



LYGIA MARIA POLICARPIO FERREIRA

**Fabricação de Materiais Compósitos por
Tixoconformação de Misturas de Cavacos de
Alumínio com Pós Cerâmicos**

57/2013

**CAMPINAS
2013**



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

LYGIA MARIA POLICARPIO FERREIRA

Fabricação de Materiais Compósitos por Tixotomografia de Misturas de Cavacos de Alumínio com Pós Cerâmicos

Orientadora: Profa. Dra. Maria Helena Robert

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, na Área de Materiais e Processos de Fabricação.

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO
FINAL DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELA
ALUNA LYGIA MARIA POLICARPIO
FERREIRA....., E ORIENTADA
PELA PROFESSORA DR^a MARIA.....
HELENA ROBERT
Mh R.....
ASSINATURA DO (A) ORIENTADOR (A)

Campinas
2013

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Área de Engenharia e Arquitetura
Rose Meire da Silva – CRB 8/5974

F414f Ferreira, Lygia Maria Policarpio, 1987-
Fabricação de materiais compósitos por tixoconformação de misturas de cavacos de Alumínio com pós cerâmicos / Lygia Maria Policarpio Ferreira. – Campinas, SP:[s.n.], 2013.

Orientador: Maria Helena Robert.

Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Materiais compósitos. 2. Tixotropia. 3. Alumínio-Reaproveitamento. 4. Carboneto de silício. 5. Partículas. I. Robert, Maria Helena, 1953-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Production of composite materials by thixotropy of aluminium chips and ceramic powders blends

Palavras-chave em inglês:

Composite materials

Thixotropy

Aluminium - Reuse

Silicon carbide

Particles

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestra em Engenharia Mecânica

Banca examinadora:

Maria Helena Robert [Orientador]

João Batista Fogagnolo

Emin Bayraktar

Data de defesa: 30-07-2013

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Fabricação de Materiais Compósitos por
Tixoconformação de Misturas de Cavacos de
Alumínio com Pós Cerâmicos**

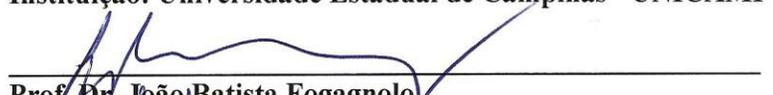
Autora: Lygia Maria Policarpio Ferreira

Orientadora: Maria Helena Robert

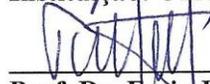
A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou essa Dissertação:



Profa. Dra. Maria Helena Robert, Presidenta
Instituição: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP



Prof. Dr. João Batista Fogagnolo
Instituição: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP



Prof. Dr. Emin Bayraktar
Instituição: SUPMECA/LISMA/PARIS, França.

Campinas, 30 de julho de 2013

Dedicatória

Dedico, primeiramente, a duas pessoas que tornaram possível a conclusão deste trabalho: Maria Helena Robert e Emin Bayraktar.

Aos meus pais,

Adelmir Rodrigues Ferreira e Elecy Policarpio Ferreira, pelo carinho, amor, dedicação e por todo o apoio incondicional que sempre me foi dado.

Aos meus irmãos,

Frankney e Francleisson Policarpio Ferreira, pela amizade, cumplicidade e companheirismo durante toda minha vida.

Ao meu namorado,

Everton Marques Nascimento, pela força, pelo incentivo, por acreditar em mim e sempre me apoiar.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ter sido concluído sem a ajuda de algumas pessoas às quais presto minha homenagem:

Aos meus pais, por tudo o que me ensinaram e pela base sólida que pude construir a partir dos exemplos que tive em casa.

A Professora Dra. Maria Helena Robert, pela orientação, pelas oportunidades concedidas, pelos ensinamentos, pela grande paciência e dedicação durante esses 2 anos.

Ao Professor Emin Bayraktar pela oportunidade de estágio em Paris, pelas conversas, pelos ensinamentos e pela amizade.

Ao Everton pela força, pela ajuda, compressão e por aguentar o meu péssimo humor nos dias mais tensos de conclusão da dissertação.

Aos grandes amigos de todos os dias e de todas as horas: Emmanuelle Sá, Bianca Pelici Gabriela Brollo, Cecília Proni e Marcelino Dias, pela grande amizade e pelos ótimos momentos juntos.

As amigas da FEMAT 2006: Elis, Paulinha, Rudimylla, Stephannye e Talita, pelos laços eternos de amizade.

A minha grande amiga Monalisa que não importa a distância está sempre comigo me apoiando e me ajudando em todos os momentos.

Aos amigos da SINOBRÁS: Cristiano Faustino (Best Boss), Edilane Nerich e Leidiane Rodrigues pelo incentivo, pelo apoio e pelos momentos de descontração e reflexão.

Aos amigos do laboratório de Fundição e Soldagem: Fabio Gatamorta e Claudomiro pela troca de ideias, conhecimento e momentos de descontração.

Aos técnicos Claudinete Leal e Eduardo Bernardes pelo auxílio na realização desta Dissertação.

Ao CNPq e a UNICAMP, e a todas as pessoas que, de forma direta ou indireta, contribuiriam com o desenvolvimento deste trabalho.

“A mente que se abre a uma nova ideia jamais retornará ao tamanho inicial”

(Albert Einstein)

Resumo

Este trabalho explora a aplicação da tecnologia de metais semi-sólidos para a fabricação de compósitos de matriz metálica (CMM), e ainda a possibilidade de reciclagem de cavacos de usinagem para a produção destes materiais, buscando o desenvolvimento de uma engenharia de baixo custo. São empregados como matriz a liga AA7075, dada a grande geração de cavacos de usinagem na indústria aeronáutica, e SiC ou NiAl₂O₄ particulados como reforços. O processo é baseado na tixoconformação de misturas de cavacos e partículas de reforço; é esperada a penetração destas últimas em contornos de glóbulos, contendo líquido, no interior do cavaco no estado semi-sólido. São avaliados parâmetros de processo e sua influência na qualidade do produto, em particular na distribuição de reforço na matriz e interação matriz/reforço. Compósitos tixoconformados contendo 10, 20 e 30% em peso de SiC são avaliados mecanicamente através de ensaios de microindentação instrumentada e desgaste micro-abrasivo. Os resultados mostraram, de modo geral, a viabilidade do processo proposto para a fabricação de diferentes tipos de compósitos, o qual envolve procedimento simples e de reduzido custo, além de mostrar a possibilidade de produção de materiais com boas propriedades mecânicas a partir da reciclagem de cavacos, particularmente importante em uma indústria que envolve elevada demanda de energia, como a do Al. Os resultados indicaram que a qualidade geral do produto, em termos de distribuição do reforço e interação reforço/matriz dependem da adequada seleção dos parâmetros de processo: temperatura, tempo de aquecimento, pressão de tixoconformação. Entre as várias condições estudadas, as composições nas quais foi utilizado NiAl₂O₄ como reforço apresentaram melhores características microestruturais, com melhor interface entre matriz e reforço e baixa porosidade. Boa dispersão das partículas de reforço e baixa porosidade também foram observados para compósitos reforçados com SiC nos quais foram adicionadas partículas finas de silício e alumina.

Palavras-Chave: Tixoconformação, materiais compósitos, reciclagem, engenharia de baixo custo.

Abstract

This work explores the application of semi-solid technology to produce metal matrix composites, and also the possibility of using machining chips as raw material. The main aim is to develop a process inserted in a low cost engineering concept. To achieve this general objective, the alloy AA7075 is used as matrix, once a significant amount of rejected chips of this high resistance, low weight alloy is generated in the aeronautical industry. As reinforcing material, SiC or NiAl₂O₄ particles are used. The proposed process is based on the thixoforming of pre-compacted mixtures of chips and reinforcing particles; it is expected the penetration of reinforcing particles within the semi-solid, thixotropic material. It is analyzed the influence of processing parameters in the final quality of products, particularly in the reinforcement dispersion in the matrix and matrix/reinforcement interface. Thixoformed composites containing 10, 20 and 30% weight SiC are produced and evaluated concerning mechanical properties through indentation tests and micro wear. Results showed the general viability of producing composites by the proposed technique, based on a simple and low cost procedure. It was also shown the possibility of producing materials with good mechanical properties from recycled chips, which is particularly important in the high energy demanding Aluminium industry. Results showed the importance of choosing appropriate processing parameters (temperature, heating rate / soaking time and thixoforming pressure), to achieve desired product quality. Among the various conditions studied, the compositions in which NiAl₂O₄ was used as reinforcement showed better microstructural characteristics with better interface between matrix and reinforcement, and lower porosity. Good dispersion of the reinforcement particles and low porosity were also observed for SiC reinforced composites in which fine particles of silicon and alumina were added.

Palavras-Chave: Thixoforming, composite materials, recycling, low cost engineering.

Lista de Ilustrações

Figura 2.1: Desenho esquemático da disposição de partículas de reforço na matriz: (a) dispersão de fibras contínuas; (b) dispersão de fibras curtas; (c) dispersão de particulados (UTEF, 2013).....	5
Figura 2.2: Diagrama de fases do Al/SiC para temperaturas de 400 a 2600°C e para temperaturas entre 550 e 600°C. (Doh-Jae Lee, 1988).....	13
Figura 2.3: (a) disco de freio para caminhões de médio porte fabricado pela empresa ECK (Adaptado ECK, 2013); (b) microestrutura do compósito Al/SiC – Duralcan com 20% de SiC (Adaptado de Alcan Engineered Cast Products 2013).....	15
Figura 2.4: Lingote de Alumínio no estado semi-sólido (VINARCIK, 2002).....	18
Figura 2.5: Microscopia de uma liga Al-Zn tixofundida (PIRES, 2005) (MEV).....	18
Figura 2.6: Evolução mundial da produção de Al primário e reciclado. (Adaptado de INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE, 2010).....	22
Figura 2.7: Relação entre o crescimento da produção primária de ligas de Alumínio, a reciclagem e a produção total de Alumínio nas últimas décadas.....	23
Figura 2.8: Cálculo mundial da reciclagem segundo dados da ABAL (2010).....	23
Figura 3.1: Fluxograma dos trabalhos experimentais para a fabricação de compósitos por tixoprocessamento.....	26
Figura 3.2. Diagrama de fases para o sistema binário Al-Zn; em destaque a composição da liga estudada.....	28
Figura 3.3. Diagrama de fases para o sistema binário Al-Mg; em destaque a composição da liga estudada.....	28
Figura 3.4. Projeções de superfícies (a) <i>liquidus</i> e (b) <i>solidus</i> , do diagrama de fases do sistema ternário Al – Mg – Zn. (Adaptado de ASM, 1992). Em destaque a composição básica da liga AA7075.....	29
Figura 3.5: Microestruturas típicas dos cavacos da liga AA7075 como recebidos (MO). 31	31
Figura 3.6: Desenho esquemático de um moinho de jarra e perspectiva do processo de queda das bolas no seu interior.....	32
Figura 3.7: Cavacos após moagem e classificação granulométrica: (a) grosseiro; (b) fino.....	33
Figura 3.8: Microestruturas dos cavacos após moagem: (a) e (b) grosseiros; (c) e (d) finos. (MO).....	34
Figura 3.9: Partículas de SiC com dimensões de aproximadamente 40 µm empregadas como reforço (MEV).....	37
Figura 3.10: Partículas de Al ₂ O ₃ empregadas como reforço adicional (MEV).....	38
Figura 3.11: Partículas de Si empregadas como reforço adicional (MEV).....	40
Figura 3.12: Fluxograma com a sequência de etapas envolvidas no processo investigado, de produção de compósitos por tixoconformação.....	43
Figura 3.13: Desenho do projeto da matriz utilizada para a compactação das misturas	

para a produção de compósitos.....	44
Figura 3.14: Esquema simplificado do processo de tixoconformação investigado, para a produção de compósitos.	45
Figura 3.15: Croqui com a vista de topo de uma amostra, ilustrando a sua subdivisão em 3 regiões utilizadas para diferentes análises para caracterização dos produtos obtidos.	47
Figura 3.16: (a) variáveis obtidas e estudadas durante o ensaio de microindentação e (b) representação do diagrama de carregamento vs. descarregamento dinâmicos.....	49
Figura 3.17: Microindentador utilizado nos ensaios de microindentação instrumentada..	50
Figura 3.18: Foto do experimento de teste de micro-abrasão por esfera rotativa e esquema representativo do processo de desgaste por micro-abrasão através do ensaio com esfera rotativa fixa - adaptado de Freitas (2013).	53
Figura 3.19: Planta representativa para visualização dos conceitos necessários para medir a rugosidade de um corpo.	54
Figure 4.1: Curva da variação da relação potência / massa vs. tempo, para um ciclo de aquecimento / resfriamento de cavacos da liga AA7075, obtida por CDE. Taxa de troca de calor: 20°C/min.	56
Figura 4.2: Curvas de variação da potência/massa vs. temperatura, obtidas no ensaio de CDE do cavaco da liga AA7075, indicando os valores iniciais e finais dos picos da transformação principal detectados no ciclo (a) aquecimento e (b) resfriamento. Taxa de troca de calor: 20°C/min.	57
Figura 4.3: Resultado da integração da curva de aquecimento indicando os valores de fração líquida x temperatura ($f_l \times T$) por meio do cálculo parcial de área d o pico de transformação principal obtido em ciclo de aquecimento.	58
Figura 4.4: Variação da fração líquida vs temperatura da liga AA7075, obtida a partir de dados do ensaio de CDE, onde a linha vermelha tracejada apresenta a temperatura de trabalho utilizada para tixoconformação.	60
Figura 4.5: Sensibilidade da fração líquida vs temperatura ($df_l/dT \times T$) da liga AA7075, obtida a partir de dados do ensaio de CDE. A linha vermelha tracejada representa a temperatura de trabalho utilizada para tixoconformação.	60
Figura 4.6: Diagrama de fases para a liga utilizada, obtido por simulação via Thermocalc ®, em condições de equilíbrio (Fonseca, 2011).	62
Figura 4.7: Curva de fração líquida/temperatura por simulação termodinâmica - Thermocalc® utilizando as condições de Scheil para a ligaAA7075. Indicada sugestão de janela para tixoconformação e temperatura para fabricação de trabalho (Fonseca, 2011).	63
Figura 4.8: Mistura produzida segundo condições M1. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	66
Figura 4.9: Mistura produzida segundo condições M2. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	68

Figura 4.10: Mistura produzida segundo condições M3. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	70
Figura 4.11: Mistura produzida segundo condições M4. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	72
Figura 4.12: Mistura produzida segundo condições M5. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	75
Figura 4.13: Mistura da condição de processamento M6. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	77
Figura 4.14: Mistura da condição de processamento M7. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	79
Figura 4.15: Mistura da condição de processamento M8. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	81
Figura 4.16: Mistura da condição de processamento M9. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	82
Figura 4.17: Mistura da condição de processamento M8. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	85
Figura 4.18: Mistura da condição de processamento M11. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	87
Figura 4.19: Mistura da condição de processamento M12. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.	89
Figura 4.20: Microestrutura típica da pasta tixotrópica obtida pelo aquecimento do cavaco da liga AA7075 a 625°C. (a) aspecto geral interno a um cavaco; (b) glóbulos internos a dois cavacos vizinhos (contorno de glóbulos indicado pela seta); (c) detalhe de região interglobular.	92
Figura 4.21: Frequência de diâmetros de glóbulos na pasta tixotrópica da liga AA7075, obtida a partir de cavacos.	93
Figura 4.22: Amostras de compósitos de Al/SiC obtidas a partir das 12 diferentes condições de processo estudadas. Vista de topo.	95
Figura 4.23: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C1: (a) vista geral; (b) (c) detalhes da interface Al/SiC.	97
Figura 4.24: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C2: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.	99
Figura 4.25: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C3: (a) geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes; (e) detalhe de cavaco no estado semi-sólido.	101
Figura 4.26: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C4: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.	103
Figura 4.27: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C4. Pontos selecionados para análise química por EDS.	103
Figura 4.28: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C5: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.....	105

Figura 4.29: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C6: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.....	107
Figura 4.30: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C7: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.	109
Figura 4.31: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C8: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.....	110
Figura 4.32: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C9: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.....	112
Figura 4.33: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C10: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.....	114
Figura 4.34: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC/NiAl ₂ O ₄ , fabricado sob condições C11: (a) aspecto geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes de interfaces...	115
Figura 4.35: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC/NiAl ₂ O ₄ , fabricado sob condições C11. Pontos selecionados para análise química por EDS.....	116
Figura 4.36: Microestrutura típica do compósito AA7075/ NiAl ₂ O ₄ , fabricado sob condições C12: (a) aspecto geral; (b) (c) detalhes do interior dos cavacos.....	117
Figura 4.37: Valores médios de densidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl ₂ O ₄ , fabricados por tixoconformação em diferentes condições.	122
Figura 4.38: Imagens (MEV) e correspondentes imagens binarizadas obtidas por <i>software</i> Image J, dos compósitos produzidos por tixoconformação, em todas as condições estudadas.	126
Figura 4.39: Valores médios de porosidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl ₂ O ₄ , fabricados por tixoconformação em diferentes condições.	127
Figura 4.40: (a) Gráfico dos principais efeitos do tamanho das partículas de SiC e principais efeitos da adição de silício e alumina na densidade do compósito; (b) Gráfico da interação entre as variáveis analisadas: tamanho de partícula de reforço e adição de silício e alumina.	130
Figura 4.41: (a) Gráfico dos principais efeitos do tamanho das partículas de SiC e principais efeitos da adição de silício e alumina na porosidade do compósito; (b) Gráfico da interação entre as variáveis analisadas: tamanho de partícula de reforço e adição de silício e alumina.	131
Figura 4.42: Variação da profundidade de penetração vs. carga aplicada, em ensaio de microindentação, para compósitos da liga AA7075 contendo diferentes teores de SiC....	135
Figura 4.43: Variação da dureza de indentação (Hit) em função do aumento do teor de SiC na matriz AA 7075.	136
Figura 4.44: Variação do módulo de elasticidade de indentação (Eit) em função do aumento do teor de SiC na matriz AA 7075.	137
Figura 4.45: Imagens de calotas geradas na superfície de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de reforço, geradas em ensaio de micro abrasão com esfera rotativa fixa: (a) 10% SiC; (b) 20% SiC; (c) 30% SiC. Linhas tracejadas indicam medições de diâmetros.	138

Figura 4.46: Variação do volume desgastado com o teor de reforço presente em compósitos AA7075 / SiC, obtida em ensaios de micro abrasão com esfera rotativa.....	139
Figura 4.47: Imagens referentes aos corpos de prova com 10, 20 e 30% de SiC após ensaio de micro abrasão e obtidas por MEV.	140
Figura 4.48: Perfis, traçados por perfilômetro, das superfícies de calotas geradas em ensaio de desgaste de compósitos AA7075 contendo diferentes teores em peso de SiC: (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%.	143

Lista de Tabelas

Tabela 3.1: Propriedades e algumas características da liga Al AA7075-T6.....	25
Tabela 3.2: Composição química dos cavacos da liga AA7075.....	27
Tabela 3.3: Classificação dos cavacos da liga AA7075 segundo dimensões após moagem.	32
Tabela 3.4: Resultado da análise de microdureza dos cavacos da liga AA7075, em diferentes condições: como recebido, após moagem (cavaco grosso e cavaco fino).....	33
Tabela 3.5: Propriedades e características do SiC.....	36
Tabela 3.6: Análise química do SiC empregado.....	36
Tabela 3.7: Propriedades da alumina.	38
Tabela 3.8: Propriedades do Silício.	39
Tabela 3.9: Densidade e ponto de fusão do estearato de Zinco.....	41
Tabela 3.10: Propriedades do fluoreto de cálcio utilizado comercialmente.....	42
Tabela 3.11: Variáveis do processo de fabricação de compósitos por tixoconformação..	46
Tabela 3.12: Parâmetros adotados para realização dos ensaios de microindentação.....	50
Tabela 3.13: Parâmetros adotados para realização dos ensaios de desgaste micro-abrasivo com esfera rotativa fixa.	53
Tabela 4.1: Valores de variação de fração líquida vs. temperatura via CDE para a liga AA7075.	59
Tabela 4.2: Temperaturas <i>solidus</i> e <i>liquidus</i> da liga AA7075 na forma de cavacos, obtidos por análises térmicas via CDE com taxa de 20°C/min.	50
Tabela 4.3: Valores de fração líquida vs. temperatura na solidificação da liga AA7075, obtidos por simulação por software Thermocalc® (Fonseca, 20011).	64
Tabela 4.4: Janela de tixoconformação obtida por meio de análise por software Thermocalc®.....	64
Tabela 4.5: Condições de obtenção da mistura M1.....	65
Tabela 4.6: Análise de EDS da mistura M1 nos pontos indicados na Figura 4.8 (c).....	67
Tabela 4.7: Condições de obtenção da mistura M2.....	67
Tabela 4.8: Análise de EDS da mistura M2 nos pontos indicados na Figura 4.9 (c).	69
Tabela 4.9: Condições de obtenção da mistura M3.....	70
Tabela 4.10: Análise de EDS da mistura M3 nos pontos indicados na Figura 4.10 (c).	71
Tabela 4.11: Condições de obtenção da mistura M4.....	72
Tabela 4.12: Análise de EDS da mistura M4 nos pontos indicados na Figura 4.11 (c).	73
Tabela 4.13: Condições de obtenção da mistura M5.....	74
Tabela 4.14: Análise de EDS da mistura M5 nos pontos indicados na Figura 4.12 (c).	74
Tabela 4.15: Condições de obtenção da mistura M6.....	76
Tabela 4.16: Análise de EDS da mistura M6 nos pontos indicados na Figura 4.13 (c).	76
Tabela 4.17: Condições da mistura M7.....	78
Tabela 4.18: Análise de EDS da mistura M7 nos pontos indicados na Figura 4.14 (c).	78

Tabela 4.19: Condições de obtenção da mistura M8.....	80
Tabela 4.20: Análise de EDS da mistura M8 nos pontos indicados na Figura 4.15 (c).	80
Tabela 4.21: Condições de obtenção da mistura M9.....	82
Tabela 4.22: Análise de EDS da mistura M9 nos pontos indicados na Figura 4.16 (c)....	83
Tabela 4.23: Condições de obtenção da mistura M10.....	84
Tabela 4.24: Análise de EDS da mistura M10 nos pontos indicados na Figura 4.17 (c)..	85
Tabela 4.25: Condições de obtenção da mistura M11.....	86
Tabela 4.26: Análise de EDS da mistura M11 nos pontos indicados na Figura 4.18 (c)..	86
Tabela 4.27: Condições de obtenção da mistura M12.....	87
Tabela 4.28: Análise de EDS da mistura M12 nos pontos indicados na Figura 4.19 (c).	88
Tabela 4.29: Condições de fabricação do compósito C1.....	96
Tabela 4.30: Condições de fabricação do compósito C2.....	98
Tabela 4.31: Condições de fabricação do compósito C3.....	100
Tabela 4.32: Condições de fabricação do compósito C4.....	102
Tabela 4.33: Análise por EDS do compósito C4 nos pontos indicados na Figura 4.26....	104
Tabela 4.34: Condições de fabricação do compósito C5.....	104
Tabela 4.35: Condições de fabricação do compósito C6.....	106
Tabela 4.36: Condições de fabricação do compósito C7.....	108
Tabela 4.37: Condições de fabricação do compósito C8.....	110
Tabela 4.38: Condições de fabricação do compósito C9.....	111
Tabela 4.39: Condições de fabricação do compósito C10.....	113
Tabela 4.40: Condições de fabricação do compósito C11.....	114
Tabela 4.41: Análise por EDS do compósito C11 nos pontos indicados na Figura 4.33.	116
Tabela 4.42: Condições de fabricação do compósito C12.....	117
Tabela 4.43: Valores da densidade via cálculo direto e por método de Arquimedes de compósitos AA7075/SiC ou NiAl ₂ O ₄ , fabricados por tixoconformação em diferentes condições.	120
Tabela 4.44: Valores de porosidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl ₂ O ₄ fabricados por tixoconformação, segundo as diferentes condições propostas.	126
Tabela 4.45: Valores de força máxima e profundidade máxima de indentação em compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC e dureza de indentação resultante.	135
Tabela 4.46: Valores de módulo de elasticidade de indentação de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC.	136
Tabela 4.47: Valores de volume de desgaste de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC.....	139
Tabela 4.48: Valores de rugosidade média para a superfície das amostras desgastadas...	142

Sumário

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	
1.1 Introdução.....	1
1.2 Objetivos.....	3
2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS	
2.1 Materiais compósitos	4
2.2 Materiais compósitos de matriz metálica.....	6
2.3 Processos de fabricação dos compósitos de matriz metálica.....	7
2.4 Interface dos materiais que constituem o compósito.....	11
2.5 Principais propriedades e aplicações dos compósitos de matriz metálica.....	14
2.6 Tecnologia de semi-sólidos.....	16
2.7 Reciclagem de ligas de Alumínio.....	22
3 MATERIAIS E MÉTODOS	
3.1. Materiais.....	25
3.2. Métodos – fabricação dos compósitos.....	42
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	
4.1 Determinação de janelas de tixoconformação para a liga AA7075 na forma de cavacos.....	56
4.2 Misturas produzidas via mecanismo de moagem.....	64
4.3 Compactados.....	91
4.4 Regime de aquecimento para fabricação das pastas tixotrópicas.....	91
4.5 Microestrutura da pasta tixotrópica produzida.....	91
4.6 Produtos obtidos	94
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	
5.1 Conclusões.....	144
5.2 Sugestões para trabalhos futuros.....	145

Referências

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1 Introdução

O desenvolvimento de técnicas para a fabricação de compósitos de matriz metálica (CMMs) tem se destacado fortemente no cenário mundial das últimas décadas, dada a crescente importância destes materiais em diferentes setores industriais como o automobilístico e o aeroespacial. Esta classe de materiais tem encontrado ainda crescente demanda pelos setores eletrônico e de artefatos esportivos; o atrativo principal dos materiais compósitos de matriz metálica é, de modo geral, a possibilidade de combinação de excelentes propriedades mecânicas de metais com excelentes propriedades físicas de cerâmicos, além da grande versatilidade de combinações metal/particulados, fibras, *whiskers*, etc, de diferentes dimensões, permitindo o *design* de materiais com propriedades específicas.

Um dos tipos mais comuns de CMMs é o compósito que utiliza partículas cerâmicas como reforço, pois estas incorporam maior rigidez e resistência mecânica ao produto. Como material de matriz, os compósitos mais populares se referem à ligas de Alumínio; quanto a reforços, os de emprego mais tradicional são partículas de carboneto de Silício (SiC) e alumina (Al_2O_3), de reduzido preço de mercado, e que podem melhorar propriedades mecânicas, térmicas e de resistência ao desgaste de diferentes ligas de Alumínio.

Inúmeros processos de fabricação de CMMs Al/SiC/ Al_2O_3 já foram explorados, quer a partir do metal no estado líquido, ao qual o particulado é adicionado por meio de diferentes técnicas, quer a partir de pós metálicos, também empregando diferentes técnicas. Cada técnica apresenta vantagens, desvantagens e limitações intrínsecas.

Buscando reduzir limitações e custos das técnicas tradicionais, o emprego da tecnologia de metais semi-sólidos tem sido investigado para a produção de CMMs, com sucesso relativo até o momento. Técnicas já investigadas envolvem a adição de reforços no metal semi-sólido e agitação para a incorporação das partículas; as propriedades tixotrópicas do metal podem permitir uma melhor dispersão do reforço e limitar sua rejeição na frente de solidificação durante o resfriamento, quando comparado com o processamento no estado líquido. No entanto, a

homogeneidade da mistura reforço / matriz é um parâmetro de difícil controle no processo, resultando em baixa reprodutibilidade da qualidade do produto.

As vantagens do emprego do metal no estado semi-sólido precisam, portanto, ser melhor exploradas e adequadamente aplicadas a processos para a fabricação de CMMs. Uma das rotas a ser explorada é a tixoconformação, onde o conjunto matriz semi-sólida / reforço são conformados sob pressão em moldes apropriados, de forma a produzir diretamente produtos *near net shape*.

Outro aspecto a ser considerado na indústria metal mecânica em geral é a reciclagem de resíduos metálicos. No cenário dos CMMs, apesar da produção e utilização comercial de compósitos particulados de ligas de Alumínio serem já usuais, o emprego de metal reciclado como matéria prima para a sua fabricação é um campo pouco explorado. A reciclagem de ligas metálicas é fundamental tanto do ponto de vista econômico quanto ambiental em uma sociedade que busca um desenvolvimento sustentável. Atualmente um dos setores industriais que mais geram descarte metálico é o setor aeronáutico, produzindo uma enorme quantidade de cavacos provenientes da usinagem de estruturas. Acrescentando o fato de que a indústria do Alumínio é uma das que demandam elevados insumos energéticos devido às severas condições requeridas para a redução de óxidos de Alumínio na obtenção do Alumínio metálico, a reciclagem de descartes de ligas de Alumínio é de evidente importância.

Dentre vários trabalhos já desenvolvidos objetivando reutilizar esses resíduos, poucos estão relacionados à fabricação de materiais compósitos e tampouco à fabricação de compósitos por técnicas que envolvam processamento no estado semi-sólido do metal.

Desta forma, a julgar pelo fator econômico e ambiental, a reciclagem de ligas de Alumínio para fabricar compósitos de matriz metálica com reforços cerâmicos por meio da tecnologia de semi-sólido, pode ser uma alternativa de processo viável, inserida em um conceito de engenharia de baixo custo.

1.2 Objetivos

É objetivo deste trabalho é investigar a possibilidade de fabricação de compósitos de matriz metálica de ligas de Alumínio, a partir da reciclagem de cavacos de usinagem, e empregando nova técnica envolvendo a tecnologia de metais semi-sólidos.

Será buscado o reaproveitamento de cavacos da liga AA7075 gerados na usinagem de estruturas aeronáuticas, como matriz, e particulados SiC como reforço para a fabricação de compósitos por tixotomografia de misturas compactadas destes constituintes.

Serão analisados os parâmetros de processo e seu efeito na qualidade do produto, em particular na distribuição do reforço na matriz e interação matriz/reforço. Serão ainda analisadas propriedades mecânicas dos compósitos produzidos.

O trabalho busca, portanto, de modo geral, estudar e aprimorar o emprego de tecnologia de metais semi-sólidos na fabricação de compósitos, em processos de baixo custo e alta operacionalidade, além de contribuir com a reutilização de resíduos metálicos gerados pelo setor industrial.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Materiais compósitos

Materiais compósitos são materiais diferenciados por combinarem características e propriedades atípicas em materiais ou ligas convencionais. São produzidos a partir da combinação de dois ou mais materiais com propriedades diferentes entre si (GIBSON, 2012). Essa combinação visa agregar propriedades que não podem ser encontradas em um único material seja ele pertencente aos materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos. Um compósito pode ser considerado como qualquer material multifásico que exhibe uma proporção significativa de propriedades das fases que o constituem (CALISTER, 2008).

O sucesso na obtenção de materiais compósitos depende em grande parte da escolha dos materiais e da escolha da rota de processamento, pois a força de ligação existente entre a matriz e o reforço e a homogeneidade de distribuição do reforço na matriz são grandes responsáveis pelas propriedades mecânicas finais. A coesão na interface das partículas com a matriz envolve uma ou mais das seguintes ligações:

- a) **Ligação mecânica:** na qual o mecanismo envolve a atuação de um elevado coeficiente de atrito na interface;
- b) **Ligação física:** onde o mecanismo depende da atuação de forças secundárias (Van der Waals, por exemplo) que atuam na interface matriz/reforço;
- c) **Ligação química do tipo primária na interface:** mecanismo que leva a interfaces altamente ligadas ou estáveis, caracterizadas por sua força de ligação e sua baixa energia livre; esse tipo de ligação pode conferir fragilidade ao compósito;
- d) **Ligações múltiplas:** estas são, em geral, obtidas por efeito de formação de solução sólida, quando há solubilidade parcial entre os componentes.

A fabricação de compósitos depende de diversos fatores, por esse motivo, a seleção dos constituintes a formar o compósito deve obedecer a certos critérios. Devem ser considerados

aspectos como a possibilidade de interação entre os constituintes, de molhabilidade (em caso de presença de fase líquida), tensões superficiais das fases e da interface formada, bem como as propriedades individuais de cada um dos constituintes. Em complemento às considerações acerca dos materiais compósitos, pode-se dizer que a fabricação de materiais compósitos está associada à consideração de 3 fundamentos:

- a) É considerado um compósito aquele material que consiste de dois ou mais materiais distintos fisicamente e separados mecanicamente;
- b) A dispersão de um material no outro deve ser feita de maneira controlada;
- c) As propriedades obtidas devem ser melhores que as dos componentes individuais.

As características referentes à dispersão do reforço na matriz seguem de forma a atender as necessidades requeridas pelo produto final, pois as características das partículas de reforço assim como a forma de distribuição definem as propriedades finais do compósito (UTEF, 2013). Os principais materiais compostos são fabricados de acordo com a disposição do particulado de reforço, como apresentado esquematicamente na Figura 2.1.

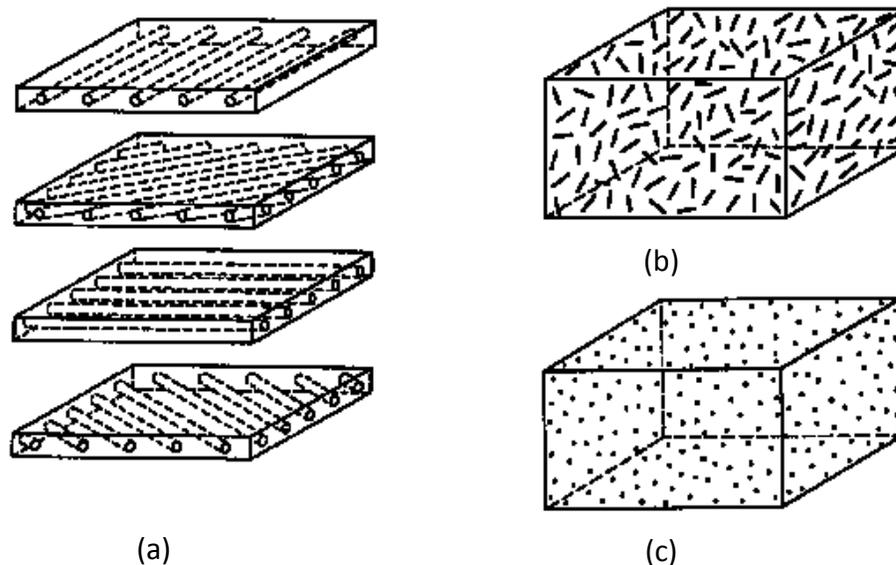


Figura 2.1: Desenho esquemático da disposição de partículas de reforço na matriz: (a) dispersão de fibras contínuas; (b) dispersão de fibras curtas; (c) dispersão de particulados (UTEF, 2013).

2.2 Materiais compósitos de matriz metálica

O início do desenvolvimento dos compósitos de matriz metálica (CMM) ocorreu em meados da década de 60 com a produção de fibras de boro e de carboneto de silício para reforçar metais leves, particularmente ligas de Alumínio (VENTURA, 2009). São chamados de compósitos de matriz metálica (CMMs) os compósitos onde a matriz metálica é reforçada com constituintes cerâmicos, poliméricos ou em alguns casos com constituintes também metálicos que apresentam propriedades mecânicas superiores às do elemento que constitui a matriz, como intermetálicos.

Um dos principais fatores que difere um CMM de um liga metálica com duas ou mais fases é o seu modo de obtenção. Um compósito metálico é comumente obtido por uma mistura mecânica de fases, enquanto que a liga metálica se dá por solidificação ou reação no estado sólido (GOMES, 1998).

Vale ressaltar, contudo, que além do modo de obtenção, outro fator pode diferenciar CMMs e ligas metálicas. De modo geral, graças à presença de partículas de reforço (normalmente de elevada dureza), os CMMs tendem a apresentar propriedades mecânicas superiores às propriedades das ligas metálicas que constituem a matriz do compósito.

O tipo mais comum de CMM é fabricado a partir da utilização de reforço cerâmico, pois grande parte dos materiais pertencentes a este grupo atribui à matriz metálica propriedades como temperatura de trabalho mais elevada, maior resistência à abrasão, maior rigidez ou resistência específica, maior condutividade térmica, etc. As matrizes metálicas mais usadas em engenharia são as ligas de Alumínio, ferro, níquel, tungstênio, cobre e os principais reforços são os óxidos, nitretos, boretos e compósitos intermetálicos (ARAMI et al., 2007).

As frações volumétricas de reforço dependem fortemente do processo de fabricação e das propriedades desejadas. Em materiais compósitos em geral, os reforços apresentam escala microscópica, pois nestas condições favorecem as propriedades mecânicas do material (GIBSON, 2012). É importante ressaltar que compósitos de matriz metálica com partículas de grandes dimensões (da ordem de milímetros) não são usuais, mas podem estar presentes em aplicações específicas de engenharia.

2.3 Processos de fabricação dos compósitos de matriz metálica

Uma variedade de técnicas de processamento tem sido estudada ao longo das últimas décadas em um esforço constante cujo principal objetivo é otimizar a estrutura e consequentemente as propriedades dos compósitos fabricados (REZAEI et al., 2009).

Segundo Ibrahim (1991), os métodos de fabricação de compósitos podem ser agrupados de acordo com a temperatura alcançada pelo metal durante o processo de fabricação; segundo esta classificação, os métodos de fabricação de CMMs podem ser divididos em três categorias: processamento no estado líquido, processamento em duas fases (semi-sólido) e processamento no estado sólido.

Em complemento à definição anterior, Jesus (2000) afirma que, resumidamente, todos os processos diferem-se de acordo com o estado do metal quando este é posto em contato com as partículas de reforço e de acordo com a rota obedecida até a consolidação efetiva entre as partes.

2.3.1 Fabricação via metal líquido

A fabricação de compósitos partindo do metal no estado líquido pode ocorrer de diversas maneiras, entre elas: adição de partículas de reforço ao metal fundido, dispersão de partículas de reforço no metal líquido fazendo uso da técnica de aceleração por centrifugação, entre outros (ROSSO, 2006).

Previtali et al. (2008), fabricou o compósito Al/SiC e Al/B₄C por via líquida, adicionando as partículas de reforço no metal líquido, com auxílio de agitação mecânica, seguida de vazamento em moldes fabricados por técnica de cera perdida. Utilizou a técnica para a fabricação de uma peça denominada *pick-holder* ou pick-titular (peça utilizada em tear na indústria têxtil), com o objetivo de produzir um produto com reduzido peso e elevada resistência mecânica. O autor introduz uma inovação ao promover dupla agitação no líquido: com a adição de reforço e promoção de agitação, o metal sofre resfriamento, sendo novamente aquecido ao estado líquido e submetido a uma segunda agitação, antes do vazamento no molde.

A dupla homogeneização a que o compósito foi submetido resultou em boa dispersão de SiC e excelentes propriedades foram verificadas para peça proposta. No entanto, de modo geral, algumas etapas do processo elevaram o custo de sua utilização, não sendo indicado para uma ampla gama de aplicações (PREVITALI et al., 2008).

Para esta via de processamento, algumas dificuldades podem ser notadas entre elas: aglomeração de partículas cerâmicas em algumas regiões durante a agitação, segregação de fase secundária na matriz metálica, grande possibilidade de reações interfaciais que desfavoreçam as propriedades do compósito e fratura de partículas cerâmicas durante a agitação mecânica.

Uma forte limitação da utilização de metal no estado líquido para fabricação de compósitos é a possibilidade de segregação de partículas de reforço na frente de solidificação; limitações de ordem operacional podem ser listadas: elevado custo de processamento em decorrência do rápido desgaste nas paredes dos moldes causado pelo atrito entre as partículas cerâmicas, elevadas temperaturas de processo, etc. Para essa mesma via de processamento outra desvantagem apresentada está relacionada aos defeitos possíveis em peças de médio ou grande porte, limitando maior gama de aplicações desse método para fabricação de compósitos com dimensões reduzidas (KAVALCO 2011).

2.3.2 Fabricação via metal sólido

A fabricação de compósitos via metal sólido tende a envolver várias etapas que podem variar de acordo com a rota de processamento escolhida. Entre os vários métodos de processamento a partir do metal no estado sólido, um dos mais utilizados é o processo via metalurgia do pó, na qual os pós são geralmente misturados, compactados e sinterizados (PUROHIT, 2012).

Min (2007) utilizou a técnica de metalurgia do pó para fabricação do compósito Al/SiC. Neste caso, o autor misturou partículas de SiC com liga de Alumínio em pó utilizando um misturador de baixa energia, em seguida compactou a mistura a frio utilizando pressão equivalente a 250 MPa. Após a compactação, as amostras foram sinterizadas durante tempos variáveis à temperatura de 620°C (taxa de aquecimento de 100°C/min). Alguns parâmetros

foram variados para a fabricação dos compósitos e as propriedades físicas e mecânicas foram avaliadas e posteriormente comparadas com as propriedades do metal constituinte da matriz. O autor concluiu que em alguns casos, o compósito apresentou melhores propriedades que as do metal base; no entanto, a eficiência de endurecimento por envelhecimento do compósito mostrou-se inferior à apresentada pelo Alumínio não reforçado devido à fragilidade das interfaces da matriz.

Apesar desta via apresentar vantagens como menor perda de matéria-prima, bom acabamento superficial, boa tolerância dimensional (dispensando operações posteriores de usinagem) e distribuição mais homogênea das partículas de reforço, este processo também apresenta inúmeras desvantagens, entre elas estão o alto custo do ferramental e as dimensões e geometria limitados das peças. Em geral, peças produzidas via metalurgia do pó tendem a apresentar elevada porosidade que pode estar relacionada à compactação, à temperatura e tempo de sinterização, às dimensões e geometria das partículas do pó, etc.

2.3.3 Fabricação via metal semi-sólido

Dentre os processos que, até então, destacam-se na fabricação de compósitos de matriz metálica, estão o processo tixofundição e a reofundição, e processo Ospray (ROSSO, 2006). No entanto, na última década, muitos estudos foram realizados com o objetivo de otimizar processos de fabricação de compósitos utilizando a tecnologia de semi-sólido.

O Método Vórtex, foi um dos primeiros métodos propostos utilizando a tecnologia de semi-sólidos. A técnica consiste basicamente em dispersar partículas de reforço no interior do metal semi-sólido, promovendo agitação do banho para dispersão das partículas de reforço. As propriedades tixotrópicas da pasta reo ou tixofundida devem garantir uma boa dispersão das partículas do reforço.

Esta técnica foi adaptada e utilizada por Kathiresan e Sornakumar (2010) para fabricação de compósitos de matriz metálica (Alumínio) reforçado com partículas cerâmicas (SiC). A adaptação consistiu em associar o método do Vórtex à técnica de fundição sob pressão. No procedimento experimental, o Alumínio foi fundido em atmosfera inerte e um agitador de grafite

foi introduzido no cadinho para realizar a agitação do banho. A agitação, a uma velocidade de 200 RPM, foi realizada durante esfriamento do líquido no interior da zona pastosa (sólido-líquido). Partículas de carboneto de silício foram pré-aquecidas a 200°C e introduzidas no vórtice criado na liga fundida. Após a agitação das partículas de SiC a mistura foi colocada em um molde para posterior aplicação de pressão equivalente a 100 MPa; o molde foi refrigerado após a aplicação da pressão. Os autores analisaram a influência de variáveis como teor de SiC e tempo de agitação. O resultado obtido foi satisfatório para a fabricação do compósito proposto; no entanto, a adição da etapa de aplicação de pressão eleva o custo do processamento, e não garante qualidade absoluta do compósito fabricado.

Curle e Ivanchev (2010) estudaram a viabilidade de fabricação do compósito Al/SiC através do processo de reofundição associado à técnicas de fundição sob elevada pressão. Para fabricação dos compósitos, o metal foi aquecido até temperatura de fusão e depois resfriado até a temperatura de semi-sólido (587°C), na qual foram adicionadas variáveis frações de SiC (11, 27 e 50%). Após a aplicação da pressão o compósito foi resfriado; os resultados obtido mostraram que as principais dificuldades do processo foram a produção de má dispersão de partículas de SiC (as partículas localizaram-se nos contornos dos glóbulos) e aumento da porosidade na interface Al/SiC com o aumento do teor de SiC.

A tixoonformação foi o método utilizado por Bahr (2011) para fabricação de compósitos de baixa densidade por tixoinfiltração de liga de Alumínio no estado semi-sólido em partículas de argila expandida (vermiculita). Foram fabricados compósitos com densidade semelhante à densidade de materiais celulares; seus resultados mostraram a viabilidade de fabricação de compósitos de baixa densidade associada a baixo custo de processamento utilizando o referido método.

Ozdemir et al. (2011) também utilizou o processo de tixoonformação para fabricar compósitos de Alumínio reforçado com SiC e Alumínio reforçado com Al₂O₃. Os autores empregaram moagem de alta energia para obtenção da mistura dos pós (Al/reforço), em seguida os pós foram compactados a frio e então aquecidos até a temperatura de semi-sólido (635-645°C) em forno com atmosfera inerte; ao atingir o estado semi-sólido, a pasta foi tixoonformada com pressão de 100 MPa. O objetivo dos autores foi investigar a influência de parâmetros como as dimensões e a fração em volume do material de reforço, o tempo de moagem de alta energia, a

temperatura e a pressão empregadas no processo, na microestrutura e nas propriedades dos compósitos.

Foi verificado que os parâmetros empregados influenciam fortemente as propriedades mecânicas do compósito, a sua porosidade (influência atribuída à pressão utilizada), dispersão de partículas de reforço e qualidade da interface Al/reforço (dependente principalmente das condições de moagem de alta energia e da temperatura de sinterização empregada). Os autores observaram a formação da fase Al_4C_3 (frágil) a partir de reações entre o Al e o SiC. Apesar da formação de fases frágeis nas interfaces do compósito Al/SiC, os autores concluíram que a utilização do processo de tixotomização é uma alternativa viável para fabricação dos compósitos propostos segundo as variáveis empregadas (OZDEMIR et al., 2011).

No caso da fabricação de compósitos via metal semi-sólido, a principal vantagem da aplicação de pressão durante a solidificação das pastas é o refinamento da microestrutura, redução de porosidade e outros defeitos de fundição, tal como cavidades de contração (ONAT et al., 2007).

Apesar do processamento no estado semi-sólido apresentar inúmeras vantagens quando comparado a outras vias de fabricação de compósitos, como por exemplo, o baixo custo de processo, maior vida útil do ferramental (SILVA, 2004), para Atkinson (2004), algumas desvantagens tais como a dificuldade de controle da faixa de temperaturas para trabalho (principalmente para ligas com estreitos intervalos de solidificação) e o elevado custo da matéria-prima devem ser considerados.

2.4 Interface dos materiais que constituem o compósito

A resposta à solicitações mecânicas de materiais compósitos depende em grande parte da interface formada entre a matriz e o reforço. A interface entre quaisquer duas fases pode ser definida como uma superfície de contato onde ocorre algum grau de descontinuidade, podendo esta ser abrupta ou gradual. A interface é o local onde alguns parâmetros dos materiais, tais como concentração de um elemento, módulo elástico, densidade e coeficiente de expansão térmica apresentam descontinuidade (FREITAS, 2007).

A interface formada entre matriz e reforço pode ser caracterizada pela formação de uma ligação química entre o reforço e o metal fundido. Alguns aspectos podem interferir na qualidade final do compósito, entre eles, a presença de camada de óxido sobre o metal que tende a impedir a molhabilidade do reforço pela matriz (KIM e MAI, 2000).

Outro fator que pode interferir nas propriedades dos compósitos está relacionado à possibilidade de ocorrência de reações (quando o processamento se dá a altas temperaturas) que tendem a formar fases com elevada fragilidade. Um exemplo desse comportamento pode ser descrito pelas reações interfaciais possíveis em processos que envolvem altas temperaturas durante a fabricação do compósito Alumínio/SiC. Neste caso, podem surgir pequenas placas ou precipitados isolados das fases Al_4C_3 e Al_4SiC_4 através das reações entre o Alumínio e o SiC a temperaturas superiores a $550^\circ C$ (OZDEMIR, 2011).

O diagrama apresentado por Doh-Jae Lee (1988), apresentado na Figura 2.2, mostra a possível formação dessas fases prejudiciais ao comportamento mecânico do compósito Al/SiC fabricado por processos que utilizam elevadas temperaturas. Para Lee (1997), duas das reações possíveis entre Al e SiC são dadas pelas equações 2.1 e 2.2.



Neste caso, a formação da fase Al_4C_3 é conhecida por causar problemas indesejados como elevação da fragilidade na interface dos compósitos, podendo causar fraturas dependendo da intensidade da carga aplicada no compósito. Devido à fragilidade na interface Al/SiC, geralmente a propagação de trincas tende a ocorrer nesses pontos específicos.

Um método que pode ser utilizado para minimizar a formação de fases frágeis, de acordo com Previtali (2008), é a adição de Magnésio ou o aumento do teor de Silício, pois contribuem para a redução de formação dessas fases.

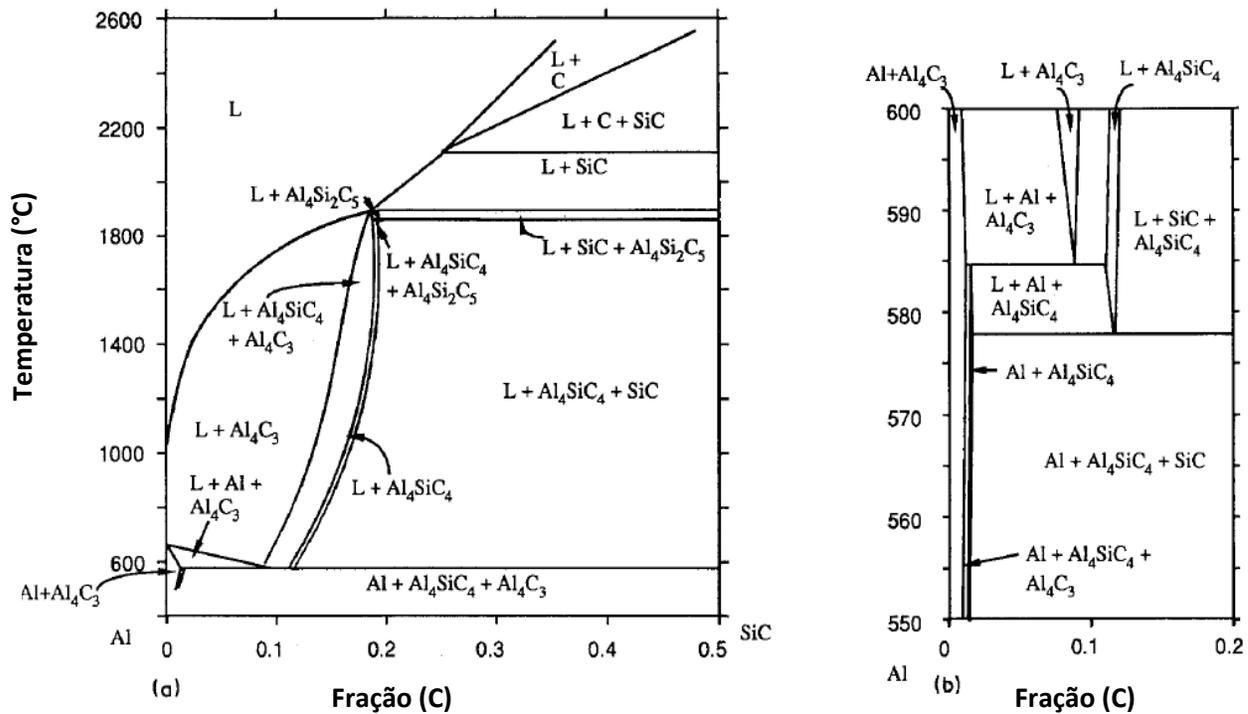


Figura 2.2: Diagrama de fases do Al/SiC para temperaturas de 400 a 2600°C e para temperaturas entre 550 e 600°C. (Doh-Jae Lee, 1988).

Propriedades mecânicas são melhoradas quando há transferência de carga da matriz (geralmente mais dúctil) para o reforço através da interface; interfaces frágeis dificultam ou inviabilizam essa transferência de carga (LEE, 1997). A formação de fases frágeis, no entanto, pode ser evitada com a utilização de temperaturas mais baixas que as temperaturas favoráveis à precipitação dessas fases (OZDEMIR et al., 2011).

Dada a suma importância do estudo da interface formada entre matriz e reforço, inúmeros estudos têm sido desenvolvidos com o objetivo de verificar a sua natureza e a sua influência nas propriedades mecânicas dos compósitos. Entre as técnicas convencionais estão a análise da microestrutura interfacial e a análise da presença das fases formadas durante o processo. Entre as técnicas mais modernas, está a análise numérica de possíveis falhas na interface, na qual é possível prever a resposta da tensão-deformação dos compósitos de matriz metálica quando submetidos à aplicação de elevada carga (CHINMAYA e YUNG, 2011).

2.5 Principais propriedades e aplicações dos compósitos de matriz metálica

2.5.1 Propriedades

As propriedades físicas e mecânicas dos CMMs dependem, de modo geral, de inúmeros fatores como: propriedades e fração volumétrica dos componentes individuais, distribuição e dispersão da fase de reforço, dimensões e geometria do reforço, e qualidade da interação entre as fases constituintes (interface formada). Entre as principais propriedades estudadas nos materiais compósitos de matriz metálica estão as propriedades térmicas, mecânicas e de desgaste.

- 1) **Propriedades térmicas:** as propriedades térmicas resultam da combinação das propriedades térmicas do material da matriz e o material de reforço, da geometria e distribuição do material de reforço no volume da matriz e ainda do contato entre as partículas. Essas propriedades apresentam redução em relação ao metal não reforçado, pois a condutividade do reforço é menor do que o da matriz (XUAN HUI 2011 e ABYZOV et al., 2012), para reforços cerâmicos em geral;
- 2) **Propriedades mecânicas:** as propriedades mecânicas também dependem das propriedades individuais dos materiais envolvidos; no entanto, o reforço tende a elevar o módulo de elasticidade e a dureza do compósito, principalmente em CMMs onde a matriz é constituída por ligas de Alumínio, titânio ou cobre (MATTHEUS, RAWLINGS, 1999). Contrariamente, propriedades como tenacidade e ductilidade tendem a reduzir com o aumento do teor de reforço (TAYA, 1991 e KACZMAR et al., 2000);
- 3) **Propriedades de desgaste:** como a resistência ao desgaste é determinada pela perda de massa de um corpo quando este se encontra atritando com outro corpo, a presença de partículas de reforço com dureza elevada tende a elevar a resistência ao desgaste do material (KAVALCO, 2011 e BARADESWARAN e ELAYA, 2013).

2.5.1 Aplicações

As mais notórias aplicações dos CMMs ocorrem nos setores aeroespacial, automobilístico e setores de alto desempenho (produção de peças de máquinas, componentes do freio, equipamentos desportivos, entre outros) devido à alta rigidez, resistência mecânica e resistência ao desgaste que estes materiais, em geral, apresentam (SURAPPA, 2003).

Na indústria automobilística, os compósitos de matriz metálica são usados para a fabricação de vários componentes, entre eles, por exemplo, eixos e discos de freio. No que se refere à fabricação de discos de freio, um exemplo de compósito de matriz metálica utilizado é formado a partir da matriz de Alumínio reforçado com partículas cerâmicas (Al/Si), comumente utilizado em substituição ao ferro fundido (VENTURA, 2009).

A fabricação e aplicação comercial de disco de freio fabricado a partir da junção da liga de Alumínio A356 com o compósito Al/SiC tem sido realizada pelas Industrias ECK. Para fabricação da peça, a parte central do disco, que se liga ao cubo da roda, é moldada com a liga de Alumínio A356 enquanto a parte exterior é moldada a partir do compósito Al/SiC, a partir de produto comercial denominado Duralcan (Alcan Industries). Essa modificação na estrutura da peça proporciona maior resistência ao desgaste para as superfícies que encontram-se constantemente em atrito. A Figura 2.3 apresenta um freio de disco fabricado pela empresa citada e a microestrutura do compósito Al/SiC-Duralcan.

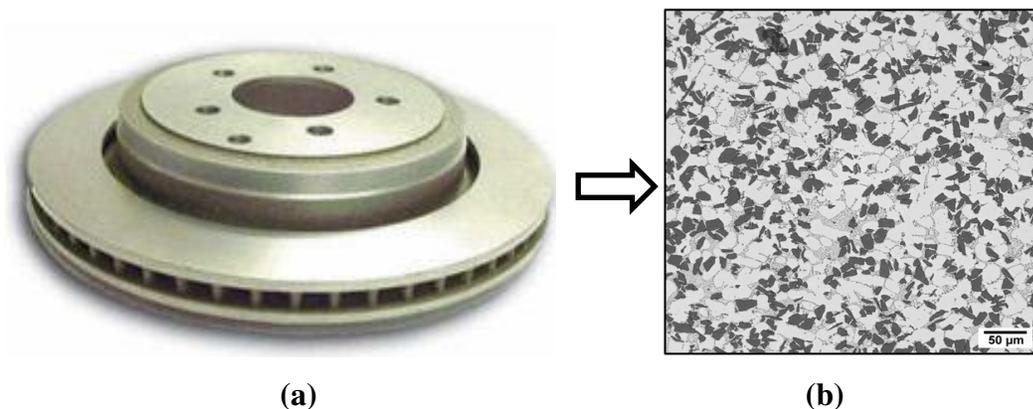


Figura 2.3: (a) disco de freio para caminhões de médio porte fabricado pela empresa ECK (Adaptado ECK, 2013); (b) microestrutura do compósito Al/SiC – Duralcan com 20% de SiC (Adaptado de Alcan Engineered Cast Products 2013).

Pistões de veículos onde a cabeça é reforçada por fibras de alumina e bielas resistentes a elevadas temperaturas de trabalho, com paredes mais finas capazes de reduzir seu peso e aumentar o rendimento dos motores, são outros exemplos de aplicações atuais dos CMMs.

Na indústria aeronáutica, por outro lado, a maior gama de aplicações é evidenciada no âmbito estrutural, na fabricação de compósitos de matriz metálica para a aplicação em componentes como palhetas do rotor, compressores, entre outros (SAHIN, 2011).

2.6 Tecnologia de semi-sólidos

2.6.1 Conceitos gerais

A tecnologia de semi-sólidos derivou de pesquisas iniciadas nos anos 70 no Massachusetts Institute of Technology (M.I.T.) sobre o comportamento reológico da liga Sn-15%Pb durante sua solidificação, para diferentes frações de sólido. Observou-se, durante os experimentos, que a imposição de agitação à liga durante seu resfriamento resultava em uma estrutura composta de partículas esféricas, ao invés da estrutura convencional de morfologia dendrítica (SPENCER, 1972).

Medidas da tensão de cisalhamento feitas em ligas pastosas que apresentavam sólido com esta morfologia já tinham mostrado um pequeno aumento da tensão com a diminuição da temperatura, mesmo quando uma significativa quantidade de sólido já havia sido formada (METZ E FLEMINGS, 1970). A partir de então, verificou-se que a pasta apresentava comportamento tixotrópico, ou seja, apresentava-se fortemente dependente da taxa de cisalhamento e da taxa de resfriamento.

A pasta tixotrópica exibe características de um fluido não-Newtoniano, ou seja, em relação às propriedades de escoamento, a pasta apresenta elevada viscosidade quando em repouso e elevada fluidez quando sob aplicação de elevadas tensões (HIRT e KOPP, 2009). Em virtude das características apresentadas pela pasta, a viscosidade é o principal parâmetro para o estudo do processamento de ligas metálicas no estado semi-sólido (GOODWIN, 2000 e NAFISI, 2004).

A tecnologia de semi-sólido baseia-se, portanto, na fabricação de pastas tixotrópicas caracterizadas pela mistura de partículas sólidas globulares interconectadas e envolvidas em meio líquido. Devido à estas e outras características, vários processos de fabricação foram desenvolvidos para conformação do metal no estado semi-sólido e entre eles destacam-se os processos de tixoinfiltração, tixoforjamento e tixoinjeção.

Essa tecnologia tem sido aplicada para o processamento de inúmeras ligas, incluindo ligas de Alumínio, zinco, cobre entre outras. Na conformação de ligas no estado semi-sólido, o controle do processo depende fortemente do intervalo de solidificação apresentado pela liga, onde, quanto maior for esse intervalo, mais fácil será o controle do processo.

Componentes fabricados via tecnologia de semi-sólido apresentam alta integridade mecânica e geralmente apresentam baixa porosidade, e quando reforçados, isto é, como compósitos, podem substituir materiais mais pesados como o aço para componentes críticos de segurança (CHAYONG, 2005).

Alguns pesquisadores destacaram ao longo dos anos, e como decorrência de estudos desenvolvidos, inúmeras vantagens acerca da utilização da tecnologia de semi-sólidos, dentre elas:

- a) **Redução de custos de processo:** devido à maior eficiência energética atribuída ao processamento à temperaturas inferiores às utilizadas na fundição convencional a partir de líquidos (KOOP, 2002);
- b) **Redução de custos com ferramental:** aumento devida útil de ferramental utilizado, já que são utilizadas temperaturas relativamente mais baixas (SILVA, 2004),
- c) **Possibilidade de fabricação de peças com geometria complexa:** devido à viabilidade de redução do número de etapas de conformação, possibilitando a fabricação de peças *near net shape* (ATKINSON, 2004);
- d) **Fabricação com sucesso de materiais compósitos:** devido à facilidade de adição de partículas para a fabricação de compósitos se comparada à adição de partículas em meio líquido (FLEMINGS, 2000; CURLE e IVANCHEV, 2010 BHAR, 2011).
- e) **Elevadas taxas de produtividade:** alcançando valores similares ou superiores às encontradas para fundição sob pressão, e qualidade superficial apropriada para a eletrodeposição (ATKINSON, 2005).

São apresentados na Figura 2.4 a imagem de um lingote metálico no estado semi-sólido e na Figura 2.5 a sua microestrutura tipicamente globular.



Figura 2.4: Lingote de Alumínio no estado semi-sólido (VINARCIK, 2002)

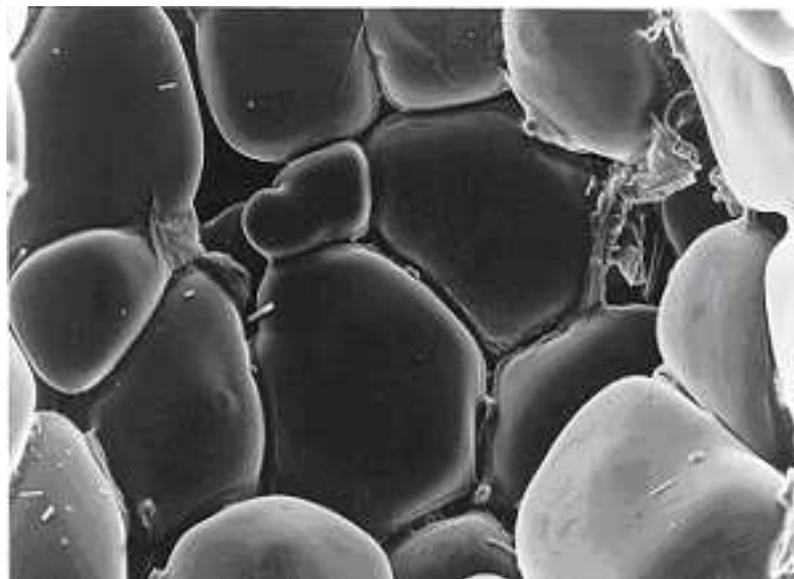


Figura 2.5: Microscopia de uma liga Al-Zn tixofundida (PIRES, 2005) (MEV).

2.6.2 Obtenção de pastas tixotrópicas por fusão parcial controlada

Diferentes técnicas podem ser empregadas para a obtenção de pastas tixotrópicas de ligas metálicas; em todas elas se busca a formação de fase primária globular. Isto pode ser obtido pelo controle da solidificação, para evitar a formação de estruturas convencionais dendríticas, ou pela modificação de estruturas já solidificadas, de dendríticas para globulares.

Dependendo da rota utilizada para obtenção do material tixotrópico, a microestrutura final pode não ser totalmente globular; neste caso é necessário o reaquecimento até o estado de semi-sólido para promover a globularização total, pois o aumento da temperatura fornece energia para as modificações estruturais necessárias – globularização (FLEMINGS, 1991).

Uma das técnicas utilizadas para a produção de pastas tixotrópicas a partir de ligas no estado sólido é o tratamento térmico denominado de fusão parcial controlada (FPC), processo utilizado neste trabalho. O processo de FPC é realizado com o objetivo de fundir fases secundárias da liga e promover a globularização da fase primária (através de fenômenos naturais de engrossamento) enquanto esta está envolta em meio líquido.

O controle do processo de FPC depende da condição da estrutura da matéria-prima inicial, da temperatura, do tempo de tratamento térmico e da taxa de aquecimento a esta temperatura. A temperatura de aquecimento até a temperatura de tratamento e a permanência a esta temperatura, são fundamentais para as transformações estruturais necessárias para obtenção da pasta tixotrópica. No entanto, se a pasta é mantida à temperatura de tratamento por um longo tempo, pode ocorrer crescimento de glóbulos, o que conseqüentemente interfere nas propriedades mecânicas do produto final.

Os fenômenos que resultam na globularização microestrutural estão diretamente relacionados às condições microestruturais iniciais da liga, desta forma, ligas com estrutura inicial dendrítica deformada que passam por tratamento de fusão parcial controlada tendem a sofrer transformação microestrutural por mecanismos que diferem dos mecanismos presentes na globularização de ligas nas quais a microestrutura inicial é bruta de solidificação (dendrítica). Por esse motivo, os processos de FPC podem ser divididos de acordo com as condições da microestrutura inicial da liga estudada.

- Fusão parcial controlada a partir de estruturas dendríticas deformadas: o reaquecimento da estrutura deformada causa a sua recristalização e ao atingir-se a temperatura *solidus*, ocorre a fusão das fases secundárias presentes em contornos de grãos originais. Se a energia dos contornos de grãos recristalizados for elevada, líquido pode penetrar nesta região, liberando estes novos grãos para o líquido, onde crescem equiaxialmente. As pastas resultantes deste processo apresentam glóbulos bem definidos, de reduzidas dimensões e sem a presença de líquido retido em seu interior (ROBERT, 1993).
- Fusão parcial controlada a partir de estruturas dendríticas: neste caso a transformação ocorre pela redução de energia superficial e se dá pela fusão das fases secundárias cujo líquido formado envolve as dendritas da fase primária de forma a permitir a globularização da fração sólida restante. Durante a transformação a microestrutura passa por estágios intermediários, desde dendritas irregulares, dendritas com morfologia de rosetas até a forma final de glóbulos irregulares de grandes dimensões, frequentemente com poças de líquido em seu interior (ROBERT, 1993).
- Fusão parcial controlada a partir de estruturas refinadas: a globularização ocorre de forma rápida, sem passar por estágios morfológicos intermediários, como no caso de estruturas brutas de fusão. As pastas produzidas utilizando matéria-prima nesta condição apresentam glóbulos de tamanhos reduzidos, sem a presença de líquido em seu interior. O ultra-refino pode ser produzido por diferentes técnicas, como ultra-refino por ação de agentes nucleantes associada a alta taxa de extração de calor e processos de jateamento do líquido em moldes apropriados (ROVIRA, 1998).

A utilização da tecnologia de semi-sólidos está ligada diretamente à obtenção de pasta com microestrutura globular, posto que a estrutura, em especial estrutura esférica fina, desempenha um papel importante na obtenção e aplicação dos materiais, pois combinam razoável resistência a boa ductilidade (GUO e YANG, 2007).

Outro fator interessante na análise microestrutural da pasta tixtrópica é a ausência de segregação na fase primária globular, diferindo-se de estruturas fundidas convencionalmente (em geral apresentam elevada segregação). Esse fato é explicado pela temperatura de trabalho de fusão parcial que aumenta a taxa de difusão, melhorando a distribuição de soluto na estrutura.

2.6.3 Tixohabilidade ou tixoconformabilidade

A tixohabilidade ou tixoconformabilidade de uma determinada liga metálica é caracterizada pela habilidade que a liga tem de sustentar o estado pastoso tixotrópico durante o processamento. A tixohabilidade depende de vários fatores, entre eles: a taxa de aquecimento ou resfriamento, a sensibilidade de variação da fração líquida em função da temperatura e a fração líquida formada pela fusão da fase eutética (ATKINSON, 2000).

O comportamento tixotrópico que as ligas apresentam quando submetidas à pressão definem a via de processo a ser utilizado, podendo ser tixofundição, tixoinjeção, tixoforjamento, tixoextrusão, tixoestampagem e tixolaminação.

Entre os parâmetros a serem considerados para o controle de processos de fabricação utilizando metais no estado semi-sólido, alguns autores descreveram os principais:

- Fração líquida formada pela fusão da fase eutética: a formação de grande quantidade de líquido pela fusão da fase eutética pode significar dificuldade de controle do processo, pois aumentos subsequentes de temperatura podem levar à presença de excessiva quantidade de líquido na pasta. Valores de fração líquida da ordem de 0,3 a 0,5 na temperatura eutética, têm se mostrado ideais (ATKINSON, 2000).
- Taxa de aquecimento ou resfriamento: de modo geral altas taxas de aquecimento ou resfriamento diminuem a $T_{sólida}$ e aumentam a $T_{líquida}$, aumentando o intervalo de solidificação, reduzindo a variação da fração líquida com a variação da temperatura e consequentemente melhorando a tixohabilidade (CRISTOFOLINI, 2009);
- Sensibilidade da fração líquida com a temperatura (dFl / dT) no interior da zona pastosa: deve ser reduzida; altos valores resultam em significativo aumento da fração líquida com uma pequena variação de temperatura, o que dificulta o controle do processamento da pasta.

O conhecimento da tixohabilidade da liga torna possível determinar a temperatura de trabalho a partir da fração líquida desejada. Portanto, a determinação prévia da tixohabilidade de uma liga é fundamental para análise da potencialidade deste material ao processamento no estado semi-sólido e para o sucesso da operação de tixoconformação.

2.7 Reciclagem de ligas de Alumínio

O processamento para a obtenção de Alumínio metálico a partir de seu minério bauxita demanda grande quantidade de energia, o que torna a reciclagem deste metal extremamente importante para o campo industrial. A reciclagem envolve insumos energéticos até 95% menores do que os requeridos para a obtenção do Alumínio primário (MAHFOUD e EMADI, 2010).

Portanto, como alternativa para redução do custo de peças fabricadas a partir do Alumínio está o processo de reciclagem, seja da sucata nova (que tem origem dentro da própria indústria, como resíduos de usinagem, recorte de chapas, tubos, etc) ou da sucata velha (proveniente de objetos de Alumínio já utilizados).

A indústria mundial do Al reciclado quase quadruplicou sua produção em 2010, de acordo com a International Aluminium Institute (2010). Em contrapartida, a produção de Al primário ainda é bem maior em termos absolutos, apesar de apresentar um aumento relativo menor de sua produção, no mesmo período. A Figura 2.6 mostra o crescimento da reciclagem em comparação a produção de Alumínio primário nas últimas décadas, de acordo com dados da International Aluminium (2010).

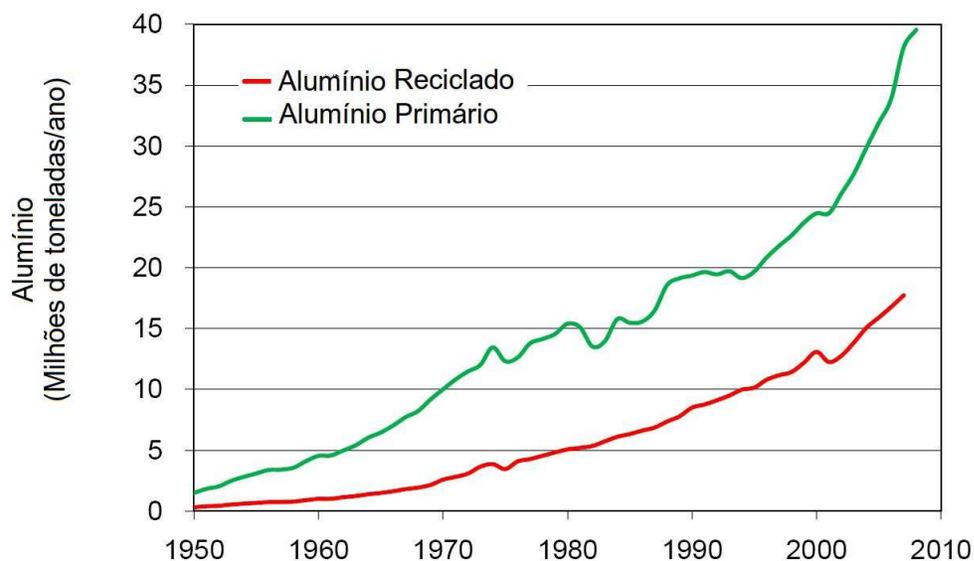


Figura 2.6: Evolução mundial da produção de Al primário e reciclado. (Adaptado de INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE, 2010).

A Figura 2.7 apresenta a evolução da parcela de produção de Al primário e reciclado com relação à produção total do mesmo. Pode ser observado um aumento gradativo na parcela referente ao reaproveitamento deste metal, o que evidencia uma forte tendência mercadológica à sua utilização. (INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE, 2010).

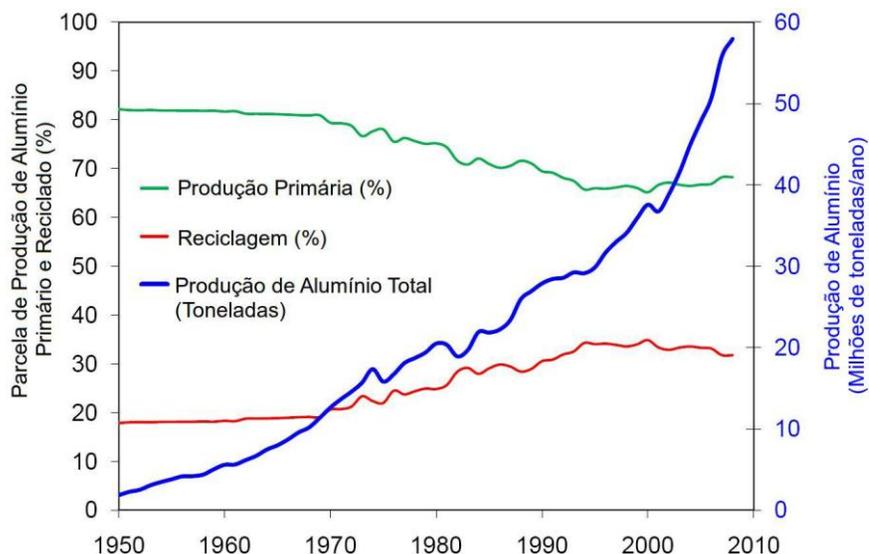


Figura 2.7: Relação entre o crescimento da produção primária de ligas de Alumínio, a reciclagem e a produção total de Alumínio nas últimas décadas.

A Figura 2.8 mostra o papel do Brasil no cenário mundial de reciclagem de Alumínio no quesito sucata recuperada e o consumo doméstico.

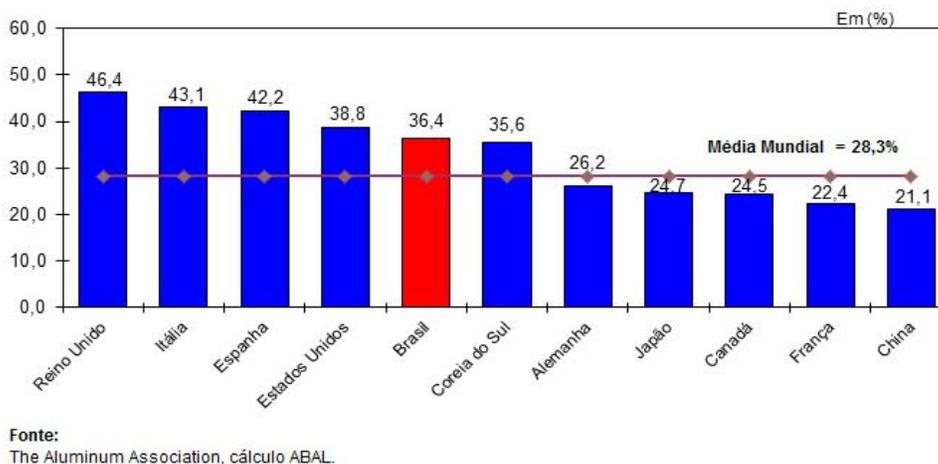


Figura 2.8: Cálculo mundial da reciclagem segundo dados da ABAL (2010).

Apesar dos números apresentados nas Figuras 2.7 e 2.8 serem animadores, mostrando números elevados de reciclagem, a maioria desses dados estão relacionados principalmente à reciclagem de sucata velha, no entanto, um grande problema para as indústrias, principalmente de aviação, é a quantidade de resíduos de Alumínio resultantes da usinagem de grandes partes estruturais, como as asas de aviões.

O cavaco é considerado sucata industrial, ou seja, proveniente do processo de produção, desta forma, livre de demais impurezas. Entre os principais benefícios da reciclagem de metal estão: economia de energia; economia de água; aumento da vida útil dos lixões; diminuição das áreas degradadas pela extração do minério; diminuição da poluição.

Processos capazes de reciclar o Al e suas ligas vêm sendo objeto de estudos devido à sua grande importância para o meio ambiente e em termos comerciais (FOGAGNOLO, 2003; PUGA, 2009). No entanto, em se tratando de reciclagem de cavaco ainda não são muitos os avanços. Considerando o fato de que o Alumínio é um recurso não renovável torna-se importante que sejam exploradas todas as vertentes neste sentido.

Este trabalho se insere em uma linha de ação que busca um desenvolvimento sustentável, ao desenvolver tecnologia para produção de novos materiais a partir de material reciclado. Além disto, devido aos relativamente reduzidos custos do processo de tixoconformação, busca ainda se inserir em uma filosofia de desenvolvimento de *low cost engineering*.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Utilizando processo de tixoconformação, compósitos Al/SiC foram fabricados, a partir de cavacos da liga AA7075, em diferentes composições e condições de processamento. A Figura 3.1 apresenta fluxograma detalhado do desenvolvimento deste trabalho.

3.1 Materiais

3.1.1 Cavacos da liga utilizada (AA7075)

A liga comercial de Alumínio AA7075, constituída principalmente pelos elementos de liga Zinco (Zn), Magnésio (Mg) e Cobre (Cu) encontra aplicações nas indústrias aeroespacial, automobilística e principalmente na indústria aeronáutica. Essa gama de aplicações ocorre devido às suas características peculiares, tais como, médias-elevadas propriedades mecânicas possibilitando a fabricação de produtos trabalhados como extrudados, forjados e ainda possibilitando o aumento da resistência por meio de tratamentos térmicos de envelhecimento. A Tabela 3.1 apresenta algumas características gerais da liga AA7075 no estado em que é usualmente comercializada – trabalhada e submetida a tratamento de solubilização e envelhecimento, designado como T6.

Tabela 3.1: Propriedades e algumas características da liga Al AA7075-T6.

Módulo Elástico (GPa)	73
Modulo de Rigidez (MPa)	27,5
Intervalo de Solidificação	475-630
Dureza Brinell HB	150,0
Densidade (g/cm ³)	2,80
Condutibilidade térmica a 25°C (cal/cm°C)	0,29
Coefficiente de expansão Linear (L/°C)	24*10-6

Fonte: Web Site Center ligas (2011)

Para fabricação dos CMMs por tixoconformação a referida liga foi utilizada na forma de cavacos provenientes do processo de usinagem de peças aeronáuticas da Empresa Brasileira Aeronáutica S/A (EMBRAER S/A).

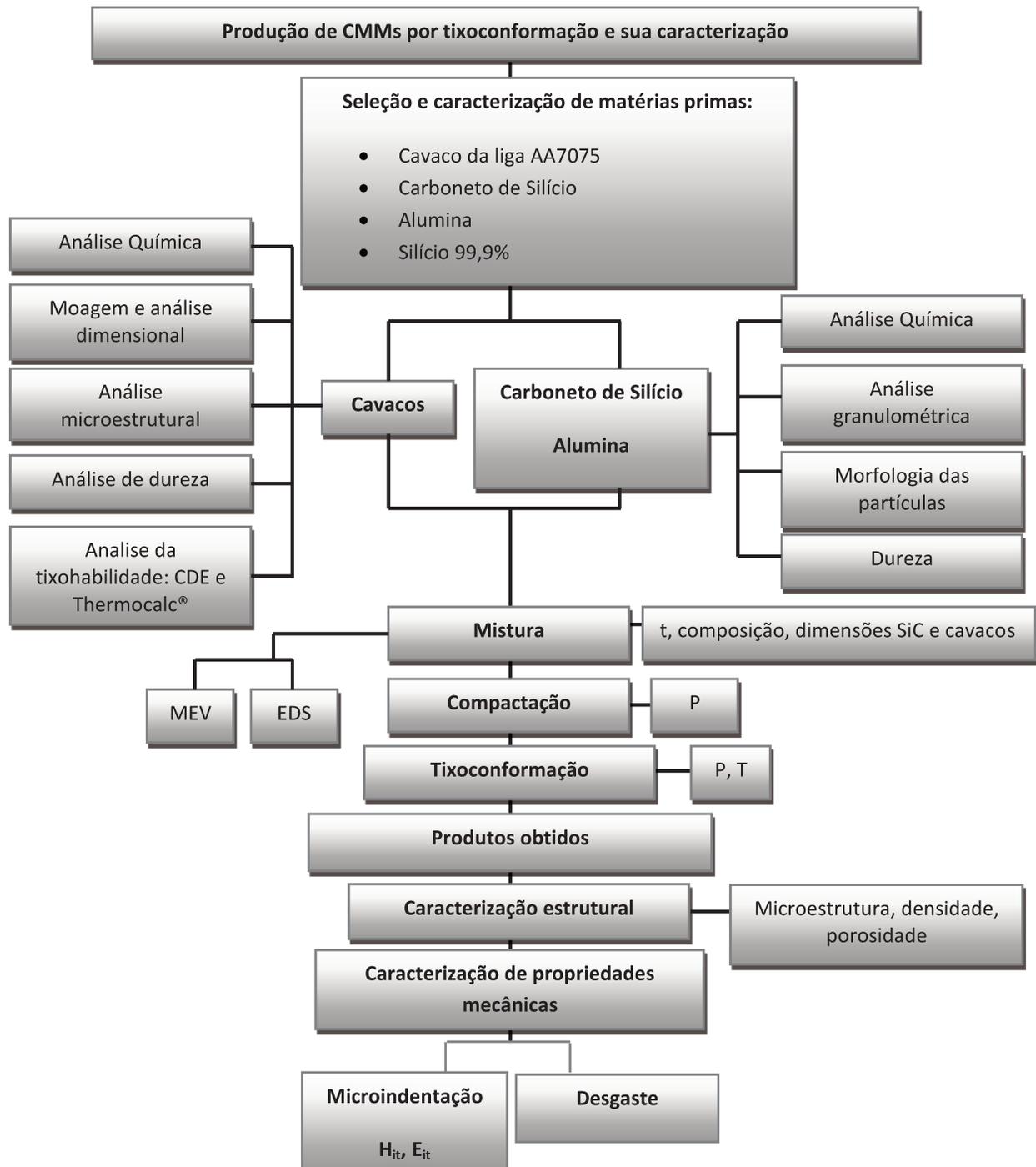


Figura 3.1: Fluxograma dos trabalhos experimentais para a fabricação de compósitos por tixoprocessamento.

A. Composição química da liga (AA7075)

A composição química da liga estudada foi obtida por espectrometria com o auxílio de espectrômetro de emissão óptica em atmosfera inerte, modelo Bill-OES, da Anacom Scientific. As análises foram realizadas com duas repetições e os valores médios obtidos, assim como os valores de referência ASTM, são apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Composição química dos cavacos da liga AA7075.

Elemento	%Peso obtido	%Peso ASTM [2]
Al	88,74	87,9-97,4
Mg	2,38	2,10-2,90
Cu	2,11	1,2-2,0
Zn	6,29	5,10-6,10
Cr	0,20	0.18-0,28
Fe	0,06	<=0,50
Ti	0,03	<=0,20
Si	0,07	<=0,40

B. Diagramas de fases da liga (AA7075)

A Figura 3.2 apresenta diagrama de fases do sistema binário Al-Zn em condições de equilíbrio (ASTM, 1992), com a composição de interesse (liga AA7075) indicada pela linha tracejada. Nota-se que para esta composição (Al-5%Zn) o intervalo de solidificação é reduzido (aproximadamente 10°C) e que durante a solidificação há a formação apenas de fase alfa (α), que consiste em uma solução sólida de Alumínio com estrutura CFC, contendo baixos teores do elemento de liga.

Para essa liga, a fase (α) mantém-se estável até aproximadamente 120°C; a partir desta temperatura, em decorrência da redução da solubilidade do Zinco, inicia-se sua precipitação como elemento praticamente puro ou como solução sólida contendo teores muito reduzidos de Alumínio. A Figura 3.3 apresenta diagrama de fases do sistema binário Al-Mg em condições de equilíbrio (ASTM, 1992a), com a composição de interesse (liga AA7075) indicada pela linha tracejada. Para esta composição, o intervalo de solidificação é reduzido (aproximadamente 40°C) e, assim como no caso da liga Al-Zn, durante a solidificação também há a formação apenas de

fase (α) com estrutura CFC. Esta fase mantém-se estável até a temperatura de aproximadamente 150°C, a partir da qual o limite de solubilidade do Mg em (α) é atingido, havendo a formação de precipitados do intermetálico (Al_3Mg_2).

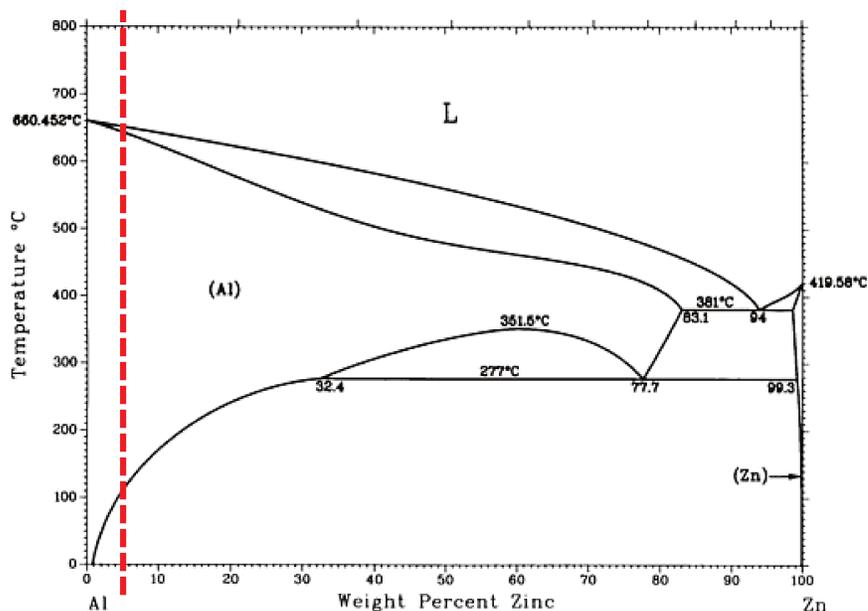


Figura 3.2. Diagrama de fases para o sistema binário Al-Zn; em destaque a composição da liga estudada.

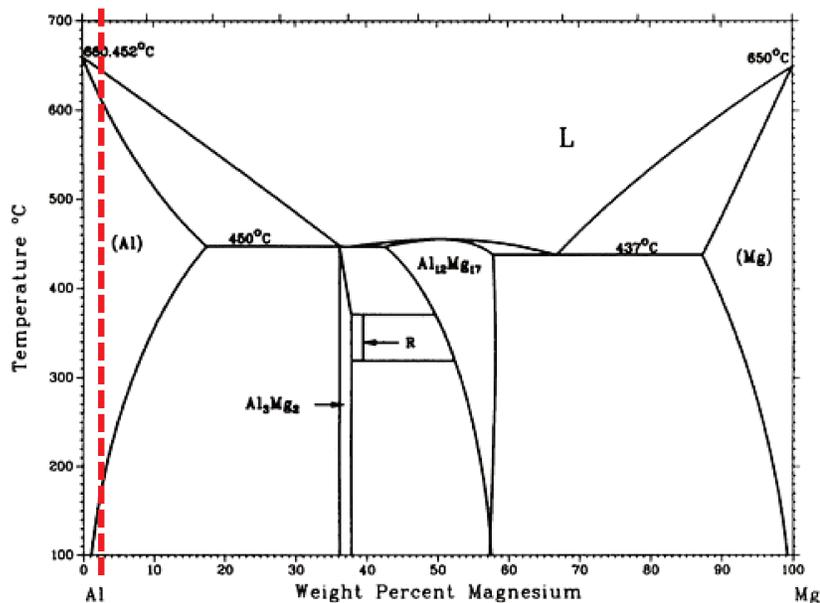


Figura 3.3. Diagrama de fases para o sistema binário Al-Mg; em destaque a composição da liga estudada.

Na Figura 3.4(a) são mostradas projeções das superfícies *liquidus* do diagrama de fases do sistema ternário Al-Zn-Mg, onde, em destaque, no encontro das linhas tracejadas, está a composição da liga estudada (Al-5%Mg-2%Zn). É possível observar que a transição entre (α) e líquido, correspondente a $T_{liquidus}$, ocorre entre 630 e 640°C. Já a Figura 3.4 (b) refere-se às projeções das superfícies *solidus*, onde é possível observar que a liga apresenta $T_{solidus}$ aproximadamente a 600°C.

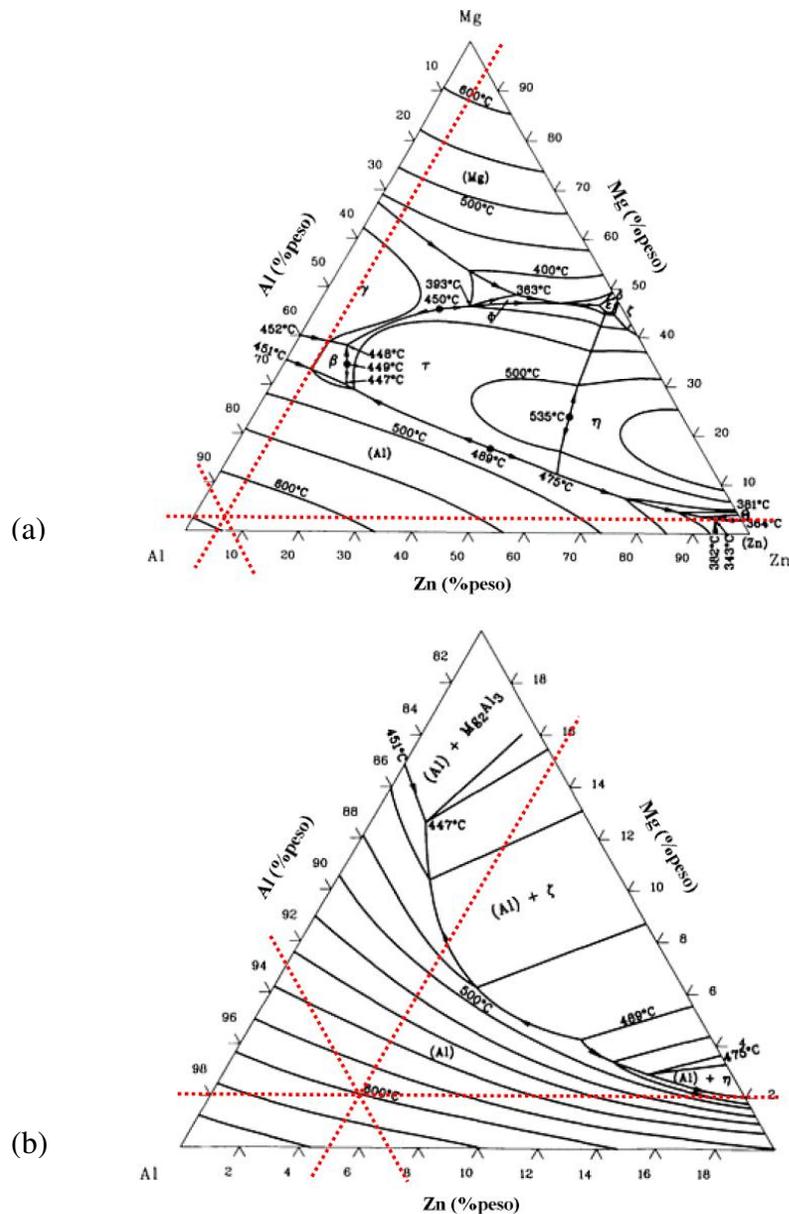


Figura 3.4. Projeções de superfícies (a) *liquidus* e (b) *solidus*, do diagrama de fases do sistema ternário Al – Mg – Zn. (Adaptado de ASM, 1992). Em destaque a composição básica da liga AA7075.

Segundo Hatch (1993), a liga ternária Al-Zn-Mg geralmente apresenta, em condições fora do equilíbrio, as fases M - cuja composição pode variar de $MgZn_2$ para Mg_4Zn_7Al ; fase T - de composição básica $Mg_3Zn_3Al_2$ mas com cuja composição pode variar de 74%Zn-16%Mg a 20%Zn-31%Mg e fase Beta (β) - que apresenta composição Al_3Mg_5 , presente apenas quando a quantidade de Mg é maior que a quantidade de Zn.

A liga em estudo não é composta apenas por Al, Zn e Mg. Com o Cobre presente na liga, embora em menor quantidade, é formado um sistema quaternário. No caso de ligas quaternárias Al-Zn-Mg-Cu, ainda segundo Hatch (1993), as fases presentes podem ser distintas das presentes em sistemas ternários. Para o sistema quaternário, a fase M corresponde a $Mg(Al, Cu, Zn)_2$ cuja composição pode variar de $MgZn_2$ a $CuMgAl$; a fase T, designada $Mg_3(Al, Cu, Zn)$, apresenta composição que pode variar de $Mg_3Zn_3Al_2$ (caso ternário) e $CuMg_4Al_2$. Essas fases, normalmente intermetálicos de elevada dureza, conferem à liga estudada elevada resistência mecânica; o controle das fases presentes pode ser determinado por tratamentos térmicos.

De acordo com Hatch (1993), as ligas desse sistema quaternário podem apresentar a ocorrência de uma reação invariante em condições de não-equilíbrio, envolvendo as fases M, S e T, com a formação de líquido. As temperaturas nas quais essas reações podem ocorrer são próximas a 475°C. Portanto, em condições de não equilíbrio, ligas Al-Zn-Mg-Cu podem apresentar líquido a temperatura inferior à da fusão da fase principal (α), tomada normalmente como $T_{solidus}$ da liga.

C. Microestrutura dos cavacos como recebidos

A microestrutura dos cavacos como recebidos foi observada por microscopia óptica, utilizando um microscópio Leica, modelo DM-ILM, após preparo metalográfico e ataque químico convencionais. O ataque químico foi realizado por imersão das amostras em solução de Keller modificado durante 8 segundos.

A microestrutura observada é típica de ligas de Alumínio conformadas plasticamente, apresentando linhas de *Luder* decorrentes da deformação sofrida durante a laminação. Na microestrutura do cavaco não são notados contornos de grãos nítidos, como observado na Figura 3.5(a) e (b). Na Figura 3.5 (c) são observados círculos de deformação plástica provavelmente decorrentes do processo de usinagem, por dobramento do cavaco.

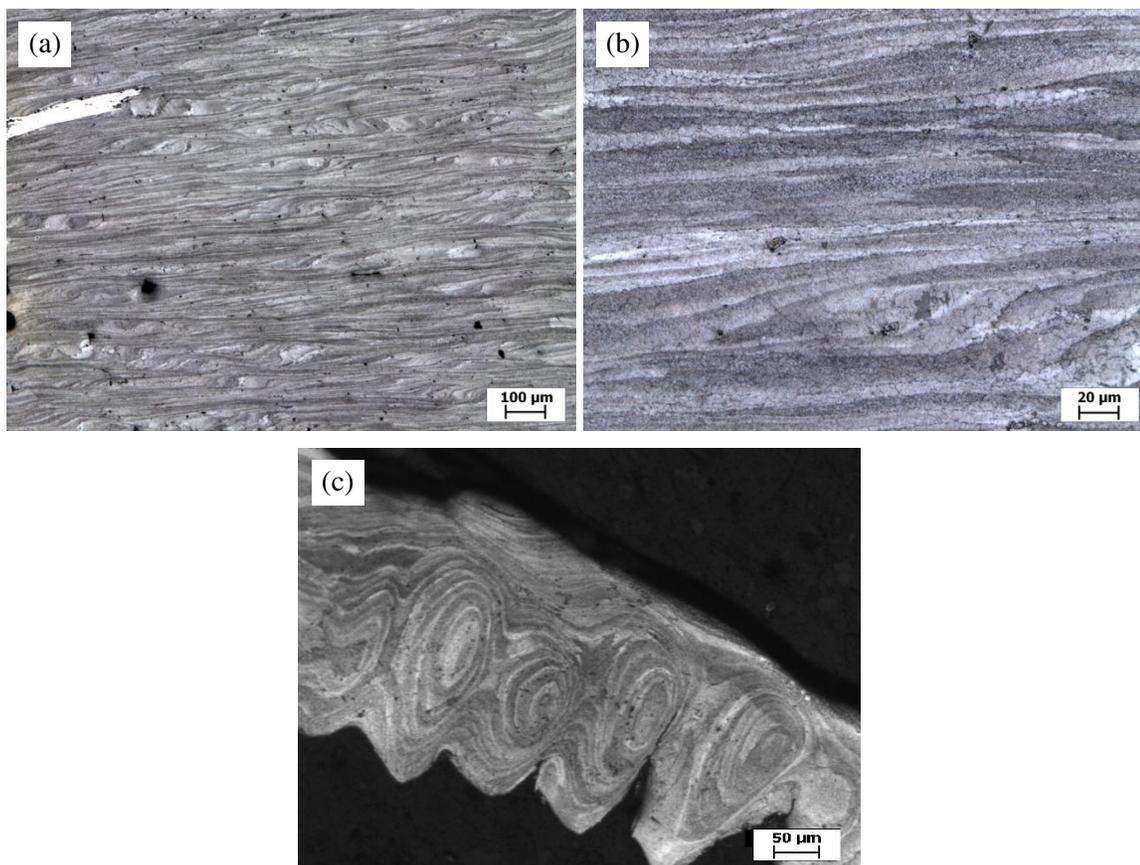


Figura 3.5: Microestruturas típicas dos cavacos da liga AA7075 como recebidos (MO).

D. Moagem e análise dimensional dos cavacos

Os cavacos para trabalho foram fornecidos com tamanho médio de 5 mm; no entanto, para aumentar a área superficial de interação com as partículas de reforço, suas dimensões foram reduzidas por técnica de moagem convencional utilizando um moinho de jarra com bolas de alumina.

A moagem com moinho de jarra consiste na utilização de um recipiente cilíndrico horizontal contendo bolas, normalmente de material cerâmico ou aços de elevada resistência mecânica e o material a ser moído. Durante o funcionamento do moinho, as bolas sofrem queda livre fragmentando o material. A Figura 3.6 mostra desenho esquemático de um moinho de jarra e a perspectiva do processo de queda das bolas no seu interior.

A velocidade de rotação da jarra é ajustada para produzir a queda das bolas do topo para maximizar sua velocidade de impacto sobre o material a ser moído. No caso do moinho

utilizado, a velocidade de rotação é previamente estabelecida de acordo com a quantidade de bolas de Alumínio que constitui a carga. De acordo com Suryanarayana (1999), se a velocidade for muito lenta, não haverá impulso suficiente para conduzir as bolas ao topo de jarra, e elas poderão rolar de volta à base. Uma velocidade muito alta impedirá a queda das bolas devido à ação centrífuga.

A moagem dos cavacos foi realizada no Laboratório de Física do Instituto de Física Gleb Wataghin/UNICAMP. Foi utilizado moinho modelo MA- 7/12 do fabricante MIS-Pi; foram empregadas bolas de alumina de diâmetros de 10 e 15mm; o tempo de moagem foi de 5 horas a uma velocidade de 80 RPM.

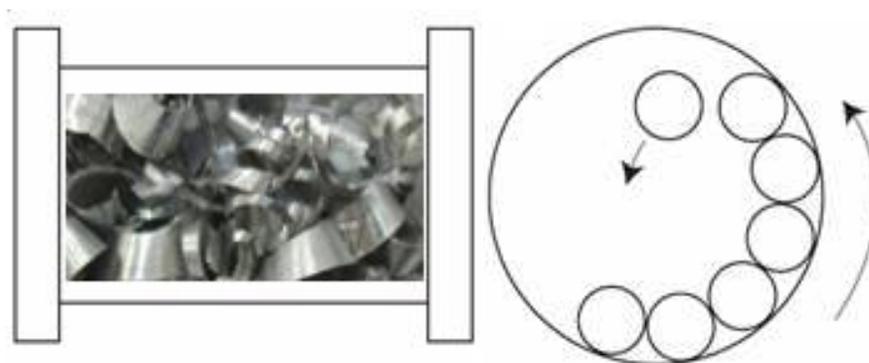


Figura 3.6: Desenho esquemático de um moinho de jarra e perspectiva do processo de queda das bolas no seu interior.

Após moagem os cavacos foram selecionados em duas categorias de acordo com suas dimensões: cavaco grosso e cavaco fino, conforme apresentado na Tabela 3.3. Para a separação granulométrica foi utilizada série de peneiras Tayler e um agitador eletromagnético de peneiras. A agitação durou 20min e a sequência de peneiras da série Tyler obedeceu a seguinte ordem de abertura (mesh): 4,75; 4; 3,35; 2,36; 1,70 e 1mm. O ensaio foi realizado de acordo com a norma NBR 7217 de 1987, da ABNT.

Tabela 3.3: Classificação dos cavacos da liga AA7075 segundo dimensões após moagem.

Categoria	Faixa de dimensões (mm)
Cavaco Grosso	$> 1,7 < 3,6$
Cavaco Fino	$< 1,7$

As Figuras 3.7(a) e (b) mostram, respectivamente, o cavaco fino e o cavaco grosso após a separação granulométrica.

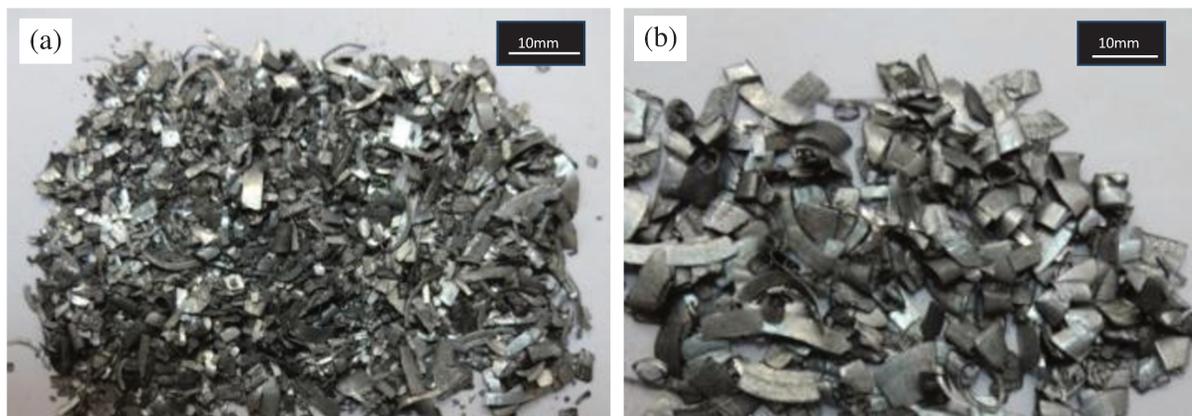


Figura 3.7: Cavacos após moagem e classificação granulométrica: (a) grosseiro; (b) fino.

E. Dureza dos cavacos

A avaliação da dureza dos cavacos empregados fez-se necessária por se tratar da fabricação de um compósito, onde os materiais envolvidos apresentam diferentes naturezas (material metálico e cerâmico). Algumas avaliações de propriedades mecânicas individuais são essenciais para a compreensão das características do produto final.

A dureza dos cavacos foi avaliada através do método de resistência mecânica à penetração. A microdureza Vickers foi escolhida em razão das dimensões limitadas do cavaco; o ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM E92. Foi utilizado um microdurômetro, modelo HV-1000, fabricante DIGIMES e carga de 300gf com tempo de penetração de 15s. Foram utilizadas quatro (04) amostras de cavacos em cada condição: como recebido e após moagem (grosso e fino); em cada amostra foram feitas nove (09) indentações. A Tabela 3.4 apresenta as durezas médias obtidas em cada caso.

Tabela 3.4: Resultado da análise de microdureza dos cavacos da liga AA7075, em diferentes condições: como recebido, após moagem (cavaco grosso e cavaco fino).

Microdureza Vickers (HV)		
Como recebido	Cavaco Grosso	Cavaco Fino
183 ± 7	159 ± 11	151 ± 15

Pode-se observar que o processo de moagem reduziu a dureza do material do cavaco; após a moagem, tanto os cavacos grosseiros como os finos apresentam a mesma dureza. A redução da dureza com a moagem se deve provavelmente à modificação da microestrutura do cavaco, conforme observado na Figura 3.8, onde se nota menor grau de deformação e ainda o crescimento de grãos. O aquecimento do material no processo de moagem promove o alívio de tensões devido a provável atuação do mecanismo de recuperação, possibilitado pela energia gerada durante a moagem associada a elevada energia acumulada durante a deformação original.

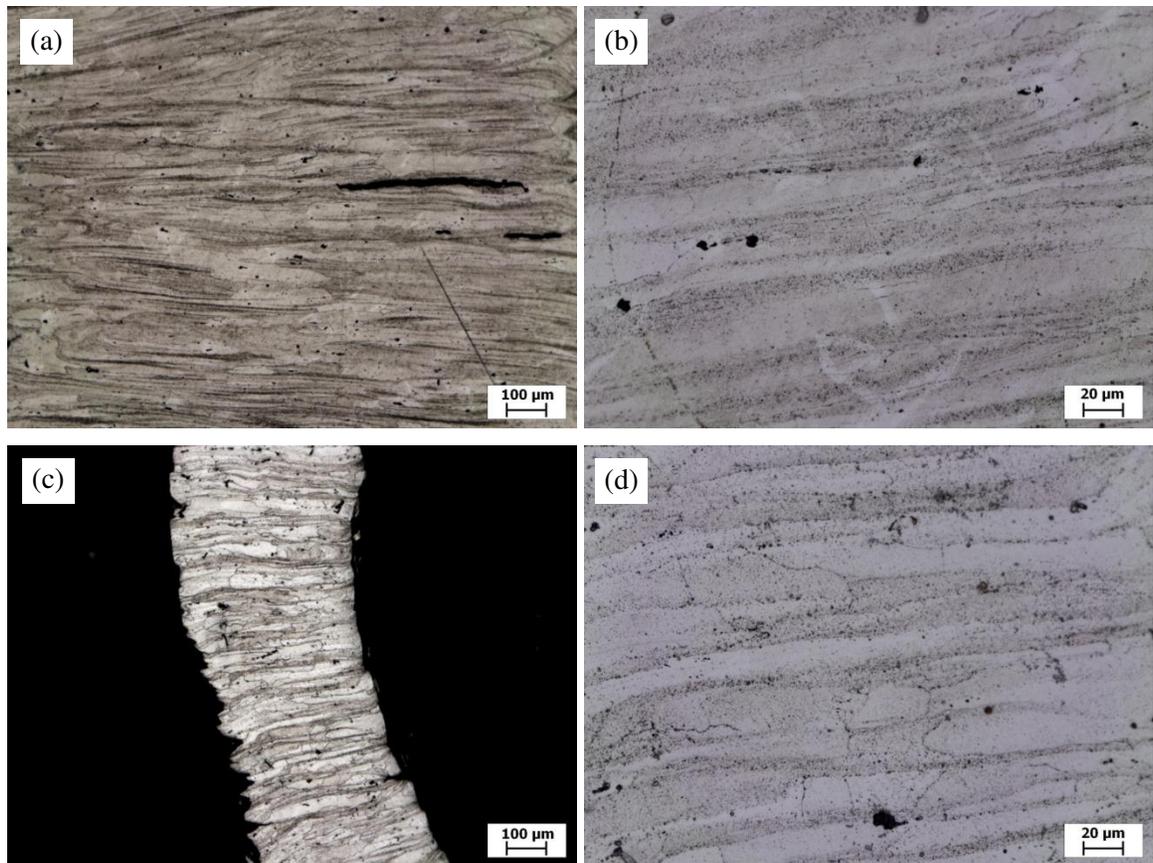


Figura 3.8: Microestruturas dos cavacos após moagem: (a) e (b) grosseiros; (c) e (d) finos. (MO).

F. Análise da tixohabilidade da liga AA7075

Levando em consideração que o processo de fabricação utilizado baseia-se na conformação do metal no estado semi-sólido, é imprescindível que seja feito um estudo prévio acerca da tixohabilidade da liga. A tixohabilidade pode ser compreendida como a viabilidade de utilização desta liga no estado pastoso, e para que seja determinada, são necessários

conhecimentos sobre o intervalo de solidificação da liga, sobre as fases formadas neste intervalo e sobre a variação de fração líquida em função da temperatura.

Para a determinação da tixohabilidade da liga de trabalho foram utilizados dados de simulação termodinâmica efetuados com o auxílio do *software* Thermocalc[®] e análise de dados obtidos por calorimetria exploratória diferencial (CDE).

Utilizando o *software* Thermocalc[®] foram realizadas simulações termodinâmicas de transformações de fases em função da temperatura, para a liga de trabalho, usando condições de equilíbrio; empregando condições de Scheil foi determinada a variação de fração líquida em função da temperatura.

Para a obtenção das curvas de aquecimento e resfriamento da liga por calorimetria exploratória diferencial foram ensaiados ciclos de aquecimento seguido de ciclo de resfriamento a uma taxa de 5°C/min. Foram obtidas curvas de variação da temperatura em função do tempo e curvas da variação da potência/massa e fração líquida em função da temperatura.

Fazendo uso das curvas obtidas durante o ensaio de CED, é possível visualizar a ocorrência de picos durante o aquecimento e durante o resfriamento. A partir do cálculo da integral da curva de aquecimento foram obtidas, para cada temperatura, as integrais parciais da área sob a curva. Esses valores correspondem a porcentagem de transformação já ocorrida para cada temperatura, possibilitando desta forma o conhecimento da porcentagem de fração líquida com o aumento da temperatura. A partir da derivada dessa mesma curva em relação a temperatura, foi possível determinar a sensibilidade da fração líquida em relação a temperatura. Esses dois últimos dados possibilitam avaliar o controle do processamento no estado semi-sólido.

3.1.2 Material de reforço: carboneto de Silício (SiC)

Como principal agente de reforço na fabricação de compósitos foi empregado SiC, em teores variáveis de 10 a 30% em peso da mistura cavaco / reforço. O carboneto de Silício (SiC) utilizado é comercializado sob a denominação SiC preto – BSICSK, fabricado pela empresa Treibacher Schleifmettel Brasil. Este material foi escolhido como reforço por ser um produto de

baixo custo e por apresentar boas propriedades mecânicas, como elevada dureza, elevada refratariedade, entre outros.

A Tabela 3.5 apresenta as principais propriedades e características do SiC empregado.

Tabela 3.5: Propriedades e características do SiC

Propriedade	Dados
Dureza	Mohr 9,0 - 10,0 ou 2500 Knoop
Densidade	3,21 g/cm ³
Resistência elétrica específica	2,13 W /cm
Calor específico a 700°C	0,27 cal/ g°C
Coefficiente de expansão térmica	5,2x10-6°C ⁻¹
Condutividade térmica	100 W/m.k
Temperatura de fusão	>2815°C
Módulo de elasticidade	410GPa
Limite de resistência	3500MPa

Fonte: Treibacher Schleifmettel Brasil

A. Composição química do reforço: SiC

A composição química do SiC empregado no trabalho, fornecida pelo fabricante (Treibacher Schleifmettel Brasil), é apresentada na Tabela 3.6.

Tabela 3.6: Análise química do SiC empregado.

Análise Química	
Carbono livre	0,60 max
Si + SiO ₂	1,50 max
Fe	0,50 max
Al	0,40 max
SiC	96,50 min

Fonte: Treibacher Schleifmettel Brasil

B. Morfologia e análise granulométrica do SiC

A morfologia das partículas de SiC foi analisada por meio de imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura (MEV). As imagens mostram partículas com geometria irregular, mas sempre poligonal, com arestas agudas, conforme observado na Figura 3.9.

A análise dimensional das partículas do SiC foi realizada em imagens obtidas por MEV e o uso do *software* ImageJ. Foram medidas as dimensões de partículas presentes em 6 imagens. Os resultados mostraram que aproximadamente 70% das partículas de SiC apresentam tamanhos variáveis entre 35 e 45 μ m.

No trabalho foram empregados dois grupos distintos de partículas: um grupo com dimensão média de 1 μ m e outro com dimensão média de 40 μ m, de acordo com especificações do fabricante (Treibacher Schleifmettel Brasil).

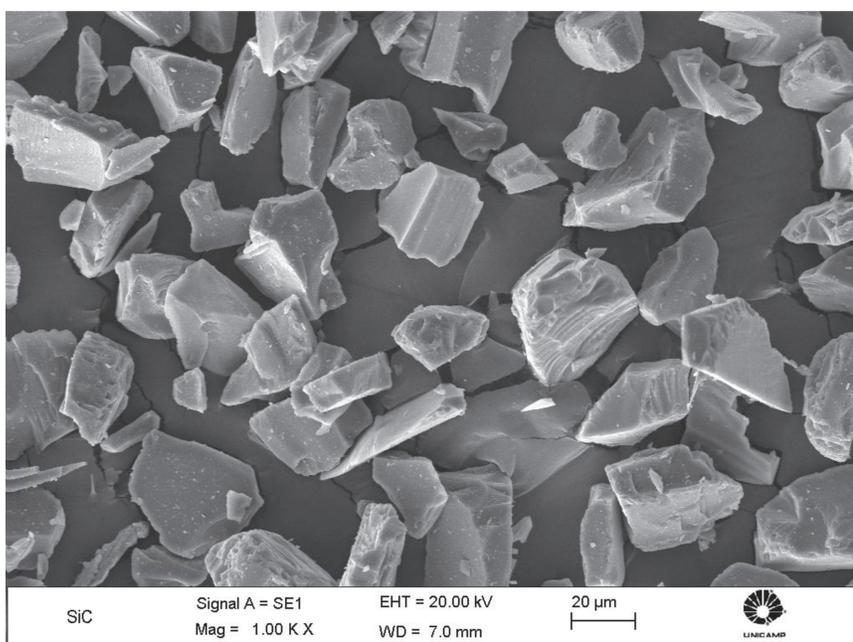


Figura 3.9: Partículas de SiC com dimensões de aproximadamente 40 μ m empregadas como reforço (MEV).

3.1.3 Material de reforço adicional: alumina (Al_2O_3)

Alumina em pó foi também empregada como material de reforço adicional ao SiC, em alguns casos, para a fabricação de compósitos. Foram empregadas partículas finas, com dimensões da ordem de 5 a 35 μ m, com o objetivo de promover melhor compactação da mistura cavaco/reforço e redução da porosidade do produto, além de contribuir para o aumento da resistência mecânica do compósito. Foi empregado teor de 1% em peso da mistura.

O óxido de Alumínio é um isolante elétrico e apresenta condutibilidade térmica relativamente alta se comparado a outros cerâmicos. A Tabela 3.7 apresenta algumas das principais propriedades da alumina.

Tabela 3.7: Propriedades da alumina.

Propriedades da alumina (Al_2O_3)	
Densidade	3,90 g/cm^3
Módulo de elasticidade	340 GPa
Dureza Vickers	9,0 Mohr
Condutividade térmica	25 W/m.K
Ponto de fusão	2072°C

Fonte: MATWEB (2013).

A morfologia das partículas de Al_2O_3 empregadas é apresentada na Figura 3.10, onde se pode observar sua geometria irregular, poligonal, com arestas agudas similares às partículas de SiC.

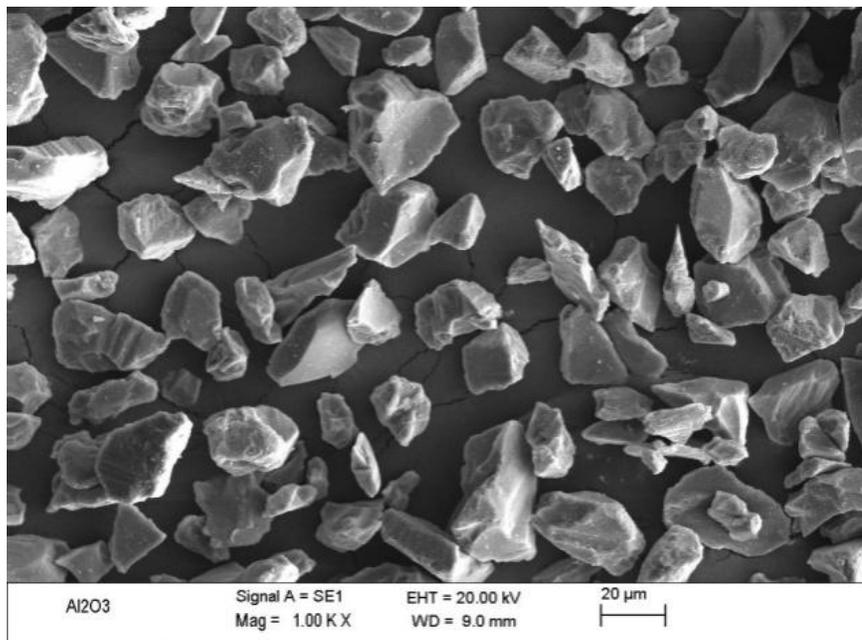


Figura 3.10: Partículas de Al_2O_3 empregadas como reforço adicional (MEV).

3.1.4 Material de reforço adicional: Silício (Si)

Silício na forma de pós finos, de dimensões da ordem de 1 μm a 10 μm (no entanto partículas com aproximadamente 10 μm não são notadas em grande quantidade), foram também empregadas em alguns casos, como material de reforço adicional, objetivando baixa porosidade no produto final. Foi empregado teor de 1% em peso da mistura.

O Silício puro é muito empregado na fabricação de semicondutores para aplicações em equipamentos eletrônicos em especial *chips*, transistores, diodos e microprocessadores por se tratar de um material semicondutor.

O Silício metálico, por sua vez, é largamente utilizado para fabricação de ligas de Alumínio para fundição, ligas empregadas principalmente na fabricação de componentes automobilísticos e aeronáuticos.

Suas propriedades mecânicas são relativamente elevadas e assemelham-se as propriedades do carbono por se tratar de um elemento cuja estrutura cristalina é parecida com a estrutura cristalina do diamante. A Tabela 3.8 apresenta algumas das principais propriedades do Si puro.

Tabela 3.8: Propriedades do Silício.

Propriedades do Silício (Si)	
Densidade	3,39 g/cm ³
Módulo de elasticidade	112 GPa
Dureza	7,0 Mohr
Ponto de fusão	1687°C
Calor específico	700J(Kg-K)
Condutividade térmica	148W/(m-K)

Fonte: MATWEB (2013).

Na Figura 3.11 é apresentada imagem de partículas do pó de Si empregado no trabalho. Pode-se observar morfologia bastante irregular onde a maioria das partículas possui geometria poligonal com arestas agudas.

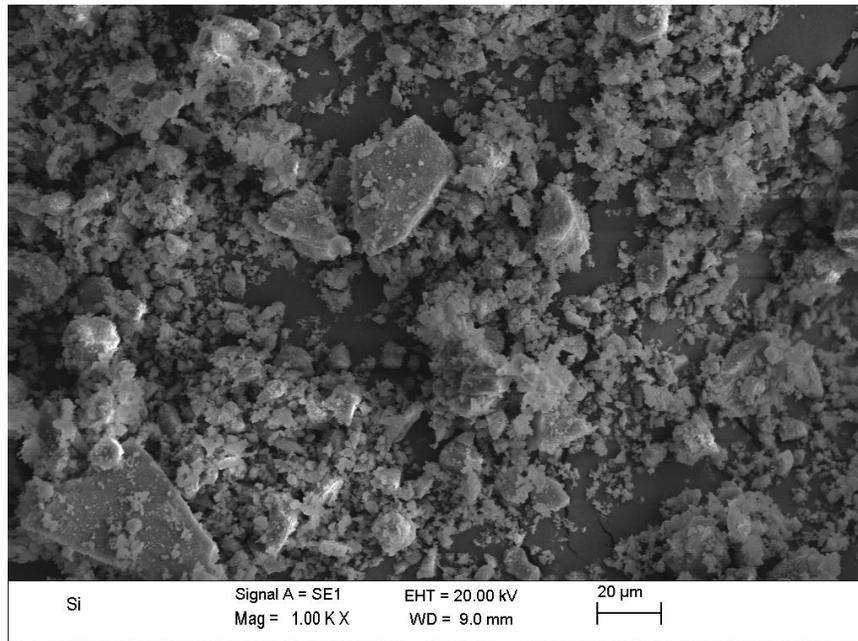


Figura 3.11: Partículas de Si empregadas como reforço adicional (MEV).

3.1.5 Material de reforço: aluminato de Níquel (NiAl_2O_4)

Aluminato de Níquel (NiAl_2O_4) foi também empregado como reforço principal, ao invés de SiC, ou como reforço adicional ao SiC, em ambos os casos em teor de 10% em peso da mistura. O tamanho das partículas utilizadas variou entre 1 a 30µm.

O aluminato de Níquel é um material conhecido por apresentar elevada estabilidade térmica a altas temperaturas e por sua inércia química. Esse material possui também boas propriedades catalíticas devido a sua grande área superficial. Uma das principais aplicações do NiAl_2O_4 puro é no setor de pigmentação, pois o mesmo apresenta coloração verde-azulada.

Aluminatos de Níquel de granulometria desejada podem ser preparadas por métodos de sol-gel, e co-precipitação (Mohammad, 2002). Uma das técnicas mais eficazes para obtenção do produto é por combustão, técnica capaz de produzir aluminato de Níquel com homogeneidade granulométrica, alta pureza e elevada área superficial (Leal, 2008).

3.1.6. Materiais auxiliares

A. Estearato de Zinco

O estearato de Zinco é um tipo de sal que repele a água e não é solúvel em álcool, éter ou outros solventes polares; é amplamente usado para lubrificação de moldes nas indústrias de borracha e plástico e em menor quantidade em indústrias metalúrgicas (em especial na metalurgia do pó). Além do papel como lubrificante, o pó de estearato de zinco também pode ser empregado como agente aglomerante de partículas soltas.

Neste trabalho, estearato de Zinco foi adicionado às misturas, cavacos metálicos / reforços, visando melhor agregação das partículas durante a etapa de mistura. Para este propósito, foi adicionado em teor de 5% em peso da mistura.

Também foi empregado como lubrificante da matriz de tixoconformação, objetivando facilitar a remoção do produto final. Na Tabela 3.9 são apresentadas propriedades selecionadas do estearato de Zinco.

Tabela 3.9: Densidade e ponto de fusão do estearato de Zinco

Propriedades do estearato de zinco $Zn(C_{18}H_{35}O_2)_2$	
Densidade	1,09 g/cm ³
Ponto de fusão	130°C

Fonte: MATWEB (2013).

B. Fluoreto de cálcio (CaF₂)

Fluoreto de Cálcio CaF₂ em pó foi empregado em alguns casos, para proteger a superfície de misturas cavacos / reforço de reações com o oxigênio durante aquecimento para a produção do material semi-sólido a ser tixoconformado para a obtenção dos compósitos. Uma camada de cerca de 1mm de espessura de CaF₂ foi empregada nestes casos.

O fluoreto de Cálcio é um mineral de alto ponto de fusão, de ampla aplicação na indústria de produtos odontológicos; tem sido utilizado, ainda que em proporções bem menores, na indústria automobilística. A Tabela 3.10 apresenta propriedades selecionadas do CaF_2 .

Tabela 3.10: Propriedades do fluoreto de cálcio utilizado comercialmente.

Propriedades do fluoreto de Cálcio (CaF_2)	
Densidade	3,18 g/cm^3
Ponto de fusão	1418°C
Massa molar	78,07 g/mol
Dureza	4 Mohr

Fonte: MATWEB (2013).

3.2 Métodos – fabricação dos compósitos

O fluxograma apresentado na Figura 3.12 mostra de forma sequencial todas as etapas envolvidas no processo investigado para a produção dos compósitos por tixotomização.

3.2.1 Preparo das misturas via mecanismo de moagem

Os cavacos de Alumínio, SiC ou NiAl_2O_4 e demais constituintes foram pesados em balança analítica e em seguida misturados com o auxílio de um pulverizador. Além de promover a mistura dos constituintes do compósito, o pulverizador também promoveu a redução granulométrica dos cavacos, atuando portanto, como misturador e como moinho. Foi utilizado pulverizador modelo 2, fabricante Fritsch com pressão vertical e tempo de mistura programável.

Em todos os casos foi acrescentado 5% de estearato de zinco com o objetivo de facilitar a agregação de partículas soltas. As variáveis de mistura empregadas foram: composição e tempo de mistura. Todas as condições empregadas são apresentadas na Tabela 3.11, no item 3.2.3. C.

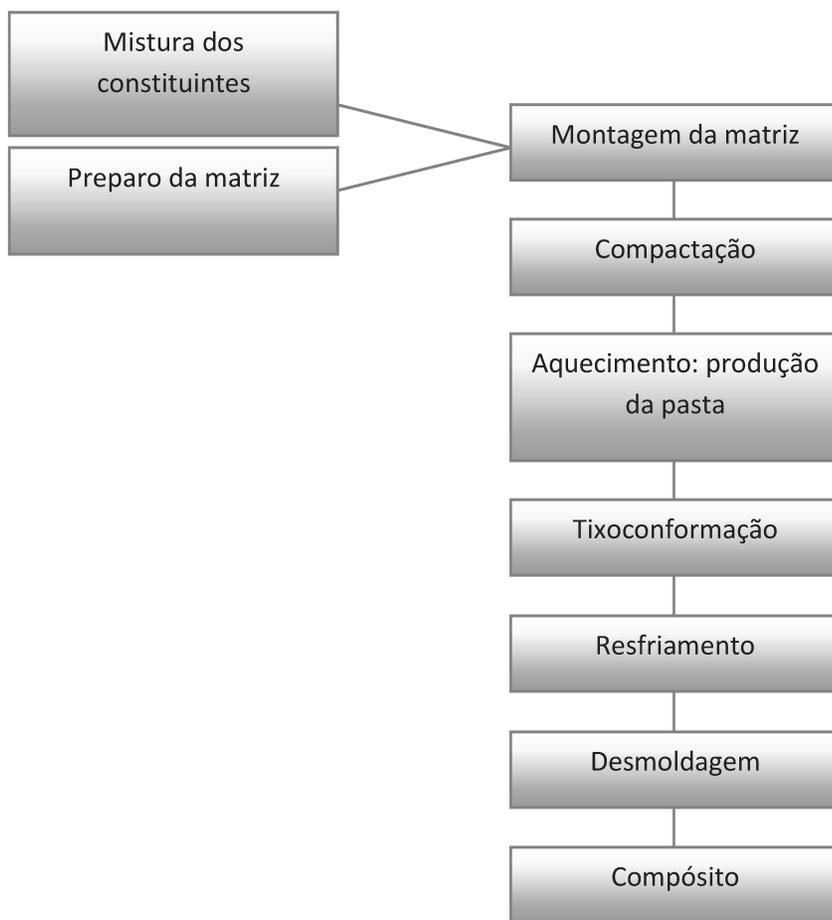


Figura 3.12: Fluxograma com a sequência de etapas envolvidas no processo investigado, de produção de compósitos por tixoconformação.

3.2.2 Compactação das misturas

Para a compactação das misturas produzidas, foi projetada e construída matriz cilíndrica com 44 mm de diâmetro e 65 mm de altura, conforme Figura 3.13. A matriz foi construída em aço-ferramenta para trabalho a quente H13 com dureza superior a 40 HCR.

As misturas produzidas foram compactadas a frio (25°C), com o auxílio de uma prensa hidráulica com controle manual do atuador, de capacidade máxima de carga de 250 kN. A matriz foi previamente revestida internamente com fina camada de estearato de Zinco.

Foram empregadas pressões de compactação de 63MPa (maioria dos casos) e 160MPa, as quais produziram redução de altura na amostra de 10 e 13% respectivamente.

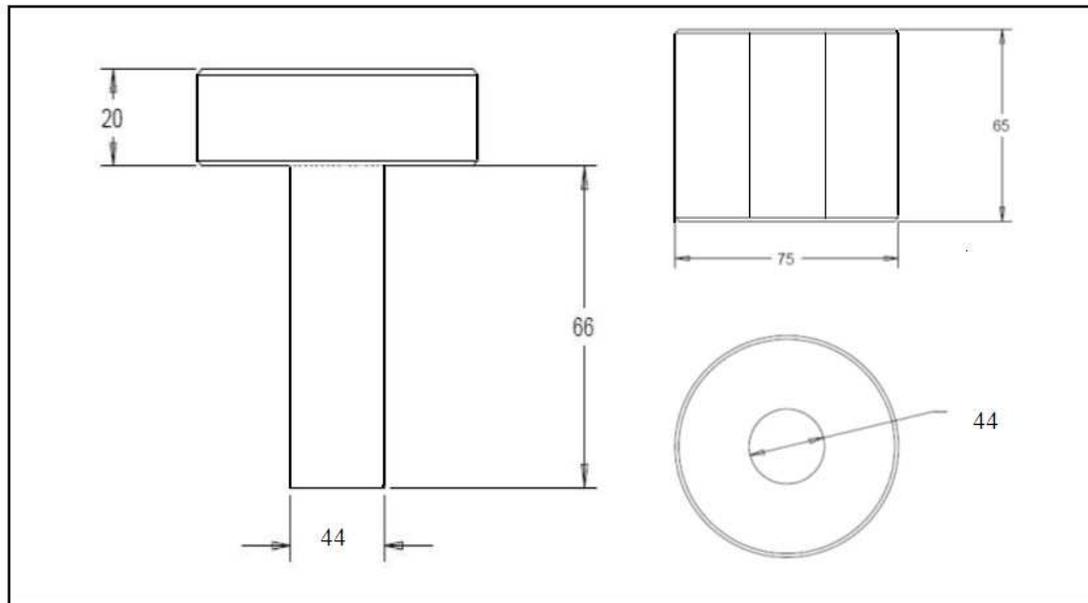


Figura 3.13: Desenho do projeto da matriz utilizada para a compactação das misturas para a produção de compósitos.

3.2.3 Processo de tixoconformação

A. Aquecimento do compactado: produção da pasta tixotrópica

As misturas foram aquecidas diretamente no interior da matriz em que foram compactadas, em forno resistivo programado de acordo com as especificações definidas para produção de pastas tixotrópicas por fusão parcial controlada. Essa técnica consiste em aquecer o metal até uma determinada temperatura no interior do intervalo de solidificação da liga e a manutenção nesta temperatura até a globularização da fase primária.

Portanto, o metal semi-sólido foi produzido no interior da matriz, em contato com o particulado de reforço, a temperaturas de 620, 625 e 630°C. Estas temperaturas correspondem,

de acordo com resultados da análise da tixohabilidade da liga AA7075, às frações líquidas de 40, 55 e 70%, respectivamente.

O tempo de permanência no forno variou entre 30 e 90 minutos. Em todos os casos, a taxa de aquecimento foi de aproximadamente 20°C/min.

B. Processamento: tixoconformação

Após aquecimento e obtenção da pasta tixotrópica na temperatura pré-determinada, o material semi-sólido, ainda no interior da matriz onde foi compactada a mistura, foi transferido para uma prensa e submetido a pressões de 63MPa (maioria dos casos) ou 160MPa, sendo tixoconformado. A pressão é mantida por tempo suficiente para garantir a total solidificação do semi-sólido.

A Figura 3.14 apresenta esquema simplificado do processo de tixoconformação dos compósitos. Em alguns casos foram utilizadas duas camadas de fluoreto de Cálcio com aproximadamente 1 mm de espessura nas superfícies inferior e superior do compactado, objetivando minimizar oxidação durante aquecimento.

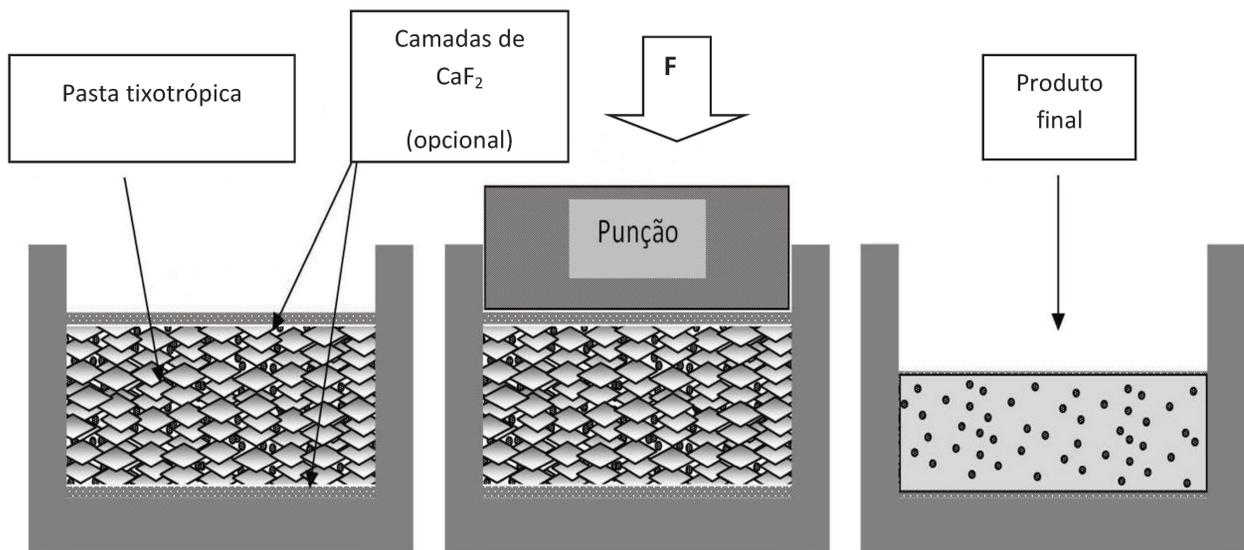


Figura 3.14: Esquema simplificado do processo de tixoconformação investigado, para a produção de compósitos.

C. Parâmetros variados

Para investigação do processo de fabricação de compósitos a partir de cavacos de Alumínio/SiC foram variados parâmetros de processamento, visando verificar a sua influência na qualidade do produto obtido.

Na Tabela 3.11 são apresentadas todas as condições de processamento empregadas.

Tabela 3.11: Variáveis do processo de fabricação de compósitos por tixoonformação.

Condição	Tipo cavaco	Tamanho SiC (µm)	Teor SiC (% peso)	Teor NiAl ₂ O ₄ (% peso)	t mistura/moagem (h)	P com pac (MPa)	T tixo (°C)	P tixo (MPa)	t forno (min)	aditivos		
										Si	Al ₂ O ₃	Ca F ₂
C1	CF	40	10	-	1	160	620	160	30	-	-	-
C2	CF	40	10	-	4	63	625	63	60	-	-	-
C3	CF	40	10	-	4:30	63	630	63	90	-	-	-
C4	CF	40	10	-	4:30	63	625	63	90	1%	1%	x
C5	CF	40	20	-	4:30	63	625	63	90	1%	1%	x
C6	CF	40	30	-	4:30	63	625	63	90	1%	1%	x
C7	CF	1	10	-	4:30	63	625	63	90	1%	1%	x
C8	CF	1	10	-	4:30	63	625	63	90	-	-	-
C9	CG	40	10	-	4:30	63	625	63	90	1%	-	-
C10	CG	1	10	-	4:30	63	625	63	90	1%	-	-
C11	CF	1	10	10%	4:30	63	625	63	90	-	-	-
C12	CF	-	-	10%	4:30	63	625	63	90	-	-	-

3.2.4 Caracterização dos produtos obtidos

Para caracterização metalúrgica e mecânica, os compósitos fabricados foram cortadas em regiões de acordo com a Figura 3.15. Os cortes foram realizados com uma máquina de corte de precisão ISOMET 2000, utilizando discos abrasivos de SiC.

Todas as regiões foram submetidas a ensaio de densidade, tendo em vista que esse é um ensaio não destrutivo; a região 2 foi empregada para avaliação microestrutural e, em compósitos selecionados, as regiões 1 e 3 foram submetidas aos ensaios de microindentação e de microabrasão. As dimensões de cada região são de aproximadamente 35 x 10 x 6 mm.

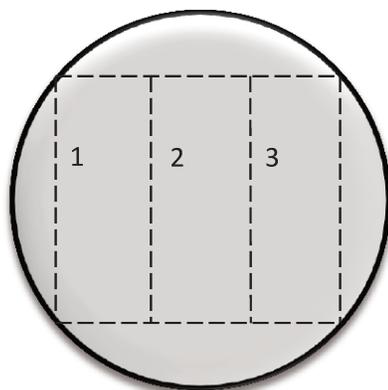


Figura 3.15: Croqui com a vista de topo de uma amostra, ilustrando a sua subdivisão em 3 regiões utilizadas para diferentes análises para caracterização dos produtos obtidos.

A. Caracterização microestrutural

Após o corte, as regiões destinadas a análise microestrutural foram submetidas a embutimento com baquelite a uma temperatura de 150°C e pressão de 10MPa. Essas amostras foram lixadas obedecendo a sequência de lixas de grana 320 até grana de 1500 e em seguida polidas com pasta de diamante obedecendo a sequência de 6, 1 e $\frac{1}{4}$ μm . Ao final do processo as amostras foram submetidas a ataque químico com solução Keller modificado com a seguinte composição: 2,5ml HNO_3 + 1,5ml HCl + 1 ml HF + 95 ml H_2O , e tempo de imersão de aproximadamente seis (06) segundos.

A microestrutura dos compósitos fabricados foi estudada utilizando microscópio óptico (MO) e microscópio eletrônico de varredura (MEV).

B. Densidade

Todas as amostras de compósitos produzidas foram caracterizadas quanto à densidade. O cálculo da densidade foi realizado em triplicata para cada condição de fabricação descrita. As

técnicas utilizadas foram método de Arquimedes e cálculo direto via medidas massa e volume dos corpos de prova.

No primeiro caso, a densidade das amostras foi calculada a partir do deslocamento de volume do líquido presente em uma proveta. Para este ensaio foram utilizados uma proveta de 100 ml, balança analítica e água destilada. O procedimento foi realizado colocando-se 140 ml de água destilada na proveta, em seguida, as amostras foram pesadas e mergulhadas na proveta. O volume deslocado foi medido e utilizado para o cálculo da densidade através da relação massa / volume.

Já no que diz respeito à medida direta da densidade, esta foi realizada por meio da razão massa/volume da amostra, onde a pesagem foi realizada em uma balança de precisão analítica e a medida das dimensões externas para cálculo do volume foi realizada com o auxílio de um paquímetro.

Como procedimento de segurança, antes da verificação da densidade a partir do método de Arquimedes foi realizado uma análise da densidade da liga AA7075 cujo valor é conhecido pela literatura (densidade equivalente a $2,81 \text{ g/cm}^3$) (MATWEB, 2013).

C. Porosidade

A porosidade de cada amostra produzida foi calculada a partir de imagens obtidas em MEV, por meio de emissão de elétrons secundários (SE1) e com o auxílio do *software* Image J, via ferramenta de obtenção de imagens binárias.

Foram utilizadas 5 imagens com aumento de 100X para cada compósito. O valor da porosidade resultante corresponde à média aritmética da porcentagem de área equivalente à porosidade detectada pelo *software* em cada imagem binarizada.

D. Caracterização das propriedades mecânicas

Para avaliação das propriedades elásticas e plásticas de compósitos selecionados, foram realizados ensaios de microindentação instrumentada com indentador Vickers. Estas propriedades foram determinadas através de controle de parâmetros como a força aplicada, a profundidade de penetração e a área de contato entre o penetrador e a amostra, empregando método de Oliver e Pharr (OLIVER; PHARR, 1992).

A técnica de microindentação visa obter o módulo de elasticidade e a dureza do material a partir das leituras dinâmicas de carga e descarga (com carga máxima pré-estabelecida). Se houver deformação plástica, haverá também uma impressão residual deixada na superfície da amostra, possibilitando a partir dessa impressão e da aplicação das equações de Oliver e Pharr, a avaliação da rigidez e dureza do material. Diferentemente dos testes convencionais de dureza, o tamanho da impressão residual gerada durante o ensaio de microindentação é muito pequeno para que possa ser medido precisamente por microscopia óptica; por esse motivo, para análise da resistência, utiliza-se apenas os dados numéricos e as curvas (carga x descarga) obtidas durante os ensaios.

A Figura 3.16 (a) apresenta as variáveis obtidas e estudadas durante o ensaio de microindentação (dados fornecidos pelo equipamento utilizado) e (b) uma representação do diagrama de carregamento vs. descarregamentos dinâmico obtidos durante o ensaio.

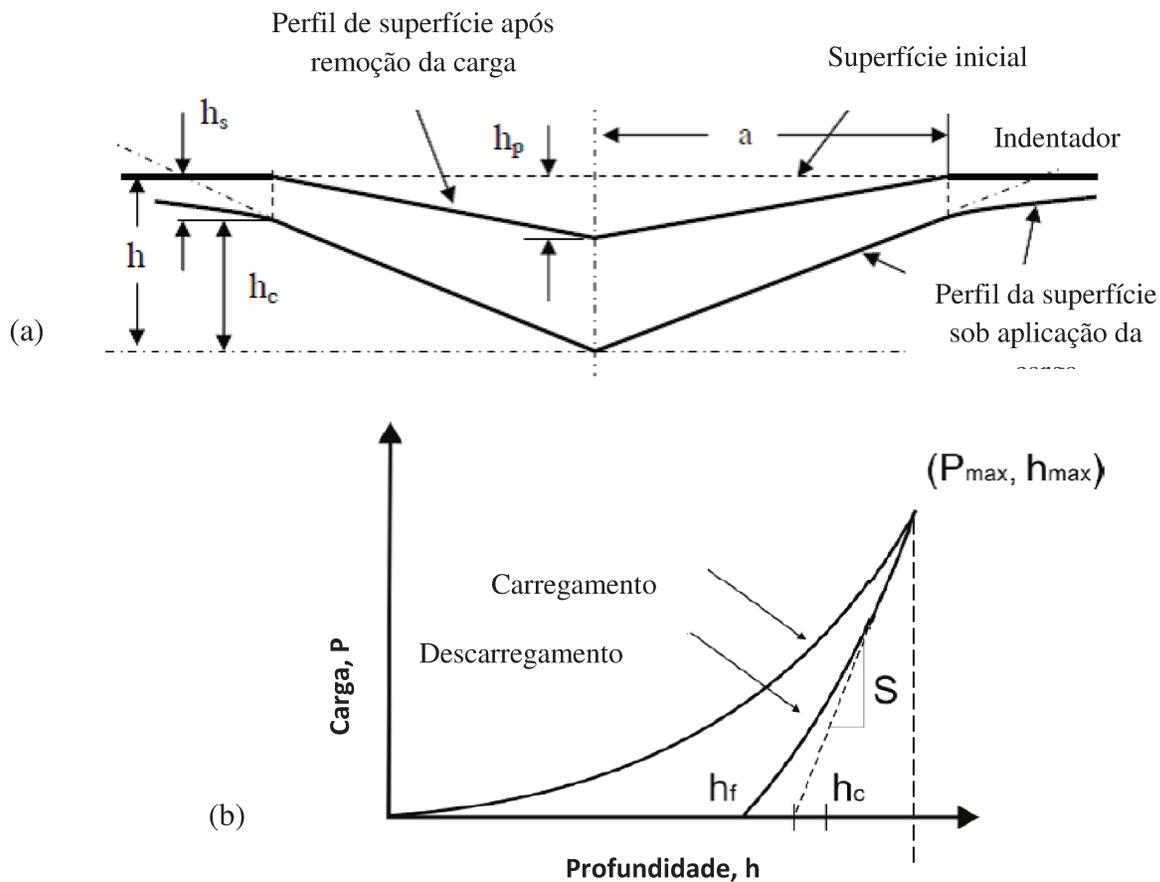


Figura 3.16: (a) variáveis obtidas e estudadas durante o ensaio de microindentação e (b) representação do diagrama de carregamento vs. descarregamento dinâmicos.

Os ensaios de microindentação foram realizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos do *Conservatoire National des Arts et Métiers-CNAM/Paris-França*. Foi utilizado um Microindentador CSM, apresentado na Figura 3.17: os testes foram executados de acordo com a norma ISO/FDIS 14577-1: ISO 2002. O ensaio foi realizado em duplicata e a Tabela 3.12 apresenta os parâmetros adotados.

Tabela 3.12: Parâmetros adotados para realização dos ensaios de microindentação

Parâmetros do ensaio de microindentação instrumentada	
Força máxima (mN)	0,5N
Taxa de aquisição (Hz)	10 Hz
Tempo (s)	2 s
Numero de indentações	9
Taxa de carregamento (mN/)	500,00
Coefficiente de Poison	0.3

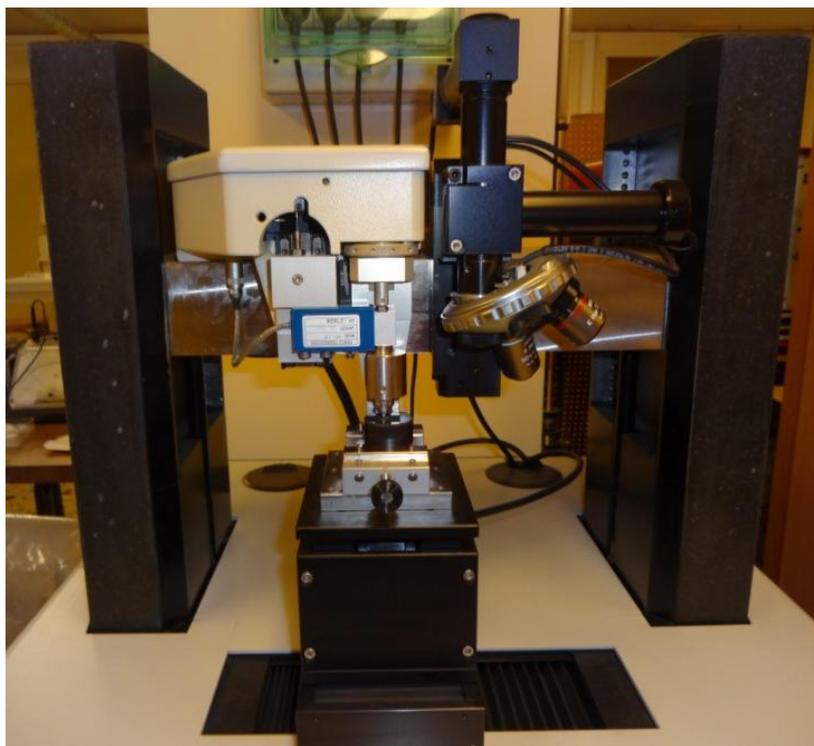


Figura 3.17: Microindentador utilizado nos ensaios de microindentação instrumentada.

Os resultados dos ensaios de microindentaç o foram analisados a partir de curvas de carregamento vs. descarregamento; foram calculados os valores de dureza de indentaç o (H_{it}) e de m dulo de elasticidade (E_{it}) de acordo com m todo proposto por Oliver e Pharr (1992).

➤ Dureza de indentaç o

A dureza do material foi calculada a partir de dados fornecidos pelo microindentador utilizado no ensaio. A microindentaç o instrumentada possibilita obter os dados de profundidade de indentaç o residual ap s descarga e profundidade de contato na carga m xima e este valor por sua vez permite calcular a  rea de contato entre o material e o indentador. Para indentadores Vickers ou qualquer outro de geometria piramidal a  rea de contato A_c   descrita pela equa o 3.1.

$$A_c = 54.5h_c^2 \quad (3.1)$$

Na qual h_c   determinada pela equa o 3.2:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon CP_{max} \quad (3.2)$$

Onde:

C:   a complac ncia e representa o inverso da rigidez;

S: a carga m xima;

ε :   o fator de correç o que depende da geometria do indentador. (Para penetradores com geometria piramidal, o valor de $\varepsilon = 0,75$ (Oliver e Pharr, 1992)).

Ent o a partir do valor de c culo da  rea de contato e da profundidade m xima   poss vel calcular os valores de Dureza de indentaç o utilizando a equa o 3.3

$$Hit = \frac{F_{max}}{A_c} \quad (3.3)$$

➤ Módulo Elástico de indentação

O cálculo do módulo de elasticidade de indentação é possibilitado a partir de valores do módulo de elasticidade de indentação e do módulo reduzido de contato de indentação. Dados obtidos a partir do ensaio de microindentação instrumentada são aplicados dos na equação 3.4:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (3.4)$$

Onde:

E_r : Módulo reduzido de contato de indentação;

E_i : Módulo elástico de indentação;

ν : Coeficiente de Poisson.

E. Caracterização das propriedades de desgaste

Compósitos selecionados foram ainda avaliados quanto ao comportamento em desgaste, por meio de ensaios de desgaste micro abrasivo com esfera rotativa fixa. Esse ensaio foi realizado no laboratório de Tribologia e Ciências dos Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia de São Carlos (EESC) da USP - São Carlos. O equipamento utilizado foi um tribômetro de esfera rotativa fixa, apresentado na Figura 3.18.

Para os ensaios as amostras foram cortadas na seção transversal e passaram por tratamento metalográfico começando por lixa de granulometria 320 até a lixa de granulometria 1500.

O tribômetro utilizado para o ensaio possui uma esfera de aço AISI 52100 (dureza 818 HV) que é girada por um eixo; por meio da ação de uma carga aplicada é forçada a entrar em contato com a amostra gerando uma calota de desgaste.

O ensaio foi realizado em triplicata e os parâmetros de realização dos ensaios estão descritos na Tabela 3.13.

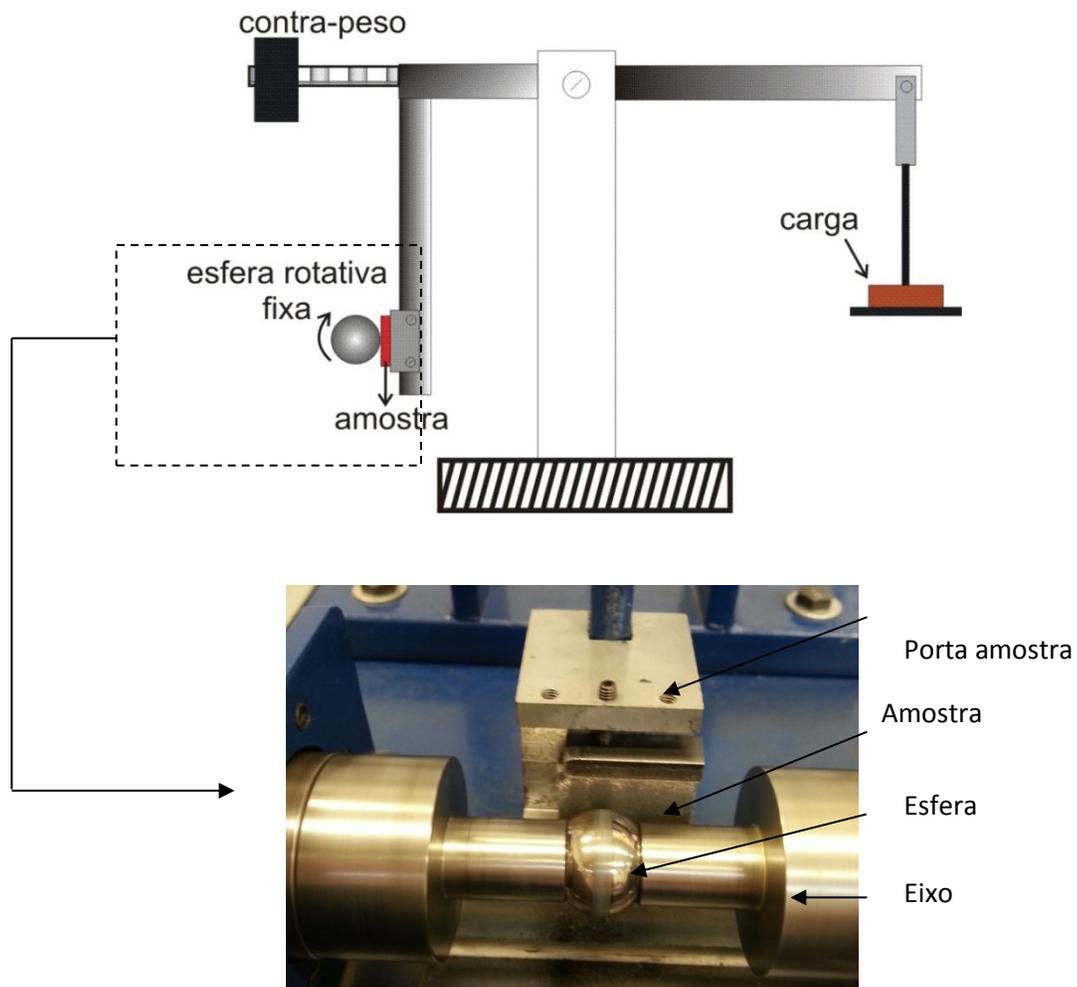


Figura 3.18: Foto do experimento de teste de micro-abrasão por esfera rotativa e esquema representativo do processo de desgaste por micro-abrasão através do ensaio com esfera rotativa fixa - adaptado de Freitas (2013).

Tabela 3.13: Parâmetros adotados para realização dos ensaios de desgaste micro-abrasivo com esfera rotativa fixa.

Parâmetros do ensaio de micro abrasão – esfera rotativa fixa	
Força	0,98 N
Rotação da esfera	260 RPM
Tempo de ensaio	90 min
Temperatura	Ambiente
Diâmetro da esfera	19,05mm
Material da esfera	Aço AISI 52100

A partir da calota formada durante o ensaio, foi calculado o volume de desgaste provocado pelo atrito entre a esfera e o corpo de prova. A equação 3.5 é utilizada para calcular o volume de desgaste.

Volume de desgaste:

$$V = \frac{\pi \cdot b^4}{64 \cdot R} \quad (3.5)$$

Onde:

b: é o diâmetro da calota gerada e

R: é o raio da esfera de aço utilizada durante o ensaio.

Após o ensaio de desgaste, a região de desgaste de todas as amostras foi submetida a análise de rugosidade, utilizando um perfilômetro de modelo Dektak 150-VEECO; os ensaios foram realizados no laboratório multiusuários do Instituto de Física Gleb Wataghin / UNICAMP.

Ao medir a rugosidade de uma determinada superfície, o rugosímetro ou perfilômetro mostra o perfil da amostra, conferindo tanto a rugosidade como possíveis ondulações. Essa verificação torna-se muito importante quando se trata de análises de superfícies desgastadas por atrito. Desta forma, foram feitas verificações de rugosidade em todas as amostras desgastadas durante o ensaio de micro-abrasão com esfera rotativa fixa.

A Figura 3.19 apresenta um esquema simplificado do resultado obtido durante uma análise de rugosidade.

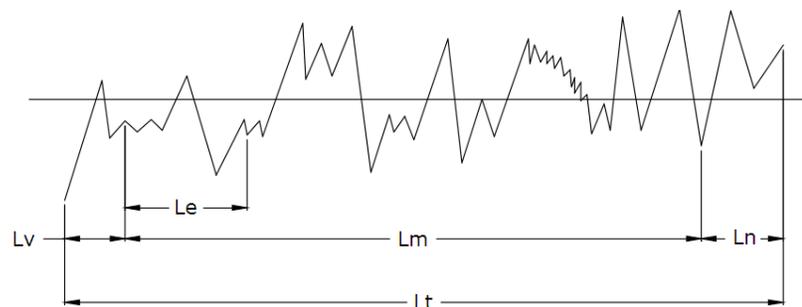


Figura 3.19: Planta representativa para visualização dos conceitos necessários para medir a rugosidade de um corpo.

Onde:

L_v é o percurso inicial: trecho inicial desconsiderado durante a varredura da região de rugosidade. Essa região é normalmente utilizada para amortecer oscilações mecânicas e elétricas iniciais.

L_e é o comprimento de amostragem: é igual a 1/5 de L_m . O comprimento de amostragem deve ser suficientemente grande para avaliar a rugosidade.

L_m é o percurso de medição: extensão do trecho útil do perfil de rugosidade usado diretamente na avaliação, projetado sobre a linha média.

L_n é o percurso final: trecho final, assim como L_v também não é considerado no cálculo.

L_t é o percurso de apalpamento: é a somatoria do trajeto rugoso do início ao fim ($L_t = L_v + L_m + L_n$)

Analisando o perfil fornecido pelo rugosímetro é possível calcular os valores de rugosidade média (R_a). A rugosidade média é calculada de forma simplificada como a média dos valores absolutos dos afastamentos do perfil médio de rugosidade, em relação à linha média, dentro do percurso de medição L_m , e pode ser expressa por meio da equação 3.6:

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L y \, dx = \frac{A}{L} \quad (3.6)$$

Onde:

L é a distância total percorrida pelo sensor também conhecida como L_t ;

y é o eixo vertical percorrido pelo sensor;

x é o eixo horizontal percorrido pelo sensor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Determinação de janelas de tixoonformação para a liga AA7075 na forma de cavacos

O processo investigado para a fabricação de compósitos faz uso da tixoonformação de misturas de cavacos da liga AA7075 e partículas de reforço cerâmicas. Portanto, é necessário o conhecimento prévio das temperaturas de início e final de solidificação da liga, bem como da sensibilidade de variação da fração líquida em função da temperatura, dentro do intervalo de solidificação. Para tanto, foram determinadas as temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga empregada, utilizando duas distintas técnicas: calorimetria exploratória diferencial (CDE) e simulação por meio do *software* comercial Thermocalc[®].

A. Determinação do intervalo de solidificação por calorimetria exploratória diferencial

Na Figura 4.1 é apresentado resultado de teste de CDE de amostras do cavaco da liga AA7075: são apresentadas curvas de potência/massa vs. tempo obtidas a partir de ciclos consecutivos de aquecimento e resfriamento a uma taxa de 20°C/min.

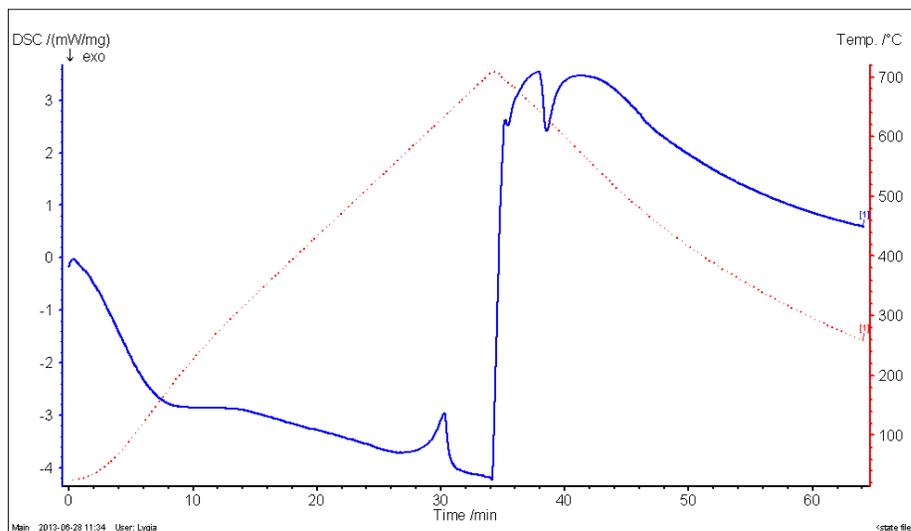


Figure 4.1: Curva da variação da relação potência / massa vs. tempo, para um ciclo de aquecimento / resfriamento de cavacos da liga AA7075, obtida por CDE. Taxa de troca de calor: 20°C/min.

Em ambos os ciclos somente um pico significativo é observado claramente, sendo indicativo de transformação endotérmica no aquecimento (fusão) e exotérmica no resfriamento (solidificação). Nas Figuras 4.2 (a) e (b) são mostradas as curvas de potência/massa vs. temperatura respectivamente para o ciclo de aquecimento e de resfriamento.

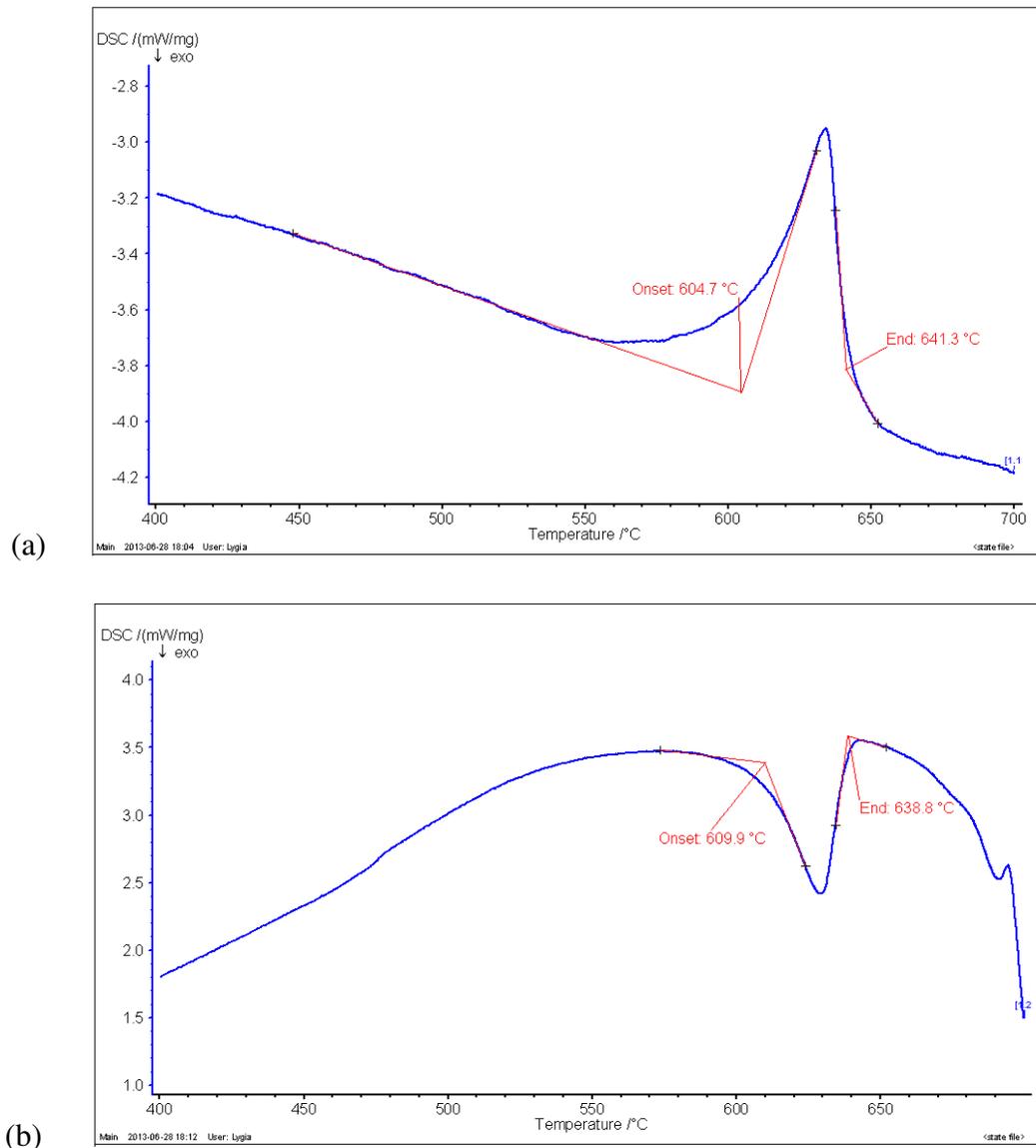


Figura 4.2: Curvas de variação da potência/massa vs. temperatura, obtidas no ensaio de CDE do cavaco da liga AA7075, indicando os valores iniciais e finais dos picos da transformação principal detectados no ciclo (a) aquecimento e (b) resfriamento. Taxa de troca de calor: 20°C/min.

Os picos apresentados durante os ciclos de aquecimento e resfriamento mostram as temperaturas de início (*On-Set*) e final (*End*) da transformação da fase primária principal referente a fusão (aquecimento) e solidificação (resfriamento) da fase α . No ciclo de aquecimento a temperatura de início da transformação da fase α é de aproximadamente 605°C e a temperatura de fim da transformação é de aproximadamente 640°C; no ciclo de resfriamento o início dessa transformação ocorre à temperatura de 610°C e termina a temperatura de aproximadamente 638°C.

Para determinação do intervalo de solidificação (temperaturas *solidus* e *liquidus*), assim como para determinação da fração líquida em função da temperatura por meio da utilização da curva de CDE, foi feita a integração da curva de aquecimento no intervalo definido pelo prolongamento da linha de base.

A Figura 4.3 apresenta graficamente o resultado da variação da fração líquida em função da temperatura assim como a energia total de transformação, equivalente a 94J/g; os valores de algumas áreas de integração que representam os valores de fração líquida para diferentes temperaturas são apresentados na Tabela 4.1. A partir desses dados, é possível identificar a temperatura *liquidus* e *solidus* como sendo aproximadamente 560 e 660, respectivamente, segundo Tabela 4.2.

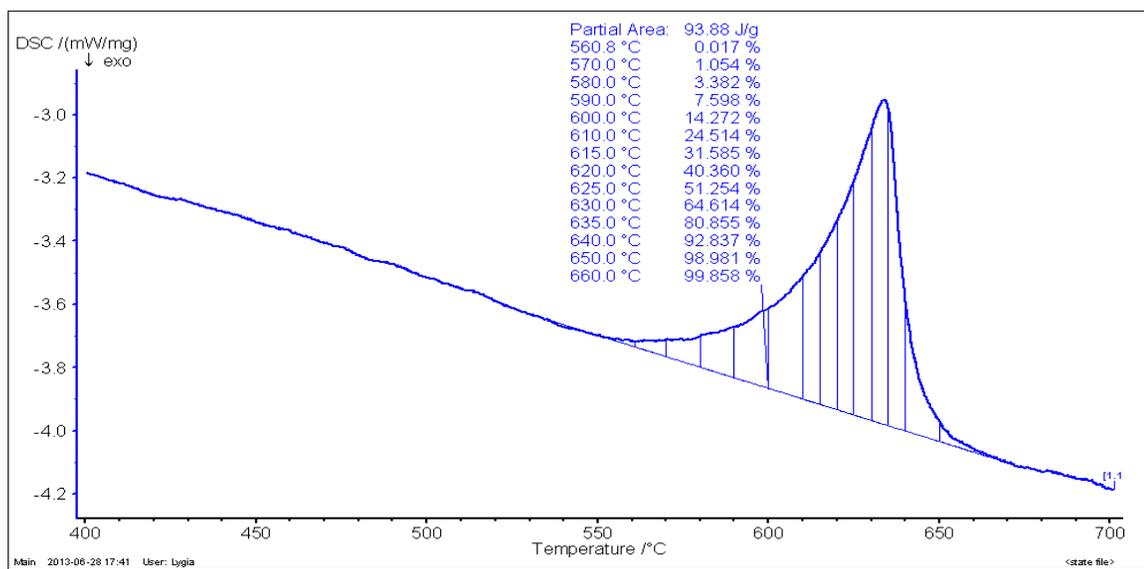


Figura 4.3: Resultado da integração da curva de aquecimento indicando os valores de fração líquida vs. temperatura ($f_l \times T$) por meio do cálculo parcial de área do pico de transformação principal obtido em ciclo de aquecimento.

Tabela 4.1: Valores de variação de fração líquida vs. temperatura via CDE para a liga AA7075.

Temperatura (°C)	(% f_l em massa)
550	0
560	0,017
570	1,054
580	3,382
600	14,27
620	40,36
625	51,25
630	64,61
635	80,85
640	92,83
650	98,98
660	99,85

Tabela 4.2: Temperaturas *solidus* e *liquidus* da liga AA7075 na forma de cavacos, obtidos por análises térmicas via CDE com taxa de 20°C/min.

Técnica	$T_{solidus}$ (°C)	$T_{liquidus}$ (°C)	Intervalo de solidificação
CDE aquecimento	560	660	100

O intervalo de solidificação obtido é relativamente amplo, o que permite o controle de processos envolvendo o metal semi-sólido. Segundo Hatch (1993), em sistemas Al-Zn-Mg, a fusão de fases intermetálicas presentes em condições de não equilíbrio podem acarretar a presença de líquido a temperaturas da ordem de 470°C, conforme comentado no Capítulo 3, quando da apresentação dos diagramas de fases deste sistema metálico. Estudos de Bahar (2011) e Fonseca (2011) confirmam a presença de quantidades não desprezíveis de líquido na liga AA7075 já a 470°C, permitindo a tixotomografia a baixas temperaturas.

A curva de variação de fração líquida em função da temperatura ($f_l \times T$) obtida a partir destes dados é apresentada na Figura 4.4. Observa-se variação não linear: valores desprezíveis de fração líquida para temperaturas inferiores a 570°C; formação de líquido de maneira mais significativa entre 575 e 600 °C; grande aumento da presença de líquido e maior inclinação da curva a partir de aproximadamente 600 °C.

Utilizando os dados referentes da Figura 4.3, foi possível calcular a sensibilidade da fração líquida à variação da temperatura, ou seja, a derivada da fração líquida em função da temperatura ($df_l/dT \times T$). O resultado é apresentado na Figura 4.5.

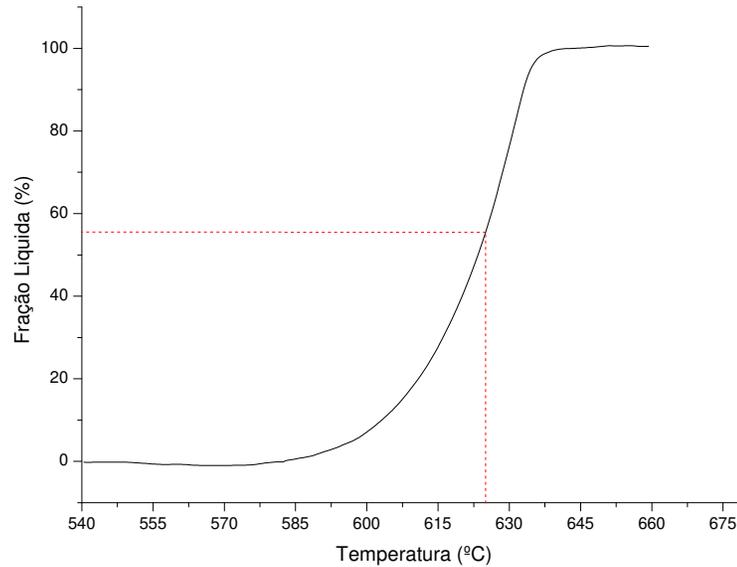


Figura 4.4: Variação da fração líquida vs temperatura da liga AA7075, obtida a partir de dados do ensaio de CDE, onde a linha vermelha tracejada apresenta a temperatura de trabalho utilizada para tixotomografia.

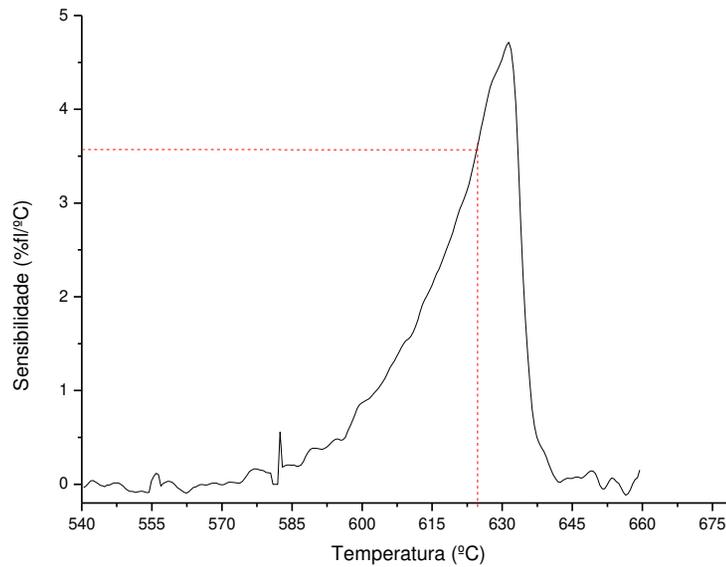


Figura 4.5: Sensibilidade da fração líquida vs temperatura ($df_l/dT \times T$) da liga AA7075, obtida a partir de dados do ensaio de CDE. A linha vermelha tracejada representa a temperatura de trabalho utilizada para tixotomografia.

A curva ($df_l/dT \times T$) obtida mostra que os valores de sensibilidade da fração líquida com a variação da temperatura se matem em valores inferiores a 3% de $f_l / ^\circ\text{C}$ até cerca de 600°C, aumentando a partir de 600°C e atingindo um máximo em torno de 5% no final da solidificação. Portanto, o controle do processo de tixoconformação deve ser mais cuidadoso quando se trabalha com maiores frações líquidas.

Para temperaturas mais baixas (até 600°C), o controle do processamento no estado semi-sólido é facilitado, tendo em vista que não há grande variação de fração líquida em função da variação de temperatura. No entanto, baixa fração de fase líquida é interessante quando o processo envolvido é o tixoforjamento. Temperaturas mais elevadas (635°C) facilitariam processos como o de tixoinjeção, pois exigem elevada fração líquida.

Para o trabalho em questão janela de tixoconformação sugerida, de acordo com resultados das análises de CDE, compreende o intervalo entre 610 e 630°C, pois neste intervalo a fração líquida varia de cerca de 20 a 70% e a sensibilidade da variação da fração líquida por grau neste intervalo é de 0,015/°C e 0,05/°C, respectivamente. Acima dessa temperatura, considerando o elevado valor da sensibilidade de variação, poderiam ocorrer problemas com o controle do processo de tixoconformação.

B. Determinação do intervalo de solidificação por simulação termodinâmica

Uma análise completa das transformações de fases no aquecimento da liga AA7075, a mesma empregada neste trabalho, foi feita previamente por Fonseca (2011), empregando *software* comercial Thermocalc[®] para cálculos termodinâmicos. Seus resultados foram empregados para auxílio da determinação de janelas de tixoconformação e condições de tixoprocessamento empregadas neste trabalho.

Os resultados de Fonseca (2011) são apresentados a seguir. Na Figura 4.6 é apresentado diagrama parcial de fases obtido por simulação, empregando condições de equilíbrio termodinâmico.

Pode-se observar a presença de regiões de transformações envolvendo fases distintas da principal α (indicada como FCC_A1 no diagrama). As fases Al_6Mn , Al_3Fe são também possíveis em condições de equilíbrio. A sua fusão pode ocasionar a presença de líquido em reduzidas temperaturas, como é o caso da fusão do intermetálico Al_6Mn , que está totalmente ausente a

cerca de 480°C, como observado no diagrama. Adicionalmente, fusão de fases não previstas em condições de equilíbrio, como as fases M (Al_3Mg_2), T (AlCuMgZn) e S (Al_2CuMg) podem ocasionar a presença de certa quantidade de líquido a aproximadamente 475°C, de acordo com Hatch (1993).

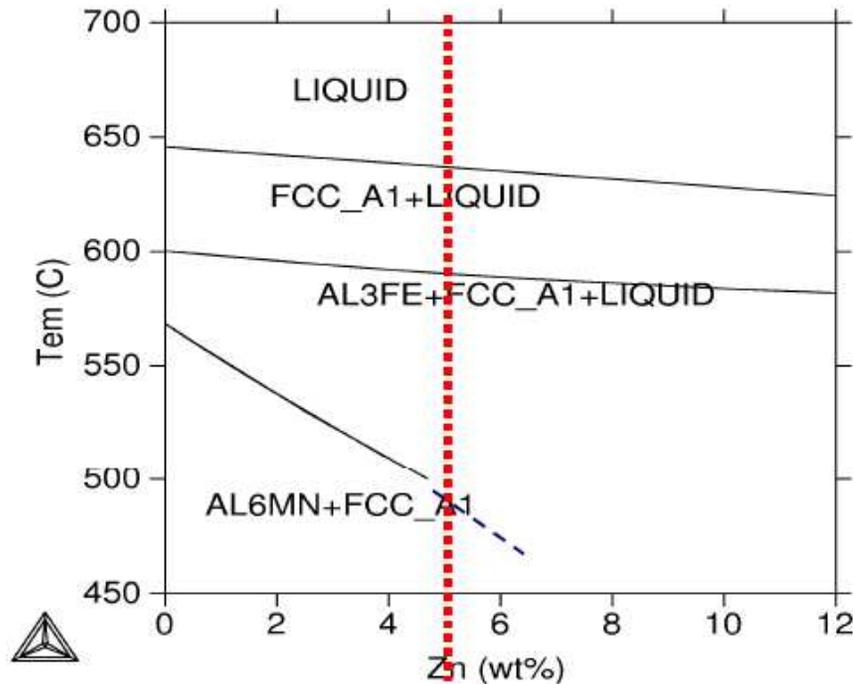


Figura 4.6: Diagrama de fases para a liga utilizada, obtido por simulação via Thermocalc[®], em condições de equilíbrio (Fonseca, 2011).

A Figura 4.7 apresenta variação da fração líquida vs temperatura durante solidificação, obtido por simulação empregando condição de Scheil. Pode-se observar a presença das fases Al_3Fe , MgZn_2 , AlCuMgZn cuja fusão pode ocasionar a formação de cerca de 10% de líquido na liga a temperatura de 475°C.

Na referida Figura, a linha vermelha tracejada identifica a temperatura de 625°C, uma das temperaturas de trabalho utilizadas para a fabricação dos compósitos propostos.

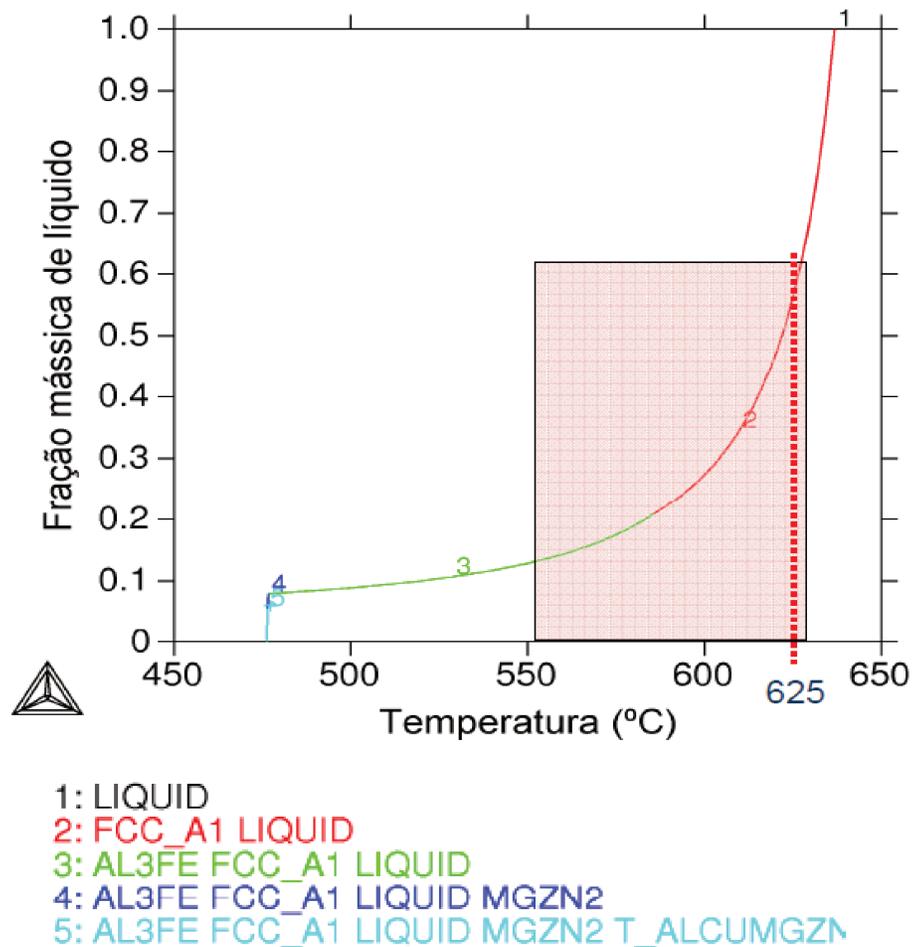


Figura 4.7: Curva de fração líquida/temperatura por simulação termodinâmica - Thermocalc® utilizando as condições de Scheil para a liga AA7075. Indicada sugestão de janela para tixoconformação e temperatura para fabricação de trabalho (Fonseca, 2011).

A Tabela 4.3 mostra a variação da fração líquida em relação a temperatura obtida por estes resultados. Pode-se observar discrepâncias com valores obtidos na análise por CED, para baixos valores de temperatura, dado que no ensaio de calorimetria não é considerada a formação de líquido pela fusão de fases metaestáveis presentes no sistema. No entanto, no intervalo onde a transformação dominante é a fusão ou formação da fase principal FCC α , os valores de f_l vs T são similares para as duas técnicas de análise empregadas.

Tabela 4.3: Valores de fração líquida vs. temperatura na solidificação da liga AA7075, obtidos por simulação por software Thermocalc® (Fonseca, 20011).

Temperatura (°C)	Fração líquida (% massa)
520	10
550	13
580	18,5
600	27,5
610	34,5
625	56,5
630	69,5
635	90
640	100

A Tabela 4.4 apresenta sugestão da janela de tixoconformação para a liga AA7075, baseada em análise por simulação de cálculos termodinâmicos.

Tabela 4.4: Janela de tixoconformação obtida por meio de análise por software Thermocalc®.

Técnica	Janela de tixoconformação
Thermocalc®	560°C – 630°C

De acordo com os resultados obtidos por CDE e por software Thermocalc®, para a liga estudada, a temperatura escolhida para fabricação dos compósitos foi 625°C, na qual a fração líquida é de aproximadamente 50% de acordo com o CED e 56% de acordo com o Thermocalc®. Acima de 630°C a elevada variação da f_l com a temperatura poderia comprometer o controle do processo, enquanto abaixo de 560°C a pequena quantidade de líquido poderia requerer elevadas forças para a tixoconformação.

4.2 Misturas produzidas via mecanismo de moagem

As misturas dos cavacos e reforços produzidas de acordo com as variáveis pré-definidas (tempo de mistura e adição de outros constituintes) foram analisadas através de imagens obtidas

por MEV e análises por EDS. Foram verificadas a dispersão do elemento de reforço, a interação entre as partículas envolvidas e a variação do tamanho dessas partículas com o tempo de mistura. Todas as condições de mistura são indicadas na Tabela 3.11 do Capítulo 3.

Mistura M1

As condições adotadas para realização da mistura M1 são apresentadas na Tabela 4.5; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.8; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.6.

Tabela 4.5: Condições de obtenção da mistura M1

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)
CF	40	10	1

Como resultado da etapa de mistura pode-se observar na Figura 4.8 (a), pequena redução no tamanho médio dos cavacos, em torno de 10%, e conservação da sua geometria alongada original. Também as dimensões do SiC foram mantidas praticamente as mesmas. O reduzido tempo de mistura não foi suficiente para a fratura das partículas duras do reforço.

Observa-se na Figura 4.8 (b) adesão de pequenos aglomerados de partículas finas sobre os cavacos. A análise por EDS realizada na superfície dos cavacos nos pontos indicados na Figura 4.8 (c), cujos valores são apresentados na Tabela 4.6, indica que estes aglomerados são constituídos basicamente por fragmentos menores de cavacos e por partículas de SiC. A presença de SiC na superfície dos cavacos apresenta-se regularmente dispersa.

Esta análise mostrou ainda a possibilidade da presença de Fe; em um dos pontos analisados seu teor chegou a 7%. A presença do ferro pode indicar contaminação da mistura durante a moagem já que nenhum dos elementos adicionados a mistura contava com teor de ferro superior a 0,5% (A liga AA7075 apresenta teor de ferro de aproximadamente 0,5% de acordo com a literatura (MATWEB, 2013); o SiC apresenta teor de ferro de aproximadamente 0,5% de acordo com análise química fornecida pelo fabricante - Treibacher Schleifmettel Brasil.

Elevada quantidade de oxigênio foi observada na maior parte das regiões analisadas, com teor variando entre 33 e 37%. A presença do oxigênio na superfície dos constituintes da mistura indica a presença de óxidos na superfície das partículas tanto de cavaco quanto de reforço.

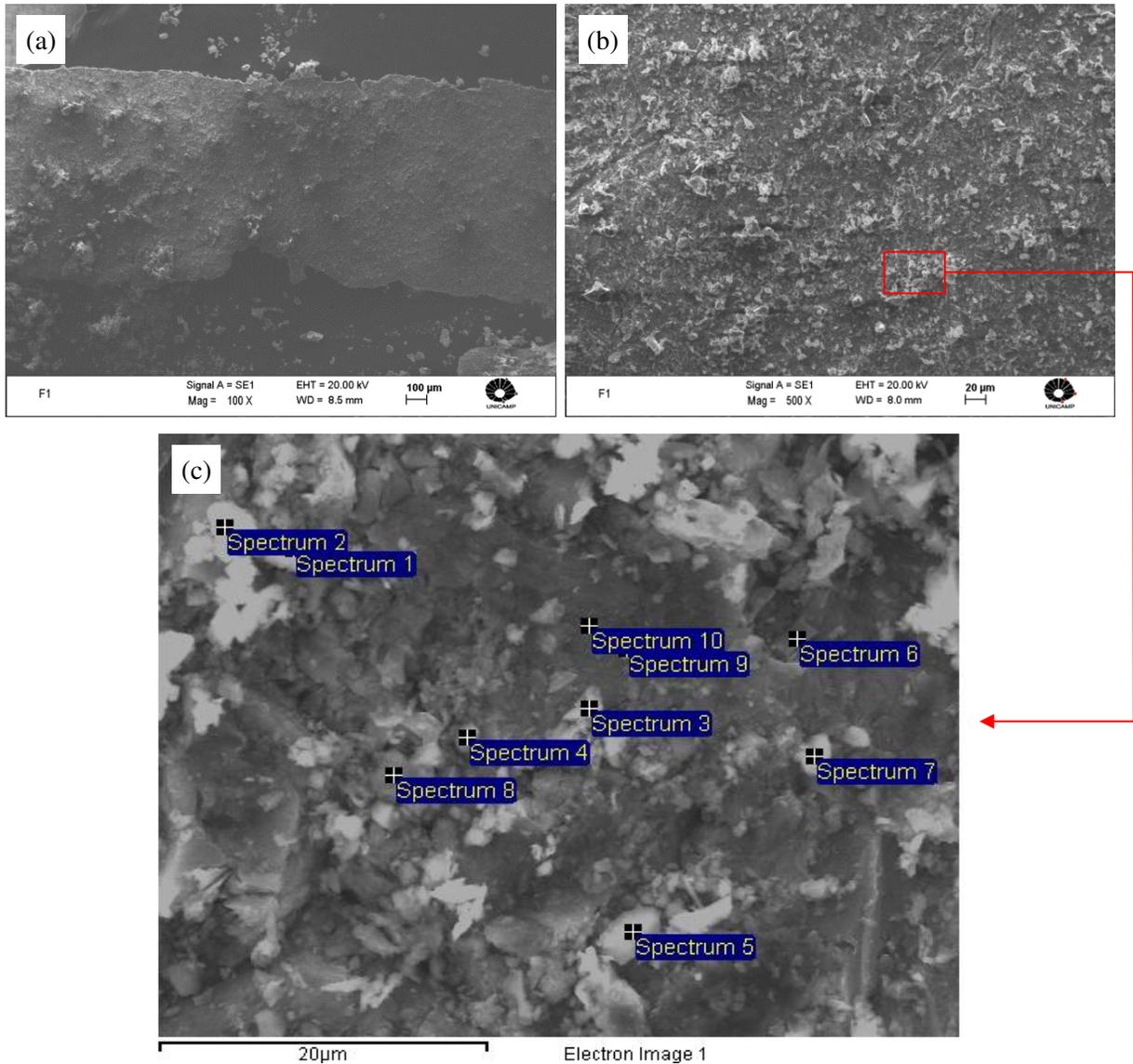


Figura 4.8: Mistura produzida segundo condições M1. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Os outros elementos detectados nas análises são constituintes da liga empregada; os teores de Al, Zn, Mg e Cu medidos são inferiores aos teores determinados pela análise química obtida por espectrometria e pela literatura (MATWEB, 2013) da liga AA7075. No entanto, essa

variação no teor dos elementos de liga pode ser explicada pelo fato do método utilizado contar apenas com análise pontual (técnica de análise por EDS).

Tabela 4.6: Análise de EDS da mistura M1 nos pontos indicados na Figura 4.8 (c).

Spectrum	O	Mg	63	Si	Fe	Cu	Zn
1	17.70	1.52	59.48	13.44	0.97	1.66	4.92
2	24.34	1.53	59.82	8.97	0.44	0.97	3.33
3	19.34	0.94	39.23	34.15	2.32	0.81	2.41
4	37.75	0.92	41.48	15.46	0.55	0.74	2.11
5	20.20	0.51	18.66	57.81	0.90	0.37	1.04
6	4.07	1.46	64.55	23.92	-	1.37	4.63
7	33.70	1.27	50.26	9.74	0.62	0.91	2.74
8	21.47	0.99	47.33	15.02	7.51	1.19	3.20
9	12.53	1.47	60.72	20.67	-	1.10	3.50
10	2.97	1.87	85.94	0.80	-	1.60	6.82

Mistura M2

As condições adotadas para realização da mistura M2 são apresentadas na Tabela 4.7; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.9; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.8.

Tabela 4.7: Condições de obtenção da mistura M2

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)
CF	40	10	4

Como resultado da mistura M2 pode-se observar redução no tamanho dos cavacos, que passaram do tamanho médio de partículas de 1,7 mm (cavaco fino) para partículas com dimensões inferiores a 1 mm. A redução de tamanho sofrida pelos cavacos corresponde a aproximadamente 40% do seu tamanho inicial.

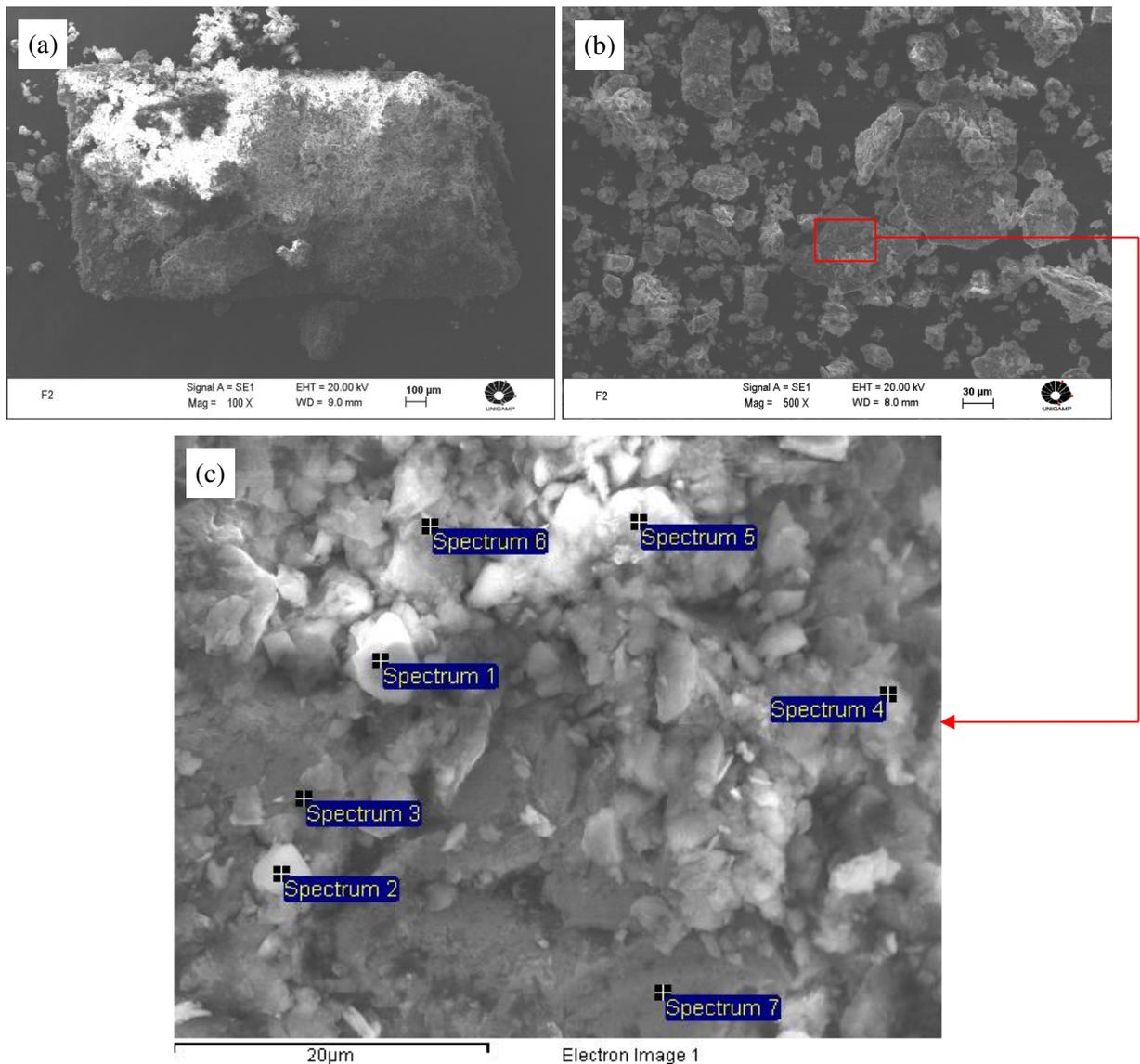


Figura 4.9: Mistura produzida segundo condições M2. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Na Figura 4.9 (b), é observada a presença de grande quantidade de partículas de menores dimensões aglomeradas em torno dos cavacos alongados maiores, indicando a possível fratura dos cavacos com o tempo de mistura. Quanto às partículas de SiC, não se observa evidente variação em suas dimensões. O aumento do tempo de mistura de 1h para 4h (comparando-se M1 com M2), foi, portanto, determinante na redução das dimensões dos cavacos, material mais dúctil.

Na Figura 4.9 (b) é possível observar adesão de pequenas partículas à superfície do cavaco. Para identificação da composição destas partículas, foi realizada análise por EDS nos pontos indicados na Figura 4.9 (c). A Tabela 4.8 mostra o resultado desta análise.

Pode-se observar forte presença de Si em grande parte dos pontos analisados. A presença de Ferro também pode ser observada em pequenos teores. Novamente elevado teor de Oxigênio é observado na grande maioria dos pontos analisados, dada a presença de óxidos na superfície dos cavacos e partículas SiC.

Em alguns pontos também são observados teores dos elementos de liga distintos dos indicados pela análise química (realizada por espectrometria) da liga AA7075. O ponto 4 apresenta teor de Zinco superior a 10%, o dobro do teor aceitável para a liga estudada. É importante ressaltar que para todas as misturas foram acrescentados 5% de estearato de Zinco com o objetivo de auxiliar no processo de compactação da mistura. A presença de Zinco fora da faixa esperada para a liga AA7075 pode ser justificada por essa adição.

Tabela 4.8: Análise de EDS da mistura M2 nos pontos indicados na Figura 4.9 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Zn
1	51.33	0.23	13.07	28.71	0.45	-	0.69
2	44.85	0.64	26.97	22.55	0.45	0.40	1.55
3	23.96	1.15	55.89	10.73	-	1.81	5.74
4	10.66	1.62	68.84	3.76	1.74	2.22	10.69
5	4.57	1.87	76.56	2.45	2.68	2.05	9.09
6	16.62	1.54	60.00	8.67	2.92	1.28	7.63
7	1.91	1.86	84.31	0.22	-	2.54	9.16

Mistura M3

As condições adotadas para realização da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.9; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.10; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.10.

Tabela 4.9: Condições de obtenção da mistura M3

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)
CF	40	10	4:30

Na Figura 4.10 (a) não foi observada redução do tamanho das partículas de cavacos envolvidas, se comparado a amostra da mistura M2 pois ambas apresentam tamanho médio de partículas de 1 mm. A geometria dos cavacos maiores apresenta-se alongada, porém apresenta tendência ao arredondamento das extremidades.

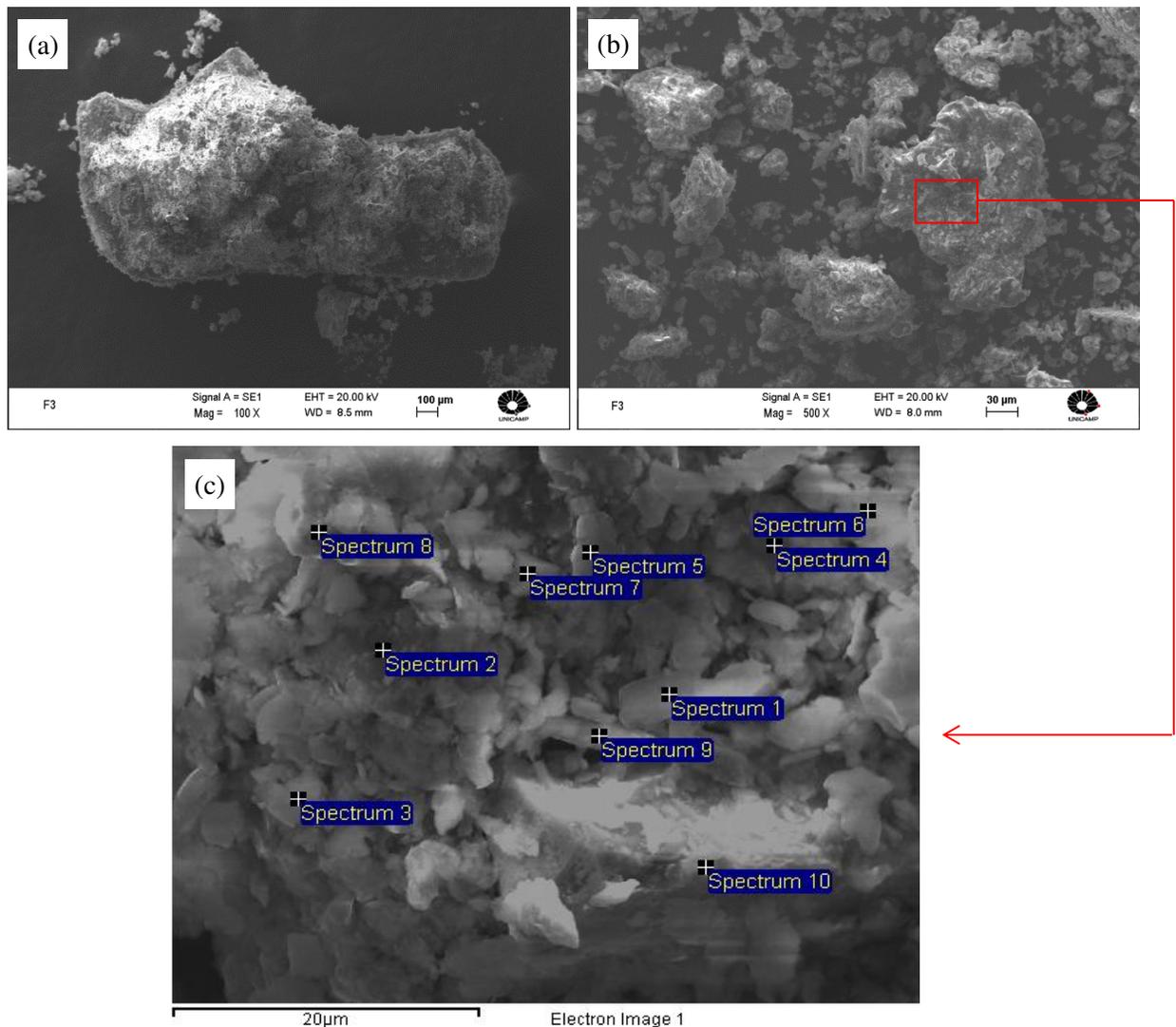


Figura 4.10: Mistura produzida segundo condições M3. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Figura 4.10(b) mostra pequeno aumento da quantidade de partículas finas aglomeradas na superfície dos cavacos e melhor interação entre partículas da matriz e partículas de reforço se comparado à condição anterior (M2) mostrando pequena influência do acréscimo de 30 minutos no tempo de mistura.

Na Figura 4.10 (b), a dispersão de SiC e a interação entre os cavacos e o SiC também ficam bastante evidentes e são comprovados pela Figura 4.10 (c), na qual os pontos em destaque foram analisados via EDS; os resultados são mostrados na Tabela 4.10. A presença de Silício em todos os pontos analisados, confirma a boa dispersão das partículas de reforço durante a mistura.

A presença de Fe em teor elevado é observada em algumas regiões, indicando novamente a possibilidade da presença de contaminantes. O Oxigênio proveniente dos óxidos que recobrem a superfície dos cavacos de usinagem na condição inicial foi novamente fortemente observado. Observa-se ainda a presença somente de tipos de elementos compatíveis com a composição da liga AA7075, sendo o elevado teor de Zinco presente em alguns pontos justificado pela utilização de estearato de Zinco.

Tabela 4.10: Análise de EDS da mistura M3 nos pontos indicados na Figura 4.10 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Zn
1	5.87	2.11	73.18	5.65	4.11	1.67	6.27
2	23.17	1.42	49.61	11.12	3.04	1.21	9.19
3	40.95	0.80	29.69	18.83	2.95	0.50	4.53
4	6.79	0.79	32.59	11.90	21.61	1.42	16.01
5	9.70	1.86	70.23	8.62	0.68	1.57	6.70
6	15.29	1.15	46.65	8.89	9.90	1.55	12.13
7	22.35	0.53	21.70	47.13	2.20	-	5.62
8	2.25	-	3.98	1.97	66.54	-	0.86

Mistura M4

As condições adotadas para realização da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.11; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.10; os resultados de análise química pontual por EDS são apresentados na Tabela 4.12.

Tabela 4.11: Condições de obtenção da mistura M4

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos	
				Si	Al_2O_3
CF	40	10	4:30	1%	1%

Na Figura 4.11(a) observa-se que os cavacos apresentam tamanho e geometria similares aos observados na mistura M3, obtida com o mesmo tempo de mistura. Na Figura 4.11 (b) observa-se adesão de partículas de pequenas dimensões à superfície do cavaco, enquanto a Figura 4.11 (c) mostra pontos escolhidos para análise por EDS.

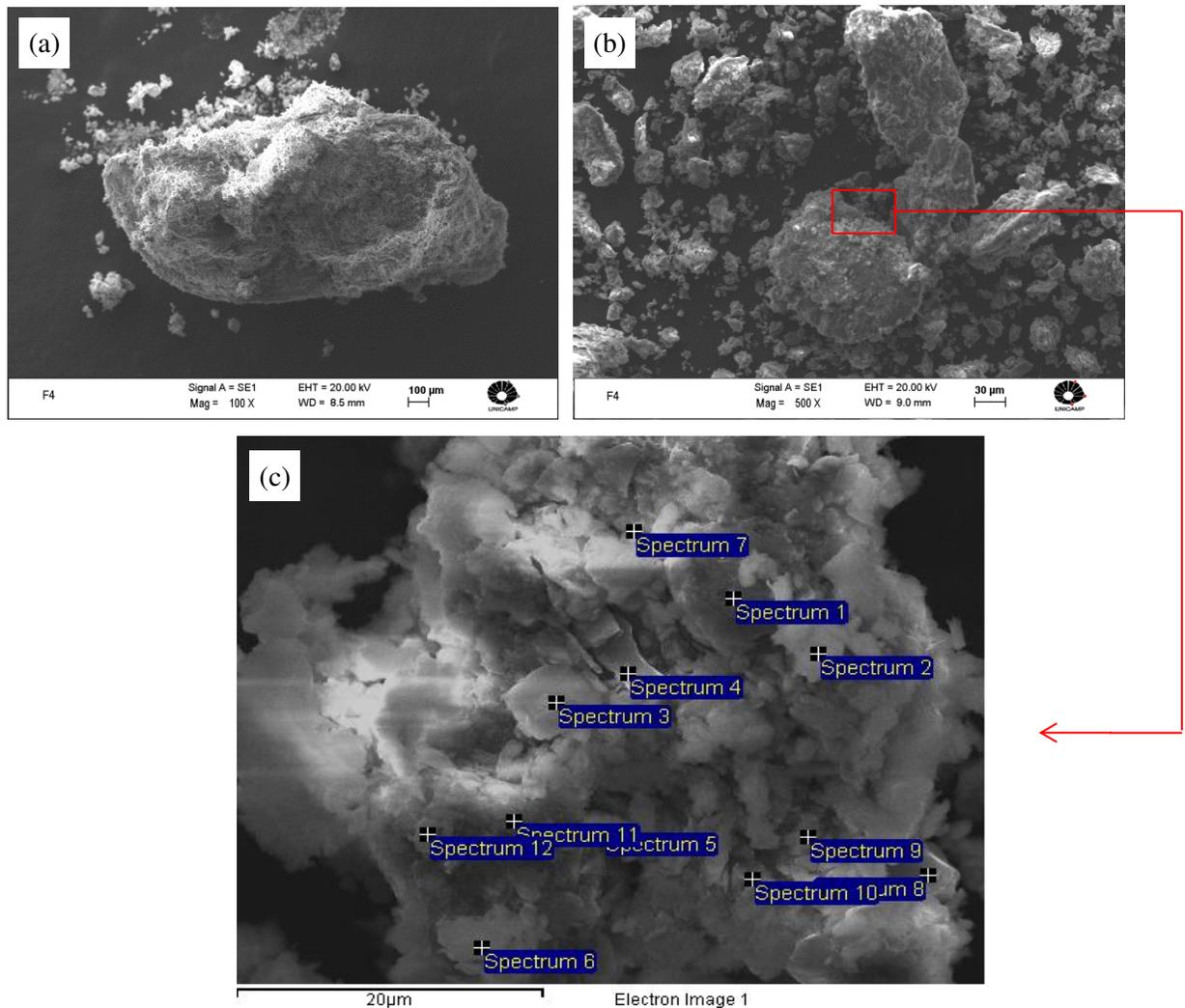


Figura 4.11: Mistura produzida segundo condições M4. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Resultados da micro-análise por EDS são apresentados na Tabela 4.12. Observa-se presença de Si, Al e O em todos os pontos analisados; não sendo possível no entanto, precisar a composição das partículas individuais. Provavelmente, os finos observados na superfície dos cavacos são partículas de SiC, Si e Al₂O₃, além de fragmentos de cavacos e finos da liga AA7075.

Além da presença do Fe já evidenciada nas misturas anteriores, neste caso, são observados partículas de Cr e Ni constituindo o aglomerado que recobre a superfície dos cavacos. A origem destes elementos não pode ser determinada, já que nenhum desses elementos é encontrado em grande quantidade nos constituintes da mistura. A liga AA7075 apresenta teor de Cr de aproximadamente 0,28%, e de Ni de aproximadamente 0,01% (MATWEB, 2013), teores muito baixos para justificar a presença desses dois elementos na mistura. Os outros elementos observados são compatíveis com a composição da liga empregada; com a presença de óxidos nas superfícies da partículas e com o emprego de estearato de Zinco.

Tabela 4.12: Análise de EDS da mistura M4 nos pontos indicados na Figura 4.11 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Cu	Zn
1	6.10	1.85	77.26	1.55	-	0.60	3.05	9.59
2	25.08	1.32	53.32	9.17	0.93	3.76	1.05	4.68
3	14.97	0.34	13.96	67.46	0.38	1.21	0.50	1.17
4	5.00	0.86	42.12	10.48	5.22	22.22	2.34	9.07
5	9.34	1.18	50.94	5.26	3.84	14.98	2.41	9.95
6	24.28	1.35	54.04	8.50	1.14	4.27	1.12	4.65
7	2.16	0.91	32.93	2.25	3.98	15.37	7.96	34.44
8	12.18	1.03	45.99	19.48	1.61	6.96	2.39	10.36
9	19.04	1.23	51.66	10.72	2.05	7.76	1.15	5.31
10	23.63	1.43	55.67	6.67	1.18	4.48	1.19	5.19
11	20.57	0.66	28.80	40.01	1.17	4.35	0.58	3.43

Mistura M5

As condições adotadas para realização da mistura M5 são apresentadas na Tabela 4.13; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.10; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.14.

Tabela 4.13: Condições de obtenção da mistura M5

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos	
				Si	Al ₂ O ₃
CF	40	20	4:30	1%	1%

Pela observação do cavaco apresentado na Figura 4.12 (a) pode-se concluir que o possível aumento do efeito abrasivo de partículas duras de SiC, com o aumento do seu teor na mistura, sobre a geometria e dimensões dos cavacos de Al, não é notada.

A Figura 4.12 (b) mostra aderência de aglomerados de pequenas partículas na superfície do cavaco, provavelmente SiC, Al₂O₃, Si e fragmentos e finos da liga, segundo resultados de análise por EDS em pontos selecionados, mostrados na Figura 4.12 (c), cujos resultados são mostrados na Tabela 4.14.

É ainda notada a presença de Ferro, provável contaminação indesejada; Oxigênio das camadas oxidadas das partículas de SiC e cavacos; e elementos constituintes da liga AA7075, dentro de suas faixas de composição, como nas misturas anteriores.

Tabela 4.14: Análise de EDS da mistura M5 nos pontos indicados na Figura 4.12 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Zn
1	33.90	1.13	39.51	13.42	6.21	0.76	2.22
2	20.88	1.56	54.93	12.11	3.90	1.16	3.79
3	19.94	1.73	58.68	9.97	3.20	1.16	3.91
4	18.12	1.95	65.28	6.24	1.55	1.23	4.87
5	15.52	0.91	29.86	49.51	0.90	0.63	2.45
6	20.36	1.34	47.75	17.67	5.63	1.00	3.96
7	12.63	1.93	70.01	4.49	2.45	2.55	5.01
8	11.19	1.84	72.35	4.86	1.63	1.75	5.82
9	9.70	1.23	55.36	16.58	4.55	2.37	7.95
10	23.74	1.57	53.24	9.62	5.21	1.30	3.66

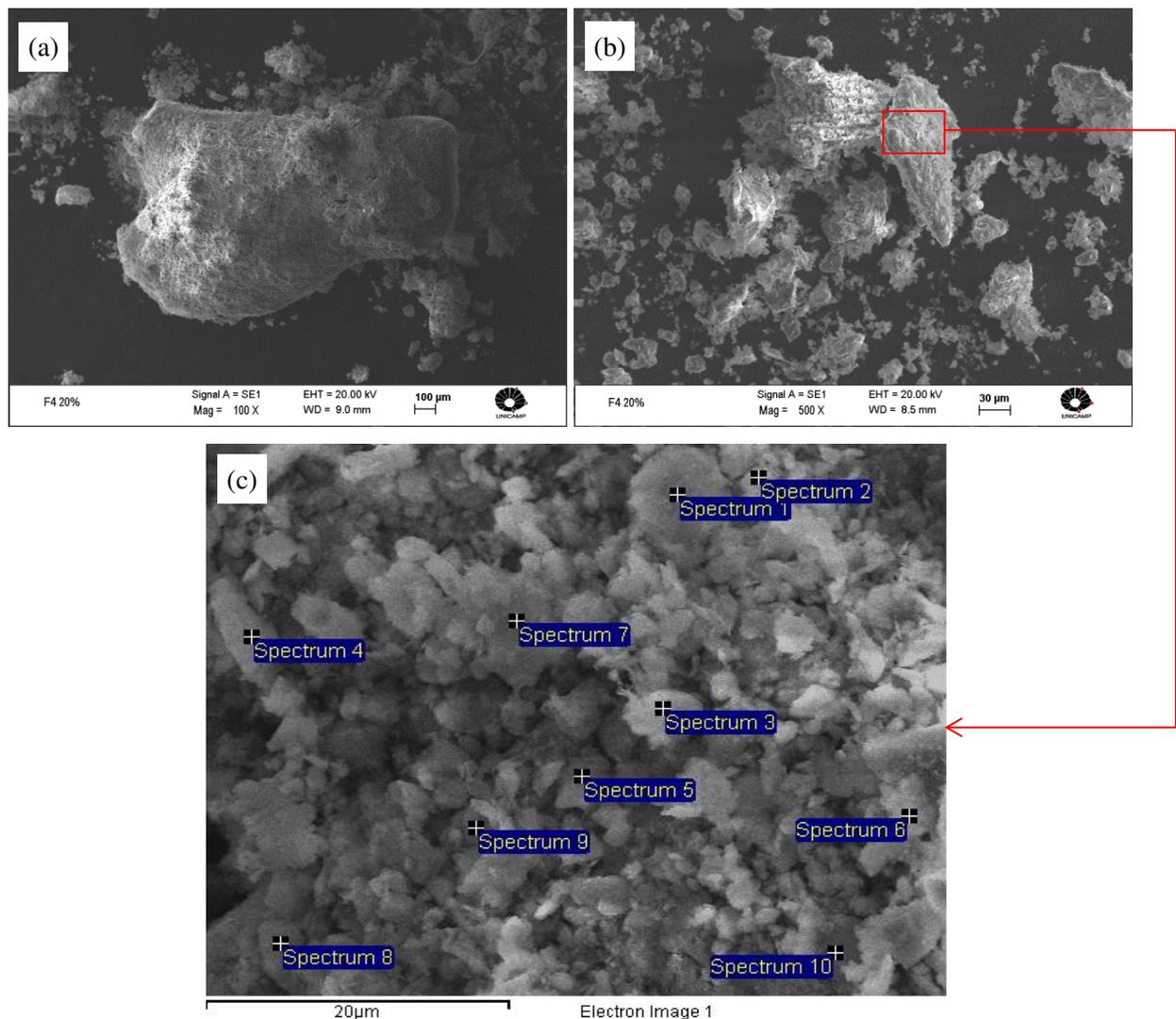


Figura 4.12: Mistura produzida segundo condições M5. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Mistura M6

As condições adotadas para realização da mistura M6 são apresentadas na Tabela 4.15; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.10; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.16.

As considerações acerca das misturas M4 e M5 também são válidas para este caso. A Figura 4.13 (a) apresenta cavacos típicos após mistura; suas dimensões médias não sofrem

alteração com o aumento da quantidade de partículas abrasivas SiC na mistura (neste caso de 30% em peso).

Tabela 4.15: Condições de obtenção da mistura M6

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos	
				Si	Al ₂ O ₃
CF	40	30	4:30	1%	1%

A Figura 4.13 (b) mostra a adesão de partículas finas, aglomeradas, na superfície dos cavacos, além da presença de aglomerados entre as partículas de cavacos. Estes aglomerados de partículas são constituídos pelo SiC, elementos adicionados (Al₂O₃ e Si) e partículas pulverizadas de cavaco, fato comprovado pela análise química realizada por EDS dos pontos indicados na Figura 4.13 (c).

De maneira similar às outras misturas já apresentadas, a presença do Ferro, Oxigênio e de outros elementos compatíveis com a liga empregada, são observados. O primeiro considerado contaminante inesperado, o segundo presente nos óxidos superficiais das partículas dos constituintes.

Tabela 4.16: Análise de EDS da mistura M6 nos pontos indicados na Figura 4.13 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Zn
1	12.10	2.00	67.30	7.81	3.37	1.50	4.53
2	41.46	0.71	27.19	25.01	1.74	0.37	1.23
3	18.65	1.62	54.92	14.90	3.33	0.90	4.07
4	23.89	1.40	45.26	11.41	10.16	0.86	2.90
5	15.91	1.17	36.42	37.75	2.84	1.28	3.27
6	16.88	1.95	64.66	7.93	2.20	1.04	4.29
7	9.98	1.62	66.96	7.35	3.52	1.77	7.00
8	17.07	2.04	67.19	5.63	1.77	1.03	4.30
9	26.83	1.31	43.48	16.86	4.83	0.90	3.50
10	7.05	1.43	64.85	8.89	4.30	2.20	7.62
11	22.38	1.63	54.56	7.63	5.78	1.10	4.28

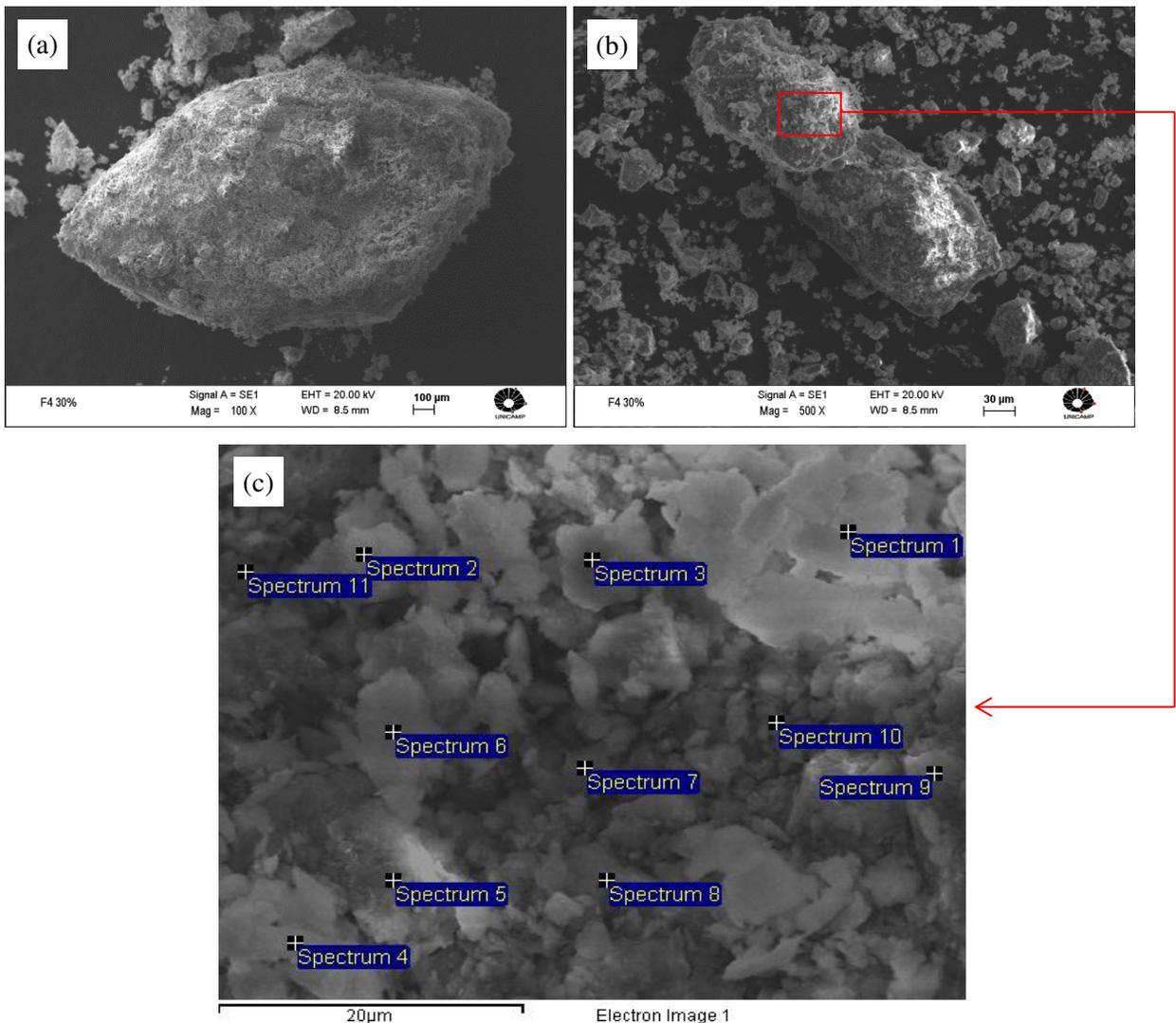


Figura 4.13: Mistura da condição de processamento M6. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Mistura M7

As condições adotadas para realização da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.17; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.14; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.18.

A mistura M7 difere da obtida na condição M4 apenas em relação ao tamanho das partículas de reforço. Neste caso, foram usadas partículas de SiC com tamanho médio de 1μm, no entanto, partículas maiores e menores também estão presentes, ainda que em menor quantidade.

Na Figura 4.14 (a) pode-se observar que as dimensões e geometria dos cavacos são semelhantes às dos cavacos nas misturas feitas nas condições apresentadas anteriormente. As partículas de SiC provavelmente não se alteram com o tempo de mistura.

Na Figura 4.14 (b) é observada adesão de partículas finas na superfície dos cavacos e sua presença como aglomerados em regiões entre os cavacos. Análise por EDS em pontos selecionados mostra a presença somente de elementos químicos esperados, a menos da presença de Ferro (contaminação). Portanto, os finos observados são provavelmente, SiC, Al₂O₃, Si e finos da liga. Como mostrado em todos os casos anteriores, é evidente a presença de grande quantidade de oxigênio em vários pontos analisados, devido aos óxidos superficiais nas partículas de reforço e cavacos.

Tabela 4.17: Condições da mistura M7

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos	
				Si	Al ₂ O ₃
CF	1	10	4:30	1%	1%

Tabela 4.18: Análise de EDS da mistura M7 nos pontos indicados na Figura 4.14 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu	Zn
1	3.44	-	3.03	93.53	-	-	-
2	18.21	0.51	19.42	54.41	3.09	0.67	2.53
3	7.81	1.84	76.25	5.59	1.22	1.59	5.36
4	23.78	1.49	48.01	11.82	7.25	0.84	3.99
5	24.00	1.10	42.34	21.94	4.52	0.92	3.51
6	7.52	1.51	58.78	10.51	9.95	1.75	5.88
7	16.31	2.02	64.61	8.15	2.06	1.21	4.73
8	12.56	1.35	52.70	14.26	9.84	1.03	4.35
9	16.15	0.87	34.05	39.86	3.66	0.73	3.03
10	8.92	-	8.95	79.39	1.38	-	1.04
11	2.26	-	1.00	96.73	-	-	-
12	16.65	1.54	61.21	10.23	3.08	1.40	5.17

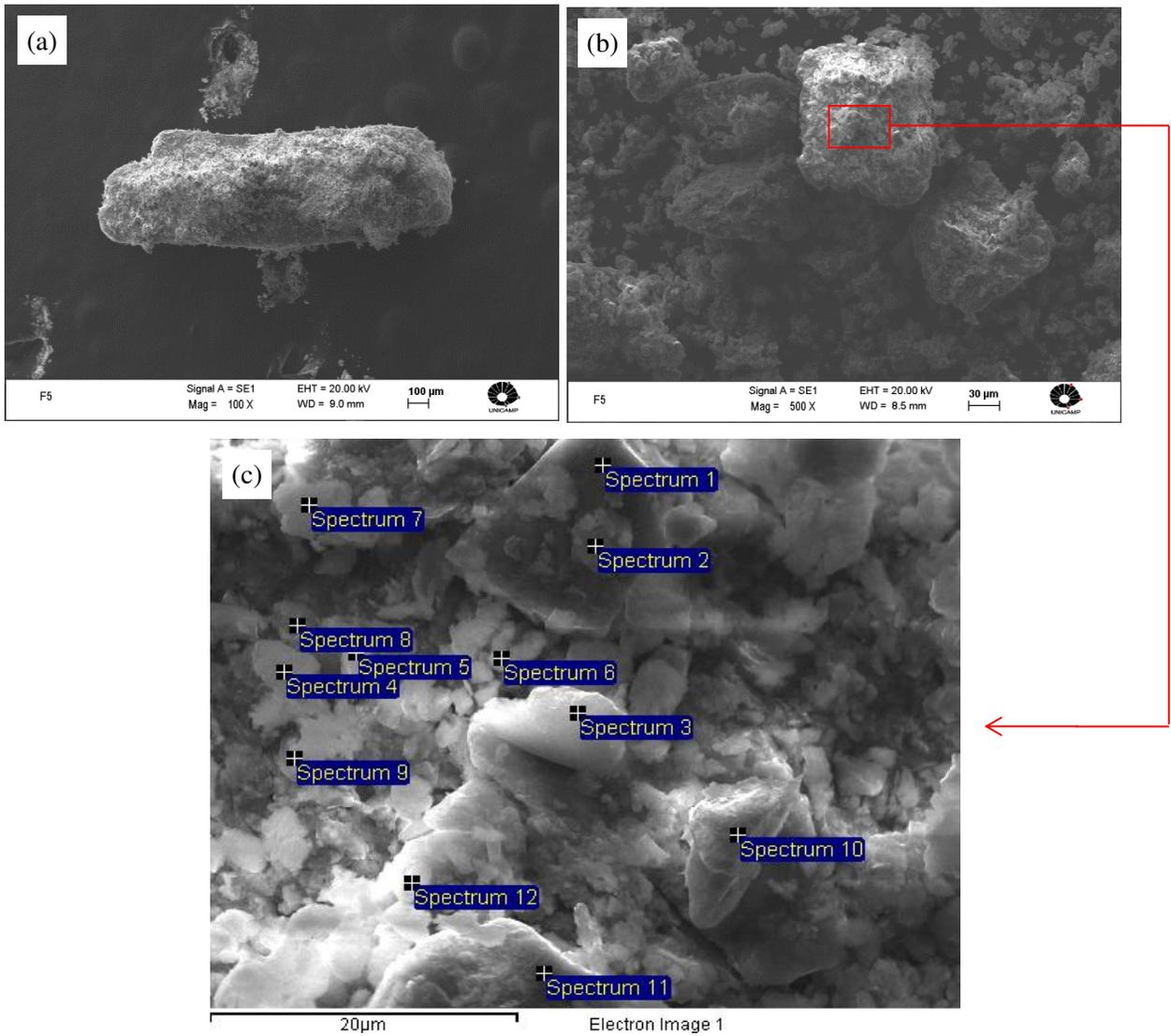


Figura 4.14: Mistura da condição de processamento M7. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Mistura M8

As condições adotadas para realização da mistura M8 são apresentadas na Tabela 4.19; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.15; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.20.

Tabela 4.19: Condições de obtenção da mistura M8

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)
CF	1	10	4:30

A mistura M8 difere da anterior M7 apresentada, somente na ausência de constituintes aditivos, Al_2O_3 e Si. De acordo com imagens dos cavacos (Figura 4.15(a)), a geometria e dimensões de cavacos são similares às presentes na mistura anterior. Também a distribuição das partículas de SiC se mostra similar, isto é, aglomerada sobre superfície dos cavacos e regiões entre cavacos (Figura 4.15 (b)); não se nota fratura de partículas de SiC.

Resultados de análise química por EDS de pontos selecionados, evidencia a presença de SiC aderido às superfícies dos cavacos e regiões entre eles, segundo resultados apresentados na Tabela 4.20.

Também de maneira similar às apresentadas anteriormente para todas as misturas, observa-se a presença de Ferro; Oxigênio e elementos de liga compatíveis com a liga empregada. Neste caso, porém, foram detectados Níquel e Cromo em teores consideráveis. A sua presença é inesperada, não sendo possível determinar a fonte de contaminação.

Tabela 4.20: Análise de EDS da mistura M8 nos pontos indicados na Figura 4.15 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
1	4.98	-	2.15	92.42	-	0.44	-	-	-
2	23.04	1.64	56.92	8.57	1.22	4.41	0.47	1.17	2.38
3	14.57	1.90	72.21	2.74	0.55	1.79	-	1.39	4.85
4	10.11	0.44	15.98	1.57	13.33	51.53	4.43	0.51	0.96
5	6.85	-	9.23	80.53	0.64	2.30	-	-	0.45
6	10.00	1.35	42.57	2.86	7.13	28.13	3.22	0.62	1.66
7	16.04	1.96	70.86	3.25	0.44	1.62	0.20	1.33	4.29
8	8.34	0.77	25.08	2.45	10.47	44.91	5.20	0.62	1.08
9	20.18	1.22	51.99	7.50	2.78	10.71	1.15	1.04	2.91
10	6.97	0.73	38.14	3.15	7.98	35.43	4.69	0.62	1.49
11	12.35	1.40	57.84	4.97	3.12	12.06	1.22	1.65	4.84

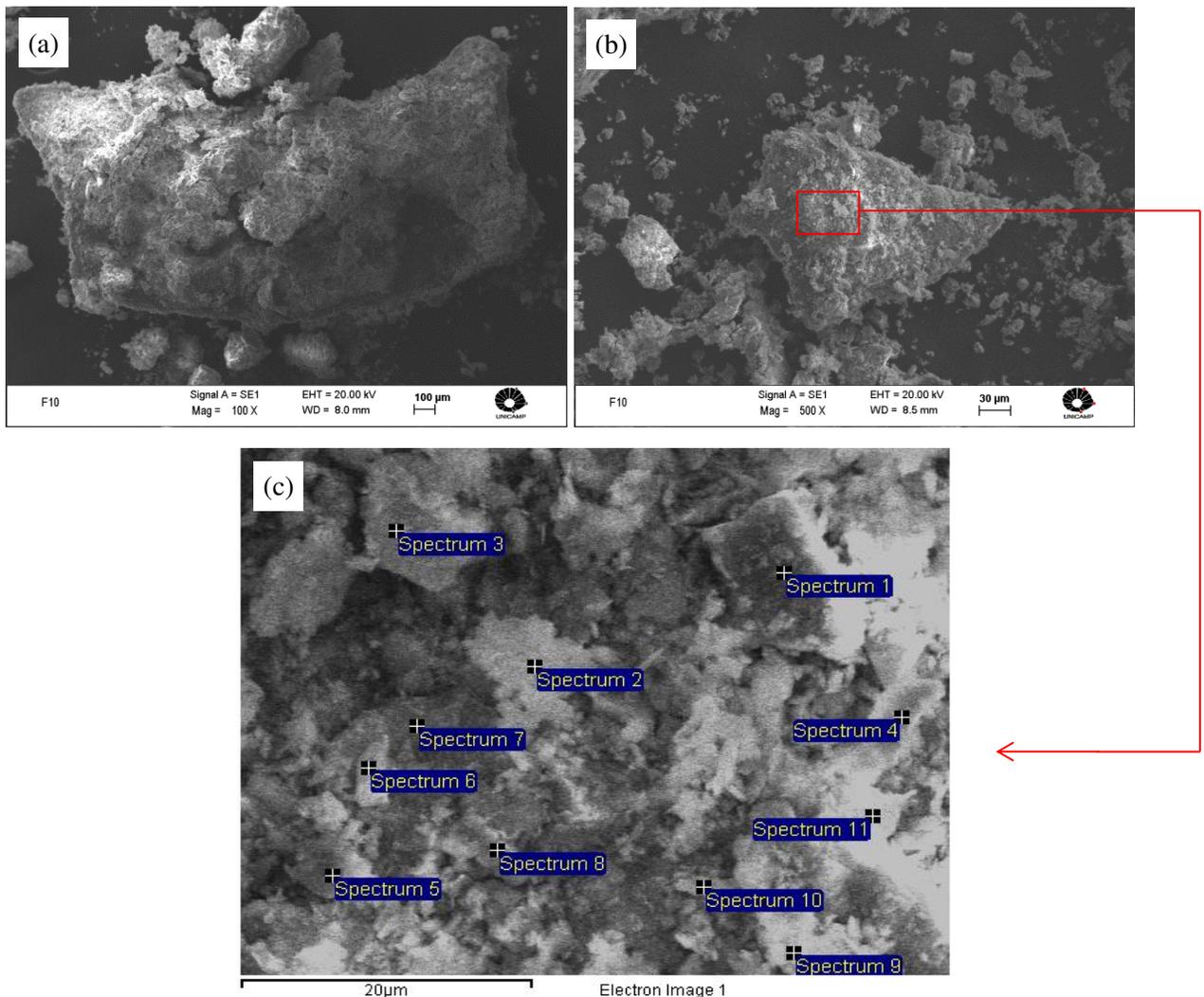


Figura 4.15: Mistura da condição de processamento M8. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Mistura M9

As condições adotadas para realização da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.21; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.16; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.22. Foram empregados neste caso cavacos grosseiros. A Figura 4.16(a) mostra que os cavacos apresentaram pequena redução no tamanho com o processo de mistura: de dimensões máximas da ordem de 3,6 mm na condição inicial para tamanhos máximos da ordem de 3,3 mm após o processo de mistura, isto é, uma redução de cerca de apenas 10%. Levando em conta que o tamanho das partículas dos cavacos classificados

como grosseiros compreendia o intervalo entre 1,7 e 3,6 mm, provavelmente a redução do tamanho de partículas provocou o surgimento de cavacos com tamanhos inferiores a 1,7 mm.

Tabela 4.21: Condições de obtenção da mistura M9

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos
				Si
CG	40	10	4:30	1%

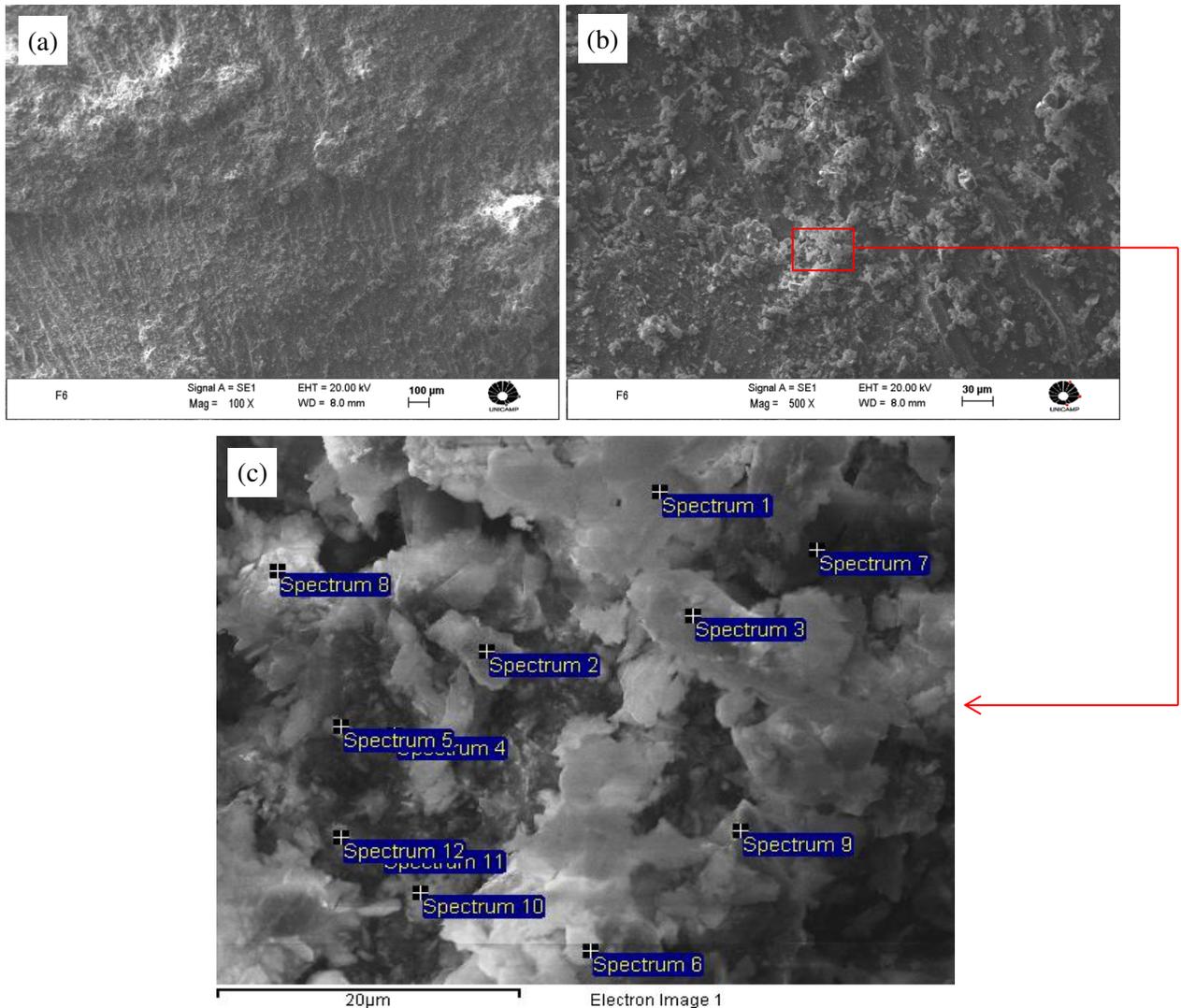


Figura 4.16: Mistura da condição de processamento M9. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

A superfície dos cavacos apresentou aglomerados de partículas muito finas, observadas nas Figuras 4.16 (a) e (b), as quais foram analisadas por EDS. Os resultados são apresentados na Tabela 4.22. Foram detectados, além dos elementos Silício (partículas de SiC ou de Si), Oxigênio (óxidos superficiais dos constituintes), Cu, Mg, Zn (elementos de liga da matriz metálica), também os elementos Fe, Ni, Cr em elevados teores, na maioria dos pontos analisados. Não foi possível determinar a origem desses elementos na mistura.

O teor de Al na maioria dos pontos analisados é reduzida, indicando o recobrimento da superfície dos cavacos por partículas finas de diferentes naturezas, não só dos constituintes SiC e Si propositalmente adicionados. Pouca presença de finos ou partículas rompidas de cavacos são detectadas na superfície dos mesmos (o processo de mistura, mesmo com tempo de 4:30h, não proporcionou acentuada fragmentação dos cavacos grosseiros, como observado).

A presença de Oxigênio não é tão elevada na maioria dos pontos analisados por EDS. Em vários pontos também não se observa a presença de Cu e Mg, dois dos principais elementos da liga AA7075. O teor de Zn também se apresenta abaixo do esperado para a maioria dos pontos analisados. Estes dados fortalecem a indicação da forte presença de partículas alheias ao sistema, na superfície dos cavacos.

Tabela 4.22: Análise de EDS da mistura M9 nos pontos indicados na Figura 4.16 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
1	5.94	-	8.89	14.21	11.55	48.10	5.83	-	2.98
2	2.17	-	3.16	2.21	15.17	66.48	8.36	-	1.13
3	13.46	-	14.95	37.84	5.11	18.92	1.96	0.53	6.67
4	8.74	0.43	18.22	25.79	8.05	30.40	2.56	-	4.95
5	8.71	-	7.84	46.81	5.93	23.79	2.55	-	3.82
6	33.44	-	7.14	51.54	1.02	3.85	0.59	-	2.05
7	2.31	-	18.69	15.29	8.87	35.54	3.54	-	12.61
8	3.60	0.35	9.61	10.37	11.46	51.14	5.70	0.73	5.74
9	1.09	-	3.32	1.73	16.70	68.06	5.44	-	1.95
10	9.68	0.55	28.82	13.47	6.84	26.63	3.02	0.79	8.94
11	0.64	-	6.44	4.79	13.82	58.33	5.84	0.94	7.77
12	1.67	-	5.50	7.81	13.29	60.06	6.08	-	4.23

Mistura M10

As condições adotadas para realização da mistura M10 são apresentadas na Tabela 4.23; as imagens obtidas por MEV são apresentadas na Figura 4.17; resultados de análise química pontual por EDS são apresentadas na Tabela 4.24.

Tabela 4.23: Condições de obtenção da mistura M10

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Aditivos
				Si
CG	1	10	4:30	1%

A mistura M10 se assemelha à mistura M9, diferenciando-se desta em dois pontos: tamanho das partículas de reforço (1 μm) e força vertical aplicada durante a mistura (0,13 kN ao invés de 0,1 kN, empregada em todos os demais procedimentos). O aumento da força objetivou estimular a fragmentação dos cavacos grosseiros durante a moagem e com isto melhorar a homogeneização da mistura.

A Figura 4.17 mostra o tamanho e a geometria dos cavacos após o processo de mistura. É possível observar que com o aumento da pressão o resultado foi equivalente ao encontrado para as condições nas quais foi utilizado cavaco fino (M3, M4 e M7). A geometria de partículas observadas nas Figuras 4.17 (a) e (b) apresenta-se alongada e com extremidades ligeiramente arredondadas, com dimensões da mesma ordem de grandeza das obtidas em misturas empregando cavacos finos.

Os resultados de análise química por EDS em pontos selecionados a superfície dos cavacos (Figura 4.17 (c)) são apresentados na Tabela 4.24. São observadas a presença de Silício (partículas de SiC e de Si) em abundância, a presença de contaminantes como Fe, Cr e Ni em alguns pontos analisados, e do Oxigênio presente nos óxidos superficiais das partículas dos diferentes constituintes.

Não é muito frequente a presença de partículas finas da própria liga na superfície dos cavacos, como mostram os resultados: em alguns pontos analisados, os teores de Al e dos elementos da liga AA7075 estão reduzidos, com os elementos Zn, Cu e Mg fora do intervalo para a liga empregada .

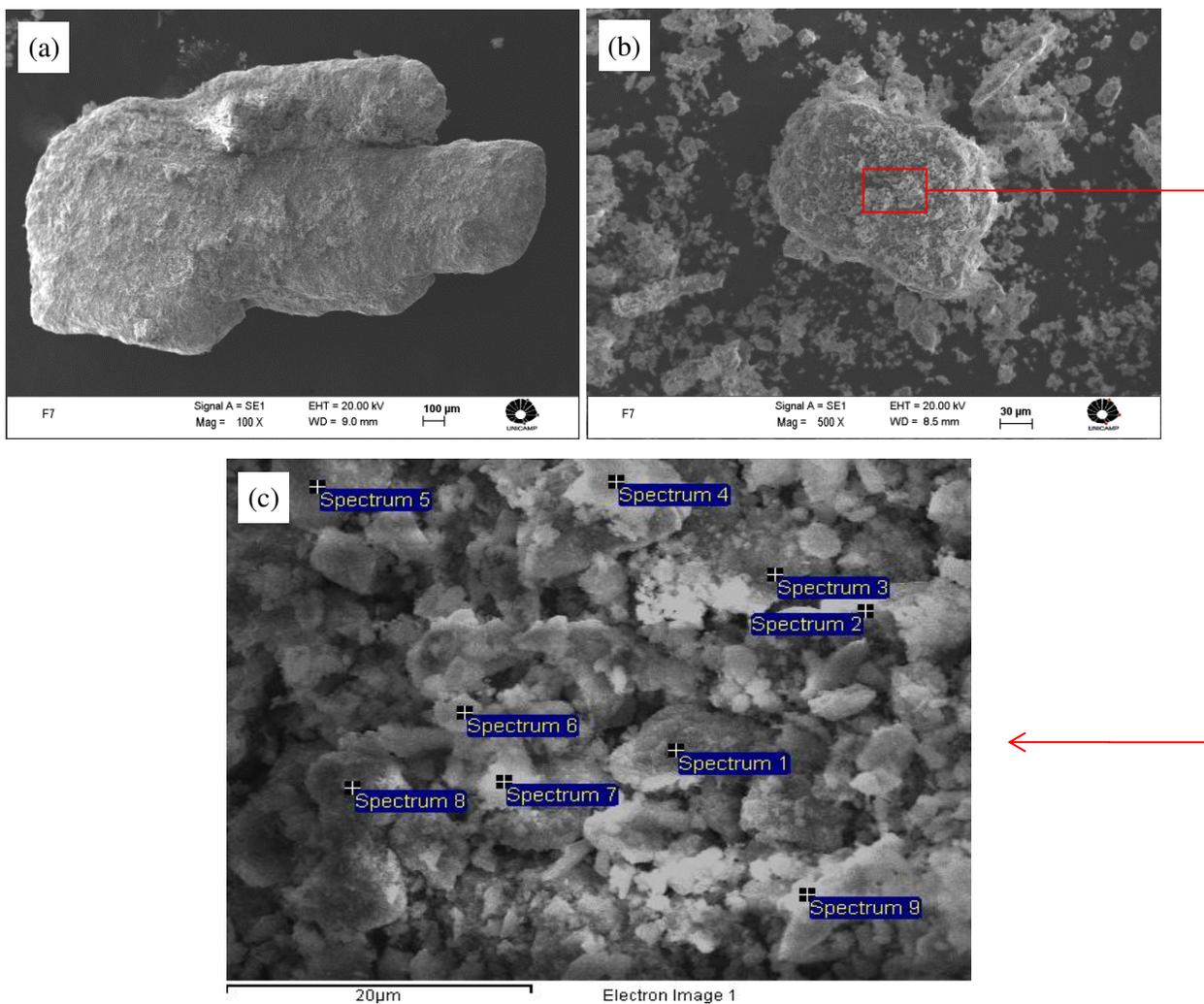


Figura 4.17: Mistura da condição de processamento M8. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Tabela 4.24: Análise de EDS da mistura M10 nos pontos indicados na Figura 4.17 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
1	13.71	1.85	63.92	5.43	1.87	7.78	0.85	0.98	3.42
2	18.95	0.23	7.77	68.65	0.73	2.78	0.32	-	0.58
3	13.18	1.51	57.92	13.75	1.42	5.38	0.58	1.40	4.41
4	23.24	0.66	48.41	14.89	2.52	8.23	0.65	0.74	0.34
5	11.43	0.91	78.32	4.94	0.61	1.86	-	1.31	0.63
6	19.96	0.70	26.69	36.39	2.74	10.69	1.14	0.58	0.76
7	29.86	1.16	37.00	16.17	2.41	9.09	1.00	0.78	1.96
8	15.80	0.40	12.06	25.58	8.41	32.91	3.33	0.33	0.64
9	21.78	1.07	46.68	15.86	2.38	8.93	0.95	0.83	1.24

Mistura M11

As condições adotadas para realização da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.25. Neste caso foram empregadas partículas de NiAl_2O_4 e de SiC como elementos de reforço. Após mistura dos constituintes o resultado obtido pode ser observado na Figura 4.18.

Tabela 4.25: Condições de obtenção da mistura M11

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	Teor de NiAl_2O_4 (% peso)
CF	1	10	4:30	10%

A Figura 4.18 (a) apresenta aspectos do tamanho e da geometria dos cavacos. O tamanho médio das partículas está em torno de 1 mm, e a geometria apresenta-se alongada e com extremidades parcialmente arredondadas, como observado para a maioria das misturas submetidas ao mesmo tempo de moagem, analisadas anteriormente.

É notada novamente a adesão de finos na superfície dos cavacos (Figuras 4.18 (a) e (b)). Resultados de micro análise por EDS em pontos selecionados segundo indicado na Figura 4.18 (c) são apresentados na Tabela 4.26.

Tabela 4.26: Análise de EDS da mistura M11 nos pontos indicados na Figura 4.18 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
1	9.74	2.07	75.48	4.24	0.39	1.08	0.87	1.12	5.01
2	9.38	-	11.35	74.50	0.46	2.01	1.31	-	0.98
3	2.26	-	43.92	0.74	0.33	1.62	51.12	-	-
4	5.24	-	6.10	86.09	0.25	0.90	0.90	-	0.53
5	16.81	1.48	53.90	8.95	1.99	7.70	2.84	1.12	5.21
6	4.30	0.74	28.02	6.38	9.41	42.11	5.88	0.66	1.62
7	7.75	-	8.40	74.11	0.86	4.48	2.97	-	1.43
8	10.13	1.30	49.07	4.23	3.87	16.13	8.34	1.12	5.36
9	10.55	0.83	28.86	2.45	9.06	38.42	6.40	0.54	1.98
10	7.15	1.90	72.85	2.77	1.27	4.66	2.71	1.39	5.32
11	4.27	-	59.03	1.38	0.26	1.43	33.62	-	-
12	47.71	0.65	25.56	20.45	0.39	1.51	1.19	-	0.89

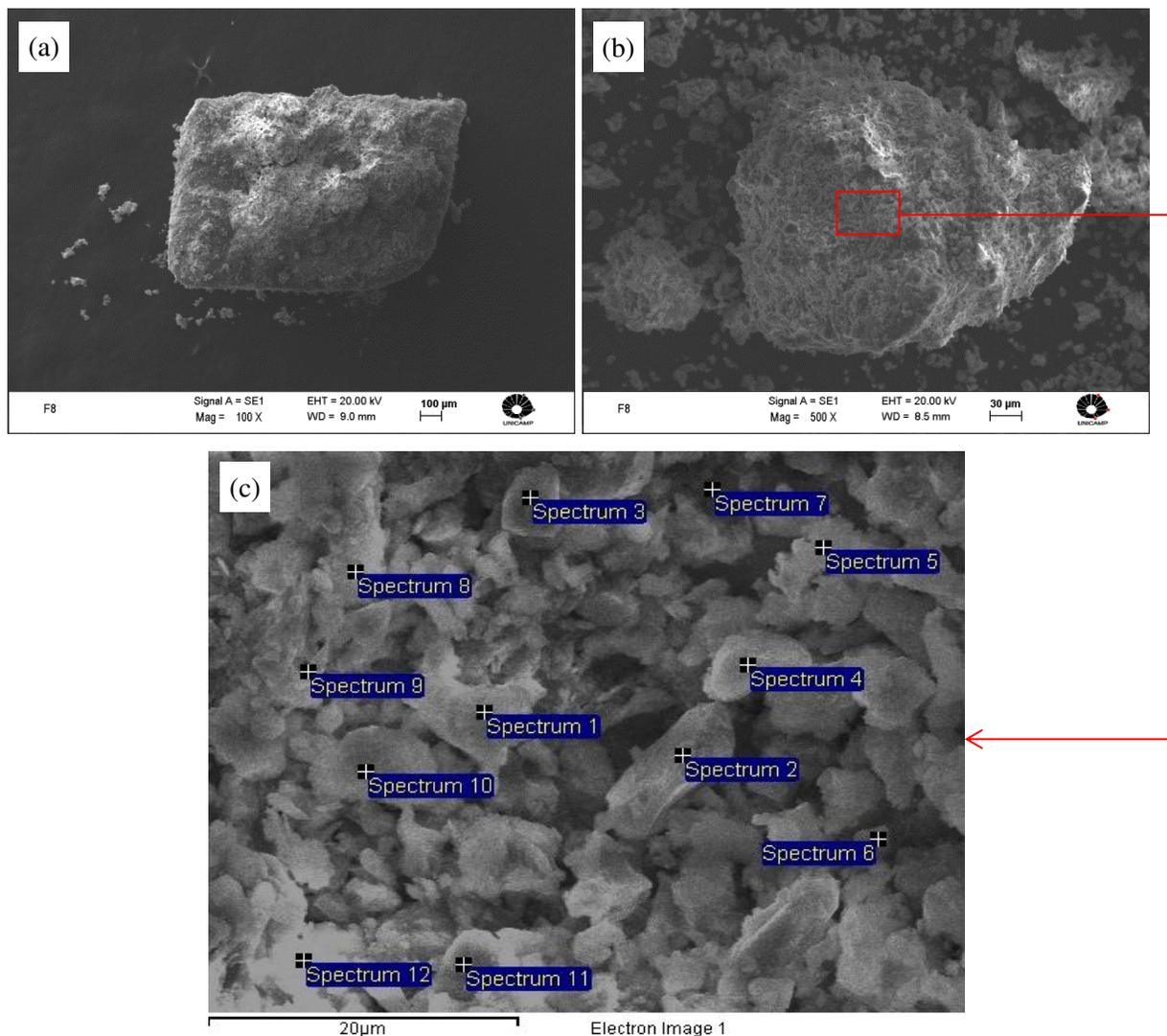


Figura 4.18: Mistura da condição de processamento M11. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

São detectadas a presença de elevado teor de Ni ou elevado teor de Si em vários pontos analisados, além de elevado teor de Al, indicando a presença de partículas NiAl_2O_4 , SiC e fragmentos ou finos da própria liga aderidos à superfície do cavaco.

Novamente o Ferro encontra-se presente; Cr, elementos não previsto, também é detectado em poucos pontos. A presença de Oxigênio em todos os pontos detectados evidencia a presença de óxidos na superfície das partículas dos diferentes constituintes. Os elementos Zn, Mg, Cu são participantes da composição da liga matriz.

Mistura M12

As condições adotadas para a obtenção da mistura M3 são apresentadas na Tabela 4.27. As condições de fabricação são semelhantes à da mistura M11, exceto pela ausência do reforço SiC. Neste caso somente foi empregado NiAl_2O_4 como elemento de reforço do compósito. Imagens obtidas por MEV da mistura são apresentadas na Figura 4.19, enquanto resultados de análise química pontual por EDS de pontos selecionados são apresentadas na Tabela 4.28.

Tabela 4.27: Condições de obtenção da mistura M12

Tipo cavaco	t mistura (h)	Teor de NiAl_2O_4 (% peso)
CF	4:30	10%

Pode-se observar nas imagens cavacos de dimensões heterogêneas, com geometria mais arredondada nas extremidades do que os cavacos originais. O processo de mistura promoveu redução de tamanho nas partículas da liga e geração de finos, como observado nas outras misturas preparadas com 4:30h de moagem. Não é possível determinar o efeito do tempo de mistura sobre as dimensões das partículas do reforço.

De modo geral, observa-se a adesão de partículas finas, aglomeradas, sobre a superfície dos cavacos.

Tabela 4.28: Análise de EDS da mistura M12 nos pontos indicados na Figura 4. 19 (c).

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Fe	Ni	Cu	Zn
1	23.43	1.67	58.50	2.40	4.63	2.02	1.08	5.04
2	6.56	2.43	83.72	-	0.27	0.46	1.32	5.05
3	17.77	1.91	64.92	2.39	2.95	2.72	1.30	5.07
4	5.12	0.87	38.16	1.01	1.12	52.34	-	1.06
5	13.91	1.92	68.82	1.95	3.04	2.18	1.40	5.81
6	15.33	1.58	62.64	4.78	2.86	3.81	1.62	6.43
7	21.80	1.64	60.99	3.19	2.84	2.64	1.10	4.74
8	8.99	1.58	53.23	1.08	20.23	4.05	0.94	4.39
9	12.96	1.65	63.60	2.50	2.60	9.40	1.19	5.11

Nos resultados de micro análise por EDS, pode-se observar presença de elevado teor de Ni em poucas partículas na superfície do cavaco; a maior parte das partículas agregadas parece se constituir de finos da própria liga matriz. Novamente se observa a presença de Ferro, de origem indeterminada, e Oxigênio dos óxidos superficiais das partículas. A presença de Si pode ser atribuída à contaminação do equipamento. Os teores dos elementos Zn, Cu e Mg são compatíveis com a composição da liga AA7075.

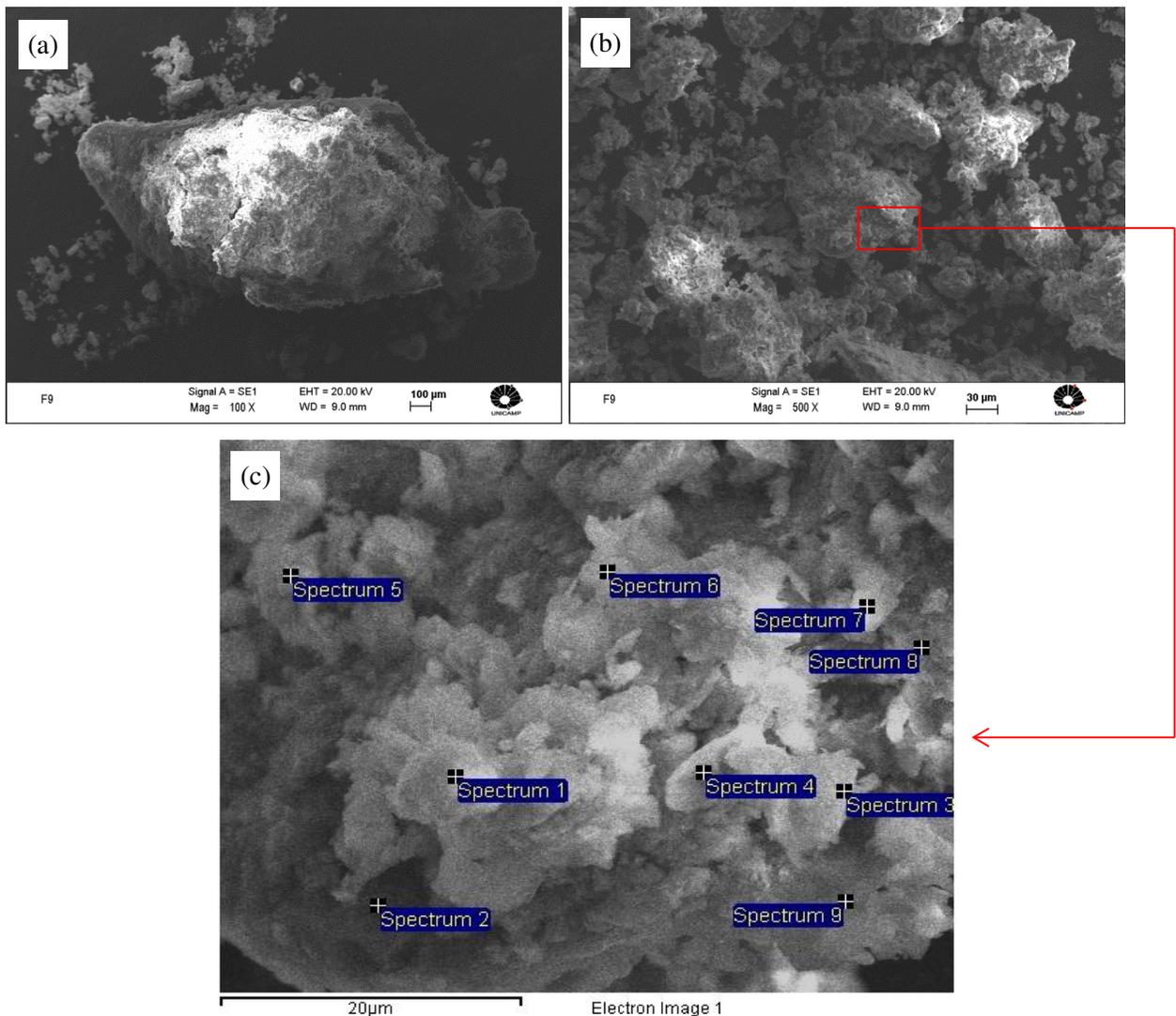


Figura 4.19: Mistura da condição de processamento M12. (a) vista geral; (b) dispersão de partículas na superfície dos cavacos; (c) pontos analisados por EDS.

Misturas: Considerações gerais

De modo geral, ficou evidente a redução do tamanho das partículas de cavaco com o aumento do tempo de mistura, mostrando maior eficiência de mistura para tempo de 4:30 h, onde a redução ficou na ordem de 40%. Além do tempo de mistura, o aumento da força vertical aplicada, ou a energia da moagem, também tem importante papel na redução do tamanho de partículas do cavaco dúctil. O aumento destas variáveis também contribui para o arredondamento das arestas dos cavacos e para a adesão mecânica de partículas finas sobre a sua superfície.

O tempo e energia de mistura não foram, no entanto, suficientes para a promoção de eficiente dispersão dos constituintes das misturas. Acredita-se, no entanto, que a adesão de grande quantidade de partículas dos reforços na superfície dos cavacos facilite a distribuição do reforço no compósito final, por penetração destas partículas no metal semi-sólido durante sua tixotomização. Deve-se lembrar aqui o objetivo do desenvolvimento de processo de reduzido custo, portanto, é buscada a melhor relação entre condições operacionais e qualidade do produto.

Ainda a baixa energia total de mistura (reduzido tempo, reduzida rotação e força vertical aplicados), não parece ter efeito sobre as dimensões das partículas duras dos reforços empregados; ao final da etapa de mistura, o carboneto de silício, assim como o aluminato de níquel mantiveram suas dimensões iniciais.

A dispersão das partículas de reforço, assim como a sua adesão à superfície dos cavacos de Alumínio parecem depender das dimensões dos cavacos: melhores condições de dispersão e adesão foram obtidas com a utilização de cavacos mais finos.

Em todos os casos foi notada a presença de Fe, cuja origem não foi possível determinar. Em alguns casos também a presença de Cr e Ni foram inesperadamente detectadas e atribuídas a algum tipo de contaminação do meio de mistura.

Para todas as misturas foi observada forte presença de Oxigênio proveniente de camada de óxido na superfície dos cavacos e partículas de reforço.

4.3 Compactados

A compactação das misturas previamente à tixoconformação foi realizada com o objetivo de densificar o material, aumentando a possibilidade de contato entre partículas da matriz no estado semi-sólido, reduzir a oxidação durante aquecimento e ainda facilitar a operação de tixoconformação. A compactação prévia das amostras resultou em uma redução de volume de aproximadamente 13% para a amostra M1, compactada a uma pressão de 160MPa e de aproximadamente 9% para as demais amostras, compactadas a uma pressão de 63MPa. Como a diferença de redução de volume não foi tão expressiva, as demais condições contaram com pressão de 63MPa.

4.4 Regime de aquecimento para fabricação das pastas tixotrópicas

O aquecimento da pasta para o posterior processo de tixoconformação ocorreu a uma taxa de aproximadamente 20°C/min, a mesma taxa empregada nos ensaios de calorimetria para a determinação das janelas de tixoconformação, até a temperatura de semi-sólido pré-estabelecida (620, 625 e 630°C), com permanência da pasta no forno, a esta temperatura, de acordo com as condições de processamento (30, 60 ou 90min).

4.5 Microestrutura da pasta tixotrópica produzida

Para observação do efeito do aquecimento a temperaturas no interior da zona *solidus* / *liquidus* da liga de trabalho, sobre a sua microestrutura, foi feito experimento preliminar empregando somente cavacos (condição: após moagem).

O material foi aquecido a temperatura de 625°C, conforme indicado pela janela de tixoconformação sugerida anteriormente. A esta temperatura é prevista a formação de fração

líquida de aproximadamente 50% na liga. A microestrutura da pasta obtida é apresentada na Figura 4.20. Pode-se observar a presença de fase α globular, típica de estruturas tixotrópicas; a região interglobular é formada por fase eutética, na pasta resfriada, e por líquido à temperatura de tratamento. As condições de aquecimento foram, portanto, adequadas para a total transformação da estrutura do cavaco.

O tamanho médio dos glóbulos da fase primária foi calculado a partir do método dos interceptos com o auxílio de cinco (05) imagens obtidas por MO com aumento de 100X. Foram traçadas retas de interceptos com tamanho médio de 600 μm e realizada uma média aritmética dos valores obtidos. O resultado do cálculo é mostrado na Figura 4.21. Uma variação ampla de diâmetros é observada, com valor médio de $180 \pm 19,3 \mu\text{m}$.

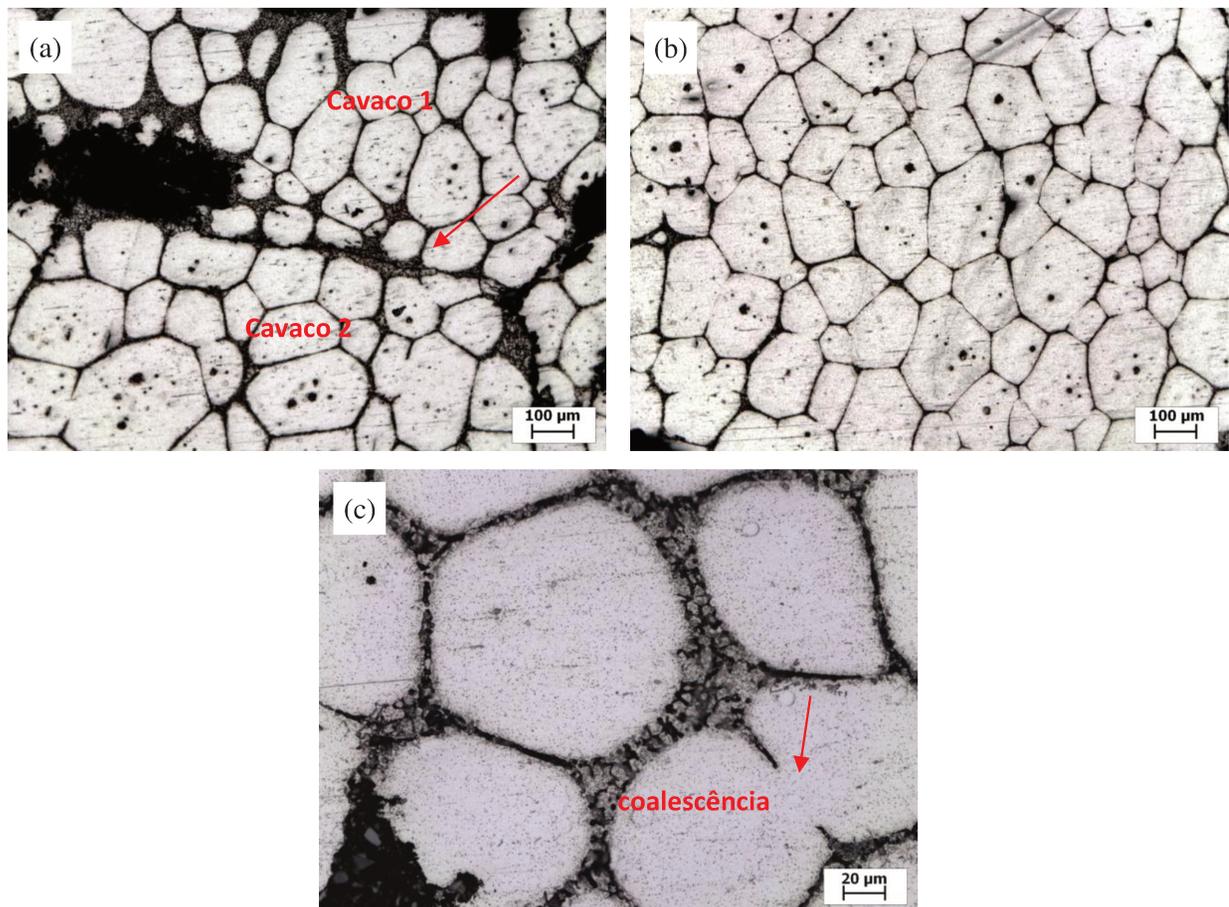


Figura 4.20: Microestrutura típica da pasta tixotrópica obtida pelo aquecimento do cavaco da liga AA7075 a 625°C. (a) aspecto geral interno a um cavaco; (b) glóbulos internos a dois cavacos vizinhos (contorno de glóbulos indicado pela seta); (c) detalhe de região interglobular.

Comparando esta estrutura com a dos cavacos, após moagem (Figura 3.8), pode-se observar que suas dimensões são superiores às dos grãos originais. Na estrutura original os grãos se apresentam parcialmente recuperados pelo processo de moagem, como comentado anteriormente, não mostrando, portanto, estrutura dendrítica típica de estruturas brutas de solidificação.

Assim, o provável mecanismo de globularização desta estrutura para a da pasta tixotrópica, pode envolver a simples globularização de grãos pouco deformados, como a recristalização de grãos com maior grau de deformação. Em ambos os casos, a formação de líquido em contornos promove a sua separação da estrutura original.

O crescimento dos glóbulos pode ocorrer por fenômenos de coalescimento, conforme indicado na Figura 4.20 (c).

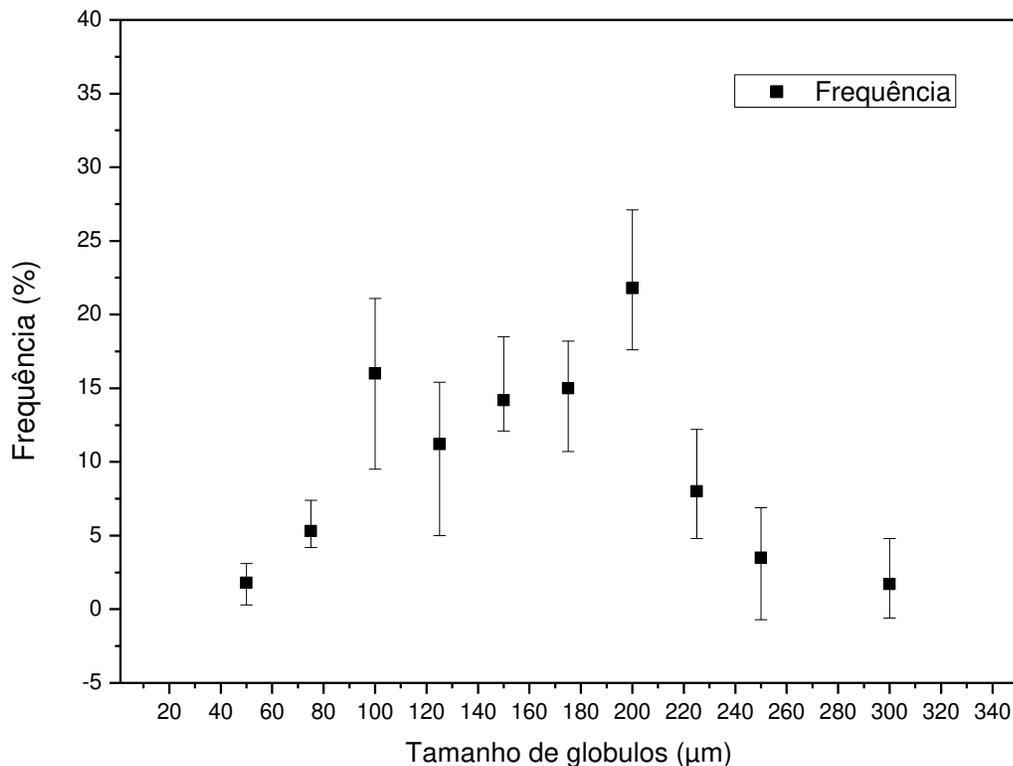
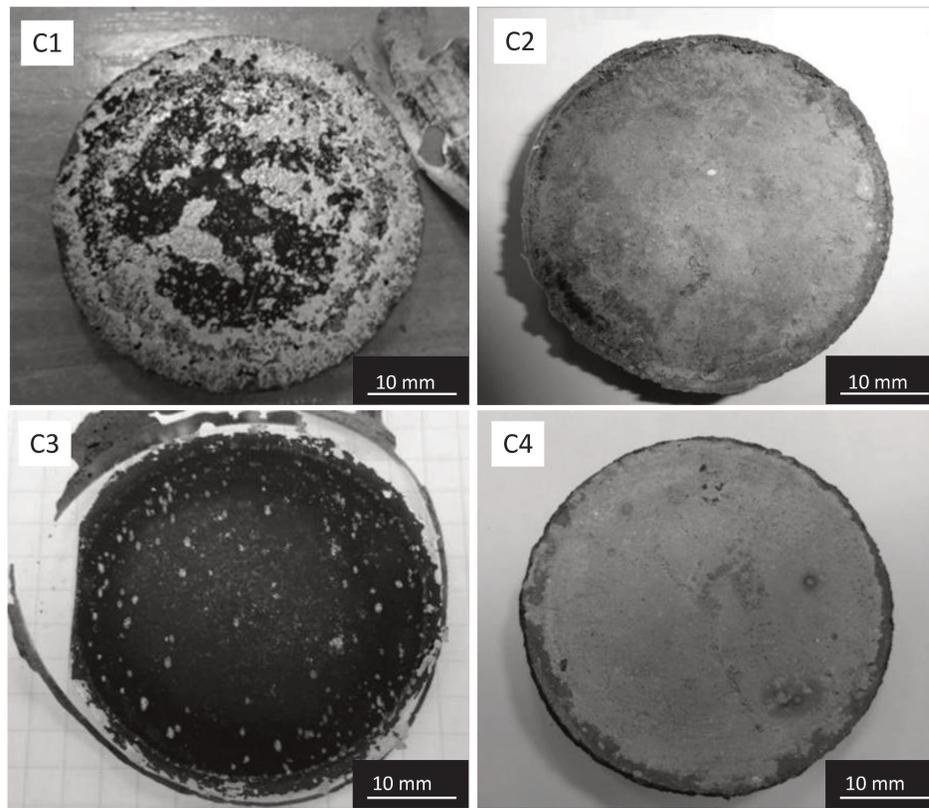


Figura 4.21: Frequência de diâmetros de glóbulos na pasta tixotrópica da liga AA7075, obtida a partir de cavacos.

4.6 Produtos obtidos

4.6.1 Aspectos Gerais

A Figura 4.22 apresenta compósitos típicos obtidos por tixoconformação em todas as condições analisadas. As amostras apresentam diâmetro de 44 mm e aproximadamente 6 mm de espessura. Considerando apenas o aspecto visual, em escala macroscópica, todos os casos apresentaram aceitável qualidade externa, não evidenciando aspectos como porosidade, falha de conformação, etc. Pode-se observar preenchimento total a matriz e a reprodução da geometria da cavidade da matriz, indicando elevada fluidez na pasta tixotrópica e habilidade de preenchimento. Em alguns casos observa-se a presença de rebarbas, também indicativo da elevada fluidez da pasta tixotrópica.



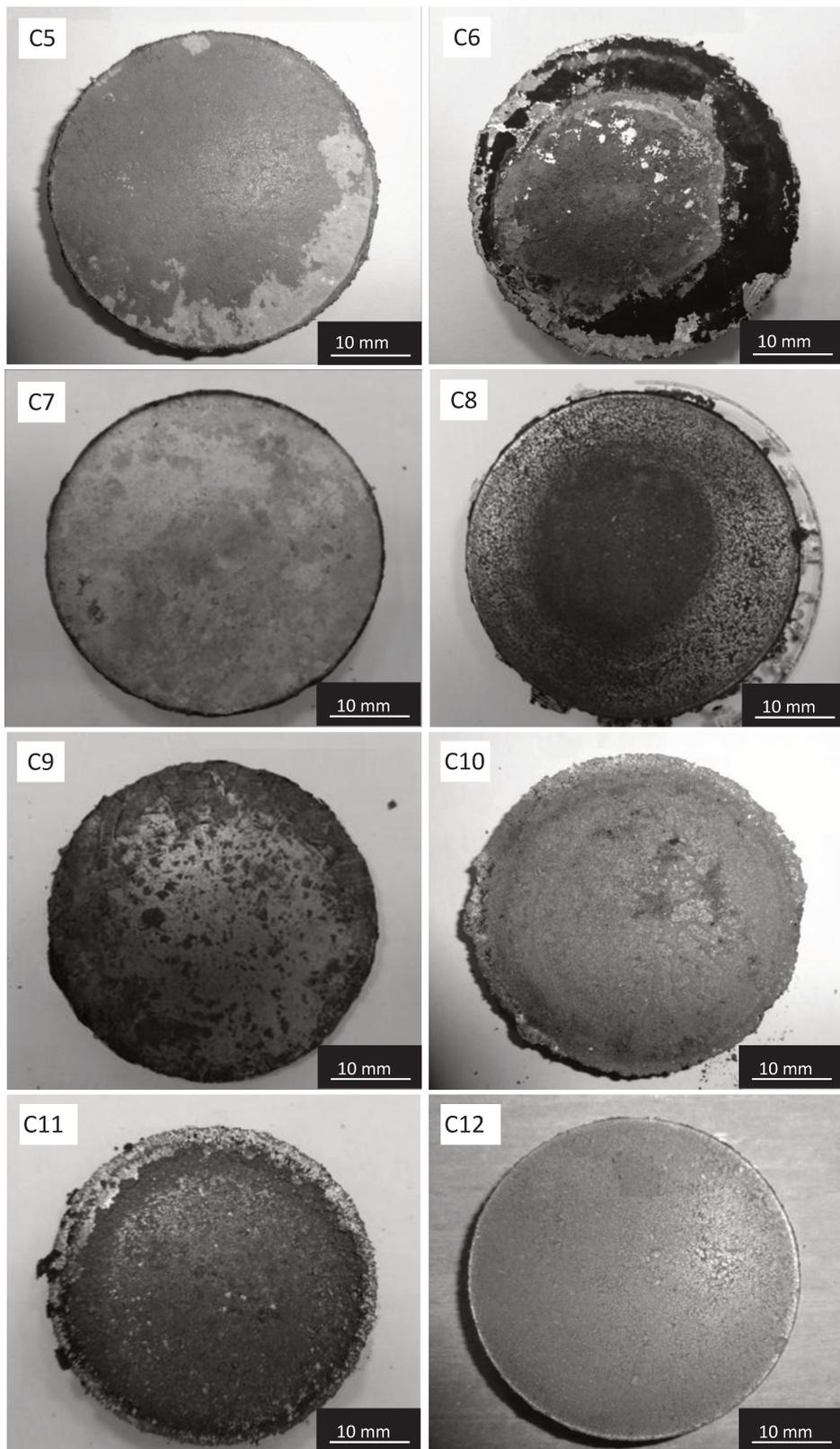


Figura 4.22: Amostras de compósitos de Al/SiC obtidas a partir das 12 diferentes condições de processo estudadas. Vista de topo.

4.6.2 Caracterização microestrutural

Para análise microestrutural, as amostras fabricadas foram cortadas, embutidas em baquelite e preparadas metalograficamente, e as imagens das microestruturas foram obtidas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para todas as amostras foram observados aspectos como a dispersão das partículas de reforço na matriz metálica, interação do reforço com a matriz metálica (analisada a partir das interfaces entre ambas), porosidade geral, porosidade nas interfaces e eventuais defeitos de fabricação.

Compósito C1

As condições de fabricação do compósito C1 são indicadas na Tabela 4.29.

Tabela: 4.29: Condições de fabricação do compósito C1

Tipo cavaco	Tamanho SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CF	40	10	1	160	620	160	30

A microestrutura resultante desse processo é apresentada na Figura 4.23: em (a) é mostrada a visão geral da microestrutura, onde se pode observar a dispersão irregular de cavacos e de partículas de reforço, com os cavacos orientados na direção perpendicular à direção de aplicação da pressão de compactação e as partículas de reforço entre eles.

Não é observada microestrutura típica de pasta tixotrópica no interior dos cavacos, isto é, fase primária globular, conforme desejado. Esse resultado pode ser atribuído ao efeito conjunto de reduzida temperatura e tempo de manutenção a esta temperatura, para a formação de líquido no metal e globularização da estrutura. A presença de superfícies oxidadas nos cavacos pode também contribuir para retardar a obtenção de condições termodinâmicas para as transformações requeridas para a globularização da estrutura. Portanto, as condições de temperatura e tempo não foram suficientes para a produção de pasta tixotrópica a partir dos cavacos. Como resultado, não houve desagregação dos cavacos, mesmo submetidos à pressão de tixoconformação e não houve

a penetração de partículas no seu interior, o que poderia resultar em uma melhor distribuição matriz/reforço.

Nas Figuras 4.23 (b) e (c) é observada a falta de interação entre partículas de SiC e a matriz metálica, provavelmente ainda sólida na temperatura de processamento, o que resulta em elevada porosidade no produto. Fratura de partículas de SiC também é notada em alguns casos, provavelmente por efeito da compactação prévia a frio da mistura.

Pode-se ainda observar que as regiões entre os cavacos são preenchidas por, além das partículas do reforço, partículas menores da própria liga, segundo microanálise por EDS. Foi detectada ainda a presença de fase rica em Fe e Al (indicada na Figura). A presença deste elemento, cuja origem não foi possível determinar, já foi detectado na mistura previamente à compactação e aquecimento.

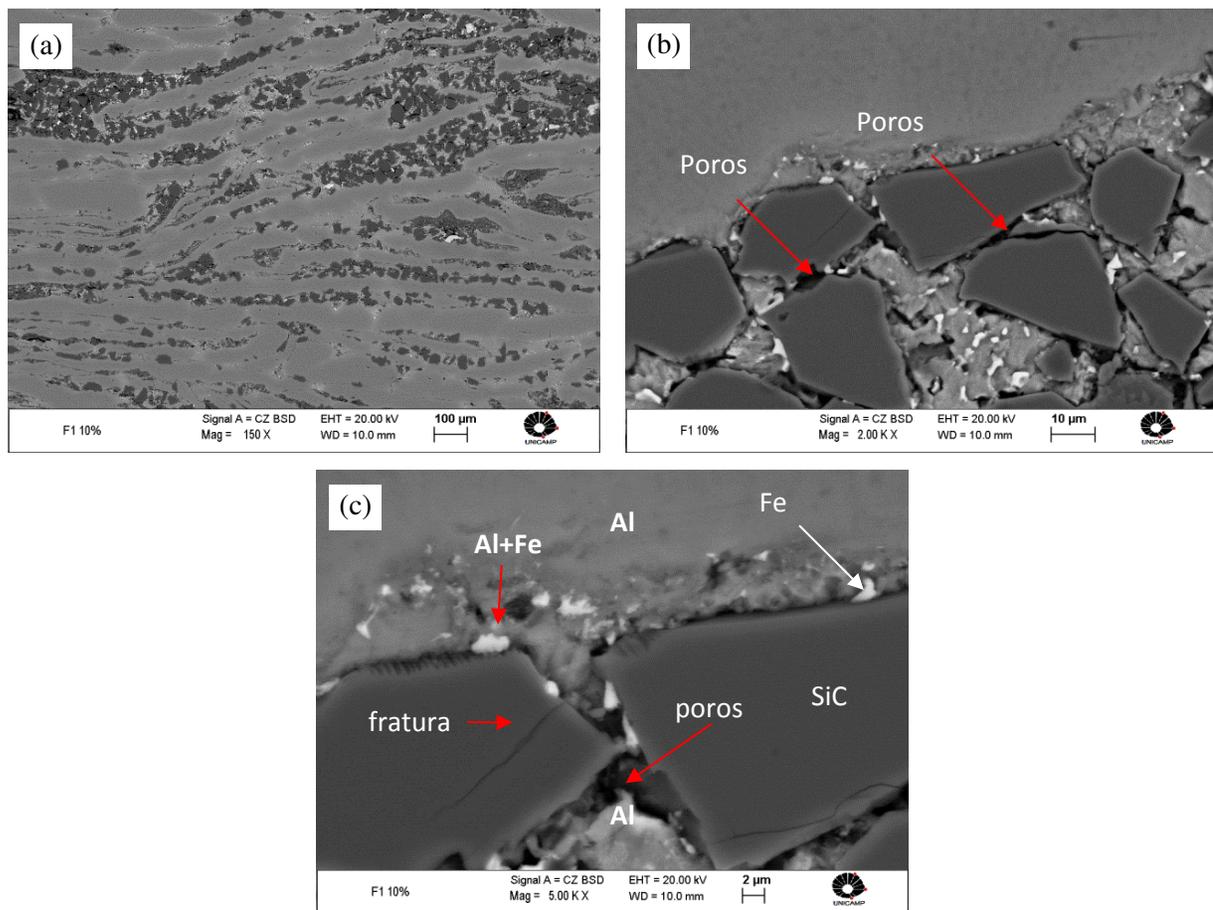


Figura 4.23: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C1: (a) vista geral; (b) (c) detalhes da interface Al/SiC.

De modo geral, portanto, estes resultados mostram a inadequação das condições empregadas. A somatória dos parâmetros: baixo tempo de mistura (e, como consequência, pouca adesão de partículas de reforço na superfície de cavacos, como observado em M1), reduzido tempo e temperatura para a obtenção de pasta tixotrópica, resultaram em produtos não satisfatórios, mesmo tendo sido empregada elevada pressão de compactação.

Compósito C2

As condições de fabricação do compósito C2 são indicadas na Tabela 4.30.

Tabela 4.30: Condições de fabricação do compósito C2

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	T mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CF	40	10	4	63	625	63	60

Para fabricação de C2 foram aumentados o tempo de mistura (de 1 para 4 horas), a temperatura (de 620 para 625 $^{\circ}\text{C}$) e o tempo ao forno (de 30 para 60 min). A pressão de tixoconformação foi reduzida (já que a fração líquida seria aumentada com o aumento da temperatura) tentando evitar dessa forma escoamento da fração líquida para as laterais da matriz e redução dos custos de fabricação.

A Figura 4.24 apresenta a microestrutura resultante desse processo: em (a) é mostrada a vista geral, onde se observa distribuição irregular dos cavacos e das partículas de reforço; as partículas de reforço localizam-se em aglomerados entre os cavacos. A geometria dos cavacos permanece alongada e orientada, como efeito da compactação. A interação entre cavacos é menor do que a observada no compósito C1, fabricado com maior pressão tanto de compactação prévia da mistura quanto da pressão de tixoconformação.

A Figura 4.24 (b) apresenta a microestrutura do interior dos cavacos, mostrando fase α , morfologia globular, com tamanho de glóbulos variando entre 60 e 170 μm , e contornos de glóbulos com fases eutéticas, segundo análise por EDS. Portanto, as condições de aquecimento foram suficientes para a obtenção da pasta tixotrópica a partir dos cavacos.

Na Figura 4.24 (c) e (d) são apresentados detalhes da microestrutura. Em (c) pode-se observar em geral falta de interação entre as partículas de SiC e os cavacos que constituem a matriz metálica; as regiões entre os cavacos são preenchidas por finas partículas do reforço, partículas menores de cavacos da liga, e uma fase rica em ferro. É observada elevada porosidade também entre essas partículas.

A presença, no interior do cavaco, de contornos internos interglobulares contendo líquido na alta temperatura de processo, pode permitir, com a aplicação de pressão na tixotomização, a penetração de partículas de reforço, conforme observado na Figura 4.24 (d). Nesta situação, a interação SiC / matriz é mais eficiente.

No entanto, este fenômeno não ocorre com frequência, o que seria desejado e poderia promover uma melhor dispersão geral do reforço na matriz. Camadas de óxidos presentes na superfície dos cavacos podem ter dificultado a penetração de partículas duras, contribuindo para a retenção da pasta semi-sólida e conservação da morfologia original dos cavacos.

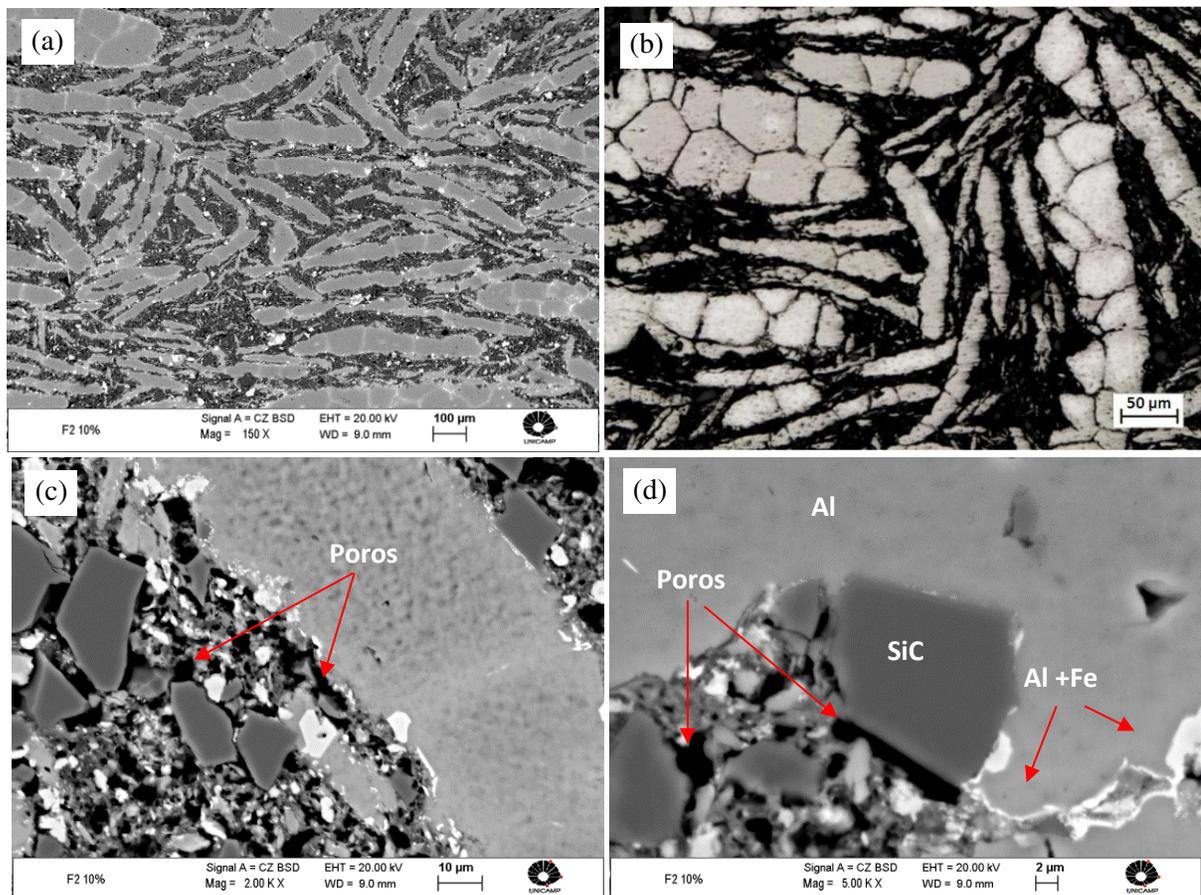


Figura 4.24: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C2: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Compósito C3

As condições de fabricação do compósito C3 são indicadas na Tabela 4.31. Neste caso foram aumentados o tempo e temperatura de tratamento para obtenção de pasta tixotrópica, objetivando o aumento da fração líquida na pasta e, conseqüentemente, da espessura de contornos interglobulares.

Tabela 4.31: Condições de fabricação do compósito C3

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	T mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CF	40	10	4:30	63	630	63	90

Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.25: em (a) é mostrado aspecto geral da microestrutura, onde se observa distribuição irregular das partículas de reforço na matriz, com sua concentração ao redor dos cavacos. Observa-se ainda que os cavacos encontram-se alongados e orientados em uma mesma direção (direção perpendicular a aplicação da força de compactação).

A Figura 4.25 (b) apresenta com mais detalhe a microestrutura do interior dos cavacos, mostrando morfologia globular, com tamanho de glóbulos variando entre 80 e 200 μm . Não se observa diferença significativa da fração líquida presente em contornos globulares, em comparação com o compósito fabricado na condição C2, obtido a menor temperatura; no entanto, o aumento do tempo de aquecimento levou ao aumento das dimensões dos glóbulos na pasta.

Nas Figuras 4.25 (c) e (d) é observada a possibilidade de penetração de partículas de SiC e outros finos para o interior do cavaco, provavelmente através de contornos interglobulares contendo líquido, durante a tixoconformação. Observa-se forte presença de poros entre partículas do reforço e outros finos, e entre estes e a matriz. A interface SiC / matriz é sensivelmente melhorada quando o reforço penetra no interior do cavaco, como observado em (d).

A possibilidade de desagregação dos cavacos em estado semi-sólido, pela penetração de partículas de reforço em contornos de glóbulos contendo líquido, é claramente observada na Figura 4.25 (e).

Pode-se observar que as regiões entre os cavacos são preenchidas por finos particulados de SiC, da própria matriz e de contaminantes observados anteriormente na mistura correspondente.

Os resultados nestas condições permitem concluir que as condições empregadas não foram ainda adequadas para a promoção da fragmentação das regiões de pasta tixotrópica (cavacos) por penetração de partículas de SiC.

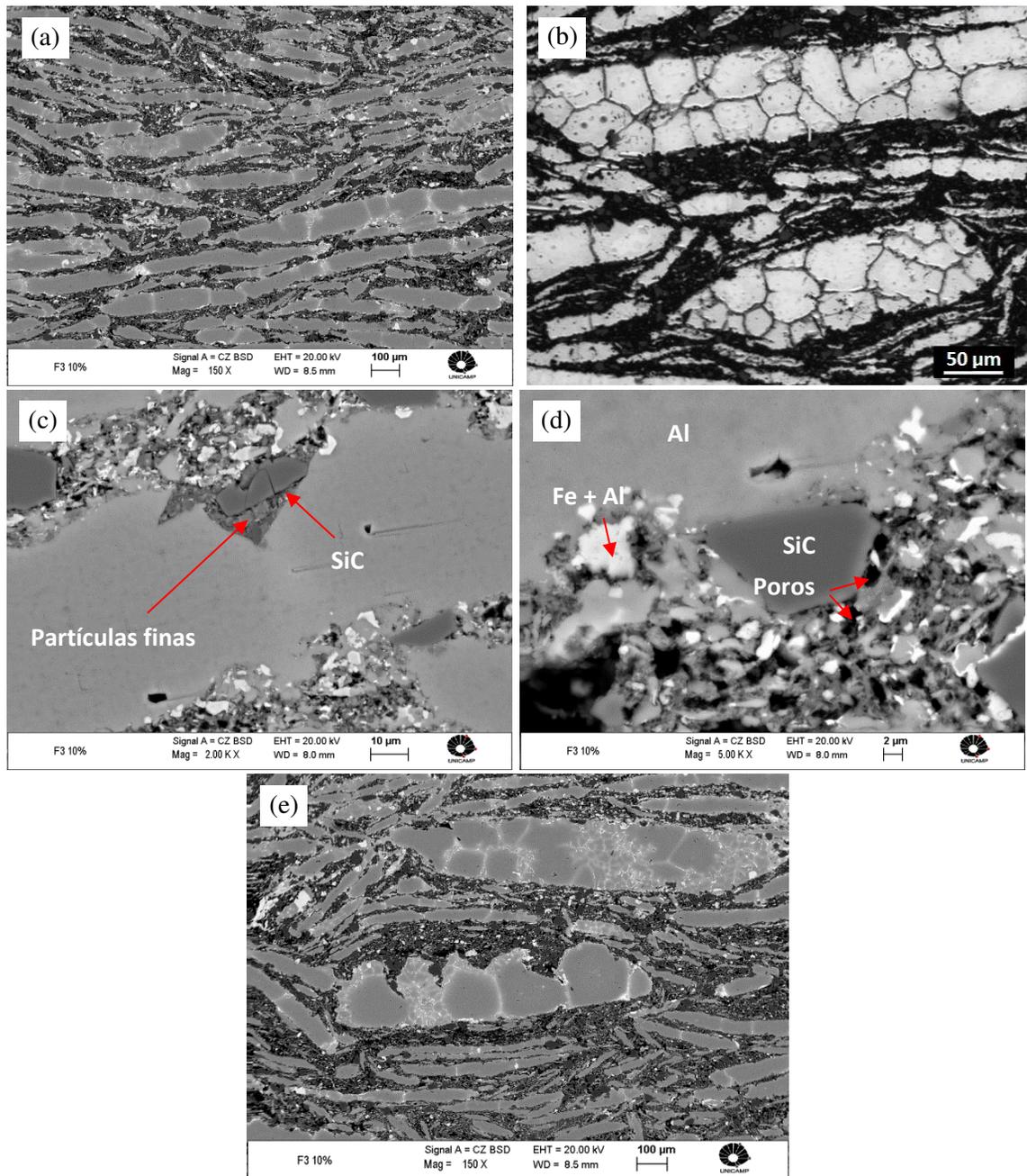


Figura 4.25: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C3: (a) geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes; (e) detalhe de cavaco no estado semi-sólido.

Compósito C4

As condições de fabricação do compósito C4 são indicadas na Tabela 4.32. Foi buscado maior aumento na fração líquida da pasta, por aumento da temperatura e tempo de tratamento, com relação a C1, para a globularização da estrutura da matriz. Partículas finas de Si e Al_2O_3 foram também acrescentadas, visando incrementar efeito de desagregação de glóbulos na pasta e também reduzir a porosidade do compósito. Foi também empregada camada protetora de CaF_2 , para evitar excessiva oxidação das superfícies das partículas durante aquecimento.

Tabela: 4.32: Condições de fabricação do compósito C4

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}C$)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos		
								Si	Al_2O_3	CaF_2
CF	40	10	4	63	625	63	90	1%	1%	OK

Os resultados são apresentados na Figura 4.26: em (a) pode-se observar uma dispersão mais homogênea do SiC na matriz. É possível ainda identificar cavacos íntegros, alongados, mas é evidente a ocorrência de sua desagregação por penetração de SiC em seu interior, como observado em (b), (c) e (d).

As Figuras 4.26 (c) e (d) mostram, com maior aumento, que a interação entre as partículas de SiC e a matriz é relativamente boa, apresentando baixa porosidade na interface Al/SiC, e, se comparado a condição anterior (C3), observa-se menor quantidade de pequenos poros entre as pequenas partículas que preenchem os espaços entre os cavacos. A redução da porosidade pode ter sofrido influência da adição das partículas de Silício e Alumina. Esses elementos podem ter contribuído para melhor compactação e conseqüentemente para menor porosidade no produto.

Distintas fases podem ser observadas no produto. Resultados de análise por EDS apresentados na Tabela 4.33, em pontos selecionados e mostrados na Figura 4.27, revelam presença significativa da fase rica em Fe observada na maioria dos produtos obtidos, provenientes da contaminação por Fe durante a etapa de mistura para as condições anteriores também está presente para o compósito C4.

O CaF_2 , adicionado com o objetivo de reduzir a oxidação no interior do compósito aparentemente não exerceu influência sobre a microestrutura final. O resultado de análise por

EDS para esse compósito mostrou que o teor de Oxigênio presente é semelhante ao notado na mistura M4, assim como para as condições anteriores as quais não foram recobertas por CaF_2 .

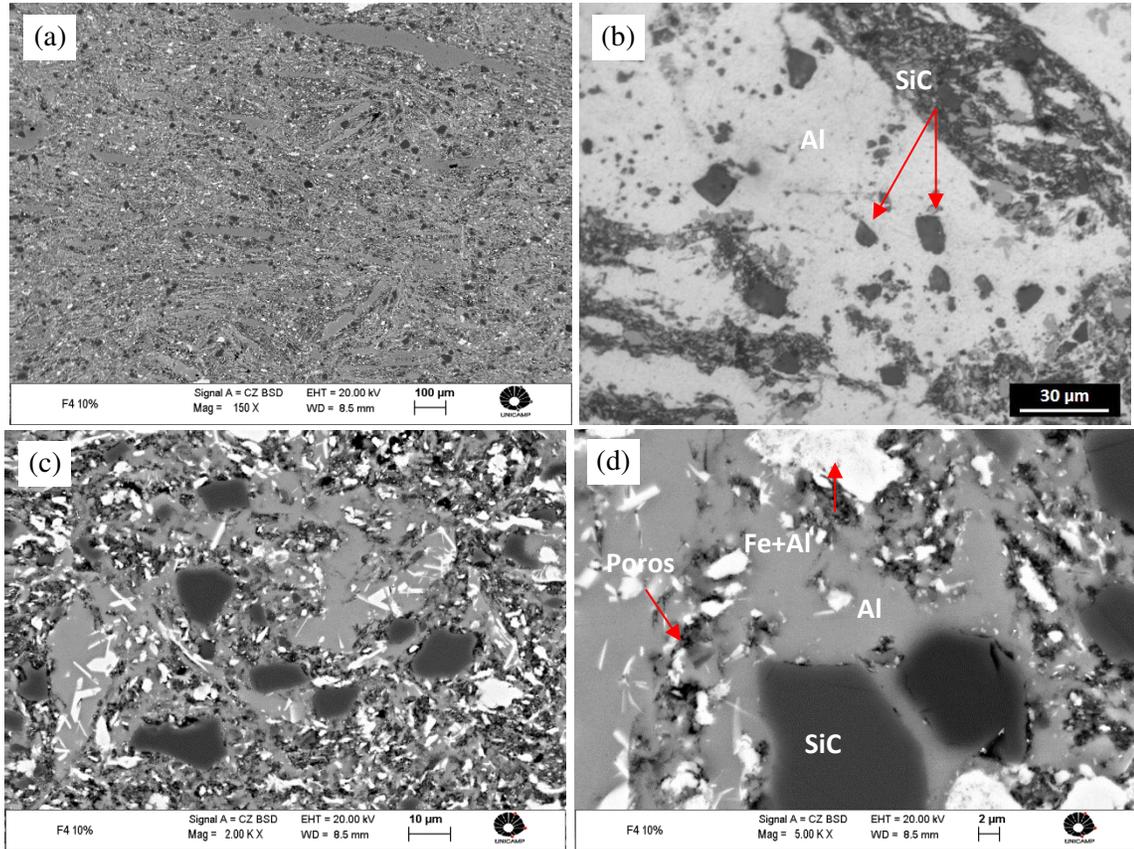


Figura 4.26: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C4: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

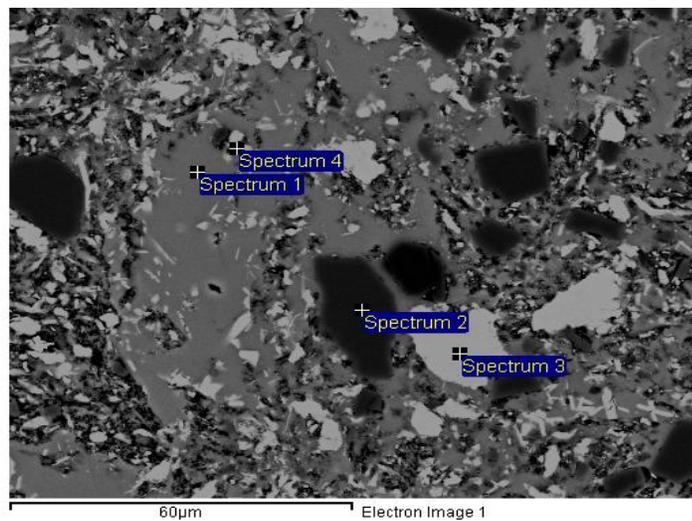


Figura 4.27: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C4. Pontos selecionados para análise química por EDS.

Tabela 4.33: Análise por EDS do compósito C4 nos pontos indicados na Figura 4.26.

Spectrum	O	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn
1	1.02	89.00	-	0.29	-	0.33	-	1.23	8.13
2	-	0.35	98.75	-	-	0.37	-	-	0.53
3	-	60.06	3.11	5.80	0.58	23.25	2.59	2.66	1.97
4	2.63	63.04	3.26	5.39	0.47	18.28	2.51	2.51	1.93

Compósito C5

Uma vez que se obteve uma melhor dispersão de reforços na matriz, sob as condições de processamento C4, as mesmas condições foram utilizadas para fabricação de compósitos contendo maiores teores do reforço SiC: 20 e 30% em peso (C5 e C6, respectivamente). Os demais parâmetros de processo foram mantidas idênticas às empregadas para a fabricação do compósito C4 apresentado anteriormente.

O compósito contendo 20% SiC em peso (C5), foi, portanto, fabricado sob as condições apresentadas na Tabela 4.34. Os resultados obtidos, quanto à sua microestrutura, são apresentados na Figura 4.28.

Tabela 4.34: Condições de fabricação do compósito C5

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (%) (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos		
								Si	Al_2O_3	CaF_2
CF	40	20	4	63	625	63	90	1%	1%	X

Na Figura 4.28 (a), onde é apresentado o aspecto geral típico do compósito, pode-se observar dispersão aparentemente menos regular das partículas de reforço na matriz, do que as apresentadas para a condição de fabricação de compósitos C4, com a presença mais frequente de cavacos não desagregados.

Embora na análise das misturas feitas anteriormente, comparando-se M4 com M5 não seja possível a sua diferenciação, com ambas apresentando grande quantidade de partículas aderidas à superfície dos cavacos (estas são as prováveis candidatas à penetração no interior da

pastas, desagregando o cavaco pela separação de seus glóbulos), é possível que a presença de maior teor de SiC no produto C5 tenha dificultado a dispersão destas partículas na mistura, provocando sua aglomeração e dificultando, no estágio posterior de tixotomização, a sua penetração no interior dos cavacos.

A Figura 4.28 (b) mostra a presença de partículas de SiC de diversas dimensões, localizados entre os cavacos e em seu interior. Porosidade é notada em maior quantidade nas interfaces Al/SiC. De modo geral, C5 apresentou maior quantidade de poros que a condição C4. Esse fato pode ser explicado principalmente pela localização dos poros nas interfaces Al/SiC; como C5 apresenta maior teor de elemento de reforço, conseqüentemente apresentará também maior teor de poros.

Na Figura 4.28 (d), é indicada a presença da fase rica em Ferro, detectada por EDS.

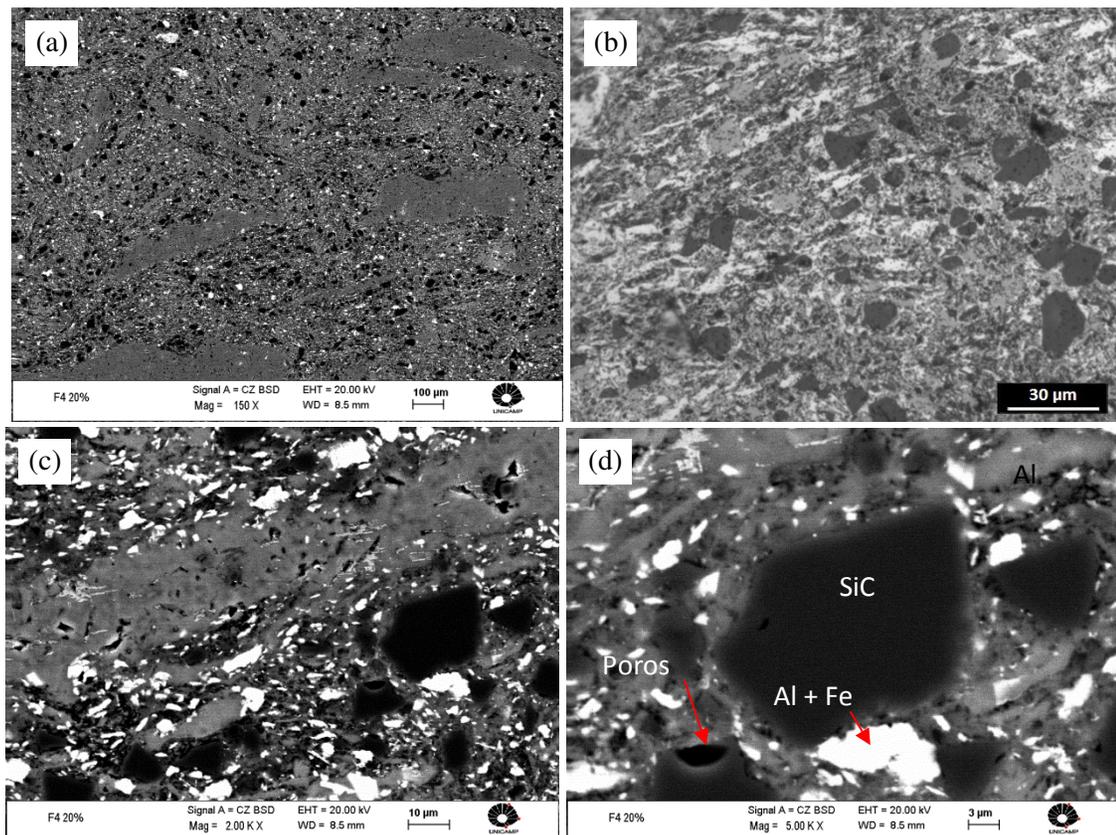


Figura 4.28: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C5: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Compósito C6

As condições de fabricação do compósito C6 são indicadas na Tabela 4.35. Como dito anteriormente, este compósito foi fabricado nas mesmas condições do produto C4 e C5, somente com a variação do teor do reforço de 10 e 20% respectivamente, para 30% de SiC. A Figura 4.29 (a) apresenta aspecto geral da microestrutura obtida segundo condições de processamento C6.

Tabela 4.35: Condições de fabricação do compósito C6

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos		
								Si	Al_2O_3	CaF_2
CF	40	30	4	63	625	63	90	1%	1%	X

Pode-se observar nas microestruturas, irregular dispersão de partículas do reforço na matriz, com pouca evidência de desagregação de cavacos, apesar da presença de partículas de SiC internas a eles, como observado na Figura 4.29 (b) e (c). Os cavacos se apresentam ainda alinhados por efeito da compactação, contém glóbulos e fase líquida em seu interior, contém partículas finas de SiC penetradas e ainda assim a maior parte deles se mantém íntegra, sem desagregação. Como resultado, a dispersão geral reforço / matriz é comprometida, com a maior parte das partículas do reforço localizada entre os cavacos.

Comparando-se os resultados obtidos para os compósitos C4, C5 e C6, pode-se notar que o efeito do aumento de partículas de SiC resulta em pior desempenho destas partículas na desagregação dos cavacos, resultando em pior dispersão geral do reforço sobre a matriz. Como explicado, este efeito pode ser atribuído a maior facilidade de agregação de partículas de SiC durante a mistura, quando seu teor é aumentado. Deve-se considerar que o tempo de mistura é reduzido, e o mesmo para os três casos.

A composição com 30% de partículas de reforço apresentou maior número de poros que as composições com C4 (10% de SiC) e C5 (20% de SiC), fato observado a partir da microestrutura mostrada na Figura 4.29 (d). Este fato pode ser explicado em decorrência da porosidade estar presente principalmente nas interfaces entre matriz e reforço, desta forma, como o teor de SiC é maior para C6, conseqüentemente também há mais porosidade.

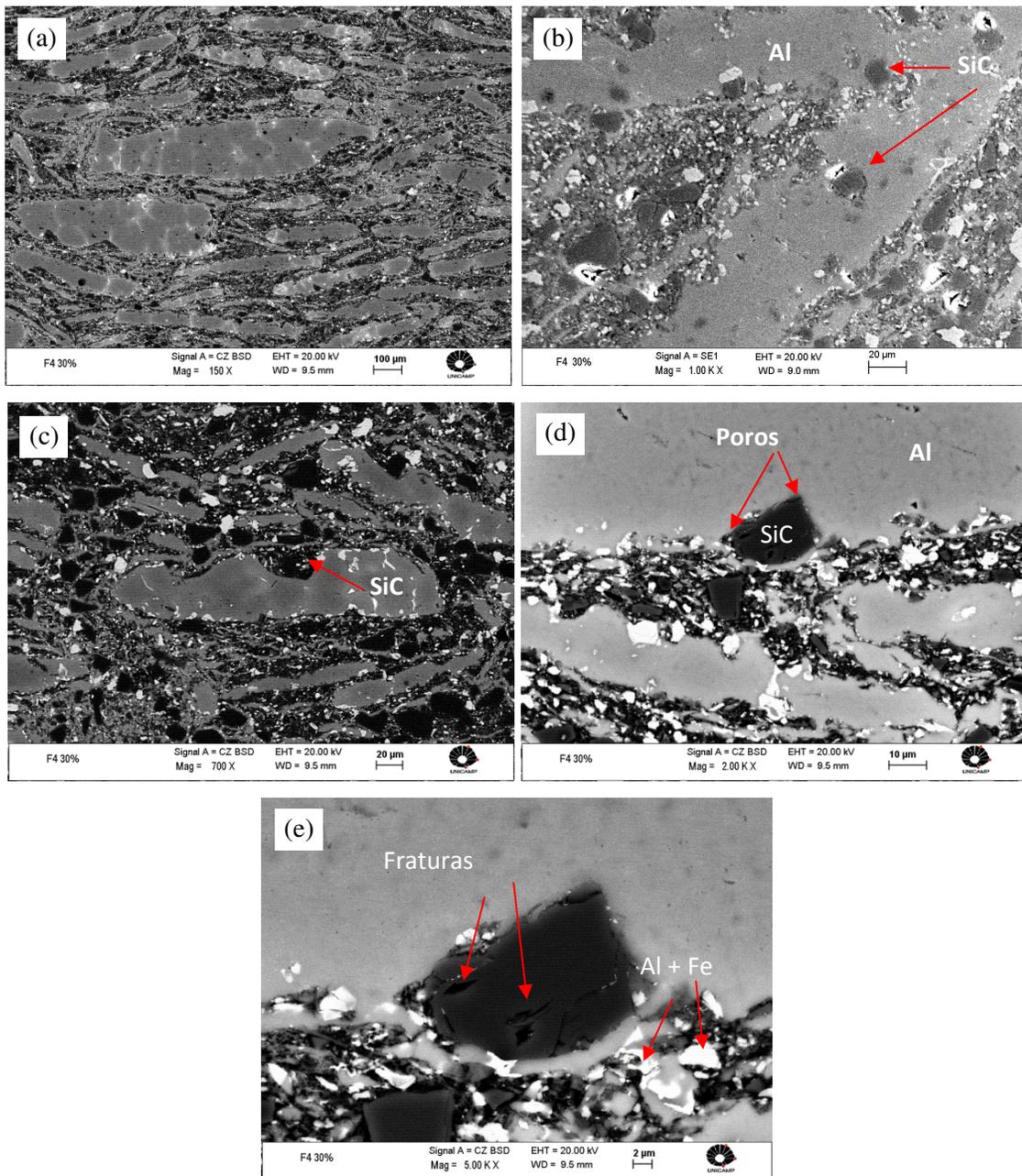


Figura 4.29: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C6: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Na Figura 4.29 (d) pode ainda ser observada a presença de fraturas em partícula de SiC, ocorrida provavelmente durante a etapa de compactação a frio, dada a sua fragilidade. A fase rica em Ferro foi detectada por EDS e também é indicada na referida Figura.

Compósito C7

As condições de fabricação do compósito C7 são indicadas na Tabela 4.36.

Tabela 4.36: Condições de fabricação do compósito C7

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos		
								Si	Al_2O_3	CaF_2
CF	1	10	4	63	625	63	90	1%	1%	X

Para a fabricação dos compósitos denominados C7 foram empregadas as condições que forneceram os melhores resultados (C4), mas empregando, neste nova situação, partículas de reforço mais finas. Objetivou-se a promoção de uma atuação mais eficaz da penetração de partículas finas, mais compatíveis com a espessura de contornos globulares, no interior dos cavacos.

Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.30: em (a), onde é apresentado aspecto geral da microestrutura, pode-se observar distribuição irregular das partículas de reforço na matriz, com partículas de SiC localizadas principalmente entre os cavacos de Alumínio (não é observada a presença de SiC no interior dos cavacos); poros de grandes dimensões localizados por toda a matriz também foram evidenciados.

Na Figura 4.30 (b), observa-se a presença de fase eutética entre os glóbulos (líquido na temperatura de tixoconformação), mas não a penetração das partículas do reforço para o interior dos contornos, requerida para a separação dos glóbulos. De acordo com o observado na mistura M7, as partículas finas de SiC tendem a uma maior aglomeração, o que pode prejudicar sua dispersão na matriz e seu efeito de penetração no material semi-sólido. Como resultado, não ocorre suficiente desagregação de glóbulos, prejudicando, no produto obtido, a dispersão do reforço na matriz do produto. A presença de outras partículas finas (Si e Al_2O_3) podem também contribuir para este efeito.

A presença de partículas somente de pequenas e dimensões resultou em menor grau de porosidade geral, ou porosidade mais finamente distribuída pelo material, como observado nas microestruturas.

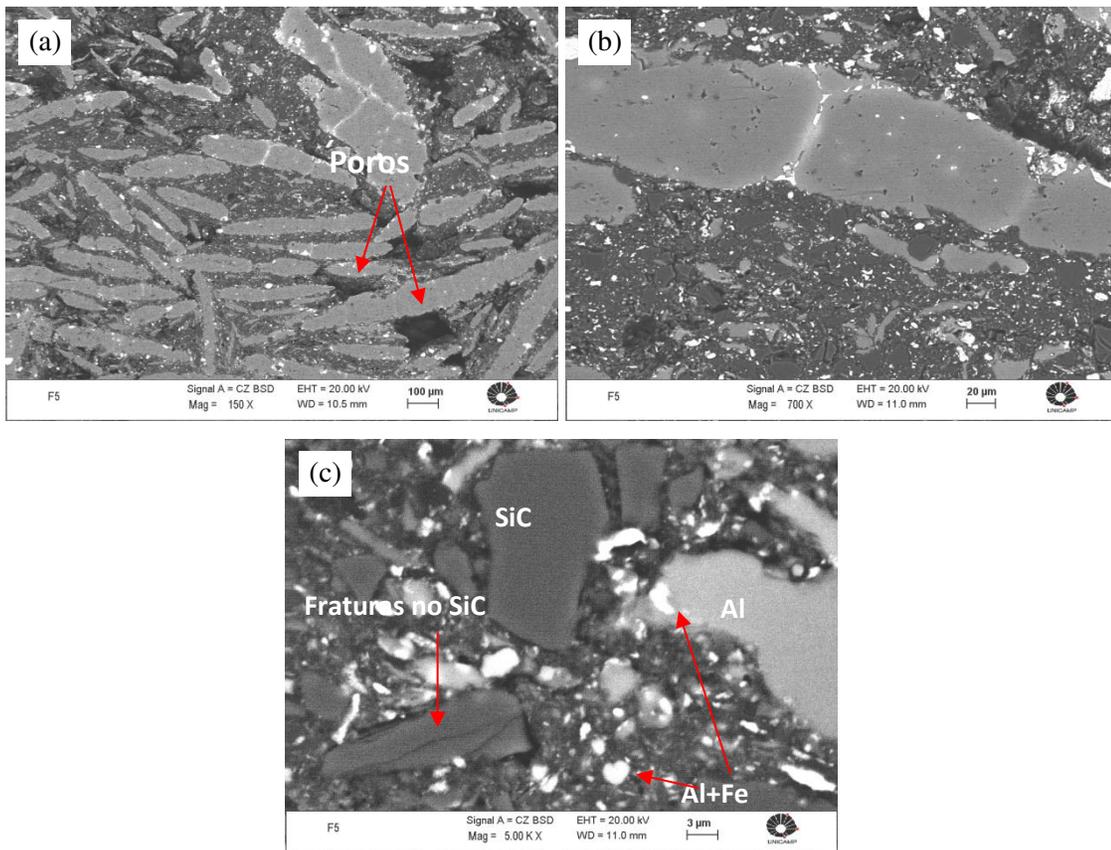


Figura 4.30: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C7: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Na Figura 4.30 (c) é observada a possibilidade de fratura das partículas duras de SiC, provavelmente ocorrida na compactação prévia à tixoconformação. Novamente a presença da fase rica em Fe é notada.

Compósito C8

As condições de fabricação do compósito C8 são indicadas na Tabela 4.37. Com objetivo de reduzir a possibilidade de aglomeração de partículas finas, notada na fabricação do compósito C7, o qual continha, além de SiC, também finos de Al_2O_3 e Si, neste caso somente foram empregadas partículas do reforço SiC.

Tabela 4.37: Condições de fabricação do compósito C8

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CF	1	10	4	63	625	63	90

As microestruturas obtidas são apresentadas na Figura 4.31. No aspecto geral (Figura 4.31 (a)), pode-se observar uma aparente melhoria na dispersão do reforço, quando comparada com a obtida no compósito C7, embora esta ainda se apresente irregular e heterogênea; é evidenciada a presença de cavacos sem desagregação e a localização preferencial de partículas do reforço na região entre os cavacos. No entanto, é possível observar, segundo Figura 4.31 (b), a presença de SiC no interior dos cavacos, fato não notado no caso do compósito C7. Portanto,

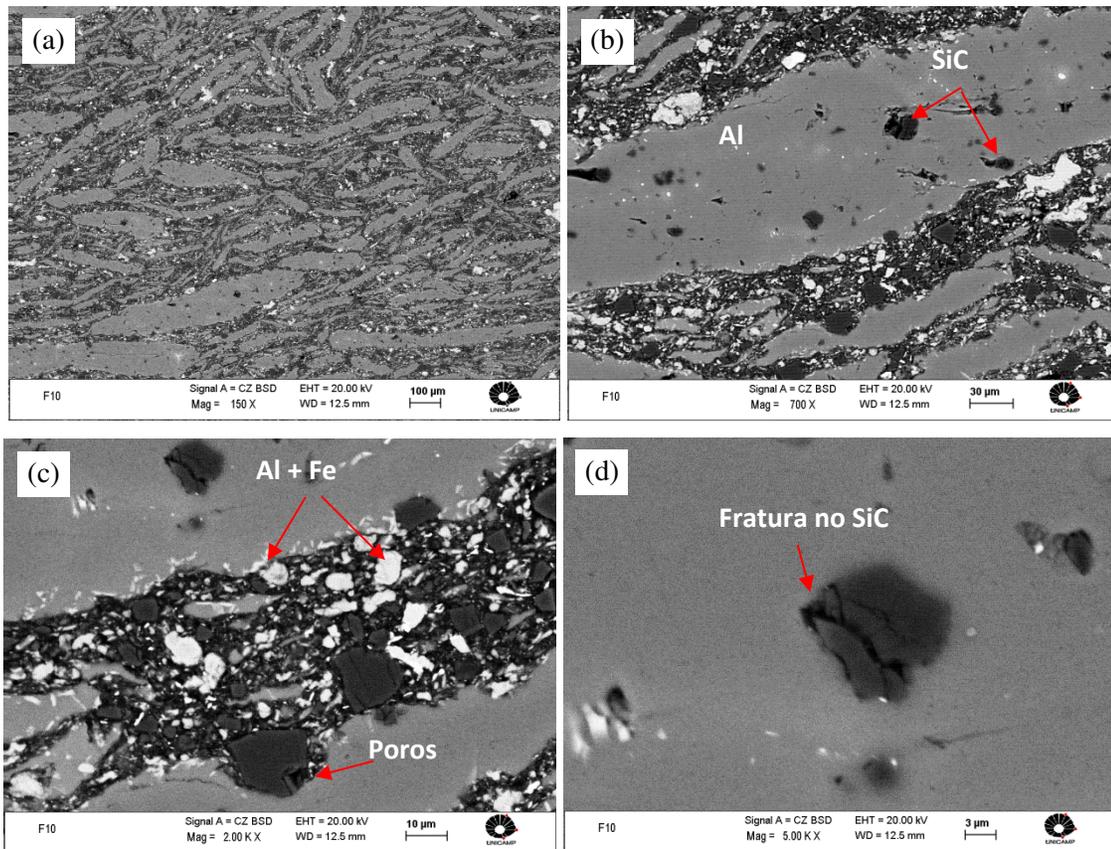


Figura 4.31: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricada sob condições C8: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

A Figura 4.31 (c) mostra partícula de SiC sendo empurrado para o interior do cavaco, causando deformação e, provavelmente, ruptura do óxido superficial, o que pode auxiliar a desagregação do cavaco pela penetração de líquido da pasta nesta região. Ainda na mesma Figura, é apontada a fase rica em Ferro, assim como ocorrido para as condições anteriores, e porosidade nsa interfaces Al/SiC. As partículas ricas em ferro podem ser observadas também no interior dos cavacos (pasta semi-sólida).

A Figura 4.31 (d) mostra uma partícula de SiC no interior do cavaco, evidenciando interação de interface com a matriz; apresentando também fratura na partícula de SiC.

Porosidade é pouco notada, provavelmente redistribuída pelo fato das partículas de SiC serem de pequenas dimensões.

Os resultados desta condição de processamento mostram, portanto, uma melhoria da qualidade geral do produto pela redução de partículas finas na mistura, pela provável redução de sua aglomeração, facilitando sua penetração na região de matriz semi-sólida.

Compósito C9

Foi também investigada a utilização de cavacos grosseiros para a fabricação de compósitos. O emprego de matéria prima nesta condição pode significar redução de custos de moagem inicial. As condições de fabricação do compósito C9 são indicadas na Tabela 4.38.

Tabela 4.38: Condições de fabricação do compósito C9

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (µm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo (°C)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos Si
CG	40	10	4	63	625	63	90	1%

Na condição C9 a principal variação em relação às condições até então descritas foi quanto ao tamanho dos cavacos utilizados. Neste caso foi utilizado cavaco grosseiro, com tamanho de partículas entre 1,7 e 3,6 mm (após a mistura ocorreu redução de tamanho de partículas de aproximadamente 10%).

Os resultados são apresentados na Figura 4.32: em (a) é possível observar distribuição heterogênea de partículas de reforço, com evidente localização preferencial do reforço SiC entre os cavacos de grandes dimensões. Na Figura 4.32 (b) pode ser observada a microestrutura interna dos cavacos, tipicamente globulares, com tamanho de glóbulos entre 80 e 200 μm .

Apesar da estrutura totalmente globular, desagregação dos cavacos não é notada, dadas as suas grandes dimensões. A Figura 4.32 (c) mostra que algumas partículas foram empurradas para dentro dos cavacos, no entanto permaneceram na borda e a Figura 4.32 (d) mostra a interação entre as partículas de SiC e a liga de Alumínio com relativamente boa interface formada entre elas, evidenciando no entanto, a presença de poros entre o SiC e as demais partículas constituintes da matriz. Na mesma imagem, é possível notar que o SiC está dentro do cavaco acompanhado de outras partículas menores, que provavelmente foram empurradas, durante a tixoconformação, em decorrência da presença de fase líquida.

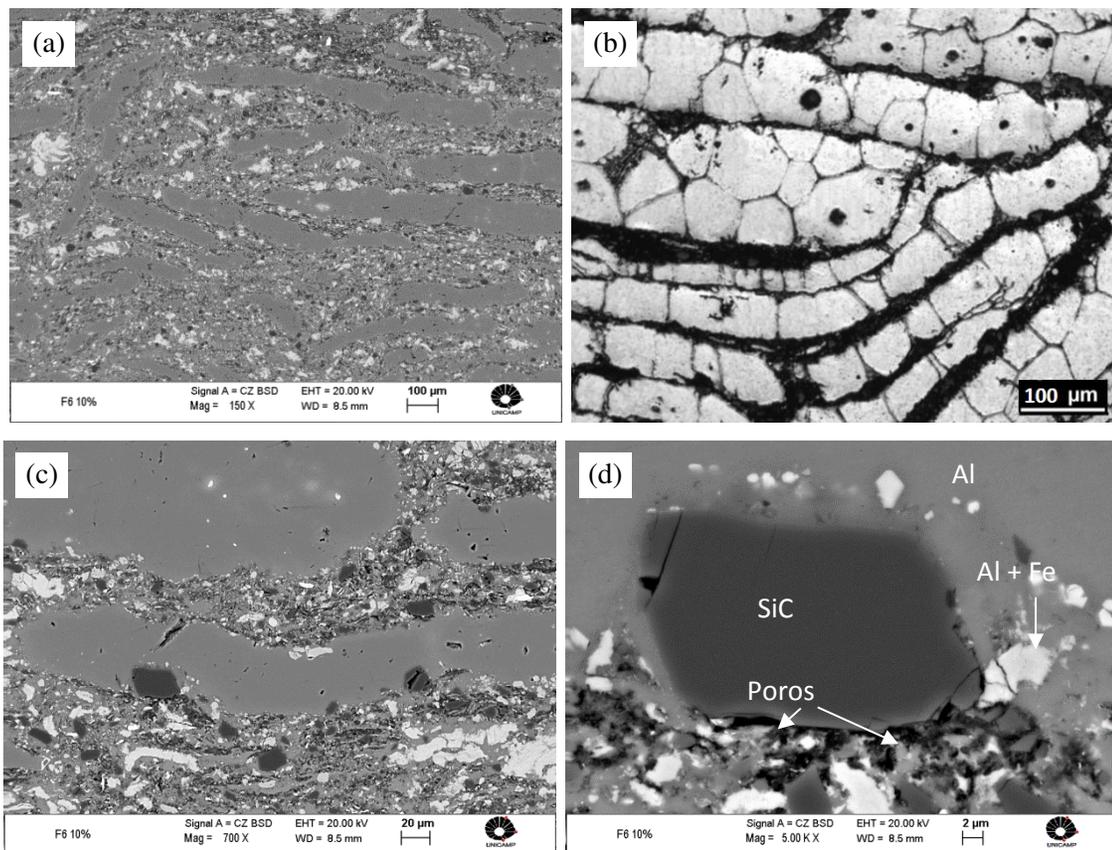


Figura 4.32: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C9: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Compósito C10

Cavacos classificados como grosseiros foram também empregados para a produção de compósitos contendo como reforço partículas de SiC de pequenas dimensões. As condições de fabricação do compósito C10 são indicadas na Tabela 4.39.

Tabela 4.39: Condições de fabricação do compósito C10

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)	Aditivos Si
CG	40	10	4	63	625	63	90	1%

Microestruturas típicas dos compósitos obtidos são apresentadas na Figura 4.33: no aspecto geral mostrado em (a) pode-se observar homogênea dispersão de partículas de SiC na matriz de Alumínio. Algum cavaco não desagregado, de pequenas dimensões, pode ainda ser observado, mas de modo geral, os parâmetros de processamento empregados foram adequados para a promoção de desagregação da sua maioria. Penetração de partículas de SiC na matriz metálica é frequentemente observada.

Estes resultados são semelhantes aos obtidos para o compósito C4, fabricado em condições semelhantes, mas empregando cavaco fino. Lembrando que a mistura M10 se apresentou semelhante à M4 independentemente do tamanho inicial do cavaco empregado, este resultado final é explicado. A mistura M10 foi fabricada com maior energia de moagem, o que resultou em cavacos da mesma ordem de grandeza dos cavacos finos empregados em M4. Num processo produtivo, portanto, se empregada matéria prima grosseira, a sua redução de tamanho antes da tixoconformação leva a melhores resultados.

A microestrutura apresenta ainda, baixa porosidade (Figura 4.33 (b)), mais fortemente presente nas interfaces Al/SiC. A presença de partículas finas de Si pode ter contribuído para a reduzida porosidade obtida.

A Figura 4.33 (c) mostra a presença de partículas de SiC de diferentes tamanhos em meio ao particulado fino de cavaco.

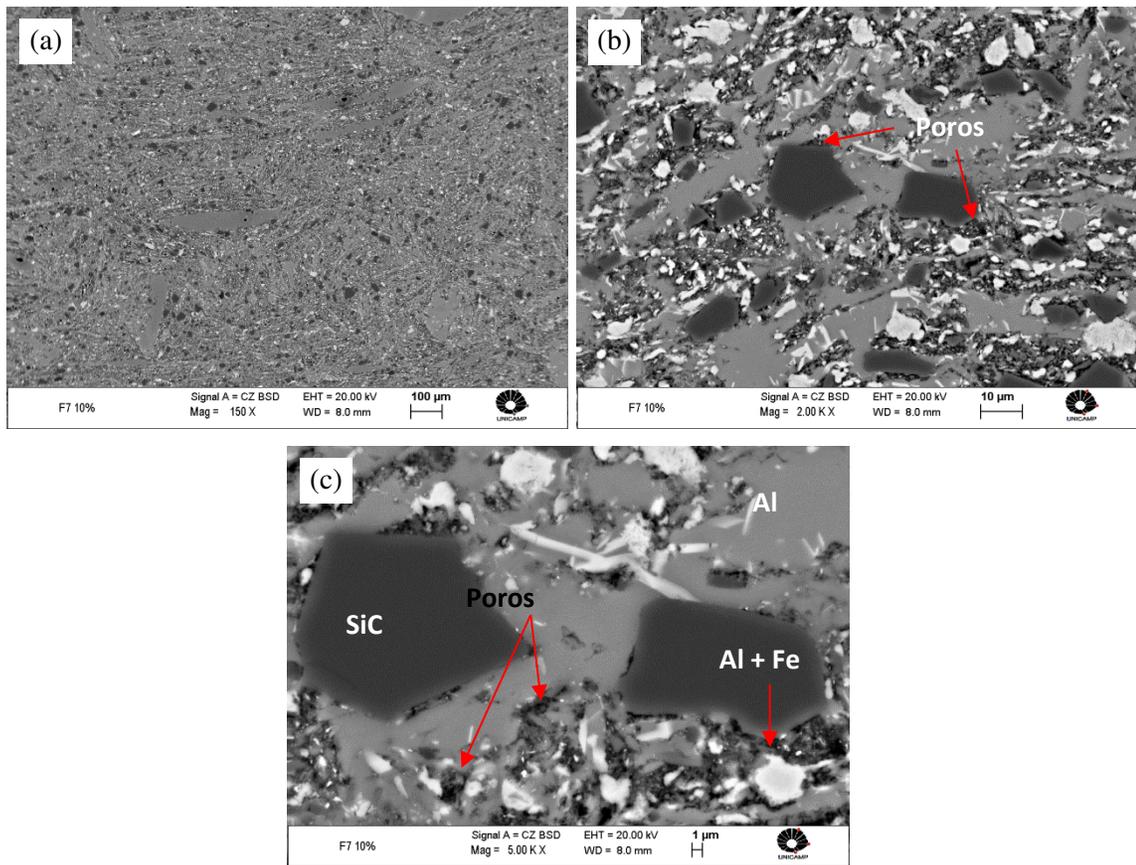


Figura 4.33: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC, fabricado sob condições C10: (a) vista geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes da interface Al/SiC.

Compósito C11

O processo de tixoconformação foi também testado para compósitos contendo outro tipo importante de reforço, além do SiC: partículas de NiAl_2O_4 , empregadas em conjunto com o SiC (compósito C11) ou como reforço único (C12).

No caso do compósito C11, as condições de sua fabricação são indicadas na Tabela 4.40.

Tabela 4.40: Condições de fabricação do compósito C11

Tipo cavaco	Tamanho do SiC (μm)	Teor SiC (% peso)	Teor NiAl_2O_4 (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo (°C)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CG	1	10	10	4	63	625	63	90

Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.34. Quanto ao aspecto geral da microestrutura, apresentada na Figura 4.34 (a), pode-se observar a presença de cavacos não desagregados, embora a dispersão das partículas de reforço em regiões entre os cavacos apresentem boa dispersão. É possível observar, nas fotos com maior aumento, a presença de maior número de partículas ricas em Ni (de acordo com análises por EDS) no interior de cavacos, do que de partículas de SiC. A qualidade da interface entre partículas NiAl_2O_4 e a matriz de Al aparentemente é maior do que no caso do SiC /Al. Daniel (1998) mostra a possibilidade de maior compatibilidade entre NiAl_2O_4 com o Al do que no caso de SiC, e a atribui à maior afinidade entre o aluminato de Ni com o óxido de Alumínio presente na superfície de partículas de Al do que no caso do SiC.

Também se observa a possibilidade de fratura das partículas de NiAl_2O_4 provavelmente durante compactação a frio da mistura.

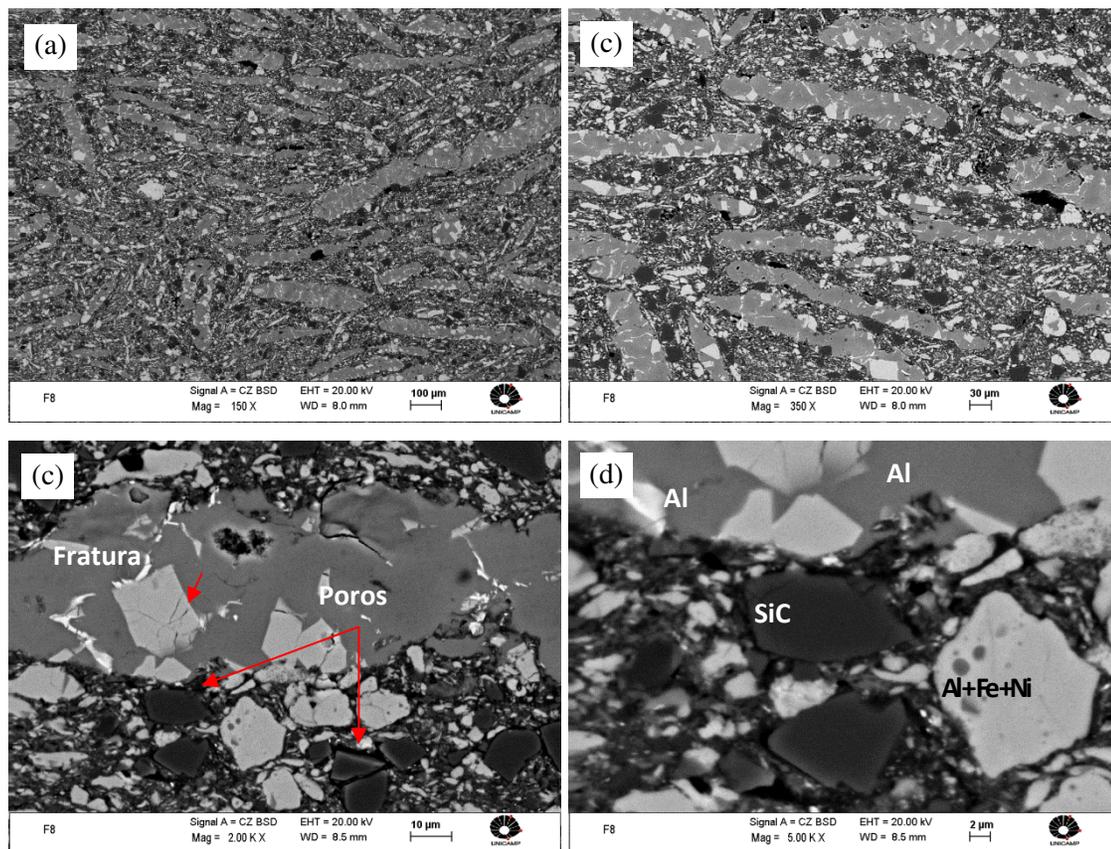


Figura 4.34: Microestrutura típica do composto AA7075/SiC/ NiAl_2O_4 , fabricado sob condições C11: (a) aspecto geral; (b) interior do cavaco; (c) (d) detalhes de interfaces.

Resultados de análise por EDS em pontos selecionados do compósito, mostrados na Figura 4.35, são apresentados na Tabela 4.41. É confirmada a frequente presença de partículas ricas em Ni – o reforço Ni_2AlO_4 , no interior dos cavacos da matriz. O elevado teor de Fe presente nestas partículas é atribuído à impurezas no aluminato, de acordo com o seu fabricante.

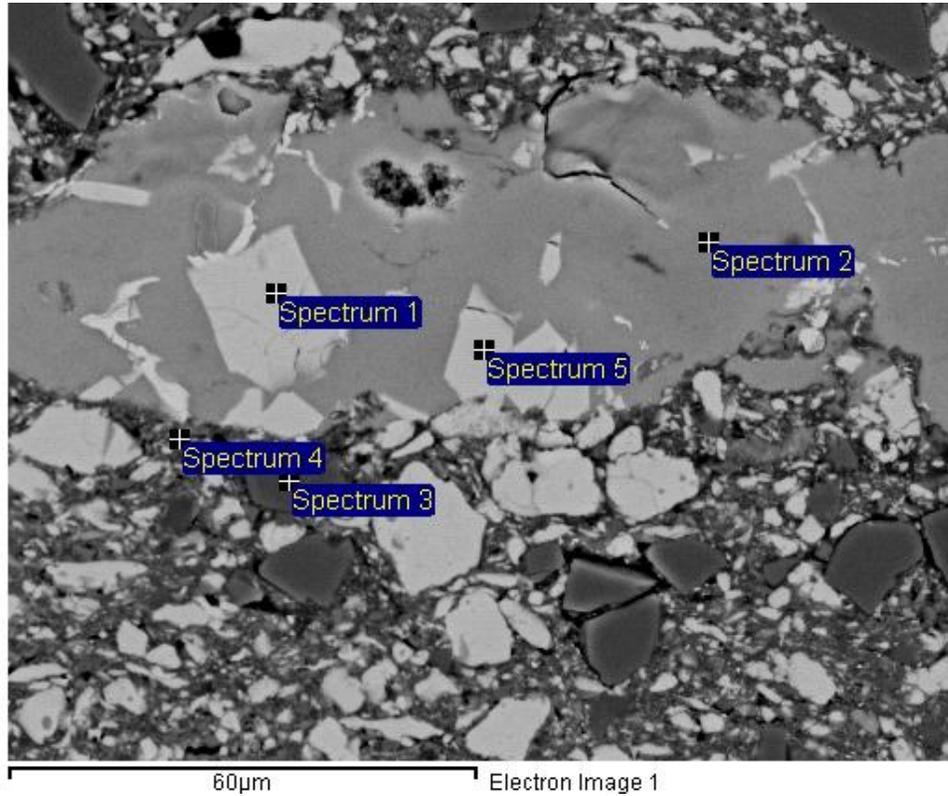


Figura 4.35: Microestrutura típica do compósito AA7075/SiC/ NiAl_2O_4 , fabricado sob condições C11. Pontos selecionados para análise química por EDS.

Tabela 4.41: Análise por EDS do compósito C11 nos pontos indicados na Figura 4.33.

Spectrum	O	Mg	Al	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Zn
1	-	-	67.72	0.45	-	14.27	16.72	-	0.84
2	1.81	-	87.38	0.42	0.20	-	0.41	1.34	8.43
3	1.03	-	0.36	97.64	-	0.25	0.38	-	0.34
4	32.32	4.48	52.67	2.18	0.79	1.67	1.49	1.00	3.39
5	2.21	-	66.16	0.45	-	14.15	16.06	-	0.98

Compósito C12

Dada a observação da maior facilidade de penetração de partículas de NiAl_2O_4 no interior de cavacos semi-sólidos, do que partículas de SiC, foram fabricados compósitos contendo somente aquele tipo de reforço. As condições de fabricação do compósito C12 são indicadas na Tabela 4.42. Os resultados são apresentados na Figura 4.36.

Tabela 4.42: Condições de fabricação do compósito C12

Tipo cavaco	Teor NiAl_2O_4 (% peso)	t mistura (h)	P compactação (MPa)	T tixo ($^{\circ}\text{C}$)	P tixo (MPa)	t forno (min)
CG	10	4	63	625	63	90

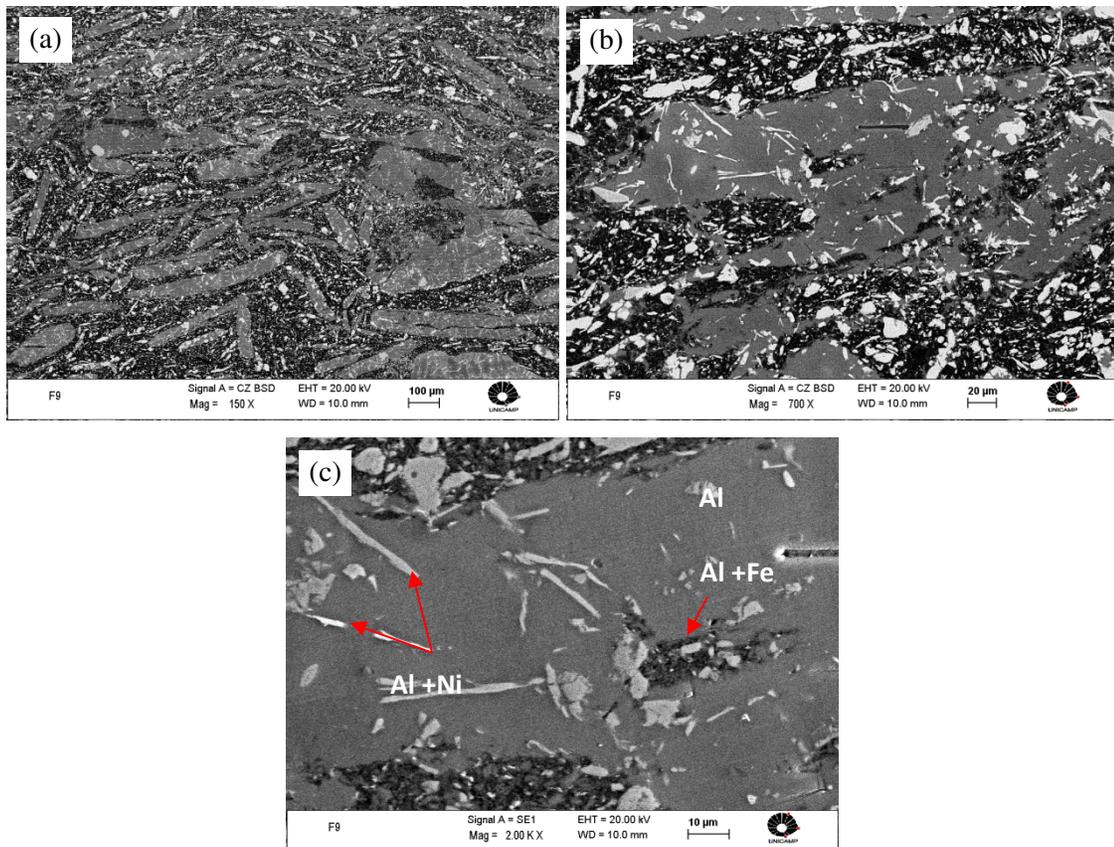


Figura 4.36: Microestrutura típica do compósito AA7075/ NiAl_2O_4 , fabricada sob condições C12: (a) aspecto geral; (b) (c) detalhes do interior dos cavacos.

No aspecto geral da microestrutura, apresentado na Figura 4.36 (a), pode-se observar uma heterogênea dispersão do reforço, com a presença de cavacos na sua maioria não desagregados. Apesar da ocorrência de penetração de partículas de NiAl_2O_4 no interior dos cavacos, como observado em (c) e (d), estes resultados ficaram aquém do obtido no caso C11. O maior teor total de partículas de reforço no caso de C11, que continha também 10% em peso de SiC, aparentemente auxiliou a desagregação dos cavacos semi-sólidos, resultando em melhor dispersão geral do reforço na matriz.

São observadas na Figura 4.43 (c), presença significativa de uma fase com geometria de agulhas, contendo em sua composição, segundo análise por EDS, altos teores de Fe e Al. Trata-se provavelmente da fase Al_3Fe , formada durante o aquecimento do material, a partir de Fe contido no aluminato de Ni somado ao Fe presente como contaminação na mistura M12 (como em todas as outras misturas).

Considerações gerais: Microestrutura

Por meio das microestruturas analisadas, observou-se que algumas condições levaram a dispersão homogênea de partículas de reforço na matriz. O tempo de mistura, a temperatura de tixotomização, o tempo ao forno e a adição de particulado fino influenciaram fortemente na qualidade final dos compósitos fabricados.

Para os compósitos cujo tempo de mistura foi maior, foram observadas partículas de cavacos com tamanho reduzido e maior adesão de partículas de reforço em sua superfície. Ambos efeitos favoreceram a dispersão do reforço no compósito; misturas com partículas menores apresentam maior possibilidade de desagregação de glóbulos por meio da penetração destas partículas de reforço nos contornos líquidos. Este fato pode significar mais homogênea dispersão do reforço na matriz. Por outro lado, partículas menores são mais favoráveis à formação de aglomerados, prejudicando a sua dispersão. Portanto, quanto ao efeito das dimensões de partículas de reforço, pode-se dizer que dispersões mais homogêneas dependem de um compromisso entre a possibilidade de aglomeração de partículas e de sua penetração nos cavacos semi-sólidos para a promoção de sua desagregação.

Compósitos fabricados com temperaturas mais elevadas apresentaram microestrutura tipicamente globular, com tamanhos de glóbulos relativamente grandes, fato explicado pela microestrutura dos cavacos após a etapa de moagem (parte da deformação original de laminação

aliviada pela energia de moagem, estrutura recuperada, apresentando grãos de consideráveis dimensões). O tamanho dos glóbulos no cavaco semi-sólido e, portanto, no compósito tixoconformado, pode ainda ter sofrido forte influência do tempo ao forno, favorecendo o crescimento de glóbulos por meio do mecanismo de coalescimento.

A inclusão de partículas finas (Silício e alumina) favoreceu a qualidade dos compósitos de cavacos reforçados com partículas grandes de SiC. Essas partículas provavelmente contribuíram com melhor compactação da mistura e conseqüentemente melhor preenchimento de vazios entre os cavacos na compactação e na tixoconformação.

A penetração de partículas de SiC no interior dos cavacos foi aquém do esperado; provavelmente dificultada pela presença de óxidos na superfície dos cavacos, e, neste caso, a pressão aplicada provavelmente não foi suficiente para romper essas camadas de óxidos.

No caso da microestrutura do compósito fabricado com elevada pressão de compactação e elevada pressão de tixoconformação, foi possível observar que houve forte interação entre os cavacos, no entanto, a temperatura não foi suficiente para promover a formação de estrutura tixotrópica e, portanto, para facilitar a entrada de partículas em contornos líquidos. O aumento da pressão de tixoconformação, aliada à formação de líquido no interior dos cavacos, provavelmente estimularia os fenômenos desejados e permitiria a obtenção de microestruturas mais homogêneas.

A atuação do NiAl_2O_4 como reforço para fabricação dos compósitos com matriz de Alumínio reciclado mostrou-se satisfatória. Os compósitos nos quais esse elemento foi empregado apresentaram microestrutura com melhor qualidade de dispersão do reforço e também melhor interface entre o NiAl_2O_4 e a matriz metálica. A melhor dispersão é resultado de uma mais fácil penetração de partículas desse intermetálico na fase líquida dos cavacos semi-sólidos, quando comparado com o SiC. Contudo, apesar da aparente boa interação entre o NiAl_2O_4 e o Alumínio, as partículas de reforço mostraram elevada fragilidade, sendo possível observar fraturas em várias partículas dispersas na matriz (a fratura pode ser consequência da pressão utilizada durante a compactação).

Os compósitos que contaram com adição de camadas de CaF_2 não apresentaram diferenças notáveis se comparados aos compósitos que foram fabricados sem a adição da referida camada, uma vez que óxidos superficiais já estão presentes em toda as partículas dos constituintes das misturas.

As melhores condições de fabricação entre as investigadas foram então as que resultaram em melhor distribuição de reforço na matriz, e melhor interface entre matriz e reforço e menor porosidade: compósito de Al/SiC(40 μ m) com adição de partículas finas de Si e Al₂O₃ e Al/SiC (1 μ m) com adição de Si.

Para esse processo era esperado que as condições empregadas promovessem a entrada de partículas de reforço nos contornos dos glóbulos de forma a separá-los promovendo dispersão dessas partículas de reforço na matriz. Para algumas condições, esse fato foi observado, comprovando a eficiência do método empregado.

4.3.3 Densidade

A densidade dos compósitos fabricados segundo as diferentes condições de processamento estudadas foi medida por meio da relação entre massa e volume e também por meio do método de Arquimedes. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.43.

Tabela 4.43: Valores da densidade via cálculo direto e por método de Arquimedes de compósitos AA7075/SiC ou NiAl₂O₄, fabricados por tixoonformação em diferentes condições.

Condição de fabricação	ρ calculo direto (g/cm ³)	ρ método de Arquimedes (g/cm ³)
C1	2,45 \pm 0.03	2,45 \pm 0,53
C2	2,54 \pm 0.04	2,51 \pm 0,38
C3	2,44 \pm 0.03	2,46 \pm 0,42
C4	2,69 \pm 0.03	2,67 \pm 0,12
C5	2,74 \pm 0.02	2,70 \pm 0,08
C6	2,79 \pm 0.03	2,77 \pm 0,04
C7	2,45 \pm 0.03	2,44 \pm 0,16
C8	2,36 \pm 0.02	2,37 \pm 0,52
C9	1,57 \pm 0.02	1,55 \pm 0,33
C10	2,78 \pm 0.03	2,78 \pm 0,18
C11	2,39 \pm 0.05	2,36 \pm 0,16
C12	2,69 \pm 0.02	2,66 \pm 0,39

Os resultados mostraram variação desprezível entre os valores de densidade de um mesmo compósito, obtidos pelos dois métodos utilizados; desta forma, para fins de estudos ao longo deste trabalho serão utilizados os dados obtidos por cálculo direto.

Na maioria dos casos, a densidade do compósito é inferior à densidade teórica da liga AA7075 sem reforço, cujo valor é de $2,8 \text{ g/cm}^3$ (MATWEB, 2013), apesar da presença do reforço SiC, de maior densidade ($3,21 \text{ g/cm}^3$), indicando a presença de porosidade no material. No pior caso (compósito C9, isto é, único caso em que a tixoonformação foi feita em mistura contendo cavaco grosseiro), a densidade é da ordem de 45 % menor do que a teórica da liga matriz. Em cerca de 50% dos casos, no entanto, a densidade do compósito não difere significativamente da densidade da liga no estado fundido, onde geralmente micro-vazios de contração somados com os teores de gases dissolvidos (H_2 , principalmente) são responsáveis por valores de densidade da mesma ordem de grandeza.

Os valores da densidade, obtidas por cálculo direto, dos compósitos produzidos são apresentados graficamente na Figura 4.37, onde é possível observar mais claramente variação sensível entre as densidades das amostras fabricadas. Um caso em particular representado pela condição C9 apresenta densidade bem inferior à das demais amostras; como mencionado, neste tipo de compósito foi utilizado cavaco de maiores dimensões, o que acarretou em menor grau de compactação da mistura cavaco/reforço e, portanto, maior porosidade no produto final, conforme será apresentado em item posterior.

Os maiores valores de densidade referem-se às amostras fabricadas nas condições C4, C5, C6, onde foram empregados cavacos finos e partículas de aditivos finos em associação às partículas do reforço SiC (10, 20 e 30% respectivamente), o que pode ter resultado em uma eficiente compactação, bem como também às amostras C10 e C12.

No compósito C10 a elevada densidade pode estar associada a uma mais homogênea mistura (foi empregada maior energia de moagem neste caso), enquanto no compósito C12, elevada densidade pode estar associada à maior afinidade do reforço NiAl_2O_4 com a matriz AA7075, quando comparado ao SiC.

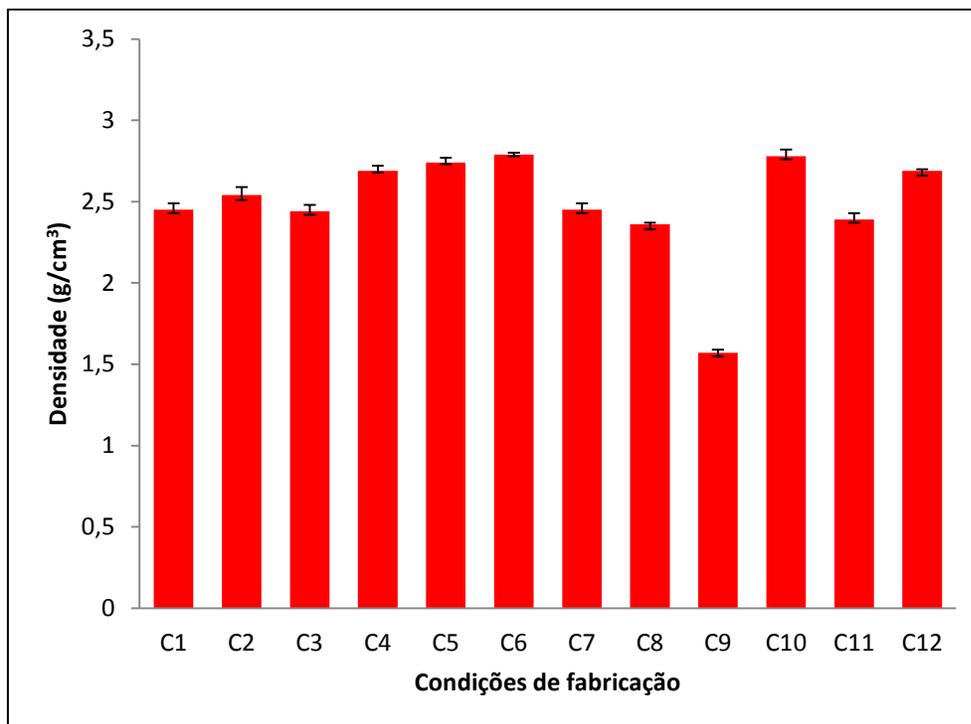


Figura 4.37: Valores médios de densidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl₂O₄, fabricados por tixoconformação em diferentes condições.

4.3.4 Porosidade

Para a verificação da porosidade, as amostras foram cortadas na secção longitudinal, embutidas e preparadas metalograficamente. Com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura, foram obtidas 5 imagens por emissão de elétrons secundários (SE1) com aumento de 350 X. Essas imagens foram binarizadas com o auxílio do *software* Image J para que a porcentagem de área porosa pudesse ser calculada pelo próprio *software*.

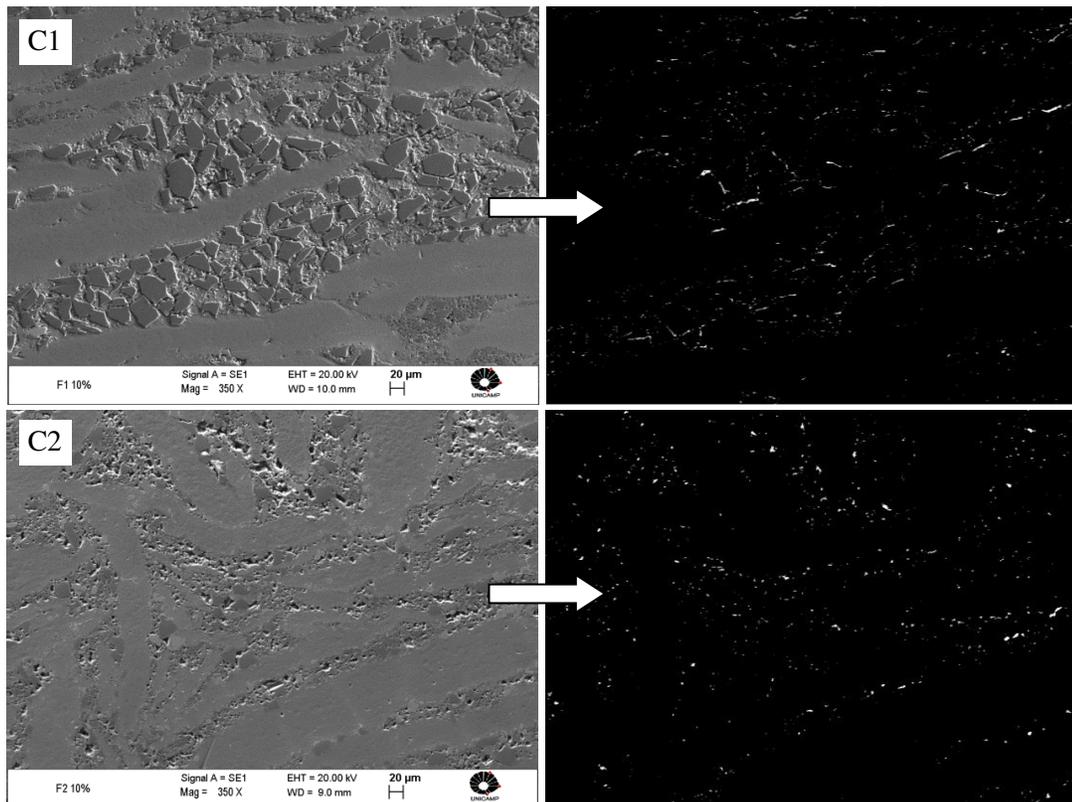
A Figura 4.38 apresenta fotos de seções longitudinais de cada compósito produzido e ao lado são apresentadas as respectivas imagens binarizadas, utilizadas para a análise quantitativa dos poros presentes. Pode-se observar, em todas as amostras, presença de poros principalmente em torno das partículas de SiC e entre os cavacos. Qualitativamente, considerando o aspecto visual das imagens binarizadas obtidas, nota-se que há menor porosidade nos compósitos C4, C5, C6, C10 e C12, as situações onde foram obtidas as maiores densidades.

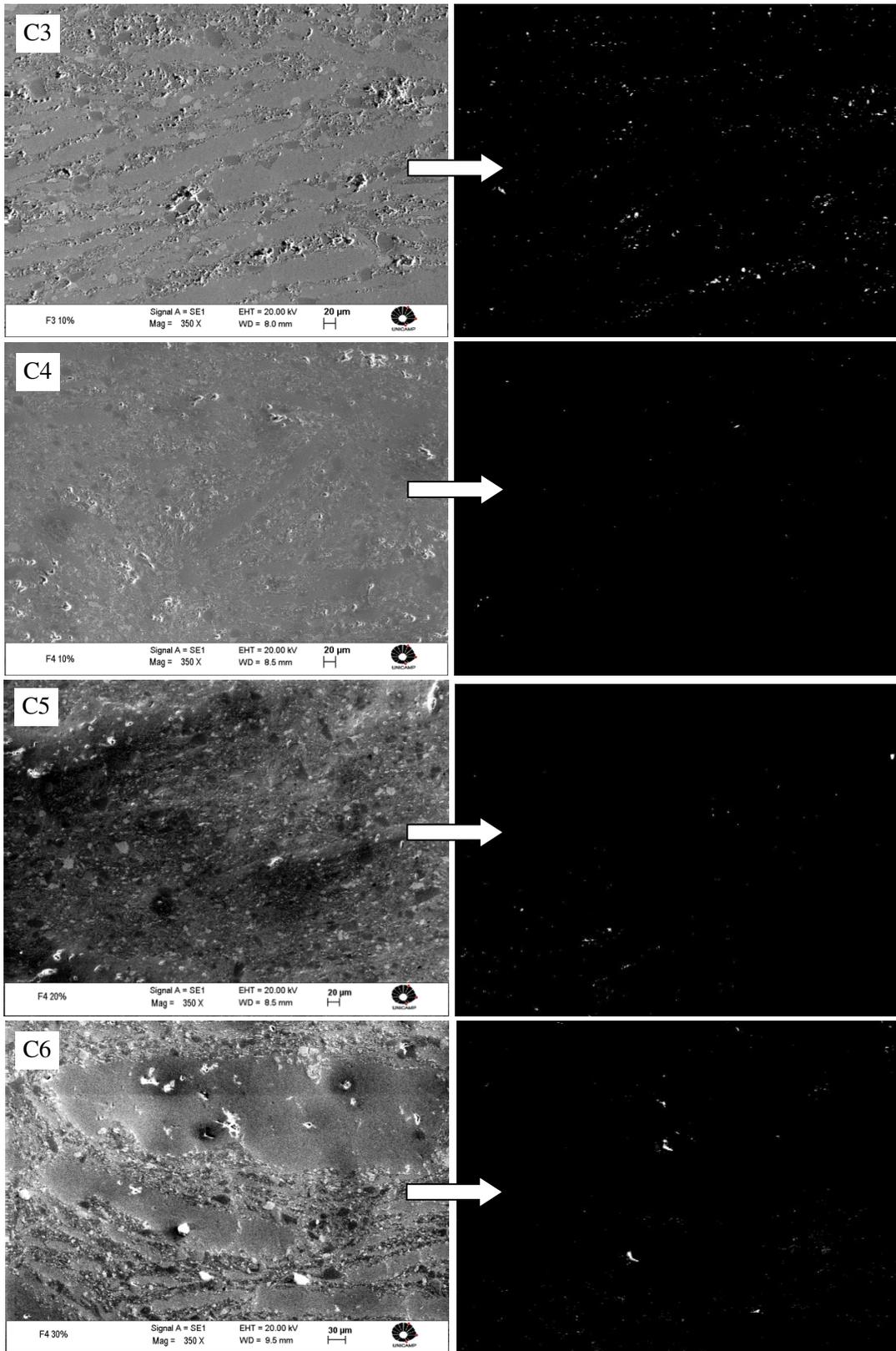
Os valores de porosidade medidos são apresentados numericamente na Tabela 4.44 e graficamente na Figura 4.39. Confirmando a observação visual, os menores valores de porosidade são obtidos para os compósitos C4, C5, C6, C10 e C12 e a maior, para o compósito C9.

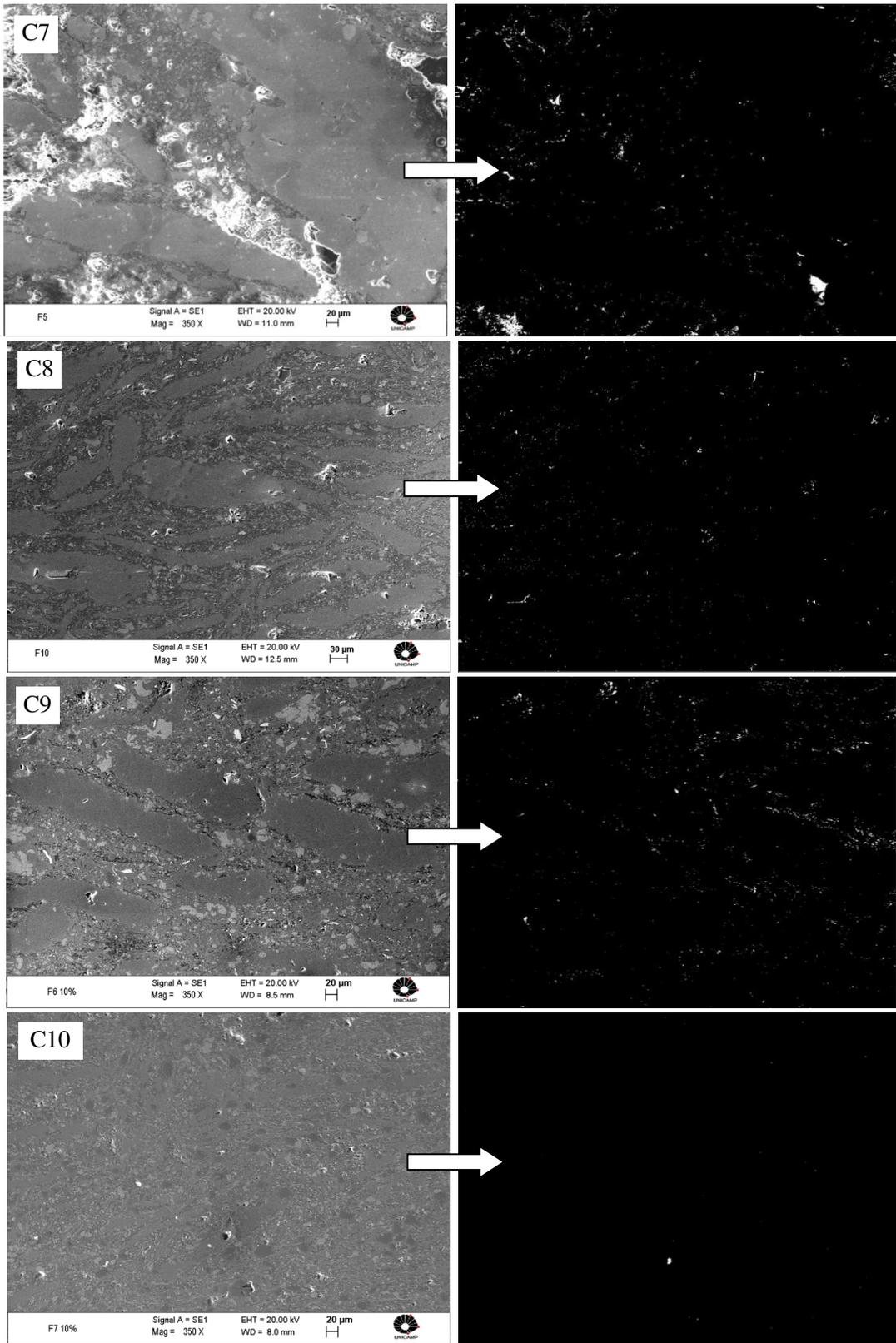
Em relação aos compósitos C4, C5 e C6, cujo único diferencial foi o teor de partículas de SiC, apresentando 10, 20 e 30% de SiC respectivamente, observa-se que ocorreu pequeno aumento da porosidade com o aumento do teor de SiC. Este resultado pode ser justificado pela existência de maior número de interfaces Al/SiC para os compósitos com maior teor de reforço, apresentando desta forma maior porosidade total, já que os poros concentram-se em grande maioria nas interfaces.

Imagens – MEV (SE1)

Imagens - Binarizadas







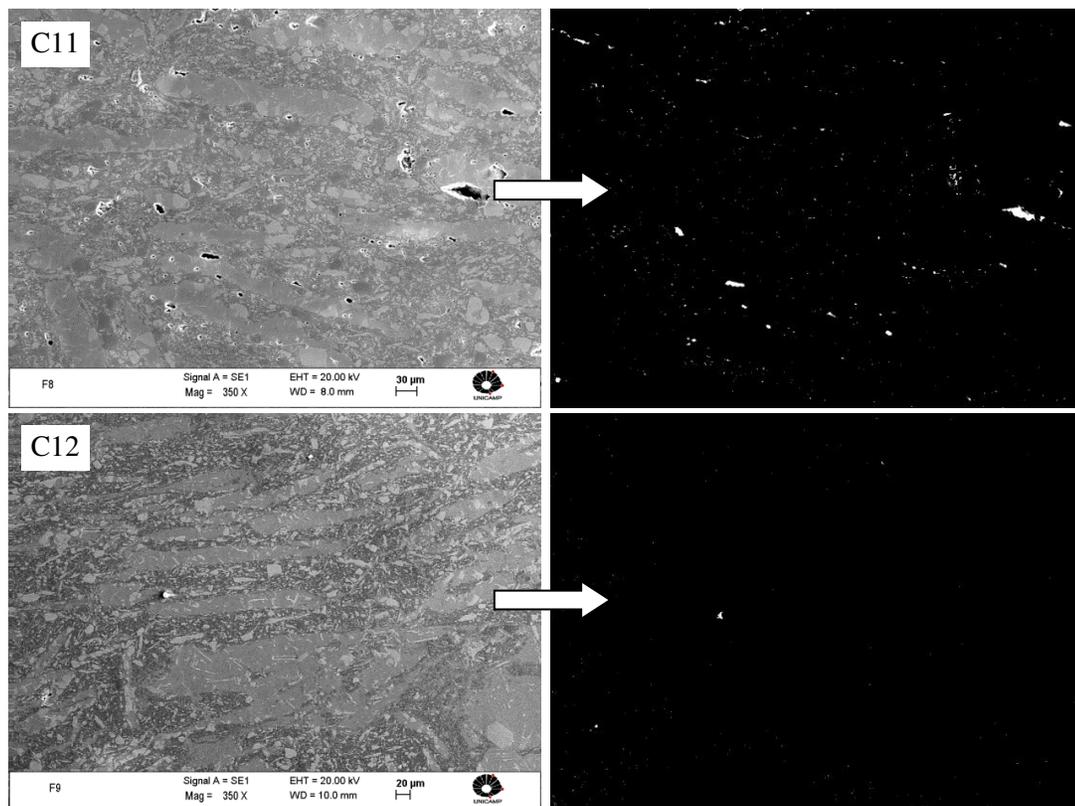


Figura 4.38: Imagens (MEV) e correspondentes imagens binarizadas obtidas por *software* Image J, dos compósitos produzidos por tixocoformação, em todas as condições estudadas.

Tabela 4.44: Valores de porosidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl₂O₄ fabricados por tixocoformação, segundo as diferentes condições propostas.

Condição de fabricação	Porosidade Média (%)
C1	3,13 ± 0,03
C2	3,07 ± 0,02
C3	3,06 ± 0,05
C4	0,44 ± 0,02
C5	0,71 ± 0,02
C6	1,2 ± 0,02
C7	2,1 ± 0,13
C8	3,35 ± 0,09
C9	4,89 ± 0,1
C10	0,38 ± 0,03
C11	2,1 ± 0,16
C12	0,48 ± 0,05

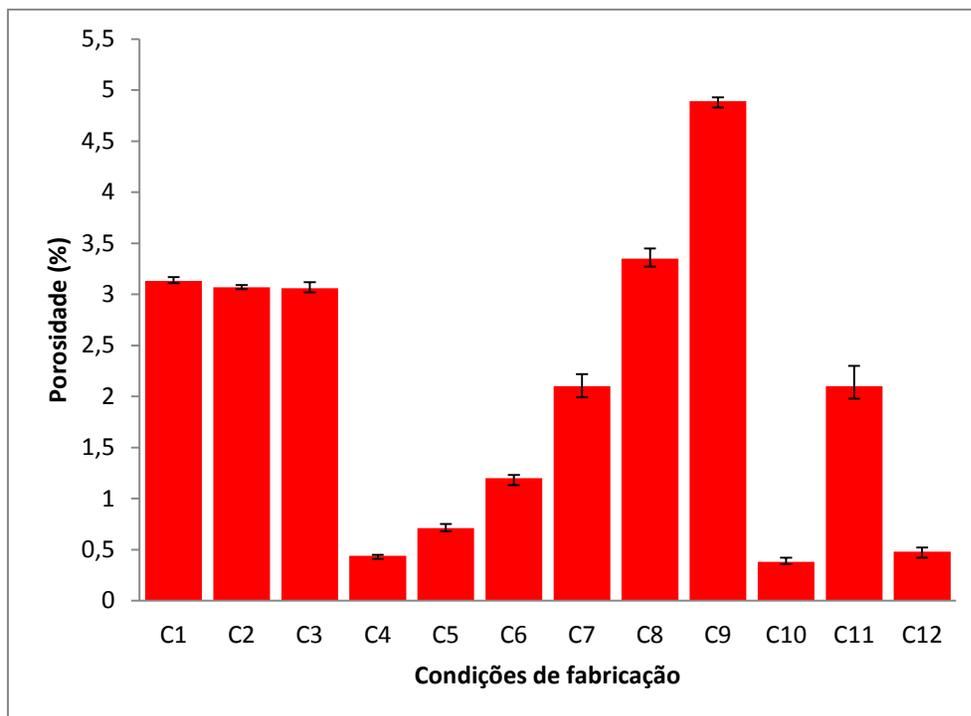


Figura 4.39: Valores médios de porosidade de compósitos AA7075/SiC ou NiAl₂O₄, fabricados por tixoconformação em diferentes condições.

4.3.5 Discussão dos resultados – efeito dos parâmetros de processo na qualidade do produto

A. Efeito da temperatura de tixoconformação

Foram testadas três temperaturas distintas, 620°C, 625°C e 630°C com fração líquida de 40%, 51% e 65% respectivamente. No primeiro caso, o resultado foi a obtenção de compósitos onde os cavacos apresentaram microestrutura não globular e no segundo e terceiro casos, foram obtidos compósitos nos quais os cavacos apresentaram microestrutura globular.

Embora à temperatura de 620°C seja teoricamente prevista a presença de 40% de líquido na liga empregada, nas condições de processamento testadas não foi observado a formação de líquido no interior dos cavacos. A presença de líquido oriundo da fusão de fases eutéticas na liga, só é observada para temperaturas de 625°C e 630°C (cerca de 50 e 60% de líquido, respectivamente, segundo resultados de análises térmicas e simulação termodinâmica), o que

pode ser atribuído à presença de elevado teor de óxidos no material por se tratar de cavacos. As condições termodinâmicas e cinéticas para a obtenção de quantidade prevista de líquido na liga podem, portanto, não ser atendidas nas condições práticas dos ensaios.

Para a produção de compósitos, a presença de líquido em contornos globulares é fundamental para o sucesso de incorporação de partículas do reforço e sua distribuição na matriz metálica. Portanto, a seleção da temperatura de trabalho deve ser feita de modo a garantir a formação de líquido em quantidade suficiente para a promoção da globularização da estrutura do cavaco e a desagregação dos glóbulos pela entrada de partículas de SiC em contornos. Os resultados obtidos no trabalho indicam temperaturas superiores às previstas por análise térmica da liga e simulação termodinâmica.

B. Efeito do tempo de mistura e do tempo ao forno

O efeito do tempo é sensível sobre dois importantes aspectos das misturas: dimensões finais dos cavacos e interação entre os constituintes envolvidos. Nos dois casos, a observação das misturas comprova a influência do tempo, onde maior tempo de mistura promove maior homogeneidade dos constituintes, melhor interação entre eles e redução no tamanho das partículas do cavaco.

Acerca da influência exercida na qualidade do produto final, um tempo maior de mistura, reduzindo o tamanho dos cavacos e melhorando a interação entre as partículas envolvidas como mencionado, tem como consequência uma melhor dispersão dos particulados de reforço na matriz metálica.

Partículas mais finas do cavaco podem ter favorecido também a atuação de mecanismos para desagregação de glóbulos e promoção de maior dispersão de reforço entre eles (mecanismo buscado). Na microestrutura para a condição de processamento C1, cujo tempo de mistura foi de apenas 1 hora, foi observado má distribuição das partículas de reforço, com concentração das partículas em regiões específicas da amostra (geralmente em torno dos cavacos); enquanto maiores tempos de misturas (4:30 h) promoveram melhor dispersão dos constituintes.

Em relação ao tempo de globularização (tempo ao forno), é possível notar uma considerável diferença de microestrutura entre as amostras fabricadas com tempo ao forno de 30 minutos e as amostras fabricadas com tempo ao forno de 60 e 90 minutos. Na primeira condição, os cavacos não apresentam microestrutura globular, no entanto, aumentando o tempo ao forno,

as microestruturas observadas apresentam-se totalmente globulares, com tamanho de glóbulos entre 70 e 200 μm .

O aumento do tempo leva ao aumento das dimensões dos glóbulos conforme observado. Glóbulos de grandes dimensões não são desejados, pois podem significar pior dispersão de partículas de reforço na matriz metálica. Portanto, as condições de transformação da estrutura dos cavacos em pasta tixotrópica devem ser tais que promovam a formação de glóbulos de pequenas dimensões e com suficiente teor de líquido. Estas condições promovem melhor dispersão do reforço, e podem ser obtidas com aquecimento rápido a uma temperatura intermediária dentro da zona *solidus-liquidus*.

C. Efeito da dimensão do SiC e da presença dos aditivos Si e Al_2O_3 na mistura;

Efeito na Densidade

A Figura 4.40 (a) apresenta o gráfico de interação entre os parâmetros tamanho de partículas de SiC e adição de silício e alumina com relação à densidade do material. Foram utilizados os resultados referentes aos compósitos produzidos em condições C3, C4, com SiC de 40 μm e sem e com adição de silício e alumina respectivamente e C7 e C8, com SiC de 1 μm , com e sem adição de silício e alumina respectivamente. Com base nos dados obtidos, é possível perceber que não há interação entre os fatores envolvidos, pois as retas não se cruzam nos intervalos considerados; quando um parâmetro é modificado, o outro também se modifica com similar tendência, indicando que os dois fatores, tamanho de partículas de SiC e adição de alumina e silício, atuam de maneira independente na densidade do material. Como não há interação do efeito dos fatores avaliados na densidade, os mesmos são apresentados separadamente na Figura 4.40 (b).

A Figura 4.40(b) mostra o efeito do tamanho das partículas de SiC e da adição de silício e alumina na densidade do compósito para as 4 condições avaliadas. Neste caso, é possível notar que a densidade diminuiu com a redução do tamanho do particulado de reforço. Nos casos analisados, esse fato possivelmente está relacionado à formação de maior área de interfaces entre o Alumínio e SiC no compósito com partículas finas levando a maior porosidade, pois de acordo com as microestruturas observadas a porosidade é fortemente presenciada nas interfaces.

Além de evidenciar que as amostras com grandes partículas de SiC apresentaram maior densidade, a Figura 4.40 (b) mostra ainda a influência da adição de silício e alumina na mistura. Considerando esse fator, observa-se que a densidade aumentou com a adição dos elementos. A razão do aumento da densidade com a adição desses elementos pode estar relacionada a melhor compactação da mistura.

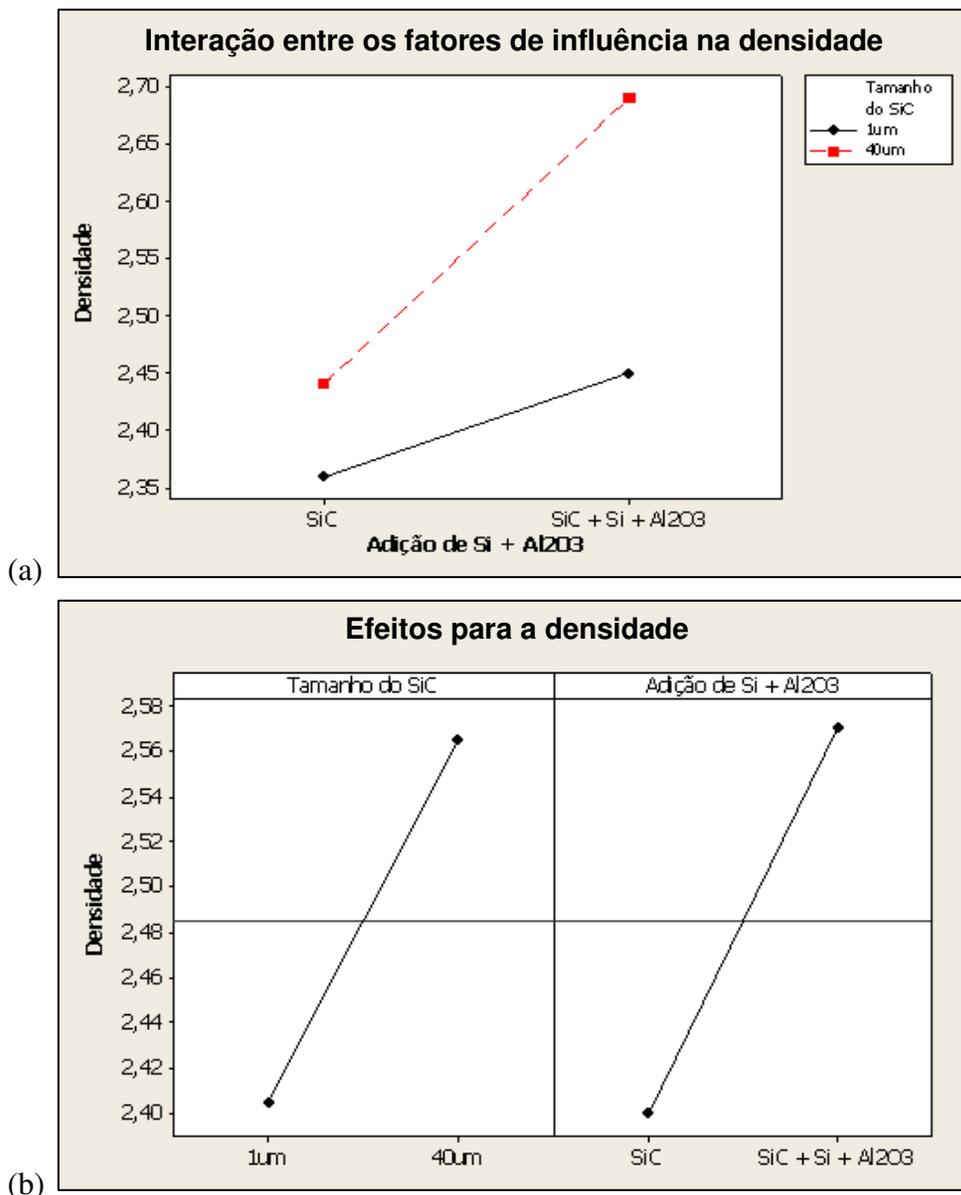


Figura 4.40: (a) Gráfico dos principais efeitos do tamanho das partículas de SiC e principais efeitos da adição de silício e alumina na densidade do compósito; (b) Gráfico da interação entre as variáveis analisadas: tamanho de partícula de reforço e adição de silício e alumina.

Efeito na Porosidade

A Figura 4.41 (a) apresenta o gráfico de interação entre os parâmetros tamanho de partículas de SiC e adição de silício na porosidade. A Figura 4.41 (b) mostra o efeito do tamanho de partículas de SiC e da adição de silício e alumina na porosidade das amostras.

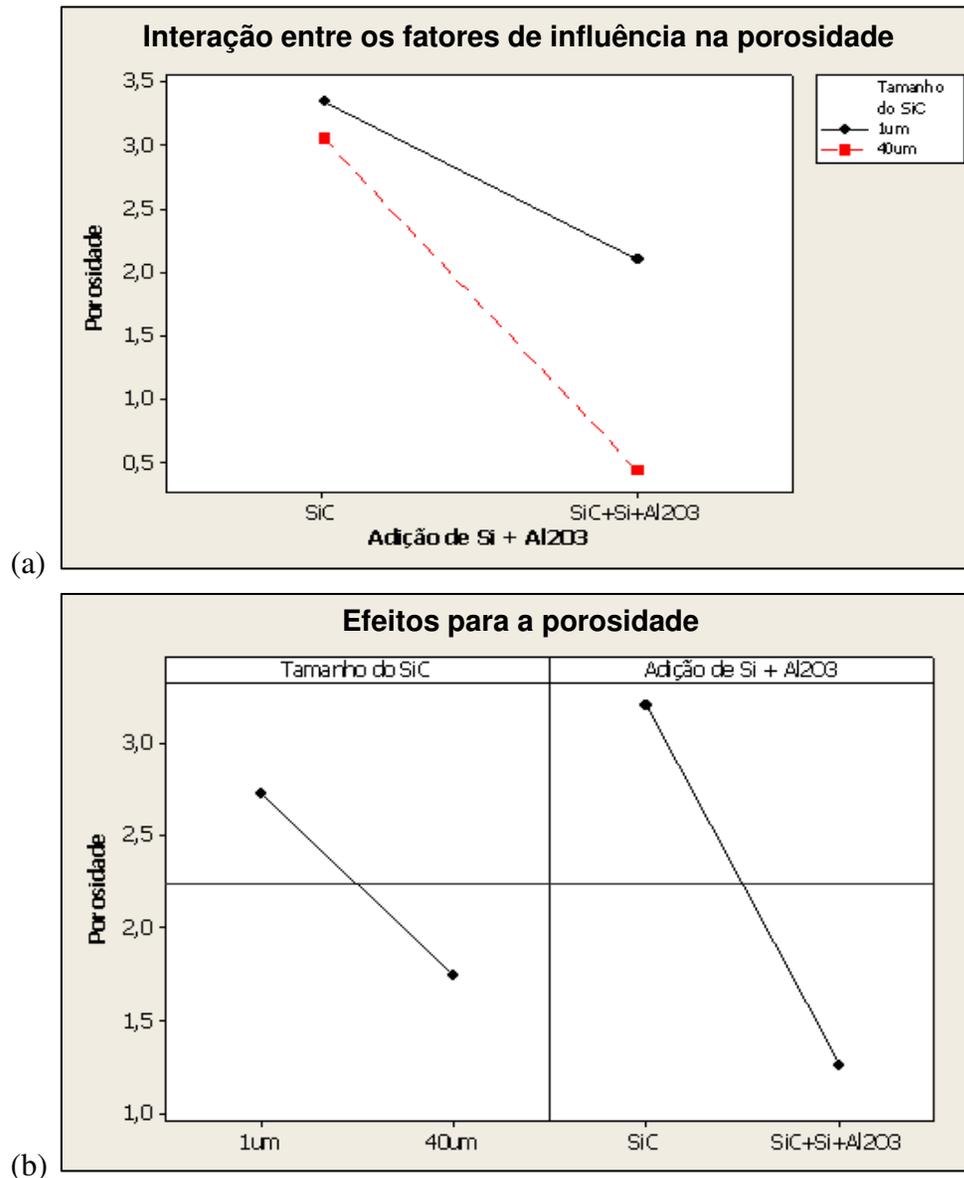


Figura 4.41: (a) Gráfico dos principais efeitos do tamanho das partículas de SiC e principais efeitos da adição de silício e alumina na porosidade do compósito; (b) Gráfico da interação entre as variáveis analisadas: tamanho de partícula de reforço e adição de silício e alumina.

A análise dos dados de interação entre os parâmetros tamanho de partículas de SiC e adição de Silício e alumina mostra que não há interação entre os fatores envolvidos, pois as retas não se cruzam nos intervalos considerados, ou seja, os fatores atuam de maneira independente na porosidade do material. Como não há interação entre os efeitos dos dois parâmetros avaliados na porosidade, os resultados foram analisados individualmente.

No segundo caso, em relação aos efeitos para porosidade, é possível notar que a porosidade sofre maior influência da presença de Al_2O_3 e de Silício do que do tamanho de partículas de SiC. Esse fato pode estar relacionado à melhor compactação da mistura quando se adiciona esses elementos.

D. Efeito das dimensões do cavaco e da adição extra de Al_2O_3

A mudança no tamanho do cavaco utilizado como matriz metálica influenciou fortemente a distribuição do material de reforço no compósito estudado; esse fato foi observado pela análise das microestruturas das amostras C4-utilizando cavaco fino e C9-utilizando cavaco grosseiro. No caso de C9, a localização do reforço é preferencial nos contornos dos cavacos, fato não evidenciado para a condição C4 de fabricação, onde foram observadas partículas de SiC no interior dos cavacos e sua melhor distribuição em toda a matriz.

A densidade das amostras C4 e C9 foi outro parâmetro fortemente influenciado pelas dimensões dos cavacos e pela adição de pó Al_2O_3 à mistura. A densidade de C9 é aproximadamente 41% menor que a densidade de C4. Nesse caso, a variação da densidade provavelmente pode ser explicada pelo teor de poros das referidas amostras. O valor da porosidade de C9 é aproximadamente 90% maior que a porosidade de C4, ou seja, esses espaços vazios aumentam o volume da amostra, reduzindo assim sua densidade. Portanto, maiores dimensões de cavacos acarretam compósitos com maior porosidade e conseqüentemente menor densidade.

O emprego de cavacos grosseiros não é, no entanto, totalmente inviável. A utilização de condições de mistura com maior energia pode ocasionar a fratura dos cavacos e reduzir suas dimensões. Esta ocorrência foi observada na condição de processamento do compósito C10, onde foi empregada maior força vertical no misturador. Nesta condição as dimensões dos cavacos grosseiros foi reduzida a semelhança dos cavacos finos empregados no processamento

do compósito C4. Como resultado, ambas C10 e C4 apresentaram resultados semelhantes de densidade.

Quanto à influência da adição extra de Al_2O_3 às misturas, foi observado aumento da densidade de amostras produzidas com sua utilização. As partículas do pó Al_2O_3 contribuem para a redução da porosidade do produto.

Levando em consideração fatores como interface Al/SiC, distribuição de SiC na matriz metálica e as propriedades de densidade e porosidade das amostras e considerando todos os parâmetros variados para essas amostras, o que mais influenciou nas propriedades foi o tamanho do cavaco utilizado.

A utilização de cavacos finos promove maior interação entre as partículas de reforço e as partículas da matriz durante a mistura, como visto nas imagens das misturas fabricadas. Durante a compactação é possível que essa interação favoreça a acomodação de partículas menores em espaços vazios, reduzindo a quantidade de poros e conseqüentemente aumentando a densidade do compósito.

E. Influência da adição das partículas de reforço NiAl_2O_4 no compósito Al/SiC

Compósitos produzidos com adição de partículas de NiAl_2O_4 conjuntamente com partículas de SiC não apresentaram variações no valor da densidade, quando comparados com compósitos contendo somente NiAl_2O_4 . O mesmo ocorreu com a dispersão de SiC na matriz.

No entanto, observou-se que a dispersão de partículas NiAl_2O_4 na matriz é menos heterogênea do que a de SiC. Também foi observado melhor qualidade de interface entre NiAl_2O_4 e a matriz, quando comparada com a interface entre SiC e a matriz. Daniel (1998) já reportava este fato, atribuindo-o à maior afinidade entre Al e o aluminato de Ni do que entre o Al e o SiC.

F. Efeito do tipo de reforço: SiC ou NiAl_2O_4

O emprego de NiAl_2O_4 como reforço ao invés de partículas de SiC levou à melhores resultados quanto à dispersão do reforço e quanto à sua interação com a matriz, conforme mencionado em item anterior.

As partículas de NiAl_2O_4 apresentaram melhor afinidade com o Al líquido, penetrando mais facilmente no interior dos cavacos com estrutura tixotrópica, e promovendo a desagregação destas. Como resultado, os compósitos apresentam melhor dispersão do reforço quando comparados com os compósitos contendo SiC como reforço.

G. Conclusão: melhores condições de processamento

A partir das análises da microestrutura, densidade e porosidade feitas para todas as amostras de compósitos fabricados, concluiu-se que as melhores condições de processamento são: C4, compósito com 10% de SiC (40 μm) com adição de Si e Al_2O_3 ; C10, compósito com 10% de SiC (1 μm) com adição de Si e C12 com 10% de NiAl_2O_4 . Dentre todas as estudadas, estas apresentaram melhor dispersão de partículas de reforço, melhor interface Al/SiC, melhores propriedades de densidade e mais baixa porosidade.

4.6.6. Propriedades mecânicas dos compósitos Al/SiC com diferentes teores de reforço

A condição de processamento que forneceu produtos com a melhor qualidade geral e melhores características estruturais foi empregada para a fabricação de compósitos contendo diferentes teores do reforço; assim foram produzidas amostras de AA7075 contendo 10, 20 e 30% em peso de SiC de dimensões 40 μm , 1% peso de Si e 1% peso Al_2O_3 . Estes compósitos tiveram algumas de suas propriedades mecânicas analisadas, mais especificamente dureza e módulo de elasticidade, via ensaios de microindentação (portanto, H_{it} e E_{it}), e comportamento de desgaste.

A. Dureza

A Figura 4.42 apresenta curvas de carregamento-descarregamento obtidas por ensaios de microindentação instrumentada em amostras de compósitos contendo diferentes teores de SiC. É possível observar a variação de profundidade de indentação em função da carga aplicada para as amostras com três distintos teores de reforço; é observada a redução da profundidade de

penetração com o aumento do teor em peso de SiC de 10 para 30% , consequência do aumento da resistência do material ocasionado pela adição de partículas duras na matriz dúctil. Os valores obtidos de profundidade de penetração e força máxima são apresentados na Tabela 4.19; é clara a redução dessas grandezas com o aumento do teor do elemento de reforço.

A dureza do material e a profundidade de penetração estão diretamente relacionadas tendo em vista que quanto maior a dureza, maior será a resistência à penetração. Esta relação é descrita pelas equações 3.1, 3.2 e 3.3, as quais permitiram o cálculo da dureza de indentação, empregando valores de parâmetros fornecidos pelos ensaios. Os resultados são apresentados na mesma Tabela 4.45 e graficamente na Figura 4.43.

Tabela 4.45: Valores de força máxima e profundidade máxima de indentação em compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC e dureza de indentação resultante.

Teor SiC (% peso)	Fmax (mN)	Hmax (nm)	H _{it} (MPa)
10%	506±4,39	5044±298	1063±87
20%	503±4,42	3454±283	3807±56
30%	501±0,40	2397±335	4503±92

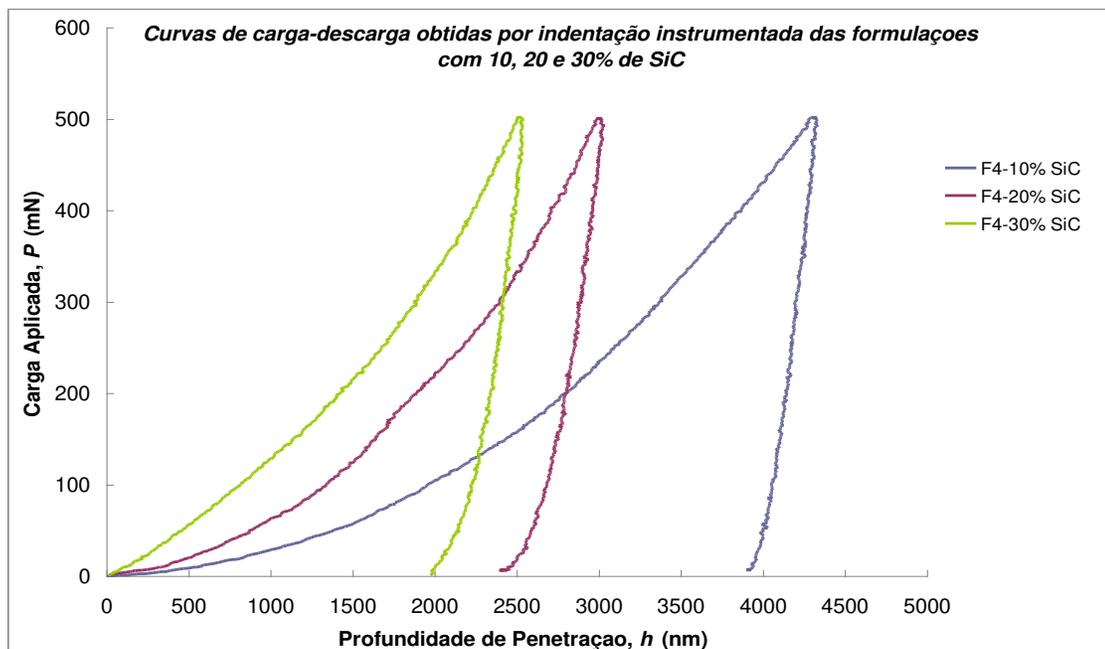


Figura 4.42: Variação da profundidade de penetração vs. carga aplicada, em ensaio de microindentação, para compósitos da liga AA7075 contendo diferentes teores de SiC.

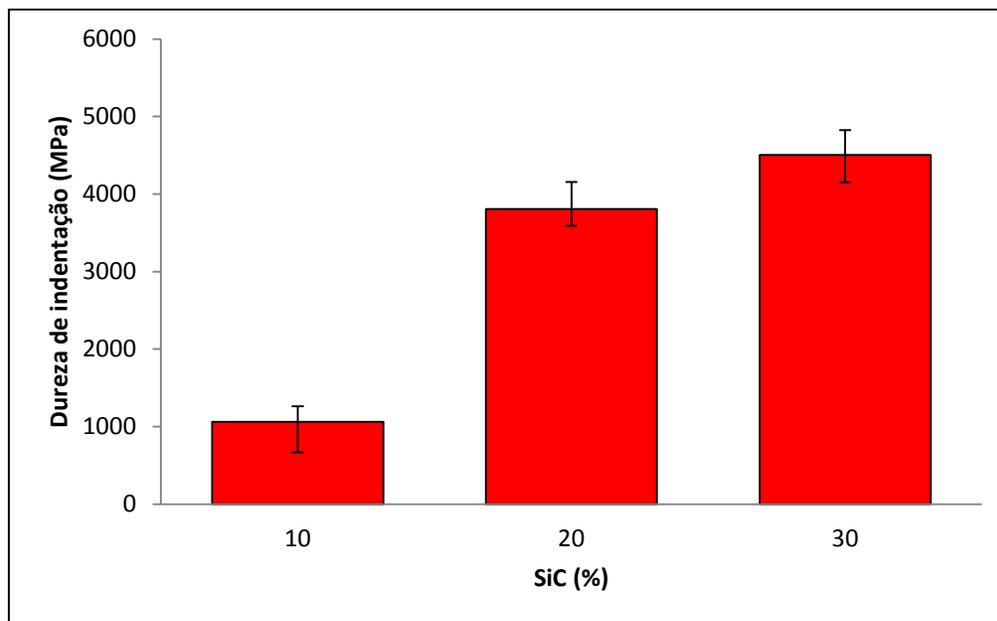


Figura 4.43: Variação da dureza de indentação (Hit) em função do aumento do teor de SiC na matriz AA 7075.

É possível observar um significativo aumento da dureza do compósito com o aumento do percentual de material de reforço. Este aumento não é linear, sendo mais acentuado para o incremento de 10 a 20% SiC do que para o incremento de 20 a 30% de partículas, talvez pelo efeito prejudicial do aumento da porosidade quando elevados teores de partículas de reforço são empregados.

B. Módulo de Elasticidade

A partir de dados do teste de indentação e da equação 3.4 foi calculado o módulo de elasticidade de compósitos contendo diferentes teores de SiC. Os resultados obtidos são apresentados numericamente na Tabela 4.46 e graficamente na Figura 4.44.

Tabela 4.46: Valores de módulo de elasticidade de indentação de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC.

Teor SiC (% peso)	E_{it} (GPa)
10%	64,3±8,5
20%	119,3± 9,8
30%	129,6±7,1

Pode-se observar eficiente efeito do teor de partículas de SiC na matriz de Al, aumentando o módulo de elasticidade do material com o aumento do teor de reforço. O aumento do módulo não é, como no caso da dureza, linear com o aumento do teor de SiC, provavelmente pelo elevado grau de porosidade resultante do alto teor destas partículas na matriz.

Os dados obtidos mostram ainda que o compósito contendo 10% de SiC apresenta módulo de elasticidade inferior ao da liga matriz AA7075 na condição T6. Para esta condição, a liga apresenta módulo elástico de aproximadamente 73 GPa, enquanto que o compósito com 10% de SiC apresenta um módulo elástico de 64 GPa. Esse fato pode ser explicado pelas distintas microestruturas da matriz associada com a porosidade observada nos compósitos. Na condição T6 a liga apresenta estrutura solubilizada e submetida à precipitação controlada, enquanto, no compósito, a estrutura da matriz é constituída de fase primária globular e eutéticos mais grosseiros em contornos de glóbulos. Além disso, a estrutura do compósito apresenta um certo grau de porosidade; portanto, é provável que a estrutura na condição T6 apresente melhores propriedades mecânicas do que a microestrutura globular porosa.

Para teores de SiC de 20 e 30%, o efeito do elevado teor de partículas de elevada dureza na matriz se torna preponderante, promovendo o aumento do valor do módulo de elasticidade do compósito, como observado.

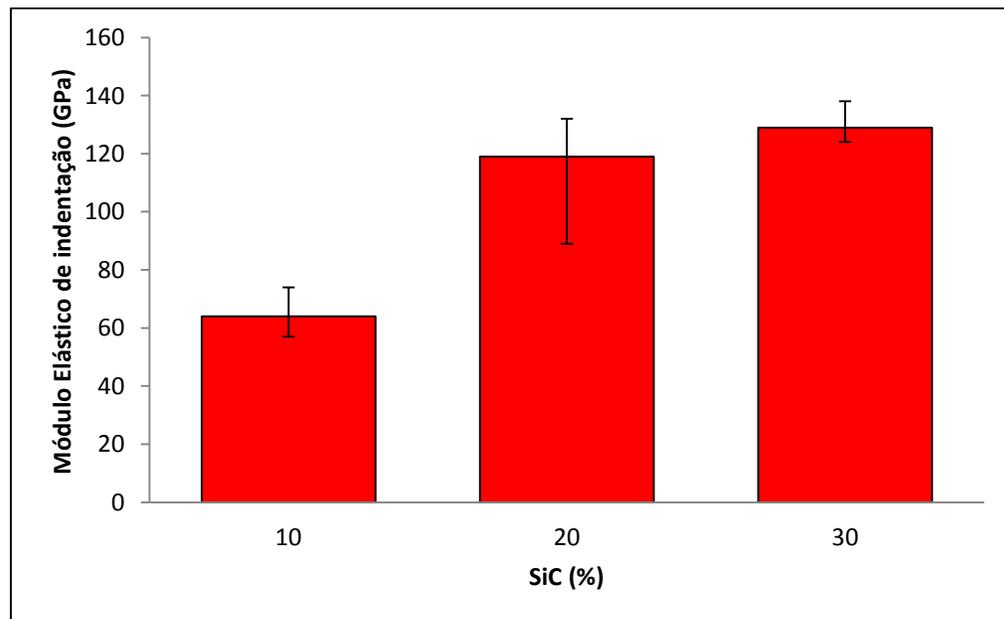
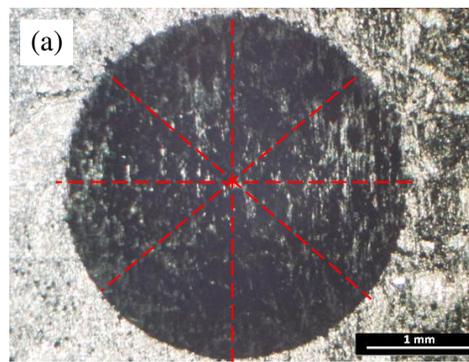


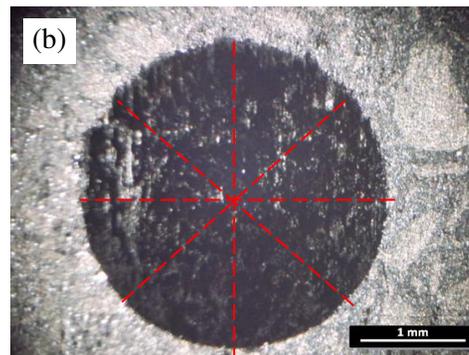
Figura 4.44: Variação do módulo de elasticidade de indentação (Eit) em função do aumento do teor de SiC na matriz AA 7075.

C. Comportamento de desgaste

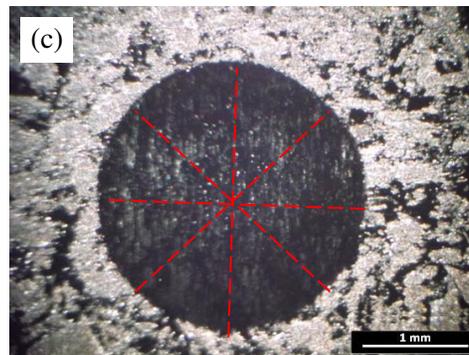
A resistência ao desgaste de compósitos contendo diferentes teores de SiC foi avaliada a partir do cálculo do volume desgastado obtido através das medidas dos diâmetros das calotas geradas durante o ensaio de micro-abrasão com esfera rotativa fixa. A Figura 4.45 mostra as imagens obtidas por microscopia óptica das calotas geradas na superfície das amostras testadas, cujos diâmetros foram medidos e empregados para cálculo do volume de desgaste, segundo equação 3.5. Os resultados são apresentados numericamente na Tabela 4.47 e graficamente na Figura 4.46.



Diâmetro médio da calota: 3,33 mm



Diâmetro médio da calota: 3,02 mm



Diâmetro médio da calota: 2,56 mm

Figura 4.45: Imagens de calotas geradas na superfície de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de reforço, geradas em ensaio de micro abrasão com esfera rotativa fixa: (a) 10% SiC; (b) 20% SiC; (c) 30% SiC. Linhas tracejadas indicam medições de diâmetros.

Pode ser notado nas imagens que as dimensões das calotas são distintas entre os diferentes compósitos, sendo que o diâmetro é reduzido com o aumento do teor do reforço, indicativo de uma maior resistência ao desgaste no compósito com maior teor de SiC.

Tabela 4.47: Valores de volume de desgaste de compósitos AA7075 contendo diferentes teores de SiC.

Teor SiC (% peso)	Vol desgastado (mm ³)
10	0,622 ± 0,007
20	0,409 ± 0,008
30	0,197 ± 0,002

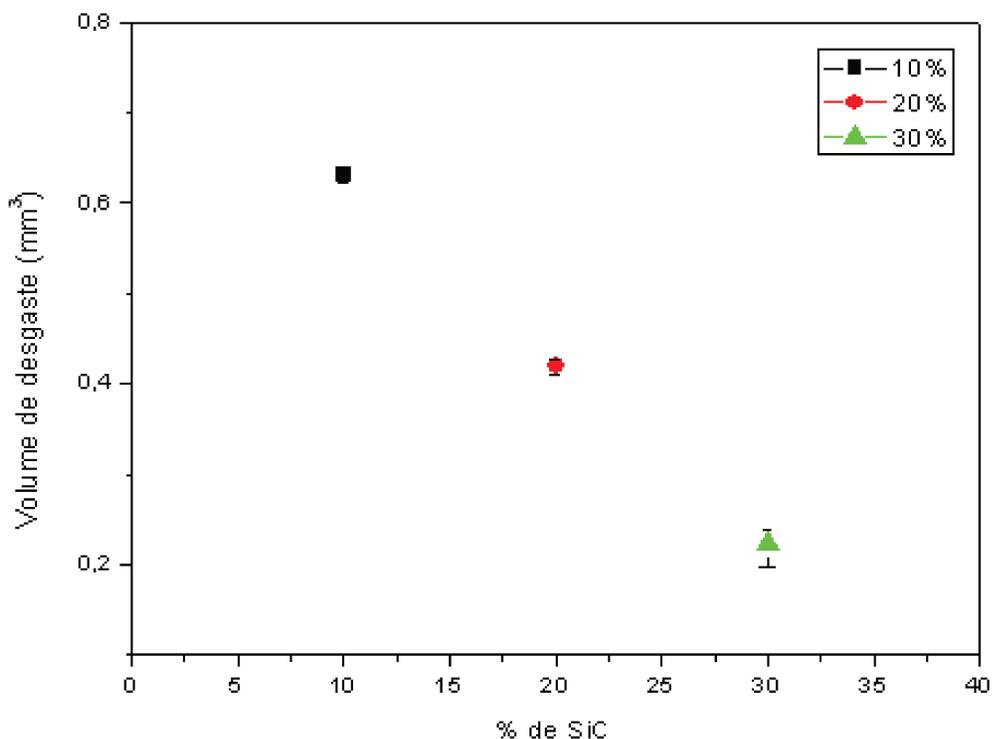


Figura 4.46: Variação do volume desgastado com o teor de reforço presente em compósitos AA7075 / SiC, obtida em ensaios de micro abrasão com esfera rotativa.

O resultado comprova um significativo aumento da resistência ao desgaste com o aumento do teor de reforço, de maneira aproximadamente linear. O aumento total foi de 68%, comparando-se o compósito contendo o menor e o maior teor de reforço empregado.

Para análise dos mecanismos de desgaste envolvidos, as superfícies ensaiadas foram observadas com maior detalhe em microscópio eletrônico de varredura. As Figuras 4.50 (a), (c) e (e) correspondem às crateras de desgaste dos compósitos contendo 10, 20 e 30% de SiC respectivamente, enquanto as Figuras 4.47 (b), (d) e (f) correspondem à região do centro das crateras.

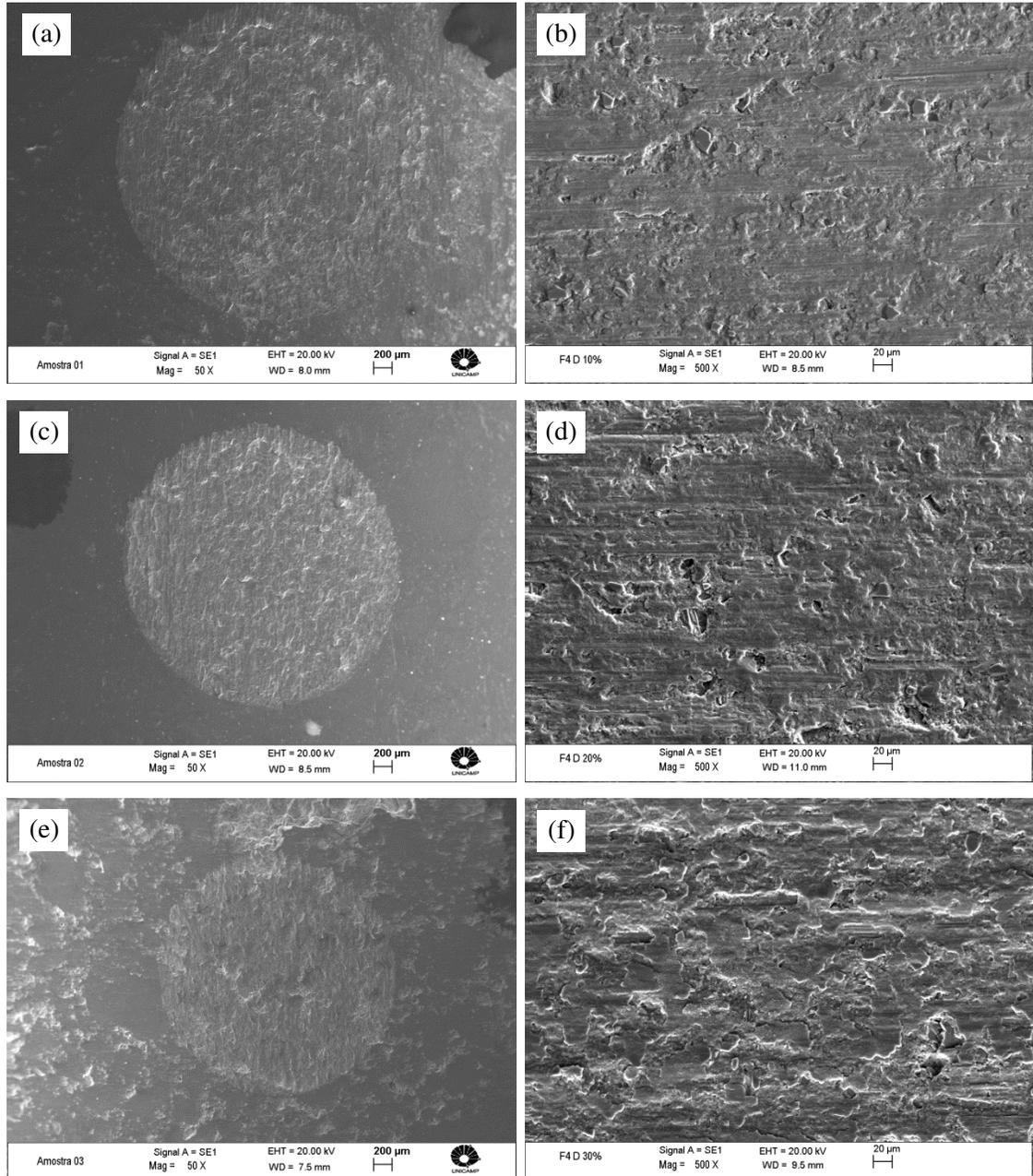


Figura 4.47: Imagens referentes aos corpos de prova com 10, 20 e 30% de SiC após ensaio de micro abrasão e obtidas por MEV.

A julgar pelas imagens da região desgastada e pela dureza dos materiais envolvidos (Alumínio dúctil e SiC duro) e considerando o fato de que o SiC tende a se soltar da matriz durante o ensaio, pode-se supor que o desgaste se deu principalmente pelo mecanismo de microsulcamento pois as superfícies apresentam protuberâncias deixadas após o contato com a esfera rotativa fixa, principal característica desse mecanismo.

O desgaste pode ter ocorrido tanto pelo contato entre o material a ser ensaiado e a esfera do equipamento, quanto pelo desprendimento e arraste de partículas do reforço através da matriz, causando riscamento e perda de material da matriz dúctil. Outro mecanismo que pode ter influenciado o desgaste do material ensaiado é a abrasão causada por camada de óxido de Alumínio que pode ser formada na sua superfície durante o ensaio, uma vez que este metal é facilmente oxidado em contato com o ar e o ensaio não foi executado em atmosfera controlada.

Para o compósito estudado, embora não tenha sido usado lubrificante durante o ensaio, pode-se dizer que o desgaste ocorrido se deu por meio do contato entre 3 corpos (esfera de ensaio, liga de Alumínio e SiC desprendido), pois o desprendimento de partículas de SiC interfere fortemente no desgaste da matriz de Alumínio, onde quanto maior o teor de SiC, menor o desgaste por abrasão, isto é, menor o volume de material removido.

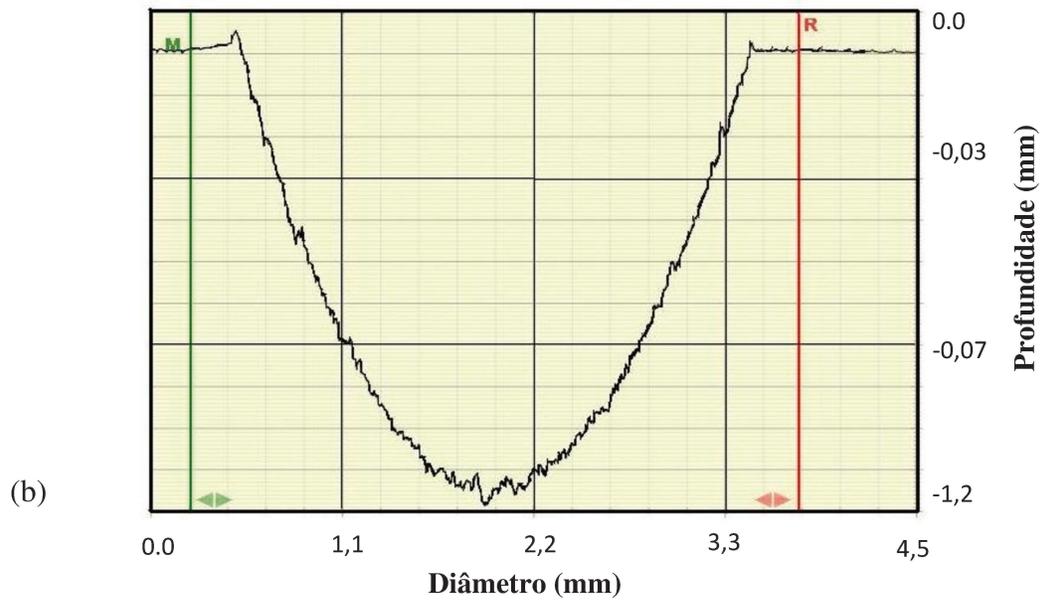
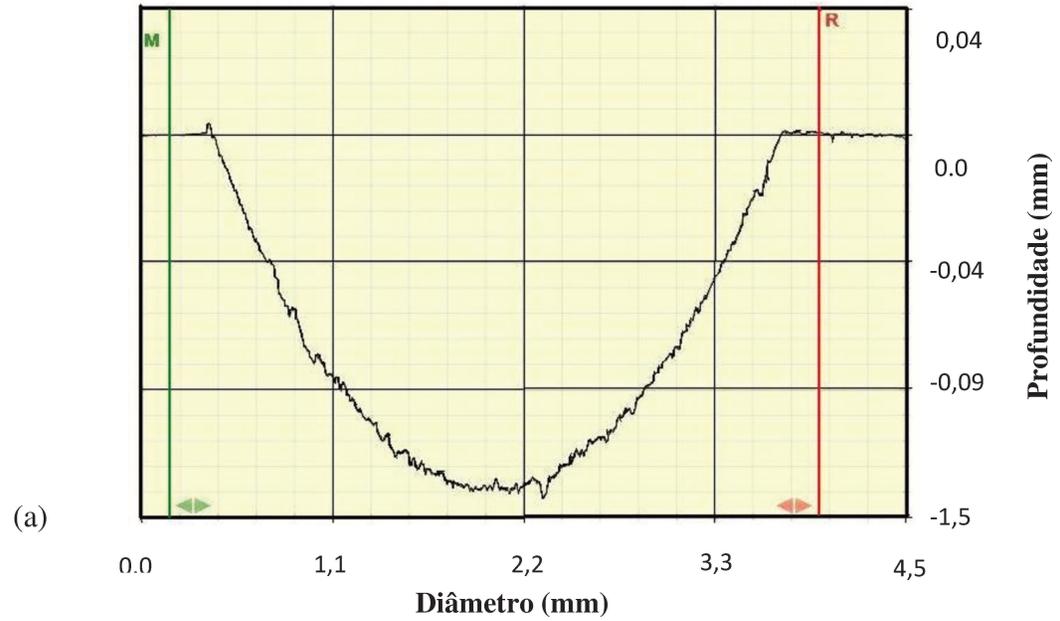
Complementando a análise do comportamento ao desgaste dos compósitos produzidos, as superfícies ensaiadas foram ainda analisadas quanto à rugosidade, por perfilometria.

As Figuras 4.48 (a), (b) e (c) mostram os perfis traçados pelo perfilômetro ao passar sobre as superfícies das calotas desgastadas dos compósitos contendo 10, 20 e 30%SiC, respectivamente. Pode-se observar diferenças em distintos aspectos dos perfis traçados, como a profundidade e o diâmetro da calota, bem como as irregularidades superficiais na região onde houve o atrito. As irregularidades notadas são representadas em forma de picos, e consequentemente as amostras com maior rugosidade apresentam maior concentração de picos por área.

Os perfis mostram que o diâmetro e a profundidade da calota diminuem, enquanto a quantidade de picos aumenta, com o aumento do teor de SiC no compósito. O aumento do teor de SiC resulta, portanto, no aumento da rugosidade; a rugosidade média foi calculada empregando-se a equação 3.6; os resultados são apresentados na Tabela 4.48.

Tabela 4.48: Valores de rugosidade média para a superfície das amostras desgastadas

Teor de SiC (% peso)	Diâmetro da calota (mm)	Ra (μm)
10	$3,33 \pm 0,01$	$0,0106 \pm 0,008$
20	$3,02 \pm 0,01$	$0,0122 \pm 0,005$
30	$2,56 \pm 0,06$	$0,0292 \pm 0,003$



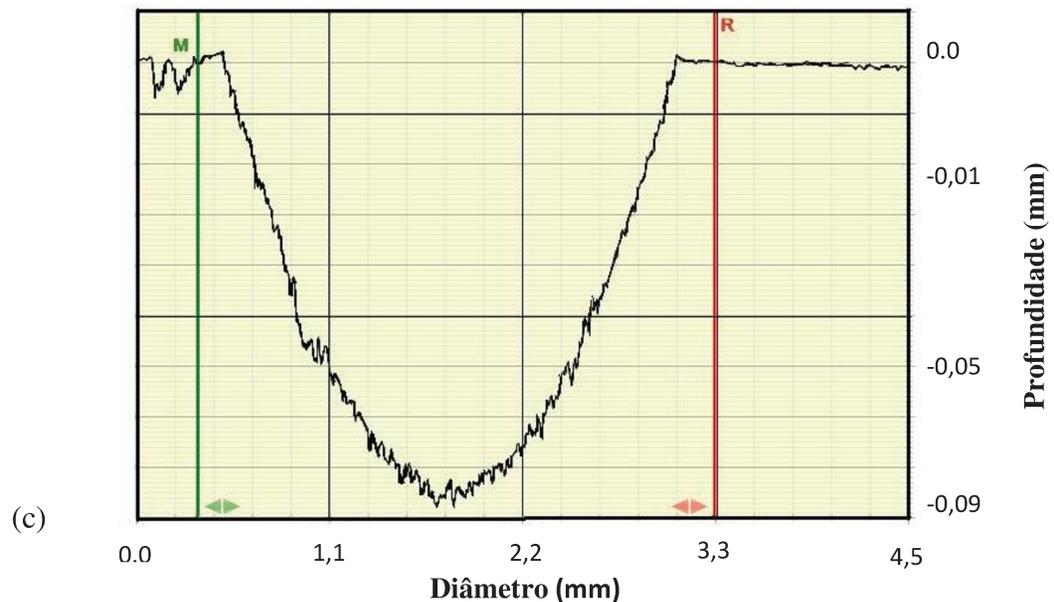


Figura 4.48: Perfis, traçados por perfilômetro, das superfícies de calotas geradas em ensaio de desgaste de compósitos AA7075 contendo diferentes teores em peso de SiC: (a) 10%; (b) 20%; (c) 30%.

Pode-se notar que houve pouca variação da rugosidade média entre as amostras com 10 e 20% de SiC, no entanto, para as amostras com 30% de SiC, a rugosidade é relativamente maior. Essa diferença no valor da rugosidade média entre as amostras pode ser explicada pela existência de maior número de partículas duras na amostra com 30% de SiC; por esse motivo, o desprendimento de partículas pode ocorrer mais intensamente durante o ensaio de abrasão do que as amostras com menor teor de SiC.

Partículas duras que se soltam da matriz durante a abrasão favorecem a rugosidade, pois tendem a riscar a matriz devido a diferença de dureza entre matriz e reforço. Este fato não implica em menor resistência ao desgaste para materiais com superfícies mais riscadas, pois o desgaste depende do volume de material removido.

Quanto maior o teor de reforço, mais superficiais são as camadas desgastadas, já que para elementos com maior teor de reforço as partículas duras reduzem o contato direto da esfera rotativa com a matriz metálica, gerando calotas com menor profundidade e menor diâmetro, ou seja, embora apresente maior rugosidade, o volume desgastado é menor.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusões

A utilização de cavacos de usinagem para fabricação de compósitos por meio do processo de tixoconformação mostrou-se viável. De modo geral, pode-se observar que é possível a produção de compósitos reforçados com SiC e com NiAl_2O_4 com qualidade satisfatória, confirmando a viabilidade de reutilização de resíduos da liga AA7075. Todos os parâmetros empregados no processo visavam, entre outros fatores, favorecer a desagregação dos glóbulos por meio da penetração das partículas de reforço nos seus contornos, fato observado em alguns casos.

Levando em conta as condições empregadas, os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir que:

- Após a etapa de moagem observou-se redução do tamanho dos cavacos de alumínio; a diminuição das dimensões é favorável à qualidade dos compósitos fabricados, uma vez que a desagregação dos glóbulos tende a ocorrer mais facilmente em cavacos com dimensões menores.
- O tempo de mistura influenciou fortemente o resultado final dos compósitos obtidos; quanto maior tempo de mistura empregado, maior a adesão das partículas de reforço sobre a superfície dos cavacos e conseqüentemente melhor dispersão de reforço na matriz.
- As distintas temperaturas empregadas para fabricação dos compósitos associadas aos três diferentes tempos de tratamento (tempo ao forno) mostrou que a obtenção de compósitos com microestrutura totalmente globular pode ser obtida a temperatura de 625°C , com tempo ao forno igual ou superior a 60 minutos.
- A adição de particulados finos de Silício e Alumina favoreceu a qualidade dos compósitos, auxiliando no preenchimento de espaços vazios entre os cavacos e reduzindo

a porosidade dos compósitos nos quais foram empregadas partículas maiores de SiC; para os compósitos nos quais foram empregadas partículas menores de SiC, o efeito conjunto dessas partículas com Silício e Al_2O_3 formaram aglomerados que dificultaram sua dispersão na matriz metálica.

- Quanto ao efeito das dimensões de partículas de reforço, dispersões mais homogêneas dependem de um compromisso entre a possibilidade de aglomeração de partículas e de sua penetração nos cavacos semi-sólidos para a promoção de sua desagregação.
- A utilização de fluoreto de cálcio (CaF_2) não apresentou influência no resultado final dos compósitos obtidos, uma vez que a maior quantidade de óxidos já é inerente aos cavacos e partículas de reforços em condição inicial.
- O emprego de $NiAl_2O_4$ como reforço mostrou-se viável à fabricação de compósitos, segundo condições empregadas, principalmente devido à facilidade de penetração no alumínio.
- O aumento do teor de reforço nos compósitos fabricados levou ao aumento da sua porosidade.
- O aumento do teor de reforço nos compósitos fabricados levou ao aumento da sua resistência mecânica e resistência ao desgaste.

5.2 Trabalhos futuros

A partir dos resultados obtidos, as seguintes sugestões para trabalhos futuros são propostas:

- Fabricação dos compósitos C4 com maior pressão de compactação e maior pressão de tixoconformação;
- Fabricação dos compósitos C10 com variáveis percentuais de SiC e realização de ensaios para avaliação das propriedades mecânicas;
- Testar outros reforços cerâmicos para fabricação de compósitos utilizando cavacos de alumínio.

Referências

ABAL. Dados referentes a reciclagem de alumínio. Disponível em: <http://www.abal.org.br/>. Acessado em agosto de 2012.

ALCAN ENGINEERED PRODUCTS, Informações sobre produtos. Disponível em: <http://mmc-assess.tuwien.ac.at/mmc/>. Acessado em agosto de 2012.

ALLISON, J. E, COLE, G. S., Metal matrix composite in the automotive industry: Opportunities and challenges, **Journal of the Minerals, Metals and Materials Society**, p. 19-24, 1993.

ALUMINIUM RECYCLING. Dados de reciclagem de ligas de alumínio. Disponível em: <http://recycling.world-aluminium.org/home.html>. Acessado em maio de 2013.

ANDREY M.et al., High thermal conductivity composite of Diamond particles with tungsten coating in a copper matrix for heat sink application. **Applied Thermal Engineering**. V. 48, p. 72-80, 2012.

ARAMI, H.; SIMCHI, A.; SEYED REIHANI, S.M. Mechanical induced reaction in Al-CuO system for in- situ fabrication of Al based nanocomposites. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 465, p. 151–156, 2007.

ASM. ASM Handbook, **Alloy Phase Diagrams**, V.3 ASM International, 1992.

ATKINSON, H. V. Alloy development for thixoforming. In 6th International Conference. On the **Semi-solid Processing of Alloys and Composites**. Proceedings, Turino, Itália, 2000. P. 443-450.

ATKINSON, H. V. Final Report for GR/M89096/01: Alloy Development for Thixoforming. **Dept of Engineering, University of Leicester**, 7p 2004.

ATKINSON, H. V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. **Progress. In: Materials Science**, V. 50, n. 3, p 341-412, 2005.

BAHR, R. J. **Estudo do processo de fabricação de pastas tixotrópicas por estímulo à**

nucleação e sua aplicação para a produção de compósitos de baixa densidade. 2012, 162f. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Introdução.** 7 ed. Rio de Janeiro, LTC, 2008.

CRISTOFOLINE, R. **Estudo da potencialidade da aplicação do Ferro Fundido Nodular ASTM A536 60740718 como matéria prima para processos de tixoconformação,** 2009, 181f. Tese (Doutorado). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

CURLE U. A, IVANCHEV, L. Wear of semi-solid rheocast SiCp/Al metal matrix composites. **Materials Letters.** Trans. Nonferrous Met. Soc. p. 852 – 856, 2010.

DANIEL B. S. S.; MURTHY, V. S. R. Nickel aluminide reinforced AlNiAl composites by pressureless infiltration. **Materials Letters.** V. 37, p.334–339, 1998.

ECK, INDUSTRIES. Informações sobre produtos fabricados, disponível em: <http://www.eckindustries.com/> . Acessado junho de 2012.

FELIPE, R. C. **Materiais Compostos.** Centro Federal de Educação do RN. Curso Superior em Tecnologia de Fabricação Mecânica, 2008.

FLEMINGS, M. C. SSM: Some thoughts on past milestones and on the path ahead. In: **6th International Conference on the Semi-solid Processing of Alloys and Composites. Proceedings.** Turin, Italy, p. 11-14, 2000.

FLEMINGS, M.C. Behavior of Metal Alloys in Semisolid State. **Metallurgical Transactions A,** V. 22-A, p.957-981, 1991.

FLEMINGS, M.C., RIEK, R.G., YOUNG, K.P, **Rheocasting, Materials Science and Engineering,** V. 25, p. 103-117, 1976.

FOGAGNOLO, J. B.; RUIZ-NAVAS, E. M.; SIMÓN, M. A.; MARTINEZ, M. A. Recycling of aluminium alloy and aluminium matrix composite chips by pressing and hot extrusion. **Journal of Materials Processing Technology,** n. 143 - 144, p. 792 – 795, 2003.

FONSECA, A. J. **Fabricação por tixo-infiltração, de materiais de baixa densidade a partir da liga AA7075 e caracterização de suas propriedades físicas e mecânicas.** 2011. 190f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

FREITAS, E. S et al. Microstructure wear behavior correlation on a directionally solidified Al–In monotecticalloy **Tribology International** V. 66, 182–186, 2013.

GATAMORTA, F. **Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011 a partir do metal no estado semi-sólido e sua caracterização metalúrgica.** 2009. 141f. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Campinas.

GIBSON, R. F. **Principles of composite material mechanics.** Vol. 218. CRC press, 2012.

GOMES, E. G. **Caracterização microestrutural, mecânica e tratamentos térmicos de material compósito Al/SiC obtido por conformação por Spray.** 1998. 110f. (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

GUO, H., YANG, X. Preparation of semi-solid slurry containing fine and globular particles for wrought aluminum alloy 2024. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China** V.17, p.799–804, 2007.

HATCH, J. E. (Editor), Aluminium: Properties and physical metallurgy, **American Society for Metals**, p. 351-378 1993.

HUNT, M. Aluminum composites come of age. **Materials Engineering**, p. 37-70, 1999.

IBRAHIM, I. A. et. al. Particulate reinforced metal matrix composites – A review. **Journal of Materials Science.** V. 26 p. 1137-1156 ,1991.

INTERNATIONAL ALUMINIUM INSTITUTE. Dados sobre produção de alumínio. Disponível em: <http://www.world-aluminium.org/>. Acessado em dezembro de 2011.

KACZAMAR J. W., PIETRZAK , K., WLOSINKI, W. The Production and application of metal matrix composite materials. **Journal of Materials Processing Technology**, V. 106, p. 58-67, 2000.

JESUS, E. S. **Obtenção e avaliação do comportamento a fadiga de compósitos de matriz de alumínio submetido a diferentes tratamentos superficiais mecânicos.** (Mestrado). 2000. 132f. (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.

KATHIRESAN, M. SORNAKUMAR, T. EDM Studies on Aluminium Alloy-Silicon Carbide Composites Developed by Vortex Technique and pressure Die Casting. **Journal of Minerals e Materials Characterization e Engineering**, Vol 9, p.79-88, 2010.

KAVALCO, P. M. **Caracterização de material composto de matriz metálica a partir de uma liga de alumínio aeronáutico reciclado.** 2011, 123f. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo, São Paulo.

KIM, J.K. MAI Y.W. Effect of interface strength on MMC properties. In: K.A, Z. C, Editora. **Comprehensive composite materials.** Pergamon Press; p 117–38, 2000.

KIUCHI, M. SUGIAMA, S., A New Process to Manufacture Semi-Solid Metals, **2^a International Conference SSP**, Cambridge, USA, 1992.

KLEINER, S. BEFFORT, O. WAHLEN, A. UGGOWITZER, P. J. Microstructure and mechanical properties of squeeze cast and semi-solid cast Mg–Al alloys, **Journal of Light Metals**, v. 2, p. 277-280, 2002.

KOPP, R.; KALLWEIT, J.; MÖLLER, T. H.; SEIDL, I. Forming and joining of commercial steel grades in the semi-solid state. **Journal of Materials Processing Technology** V. 130-131. p. 562-568 , 2002.

MAHFOUD, M. EMADI, D. Aluminium recycling – challenges and opportunities. **Advanced Materials Research**, V. 83-86, p. 571-578, 2010.

MATTHEWS F. L., RAWLINGS R. D. **Composite Materials, Engineering and Science.** Cambridge, CRC Press, 1999.

MATWEB: Material Property data. Disponível em: www.matweb.com. Acessado em fevereiro de 2012.

MIM, K. H. et al., Mechanical properties of sintered 7xxx series Al/SiCp composites. **Materials Letters** V.61, p. 2544-2546, 2007.

MOHAMMAD M. P. A., Lett.Preparation of nickel aluminate spinel by microwave heating, **Materials Letters** v. 57, p. 639-642, 2002.

MOURISCO, A. J. Preparação e caracterização de matriz de alumínio 1100 com partículas de SiC por metalurgia do pó. 1995. 101f. Dissertação (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

OLIVER, W. C., PHARR G. M., An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, **Journal of Materials Research** 7, 1564-1583, 1992.

ONAT, A. et al., Production and characterisation of silicone carbide particulate reinforced aluminum–copper alloy matrix composites by direct squeeze casting method. *Journal of Alloys and Compounds* 436, p. 375–382. 2007.

OZDEMIR, I. et al. Thixoforming of AA 2017 aluminum alloy composites. **Journal of Materials Processing Technology**. V. 211, p. 1260–1267, 2011.

PIRES, G. P. **Estudo sobre a Estabilidade, no Estado Sólido, da Liga de Alumínio A5052 Toxofundida e Viabilidade da sua Tixoestampagem**, 2005, 211f. Tese (Doutorado) Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas.

PREVITALI, B. et. al. Application of traditional investment casting process to aluminium matrix composites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, Volume, V. 10, p. 1606–1617, 2008.

PUGA, H.; BARBOSA, J.; SOARES, D.; SILVA, F.; RIBEIRO, S. Recycling of aluminium swarf by direct incorporation in aluminium melts. **Journal of Materials Processing Technology**, n. 209, p. 5195 – 5203, 2009.

ROBERT, M. H, Partial Melting as an Efficient Method to Produce Rheocast Alloy Slurries. **Trans. of Japan Foundrymens Society**, V. 12. P. 45-51, 1993.

ROVIRA, M. **Forjamento da liga AA 2011 no estado semi-sólido: Estudo do processo e do produto**. 2001. 194p. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

ŞAHIN, Y. Wear behavior of Al-Al₂O₃ reinforced composites. **Advanced Materials Research**, V. 308-310 p. 1577-1581, 2011.

SILVA, B. M. A. **Influencia da microestrutura inicial e material de molde na tixotomografia da liga A356**. 2004. 147f. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

SPENCER, D.B.; MEHRABIAN, R.; FLEMINGS, M.C. Rheological Behaviour of Sn15% Pb in Crystallisation Range. **Metallurgical Transactions A**, v.3, 1972, p.1925-1932.

SURAPPA M.K. Aluminium matrix composites: challenges and opportunities. **Sadhana**, 28 (1-2), p. 319-334, 2003.

TREIBACHER. Informações sobre produtos (SiC). Disponível em: <http://www.treibacher.com.br/>. Acesso em 27 de novembro de 2011.

UTEP Chemistry. Materials world Modules – **University of Texas El Paso. College of Science**. 2013, disponível em: materialsworld.utep.edu. Acessado em: 15/03/13

VENTURA, Ana Mafalda F.M.. **Os Compósitos e a sua aplicação na Reabilitação de Estruturas metálicas**. C.Tecn. Mat.. V. 21, pp. 10-19, 2009.

VINARCIK, EDWARD J. **High Integrity Die Casting Processes**. John Wiley&Sons, Inc., v.56, 2002, p.85-87 101-112.

ZOQUI, E. J. Morphological analysis of SSM Al-4.5 wt.% Cu measured by the rheocastquality index. **Journal of Materials Processing Technology**. v.143 144, p.195-201, 2003.