4.5 Fluorescência de Raios X dos pós	56
4.6 Caracterizações físicas das pré-formas parcialmente sinterizadas	57
4.7 Corpos de prova	60
4.8 Análise por microscopia ótica dos corpos das pré-formas	61
4.9 Caracterizações físicas dos Compósitos	65
4.10 Análise das densidades dos compósitos	67
4.11 Análise por microscopia ótica dos compósitos	68
4.12 Microscopia eletrônica de varredura dos compósitos.....	72
4.13 Análise por difração de Raios X dos compósitos	76
4.14 Análise por fluorescência de Raios X dos compósitos	78
4.15 Módulo de ruptura dos compósitos.....	80
4.16 Microdureza Vickers dos compósitos	81
5 CONCLUSÕES	83
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	84
7 REFERÊNCIAS.....	85
8 ANEXOS	91
8.1 Técnicas de caracterizações utilizadas.....	91
8.1.1 Distribuição de tamanho de partículas.....	91
8.1.2 Picnometria de Gás Hélio	92
8.1.3 Análise Térmica Diferencial (ATD) e Análise Termogravimétrica (ATG)	93
8.1.4 Difração de Raios X.....	94

8.1.5 Ensaio de resistência à flexão	95
8.1.6 Microscopia ótica	96
8.1.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	97
8.1.8 Ensaaios de Dureza	99

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 – Propriedades típicas do carbetto de silício feita por diferentes processos [1]. (adaptada).....	25
Tabela 2.2 – Principais países produtores de minério de talco [14].....	26
Tabela 2.3 – Composição química nominal de algumas ligas Al-Si fundidas (% em massa) [37].....	28
Tabela 3.1 – Resultados do laudo de análise química e física do SiC doado pela SAINT-GOBAIN MATERIAIS CERÂMICOS LTDA para este projeto.	34
Tabela 3.2 – Resultados do laudo de análises química e física do TALCO AGS-80 CÓD-3 para este projeto.	34
Tabela 3.3 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes do alumínio utilizado nas infiltrações.....	35
Tabela 3.4 – Composições investigadas neste projeto.....	38
Tabela 4.1 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes dos pós de carbetto de silício, do talco e das misturas do carbetto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco após sinterização parcial a 1100°C.....	56
Tabela 4.2 – Caracterizações físicas das pré-formas pela metodologia de SANTOS.....	58
Tabela 4.3 – Densidades Real e Módulo de Ruptura dos compósitos.....	65

Tabela 4.4 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes dos compósitos de carбето de silício, do talco e das misturas do carбето de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco.....	79
---	-----------

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Tipos de compósitos baseados na forma do reforço [2]. (Adaptada).....	4
Figura 2.2 – Tipos de compósitos com base no material da matriz, CMP (Compósito de Matriz Polimérica), CMM (Compósito de Matriz Metálica), e CMC (Compósito de Matriz Cerâmica) [2]. (Adaptada).....	5
Figura 2.3 – Distribuição de átomos e íons ao redor de planos de deslizamento em materiais metálicos e cerâmicos[2].	6
Figura 2.4 – Microestrutura do compósito da liga de alumínio com fibras curtas obtido pelo método “Squeeze Casting” [10].	13
Figura 2.5 – Lâminas e tubos extrudados do compósito de matriz metálica da liga de alumínio 2014 reforçada com “whisker” de carbeto de silício[10].	13
Figura 2.6 – Lingotes retangulares de compósitos de matriz metálica de alumínio produzidos pelo método de infiltração “Squeeze” de pré-formas de fibras cerâmicas [10].	14
Figura 2.7 – Processo de infiltração “Squeeze Casting” de uma pré-forma aquecida [11]. (adaptada).....	14
Figura 2.8 – (a) Interface gota-superfície com baixo ângulo de contato. (b) Interface gota-superfície com alto ângulo de contato [2]. (adaptada).....	20
Figura 2.9 – Estimativa do uso de diferentes materiais em turbinas [12]. (adaptada).....	22
Figura 2.10 – Estimativa no desenvolvimento de materiais com resistênc altas temperaturas para componentes de turbina [12]. (adaptada).....	23
Figura 2.11 – Aplicações dos compósitos de SiC/Al para dispositivos eletrônicos [13]......	24

Figura 2.12 – (a) Microestrutura de Compósitos 70% volume de SiC/Al fabricados pelo método de infiltração. (b) Acumulador de microondas para aplicação eletrônica fabricada em compósito com a mesma proporção em volume anterior [13].....	24
Figura 2.13 – Diagrama de equilíbrio Alumínio-Silício não-modificado [21]. (adaptada).....	28
Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais utilizados neste estudo.....	36
Figura 3.2 – Sequência de infiltração, limpeza e separação dos compósitos..	43
Figura 4.1 – Histogramas das distribuições de tamanhos de partículas dos pós das matérias-primas utilizadas.	45
Figura 4.2 – Valores cumulativos dos diâmetros das partículas dos pós das matérias-primas utilizadas.....	47
Figura 4.3 – Histogramas das distribuições de tamanhos de partículas dos pós.	47
Figura 4.4 – Valores cumulativos dos diâmetros das partículas dos pós.	48
Figura 4.5 – Densidades dos pós das misturas de carbetos de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco, determinadas por picnometria de gás Hélio.	49
Figura 4.6 – Curvas das análises térmicas diferencial e gravimétrica do carbetos de silício.	50
Figura 4.7 – Curvas das análises térmicas diferencial e gravimétrica do talco.	51
Figura 4.8 – Curvas das análises térmicas diferencial do carbetos de silício, do talco e das misturas do carbetos de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco.	52

Figura 4.9 – Curvas das análises térmicas gravimétricas do carbetto de silício, do talco e das misturas do carbetto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco.	52
Figura 4.10 – Difrátogramas de Raios X de: (a) carbetto de silício; (b) talco; (c) mistura contendo 10% em massa de talco; (d) mistura contendo 20% em massa de talco; (e) mistura contendo 30% em massa de talco; (f) mistura contendo 40% em massa de talco; (g) mistura 50% em massa de talco.	53
Figura 4.11 – Porosidade apresentada pelas pré-formas em função da pressão de conformação.....	57
Figura 4.12 – Densidade real das pré-formas obtidas pela metodologia de SANTOS.....	59
Figura 4.13 – Porosidade aparente e módulo de ruptura no ensaio de flexão em três pontos das pré-formas.....	60
Figura 4.14 – Foto das Pré-formas antes da infiltração e dos compósitos obtidos (pré-formas infiltradas).....	61
Figura 4.15 – Microscopia Ótica das pré-formas de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco.	62
Figura 4.16 – Momentos da reação de aluminotermia para matrizes contendo sílica.	66
Figura 4.17 – Densidade real dos compósitos obtidos por imersão em água. 67	
Figura 4.18 – Densidade dos compósitos obtidas por picnometria de gás hélio.67	

Figura 4.19 – Microscopia Ótica dos compósitos de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco.	69
Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x (cont.).	72
Figura 4.21 – Difractogramas de Raios X dos compósitos de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco.	77
Figura 4.22 – Módulo de Ruptura no ensaio de flexão em três pontos das pré-formas e dos compósitos.....	81
Figura 4.23 – Microdureza Vickers dos compósitos.	82
Figura 8.1 – Diagrama esquemático de um microscópio eletrônico de varredura [41]. (adaptada).....	98

1 INTRODUÇÃO

Freqüentemente classificam-se os diferentes tipos de compósitos pelas características do material da matriz, ou seja, compósitos de matrizes poliméricas, matrizes metálicas e matrizes cerâmicas. Geralmente desenvolvem-se materiais compósitos para melhorar propriedades específicas em serviço dos materiais constituintes da matriz, combinadas com suas próprias especificações, tornando indispensável a utilização desta matriz para as mais variadas aplicações.

Nos últimos anos, o estudo de compósitos vem evoluindo rapidamente, principalmente nas pesquisas relacionadas a compósitos de matriz cerâmica (CMC). As diversas aplicações envolvendo estes materiais justificam cada vez mais a necessidade de estudar e desenvolver compósitos de matriz cerâmicas. Alguns exemplos destas aplicações são: ferramentas de corte e de abrasão, peças de turbinas de aviões, discos de alta frenagem, substratos e dissipadores de calor para componentes eletrônicos.

A escolha por um material cerâmico como matriz no desenvolvimento de um compósito baseia-se, principalmente, por suas propriedades únicas como: resistência a altas temperaturas, alto módulo elástico e resistência a compressão, estabilidade química e resistência a ambientes agressivos e baixa massa específica em relação aos metais. Por outro lado, materiais cerâmicos apresentam baixa tenacidade à fratura e porosidade, justificando sua extrema sensibilidade à presença de falhas. Desta forma, a introdução de uma fase metálica a uma matriz cerâmica, na maioria dos casos, proporcionará melhorias e aumentos consideráveis nestas propriedades, impedindo a geração e propagação de falhas que podem ser catastróficas na aplicação das cerâmicas. Estes fatores foram determinantes na pesquisa pelos compósitos de matriz cerâmica. Alguns dos materiais utilizados como matriz cerâmica são: quartzo, alumina, carbetto de silício (SiC) e alguns nitretos.

O SiC é particularmente interessante devido a sua resistência a altas temperaturas, estabilidade química e boa dissipação de calor. A melhoria de

suas propriedades, como tenacidade, pode ser alcançada com adição de aditivos e controle de diversos parâmetros, dentre o quais, destaca-se o tamanho médio e distribuição das partículas da matriz. As partículas de aditivos proporcionaram a matriz, aumento em sua área superficial específica recoberta pelo metal fundido, ocasionando maior grau de molhabilidade da matriz e, conseqüentemente, melhor distribuição do metal nos canais deste material e melhorias em sua resistência mecânica, em relação a matriz sem estes aditivos.

As pesquisas e obtenção dos CMC levam em consideração a qualidade, valor agregado, propriedades e aplicações únicas apresentadas por estes materiais, as quais não seriam correspondidas por ligas convencionais.

Neste projeto, além da obtenção de CMC de SiC pelo método "Squeeze Casting" foram estudados a influência do talco como aditivo nas propriedades mecânicas da matriz cerâmica com tamanhos controlados de partículas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Durante os últimos 40 anos, os projetos de desenvolvimentos de materiais têm dado ênfase em se obter materiais de baixo peso específico, com resistência a ambientes agressivos, baixo custo, qualidade e performance. Em paralelo a esta tendência, o interesse pelos compósitos têm aumentado. Os atributos dos compósitos incluem alterações nos comportamentos mecânicos (como por exemplo, propriedades de tensão e compressão, fadiga, resistência ao impacto, e tribologia) e propriedades físicas (como por exemplo, densidade intermediária, expansão térmica e difusividade térmica) dos materiais iniciais [1].

A maioria dos pesquisadores têm focado seus estudos na necessidade de materiais de alta performance e baixo peso específico para a indústria aeroespacial, onde a necessidade de redução em seu peso estrutural são afetadas pela redução da densidade da liga e o aumento de seus módulos [1-4].

2.1 Compósitos

Compósitos são materiais que tem uma fase química e/ou física distinta distribuída no interior de uma fase contínua, geralmente tem propriedades diferentes do que qualquer dos componentes que o originou. A fase da matriz é a fase contínua, enquanto que, a fase descontínua, normalmente, denomina-se de reforço e pode-se encontrar na forma de partículas, fibras curtas, fibras contínuas ou lâminas. A Figura 2.1 mostra os tipos de compósitos com base na forma do reforço.

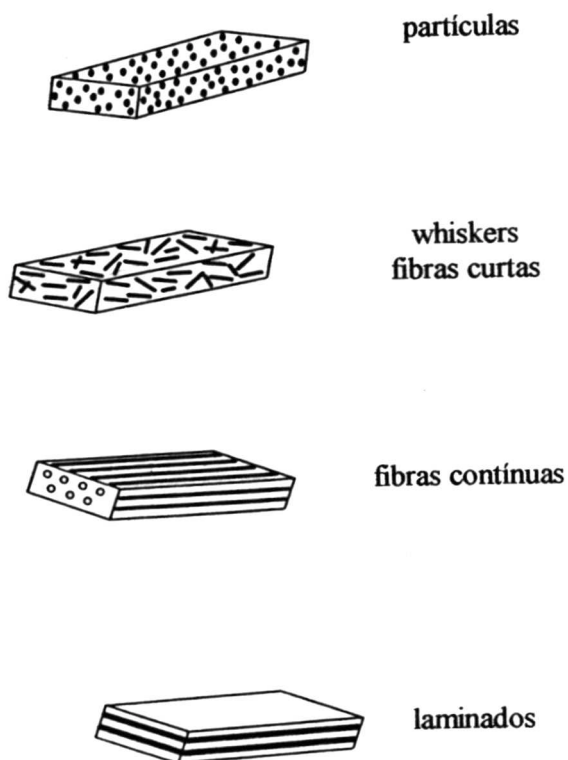


Figura 2.1 - Tipos de compósitos baseados na forma do reforço [2].
(Adaptada)

Os compósitos são classificados de acordo com suas matrizes, sendo de matrizes poliméricas (CMP), matrizes metálicas (CMM) ou matrizes cerâmicas (CMC). A Figura 2.2 mostra isto esquematicamente. Contudo, o reforço em qualquer matriz pode ser polimérico, metálico ou cerâmico. Os mais estudados são os CMPs contendo reforço de fibras tal como carbono, vidro ou aramida, os quais são bastante usados como materiais de engenharia. Entretanto, compósitos obtidos a partir de metais contendo partículas cerâmicas, ou fibras estão também crescendo em importância.

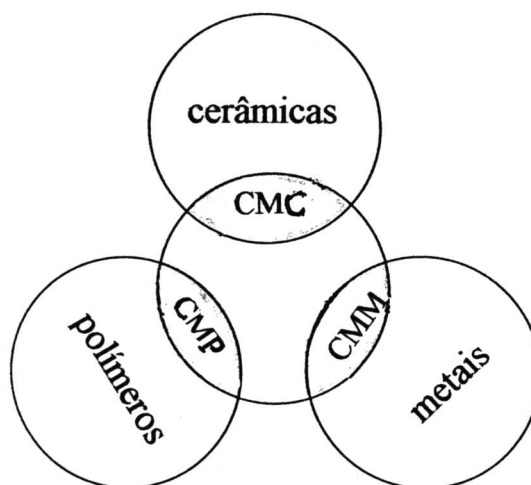


Figura 2.2 - Tipos de compósitos com base no material da matriz, CMP (Compósito de Matriz Polimérica), CMM (Compósito de Matriz Metálica), e CMC (Compósito de Matriz Cerâmica) [2]. (Adaptada)

Os CMC (Compósitos de Matriz Cerâmica) são os mais recentes no campo dos compósitos. Os principais fatores para o bom desempenho destes materiais são a escolha: da matriz, do reforço, do processamento e composição química. Contudo, um fator adicional e muito importante que entra na avaliação do desempenho de um compósito é a presença de uma região de interface entre matriz e reforço [2].

Para aplicações na indústria automotiva, de transporte, construção civil e indústrias de lazer, o custo é um fator essencial. Juntamente com o surgimento de técnicas de processamento econômicas que combinam qualidade e facilidade de operações, os pesquisadores têm investigado combinações de matrizes do metal alumínio reforçado com partículas (AMCs) por causa de seu custo relativamente baixo e de suas propriedades isotrópicas. O uso de ligas de alumínio para a matriz ou reforço é preferido por causa de suas vantagens, incluindo baixos custos (variam em torno de \$1.5/kg) e facilidade de manipulação [1].

2.2 Compósitos de matriz cerâmica

Sabe-se que materiais cerâmicos são muito duros e frágeis. Esses materiais consistem de um ou mais metais, combinados com um não metal tal como oxigênio, carbono, nitrogênio, enxofre ou boro. São materiais com caráter de ligações iônicas ou covalentes e muito poucos sistemas de deslizamento disponíveis, quando comparados com os metais como pode ser visto na Figura 2.3. Este fato atribui como conseqüência aos materiais cerâmicos baixa tenacidade.

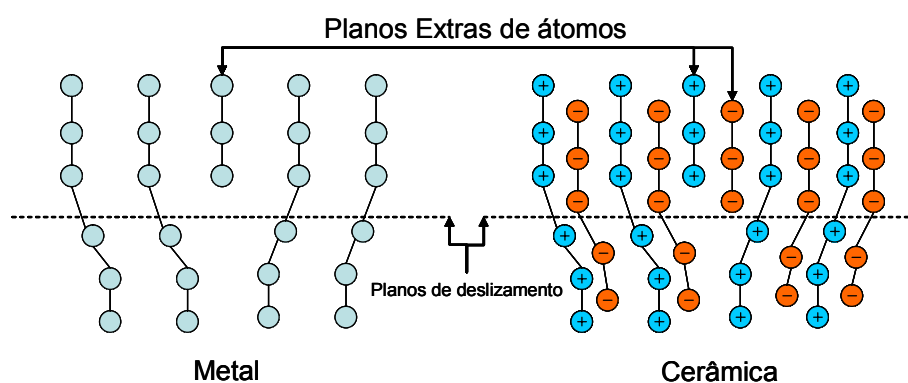


Figura 2.3 – Distribuição de átomos e íons ao redor de planos de deslizamento em materiais metálicos e cerâmicos [2].

De um modo geral, as cerâmicas possuem baixa resistência ao choque térmico. Por outro lado, materiais cerâmicos têm módulo elástico muito alto, baixa densidade, e podem suportar temperaturas mais altas do que os polímeros e metais. Esta última característica impulsionou muitas pesquisas, para produzir cerâmicas mais tenazes para serem aplicadas, por exemplo, em motores a jato, que atualmente são feitos de super-ligas que podem suportar temperaturas acima de 800°C, com recobrimentos resistentes à oxidação. Para temperaturas superiores a esta, deve-se considerar de relevante importância a utilização de materiais cerâmicos.

A maior desvantagem das cerâmicas é com certeza a sua extrema fragilidade. Mesmo pequenas falhas internas como poros, inclusões ou microtrincas podem ter resultados desastrosos. Portanto, grande parte dos esforços empreendidos em pesquisa de 1970 a 1980, foi no sentido de produzir cerâmicas mais tenazes. Aumentar a resistência mecânica de materiais

cerâmicos é o objetivo do desenvolvimento e estudo dos materiais compósitos de matriz cerâmica. Materiais cerâmicos de alta performance devem apresentar características mecânicas e estruturais superiores porque podem ser aplicados em ambientes muito exigentes, como, bicos de foguetes, trocadores de calor, motores automotivos e ferramentas de corte. Ainda, outro fator importante, é o custo das cerâmicas. O grande desafio em sua produção consiste na obtenção de componentes fidedignos e verificar se apresenta propriedades superiores mas sem custo excessivo, ou seja, eles devem ser competitivos com base na relação custo/performance dos materiais que irão substituir [2].

A introdução de uma fase metálica dúctil pode vir a melhorar a tenacidade à fratura das cerâmicas. O aumento da tenacidade à fratura é devido ao bloqueio da propagação de trincas obtidas por deformação plástica da fase metálica [3].

2.3 Materiais cerâmicos

O termo cerâmica compreende uma grande variedade de materiais inorgânicos, os quais são geralmente não metálicos e são freqüentemente processados a altas temperaturas. Em vista dos avanços alcançados nos últimos anos do século 20, é conveniente categorizar os materiais cerâmicos nas duas classes seguintes:

- *Cerâmicas tradicionais ou convencionais*: são geralmente apresentadas em formas monolíticas. Estas incluem tijolos, louças, revestimentos e uma variedade de objetos de arte.
- *Cerâmicas avançadas ou de alta performance*: representam uma nova e melhorada classe de materiais cerâmicos onde, freqüentemente, alguns rotas de processamentos químicos sofisticados são usadas para obtê-las. Geralmente, suas características têm função sensitiva de alta qualidade e pureza de matérias-primas usadas.

Os materiais utilizados como matriz cerâmica podem ser óxidos como a alumina e a zircônia e não-óxidos como o carbetto de silício, diboreto de titânio (TiB_2), nitreto de silício (Si_3N_4). Dentre este destaca-se o SiC que

apresenta elevada resistência a temperaturas e custo inferior aos boretos e nitretos [2].

A maior desvantagem das cerâmicas, frente aos metais, é sua baixa resistência a fratura, o que na prática significa que estes materiais têm uma baixa tolerância a defeitos como trincas. Para tentar minimizar a quantidade de defeitos estruturais em cerâmicas e, também assegurar que eles apresentem-se menores que um tamanho crítico, o controle cuidadoso das matérias-primas e processamento deve ser realizado. Entretanto, alguns defeitos pré existentes podem crescer a um tamanho crítico devido a carregamentos mecânicos e térmicos, ao ambiente, etc. e, conseqüentemente, resultando em fratura catastrófica. Portanto, existe uma necessidade em aumentar sua resistência. A baixa resistência dos materiais cerâmicos também se manifestam em outras formas, isto é, têm um alto grau de sensibilidade a presença e tamanho de falhas como fraturas, defeitos, inclusões, etc [2,4,5].

2.4 Materiais de reforço

Têm ocorrido grandes desenvolvimentos na área de reforço de materiais, fibras contínuas, fibras descontínuas, “whiskers” e partículas. Dentre os reforços de matriz cerâmica pode-se incluir carbetos, boretos, nitretos, e óxidos. Estes reforços possuem baixa densidade, elevado módulo elástico, e alta resistência à ruptura. Como exemplos de reforços pode-se citar: vidros, fibras de carbono, partículas de carbeto de silício e de nitreto de silício, aluminatos e óxidos particulados. A incorporação de fibras, “whiskers” ou partículas em uma matriz cerâmica pode resultar em um material cerâmico mais tenaz. Isto acontece porque a incorporação de reforços introduz fenômenos de dissipação de energia tais como: descolamento na interface fibra/matriz, deflexão da trinca com a fibra e descolamento da fibra, dentre outros [2,4,5].

Os metais também são utilizados para reforço, principalmente, devido a sua tenacidade que é muito superior em relação as cerâmicas,.Os materiais mais intensamente investigados para infiltração de pré-formas

cerâmicas são: o alumínio, a prata, o estanho, o zinco e suas ligas, com teor de pureza comercial (inferiores à 99,99%) [6].

Os reforços ou matrizes particulados também têm sido obtidos como subprodutos de outras tecnologias, apresentando custos atrativos. Por exemplo, o SiC que possui boa estabilidade térmica e química apresenta um custo avaliado em torno de \$13/kg para suas partículas. As aplicações específicas destes compósitos incluem blocos de motor, pistão, componentes de sistemas de freio, estruturas resistentes a abrasão, contatos eletromecânicos e componentes de chassis [1].

2.5 Potencialidades dos compósitos de matriz cerâmica

Os materiais compósitos fornecem combinações únicas de características mecânicas, térmicas, elétricas e outras. Muitas vezes, aplicações tecnológicas são limitadas porque os materiais convencionais ou monolíticos não apresentam estas características.

Potencialmente, componentes cerâmicos podem ser introduzidos em motores automotivos, onde o resultado mais importante seria a redução no consumo de combustíveis. Trocadores de calor, em particular, representam, uma área de aplicação onde os materiais cerâmicos podem apresentar custos efetivos devido a sua alta capacidade térmica. Outra aplicação seria evitar perdas térmicas em fornos de exaustão, por exemplo. Tais trocadores de calor podem ser usados em fornos industriais, turbinas a gás e unidades de combustão. Materiais cerâmicos podem proporcionar ganhos consideráveis de combustível, pois, permitem altas temperaturas de operação com projetos mais compactos, pois eliminam sistemas de resfriamento. As altas temperaturas extremas dos materiais aero-espaciais exigem resistência térmica a 1500°C ou maiores. Um veículo aero-espacial pode ficar exposto a temperaturas que podem exceder 2000°C quando submetidos a reentrada na atmosfera terrestre. Os conceitos que envolvem os veículos espaciais representam enormes mudanças nos materiais utilizados, abrindo campo para os compósitos. Aplicações militares incluem armaduras, partes de mísseis e outros [2].

2.6 Técnicas de processamento

Para a fabricação de compósitos de CMC alguns pontos gerais devem ser considerados, baseados na seletividade do reforço e da matriz. Entre os itens que devem ser levados em consideração para a escolha de um reforço e da matriz destacam-se:

- ponto de fusão;
- volatilidade;
- densidade;
- módulo elástico;
- coeficiente de expansão térmica;
- características dos defeitos;
- tensões;
- resistência a fratura;
- compatibilidade entre a matriz e o reforço: compatibilidade química; compatibilidade térmica, compatibilidade com o ambiente, tanto interna quanto externamente, os quais envolvem características de oxidação e evaporação.

A maioria destas características são fatores importantes na escolha do processamento adequado, bem como, nas propriedades finais e desempenho do compósito resultante.

CMCs podem ser feitos por técnicas convencionais de processamento de pós usando cerâmicas policristalinas ou por técnicas novas e não convencionais.

Entre as técnicas convencionais estão a prensagem a frio e sinterização, a prensagem à quente, os processos de ligações por reação, o método de ligação por reação combinado com a prensagem à quente, compósitos reforçados por whiskers pela prensagem a quente. As novas técnicas incluem: infiltração, oxidação direcionada, reação química in-situ, pirólise polimérica, processo sol-gel, e síntese de auto propagação em alta temperatura (SHS) [2].

2.7 Processos de infiltração

Atualmente são utilizados vários métodos para a confecção de compósitos. No processo de infiltração via metal líquido, têm-se os métodos “squeeze-casting” ou “pressure-casting” e “investment-casting”. Entre estes processos, o “squeeze-casting” é o que mais se destaca economicamente [7].

Neste método a infiltração de uma pré-forma pode ser feita com um material de reforço na forma líquida ou gasosa. O controle da fluidez do líquido é uma das chaves desta técnica, resultando num reforço denso e sem poros, produzindo virtualmente um compósito livre de falhas. A expansão térmica apresentada pelo reforço e matriz durante o processamento e a baixa deformação apresentada pela cerâmica podem gerar problemas na produção de CMC livre de defeitos. A viscosidade do fundido e a molhabilidade pelo material fundido são itens de grande relevância a serem considerados.

Uma versão especial da técnica de infiltração líquida, comumente usada para produzir compósitos carbono/carbono é conhecida por impregnação sob alta pressão de carbono (HIPIC). Compósitos reforçados por fase intermetálica infiltrada têm sido preparados pelo método do “Squeeze Casting”. As principais vantagens da técnica de infiltração são: reforço e/ou matriz formados em um passo único de processamento e a obtenção de um reforço homogêneo ao longo da matriz. Dependendo dos sistemas em estudo, entre as desvantagens desta técnica estão: altos pontos de fusão que podem ocasionar reações entre o fundido e a matriz, fragilização da matriz devido as diferentes taxas de resfriamento e solidificação entre o reforço e a matriz .

A infiltração sob pressão de um fundido é um dos métodos mais importantes na fabricação de compósitos metálicos de matriz cerâmica (CMC). Este processamento tem sido o foco de muitas pesquisas. Neste método o metal líquido infiltra-se nos poros da cerâmica envolvendo-os. Este é o caso da maioria dos carbetos. Um dos problemas enfrentados na utilização de nitretos e óxidos é a molhabilidade, porém, esta pode ser melhorada mantendo-se a pressão aplicada durante a infiltração, por certo tempo, ou também, aumentando-se as pressões sobre o metal fundido e a matriz. Maior aquecimento do metal fundido também tem sido utilizado para melhorar a

molhabilidade, assim, reduzindo a pressão de infiltração, minimizando a formação de defeitos [2, 5].

Outro método de infiltração é feito à vácuo, executado a uma pressão inferior à pressão atmosférica durante o processo de infiltração. Os equipamentos necessários para este processamento são simples. Este processo é diferente dos processos típicos de infiltração de fundido sob pressão, que são conduzidos com rigorosos controles de pressão na cavidade do molde. Em recentes estudos, a infiltração à vácuo foi utilizada para produzir CMC reforçados com a deposição química de vapor (CVD) [8].

2.7.1 Processo de infiltração “Squeeze Casting”

Este processo envolve a aplicação de pressão a um metal líquido, tal como alumínio, que irá infiltrar e reforçar uma pré-forma como cerâmica ou “whiskers”, para produzir componentes compósitos com propriedades seletivas de resistência. A solidificação ocorre a altas pressões, as quais são várias ordens de grandeza maiores que a pressão desenvolvida numa prática convencional de fundição. Devido à rápida remoção de calor durante o resfriamento, obtém-se uma nucleação extensiva e equiaxial com uma estrutura de grãos finos. Este método fornece materiais compósitos leves com alta resistência ao calor e a fadiga.

Pré-formas de fibras curtas de alumino-silicato e de carbetto de silício foram infiltradas com sucesso, e compósitos de matriz metálica de fibras curtas descontínuas e “whiskers” de carbetto de silício reforçadas com alumínio estão sendo produzidas [9].

Em demonstração da capacidade deste método foi desenvolvido um processo de reforço de uma liga de alumínio 2014 com “whiskers” de carbetto de silício por infiltração, atribuindo um aumento de aproximadamente 30% de resistência, dureza e módulo de elasticidade sobre a liga base [10]. Neste trabalho também se demonstrou a capacidade de se produzir lâminas de 1 mm de espessura de compósitos de 2014 Al/SiC e também tubos com paredes de 1,5 mm de espessura e 500 mm de comprimento, como podem ser observados nas Figuras 2.4 e 2.5.

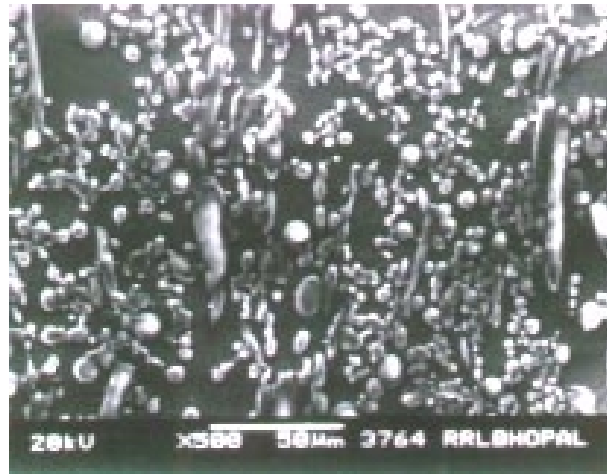


Figura 2.4 – Microestrutura do compósito da liga de alumínio com fibras curtas obtido pelo método “Squeeze Casting” [10].



Figura 2.5 – Lâminas e tubos extrudados do compósito de matriz metálica da liga de alumínio 2014 reforçada com “whisker” de carbeto de silício [10].

No laboratório de pesquisa regional “Bhopal's R & D Activites” lâminas enroladas da liga de alumínio 2014 reforçadas com “whiskers” de carbeto de silício foram obtidas por extrusão de lingotes de compósitos de matriz metálica produzidas pelo método “Squeeze Casting”, mostrados na Figura 2.6 [10].



Figura 2.6 – Lingotes retangulares de compósitos de matriz metálica de alumínio produzidos pelo método de infiltração “Squeeze” de pré-formas de fibras cerâmicas [10].

Neste método o molde e o pistão são aquecidos por resistências elétricas a uma temperatura de 300 - 350°C durante 30 minutos. O sistema molde/pistão é revestido com grafite coloidal que atua como lubrificante. A liga é fundida ao ar ou em atmosfera inerte em um cadinho. A pré-forma é pré-aquecida e colocada dentro do molde aquecido (Figura 2.7a) [11].

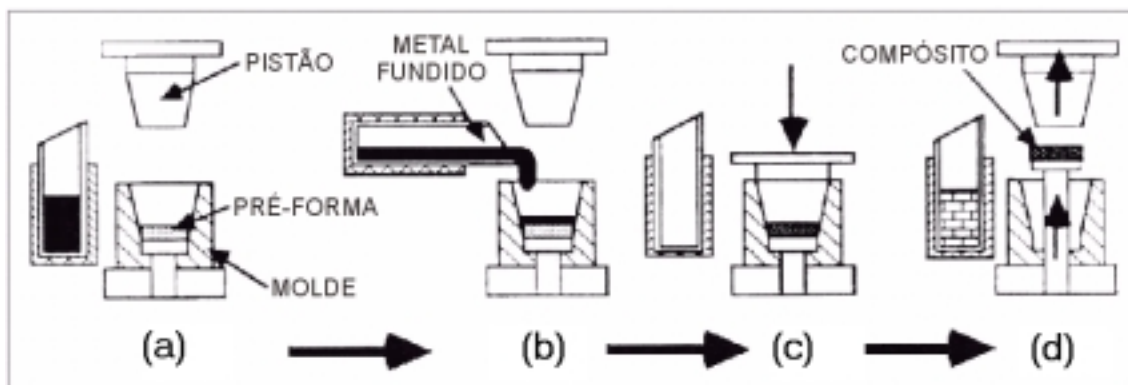


Figura 2.7 - Processo de infiltração “Squeeze Casting” de uma pré-forma aquecida [11]. (Adaptada)

A liga fundida é vazada dentro do molde, sobre a pré-forma e uma pressão de aproximadamente 110 MPa é aplicada sobre o fundido, ocorrendo a possível infiltração nos poros da pré-forma (Figuras 2.7b e 2.7c). Após 15 segundos o molde é resfriado rapidamente ainda sobre pressão, conduzindo a uma microestrutura granular. O componente é finalmente extraído (Figura 2.7d) [11].

2.8 Variáveis no processo de infiltração

A infiltração sob pressão depende de diversas variáveis, as quais influenciam diretamente nos resultados experimentais obtidos [6]. Estas variáveis podem ser classificadas de acordo com a sua origem:

2.8.1 Tamanho, forma e condições das partículas cerâmicas

As propriedades mecânicas dos compósitos de matriz cerâmica, tais como dureza e resistência à flexão, aumentam com a diminuição do tamanho de partícula do reforço. Isto ocorre devido ao aumento da área superficial das partículas coberta pelo material de reforço ocasionar maiores taxas de nucleação do metal fundido durante seu resfriamento, proporcionando um maior “enrijecimento” das partículas constituintes da pré-forma no material compósito em relação a matrizes com tamanhos de partículas maiores [7].

Segundo Kong compósitos com reforço selecionado em malhas 180, 400 e 800 mesh, que correspondem a tamanhos de partículas de aproximadamente 20, 16 e 10 μm apresentaram resistência a flexão de 279, 396 e 495 MPa, respectivamente [7].

2.8.2 Adição de Ligantes na pré-forma

As propriedades mecânicas de um compósito também variam em função da adição de ligantes na pré-forma, tais como, sílica coloidal, alumino-silicatos, etc. Os aumentos dos valores de resistência a flexão dos materiais compósitos constituídos por matriz contendo aditivos podem chegar a torno de 20% ou mais em relação a matrizes sem aditivos. Outro aspecto importante a ser considerado é o aumento da resistência mecânica da pré-forma durante o processo de infiltração do metal fundido, suportando mais facilmente a pressão do “squeeze-casting” que é em torno de 100 MPa a 200 MPa [7].

2.8.3 Viscosidade do metal fundido

Quanto menor a viscosidade do metal fundido utilizado no processo maior será a molhabilidade das partículas cerâmicas por este, ocasionando maiores valores das propriedades mecânicas do compósito.

A viscosidade do fundido além de variar com a temperatura também pode variar com a composição química, como por exemplo, a liga de alumínio-silício que possui menor ponto de fusão do que o metal puro, apresentando menor viscosidade a uma dada temperatura de trabalho [7].

2.8.4 Pressão do “squeeze-casting”

A pressão de infiltração é outro parâmetro que influencia diretamente as propriedades dos materiais compósitos obtidos, ou seja, aumentos na pressão do “squeeze-casting” asseguram uma introdução mais eficiente do metal fundido ao longo da matriz durante este processo, causando aumento de sua resistência à flexão. Variando-se a pressão de infiltração de 100 MPa para 200 MPa consegue-se um aumento de aproximadamente 5% na resistência a flexão.

O aumento da pressão também melhora a molhabilidade das partículas constituintes da pré-forma pelo metal fundido [6,7].

2.8.5 Temperatura

A temperatura durante a infiltração é outro fator de extrema importância e influencia nas propriedades finais do material compósito. Quanto maior a temperatura do metal fundido menor será sua viscosidade, com um aumento da molhabilidade das partículas durante a infiltração, causando conseqüentemente, aumentos dos valores das propriedades mecânicas do compósito [6,7].

2.8.6 Taxa de Resfriamento

Após a infiltração sob pressão do metal fundido na matriz cerâmica durante o processo “squeeze-casting” ocorre o resfriamento deste metal a altas taxas, influenciando também nas propriedades do material compósito obtido. Quando o compósito é submetido a taxas de resfriamento rápidas, a resistência à flexão pode aumentar em aproximadamente 10%, devido ao menor tamanho de grão da fase metálica nestas condições em relação a menores taxas de resfriamento. A dureza deste material também é aumentada pelo mesmo fator [7].

2.9 Interface em materiais compósitos

O comportamento de um material compósito é o resultado do comportamento combinado de: matriz, fibra ou elemento de reforço, interface entre a fibra e a matriz. Para obter características desejáveis no material compósito, deve-se ter cuidado para que a matriz não seja fragilizada por trincas e que a carga aplicada seja efetivamente transferida da matriz para o reforço, via interface. A interface tem um importante comportamento sob este aspecto. A razão pela qual a interface em um compósito é de grande importância é decorrente do fato desta superfície de descontinuidade abrupta ou gradual entre a matriz e o reforço ocupar uma área superficial interna relativamente extensa, sendo uma região essencialmente bidimensional. Assim torna-se importante compreender o que exatamente está acontecendo na região de interface em qualquer sistema compósito, sob determinadas condições. Portanto, a molhabilidade da matriz pelo reforço e o tipo de ligação entre os dois componentes necessitam ser consideradas. Adicionalmente também podem ser determinadas as características da interface e como estas são afetadas pela temperatura, difusão, tensões residuais, etc. De um modo geral, a interface é a região através da qual os parâmetros dos materiais iniciais mudam de um lado para outro [2,5].

Em termos de tipo de arranjo atômico, pode-se ter uma interface coerente, semi-coerente ou incoerente. Uma ‘interface coerente’ é aquela onde

os átomos da interface formam parte de ambas as redes cristalinas; isto é, existe correspondência um a um de sítios atômicos entre ambos os lados da interface. Em geral um arranjo atômico perfeito não ocorre entre cristais. De fato, coerência na interface invariavelmente envolve uma deformação elástica dos cristais. Uma interface coerente, contudo, tem uma energia mais baixa do que uma incoerente. Com o tamanho crescente dos cristais, a energia de tensão elástica torna-se superior à energia interfacial, conduzindo para um abaixamento da energia livre do sistema por introdução de discordância na interface. Tal interface contendo discordância para acomodar as tensões interfaciais mais altas e aquelas tendo apenas um arranjo atômico parcial, é chamada de “interface semi-coerente”. Como exemplos pode-se citar interfaces entre o sistema eutético NiAl – Cr. Com aumentos maiores no tamanho dos cristais, a densidade de discordâncias na interface aumenta, e eventualmente os deslocamentos perdem sua identidade distinta, ou seja, não é mais possível especificar posições atômicas individuais na interface. Tal interface é chamada de “interface incoerente” [2,5].

2.9.1 Interações na interface

Como descrito anteriormente as interfaces são regiões bidimensionais. Uma interface inicialmente planar, pode tornar-se zona interfacial, tendo interfaces múltiplas resultantes da formação de compostos intermediários diferentes, interdifusão, etc. Em tais casos, além do parâmetro de composição, são necessários outros parâmetros para caracterizar a zona interfacial, por exemplo, geometria e dimensões; microestrutura e morfologia; características físicas, mecânicas, químicas e térmicas das diferentes fases presentes na zona interfacial. É comum acontecer que inicialmente os componentes de um sistema compósito sejam escolhidos com base em suas características mecânicas e físicas isoladamente [2,5].

Freqüentemente o próprio processo de fabricação de um compósito pode envolver interações interfaciais causando, provavelmente, mudanças nas propriedades constituintes e/ou na estrutura da interface. Por exemplo, se o processo de fabricação envolver resfriamento de altas temperaturas para a

temperatura ambiente, então a diferença nos coeficientes de expansão térmica dos dois componentes pode dar origem a tensões de tal magnitude que o componente metálico deformará plasticamente. Chawla e Metzzer observaram em uma matriz de Cu reforçada com W que a infiltração de cobre líquido em fibras de W a cerca de 1000°C, seguida de resfriamento para a temperatura ambiente, resultou em uma mudança da densidade de discordância na matriz de cobre, que era muito mais alta nas vizinhanças da interface do que afastada da interface. A elevada densidade de discordância na matriz perto da interface ocorreu por causa da deformação plástica da matriz causada por elevadas tensões térmicas perto da interface. Também foram encontrados resultados similares em um sistema de whiskers de SiC numa matriz de alumínio [2,5].

2.9.2 Fatores de influência na interface

As forças de interação entre as partículas e átomos destes materiais na interface são fortemente dependentes da molhabilidade da pré-forma cerâmica e das ligações apresentadas nestas regiões [2,5].

2.9.2.a Molhabilidade

É a intensidade com a qual um líquido se espalha numa superfície sólida, e se expressa pelo ângulo de contato. O grau de molhabilidade pode ser explicado considerando o equilíbrio das tensões superficiais em um sistema consistindo de uma gota em contato com uma superfície sólida plana e de seu ângulo de contato θ , em atmosfera adequada como mostrado na Figura 2.8.

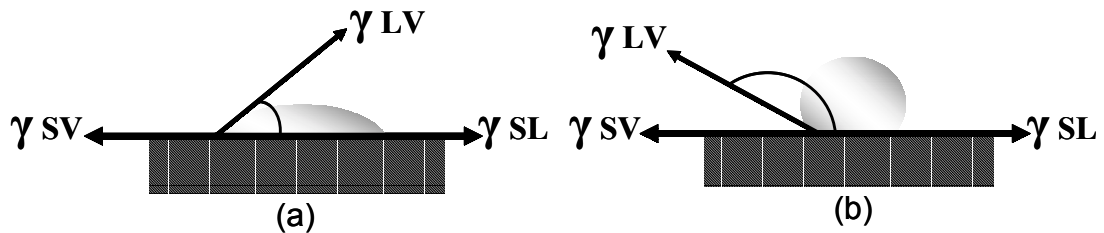


Figura 2.8 – (a) Interface gota-superfície com baixo ângulo de contato. (b) Interface gota-superfície com alto ângulo de contato [2]. (Adaptada)

O ângulo de contato pode ser afetado por dois fatores: superfície rugosa e adsorção de gases polares ou espécies orgânicas sobre a superfície. A adsorção de gases na superfície aumenta o grau de molhabilidade do material.

A condição geral para ocorrer completa molhabilidade de uma dada superfície por um líquido é dada na equação 2.1.

$$\gamma_{LS} + \gamma_{LV} < \gamma_{SV} \quad (2.1)$$

Onde:

γ = energia de superfície específica nas interfaces líquido-sólido (LS), líquido-vapor (LV) e sólido-vapor (SV).

Se a tensão γ_{LV} aumenta a superfície livre do sistema não há molhamento completo espontâneo, pois, o líquido se espalhará até um balanço de forças, tendo-se apenas molhamento superficial.

Do equilíbrio das forças escreve-se:

$$\gamma_{LS} + \gamma_{LV} \cos \theta = \gamma_{SV} \quad (2.2)$$

$$\theta = \cos^{-1}((\gamma_{SV} - \gamma_{LS}) / (\gamma_{LV})) \quad (2.3)$$

Para um $\theta = 0^\circ$ ocorrerá molhamento perfeito da superfície, enquanto para $0^\circ < \theta < 90^\circ$ ocorre molhamento parcial e para $\theta = 180^\circ$, a gota assume uma forma esférica, e nenhum molhamento ocorre [2,6].

Baseado na explicação acima, pode-se concluir que quanto menor o ângulo de contato entre o metal fundido na interface sólido-líquido durante a infiltração, maior será a área da matriz cerâmica envolvida pelo fundido,

resultando conseqüentemente num processo de infiltração mais eficiente. Entre os fatores que podem diminuir o ângulo de contato do metal fundido, pode-se destacar a utilização de ligas eutéicas com pontos de fusão mais baixos que o do metal puro e a temperatura a que o fundido fica submetido até o momento da infiltração, garantindo uma baixa viscosidade.

2.9.2.b Ligações Interfaciais

As ligações interfaciais podem ser classificadas em:

- Ligações mecânicas
- Ligações químicas

Ligações mecânicas

As ligações mecânicas na interface são ocasionadas por simples efeitos mecânicos de encaixe (“keying”) entre duas superfícies podendo conduzir a um considerável grau de ligação. Qualquer contração da matriz para dentro da fibra central pode resultar em um ‘gripping’ da última pela primeira.

Ligações mecânicas puras isoladas não são suficientes em muitos casos para descrever as interações na interface, contudo, podem ajudar na presença de reação de ligação, na ligação total.

Estas ligações são eficientes na transferência de carga quando a força aplicada é paralela à interface [2,5].

Ligações químicas

As ligações químicas classificam-se em ligação de dissolução e molhabilidade e reações de ligação.

Nas ligações de dissolução e molhabilidade as interações entre os componentes ocorrem em escala eletrônica, e devido a este fato, as superfícies devem ser apropriadamente tratadas para remover quaisquer impurezas que possam impedir o contato íntimo entre os componentes.

As reações de ligação ocorrem com o transporte de átomos de um ou ambos os componentes para o local da reação, ou seja, na interface este transporte atômico é controlado por processos difusionais.

Em sistemas metálicos é comum se encontrar solução sólida e formação de compostos intermetálicos devido as reações de ligação [2,5].

2.10 Aplicações

Os compósitos metálicos de matriz cerâmica (CMC) estão entre os materiais avançados apontados como uma vantajosa alternativa na relação resistência-peso de alta performance em aplicações aeronáuticas de engenharia. Os CMC têm encontrado campos de aplicações cada vez maiores para projetos de turbinas de aviões nos EUA, na Europa e no Japão. Este campo para a introdução dos materiais avançados está representado na Figura 2.9. O percentual em peso de CMC é previsto localizar-se entre 5 e 6% para o ano de 2010 [12].

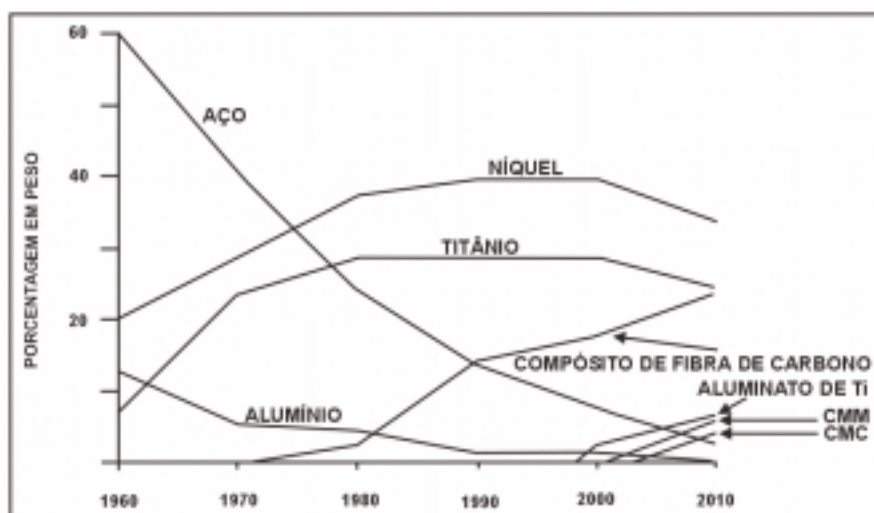


Figura 2.9 – Estimativa do uso de diferentes materiais em turbinas [12]. (Adaptada)

A Figura 2.10 mostra a tendência no desenvolvimento de materiais com resistência à altas temperaturas como palhetas de turbinas. O principal problema da aplicação de cerâmica na aeronáutica é sua fragilidade. Os CMC são materiais muito interessantes para este propósito, devido a sua boa

performance em alta temperatura, quando comparado com super-ligas, e alta tenacidade a fratura das cerâmicas monolíticas, assim os CMC estão cada vez mais requisitados em aplicações aeronáutica [12].

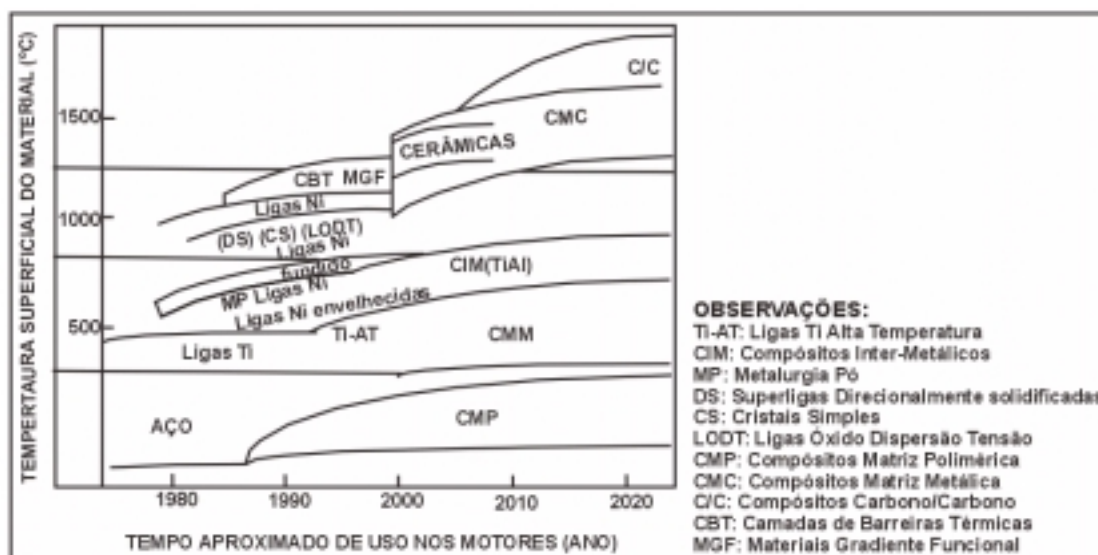


Figura 2.10 – Estimativa no desenvolvimento de materiais com resistência a altas temperaturas para componentes de turbina [12]. (adaptada)

Compósitos de carbeto de silício-alumínio (SiC/Al) também têm encontrado campos de aplicação na indústria eletrônica para solucionar problemas de dissipação térmica com a geração de calor originada no funcionamento dos equipamentos eletrônicos. Devido a suas propriedades isotrópicas, este material tem sido usado em dissipadores de calor, acumuladores de microondas e substratos. Sob vários pontos de vista, compósitos SiC/Al oferecem vantagens significativas para dispositivos eletrônicos. Sua propriedade mais fundamental é o baixo coeficiente de expansão térmica (CTE – “coefficient of thermal expansion”), o qual pode ser tão baixo quanto 6 a 7 ppm/K (partes por milhão por kelvin), sendo tão bom ou melhor do que substratos como o Al_2O_3 (6,5 ppm/K), AlN (4,1 ppm/K), Si (4,5 ppm/K) e GaAs (5,8 ppm/K). Os compósitos de SiC/Al também possuem baixa densidade como 2,9 a 3,0 g/cm^3 , sendo um terço do peso do cobre. A condutividade térmica deste material é de aproximadamente 150 a 180 W/mK, quase metade da do cobre. Entretanto, sua resistência mecânica é o dobro do

cobre. Um substrato pode assim, ter sua espessura reduzida para condutividades térmicas inferiores. As Figuras 2.11 e 2.12 mostram exemplos de aplicações eletrônicas deste composto [13].



Figura 2.11 – Aplicações dos compostos de SiC/Al para dispositivos eletrônicos [13].

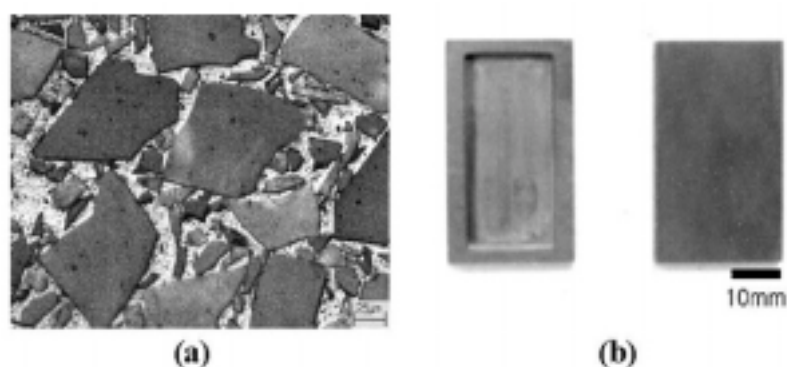


Figura 2.12 – (a) Microestrutura de Compostos 70% volume de SiC/Al fabricados pelo método de infiltração. (b) Acumulador de microondas para aplicação eletrônica fabricada em composto com a mesma proporção em volume anterior [13].

2.11 Matérias-primas

2.11.1 Carbetto de Silício (SiC)

Carbeto de Silício (SiC) é um material abrasivo muito duro. Têm excelente resistência à erosão e ataques químicos em ambientes redutores.

Em ambientes oxidantes, qualquer silício livre presente em compactos de carbetos de silício será oxidado rapidamente. O próprio SiC também pode ser oxidado a altas temperaturas.

O SiC não é encontrado na natureza, apesar do silício e carbono serem dois dos elementos mais abundantes da terra. Carborundum é a marca registrada do SiC. O carbetos de silício pode ser obtido de duas formas: α -SiC (hexagonal) e β -SiC (cúbico). O α -SiC hexagonal apresenta várias estruturas, as quais diferem na seqüência de empilhamento. As propriedades físicas e mecânicas do SiC são apresentadas na Tabela 2.1, conforme seu processo de obtenção [2].

Tabela 2.1 – Propriedades típicas do carbetos de silício feita por diferentes processos [2]. (Adaptada)

	Tensão Ruptura (4 pontos) (MPa)			Módulo De Young E (GPa)	Coeficiente de expansão térmica α ($10^{-6} K^{-1}$)	Cond. térmica ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
	25 °C	1000 °C	1375 °C			
Prensagem a quente (aditivo MgO)	690	620	330	317	3,0	30-15
Sinterizado (aditivo Y_2O_3)	655	585	275	236	3,2	28-12
Reação de ligação (2,45 gcm⁻³)	210	345	380	165	2,8	6-3

2.11.2 Talco

A palavra talco provém do termo "talk", da língua árabe. Além de designar um mineral do grupo dos silicatos, ela denomina um conjunto de materiais, minerais e rochas, que tem propriedades semelhantes. É um filossilicato de magnésio hidratado com fórmula estrutural do mineral talco puro $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$ ou $3MgO.4SiO_2.H_2O$, correspondente à composição química

teórica de: 31,7% de MgO, 63% de SiO₂ e 4,8% de H₂O, pertencendo ao grupo das cloritas [14]. É um mineral monoclinico, raramente cristalizado, com estrutura lamelar fibrosa ou compacta que apresenta as seguintes características físicas, óticas e mecânica:

- densidade – 2,7 a 2,8;
- dureza – 1;
- cor – Branca, verde maçã, cinza, rosa e amarelo claro;
- brilho – Nacarado e gorduroso;
- clivagem – Perfeita (001);
- impressões tácteis – untuoso ao tato. Outras propriedades – Mal condutor de eletricidade, se funde entre 1300°C e 1400° C;
- A 1000°C o talco se decompõe em protoenstatita (Mg.SiO₃) e enstatita (MgO.SiO₂) [14-17].

O tamanho de uma plaqueta de talco pode variar de 1 a 100 micras, dependendo das condições de formação do depósito [18].

Na Tabela 2.2, estão listadas as produções dos principais países produtores de minério de talco do mundo. Há discrepâncias nos valores em função da maneira como é feita a estatística da produção de minério de talco, geralmente informando em conjunto com a produção de pirofilita e de esteatito [14].

Tabela 2.2 – Principais países produtores de minério de talco [14].

Países Produtores	1999 (em 10³ Ton)	2002 (em 10³ Ton)
China	3500	3600
Estados Unidos	925	775
Coréia do Sul	880	45 (1100 de pirofilita)
Japão	580	45 (626 de pirofilita)
Finlândia	508	± 450
Índia	450	485
Brasil	430	300
França	370	350
Rússia	220	100

Tabela 2.2 – Principais países produtores de minério de talco (cont.) [14].

Austrália	150	180
Produção Mundial	8936	6330

Localmente, o distrito de talco do Paraná é formada por 40 minas, das quais 16 estão atualmente em atividade (10 em Castro e 6 em Ponta Grossa)[14].

2. 11.3 Liga binária alumínio-silício

O Alumínio e suas ligas constituem um dos materiais metálicos mais versáteis, econômicos e atrativos para uma vasta série de aplicações. O alumínio possui uma densidade de $2,7 \text{ g/cm}^3$, aproximadamente $1/3$ da do aço, o que somado à sua elevada resistência mecânica o torna bastante útil na construção de estruturas móveis, como veículos e aeronaves [19].

As ligas do sistema Al-Si, também consideradas não tratáveis termicamente, são as mais utilizadas como ligas de fundição, ou seja, para a fabricação de peças fundidas, como por exemplo, pistões para motores de automóveis e aviões, mas também encontram algumas aplicações como produtos trabalhados, como metais de adição para soldagem (caso da liga 4043), principalmente, embora também possam ser usados para a fabricação de pistões forjados e também em algumas aplicações arquitetônicas [19,20].

Nestas ligas o silício é usado em teores de até 12 ou 13 % e aumenta a fluidez do alumínio líquido permitindo que o mesmo flua melhor através das cavidades do molde de fundição, permitindo a obtenção de produtos com formatos mais complexos. Também propicia a redução da contração durante o resfriamento, reduz a porosidade nas peças fundidas, reduz o coeficiente de expansão térmica e melhora a soldabilidade. Em teores mais elevados dificulta a usinagem.

No diagrama de equilíbrio de fase mostrado na Figura 2.13 no qual o silício é apenas parcialmente solúvel em alumínio segue a composição eutética

de aproximadamente 12% de silício. A adição de silício para aumentar alumínio é fluidizada e em geral melhora as propriedades da liga [21].

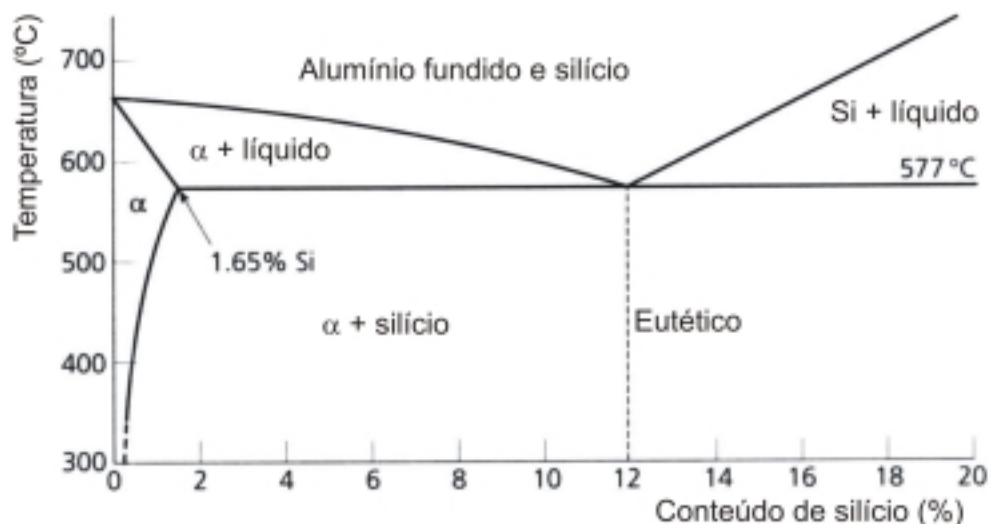


Figura 2.13 – Diagrama de equilíbrio Alumínio-Silício não-modificado [21] (Adaptada).

A microestrutura para a composição eutética apresenta uma estrutura eutética grosseira da solução sólida de fase α ao silício. Nesta liga a solução sólida é do silício no alumínio. As ligas hiper-eutéticas mostram cristais grosseiros de silício em uma matriz de estrutura eutética. A combinação destas estruturas grosseiras eutéticas e cristais de silício resultam em propriedades mecânicas não desejáveis as quais podem ser melhoradas por um processo conhecido como “modificação”.

A Tabela 2.3 apresenta a composição química e as propriedades mecânicas de algumas ligas Al-Si com muito usadas na fabricação de peças fundidas [20].

Tabela 2.3 – Composição química nominal de algumas ligas Al-Si fundidas (% em massa) [20].

Liga	Si (%)	Fe (% máx.)	Cu (% máx.)	Mg (% máx.)	Zn (% máx.)	Al (%)
413.0	12	2,0	1,00	0,10	-	Bal.
A 413.0	12	1,3	1,00	0,10	-	Bal.

Tabela 2.3 – Composição química nominal de algumas ligas Al-Si fundidas (% em massa) (cont.) [20].

443.0	5,25	0,8	0,60	0,05	0,50	Bal.
A 443.0	5,25	0,8	0,30	0,05	0,50	Bal.
B 443.0	5,25	0,8	0,15	0,05	0,35	Bal.
C 443.0	5,25	2,0	0,60	0,10	0,50	Bal.
444.0	7,0	0,6	0,25	0,10	0,35	Bal.
A 444.0	7,0	0,2	0,10	0,05	0,10	Bal.

A liga de Al-Si de composição 86,5% de Al, 12,5% de Si e 1% de Cu apresenta as seguintes propriedades [22]:

- densidade = 2,659 g/cm³;
- difusividade térmica = 59,33.10⁻⁴ m²/s;
- calor específico = 867 J/kgK;
- condutividade Térmica = 136,8 W/mK.

Nos últimos cinco anos, surgiram técnicas de sínteses que têm ampliado os métodos de fabricação para os compósitos particulados com estruturas e propriedades reprodutíveis. A maioria dos trabalhos neste sentido têm usado ligas Al-Si como material para matriz ou para reforço [1].

Neste projeto foi usada uma liga de ALUMÍNIO BINÁRIA AISi11-838, contendo 11% de silício, doada pela empresa ALCOA.

2.12 Variáveis do processo

2.12.1 Moagem

O objetivo de qualquer processo de moagem é a diminuição do tamanho das partículas de um material sólido, tendo em vista o aumento da superfície específica para melhorar a velocidade de reação de determinada matéria-prima, misturar de um modo mais uniforme vários materiais e permitir a obtenção de um pó com as características ideais de utilização.

O tamanho da partícula exerce uma influência determinante nas propriedades e comportamento dos materiais ao longo do processo de fabricação, como por exemplo: no comportamento reológico, na conformação, na queima e nas características finais do produto.

De um modo geral, o rendimento da moagem é influenciado pelas características da própria matéria-prima, nomeadamente [18]:

- dimensão e forma inicial das partículas;
- dureza do material (resistência à compressão, ao choque e à abrasão);
- estrutura homogênea ou heterogênea;
- umidade ou higroscopicidade;
- sensibilidade à variação da temperatura e
- tendência à aglomeração.

De todos os movimentos no moinho (queda das bolas mais periféricas e rolamento das mais centrais umas sobre as outras) deriva a ação de moagem por choque, esmagamento, corte e atrito dos materiais que se encontram misturados com os corpos moedores. O material a ser moído deve encher, ou exceder ligeiramente, o espaço entre as bolas.

A quantidade de bolas necessárias para uma moagem em condições ótimas é de 50-55% da capacidade líquida do moinho. No entanto essa ocupação de volume não é efetiva, dado os espaços vazios entre as bolas, pelo que o volume real ocupado é de, aproximadamente, 60% desse volume. Para o cálculo da quantidade de bolas a usar num moinho pode-se utilizar a equação 2.4.

$$P = V \times d_b \times p \times 0,60 \quad (2.4)$$

Onde:

P = quantidade de bolas (Kg);

d_b = peso específico das bolas (Kg/L);

V = volume útil do moinho (L);

P = taxa de ocupação aparente das bolas (0,50 a 0,55) [18].

2.12.2 Conformação dos corpos de prova

O procedimento convencional predominante de conformação das peças cerâmicas é a prensagem a seco (5-10% de umidade), mediante o uso de prensas hidráulicas. Este procedimento de formação das peças opera por ação de uma compressão mecânica do material no molde e representa um dos procedimentos mais econômicos na fabricação de produtos cerâmicos de geometria regular. A prensagem é a etapa onde, além da conformação, busca-se uma redução da porosidade interna [23].

2.12.3 Sinterização

A maioria dos materiais cerâmicos é feita segundo um dos seguintes processos gerais: por conformação viscosa ou por sinterização. A conformação viscosa envolve fundição e moldagem de um líquido viscoso. O processo de sinterização parte de partículas finamente divididas que serão aglomeradas até o formato desejado, isto é, geralmente seguido de um aquecimento que visa produzir uma ligação entre as partículas. [24].

Uma etapa importante na fabricação da maioria dos produtos cerâmicos é a queima, cuja finalidade é aglomerar as partículas formando uma massa coerente. As operações de sinterização trazem alterações significativas ao produto cerâmico: (a) redução da área específica total, (b) redução no volume aparente total e (c) aumento na resistência mecânica [25].

A energia de superfície é a força motriz do processo de sinterização, embora ela opere de vários modos para vários materiais. A força motriz é conseguida pela diminuição da energia superficial total, devida ao contato e crescimento entre os grãos conseqüentemente mudanças na forma e no tamanho dos poros existentes entre os grãos onde então ocorre a densificação do material.

No mecanismo de densificação os átomos dos grãos pequenos são transferidos para os maiores, e os poros são substituídos por materiais sólidos. Essa transferência de massa pode ser acompanhada pelos quatro mecanismos distintos, mas algumas vezes simultâneos:

- materiais altamente voláteis se evaporam nas superfícies convexas e se condensam nas superfícies côncavas, devido aos diferenciais de pressão-vapor;
- a mesma forma, a energia superficial do sólido no líquido é maior nas superfícies convexas do que nas côncavas. Portanto, a sinterização da fase líquida provoca uma redução na energia superficial;
- a sinterização pode provir de um escoamento viscoso ou plástico;
- pode ocorrer a difusão, não somente ao longo dos contornos dos grãos ou entre as partículas, mas no interior dos grãos [25].

Uma das principais conseqüências dos mecanismos de sinterização são a densificação que induz a retração linear de um produto conformado. Pode-se avaliar algumas propriedades, como a resistência mecânica de um produto sinterizado através destes dados, uma vez que a resistência mecânica de um material cerâmico relaciona-se inversamente com sua porosidade e seu tamanho de grão. Por exemplo, pode-se aumentar a resistência mecânica através de uma queima prolongada que acarreta em um aumento indesejável no tamanho de grão, da utilização de inibidores, que retardam o crescimento dos grãos sem interferirem com a eliminação dos poros ou através do controle dos tamanhos das partículas. Desse modo, a porosidade é minimizada sem queima excessiva.

Constatou-se em trabalhos anteriores [26] que as pré-formas de carbetos de silício moído, com adição ou não de aditivos a matriz cerâmica, conformadas por prensagem hidráulica sofrem apenas sinterização parcial nas condições de ensaios definidas neste projeto, ocorrendo apenas ativação da energia superficial das partículas, conferindo um aumento da resistência mecânica destas pré-formas no período e temperatura estabelecidos (3 horas, 1100°C).

2.13 Reação de aluminotermia

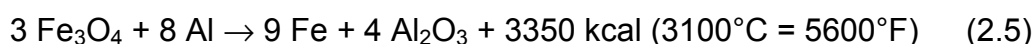
De uma forma geral a aluminotermia trata-se tipicamente de um processo que envolve uma reação do alumínio com um óxido metálico ou não

metálico, dando como resultado o metal ou não metal envolvido e óxido de alumínio, com liberação de calor .

O químico Hans Goldschmidt descobriu que a reação exotérmica entre o pó de alumínio e um óxido metálico pode ser iniciada por uma fonte externa de calor. Por ser altamente exotérmica, esta reação pode ser auto sustentada, e pode ser com ou sem pressão. A reação aluminotérmica às vezes é designada “Thermite” [27].

Entre os metais mais reativos, o alumínio é o mais barato e ainda é mais seguro de se manusear do que os outros metais. Os pontos de fusão (660°C) e ebulição (2519°C) do alumínio ainda contribuem para que este seja ideal para a reação. Tal temperatura de ebulição é comum entre os metais de transição (por exemplo, ferro e cobre com ebulição a 2887 °C e 2582 °C, respectivamente), mas é bastante raro entre os metais mais reativos (por exemplo, magnésio e sódio com ponto de ebulição a 1090 °C e 883 °C, respectivamente) [28].

Devido a grande quantidade de calor liberada, esta reação poderá então ser aproveitado na soldagem de peças de ferro e aço de vários tamanhos, onde outros métodos não apresentariam a flexibilidade e condições adequadas para realização no campo [29]. Por exemplo, a reação do alumínio com óxido de ferro, produz óxido de alumínio e ferro líquidos, com temperatura de 3000°C (5400°F) conforme a reação da equação 2.5 [30].



A reação exotérmica requer cerca de 20 a 30 segundos para se efetivar, independente da quantidade de produtos químicos envolvidos [28].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As matérias-primas utilizadas no desenvolvimento deste projeto foram: Carbetos de Silício Saint-Gobain cristal verde LG F-90, Talco Marc AGS-80 e Alumínio-Silício ALCOA AISi11-838. Os resultados das análises físicas e químicas fornecidas em laudo técnico pelos fabricantes destes materiais são apresentadas nas Tabelas 3.1 e 3.2.

Tabela 3.1 – Resultados do laudo de análise química e física do SiC doado pela SAINT-GOBAIN MATERIAIS CERÂMICOS LTDA para este projeto.

Análise	Resultado (% m/m)
Al₂O₃	0,02
Fe₂O₃	0,15
C livre	0,07
Si	0,35
SiC	99,07
SiO₂	0,29

Tabela 3.2 – Resultados do laudo de análises química e física do TALCO AGS-80 CÓD-3 para este projeto.

Análise	Resultado (%)
SiO₂	63,74
Al₂O₃	0,65
Fe₂O₃	0,28
CaO	0,03
Na₂O	< 0,01
K₂O	< 0,01
MgO	30,07
MnO	0,08
TiO₂	< 0,01
P₂O₅	0,03

Tabela 3.2 – Resultados do laudo de análises química e física do TALCO AGS-80 CÓD-3 para este projeto (cont.).

Perda ao fogo	5,12
Aparência	Pó creme sem corpos estranhos
Odor	Inodoro
Densidade real	1,36 g/cm ³

Na Tabela 3.3 é apresentada a composição quantitativa da liga binária de Al-Si utilizada no processo de infiltração.

Tabela 3.3 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes do alumínio utilizado nas infiltrações.

COMPOSIÇÃO ALUMÍNIO						
ELEMENTOS	Al	Si	Fe	Cu	Mo	Zn
	(Al ka)	(Si ka)	(Fe ka)	(Cu ka)	(Mo ka)	(Zn ka)
% Elem.	85,341	13,682	0,210	0,551	0,116	0,100
Desvio	0,308	0,140	0,004	0,004	0,001	0,002

O fluxograma apresentado na Figura 3.1 resume os procedimentos utilizados neste trabalho. Os métodos, materiais e equipamentos utilizados são previamente descritos nos itens posteriores.

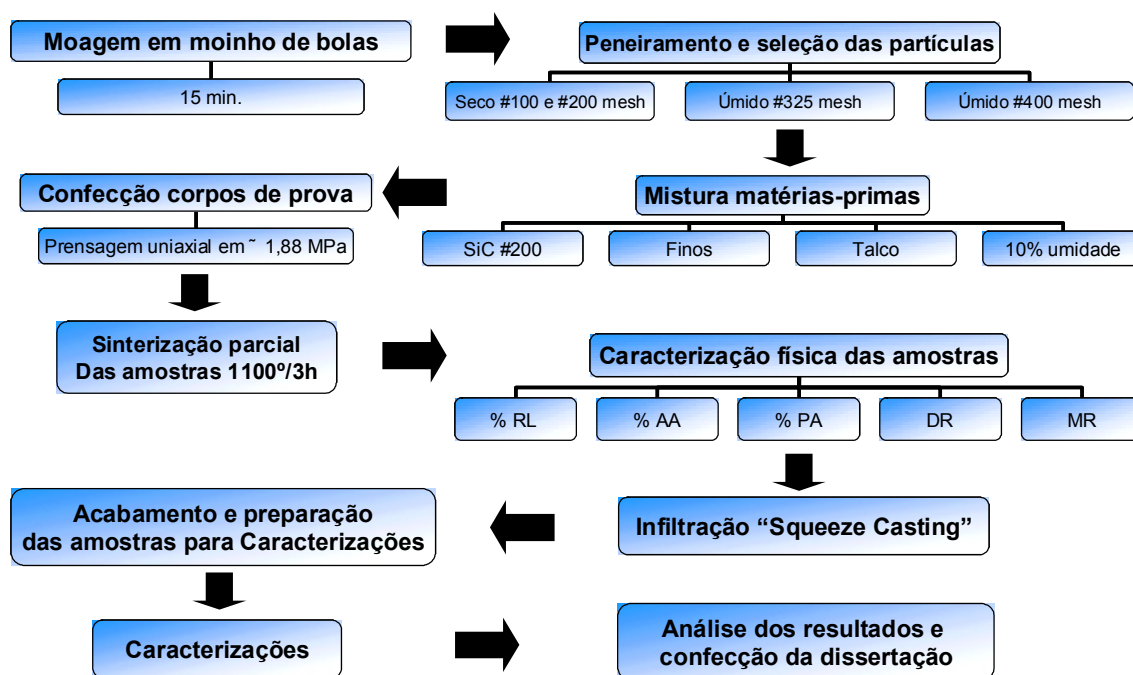


Figura 3.1 – Fluxograma dos procedimentos experimentais utilizados neste estudo.

3.1 Moagem e preparação das matérias-primas

O carbetto de silício doado pela empresa Saint-Gobain Materiais Cerâmicos LTDA com um percentual de finos retidos em malha 120MESH (125µm) de 91,7% especificado em laudo do produtor, foi moído a seco em moinho de bolas em pequenas porções de aproximadamente 500g por 15 minutos. Após moagem o material passou por um prévio processo de separação de finos em peneiras GRANUTEST ABNT 100 e 200 Mesh respectivamente. As partículas retidas nestas peneiras retornaram ao jarro sendo moídas novamente. As partículas passantes a seco em malha 200 Mesh foram peneiradas à úmido em peneiras GRANUTEST ABNT 325 Mesh e BERTEL 400 Mesh, com a finalidade de remoção de finos e estreitamento de distribuição de tamanho de partículas nestas granulometrias. Após separação em peneira, os pós retidos em malha 325 e 400 Mesh e os finos foram secos em estufa com circulação e renovação de ar MARCONI modelo MA-035 a temperatura de 105°C, sendo posteriormente armazenadas em frascos

apropriados e previamente identificados. Parte dos finos obtidos foram novamente moídos à úmido por períodos de 2 a 3 horas em moinho de alta rotação da empresa BP ENGENHARIA para obtenção de uma porção fina de carbeto de silício com tamanho médio de partículas em torno de 10 μ m que foram adicionadas intencionalmente a matriz, aumentando a resistência mecânica ao manuseio dos corpos de prova antes da sinterização parcial.

Na confecção dos corpos de prova utilizo-se como matriz o pó obtido na moagem passante em peneira malha 200 Mesh e retido em peneira malha 325 Mesh. Esta distribuição de tamanhos de partículas para a matriz cerâmica foi definida baseada em trabalhos anteriores [23], considerando-se períodos de moagem mais curtos e com o propósito de se obter corpos de prova porosos e com resistência mecânica mínima ao manuseio com os finos adicionados.

O talco doado pela empresa MARC MINERAIS INDUSTRIAIS também passou por processo de separação de partículas à úmido em peneira 400 Mesh, sendo seco posteriormente a 105°C em estufa com circulação de ar.

O tarugo da liga de alumínio-silício doado pela empresa ALCOA ALUMÍNIO AS passou apenas por processo de corte em serra-fita em pedaços menores e apropriados para serem fundidos em cadinho.

3.2 Caracterizações das matérias-primas

Os pós das matérias-primas e as misturas das composições estudadas foram caracterizados por distribuição de tamanho de partículas por difração a laser em granulômetro CILAS 920, densidade real através de picnometria de Hélio em picnômetro QUANTACHROME INSTRUMENTS modelo 1000. As propriedades térmicas das matérias-primas e misturas foram determinadas pelas técnicas de ATD (análise térmica diferencial) e ATG (análise térmica gravimétrica) em equipamento NETZSCH modelo STA 409 EP com controlador TASC 414/3. Os pós das matérias-primas e as misturas estudadas também foram caracterizados por difratograma de Raios X em difratômetro SHIMADZU Modelo XRD 6000.

3.3 Confeção dos corpos de prova

Os corpos de prova foram confeccionados com as misturas dos pós das matérias-primas.

As composições das misturas estudadas investigadas neste projeto são mostradas na Tabela 3.4.

Tabela 3.4 – Composições investigadas neste projeto.

Matérias-Primas	Composições (% massa)					
	SiC	T10	T20	T30	T40	T50
SiC (200#)	90	80	70	60	50	40
Finos SiC	10	10	10	10	10	10
Talco	-	10	20	30	40	50

Todas as composições descritas foram obtidas à úmido (10% de água em excesso) por misturas de percentuais em massa de finos SiC e talco ao carbetto de silício passante em 200 Mesh e retido em 325 Mesh. Estas composições foram definidas até o limite de 50% em talco para permitir o estudo da influencia deste mineral na matriz cerâmica, uma vez que acima deste limite a matriz passa a ser de talco e não mais de carbetto de silício.

Também foram confeccionados corpos de prova apenas de talco para posterior análise e identificação comparativa por microscopia das partículas destes na matriz de carbetto de silício após infiltração.

As matérias-primas foram pesadas em balança digital MARTE modelo AS5500 e as composições descritas foram misturadas e homogeneizadas para um total em massa de 50g, adicionando-se 10% de água em excesso para umidecer a mistura, facilitando assim, o processo de conformação. Após a mistura, as composições foram passadas em peneira plástica para desaglomeração e homogeneização, sendo pesados 7g para cada corpo de prova.

Os corpos de prova foram confeccionados em molde de aço inox com dimensões de 30x60 mm, prensados sob pressão uniaxiais de 1,88MPa,

em prensa hidráulica SCHULZ PHS 15T. Esta pressão de trabalho foi definida para permitir a obtenção de corpos de prova com a maior porosidade possível e resistência apropriada ao manuseio antes da sinterização parcial.

Após prensagem, os corpos de prova foram secos a 110°C por 30 minutos em forno EDGCON modelo 5P-3000, e parcialmente sinterizados a 1100°C durante 3 horas. O tempo e temperatura de sinterização parcial foram definidos baseados nas características físicas apresentadas por matrizes cerâmicas em resultados encontrados na literatura [31].

3.4 Caracterizações dos corpos de prova antes da infiltração

A caracterização dos corpos de prova, parcialmente sinterizados antes da infiltração seguem a metodologia sugerida por Pérsio Souza Santos [32] para caracterização de materiais cerâmicos compactados. Segundo esta metodologia os corpos-de-prova são conformados via prensagem, passando por uma secagem, queima e determinação de cor pós-queima. Ressalta-se que a determinação da cor pós-queima dos corpos de prova para infiltração não foi de interesse significativo no referido projeto.

Nos corpos-de-prova conformados e parcialmente sinterizados foram realizados os seguintes ensaios:

- Retração linear (%RL);
- Absorção de água (%AA);
- Porosidade aparente (%PA);
- Densidade real (DR);
- Módulo ou tensão de ruptura à flexão (MR);

Antes da infiltração a superfície das amostras foram observadas em microscópio ótico LEIKA modelo MZ6 para verificar sua homogeneidade superficial e porosidade ao longo do corpo de prova e a ausência ou presença de trincas que poderiam influenciar no processo de infiltração.

3.4.1 Retração linear na queima

A retração linear ocorre durante o processo de queima ou sinterização parcial, sendo medida pela diferença de comprimento do corpo de prova antes e após a queima. A retração linear foi calculada pela equação (3.1) [32].

$$\%RL = \frac{(L_s - L_q)}{L_s} \times 100 \quad (3.1)$$

Onde:

%RL = percentual de retração linear na queima;

L_s = comprimento antes da queima;

L_q = comprimento após a queima.

3.4.2 Absorção de água

É o aumento de massa que o corpo de prova experimenta ao ficar imerso em água em ebulição durante 2 horas ou 24 horas imerso em água.

A absorção de água foi calculada através da equação (3.2) [32].

$$\%AA = \left[\frac{(P_u - P_s)}{P_s} \right] \times 100 \quad (3.2)$$

Onde:

%AA = absorção de água;

P_u = peso úmido;

P_s = peso seco.

3.4.3 Densidade real

A densidade real foi determinada por imersão dos corpos de prova em um líquido de densidade conhecida, geralmente água (Princípio de Arquimedes), no qual os corpos de prova são imersos 24 horas, sendo medido posteriormente sua massa imersa (P_i). Este método tem a vantagem de ser sensível, rápido, não destrutivo e de precisão.

A densidade real foi calculada pela equação 3.3 [32].

$$DR = \frac{P_s}{(P_s - P_i)} \quad (3.3)$$

Onde:

DR = densidade real;

P_s = peso seco;

P_i = peso imerso;

3.4.4 Porosidade

A porosidade apresentada pelos corpos de prova parcialmente sinterizados é de vital importância no processo de infiltração, pois definiriam se os poros e canais intergranulares apresentados nos corpos de prova seriam suficientes e apropriados para a entrada do alumínio fundido durante a infiltração.

Para calcular a porosidade usando também o princípio de Arquimedes utilizou-se a seguinte equação (3.4). [32]

$$PA = \left[\frac{(P_u - P_s)}{(P_u - P_i)} \right] \times 100 \quad (3.4)$$

Onde:

PA = porosidade aparente;

P_u = peso úmido;

P_i = peso imerso;

P_s = peso seco.

3.4.5 Resistência mecânica à flexão

O ensaio de flexão em três pontos dos corpos de prova parcialmente sinterizados foram realizados em flexímetro NANNETTI modelo FM-96 do LIMAC-UEPG. Os resultados obtidos foram calculados automaticamente pelo equipamento através da equação 3.5 [32].

$$MR = \frac{3.P.l}{2.b.h^2} \quad (3.5)$$

Onde:

P = Peso para romper o corpo de prova (N);

l = Distância entre os apoios;

b = Largura do corpo de prova na fratura (cm);

h = Altura do corpo de prova na fratura (cm).

3.5 Infiltração dos corpos de prova

Para o processo de infiltração, os corpos de prova parcialmente sinterizados foram pré-aquecidos em forno EDGCON 3P-7000 utilizado também para fundir o alumínio em recipiente apropriado.

A liga de alumínio-silício foi fundida e mantido em patamar de 850 °C, temperatura na qual era retirada a escória sobrenadante no material fundido. A liga era mantida nesta temperatura até o término da infiltração.

Durante o aquecimento dos corpos de prova e fusão do alumínio, a prensa de infiltração passava por processo de limpeza e lubrificação da câmara de infiltração com pasta MOLYKOTE G e grafita em pó, sendo também posteriormente, aquecida a temperatura entre 250 e 300 °C. O pré-aquecimento da prensa era necessário pra evitar possíveis choques térmicos nas pré-formas porosas que viessem a comprometer as amostras ao sofrerem resfriamento muito brusco de 850 °C até a temperatura ambiente.

As amostras eram colocadas rápida e cuidadosamente na câmara de infiltração. O alumínio fundido era vertido sobre as mesmas e sob uma pressão de aproximadamente 7 MPa transmitida por um pistão hidráulico, pressionava-se a entrada da liga fundida para dentro dos canais e poros dos corpos de prova, caracterizando a infiltração.

Após a infiltração, os corpos de prova ainda dentro de um pequeno tarugo de alumínio solidificado eram levados novamente para o forno com a finalidade de remover o alumínio excedente e limpar as amostras infiltradas.

Ao resfriar-se, as amostras foram passadas por processo de acabamento superficial, sendo lixadas em rebolos de retificação a base SiC CARBORUNDUM modelo anel tipo 2.

A sequência da Figura 3.2 mostra os procedimentos experimentais utilizados no processo de infiltração, limpeza e separação dos corpos de prova dos compósitos, da esquerda para a direita e de cima para baixo.

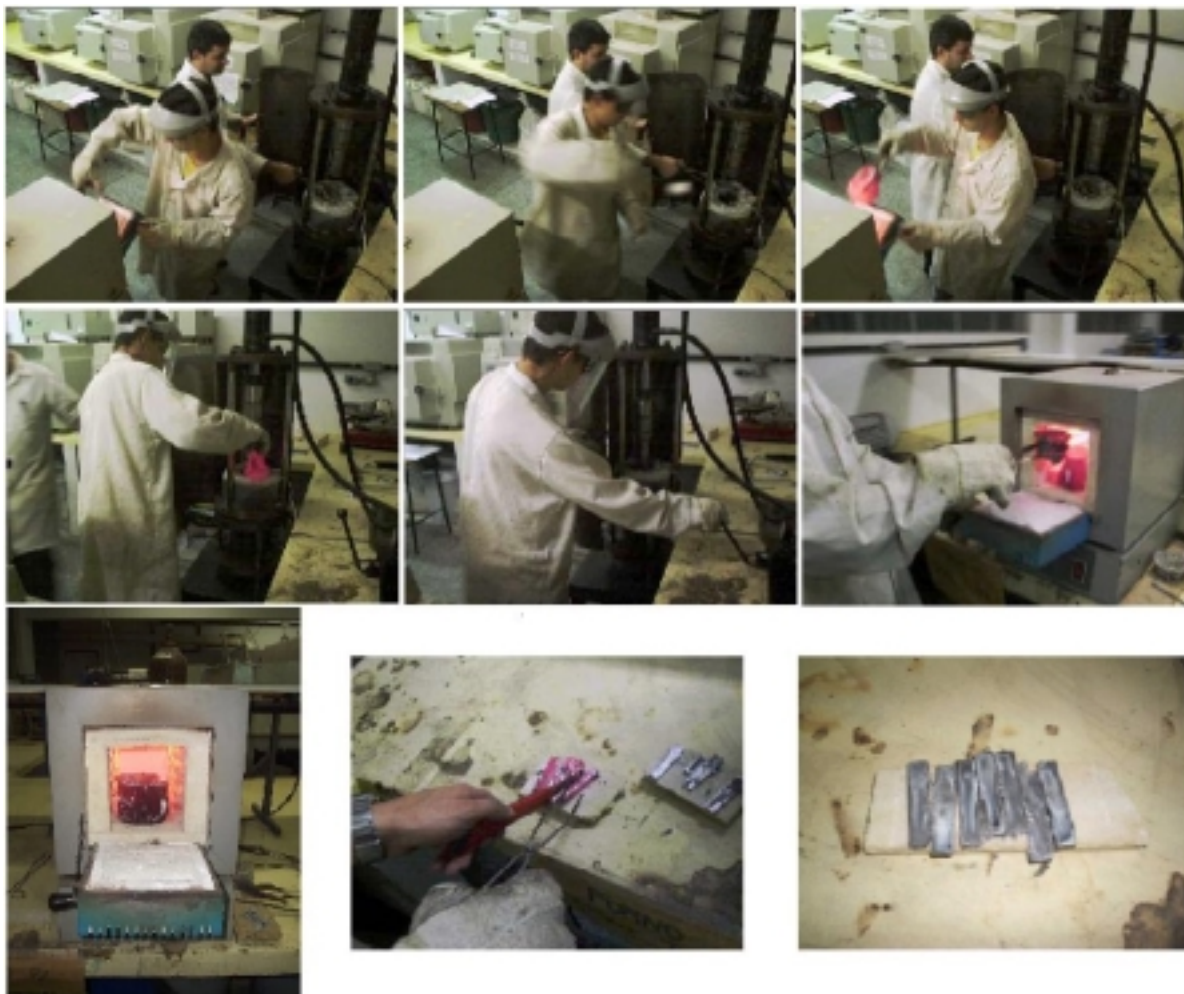


Figura 3.2 – Sequência de infiltração, limpeza e separação dos compósitos.

3.6 Caracterizações dos corpos de prova infiltrados

Após o acabamento superficial as amostras foram novamente caracterizadas por microscopia ótica, onde analisou-se a homogeneidade superficial da infiltração da pré-forma cerâmica.

Os corpos de prova infiltrados tiveram suas densidades determinadas por método convencional de imersão em água e também por picnometria a gás Hélio em ULTRAPICNOMETRO QUANTACHROME INSTRUMENTS Modelo 1000.

Posteriormente as amostras foram preparadas para análise de microscopia eletrônica de Varredura a ser realizada em equipamento SHIMADZU SS550. As amostras foram cortadas em uma máquina policorte de baixa rotação BUEHLER modelo ISOMET-Low Speed Saw, com disco BUEHLER modelo DIAMOND WAFERING BLADE SERIES 15LC a uma velocidade de rotação 3 na escala do equipamento. Para o corte utilizou-se óleo de corte QUIMATIC-II para evitar aquecimento desnecessário no disco e na amostra. Após o corte as amostras foram embutidas em resina de poliéster para uso automotivo previamente preparadas com catalisador, lixadas em lixas de água NORTON de rugosidade 150, 320, 400 e 600. Depois de lixadas as amostras foram polidas em politriz AROTEC APL-4 com solução de alumina líquida para polimento metalográfico FORTEL 0,3 μm e limpas em equipamento de ultrassom THORTON para remoção de resíduos de polimento.

Os compósitos obtidos foram ainda caracterizados por difratômetro de Raios X SHIMADZU Modelo XRD 6000 e tiveram suas resistências mecânicas a flexão determinadas em Máquina de Ensaio Universal SHIMADZU AG-I 10kN sob uma velocidade de deformação de 1mm/min e suas microdurezas Vickers determinadas em microdurômetro SHIMADZU Modelo HMV.

Todos os equipamentos utilizados nas caracterizações descritas anteriormente são de propriedade do LIMAC-UEPG.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos neste trabalho incluem as caracterizações físico-químicas dos pós utilizados como matérias-primas para a confecção dos corpos de provas das matrizes cerâmicas. Também apresentam as características das pré-formas e dos corpos de prova dos compósitos obtidos pelo método “Squeeze Casting” através da infiltração da liga de alumínio-silício fundida nas matrizes descritas na Tabela 3.4.

4.1 Análise da distribuição dos tamanhos de partículas

A Figura 4.1 apresenta os histogramas das distribuições dos diâmetros das partículas do carbeto de silício passante na malha 200 mesh (75 μm) e retido na malha 325 mesh (46 μm), das partículas dos finos de carbeto de silício obtido por moagem a seco em moinho de bolas e, das partículas do talco passantes em peneira malha 400 mesh (38 μm).

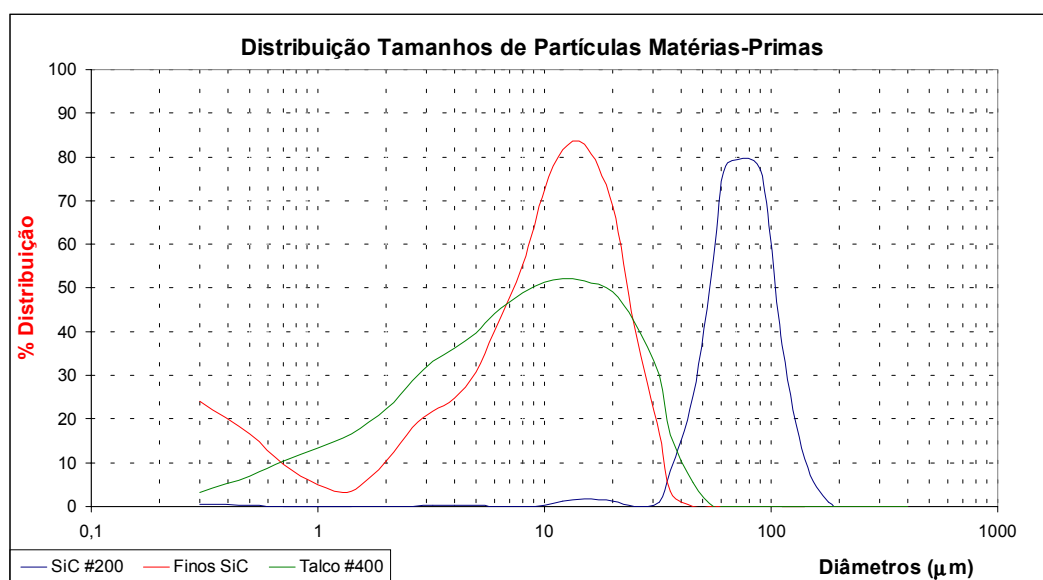


Figura 4.1 – Histogramas das distribuições de tamanhos de partículas dos pós das matérias-primas utilizadas.

No gráfico da Figura 4.1 observa-se na curva do SiC a eficiência da separação das partículas obtidas por moagem em moinho de bolas passantes

em malha 200 e retida em malha 325, através de um pico simétrico e estreito. Neste processo as partículas maiores que $75\ \mu\text{m}$ e menores que $46\ \mu\text{m}$ foram intencionalmente separadas para não influenciarem nas propriedades das pré-formas e dos compósitos, restringindo os tamanhos médio das partículas da matriz na faixa descrita. Pequenas frações residuais de partículas maiores que $75\ \mu\text{m}$ e menores que $46\ \mu\text{m}$ podem ser atribuídas a possíveis variações nas aberturas das malhas das peneiras utilizadas.

As curvas dos finos de SiC e do talco apresentam-se amplas e com distribuições de tamanhos de partículas inferiores a $40\ \mu\text{m}$. Durante o processo de mistura dos pós e confecção dos corpos de prova, estas partículas finas ficam distribuídas através da matriz, atribuindo empacotamento com a maior porosidade possível, permitindo o manuseio destas pré-formas antes da sinterização parcial. As amostras nas quais não foram adicionados os finos, não foi possível confeccionar as pré-formas pelo método da prensagem uniaxial.

No gráfico da Figura 4.2 são apresentados os valores cumulativos dos pós das matérias-primas. Para o valor cumulativo de 50% os tamanhos médios de partículas apresentados são de: $7,0\ \mu\text{m}$, $8,6\ \mu\text{m}$ e $72,0\ \mu\text{m}$ para o talco, finos de SiC e carbetto de silício matriz, respectivamente. Também pode-se destacar neste gráfico as maiores quantidades de partículas finas do talco e dos finos de SiC em relação ao carbetto de silício matriz.

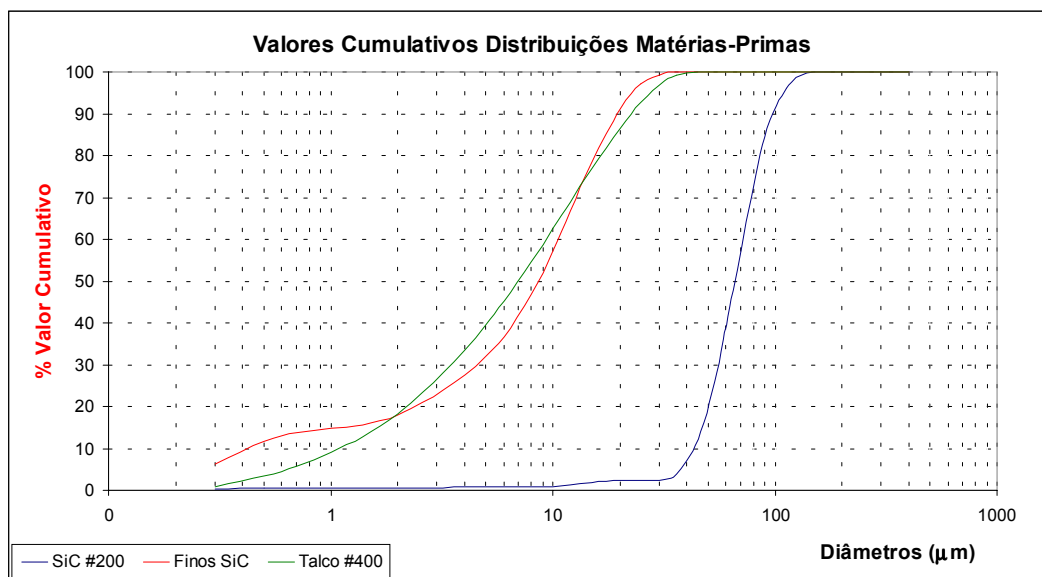


Figura 4.2 – Valores cumulativos dos diâmetros das partículas dos pós das matérias-primas utilizadas.

As Figuras 4.3 e 4.4 comparam as distribuições e os tamanhos de diâmetros cumulativos entre o SiC e finos, talco e as composições contendo SiC, finos e talco nas proporções de 10 a 50% em massa.

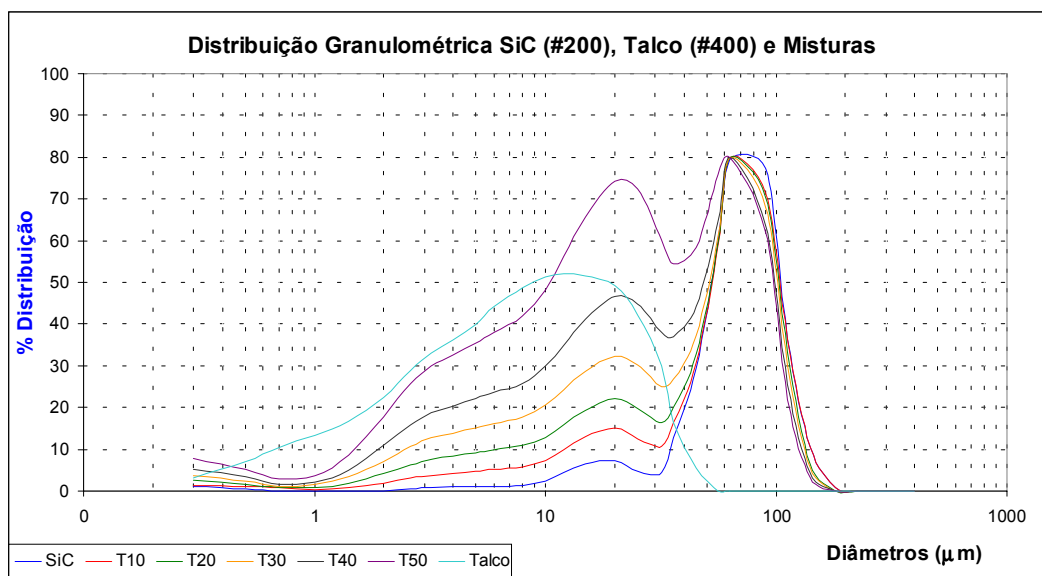


Figura 4.3 – Histogramas das distribuições de tamanhos de partículas dos pós.

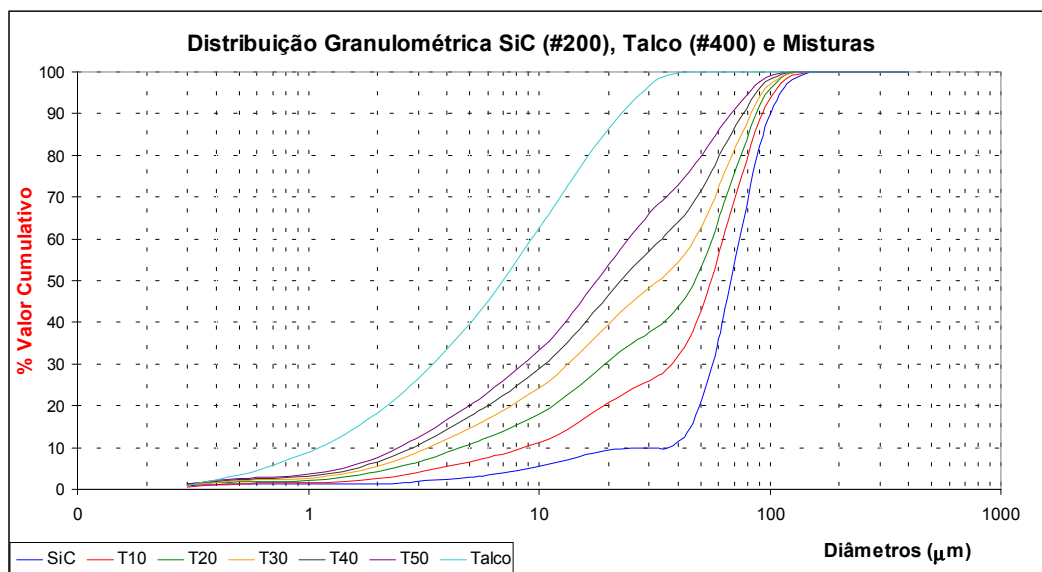


Figura 4.4 – Valores cumulativos dos diâmetros das partículas dos pós.

Os gráficos apresentados na Figura 4.4 mostram a evolução das curvas de distribuição, o deslocamento e ascensão das curvas de cumulativos com a adição de talco e a redução de carvão de silício matriz na composição das misturas. Nota-se que os valores dos tamanhos médios, aproximados em 50% de cumulativos, decrescem com o aumento da adição de talco na matriz de SiC.

4.2 Densidade dos Pós por Picnometria de Hélio

O gráfico da Figura 4.5 apresenta as densidades médias obtidas para os pós do SiC (#200) e finos, pelo talco (#400) e das misturas estudadas.

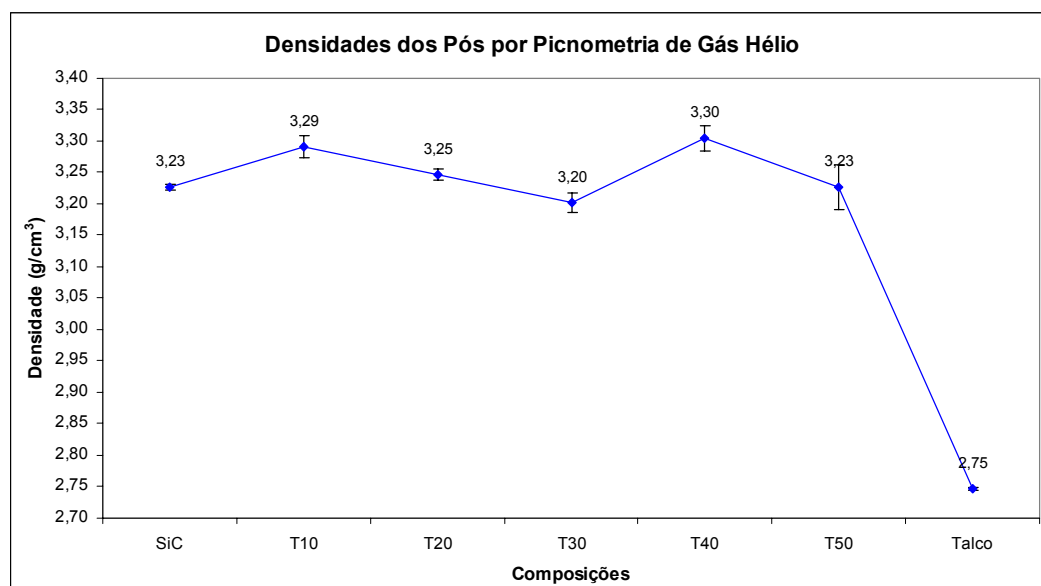


Figura 4.5 – Densidades dos pós das misturas de carbeto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco, determinadas por picnometria de gás Hélio.

Analisando-se o gráfico observa-se que apesar da adição do talco (com densidade inferior a do SiC) ao SiC e finos, as densidades dos pós das misturas estudadas não sofrem alterações significativas.

Efetuada cálculos de médias ponderadas baseadas nas massas dos constituintes de cada mistura, considerando-se a densidade de $3,23 \text{ g/cm}^3$ apresentada pela mistura SiC+finos e a densidade de $2,75 \text{ g/cm}^3$ apresentada pelo talco, os resultados obtidos são de: $3,18 \text{ g/cm}^3$ para o a amostra T10; $3,13 \text{ g/cm}^3$ para o a amostra T20; $3,09 \text{ g/cm}^3$ para a amostra T30; $3,04 \text{ g/cm}^3$ para a amostra T40 e $2,99 \text{ g/cm}^3$ para a amostra T50. As maiores diferenças observadas entre os valores apresentados no gráfico e os valores calculados são para as composições contendo 40 e 50 % em massa de talco, como pode ser comprovado pelos maiores desvios apresentados, em relação as composições T10, T20 e T30. A partir desta observação pode-se sugerir que o erro intrínseco apresentado por este método, neste equipamento em específico, é maior para amostras contendo maior proporção efetiva de finos.

4.3 Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) dos pós

As Figuras 4.6, 4.7 e 4,8 apresentam os resultados de análise térmica realizada para o SiC, talco e a mistura SiC e talco, respectivamente.

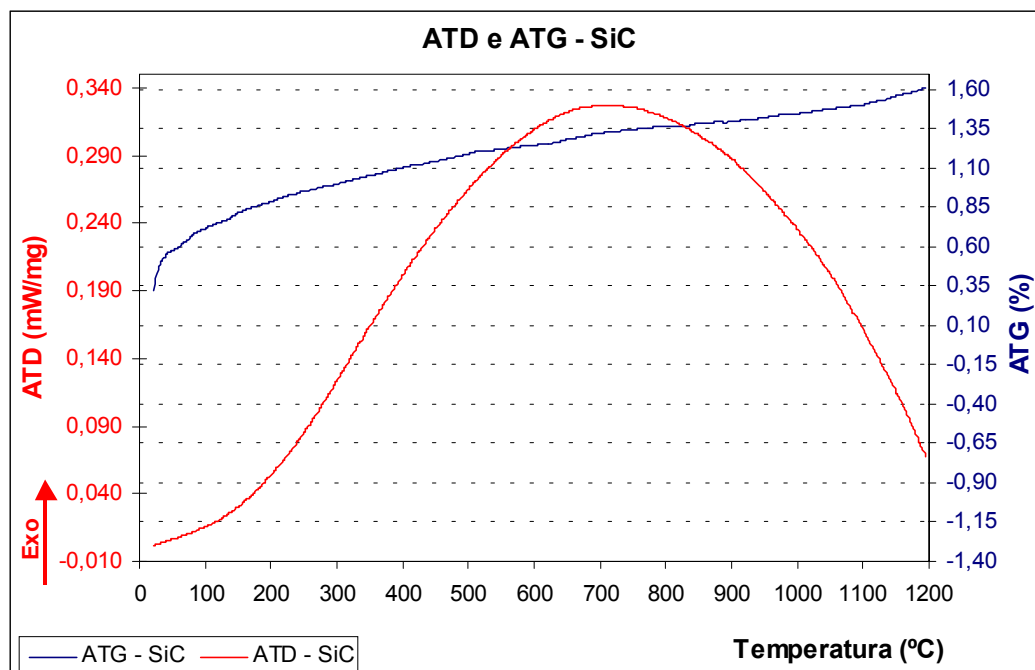


Figura 4.6 – Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) do carbeto de silício com taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de ar.

Pela análise dos gráficos da Figura 4.6 observa-se a presença de uma banda exotérmica na ATD e um pequeno ganho de massa, esses resultados, provavelmente, são devido as oxidações que podem ocorrer na superfície do carbeto de silício. Essas oxidações são devido a formação de SiO₂, a incorporação de oxigênio na superfície do SiO₂. No caso do SiC, o oxigênio pode ser incorporado também no volume do óxido em quantidade moderada.

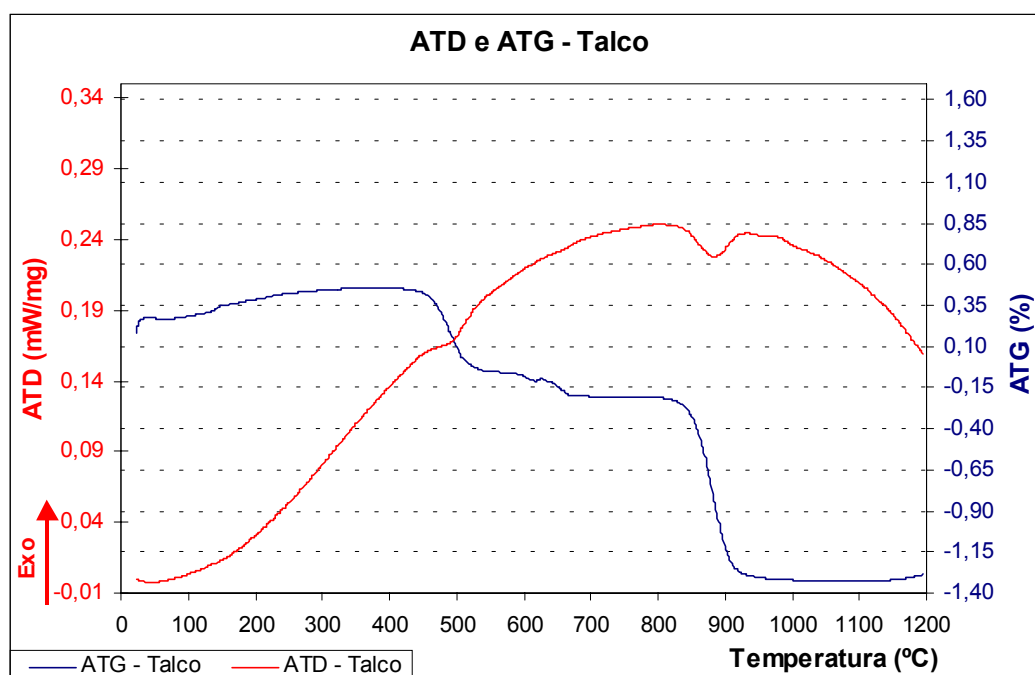


Figura 4.7 – Análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (ATG) do talco com taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de ar.

Na Figura 4.7 onde está apresentado o resultado da análise térmica simultânea ATD/ATG do talco, observa-se que ocorre uma abrupta perda de massa no intervalo de temperatura de 400 a 930 °C. Segundo estudos realizados por TSUZUKI essa perda está relacionada com a perda de água em diferentes estágios. Estes estágios, envolvidos perdas de massa estão associados à remoção de água fisicamente adsorvida na superfície; água estrutural e desidroxilação do talco (pico endotérmico em torno de 900°C).

Nas Figuras 4.8 e 4.9 estão apresentadas as análises térmicas do SiC e da mistura SiC + talco nas diferentes porcentagens de talco estudadas.

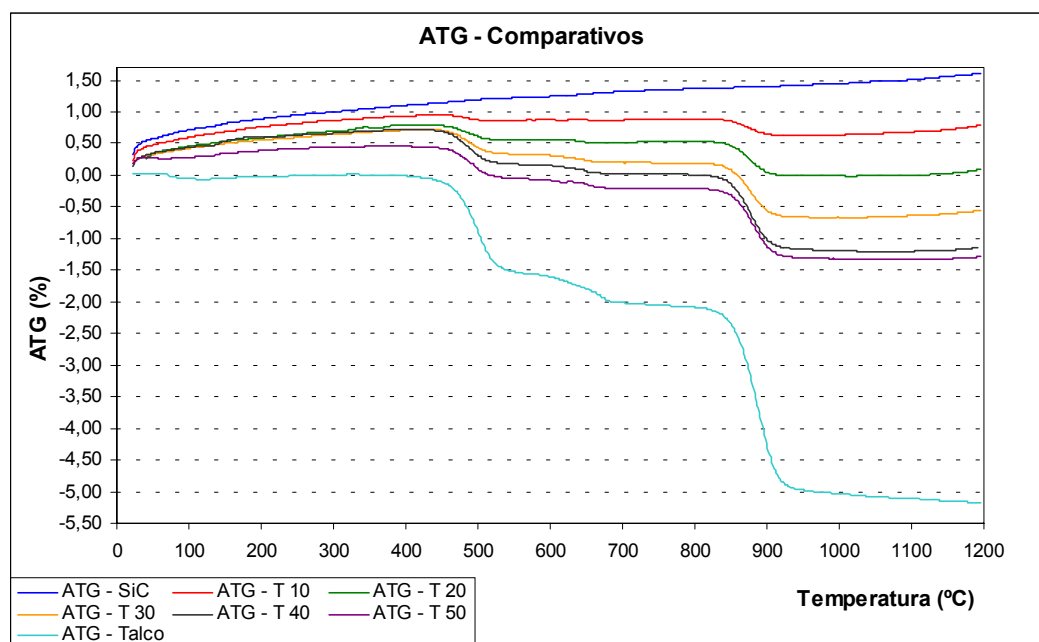


Figura 4.8 – Análise termogravimétrica (TG) do carbetto de silício, do talco e das misturas do carbetto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco, com taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de ar.

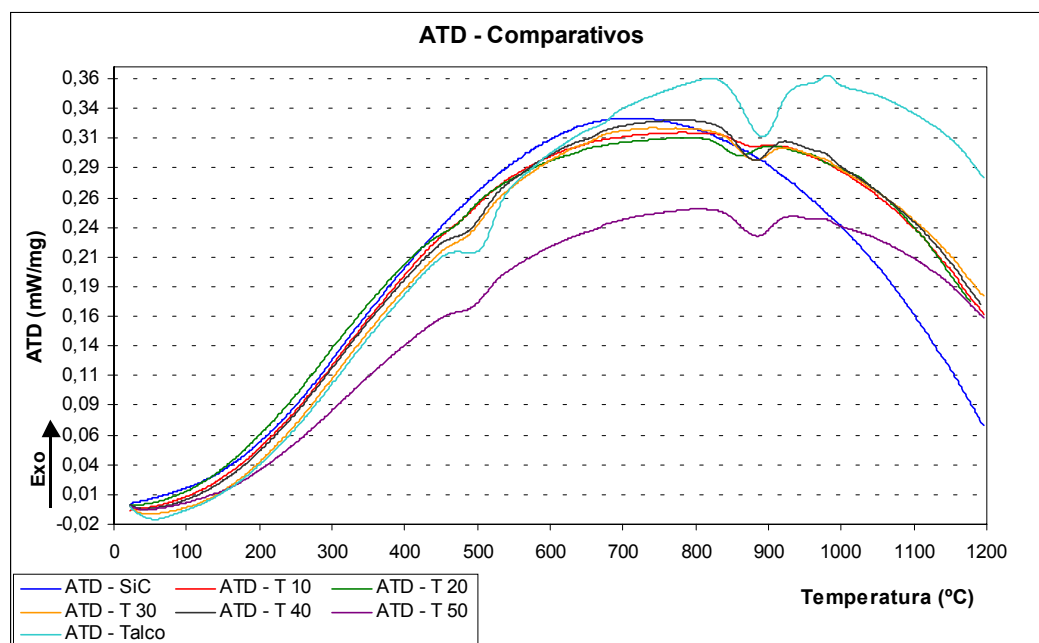
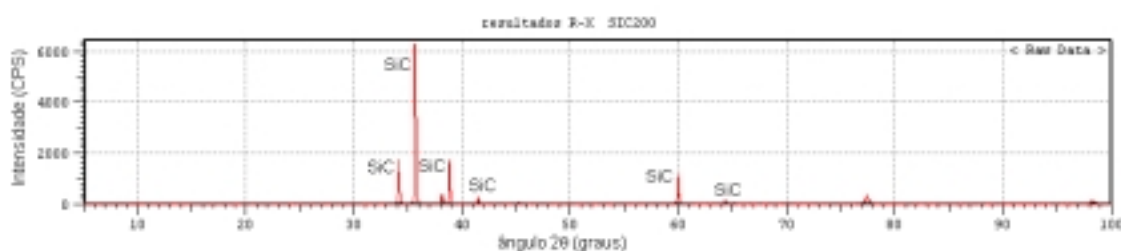


Figura 4.9 – Análise térmica diferencial (ATD) do carbetto de silício, do talco e das misturas do carbetto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco, com taxa de aquecimento de 10°C/min em atmosfera de ar.

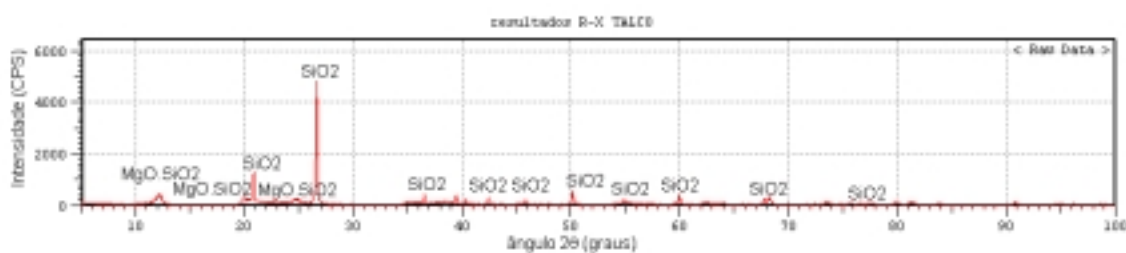
Observa-se nas Figuras 4.8 e 4.9 o aumento da perda de massa com a adição crescente de talco e o aumento do pico endotérmico em torno de 900°C, respectivamente. Esses efeitos são referentes a remoção de água no talco, como já discutido anteriormente.

4.4 Análise dos difratogramas de Raios X dos pós

A Figura 4.10 apresenta os difratogramas de Raios X dos pós do carbetto de silício, do talco e das misturas das pré-formas antes infiltração. Estas análises foram realizadas entre os ângulos 2θ de 15° e 100°, com uma fenda de 0,5-0,5-0,3 mm a uma taxa angular de 2°/min, utilizando radiação de um alvo de cobre cujo comprimento de onda é de 1,54060 Å ($k\alpha$) com diferença de potencial de 40 kV e corrente de 30 mA.

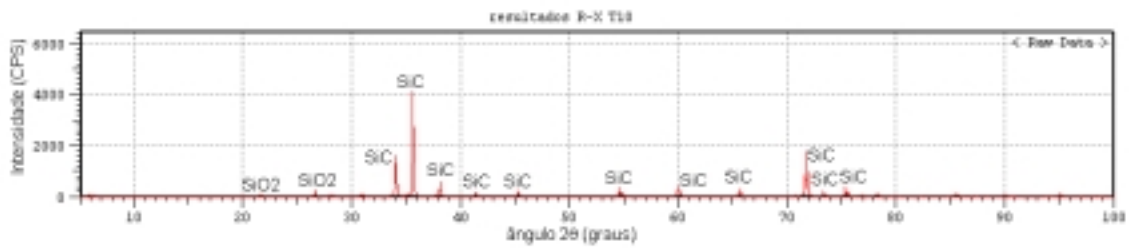


(a)

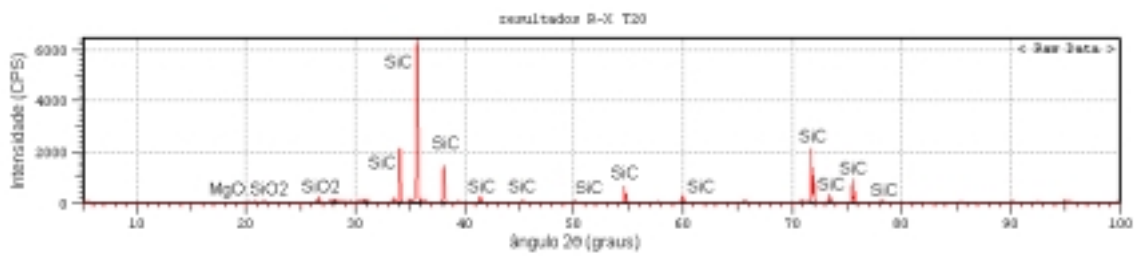


(b)

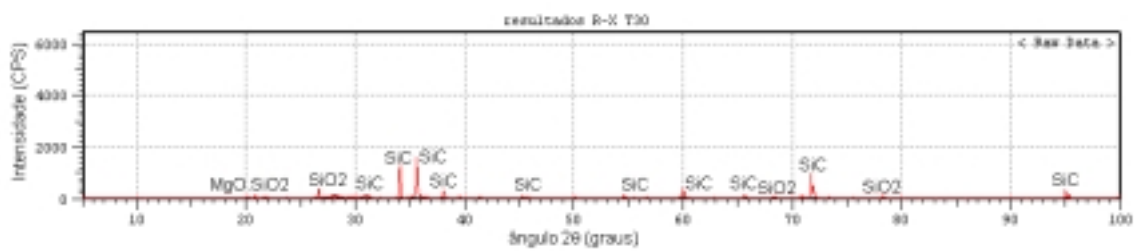
Figura 4.10 – Difratogramas de Raios X de: (a) carbetto de silício; (b) talco; (c) mistura contendo 10% em massa de talco; (d) mistura contendo 20% em massa de talco; (e) mistura contendo 30% em massa de talco; (f) mistura contendo 40% em massa de talco; (g) mistura 50% em massa de talco.



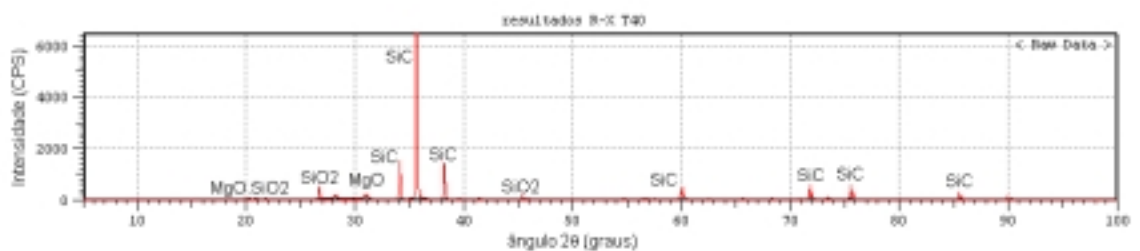
(c)



(d)

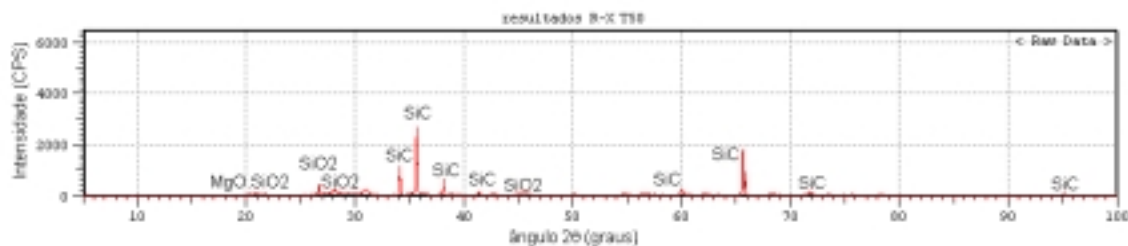


(e)



(f)

Figura 4.10 – Difractogramas de Raios X de: (a) carbeto de silício; (b) talco; (c) mistura contendo 10% em massa de talco; (d) mistura contendo 20% em massa de talco; (e) mistura contendo 30% em massa de talco; (f) mistura contendo 40% em massa de talco; (g) mistura 50% em massa de talco (cont.).



(g)

Figura 4.10 – Difratomogramas de Raios X de: (a) carbetto de silício; (b) talco; (c) mistura contendo 10% em massa de talco; (d) mistura contendo 20% em massa de talco; (e) mistura contendo 30% em massa de talco; (f) mistura contendo 40% em massa de talco; (g) mistura 50% em massa de talco (cont.).

Através da interpretação dos picos apresentados nos diagramas da Figura 4.10 utilizando o software XRD-6000 V4.1 e o banco de dados disponível no LIMAC/UEPG formado por cartões JCPDS “*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*” observa-se a evolução progressiva do aparecimento de picos da fase enstatita (MgO.SiO_2), além dos picos de SiC, nas composições estudadas. Com maiores proporções de talco ao SiC nas composições iniciais das matrizes observa-se também alterações das intensidades dos picos caracterizados entre 35 e 36 graus atribuídos ao SiC. Nestes resultados pode-se concluir que durante a sinterização parcial a 1100°C o SiC manteve-se estável sem sofrer qualquer tipo de degradação. Ainda em relação aos difratogramas de Raios X avalia-se a presença de picos característicos de MgO.SiO_2 , sendo um comportamento esperado, pois a fase enstatita forma-se na transformação do talco a 1000°C durante a sinterização parcial.

4.5 Fluorescência de Raios X dos pós

A Tabela 4.1 apresenta os resultados quantitativos dos elementos constituintes do SiC, do talco e das composições estudadas, obtidos por fluorescência de Raios X.

Tabela 4.1 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes dos pós de carbetto de silício, do talco e das misturas do carbetto de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco após sinterização parcial a 1100°C.

ELEMENTOS		COMPOSIÇÕES PRÉ-FORMAS						
		SiC	T10	T20	T30	T40	T50	Talco
Si	% Elem.	96,738	92,897	89,768	87,324	85,528	83,990	71,359
(Si ka)	Desvio	0,193	0,192	0,199	0,199	0,208	0,213	0,196
Al	% Elem.	1,519	0,483	1,073	1,142			
(Al ka)	Desvio	0,116	0,056	0,094	0,101			
S	% Elem.	1,278	3,475	3,012	3,737	4,045	3,77	1,635
(S ka)	Desvio	0,029	0,067	0,064	0,069	0,074	0,073	0,033
Mg	% Elem.		1,639	3,469	5,023	6,044	7,647	26,220
(Mg ka)	Desvio		0,105	0,126	0,141	0,164	0,183	0,617
Fe	% Elem.		0,302	0,367	0,741	0,906	1,214	0,208
(Fe ka)	Desvio		0,013	0,014	0,019	0,023	0,025	0,005
Ca	% Elem.			0,762	1,279		2,275	0,513
(Ca ka)	Desvio			0,056	0,064		0,076	0,013

Nesta técnica de análise o elemento carbono não é um elemento detectável, desta forma, os resultados da Tabela 4.1 demonstram os elementos silício (Si) e magnésio (Mg) como predominantes, tanto nas matérias-primas como nas composições das misturas, havendo um decréscimo no teor de Si e acréscimo no teor de Mg com o aumento das proporções das cargas de talco adicionadas ao SiC. Os demais elementos presentes nos resultados obtidos por esta análise podem ser atribuídos a composição das matérias-primas

empregadas, bem como, a possíveis erros intrínsecos de análise associados as calibrações e sensibilidade de detecção do equipamento empregado.

4.6 Caracterizações físicas das pré-formas parcialmente sinterizadas

O gráfico da Figura 4.11 apresenta porosidades obtidas em pré-formas de talco após sinterização em 1100°C em função da pressão uniaxial de compactação.

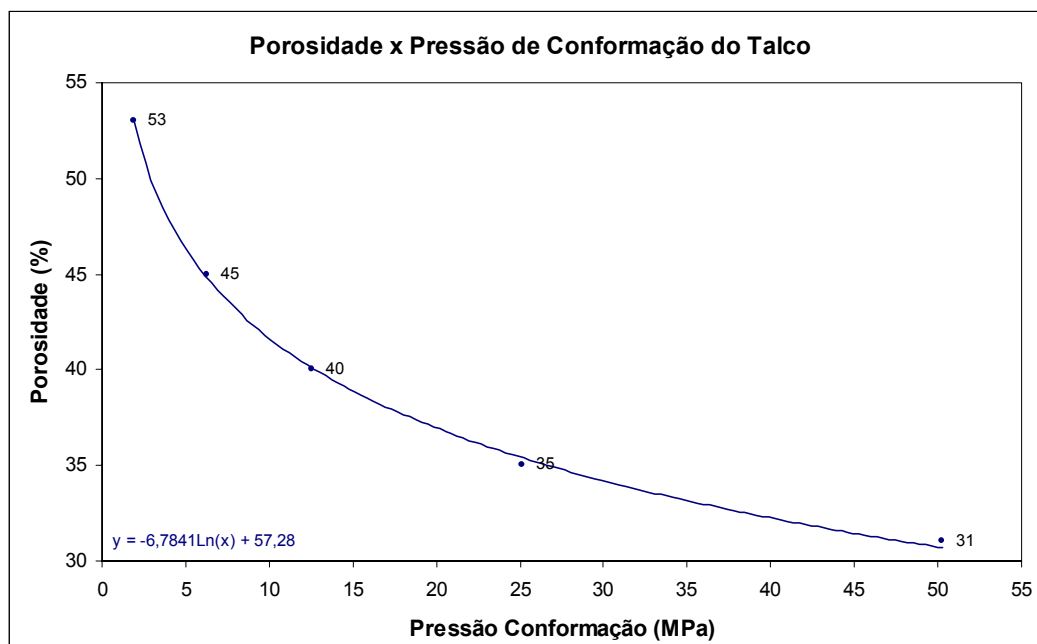


Figura 4.11 – Porosidade apresentada pelas pré-formas em função da pressão de conformação.

Escolheu-se o talco puro para execução do estudo de porosidade devido a facilidade de conformação e manuseio das pré-formas obtidas por prensagem de seu pó. Com o aumento da pressão de conformação foram obtidas porosidades inferiores de 31% e 35% para pressões de 50,31 MPa e 25,16 MPa, respectivamente. Estas porosidades poderiam não ser suficientes para a completa infiltração do alumínio fundido ao longo das pré-formas cerâmicas em estudo, por isso, apesar de dificuldades no manuseio, optou-se em trabalhar com a pressão de compactação de 1,88 MPa, garantindo uma porosidade máxima para todos os sistemas estudados, como ocorreu com o talco, o qual apresentou porosidade de 53% para esta pressão.

A Tabela 4.2 apresenta os valores das propriedades físicas das pré-formas parcialmente sinterizadas, obtidas pela metodologia de ensaios proposta por SANTOS.

Tabela 4.2 – Caracterizações físicas das pré-formas pela metodologia de SANTOS.

Composições	Caracterizações físicas das pré-formas porosas				
	% RL	% AA	% PA	DR (g/cm ³)	MR (MPa)
SiC	-0,25	27,06	45,14	3,04	0,65
T10	-0,19	21,17	38,54	2,96	0,81
T20	-0,17	19,01	36,11	2,97	0,89
T30	-0,19	18,66	36,22	3,04	1,07
T40	-0,25	19,42	37,13	3,04	1,10
T50	-0,30	22,09	40,16	3,04	1,29
Talco	0,42	27,31	52,21	2,91	2,30

Nos resultados expostos na Tabela 4.2 observa-se que a retração linear e absorção de água apresentadas pelos corpos de prova sofreram redução até a concentração de 30% em massa de sólidos de talco, aumentando em 40% e 50%, sendo máxima para a pré-forma de talco puro. As retrações lineares para o SiC e as composições contendo de 10% a 50% em massa de talco foram calculadas considerando-se um comprimento inicial de 60 mm (comprimento do molde). Os valores negativos destas retrações significam que estes corpos de prova sofreram expansões térmicas durante a sinterização parcial, provenientes provavelmente dos processos de oxidação sofridos pelo SiC durante a sinterização parcial. As porosidades das matrizes sofrem redução até a proporção de 30% em talco, tornando a aumentar nas proporções de 40% e 50%, sendo influenciadas pela distribuição mais efetiva das partículas de talco ao longo dos corpos de prova nestas proporções.

A densidade real apresentada pelas pré-formas parcialmente sinterizadas permaneceram praticamente constantes, apresentando leve tendência em aumentar com a adição de talco, apesar da matriz de talco puro

apresentar densidade inferior a do SiC. Este comportamento pode ser visualizado também no gráfico da Figura 4.5. O gráfico da Figura 4.12 apresenta as densidades das pré-formas em função da composição.

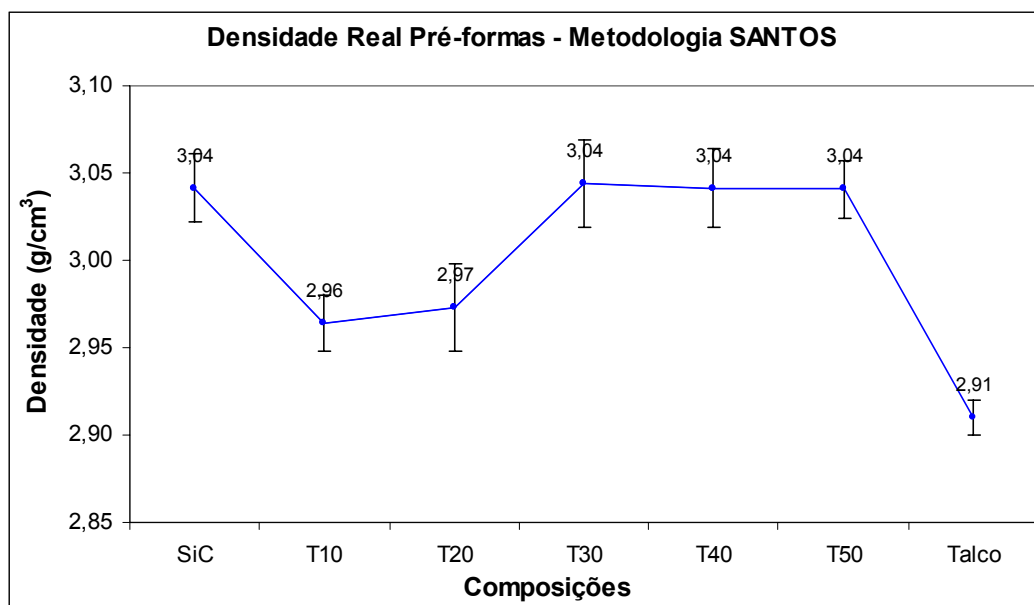


Figura 4.12 – Densidade real das pré-formas obtidas pela metodologia de SANTOS .

A Figura 4.13 apresenta os resultados obtidos do módulo de ruptura em três pontos das pré-formas parcialmente sinterizadas. Observa-se no gráfico desta Figura o aumento do módulo de ruptura em três pontos das pré-formas com o acréscimo de talco nas misturas em estudo, mesmo com o aumento das porosidades apresentadas para as composições contendo 40% e 50% em massa de talco. Este comportamento pode ser atribuído ao fenômeno de densificação das misturas mais acentuado do que no SiC puro, apresentado no processo de sinterização parcial a 1100°C das composições estudadas, os quais conferem maior resistência mecânica aos corpos de prova com o aumento de conteúdo de talco nas misturas.

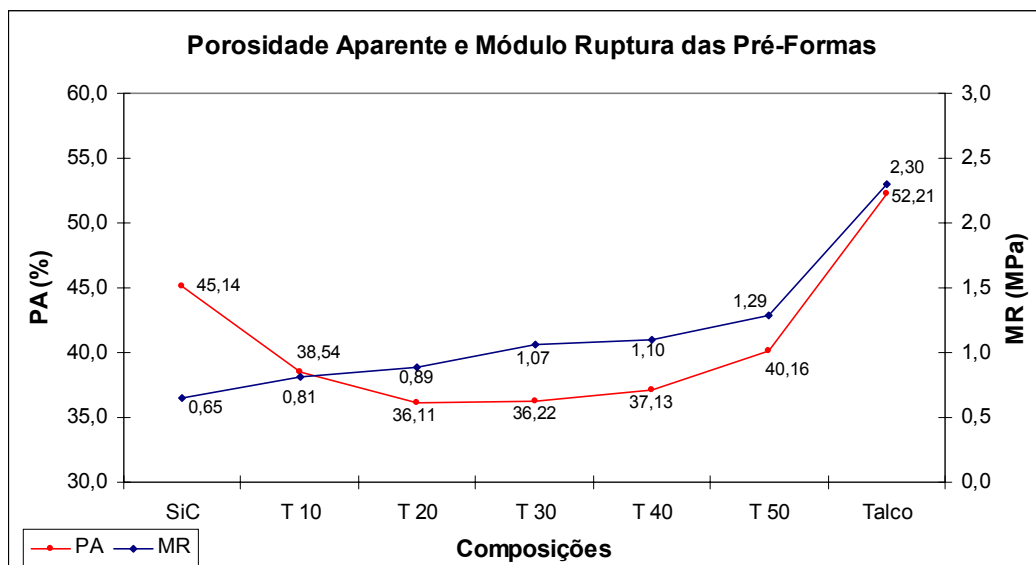


Figura 4.13 – Porosidade aparente e módulo de ruptura no ensaio de flexão em três pontos das pré-formas.

4.7 Corpos de prova

A foto apresentada na Figura 4.14 mostra os corpos de prova das pré-formas porosas e dos compósitos acabados, obtidos pela infiltração do alumínio fundido às respectivas pré-formas. Na foto das pré-formas porosas fica evidente a presença das proporções de talco adicionadas a matriz de SiC, ocasionando clareamento na tonalidade de cor das mesmas. Após a infiltração o aspecto visual independe da composição, como pode ser visualizado na foto.

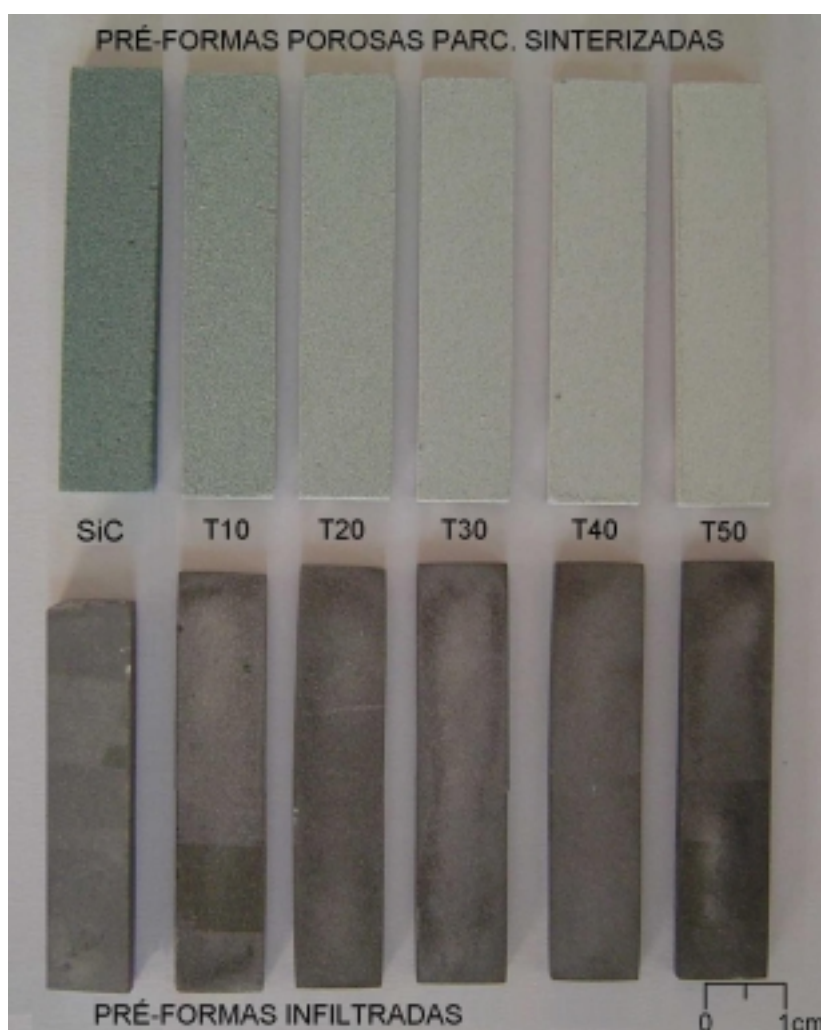
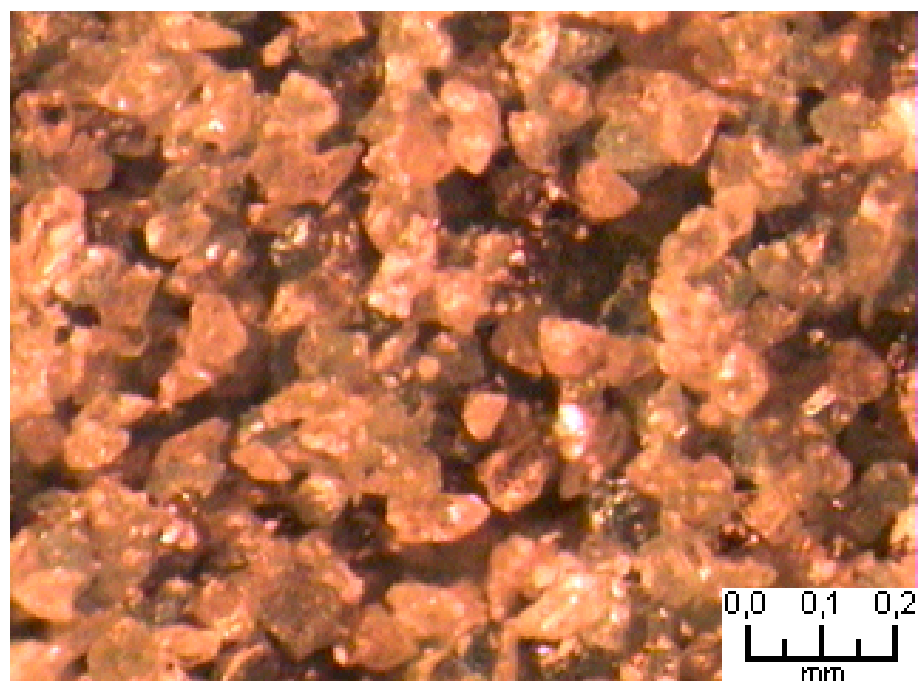


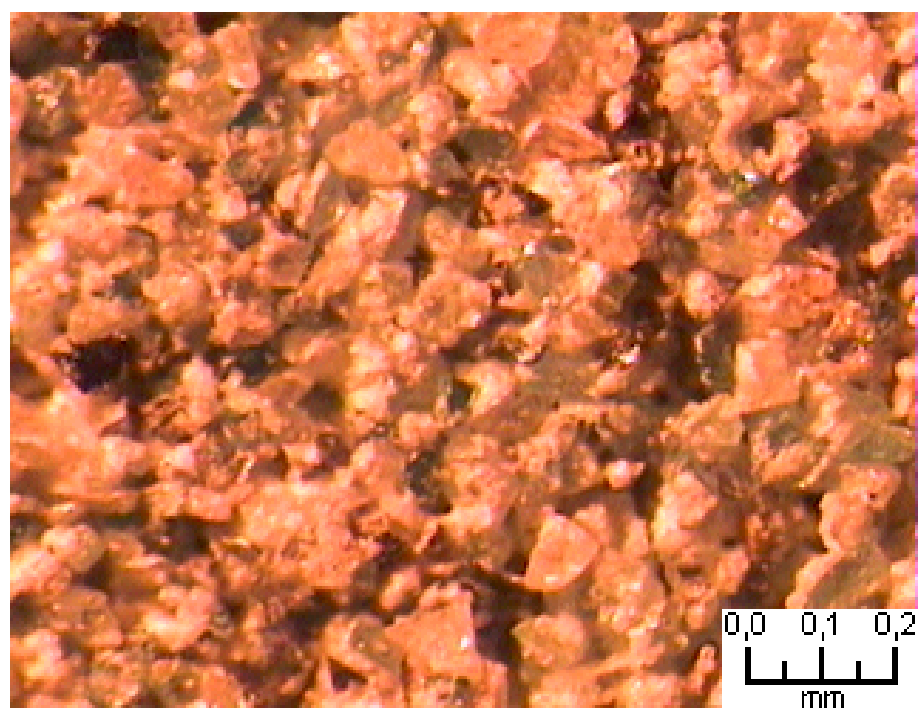
Figura 4.14 – Foto das Pré-formas antes da infiltração e dos compostos obtidos (pré-formas infiltradas).

4.8 Análise por microscopia ótica dos corpos das pré-formas

Na Figura 4.15 são apresentadas as microscopias óticas das pré-formas parcialmente sinterizadas das composições estudadas para matriz. Em todas as fotos confirma-se a porosidade dos sistemas em estudo. Por estas microscopias, observa-se um fechamento aparente gradativo da porosidade da matriz de SiC pelo talco. Nestas microscopias também é observado a ausência de trincas provenientes do processo de sinterização parcial dos corpos de prova.

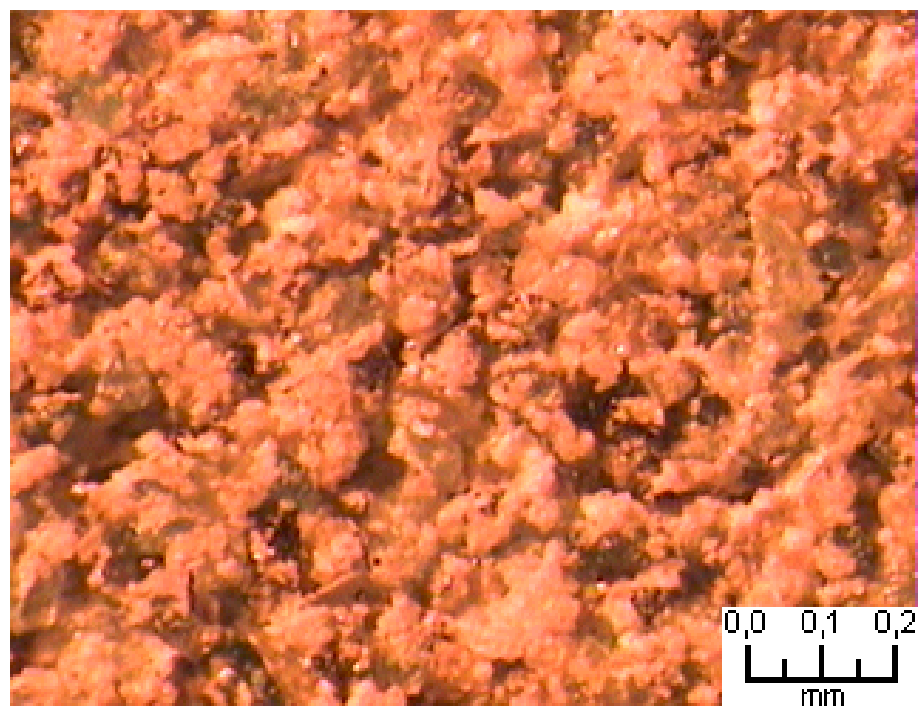


(a)

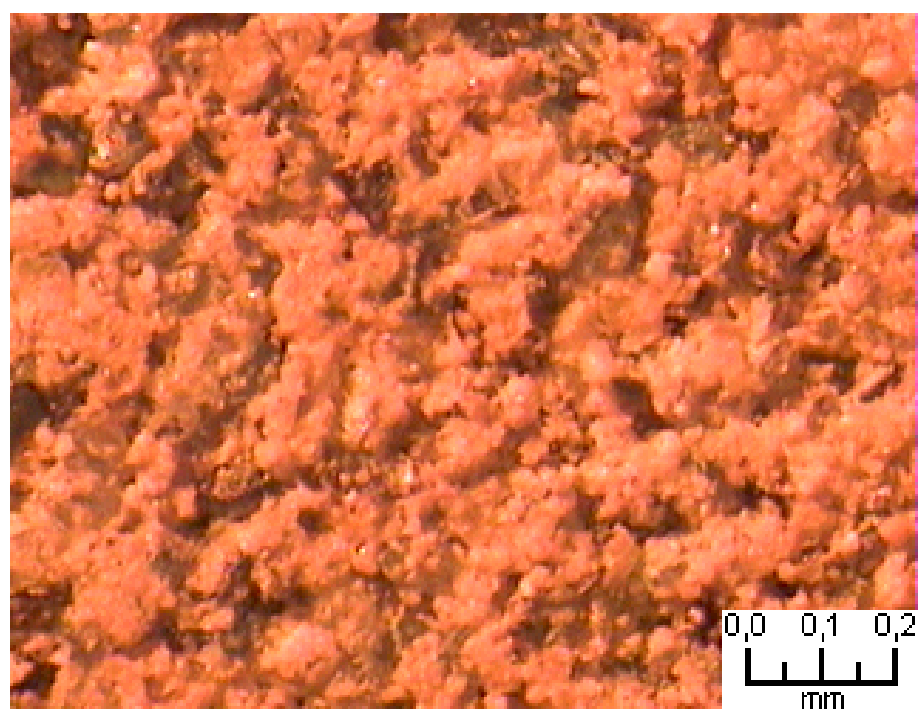


(b)

Figura 4.15 – Microscopia Ótica das pré-formas de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco.

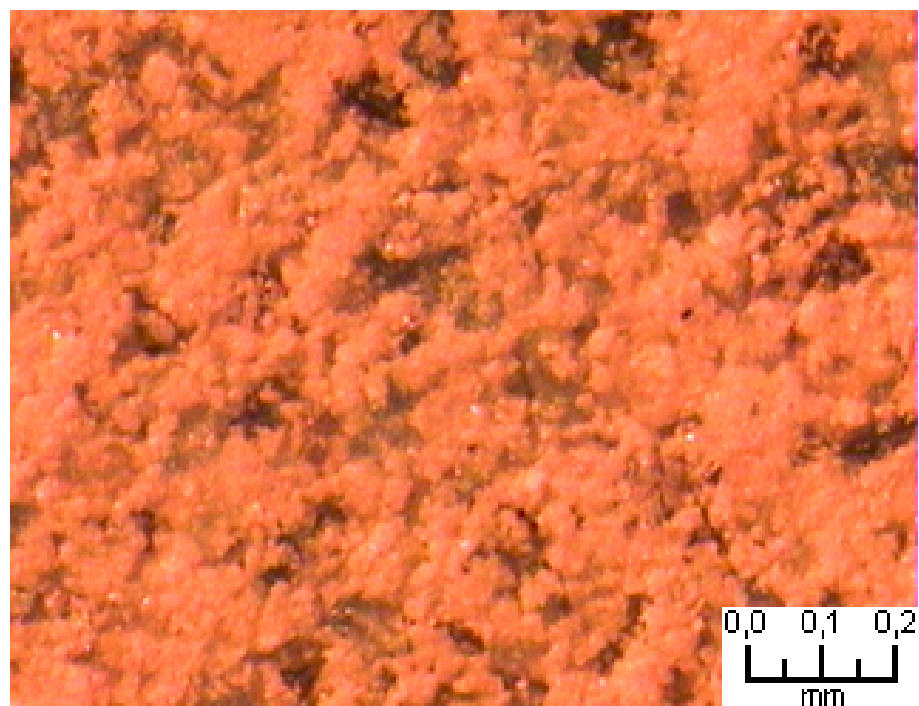


(c)

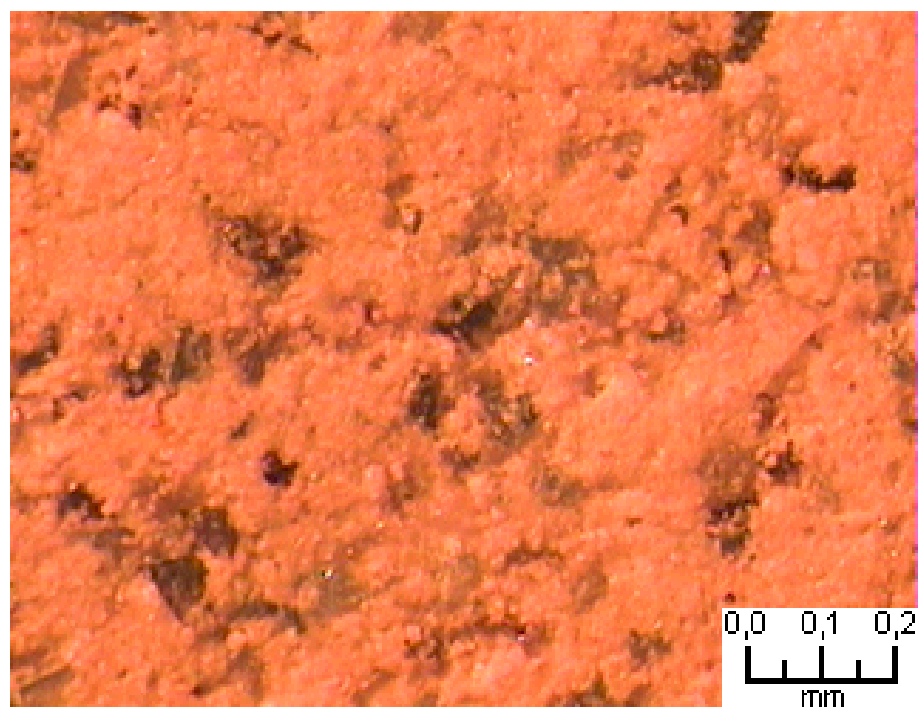


(d)

Figura 4.15 – Microscopia Ótica das pré-formas de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco (cont.).



(e)



(f)

Figura 4.15 – Microscopia Ótica das pré-formas de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco (cont.).

4.9 Caracterizações físicas dos Compósitos

A Tabela 4.3 apresenta a densidade e o módulo de ruptura dos compósitos obtidos pela infiltração do alumínio fundido através das matrizes em estudo.

Comparando os resultados obtidos por imersão em água da Tabela 4.3 com os resultados da Tabela 4.2 encontra-se as seguintes reduções dos compósitos nas densidades em relação às matrizes: 11,84% para o SiC; 12,50% para o T10; 4,71% para o T20; 5,26% para o T30; 6,25% para o T40; 4,28% para o T50 e 11,00% para o talco. Estes resultados confirmam a redução de peso específico dos compósitos obtidos em relação as matrizes devido a infiltração do alumínio fundido pelos poros e canais interligados das matrizes estudadas.

Tabela 4.3 – Densidades Real e Módulo de Ruptura dos compósitos.

Composições	Caracterizações Compósitos			
	DR (g/cm ³)	Desvio	MR (MPa)	Desvio
SiC	2,68	0,20	147,06	40,18
T 10	2,59	0,16	184,20	5,00
T 20	2,83	0,15	286,50	21,30
T 30	2,88	0,08	275,00	6,80
T 40	2,85	0,16	340,50	20,70
T 50	2,91	0,17	312,80	12,20
Talco	2,80	0,12	152,45	17,42

A Tabela 4.3 também apresenta o módulo de ruptura em três pontos para os sistemas compósitos estudados. Estes resultados mostram os acréscimos desta propriedade mecânica das composições contendo talco em relação ao SiC puro. Um dos fatores que influenciam este comportamento são as diferentes taxas de nucleação e solidificação do alumínio fundido após a infiltração ao longo das matrizes estudadas. Ao distribuir-se uniformemente maiores proporções de partículas de talco com tamanho médio de 7 µm (em

50%), através da matriz de SiC e 10% em massa de finos com 72 μm e 8,6 μm (em 50%) respectivamente, ampliam-se o pontos de solidificação do metal fundido durante o resfriamento, ocasionando maior resistência a propagação de deformações e trincas com a aplicação da tensão durante o ensaio em relação a matriz contendo apenas partículas de SiC, resultando em maiores módulos de ruptura.

Em menor escala, levanta-se a hipótese da ocorrência de uma reação de aluminotermia resultante da combinação entre o alumínio fundido e a sílica presente no talco, como um dos fatores que influenciam na resistência mecânica dos compósitos. Nas condições apropriadas de temperatura, o alumínio fundido pode combinar-se com o oxigênio do óxido de silício, resultando em óxido de alumínio e silício metálico. Simplificadamente, esta reação pode ser representada pela seguinte equação:



As fotos da Figura 4.16 apresentam alguns dos momentos da reação citada acima, para matrizes contendo sílica em suas composições.



Figura 4.16 – Momentos da reação de aluminotermia para matrizes contendo sílica.

4.10 Análise das densidades dos compósitos

Os gráficos da Figuras 4.17 e 4.18 apresentam as densidades dos compósitos obtidos determinadas pelo método da imersão em água e por picnometria de hélio.

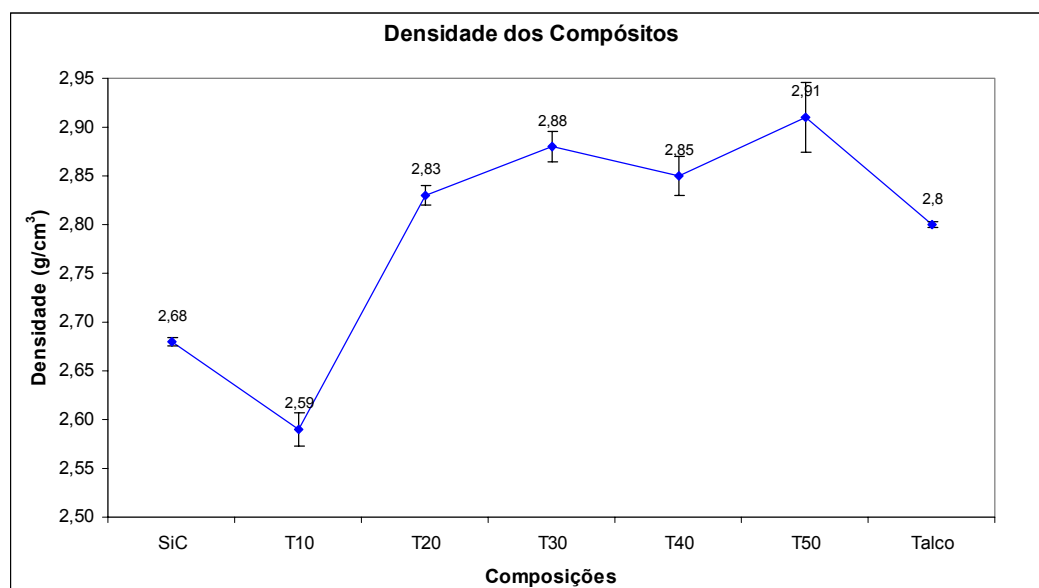


Figura 4.17 – Densidade real dos compósitos obtidos por imersão em água.

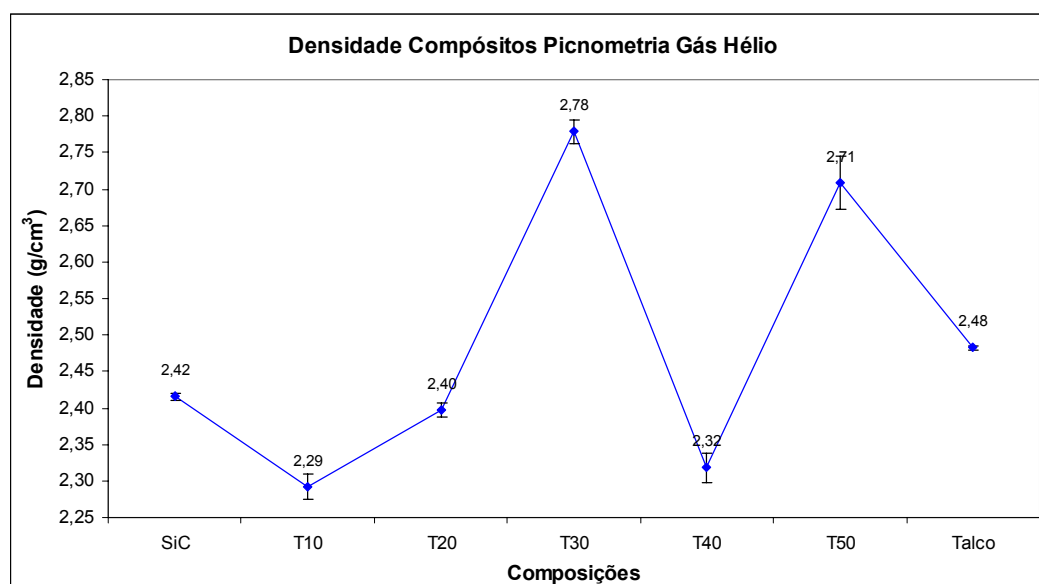


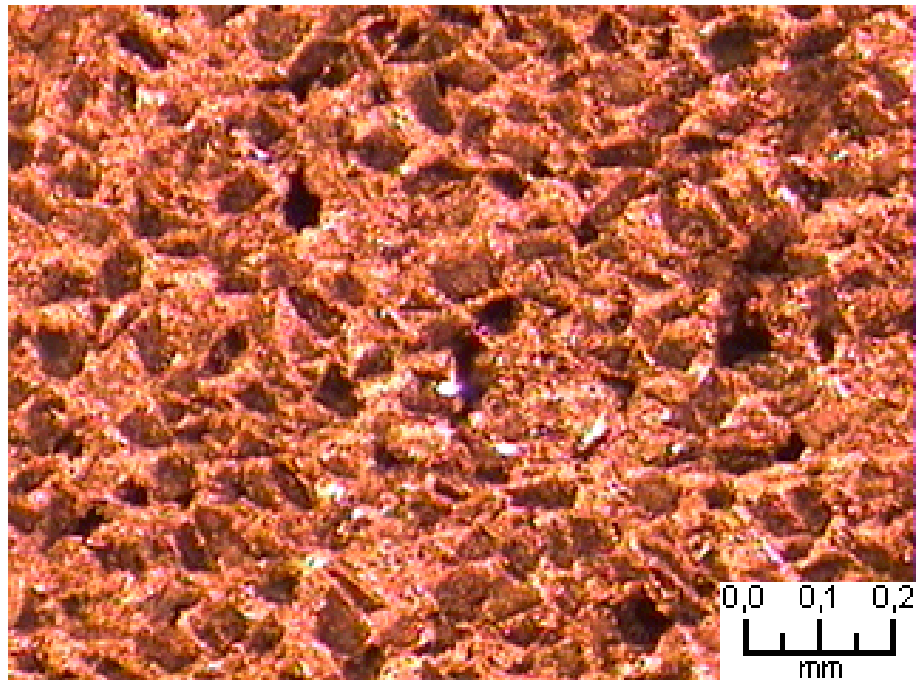
Figura 4.18 – Densidade dos compósitos obtidas por picnometria de gás hélio.

Comparando-se os dois métodos, as densidades determinadas pela técnica de picnometria de gás hélio apresentam valores inferiores às determinadas por imersão. As variações de densidades são de 9,70% para o SiC; 11,58% para o T10; 15,19% para o T20; 3,47% para o T30; 21,36% para o T40; 6,87% para o T50 e 11,43% para o talco. Pelos resultados apresentados no método da imersão em água observa-se que ocorreu infiltração completa pelo alumínio fundido ao longo de todas matrizes, porém, pelo método da picnometria de hélio conclui-se que ocorre a presença de porosidade residual presente provavelmente na liga metálica solidificada. As matrizes contendo 20% e 40% em massa de talco apresentaram maior fração desta porosidade, enquanto a matriz contendo 30% de talco apresentou maior fechamento.

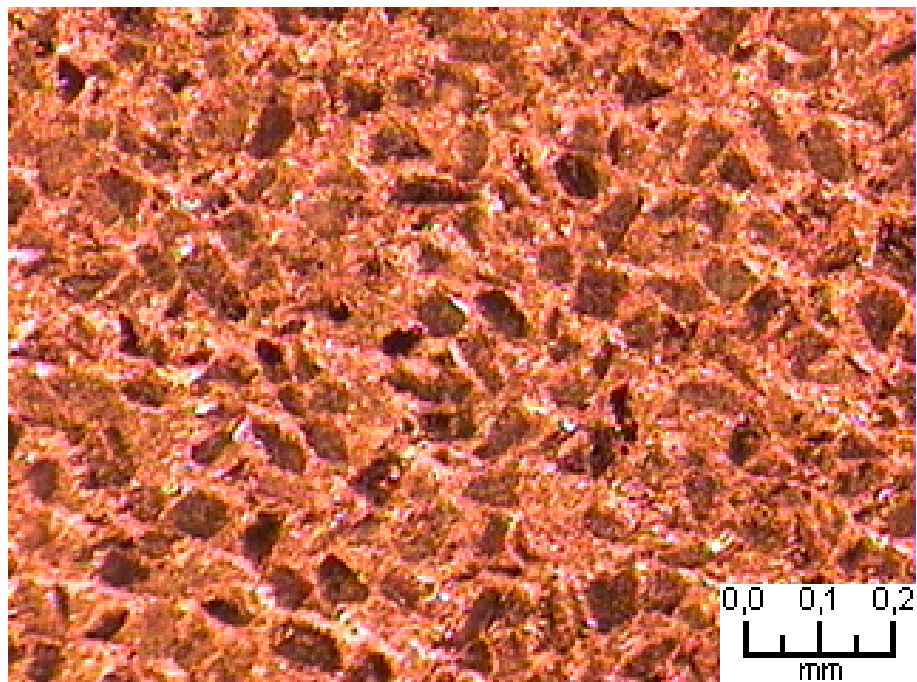
Ainda em estudo aos resultados apresentados nas Figuras 4.17 e 4.18 observam-se tendências no aumento das densidades reais dos compósitos com o aumento das frações de talco ao longo das matrizes. Apesar das composições T40 e T50 apresentarem maior porosidade em relação as demais composições, ocorreu menor penetração do metal fundido ao longo da matriz, resultando em menores proporções de alumínio nos compósitos e conseqüentemente maiores densidades.

4.11 Análise por microscopia ótica dos compósitos

Na Figura 4.19 são apresentadas as fotos das microscopias óticas dos compósitos obtidos por infiltração do alumínio nas matrizes estudadas. Nestas fotos ficam evidentes as partículas de carbeto de silício envolvidas pelo alumínio, confirmando o processo de infiltração das matrizes. Numa observação mais apurada, pode-se visualizar a presença de pequenos poros nas superfícies fotografadas.

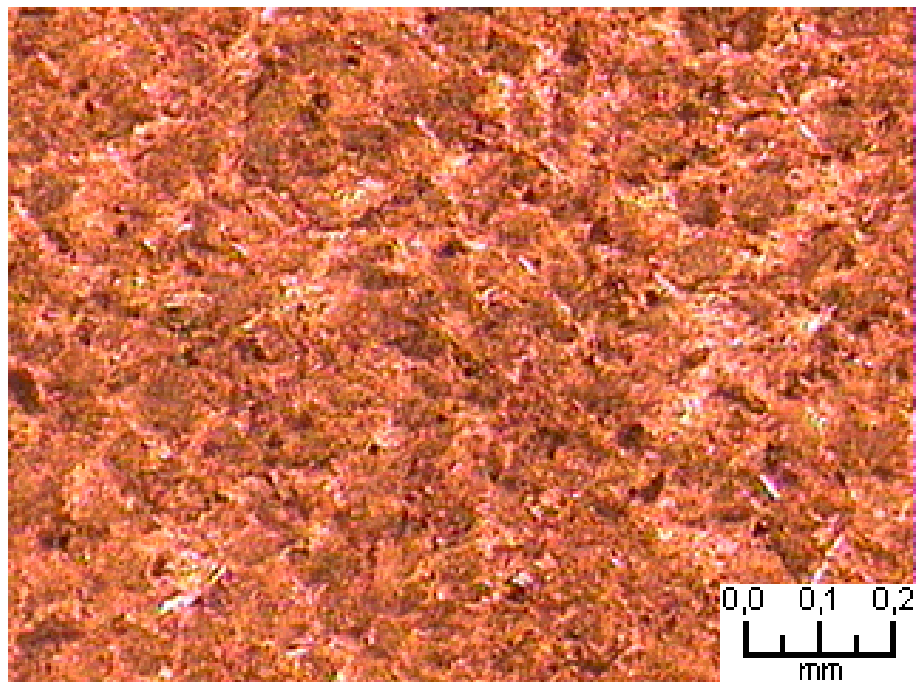


(a)

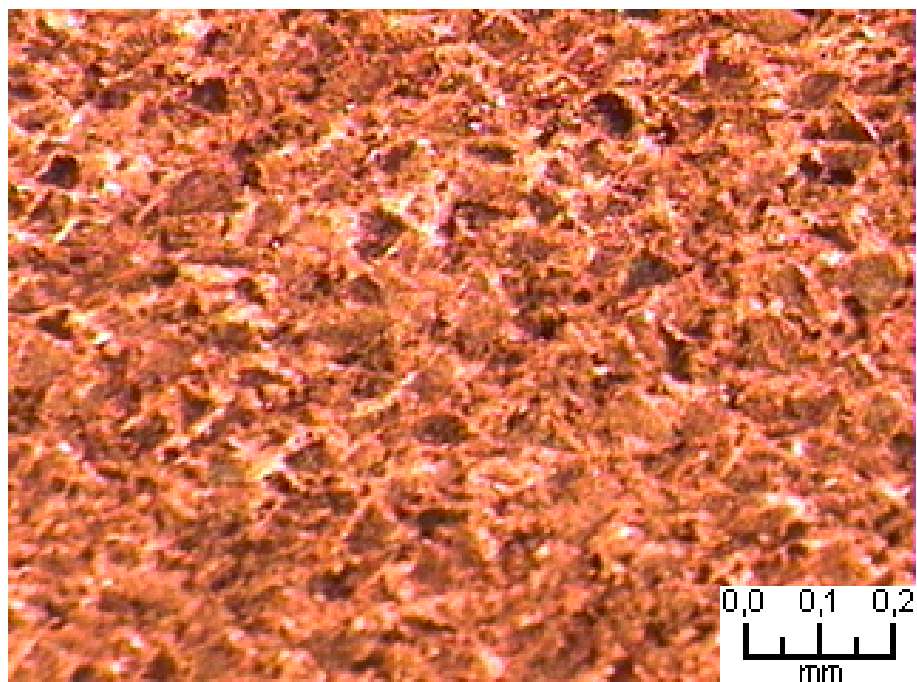


(b)

Figura 4.19 – Microscopia Ótica dos compósitos de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco.

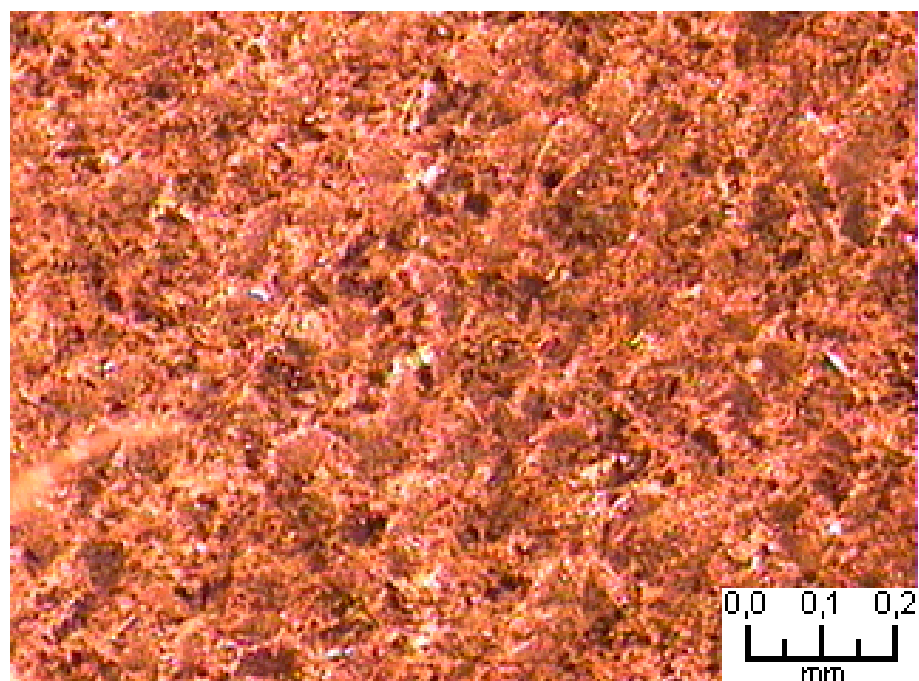


(c)

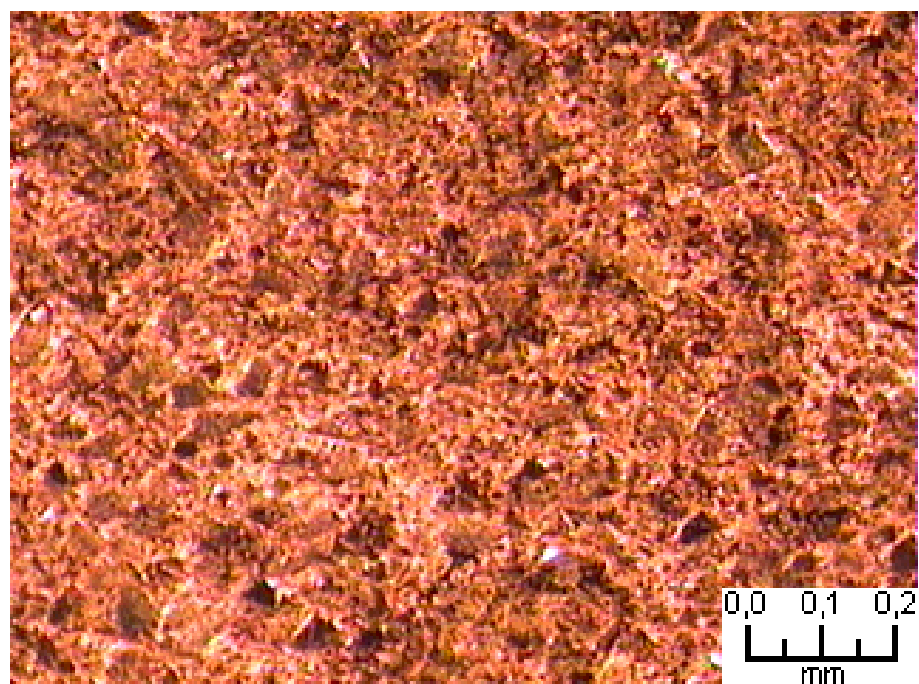


(d)

Figura 4.19 – Microscopia Ótica dos compósitos de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco (cont.).



(e)

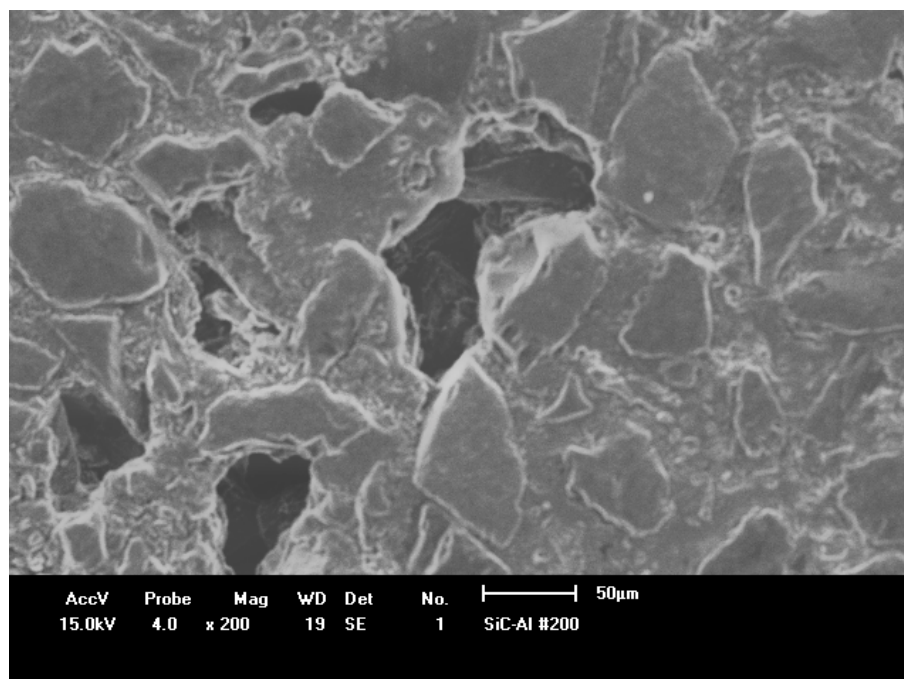


(f)

Figura 4.19 – Microscopia Ótica dos compósitos de: (a) carbetto de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco; (e) mistura contendo 40% em massa de talco; (f) mistura 50% em massa de talco (cont.).

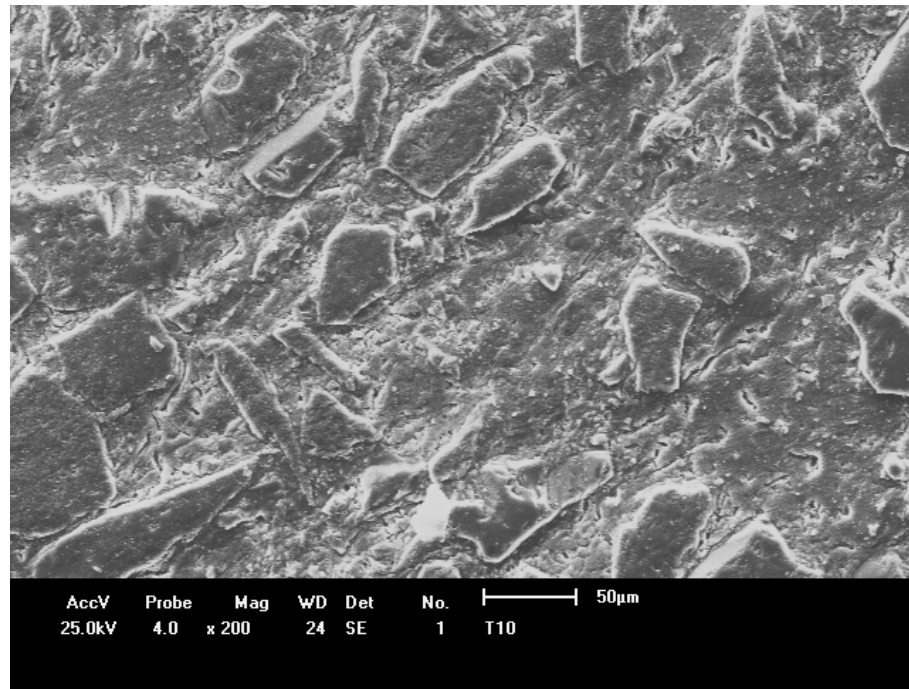
4.12 Microscopia eletrônica de varredura dos compósitos

Na Figura 4.20 são apresentadas as micrografias dos compósitos estudados. Nestas micrografias são reveladas as microestruturas das composições estudadas, mostrando as partículas de SiC envolvidas pelo alumínio. Como nas microscopias apresentadas na Figura 4.19, as amostras das composições T10, T20, T30, T40 e T50 apresentaram redução gradativa na fração de partículas de SiC ao longo da matriz. Nestas micrografias observam-se também a formação de uma fase contínua envolvendo as partículas do SiC, semelhante a microestrutura apresentada na imagem **g**. A imagem **h** apresenta a microestrutura ampliada do compósito de talco. Analisando-se o desgaste e arrancamento de partículas durante o lixamento e polimento destas amostras, observa-se maior resistência a estes processos nas matrizes contendo talco em sua composição original em relação a matriz de SiC puro.

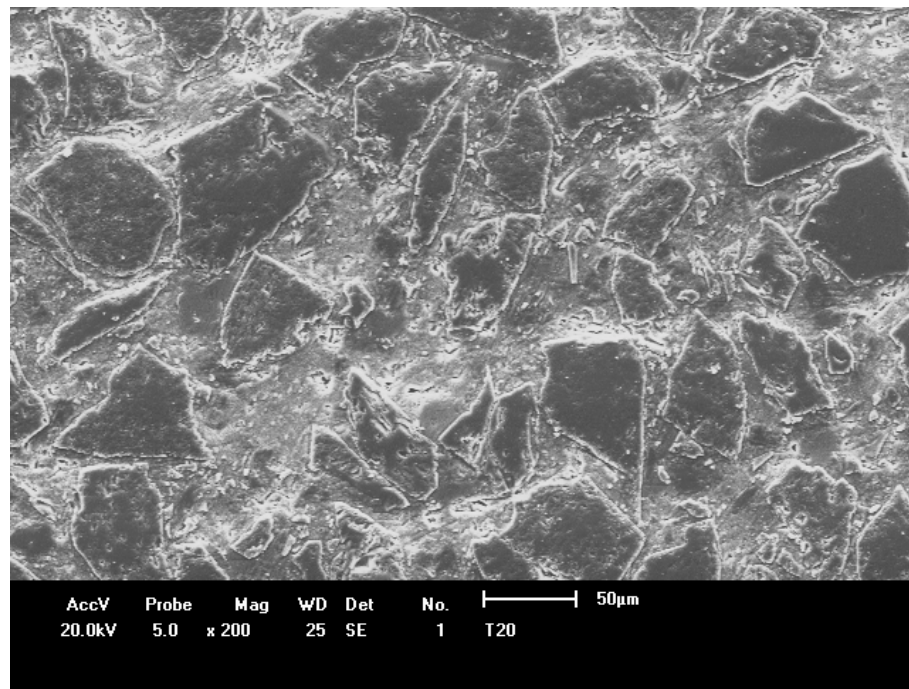


(a)

Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x.

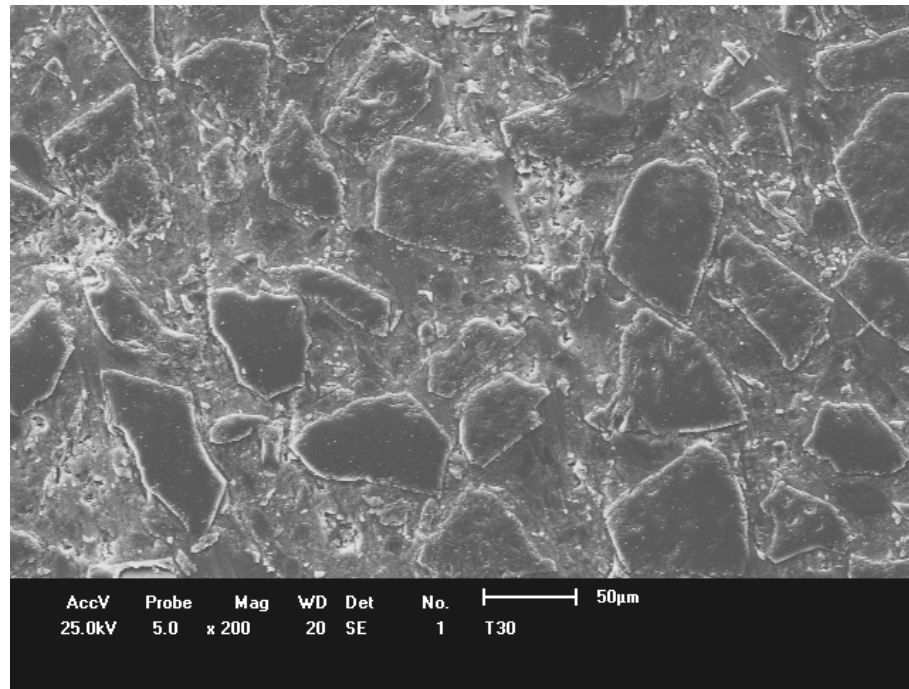


(b)

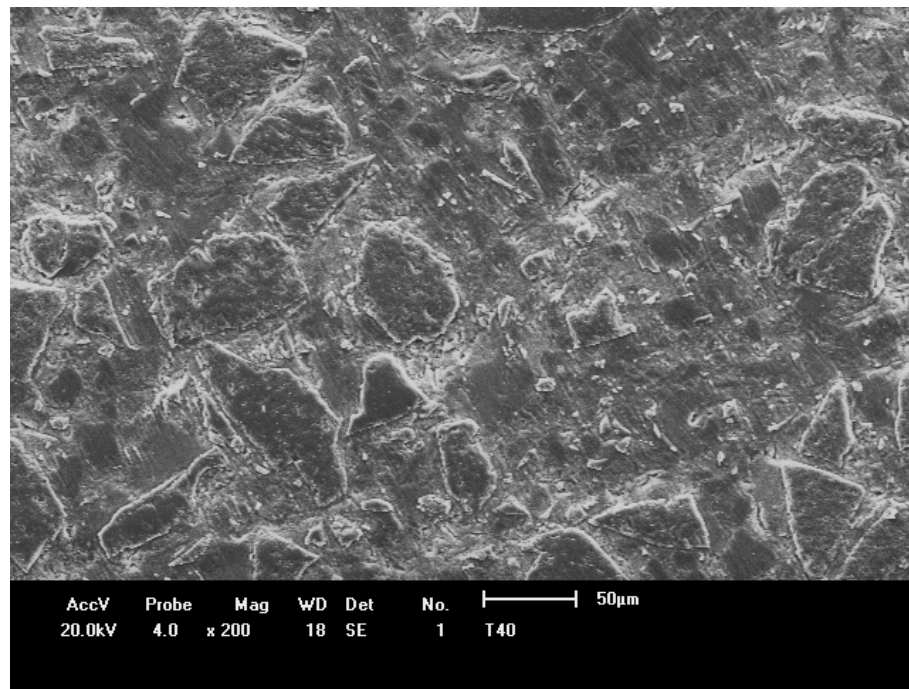


(c)

Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x (cont.).

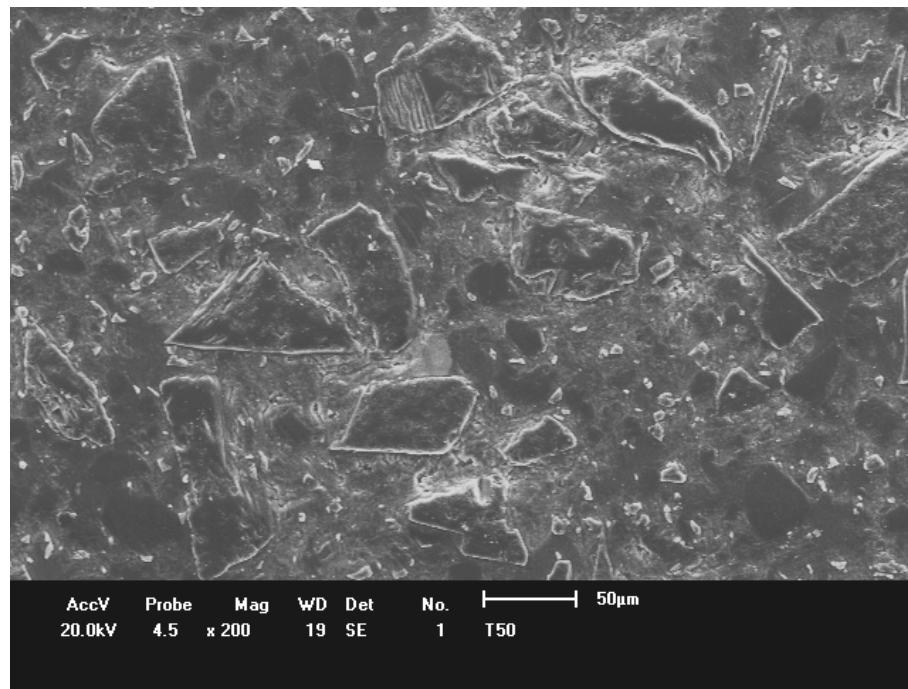


(d)

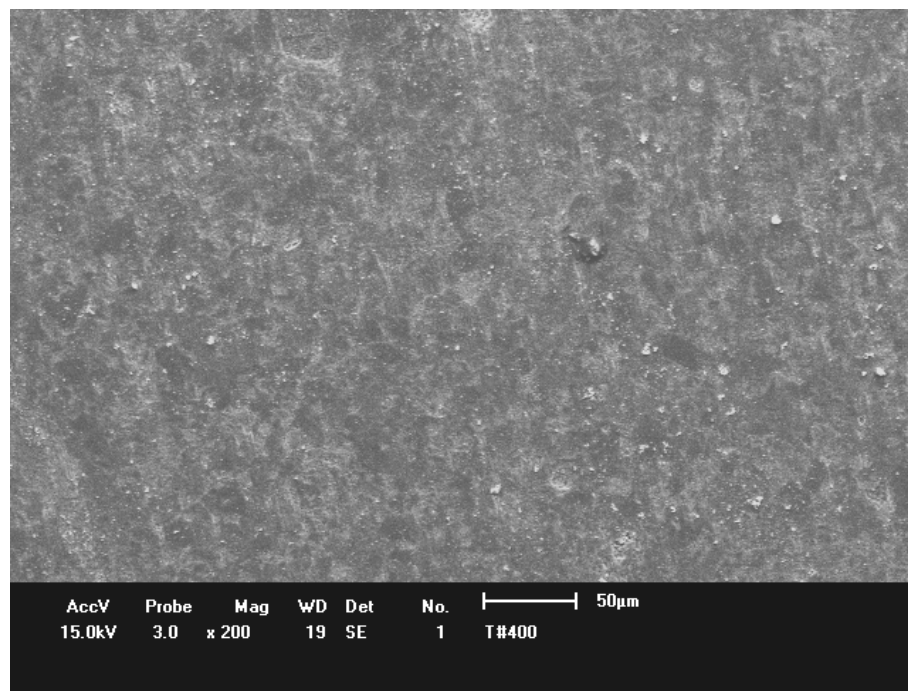


(e)

Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x (cont.).

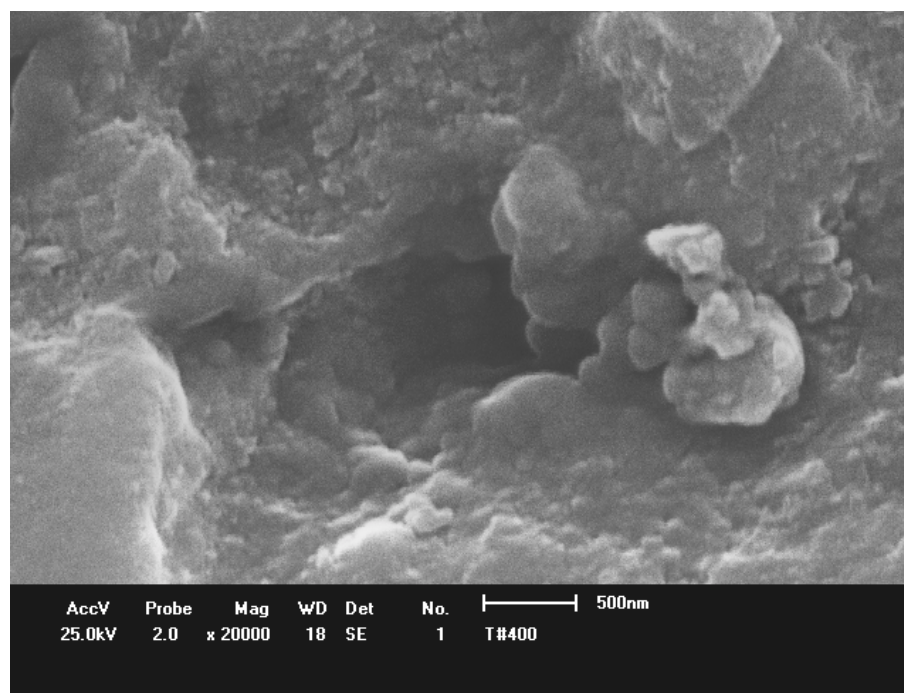


(f)



(g)

Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x (cont.).



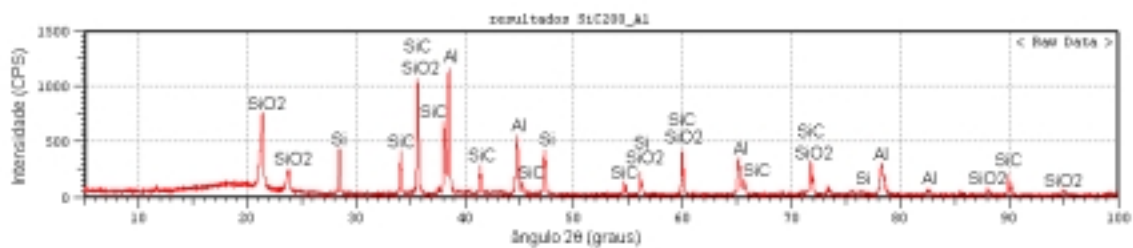
(h)

Figura 4.20 – MEV dos compósitos de: (a) SiC, 200x; (b) T10, 200x ; (c) T20, 200x; (d) T30, 200x; (e) T40, 200x; (f) T50, 200x; (g) talco, 200x; (h) talco, 20000x (cont.).

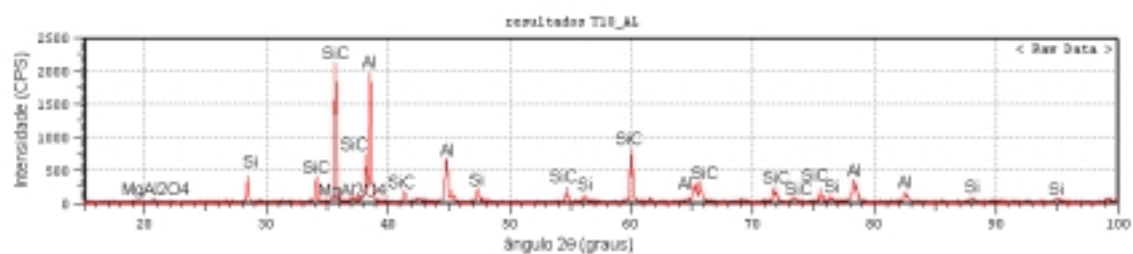
4.13 Análise por difração de Raios X dos compósitos

A Figura 4.21 apresenta os difratogramas de Raios X interpretados dos compósitos. Como suponha-se, no gráfico **a** (referente ao compósito de SiC-Al) estão presentes picos característicos de SiC e Al, além de picos de SiO₂ e de Si. Os picos de SiO₂ provavelmente resultam da oxidação de partículas de silício liberadas por degradação de SiC durante a infiltração e também da oxidação do silício presente na liga metálica durante o processo de infiltração. O silício isolado (Si), também conhecido por silício metálico pode aparecer como um subproduto da reação de aluminotermia da SiO₂ pelo alumínio fundido, vindo a gerar quantidades de Al₂O₃ não detectadas, ou seus picos característicos podem ter sido sobrepostos por outros picos de ângulos próximos e de maiores intensidades.

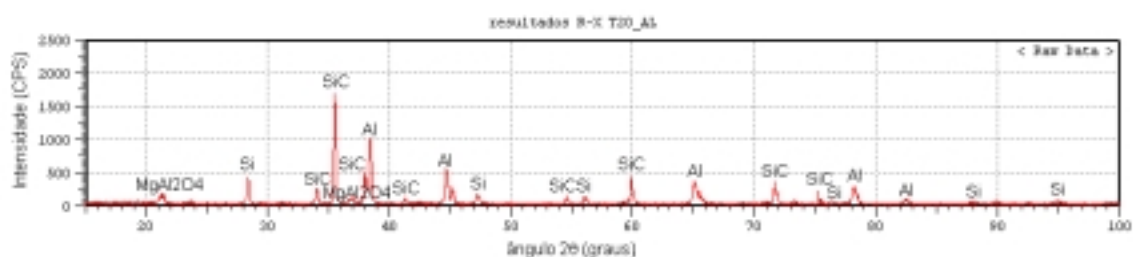
Nos gráficos de **b** a **f** foram detectados os picos característicos descritos anteriormente, fornecendo também picos de $MgAl_2O_4$ (aluminato de magnésio) em intensidades variáveis de acordo com a composição analisada. Estes picos de $MgAl_2O_4$ resultam da associação entre o MgO e o alumínio fundido durante a infiltração.



(a)

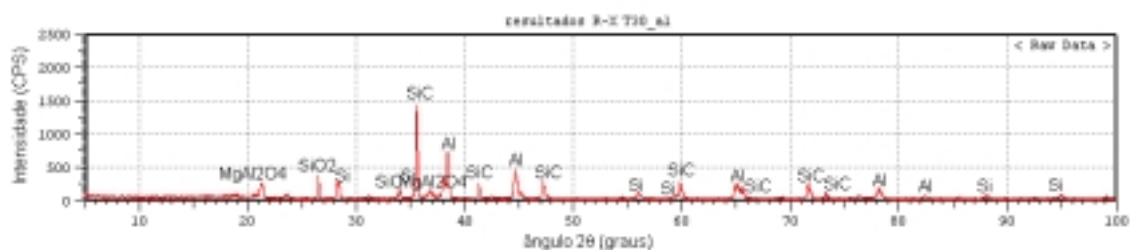


(b)

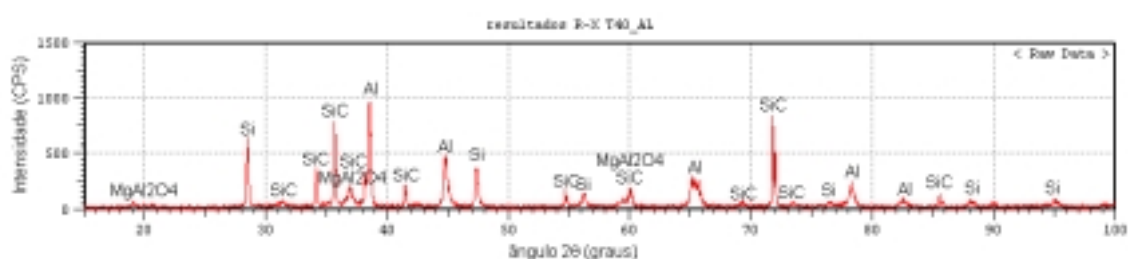


(c)

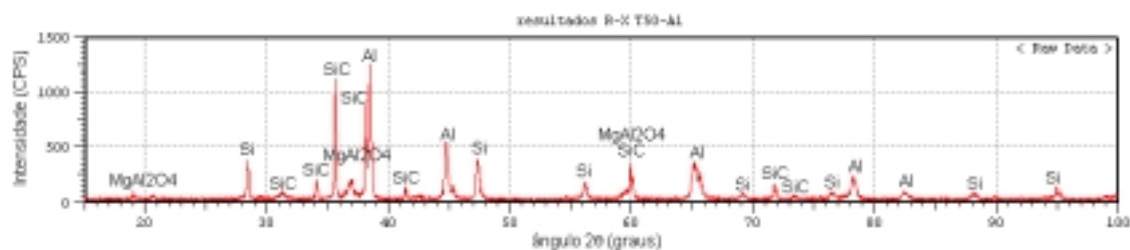
Figura 4.21 – Difratogramas de Raios X dos compósitos de: (a) carбето de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco;



(d)



(e)



(f)

Figura 4.21 – Difratomogramas de Raios X dos compósitos de: (a) carбето de silício; (b) mistura contendo 10% em massa de talco; (c) mistura contendo 20% em massa de talco; (d) mistura contendo 30% em massa de talco (cont.);

4.14 Análise por fluorescência de Raios X dos compósitos

A Tabela 4.4 apresenta os resultados quantitativos dos elementos constituintes dos compósitos de SiC, do talco e das composições estudadas, obtidos fluorescência de Raios X.

Nesta técnica de análise o elemento carbono não é um elemento detectável, desta forma, os resultados da Tabela 4.4 demonstram os elementos silício (Si) e magnésio (Mg) como predominantes, tanto nas matérias-primas

como nas composições das misturas, havendo um decréscimo no teor de Si e acréscimo no teor de Mg com o aumento das proporções das cargas de talco adicionadas inicialmente ao SiC. Os demais elementos presentes nos resultados obtidos por esta análise podem ser atribuídos a composição das matérias-primas empregadas, bem como, a possíveis erros intrínsecos de análise associados as calibrações e sensibilidade de detecção do equipamento empregado.

Tabela 4.4 – Análise quantitativa por Fluorescência de Raios X dos elementos químicos constituintes dos compósitos de carbetos de silício, do talco e das misturas do carbetos de silício contendo 10, 20, 30, 40 e 50% em massa de talco.

ELEMENTOS		COMPOSIÇÕES COMPÓSITOS						
		SiC	T10	T20	T30	T40	T50	Talco
Si	% Elem.	57,500	55,296	61,487	65,09	60,710	56,167	40,169
(Si ka)	Desvio	0,197	0,216	0,224	0,244	0,234	0,242	0,251
Al	% Elem.	41,474	41,895	36,498	32,477	36,665	40,853	54,645
(Al ka)	Desvio	0,207	0,237	0,224	0,235	0,24	0,265	0,348
Fe	% Elem.				0,169	0,188	0,236	0,402
(Fe ka)	Desvio				0,004	0,004	0,005	0,007
Ca	% Elem.				0,155	0,169	0,197	0,353
(Ca ka)	Desvio				0,018	0,019	0,02	0,024
Cu	% Elem.	0,779	1,773	1,410	1,744	1,502	1,998	3,768
(Cu ka)	Desvio	0,004	0,007	0,007	0,008	0,007	0,009	0,013
K	% Elem.		0,346	0,396		0,287		
(K ka)	Desvio		0,038	0,048		0,049		

Nos resultados apresentados na Tabela 4.4 observa-se redução no teor de silício (na forma de Si metálico, SiC ou SiO₂) e aumento na quantidade de alumínio (metálico ou na forma de Al₂O₃) em relação aos resultados obtidos com a mesma análise das pré-formas parcialmente sinterizadas apresentadas na Tabela 4.1.

Dentre os resultados apresentados não verifica-se a presença de magnésio (em forma de MgO) como nos resultados obtidos pela interpretação dos picos de difração de Raios X da Figura 4.21 dos compósitos, sendo baixas as intensidades de fases que contém este óxido ou podendo estar sobrepostas por outras fases.

4.15 Módulo de ruptura dos compósitos

No gráfico da Figura 4.22 são apresentados os valores comparativos de módulo de ruptura no ensaio de flexão em três pontos dos compósitos obtidos e de suas matrizes porosas parcialmente sinterizadas.

As frações no aumento de resistência a flexão dos compósitos em relação as matrizes porosas foram de aproximadamente: 226x para o SiC, 227x para a T10, 322x para a T20, 257x para a T30, 310x para a T40, 243x para a T50 e de 66x para o talco puro.

Os módulos de ruptura mostrados na Figura 4.22 apresentam-se maiores nos compósitos obtidos a partir das matrizes contendo talco nas composições iniciais em relação ao compósito de SiC. Os maiores módulos de ruptura foram obtidos para as composições T20, T30, T40 e T50 com porosidades aparentes de 36,11%, 36,22%, 37,13% e 40,16%, respectivamente, apesar destas porosidades serem menores do que as porosidades apresentadas pelo SiC 200, T10 e Talco. Este comportamento pode ser explicado baseando-se nas propriedades da liga metálica utilizada para o processo de infiltração.

Apesar da liga binária eutética de Al-Si utilizada neste estudo apresentar boa fusibilidade com formação de pouca quantidade de escória sobre o metal fundido e boa fluidez quando mantida a temperatura de trabalho de 850°C, esta liga apresentou porosidade residual comparada ao alumínio puro, ao solidifica-se. Este fato demonstra que, apesar da liga apresentar as características ideais para a infiltração nas condições da metodologia empregada, a possível presença de microporosidade (não revelada nas caracterizações efetuadas) do alumínio nos compósitos tende a atribuir um aumento de fragilidade dos compósitos obtidos com as pré-formas de maior

porosidade e que admitiram a infiltração de maior quantidade de alumínio durante a infiltração.

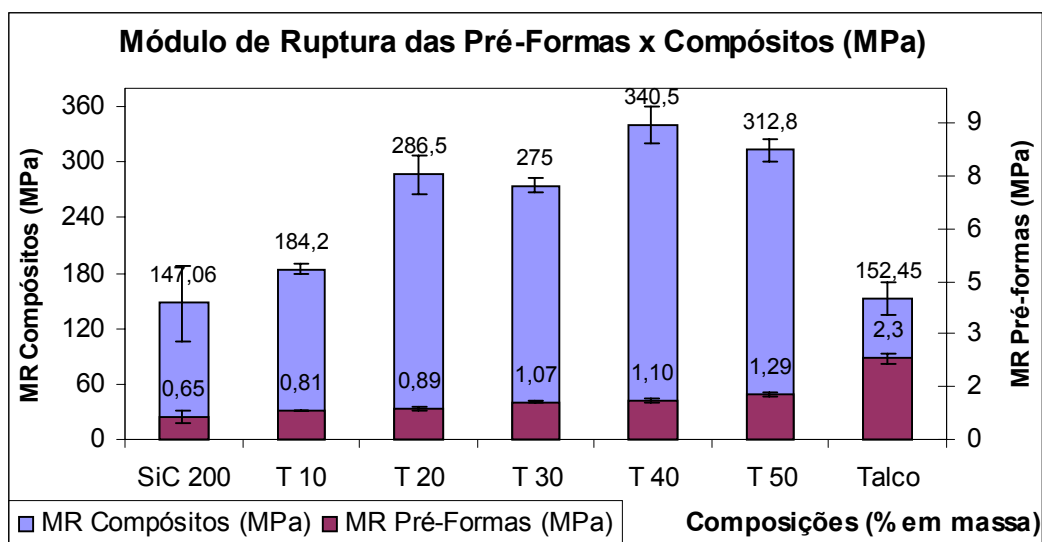


Figura 4.22 – Módulo de Ruptura no ensaio de flexão em três pontos das pré-formas e dos compósitos.

4.16 Microdureza Vickers dos compósitos

Baseado em estudos anteriores [23] tentou-se medir a dureza Brinell dos compósitos obtidos. A aparente fragilidade apresentada pela liga binária de Al-Si em relação ao alumínio puro durante o processo de solidificação após a infiltração ocasionou trincas e fraturas na região da indentação com a aplicação da carga durante o ensaio, não permitindo a determinação da dureza por este método. Devido a este fato, optou-se em determinar-se a microdureza da secção transversal central previamente preparada dos compósitos. Na análise de microdureza foi utilizada uma carga de 2 Kg sob um tempo de aplicação de 30 segundos. Os resultados obtidos demonstrados no gráfico da Figura 4.23 originaram-se da média entre 5 pontos medidos ao longo da secção descrita.

A Figura 4.24 apresenta o gráfico obtido com os resultados das microdurezas dos compósitos em estudo.

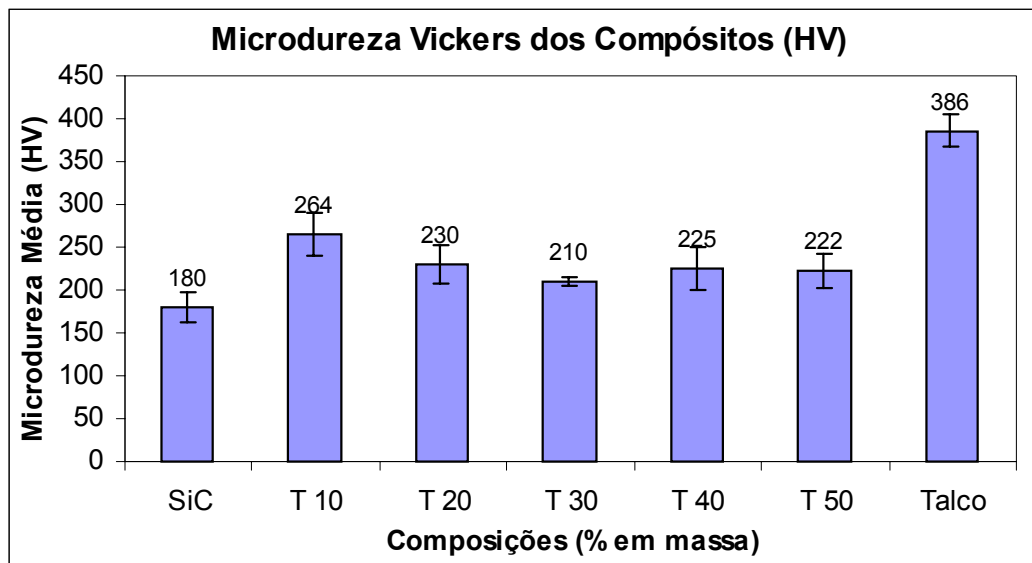


Figura 4.23 – Microdureza Vickers dos compósitos.

Considerando-se a presença da fase contínua (Figura 4.20) formada entre o alumínio e a enstatita ao redor das partículas de SiC nos compósitos estudados durante a infiltração, pode-se sugerir que esta fase contínua apresenta-se dura e com baixa resistência mecânica. O aumento de talco na composição das matrizes aumentam a proporção desta fase, e consequentemente resultam em maiores microdurezas.

5 CONCLUSÕES

As técnicas de preparação do carbetto de silício (SiC) utilizadas neste trabalho foram eficientes na separação dos tamanhos de partículas, permitindo uma avaliação melhor do talco como aditivo na composição inicial da matriz cerâmica.

Apesar das limitações no processo de confecção dos corpos de prova porosos e das dificuldades de controle dos parâmetros da infiltração, exigindo muita atenção e cuidado, foram obtidos com êxito os compósitos das diversas composições estudadas neste trabalho.

As análises microestruturais dos compósitos estudados revelaram infiltração completa pelo alumínio fundido ao longo das matrizes durante o “squeeze casting”.

Os compósitos obtidos apresentaram módulo de ruptura significativamente superior ao das matrizes porosas. Todos os compósitos contendo talco em sua composição inicial apresentaram módulos de ruptura superiores ao do compósito obtido a partir apenas da matriz de carbetto de silício, comprovando sua influência nas propriedades mecânicas dos compósitos de matriz cerâmica de carbetto de silício. O efeito do talco como aditivo nas composições iniciais das matrizes apresentou-se mais pronunciado nas composições contendo 40 e 50% em massa deste minério.

Comprovando ainda a influência deste aditivo nas propriedades finais do material obtido, destaca-se os maiores valores de microdureza dos compósitos com as composições T10, T20, T30, T40 e T50 em relação ao compósito de SiC.

Além dos resultados obtidos e já discutidos, este trabalho proporcionou a observação e o registro de situações e procedimentos envolvidos com o processo de infiltração e que poderão auxiliar em trabalhos futuros que venham utilizar a metodologia da infiltração por “Squeeze Casting” para a obtenção de compósitos cerâmicos-metálicos de matriz cerâmica (CMC).

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Aperfeiçoar as técnicas e os equipamentos utilizados para a obtenção dos compósitos cerâmicos-metálicos de matriz cerâmica.

Confeccionar corpos de prova porosos de seções mais complexas a partir das composições estudadas, com a finalidade de obter-se peças e elementos de máquinas que exijam propriedades mecânicas semelhantes as propriedades obtidas neste estudo.

Estudar as propriedades térmicas, elétricas e magnéticas dos compósitos obtidos para sugerir possíveis aplicações destes materiais como dissipadores de calor em circuitos eletrônicos.

Obter compósitos a partir de matrizes com as mesmas composições estudadas e alumínio fundido puro, determinando a influência da composição da liga nas propriedades finais dos compósitos obtidos.

Determinar a influência da reação de aluminotermia entre o alumínio fundido e pré-formas contendo sílica nas propriedades finais dos compósitos obtidos.

Estudar as interações físicas que ocorrem na interface entre o alumínio e o carvão de silício e a influência do talco nestas interações.

Estudar as propriedades eletroquímicas dos compósitos obtidos.

Estudar a influência de ambientes inertes na infiltração dos compósitos e em tratamentos térmicos que venham otimizar as propriedades dos mesmos.

7 REFERÊNCIAS

- [1] EJIOFOR, J.U., REDDY, R.G. ***Developments in the Processing and Properties of Particulate Al-Si Composites***. The Minerals, Metals & Materials Society. JOM, 49 (11), pp. 31-37, 1997.
- [2] CHAWLA, K.K. ***Ceramic Matrix Composites***. Chapman & Hall, 1ª Ed. Londres, 1993.
- [3] TRAVITZKY, N.A. ***Microstructure and Mechanical Properties of Alumina/Copper Composites Fabricated by Different Infiltration Techniques***. Materials Letter, p. 114-117, 1998.
- [4] MATTHEWS, F. L. and RAWLINGS, R. D. ***Composite Materials: Engineering and Science***. Chapman & Hall. 1994.
- [5] CHAWLA K., Krishan. ***Composite Materials, Science and Engineering***. Springer-Verlag NY. 1987.
- [6] CORDOVILLA C. G., LOUIS E., NARCISO J. ***Pressure infiltration of packed ceramic particulates by liquid metals***. Acta Mater. Vol. 47, 18, pp. 4461-4479. Acta Metallurgica Inc. 1999.
- [7] HWU, Boq-Kong, LIN, Su-Jien, JAHN, Min-Tem. ***Effects of Process Parameters on the properties of Squeeze-Cast SiCp-6061 Al Metal-Matrix Composite***. Materials Science & Engineering A. A207, 1996, pp.135-141.
- [8] CHUNG, Wen-Sheng; LIN, Su-Jien. ***Ni-Coated SiCp Reinforced Aluminum Composites Processed by Vacuum Infiltration***. Materials Research Bulletin, vol.31, nº 12, pp. 1437-1447, 1996.

[9] **SiC composite**

Disponível em: <<http://composite.about.com/library/glossary/s/bldef-s5145.htm>>.

Acesso em: 10 de janeiro de 2005.

[10] **Squeeze Casting**

Disponível em : <<http://www.rrlbpl.org/squeezin.html>>.

Acesso em: 10 de janeiro de 2005.

[11] COUPARD, D.; GONI, J.; SYLVAIN, J.F. **Fabrication and Squeeze Casting infiltration of Graphite/Alumina Preforms**. Journal of Materials Science, nº.34, pp.5307-5313, 1999.

[12] OHNABE, Hisaichi; MASAKI, Shoju; ONOZUKA, Masakazu; MIYAHARA, Kaoru; SASA, Tadashi. **Potencial Application of Ceramic Matrix Composites to Aero-Engine Components**. Composites, part A, nº 30, pp 489-496, 1999.

[13] **SiC Composites**

Disponível em: <<http://composite.kaist.ac.kr/cgi-bin/reseng.pl?packaging>>.

Acesso em 10 de janeiro de 2005.

[14] **Talco**

Disponível em: <<http://www.brasilcerâmica.com.br>>. Ano I, nº02, junho de 2005.

Acesso em: 19 de junho de 2006.

[15] MIELCAREK, W.; NOWAK-WOŹNY, D.; PROCIÓW, K. **Correlation between MgSiO₃ phases and mechanical durability of steatite ceramics**. Journal of the European Ceramic Society. Vol. 24. Dec. 2004, Pages 3817-382.

[16] SCHRADER, H.; BOYSEN, H.; FREY, F.; CONVERT, P. **On the phase transformation proto- to clino-/orthoensstatite: Neutron powder**

investigation. Journal Physics and Chemistry of Minerals. Vol. 17. Nº 5. Dec. 1990 Pages 409-415.

[17] BOYD, F. R.; SCHAIRER, J. F. **The System $MgSiO_3$ - $CaMgSi_2O_6$.** Journal of Petrology. Vol. 5. Nº 2. 1964. Pages 275-309.

[18] MARUCHIN, S. **Projeto de Qualificação Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais-UEPG,** 2004.

[19] **Aluminio e suas ligas**

Disponível em: <http://www.infomet.com.br/h_aluminio.php>.

Acesso em: 10 de janeiro de 2007.

[20] **Liga Al-Si**

Disponível em: <http://www.infomet.com.br/al_si.php>.

Acesso em 10 de janeiro de 2007.

[21] TIMINGS, R. L. **Engineering Materials.** Longman, vol 1, 2ª ed. Edinburg Gate-England, 1998, p. 160-162.

[22] KOTHANDARAMAN, C.P.; SUBRAMANYAM, S. **Heat and Mass Transfer Data Book.** 6ª Edição. Ed. New Age International, Nova Deli – Índia, 2007, p. 1-12.

[23] GAY, A.G. **Ciência dos Materiais.** 1ª edição, Trad. J.R.G. da Silva, Ed. Livros Técnicos e Científicos S.A., Flórida, 1.975, p. 131-133.

[24] VLACK, L. H. V. **Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais.** Trad. Edson Monteiro. 5ª ed.. Rio de janeiro – RJ. Editora Campus, 1984.

[25] VLACK, L. HV. **Propriedades dos Materiais Cerâmicos.** Trad. C. Silveira e S. Oniki, Ed. Edgard Blücher Ltda., Michigan, 1.973. 1ª edição.

[26] SABINO, N.; FREITAS, N. **Estudo da Influência da Alumina e do Caulim Campo Alegre em Compósitos de Carbetos de Silício/Alumínio**. TCC - UEPG. Ponta Grossa, 2003, 40 p.

[27] O'BRIEN, R. L. **Ch. 29 - Other Welding Processes**. Welding Handbook, 8 th. Ed., Miami: AWS, 1991, p.892-899.

[28] **Aluminotermia**

Disponível em: <www.wikipedia.org/wiki/processo_de_goldschmidt.html>.

Acesso em: 21 de janeiro de 2007.

[29] **Processo aluminotérmico**

Ch. 5 - Welding And Cutting Equipment.

Disponível em: <www.machinist.org/army_welding/Ch5.htm>.

Acesso em: 22 de março de 2007.

[30] **Reação do alumínio**

SHERIDAN, William D. Reference Data Sheet for Aluminum. Meridian One Consulting Engineers, 1996.

Disponível em: <<http://www.mcs.com>>.

Acesso em: 22 de março de 2007.

[31] NADAL F.C.N. **Estudo da viabilidade de infiltração de alumínio fundido em pré-formas cerâmicas**. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Ponta Grossa, 101 p, 2004.

[32] SANTOS, P.S. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 2ª edição, Ed. Edgar Blucher Ltda, São Paulo. Volume 1, pag. 175-209.

[33] SVAROVSKY, L. POWDER TESTING GUIDE – **Methods of Measuring the Physical Properties of Bulk Powders**. Editado: British Materials Handling Board. Distribuido: Elsevier Applied Science. Londres e Nova Iorque, 1987. p 23-29.

[34] **Picnometro de Gás Hélio QUANTACHROME INSTRUMENTS - ULTRAPICNOMETRO – Modelo 1000**. Manual de Operação.

[35] SKOOG, D.A.; HOLLER,F.J.; NIEMAN,T.A. **Princípios de Análise Instrumental**. 5ªed. Porto Alegre:Bookman, 2002.

[36] **DTA, DSC e TG**

Disponível em: <<http://www.aga.com.br>>.

Acesso em: 13 de dezembro de 2004.

[37] **X-ray**

FLOHR, M. J. K. X-ray powder diffraction.

Disponível em: <<http://pubs.usgs.gov/info/diffraction/html/>>.

Acesso em: 11 dez. 2004.

[38] GARCIA, A.;SPIN, J.A.; SANTOS, C.A. **Ensaaios dos Materiais**. Rio de Janeiro: Editora LTC S.A. Cap 4 e 6.

[39] PADILHA, Ângelo F. **Técnicas de Análise Microestrutural**. São Paulo, editora Hermus Limitada.

[40] GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHLIN, P.; JOY, D. C.; ROMIG JR, A. D.; LYMAN, C. E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 2nd. ed. New York: Plenum Press, 1992.

[41] **Characterisation techniques**

Disponível em: <<http://www.chm.bris.ac.uk/pt/diamond/stuthesis/chapter2.htm>>.

Acesso em: 14 de dezembro 2004.

[42] HANSE, J. D.; RUSIN, R. P.; TENG, M. H.; JOHNSON, D. L. **Combined-stage sintering model**. Journal American Ceramic Society, v. 75, n. 5, p. 1129-1135, 1992.

[43] MALISKA, A. M. **Microscopia eletrônica de varredura e microanálise**. LABMAT – UFSC. 2003. 98 p.

[44] SUBBARAO, E.C.; CHAKRAVORTY, D.; MERRIAN, M. F. e SINGHAL, L.K. **Experiências de Ciência dos Materiais**. Tradução José Roberto Gonçalves da Silva. São Paulo, Editora da USP, 1973, p. 206-210, 6ª edição.

[45] CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica: Estrutura e Propriedades das Ligas Metálicas**. 2ª edição. São Paulo, Editora McGraw-Hill, LTDA, 1986. Volume 1, p 134–151.

[46] TSUZUKI, Y. e NAKGASAWA, K.J. Earth Sci. 5, 1958,153p.

8 ANEXOS

8.1 Técnicas de caracterizações utilizadas

No desenvolvimento do trabalho foram utilizadas várias técnicas de caracterizações para descrever as propriedades e características físico-químicas das matérias primas, das pré-formas e dos materiais compósitos finais obtidos. Algumas destas técnicas são descritas sem maiores detalhes nos itens abaixo.

8.1.1 Distribuição de tamanho de partículas

Esta análise baseia-se na distribuição granulométrica das partículas constituintes de um sistema sólido aglomerado, agregado ou em pó. As partículas que constituem um sistema sólido não apresentam um tamanho e formato único e bem definido (salvo em alguns casos especiais de pesquisa), fazendo-se necessário desta forma, conhecer-se a distribuição destas partículas em uma faixa de tamanho. É de fundamental importância o conhecimento das faixas de distribuição de tamanhos de partículas de um dado sistema sólido em pó, pois baseando-se nestas distribuições é possível explicar o nível de agregação das partículas na produção dos mais variados corpos de ensaios e produtos cerâmicos ou metálicos (metalurgia do pó), e como esta interação intergranular irá influenciar o comportamento físico (principalmente resistência mecânica) do material em estudo ou em produção. A distribuição de pós geralmente é expressa em porcentagem e o tamanho médio das partículas é apresentado em μm . A distribuição de tamanho de partículas pode ser determinada mecanicamente e manualmente em série de peneiras (partículas agregadas e/ou aglomeradas) ou automaticamente (pós) em equipamento apropriado. Na difração a laser são medidas as dispersões do feixe de luz monocromática incidente sobre as partículas analisadas, assumindo formato esférico para estas [33].

As análises das partículas de carbeto de silício e de talco utilizados na confecção dos corpos de prova cerâmicos utilizados neste trabalho foram efetuadas em granulometro a laser CILAS 920N.314 do LIMAC-UEPG.

8.1.2 Picnometria de Gás Hélio

A picnometria de gás Hélio é específica para medir o volume e a densidade real de objetos sólidos. Isto é conseguido empregando-se o princípio de Arquimedes do deslocamento de fluídos e a lei de Boyle para determinar o volume. O fluído deslocado deve ser um gás inerte o qual pode penetrar totalmente nos poros mais finos, assegurando máxima precisão. Por esta razão o hélio é recomendado, pois suas dimensões atômicas pequenas garantem penetração em cavidades e poros de aproximadamente 0,25 nm em diâmetro. Este comportamento como um gás ideal também é desejável.

Outros gases como nitrogênio podem ser usados freqüentemente sem diferenças mensuráveis. Uso de nitrogênio ou SF₆ é indicado quando hélio é capaz de penetrar a estrutura sólida (tais como em polímeros de baixa densidade e materiais de origem vegetal).

Considerando-se as variáveis de estado do picnometro vazio e com o gás, chega-se em sua equação de trabalho (8.1):

$$V_p = V_c + \frac{V_A}{1 - \frac{P_2}{P_3}} \quad (8.1)$$

Onde:

V_p = Volume da amostra sólida

V_c = Volume do porta-amostra lacrado

V_A = Volume adicionado ao porta-amostra

P_2 = Pressão superior a ambiente

P_3 = Pressão de queda com a abertura da válvula solenóide do porta-amostra

O equipamento calibra V_A executando duas pressurizações, uma com o porta-amostra vazio ($V_p = 0$) e outra com a esfera de calibração V_{cal} no

porta-amostra. O equipamento calibra V_c para o porta-amostra contendo a amostra fechada e a esfera de volume V_{cal} apropriadamente calibrada [34].

Para a determinação da densidade real das pré-formas parcialmente sinterizadas e dos materiais compósitos utilizou-se um ULTRAPICNOMETRO QUANTACHROME INSTRUMENTS Modelo 1000 do LIMAC-UEPG.

8.1.3 Análise Térmica Diferencial (ATD) e Análise Termogravimétrica (ATG)

É um grupo de técnicas nas quais propriedades físicas de uma substância e/ou de seus produtos de reação são medidas enquanto a substância é submetida a uma variação de temperatura controlada e programada. Os principais métodos de análise térmica são: termogravimétrica (ATG), análise térmica diferencial (ATD) e calorimetria exploratória diferencial (CED, mais conhecida pela sigla em inglês DSC).

Em uma análise termogravimétrica, a massa de uma amostra em uma atmosfera controlada é registrada continuamente como uma função da temperatura ou do tempo à medida que a temperatura da amostra aumenta (em geral, linearmente com o tempo).

A análise térmica diferencial (ATD) é uma técnica térmica onde a temperatura de uma amostra, quando comparada com a de um material termicamente inerte, é registrada em função do tempo, à medida que a amostra é aquecida ou arrefecida, a uma velocidade constante.

A calorimetria de varredura diferencial (DSC), é considerada uma importante técnica na caracterização das estruturas cristalinas ocorridas em um material em função da temperatura. As transições de fase são acompanhadas por alterações na entalpia do composto, decorrentes de quebra ou formação de ligações ou simplesmente de rearranjos na estrutura cristalina [35].

As técnicas de ATD e CED apresentam como principais vantagens: rapidez e versatilidade, pequena quantidade de amostra, estudo em aquecimento e em resfriamento (dependendo do equipamento utilizado), estudo de diversos tipos de reações, estudos cinéticos [36].

As análises termogravimétrica (ATG) e térmica diferencial (ATD) das composições estudadas do compósito foram executadas em um DTA NETZSCH modelo STA 409 EP, com controlador TASC 414/3 do LIMAC-UEPG.

8.1.4 Difração de Raios X

Os Raios X constituem uma radiação eletromagnética de comprimento de onda curto produzida pela aceleração ou desaceleração de elétrons de alta energia ou pelas transições de elétrons dos orbitais internos dos átomos. O intervalo de comprimentos de onda dos Raios X vai de cerca de 10^{-5} Å até 100 Å.

Quando um feixe de Raios X atinge a superfície de um cristal em um ângulo θ , uma parte é espalhada pela camada dos átomos na superfície. A porção do feixe não-espalhada penetra a segunda camada de átomos onde novamente uma fração é espalhada, e o restante passa para a terceira camada. O efeito cumulativo desse espalhamento pelos centros regularmente espaçados no cristal é a difração do feixe.

As condições necessárias para a difração de Raios X são: o espaçamento entre as camadas de átomos deve ser aproximadamente o mesmo que o comprimento de onda da radiação e os centros espalhadores devem estar espacialmente distribuídos em um arranjo altamente regular.

Quando um feixe de raios X incide numa amostra e é difratado, podem-se medir as distâncias entre os planos dos átomos que constituem a amostra aplicando a Lei de Bragg na equação 8.2 (deduzida por W.L.Bragg em 1912):

$$n\lambda = 2d\sin\theta_i \quad (8.2)$$

Onde:

n = é a ordem do feixe difratado;

λ = é o comprimento de onda do feixe de raios X incidente;

d = é a distância entre planos adjacentes dos átomos;

θ_i = ângulo de incidência do feixe de raios X [37].

Em uma análise de rotina do pó a difração de Raios X fornece as seguintes informações sobre o composto: identidade - cada composição cristalina tem seu conjunto de picos de difração próprios para ângulos de difração específicos; pureza - se o composto consiste de uma única fase ou mistura de fases; cristalinidade - refletindo o tamanho ou perfeição do cristalito derivado do alargamento do pico de difração; tamanho, forma aproximada ou forma qualitativa - podem ser deduzidas; parâmetros de rede - juntos com a análise química indicam o tipo e soma de substituição na estrutura. [35]

A caracterização estrutural dos pós das composições estudadas e do compósito obtido serão feitas à temperatura ambiente utilizando-se um difratômetro de Raios X SHIMADZU Modelo XRD 6000 do LIMAC-UEPG.

8.1.5 Ensaio de resistência à flexão

Consiste na aplicação de uma carga crescente em determinados pontos de uma barra de geometria padronizada. Mede-se o valor da carga versus a deformação máxima. É um ensaio muito utilizado na indústria de cerâmicas e metais duros, como ferro fundido, aço ferramenta e aço rápido, pois fornece dados quantitativos da deformação destes materiais, quando sujeitos a carga de flexão. Os materiais dúcteis, quando sujeitos a este tipo de carga, são capazes de absorver grandes deformações, ou dobramento, não fornecendo resultados quantitativos confiáveis. Nesses casos, utiliza-se ensaio de dobramento.

Existem dois tipos principais desse ensaio: o *ensaio de flexão em três pontos* e o *ensaio de flexão em quatro pontos*. Os principais resultados do ensaio são: módulo de ruptura em flexão, módulo de elasticidade, módulo de resiliência, módulo de tenacidade.

É um ensaio bastante empregado para o controle das especificações mecânicas de componentes. Os resultados fornecidos pelo ensaio de flexão podem variar com a temperatura, a velocidade de aplicação da carga, os defeitos superficiais e as características microscópicas e, principalmente, com a geometria da seção transversal da amostra [38].

Os ensaios de flexão em três pontos das pré-formas parcialmente sinterizadas foram executados em um flexímetro NANNETTI modelo FM-96 e dos corpos de prova infiltrados foram realizados em uma Máquina de Ensaio Universal SHIMADZU AG-I 10kN de propriedade do LIMAC-UEPG.

8.1.6 Microscopia ótica

Dois tipos de microscópios ópticos são utilizados na análise de materiais: de reflexão também conhecido como metalúrgico e de transmissão.

O microscópio óptico de transmissão é bastante utilizado na análise de materiais cerâmicos e poliméricos, como por exemplo, no estudo e determinação da fração cristalina em plásticos e vidros. As regiões cristalinas (opticamente anisotrópicas) podem ser facilmente “separadas” das regiões amorfas (opticamente isotópicas) com o auxílio de luz polarizada.

A resolução do microscópio óptico é determinada pelo comprimento de onda da luz visível (4000-8000 Å), que é relativamente alta. Por microscopia pode-se observar grande parte dos defeitos cristalinos (contornos de grão, contornos de macla e contornos de subgrão) e constituintes maiores que 0,5 µm.

A observação da estrutura dos materiais cerâmicos usando um microscópio têm uma considerável vantagem pois fornece uma grande Figura ilustrativa da substância, especialmente da composição global. Métodos microscópicos são usados principalmente para determinar:

- mineral qualitativo, fase e às vezes também composição química;
- conteúdo quantitativo dos componentes individuais;
- tamanho, forma e distribuição dos componentes, ordenamento mútuo, tamanho das superfícies de contato e porosidade.
- A quantidade, homogeneidade e distribuição da fase vítrea.

A estrutura cerâmica é estudada usando seções finas (10-200 µm) ou seções polidas. Seções polidas são freqüentemente adaptadas pelo ataque químico de suas superfícies ou por tratamento térmico, para aumentar o contraste dos componentes cristalinos.

Na observação, primeiramente características qualitativas da amostra é determinada a uma ampliação, a qual determina o número de fases individuais, textura, tamanho de grão, porosidade, e homogeneidade. Então os componentes individuais são estudados em maior detalhe, para determinar a forma e desenvolvimento dos cristais, sua estrutura, cor e características da porosidade e da fase vítrea.

Medidas quantitativas, exceto das constantes ópticas, são freqüentemente colocadas em fotos, onde a área correspondente aos componentes individuais é determinada por análise linear ou um analisador pontual baseado na avaliação de absorção ou reflexão da luz incidente na imagem da amostra [39].

Neste projeto o microscópio óptico foi utilizado na análise dos materiais estudados para determinar sua homogeneidade, bem como a dispersão e formato de suas partículas constituintes, e a detecção de trincas que poderiam influenciar o processo de infiltração. Foi utilizado para estas análises um microscópio estereoespecífico LEIKA MZ6 do LIMAC-UEPG.

8.1.7 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Baseia-se nos processos de interações possíveis durante a incidência de um feixe de elétrons sobre a amostra. Os elétrons refletidos e os elétrons absorvidos são utilizados em *Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)*. Os Raios X são utilizados para identificar e quantificar os elementos presentes. Os elétrons transmitidos, particularmente os espalhados elasticamente, são utilizados em *Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)* [40].

No microscópio eletrônico de varredura há um sistema de lentes eletrônicas que produzem um feixe de elétrons estreito [41]. A coluna eletrônica consiste de um canhão de elétrons e duas ou mais lentes operando no vácuo. O canhão de elétrons produz uma fonte de elétrons, por emissões termiônicas, que são acelerados por essa mesma coluna até atingir uma energia entre 1 e 40 keV. O diâmetro do feixe de elétrons produzido inicialmente pelo canhão de elétrons é muito largo, devido a isso não é capaz de gerar imagens nítidas em

grandes ampliações. As lentes eletrônicas são utilizadas para reduzir o diâmetro da fonte de elétrons, direcionando um pequeno feixe de elétrons na amostra. A Figura 8.1 ilustra um diagrama esquemático de um microscópio eletrônico de varredura.

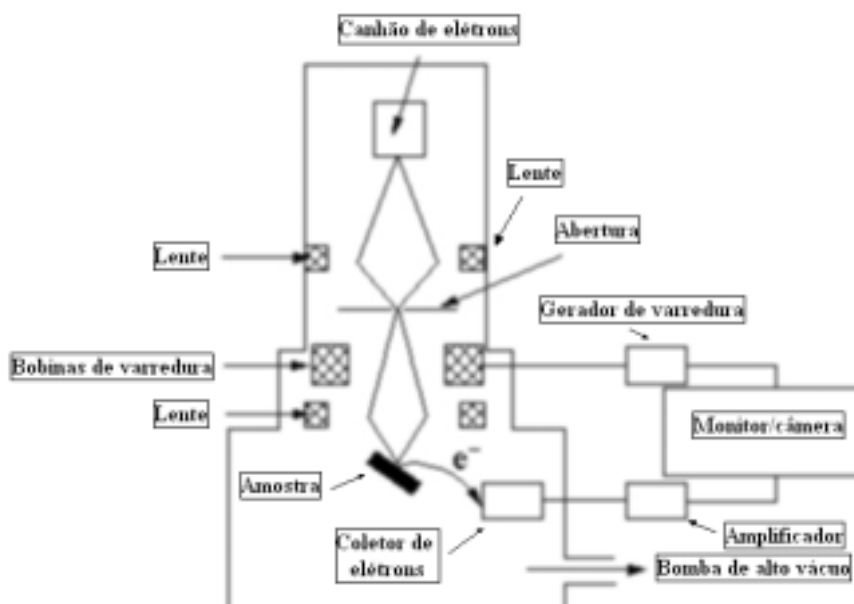


Figura 8.1 - Diagrama esquemático de um microscópio eletrônico de varredura [41]. (Adaptada)

As superfícies de amostra devem ser condutoras de eletricidade, do contrário o feixe de elétrons poderia carregar a superfície da amostra. Geralmente, as amostras são recobertas por uma fina camada de ouro (aproximadamente 1 nm) através de um “sputtering” utilizando-se feixe de íons argônio. Além da camada de ouro, as amostras são aterradas à base do porta-amostras para que o excesso de cargas possa ser escoado.

O feixe de elétrons é varrido sobre a superfície da amostra através das bobinas magnéticas. Os elétrons refletidos pela amostra são coletados, amplificados e “plotados” como uma imagem em duas dimensões da superfície da amostra.

Existem vários tipos de sinais que são detectados pelos coletores dos MEV: elétrons retro-espalhados, elétrons secundários, elétrons Auger, Raios X e fótons com diferentes energias. No MEV, os sinais de maior interesse são os elétrons retro-espalhados e os elétrons secundários, isto

porque esses sinais variam de intensidade de acordo com a topografia da amostra. Os elétrons secundários apresentam emissão confinada a um volume próximo à área de impacto do feixe de elétrons, o que permite a obtenção de imagens com aproximadamente alta resolução.

Os elétrons secundários resultam de eventos de espalhamentos inelásticos que causam transferência de energia do feixe de elétrons para os átomos da amostra. Os elétrons retro-espalhados resultam de eventos de espalhamentos elásticos, o que significa que o feixe de elétrons não tem sua energia cinética alterada com a incidência sobre a amostra, mas apenas sua trajetória. Desta forma, estes elétrons retro-espalhados são mais energéticos do que os elétrons secundários.

A superfície de uma amostra polida e atacada mostra características que nos dizem algo sobre sua microestrutura tridimensional. É importante que a amostra seja bem polida e atacada para que os resultados sejam reproduzíveis. Após o ataque da superfície polida da amostra são delineados os contornos de grãos, fases diferentes a partir de diferenças no brilho, forma e cor dos grãos. Os contornos de grãos são sempre anódicos em relação ao interior do grão, dessa forma são atacados preferencialmente e delineados [42, 43].

Utilizou-se neste trabalho o microscópio eletrônico de varredura SHIMADZU SS550 do LIMAC-UEPG.

8.1.8 Ensaio de Dureza

Os ensaios de dureza fornecem um modo acurado, rápido e econômico de determinar a resistência à deformação dos materiais. Existem três tipos gerais de medida de dureza dependendo do modo em que é realizado:

- Medida de dureza por riscagem;
- Medida de dureza de ressalto;
- Medida de dureza de indentação.

Nos ensaios de indentação a carga é aplicada pressionando-se o indentador perpendicularmente à superfície ensaiada. A dureza do material

depende da resistência que ele exerce durante uma pequena quantidade de deformação de escoamento ou deformação plástica. A resistência depende do atrito, da elasticidade, viscosidade e da intensidade e distribuição da deformação plástica produzida por uma dada ferramenta durante a indentação. Os materiais que possuem características semelhantes de endurecimento por deformação plástica exibem boa correlação entre dureza e resistência à tração [44].

Em princípio pode-se dizer que dureza é a resistência à deformação permanente. As definições descritas anteriormente e outras definições arbitrárias podem, inclusive, servir de base para alguns ensaios de dureza. Algumas delas são as seguintes:

- Resistência penetração;
- Absorção de energia sob cargas dinâmicas;
- Resistência ao risco;
- Resistência a abrasão;
- Resistência ao corte.

Diversos são os ensaios de penetração para determinação da dureza de materiais. Os mais empregados são os métodos Brinell, Vickers, Knoop e Rockwell [45].